

**SERAMİK SAĞLIK GEREÇLERİNDE  
DAMAR HATALARININ GİDERİLMESİ**

Mine TAYKURT DADAY

Doktora Tezi

Seramik Mühendisliği Anabilim Dalı

Eylül 2012

## JÜRİ VE ENSTİTÜ ONAYI

**Mine TAYKURT DADAY** 'ın “**Seramik Sağlık Gereçlerinde Damar Hatalarının Giderilmesi**” başlıklı **Seramik Mühendisliği** Anabilim Dalındaki, Doktora Tezi 23.07.2012 tarihinde, aşağıdaki jüri tarafından Anadolu Üniversitesi Lisansüstü Eğitim-Öğretim ve Sınav Yönetmeliğinin ilgili maddeleri uyarınca değerlendirilerek kabul edilmiştir.

	<b>Adı - Soyadı</b>	<b>İmza</b>
Üye (Tez Danışmanı)	: Yard. Doç. Dr. Emrah DÖLEKÇEKİÇ	.....
Üye	: Prof. Dr. Ferhat KARA	.....
Üye	: Prof. Dr. Alpabut KARA	.....
Üye	: Doç. Dr. Münevver ÇAKI	.....
Üye	: Yard. Doç. Dr. Veli UZ	.....

Anadolu Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Yönetim Kurulunun  
..... tarih ve ..... sayılı kararıyla onaylanmıştır.

Enstitü Müdürü



## ÖZET

Doktora Tezi

# SERAMİK SAĞLIK GEREÇLERİNDE DAMAR HATALARININ GİDERİLMESİ

Mine TAYKURT DADAY

Anadolu Üniversitesi

Fen Bilimleri Enstitüsü

Seramik Mühendisliği Anabilim Dalı

Danışman: Yard. Doç. Dr. Emrah DÖLEKÇEKİÇ

II. Danışman: Prof. Dr. Ferhat KARA

2012, 252 sayfa

Bu tez, seramik sağlık gereçleri yüzeylerinde oluşan; çamur birleşim izi (damar), boş – masif döküm geçiş izi (boğum) gibi damar hataları ve deformasyonları ortadan kaldırmak amacıyla yürütülmüştür. Ayrıca, farklı paketleme metodları ile bunların nihai ürünün kurutma ve sinterleme davranışları üzerindeki etkileri incelenmiştir. Çalışmalar endüstriyel koşullarda Eczacıbaşı-Vitra fabrikasında gerçekleştirilmiştir. Öncelikle mevcut üretim aşamaları ve metodları referans olarak alınmış ve ardından kalıp tasarımları dolun hızları, kurutma ve pişirim pozisyonları değiştirilmiştir. Buna göre damar hatasının, çamurun kalıba dolumu ve kalıp boşluğundaki karışma derecesine bağlı olduğu belirlenmiştir. Çamur besleme yolluklarının yer, çap ve yönlerinin değişmesi ile hata yok edilmiş veya şiddeti azaltılmıştır. Ürün üzerinde bölgelerin paketlenme mekanizmasının farklı oluşu ve ölü yükler boğum izinin oluşmasında en önemli etkidir. Önem sırasına göre piroplastik deformasyon, ortam şartlarındaki hidroplastik deformasyon ve kurutmadaki küçülme hız ile pozisyonun boğum izi oluşumunda etkin olduğu belirlenmiştir. Yeni seramik sağlık gereçleri kompozisyonları wollastonit ve K-feldispat – kalsit bazlı karışımın eklenmesi ile geliştirilmiştir. Sonuçlara göre, wollastonit ilavesinde iğnemsiz taneciklerin varlığının paketlemeyi iyileştirerek kurutma ve pişirimde deformasyon eğilimini azalttığı belirlenmiştir. K-feldispat ve kalsitin varlığı, camsı faz fraksiyonunun düşük sıcaklıktaki aktivasyonunu artırarak elde edilen yüksek viskozite ile deformasyon direncini yükseltmiştir. Ayrıca, geliştirilen bünyelerin deformasyon değerinin standardinkine göre azalması ve ince kesitli döküm uygulaması, boğum ve deformasyonların olmadığı pürüzsüz yüzeylere sahip ürünlerin üretilmesini sağlamıştır.

**Anahtar Kelimeler:** Seramik sağlık gereçleri, çamur birleşim izi, boş-masif döküm geçiş izi, deformasyon.



## ABSTRACT

PhD Dissertation

# REMOVAL OF VEINLIKE DEFECTS IN CERAMIC SANITARYWARE

Mine TAYKURT DADAY

Anadolu University

Graduate school of Sciences

Ceramic Engineering Program

**Supervisor: Assoc. Prof. Dr. Emrah DÖLEKÇEKİÇ**

**Co-Supervisor: Prof Dr. Ferhat KARA**

**2012, 252 pages**

In this thesis, veinlike defects; slip meeting marks, tracks of hollow - drain cast zones and deformations on ceramic sanitaryware surfaces were investigated in order to eliminate them. Furthermore, different packing method and its effects on drying and sintering behaviour of the final product were researched. Experimental trials were performed under industrial conditions in Eczacıbaşı - Vitra Co. At first, present production stages and strategies were taken as a reference and then modifications of mould designs, casting rates, drying and firing positions were changed. It was found that, slip meeting marks were dependent on mould filling behaviour of slip and its' confusing characteristics in mould cavity. By changing moulding designs, with the changing places, radius and directions of slip feeding nozzles, slips in mould cavity had mixed effectively and slip meeting marks either removed or de-escalated. Difference of packing mechanism and dead load of products were most common factors on evolution of hollow - drain cast tracks. It was observed that, respectively pyroplastic deformation during firing, hydroplastic deformation on ambient drying conditions and drying shrinkage rate and positions of product at controlled drying had importance to constitution of hollow-drain cast tracks. By changing moulding designs, defects were removed. New ceramic sanitaryware formulations were prepared by addition of wollastonite and K-feldspar-calcite based mix. According to results, it was observed that addition of wollastonite, presence of needle-like particules makes better cast packing and deformation tendency of both drying and firing become lower. Presence of K-feldspar and calcite raises activation of glassy phase fraction at low temperature and due to obtained high viscosity, resistance to deformation increases. Additionally, the achievement of a lower deformation value in the experimental compositions in comparison to the reference composition and thinner casting suggest that the smooth product surfaces without deformations and hollow - drain cast zone tracks.

**Keywords:** Ceramic sanitaryware, slip meeting marks, hollow – drain cast tracks, deformation.

## TEŞEKKÜR

Tez çalışmalarım boyunca bilgi, hoşgörü ve yardımlarını her daim yanımda bulduğum; üzerimde çok büyük emekleri olan ve kendileriyle çalışmaktan gurur duyduğum saygıdeğer danışman hocalarım Yard. Doç. Dr. Emrah DÖLEKÇEKİÇ' e ve Prof. Dr. Ferhat KARA' ya,

Çalışmaların yönlendirilmesi ve değerlendirilmesinde değerli görüşleriyle çalışmalarına ışık tutan tez jürimdeki hocalarım Prof. Dr. Alpagut KARA' ya ve Doç. Dr. Münevver ÇAKI' ya,

Çalışmalarım süresince endüstriyel danışmanlığımı yapan Eczacıbaşı Yapı Gereçleri Fabrikası Teknik Müdürü Sayın Burhan TECEN' e ve Fabrika Müdürü Sayın Mehmet MERCAN' a, çalışma arkadaşlarım başta olmak üzere emeği geçen tüm çalışanlara,

Malzeme Bilimi ve Mühendisliği Bölümü ve Seramik Araştırma Merkezi bünyesinde yer alan ve çalışmalarımda emeği geçen tüm büyüklerime ve çalışma arkadaşlarıma,

Hayatın zorlukları karşısında çıkış yolumu bulmamı sağlayan Prof. Dr. Hasan MANDAL' a ve Prof. Dr. Serap KARA' ya,

Yardım ve dostlukları için, en başta kadim dostum Ferdi ÖZDAMAR' a, Nenad MILENKOVIC' e, Seyit TUĞRUL' a, Melahat ERDAĞ' a, Hayriye ve Erdal ATABEK' e, Özlem ULU' ya ve Emel OYTAÇ' a,

Bütün eğitim ve öğretim hayatım boyunca bana destek olan ve mühendislik yaşantımın mimarları, öğretmenim Fatma AYDIN ve anneannem Sebahat BAYRAKTAR' a,

Hayatıma anlam katan kardeşlerim Nilgün TAYKURT DEMİR ve Elif DADAY' a, annelerim Sema TAYKURT ve Gülfer DADAY' a, babalarım Salim TAYKURT ve Oktay DADAY' a,

Son olarak, bana her anlamda yardımcı olan yol arkadaşım, eşim Mustafa DADAY' a sonsuz teşekkür ve minnetlerimi sunarım.

Mine TAYKURT DADAY

2012

# İÇİNDEKİLER

## Sayfa

ÖZET .....	i
ABSTRACT .....	ii
TEŞEKKÜR .....	iii
İÇİNDEKİLER .....	iv
ŞEKİLLER DİZİNİ .....	ix
ÇİZELGELER DİZİNİ .....	xix
SİMGELER VE KISALTMALAR DİZİNİ .....	xxiv

<b>1. GİRİŞ</b> .....	<b>1</b>
1.1. Seramik Sağlık Gereçleri .....	2
1.1.1. Seramik hammaddeleri ve yardımcı malzemeler.....	4
1.1.1.1. Killer ve kaolenler .....	4
1.1.1.2. Ergiticiler.....	5
1.1.1.3. Dolgu malzemeleri .....	6
1.1.1.3. Dolgu malzemeleri .....	7
1.1.1.4. Yardımcı malzemeler .....	7
1.1.2. Seramik sağlık gereçleri üretim süreci .....	8
1.1.3. Reoloji ve şekillendirilmede etkin parametreler .....	11
1.1.3.1. Seramik sağlık gereçleri üretiminde kullanılan çamurunun özellikleri.....	11
1.1.3.2. Dökümün özellikleri.....	12
1.1.3.3. Alçı kalıbın özellikleri.....	22
1.1.3.4. Döküm tezgâhları .....	22
1.1.3.5. Çamurun kalıplara beslenmesi .....	23
1.1.3.6. Çamur dolum hızı.....	23
1.1.3.7. Kalıp açma ve rötuş.....	23
1.1.4. Kurutma .....	24

1.1.5. Pişirim Etkisi .....	27
1.1.5.1. Seramik sağlık gereçleri pişiriminde meydana gelen reaksiyonlar .....	28
1.1.5.2. Viskoz akış sinterlemesi (vitrifikasyon) .....	32
1.1.5.3. Seramik sağlık gereçleri bünyelerinin sinterleme aşamaları .....	38
1.1.6. Seramik sağlık gereçlerinde deformasyon .....	43
1.2. Amaç ve Önem .....	48
1.3. Tezin Yapılanması .....	48

## **2. DENEYSEL ÇALIŞMALAR** **51**

2.1. Ürün Hakkında Genel Bilgi .....	51
2.2. Numune Alma ve Kodlama Sistematiği .....	55
2.3. Kullanılan Karakterizasyon ve Test Yöntemleri .....	55
2.3.1. Mineralojik faz analizi .....	55
2.3.2. Ateş zayıtının belirlenmesi .....	55
2.3.3. Kimyasal analiz .....	56
2.3.4. Tane boyut iriliği ve dağılımı ölçümü .....	56
2.3.5. Termogravimetrik ve diferansiyel termal analiz (TG-DTA) .....	57
2.3.6. Stereo mikroskop çalışmaları .....	57
2.3.7. Litre ağırlığı ölçümü .....	57
2.3.8. Akma zamanı ölçümü .....	57
2.3.9. Çanak testi .....	58
2.3.10. Boyut değişiminin ölçümü .....	58
2.3.11. Mukavemet ölçümü .....	59
2.3.12. Su emme ölçümü .....	60
2.3.13. Deformasyon ölçümü .....	61
2.3.14. Ürün yüzeyindeki deformasyonun tayini .....	62
2.3.15. Optik dilatometre .....	63
2.3.16. Isı mikroskobu .....	64
2.3.17. Mikroyapı analizi .....	65

<b>3. KARAKTERİZASYON ÇALIŞMALARININ SONUÇLARI</b>	<b>66</b>
3.1. Hammaddelerin Karakterizasyon Sonuçları .....	66
3.2. Çamurun Karakterizasyon Sonuçları .....	84
3.3. Bünyenin Karakterizasyon Sonuçları .....	85
<b>4. DAMAR HATASININ TESPİTİ VE GİDERİLMESİNE YÖNELİK ÇALIŞMALAR</b>	<b>88</b>
4.1. Problemin Tanımı .....	88
4.2. Damar Hatası ile İlgili Literatür Bilgisi .....	91
4.3. Test Sonuçları ve Tartışma .....	93
4.3.1. Mineralojik ve faz analiz sonuçları .....	95
4.3.2. Kimyasal ve ısıl analiz sonuçları .....	98
4.3.3. Mikroyapı analiz sonuçları .....	102
4.3.4. Optik dilatometre analiz sonuçları .....	108
4.3.5. Tomografik analiz sonuçları .....	108
4.3.6. Döküm değişkenlerinin etkilerinin incelenmesi .....	110
4.3.6.1. Kalıbın incelenmesi .....	110
4.3.6.2. Çamur hareketinin tayin edilmesine yönelik çalışmalar .....	111
4.3.6.3. Dolum basıncının etkisinin belirlenmesi .....	117
4.3.6.4. Dolum süresinin etkisinin belirlenmesi .....	117
4.3.6.5. Çamurun reolojisinin değiştirilmesi .....	118
4.3.6.6. Kalıpta yapılan değişikliklerin etkilerinin incelenmesi .....	122
4.3.7. Kurutmanın damar hatası üzerindeki etkisinin belirlenmesi .....	125
4.3.8. Pişirimin hata oluşumları üzerindeki etkisinin belirlenmesi .....	127
4.3.8.1. Pişirim sürecinin incelenmesi .....	128
4.3.8.2. Pişirim sıcaklığının incelenmesi .....	129
4.4. Bölüm Sonuçları .....	131

<b>5. BOĞUM HATASININ TESPİTİ VE GİDERİLMESİNE YÖNELİK ÇALIŞMALAR</b>	<b>135</b>
5.1. Problemin Tanımı .....	135
5.2. Boğum Hatası ile İlgili Literatür Bilgisi .....	136
5.3. Test Sonuçları ve Tartışma .....	137
5.3.1. Kimyasal ve ısıl analiz sonuçları .....	137
5.3.2. Tane boyut analiz sonuçları .....	142
5.3.3. Kurutmanın hata oluşumları üzerindeki etkisinin belirlenmesi .....	159
5.3.4. Pişirimin hata oluşumları üzerindeki etkisinin belirlenmesi .....	161
5.3.4.1. Pişirim sürecinin incelenmesi .....	161
5.3.4.2. Pişirim sıcaklığının incelenmesi .....	164
5.3.5. Ürünün farklı paketlenmiş bölgelerinin sinterleme davranışının değerlendirilmesi .....	166
5.3.6. Su emme sonuçları .....	187
5.4. Bölüm Sonuçları .....	189
<b>6. DEFORMASYONUN AZALTILMASINA YÖNELİK ÇALIŞMALAR</b>	<b>195</b>
6.1. Problemin Tanımı .....	195
6.2. Deformasyon ile İlgili Literatür Bilgisi .....	199
6.3. Test Sonuçları ve Tartışma .....	200
6.3.1. Pişirim sıcaklığının incelenmesi .....	201
6.3.2. Mamul üzerindeki yükün azaltılması çalışması .....	205
6.3.3. Pişirim denemeleri sonuçları .....	208
6.4. Deformasyonu Azaltıcı Yönde Yapılan Kompozisyon Çalışmaları .....	209
6.5. Bölüm Sonuçları .....	232
<b>7. GENEL SONUÇLAR</b>	<b>234</b>

<b>8. ÖNERİLER</b>	<b>237</b>
<b>KAYNAKLAR</b>	<b>238</b>

## ŞEKİLLER DİZİNİ

1.1.	Sağlık gereçleri üretim akış şeması.....	10
1.2.	Boş döküm ve masif döküm yöntemleri .....	12
1.3.	Birikimli (Clogging) efekti açıklamak için Hampton ve arkadaşları tarafından oluşturulan model .....	13
1.4.	Farklı flokulasyon seviyelerinde çamurlar.....	14
1.5.	Yekpare ve üç parçalı kalıplar .....	15
1.6.	Kek büyümesi .....	15
1.7.	(a) Kek içinde su akışı ve (b) kek büyümesinin bilgisayar simülasyonu .....	16
1.8.	Döküm ile şekillendirilen ham bünyede, döküm esnasındaki su akış yönü, analiz edilen A ve B düzlemleri ve bu düzlemlerdeki partiküllerin paketlenme yapılarının şematik gösterimi .....	17
1.9.	Döküm ile şekillendirilen ham bünyede, ortam şartlarındaki kurutma esnasında su akış yönü, analiz edilen A ve B düzlemleri ve bu düzlemlerdeki partiküllerin paketlenme yapılarının şematik gösterimi .....	18
1.10.	Analiz edilen prototip modeller .....	19
1.11.	Şekil 1.10.'da belirlenen modellerin 10 mm. içerden hız dağılımları .....	20
1.12.	Şekil 1.10.'da belirlenen modellerin akım çizgisi dağılımları .....	21
1.13.	(a) Por ve küçülme suyu, (b) por suyu, (c) absorbe suyu, (d) kuru kil .....	26
1.14.	Sinterlemenin ilk aşamalarında malzeme transferi için alternatif bölgeler .....	33
1.15.	Viskoz akışla gerçekleşen yoğunlaşma.....	33
1.16.	Sinterleme prosesinin son aşamalarına doğru kapalı (izole) por içeren kütle.....	36

1.17.	Endüstriyel porselen bünyesi için sabit hızda sinterleme eğrisi ..	40
1.18.	Deformasyon test çubuğu, sonlu elemanlar modeli .....	43
1.19.	Deformasyon sonrası test çubuğunda ağırlık ile yük yer değişimleri .....	44
2.1.	Klozetin (a) yandan, (b) üstten, (c) arkadan görünüşü .....	51
2.2.	Rezervuar ve klozetin ayrı ayrı gösterimi .....	51
2.3.	Klozetin gövdesi, yan yüzeyi, ring bölgesi, ayak sütunu.....	52
2.4.	Hazne içi, rezervuar oturma yüzeyi, temiz su girişi, kapak montaj yüzeyi ve delikleri.....	53
2.5.	Sifona temiz su girişi, sifon altı, pis su çıkışı, hazne boşluğunun arka çeperi, ayak blokları, perdenin görünüşü .....	53
2.6.	Takoz bölgesinin yandan ve arkadan, teknik resim ve ürün fotoğrafi üzerindeki konumu.....	54
2.7.	(a) Pişirim öncesi, (b) pişirim sonrası deformasyon çubukları, (c) deformasyon ölçümü .....	62
2.8.	Ürün yüzeyindeki deformasyonun belirlenmesinde kullanılan tasarım tarağı ve sentil çakısı .....	63
3.1.	Kil-1'e ait XRD paterni .....	69
3.2.	Kil-2'ye ait XRD paterni .....	69
3.3.	Kil-3'e ait XRD paterni .....	70
3.4.	Kil-4'e ait XRD paterni .....	70
3.5.	Kuvarsa ait XRD paterni.....	70
3.6.	Kaolen-1'e ait XRD paterni .....	71
3.7.	Kaolen-2'ye ait XRD paterni .....	71
3.8.	Feldispat-1'e ait XRD paterni.....	71
3.9.	Feldispat-2'ye ait XRD paterni.....	72
3.10.	Kalsite ait XRD paterni.....	72
3.11.	Dolomite ait XRD paterni.....	72

3.12.	Spodümene ait XRD paterni .....	73
3.13.	Borlu firite ait XRD paterni .....	73
3.14.	Kaolen-1 e ait TG ve DTA analizi .....	75
3.15.	Kaolen-2'ye ait TG ve DTA analizi.....	75
3.16.	Kil-1' e ait TG ve DTA analizi .....	76
3.17.	Kil-2 'ye ait TG ve DTA analizi .....	76
3.18.	Kil-3' e ait TG ve DTA analizi .....	77
3.19.	Kil-4' e ait TG ve DTA analizi .....	77
3.20.	Kil-5' e ait TG ve DTA analizi .....	78
3.21.	Kuvarsa ait TG ve DTA analizi .....	78
3.22.	Feldispat-1' ye ait TG ve DTA analizi .....	79
3.23.	Feldispat-2' ye ait TG ve DTA analizi .....	79
3.24.	Vollastonite ait TG ve DTA analizi .....	80
3.25.	Kalsite ait TG ve DTA analizi .....	80
3.26.	Dolomite ait TG ve DTA analizi .....	81
3.27.	Spodümene ait TG ve DTA analizi.....	81
3.28.	Borlu firite ait ısı mikroskobu analizi sonucu .....	83
3.29.	Borlu firitin yumuşama sıcaklığından sonra sergilediği ergime davranışı.....	84
3.30.	Standart çamura ait tane boyut dağılım grafiği.....	85
3.31.	Standart pişmiş bünyeye ait XRD paterni.....	86
3.32.	Standart çamurun (N1) ısıl analiz sonuçları.....	87
4.1.	(a) Sırlanmamış ham ürün üzerinde karşıdan ve kesitten, (b) sırlanmamış üründe karşıdan, (c) sırlı ve pişmiş ürün üzerinde rezervuar oturma yüzeyinden (d) pişmiş ürünün sırsız bölgesinde bulunan çamur birleşim (damar) izinin görüntüleri...	89
4.2.	Üretimde farklı ürünlerden alınan çeşitli geometri ve genliklerdeki çamur birleşim izlerinin görüntüsü .....	90

4.3.	Seramik izolatör şekillendirilmesinde kullanılan çamur besleme düzeneği, kalıp ve döküm parçası.....	93
4.4.	Üretimde gözlemlenen farklı tiplerdeki çamur birleşim izlerine ait şematik görünüm.....	93
4.5.	Damar numunesinin stereo mikroskop görüntüsü ve şematik gösterimi .....	94
4.6.	Tepe noktasında genliği Şekil 4.5.'dekine oranla daha düşük olan damar numunesinin stereo mikroskop görüntüsü .....	95
4.7.	(a) Çamur birleşim izi içeren (damar) ve (b) içermeyen (düz) bölgelerin farklı yüksekliklerinden alınan XRD analiz paternleri	96
4.8.	Çamur birleşim izi içeren (damar) ve içermeyen (düz) pişmiş bölgelerden alınan XRD analiz paternleri.....	97
4.9.	Çamur birleşim izi ( N2) numunesine ait TG ve DTA analizleri	100
4.10.	Boş döküm (N3) numunesine ait TG ve DTA analizleri .....	100
4.11.	Düz bölgeden çamur birleşim izinin olduğu bölgeye doğru oluşan şişkinliğin açisal ölçümünün gerçekleştirildiği alan (pişmiş bünye)(70 büyütme).....	102
4.12.	Şekil 4. 11.'de detayları verilen, düz bölgeden çamur birleşim izinin olduğu bölgeye doğru oluşan şişkinliğin açisal ölçümü (pişmiş bünye) (70 büyütme, mikron bar = 200 µm).....	103
4.13.	Çamur birleşim izine ait yüzeyden alınmış mikroyapı görüntüsü (ham bünye) (100 büyütme, mikron bar = 100 µm) .....	103
4.14.	Çamur birleşim izine ait yüzeyden alınmış yükselti farkını ve analizde meydana gelen yüzey şarjlanmasını gösteren mikroyapı görüntüsü (ham bünye) (500 büyütme, mikron bar = 30 µm).....	104

4.15.	Çamur birleşim izinin olduğu bölgede yüzeydeki ince partiküllerin paketlemesini ve analizde yüzey şarjlanmasını gösteren mikroyapı görüntüsü (ham bünye-numune 45 <sup>0</sup> 'lik açı ile analiz edilmiştir) (500 büyütme, mikron bar=100µm).....	104
4.16.	Çamur birleşim izinin olduğu bölgede partiküllerin paketlemesini gösteren mikroyapı görüntüsü (ham bünye-kesit) (5000 büyütme, mikron bar=10µm) .....	105
4.17.	Çamur birleşim izine ait kırık yüzeyden alınmış mikroyapı görüntüsü (ham bünye, mikron bar = 10 µm).....	105
4.18.	İki çamurun birleştiği bölgede partiküllerin paketlemesini gösteren mikroyapı görüntüsü (ham bünye) (2000 büyütme, mikron bar=10µm).....	106
4.19.	Çamur birleşim izine ait yüzeyden alınmış mikroyapı görüntüsü (ham bünye)(5000 büyütme, mikron bar = 10 µm) .....	107
4.20.	Çamurdaki hataların tespitine yönelik yapılan tomografi çalışması.....	109
4.21.	Çamur hareketini gözlemek üzere hazırlanan klozetin şematik görüntüsü .....	111
4.22.	Saydam pencere kalıbın üstten görünüşü .....	111
4.23.	Renkli döküm denemesinde kesilen klozetin et kalınlığı boyunca farklı yolluklardan beslenen çamurların kesit görüntüsü.....	113
4.24.	Renkli döküm denemesinde kesilen klozetin iç kısmında, farklı yolluklardan beslenen çamurların ürün üzerindeki konumu ve süzüntü izleri .....	114
4.25.	Renkli döküm denemesinde çatlak görünümü .....	116
4.26.	Renkli çamur denemesi ile üretilen ürünün karşıdan ve üstten görünüşü .....	116

5.1.	Ürün yüzünde boş ve masif döküm bölgelerinin yerlerinin şematik olarak gösterimi .....	135
5.2.	Ürün üzerindeki boğum izi ve deformasyonun tasarım tarağı ile gösterimi .....	136
5.3.	Y yönüne paralel N4 bölgesinden alınan numunenin ısı analiz sonucu.....	139
5.4.	X yönüne paralel N5 bölgesinden alınan numunenin ısı analiz sonucu.....	140
5.5.	Z yönüne paralel N6 bölgesinden alınan numunenin ısı analiz sonucu.....	140
5.6.	Numune alınmış ürünün çeşitli açılardan çekilmiş fotoğrafları....	142
5.7.	Tane boyut ölçümü için numune alınan bölgelerin konumlarının şematik gösterimi .....	144
5.8.	Ürünün farklı bölgelerinden alınan numunelerin $d(50)(\mu\text{m})$ değerleri .....	145
5.9.	Ürünün farklı bölgelerinden alınan numunelerin (arkadan öne ve tabandan yukarıya doğru) tane boyut dağılımı ölçümü sonucunda belirlenmiş SSA ( $\text{m}^2/\text{g}$ ) değerleri.....	146
5.10.	Şekil 5.9.' da gösterilen SSA ( $\text{m}^2/\text{g}$ ) sonuçlarının aynı eğri üzerinde gösterimi.....	146
5.11.	4. Bölgeden alınan numunelerin $d(50)(\mu\text{m})$ değerleri .....	147
5.12.	Ürünün 4. bölgesinden alınan numunenin tane boyut dağılımı ölçümü sonucunda belirlenmiş SSA ( $\text{m}^2/\text{g}$ ) değerleri.....	148
5.13.	5. Bölgeden alınan numunelerin $d(50)(\mu\text{m})$ değerleri .....	149
5.14.	6. Bölgede dışardan içeriye doğru 9 cidarın* SSA ( $\text{m}^2/\text{g}$ ) değerleri.....	149
5.15.	6. Bölgeden alınan numunelerin $d(50)(\mu\text{m})$ değerleri .....	150
5.16.	6. Bölgede dışardan içeriye doğru 9 cidarın*	

	SSA ( $m^2/g$ ) değerleri.....	151
5.17.	7. Bölgeden alınan numunelerin $d(50)(\mu m)$ değerleri .....	152
5.18.	8. Bölgede dışardan içeriye doğru 3 cidarın* SSA ( $m^2/g$ ) ve $d(10)$ , $d(50)$ , $d(90)\mu m$ değerleri .....	152
5.19.	8. Bölgeden alınan numunelerin $d(50)(\mu m)$ değerleri .....	153
5.20.	8. Bölgede dışardan içeriye doğru 3 cidarın* SSA ( $m^2/g$ ) değerleri .....	154
5.21.	Her kalıptan, aynı yükseklikten ve aynı boyutta numune alınması sırasında izlenen yöntem.....	155
5.22.	Tezgâh boyunca tüm kalıpların aynı bölgeden alınan numunelerin $d(50)\mu m$ değerleri .....	155
5.23.	Segregasyon etkisinin belirlenmesi için alınan numunelerin ürün üzzerindeki konumunun şematik gösterimi .....	157
5.24.	Şekil 5.23. 'de konumları görülen bölgelerin $d(50)\mu m$ değerleri .	158
5.25.	Sürekli pişirim periyodunda bünyenin sinterlenme davranışı ve fleks sıcaklığının tespiti .....	167
5.26.	Çizelge 5.16. 'nın uygulanması ile elde edilen sıcaklığa karşılık % genleşme eğrileri.....	169
5.27.	Çizelge 5.17.'ye uygun yapılan optik dilatometre analizi sonucu .....	171
5.28.	Numune alınan boş ve masif döküm bölgelerinin şematik gösterimi .....	172
5.29.	Boş ve masif döküm bölgelerinden alınan numunelerin sinterlenme davranışı .....	172
5.30.	Boş ve masif döküm bölgelerinin kesiti boyunca incelenen numunelerin konumlarının şematik gösterimi .....	173
5.31.	Masif döküm bölgesinin kesiti boyunca analiz edilen numunelerin sinterlenme davranışı .....	174

5.32.	Boş döküm bölgesinin kesiti boyunca analiz edilen numunelerin sinterlenme davranışı .....	176
5.33.	Boya paralel numunenin sinterlenme davranışı .....	178
5.34.	Farklı sayıdaki kalıplar tarafından şekillendirilen bölgelerden alınan numunelerin sinterlenme davranışı .....	179
5.35.	Sifon arkasından alınan numunenin sinterlenme davranışı .....	180
5.36.	Aynı bölgeden alınan yatay ve dikey numunelerin sinterlenme davranışı .....	182
5.37.	Aynı yatay ekseninde ürünün arkadan öne doğru sinterlenme davranışı .....	183
5.38.	Takoz ve çevresindeki bölgelerden alınarak incelenen numunelerin konumlarının şematik gösterimi .....	184
5.39.	Tepe sıcaklığında 30. dk 'da % küçülme değerleri ve eğrilerin relatif durumu.....	185
5.40.	Tepe sıcaklığında 0. dk 'da % küçülme değerleri ve eğrilerin relatif durumu.....	186
5.41.	Farklı paketlenme özelliğindeki ürün bölgelerinin % küçülme değerleri ve eğrilerin relatif durumu .....	
5.42.	Ürünün farklı bölgelerinden alınan numunelerin konumlarının şematik gösterimi .....	188
6.1.	Ürün üzerindeki deformasyonun görünüşü.....	196
6.2.	Ürün üzerindeki deformasyonun ışık ile gözlemlenmesi ile tasarım tarağı ve sentil çakısı kullanılarak ölçülmesi .....	196
6.3.	Farklı ürünlerin yüzeylerinde tasarım tarağı ile belirlenmiş deformasyon tiplerinin şematik görünüş ve fotoğrafları.....	197
6.4.	Farklı ürünlerin yüzeylerinde tasarım tarağı ile belirlenmiş deformasyonların görünüşü .....	198

6.5.	Farklı tepe sıcaklıklarında pişirilmiş ürünlerin yüzeylerinde gözlemlenen en belirgin deformasyonların tasarım tarağı ve sentil çakısı ile ölçülmesi .....	201
6.6.	Fiili elde edilen sıcaklığa bağlı toplu küçülme (%) ve su emme (%) değerleri .....	202
6.7.	Fiili elde edilen sıcaklığa bağlı deformasyon (mm) değerleri .....	203
6.8.	Farklı bölgeleri kesilen ürünlerin şematik gösterimi .....	205
6.9.	Ringsiz pişirilen klozetin ön bölgesinde ışık taraması.....	206
6.10.	(a) Belirgin hatalar içeren ve (b) ringsiz pişirilen ürünün ön ortasında boğum izi ve deformasyonların görünüşü.....	206
6.11.	Haznesi kesilerek pişirilen ürünün ön ortasında boğum izi ve deformasyonların görünüşü .....	207
6.12.	I. Grup reçetelerde kompozisyonun değişimine bağlı olarak fiziksel özelliklerin değişimi.....	212
6.13.	C-3 reçetesi ile üretimi yapılan ince kesitli ürünün (a) karşıdan, (b) orta kesitten görünüşü (c) ve (d) tasarım tarağı ile yüzey deformasyonlarının belirlenmesi .....	213
6.14.	II. Grup reçetelerde kompozisyonun değişimine bağlı olarak fiziksel özelliklerin değişimi.....	216
6.15.	III. Grup reçetelerde kompozisyonun değişimine bağlı olarak fiziksel özelliklerin değişimi.....	218
6.16.	III. Grup reçetelerde kompozisyonun değişimine bağlı olarak fiziksel özelliklerin değişimi.....	223
6.17.	Tane boyut ve dağılımının etkilerinin belirlenmesinde kullanılan kuvarsların tane boyut dağılım eğrileri .....	227
6.18.	Farklı kuvars tane boyutları kullanılarak üretilen bünyelerin mikroyapı görüntüleri (5000 büyütme, mikron bar=10 µm) .....	231
6.19.	Kalıntı kuvars taneleri, transgranüler ve intergranüler	

	çatlaklar ile EDX sonuçları (mikron bar=10 $\mu\text{m}$ ).....	232
6.20.	Standart bünyenin (a) mikroyapı görüntüsü (b) elementel haritası (1000 büyütme) .....	232
6.21.	T10 reçetesinin (a) mikroyapı görüntüsü (b) elementel haritası (1000 büyütme) .....	232
6.22.	T45 reçetesinin (a) mikroyapı görüntüsü (b) elementel haritası (1000 büyütme) .....	233
6.23.	T63 reçetesinin (a) mikroyapı görüntüsü (b) elementel haritası (1000 büyütme) .....	233
6.24.	T100 reçetesinin (a) mikroyapı görüntüsü (b) elementel haritası (1000 büyütme) .....	233
6.25.	T100/300 reçetesinin (a) mikroyapı görüntüsü (b) elementel haritası (1000 büyütme) .....	233

## ÇİZELGELER DİZİNİ

1.1.	Seramik sağlık gereçlerine yönelik standartlar .....	3
1.2.	Ağdalı akışta sinterleme evrelerine göre etken olan modeller ve faktörler.....	40
3.1.	Hammaddelerinin % ağırlıkça kimyasal analizleri .....	66
3.2.	Hammaddelerin fiziksel özellikleri .....	67
3.3.	Hammaddelerin tane boyutları .....	67
3.4.	Hammaddelerin XRD sonuçları .....	68
3.5.	Hammaddelerin MAUD yazılımı ile belirlenmiş mineralojik faz içerikleri.....	68
3.6.	Hammaddelerin ısı analiz sonuçları .....	82
3.7.	Borlu firite ait kritik sıcaklık değerleri.....	83
3.8.	Çamurun özellikleri.....	84
3.9.	Standart çamura ait tane boyut dağılım değerleri.....	85
3.10.	Standart çamurun % ağırlıkça oksit değeri (XRF ile belirlenen) ...	85
3.11.	Bünyenin fiziksel özellikleri .....	87
4.1.	Ham damarlı ve düz bölgelerden alınan farklı yüksekliklerdeki numunelerin MAUD yazılımı ile belirlenen mineralojik faz % 'leri.....	97
4.2.	Pişmiş damarlı ve düz bölgelerin MAUD yazılımı ile belirlenen faz %'leri .....	98
4.3.	Farklı bölgelerden alınan ham bünyelerin XRF ile belirlenmiş kimyasal kompozisyonu .....	98
4.4.	Farklı bölgelerin ısı analiz sonuçları .....	101
4.5.	Çizelge 4.3. 'deki bölgelerin tane boyut dağılım verileri.....	101
4.6.	Standart olarak belirlenen reçete .....	118
4.7.	Farklı reolojilerdeki çamurların deneme sonuçları .....	120
4.8.	Hammaddelerin %-1 µm değerleri.....	121

4.9.	Çamurların tane boyutları.....	121
4.10.	Bünyenin fiziksel özellikleri .....	122
4.11.	Ürünün pozisyonları.....	125
4.12.	Farklı endüstriyel kurutma programlarının hata oluşumları üzerine etkileri.....	126
4.13.	Ortamda bekleme ve kurutma pozisyonlarına bağlı olarak hataların değişimi .....	127
4.14.	Ortamda bekleme, kurutma ve pişirim pozisyonlarına bağlı olarak çamur birleşim izinin değişimi.....	128
4.15.	Elektrikli fırında, farklı tepe sıcaklıklarında gerçekleştirilen pişirimlerin sonuçları.....	130
5.1.	Ürünün farklı bölgelerinden alınan numunelerin kimyasal analizi (XRF ile belirlenen).....	138
5.2.	Farklı yönlerde paketlenen bölgelerin ısı analiz sonuçları.....	141
5.3.	Ürün genelinden alınan farklı bölgelerin spesifik yüzey alanı (SSA, m <sup>2</sup> /g) ve d(10), d(50), d(90)µm değerleri .....	143
5.4.	Şekil 5.7. 'deki bölgelerin spesifik yüzey alanı (SSA, m <sup>2</sup> /g) ve d(10), d(50), d(90)µm değerleri .....	145
5.5.	4. Bölgede dışardan içeriye doğru 11 cidarın* SSA (m <sup>2</sup> /g) ve d(10), d(50), d(90)µm değerleri.....	147
5.6.	5. Bölgede dışardan içeriye doğru 8 cidarın* SSA (m <sup>2</sup> /g) ve d(10), d(50), d(90)µm değerleri .....	148
5.7.	6. Bölgede dışardan içeriye doğru 9 cidarın* SSA (m <sup>2</sup> /g) ve d(10), d(50), d(90)µm değerleri .....	150
5.8.	7. Bölgede dışardan içeriye doğru 3 cidarın* SSA (m <sup>2</sup> /g) ve d(10), d(50), d(90)µm değerleri .....	151
5.9.	8. Bölgede dışardan içeriye doğru 3 cidarın* SSA (m <sup>2</sup> /g) ve d(10), d(50), d(90)µm değerleri .....	153

5.10.	Farklı endüstriyel kurutma programlarının hata oluşumları üzerine etkileri.....	160
5.11.	Ortamda bekleme ve kurutma pozisyonlarına bağlı olarak hataların değişimi .....	160
5.12.	Ortamda bekleme, kurutma ve pişirim pozisyonlarına bağlı olarak hataların değişimi .....	162
5.13.	Açılı pişirim denemelerinde ürün pozisyonlarının şematik gösterimi .....	163
5.14.	Elektrikli fırında, farklı tepe sıcaklıklarında gerçekleştirilen pişirimlerin sonuçları.....	165
5.15.	Şekil 5.25. 'de uygulanan ısıtma programı ve elde edilen fiziksel sonuçlar.....	167
5.16.	Farklı tepe sıcaklıklarında uygulanan ısıtma programları.....	169
5.17.	Tepe sıcaklığında 30 dk. beklenen ısıtma programı.....	171
5.18.	Boş ve masif döküm bölgelerinin optik dilatometre analiz sonuçları.....	173
5.19.	Masif döküm bölgesinin kesiti boyunca yapılan optik dilatometre analiz sonuçları.....	175
5.20.	Boş döküm bölgesinin kesiti boyunca yapılan optik dilatometre analiz sonuçları .....	177
5.21.	Boya paralel numunenin optik dilatometre analiz sonucu .....	178
5.22.	Farklı sayıdaki kalıplar tarafından şekillendirilen bölgelerden alınan numunelerin optik dilatometre analiz sonucu.....	180
5.23.	Sifon arkasından alınan numunenin optik dilatometre analiz sonucu .....	181
5.24.	Aynı bölgeden alınan dikey ve yatay numunelerin optik dilatometre analiz sonucu.....	182

5.25.	Aynı yatay eksen üzerinde ürünün arkasından önüne doğru alınan numunelerin optik dilatometre analiz sonucu.....	183
5.26.	Takoz bölgesinden alınan numunelerin optik dilatometre analiz sonucu .....	185
5.27.	Ürünün farklı bölgelerinin su emme (%) değerleri .....	187
5.28.	1.Kalıptan alınan ürünün farklı bölgelerinin su emme (%), görünen gözeneklilik (%), görünen bağıl yoğunluk ve hacim kütlesi değerleri (3 değer ortalaması).....	188
5.29.	2.Kalıptan alınan ürünün farklı bölgelerinin su emme (%), görünen gözeneklilik (%), görünen bağıl yoğunluk ve hacim kütlesi değerleri (3 değer ortalaması).....	189
6.1.	Elektrikli fırında, farklı tepe sıcaklıklarında gerçekleştirilen pişirimlerin sonuçları.....	204
6.2.	İşletme ve laboratuvar şartlarında hazırlanan plaka ve çubukların endüstriyel pişirim sonucundaki fiziksel özellikleri ....	209
6.3.	Laboratuvar şartlarında gerçekleştirilen vollastonit ilaveli I. Grup reçetelerin ölçülen fiziksel özellikleri.....	211
6.4.	C-3 reçetesinin, işletme denemelerinin sonuçları .....	213
6.5.	II. Grup reçetelerinde etkisi araştırılan oksitlerin seger değerlerine ait şematik gösterim .....	215
6.6.	II. Grup reçetelerine ait fiziksel özellikler .....	216
6.7.	C-3 reçetesinin segerdeki CaO değerini sağlayan III. Grup reçetelerinin deneme sonuçları.....	218
6.8.	IV. Grup (1) reçetelerinde etkisi araştırılan oksitlerin seger değerlerine ait şematik gösterim .....	219
6.9.	IV. Grup (2) reçetelerinde etkisi araştırılan oksitlerin seger değerlerine ait şematik gösterim .....	220

6.10.	IV. Grup (3) reçetelerinde etkisi araştırılan oksitlerin seger değerlerine ait şematik gösterim .....	221
6.11.	IV. Grup (4) reçetelerinde etkisi araştırılan oksitlerin seger değerlerine ait şematik gösterim .....	222
6.12.	IV. Grup reçetelerine ait fiziksel özellikler .....	223
6.13.	Tane boyut ve dağılımının etkilerinin belirlenmesinde kullanılan kuvarsların d10 ( $\mu\text{m}$ ), d50 ( $\mu\text{m}$ ) ve d90 ( $\mu\text{m}$ ) değerleri ve reçete kodları .....	225
6.14.	Farklı büyüklüklerdeki kuvarslar ile hazırlanan bünyelerin fiziksel özellikleri .....	225
6.15.	Farklı büyüklüklerdeki kuvarslar ile hazırlanan bünyelerin ham ve pişmiş mukavemet değerleri .....	226
6.16.	Farklı tane boyutlarındaki kuvarslar ile hazırlanan bünyelerin su emme (%), yığınsal yoğunluk ( $\text{g}/\text{cm}^3$ ), görünür yoğunluk ( $\text{g}/\text{cm}^3$ ) ve porozite (%) değerleri .....	228
6.17.	Farklı büyüklüklerdeki kuvarslar ile hazırlanan bünyelerin fiziksel özellikleri .....	228
6.18.	Farklı büyüklüklerdeki kuvarslar ile hazırlanan bünyelerin ham ve pişmiş mukavemet değerleri .....	228
6.19.	Farklı tane boyutlarındaki kuvarslar ile hazırlanan bünyelerin su emme (%), yığınsal yoğunluk ( $\text{g}/\text{cm}^3$ ), görünür yoğunluk ( $\text{g}/\text{cm}^3$ ) ve porozite (%) değerleri .....	228

## SİMGELER VE KISALTMALAR DİZİNİ

SSA	:	Spesifik yüzey alanı (m <sup>2</sup> /gr)
HAD	:	Hesaplamalı akışkanlar dinamiği
$\rho$	:	Yoğunluk (gr/cm <sup>3</sup> )
$\gamma$	:	Yüzey enerjisi (dyne/cm)
V	:	Hacim (cm <sup>3</sup> )
L	:	Uzunluk (mm)
A.Z.	:	Ateş zaiyatı
XRF	:	X-ışınları flouresans spektrometri yöntemi
XRD	:	X-ışınları difraksiyon yöntemi
TG	:	Termogravimetrik analiz
DTA	:	Diferansiyel termal analiz
DTG	:	Diferansiyel termogravimetrik analiz
TBD	:	Tane boyut ve dağılımı
SEM	:	Enerji saçılımlı x-ışını bağlantılı taramalı elektron mikroskobu
EDX	:	Enerji dağılımlı X-ışını spektroskopisi
C	:	Santigrad
kV	:	Kilovolt
mA	:	Miliamper
2 $\theta$	:	Kırınım açısı
d(10)	:	Hacimce yüzde 10
d(50)	:	Hacimce yüzde 50
d(90)	:	Hacimce yüzde 90
$\mu$ m	:	Mikrometre
KK	:	Kuru küçülme (%)
PK	:	Pişme küçülmesi (%)
TK	:	Toplu küçülme (%)
YB	:	Yaş boyut (mm)

KB	:	Pişirim öncesi boyut (mm)
PB	:	Pişirim sonrası boyut (mm)
N	:	Newton (kgm/s <sup>2</sup> )
d <sub>su</sub>	:	Suyun özgül ağırlığı (gr/cm <sup>3</sup> )
dak	:	Dakika
sn	:	Saniye
dy/dt	:	Sinterleme hızı
SP	:	Standart pozisyon
TP	:	Ters pozisyon
SÜ	:	Sırt üstü pozisyon
ÖYP	:	Öne yatık pozisyon
AYP	:	Arkaya yatık pozisyon
E.F.P.	:	Endüstriyel fırında pişirim
E.R.	:	Endüstriyel rejim
η	:	Viskozite
T	:	Sıcaklık
C	:	Sabit sayı (Vogel-Fulcher-Tammann eşitliği için)
S.E.	:	Su emme
Σ	:	Toplam
RO	:	Toprak alkali oksit
R <sub>2</sub> O	:	Alkali oksit
↔	:	Sabit
↑	:	Artan
↓	:	Azalan

## 1. GİRİŞ

Seramik sağlık gereçleri, son yıllarda büyük bir ivme ile gelişen inşaat sektörünün önemli girdilerindedir. Ürün yelpazesinde klozet, hela taşı, pisuar, lavabo, duş teknesi, bide ve yardımcı mamuller yer almaktadır. Islak mekânlarda kullanılan bu ürünler, her geçen gün hem işlevsel hem de teknolojik olarak farklılıkları ile insan hayatının vazgeçilmez bir parçası olarak sunulmaktadır. Günümüz küresel rekabet ortamında, firmaların ayakta kalması, yalnızca üretime bağlı değildir. Zamanla ürünlerin kalite ve fiyatları standartlaştıkça, yenilikçilik fark yaratmanın önemli bir bileşeni haline gelmiştir. Firmalar, müşterinin algısını değiştiren, satın alma ve sahip olma isteği uyandıran, heyecan veren yeni ve farklı çözümler sunabilmek için çalışmalarını sürdürmektedirler. Ürünlerin tasarımda farklılık ve işlevselliğin yanı sıra, servis ömrü boyunca sağladıkları tasarruf olgusu, üreticilerin hammadde kaynaklarını bilinçli kullanımı ve geri dönüşümünü sağlayan teknolojik yatırımların yapılması, kullanıcıların tercihlerinde belirleyici rol oynamaya başlamıştır. Sağlık gereçleri ürünleri, değişen müşteri beğenileri ve mobilya üretim sektöründe yeni teknolojilerinin kullanımı ile alışlagelen kültürün çok ötesindeki kombinasyonların bir parçası haline dönüşmüştür. Bu durum zaman içerisinde ürünlerin şekillerinin daha büyük, keskin köşeli ve karmaşık, üretim sürecinin daha zor olmasını gündeme getirmiştir. Söz konusu ürünlerin pazardaki yeri arttıkça, firmalar, üretim süreçlerini kolaylaştırma ve kayıpların azaltılması konusunda çabalarını arttırmışlardır.

Büyük boyutlu, keskin köşeli ve düz satırlara sahip ürünler, üretim basamaklarının herhangi birinde oluşan hatalara karşı alışlagelen klasik ürünlerden daha hassas ve düşük toleranslıdır. Özellikle ürünün karşıdan ve kullanım esnasında üstten ilk görüldüğü bölgelerin görsel olarak hata içermesi kabul edilemez ve hatalı ürünler fire olarak değerlendirilerek imha edilir. Üretim basamaklarından birinde, çeşitli sebeplerle imha edilen ürünlerin maliyetleri, toplam üretim maliyetlerini ve dolayısıyla ürünün birim üretim maliyetini artırır.

Büyük boyutlu, keskin köşeli ve düz satırlara sahip ürünlerde en fazla gözlemlenen ve fire sebebi olan hatalar arasında; tüm seramik sağlık gereçleri üreticilerinin ortak sorunlarından olan çamur birleşim izleri, boş dökümden masif döküme geçişte rastlanan izler ve mamulün deformasyonu sıralanabilir. Bu hataların çözümlenmesi konusunda, sektörde hemen hemen her firmanın çeşitli çalışmalar yürüttüğü bilinmektedir ancak elde edilen veriler ve çözümler kurumların teknolojik birikim ve entelektüel sermayesi olmaları itibariyle gizlidir ve yayımlanamamaktadır. Literatür araştırmaları değerlendirildiğinde, hataların varlığından söz edildiği, ancak detaylı bir araştırmanın bulunmadığı belirlenmiştir. Bu bağlamda yürütülen tez çalışmasının çamur birleşim izleri ile ilgili olan kısmı, basılı ilk kaynak olma özelliği taşımaktadır.

### **1.1. Seramik Sağlık Gereçleri**

Seramik sağlık gereçleri, inorganik hammaddelerin belirli oranlarda karıştırılması, akışkan bir çamur haline getirilerek alçı ve/veya sentetik reçine kalıplarda şekillendirilmesi; sonrasında 1200 - 1250°C civarında pişirilmesiyle elde edilen ve su emme değeri % 0,75'in altında olan seramik ürünlerdir. Sağlık gereçleri beyaz ve renkli olarak üretilebilmektedir ve ürün yelpazesinde başlıca ürünler olarak lavabo, ayak, klozet, rezervuar, bide, hela taşı, pisuar ve duş teknesi bulunur (Anonim 2005a). Teknik ismi, vitrifiye seramik olan sırlanmış veya camlaşmış seramik malzemelerin, sağlık gereçleri olarak seçilmesi, kullanıcıya sunduğu özelliklere bağlıdır.

Sağlık gereçlerinden beklenen temel özellikler; düşük su emme, sızdırmazlık, koku yapmama, bakteri ve her türlü organizmaların barınmasına imkân sağlamamak, aşınmaz olmak, alkali deterjan ve asitlere karşı dayanıklı olmak, montaj esnasında ve ürünün servis ömrü boyunca gerekli mukavemete sahip olmak ve dar alanlarda ferah kullanım alanları oluşturmaktır.

Son yıllarda fire clay ve fine fire clay çamurlar kullanılarak yapılan üretimler, çok büyük, keskin hatlara sahip ve vitrifiye çamurla üretildiği takdirde deformasyona uğrayabilecek tasarımların hatasız olarak üretilebilmesine imkân tanımıştır. Özellikle büyük lavaboların üretiminde bu

kompozisyonun kullanımına geçilmiştir (Fortuna 2000). **Çizelge 1.1.**'de seramik sağlık gereçleri ürünleri ve bu ürünlere yönelik Türk Standartları Enstitüsü tarafından belirlenen standartlar verilmiştir.

**Çizelge 1.1.** Seramik sağlık gereçlerine yönelik standartlar

Ürün Tipi	TS No
Alaturka Hela Taşları	TS 799
Bideler	TS EN 14528
Duş Tekneleri	TS EN 14527
Eviyeler	TS EN 13310
Klozetler (Tek Parça ve Takım-Sifonlu)	TS 800 EN 997
Lavabolar-Ayaklı-Bağlantı Ölçüleri	TS EN 31
Lavabolar	TS EN 14688
Pisuarlar	TS EN 13407
Rezervuarlar	TS 823

### 1.1.1. Seramik hammaddeleri ve yardımcı malzemeler

Seramik sađlık gereçleri bünye kompozisyonları için kullanılan hammaddeler farklı mineral gruplarına ayrılabilirler, her biri yapıya farklı özelliklerin kazandırılmasını sađlar. Kullanılan seramik hammaddeler; özlü hammaddeler (kil ve kaolen grubu) ve özsüz hammaddeler (kuvars ve feldspat grubu) olmak üzere iki grup altında toplanır. Seramik sađlık gereçleri bünyeleri temel olarak % 20 - 25 kil, % 25 - 30 kaolen, % 30 - 35 feldspat ve % 15 - 20 oranında kuvarstan oluşmaktadır (Kingery 1976). Kantitatif bünye bileşen oranları; killerin mineralojik yapısına, tane boyut dağılımına ve ergitici minerallerle reaktivitesine bađlıdır (Biffi 1999). Seramik sađlık gereçleri bünyelerinin kimyasal kompozisyonları, ergiticilerin tipine (sodyum veya potasyum) ve oranına bađlı olarak çeşitlilik gösterir. Sinterlemeye yardımcı olarak fritler, spodümen, dolomit, kalsit ve vollastonit gibi toprak alkali bileşenleri kullanılır (Oberzan 2009, Lin 2009, Mukhopadhyay 2005, Das 2003, Matteucci 2002, Garciaten 2000, Cowan 1950,).

#### 1.1.1.1. Killer ve kaolenler

Killer ve kaolenler tabakalı yapıya sahiptir ve özlü hammaddeler olarak anılırlar. Killer, üretim aşamalarında bünyeye plastiklik kazandırmak, yaş ve kuru mukavemet sađlamak amacıyla kullanılırlar ve içerdikleri safsızlıklara göre pişmiş ürüne rengini verirler (Villegas-Palacio ve Dinger 1996, Carty ve Senapati 1998). Kaolen de bir kil mineralidir. Plastik killerle kaolenler arasındaki mineralojik ve kimyasal farklılık oldukça azdır. Kaolenler birincil oluşurlar, yapılarındaki yabancı maddeler az olduğundan doğal görünüşleri gibi pişme renkleri de beyazdır. Kaolen kristalleri kil kristallerinden büyüktür. Bu nedenle killer daha plastiktirler ve kuru mukavemetleri daha fazladır. Kaolenlerin kristal büyüklüğü ve saflığı arttıkça refrakterik özellikleri artar, pişme küçülmeleri azalır (Worrall 1982, Vari 2000).

Killerin tabakalı silikat yapıları, onları diđer genel seramik hammaddelerinden ayırmaktadır. Killerin tabakalı morfolojisi, benzer partikül boyutundaki diđer tozlarla karşılaştırıldığında, killerin daha yüksek spesifik yüzey

alanlarına (SSA, m<sup>2</sup>/gr) sahip olmalarının nedenidir. Yüksek spesifik yüzey alanı ve tabakalı yapısı, kil-su sistemlerinin plastikliğini sağlar. Killerin plastikliği, kili işlenebilir bir çamur haline getirebilmek için verilmesi gereken su miktarı ile belirlenir. Killer kendi sahip oldukları suyu kaybettikçe sertleşir ve mukavemetlerinin yanı sıra kırılabilirlikleri de artar (Worrall 1982, Vari 2000). Kilin plastik ve koloidal özellik kazanması, yaş bünyeye mukavemet artışı ve verilen şeklin korunmasında kolaylık sağlar. Ayrıca bünyenin su tutması sırlama esnasında önemlidir.

Killer tabiatta beyaz, gri, kırmızı, kahverengi ve siyahımsı renklerde olabilirler. Doğal haldeki renk pek önemli değildir. Kahverengi ve siyah renkli bir kil pişirim sonrasında beyaz olabilir, çünkü koyu renkler, içindeki kömür ve organik maddelerden ileri gelebilir. Pişme rengi beyaz olan kil oldukça nadirdir. Killer, pişirildiğinde genellikle kırmızı, kırmızımsı-kahverengi, sarımsı-kahverengi veya gri renk alırlar. Killere pişme sonrasında renk veren içerdikleri yabancı maddelerdir. Bu yabancı maddelerin başında demir bileşikler gelmektedir. Pişme rengini etkileyen en önemli faktörlerden biri de mamulün pişirilme sıcaklığıdır (Worrall 1982, Vari 2000).

#### 1.1.1.2. Ergiticiler

Seramik üretim sektöründe feldispatlar, killerden sonra kullanılan en önemli hammaddedir. Ergitici olarak kullanılan feldispatlar sıvı faz oluştururlar ve reaksiyonların düşük sıcaklıklarda daha erken oluşması sonucunda, sinterleme sıcaklıklarını düşürürler. Feldispatlar, farklı seramik bünyelerinde değişik oranlarda kullanılır. Kullanılan feldispatın türü ve miktarı, pişme sırasında seramik bünyenin sinterlenme derecesini kontrol eder. Böylece kil, feldispat ve kuvarstan oluşan tipik seramik reçetesinde feldispat yumuşar ve camsı bir faz haline geçer. Camsı faz, kil ve kuvarsı katı halde ıslatır ve gözenekler arasında dağıldıkça, yüzey gerilimi ile taneleri birbirine çekerek bünyenin sinterlenmesini gerçekleştirir. Ergitici özelliğe etki eden faktörler arasında bünye bileşimi, silika içeriği, toplam alkali içeriği (Na<sub>2</sub>O, K<sub>2</sub>O, Li<sub>2</sub>O gibi) ve oranları yer almaktadır (Villegas-Palacio ve Dinger 1996, Carty ve Senapati 1998, Vari 2000, Zanelli ve

ark. 2004). En yaygın kullanılanlar, sodyum feldispat (Na-feldispat -  $\text{Na}_2\text{O} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 6\text{SiO}_2$ ) ve potasyum feldispat (K-feldispat -  $\text{K}_2\text{O} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 6\text{SiO}_2$ ). K-feldispat nadiren saftır, genel olarak albit ( $\text{Na}_2\text{O} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 6\text{SiO}_2$ ) ve anortit ( $\text{CaO} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$ ) içerir. Albit seramik bünyelerinde ergitici bileşen olarak kullanılırken, anortit yüksek ergime sıcaklığından dolayı kullanılmaz. K-feldispatın ergiticiliği, Na-feldispatı göre daha düşüktür, ancak peritektik reaksiyonla ergidiği ve seramik bünyelerin vitrifikasyon aralığını genişlettiği için tercih edilmektedir (Villegas-Palacio ve Dinger 1996, Carty ve Senapati 1998, Sacmi 2002).

Bünyelerin sinterlenmesi sırasında ergiticilerin silika ile oluşturduğu ötektik ya da peritektik sıcaklık feldispatın tipine bağlıdır. K-feldispat için peritektik eriyik  $990^\circ\text{C}$ 'de oluşurken, Na-feldispat için ötektik  $1050^\circ\text{C}$ 'de oluşur. K-feldispat sistemlerinde düşük sıcaklıkta eriyik oluşumu, seramik bünyelerin pişirim sıcaklığını düşürmek için avantajlı gözükmesine rağmen, eriyiğin daha yüksek viskozitede oluşu nedeniyle, K-feldispat bünyelerin sinterlenmesini zorlaştırırken, sinterlenme aralığını genişletir. (Becker, 2000, Villegas-Palacio ve Dinger 1996, Carty ve Senapati 1998).

### 1.1.1.3. Dolgu malzemeleri

Seramik bünyelerde, plastik ve ergitici özelliği olan hammaddelerin yanı sıra, plastisiteye katkısı olmayan ve bünyeyi düşük sıcaklıklarda küçülmelerden kaynaklı çatlaklara karşı dayanıklı hale getirecek ve yüksek sıcaklıklarda iskelet görevini üstlenerek, ayakta tutacak dolgu maddesine gereksinim vardır.

Kuvars bünyenin iskeletini oluşturmak üzere, ayrı bir bileşen olarak veya kil ve feldispatlardan sağlanan bir hammadde olarak kullanılmaktadır. Bünyenin en kaba partikül boyutlu kısmını oluşturur ve çamurun viskozitesini azaltır. Özsüz bir hammadde olan kuvars, plastikliği düzenlemeye yardımcı olur. Tane boyut dağılımının geniş olması, kurutma sırasında oluşabilecek çatlaklara karşı direnç sağlar. Bünyenin kuru küçülmesini azaltır ve pişirim esnasında deformasyon olmaksızın gaz çıkışına izin verir. Yüksek sıcaklıklarda, çözünen miktara bağlı

olarak, camsı eriyiğin viskozitesini belirler ve dolayısıyla piroplastik deformasyon oluşumunu etkiler. Kalıntı kuvars miktarına bağlı olarak bünyenin ısıl genleşme katsayısı değişim gösterir (Palacio ve Dinger 1996, Carty ve Senapati 1998, Sacmi 2002).  $\text{SiO}_2$ 'in oda sıcaklığındaki kararlı formu trigonal yapıdaki  $\beta$ -kuvarstır.  $\beta$ -kuvarsın ısıtılması ile  $573^\circ\text{C}$ 'de  $\alpha$ -kuvars oluşur.  $\alpha$ -kuvars kübik formdadır. Bu reaksiyon geri dönüşümlü olup, bu sırada kuvars hacimce % 1,6 büyüme gösterir.  $\alpha$ -kuvars ısıtıldığında,  $870^\circ\text{C}$ 'de hegzagonal formdaki  $\alpha$ -tridimite ve  $1470^\circ\text{C}$ 'de kübik formdaki  $\alpha$ -kristobalite dönüşür. Bu dönüşümler dizisi  $1713^\circ\text{C}$ 'de ergime ile son bulur (Kingery ve ark. 1976). Bünyenin oluşumunda kuvarsın tane boyutu çok önemlidir. Pişirim sırasında, kuvarsın bir kısmı çözünerek camsı fazın gelişimine katkıda bulunurken, bir kısım kuvars çözünmeden kalır. Pişirim sürecinin soğutma aşamasında meydana gelen çatlaklar, kalıntı kuvarsların  $\alpha \rightarrow \beta$  dönüşümünün sonucunda oluşmaktadır. Kuvars dönüşüm sıcaklığında meydana gelen % 1,6'lık hacimce küçülme, kuvars taneleri etrafında çevresel çatlaklara sebebiyet verebilecek gerilmeleri meydana getirebilir (De Noni 2008). Çatlakların şiddeti kuvars partikül boyutu ve soğutma hızı ile kontrol edilir (Bernasconi 2011, Souza 2006).

#### 1.1.1.4. Yardımcı malzemeler

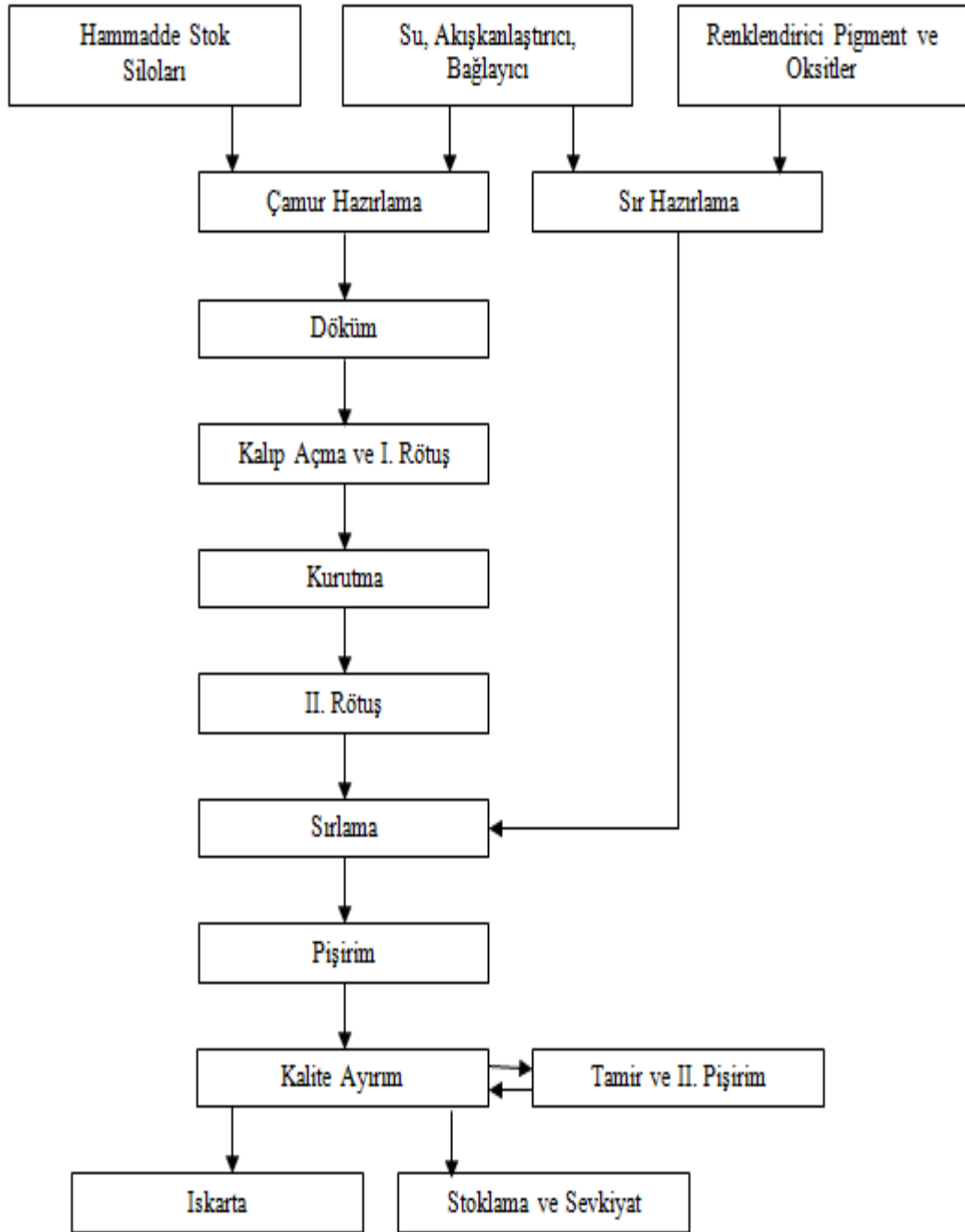
**Proses suyu:** Çamur hazırlama sürecinde kullanılan su, proses suyu olarak anılır ve sürecin tekrar edilebilirliğini etkileyen önemli bir bileşendir. Suyun içerdiği toplam çözülmüş katı konsantrasyonu, sudaki iyon konsantrasyonunu belirler ve dolayısıyla çamur reolojisini kontrol etmek üzere ilave edilmesi gereken reoloji düzenleyicilerin miktarlarında değişime sebep olur. Seramik sektöründe genellikle bol miktarda  $\text{Ca}^{+2}$ ,  $\text{Mg}^{+2}$ ,  $\text{Na}^+$  ve  $\text{K}^+$  iyonlarını içeren kuyu suları veya şebeke suları kullanılmaktadır. Kullanılan suyun kontrol ve denetimine verilen önem son zamanlarda artmıştır. Üretimin kararlı bir şekilde sürdürülmesini sağlamak üzere, kum reçine katmanlarından süzülerek yumuşatılan suyun proses suyu olarak kullanılmaya başlandığı bilinmektedir.

**Reoloji düzenleyiciler:** Seramik sektöründe reoloji düzenleyici olarak kullanılan pek çok ticari ürün mevcuttur (Özdemir, 2005). Na-silikat,  $\text{NaCO}_3$ , hüminat ve tannatlar, sodyum ve amonyum poliakrilat tuzları bunlardan bazılarıdır. Bunlar arasında en çok tercih edilen Na-silikat (cam suyu)'tır. Kullanılan Na-silikatın  $\text{Na}_2\text{O}:\text{SiO}_2$  oranı önemlidir. Sektörde bazı firmaların Na-silikat ve  $\text{NaCO}_3$ 'ın belirli oranlardaki karışımını kullandıkları rapor edilmiştir. Na-silikat,  $\text{NaCO}_3$ 'a nispetle daha etkili bir deflokülananttır, ancak çamurun sertleşmesine sebep olur.  $\text{NaCO}_3$  killerde bulunan koloidal karbonu harekete geçirir ve Na-silikat ile üretilene nispetle daha yumuşak çamurların eldesini sağlar. Kullanılacak olan deflokülanın tipi ve miktarı hammaddeler ve proses suyu dikkate alınarak seçilmelidir. Periyodik olarak viskozite ve tiksotropi ölçümleri yapılarak çamurun kararlılığı ve plastisitesi takip edilmelidir.

### 1.1.2. Seramik sağlık gereçleri üretim süreci

Seramik sağlık gereçleri oldukça kapsamlı bir süreç olan döküm yöntemiyle üretilmektedir (Özdemir 2005, Singer 1963). Genel hatları ile üretim akışı **Şekil 2.1.**'de verilmiştir. Üretim sürecinin ilk aşaması çamur ve dökümün yapılacağı kalıbın hazırlanmasıdır. Çamur hazırlamada kullanılacak olan hammaddeler ve yardımcı hammaddeler su ile karıştırılarak değirmende öğütülür. Elde edilen çamur istenilen tane boyut ve dağılımına ulaştığında viskozite ve tiksotropi değerleri optimize edilerek, farklı döküm teknolojileri ile alçı veya basınçlı dökümde kullanılan sentetik kalıplarda şekillendirilir. Üretilmesi planlanan ürünlerin 2 boyutta hazırlanan tasarımlarından, 3 boyutlu modelleri yapılır. Modeller üzerinden, bu modellerin üretilebileceği kalıplar üretilir. Dökümhaneye sevk edilen kalıba döküm testi yapılır ve deneme ürünü üretilir. Deneme ürünü pişirilerek boyutsal ve fonksiyonel olarak değerlendirilir ve gerekli görülen durumlarda kalıp tamir edilir veya onay alan ürünün prototip kalıbı direkt olarak teksir kalıbının hazırlanması için kalıp hazırlama departmanına yönlendirir ve iş kalıpları hazırlanır. İş kalıbı olarak klasik dökümde alçı kalıplar kullanılırken, basınçlı dökümde polimerik kalıplar kullanılmaktadır. Döküm çamurundan yaş yarı mamulün elde edilmesinde, klasik dökümde, alçıda bulunan

porozitenin oluşturduğu kapiler etkiden yararlanılırken, basınçlı sistemde polimerik kalıplara dışarıdan basınç uygulanmasıyla yarı mamül elde edilmektedir. İstenilen kalınlığa ulaşan döküm parçaları kalıptan alınır ve fazlalıklarının kesilmesi sonrası yüzey rötuşlama işlemleri yapılır. Şekillendirilen ürünlerde bulunan nem, kontrollü kurutma ile giderilir. Kontrollü kurutma için kalıptan alınan yarı ürün 33-36°C ve % 40 - 60 bağıl nemli ortamda ürünün karmaşıklık derecesine göre en az bir gün bekletilir. % 15 - 17 neme ulaşan yarı ürün 80 – 100°C sıcaklığa sahip kurutma fırınlarında 10 - 13 saat kurutulur (Fortuna 2000). Kurutulmuş ürünler robot, pistole veya elektrostatik sırlama teknikleriyle sırlanır. Sırlama tekniği ürünün şekline ve karmaşıklığına bağlı olarak belirlenmektedir. Yarı ürünler sırlandıktan sonra işletme ortamında kurutulur ve yaklaşık 1200 – 1250°C civarında pişirilir. Pişirim sonrası elde edilen ürünler kalite kontrolden geçer. Uygun bulunan ürünler depoya alınır. Hatalı ürünler soğuk veya sıcak tamir işlemlerine tabi tutulur. Sıcak tamir uygulanan ürünler, tamir pişirimine (ikinci pişirime) sevk edilir. Tamir edilemeyen hatalı ürünler ise ıskarta olarak geri dönüşüme gönderilir.



Şekil 1.1. Sağlık gereçleri üretim akış şeması

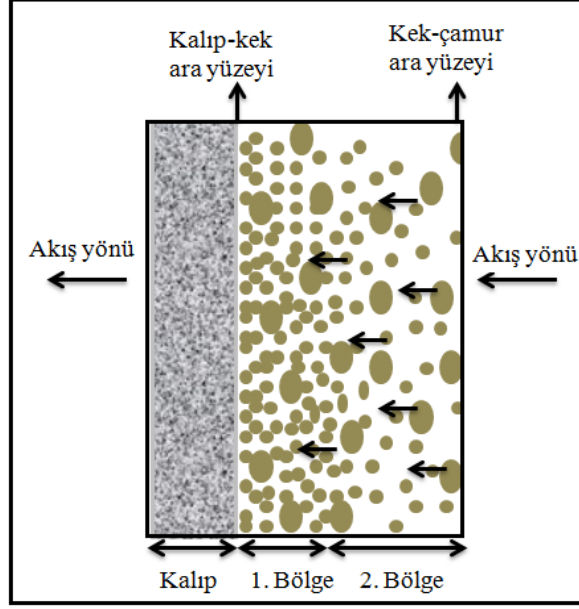
### 1.1.3. Reoloji ve şekillendirilmede etkin parametreler

#### 1.1.3.1. Seramik sağlık gereçleri üretiminde kullanılan çamurunun özellikleri

Döküm çamurları, tipik olarak, düşük bir akma noktasına sahip psedoplastik süspansiyonlar şeklinde hazırlanırlar. Dağıtıcı ortam olarak suyun kullanıldığı döküm çamurlarında, katı konsantrasyonu genellikle hacimsel olarak % 45 - 60 arasında değişmektedir (Phelps, 1982). Çamurun, pompalama, kalıba doldurma, ve içerisindeki hava kabarcıklarının atılmasına imkan tanıyacak kadar düşük ve partikül çökmesini engelleyecek kadar yüksek viskozite değerine sahip olması istenmektedir. Ticari döküm çamurlarında  $1 - 10 \text{ s}^{-1}$  kayma oranı aralığında 2000 mPa 'dan küçük viskozite değerleri söz konusudur. Yüksek katı oranı aynı zamanda, sıvı çamur ve kalınlık alan döküm parçası arasındaki farklılıkları da azaltır. Sıvı, katı ve proses ilaveleri içeren döküm çamurları değişik tipte mikserlerde, bilyalı veya titreşimli değirmenlerde hazırlanabilir. Yoğun bir şekilde karıştırma ve öğütme çamur içindeki aglomerasyonun tamamına yakın kısmını dağıtarak, karıştırma süresini azaltmaktadır. Yüksek miktarda mikron altı partikül içeren çamurlar topaklanma ve çökme davranışı sergileyebilirler ve bu durumun engellenmesi için düşük devirde uzun süre karıştırma işlemi yapılır. Reoloji düzenleyiciler ve proses ilaveleri, uzun süreli karıştırma sonucunda bozunuma uğrayabileceğinden, karıştırma işleminin bitmesine yakın bir sürede çamura ilave edilirler. % 50'ye kadar kil içeren döküm çamurları genelde 8 - 48 saat olgunlaşmaya bırakılırlar. Bu sayede, daha fazla kontrol edilebilir kolloid içeriği ile tekrarlanabilen döküm çamuru elde edilir. Karıştırma sonrası klasifikasyon, manyetik ayırım, sıcaklık kontrolü ve havasızlaştırma prosesleri gerçekleştirilmektedir. Daha sonra, çamur dağıtım ve kalıp dolumu için, karıştırma konteyneri ile taşınabilir veya tanklara pompalanır.



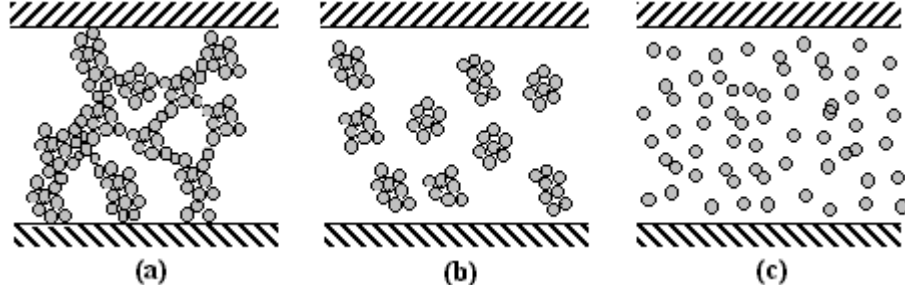
yüzeyde kek oluşumunun hiç olmadığı kritik bir geçirgenlik değeri araştırılmış ancak verilere dayandırılmamıştır (Şekil 1.3.)(Ferreira, 1998).



**Şekil 1.3.** Birikimli (Clogging) efekti açıklamak için Hampton ve arkadaşları tarafından oluşturulan model (Ferreira, 1998)

Oluşan kekin geçirgenliği, kalıp geçirgenliğinden çok daha düşük olduğundan, filtrasyon prosesini öncelikli olarak kekin kalınlık ve geçirgenlik gibi özellikleri belirler. Filtrasyonun sonunda tane boyutu açısından homojen olmayan bir kek elde edilir. Filtrasyon süreci, çamurun flokülasyon derecesine bağlı olarak değişim göstermektedir. Floküle olmuş sistemlerde partiküller arası boşlukların defloküle olmuş sistemlere oranla daha fazla olması sonucunda geçirgenlik daha yüksektir. Ancak; paketlenen çamur rutubetsiz, sert ve kırılmandır. İri flokların bulunduğu sistemlerde ise, floklar arası tutulan su miktarı fazladır ve döküm parçası yüksek rutubet içermektedir. Böylesi bir çamur ile elde edilen döküm parçası kalıptan alma sürecinde yüksek deformasyon riski taşır.

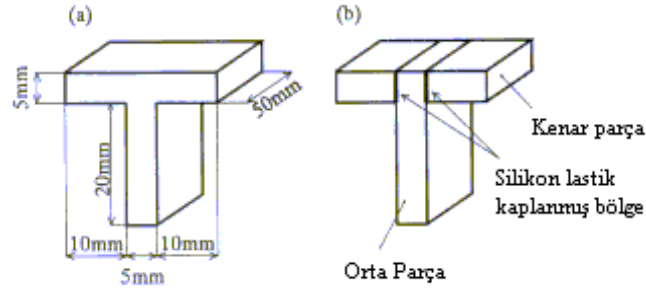
Çamur paketlenmesinin iyi olması ve mamulün takip eden süreçlerde kolaylıkla işleme tabi tutulması için çamurun kısmi defloküle olması önerilmektedir. **Şekil 1.4.**'de farklı flokülasyon derecelerindeki sistemlerin yapısı şematik olarak gösterilmiştir.



**Şekil 1.4.** Farklı flokülasyon seviyelerinde çamurlar (Phelps, 1986)

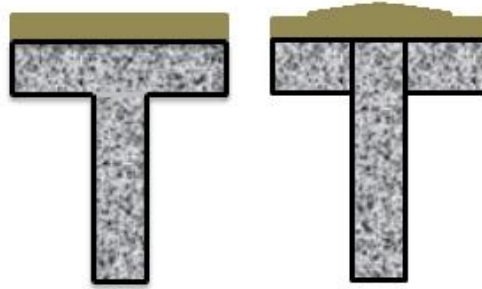
Yer çekimi filtrasyon sürecini etkileyen bir diğer parametredir. Kalıp tabanlarında kapilerik etkiye ilave olarak yerçekimi de etkindir ve partiküllerin segregasyonuna sebep olmaktadır. Aynı çamurdan üretilmelerine rağmen kalıp duvarı ile kalıp tabanında oluşan kek parçaları, kimyasal ve fiziksel açıdan birbirinden farklılıklar sergilerler. Segregasyonun önlenmesi için çamurun katı konsantrasyonunun artırılması yada daha az kararlı çamurların kullanılması ve döküm basıncının artırılması homojeniteyi arttırmak bakımından önemlidir ve önerilmektedir. Düşük katı miktarlarında partiküllerin hareketliliği fazladır ve segregasyon sonucu homojen paketlemeyi engellerler. Eğer katı miktarı artırılırsa, kalınlık alma hızı artar ve segregasyon eğilimi azalır (Ferreira, 1999) ancak, Jiang ve ark. (2007) katı miktarının artırılmasının süspansiyon içerisinde hapsolan hava kabarcıklarının miktarını ve hacmini arttırdığını ifade etmişlerdir. Farklı tane boyut dağılımındaki süspansiyonların aynı viskozite değerinde hazırlanması ile teorik yoğunluğa en fazla yaklaşılacak optimum katı miktarının belirlenmeye çalışıldığı araştırmalar mevcuttur (Tallon ve ark. 2010, Jose ve Ferreira 1998).

Kek oluşumunda, suyun akışı kalıbın geometrisi ile kontrol edilmektedir. Banno ve ark.'nın (2001) yaptıkları çalışmada kalıbın kapilerik çekiminin kek oluşumu üzerindeki etkileri belirlenmiştir. Yapılan kalıplar T şeklindedir (**Şekil 1.5.**). İlk kalıp yekparedir, ikinci kalıp ise silikon kauçuk ile birbirine yapıştırılmış üç parçadan oluşur.



**Şekil 1.5.** Yekpare ve üç parçalı kalıplar (Banno 2001)

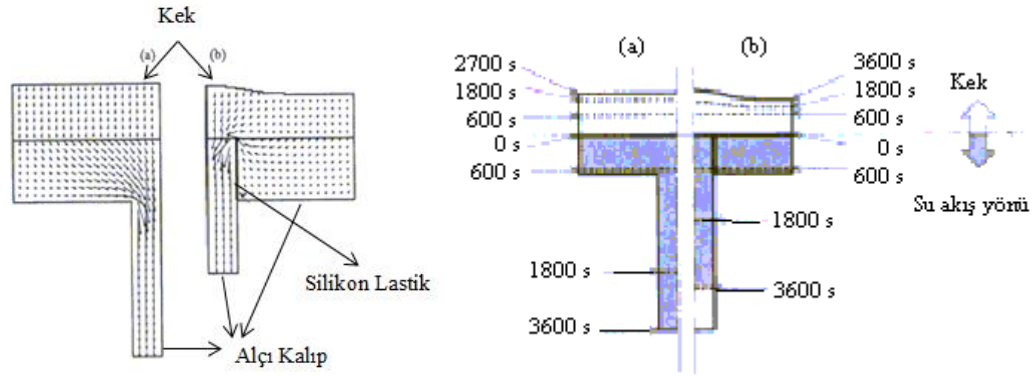
Her iki kalıp ile 3600 sn'lik periyotta döküm yapılmıştır ve **Şekil 1.6.**'da zamana bağlı olarak kek büyümesi görülmektedir. Döküm sonucunda, yekpare olan kalıptan düz yüzeyli bir kek elde edilmiştir. Dökümün 800. sn'den sonra su akış yönü değişmiştir. Üç parçalı kalıpta oluşan kekin orta bölgesi daha kalındır. Bu durum, kalıbın parçaları arasındaki su akışının engellenmesine bağlanmıştır.



**Şekil 1.6.** Kek büyümesi (Banno 2001)

Çalışmanın devamında, kek büyümesi bilgisayar simülasyonu ile incelenmiştir ve kek içindeki su akışının yönü belirlenmiştir (**Şekil 1.7.**). Burada alçının geçirgenliği, kekin geçirgenliğinden daha büyük olduğu için kek içindeki

basınç düşüşü alçı kalıptakinden daha büyüktür. Kek ve alçı kalıp sınırındaki basınç, kek ve çamur sınırındaki basınç ile karşılaştırıldığında ihmal edilebilir. Sonuçta su, kek içinde dikey olarak hareket eder ve kek yukarı doğru büyür. Kısaca, kalıp ve kek arasındaki yüzeyin düz olduğu ve kalıbın uzun olduğu durumda, kalıbın şekli, kekin şekillenmesini önemli ölçüde etkiler. Yerçekimi kuvveti ve alçı kalıbın kapiler basıncı döküm prosesinde partikül segregasyonuna neden olur. Segregasyonun engellenmesi için, yüksek katı konsantrasyonuna sahip ve/veya daha az kararlı süspansiyonların kullanılması ve dökümde ilave basınç uygulaması önerilmektedir. Döküm sürecinde ilave basınç uygulaması döküm parçasının homojenitesinin sağlanmasında önemli bir itici güçtür (Ferreira 1998).

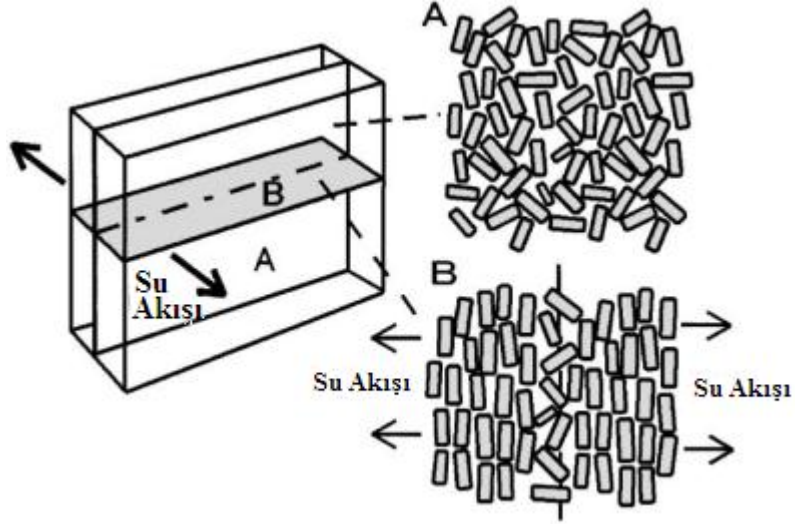


**Şekil 1.7.** (a) Kek içinde su akışı ve (b) kek büyümesinin bilgisayar simülasyonu

(Banno 2001)

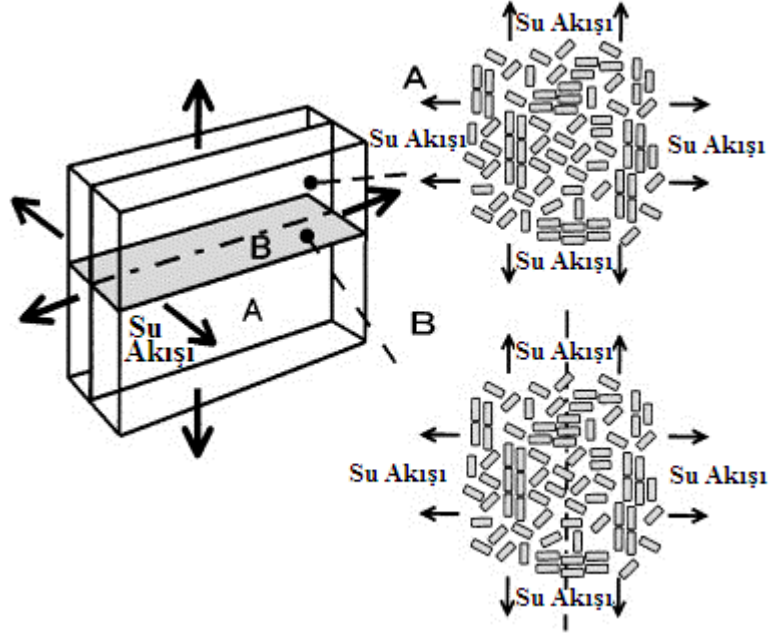
Çamur süspansiyonlarında dağılmış olan partiküllerin paketlenmesi ve sinterlenmesi hakkında bilinenler sınırlıdır (Takao 2002). Optik polarizasyon tekniği, bu alanda kullanılan yeni bir yöntemdir (Takao 2000). Takao ve ark. (2002), döküm ile şekillendirilen  $\alpha$ -alümina süspansiyonunda, partikül paketlenmesine bağlı olarak ortaya çıkan yapısal değişiklikleri incelemiştir. Döküm parçasının ara kesitinden, suyun hareket yönüne paralel ve dik olduğu bölgelerden numuneler alınmıştır. Kurutulan ve 1000°C'de kalsine edilen bünyeler 30  $\mu\text{m}$  kalınlığa inceltmiş ve metilen mavisi emdirilerek optik polarizasyon tekniği ile analiz edilmiştir.  $\alpha$ -alümina tanecikleri ince uzun şeklindedir ve döküm esnasında uzun olan kenarlarının kalıp yüzeyine paralel olacak biçimde

yönlendikleri belirlenmiştir. İki kalıbın ortasında bulunan arakesitte ise partiküllerin yerleşimi rastgeledir ve yapı izotropiktir (Şekil 1.8.).



**Şekil 1.8.** Döküm ile şekillendirilen ham bünyede, döküm esnasındaki su akış yönü, analiz edilen A ve B düzlemleri ve bu düzlemlerdeki partiküllerin paketlenme yapılarının şematik gösterimi (Takao 2002)

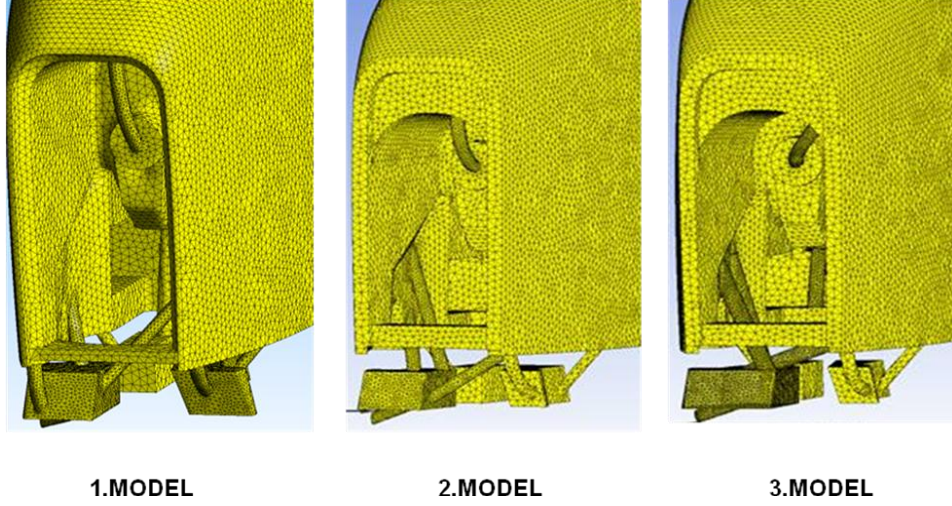
Ortam şartlarında kurutulan numunelerde yapılan analizler sonucunda, suyun partiküller arasındaki hareketinin, partikül yerleşimini değiştiremeyecek derecede zayıf bir sürükleme kuvveti uyguladığı belirlenmiştir. Suyun akış yönüne dik ve paralel bölgelerde (ara kesit haricinde) belirli belirsiz bir anizotropinin varlığından söz edilmiştir (Şekil 1.9.). Partiküllerin yönlendirilmesinin döküm esnasında meydana geldiği ve çalışılan kompozisyon için çamurun deflokülan içeriğinden ve deflokülasyon derecesinden bağımsız olduğu vurgulanmıştır (Takao 2002).



**Şekil 1.9.** Döküm ile şekillendirilen ham bünyede, ortam şartlarındaki kurutma esnasında su akış yönü, analiz edilen A ve B düzlemleri ve bu düzlemlerdeki partiküllerin paketlenme yapılarının şematik gösterimi (Taka0 2002)

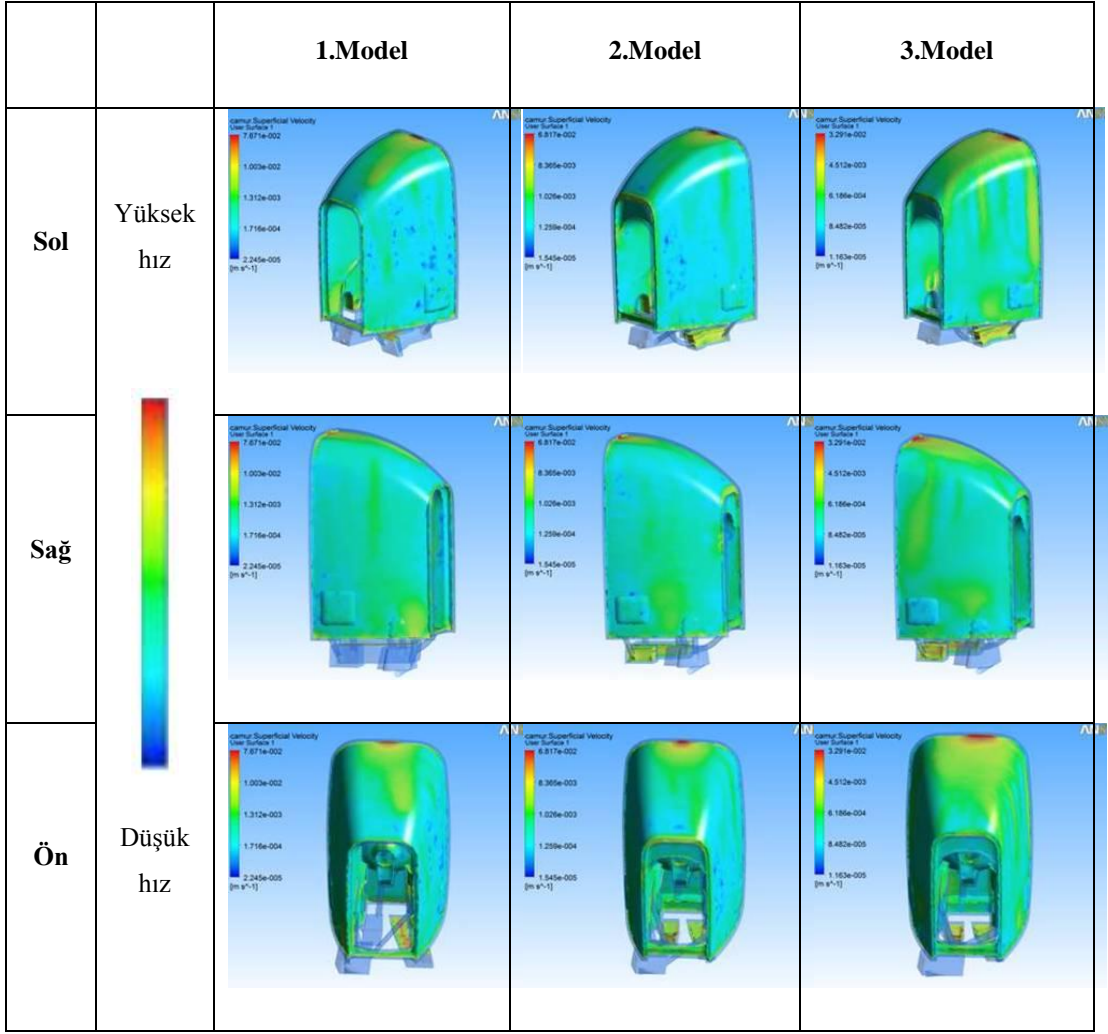
Son yıllarda, hesaplamalı akışkanlar dinamiği (HAD) yazılımları kullanılarak üretim sürecinin simülasyonu yapılabilmekte, dolun esnasında karşılaşılabilecek sorunlar, henüz tasarım aşamasında önlenabilmektedir. Ayrıca bu yazılımlar tasarım sürecini kısaltmak için de çözümler sunabilmektedir. Türköz (2010), yüksek lisans tez çalışmasında, bir sağlık gereçleri ürününün dolun süreci esnasındaki akışının; laminer, zamana bağlı ve 3 boyutlu sayısal analizlerini gerçekleştirmiştir. Çalışmanın amacı, ürün dolun optimizasyonunu sağlamak ve homojen dolun için en uygun modelin belirlenmesidir. ANSYS CFX programı ile üç boyutlu süreklilik ve momentum denklemleri sayısal olarak çözülmüş ve belirlenen prototipler UG NX4 programı kullanılarak modellenmiş ve CNC tezgâhında üretilen model kalıplar üretimde test edilmiştir.

**Şekil 1.10.** 'da bilgisayar ortamında incelenen 3 farklı model bir arada görülmektedir. 1. model, başlangıç modelidir.



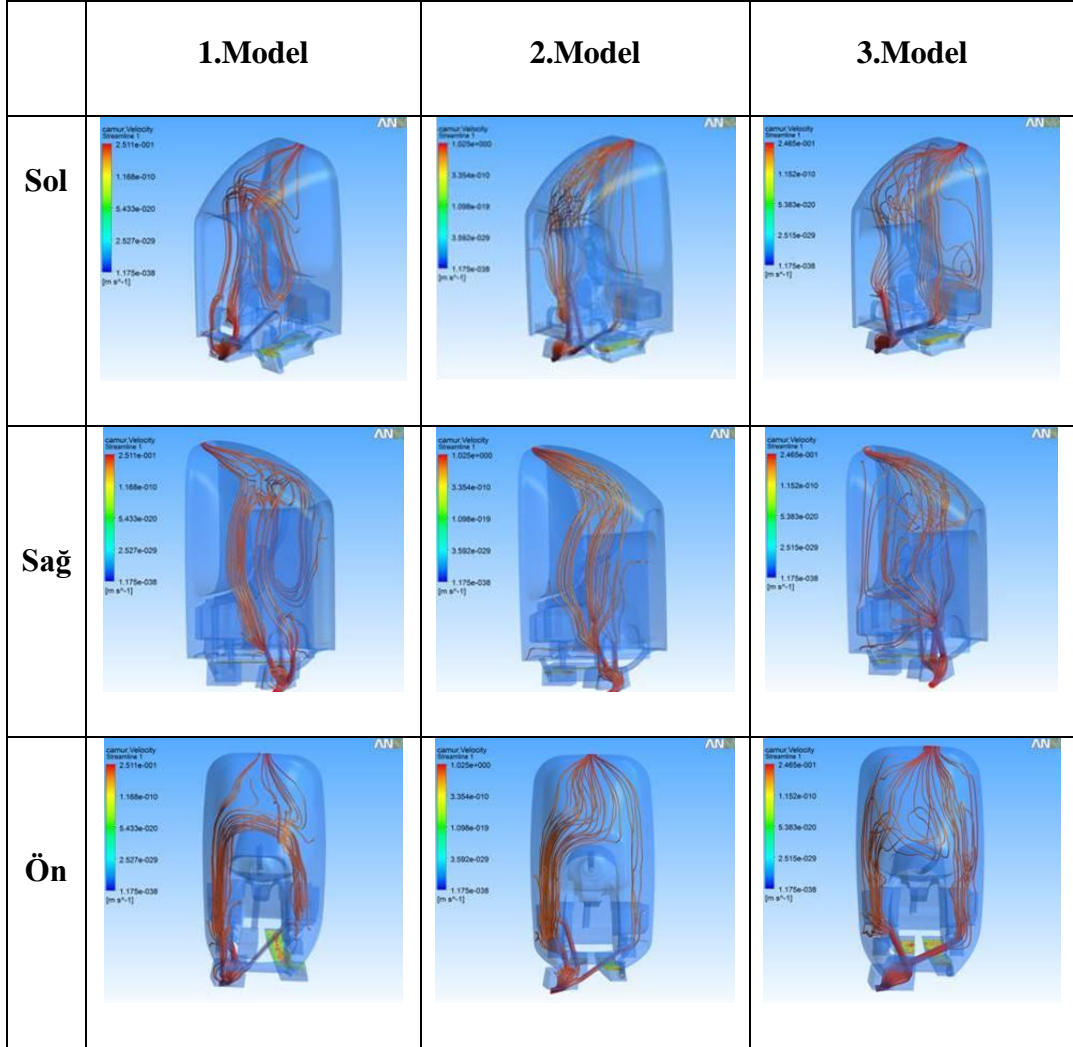
**Şekil 1.10.** Analiz edilen prototip modeller (Türköz 2010)

**Şekil 1.11.**'de, renk skalası, mamulün 10 mm. içerisindeki yüzeyde çamur hızını ifade eder. 1. Model'de ürünün (arkadan bakışta) sol tarafında görünen koyu mavi bölgeler hızın düşük, karışmanın zayıf ve dolayısıyla pişirim sonunda deformasyonun oluşacağı bölgeleri gösterir. Sol tarafta karışma homojendir. Bu kalıbın arka kısmı ve boruları değiştirilerek 2. Model elde edilmiştir. Dolum karakteristiklerinin değişmesi hem mavi bölgelerin miktarının azalmasını hem de yerini değişmesini sağlamıştır. 1. ve 2. Modelden elde edilen bilgilerin ışığında boruların yerleri ve çapları değiştirilerek 3. Model tasarlanmıştır. Ürün genelinde renkler incelendiğinde karışmanın en iyi ve hız dağılımının en uygun olduğu tasarımın 3. Model olduğu belirlenmiştir.



Şekil 1.11. Şekil 1.10.'da belirlenen modellerin 10 mm. içerden hız dağılımları (Türköz 2010)

Çalışmanın devamında çamur akım çizgileri analiz edilmiştir. Şekil 1.12.'de görüldüğü üzere, 3. Model'de kalıp şekli ile kullanılan boruların yer ve çaplarının değiştirilmesinin çamurun daha etkin karışmasında etkin rol üstlendiği çamur akım çizgileri analizi ile de kanıtlanmıştır (Türköz 2010).



Şekil 1.12. Şekil 1.10.'da belirlenen modellerin akım çizgisi dağılımları (Türköz 2010)

Ayrıca fiili üretimin yüksek verimle sonuçlanması, HAD yazılımlarının, dolun sürecinin sayısal modellemesinde güvenilir biçimde kullanılabilirliğini vurgulamıştır (Türköz, 2010).

### 1.1.3.3. Alçı kalıbın özellikleri

Alçı kalıplar, jips mineralinin öğütülmesi ve kalsinasyonu sonucunda elde edilen ve bir yarı mamul olan plaster of parisin su ve katkı malzemeleri ile karışımından üretilmektedir. Jips mineralinin kalsinasyon esnasında kaybettiği 1,5 mol hidrate suyu, kalıp üretim sürecinde kıvam suyu olarak ilave edilir ve karışım şekil aldıktan sonra sert ve poroz bir hale gelir.

Porların varlığı ve meydana gelen kapilerik basınç, alçı kalıpta suyun hareketini sağlar ve kek oluşumuna imkân tanır. Porların büyüklük, şekil ve dağılımı gibi mikroyapısal özellikleri kalıpların döküm esnasında sergiledikleri su emme hızını belirlediğinden alçı kalıbın hazırlanması aşaması büyük önem arz etmektedir. Su emme hızı çok yüksek olan bir kalıpta kek oluşumu çok hızlı başlar, ancak geçirimsiz bir tabakanın meydana gelmesi sonucu başarısızlıkla sonuçlanır. Dökümden elde edilen parçalarının yüzeyleri, rutubetsiz, sert ve kek kalınlığı düşüktür. Aksi durumda, alçı kalıbın su emme hızının çok düşük olması, belirli bir kek kalınlığına ulaşmak için gereken sürenin çok uzamasına ve parçanın yüzeyinin çok rutubetli ve deformasyon riskine karşı zayıf bir davranış sergilemesine sebep olabilir. Bu sebeple alçı kalıpların kararlı bir biçimde ve ortalama bir hızla su emmelerinin gerekliliği aşikârdır. Kaliteli bir döküm sürecinin yürütülmesine imkân tanıyan kalıplarda por boyutunun 0,5 - 2 µm arasında olması ve toplam por miktarının % 45 - 50 civarında olması arzulanmaktadır. Üretilen alçı kalıplar porların arasındaki suyun kurutulmasından sonra üretimde kullanılmaktadır.

Alçı kalıplar 90 - 100 döküm süresince kullanılabilir. Polimerik kalıpların kullanım ömrü alçı kalıplara oranla çok yüksektir. Bu değer 2000 'li yılların başlarında 10000 döküm civarındayken, gerçekleştirilen çalışmalar sonucunda günümüzde 35000 döküm seviyelerine gelmiştir.

### 1.1.3.4. Döküm tezgâhları

Alçı kalıplar kurutulduktan sonra üretimin gereksinimlerine uygun yükseklik ve eğimlerde hazırlanmış işletme tezgâhlarına uygun mekanik aksan kullanılarak monte edilirler. Üretilen mamulün boyutuna bağlı olarak tezgâhtaki kalıp sayıları işletmelerde farklılık göstermektedir.

#### **1.1.3.5. amurun kalıplara beslenmesi**

Dökümhane tarafından hazırlanıp kontrolleri yapılmış olan amur, kolektörler ve bunlara baęlı hortumlar vasıtasıyla kalıplara beslenir. amur dolum süresi ürünler arasında farklılık gösterdiği gibi, ortam şartlarına da baęlıdır. amur reolojisi sıcaklıkla deęişkenlik gösterdiğinden, farklı mevsimlerde uygulamalarda da farklılıklar yapılmaktadır. Dikkat edilmesi gereken önemli hususlardan bir tanesi; kalıpların dolum süresince et kalınlığı aldığı ve bu sebeple kalıp içerisindeki amur hacminin dolum süresince ve sonrasında hızla azaldığı gerçeğinin göz ardı edilmemesi ve amur takviyesinin yapılmasıdır.

#### **1.1.3.6. amur dolum hızı**

amurun kalıp içerisindeki hareketinin kontrollü olması gerekmektedir. Dinlendirilen ve içerisindeki hava kabarcıklarından arındırılan amurun laminar bir akış hareketi sergilemesi, hava hatasının önlenmesinde önemli bir yere sahiptir. amurun türbülant bir akışla yol alması halinde mamulün kalıp yüzeyine en yakın noktasında çok miktarda, kalıp tasarımına baęlı olarak da kalıp genelinde belirgin biçimde hava hatalarına rastlanmaktadır. amurun kalıp içerisinde serbest düşme hareketi yapması da aynı biçimde hava kabarcıklarının oluşumuna yol açmaktadır. Bu sebeple amurun kalıp duvarına temas ederek, kalıp boşluęına doldurulması istenmektedir. Hava hatalarının engellenmesi için amurun kalıp içerisinde çok yavaş doldurulması fikri her ne kadar çözüm gibi görünse de, bu durumda da dolum seviye izleri meydana gelmektedir.

#### **1.1.3.7. Kalıp açma ve rötuş**

İstenen et kalınlığına ulaşan döküm parçası kalıptan alınarak ilk rötuş işlemlerine tabi tutulur. Kalıpların açılmasında izlenen yöntemi kısaca şu şekildedir. Kalıpların üst parçası yukarı kaldırılır ve yan kalıp parçası tezgâh başına doğru kaydırılarak mamulün içerisinde kalan ve bağımsız olan kalıp parçaları mamulden çıkartılır. Kalıbın diğer yan parçasının aralanması ile ürün ilk kez kendi ağırlığına ve yerçekimine karşı koyar. Gerekli durumlarda mamulün

deformasyonunu engellemek üzere destekler kullanılmaktadır. Çatlaklara sebebiyet verebilecek kenar ve köşeler aparatlarla yardımıyla kesilir. Islak sünger ile mamul yüzeyindeki ince partiküller ve kalıp hazırlamada kullanılan ve döküm parçasının kalıptan kolaylıkla ayrılmasına yardımcı olan talk tabakası temizlenir. Bu aşama, “*I. Rötüş*” olarak adlandırılır. *I. Rötüş* işlemi kalıp açıldıktan belirli bir süre sonra yapılmaktadır, aksi takdirde mamule uygulanan kuvvet partiküller arası jel suyunun ortaya çıkmasına ve mamulün çarpılmasına sebebiyet vermektedir. *I. Rötüş* işlemi tamamlanan mamuller elle müdahale edilebilecek hale geldiklerinde tezgâhlardan alınır ve kurutma aşamasına yönlendirilirler. Seramik sağlık gereçleri üretiminde uygulanan kurutma süreçleri, üründen ürüne farklılık göstermektedir. Bazı ürünler kalıptan çıkar çıkmaz kurutmalara yönlendirilirken bazıları öncelikle ortamda bekletilir ve daha sonra kurutmalara alınırlar. Bu kademede, karar verme mekanizmasında, mamullerin karmaşıklık derecesi, boyut ve içerdikleri nem miktarı gibi değişkenlikler dikkate alınmaktadır. Kurutmadan alınan mamuller kabinlerde bir kez daha rötüşa tabi tutulmaktadır ve bu aşama “*II. Rötüş*” olarak adlandırılmaktadır. *II. Rötüş* uygulamasında keçe ve benzeri yardımcı malzemeler kullanılarak çamurun paketlenmesi ve kuruması esnasında yüzeyde toplanan ince partiküller yüzeyden uzaklaştırılır ve mamul yüzeyi sırlamaya uygun hale getirilir. İnce partiküllerin yüzeyden tamamıyla uzaklaştırılması sırlama kalitesine olumlu katkıda bulunmaktadır (Fortuna 2000).

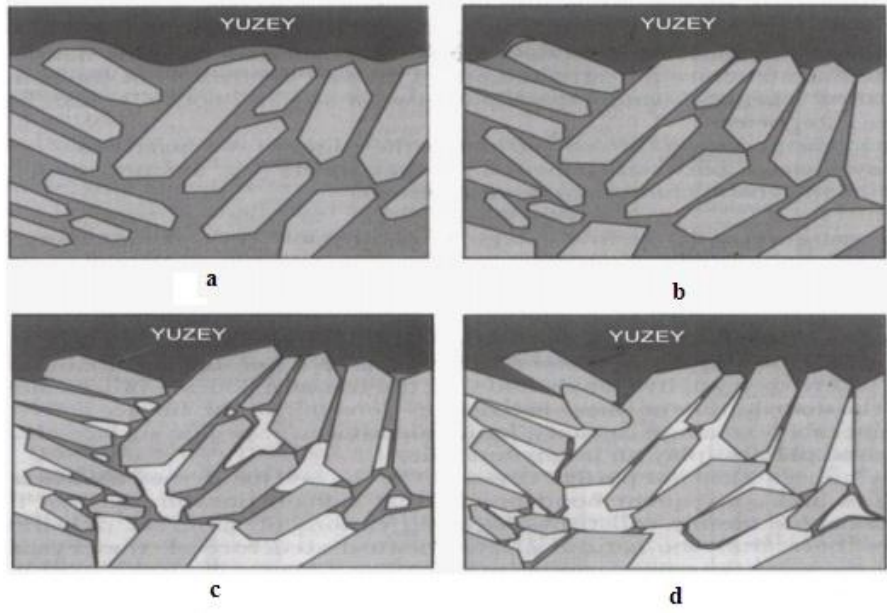
#### **1.1.4. Kurutma**

Üretilen yarı mamuller, pişirime hazır hale getirilmesi amacıyla kurutma işlemine tabi tutulmaktadır. Kurutma genel olarak katı malzemelerden nem veya sıvının uzaklaşma sürecidir ve bu işlem, kalıptan alınan yüksek neme sahip ve göreceli olarak düşük mukavemetli ürünlerin neminin uzaklaştırılarak daha mukavemetli hale getirilmesi olarak da tanımlanabilir (Köning 1998). Kurutma işlemi termal veya mikrodalga yöntemlerle uygulanabilmektedir. En yaygın olarak kullanılan kurutma metodu ise ısı transferinin konveksiyonel metod ile uygulandığı termal kurutmadır ve kurutma kabinleri ya da kurutucu olarak

adlandırılan kapalı bölmelerde yapılır. Kurutmayı sağlamak üzere ürünün yüzeyine yönlendirilen havanın, ürünün içerdiği nemi alarak, egzoz gazı şeklinde ortamı terk etmesi amaçlanmaktadır. Buna uygun olarak belli debideki ısıtılmış ve kontrollü olarak nemlendirilmiş hava ürünle temas ettirilir. Genelde ısı katı maddenin dış yüzeyinden iç kısımlara doğru geçer. Yalnızca mikrodalga kurutmada yüksek sıcaklık katı maddenin içinde oluşturulur ve ısı dış yüzeye doğru akar. Termal kurutmada ise; ürünle temas eden sıcak hava öncelikle yüzeyde bulunan nemi uzaklaştırır ve bu durumda ürünü oluşturan partiküller birbirine yaklaşarak geçirimsiz bir tabaka oluşturabilir. Bu geçirimsiz tabakanın oluşması ürünün iç bölgelerinde yer alan nemin uzaklaşmasına imkân vermez ve ürünün dışı kuruyarak sertleşirken iç kısmı yaş kalır. Burada anlatılan durum bir kurutma rejiminde asla olması istenmeyen bir olaydır ve iç-dış küçülme farklılıklarından dolayı ürünün çatlamasına veya tabakalanmasına sebebiyet vererek verimliliği azaltır. İyi tasarlanmış bir kurutma rejiminde, dış ve iç yüzeyler arası küçülme farkının % 1 - 2'yi aşmaması öngörülmektedir. Uygulanan sıcak havadan dolayı üründe meydana gelen sıcaklık artışı, suyun dinamik viskozitesini azaltarak içten dışa doğru suyun kapiler itme etkisini artırır ve bölgesel nem miktarı farkını azaltabilir. Ancak sözü edilen durum mamulün kurutmaya girmesiyle eşzamanlı olarak karşımıza çıkmaz ve belli nem değerinin altına inildikten sonra sıcaklık artışının yapılması gerekmektedir.

**Şekil 1.13.** kurutma sırasında meydana gelen aşamaları örneklemektedir. Bilimsel olarak kurutmanın üç farklı aşamadan oluştuğu belirtilmektedir. İlk aşamada; yüzeydeki suyun buharlaşabilmesi için, yüzey neminin buhar basıncının, kurutma ortam havasının buhar basıncından büyük olması gerekmektedir. Mamulün yüzeyine çarpan hava, taşıdığı ısı enerjisini mamule bırakmakta ve mamul üzerindeki film tabakasından doyma noktasına kadar nem almaktadır. Doyma noktasına ulaşan hava egzoz edilerek yerine taze hava sağlanmalıdır. Alınan taze havanın nem oranı ne kadar düşük olursa mamulden nem alma kapasitesi de o kadar artmaktadır. Bu sebeple kurutma rejimleri hazırlanırken başlangıçta içeriye gönderilen havanın belli nemin üzerinde olmasına dikkat edilmektedir. Bu aşamada mamulden alınan nem oranı kadar mamul üzerinde “fiziksel küçülme” meydana gelir. İlk kurutma safhasında yüzeyden su atıldıkça

nem homojenitesi bozulur ve bünyenin dengedeki haline ulaşması için merkeze doğru su taşınımı olur. Kil tabakaları arasında bulunan serbest suyun uzaklaşması ile tabakalar birbirine yaklaşır ve mamulde kuru küçülme olarak anılan yüzeyde küçülme meydana gelir. Kurutmanın ikinci aşaması kuru küçülmenin tamamlanmasıyla başlar. Bu aşamada tabakalar arasındaki suyun tamamına yakını uzaklaşır.



Şekil 1.13. (a) Por ve küçülme suyu, (b) por suyu, (c) absorbe suyu, (d) kuru kil

Buharlaşma seviyesi yüzeyden iç bölgeye doğru ilerledikçe, iç bölgelerden daha fazla buharlaşma gerçekleşir. Suyun yüzeye ulaşmasına engel olan mekanizmalar arasında difüzyon ve ısı iletimi direnci vardır. Suyun yüzeye doğru difüzyonunu sağlamak için sıcaklığın artırılmasına gereksinim vardır. Difüzyon direnci, kil tabakaları ile su arasındaki kuvvetli bağdan kaynaklanmaktadır. Mamulün et kalınlığı arttıkça iletilen ısı miktarı düşmekte ve iç-dış yüzeyler arasındaki sıcaklık farkı artmaktadır. Dolayısı ile mamul kalınlığı ısı iletim direncini oluşturmaktadır. Birinci ve ikinci kurutma safhalarındaki dirençlerin toplamı toplam kurutma direncini vermektedir. Kuru halde olan mamulün tabakaları arasında yer alan su, sinterlemenin gerçekleştiği pişirim aşamasında uzaklaşır ve bu aşama kurutmanın üçüncü ve son aşaması olarak anılmaktadır. Mamulün kuruması sırasında meydana gelen küçülmeleri de aşama aşama incelemek mümkündür. Birinci küçülme safhası: Kuru küçülme ilk

kurutma safhasında gerçekleşmektedir. İlk küçülme safhasında gerçekleşen hacimsel küçülme atılan suyun hacmine eşittir ve kil tabakaları birleştiğinde ilk safha tamamlanmış olur. İkinci küçülme safhası: Kritik nem miktarının olduğu noktada yani sabit kurutma hızından düşüşün başladığı noktada ikinci safha başlamaktadır.

Kil tabakalarına bağlı olan su ile ilk kurutma safhasından kalan bir miktar su (hacimce ~% 2) bu safhada uzaklaşır. Bu safha sonrasında atılan suyun hacimsel küçülmeye etkisi çok daha azdır. Bunun nedeni yarı mamul içinde bulunan partiküllerin geometrik dizilişlerinin tamamlanmış olmasıdır. Bu noktada yarı mamul plastikliğini tamamen kaybetmiştir. Üçüncü küçülme safhası: Bu safhada hacimsel küçülme yoktur. Kil tabakalarına bağlı olan su tamamen uzaklaştırılır. 1., 2. ve 3. küçülme safhalarında gerçekleşen küçülmelerin toplamı, toplam kuru küçülmeyi verir (Köning 1998).

#### **1.1.5. Pişirim Etkisi**

##### **1.1.5.1. Seramik sağlık gereçleri pişiriminde meydana gelen reaksiyonlar**

Pişirim süreci sırlanmış ham ürünün son halini aldığı süreçtir. Temel olarak ön ısıtma, pişirim ve soğutma bölgelerini içermektedir. Her bölgede farklı fiziksel ve kimyasal olaylar gerçekleşmektedir.

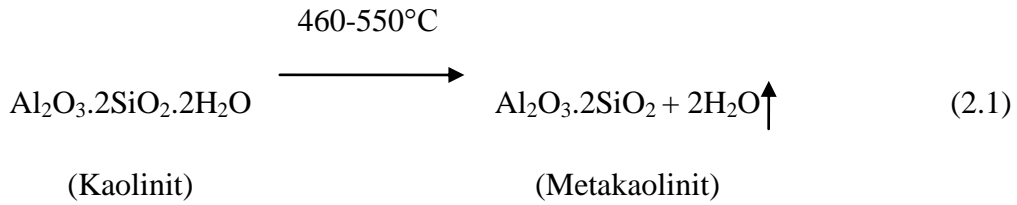
**Ön ısıtma bölgesi:** Ön ısıtma bölgesinde kil, kaolen, kuvars ve feldispat taneleri fiziksel temas halindedirler. Bünyenin içerdiği ilave oksitlere göre farklılık göstermekle birlikte kil-kuvars-feldispat üçlü sisteminde gerçekleşmesi mümkün olan reaksiyonlar aşağıda sıralanmıştır (Fortuna 2000) .

**Fiziksel suyun uzaklaştırılması (30-150°C):** Bünyenin içeriği kalıntı nem miktarı ağırlıkça % 1 - 1,5'den fazla olmamalıdır. Suyun aniden buharlaşması çatlakların oluşumuna sebebiyet vereceğinden bu bölgede 1,7 - 2,2°C/dk. gibi düşük bir ısıtma rejimi uygulanmalıdır (Fortuna 2000).

**Kimyasal suyun uzaklaştırılması, organiklerin yanması (150–500 °C):**

**Kaolinit-metakaolinit dönüşümü:** Kaolinit kristal yapısında bulunan hidroksil gruplarının dehidrasyonu ile 460-550°C’de metakaolinit oluşur ve **Eşitlik (2.1)**’de açığa çıkan su buharlaşır. TG-DTA eğrisinden dehidrasyon sıcaklığı, TG eğrisinden ise kristal su kaybı görülebilir.

Dehidrasyon hızı ve sıcaklığı kaolin yüzey alanı ve sıcaklık farklılıklarına bağlı olarak değişim göstermektedir. Açığa çıkan suyun bünyeden tümüyle uzaklaşması 650 °C’yi bulabilir (Fortuna 2000).

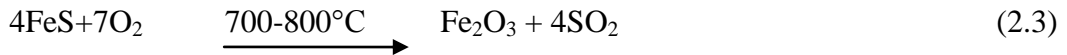
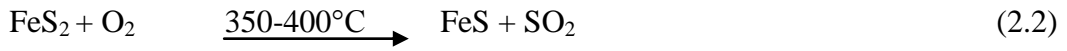


**Organiklerin Yanması:** Killerin içerisinde var olan organik maddeler 300°C ’den itibaren yanmaya başlar ve 700 °C’ ye kadar yanma devam eder. Kömür türevi bileşenlerin olması durumunda bu sıcaklık değeri 1100 °C ’yi bulabilmektedir. Yanma sürecinin kinetiği, organiklerin bileşimine, tane boyut dağılımına, ısıtma hızına ve seramik bünyenin kalınlığına bağlı olarak değişim göstermektedir. Isıtma hızının yüksek olması durumunda, reaksiyonların tamamlanması için gerekli süre artar ve ulaşılan sıcaklık değeri bu sebeple yüksek saptanır. 1,7 – 3,33 °C/dk. civarındaki ısıtma hızı organiklerin yanması için uygundur. (Fortuna 2000).

**Kuvars dönüşümü (500–700 °C):** 573 °C civarında kuvars, α fazından β fazına dönüşür ve kuvars kristal yapısının yeniden düzenlenmesi sırasında % 1,6 hacim genleşmesi oluşur. Kristal dönüşümü esnasında oluşan hacim genleşmesi, kaolinit-metakaolinit dönüşümü esnasında görülen küçülme miktarı ve hammaddeler arasında bulunan boşluklar tarafından dengelenir. Aynı zamanda killerin içerisinde görülen mika ve karbonat bileşikleri bozunmaya başlar. Bu sıcaklık aralığında mümkün olan ısıtma hızı 5 – 6,7 °C/dk. ’dır (Fortuna 2000).

***Karbonat ve sülfat türü bileşiklerin bozunması (700–1050 °C):***

Magnezyum karbonat 800°C ve kalsiyum karbonat ise 950°C civarında bozunmaya başlar. Isıtma hızının yüksek olduğu (8,3°C/dk.) rejimlerde bozunma reaksiyonlarının başlangıç sıcaklık değeri 1000 °C ‘ye kadar çıkabilir. Bu sıcaklık değerlerinde sır geçirimsiz olduğundan, yüzey özelliklerinde bozunmalar başlar. Bu sıcaklık aralığında talk ve mika kristal suyunu kaybeder ve florin bileşiklerinin bozunması başlar. Sülfat bileşikleri; kalsiyum sülfat (CaSO<sub>4</sub>), potasyum sülfat (K<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>), sodyum sülfat (Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>) bozunmaya başlar. Sırası ile **Eşitlik (2.2)** ve **(2.3)**’de görüldüğü gibi FeS<sub>2</sub>, FeS ve CuFeS<sub>2</sub>’in (kalkopirit) bozunması ile SO<sub>2</sub> gazı ortaya çıkmaya başlar (Fortuna 2000).



Gazların bünyeden atılmaya başlandığı sıcaklık değeri, ısıtma hızına bağlı olarak değişim gösterir ve sınır ergime sıcaklığından düşük olmalıdır (Fortuna ve Angeli 2005). Gazların bünyeden uzaklaştırılmaması halinde, gazlar sır içerisinde hapsolür ve sınır yüzey kalitesinin bozulmasına sebebiyet verir.

***Pişirim Bölgesi: (Pişirimin bu aşaması, ürün boyutlarında küçülme ve ürünün belirli bölgelerinde piropplastik deformasyonların oluşmaya başladığı sıcaklık aralığıdır.)*** Pişirimin en yüksek sıcaklığına ulaşıldığı ve sinterlemenin gerçekleştiği bölgedir. Kompozisyonda mevcut bulunan düşük ergime sıcaklığına sahip feldispatik hammaddelerin artan sıcaklıkla yumuşaması sonucu ilk sıvı faz, feldispat-kil arayüzeyinde oluşur ve hammaddeler arasında bulunan boşlukları doldurmaya başlar. Metakaolinit 950 – 1000°C’de yarı kararlı spinel yapısına( $\gamma$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) ve serbest amorf silikaya (SiO<sub>2</sub>) dönüşmektedir (Carty ve Senapati 1998).

Metakaolinitin dekompozisyonu sonucu oluşan yüksek aktiviteye sahip amorf silika fazı, K-feldispat (K<sub>2</sub>O.Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>.6SiO<sub>2</sub>) varlığında 990°C’de, Na-feldispat varlığında (Na<sub>2</sub>O.Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>.6SiO<sub>2</sub>) varlığında 1050°C’de, feldispatla ötektik

reaksiyona girer. Oluşan sıvı fazın viskozitesi sıcaklık arttıkça düşer ve kuvars gibi refrakterik tanelerin etrafını sararak ıslatma sağlar. Taneler arasındaki boşlukları dolduran bu sıvı fazın meydana getirdiği kapiler çekimle, taneler birbirine doğru yaklaşır ve porların iç kısmı yavaş yavaş bu yüksek kuvars içeriğine sahip camsı fazla dolar. Eriyiğin porlara doğru olan hareketi, camın çözmüş bulunduğu kuvars miktarı arttıkça azalmaktadır. Viskozitenin artması ile matrisin içinde hapsolmuş olan porların çapı azalır, iç basıncı artar ve izole hale gelirler. Böylesi bir durumda sıvı fazın viskozitesini düşürmek için sıcaklığın yükseltilmesi düşünülebilir, ancak bu da bir anda bünyenin piropplastik deformasyonuna neden olacaktır. Boyutsal hassasiyet, mukavemet, yüzey düzgünlüğü ve deformasyonun müşteri memnuniyetini destekler nitelikte olması gerektiğinden dolayı sıcaklığın artırılması söz konusu değildir. Metakaolinin dekompozisyonu sonucu oluşan spinel fazı dengede olmayan kararsız bir fazdır ve 1075°C’de termodinamik bakımdan daha kararlı olan müllit ( $3\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$ ) fazına dönüşür. Müllit fazının yapıdaki oluşumu başlangıç tozunun kaolen içeriğine ve yığının homojenliğine bağlı olarak 1300°C’ye kadar uzanabilir. Homojen bir sistemde müllit daha düşük sıcaklıklarda gelişir ve kompozisyondaki kaolen miktarı fazla ise çok miktarda müllit fazı olacaktır. Bu bölge için 2 - 2,5°C/dk. ısıtma hızı uygundur. Sistemde oluşan camsı faz sıcaklık arttıkça çözünen hammaddelerle doyunlaşır ve nihai olarak tepe sıcaklığında (1200°C’de) kuvarsın maksimum miktarda çözünmesi sonucunda viskozitesi artar. Çözünen kuvars miktarı, sıvı faz miktarına ve tane boyutuna bağlı olarak değişim göstermektedir. Aynı bünye bileşimlerinde kalıntı kuvars miktarı, bünyenin genleşme katsayısını belirler ve azaldıkça bünyenin ısıl genleşme katsayısı düşer (Fortuna 2000). Kalıntı kuvars miktarı % 5 ile % 18 arasında değişebilir ve buna göre bünyenin genleşme katsayısı,  $5,9 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$  ile  $6,9 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$  arasında değerler alır (Fortuna 2000). Oluşan ve kalıntı kristal fazlar ile içerisinde buldukları camsı fazın oluşturduğu eriyik tepe sıcaklığından soğutulmaya başlanır ve cam geçiş sıcaklığına kadar piropplastik deformasyon ve iç gerilmelerin etkisi altındadır. Cam geçiş sıcaklığının altına inildiğinde bu gerilmeler yerini camsı faz ile oluşan kristal tanelerin arasındaki ısıl genleşme katsayısı farkından kaynaklanan içsel gerilmelere bırakmaktadır (De Noni 2008 ).

Buna göre yapı içerisinde kristal (birincil ve ikincil müllit) ve amorf faz oluşur ve bünye küçülür (Fortuna 2000).

**Soğutma bölgesi:** Pişirim bölgesinde hedeflenen mikro yapıya ulaşan ürün, bu kademedeki kontrollü biçimde soğutularak fırından çıkartılır. Soğutma, belirli sıcaklık aralıklarında gerçekleşen fiziksel olaylara bağlı olarak kademeli biçimde ve farklı soğutma hızlarında gerçekleştirilmektedir (Fortuna 2000).

**Sırda biriken gazların uzaklaştırılması (1230/1250–1200°C):** Bu aşama ilk soğutma olarak da bilinir ve sırda biriken gazların uzaklaştırılabilmesi için çok yavaş geçilmesi gereklidir. Sıcaklığın azalması ile sır tabakasında hapsedilmiş olan gaz habbelerinin sıvı faz içerisindeki çözünürlüğü azalır ve sır yüzeyine doğru hareket ederler. Küçük boyutlardaki gaz habbecikleri sır tabakası kalınlığı boyunca katettikleri mesafede, Oswalt-Ripening kuralına uygun biçimde birleşerek yüzeye ulaşmaya çalışırlar (Rahaman 2003). Gaz habbesinin yüzeye ulaşarak patlaması durumunda oluşan boşluk, hala akışkan haldeki sıranın bu bölgeye doğru hareketi ile doldurulur. Pişirim sonucunda gözeneksiz ve pürüzsüz bir sır yüzeyinin eldesi, bu aşamada garanti altına alınmaktadır. Sırın soğutma sonucu viskozitesinin yükselmesi pin hol, krater vb. yüzey hatalarına sebebiyet verecektir. Bu aralıkta uygun olan soğutma hızı 0,17 – 0,25°C/ dk.'dır (Fortuna 2000).

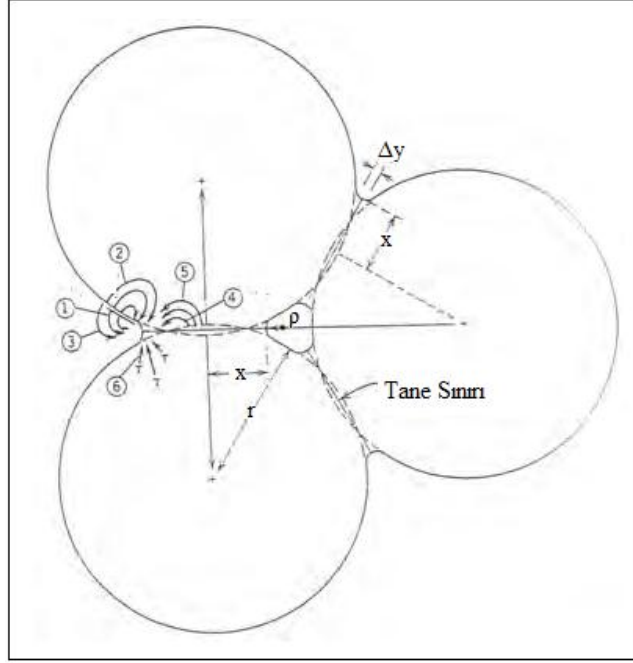
**Hızlı soğutma (1200–800°C):** Bu aralıkta hızlı soğutma gerçekleşir ve bünyede dıştan içe farklı sıcaklık bölgeleri ve dolayısıyla gerilimler oluşur. Bu gerilimler amorf fazda oluşan piroplastik deformasyonlar tarafından karşılanır. Bu aşamadaki soğutma hızı 16,7°C /dk.'yı aşabilir. Gerçekleşen ani soğutma sonucu sır parlak bir görünüme kavuşur (Fortuna, 2000).

**Amorf fazın katı hale geçmesi (800–600°C):** Bu sıcaklık aralığında amorf faz katı hale geçer. Bünye içerisindeki sıcaklık dağılımının homojen hale gelmesi için soğutma hızı yavaşlatılır. Uygun görülen soğutma hızı 1,7 – 2,17°C/ dk.'dır (Fortuna, 2000).

**Kuvars dönüşümü (600–180°C):** 573°C'deki tersinir  $\beta \rightarrow \alpha$  dönüşümü sonucunda kuvars tanelerinde yaklaşık % 2'lik bir büzülme meydana gelir ve üründe hacimsel küçülme görülür. Bu sıcaklık aralığının mümkün olduğunca yavaş geçilmesi önerilmektedir, aksi takdirde bünye içerisinde meydana gelebilecek sıcaklık farklılıkları ve dolayısıyla bölgesel küçülmeler çatlaklara sebebiyet verebilir. Bu nedenle bünye içerisinde mümkün olduğu kadar az kalıntı kuvars yer almalı ve soğutma hızı 0,8°C/ dk.'yı aşmamalıdır (Fortuna 2000). Sağlık gereçleri porselen bünyelerinde, kristobalit oluşumu gözlenmediği için, soğutma herhangi bir önlem alınmaksızın gerçekleştirilebilir. Fine fire clay bünyelerinde şamot kullanıldığından dolayı % 8 - 10 arası kristobalit bulunabilir. Bu aralıkta soğutma 250 - 180 °C arasında 0,8 °C/dk.'ya yavaşlatılır.

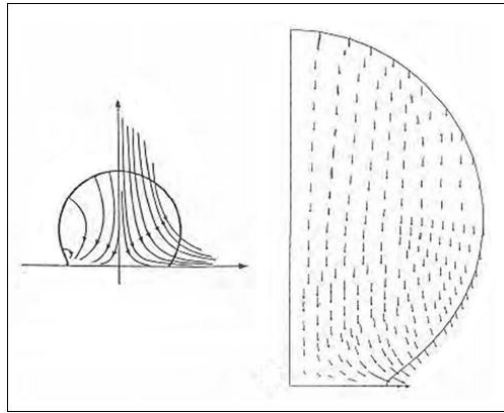
#### **1.1.5.2. Viskoz akış sinterlemesi (vitrifikasyon)**

Çok kristalli malzemelerde belli bir difüzyon mesafesine taşınım, difüzyon yoluyla gerçekleşirken amorf malzemelerde bu olay ağdalı akış yolu ile meydana gelmektedir. Katı-hal sinterlemesiyle sinterlenen çok kristalli malzemelerde, malzeme taşınımı, kimyasal potansiyelin yüksek olduğu bölgelerden kimyasal potansiyelin düşük olduğu bölgelere, yani tane sınırlarından porozitelere doğru gerçekleşmektedir. **Şekil 1.14.** 'de malzeme taşınımının sağlandığı 6 farklı difüzyon mekanizması görülmektedir (Rahaman, 2003).



**Şekil 1.14.** Sinterlemenin ilk aşamalarında malzeme transferi için alternatif bölgeler (Kingery ve ark. 1976)

1100 - 1210°C arasında pişirilen sağlık gereçlerinde boyun oluşumu ve yoğunlaşma, partiküllerin deformasyonu ile birlikte oluşan viskoz (ağdalı) akışla sağlanmaktadır. Malzeme taşınım yönüne ve oluşum şekline dair tam bir tanımlama yoktur. Viskoz akışta taşınım mesafesinin mümkün olan en kısa yol olduğu kabul edilir. **Şekil 1.15.** 'de ağdalı akışın gerçekleşebileceği iki olası yol görülmektedir (Rahaman 2003).



**Şekil 1.15.** Viskoz akışla gerçekleşen yoğunlaşma (Rahaman, 2003).

Viskoz akış sinterlemesinde malzeme taşınımı için geliştirilen eşitlikler enerji denkliği üzerine oturtulmuştur ve genellikle amorf malzemelerin sinterleme kinetiklerinin açıklanmasında kullanılmaktadır (German 1996, Rahaman 2003).

**Frenkel modeli:** Ağdalı akışın başlangıç aşamasını iki tane modeline uygun biçimde ilk kez ortaya koyan Frenkel'dir. Frenkel ağdalı akışta, malzeme akışının sistemdeki enerji dengesi tarafından kontrol edildiğini ve sistemde ağdalı akışla birlikte meydana gelen enerji kaybını kullanarak sinterleme hızının bulunabileceğini ifade etmiştir. Yüzey oluşumuna bağlı olarak sistemin kazandığı enerjinin, ağdalı akıştaki enerji kaybına eşitlendiği durumda Eşitlik (2.4) sinterleme hızı bulunabilmektedir (Rahaman 2003).

$$\text{Enerji kaybının hızı Ağdalı Akış ile} = \text{Enerji Kazanım Hızı Yüzey Alanının Artması ile} \quad (2.4)$$

Frenkel'in viskoz akış modeli sinterlemenin ilk kademelerindeki küresel, tek dağılımlı partikülleri tanımlar ve merkezleri birbirine yakın olan iki eşit partikülün çekme hızının hesaplanmasını sağlar. Frenkel modeli lineer çekmenin ilk % 10'luk kısmında geçerlidir (Kim ve So 2000).

Frenkel'e göre iki tane modelindeki partiküllerin temas bölgesinde oluşan boyunun çapı arttıkça taneler arası mesafe azalmaktadır ve bu azalmanın tanelerin çekmesinden kaynaklandığı söylenebilir. Frenkel **Şekil 1.14.**'deki modelin ağdalı akıştaki taşınımı en iyi ifade edebilecek model olduğunu kabul ederek, boyun büyümesini aşağıdaki gibi açıklamıştır. İlk anda temas halinde olan iki partikül (**Şekil 1.14.**) ele alınırsa  $\rho$  ile ifade edilen ( $\rho = x^2/4r$ ) eğriliğin küçük negatif yarıçapında partiküllerin yüzeyleriyle karşılaştırıldığında bir negatif basınç bulunmaktadır. Bu farklılık malzemenin por bölgesine viskoz akışına sebep olur. İlk boyun oluşum hızı (**Eşitlik 2.5**)'de verilmiştir (Kingery ve ark. 1976).

$$\frac{x}{r} = \left(\frac{3\gamma}{2\eta\rho}\right)^{1/2} t^{1/2} \quad (2.5)$$

Temas yarıçapındaki artış  $t^{1/2}$  ile orantılıdır; partiküllerin arasındaki alanın artışı direkt olarak zamanla orantılıdır. Bu prosesin hızı; yüzey gerilimi,

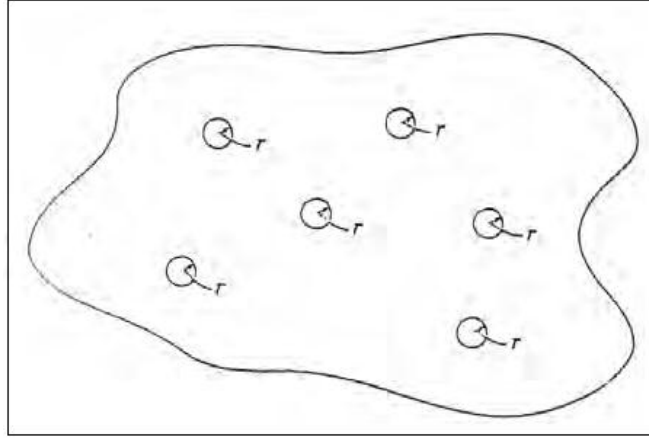
viskozite ve partikül boyutu tarafından belirlenmektedir. Meydana gelen küçülme partikül merkezlerinin birbirlerine yaklaşmasıyla belirlenir ve **Eşitlik (2.6)** ile ifade edilir (Kingery ve ark. 1976, Kim ve So 2000).

$$\frac{\Delta V}{V_0} = \frac{3\Delta L}{L_0} = \frac{9\gamma}{4\eta r} t \quad (2.6)$$

Bu eşitlikten görüldüğü gibi küçülmenin ilk hızı yüzey gerilimi ile doğru, viskozite ve partikül boyutu ile ters orantılıdır. Uzun süreler sonrasında oluşan durum, **Sekil 2.7.**' de gösterildiği gibi bünye içerisinde meydana gelmiş küçük porlar şeklinde tanımlanabilir. Her bir porun iç kısmında bir negatif basınç mevcuttur; bu basınç  $2\gamma/r$ ' ye eşittir. Toz kütesinin dışında, kütleyi sağlamlaştırmak için bir pozitif basınç bulunmaktadır; bu pozitif basıncın değeri de  $2\gamma/r$ ' ye eşittir (Kingery ve ark. 1976).

**Mackenzie ve Shuttleworth (M-S) modeli:** Mackenzie ve Shuttleworth, bir viskoz bünyedeki eşit boyutlu izole porların varlığından kaynaklanan küçülmenin hızı için bir bağıntı geliştirmişlerdir (**Şekil 1.16.**). M-S modelinde, Frenkel metodu kullanılarak sinterleme sırasındaki çekme hızı küresel hücreler kullanılarak açıklanmıştır. Bu hücreler küresel porlar içeren bünyenin yoğunlaşmasını temsil etmektedir ve hücre boyutu sinterlenmiş bünyedeki por hacmi eşit olacak şekilde merkezi boşluklar seçilmek suretiyle belirlenmiştir. Sinterlenme sırasındaki hücrelerde meydana gelen çekmeler yüzey alanındaki değişim ve viskoz akış sırasındaki enerji kaybı dikkate alınarak hesaplanabilir (Scherer 1987).

Yüzey geriliminin etkisi tüm porların içerisinde oluşan  $-2\gamma/r$ ' değerinde bir basınca eşittir ya da sıkıştırılmayan bir malzeme için toz kütesine uygulanan  $+2\gamma/r$ ' büyüklüğünde bir hidrostatik basınç uygulanmasına eşittir (Kingery ve ark. 1976).



**Şekil 1.16.** Sinterleme prosesinin son aşamalarına doğru kapalı (izole) por içeren kütle (Kingery ve ark. 1976)

Gerçek problem, poroz malzemenin özelliklerinin yoğun malzemenin viskozite ve porozitesinden belirlenmesidir. Kullanılan yaklaşımın metodu **Eşitlik (2.7)**'de sunulmuştur.

$$\frac{d\rho'}{dt} = \frac{2}{3} \left(\frac{4\pi}{3}\right)^{1/3} \eta^{1/3} \frac{\gamma}{\eta} (1 - \rho')^{2/3} \rho'^{1/3} \quad (2.7)$$

Burada “ $\rho'$ ” göreceli yoğunluktur; yığın yoğunluğun gerçek yoğunluğa oranıdır ya da ulaşılan gerçek yoğunluğun fraksiyonudur. “ $n$ ” gerçek malzemenin birim hacmi başına por sayısıdır. Por sayısı por boyutuna ve göreceli yoğunluğa bağlıdır ve **Eşitlik (2.8)** ve **Eşitlik (2.9)** 'da verilmiştir (Kingery ve ark. 1976).

$$\eta \frac{4\pi}{3} r^3 = \frac{\text{Por Hacmi}}{\text{Katı Hacmi}} = \frac{1 - \rho'}{\rho'} \quad (2.8)$$

$$\eta^{1/3} = \left( \frac{1 - \rho'}{\rho'} \right)^{1/3} \left( \frac{3}{4\pi} \right)^{1/3} \frac{1}{r} \quad (2.9.)$$

Eşitlik (2.7) ile Eşitlik (2.9) kombine edildiğinde **Denklem (2.10)**'i verir.

$$\frac{d\rho'}{3dt} = \frac{3\gamma}{2r_0\eta} (1 - \rho') \quad (2.10)$$

Burada  $r_0$  partiküllerin ilk yarıçapıdır. Tam yoğunlaşma için Denklem (2.11) verilmiştir.

$$t_{sn} \sim \frac{1,5 r_0 \eta}{\gamma} \quad (2.11)$$

**Scherer modeli:** Tam yoğunluğa ulaşmaya kadar sinterleme mekanizmasını tanımlayan tek bir model yoktur. Scherer'in silindirik modeli 0,94'e kadar açıklayabilmektedir. Scherer modeli, Frenkel ve M-S modelleri arasındaki boşluğu dolduran bir modeldir. Frenkel iki kürenin sinterlenmesini yüzey alanındaki azalmaya bağlı olan enerji boşalmasını, viskoz akışa bağlı olan enerji dağılımına eşitleyerek analiz etmiştir. Bu enerji dengesi M-S ve Scherer tarafından da kullanılmıştır. M-S modelinde varsayılan geometri küreseldir. Scherer'deki ise silindirlerin kübik olarak düzenlenmesine dayanmaktadır. M-S modeli özellikle sinterlemenin son evresine uygundur. Scherer modeli de özellikle jellerde bulunan yüksek gözenekli morfolojiler için uygundur (Jagota ve Dawson 1990, Kim ve So 2000).

### 1.1.5.3. Seramik sađlık gereçleri bünyelerinin sinterleme aşamaları

Yaş bünyede mevcut bulunan geniş boyut ve dağılıma sahip tane ve porların varlığından ötürü artan sıcaklıkla birlikte ergime, porların birleşmesi, por kabalaşması ve tane büyümesi gibi kademelerin tümü bir arada gözlenebilmektedir. Pek çok mekanizmanın aynı sistemde aynı anda aktif olmasından dolayı mikroyapısal oluşumların kontrolü de zorlaşmaktadır. Başlangıç evresi, ara evre ve son evre olmak üzere porselen bünyelerin sinterleme davranışlarını üç aşamada incelemek mümkündür (**Şekil 1.17.**).

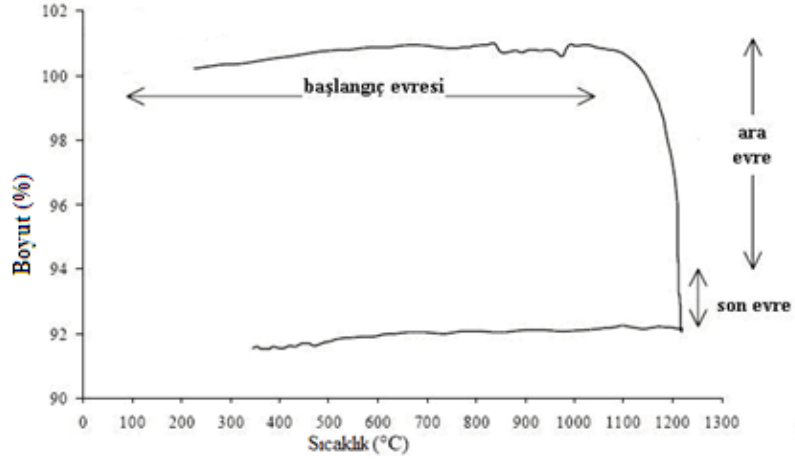
**Başlangıç Evresi:** Yaklaşık 1050-1100°C'ye kadar devam eden başlangıç evresinde bünyede çok küçük boyut değişimleri meydana gelir. Bu aşamada sinterleme mekanizması, spesifik yüzey alanındaki değişmeye karşılık lineer çekmenin karşılaştırılmasıyla değerlendirilir (Paganelli 2002). Spesifik yüzeydeki kuvvetli azalma, en düşük sıcaklık ve en kısa zamanda yok denilebilecek kadar az olan genişlemeyle elde edilir. Spesifik yüzey alanındaki azalma % 93 'e kadar sürekli olarak devam ederken, lineer çekme daima % 1 'in altındadır (**Şekil 1.19.**). Bu durumda, 1000 °C 'nin altındaki sıcaklıkta sinterleme için baskın mekanizma yüzey difüzyonudur (Rahaman 2003). Daha yüksek sıcaklıklar için, viskoz kütle akışı uygun bir çekmeyle (% 3,5; 1000°C'de), sınırlı olarak spesifik yüzeyde daha fazla düşüşle (% 96) başlar. 900-1000°C'ye kadar olan pişirim süresince temel dönüşüm kil minerallerinin bozunmasıdır. Böylelikle amorf faz ve birincil müllit oluşur. Yaklaşık 900 den 1000°C ye kadar feldispatik eriyiğın gelişiminin başlaması sınırlanır. 900°C'de, zamanın ilerlemesiyle birlikte, denge durumunun oluşmasından dolayı faz kompozisyonunun dengelenmesi sağlanır. 1000°C'de, müllit oluşumu önemli derecedeki sıvı fazın artışıyla beraber gerçekleşir.

**Ara Evre:** Ara evre, maksimum yoğunlaşmanın elde edildiği sıcaklık aralığında gerçekleşir (**Şekil 1.16.**). Maksimum yoğunluktaki faz kompozisyonu farklı sinterleme sıcaklıkları için çok fazla değişmez. Sadece çok yüksek ısı seviyelerde müllit ve camsı faz miktarlarında küçük değişimlerle kuvarsın çözünürlüğünde artış gözlenir. Viskoz fazın kimyasındaki ana değişiklik, Na/K

oranında değişme olmadan kademeli olarak silikada meydana gelen artıştır. Sodyum formülasyonları, potasyum bünyelerine göre daha dar bir kompozisyon aralığı gösterir. Bu nedenle potasyum ve sodyum sıvı fazlarının viskozitesi arasındaki fark beklenildiği gibi potasyumca zengin eriyiğin daha viskoz olması yönündedir. Viskozite sıcaklıkla beraber düzenli bir şekilde düşer. Bu etki potasyumca zengin fazlarda, daha geniş kimyasal kompozisyona sahip olmalarından dolayı, daha fazla göze çarpmaktadır. Yoğunlaşma hızı, viskoz akışın açık porları doldurmasıyla 1200°C'ye kadar düzenli bir şekilde artar, fakat çekme maksimum değerine 1150°C'ye yakın bir sıcaklıkta ulaşır ve daha yüksek sıcaklıklarda çok fazla değişim göstermez. Bu davranış faz dönüşümlerinin sonucu olarak meydana gelen hacim değişiklikleriyle açıklanabilir. Özellikle kuvarsla feldispatın ötekiğindeki ergime sıvı fazın düşük yoğunluğundan dolayı hacimde % 10 'luk bir artışa neden olur. Sıvı fazın daha düşük viskozite değerleri daha fazla çekme değerlerine neden olur. Viskoz akışla meydana gelen yoğunlaşma hızı süreç sırasında sıvı fazın miktarından çok viskoziteye bağlıdır. Yoğunlaşma hızının kontrolü sıvı faz içinde katının çözünürlüğüyle sağlanır. En göze çarpan ise sıcaklığa bağlı olarak viskozitenin rolüdür.

**Son Evre:** Sinterlemenin son evresi 1175°C'nin üzerinde porların yapıdan uzaklaştırıldığı evredir (**Şekil 1.16.**). Bu evrede faz kompozisyonları bir dengeye ulaşır ve sadece müllitin çözünme/çökelme dönüşümleri ve sıvı faz içinde kuvarsin bir miktar çözünümü gerçekleşir. Sağlık gereçleri bünyelerinin mikroyapısını etkileyen en önemli olgu kapalı porlar içindeki gazların çözünürlüğü ve porların kabalaşmasıdır. Por kabalaşması hızı sodyumca zengin bünyelerde viskozitenin düşüklüğünden dolayı daha fazladır. Bu nedenle de sıvı fazdaki Na/K oranına önemli derecede bağlıdır. Mikroyapıda viskozitenin çok düşük olmasından doğan por kabalaşması bünyede deformasyona neden olacaktır. Bu nedenlerle, son aşamada kalan artık porozite miktarı, kabalaşma hızındaki artışa karşı olan yoğunlaşma hızının düşmesi olmak üzere birbirine zıt olarak etki eden iki mekanizmaya bağlıdır (Rahaman 2003). Porselen karo ve sağlık gereçlerinin üretim hızını arttırmak ve sıcaklıklarını düşürmek için gerçekleştirilen çalışmalar literatürde mevcuttur. Bu çalışmalarda atık camların, bor esaslı fritlerin, vollastonitin, talk gibi MgO sağlayabilecek minerallerin ve

zeolitlerin tasarlanan kompozisyonlara ilave edilmesi ile sinterleme üzerine olan etkileri araştırılmıştır. Sözü edilen bu ilavelerin yapılması sayesinde sistemlerdeki sıvı fazın viskozitesi azaltılmış, porların ortadan kaldırılmasında mevcut durumdan daha iyi durumlar yakalanmış ancak yüksek sıcaklığın etkisi ve düşük viskozite sonucunda bünyelerde kabarma ve deformasyon gözlemlenmiştir.



Şekil 1.17. Endüstriyel porselen bünyesi için sabit hızda sinterleme eğrisi.

Sinterleme aşamalarında geçerli olan modellerin etken parametrelere bakılarak sistemin hedeflenen mikroyapıyla uyumlu biçimde gelişmesi sağlanabilir. Bazı hataların kaynakları Çizelge 1.2.'de gösterilen parametreler hesaba katılarak açıklamaya kavuşturulabilir.

Çizelge 1.2. Ağdalı akışta sinterleme evrelerine göre etken olan modeller ve faktörler.

Aşama	Faktörler	Model
Başlangıç Evresi	$\gamma, \eta, r$	Frenkel
Ara Evre	$\gamma, \eta$	Scherer
Son Evre	$\gamma, \eta, r$	Mackenzie-Shuttleworth

Gennaro ve ark. (2003) yaptıkları çalışmada feldispatik akışkanlaştırıcıların yerine düşük maliyetli ve yüksek katyon değişim kapasitesine sahip zeolitleri (chabazite, analcite, phillipsite, clinoptilolite) ikame etmişlerdir. Pişmiş ürünlerde aynı porozite seviyesinde yüksek pişme küçülmesi, aynı su emme seviyesinde düşük yığımsal yoğunluk ve düşük kırılma modülü elde edilmiştir. Bu sonuçlar ışığında, zeolitlerin porselen karo bünyesinde akışkanlaştırıcı olarak kullanılması durumunda kapalı por miktarını arttırdığı sonucuna varılabilir. Funk ve Dinger (1994) yaptıkları çalışmalarda tane boyut ve dağılımının porselen karo bünyelerin sinterleme kinetiği ve reaksiyon basamaklarına olan etkisini araştırmışlardır.

Tane boyut dağılımı tanelerin paketlenmesini, por boyut ve dağılımını, yüzey alanı ve aglomerasyon derecesini etkilemektedir. İyi paketlenen tozlarda partiküller arası mesafenin azaltılması ve tanelerin birbirlerine temas noktalarının arttırılması, pişirmede homojenizasyonun sağlanması ve reaksiyonların zamanında ve istenilen verimle gerçekleştirilmesi bakımından önem taşımaktadır. Scheckler ve Dinger (2007) yaptıkları çalışmalarda partikül boyutunun azaltılması ile piroplastik deformasyonun ve pişirim sıcaklıklarının 50°C'ye kadar düşürülebileceğini belirtmişlerdir. Partikül boyutundaki azalma sayesinde düşük sıcaklıkta oluşan sıvı faz miktarı ve bu sıvı fazın içinde çözünen kuvars miktarı artmaktadır. Prasad ve Maiti (2002) ise kuvars çözünürlüğünün artmasının pişmiş ürün içinde bulunan kalıntı kuvars miktarının azalmasına neden olacağından piroplastik deformasyon eğiliminin artacağını ifade etmişlerdir.

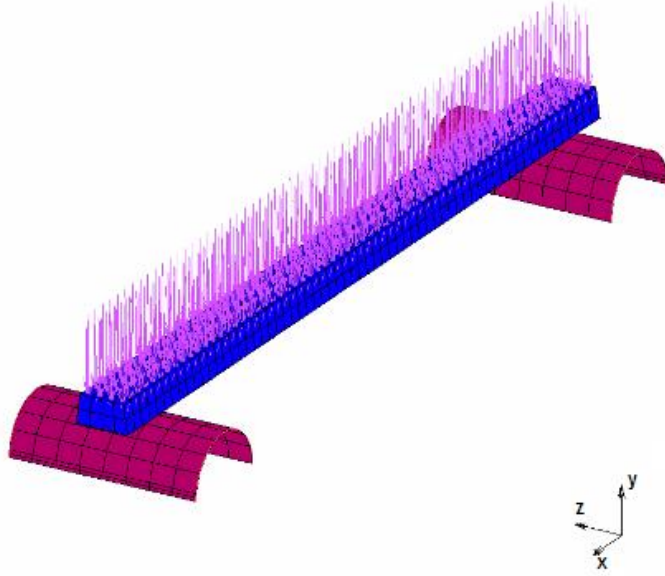
Tucci ve arkadaşları (2007), yaptıkları çalışmada porselen karo reçetesindeki akışkanlaştırıcıları soda-kireç camının kırıklarından sağlamışlar ve pişmiş bünyenin standart bünyeye nispetle yüksek homojenizasyona ve mekanik dayanıma sahip olduğunu ifade etmişlerdir. Homojen sıvı fazın başlangıçta sisteme verilmiş olması partiküllerin daha fazla ve daha erken ıslatılmasını sağlamıştır. Bu sayede hem nihai yapının homojenliği artmış hem de pişirim sıcaklıklarında önemli derecelerde azalma kaydedilmiştir. Benzer bir çalışmada Rambaldi ve ark. (2007), kullanılan akışkanlaştırıcıların bir kısmının yerine soda kireç silika camını ikame etmişler ve feldispat yerine cam kırığı girilmesinden

dolayı eksik kalan  $Al_2O_3$  miktarını kil ilave ederek tamamlamışlardır. Homojen camsı bileşenin başlangıçta sisteme ilave edilmiş olmasıyla, kuvars çözünürlüğünü ve dolayısıyla viskoziteyi arttırmasının piropplastik deformasyonu azalttığı yönünde sonuçlar tespit edilmiştir.

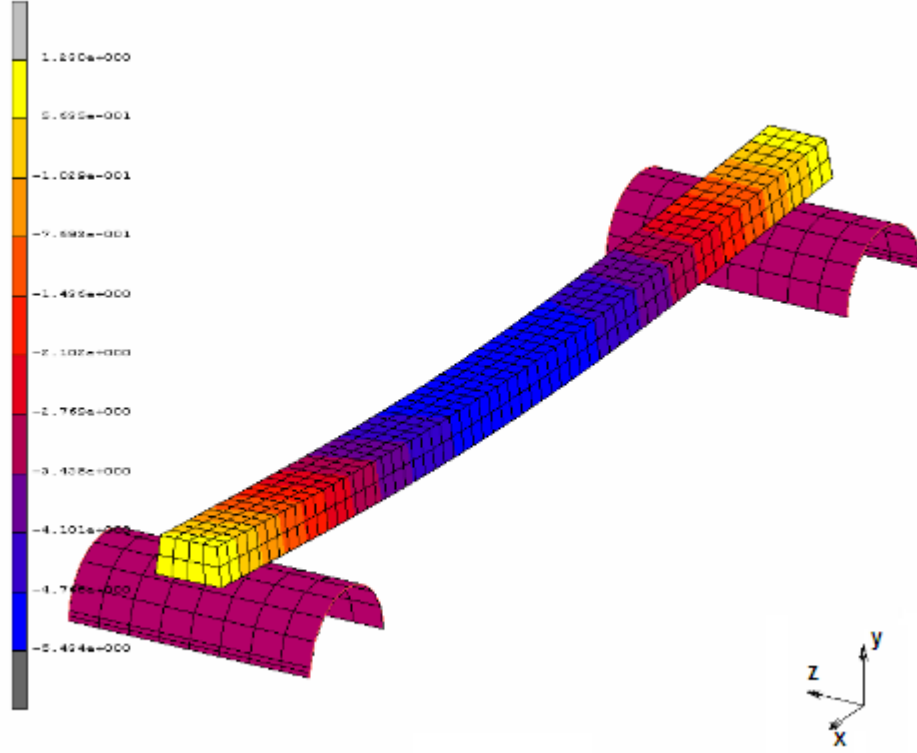
Moreno ve arkadaşlarının (2000) yaptığı çalışma, porselen karo bünye özelliklerinin iyileştirilmesi için reçetede firitin kullanılmasını içermektedir. Tucci ve arkadaşlarının yaptığı çalışmanın sonuçlarıyla benzer biçimde sonuçlar elde edilmesinin yanı sıra, pişirim aralığının daraldığı sonucuna varılmıştır. Paula ve arkadaşları (2002), yaptıkları çalışmada düşük sıcaklıkta sıvı faz oluşumunu sağlamak üzere borlu bileşikleri kullanmışlardır. Düşük sıcaklıklarda düşük viskoziteli sıvı fazın elde edilmesi, porların içinin eriyikle dolacağını ve kapalı por miktarının azalacağını düşündürse de, bu, sıvı fazda bulunan gazların sıcaklık arttıkça çözünürlüğünün azalması sonucunda kabarmalara neden olmuştur. Kaba porların bünye içinde artması sonucunda hem mekanik özelliklerde hem de parlatılmış ürünlerdeki lekelenme dayanımında azalmaların olduğu kaydedilmiştir. Sanchez-Munoz ve ark. yaptıkları çalışmada porselen karo reçetesine akışkanlaştırıcı olarak vollastonit ilave ettiklerinde, eski teknolojiyle kurulmuş fabrikalarda mevcut bulunan yer karosu pişirim fırınlarının, porselen karo üretimi için kullanılabileceğini ifade etmişlerdir. Ağdalı akış ile sinterlenen bünyelerde sinterleme mekanizmaları incelenmiş ve maksimum yoğunlaşmanın elde edilmesini sağlayan parametreler ortaya konulmuştur. Kompozisyona bağlı olarak sinterleme sıcaklığı ve süresinin maksimum yoğunlaşma davranışlarını etkilediği anlaşılmıştır. Bu alanda yapılan çalışmalar ve modellemelerin en büyük eksikliği başlangıç hammaddelerinin ideal tozlar ve meydana gelen reaksiyonların ideal reaksiyonlar olduğunun kabullenilmesidir. Bu alandaki eksiklik yüksek sıcaklık karakterizasyon tekniklerinin kullanılabilmesi ile açıklığa kavuşturulacaktır.

### 1.1.6. Seramik sađlık gereçlerinde deformasyon

Fiziksel açıdan bakıldığında büyük boyutlu ve köşeli hatlara sahip ürünlerin sergilediđi yüksek deformasyon eğilimi, temel olarak ürün üzerindeki yük dağılımından kaynaklanmaktadır. Ercan (2006) yüksek lisans tezinde vitrifiye çamurunun deformasyon davranışı optik sayısallaştırma yöntemiyle sayısal olarak modellenmiştir. Çalışmada Mentat programı kullanılarak deformasyon sonrasında ürün üzerinde meydana gelen yük-yer deđiřtirmeleri tespit edilmiştir. Ercan, çalışmalarına deformasyon test çubuğundaki yük dağılımını inceleyerek başlamıştır. Test çubuğunda deformasyon öncesi ve sonrasındaki yük dağılımlarını gösteren sonlu elemanlar modeli **Şekil 1.19.** ve **Şekil 1.20.**'de sunulmuştur. **Şekil 1.19.**'de görüldüğü üzere, deformasyon öncesinde çubuk düzgün bir dikdörtgen prizma şeklindedir ve her noktasındaki yük dağılımı aynı büyüklüktedir. Deformasyon sonrası ağırlık yönündeki yer deđiřtirmeler incelendiğinde, desteğin dışında kalan kısımlar pozitif eksen ve destekler arası kısımlar negatif eksen yönünde bir yük dağılımına sahiptirler. Test çubuğunun orta bölgesi, mavi renklidir ve yük dağılımı negatif eksen yönünde yoğunlaşmıştır.



**Şekil 1.18.** Deformasyon test çubuđu, sonlu elemanlar modeli (Ercan 2006)



**Şekil 1.19.** Deformasyon sonrası test çubuğunda ağırlık ile yük yer değiştirmeleri (Sarı bölgeler pozitif yöndeki yük dağılımını, sırasıyla turuncu, kırmızı, mor ve mavi bölgeler negatif yönde artan yük dağılımını ifade etmektedir. ) (Ercan 2006)

Airey ve Birtles (1996), beyaz seramik bünyelerin piropplastik deformasyon mekanizmasını anlamak ve düşük piropplastik deformasyona sahip bünyeler geliştirmek için bir çalışma yapmışlardır. Çalışmada, yüksek sıcaklık deformasyon miktarı Instron Universal Test cihazı kullanılarak tespit edilmiştir. Bu cihaz, yüksek sıcaklık gerilim-gerinim parçası ve bir fırın içermektedir. Cihaz ile sabit yük altında zamana ve sıcaklığa karşı sapma ve sabit sıcaklık altında yüke karşı sapma miktarlarının belirlenmesi mümkündür. Vitrifiye çini ve kemik porseleni üzerinde yapılan deneylerden elde edilen sonuçlara göre, çizilen grafikler yardımıyla deformasyon davranışının genel bir görüntüsü oluşturulmuş ve pişirme aşamasında meydana gelen piropplastik deformasyon üç aşamaya ayrılmıştır.

Aşamalar arasındaki sınır, bünyenin kompozisyonuna ve pişirim öncesi maruz kaldığı işlemlere bağlıdır. Birinci aşamada, birbirlerine sıkı bir şekilde kenetlenen partiküller deformasyonu önlemişlerdir. Fakat 900-1000°C arasında meydana gelen metakaolin dönüşümü deformasyona neden olur. İkinci aşamada, büzülmeden kaynaklanan deformasyon meydana gelmektedir. Üçüncü aşamada, büzülme sonunda birbirlerine sıkı bir şekilde kenetlenen partiküller piroplastik deformasyon hızını sabitleyebilirler.

Porte ve ark.'nın (2004) yaptıkları çalışmada, bünye kompozisyonu, sürünme oranı ve mikroyapı arasındaki ilişkileri inceleyerek vitrifiye çininin sürünme oranını kontrol eden faktörleri belirlemişlerdir. Çalışmada disk şeklindeki numuneler kullanılmış ve 1000 - 1100°C arasındaki sıcaklıklarda meydana gelen 1,5 - 4 MPa arasındaki yerel gerilmelerin etkileri incelenmiştir. Vitrifiye çini kompozisyonu, cam geçiş sıcaklığının üzerinde viskoz akış sergileyen bir süspansiyon olarak düşünülmüş ve dört nokta eğme kuvvetleri ile gerçekleştirilen sürünme ölçümü sonucunda, akma gerilmesi 1,5 MPa olarak belirlenmiştir. Yapılan çalışmalar, kaolinit kalıntılarının çok yüksek konsantrasyonda (% 45) nano boyutlu mullit içerdiği ve bunların, kalıntı kuvars ve ikincil mullit taneleri ile sistem viskozitesini kontrol eden partikül fazına katkı sağladığı belirtilmiştir. Sürünmenin sıcaklık hassasiyeti, sıvı fazın viskozitesinden kaynaklanmaktadır.

Villegas-Palacio ve Dinger (1996) kuvars ve feldspat gibi plastik olmayan hammaddelerin tane boyut dağılımlarının, porselenlerin pişme özellikleri üzerine etkilerini incelemişlerdir. 1150-1300°C arasındaki olgunlaşma sıcaklığından sonra iki grup bünyenin piroplastik deformasyon grafiği çizilmiştir. Piroplastik indeks pişirme sıcaklığının arttırıldığı her durumda yükselmiştir. En yüksek piroplastik deformasyon en kaba partikül boyut dağılımına sahip bünyelerde gözlemlenmiştir. Bu çalışma piroplastik deformasyonun hammaddelerin tane boyutunun azalması ile azaldığını ve düşük sıcaklıklarda vitrifikasyona ulaşıldığını göstermektedir. İçerisinde % 15 kuvars içeren bir bünyede bile partikül boyut dağılımındaki değişiklikler bünyenin pişirilmesi sırasında deformasyonda önemli değişikliklere yol açmaktadır.

Torrecillas ve arkadaşları (1997), mullit içerikli bir bünyenin piropplastik deformasyon davranışını incelemişlerdir. Sürünmenin meydana geldiği numunelerin mikro yapılarını taramalı elektron mikroskobu ile analiz etmişlerdir. Cam fazı içerisinde genişlik ve uzunlukları eşit değerlerde olan taneler viskoz akışa olanak sağlarken, çubuksu yapıdaki taneler birbirlerine tutunarak sürünmeyi önlemektedir. Mullit kristallerinin mekaniksel davranışı, 1200°C'nin üzerindeki sıcaklıklarda tane sınırlarındaki cam fazının viskozitesine bağlı olduğu gözlemlenmektedir. Butchel ve Carty (2004) porselen bünyelerin piropplastik deformasyonunu ölçmek amacıyla pişirme aşamasında bünye üzerindeki gerilimin hesaplanmasına dayanan bir test metodu geliştirmişlerdir. Gerilim numunenin boyutu, geometrisi, pişme yoğunluğu ve uzunluk oranı dikkate alınarak belirlenmiştir. Piropplastik indeks deformasyon eğiliminin karakterize edilebilirliğini gösteren gerilim ve deformasyon üzerine temellenmiş ve 50 KPa gerilme değerindeki deformasyon olarak belirlenmiştir. Pişirme sıcaklığına karşı viskoz akıştan kaynaklanan iki deformasyon durumu mevcuttur. Deformasyonun önemli bir kısmı olgunlaşma sıcaklığının altında pişirmenin kararsız hal bölgesinde meydana gelmektedir. Bunun mikroyapı gelişimi ile ortaya çıkan heterojenliklerden kaynaklandığı düşünülmektedir. Kararlı hal sürünmesi olarak düşünülen ikinci deformasyon olayı olgunlaşma sıcaklığında gerçekleşmektedir. Kuvars çözünmesi olgunlaşma zamanının 1. ve 2. saatleri arasında sona ermektedir. Mullit miktarı sabit kalmaktadır. Mikroyapının bu yüzden kararlı halde olduğu düşünülmektedir.

Miura ve arkadaşları (1999) feldispatik porselen bünyelerin yumuşama deformasyon davranışını; yaş yoğunluğun, ham kuvarsın tane boyutunun, alumina ilavesinin ve uygulanan gerilimin bir fonksiyonu olarak incelemişlerdir. Deformasyon miktarının 1100-1200°C sıcaklıklarda artan yoğunluk ve oluşan sıvı fazdan etkilendiği gözlemlenmiş ve bu olayın büyük tane boyutlu ham kuvars kullanarak ya da büyük tane boyutlu alumina ilavesi ile azaltılabileceği anlaşılmıştır. Bu taneler, yapıda iskelet görevi görmekte ve sıvı akışı önlemektedirler. 1200°C civarındaki maksimum pişirme sıcaklıklarında bekleme süresince  $Al(OH)_3$  ilavesi deformasyon oranını azaltmaktadır. Kuvars boyutunun deformasyon üzerinde etkisi gözlemlenmemiştir.

$Al(OH)_3$  cam fazı içine çözünmekte ve viskozitesini arttırmaktadır. Büyük eğilme gerilmeleri bekleme periyodunda deformasyon oranını arttırmaktadır.

Restrepo ve arkadaşları (1993), porselen bünyelerinin ve hammadde özelliklerinin pişirme reaksiyonları ve piroplastik deformasyon ile ilişkilerini incelemişlerdir. Çalışmalarında, kompozisyon, partikül boyut dağılımı, kaolinitik minerallerin kristallikleri, özellikleri etkileyici faktörler olarak kullanılmıştır. Bu faktörlerdeki değişikliklerin son ürünün faz yapısı ve piroplastik deformasyon üzerinde önemli etkilerinin olduğu belirlenmiştir. Porselenin pişirilmesi süresince oluşan ikincil mullit fazının bünyenin piroplastik deformasyonunu azalttığı sonucuna varılmıştır. Rambaldi ve arkadaşları (2007) tarafından yapılan çalışmada atık camların porselen karo bünyelerinde kısmi eritici olarak kullanılması ve piroplastik deformasyon üzerindeki etkileri incelenmiştir. Ergitici olarak ilave edilen atık camın karışım içindeki dağılımı homojenleştikçe piroplastik deformasyonun da azaldığı tespit edilmiştir.

Sezen (2005), düşük kil içerikli beyaz seramiğin piroplastik deformasyon davranışını incelediği tez çalışmasında, mikro yapısal parametrelerin piroplastiklik üzerine etkilerini gözlemlemiştir. Çalışmasında üç farklı kompozisyon kullanmış ve bu kompozisyonları farklı sürelerde öğütme ve karıştırma işlemlerine tabi tutmuştur. Ayrıca hazırladığı numuneleri birincisi destekli, ikincisi sadece uçlarında destekli şekilde olmak üzere çift pişirime tabi tutmuştur. Çalışmanın sonucunda, piroplastik deformasyonun önlenmesi ve fırın içerisindeki destek kullanımının ortadan kaldırılması için mikro yapıda mullit kristallerinin gelişmesinin gerekli olduğu ve bu kristallerin mikro yapıda sürekli, geniş boyutlu ve birbirleriyle kenetlenmiş halde olması gerektiği ifade edilmiştir.

## 1.2. Amaç ve Önem

Bu çalışma, seramik sağlık gereçleri sektöründe pazar payı yüksek olan büyük boyutlu, düz ve keskin hatlara sahip ürünlerin üretimi sırasında meydana gelen çamur birleşim izleri (damar hatası), boş-masif döküm geçiş izleri ve pişirim sonrasında belirgin biçimde ortaya çıkan deformasyonların nedenlerinin araştırılmasını, çamur paketleme hatalarının ortadan kaldırılmasını ve fire miktarlarının mümkün olan en düşük seviyeye azaltılarak maliyetlerin düşürülmesini amaçlamaktadır. Bu hedefler doğrultusunda mevcut hammaddeler ve ürünün karakterizasyon çalışmaları yapılmış, üretim aşamaları detaylı biçimde takip edilmiş ve kompozisyonel çalışmalar sürdürülmüştür.

## 1.3. Tezin Yapılanması

*Bilimsel ve teknolojik amaçlar doğrultusunda tez dört bölümde yapılanmıştır. Bölüm başlıkları ve bölümlere ait kısa özetler aşağıda verilmektedir.*

**Karakterizasyon Çalışmaları:** Deneysel çalışmaların ilk aşamasında kullanılan hammaddeler ve çamurun karakterizasyon çalışmaları gerçekleştirilmiştir. Mevcut ürünlerin, işletme şartlarındaki üretimi takip edilmiş ve çamur birleşim izi ve boğum hatalarının görüldüğü ve görülmediği ürünlerden numuneler alınmıştır. Hammaddelerin ve mevcut çamur ve bu çamurdan üretilen ürünlerin kimyasal kompozisyonun belirlenmesinde X-ışınları floresans spektrometrisi (XRF), mevcut fazların tespitinde x-ışınları difraksiyonu (XRD) kullanılmıştır. X-ışınları difraksiyonundan elde edilen sonuçlar termogravimetrik analiz (TG) veya diferansiyel termal analiz (DTA) yöntemlerinin verileriyle doğrulanmıştır. Tane boyut ve dağılımının (TBD) paketlenme üzerine olan etkilerinin anlaşılabilmesi için Lazer Difraksiyon Cihazı ve Sedigraf kullanılarak ürünün çeşitli bölgelerinden sistematik biçimde numuneler alınmış ve analizler gerçekleştirilmiştir. Tane boyutunun farklı bölgelerde ve et kalınlığı boyunca (dışarıdan içeriye doğru cidarlara ayrıldığında) değişimini görmek amacıyla farklı ürün kodlarında çok sayıda üründen alınan numuneler incelenmiştir. Optik dilatometre ile bünyenin sinterleme analizinin yapılması konusuna

yoğunlaşmıştır. Endüstriyel pişirim rejimine uygun olarak gerçekleştirilen analizlerde pişme küçülmesinin devam ettiği belirlenmiş ve bu sebeple, bünyenin su emmesinin sıfır olduğu pişirim sıcaklığı ve süresinin belirlenebilmesi için çalışmalar sürdürülmüştür. Bu maksatla optik dilatometre analizlerinde sıcaklık ve süre parametreleri değiştirilerek çalışmalara devam edilmiştir. Optik dilatometre analizlerinde, ilk aşamada kullanılan numuneler seçilen bir ürünün farklı bölgelerinden alınmışken ikinci aşamada çamur paketlenmesinden kaynaklanan farklılıkların engellenmesi amacıyla numuneler mukavemet çubuklarından temin edilmiştir. Hata içeren ve içermeyen bölgelerden alınan numunelerin mikroyapı incelemeleri enerji saçılımlı x-ışını bağlantılı taramalı elektron mikroskobu ile (SEM-EDX) gerçekleştirilmiştir. Aynı numunelerin yüzeyleri stereo mikroskop kullanılarak görüntülenmiştir.

***Damar hatasının tespiti ve giderilmesine yönelik çalışmalar:*** Seramik sağlık gereçlerinde ortaya çıkan damar hatalarının karakterizasyon çalışmaları yapılmış ve oluşum sebepleri belirlenmeye çalışılmıştır. Mevcut döküm sistemi incelenmiştir. Kalıplar, tezgâhlar, dolum süresi ve basıncı gibi faktörler dikkate alınmıştır. Kalıp ve tezgâh yapılarına yoğunlaşmış ve çamurun kalıp içerisindeki hareketinin belirlenmesine yönelik çalışmalar gerçekleştirilmiştir. Kasıtlı biçimde hata oluşturmaya çalışılmıştır. Döküm şartlarının örneklendirilebilmesi için kalıp tasarlanmış ve farklı süreç değişkenleri ile döküm yapılarak etkileri incelenmiştir. Hataların ortadan kaldırılması amacıyla çalışmalar yürütülmüştür.

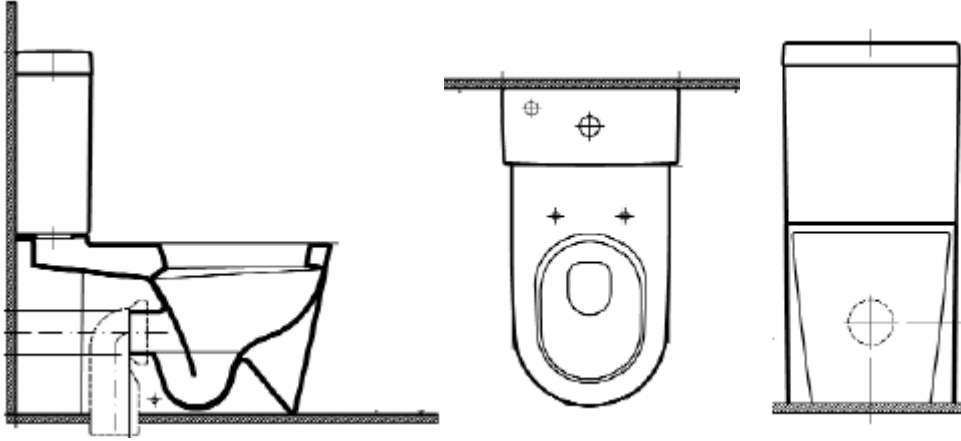
***Boğum hatasının tespiti ve giderilmesine yönelik çalışmalar:*** Bu bölümde, seramik sağlık gereçlerinde, boş masif döküm bölgelerinin birleşiminde ortaya çıkan boğumlarının karakterizasyon çalışmaları yapılmış ve oluşum sebepleri araştırılmıştır. Ürünün farklı bölgelerinde paketlenen taneciklerin boyutu ve dağılımı ile bu bölgelerin sinterlenme esnasındaki davranışları belirlenmiştir. Boğum hatalarının oluşumu ve belirginleşmesinde kurutma ve pişirim aşamalarının etkileri detaylı biçimde incelenmiştir.

***Deformasyonu düşürmeye yönelik reçete çalışmaları:*** Tezin bu bölümünde, önceki bölümlerden elde edilen bilgiler ışığında, seramik sağlık gereçleri bünyesinde ortaya çıkan deformasyonların kurutma esnasındaki değişimi incelenmiş ve pişirim esnasında belirginleştikleri sıcaklık değerleri tespit edilmiştir. Mamülün ağırlığı azaltılarak ürünün belirli bölgelerinin ağırlıklarının etkideği yüzeylerdeki deformasyon gelişimi takip edilmiştir. Deformasyonu azaltmaya yönelik kompozisyon çalışmaları yürütülmüştür. Alternatif ergitici hammaddelerin kullanımı ve özsüz malzemelerin tane boyut dağılımının deformasyon üzerine etkilerine yoğunlaşmıştır.

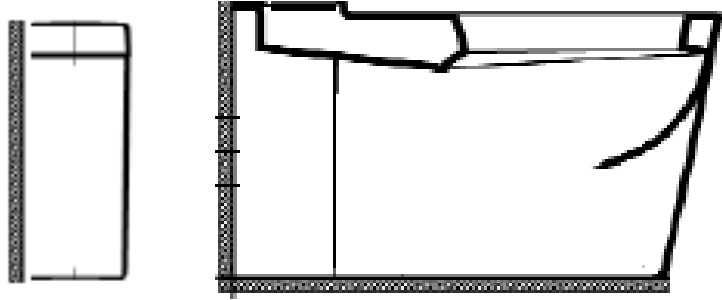
## 2. DENEYSEL ÇALIŞMALAR

### 2.1. Ürün Hakkında Genel Bilgi

Çalışmada, sürekliliğin sağlanabilmesi amacıyla duvara tam dayalı takım klozet model ürün olarak seçilmiştir. Şekil 2.1.'de klozetin yandan üstten ve arkadan görünüşü, Şekil 2.2.'de rezervuar ve klozetin ayrı ayrı görünüşü sunulmuştur.



Şekil 2.1. Klozetin (a) yandan, (b) üstten, (c) arkadan görünüşü (Anonim, 2009)



Şekil 2.2. Rezervuar ve klozetin ayrı ayrı gösterimi.

Sağlık gereçleri ürünlerinin şekillerinin karmaşık olması sebebiyle, anlaşılabilir ortak bir dil kullanılması büyük önem taşır. Bu nedenle ürünün bölgeleri **Şekil 2.3.-2.6.**'da tanımlanmış, ileriki kısımlarda numune alma konusunda bilgi verilmiştir. Klozet dıştan görünüşü ve içten görünüşü farklı olan iki cidardan oluşmaktadır. Çalışmanın bundan sonraki kısımlarında dış cidar “gövde-yan yüzey” olarak, iç cidar ise “hazne” olarak adlandırılacaktır. **Şekil 2.3.** 'de klozetin gövdesi, yan yüzeyi, ring bölgesi, ve gövdenin bağlandığı ayak sütunu görülmektedir.

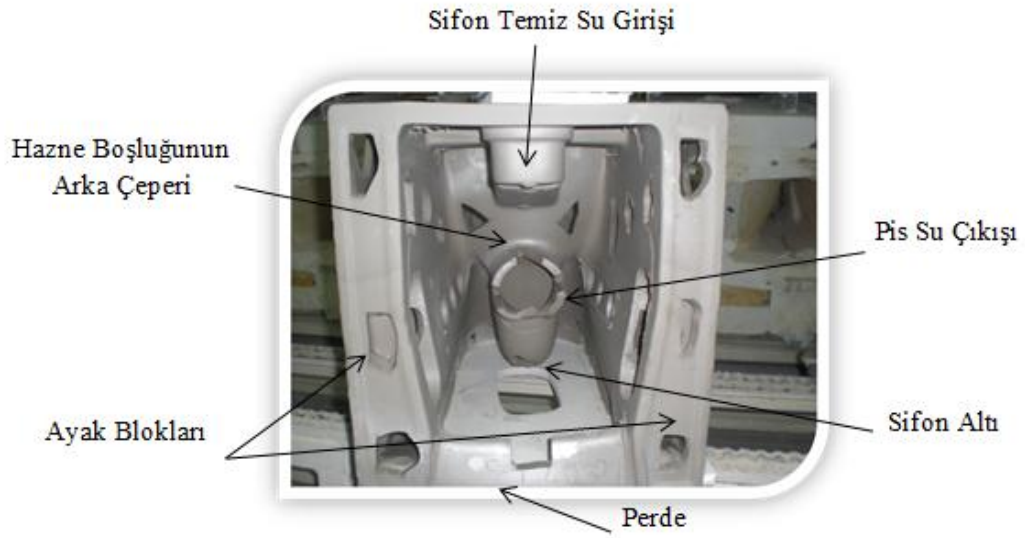


**Şekil 2.3.** Klozetin gövdesi, yan yüzeyi, ring bölgesi, ayak sütunu

**Şekil 2.4.**'de hazne içi, rezervuar oturma yüzeyi, temiz su girişi, kapak montaj yüzeyi ve delikleri ve **Şekil 2.5.**'de sifona temiz su girişi, sifon altı, pis su çıkışı, hazne boşluğunun arka çeperi, ayak blokları, perdenin görünüşü sunulmuştur.

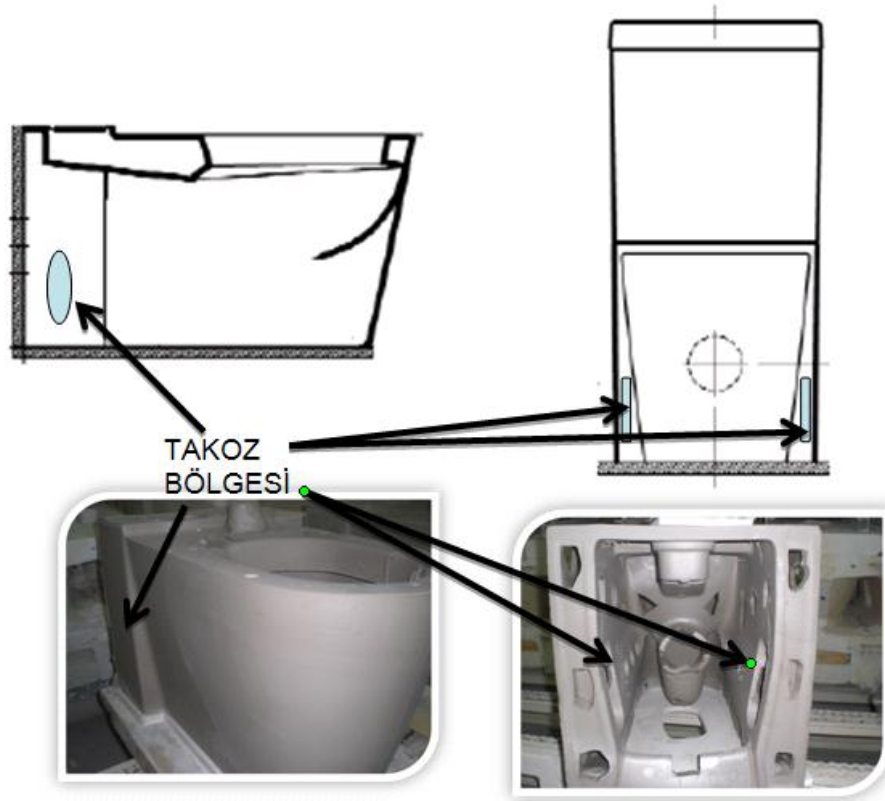


Şekil 2.4. Hazne içi, rezervuar oturma yüzeyi, temiz su girişi, kapak montaj yüzeyi ve delikleri



Şekil 2.5. Sifona temiz su girişi, sifon altı, pis su çıkışı, hazne boşluğunun arka çeperi, ayak blokları, perdenin görünüşü

Çalışmanın başlatılma gerekçeleri arasında yer alan, masif dökümden boş döküme geçiş bölgelerindeki yüzey hataları boğum hatası olarak anılmaktadır. Bu hatanın en fazla gözlemlendiği bölgeler arasında, ürünün taban kısmındaki masif çamurun iç hazne ve dış cidarı oluşturmak üzere yukarı doğru ikiye ayrıldığı tabana paralel kısım ve ayak bloğunun yan gövdede iç ve dış cidarı oluşturmak üzere geçiş yaptığı takoz bölgesi olarak anılan kısım söylenebilir. **Şekil 3.6.**'da takoz bölgesinin teknik resim ve ürün resmi üzerindeki konumu görülmektedir.



**Şekil 2.6.** Takoz bölgesinin yandan ve arkadan, teknik resim ve ürün fotoğrafı üzerindeki konumu

## 2.2. Numune Alma ve Kodlama Sistematığı

Kullanılan hammaddelerin, laboratuvar ve işletme şartlarında üretilmiş döküm parçalarının karakterizasyonunda numune alma işlemi büyük öneme sahiptir. Bu sebeple numunelerin geneli temsil etmesine dikkat edilmiştir. Üretimin takibi sırasında gerek yaş mamul, gerekse sırlama öncesi ve sonrasında çeşitli sebeplerle ortaya çıkan ıskarta ve sağlam ürünler kullanılmıştır. Döküm parçalarından alınan numuneler, x, y ve z eksenlerinde düzlemlere ayrılmış ve analizlerin tekrarlanabilir ve karşılaştırılabilir anlamlılıkta olması bakımından eşdeğer bölgeler kesilerek çıkartılmıştır. Alınan her numune nümeratör kullanılarak numaralandırılmış ve muhafaza edilmiştir.

## 2.3. Kullanılan Karakterizasyon ve Test Yöntemleri

### 2.3.1. Mineralojik faz analizi

Hammaddelerin mineralojik, pişmiş bünyelerin faz analizinde X-ışınları kırınım yöntemi (XRD) kullanılmıştır. Hammaddeler ve pişmiş bünyelerden alınan numuneler 63 mikron altına öğütülerek toz haline getirilmiş veya pişmiş bünyelerden alınan numuneler yığınsal halde analize tabi tutulmuştur. Analizler Rigaku marka Rint 2000-H serisi XRD cihazında Cu tüpüne 40 kV gerilim ve 30 mA akım uygulanarak elde edilen  $Cu_{K\alpha}$  monokromatik ışınımı ( $\lambda=1,54046\text{\AA}$ ) ile gerçekleştirilmiştir. Analiz  $2^\circ/\text{dk}$  tarama hızı ile  $2\theta = 10-70^\circ$  arasında yapılmıştır.

### 2.3.2. Ateş zayıyatının belirlenmesi

Hammadde çamur ve şekillendirilmiş bünyelerden alınan numunelerin fiziksel ve kimyasal su, organik ve uçucu bileşenlerinin uzaklaştırılması işlemidir. Ateş zayıyatının doğru biçimde tayin edilmesi için öncelikle fiziksel suyun uzaklaştırılması gerekmektedir. Bunun için hammadde veya hammadde karışımları öncelikle  $110^\circ\text{C}$  sıcaklıktaki etüvde 24 saat bekletilir. Kil ve kaolenler gibi tabakalı yapıya sahip ve kolaylıkla nem alabilen malzemeler desikatör kullanılarak soğutulur. Darası bilinen ve değişmez kütledeki porselen krozelere

4±05 gr numune tartılarak konular ve ağırlığı kaydedilir. Porselen krozeler 1000°C sıcaklıkta 1 saat süre ile bekletilir ve soğuduktan sonraki tartımla hesaplanan kütle kaybı ağırlıkça ateş zaiyatı (A.Z.) olarak ifade edilir.

### 2.3.3. Kimyasal analiz

Hammadde, çamur ve pişmiş bünyelerin kimyasal kompozisyonlarının belirlenmesinde X-ışınları floresans spektroskopisi yöntemi (XRF) kullanılmıştır. Analizi yapılacak olan numuneler 63 mikron altına öğütülmüş ve ateş zaiyatları belirlendikten sonra platin krozelerde lityumhegzaborat ilavesi ile eritiş yapılmış ve kimyasal bileşenleri Rikagu marka XZS Primus model XRF cihazı ile belirlenmiştir.

### 2.3.4. Tane boyut iriliği ve dağılımı ölçümü

Hammaddelerden alınan temsili numuneler seçilen yöntemine uygun biçimde hazırlanmıştır. Özsüz hammaddelerin tane boyut ve dağılımları Malvern marka Master Sizer 2000 G model lazerli tane boyut dağılım cihazında difraksiyon yöntemiyle, özlü hammaddelerin tane boyutu ise SediGraph marka 5100 model sedigraf kullanılarak ölçülmüştür.

**Numune hazırlama:** Üründen alınan numunelerden, 50 gr (kuru) % 0,05 konsantrasyonda sodyumhegzametafosfat içeren 100ml. saf su ile beherlere konulmuştur. Özlü malzemelerin açılması için bir gün süre ile bekletilmiş ve ardından 60 dk. süre ile laboratuvar tipi açıcı kullanılarak açılmıştır. Elde edilen süspansiyondan 5ml alınıp, % 0,05 konsantrasyonda sodyumhegzametafosfat içeren 50ml. çözücü ile 2 dk. süre ile ultrasonik homojenleştiricide dağıtılmıştır, çökmeyi engellemek üzere bekletilmeksizin analiz gerçekleştirilmiştir. Ölçüm, olası hataların minimizasyonunu sağlamak üzere 3'er kez tekrarlanmıştır. Tane boyut ve dağılımı ölçülen çamurların d(10), d(50) ve d(90) değerleri belirlenmiştir.

### **2.3.5. Termogravimetrik ve diferansiyel termal analiz (TG-DTA)**

Hammadde veya hammadde karışımlarının ısıl işlem karşısında sergiledikleri reaksiyonların tespitinde Netzsch marka STA PG model ısıl analiz cihazı kullanılmıştır. TG-DTA analizi sonucunda Termogravimetrik (TG) eğrinin türevinden (DTG) kütle kayıplarının meydana geldiği sıcaklıklar ve miktarları (ağırlıkça %), Diferansiyel Termal Analiz (DTA) eğrisindeki endotermik ve egzotermik piklerden kütle artış ve azalışları ve fazlar arası dönüşümlerin sıcaklıkları belirlenebilmektedir.

### **2.3.6. Stereo mikroskop çalışmaları**

Çamur birleşim izleri, farklı noktalarda farklı genliklere sahip olmaktadır. Aynı çamur bileşim izinin farklı genliklerindeki bölgelerinden kesilerek numuneler hazırlanmış ve stereo mikroskop altında inceleme yapılmıştır. Numunenin eksenden kaymamasını sağlamak üzere çelik cetvel ve gönye kullanılarak (T cetveli şeklinde) numune boyunca görüntüler alınmıştır.

### **2.3.7. Litre ağırlığı ölçümü**

Litre ağırlığı ölçümü, darası 200 gr. olan 100 cm<sup>3</sup>'lük metal piknometre kullanılarak gerçekleştirilmektedir. Kuru ve temiz olan piknometre içerisine çamur doldurulur, piknometrenin delikli kapağı kapatılır. Kapakta bulunan delikten taşan çamur temizlendikten sonra piknometre tartılır. Tartım sonucundan piknometre darası çıkarılır ve kalan sonuç, gr/lt. birimi ile ifade edilmek üzere 10 ile çarpılmaktadır.

### **2.3.8. Akma zamanı ölçümü**

Viskozite farklı ekipmanlar kullanılarak ölçülebilmektedir. Bunlar, Brookfield viskozimetresi, Gallenkamp viskozimetresi ve fort-cup'tır. Çalışmada 4 mm. çaplı deliğe sahip fort-cup kullanılarak akma zamanı ölçülmüştür. Ölçümde 1000 devir/dk hızla iyice karıştırılan çamur deliği kapalı tutulan fort-cup içerisine

doldurulur ve deliğin açılmasıyla eş zamanlı olarak delik açılır ve çamurun akması sağlanır. Kap içerisindeki çamur tamamen boşalır boşalmaz kronometre durdurulur. Kronometrede okunan değer çamurun saniye cinsinden akma zamanını verir. Tikotropinin belirlenmesi için 2. akma zamanı ölçümü yapılmaktadır. Çamur karıştırılıp Fort-cup'a doldurulduktan sonra 6 dakika boyunca hiçbir karıştırma ve/veya sarsıntıya maruz bırakılmaksızın bekletilir. Akış zamanı yine aynı şekilde tayin edilir ve bulunan sonuç 2. akma zamanını, iki akma zamanı arasındaki fark ise tiksotropi değerini verir.

### 2.3.9. Çanak testi

Hazırlanan çamur, temiz ve hafif nemli sünger ile silinmiş çanak kalıbı içerisine dökülür ve 1 saat kalınlık alması için beklenir. Kalıptan alınan çanaklar kesilerek et kalınlıkları kumpasla ölçülmektedir. Endüstriyel denemelerde, hazırlanan çanaklar, içlerine kuru sır veya frit konularak pişirilir ve sır bünye uyumunu kontrol etme amaçlı kullanılmaktadır.

### 2.3.10. Boyut değişiminin ölçümü

Çalışmada, laboratuvar ve işletme ölçekli denemelerde kuruma küçülmesi ve toplu küçülme değerleri belirlenmiştir. Laboratuvar ölçekte yapılan denemelerde kuruma küçülmesi plakaları, işletme ölçeğinde yapılan çalışmalarda ise kalıptan alınan mamuller kullanılmıştır.

Dikdörtgen prizması şeklinde (1,2x6x12 cm) dökümü yapılan plakalar alçı kalıptan alındıktan sonra üzerlerine çaprazlamasına kumpas ile 100 mm boyunda iz vurulur. Plakalar, 1 gün ortamda bekletilip daha sonra sıcaklık ayarı 100 °C olarak belirlenmiş etüvde sabit tartıma gelene dek kurutulmaktadır. Kurutma ardından izler arası mesafe kumpasla ölçülür ve % kuruma küçülmesi hesaplanmaktadır (**Eşitlik (3.1)**).

$$\%KK = \frac{YB-KB}{YB} * 100 \quad (3.1)$$

Bünyelerin toplu küçülme değerleri (TK), kuruma küçülmeleri belirlenen plakalar pişirildikten sonra kumpasla yapılmış olan izler arası mesafenin ölçülmesi ve başlangıç izler arası mesafenin (100 mm) değişiminden bulunmaktadır (**Eşitlik (3.2)**). Pişme küçülmesi değerleri(PK), toplu küçülme ile kuru küçülmenin farkına eşittir ve **Eşitlik (3.3)** ile bulunur.

$$\%TK = \frac{YB-PB}{YB} * 100 \quad (3.2)$$

$$\%PK = \frac{KB-PB}{KB} * 100 \quad (3.3)$$

YB: Yaş boyut (100 mm)

KK: Kuruma küçülmesi

KB: Pişirim öncesi boyut

PB: Pişirim sonrası boyut

PK: Pişme küçülmesi

TK: Toplu küçülme

### 2.3.11. Mukavemet ölçümü

Alçı kalıpta şekillendirilen mukavemet çubuklarının ham ve pişmiş mukavemetleri 3 noktalı eğme yöntemi ile Gabrielli marka üç noktalı eğme test cihazında ölçülmüştür. Testte 250x20x10 mm boyutlarında çubuklar kullanılmaktadır. Mukavemet cihazına yerleştirilen numuneye basma kuvveti uygulanarak kırıldığı kuvvet tespit edilmiş ve mukavemet değeri **Eşitlik (3.4)** 'den hesaplanmıştır.

$$Mukavemet = \frac{3 \cdot P \cdot l}{2 \cdot b \cdot h^2 \cdot 9,81} \text{ (kg/cm}^2\text{)} \quad (3.4)$$

P: Ortalama Kırma Kuvveti (N) (kgm/s<sup>2</sup>)

h: Çubuk Kalınlığı (cm)

l: Destek Aralığı (cm)

9,81: Yer Çekimi İvmesi ( m/sn<sup>2</sup>)

b: Çubuk Geniřlięi (cm)

### 2.3.12. Su emme ölçümü

Piřirme sonrası numunelerin su emme deęerleri TS605 standardına uygun biçimde, yığınsal yoğunluk ve açık porozite deęerleri Archimed prensibine göre ölçülmüřtür. Buna göre numuneler tartımları yapıldıktan sonra bir kap içerisinde 2 saat kaynatılmıř ve kap içerisinde soęuyana kadar 20 saat beklenmiřtir. Numuneler kaptan çıkarıldıktan sonra su içinde askıda tartımları alınmıřtır. Daha sonra temiz bir bez yardımıyla yüzey suyu silinmiř ve tekrar tartımı yapılmıřtır.

Elde edilen sonuçlar **Eřitlik (3.5), (3.6), ve (3.7)** 'de yerine konularak numunelerin % su emme, yığınsal yoğunluk ve % açık porozite deęerleri hesaplanmıřtır.

$$\% \text{ Su Emme} = (W_{\text{yař}} - W_{\text{kuru}}) / W_{\text{kuru}} \times 100 \quad (3.5)$$

$$\text{Yığınsal Yoęunluk} = (W_{\text{kuru}} \times d_{\text{su}}) / (W_{\text{yař}} - W_{\text{a}}) \quad (3.6.)$$

$$\% \text{ Açık Porozite} = ((W_{\text{yař}} - W_{\text{kuru}}) / (W_{\text{yař}} - W_{\text{a}})) \times 100 \quad (3.7.)$$

$W_{kuru}$ : Numunelerin kaynatma öncesi kuru ağırlığı

$W_{yaş}$ : Numunelerin kaynatma sonrası kuru ağırlığı

$W_a$ : Numunelerin su içerisindeki (askıda) ağırlığı

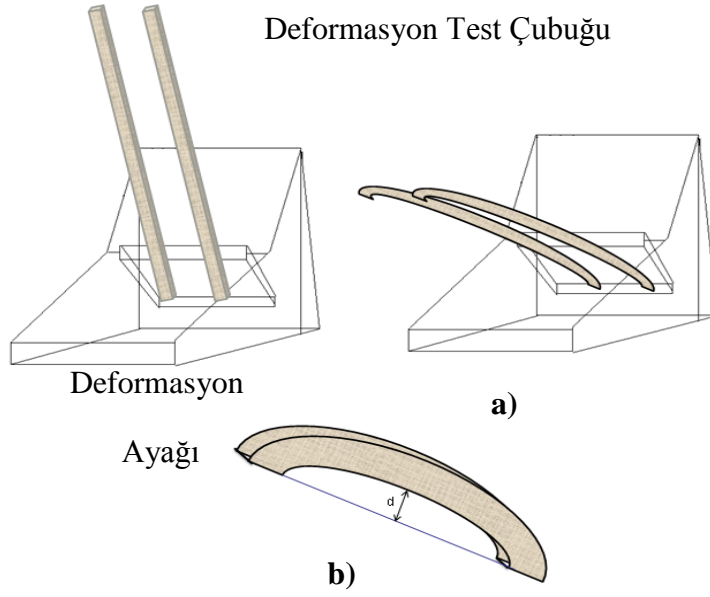
$d_{su}$ : Suyun özgül ağırlığı

### 2.3.13. Deformasyon ölçümü

Bu çalışmada deformasyonun belirlenmesi için iki farklı yöntem kullanılmıştır. İşletme ölçekli denemelerde alçı kalıpta şekillendirilip kurutulan numuneler deformasyon ayağı kullanılarak endüstriyel fırın rejiminde pişirilmiş ve numunelerdeki salınım merkezden uzaklık mesafesi olarak (mm) ölçülmüştür.

**Deformasyon çubuğu yöntemi:** 25x2x1 boyutundaki deformasyon çubukları döküm yöntemi ile elde edilmiştir. Kalıptan çıkartılan çubuklar düz bir zemin üzerine yerleştirilerek 1 gün süre ile ortam şartlarında bekletilmiş ve 100°C 'deki etüvde kurutulmuştur.

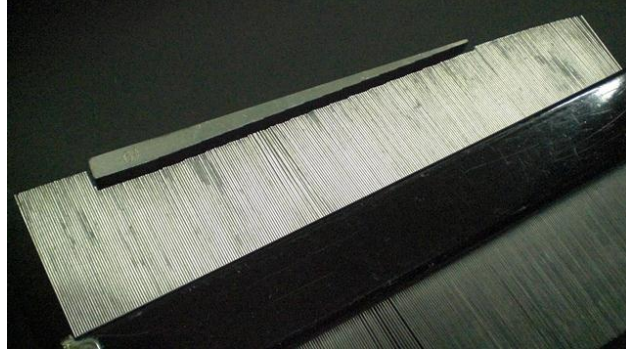
Çubuklar deformasyon ayaklarına yerleştirilerek fırında pişirilmiş ve milimetrik kağıt üzerinde iki ucu teğet gelecek şekilde konularak en yüksek noktasından deformasyon miktarı ölçülmüştür. **Şekil 3.7.**'de deformasyon ayağı ve pişirim sonrasında deformasyona uğramış çubuklar görülmektedir.



**Şekil 2.7.** (a) Pişirim öncesi, (b) pişirim sonrası deformasyon çubukları, (c) deformasyon ölçümü

#### 2.3.14. Ürün yüzeyindeki deformasyonun tayini

Ham ve pişmiş ürünlerin yüzeylerindeki deformasyonun belirlenmesi için iki farklı yöntem kullanılmıştır. Özellikle simetrinin ve ölçülerin önemli olduğu model ve kalıp üretimi işinde kullanılan tasarım tarağı kullanılarak farklı ürünlerin ve aynı ürünün iki yüzeyinin arasındaki değişikliklerin tespit etmek için kullanılmıştır. İfadenin sayısallaştırılabilmesi için kademe kademe kalınlaşan sentil çakısından faydalanılmıştır (Şekil 3.8.). İkinci yöntemde, ışığın yayılma doğrultusunun düz olmasından faydalanılmış ve ürün yüzeylerindeki engebeler belirlenmiş ve karşılaştırılmıştır.



**Şekil 2.8.** Ürün yüzeyindeki deformasyonun belirlenmesinde kullanılan tasarım tarağı ve sentil çakısı

### 2.3.15. Optik dilatometre

Şekillendirilip kurutulmuş bünyelerin, uygulanan ısı işlem sonucunda sergiledikleri sinterleme davranışları Misura marka 3.32-ODHT-HSM 1600/80 model optik dilatometre kullanılarak incelenmiştir. Optik dilatometre yönteminde, numuneye fiziksel temas söz konusu değildir. Böylelikle numune, yalnızca yerçekimi etkisiyle kendi ağırlığı altında sinterleme sürecini gerçekleştirmektedir. Cihaz üzerinde yer alan iki kamera ile numunenin alt ve üst kısmını sürekli olarak takip edebilmekte ve piksel başına  $0,6\mu\text{m}$  büyütme sağlayabilmektedir. Analiz sonuçları mutlak olup, referans ölçüleme eğrisine gerek duyulmaz. Sözü edilen bu özellikler dikkate alındığında numunenin ısı işlem sonucu sergilediği genişleme, küçülme, sinterleme ve şişme davranışlarının görsel olarak takibinin sağlandığı mevcut tek cihaz optik dilatometredir (Anonim 2004). Cihaz, malzemenin aşırı sinterleme ve şişme riski olmaksızın, sinterlemenin tamamlandığı en kısa süreyi ve en düşük sıcaklığı tanımlayabilmektedir (Paganelli 2002).

Numune hazırlama aşamasında, iki farklı yöntem uygulanmıştır. İlk yöntemde, dökümle elde edilmiş parçalardan testere ve farklı kalınlıklardaki (sırasıyla 180 ve 360 mikron) zımpara kağıtları kullanılmıştır. İkinci yöntemde, yine dökümle elde edilmiş parçalardan numuneler alınmış ve agat havanda ezilip nemlendirilerek granüller elde edilmiştir. 300µm'lik eleklerden elenen granüllerden 5 gr tartılmış ve el presi kullanılarak 50 KPa basma gerilmesi ile şekillendirilmiştir. 5x5x15mm boyutunda hazırlanan numune alümina bir altlık üzerinde istenen rejime uygun şekilde pişirilmiştir.

Optik dilatometre analizi sonucunda elde edilen grafik, sıcaklık (°C), küçülme (% ve ya µm cinsinden), süre (dk.) ve sinterleme hızı (dy/dt) bilgilerini içermektedir. Çalışmada işletmeden alınan ürünün çeşitli bölgelerinden ve hazırlanan çubuklardan örnekler alınmış x, y, z yönlerinde farklı düzlemlerden numuneler hazırlanarak sinterleme sıcaklıklarındaki % küçülme miktarları belirlenmiştir.

### 2.3.16. Isı mikroskobu

Isı mikroskobu için 63 µm altı firit tozundan 2 mm çapında 3 mm yüksekliğinde silindirik numuneler hazırlanılır. İstenen ısıtma hızı ve süresinde numunelerin sinterlenme, yumuşama, küre, yarı küre ve erime sıcaklıkları belirlenmiştir.

**Sinterleme sıcaklığı:** Sinterleme fazında numunenin boyutu azalır ancak gerçek şekilde değişme olmaz. Sıcaklık artışı ile bir yandan partiküller ergiyerek farklı yüzey gerilimine sahip camsı fazı oluşturur, bir yandan da oluşan bu camsı fazın yüzey geriliminin etkisi ile partiküller birbirine yaklaşır. Sinterleme aşaması numune maksimum yoğunluğa ulaştığında sona erer ve sistem belirgin bir akışkan camsı faza sahip olana kadar boyutsal bir değişiklik sergilemez. Numunenin boyutunun % 5 azaldığı sıcaklık sinterleme sıcaklığı olarak adlandırılır (Anonim 2004).

**Yumuşama sıcaklığı:** Yumuşama noktası sıvı fazın numune yüzeyinde ilk görüldüğü noktadır. Sıvı fazın yüzey geriliminden dolayı, bu noktadan itibaren numunenin şekli belirgin biçimde değişir. Bu noktayı belirlemek için köşelerin yuvarlaklığı ve numunenin üst kısımlarının duvarları dikkate alınır (Anonim 2004).

**Küre sıcaklığı:** Küre sıcaklığında numune tamamen sıvı fazdan oluşur ve numunenin şekli yüzey gerilimi tarafından kontrol edilir. Yüzey gerilimi yüzeyi küresel hale getirmeye çalışırken, sıvı fazın yoğunluğuna bağlı olarak oluşan hidrostatik basınç ise şekli düzleştirmeye çalışır. Bu nedenle numune çok küçük olmalıdır, aksi takdirde küre şeklini oluşturamaz. Yüksek yoğunluğa ve düşük yüzey gerilimine sahip camlar asla küre noktasına ulaşamazlar. Bütün numuneler teorik küre ile karşılaştırılırlar (Anonim 2004).

**Yarı küre sıcaklığı:** Numunenin yüksekliği genişliğin yarısı olduğu durumdur. Eğer cam normal davranırsa yarı küre sıcaklığında kontakt açısı  $90^{\circ}$  olur. Ancak genellikle bu sıcaklıkta kontakt açısı  $90^{\circ}$  'den yüksek olur ve bazı durumlarda numunenin şekli çan halini alır. Bu anormallik numune içerisindeki kristallenme ya da cam-cam ayrışımı gibi homojen olmayan durumları işaret eder (Anonim 2004).

**Erime sıcaklığı:** Numune ilk yüksekliğinin üçte birinin altına düştüğündeki sıcaklık değeridir (Anonim 2004).

### 2.3.17. Mikroyapı analizi

Mikroyapı görüntülerini elde etmek için ham ve pişmiş bünyelerden hazırlanan kırık, parlatılmış ve % 5 'lik HF ile dağlanmış yüzeylerden alınan numuneler incelenmiştir. Hazırlanan numune yüzeyleri Sputter Coater marka kaplama cihazında altın-paladyum ile kaplanmıştır. Analizler, enerji saçılımlı x-ışını (EDX) bağlantılı Zeiss marka EVO 50 EP model ve Zeiss marka SUPRA 50 VP model taramalı elektron mikroskoplarıyla gerçekleştirilmiştir. Atom ağırlığına bağlı olarak faz ayrışımını sağlayan geri yansıyan elektronlar ve ikincil elektronlarla görüntülemeler yapılmıştır. Ayrıca oluşan kristallerin, kalıntı fazlar ve camsı fazın kimyasal kompozisyonunun belirlenmesi için EDX analizi ve dağılımlarının görüntülenmesi için elemental haritalama (MAPPING) uygulanmıştır.

### 3. KARAKTERİZASYON ÇALIŞMALARININ SONUÇLARI

#### 3.1. Hammaddelerin Karakterizasyon Sonuçları

Deneysel çalışmalarda, sağlık gereçleri bünyesi reçetelerinde kullanılan hammaddelerin kimyasal kompozisyonları, mineralojik içerikleri ve kil, kaolenlerin tane boyut ve dağılımları belirlenmiştir. Ayrıca her bir kil ve kaolenin sağlık gereci çamuru içerisindeki davranışlarının belirlenmesi için çamurlar hazırlanarak fiziksel özellikleri test edilmiştir.

Hammaddelerin Rikagu marka XZS Primus model XRF cihazı ile belirlenmiş olan kimyasal bileşimleri **Çizelge 3.1.**'de, kil ve kaolenlerin fiziksel özellikleri **Çizelge 3.2.**'de ve tane boyut dağılımları **Çizelge 3.3.**'de sunulmuştur.

**Çizelge 3.1.** Hammaddelerinin % ağırlıkça kimyasal analizleri

	Na <sub>2</sub> O	K <sub>2</sub> O	CaO	MgO	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	SiO <sub>2</sub>	A.Z.*	Safsızlık**
<b>Kil-1</b>	0,20	1,60	0,20	0,50	27,06	50,12	17,00	3,32
<b>Kil-2</b>	0,20	0,60	0,40	0,50	27,25	52,50	15,00	3,55
<b>Kil-3</b>	0,35	2,20	0,15	0,30	25,10	57,20	12,00	2,70
<b>Kil-4</b>	0,30	1,60	0,25	0,60	26,30	55,60	12,00	3,35
<b>Kil-5</b>	0,10	1,70	0,25	0,50	28,40	55,75	10,00	3,30
<b>Kil-6</b>	0,20	1,20	0,30	0,40	32,20	52,00	11,00	2,70
<b>Kaolen-1</b>	0,00	0,80	0,20	0,20	35,50	49,75	12,00	1,55
<b>Kaolen-2</b>	0,00	3,00	0,06	0,40	35,15	48,20	12,00	1,19
<b>Kuvars-1</b>	12,10	0,30	0,90	0,10	18,30	67,45	0,20	0,65
<b>Kuvars-2</b>	0,50	1,75	0,10	0,03	3,48	93,40	0,50	0,24
<b>Feldispat-1</b>	10,85	0,20	1,00	0,05	19,90	67,70	0,10	0,20
<b>Feldispat-2</b>	3,17	9,35	0,50	0,03	16,85	69,40	0,40	0,30

\* A.Z.: Ateş Zayıtı. Safsızlık\*\*: %  $\sum(\text{Fe}_3\text{O}_3, \text{TiO}_2, \text{P}_2\text{O}_5, \text{SO}_3)$

**Çizelge 3.2.** 'de sunulan sonuçlara göre killer arasında Kil- 2 en yüksek deformasyona sahiptir. Kil-2 'nin alkali ve toprak alkali içeriğinin yüksek olmasının deformasyon eğilimini arttırabileceği düşünülmektedir (**Çizelge 3.1.**) Killerin kalınlık alma miktarları karşılaştırıldığında Kil-2 'nin en yüksek kalınlık alma miktarına sahip olduğu görülmektedir. Bu durumun Kil-2'nin kalın taneli

olmasından kaynaklandığı düşünülmektedir (**Çizelge 3.3.**) Kaolenler kendi aralarında karşılaştırıldıklarında, alkali ve toprak alkali içeriği daha yüksek olan ve daha fazla illit fazı içeren Kaolen-2 'nin yüksek küçülme ve deformasyona sahip olduğu belirlenmiştir. Benzer biçimde kalın taneli olan Kaolen-2 'nin kalınlık alma miktarı da yüksektir.

**Çizelge 3.2.** Hammaddelerin fiziksel özellikleri

	<b>Kalınlık alma (mm)</b>	<b>Deformasyon (mm)</b>	<b>Su emme (%)</b>	<b>Pişme küçülmesi (%)</b>
<b>Kil-1</b>	0,23	9	5±1	11,2
<b>Kil-2</b>	0,36	11	5±1	11,3
<b>Kil-3</b>	0,22	12	5±1	10,1
<b>Kil-4</b>	0,19	7	6±1	11,3
<b>Kil-5</b>	0,32	9	5±1	11,2
<b>Kaolen-1</b>	0,47	7	10±1	10,4
<b>Kaolen-2</b>	1,21	16	9±1	11,5

**Çizelge 3.3.** Hammaddelerin tane boyutları

	<b>d(90) µm</b>	<b>d(50) µm</b>	<b>+18 µm (%)</b>
<b>Kil-1</b>	4,2	0,5	30
<b>Kil-2</b>	10,7	1,2	27
<b>Kil-3</b>	6,6	0,5	27
<b>Kil-4</b>	9,1	1	28
<b>Kil-5</b>	7,5	1	29
<b>Kaolen-1</b>	4,9	0,5	30
<b>Kaolen-2</b>	6,4	1,4	10

**Çizelge 3.3.**'de yer alan sonuçlara göre Kil –1 çok ince tane boyutuna sahiptir. İki tip kaolenden Kaolen- 1'in daha ince tane olduğu görülmektedir.

Hammaddelerin mineralojik fazları (**Çizelge 3.4.**) Rigaku marka Rint 2000-H serisi XRD cihazı ile belirlenmiştir ve bu fazların % ağırlıkça miktarları (**Çizelge 2.5**) MAUD programı ile hesaplanmıştır.

**Çizelge 3.4.** Hammaddelerin XRD sonuçları

Hammadde	Mineralojik Fazlar
<b>Kil-1</b>	Kaolenit, İllit, Kuvars, Albit*
<b>Kil-2</b>	Kaolenit, İllit, Kuvars, Albit*
<b>Kil-3</b>	Kaolenit, İllit, Kuvars, Albit*
<b>Kil-4</b>	Kaolenit, İllit, Kuvars, Albit*
<b>Kil-5</b>	Kaolenit, İllit, Kuvars, Albit*
<b>Kaolen-1</b>	Kaolenit, İllit, Kuvars, Albit*
<b>Kaolen-2</b>	Kaolenit, Kuvars, Albit*
<b>Kuvars</b>	Kuvars
<b>Feldispat-1</b>	Albit, Kuvars
<b>Feldispat-2</b>	Albit, Mikroklin, Kaolinit, Kuvars
<b>Kalsit</b>	Kalsit
<b>Dolomit</b>	Dolomit, Kuvars, Kalsit-Manyezit
<b>Spodümen</b>	Spodümen, Kuvars
<b>Borlu Firirt</b>	Camsı faz

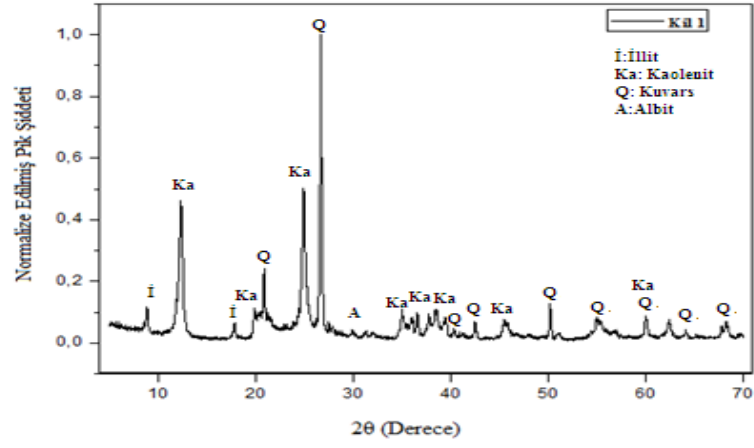
\*: Eser miktarda

**Çizelge 3.5.** Hammaddelerin MAUD yazılımı ile belirlenmiş mineralojik faz içerikleri

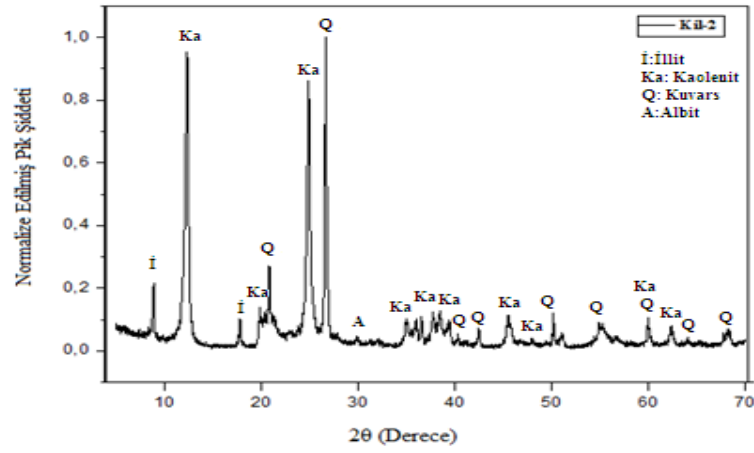
(ağırlıkça %)

Hammadde	Kaolinit (%)	İllit (%)	Kuvars (%)
<b>Kaolen-1</b>	76,41 ± 0,47	18,80 ± 0,28	4,79 ± 0,12
<b>Kaolen-2</b>	76,12 ± 0,63	21,94 ± 0,47	1,94 ± 0,16
<b>Kil-1</b>	60,27 ± 0,60	17,43 ± 0,59	22,29 ± 0,37
<b>Kil-2</b>	68,43 ± 0,48	18,79 ± 0,28	12,78 ± 0,21
<b>Kil-3</b>	38,67 ± 0,51	32,05 ± 0,46	29,28 ± 0,4
<b>Kil-4</b>	56,36 ± 0,67	20,58 ± 0,54	23,06 ± 0,33
<b>Kil-5</b>	64,37±0,54	18,14±0,44	17,6±0,29

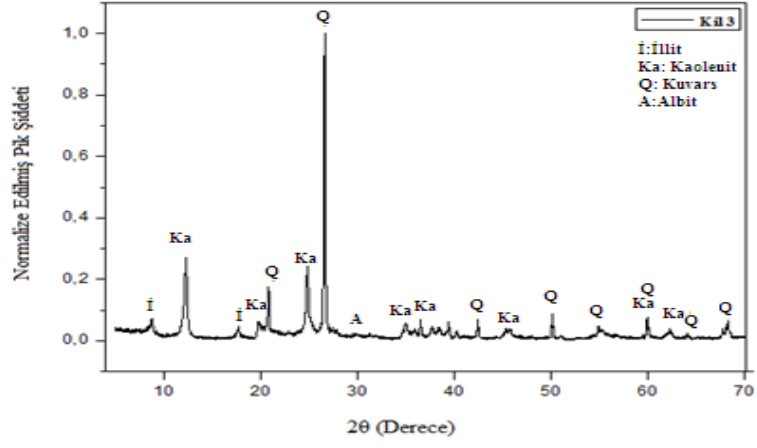
Çalışmada kullanılan tüm hammaddelere ait XRD paternleri Şekil 3.1. - 3.13.'de sunulmuştur.



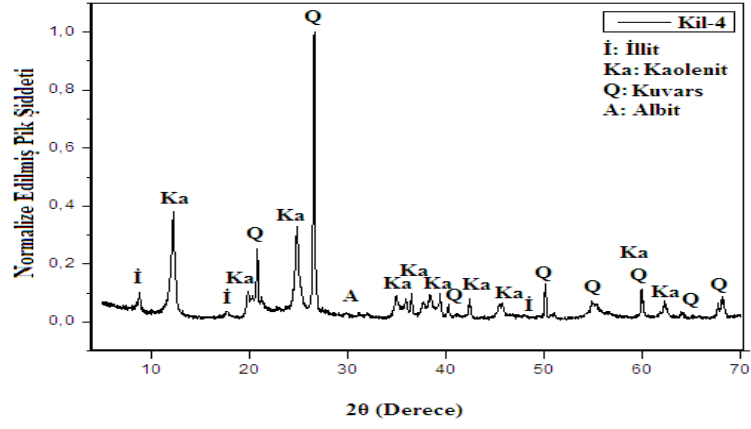
Şekil 3.1. Kil-1'e ait XRD paterni



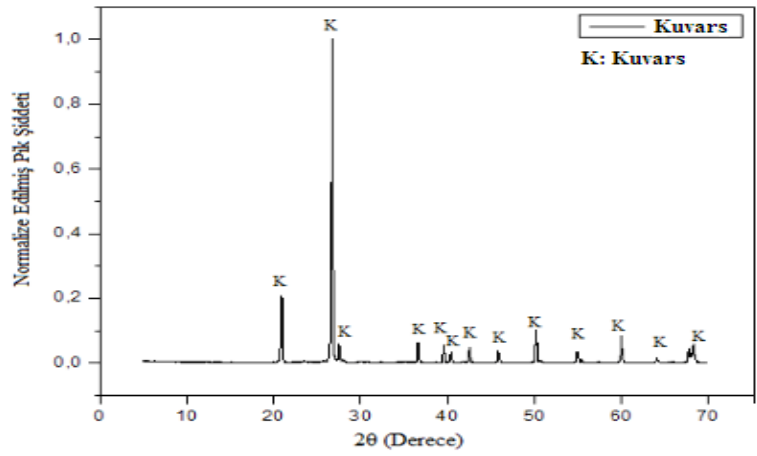
Şekil 3.2. Kil-2'ye ait XRD paterni



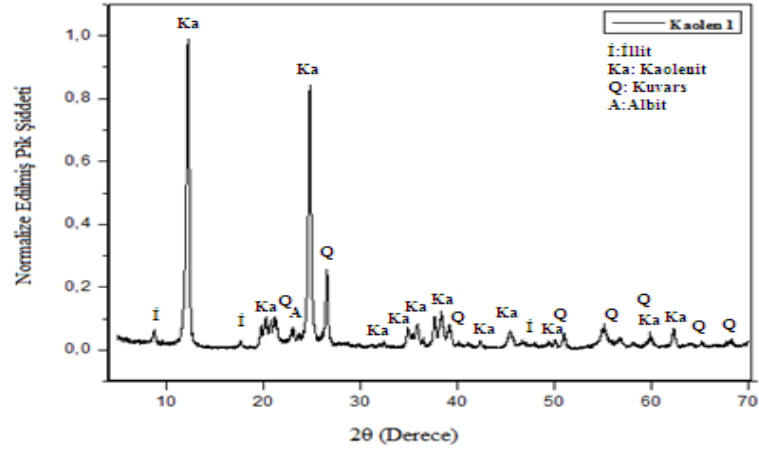
Şekil 3.3. Kil-3 'e ait XRD paterni



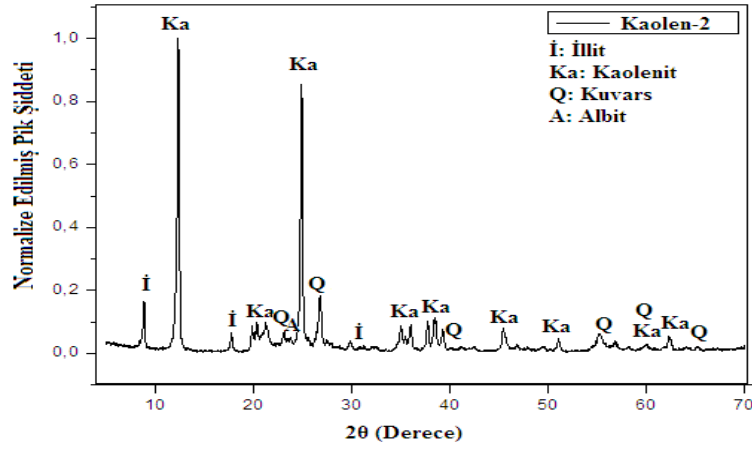
Şekil 3.4. Kil-4'e ait XRD paterni



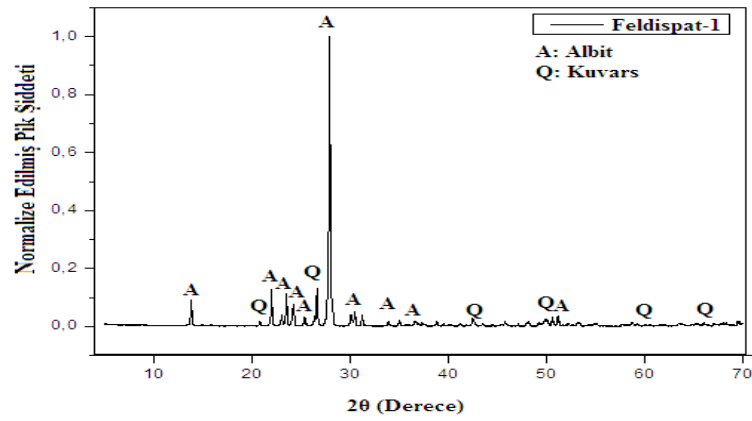
Şekil 3.5. Kuvarsa ait XRD paterni



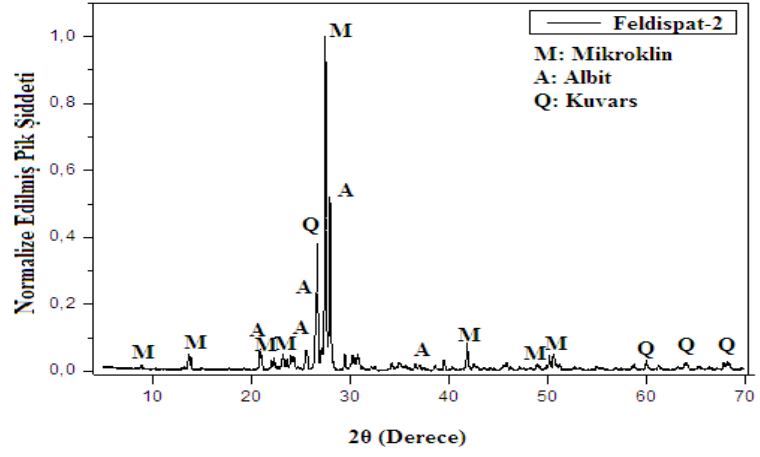
Şekil 3.6. Kaolen-1'e ait XRD paterni



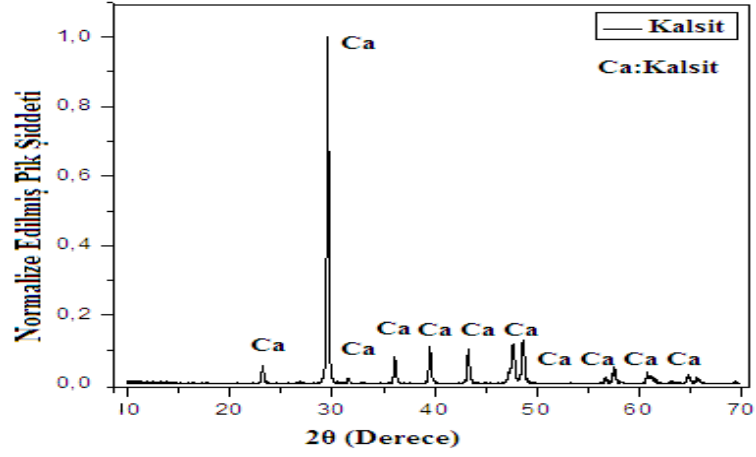
Şekil 3.7. Kaolen-2'ye ait XRD paterni



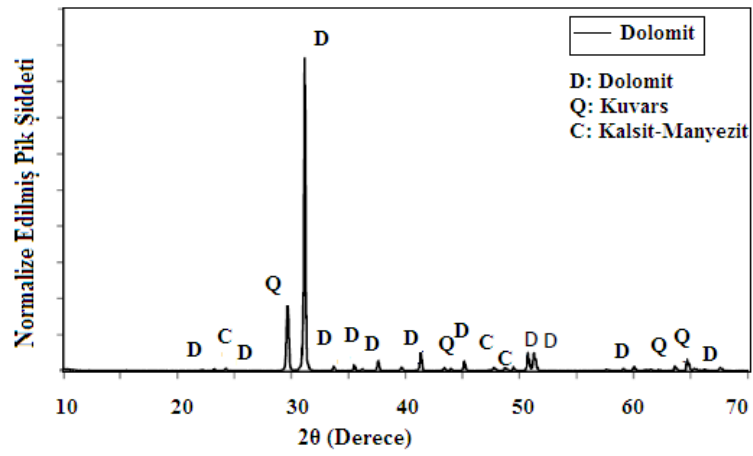
Şekil 3.8. Feldispat-1'e ait XRD paterni



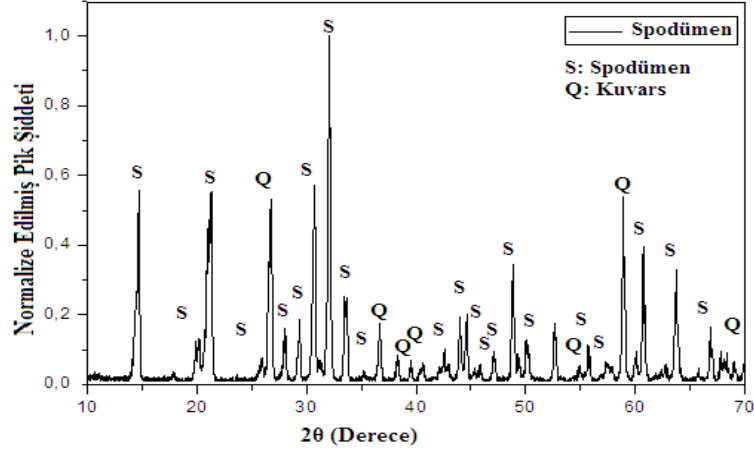
Şekil 3.9. Feldspat-2 'ye ait XRD paterni



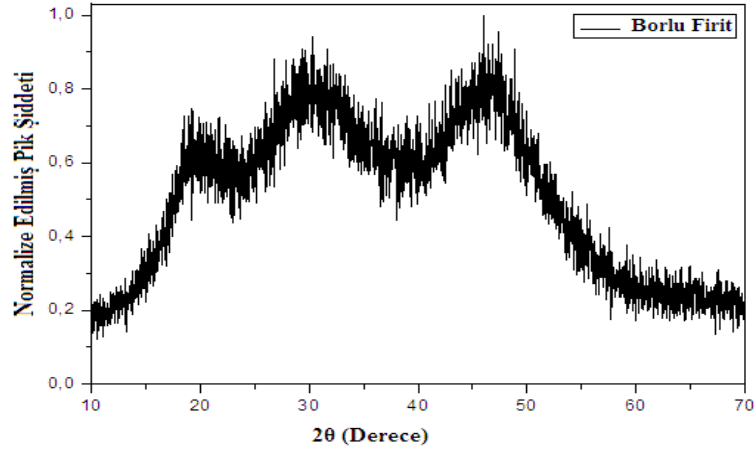
Şekil 3.10. Kalsite ait XRD paterni



Şekil 3.11. Dolomite ait XRD paterni



Şekil 3.12. Spodümen için XRD paterni

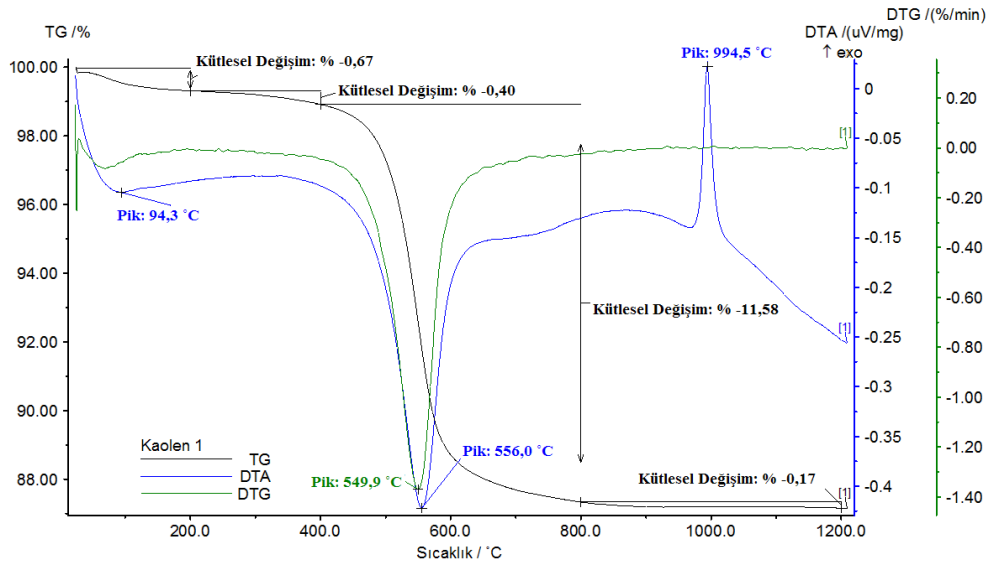


Şekil 3.13. Borlu firit için XRD paterni

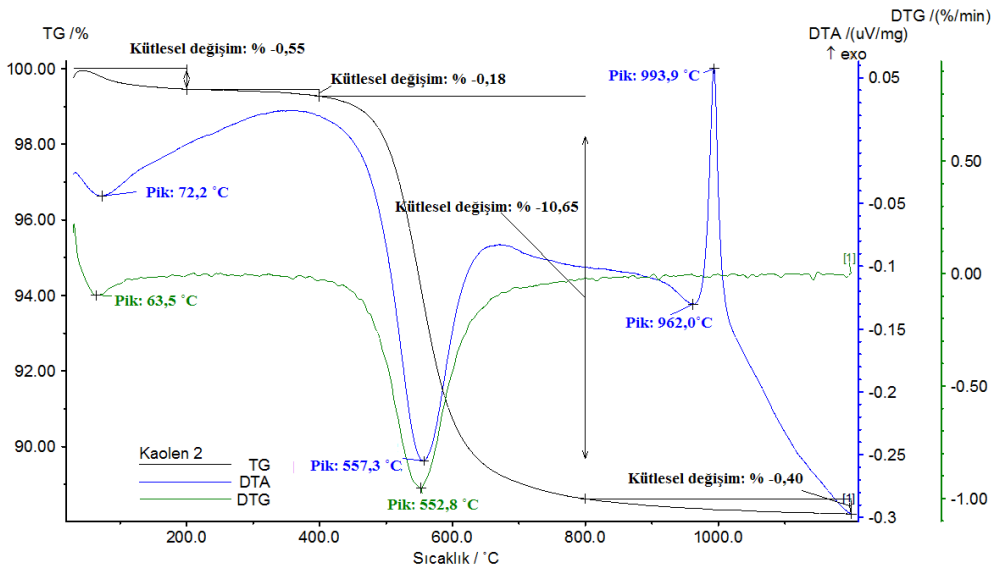
Hammaddelerin termogravimetrik ve diferansiyel ısıl analizleri (TG-DTA) Netzsch marka STA PG model cihaz ile gerçekleştirilmiştir. Kil mineralinin diferansiyel ısıl analiz eğrileri incelendiğinde genel olarak üç noktada endotermik pik verdiği görülür. İlk endotermik pik düşük sıcaklıklarda atmosferik suyun uzaklaşması ile elde edilir. Pikin görüldüğü sıcaklık aralığı, kil veya kaolende bulunan mineral çeşidine, değişebilir katyon tipine (tek veya çift değerlikli) ve miktarına bağlıdır ve genelde 50 ile 240°C arasındadır. Pikin büyüklüğü, kil parçacıklarını çevreleyen nem içeriğine göre değişir. Kaolinit, ünitelerinin düzensiz dizilimleri sonucu tabakalar arasına giren suyu 105°C’de, illit ise

tabakaları arasında bulunan suyu 100°C’de kaybeder (Chackraborty, 2002, Rowland, 1952). 3 tabakalı kil yapıları genellikle düşük sıcaklık endotermik pik sergilerler. En şiddetli pik, montmorillonit eğrisinde görülür ve nem hassasiyetinin yüksek olmasından kaynaklanır (Uz 2004). Muskovit, mika yapısına sahip üç tabakalı kildir ve ilk düşük sıcaklık endotermik pikini göstermez. İkinci endotermik pik ise kilden kile değişmekle birlikte orta sıcaklıklarda gözlenir. Oktahedra tabakalarındaki hidroksil grupların kaybolmasıyla oluşan bu pik, kaolinit grupları için 450°C ile 600°C arasında görülür. 3 tabakalı killerden düzenli istif yapısına sahip bentonitlerde ise bu sıcaklık aralığı 575 - 700°C’dir. İstif yapısının düzensiz olduğu montmorillonit yapısında ise 100°C daha düşük sıcaklıkta pik oluşumu başlar. İllit yapıları da hidroksil gruplarını, montmorillonite benzer aralıklarda kaybeder. Son endotermik pik ise yüksek sıcaklıklarda gözlenir. Son kil mineral latisinin bozulması ve hidroksil gruplarının kaybolmasıyla az miktarda suyun uzaklaşması sonucunda oluşur. Kaolinit gruplarında çok küçük oluşan bu pik, spinel fazının meydana getirdiği ekzotermik pik ile kesintiye uğrar. Dolayısıyla kaolinit için gözlenmesi zor olan bu pik, montmorillonit ve illit gibi üç tabakalı yapılarda daha belirgin oluşumlar gösterir. DTA eğrisinde 573°C civarında gözlenen endotermik pik ise  $\alpha$ - $\beta$  kuvars dönüşümünden kaynaklanır. Bu dönüşüm kil minerallerinin yapısal değişiklikleriyle ilişkili değildir (Chackraborty 2002, Rowland 1952). Sıcaklığın artması ile birlikte killerde bulunan karbonat mineralleri bozunuma uğrar ve içerdikleri CO<sub>2</sub> serbestleşir. DTA eğrisinde endotermik pik görülür. Kalsitin bozunma sıcaklığı CO<sub>2</sub> gazının kısmi basıncına çok duyarlıdır. Yakma havasında CO<sub>2</sub>’in kısmi basıncı düşük ise bozunma reaksiyonu 500°C civarında başlar. CO<sub>2</sub>’in kısmi basıncının yüksek olduğu durumda ise reaksiyonun başlaması 900 °C’ye kadar ertelenebilir. Diğer karbonatların bozunum reaksiyonları kalsit kadar hassasiyete sahip değildir. Magnezyum karbonatın bozunum sıcaklığı safsızlıklara da bağlı olarak 680 ile 700°C arasında değişmektedir. Dolomit, magnezyum ve kalsiyum karbonat yapılarının birlikte bulunduğu mineraldir ve MgCO<sub>3</sub>/CaCO<sub>3</sub> oranına bağlı olarak bozunum sıcaklıkları değişir. Dolomitin bozunması DTA eğrisinde iki önemli endotermik pik oluşumu ile gözlemlenir. İlk tepe noktasının ilki MgCO<sub>3</sub>, ikincisi CaCO<sub>3</sub> ayrışımı sırasında oluşur (Rowland,1952). XRD

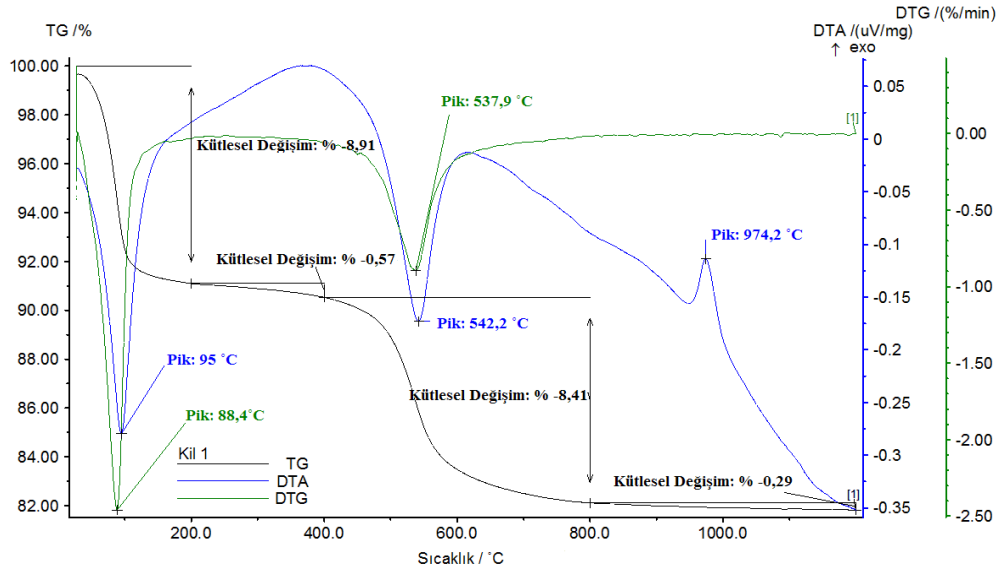
analizleri de göz önünde bulundurularak tüm hammaddelerin ısıl analizleri Netzsch STA 409 PC marka ve modelli cihazda yapılmıştır. Hammaddelerden alınan numunelerin TG (ağırlık kaybı %), DTG (ağırlık kaybı eğrisinin türevi) ve DTA eğrilerinden tespit edilen karakteristik endotermik ve ekzotermik reaksiyonlar grafikler üzerinde belirtilmiştir. **Şekil 3.14.** – **3.27.** arasında hammaddelere ait TG-DTA eğrileri verilmiştir. Sonuçlar **Çizelge 3.6.**'da özetlenmiştir.



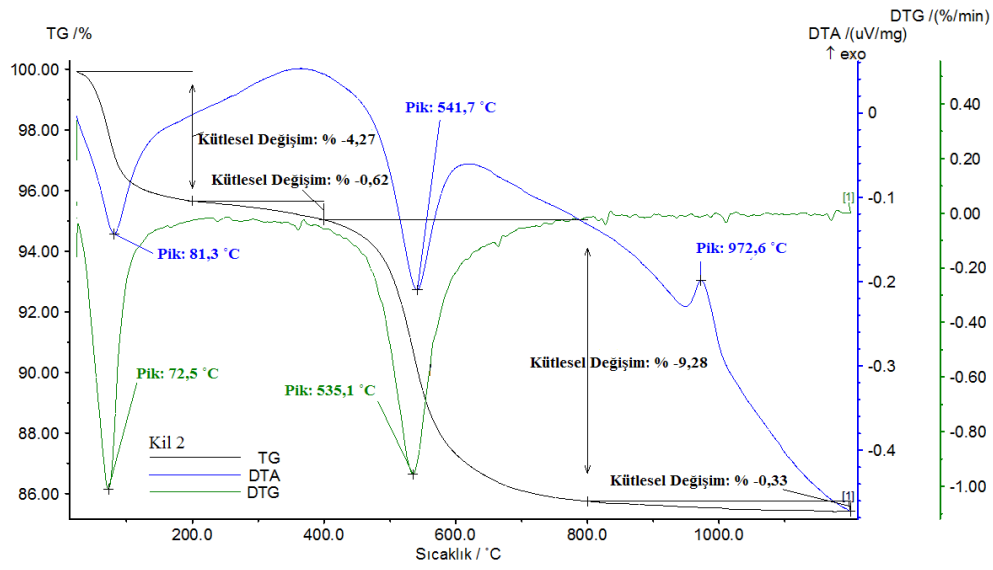
**Şekil 3.14.** Kaolen-1 e ait TG ve DTA analizi



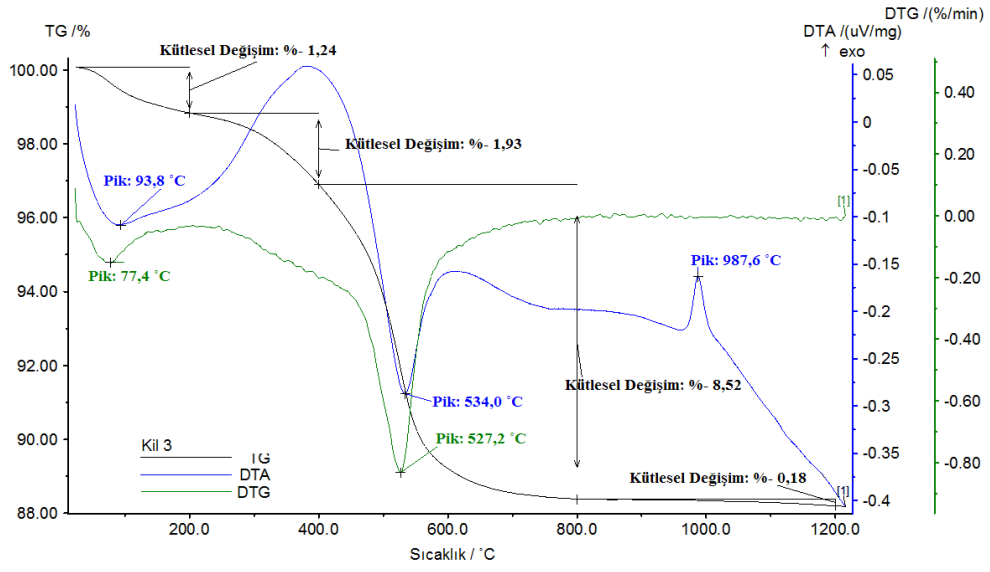
**Şekil 3.15.** Kaolen-2'ye ait TG ve DTA analizi



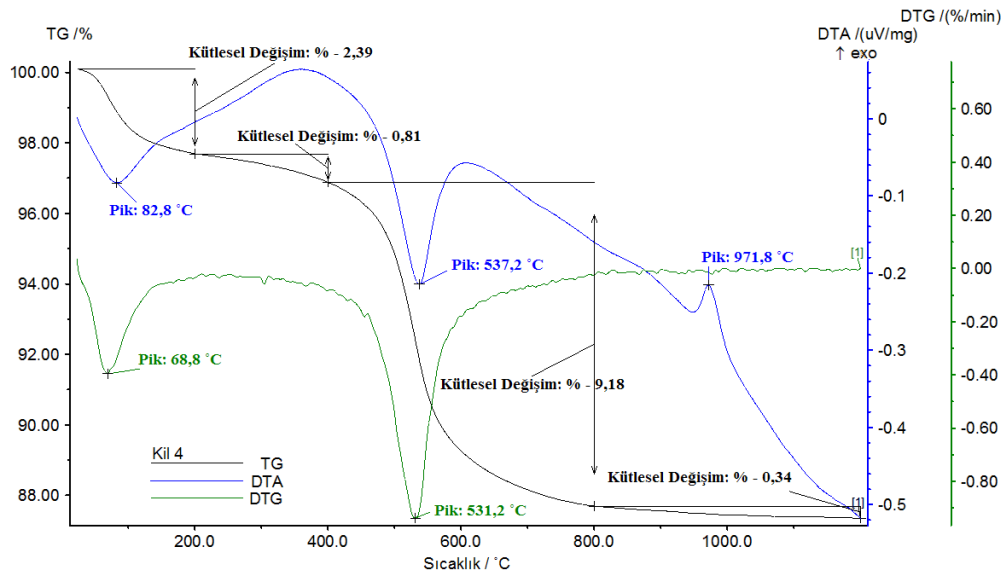
Şekil 3.16. Kil-1' e ait TG ve DTA analizi



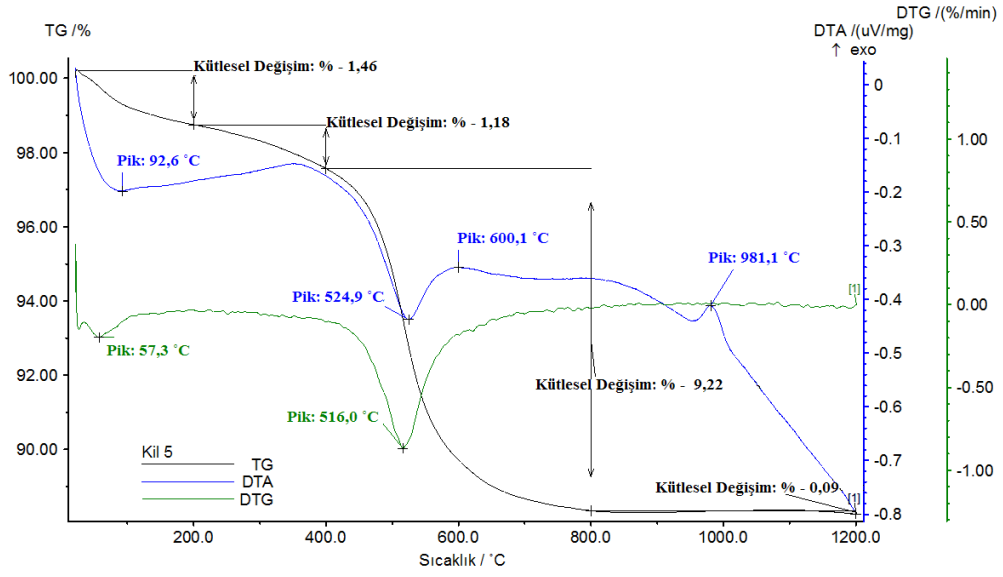
Şekil 3.17. Kil-2 'ye ait TG ve DTA analizi



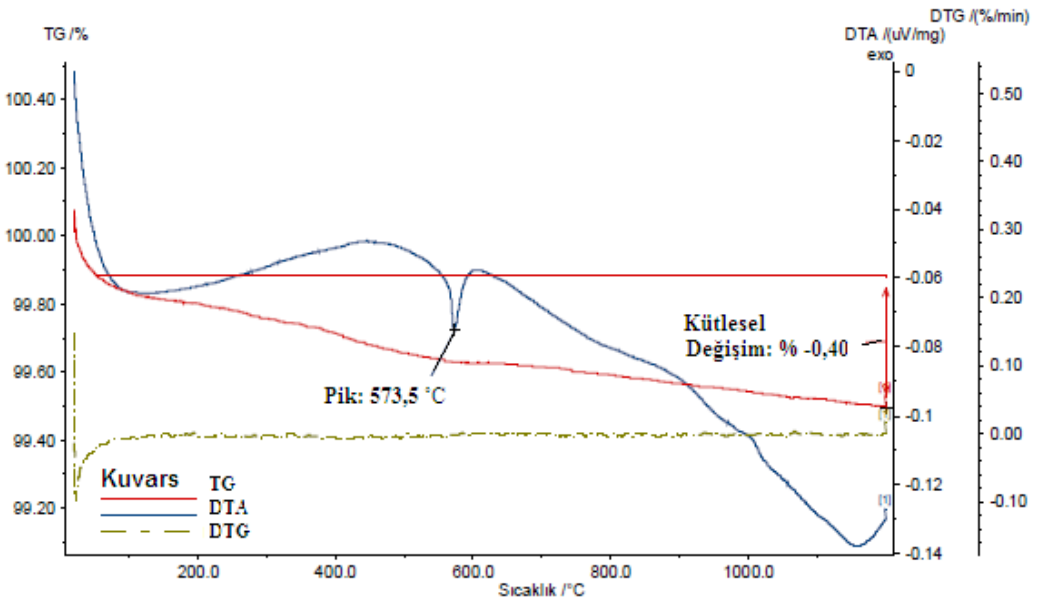
Şekil 3.18. Kil-3' e ait TG ve DTA analizi



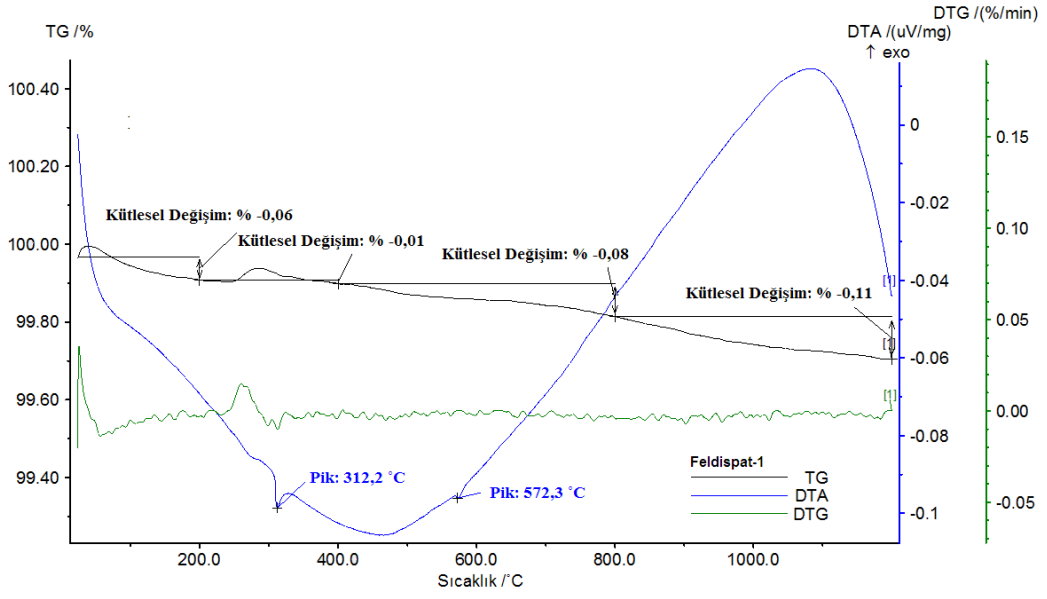
Şekil 3.19. Kil-4' e ait TG ve DTA analizi



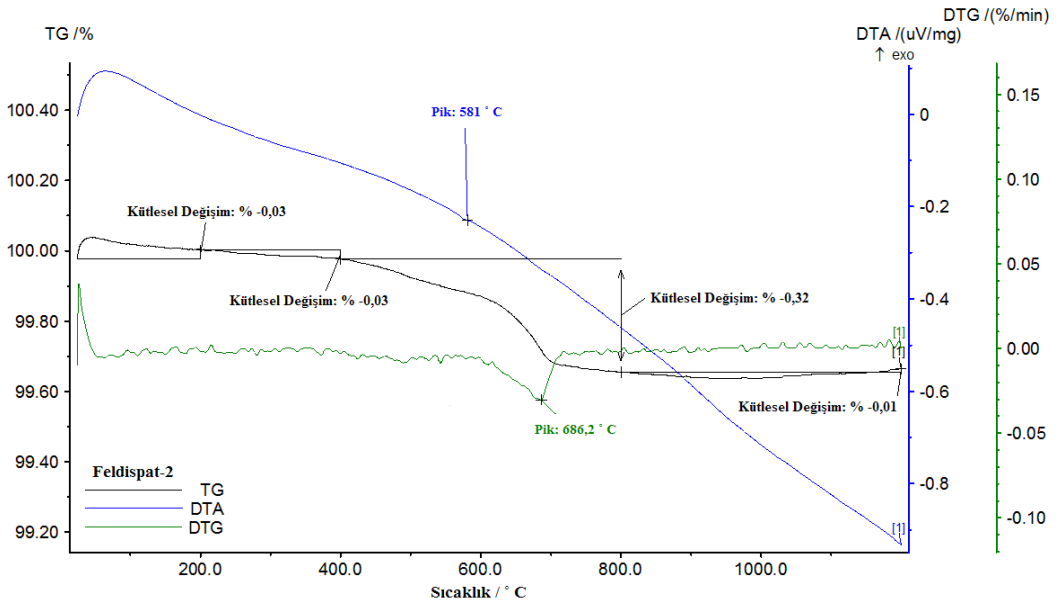
Şekil 3.20. Kil-5' e ait TG ve DTA analizi



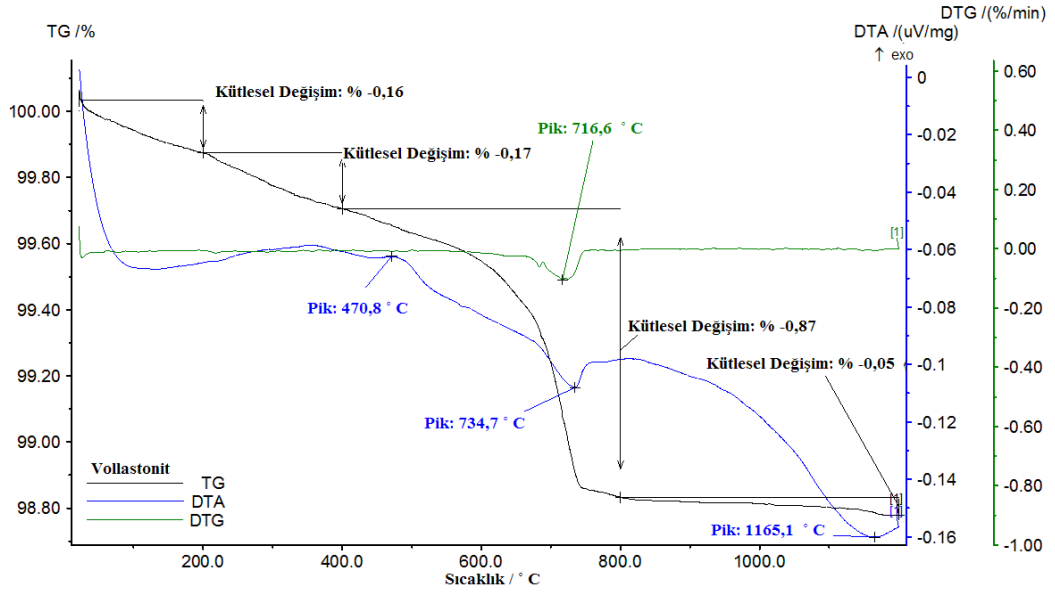
Şekil 3.21. Kuvars a ait TG ve DTA analizi



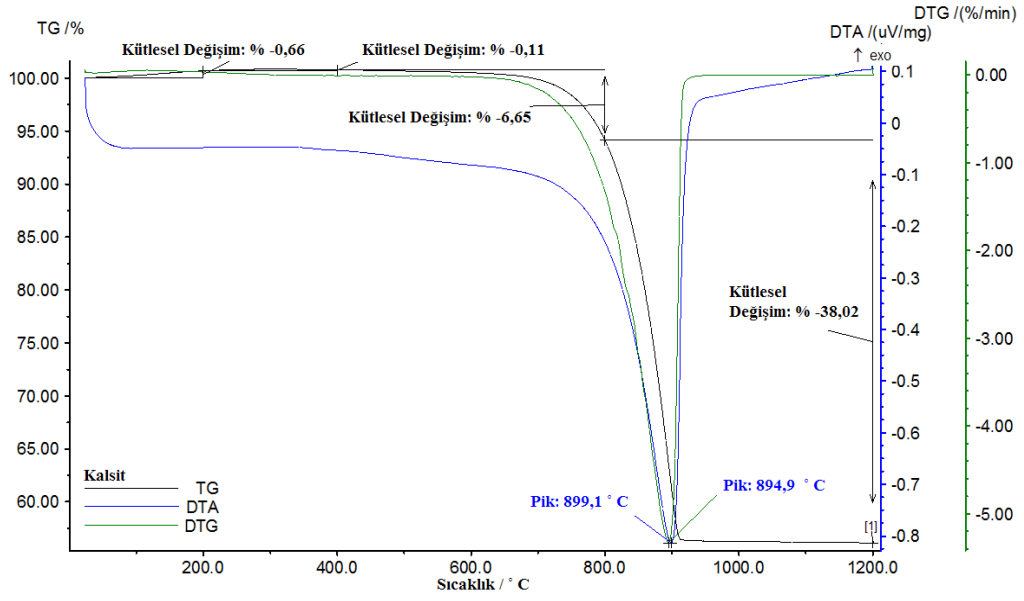
Şekil 3.22. Feldispat-1' ye ait TG ve DTA analizi



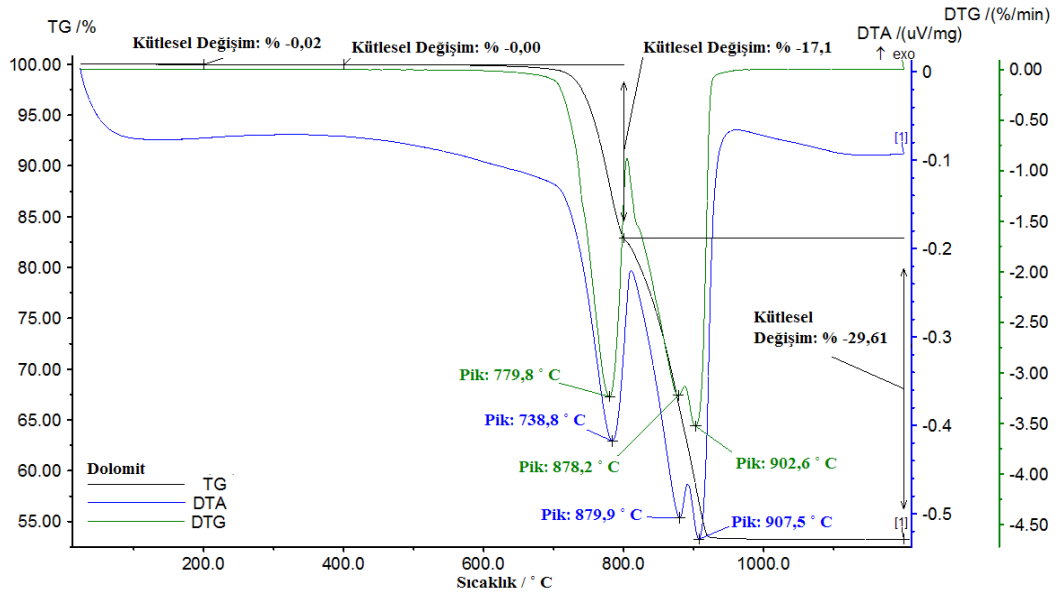
Şekil 3.23. Feldispat-2' ye ait TG ve DTA analizi



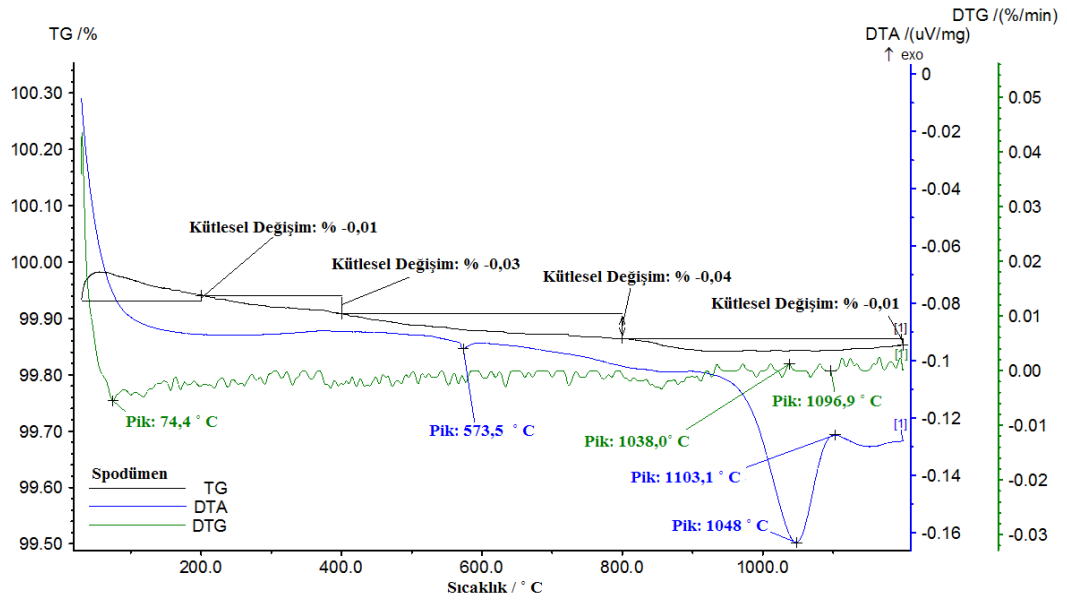
Şekil 3.24. Vullastonite ait TG ve DTA analizi



Şekil 3.25. Kalsite ait TG ve DTA analizi



Şekil 3.26. Dolomite ait TG ve DTA analizi

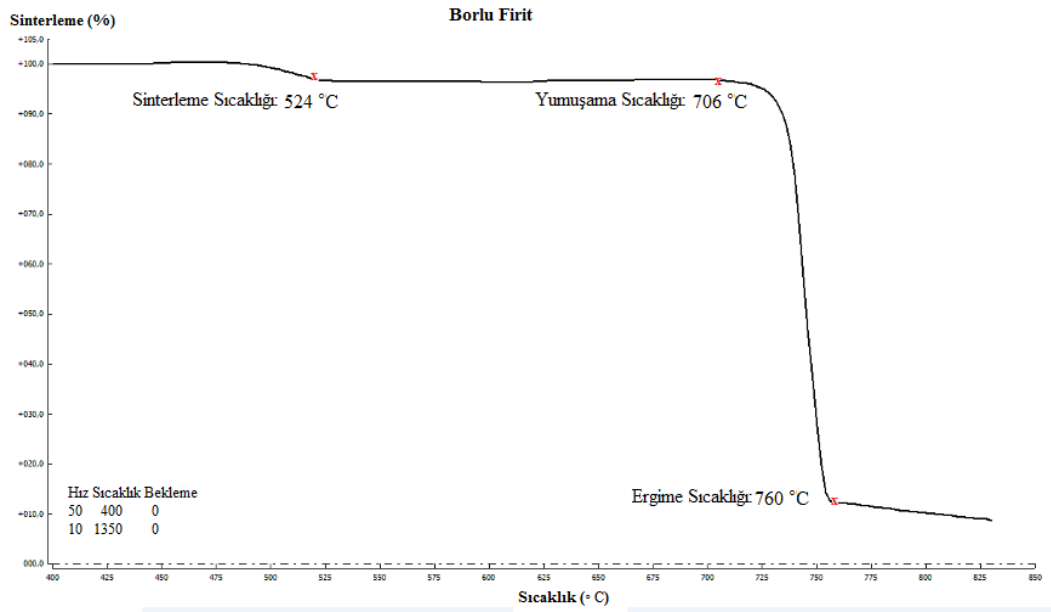


Şekil 3.27. Spodümene ait TG ve DTA analizi

Çizelge 3.6. Hammaddelerin ısı analiz sonuçları

	<b>Endotermik pik sıcaklığı-Açıklama</b>	<b>Ekzotermik pik sıcaklığı-Açıklama</b>
<b>Kil-1</b>	95 °C -Fiziksel su kaybı 542,2 °C -Kaolen-metakaolen dönüşümü (Kaolenit ve illit yapısındaki kristal suyun uzaklaşması) - $\alpha$ - $\beta$ kuvars dönüşümü	974,2 °C -Metakaolenin amorf silika ve $\gamma$ -Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> fazına dönüşümü
<b>Kil-2</b>	81,3 °C -Fiziksel su kaybı 541,7 °C -Kaolen-metakaolen dönüşümü	972,6 °C -Metakaolenin amorf silika ve $\gamma$ -Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> fazına dönüşümü
<b>Kil-3</b>	93,8 °C Fiziksel su kaybı 534 °C -Kaolen-metakaolen dönüşümü	987,6 °C -Metakaolenin amorf silika ve $\gamma$ -Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> fazına dönüşümü
<b>Kil-4</b>	82,8 °C -Fiziksel su kaybı 537,2 °C -Kaolen-metakaolen dönüşümü	971,8 °C -Metakaolenin amorf silika ve $\gamma$ -Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> fazına dönüşümü
<b>Kil-5</b>	92,6 °C -Fiziksel su kaybı 524,9 °C -Kaolen-metakaolen dönüşümü - $\alpha$ - $\beta$ kuvars dönüşümü	981,1 °C -Metakaolenin amorf silika ve $\gamma$ -Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> fazına dönüşümü
<b>Kaolen-1</b>	94,3 °C –Kaolinit tabakaları arasına giren fiziksel su kaybı 556 °C -Kaolen-metakaolen dönüşümü	994,5 °C -Metakaolenin amorf silika ve $\gamma$ -Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> fazına dönüşümü
<b>Kaolen-2</b>	72,2 °C -Fiziksel su kaybı 557,3 °C -Kaolen-metakaolen dönüşümü	993,9 °C -Metakaolenin amorf silika ve $\gamma$ -Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> fazına dönüşümü
<b>Kuvars</b>	573,5 °C - $\alpha$ - $\beta$ kuvars dönüşümü	
<b>Feldispat-1</b>	573,5 °C - $\alpha$ - $\beta$ kuvars dönüşümü	
<b>Feldispat-2</b>	573,9 °C - $\alpha$ - $\beta$ kuvars dönüşümü	
<b>Vollastonit</b>	573,5 °C - $\alpha$ - $\beta$ kuvars dönüşümü 890,5°C CaCO <sub>3</sub> 'ın bozunması	
<b>Kalsit</b>	890,4°C CaCO <sub>3</sub> 'ın bozunması	
<b>Dolomit</b>	635°C MgCO <sub>3</sub> 'ın bozunması 890,5°C CaCO <sub>3</sub> 'ın bozunması	
<b>Spodümen</b>	1011,3 - $\alpha$ - $\beta$ spodümen dönüşümü	

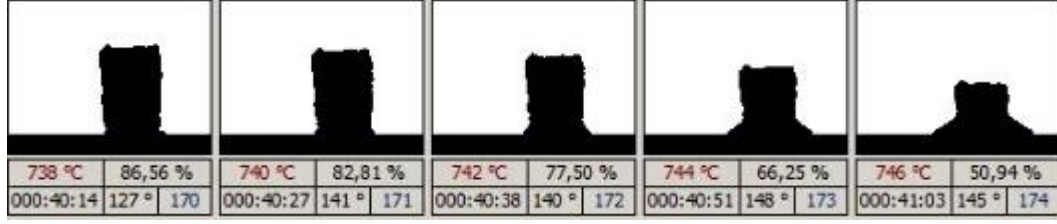
Borlu firit numunesinin ergime davranışı ısı mikroskobu (**Şekil 3.28.**) ile belirlenmiş ve kritik sıcaklık değerleri **Çizelge 3.7.**'de sunulmuştur. **Şekil 3.28.**'de görüldüğü üzere sistem belirgin bir akışkan camsı faza sahip olana kadar boyut değişmemiştir. Sıcaklığın artması, firit partiküllerini küresel hale getirir ve boyun bölgelerinden bağlanmalarını sağlar. Camsı fazın oluşması ile merkezler arası mesafe azalır ve birbirine bağlı izole porlar oluşur. Numune boyutunun % 5 azaldığı sinterleme sıcaklık noktası 524°C olarak belirlenmiştir. Bu noktadan itibaren camsı fazın miktarı artar ve numune yüzeyinde ilk görüldüğü sıcaklık 706°C olarak belirlenmiştir. Oluşan camsı faz, partikülleri birbirine yaklaştırır ve yüzey alanının azalması ile açığa çıkan enerji viskoz akış için kullanılır. **Şekil 3.29.**'da görüldüğü üzere 740°C 'den itibaren kütle akışı aniden gerçekleşmiş ve izole porların içi camsı fazla dolmuştur. Numunenin ergime sıcaklığı 760°C olarak belirlenmiştir.



**Şekil 3.28.** Borlu firitte ait ısı mikroskobu analizi sonucu

**Çizelge 3.7.** Borlu firitte ait kritik sıcaklık değerleri

	<b>Borlu Firit</b>
<b>Sinterleme Sıcaklığı (°C)</b>	524
<b>Yumuşama Sıcaklığı (°C)</b>	706
<b>Ergime Sıcaklığı (°C)</b>	760



Şekil 3.29. Borlu fritin yumuşama sıcaklığından sonra sergilediği ergime davranışı

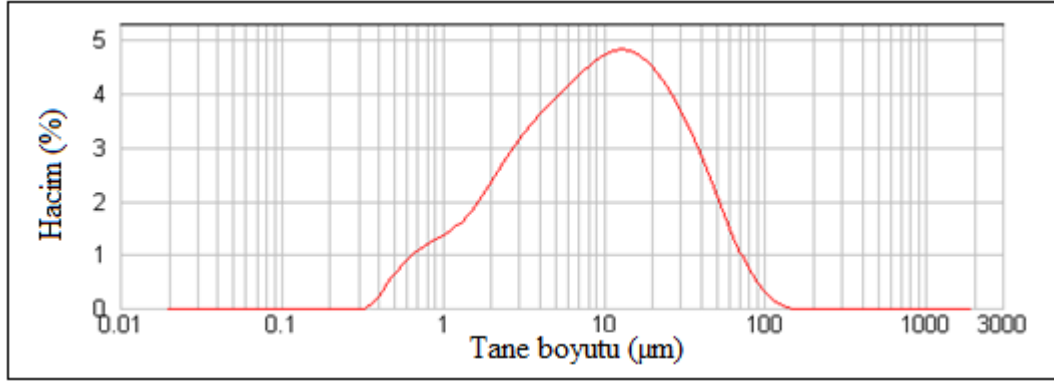
### 3.2. Çamurun karakterizasyon sonuçları

Çamurun reolojik özellikleri Çizelge 3.8.'de, tane boyut dağılım eğrisi Şekil 3.30. ve tane boyut değerleri Çizelge 3.9.'da sunulmuştur.

Çizelge 3.8. Çamurun özellikleri

Özellikler	Standart çamur
Litre Ağırlığı (gr/lt)	1805
Sıcaklık (°C)	28
1. Viskozite (s)	65
2. Viskozite (s)	157
Tiksotropi (%)	58

Ölçümün yapıldığı sıcaklık değeri, çamurun reolojik özelliklerinin değişimine neden olmaktadır. Bu sebeple çalışma süresince yapılan diğer denemelerde de sıcaklık, ortam şartlarının elverdiği ölçüde sabit tutulmaya çalışılmıştır.



Şekil 3.30. Standart çamura ait tane boyut dağılım grafiği

Çizelge 3.9. Standart çamura ait tane boyut dağılım değerleri

	d10 (µm)	d50 (µm)	d90 (µm)
Standart çamur	1,6	9,30	38,20

### 3.3. Bünyenin karakterizasyon sonuçları

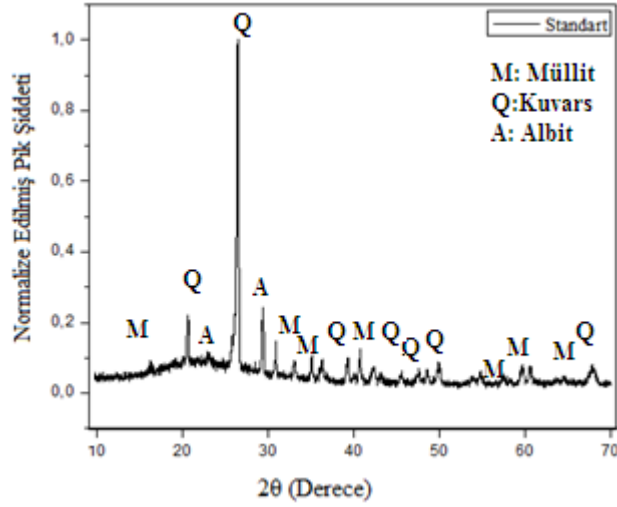
Standart bünyenin kimyasal kompozisyonu XRF ile belirlenmiş ve ağırlıkça % oksit değerleri Çizelge 3.10.'da verilmiştir.

Çizelge 3.10. Standart çamurun % ağırlıkça oksit değeri (XRF ile belirlenen)

	Numune adı
	N1 (Standart çamur)
Oksit	
Na <sub>2</sub> O	4,53
K <sub>2</sub> O	1,19
MgO	0,23
CaO	0,39
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	21,10
SiO <sub>2</sub>	65,43
A.Z.*	5,69
Diğer**	1,45

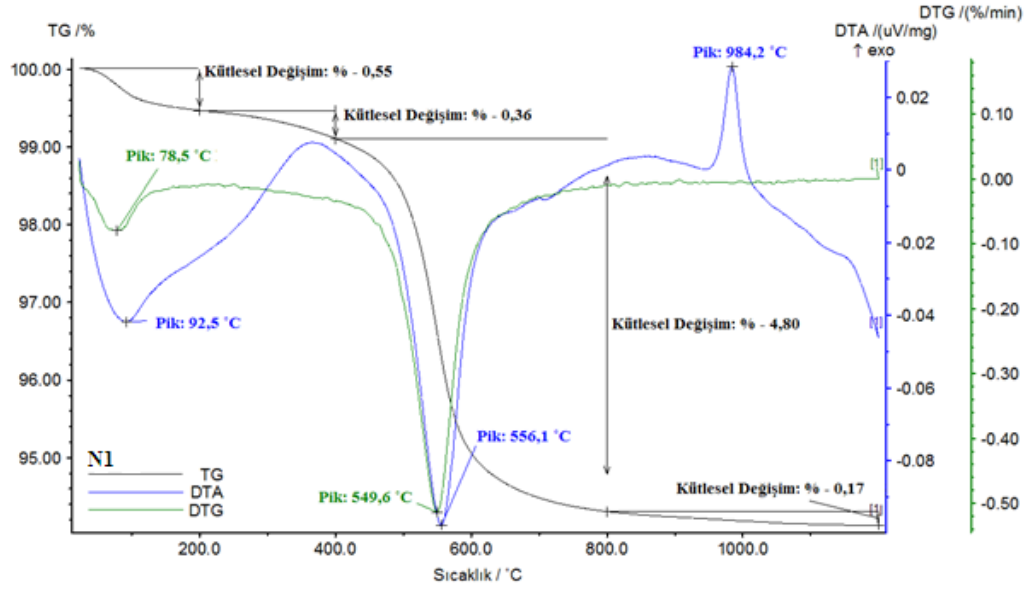
\* A.Z.: Ateş Zayıtı, \*\* Diğer: %  $\sum(\text{Fe}_3\text{O}_3, \text{TiO}_2, \text{P}_2\text{O}_5, \text{SO}_3)$

Standart bünyeye ait XRD paterni Şekil 3.31.'de verilmiştir. XRD analizinde camsı faz, müllit, kuvars ve albit fazları gözlemlenmiştir.



Şekil 3.31. Standart pişmiş bünyeye ait XRD paterni

Standart çamur numunesi kurutularak ısıl analizi Netzsch marka STA PG model cihaz ile gerçekleştirilmiştir. Şekil 3.32.'de sunulan TG-DTA eğrisinde görüldüğü üzere, standart çamur (N1) numunesi yaklaşık 50 - 200°C sıcaklık aralığında fiziksel suyunu kaybetmektedir. Mevcut nem miktarına da bağlı olarak kaybedilen su miktarı ~% 0,55 olarak bulunmuştur. ~200 - 400°C sıcaklık aralığında gözlenen ağırlık kaybı yapıda bulunması muhtemel organiklerin yanmasından kaynaklanmaktadır. Bu sıcaklıkta ölçülen ağırlık kaybı ~% 0,36 olarak belirlenmiştir. TG eğrisinde yaklaşık 400 - 800°C sıcaklık aralığında görülen ağırlık kaybı ile DTA eğrisinde 556,1°C'de görülen endotermik reaksiyonlar ise yapıdaki kil minerallerinden kristal suyun uzaklaşmasından kaynaklanmaktadır. Bu sıcaklık aralığında kaybedilen su miktarı ~% 4,8 olarak tespit edilmiştir. DTA eğrisinde yaklaşık 984,2°C'de görülen ekzotermik pikin nedeni ise spinel fazı (metakaolen→spinel) oluşumundan dolayıdır. Numunede 800-1200°C sıcaklık aralığında görülen toplam ~% 0,17 oranındaki ağırlık kaybının ise sülfat türü bileşiklerin dekompozisyonundan kaynaklandığı düşünülmektedir.



Şekil 3.32. Standart çamurun (N1) ısıl analiz sonuçları

Standart çamurdan döküm yolu ile şekillendirilen plaka ve çubuklardan bünyenin fiziksel özellikleri belirlenmiş ve Çizelge 3.11.'de verilmiştir. Üretimin belli boyutsal tolerans sınırları içinde yapılabilmesi öncelikli olarak % küçülme değerleri ve deformasyon miktarına bağlıdır. Ürünlerin taşınması ve sırlama aşamasında ham mukavemet, ürünün servis ömrü süresince pişmiş mukavemet değeri önem arz etmektedir. Mamullerin ıslak mekânlarda kullanılması ve bu ortamlarda sağlığa zararlı bakteri oluşumu söz konusu olduğundan su emme değerlerinin % 0,5'in altında olması zorunludur.

Çizelge 3.11. Bünyenin fiziksel özellikleri

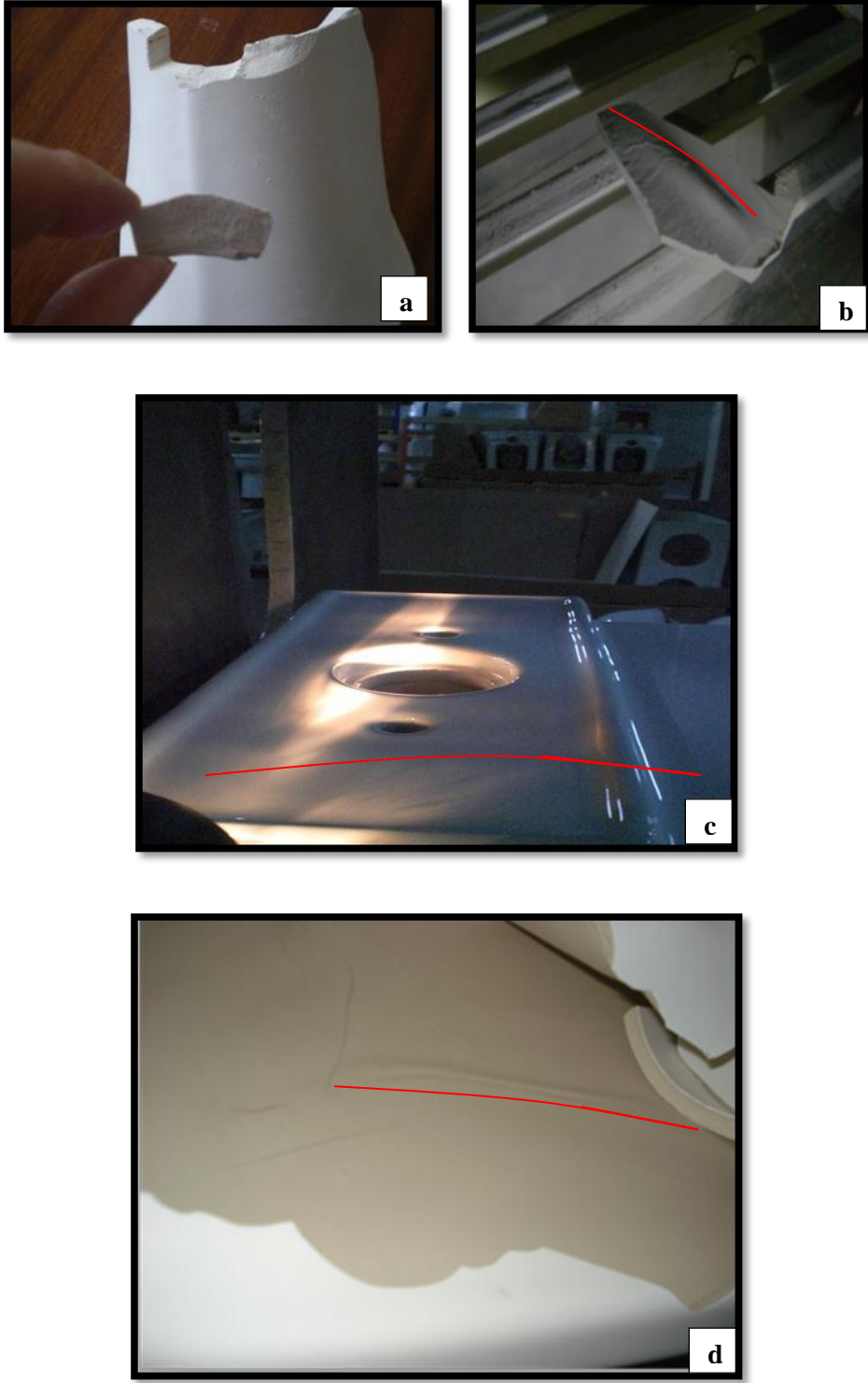
Özellikler	Standart bünye
Kuru küçülme (%)	2,9±0,5
Pişme küçülmesi (%)	7,6
Toplu Küçülme (%)	10,5
Pişirim sıcaklığı (°C)	1200
Deformasyon (mm)	48±2
Su emme (%)	0,1
Ham mukavemet (kg/cm <sup>2</sup> )	25,4±0,2
Pişmiş mukavemet (kg/cm <sup>2</sup> )	494±1

## 4. DAMAR HATASININ TESPİTİ VE GİDERİLMESİNE YÖNELİK ÇALIŞMALAR

### 4.1. Problemin Tanımı

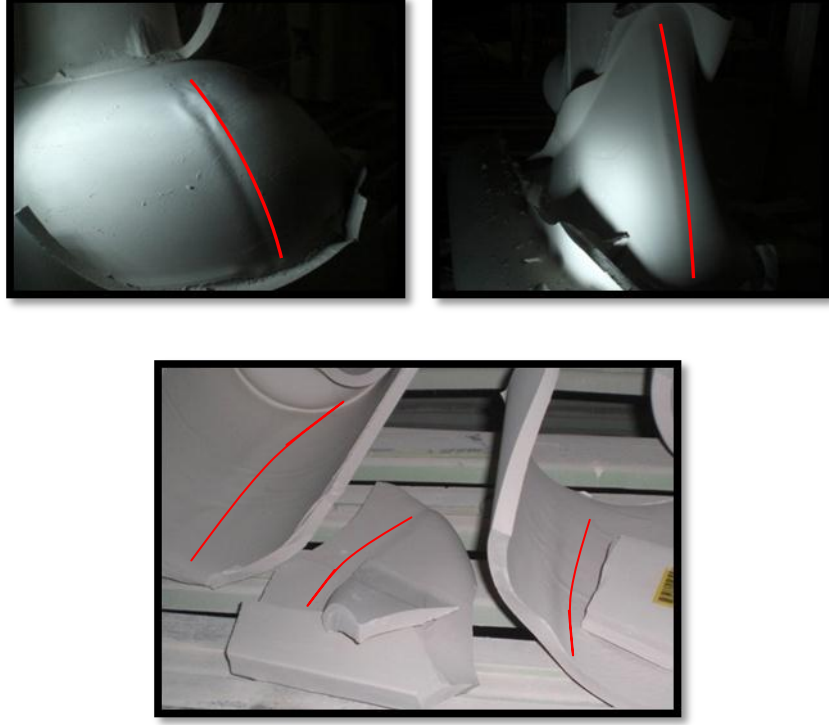
Hatanın öncelikle tanımlanması önem arz etmektedir. Yüzeydeki bir şişkinlik ve/veya çukurluk olarak karşımıza çıkan çamur birleşim izi hatalarının görüntüsü, bir dolaşım fonksiyon bozukluğu olan varis hastalığının görünümünü andırmaktadır. Bu sebeple bazı firmalarda “damar hatası” olarak anıldığı bilinmektedir.

Hatanın gözle tespiti dışında herhangi bir ölçme, değerlendirme ve karşılaştırma sistemi yoktur. Ayrıca, bu hataların bir kısmı çok belirgin iken, bir kısmı da yok denecek derecede azdır ve incelemeyi yapan kişinin deneyimine ve aşinalığına bağlı olarak zaman zaman gözden kaçabilmektedir. Özellikle sağlık gereçlerinin büyük bir bölümünün beyaz parlak opak sır ile sırlandığı göz önüne alınırsa, ürünlerin yüzeylerindeki çamur birleşim izlerinin gözle görülmesi mümkünse de her zaman doğru ışık altında fotoğraflanması mümkün olmayabilir. Bu bağlamda öncelikli olarak uygun araştırma ve karşılaştırma metodolojisi geliştirilmeye çalışılmıştır. Kaynağından çıkan ışığın bulunduğu ortamda doğrular halinde yayılması ve yolunu bir cisim kesmedikçe sapmaması prensibinden yola çıkılarak ürün yüzeyleri fener ışığı ile fotoğraflanmıştır. Ürünün farklı bölgelerinden alınan çamur birleşim izi hatalarının fotoğrafları **Şekil 4.1.**'de sunulmuş ve hatalı bölgeler kırmızı çizgi ile işaretlenmiştir.



Şekil 4.1. (a) Sırlanmamış ham ürün üzerinde karşıdan ve kesitten, (b) sırlanmamış üründe karşıdan, (c) sırlı ve pişmiş ürün üzerinde rezervuar oturma yüzeyinden (d) pişmiş ürünün sırsız bölgesinde bulunan çamur birleşim (damar) izinin görüntüleri

Üretimde en fazla damar hatası gözlemlenen ürünler belirlenmiş ve oluşan hatalardan gözle görülebilecek belirginlikte (genliği en yüksek) olanlar Şekil 4.2.'de sunulmuştur.



Şekil 4.2. Üretimde farklı ürünlerden alınan çeşitli geometri ve genliklerdeki çamur birleşim izlerinin görüntüsü

## 4.2. Damar Hatası ile İlgili Literatür Bilgisi

Sağlık gereçleri üreticilerinin ortak ve büyük bir problemi olan damar hatasının çözümüne yönelik olarak yazılı literatürde neredeyse yok denilecek derecede az bilgi vardır. Konuyla ilgili firmaların çalışmalarının olduğu bilinmekle birlikte, mevcut birikim bilimsel açıklamalardan uzak ve tümüyle tecrübelerle dayalıdır. Gerçekleştirilen bu tez çalışması, kapsamı itibariyle alanında yazılı ilk belge niteliğini taşımaktadır. Fortuna (2000), döküm sonrasında ham üründe var olan ve pişirim sonucunda daha belirgin görülen bu hataların kolloidal partiküllerin çamurda aşırı miktarda bulunmasına ve seçilen deflokülanların (özellikle sodyum silikatın) doğru miktarlarda kullanılmamasına ve dolayısıyla çamurun aşırı derecede yaşlanmasına bağlı olarak ortaya çıktığını ifade etmiştir. Çamurdaki deflokülanların ürün yüzeyinde silikat çizgilerinin oluşumuna yol açtığı ve özellikle organikler bakımından zengin killerin reçetedeki miktarlarının artması durumunda hataların arttığı belirtilmiştir. Damar hatasının yapısal açıdan oluşumuna dair bilgi verilmemiş ancak çoğu kez hata ile sonuçlanan olası sebepler sunulmuştur. Bunlar;

- i. Kalıp dolum pozisyonunun doğru olmaması,
- ii. Dolum süresinin kolloidal silikanın yüzeyde toplanmasına izin verecek derecede uzun olması,
- iii. Kalıp içerisine açılan besleme yolluklarının yanlış konumlandırılması ve dolayısıyla çamur akışının hata oluşumunu tetiklemesidir (Fortuna, 2000).

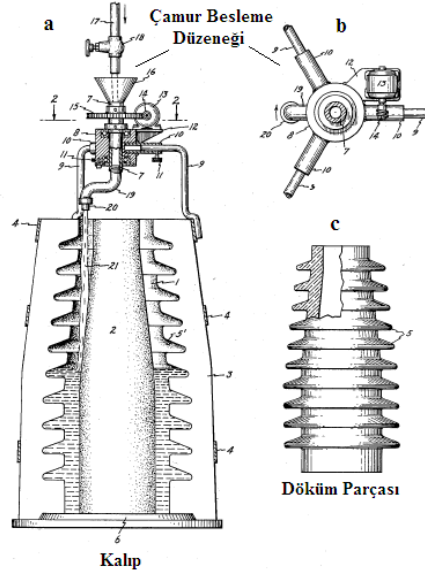
Thiess (1958), seramik izolator üretiminde çamur birleşim izleri ve hava hatası oluşumunu engelleyen döküm sürecinin optimizasyonunu konu alan patentinde çamur birleşim izlerinin oluşumuna dair şu açıklamaları yapmıştır;

- i. Kalıp içerisine tek noktadan dolan çamur ikiye ayrılır ve kalıp boşluğunu oluşturan kalıp parçasının etrafında dolaşarak karşıdaki bir noktada birleşir ve çamur birleşim izi olarak anılan yapıyı oluşturur. Çamur birleşim izlerinin oluşumunun engellenmesi oldukça zordur.

Hatta bu hatanın engellenmesi amacı ile çamurun kalıba iki noktadan dolması durumunda, iki ayrı çamur birleşim izi gözlemlenmektedir. Aynı amaçla, çamurun dolum yolluklarının kalıbın üst kısmından alt kısmına taşınması da benzer sonuçlar verebilmektedir. Ortaya çıkan izler, ürünün yüksekliği boyunca düşey bir iz olarak uzar gider. Damarlar bazen koyu kahverengi veya siyah bazen ise çamurla aynı renkte görünür. İzin koyu renkli olmasının sebebi, çamurda kullanılan ball killerinin içerdiği koyu renkli, ince taneli, linyit partiküllerinin bu bölgede birleşmesidir. Kolloidal kil partiküllerinin birleştiği durumda ise, iz, çamurla aynı renkte olmaktadır.

Organik bileşenler ve kolloidal kil partikülleri çamurun diğer bileşenlerine nispetle daha hafiftir ve bunların segregasyonları sonucu süspansiyondan ayrılırlar. Bu tanecikler karşılaşan iki çamurun yüzeyinde toplanarak çamur birleşim izlerini oluştururlar. Birleşim çizgisi, mukavemet bakımından zayıftır ve kurutma ile pişirim aşamalarında çatlakların oluşması için kaynak teşkil eder.

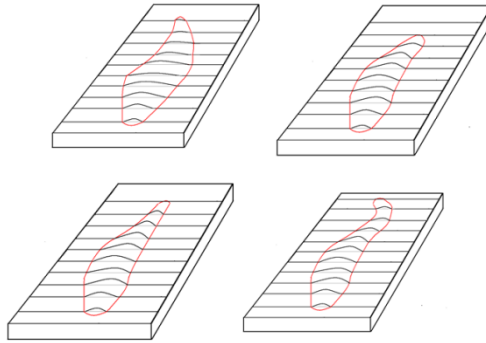
- ii. Kalıp dolumunda önemli olan bir diğer faktör, döküm parçasının hava hatası içermemesidir. Çamurun içerdiği veya dolum esnasında oluşan hava kabarcıkları, kek oluşumu esnasında hapsolmeden çamurdan uzaklaştırılmalıdır.
- iii. Çalışmada 91,44 cm yükseklikte ve sırasıyla iç ve dış yarıçapları 15,24 ve 30,48 cm olan izolatör kalıbı kullanılmıştır. Çamur besleme düzeneği, kalıp ve döküm parçası **Şekil 4.3.** 'de sunulmuştur. Döküm süreci, uygun çamur dolum hızının tespiti (28,32 lt/dk) ve kalıbı dolduran beslemenin aksel olarak döndürülmesi (4-6 devir/dk.) sonucu meydana gelen karıştırma ile optimize edilmiştir (Thiess, 1958).



Şekil 4.3. Seramik izolatör şekillendirilmesinde kullanılan çamur besleme düzeneği, kalıp ve döküm parçası (Thiess, 1958)

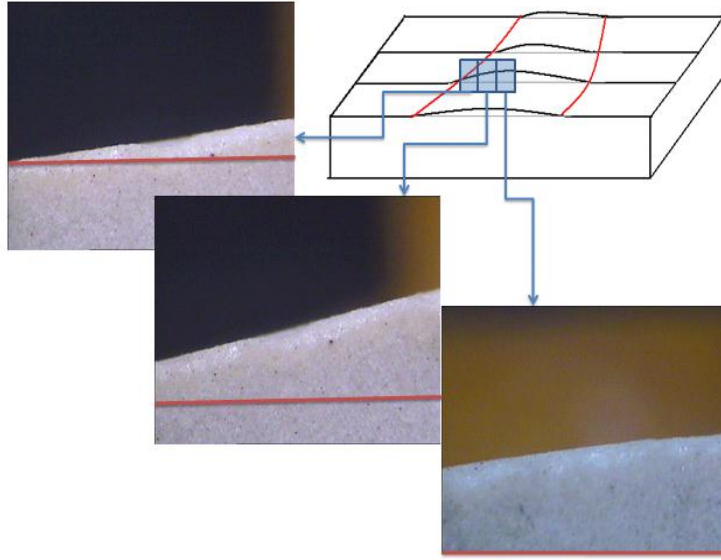
### 4.3. Test Sonuçları ve Tartışma

Üretimde damar hatalarının en fazla görüldüğü ürünler belirlenerek takibi yapılmış ve numuneler alınarak incelenmiştir. Çamur birleşim izleri farklı noktalarda farklı genliklere sahiptir. Gözlemlenen farklı damar tipleri şematik olarak Şekil 4.4. 'de sunulmuştur.

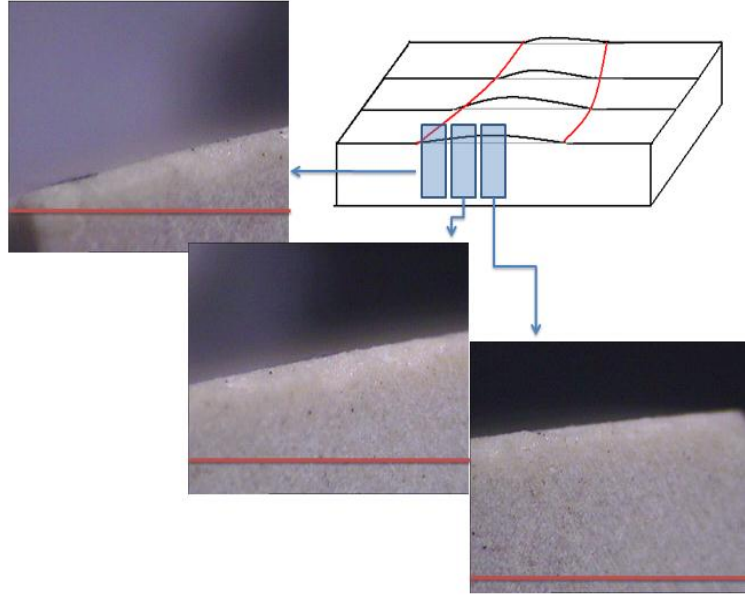


Şekil 4.4. Üretimde gözlemlenen farklı tiplerdeki çamur birleşim izlerine ait şematik görünüm

Damar hatası içeren ham ve pişmiş ürünlerden numuneler alınmış ve döner kesici kullanarak 2-3 mm kalınlığında dilimler kesilmiştir. Hazırlanan numuneler üzerine parçanın şekline uygun biçimde, olması gereken anahat çizgileri çizilmiş (kırmızı çizgi) ve görüntüleri (Şekil 4.5. ve Şekil 4.6.) stereo mikroskop kullanılarak temin edilmiştir. İnceleme sonuçları, damarların düz ve keskin olmaktan ziyade farklı karmaşık şekillere sahip olduğunu göstermektedir. Bu durum Theiss (1958)'in sözünü ettiği, çok sayıdaki besleme yollukları ile kalıba giriş yapan çamurların birden fazla çamur birleşim izlerini oluşturduğunu doğrulamaktadır. Şekillerinin karmaşık olmasının, damarların birbiri ile kesişmesi ve sürüklenmesi sonucunda oluştuğu düşünülmektedir.



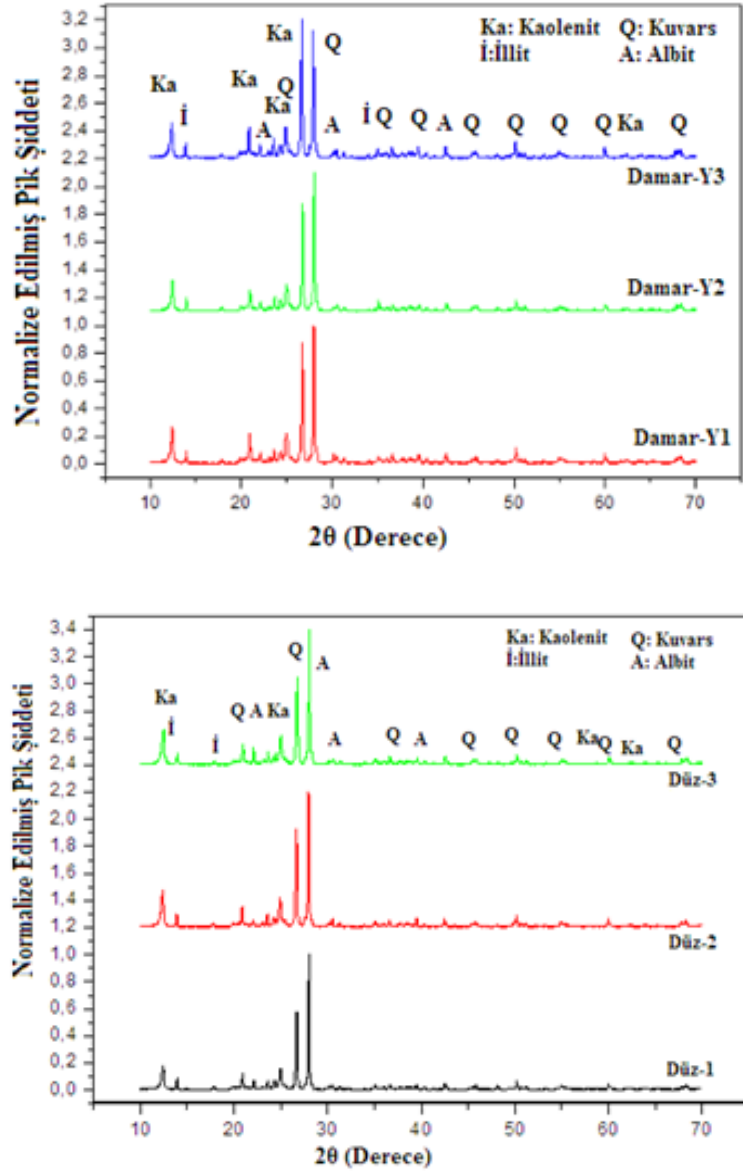
Şekil 4.5. Damar numunesinin stereo mikroskop görüntüsü ve şematik gösterimi



**Şekil 4.6.** Tepe noktasında genliği Şekil 4.5.'dekine oranla daha düşük olan damar numunesinin stereo mikroskop görüntüsü

#### 4.3.1. Mineralojik ve faz analiz sonuçları

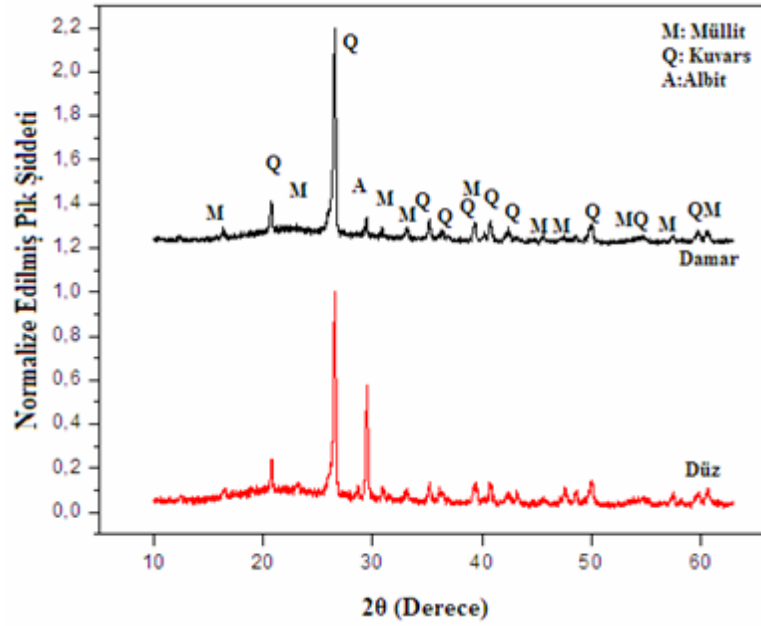
Ham ve pişmiş ürünlerin çamur bileşim izi olan ve olmayan bölgelerden alınan numunelerin öğütülerek ve bulk olarak mineralojik ve faz analizleri Rigaku marka Rint 2000-H serisi XRD cihazı ile yapılmıştır. **Şekil 4.7.**'de görüldüğü üzere pişmemiş hatalı ve hatasız bölgeler, kaolinit, kuvars, illit ve albit içermektedir. Bu bölgeler, kesitleri boyunca ince cidarlara ayrılarak analiz edildiğinde genliğin en yüksek olduğu Damar-Y3 bölgesinde kaolinit miktarının en fazla ve kuvars ile albit miktarının en az olduğu, hata içermeyen düz bölgede ise tüm cidarların tüm fazları aynı oranda içerdiği göze çarpmaktadır. **Şekil 4.8.**'de pişmiş hatalı ve hatasız bölgelerde kuvars, müllit, albit ve camsı fazın yer aldığı görülmektedir. Bu durum pişmemiş haldeki aynı mineralojik yapıya sahip hatalı ve hatasız bölgelerin sinterlenme sonucu yine aynı fazları oluştuğunu gösterir. Ancak çamur birleşim izinin olduğu bölgede yüzeyde daha az albit ve kuvars fazlarının bulunması, bu bölgede ince taneli kil ve kaolenerin paketlenildiğini işaret etmektedir. MAUD analizi ile belirlenen kantitatif (%) faz sonuçları **Çizelge 4.1.** ve **Çizelge 4.2.**'de sunulmuştur.



Şekil 4.7. (a) Çamur birleşim izi içeren (damar ) ve (b) içermeyen (düz) bölgelerin farklı yüksekliklerinden alınan XRD analiz paternleri (Damar Y3, genliğin en yüksek olduğu cidarı ve Düz-3, hata içermeyen bölgenin en yüksek kesitini ifade etmektedir.)

Konum	Kuvars (%)	Albit (%)	Kaolenit + İllit (%)
Damar-3	22,91± 0,31	44,48 ± 0,46	30,61 ± 0,28
Damar-2	24,49 ± 0,28	52,83 ± 0,47	24,68 ± 0,29
Damar-1	26,71 ± 0,33	46,63 ± 0,51	26,66 ± 0,30
Düz-3	24,66 ± 0,35	43,68 ± 0,50	31,66 ± 0,26
Düz-2	23,68 ± 0,27	45,80 ± 0,52	30,52 ± 0,30
Düz-1	24,58 ± 0,37	48,84 ± 0,45	30,54 ± 0,28

**Çizelge 4.1.** Ham damarlı ve düz bölgelerden alınan farklı yüksekliklerdeki numunelerin MAUD yazılımı ile belirlenen mineralojik faz % 'leri (Damar Y3, genliğin en yüksek olduğu cidarı ve Düz-3, hata içermeyen bölgenin en yüksek kesitini ifade etmektedir.)



**Şekil 4.8.** Çamur birleşim izi içeren (damar) ve içermeyen (düz) pişmiş bölgelerden alınan XRD analiz paternleri

**Çizelge 4.2.** Pişmiş damarlı ve düz bölgelerin MAUD yazılımı ile belirlenen faz %'leri

Konum	Müllit (%)	Kuvars + Albit (%)	Camsı faz (%)
Damar	21,23± 0,47	21,05 ± 0,62	57,72 ± 0,30
Düz	19,57± 0,42	22,29 ± 0,49	58,14 ± 0,58

#### 4.3.2. Kimyasal ve ısıl analiz sonuçları

**Çizelge 4.3.**'de hatalı ve hatasız bölgelerden alınan numuneler ile standart çamurun, Rikagu marka XZS Primus model XRF cihazı ile belirlenen kimyasal bileşimleri yer almaktadır. **Çizelge 4.3.**'e göre bölgeler arası kimyasal bileşim farkı, ölçümün yapıldığı cihazın hassasiyet sınırları dikkate alındığında ihmal edilebilecek kadar azdır. Kimyasal bileşimin bu denli yakın olması hatalı ve hatasız bölgelerin kapsadığı kompozisyonların çok yakın olduğunu ve buradaki farklılığın üretim süreçlerinden kaynaklanabileceğini düşündürmektedir.

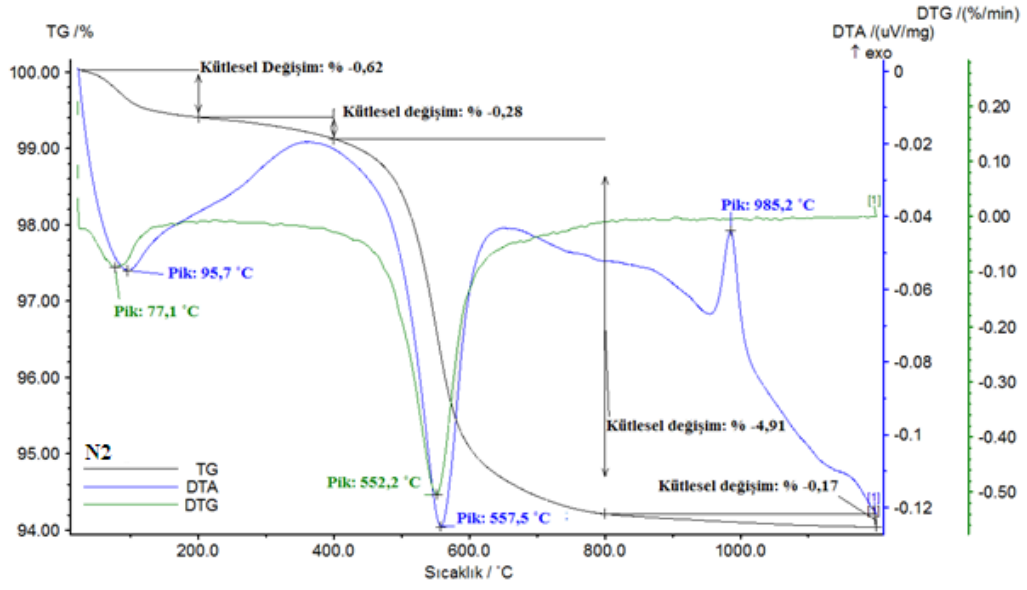
**Çizelge 4.3.** Farklı bölgelerden alınan ham bünyelerin XRF ile belirlenmiş kimyasal kompozisyonu (% ağırlıkça)

	Numune adı		
	N1 (Standart Çamur)	N2 (Çamur Birleşim İzi)	N3 (Düz Bölge Boş Döküm)
Na <sub>2</sub> O	4,53	4,31	4,37
K <sub>2</sub> O	1,19	1,16	1,16
MgO	0,23	0,25	0,24
CaO	0,39	0,41	0,40
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	21,10	21,24	21,19
SiO <sub>2</sub>	65,43	65,39	65,34
A.Z.*	5,69	5,74	5,80
Diğer**	1,45	1,49	1,50

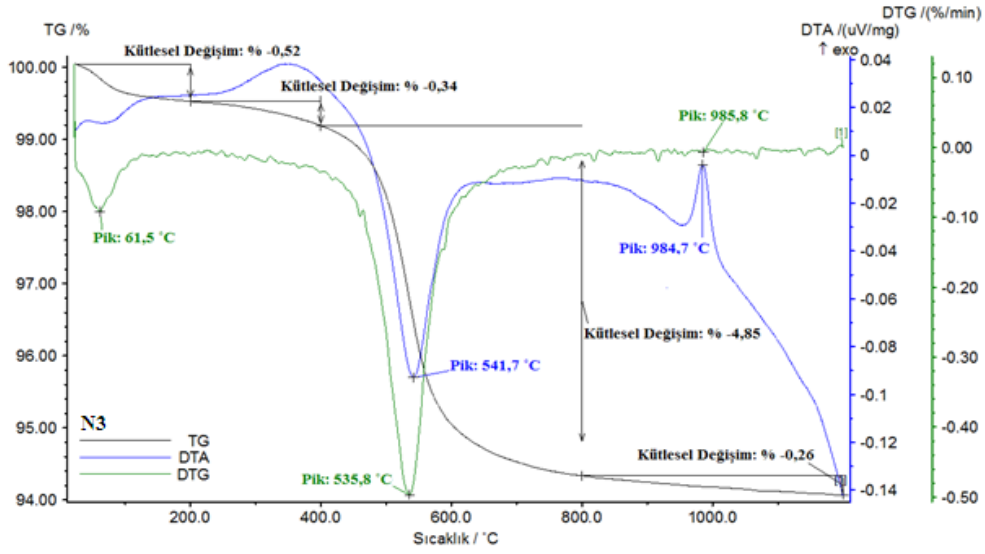
\* A.Z.: Ateş Zayıtı, \*\* Diğer: %  $\sum(\text{Fe}_3\text{O}_3, \text{TiO}_2, \text{P}_2\text{O}_5, \text{SO}_3)$

Çamur birleşim izinin sebebinin araştırılması ısı analiz incelemeleri ile sürdürülmüş ve Netzsch marka STA PG model cihaz kullanılmıştır. Fiziksel su kaybı 50 - 200 °C sıcaklık aralığında gerçekleşmektedir. Mevcut nem miktarına da bağlı olarak kaybedilen su miktarları sırasıyla, ~% 0,55, ~% 0,62 ve ~% 0,52 olarak bulunmuştur. ~200 - 400°C sıcaklık aralığında gözlemlenen ağırlık kaybı yapıda bulunması muhtemel organiklerin yanmasından kaynaklanmaktadır. Bu sıcaklıkta ölçülen ağırlık kayıpları sırasıyla ~% 0,36, ~% 0,28 ve ~% 0,34 olarak belirlenmiştir. TG eğrisinde yaklaşık 400 - 800°C sıcaklık aralığında görülen ağırlık kaybı ile DTA eğrisinde görülen endotermik reaksiyonlar ise yapıdaki kil minerallerinden kristal suyun uzaklaşmasından kaynaklanmaktadır. Endotermik sıcaklık reaksiyonları, sırasıyla, 556,1, 557,5 ve 541,7°C'dir. Bu sıcaklık aralığında kaybedilen su miktarları, sırasıyla, ~% 4,8 ~% 4,91 ve ~% 4,85 olarak tespit edilmiştir. DTA eğrisinde görülen ve spinel fazının (metakaolen→spinel) oluşumundan kaynaklanan ekzotermik pik sıcaklıkları sırasıyla, yaklaşık 984,2, 985,2 ve 984,7°C olarak belirlenmiştir. Numunede 800 - 1200°C sıcaklık aralığında görülen ve sülfat türü bileşiklerin dekompozisyonundan kaynaklandığı düşünülen ağırlık kayıpları, sırasıyla, ~% 0,17, ~% 0,17 ve ~% 0,26'dır (**Şekil 4.2.**).

Standart çamur (N1, **Şekil 3.32.**), N2 (**Şekil 4.9.**) ve N3 (**Şekil 4.10.**) numunelerin ısı analizleri sonuçları birbirine çok benzerdir. Endotermik ve egzotermik pik sıcaklıkları **Çizelge 4.4.** 'de özetlenmiştir.



Şekil 4.9. Çamur birleşim izi (N2) numunesine ait TG ve DTA analizleri



Şekil 4.10. Boş döküm (N3) numunesine ait TG ve DTA analizleri

**Çizelge 4.4.** Farklı bölgelerin ısı analiz sonuçları

	<b>Endotermik pik sıcaklığı- Açıklama</b>	<b>Ekzotermik pik sıcaklığı-Açıklama</b>
<b>N1 (Standart Çamur- Masif Döküm Bölgesi)</b>	92,5 °C -Fiziksel su kaybı 556,1 °C -Kaolen-metakaolen dönüşümü	984,2 °C -Metakaolenin amorf silika ve $\gamma$ -Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> fazına dönüşümü 1160,3 °C müllit oluşumu
<b>N2 (Çamur Birleşim İzi)</b>	95,7 °C -Fiziksel su kaybı 557,5 °C -Kaolen-metakaolen dönüşümü	985,2 °C -Metakaolenin amorf silika ve $\gamma$ -Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> fazına dönüşümü 1153,6 °C müllit oluşumu
<b>N3 (Düz Bölge)</b>	90 °C -Fiziksel su kaybı 541,7 °C -Kaolen-metakaolen dönüşümü	984,7 °C -Metakaolenin amorf silika ve $\gamma$ -Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> fazına dönüşümü 1160 °C müllit oluşumu

N1, N2 ve N3 bölgelerin tane boyut dağılımları belirlenmiş ve **Çizelge 4.5.** 'de sunulmuştur. **Çizelge 4.5.** 'de görüldüğü üzere tespit edilen en büyük farklılık tane boyut dağılımıdır. Çamur birleşim izinin olduğu bölgenin daha ince tanelerin paketlenmesi ile oluştuğu belirlenmiştir. Bu durum **Bölüm 3.3.1.**'deki mineralojik analiz sonuçlarını destekler niteliktedir.

**Çizelge 4.5.** Çizelge 4.3.'deki bölgelerin tane boyut dağılım verileri

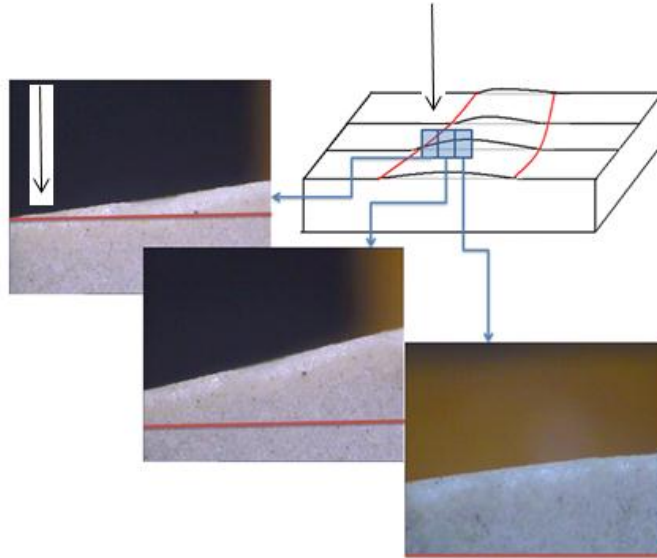
	<b>d(50) (µm)</b>	<b>d(90) (µm)</b>	<b>+18(µm) %</b>
<b>N1</b>	4,79	28,51	8
<b>N2</b>	4,23	24,46	12
<b>N3</b>	4,52	27,44	15

### 4.3.3. Mikroyapı analiz sonuçları

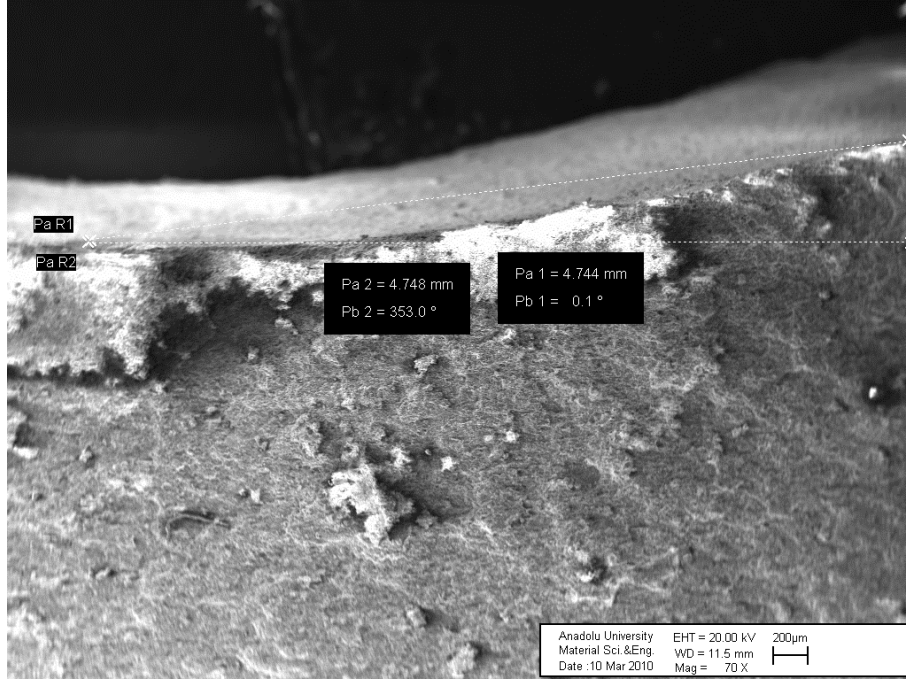
Hatalı olan ve olmayan, ham ve pişmiş numunelerin mikroyapısal incelemesi taramalı elektron mikroskobu ile yapılmıştır. Öncelikli olarak kesitten düz bölge ile çamur birleşim izinin maksimum genliğe eriştiği tepe noktası arasındaki açı ölçülmeye çalışılmıştır.

Bölgenin gözle seçilebildiği büyütme değeri olarak, cihazın en küçük büyütme değeri olan 70 büyütme kullanılmıştır. Bu şartlar altında yalnızca şişkinliğin başladığı bölge sınırlar arasında kalmış ve açı  $7^\circ$  olarak ölçülmüştür. Düz bölgenin mikroyapı görüntüsünde ise et kalınlığının değişmesine bağlı olarak yüzey boyunca küçük yükselti farklılıkları mevcuttur.

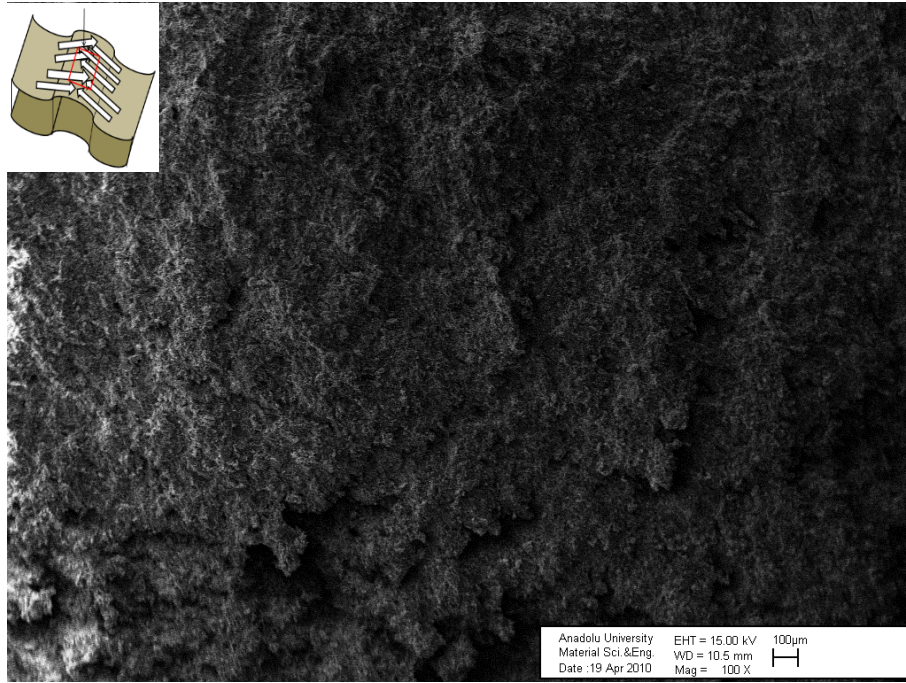
Ham bünyelerin mikroyapısal incelemesi sonucunda, çamurun kalıba dolduğu itici kuvvetin etkisi altında tabaka tabaka sürüklenerek yol aldığı ve aynı biçimde kalıp duvarına doğru yönlenecek daha sıkı paketlenmiş tespit edilmiştir. Düz bölgelerin aksine şişkin olan bölgelerde, analiz süresince kuvvetli ve önlenemeyen bir şarjlanma etkisi söz konusudur. Bu durumun engellenmesini sağlamak üzere değişken basınç altında mikroyapı analizi uygulanmıştır ancak sonuç değişmemiştir.



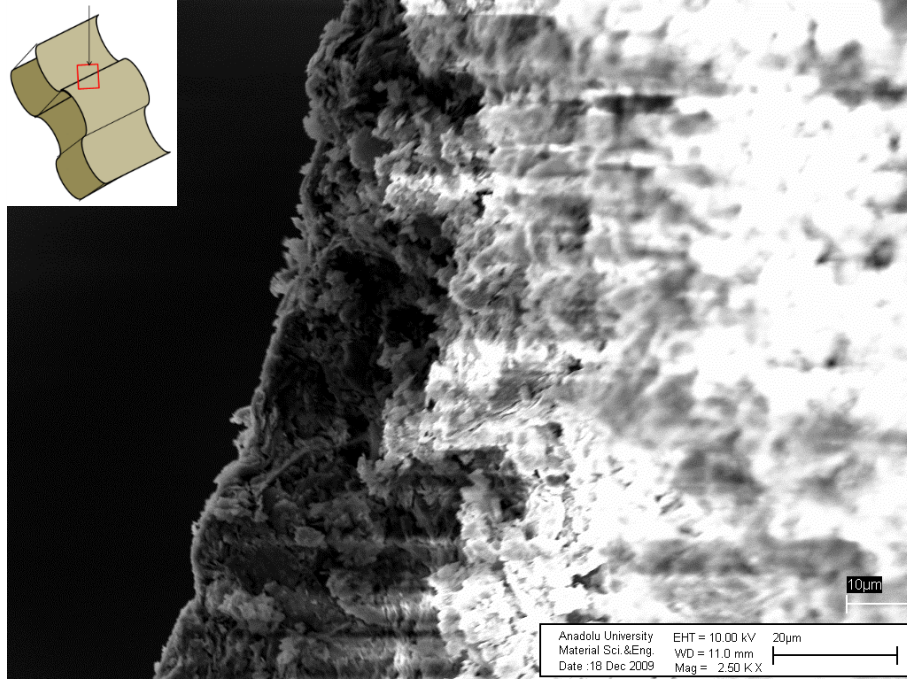
**Şekil 4.11.** Düz bölgeden çamur birleşim izinin olduğu bölgeye doğru oluşan şişkinliğin açısal ölçümünün gerçekleştirildiği alan (pişmiş bünye) (70 büyütme)



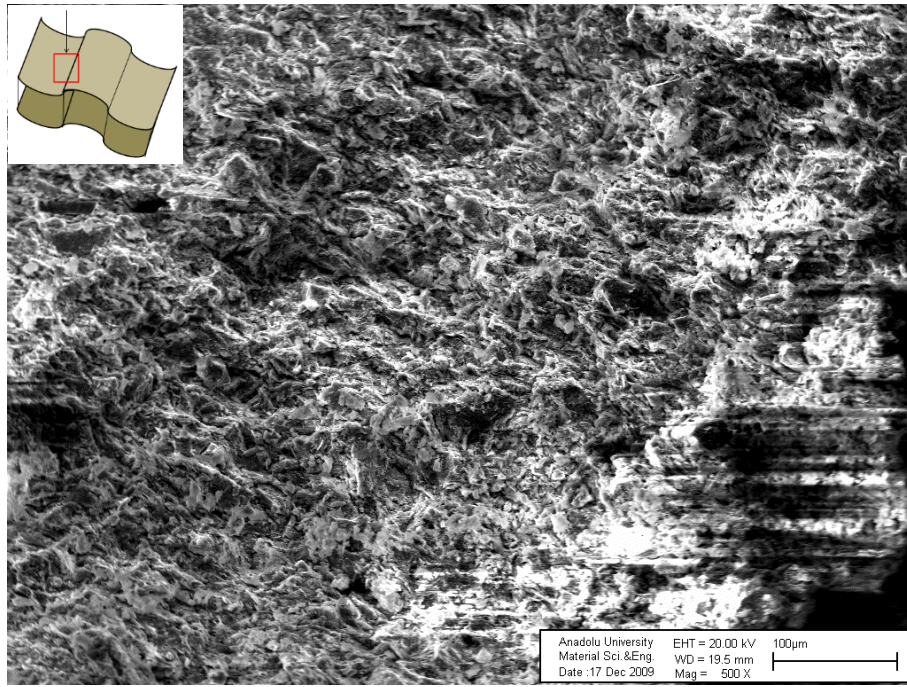
**Şekil 4.12.** Şekil 4. 11. 'de detayları verilen, düz bölgeden çamur birleşim izinin olduğu bölgeye doğru oluşan şişkinliğin açisal ölçümü (pişmiş bünye) (70 büyütme, mikron bar = 200 µm)



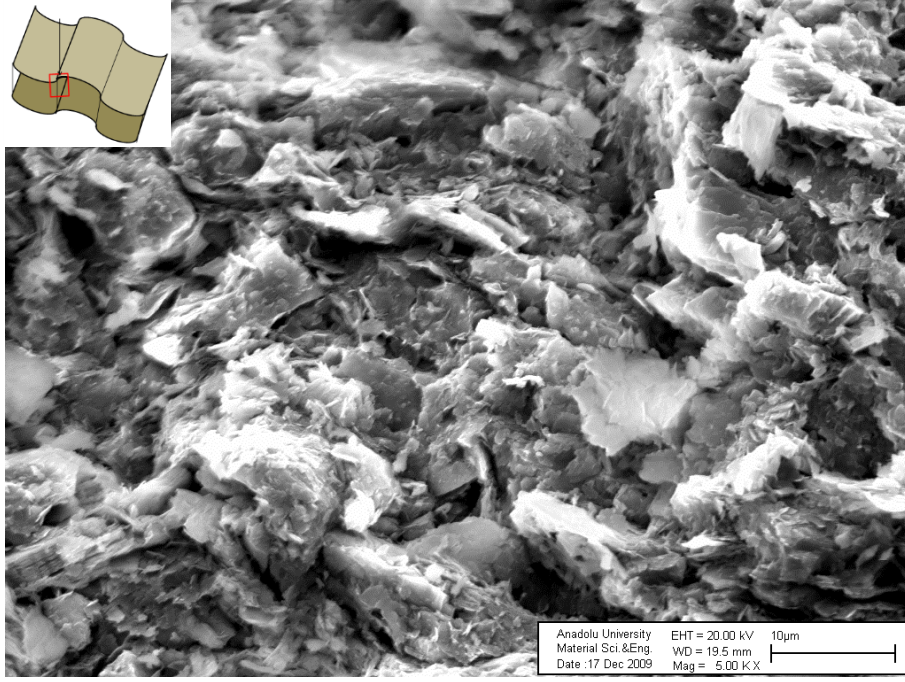
**Şekil 4.13.** Çamur birleşim izine ait yüzeyden alınmış mikroyapı görüntüsü (ham bünye) (100 büyütme, mikron bar = 100 µm)



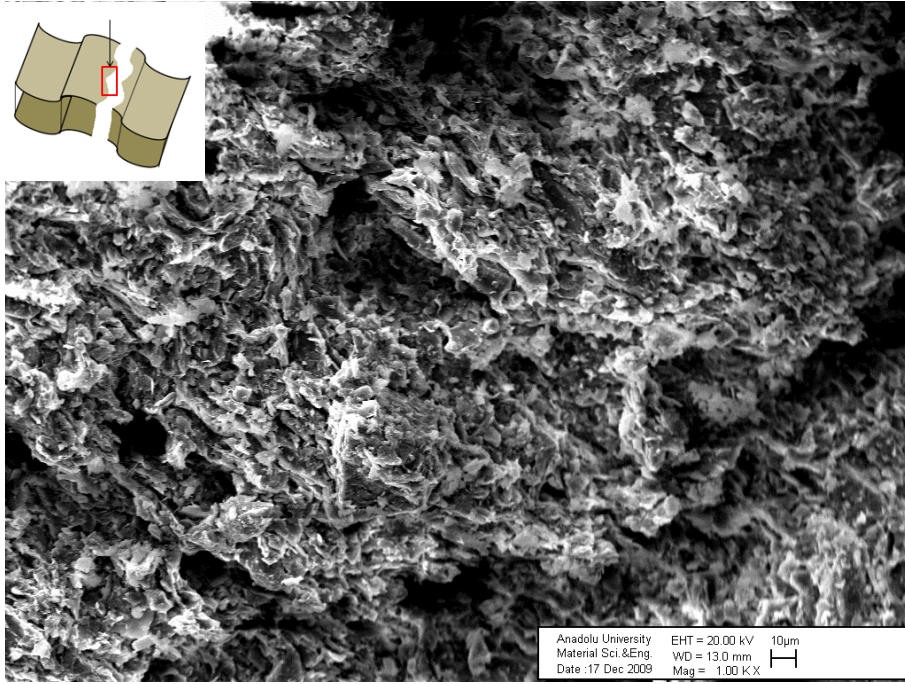
**Şekil 4.14.** Çamur birleşim izine ait yüzeyden alınmış yükselti farkını ve analizde meydana gelen yüzey şarjlanmasını gösteren mikroyapı görüntüsü (ham bünye) (500 büyütme, mikron bar = 30 µm)



**Şekil 4.15.** Çamur birleşim izinin olduğu bölgede yüzeydeki ince partiküllerin paketlemesini ve analizde yüzey şarjlanmasını gösteren mikroyapı görüntüsü (ham bünye-numune 45°'lik açı ile analiz edilmiştir) (500 büyütme, mikron bar=100µm)

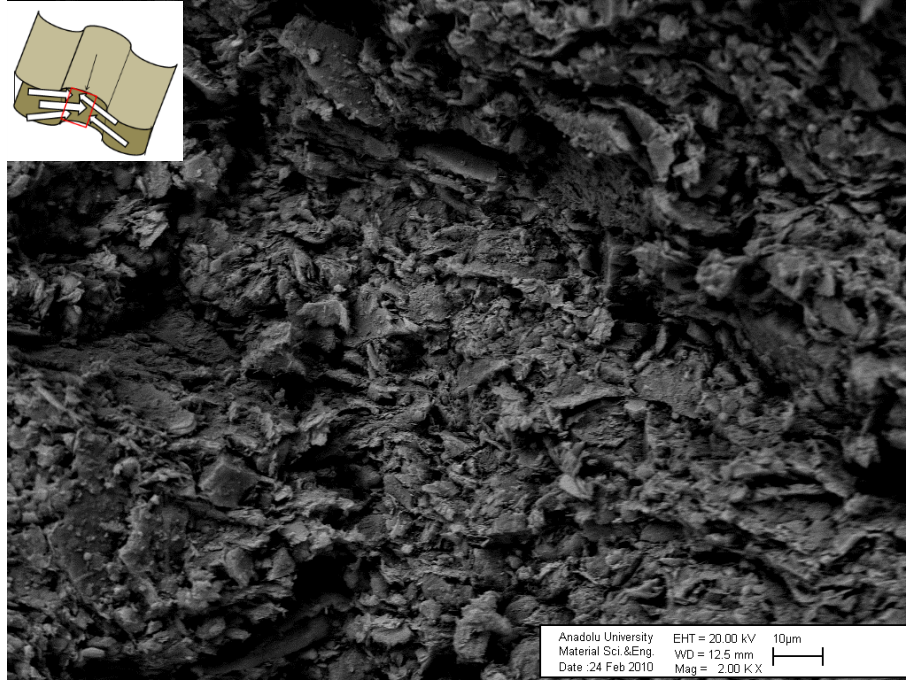


Şekil 4.16. Çamur birleşim izinin olduğu bölgede partiküllerin paketlemesini gösteren mikroyapı görüntüsü (ham bünye-kesit) (5000 büyütme, mikron bar=10µm)

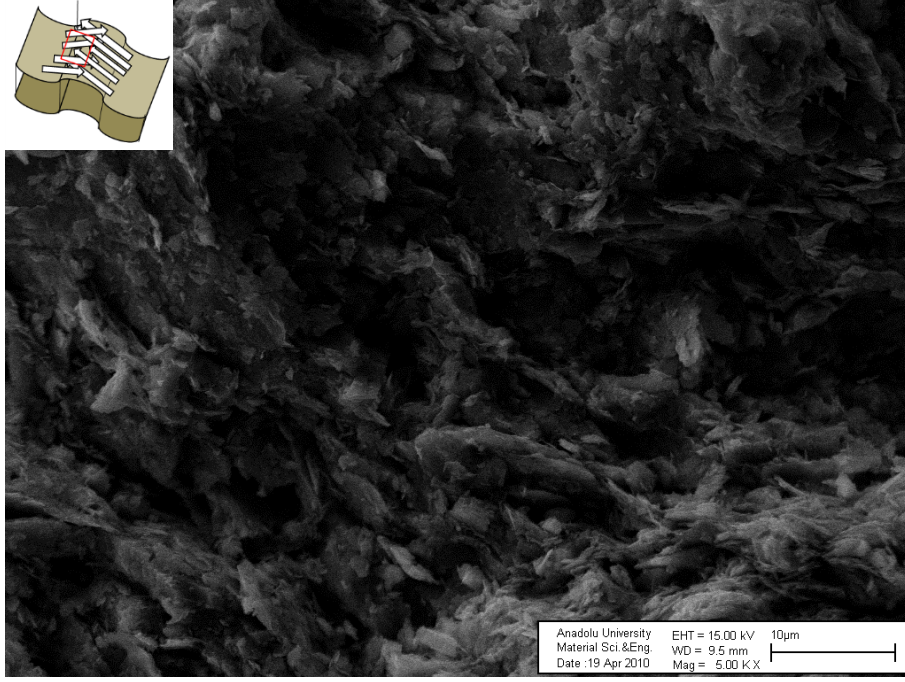


Şekil 4.17. Çamur birleşim izine ait kırık yüzeyden alınmış mikroyapı görüntüsü (ham bünye, mikron bar = 10 µm)

Kalıba dolan çamurun dolun şeklinin ve karışmasının-birleşmesinin belirlenmesi için işletme şartlarında üretilen döküm parçası sıkıştırma havası uygulanmadan kalıptan alınmış ve çamurun girdap şeklinde birleştiği belirlenmiştir. Döküm kekinin sıkıştırılması için uygulanan basınçlı sıkıştırma havasının ince partiküllerin yüzeye doğru hareketinde önemli bir faktör olduğu düşünülmektedir.



**Şekil 4.18.** İki çamurun birleştiği bölgede partiküllerin paketlemesini gösteren mikroyapı görüntüsü (ham bünye) (2000 büyütme, mikron bar=10µm)



**Şekil 4.19.** Çamur birleşim izine ait yüzeyden alınmış mikroyapı görüntüsü (ham bünye)  
(5000 büyütme, mikron bar = 10 µm)

#### 4.3.4. Optik dilatometre analiz sonuçları

Çamur birleşim izi hatası bulunan ve bulunmayan bölgelerin sinterlenme davranışını karşılaştırmak üzere Misura marka 3.32-ODHT-HSM 1600/80 model optik dilatometre kullanılarak analiz yapılması planlanmıştır. Birleşim izinin olduğu bölge, mukavemet bakımından, hata içermeyen bölgelere göre daha zayıftır ve standart numune hazırlama aşaması başarısızlıkla sonuçlanmıştır. Numunelerin mukavemetini bir miktar daha artabileceği düşünülerek kalsinasyon işlemi yapılmıştır. Kalsinasyon işlemi endüstriyel pişirim rejiminin ilk 300, 400 ve 500°C 'ye kadar olan kısmı kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Birleşim izi içeren bölgeden alınan ve kalsine edilen parçalar, ham olanlarla benzer biçimde numune hazırlamada kırılmış ve hatalı bölgeyi temsil eden bir optik dilatometre numunesi elde edilememiştir. Kalsinasyon işlemi sonucunda parçaların daha gevrek ve kırılğan hale gelmesi bünyeye mukavemet kazandıran ince tane boyutlu kil ve kaolenlerin içerdiği fiziksel ve kimyasal suyun tamamen uzaklaşması ile açıklanmaktadır.

#### 4.3.5. Tomografik analiz sonuçları

Çamur birleşim izi olan ürünlerden numuneler alınmış ve bir sağlık kurumunda tomografik analize tabi tutulmuştur. Döküm çanağı, geometrik olarak kafatası ile özdeşleştirilmiştir. Ürün yüzeyinden alınan ve çamur birleşim izi bulunan düzlemsel numune ise leğen kemiğine benzetilerek analiz yapılmıştır. Analizlerin sonucunda ham seramik bünyelerin insan vücudundaki gibi kan akışı ile sert ve yumuşak dokular gibi belirgin yoğunluk farklılığını barındırmaması sebebiyle net bir bilgi alınamamıştır. Analiz sonucunda yapı içerisindeki boşluklar ve kesitin et kalınlığı profili hakkında genel bilgiler alınmıştır.



Şekil 4.20. Çamurdaki hataların tespitine yönelik yapılan tomografi çalışması

#### 4.3.6. Döküm değişkenlerinin etkilerinin incelenmesi

Bu bölümde, çamurun kalıp içerisindeki hareketini etkileyen değişkenlerin belirlenmesi ve hata oluşumu üzerinde tespit edilen bir unsur olmaları halinde, etkinliklerinin azaltılması amaçlanmıştır. Sürecin doğru değerlendirilebilmesi ancak tüm değişkenlerin saptanması ve birbirlerini tetikleyen unsurların ortadan kaldırılması ile mümkündür. Bu amaçla, öncelikle çamurun kalıp içerisindeki hareketinin bilinmesi gerekmektedir. İlk olarak, klozet üretiminde kullanılan kalıp incelenmiştir. Çalışmanın devamında, çamurun kalıba ilk girdiği andan itibaren ki hareketinin araştırılmasına karar verilmiş ve en iyi gözlem yapılabilecek bölgesi belirlenmeye çalışılmış ve yerleştirilen saydam bir pencere ile döküm süreci takip edilmiştir. Farklı besleme yolluklarından kalıba dağılan çamurların, ürünün hangi bölgelerini doldurdukları araştırılmıştır. Takip eden aşamalarda, sırasıyla çamur dolum basıncının, dolum süresinin, kalınlık aldırma süresinin etkileri ve kalıp tasarımında yapılan farklılıkların etkileri üzerine odaklanılmıştır. Kasıtlı olarak hata oluşturulmaya çalışılmıştır. Tasarlanan bir kalıp ile boş-masif geçiş bölgelerinin oluşumunda et kalınlığının etkisi araştırılmıştır. Çamurun reolojisi değiştirilerek dökümler yapılmış ve elde edilen ürünler incelenmiştir.

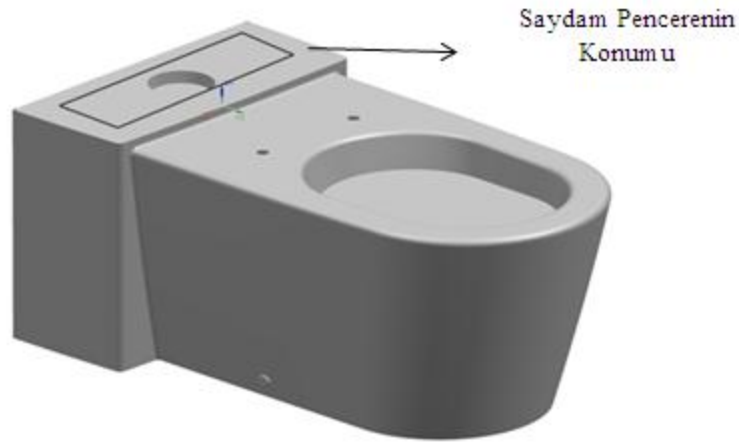
##### 4.3.6.1. Kalıbın incelenmesi

Çalışmada kullanılan klozet kalıbı, klasik dökümle şekillendirmede kullanılan alçı kalıptır. Üst, alt, arka ve iki yan parça olmak üzere 5 ana parçadan oluşur. Ana parçaların dışında, serbest hareket edebilen küçük kalıplar klozetin yan blok ve ayaklarının düzgün biçimde üretilmesi ve mamulde deformasyonu önlemek amacıyla kullanılmaktadır. Kalıba çamur girişi 3 besleme borusu ile yapılmaktadır. Bu borulardan bir tanesi arka kapaktan giriş yapar ve sifon bölgesini doldurur. Alt parçadan giren iki borudan bir tanesi ürünün ön yüzeyine ve diğer boru alt kalıpta yer alan çamur cebinden ürünün yan yüzeylerine çamur dolmasını sağlar.

#### 4.3.6.2. Çamur hareketinin tayin edilmesine yönelik çalışmalar

Kalıp içerisindeki çamurun hareketini belirlemek için yapılan çalışmalar iki aşamalıdır.

**Saydam pencere ile çamur dolunun görüntülenmesi:** Yapılan ön çalışma sonucunda çamurun kalıp içerisine girişini ve seviye almasını en rahat gözlemlenebilecek bölge olarak rezervuar oturma yüzeyi seçilmiş ve bu bölgedeki alçı kısım kesilerek elde edilen boşluğa 5 mm kalınlıkta saydam mika parçası yerleştirilerek kalıp revize edilmiştir. Pencerenin yerleştirildiği bölgenin şematik görünüşü ve kalıptaki uygulamasının fotoğrafı sırasıyla **Şekil 4.21.** ve **Şekil 4.22.** 'de sunulmuştur.



**Şekil 4.21.** Çamur hareketini gözlemek üzere hazırlanan klozetin şematik görüntüsü



**Şekil 4.22.** Saydam pencereyi kalıbın üstten görünüşü

Dolum sırasında çamurun kalıp içerisine giriş hızı ve yaptığı hareketler gözlemlenmiştir. Denemenin sonucunda, elde edilen veriler arasında şu bulgulara rastlanılmıştır;

- i. Çamur 26-28 dk. sürede kalıbı doldurmaktadır.
- ii. Sanılanın aksine çamur kalıp içerisinde fazla hareketli değildir ve yavaş yavaş seviye kazanmaktadır.
- iii. Görüş açısında çamurda türbülans olmamıştır. Çamurun taşınması ve ya kalıp içerisindeki süreçte, herhangi bir sebeple türbülans oluşturması hava hatasına sebep olmaktadır.

**Renklendirilmiş Dolum Denemeleri:** Çamurun kalıp içerisindeki hareketini ürün ölçeğinde görmek üzere renklendirme denemeleri gerçekleştirilmiştir. Çalışma üç aşamada yapılmıştır.

**Boyalı suyun kolektörden gelen çamurla eş zamanlı olarak kalıp içerisine beslenmesi:** Denemeler işletme tezgâhlarında ve % 5 konsantrasyonda organik boyayıcı (malahit yeşili, metilen mavisi ve kırmızı mürekkep) ile hazırlanan boyalı sular kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Mavi, yeşil ve kırmızı boyalı su, çamurun kalıp içerisine giriş yaptığı 3 farklı besleme yolluğundan, çamurla eş zamanlı olarak beslenmiştir. Besleme işleminde, 1mm çapında iğneye sahip büyük boy enjektörler kullanılmıştır.

**Boyalı çamurun, kolektörden gelen çamurla eş zamanlı olarak kalıp içerisine beslenmesi:** Denemeler işletme tezgâhlarında gerçekleştirilmiştir. İnorganik seramik boya ile (yeşil, mavi ve kırmızı ) renklendirilen çamurlar kullanılmıştır. Bu çamurlar, kolektörden gelen işletme çamurunun kalıplara giriş yaptığı hortumlara enjektörler yardımıyla dolum süresince beslenmiştir. Sırasıyla % 10 ve % 5 konsantrasyonda seramik boya ile çalışmalar yapılmıştır.

**Boyalı çamurların biberonlarla kalıp içerisine beslenmesi:** İşletme tezgâhlarında yapılan denemelerde, çamur biberon adı verilen düzenek yardımıyla kalıplara dolumu gerçekleştirilmiştir. Biberon düzeneği, çamurun içerisine

konduğu 15-20 lt hacminde bir hazneye sahiptir. Biberonların yerden yüksekliği 2 metredir. Hazne ağzı kolektördekiyle aynı çapa sahip vana ve hortum yardımıyla kalıplara bağlanmaktadır. Çamurun kalıp içerisinde beslenmesinde yerçekimi ve hazne içindeki çamurun basıncı etkindir.

Aynı denemelerin ikinci aşamasında, renkli çamurların dolununun gözlemlenebilmesi için saydam pencereye sahip olan kalıba dolun yapılmıştır.

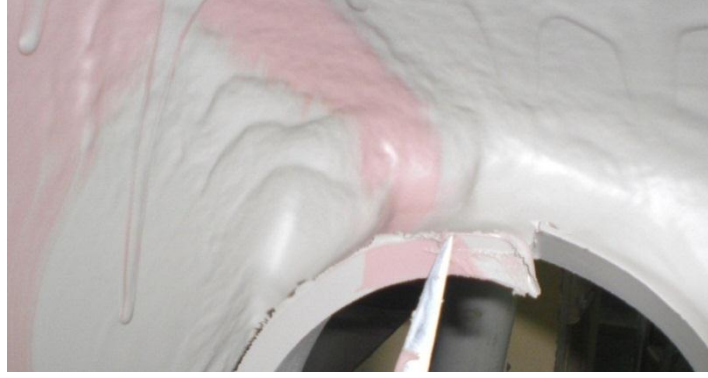
Denemelerde elde edilen ürünlerin bir kısmı kesilerek incelenmiş, bir kısmı ise şeffaf sırla sırlanarak pişirilmiştir.

Çamurun kalıp içerisindeki hareketinin belirlenmesine yönelik çalışmaların sonuçları şu şekildedir;

***Boyalı suyun kolektörden gelen çamurla eş zamanlı olarak kalıp içerisine beslenmesi:*** Renklendirilmiş boyalı suyun kolektörden gelen çamurla karışmadığı ve özellikle kalıp birleşim noktalarından sızıntı yaptığı belirlenmiştir. Denemenin ikinci aşamasında kalıp birleşim yerleri çamurlarla tıkanarak denemeler tekrarlanmıştır. İkinci aşama sonucunda dökülen parça kalıptan alma esnasında fazladan işçilik gerektirmiş ve elde edilen mamul, işletme standardına göre çok daha nemli ve ham mukavemet bakımından zayıf bulunmuştur. Ürün kesilerek incelenmiş ve boyalı suyun kararlı bir yol izlemediği ve çamurun hareketini göstermediği sonucuna varılmıştır.



**Şekil 4.23.** Renkli döküm denemesinde kesilen klozetin et kalınlığı boyunca farklı yolluklardan beslenen çamurların kesitten görüntüsü



**Şekil 4.24.** Renkli döküm denemesinde kesilen klozetin iç kısmında, farklı yolluktardan beslenen çamurların ürün üzerindeki konumu ve süzüntü izleri

***Boyalı çamurun, kolektörden gelen çamurla eş zamanlı olarak kalıp içerisine beslenmesi:*** % 10 konsantrasyonda seramik boyası ile renklendirilen çamurların kullanıldığı denemede şu sonuçlar elde edilmiştir;

İnorganik seramik boyaları, farklı kimyasal bileşimlere sahiptir ve bu bileşimlerin döküm çamuruna yüksek miktarda ilave edilmesiyle kullanılan 3 ayrı renk, farklı akışkanlıkta çamurların eldesine sebebiyet vermiştir. Kırmızı renkli çamurun viskozitesi aşırı derecede artmış ve enjektörden hortum içerisine aktarılamamıştır.

Aynı deneme biberon düzeneği ile tekrar edilmek üzere aynı reolojik değerlere sahip çamurlar hazırlanmış ve işletmedeki döküm süreciyle uyumlu

olması için bir gece yaşlandırılmıştır. Denemenin yapıldığı esnada yine kırmızı çamurun akışı kesikli hale gelmiş ve deneme yarıda kesilmiştir. Farklı besleme yolluklarından aynı akış karakteristiklerini taşımayan çamurların beslenmesi, dolum analizi yapmak için uygun değildir.

Kimyasal bileşimleri birbirine yakın olan ve dolayısıyla çamurun reolojisini aynı şekilde etkileyen boyaların kullanılması mecburidir. Laboratuvar ölçekte yapılan denemeler sonucunda işletme çamuruyla aynı reolojik özellikleri sağlayan çamurların eldesi için % 5 konsantrasyonda sarı, kırmızı ve mavi boyalar kullanılmıştır. Renklendirilmiş çamurların beslenmesi enjektörlerle ve kolektörden gelen çamur ile eş zamanlı besleme yapılmıştır. Denemeden elde edilen sonuçlar şunlardır;

Çamurun kalıp içerisindeki hareketi, çamur kanalının kalıba açıldığı konuma ve farklı beslemelerden gelen çamurların birbirlerine göre akış şiddetlerine bağlantılı olarak değişim göstermektedir. Pişirilen ürünün yüzeyinden çamurun takip ettiği yol belirlenmiş ve kesilen ürünlerden farklı renklerdeki çamurların birbirleri üzerinden kayarak kalıp içerisindeki hareketlerine devam ettikleri katman katman paketlenbildiği sonucuna varılmıştır.

***Boyalı çamurların biberonlarla kalıp içerisine beslenmesi:*** Aynı reolojik özelliklere sahip 3 ayrı renkte çamur kullanılarak biberonlarla dolum yapılmış ve döküm parçaları incelendiğinde şu sonuçlara varılmıştır;

Biberon ile kalıp besleme seviyesi arasındaki yükseklik farkının yaklaşık 1.5 m olduğu normal dökümlerde, dolum süreci başarıyla tamamlanmıştır.

Aynı işlem yükseklik farkının azaldığı dik dökümlerde olumsuz sonuçlanmıştır. Çamurun basıncı kalıbı doldurmada yetersiz kalmış ve süreç sonunda ürünün farklı bölgeleri farklı et kalınlıklarına sahip olmuştur. Buradaki ana etkenin renklendiricilerin sisteme ilave edilmesi olduğu düşünülmektedir. Dolum sürecinin olumlu olduğu bazı denemelerde ise boşaltma ve sertleştirme havasının uygulandığı zaman aralığında, paketlenen çamurun henüz kalıp içerisindeyken deformasyona uğradığı tespit edilmiştir.

Dolum ve kalıp açma süreçlerinden başarı ile geçen denemelerin bir kısmı, kurutmada, iki ya da üç renkli çamurun birleştiği noktalarda, kuruma küçülmelerinden dolayı ya da pişirim aşamasında sinterlemedeki reaksiyonların eşdeğer olmaması sebebiyle pişme küçülmelerinden dolayı çatlaklarla sonuçlanmıştır.



Şekil 4.25. Renkli döküm denemesinde çatlak görünümü

Çamurun kalıp içerisindeki hareketini gözlemlemek üzere, renkli çamur ile saydam pencereli kalıp kullanılarak döküm takip edilmiştir. Kalıp 25-30 dakikada ve sanılanın aksine durağan bir akışla yavaş yavaş seviye kazanmaktadır. Renklendirmede kullanılan boya konsantrasyonu ve kimyasal bileşimi çamurun reolojik özelliklerini değiştirmektedir. Çamurun renklendirilmesi durumunda kalıbın hangi bölgelerinin hangi besleme boruları tarafından doldurulduğu öğrenilebilmektedir.



Şekil 4.26. Renkli çamur denemesi ile üretilen ürünün karşıdan ve üstten görünüşü

#### 4.3.6.3. Dolum basıncının etkisinin belirlenmesi

Üretimde, çamur kalıplara kollektör ismi verilen bir çamur hattı ile taşınmaktadır. Kollektörden kalıplara çamur girişini sağlamak üzere vanalara bağlı borular kullanılmaktadır. Kalıba bağlanan boru sayısı, ürünün karmaşıklık derecesi fazlaştıkça artar. Kollektördeki çamur basıncı, tezgâhı besleyen çamur tankının doluluğundan kaynaklanmaktadır. Bu sayede, kalıbın su emmesi ile paketlenerek azalan çamur kalıp içerisine sürekli olarak beslenebilmektedir. Düşük dolum basıncı denemesi yapmak üzere yerden 1,5 m yükseklikte çıkış ağızlığı bulunan konik uçlu silindirik hazneli biberon düzeneği kullanılmıştır. Bu çalışmada, standart üretimde olduğu gibi 3 besleme borusu 3 biberon düzeneğine bağlanarak döküm yapılmıştır.

Denemeler sonucunda, biberon kullanımının işletme şartlarını örnekleyebildiği ve elde edilen ürünlerin iç yumuşaklığının standart ürüne nispetle bir miktar daha yumuşak olduğu belirlenmiştir.

#### 4.3.6.4. Dolum Süresinin Etkisinin Belirlenmesi

Üretimde kalıbın dolum süresi yaklaşık 25-30 dakikadır. Gerçekleştirilen denemelerde vana açıklıkları değiştirilerek 15-18 dakikada hızlı dolum, 33-36 dakikada yavaş dolum yapılmış ve diğer süreç parametreleri sabit tutularak dolum hızının çamur birleşim izi ve boş-masif döküm geçiş izi hatalarına olan etkileri incelenmiştir.

Yavaş dolan kalıptan elde edilen döküm parçasında çamur birleşim izleri belirgin biçimde artmış ve ilave olarak seviye izleri gözlemlenmiştir. Ayrıca döküm hızı, üretimin verimliliğini etkilediğinden çok yavaş olması istenmez. Hızlı doldurulan kalıptan alınan mamulde, çamur birleşim izine rastlanmamıştır ancak belirgin biçimde hava hatası ile karşılaşmıştır. Dökümdeki hava hatası, pişmiş ürünün sır yüzey kalitesini olumsuz yönde etkilediğinden dolumun hızlı yapılması kesin çözüm sağlayan bir yöntem değildir. Döküm hızının hava hatası oluşturmayacak kadar hızlı ve seviye izi oluşturmayacak kadar yavaş olması gerekliliği bir kez daha göze çarpmıştır.

#### 4.3.6.5. Çamurun reolojisinin değiştirilmesi

Döküm aşamasının başarı ile sonuçlanması, kalıbın tam doldurulması, beslenen çamurun istenen sürede ve belirli kalınlık alması sonrasında kalıptan tam olarak tahliye edilmesi gibi olmazsa olmaz gerekliliklere sahiptir. Bu amaçlar göz önünde bulundurularak kalıp ve çamurun optimizasyonu yapılmaktadır. Çamur birleşim izlerinin azaltılması amacıyla standart çamurun reolojik özellikleri değiştirilerek önce laboratuvar ölçekte ve olumlu sonuç veren kompozisyonlar ile işletmede döküm denemeleri yapılmıştır. Çalışmaların yürütülmesinde kullanılan standart reçete **Çizelge 4.6.** 'da sunulmuştur.

**Çizelge 4.6.** Standart olarak belirlenen reçete

<b>Hammadde</b>	<b>Miktar (%)</b>
<b>Kuvars</b>	15-20
<b>Na-feldispat</b>	25-35
<b>Kaolen</b>	15-20
<b>Kil</b>	30-35

Kullanılan deflokülanların miktarının değiştirilmesi ile standarda göre tiksotropisi % 20 düşük ve % 20 yüksek çamur hazırlanmıştır. Firmanın ticari birikim ve entelektüel sermayesi olması bakımından standart çamura ait ilavelerin miktarı paylaşılmamıştır. Tüm çamurların öncelikli olarak laboratuvar şartlarında plaka ve çanak dökümü yapılmış ve 1 saatte aldığı kalınlık tayin edilmiştir. Standart çamur için bu değer 8mm iken, düşük tiksotropili R-1 çamurunda 6mm olduğu belirlenmiştir. İşletmede yapılan denemede, standart üretim ile aynı et kalınlığına ulaşmak amacıyla döküm süresi 35 dk. arttırılmıştır. Süre sonunda kalıplar açılmış ve elde edilen mamulün dış yüzeyinde yumurta kabuğu şeklinde bir hata ve köşelerde çatlaklar ile karşılaşmıştır. Bu hatanın sebebi, mamulün kalıp içerisinde kaldığı sürede kalıp ile temas eden yüzeylerin aşırı nem kaybına uğramış olmasıdır. Özellikle köşelerde rastlanan çatlaklar, her iki kalıp

duvarından da su transfer edilmesinin bir sonucudur. Çamurun yeterli kalınlığı (12 mm) alması için beklenen sürede, ürünün bazı bölgeleri kalıp duvarına yer yer yapışmış ve kalıp açma esnasında hali hazırda çatlamış olan yerlerdeki çatlak boyutu artmıştır. R-1 çamuru ile yapılan ikinci denemede çamurun kalıp duvarına yapışmasını engellemek üzere talk pudrası kullanılmıştır. Talk pudrası, kalıp hazırlama sürecinde kalıp duvarlarına uygulanmış daha sonra döküm yapılmıştır. İkinci deneme sonucunda, ürün kalıptan ilk denemeye nispetle daha kolay alınmış ve çatlakların sayısında azalma tespit edilmiştir. Kurutmaya verilen ürünlerde yumurta kabuğu hatasına rastlanmıştır. Deneme sonucunda, ürünün ring ortasında, gövde çevresinde ve ayak kısmında belirgin damar hatalarının olduğu belirlenmiştir. Bir başka deyişle düşük tiksotropili çamurlarda ince tanelerin serbest hareketinin çamur birleşim izlerinin sayısında ve belirginliğinde artışa sebep olduğu sonucuna varılmıştır. Benzer amaçla yüksek tiksotropi değerindeki çamurlar ile denemeler yapılarak hataların gelişiminin takip edilmesinin uygunluğuna karar verilmiştir.

Yüksek tiksotropili (R-2) çamurun kalınlık alma değeri 8,6 mm olarak tayin edilmiş döküm süresi 15 dk. azaltılmıştır. Döküm süresi sonucunda kalıplar açılmış ve çamurun olması gerektiği kadar tahliye edilemediği, masif döküm bölgesinin iki boş döküm bölgesine ayrıldığı kısımlarda ve tahliye borularında, çamur birikimi gözlemlenmiştir. Bu durum mamulün olması gerekenden daha yaş, daha ağır ve daha az mukavemetli olması anlamına gelir. Kalıp açılmasının ardından mamulün geometrisi dikkate alınarak belirlenen bir sürede, tezgâhta bekletilerek nemini atması sağlanır. Ancak yüksek tiksotropili (R-2) çamur ile üretilen ürün kendi ağırlığını taşıyamayacak kadar ağır olması sebebiyle hidroplastik deformasyona uğramış ve boyutsal bütünlüğünü kaybetmiştir. Ürün kurutma sürecine tabi tutulmaksızın geri dönüşüm çamuruna gönderilmiştir. Zaman zaman standart çamur ile üretilen ürünlerde de çamur birikimine rastlanmaktadır. Bu ürünler, çamur birikiminin miktarına bağlı olarak, birinci pişirimden sağlam çıksa dahi, 2. pişirimde çatlaklar meydana gelmektedir. Böylesi bir durumda, çamur tahliyesini sağlamak için uygulanan havanın süresi arttırılmaktadır. Ancak bu uygulamada dikkat edilmesi gereken bir diğer önemli

nokta da, sürenin döküm parçasının fiziksel özelliklerine olumsuz etkide bulunacağı kadar uzun tutulmaması gerekliliğidir.

Çizelge 4.7. Farklı reolojilerdeki çamurların deneme sonuçları

	Çamur özelliği	Yapılan değişiklik	Standart çamura göre farklılığı	Uygulama yapılan farklılık	Sonuç
R-1	Düşük tiksotropi	Deflokülan miktarı	Düşük kalınlık alma	Döküm süresi arttırıldı	Fazla kuruyan ürünler çatladı
R-2	Yüksek tiksotropi	Deflokülan miktarı	Yüksek kalınlık alma	Döküm süresi azaltıldı	Artık çamur tahliye edilemedi ve ürünler yumuşak, yaş mukavemet çok düşük
R-3	İnce partiküllerin konsantrasyonunun artırılması	Kil ve kaolenlerin toplam % 1µ altı değerinin artırılması	R-2 ile benzer		
R-4			R-2 ile benzer		

Çamur birleşim izinin azaltılması amacıyla, çamur tane boyutunun değiştirilmesine yönelik denemeler yapılmıştır. İlk denemede (R-3), standart çamurda (STD) kullanılan özlü ve özsüz hammaddelerin miktar oranları, toplam kil miktarı ve toplam kaolen miktarı sabit tutulmuş ve en yüksek % 1µ altı değerlerini veren reçete, killerin ve kaolenlerin kendi aralarında yer değiştirmesi ile hazırlanmıştır. Bu reçetede standart çamur üretiminde kullanılan killer ile benzer fiziksel özelliklere sahip olan Kil-6'nın kullanılması söz konusudur. Farklı olarak Kil-6'nın % 1 µm altı değeri daha yüksektir ve killerin pişirim sırasındaki karakterini belirleyen alkali, toprak alkali ve demir içeren oksitlerin miktarı (ergiticilik parametresi) daha azdır ve alümina miktarı yüksektir. İkinci denemede (R-4), 1 µm altı %'si yüksek olan Kaolen-3 kullanılmıştır. Kaolen-3 ergiticilik parametresi bakımından Kaolen-1 ve Kaolen-2'nin arasında yer alan ince taneli

bir hammaddedir. Bu denemelerde amaçlanan ince tanelerin flokülasyon yoluyla bağlanarak çamur süspansiyonu içerisindeki serbest hareketlerinin engellenmesi ve damar oluşumunun önüne geçilmesidir. Ayrıca alümina bakımından zengin olan bu hammaddelerin yapıda oluşacak ikincil müllit oluşumunu aktive edeceği düşünülmüştür. 1 µm altı %'sinin artırılmasında kullanılan hammaddelerin % -1 µm değerleri **Çizelge 4.8.**'de görülmektedir. Hazırlanan çamurların Sedigraf cihazı ile tane boyut dağılımları ölçülmüş ve elde edilen -1 µm (%) değerleri belirlenmiştir (**Çizelge 4.9.**). Laboratuvar denemelerinin sonuçlarında görüldüğü üzere, % küçülme değerlerinde bir azalma sözkonusudur (**Çizelge 4.10.**). Bu durum ince tanelerin başlangıç paketleme yoğunluğunu arttırmasından dolayıdır. Deformasyon değerlerindeki azalış, Kil-6 ve Kaolen-3'ün ergiticilik parametrelerinin ( $\% \Sigma Fe_3O_3 + Na_2O + K_2O + CaO + MgO$ ) daha düşük olmasından dolayıdır. Sistemdeki ergiticilerin azalması, viskozitenin artışına neden olmuştur ve bu durum su emme değerlerindeki artışla sonuçlanmıştır. R-3 ve R-4 reçeteleri ile işletmede döküm denemeleri yapılmış ve her ikisinde de R-2'reçetesine benzer reoloji sorunları ile karşılaşmıştır. R-3 reçetesinde çamur kalıptan tahliye edilememiş ve R-4 reçetesinde de benzer biçimde mamul yaş çıkmıştır. Damar hatalarının azalmış olduğu görülen her iki denemede üretilen ürünler kesilerek göz ile muayene edilmiş ve imha edilmiştir.

**Çizelge 4.8.** Hammaddelerin %-1 µm değerleri

	Kil-1	Kil-2	Kil-3	Kil-4	Kil-6	Kaolen-1	Kaolen-2	Kaolen-3	Özsüz*
<b>-1 µm (%)</b>	46	42,5	64,5	49	49,8	62,5	42	45	16,5

\*: Özsüz hammaddelerin değirmen çıkışı -1 µm (%) değerleri

**Çizelge 4.9.** Çamurların tane boyutları

	d(10)	d(50)	d(90)	-1µm (%) (Ölçülen)
<b>STD</b>	0,183	3,178	18,94	31
<b>R-3</b>	0,183	0,201	3,880	77
<b>R-4</b>	0,183	0,183	4,061	72

**Çizelge 4.10.** Bünyenin fiziksel özellikleri

Özellikler	STD	R-3	R-4
Kuru küçülme (%)	3	2,8	2,7
Pişme küçülmesi (%)	7,5	7	7
Toplu Küçülme (%)	10,5	9,8	9,8
Pişirim sıcaklığı (° C)	1200	1200	1200
Deformasyon (mm)	48±2	33	26
Su emme (%)	0,1	0,49	0,69
Ham mukavemet (kg/cm <sup>2</sup> )	25,4±0,2	14	12
Pişmiş mukavemet (kg/cm <sup>2</sup> )	494±1	480	450

#### 4.3.6.6. Kalıpta Yapılan Değişikliklerin Etkilerinin İncelenmesi

İşletmede kullanılan kalıplar üzerinde değişiklikler yapılarak dökümler gerçekleştirilmiştir.

**Besleme Yolluklarının Çapının, Yer ve Açısının Değiştirilmesi:** Kalıp içerisine çamuru dağıtan borular kritik öneme sahiptirler. Mevcut bulunan besleme borularının çapı, yer ve kalıp içine açıldığı açılar daha evvel yapılmış pek çok denemeler sonucunda belirlenmiştir. Çalışmanın bu bölümünde besleme borularının değiştirilmesi ile denemeler yapılmıştır. Boru çapının artırılması, kalıp içerisinde dengesiz doluma sebep olduğundan ilgili bölge diğer taraflara göre daha hızlı dolmuş ve seviye izlerinin oluşumu gözlemlenmiştir. Besleme borularının yerlerinin değiştirilmesi, kalıp içerisindeki çamur akış yönlerinin birbirleri ile kesişmesine ve kalıbın tam doldurulamaması ve ya bir taraftan diğer tarafa doğru et kalınlığı almış olan çamurun sürüklenmesine neden olmuştur. Elde edilen ürün kesilerek incelendiğinde çamur et kalınlığının eş değer bölgelerde aynı olmadığı saptanmıştır. Besleme borularının kalıp içerisine açıldığı yüzeyin normali ile yaptıkları açılar değiştirildiğinde, çamur, diğer yolluklardan gelmiş olan çamurun üzerine düşmüş ve kalıp içerisinde türbülans oluşmuştur. Bu durum ürünlerde hava hatasının oluşması sonucu açıklanabilmiştir. Bölüm (Çamurun taşınması)'nda bahsedildiği gibi, çamurun kalıp içerisindeki hareketi laminer akış şeklinde olmalıdır.

***Kasıtlı Hata Oluşturma Denemesi:*** Ürünlerde kasıtlı biçimde hata oluşturmak için denemeler gerçekleştirilmiştir. Çamurun kalıp içerisindeki hareketinin değiştirilmesi ve elde edilen yeni akış sonucunda hatalar oluşturulması amaçlanmış ve mevcut kullanılan kalıp üzerinde değişiklik yapılması öngörülmüştür. Devreye ilk alındığı dönemde, çamur birleşim izi hatası sebebiyle ıskarta miktarı yüksek olan iki tip klozet seçilmiştir. Çamurun kalıp içerisine giriş yaptığı besleme borularından bir tanesi tıkanarak dolmuş ve elde edilen ürünler standart üretim akış basamaklarına tabi tutularak pişirilmiştir.

Elde edilecek hatanın şiddetine bağlı olarak, uygulanan değişimin tam tersi yönde müdahalelerin yapılması planlanmış ancak pişmiş ürünlerde hatalara rastlanmamıştır. Bu durum göstermektedir ki, kalıbın ilk devreye alındığı zamanda çamur birleşim izlerinin oluşumunu engellemek üzere konulan besleme boruları, kalıbın diğer bölgelerine yapılan müdahaleler sonucunda etkinliklerini kaybetmişlerdir. Bu sonuç, kalıp içerisindeki çamur akışının son derece karmaşık olduğuna ve belli bir amaçla yapılan ve önemsiz gibi görünen herhangi bir değişikliğin tüm akışı değiştirdiğine dikkat çekmektedir.

***Takoz Kullanmadan Döküm:*** Kalıp sabit ve hareketli kalıp parçalarından oluşmaktadır. Sabit parçalar alt, üst, arka ve yan parçalardır. Bunların dışında kalan ve üretimde kullanılan diğer hareketli parçaların varlığı ürün yüzeyinde boş-masif döküm geçiş izlerinin oluşmasına sebep olmaktadır. Takoz ismi verilen hareketli parçalar ana parçalar ile aynı özellikteki alçıdan üretilir ve ana parçalara mıknatıslar ile bağlanır. Genellikle boş döküm bölgesinin mukavemetinin artırılması ve düzgün biçimde üretilmesi için kullanılan takozlar bu bölgede masif bir alanın oluşumuna sebep olurlar. Çalışmada, takozlar, klozetin boş döküm ile üretilen ayak bölgesinin arka perde ve hazne ile birleştiği iç kabağın bağlantı noktasına mukavemet kazandırmak için kullanılmaktadır. Takozların varlığına bağlı olarak pişmiş ürün yüzeyinde boş-masif döküm geçiş izi ve beraberinde çamur birleşim izi hatası görülmektedir. Takoz kullanılmaksızın yapılan dökümde beklenildiği gibi döküm geçiş izine rastlanmayacaktır ancak çamur birleşim izinin oluşup oluşmayacağını görmek üzere denemeler yapılmıştır.

Takoz kullanılmadan yapılan dökümde klozetlerin ayak blokları istenilen yüzey düzgünlüğünde üretilmiştir. Standart üretimde, döküm geçiş izinin etrafında zaman zaman karşılaşılan çamur birleşim izine rastlanmamıştır. Ancak kullanılan takozların klozetin iç tarafında oluşturduğu çukurluk, kalıptan alma ve rötüş işlemlerinde uygulayıcılar tarafından adeta bir kulp gibi kullanılmaktadır. Takoz kullanmaksızın üretilen klozetler taşıma esnasında tutuş kolaylığı sağlamadığından ve pişmiş üründe deformasyon görülmesinden dolayı endüstriyel olarak uygulanmaları mümkün değildir.

Tasarım Bölümü'nün işbirliği ile takozların mamul yüzeyine değmeden kalınlık alması için bir çalışma yapılmıştır, ancak işletme şartlarında üretimi zorlaştırmasından dolayı olumlu sonuç elde edilememiştir.

Yapılan bir diğer müdahale ise, takozların yüzeyde oluşturdukları izin yüzey alanının azaltılması yönündedir. Takozların geometrik özellikleri değiştirilmiş ve standart üretime nispetle yüzeyin daha düzgün olduğu belirlenmiştir. Bu durum, çamur akış yön ve hızının değişmesinin, hata oluşumları üzerindeki önemini vurgulamaktadır.

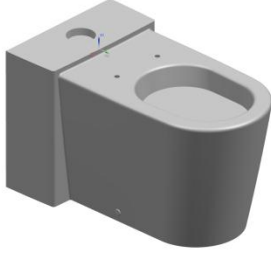

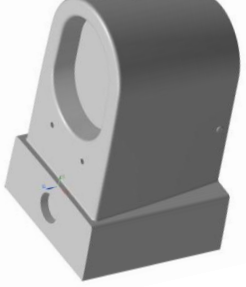
Çalışmanın devamında, kalıpta köklü bir değişiklik yapılmış ve boş döküm ile şekillendirilen yan ayak bloklarının masif döküm ile üretileceği şekilde bir kalıp Tasarım Bölümü tarafından üretilmiştir. Bu durumda, mamul ağırlığı değişmiştir. Kurutma ve pişirim aşamaları tekrar optimize edilmiş ve üretilen mamullerin yüzey kalitesinin belirgin biçimde iyileştiği saptanmıştır.

#### 4.3.7. Kurutmanın damar hatası üzerindeki etkisinin belirlenmesi

İncelenen klozetler, çalışmanın standart üretim akışında, önceden belirlenmiş bir kurutma rejiminde ve montajlandıkları pozisyonda (SP), kurutmaya tabi tutulmaktadır. Kalıplardan alınan ürünler nemlerinin uzaklaştırılması için uygun sürelerde bekletildikten sonra kurutmalara yüklenir. Kurutma aşamasının damar hatası üzerindeki etkilerinin belirlenmesi için kalıplardan alınan yaş ürünler farklı rejimlerde ve farklı pozisyonlarda denemeler yapılmış ve kurutma çıkışı ürünler incelenmiştir.

Ürünlerin kurutmaya verildikleri pozisyonlar şematik olarak **Çizelge 4.11.**'de gösterilmiş ve **Çizelge 4.12.**'de ve uygulanan kurutma rejimlerinden elde edilen veriler **Çizelge 4.13.**'de sunulmuştur.

**Çizelge 4.11.** Ürünün pozisyonları

Standart Pozisyon (SP)	Ters Pozisyon (TP)	Sırt Üstü Pozisyon (SÜ)
		

**Çizelge 4.11.**'e uygun şekilde yapılan denemelerde, standart kurutma pozisyonunda (SP) ve standart rejimde (Rejim-1) kurutulan numune referans olarak değerlendirilmiştir.

**Çizelge 4.12.** Farklı endüstriyel kurutma programlarının hata oluşumları üzerine etkileri

	Sıcaklık (°C)	Süre (saat)	Çamur birleşim izi (Damar)	Nem değeri (%)	Diğer
<b>Program-1.</b> (Standart Kurutma Rejimi)	A	B	Var	<1	-
<b>Program-2.</b>	A↑↑	B↓	Var	<1	Çatlak, Yüzeyde yumurta kabuğu hatası
<b>Program-3.</b>	A↑	B↓	Var	>1	Çatlak
<b>Program-4.</b>	A↑	B↓↓	Var	>1	Çatlak

**Çizelge 4.12.**'de görüldüğü gibi, endüstriyel kurutma rejimlerimden en uygun olanı mevcut üretimde uygulanan Program-1'dir. Program-1, büyük boyutlu ve karmaşıklık derecesi yüksek olan ve çalışmalarımızda incelediğimiz klozet ve benzeri olan diğer ürünler için belirlenmiş özel bir rejimdir. Kurutma rejimi, ürünün her bölgesinin çatlamadan ve eşit derecede kurutulmasına imkân tanıyacak düşük tepe sıcaklığında ve uzun süreli olarak ayarlanmıştır. Kurutma sonunda üründe hedeflenen nem değeri, % 1'in altında olmasıdır. Kurutma sıcaklığının artırılması ürün yüzeyinin aşırı derecede nem kaybına maruz kalması sonucu yumurta kabuğu hatasının ve çatlakların oluşumuna sebep olmaktadır. Kurutma sıcaklığı artırılırken sürenin azaltılması, üründe çatlaklar meydana getirmesinin yanı sıra mamulün tam kurutulmaması ile sonuçlanır. Kurutma sonunda gözle görülen çatlaklar olmasa bile, nemli mamulün pişirim aşamasında patlaması gibi tehlikeli sonuçlara yol açabilmektedir.

**Çizelge 4.13.** Ortamda bekleme ve kurutma pozisyonlarına bağlı olarak hataların değişimi

<b>Program-1</b>			
<b>Ortamda bekleme pozisyonu</b>	<b>Kurutma pozisyonu</b>	<b>Çamur birleşim izi (Damar)</b>	<b>Diğer</b>
<b>Standart Kurutma Pozisyonu (SP)</b>	(SP)	Var	-
	(TP)	Var	-
	(SÜ)	Var	-
<b>Ters Kurutma Pozisyonu (TP)</b>	(TP)	Var	-
<b>Sırt Üstü Kurutma Pozisyonu (SÜ)</b>	(SÜ)	Var	Ön yüzey ortasında çatlak oluştu.

**Çizelge 3.45** ve **3.46.** incelendiğinde, çamur birleşim izlerinin varlığı, kurutma rejimi ve pozisyonlarından bağımsız biçimde ve hep aynı belirginliktedir. Bu durum hatanın kurutma kaynaklı olmadığını göstermektedir. Üretim basamaklarında geriye doğru değerlendirme yapıldığında, çamur birleşim izlerinin şekillendirme aşamasında oluştuğu ve ilk rötüş işlemleri ile giderilemediği sonucuna varılır.

#### **4.3.8. Pişirimin hata oluşumları üzerindeki etkisinin belirlenmesi**

Kurutmalardan alınan klozetler ikinci rötüş işlemine tabi tutulduktan sonra sırlanarak pişirilmektedir. Pişirim kademesinin damar hatasının belirginliği üzerindeki etkilerinin belirlenebilmesi için çalışmalar yapılmıştır. Bu kapsamda pişirim pozisyonunun etkileri incelenmiş ve daha sonra çeşitli pişirim sıcaklıklarında denemeler yapılarak sıcaklığın etkileri araştırılmıştır.

#### 4.3.8.1. Pişirim Sürecinin İncelenmesi

Her mamülün fırında pişirildiği uygun bir yükleme biçimi vardır. Öncelikle bu pozisyon belirlenmiş ve **Çizelge 4.11.** ve **Çizelge 4.13.**'e uygun olarak kurutma denemelerinde kullanılan ürünler farklı yüzeyleri üzerinde konumlandırılarak endüstriyel pişirim rejimine tabi tutulmuştur. Pişirilen mamuller değerlendirilmiştir.

**Çizelge 4.14.**'de yeralan sonuçlar **Çizelge 4.13.** ile birlikte irdelendiğinde, damar izlerinin belirginliğinin pişirim periyodunda arttığı göze çarpmaktadır.

**Çizelge 4.14.** Ortamda bekleme, kurutma ve pişirim pozisyonlarına bağlı olarak çamur birleşim izinin değişimi

Kurutma periyodu: Program-1		Endüstriyel pişirim periyodu		
Ortamda bekleme pozisyonu	Kurutma pozisyonu	Pişirim poz.	Çamur birleşim izi	Diğer
Standart Pozisyon (SP)	(SP)	(SP)	Var ↑↑↑	-
	(TP)	(SP)	Var ↑↑↑	-
	(SÜ)	(SP)	Var ↑↑↑	-
Ters Pozisyon (TP)	(TP)	(SP)	Var ↑↑↑	-
	(TP)	(TP)	Var ↑↑↑	-
Sırt Üstü Pozisyon (SÜ)	(SÜ)	(SP)	Var ↑↑↑	Ön yüzey ortasında çatlak oluştu.
	(SÜ)	(SÜ)	Var ↑↑↑	-

#### 4.3.8.2. Pişirim Sıcaklığının İncelenmesi

**Bölüm 4.3.7.** ve **Bölüm 4.3.8.1.**'de yapılan çalışmalardan elde edilen bilgiler sonucunda, damar hatalarının pişirim sonunda daha belirgin bir hal aldığı bilinmektedir. Çalışmanın bu kısmında, hatanın hangi pişirim sıcaklığından itibaren arttığını belirlenmeye yönelik olarak, farklı sıcaklıklarda pişirimler yapılmış ve elde edilen ürünler endüstriyel pişirim rejimi uygulanarak pişirilen ürünle karşılaştırılmıştır. Farklı sıcaklıklardaki pişirim rejimleri 2 m<sup>3</sup> hacimli elektrikli fırın kullanılarak uygulanmıştır. Pişirimlerin yapılacağı sıcaklıklar, endüstriyel pişirim rejiminde ısıtma hızlarının değiştiği sıcaklıklardan belirlenmiştir.

Fiili elde edilen sıcaklıklara karşılık damar hatasının değişimi **Çizelge 4.16.**'da verilmiştir. Çamur birleşim izi 980 °C'de vardır (↑↑) ve 1100 °C-(15dk.)'dan sonraki tüm sıcaklıklarda çok daha belirgindir (↑↑↑). Daha öncede belirtildiği gibi çamur birleşim izleri şekillendirme aşamasında oluşur ve yüksek sıcaklıkta belirginleşmesi yalnızca şekillendirme kaynaklı değildir. Bölgenin etrafında meydana gelen reaksiyonlar, bu izlerin, kolaylıkla görülebilecek derecede belirginleşmesini sağlamaktadır. Bunun sebebinin, hatalı bölgenin, hata içermeyen bölgede meydana gelen reaksiyonlarla eşdeğer bir sinterleme sürecini kapsamamasından kaynaklandığı düşünülmektedir.

**Çizelge 4.15.** Elektrikli fırında, farklı tepe sıcaklıklarında gerçekleştirilen pişirimlerin sonuçları

	<b>End. Fırın</b>	<b>Elektrikli Fırın</b>								
Tepe Sic. (°C)	1200	1200			1170		1150		1100	980
Bekleme Süresi (dk)	*E.F.P.	**E.R.	45	15	45	15	45	15	15	15
Fiili Sic. (°C)	1200	1198	1196	1198	1166	1166	1150	1150	1086	980
Çamur birleşim izi	Var ↑↑↑								Var ↑↑	

\*E.F.P:Endstriyel Fırında Pişirim, \*\*E.R: Endüstriyel Rejim

#### 4.4. Bölüm Sonuçları

Damar hatasının tespitine yönelik gerçekleştirilen çalışmaların sonucunda şu bilgiler elde edilmiştir;

Konu ile ilgili literatür yok denecek derecede azdır. Ürün yüzeylerinde bulunan tüm şişkinlik ve çukurlukları damar hatası olarak adlandırmak yanlıştır. Damar hataları, düz ve keskin olmaktan ziyade farklı karmaşık şekillere sahiptir. Şekillerin karmaşık olmasının, damarların birbirleriyle kesişmeleri ve sürüklemeleri sonucunda olduğu düşünülmektedir. Damar hatalarının tipik bir şekli olmamakla birlikte ürün yüzeylerinde en fazla gözlemlenenler belirlenmiştir. Çamur birleşim izi ile ilgili geniş bir literatür olmamasından dolayı, hatanın şiddetini tariflemek üzere *genlik* terimi kullanılmıştır. Damar hatasının görüntülenmesi ve genliklerinin karşılaştırması amacı ile sarı ışık altında fotoğraflama yapılmıştır. Bu teknik sayesinde arşivleme yapılmış ve yürütülen sistematik çalışmaların sonuçları karşılaştırılmıştır. Damarlı bölge ince kesitlere ayrılarak stereo mikroskopta incelenmiş ancak yanında bulunan düz bölge ile aralarında bir farklılık tespit edilememiştir. Damarlı ve düz bölgelerden alınan numunelerin kimyasal bileşimlerinin yaklaşık aynı olduğu tespit edilmiştir. Damarın genliğinin en fazla olduğu cidarda kaolenit miktarının en fazla ve kuvars ile albit fazlarının en az olduğu, düz bölgede ise tüm cidarların bu fazları aynı oranda içerdiği belirlenmiştir. Pişmiş damar bölgesinde yüzeyde daha az miktarda albit ve kuvars bulunması, bu bölgede ince taneli kil ve kaolenlerin paketlendiğini işaret etmektedir. Isıl analizler sonucunda damar bölgesinin düz bölgelere göre daha düşük sıcaklıklarda metakaolen ile müllit oluşum piklerini vermesi ve tane boyut analiz sonuçları bu durumu desteklemektedir. İlave olarak, damar bölgesinin mikroyapı incelemelerinde karşılaşılan yüzey şarjlanması da tabakalı yapıdaki ince tanelerin varlığını doğrulamaktadır. Değişken basınç altında yapılan mikroyapı incelemeleri de yüzey şarjlanması ile sonuçlanmıştır. Yüzey şarjlanmasının bir diğer nedeni ise damarın genliğine bağlı yüzey engebesidir ve bu genliğin sebebi kalıbın farklı besleme yolluklarından dolan çamurların karşılaşması ve dolunun itici gücü ile ince partiküllerin kalıp duvarına hızla sürüklenerek paketlenmesidir. Sıkıştırma havası uygulanmayan bir döküm

kekinde damar numunesinin kırık yüzeyinde iki çamurun karşılaşması görüntülenmiştir. Yapının iskeletini oluşturan dolgu hammaddelerinin bu bölgede yer almaması, damar bölgesini mukavemet bakımından zayıf kılmaktadır. Bu sebeple, sinterleme davranışının tayinine yönelik boyutları küçültülen numuneler kırılmıştır. Ürünün belirgin yoğunluk farklılıkları ve sıvı akışı içermemesi nedeniyle bir sağlık kurumunda gerçekleştirilen bilgisayarlı tomografi çalışmalarından anlamlı veriler elde edilememiştir.

Çamurun reolojik özelliklerine bağlı olarak damar hatasının oluşumu incelenmiştir. Hazırlanan düşük tiksotropili çamurdan standart et kalınlığında döküm parçası elde etmek üzere döküm süresi arttırılmıştır. Kalıptan alınan üründe belirgin damar hataları ve çatlaklar gözlemlenmiştir. İnce partiküllerin belli bir bölgede toplanarak paketlenmesi ile oluşan damar hatalarının engellenmesi amacıyla çamurun tiksotropi değeri arttırılmıştır. Kalınlık alma süresi azaltılmış ancak artık çamur kalıptan tahliye edilememiştir. Damar hatalarının genliğinin azaldığı ürünlerin, standarta oranla yumuşak ve mukavemet bakımından zayıf olduğu belirlenmiştir. İnce partiküllerin çamur içerisinde serbestçe hareket etmelerini engellemek üzere reçetenin özsüz hammadde fraksiyonunun % mikron altı değeri arttırılmış ve çamur defloküle edilmiştir. Tıpkı yüksek tiksotropili çamur denemesinde olduğu gibi süzülme kabiliyeti düşük, yumuşak ve mukavemet bakımından zayıf döküm parçalarında çamur birleşim izleri gözlenmemiştir. Ancak bu özellikleri sergileyen çamurlarla üretilen mamuller kalıptan alındığında yüksek hidroplastik deformasyon eğilimi sergiler. Döküm sonrası müdahalelere karşı toleransları düşüktür. Başlangıç paketlenmesi zayıf olduğundan kurutma ve sinterleme aşamalarında istenilen mikroyapı ve teknolojik özelliklerin eldesini sağlayacak reaksiyonlar meydana gelmez veya tamamlanamaz.

Damar hatasının oluşumunu tespit etmek için üretim aşamalarına yoğunlaşmıştır. Renkli dolum denemeleri ile farklı besleme yolluklarından gelen çamurların kalıp içerisindeki hareketleri ve paketlenedikleri bölgeler belirlenmiştir. Elde edilen veriler ışığında, farklı besleme yolluklarından dolan çamurların birbirleri ile karıştıkları ve üstüste paketlenedikleri söylenebilir. Dolum basıncının

az olduğu dolum denemelerinde damar hatasına rastlanmamıştır. Dolum süresinin standartta oranla azaltıldığı denemelerde çamur birleşim izlerinin belirginleşmesinin yanısıra, kalıbın alt ve üst kısımlarının paketlenme süresi farklılaşmış ve dolayısıyla seviye izleri oluşmuştur. Dolum süresinin standartta oranla arttırıldığı denemelerde kalıbın iki tarafından gelen çamurlar hızla karışmış ve damar hatası azalmıştır. Fakat; çamurun kalıp duvarındaki kritik bir hız değerini aşması akışın laminer formunu kaybedip türbülant akışın oluşmasıyla sonuçlanmıştır. Bu durumda dolan çamur, kalıp duvarından süzülerek değil; seviye almış olan çamurun üzerine düşerek yükselmiştir. Bu durumda çamur içerisinde hava hapsolür ve sistemden uzaklaştırılmaz. Deneme sonucunda ham ve pişmiş mamülde hava hatası tespit edilmiştir. Sonuç olarak çamur dolum hızının, laminer akışı koruyacak derecede yavaş ve kalıp içerisindeki karışmayı sağlayacak kadar hızlı biçimde doldurulmasının damar hatasının azaltılmasında etkili olduğu sonucuna varılmıştır.

Çamurun kalıp içerisindeki hareketinin değiştirilmesi için besleme yolluklarında değişiklikler yapılmıştır. Boru çapının arttırılması, kalıbın farklı kısımlarının dengesiz biçimde dolmasına neden olmuştur. Bölgesel olarak çamurların karışması, damar hatalarının bir kısmını ortadan kaldırmıştır. Diğer bir yandan ürün genelinde et kalınlıkları farklılaştığı belirlenmiştir. Bu durumda mamul kurutma ve pişirim sırasında meydana gelen gerilimler sonucu çatlak oluşumuna müsaittir. Besleme yolluklarının kalıp içerisine giriş yaptığı yüzeyin normali ile olan açısı değiştirilerek, çamurun dolum özellikleri değiştirilmiştir. Tıpkı dolumun hızlandırıldığı denemelerde olduğu gibi, çamurun laminer akıştan türbülant akışa geçmesi ile üründe hava hatası gözlemlenmiştir. Besleme yolluklarının yerlerinin değiştirilmesi sonucunda çamur akış yönlerinin birbirleri ile kesiştiği, kalıbın tam doldurulamadığı ve et kalınlığı almış olan bölgenin yerinden ayrılarak sürüklendiği belirlenmiştir. Çamurun kalıp içerisindeki akış profilinin belirlenmesi, pek çok değişkenin hesaba katılmasını zorunlu kılmaktadır. Kalıpta herhangi bir iyileştirme çalışmasına yönelik yapılan değişiklikler tüm akışı olumsuz etkileyebilmektedir. Damar hatasının oluşumunu tetiklemek amacıyla kalıptaki çamur karışmasını sağlayan besleme yolu tıkanmış ve kaydadeğer bir etkisinin olmadığı görülmüştür. Bu durum,

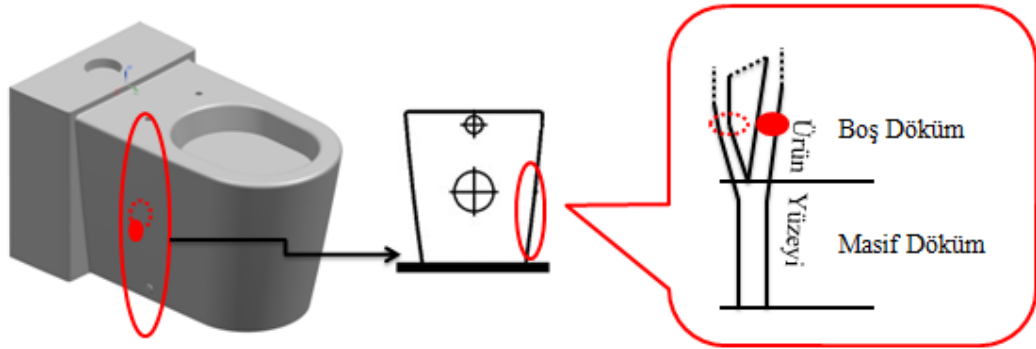
gerçekleştirilmiş olan ardışık müdahalelerin kalıptaki akışı profilini değiştirerek besleme yolunun işlevini kaybetmesine sebep olduğunu vurgulamaktadır.

Kurutma kademesinin damar hatasının oluşumu üzerindeki etkisi araştırılmıştır. Damar hatalarının, ortamda bekleme ve kurutma pozisyonları ile kurutma rejimine bağlı olarak değişim göstermediği belirlenmiştir. Ayrıca rötüş işlemleri, damar hatasının ortadan kaldırılmasında etkin bir yöntem değildir. Damar hatasının en fazla belirginleştiği kademe pişirimdir. Tüm pişirim pozisyonlarında damar hataları eşdeğer miktarda artış göstermektedir. Pişirim sıcaklığına bağlı olarak 1100°C'den itibaren damar hatası en yüksek genliğine ulaşmaktadır. Bu durum, hata içeren bölgeyi çevreleyen kısımlarda meydana gelen reaksiyonlar ve camsı fazın varlığına bağlı olarak gelişen % küçülmelerin etkisiyle belirgin bir görünüme ulaştığını ifade eder.

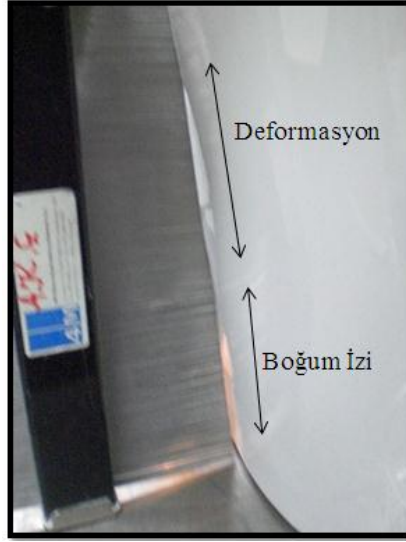
## 5. BOĞUM HATASININ TESPİTİ VE GİDERİLMESİNE YÖNELİK ÇALIŞMALAR

### 5.1. Problemin Tanımı

Son yıllarda keskin köşeli ve düz yüzeylere sahip büyük boyutlu sağlık gereçleri ürünlerine olan talep artmıştır. Tasarım açısından incelendiğinde, bu ürünlerin iç ve dış şekilleri birbirlerinden oldukça farklıdır. **Şekil 5.1.** 'de görülen klozetin iç kısmı konkav iken dış kısmı ise düz bir satıh şeklindedir. Bu tip mamullerin üretilebilmesi için tasarlanan kalıplar 4 veya daha fazla parçadan oluşmaktadır. Kalıp parçalarının oluşturduğu boşluk boş döküm ile masif döküm bölgelerini içerir ve ürünün nihai geometrisini oluşturur. Bu iki döküm tipinin birleştiği bölgeler, pişirim sonrasında gözle görülebilecek bir geçiş izi oluşumuna sebebiyet verebilir. Ürün yüzeyi ne kadar kesintisiz ve büyük bir yüzey alanına sahipse bu geçiş izi o kadar belirgin şekilde göze çarpmaktadır. Boğum izlerinin en belirgin örneklerine, ürünün taban kısmında, haznenin ve ringin yan yüzeyler ile birleştiği bölgelerde rastlanmaktadır. Boğum izlerinin görülmesi ve görüntülenmesi her zaman mümkün olmamaktadır, bu sebeple tıpkı damar hatalarında olduğu gibi ışık altında fotoğraflanmış ve tasarım tarağı ile hatanın boyutları belirlenmiştir. **Şekil 5.2.** 'de sunulmuştur.



**Şekil 5.1.** Ürün yüzeyinde boş ve masif döküm bölgelerinin yerlerinin şematik olarak gösterimi



Şekil 5.2. Ürün üzerindeki boğum izi ve deformasyonun tasarım tarağı ile gösterimi

## 5.2. Boğum Hatası ile İlgili Literatür Bilgisi

Boğum hataları boş ve masif dökümün birleştiği bölgelerde gözlemlenmektedir. **Bölüm 1.1.2.** 'de söz edildiği gibi, paketlenen çamurda taneciklerin suyun akış yönündeki oryantasyonu ile yöne bağlı anizotropi sergileyen bölgeler meydana gelmektedir. Boş dökümde oluşan çamur keki, suyun tek kalıba doğru taşınması sonucunda oluşurken masif dökümde kalıp sayısı en az 2 veya daha fazladır. Özellikle kalıpların birleştiği bölgelerde belirli hacimdeki çamur 3 veya 4 kalıp tarafından uygulanan kapilerik etkiye maruz kalmaktadır. Bu durumun sonucunda birleşim izini içeren bölgenin başlangıç yoğunluğu diğer bölgelere göre daha yüksektir. Boş ve masif bölgelere nispetle çok daha sıkı paketlenmiş olan bu kısım, kurutma esnasında daha az % kuru küçülme ve pişme aşamasında daha az % pişme küçülmeye sergilemektedir. Tanelerin birbirleri ile

olan temas noktalarının sayısı arttıkça sinterlemeyi sağlayan reaksiyonlar daha erken başlar ve daha yüksek verimle tamamlanır (Rahaman, 2003). Sinterleme sonucunda elde edilen mikroyapı daha az boşluk içerir. Sağlık gereçleri bünyesinin sinterlenmesinde etkin olan bir diğer değişken de tane boyutudur. Çamuru oluşturan tanelerin boyutu ve dağılımları, paketlemeyi, poroziteyi, por-boyut dağılımını, yüzey alanını, homojeniteyi, flokülasyon derecesini ve segregasyonu değiştirdiğinden dolayı, nihai mikroyapının oluşumu üzerinde büyük etkiye sahiptirler.

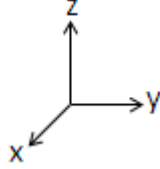
### 5.3. Test Sonuçları ve Tartışma

Çalışmanın bu bölümünde, boş ve masif döküm bölgeleri ile geçiş bölgesi incelenmiştir. Bu bölgelerin karakterizasyonu yapılmış ve boğum izinin oluşum sebepleri araştırılmıştır. Bu amaçla, öncelikli olarak işletmede üretim takip edilerek hata hakkında genel bilgi edinilmiş ve numuneler alınmıştır. Alınan numunelerden farklı paketlenen bölgelerin kimyasal ve ısı analizleri yapılmış, sinterleme davranışları incelenmiş ve tane boyut dağılım taraması yapılmıştır.

#### 5.3.1. Kimyasal ve ısı analiz sonuçları

Klozetin sağ arka ayağının yere değdiği köşe orijin olarak düşünüldüğünde ürünün et kalınlığını Y yönü, dış haznenin enine paralel kısmını X yönü ve boyuna paralel kısmını Z yönü ifade etmektedir. **Çizelge 5.1.**'de bu bölgelerin XRF ile belirlenen kimyasal analiz sonuçları verilmiştir. **Çizelge 5.1.** 'de de görüldüğü üzere bölgelerin kompozisyonları birbirine oldukça yakındır. Farklılığın tanelerin kalıp içerisindeki oryantasyonundan kaynaklandığı düşünülmektedir.

**Çizelge 5.1.** Ürünün farklı bölgelerinden alınan numunelerin kimyasal analizi (XRF ile belirlenen)

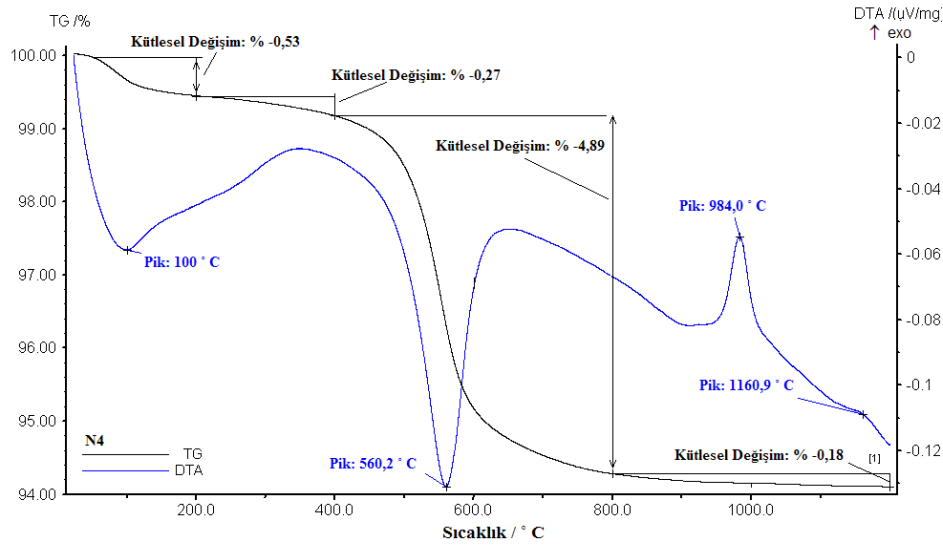
Numune adı				
Oksit	N1 (Standart Çamur)			
		N4*** (Y Yönü)	N5*** (X Yönü)	N6*** (Z Yönü)
Na <sub>2</sub> O	4,53	4,21	4,46	4,56
K <sub>2</sub> O	1,19	1,17	1,17	1,18
MgO	0,23	0,24	0,23	0,22
CaO	0,39	0,43	0,41	0,41
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	21,10	21,20	21,09	21,12
SiO <sub>2</sub>	65,43	65,55	65,33	65,20
A.Z.*	5,69	5,74	5,78	5,79
Diğer**	1,45	1,47	1,53	1,52

\* A.Z.: Ateş Zayıtı, \*\* Diğer: %  $\sum(\text{Fe}_3\text{O}_3, \text{TiO}_2, \text{P}_2\text{O}_5, \text{SO}_3)$

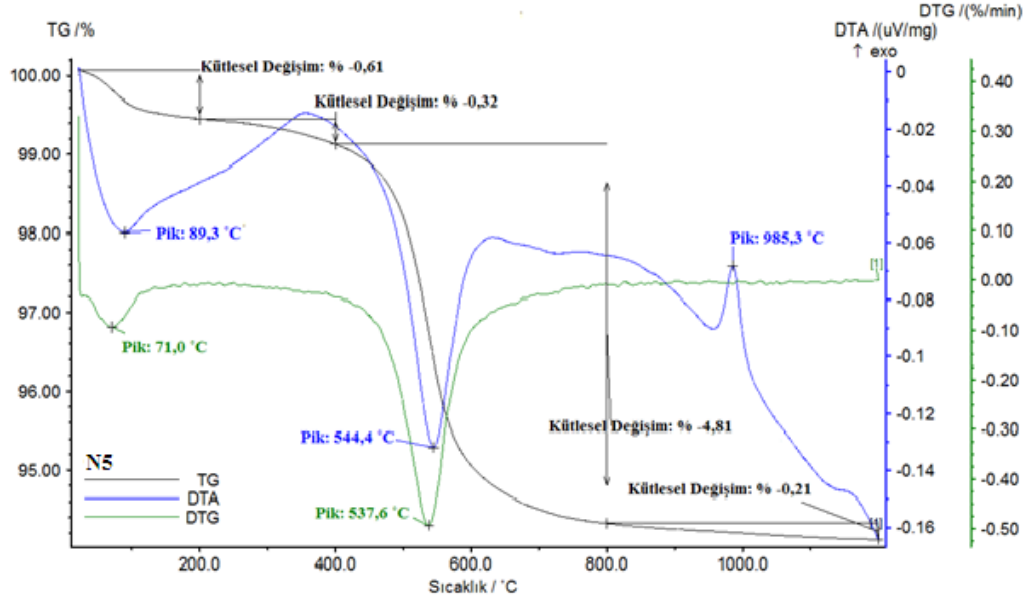
\*\*\*: Klozetin sağ arka ayağının yere değdiği köşe orijin olarak alınmıştır.

Çizelge 5.1.'de belirtilen bölgelerin ısıl analizleri TG-DTA ile belirlenmiştir. Şekil 5.3. – 5.5.'de görüldüğü üzere, fiziksel su kaybı 50 - 200 °C sıcaklık aralığında gerçekleşmektedir. Mevcut nem miktarına da bağlı olarak kaybedilen su miktarları sırasıyla, ~% 0,53, ~% 0,61 ve ~% 0,57 olarak bulunmuştur. ~200 - 400°C sıcaklık aralığında gözlemlenen ağırlık kaybı yapıda bulunması muhtemel organiklerin yanmasından kaynaklanmaktadır. Bu sıcaklıkta ölçülen ağırlık kayıpları, sırasıyla, ~% 0,27, ~% 0,32 ve ~% 0,27 olarak belirlenmiştir. TG eğrisinde yaklaşık 400 - 800°C sıcaklık aralığında görülen ağırlık kaybı ile DTA eğrisinde görülen endotermik reaksiyonlar ise yapıdaki kil minerallerinden kristal suyun uzaklaşmasından kaynaklanmaktadır. Endotermik sıcaklık reaksiyonları, sırasıyla, 560,2, 544,4 ve 553,8°C'dir. Bu sıcaklık aralığında kaybedilen su miktarları, sırasıyla, ~% 4,89 ~% 4,81 ve ~% 4,89 olarak tespit edilmiştir. Bu durumda, ~16°C'lik farkın, farklı bölgelerde değişik sayıdaki kalıplarla paketlenen çamurun kil ve kaolen içeriğine bağlı olduğu

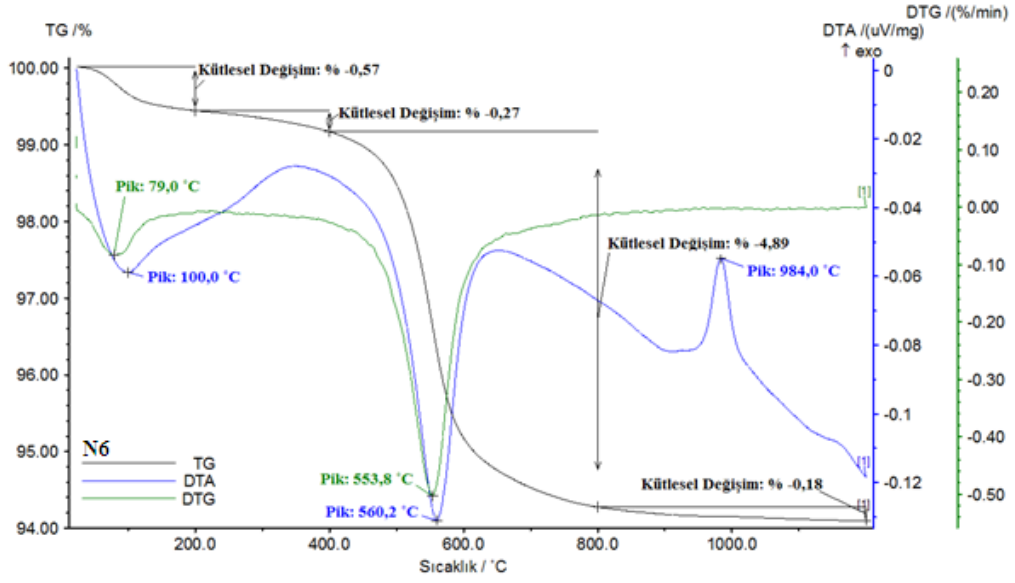
düşünülmektedir. Çizelge 5.1.'deki kimyasal kompozisyon benzerlikleri de bu düşünceyi destekler niteliktedir. DTA eğrisinde görülen ve spinel fazının (metakaolen→spinel) oluşumundan kaynaklanan ekzotermik pik sıcaklıkları sırasıyla, yaklaşık 984, 985,3 ve 984°C olarak belirlenmiştir. Metakaolenin, amorf silika ve  $\gamma$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> fazına dönüşümünün olduğu sıcaklıklar ve müllit oluşum sıcaklıkları tüm numuneler için benzerdir ancak başlangıçta metakaolen →spinel dönüşüm reaksiyonlarının bölgeler bazında daha düşük sıcaklıklarda oluşması tanelerin temasını ve dolayısıyla sinterleme kinetiklerini değiştirmektedir. Numunede 800 - 1200°C sıcaklık aralığında görülen ve sülfat türü bileşiklerin dekompozisyonundan kaynaklandığı düşünülen ağırlık kayıpları, sırasıyla, ~% 0,18, ~% 0,21 ve ~% 0,18 'dir. Standart çamura ait (Şekil 3.32.) ve Şekil 5.3. - 5.5. 'deki numunelerin ısı analizleri sonuçları birbirine çok benzerdir. Çamur birleşim izi ve boş – masif döküm geçiş izinin belirlenmesine yönelik yapılan ısı analizlerin özeti Çizelge 5.2.'de sunulmuştur.



Şekil 5.3. Y yönüne paralel N4 bölgesinden alınan numunenin ısı analiz sonucu



Şekil 5.4. X yönüne paralel N5 bölgesinden alınan numunenin ısı analiz sonucu



Şekil 5.5. Z yönüne paralel N6 bölgesinden alınan numunenin ısı analiz sonucu

Endotermik sıcaklık reaksiyonları, 541,7 ve 557,5°C arasındadır. Bu durumda, ~16°C'lik farkın, farklı bölgelerde değişik sayıdaki kalıplarla paketlenen çamurun kil ve kaolen içeriğine bağlı olduğu düşünülmektedir. Metakaolenin, amorf silika ve  $\gamma$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> fazına dönüşümünün olduğu sıcaklıklar 984 ve 985,3°C arasındadır, ancak başlangıçta metakaolen →spinel dönüşüm reaksiyonlarının bölgeler bazında daha düşük sıcaklıklarda oluşması tanelerin temasını ve dolayısıyla sinterleme kinetiklerini değiştirmektedir. Müllit oluşum sıcaklıkları her ne kadar küçük bir sıcaklık aralığında görülse de (1152,1 ve 1160,9°C arasında), metakaolen oluşum sıcaklığıyla orantılı olarak değişim göstermesi, bölgeler bazında paketlemeye bağlılığın olduğunu destekler niteliktedir. Bu sebeple bölgelerin tane boyut dağılım verileri incelenmiştir.

**Çizelge 5.2.** Farklı yönlerde paketlenen bölgelerin ısı analiz sonuçları

	<b>Endotermik pik sıcaklığı- Açıklama</b>	<b>Ekzotermik pik sıcaklığı-Açıklama</b>
<b>N1 (Standart Çamur)</b>	92,5 °C -Fiziksel su kaybı 556,1 °C -Kaolen-metakaolen dönüşümü	984,2 °C -Metakaolenin amorf silika ve $\gamma$ -Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> fazına dönüşümü 1160,3 °C müllit oluşumu
<b>N4 (Y yönü)</b>	100 °C -Fiziksel su kaybı 560,2 °C -Kaolen-metakaolen dönüşümü	984 °C -Metakaolenin amorf silika ve $\gamma$ -Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> fazına dönüşümü 1160,9 °C müllit oluşumu
<b>N5 (X yönü)</b>	89,3 °C -Fiziksel su kaybı 544,4 °C -Kaolen-metakaolen dönüşümü	985,3 °C -Metakaolenin amorf silika ve $\gamma$ -Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> fazına dönüşümü 1152,1 °C müllit oluşumu
<b>N6 (Z yönü)</b>	79 °C -Fiziksel su kaybı 553,8 °C -Kaolen-metakaolen dönüşümü	984 °C -Metakaolenin amorf silika ve $\gamma$ -Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> fazına dönüşümü 1160,8 °C müllit oluşumu

### 5.3.2. Tane boyut analiz sonuçları

Ürünün tane boyut dağılım haritasını çıkartmak üzere öncelikle ürün bölgeleri kodlanmış ve numuneler bıçak yardımıyla kesilerek alınmıştır. Numunelerin aynı büyüklükte olmalarına özen gösterilmiştir. İncelenen tüm numunelerin ölçümü 5'er kez tekrar edilmiş ve medyan değerler verilmiştir. Tane boyut dağılımı ile ilgili yürütülen çalışmalar dört bölümü içermektedir. Bu bölümler aşağıda açıklanmıştır.

- i. Ürünün farklı bölgelerinde tane boyut dağılımının belirlenmesi,
- ii. Ürünün farklı bölgelerinde ve et kalınlığının cidarlara ayrılması yoluyla, tane boyut dağılımının belirlenmesi,
- iii. Aynı tezgâh üzerinde yer alan farklı kalıpların eşdeğer bölgelerinde tane boyut dağılımının belirlenmesi,
- iv. Ürünün farklı yüksekliklerinde tane boyut dağılımının belirlenmesi.

**Genel TBD İncelemesi:** Ürünün farklı bölgelerinden numuneler alınarak tane boyut dağılımları belirlenmiş ve **Çizelge 5.3.** 'de sunulmuştur. Ürünün, ring yüzeyi, yan cidarları, rezervuar ve kapak oturma yüzeyleri, hazne içi ve ayak bloklarının perdeyle birleştiği noktalardan, numuneler alındıktan sonra çeşitli açılardan çekilmiş fotoğrafları **Şekil 5.6.** 'de görülmektedir.



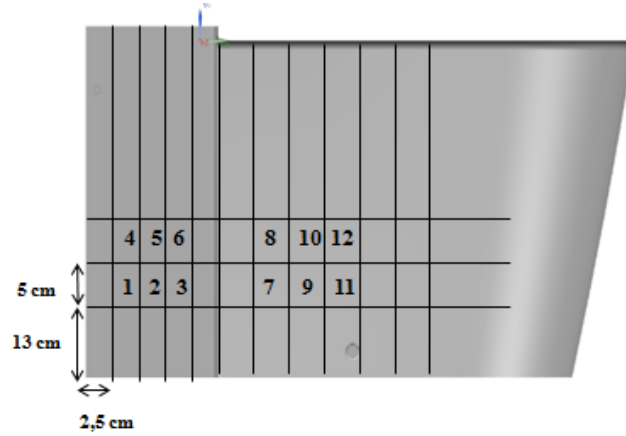
Şekil 5.6. Numune alınmış ürünün çeşitli açılardan çekilmiş fotoğrafları

**Çizelge 5.3.** Ürün genelinden alınan farklı bölgelerin SSA (m<sup>2</sup>/g) ve d(10), d(50), d(90)µm değerleri

Numune	SSA (m <sup>2</sup> /g)	d(10) (µm)	d(50) (µm)	d(90) (µm)
Sağ cidar orta	1,58	1,36	9,02	43,53
Sol cidar orta	1,44	1,46	11,4	53,28
Sağ cidar alt	1,74	1,24	7,76	34,78
Sol cidar alt	1,67	1,24	18,93	44,11
Sol ayak bloğu üst	1,51	1,43	9,73	43,18
Sol ayak bloğu orta	1,44	1,46	11,4	53,28
Sol ayak bloğu alt	1,76	1,21	7,75	33,57
Sol ayak alt	1,78	1,24	7,74	33,78
Sağ ayak sırtı orta	1,55	1,39	9,32	42,67
Ön orta üst	1,76	1,21	8,06	34,24
Ön orta orta	1,7	1,24	8,12	35,36
Ön orta alt	1,66	1,3	8,31	37,7
Ring sağ orta	1,67	1,26	8,69	40,03
Ring sol ön	1,71	1,26	7,77	31,75
Rezervuar oturma yüzeyi sağ	1,71	1,24	8,14	39,28
Kapak oturma yüzeyi	1,55	1,44	8,69	37,5
Sifon altı	1,57	1,34	9,64	45,06
Boşaltma borusu	1,55	1,38	9,46	47,94
Hazne içi ön orta	1,75	1,31	8,28	35,29
Hazne içi sağ	1,71	1,26	7,97	31,88

**Çizelge 5.3.**'de yer alan spesifik yüzey alan (SSA) değerleri 1 – 2 m<sup>2</sup>/g değerleri arasındadır. Kaolenit için bu değer 5-40 m<sup>2</sup>/g ve illitik killer için 10 - 100 m<sup>2</sup>/g arasındadır (Anonim 2012). Bu durum tane boyut ölçümünde kullanılan lazer difraksiyon cihazından ve ölçüm metodundan kaynaklanan sistematik bir hata olarak kabul edilmiştir ve sonuçlar karşılaştırma amaçlı kullanılmıştır. Ürün genelinde tane boyut dağılımının belirli bir sistematik değişim sergilemediği belirlenmiştir. Daha detaylı bir inceleme için tane boyut dağılımının ürünün belirli yüksekliklerde ve kesit boyunca dağılımı incelenmiştir.

**Tane boyut dağılımının ürün kesiti boyunca incelenmesi:** Tane boyut dağılımı çalışmalarının yapıldığı ikinci numune grubu aynı ürün üzerinden alınan oniki bölgenin dışarıdan içeriye doğru ince tabakalar halinde ayrılması ile elde edilmiştir. Kesilen bölgelerin konumları ve büyüklükleri (2,5cm x 5cm) takozun (2.Bölge) konumuna ve masif dökümden (7.Bölge) boş döküme (8.Bölge) geçişin olduğu yerler dikkate alınarak seçilmiştir. Numunelerin alındığı bölgelerin şematik gösterimi **Şekil 5.7.** 'de verilmiştir.

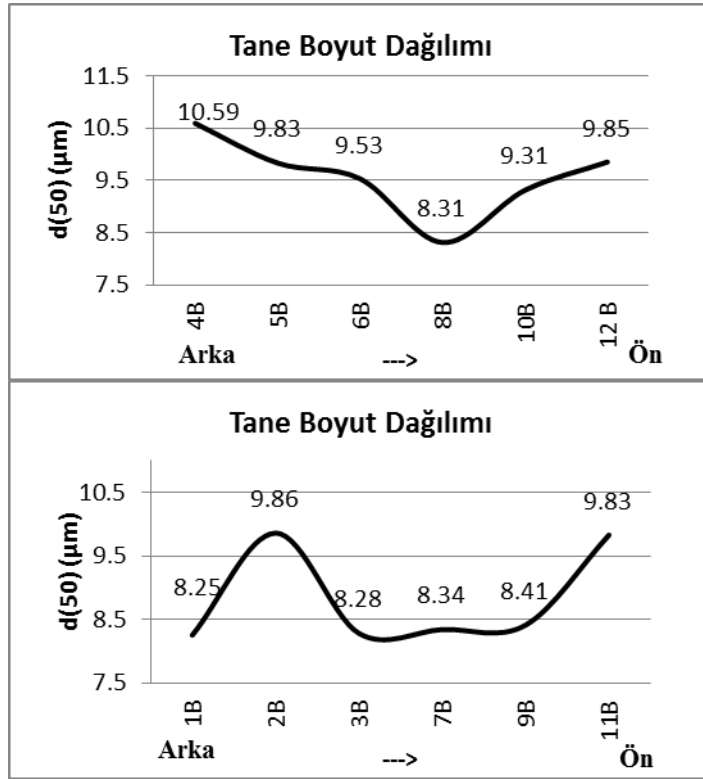


**Şekil 5.7.** Tane boyut ölçümü için numune alınan bölgelerinin konumlarının şematik gösterimi

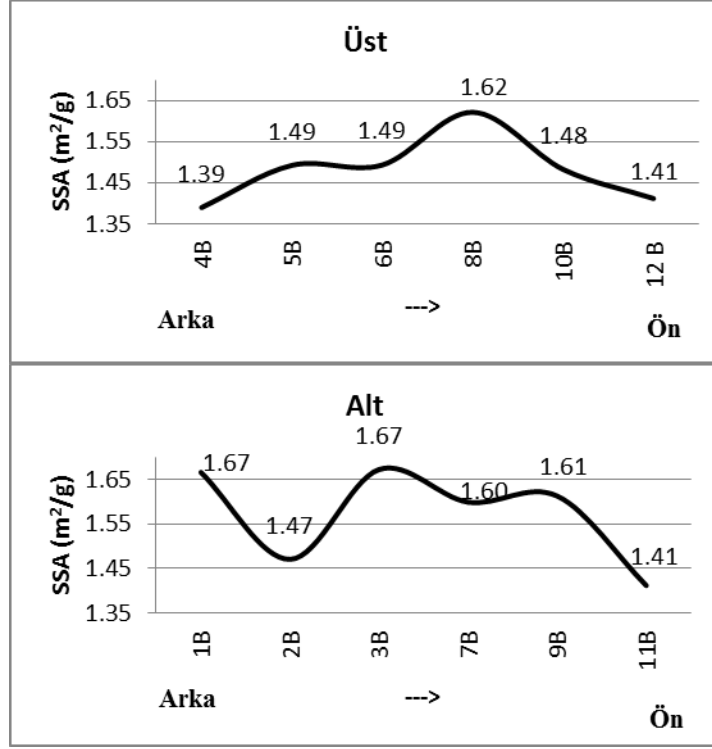
Çizelge 5.4. Şekil 5.7. 'deki bölgelerin SSA (m<sup>2</sup>/g) ve d(10), d(50), d(90)µm değerleri

Numune*	SSA (m <sup>2</sup> /g)	d(10)(µm)	d(50)(µm)	d(90)(µm)
1B	1,67	1,3	8,25	38,82
2B	1,47	1,49	9,86	48,44
3B	1,67	1,29	8,28	35,48
4B	1,39	1,63	10,59	46,07
5B	1,49	1,55	9,83	43,5
6B	1,49	1,53	9,53	40,31
7B	1,60	1,39	8,34	39,22
8B	1,62	1,36	8,31	37,23
9B	1,61	1,36	8,41	38,24
10B	1,48	1,52	9,31	42,29
11B	1,41	1,63	9,83	42,95

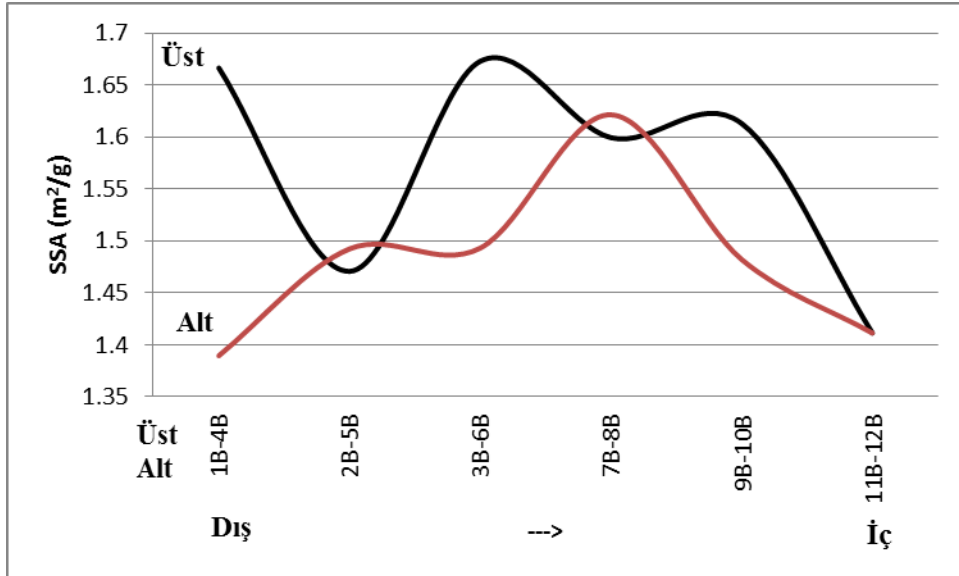
\*: 1B=1. Bölge



Şekil 5.8. Ürünün farklı bölgelerinden alınan numunelerin d(50)(µm) değerleri



Şekil 5.9. Ürünün farklı bölgelerinden alınan numunelerin (arkadan öne ve tabandan yukarıya doğru) tane boyut dağılımı ölçümü sonucunda belirlenmiş spesifik yüzey alanı (SSA, m<sup>2</sup>/g) değerleri

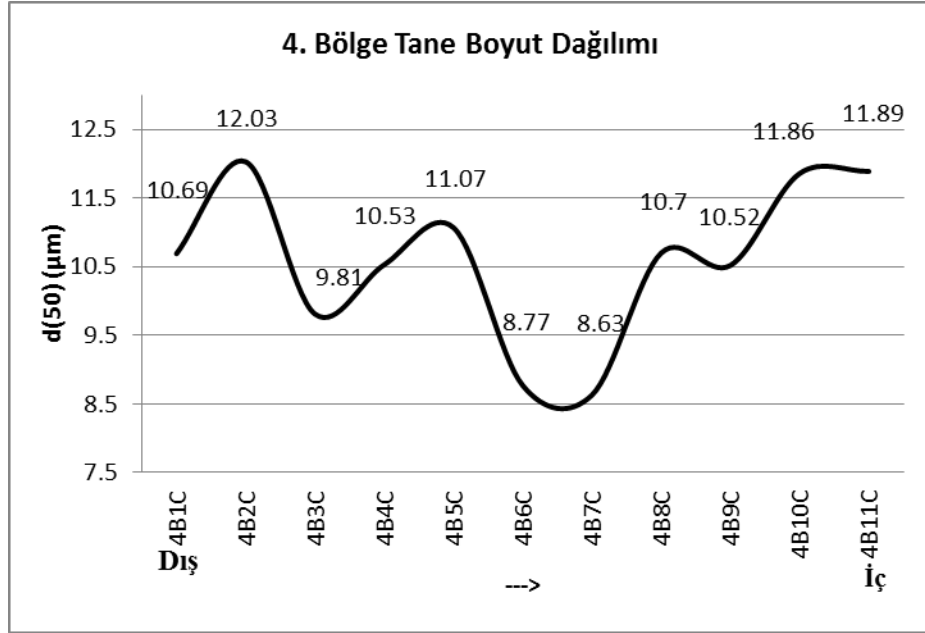


Şekil 5.10. Şekil 5.9.'da gösterilen SSA (m<sup>2</sup>/g) sonuçlarının aynı eği üzerinde gösterimi

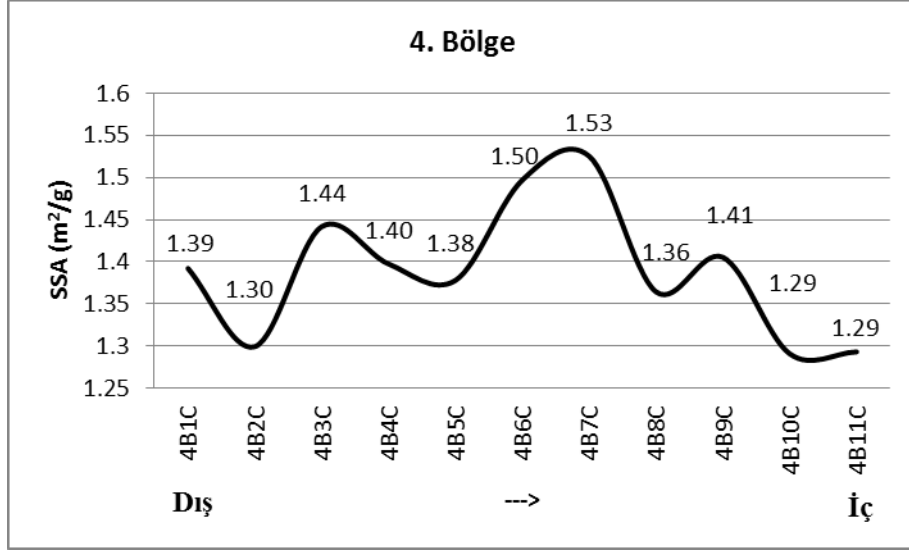
**Çizelge 5.5.** 4. Bölgede dışardan içeriye doğru 11 cidarın\* SSA ( $m^2/g$ ) ve d(10), d(50), d(90) $\mu m$  değerleri

Numune	SSA ( $m^2/g$ )	d(10) ( $\mu m$ )	d(50) ( $\mu m$ )	d(90) ( $\mu m$ )
4B1C	1,39	1,61	10,69	45,87
4B2C	1,30	1,74	12,03	50,0
4B3C	1,44	1,56	9,81	41,62
4B4C	1,40	1,61	10,53	43,79
4B5C	1,38	1,61	11,07	49,18
4B6C	1,50	1,54	8,77	38,23
4B7C	1,53	1,49	8,63	38,42
4B8C	1,36	1,66	10,70	50,20
4B9C	1,41	1,59	10,52	46,25
4B10C	1,29	1,77	11,86	52,61
4B11C	1,29	1,75	11,89	50,65

\*: 4B1C=4.Bölge 1 cidar(dış), 4B11C=4.Bölge 11 cidar(iç)



**Şekil 5.11.** 4. Bölgeden alınan numunelerin d(50)( $\mu m$ ) değerleri (5 ölçüm medyan değeri)

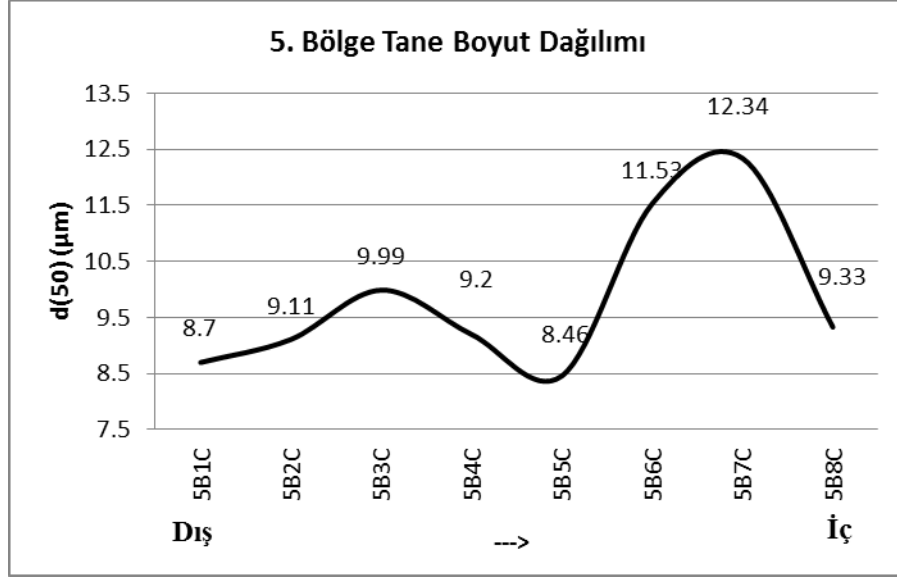


**Şekil 5.12.** Ürünün 4. bölgesinden alınan numunenin tane boyut dağılımı ölçümü sonucunda belirlenmiş SSA (m<sup>2</sup>/g) değerleri (5 ölçümün medyan değeri)

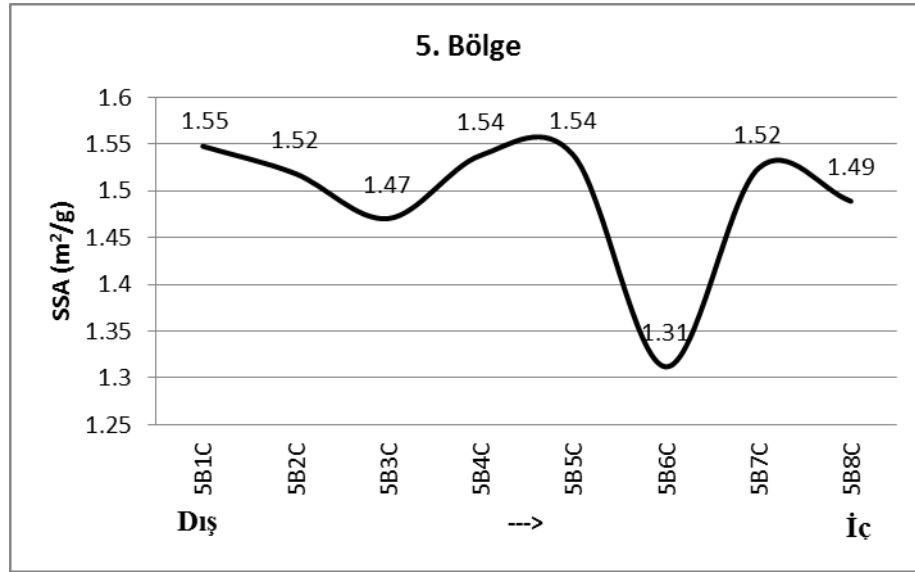
**Çizelge 5.6.** 5. Bölgede dışardan içeriye doğru 8 cidarın\* SSA (m<sup>2</sup>/g) ve d(10), d(50), d(90)µm değerleri

Numune	SSA (m <sup>2</sup> /g)	d(10) (µm)	d(50) (µm)	d(90) (µm)
5B1C	1,55	1,45	8,7	36,25
5B2C	1,52	1,47	9,11	40,65
5B3C	1,47	1,5	9,99	43,16
5B4C	1,54	1,42	9,2	42
5B5C	1,54	1,48	8,46	37,31
5B6C	1,31	1,73	11,53	50,66
5B7C	1,52	1,83	12,34	55,54
5B8C	1,49	1,5	9,33	42,43

\*: 5B1C=5.Bölge 1 cidar(dış), 5B8C=5.Bölge 8 cidar(iç)



Şekil 5.13. 5. Bölgeden alınan numunelerin d(50)(µm) değerleri (5 ölçümün medyan değeri)

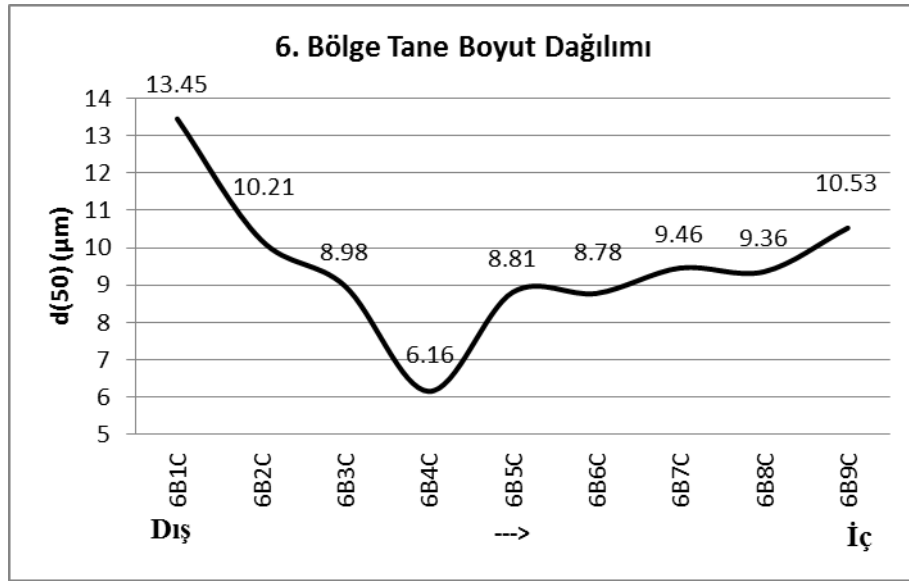


Şekil 5.14. 6. Bölgede dışardan içeriye doğru 9 cidarın\* SSA (m²/g) değerleri

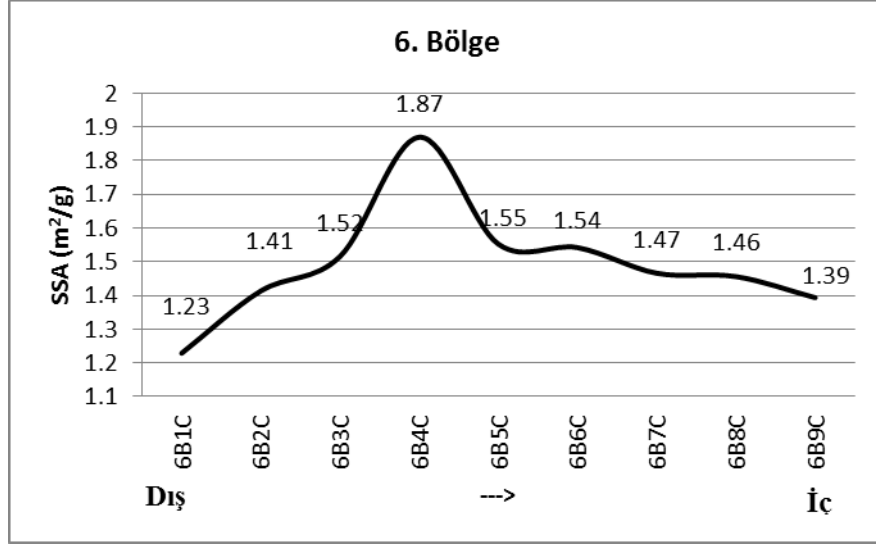
**Çizelge 5.7.** 6. Bölgede dışardan içeriye doğru 9 cidarın\* SSA (m<sup>2</sup>/g) ve d(10), d(50), d(90)µm değerleri

Numune	SSA (m <sup>2</sup> /g)	d(10) (µm)	d(50) (µm)	d(90) (µm)
6B1C	1,2288	1,85	13,45	56,65
6B2C	1,4136	1,6	10,21	41,33
6B3C	1,5157	1,48	8,98	38,92
6B4C	1,8696	1,23	6,16	21,48
6B5C	1,5525	1,43	8,81	37,83
6B6C	1,5422	1,45	8,78	38,31
6B7C	1,4661	1,54	9,46	41,99
6B8C	1,4562	1,57	9,36	39,85
6B9C	1,3935	1,61	10,53	46,45

\*: 6B1C=6.Bölge 1 cidar(dış), 6B9C=6.Bölge 9 cidar(iç)



**Şekil 5.15.** 6. Bölgeden alınan numunelerin d(50)(µm) değerleri (5 ölçümün medyan değeri)

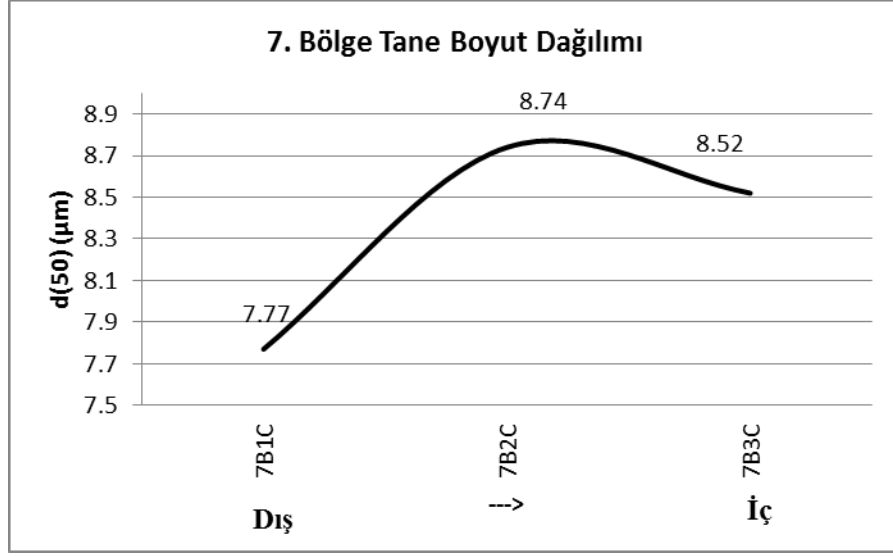


**Şekil 5.16.** 6. Bölgede dışardan içeriye doğru 9 cidarın\* SSA (m<sup>2</sup>/g) değerleri

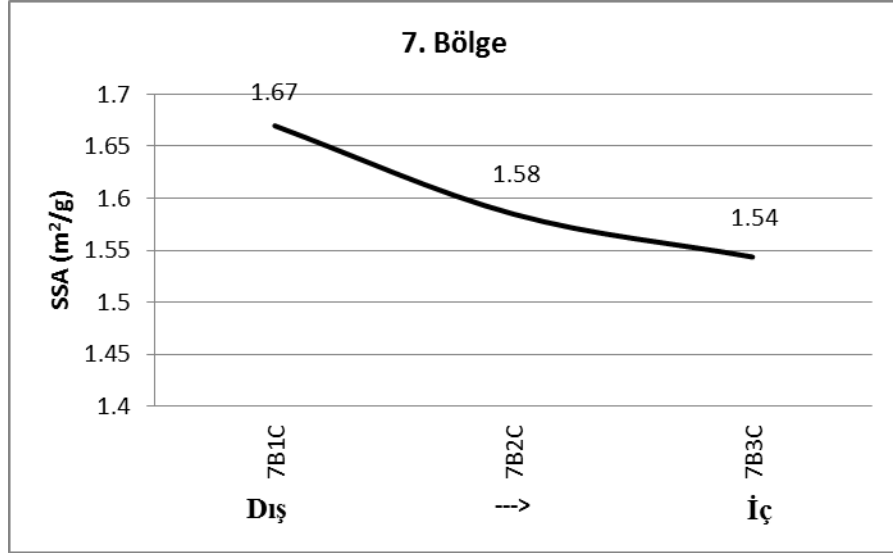
**Çizelge 5.8.** 7. Bölgede dışardan içeriye doğru 3 cidarın\* SSA (m<sup>2</sup>/g) ve d(10), d(50), d(90)µm değerleri

Numune	SSA (m <sup>2</sup> /g)	d(10) (µm)	d(50) (µm)	d(90) (µm)
7B1C	1,6697	1,33	7,77	36,08
7B2C	1,5848	1,38	8,74	41,3
7B3C	1,5436	1,46	8,52	40,27

\*: 7B1C=7.Bölge 1 cidar(dış), 7B3C=7.Bölge 3 cidar(iç)



Şekil 5.17. 7. Bölgeden alınan numunelerin d(50)(µm) değerleri (5 ölçümün medyan değeri)

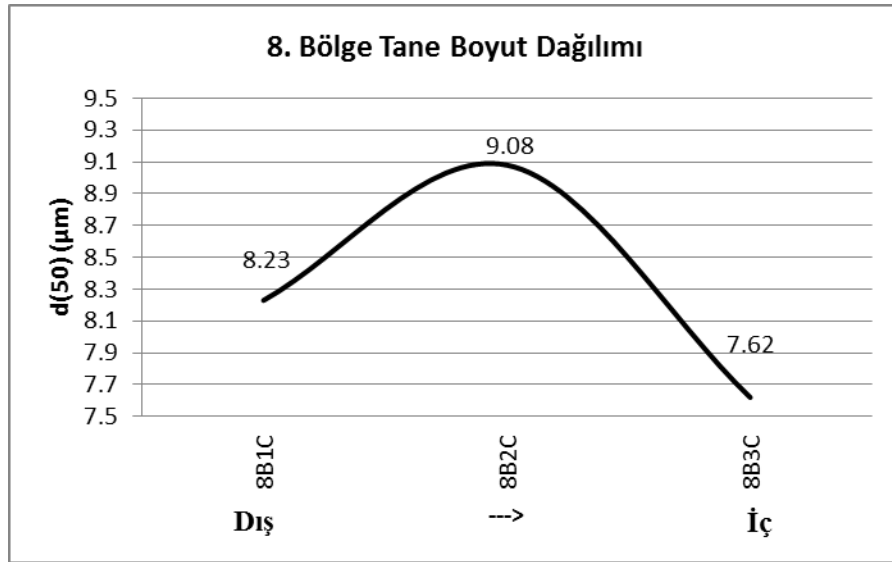


Şekil 5.18. 8. Bölgede dışardan içeriye doğru 3 cidarın\* SSA ( m<sup>2</sup>/g) ve d(10), d(50), d(90)µm değerleri

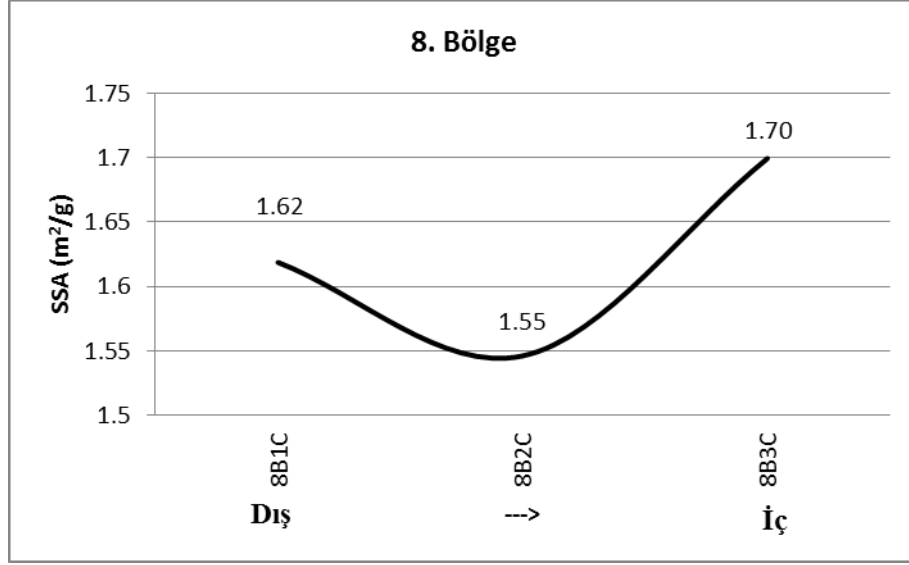
**Çizelge 5.9.** 8. Bölgede dışardan içeriye doğru 3 cidarın\* SSA ( $m^2/g$ ) ve  $d(10)$ ,  $d(50)$ ,  $d(90)$   $\mu m$  değerleri

Numune	SSA ( $m^2/g$ )	$d(10)$ ( $\mu m$ )	$d(50)$ ( $\mu m$ )	$d(90)$ ( $\mu m$ )
<b>8B1C</b>	1,6187	1,36	8,23	39,1
<b>8B2C</b>	1,5461	1,42	9,08	42,36
<b>8B3C</b>	1,6994	1,3	7,62	30,23

\*: 8B1C=8.Bölge 1 cidar(dış), 8B3C=8.Bölge 3 cidar(iç)



**Şekil 5.19.** 8. Bölgeden alınan numunelerin  $d(50)$ ( $\mu m$ ) değerleri (5 ölçümün medyan değeri)



**Şekil 5.20.** 8. Bölgede dışardan içeriye doğru 3 cidarın\* spesifik yüzey alanı (SSA, m<sup>2</sup>/g) değerleri

Ürünün çeşitli bölgelerinden alınan numunelerin kesitlerine ayrılarak incelenmesi sonucunda şu veriler elde edilmiştir;

✓ Döküm parçasının kalıp duvarı ile temas eden yüzeyleri ince partikülleri içerir. Masif döküm bölgelerinde kalıp duvarına temas eden yüzeyler ince, orta kısımlar kaba tanelidir. Boş döküm bölgeler, ince partiküllerin oluşturduğu tabaka, takip eden ince ve kaba tanelerin karışımı ve ardından kaba tanelerce oluşmaktadır. Bu sonuç Ferreira (1998)'in çalışması ile uyumludur. Tane boyut dağılımı ölçümü için alınan döküm parçası daha ince kesitlere ayrıldığında tane boyutunun keskin bir biçimde değişmediği ve azalıp arttığı görülür. Bu durum birikim (clogging) etkisinin varlığını gösterir.

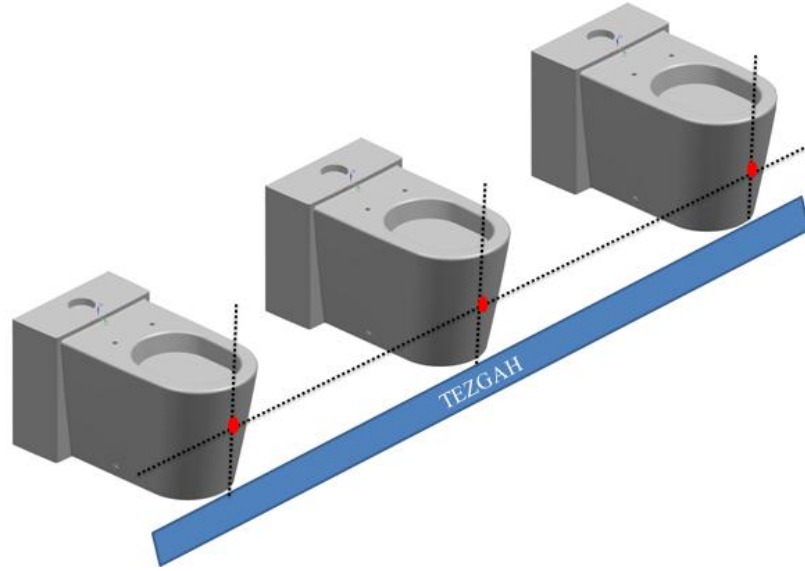
✓ Boş ve masif bölgelerden alınan numunelerin tane boyut dağılımı, numunenin alındığı bölgeye bağlıdır. İki boş döküm bölgesinin farklı dağılımda olması, çevresinde bulunan masif döküm bölgesini oluşturan kalıp parçasının yerine ve hacmine bağlı olarak değişmektedir.

✓ Aynı bölgeden alınan masif döküm parçasından boş döküm et kalınlığında bir numune alındığında, masif dökümün daha iri taneli olduğu belirlenir. Bu durum kaba partiküllerin bir kısmının çamur tahliyesinde boş

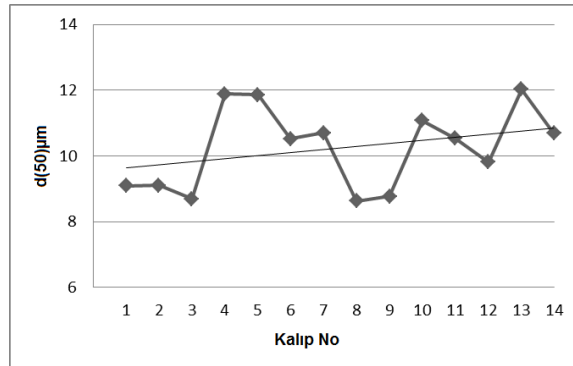
döküm bölgesinden uzaklaştırılırken, masif döküm bölgesinde bu tanelerin paketlemeye katılmasından dolayıdır.

✓ Ürünün alt kısımları, üst kısımlarına oranla daha ince tanelerden oluşmaktadır.

**Aynı tezgâh üzerinde yer alan kalıplar arasında tane boyut dağılımının değişiminin incelenmesi:** Yerçekiminin tanecikler üzerindeki etkisinin araştırılabilmesi için numunelerin yaklaşık aynı yükseklikteki yerlerden ve aynı büyüklükte alınması sağlanmıştır. **Şekil 5.21.** 'de tüm kalıplardan eşdeğer numune çıkartılması görülmektedir.



**Şekil 5.21.** Her kalıptan, aynı yükseklikten ve aynı boyutta numune alınması sırasında izlenen yöntem

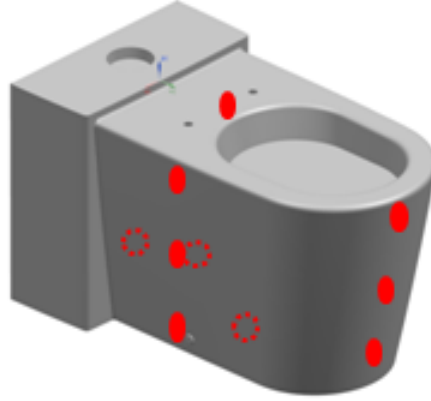


**Şekil 5.22.** Tezgâh boyunca tüm kalıpların aynı bölgeden alınan numunelerin d(50)µm değerleri

**Şekil 5.22.** ‘de görüldüğü üzere tezgâhın başına doğru (kalıp numarası azaldıkça) çamurun ortalama tane boyutu azalmaktadır. Tezgâhın sonunda bulunan seviye tankına doldurularak bekleyen çamurda, ince tanecikler tank yüzeyine doğru yükselir ve vanaların açılması ile çamur merkezinden başlayarak tıpkı karo üretimindeki granüllerin akışı gibi huni akışı yapar. Kollektörün en başındaki kalıba dolan çamur daha ince partikülleri içerirken en sondaki kalıp daha iri partiküllerden oluşur. Bu durumun üretim verimliliğini azaltacak seviyelere ulaşmaması için dolundan evvel çamur belirli bir süre sirküle edilir.

***Yer çekiminin segregasyon üzerindeki etkisinin belirlenmesi:***

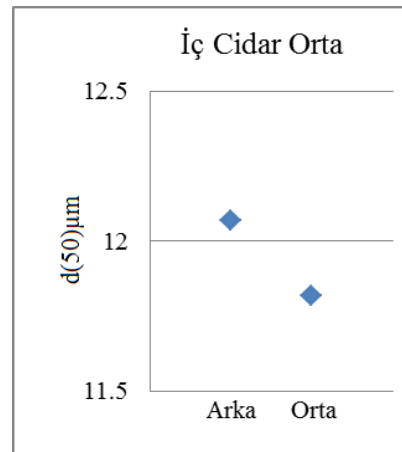
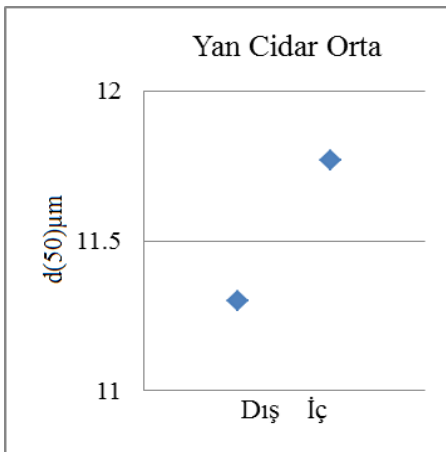
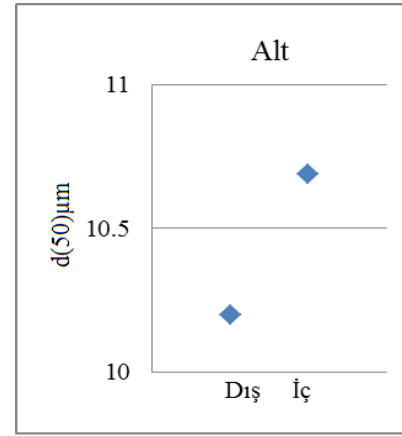
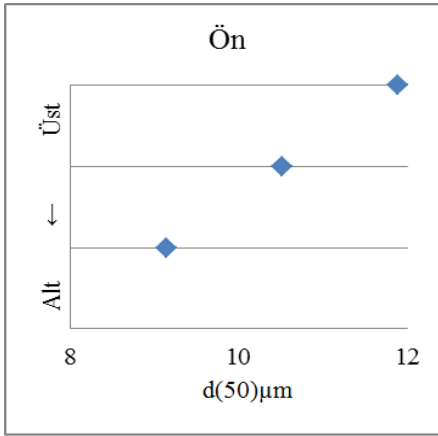
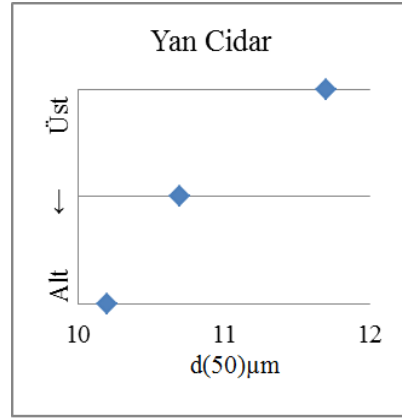
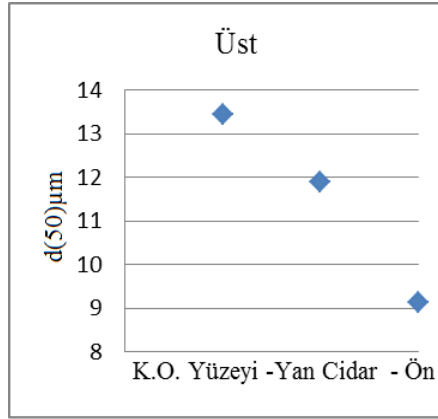
Yerçekiminin tanecikler üzerindeki etkisinin araştırılabilmesi için numunelerin aynı dikey ve yatay eksenleri üzerinde belirlenen ve eşdeğer yüksekliklerdeki bölgelerinden aynı büyüklükte alınması sağlanmıştır. **Şekil 5.23.** ‘de tüm kalıplardan eşdeğer numune çıkartılması görülmektedir. Tezgâh ortasındaki 3 kalıptan alınan numunelerin tane boyut değerleri 5’er kez ölçülmüş ve ortalama değere en yakın veriler **Şekil 5.24.** ‘de sunulmuştur.



**Şekil 5.23.** Segregasyon etkisinin belirlenmesi için alınan numunelerin ürün üzerindeki konumunun şematik gösterimi

**Şekil 5.24.** ‘deki grafiklerde de görüldüğü gibi, tane boyutu ürünün altından üstüne doğru artmaktadır. Bu durum çamurun seviye alması sırasında ince partiküllerin kalıba önce girmesinden ve kek oluşturmasından kaynaklanmaktadır. Kalıbın tezgâh üzerinde belirli bir açıyla durmasından dolayı ön taraftan arkaya doğru tane boyutu artmaktadır. Ürünün iç cidarı, dış cidarı göre

daha kalın partikülleri içermektedir. Literatürde belirtildiği üzere, segregasyonun sebebi önceki yıllarda tam anlaşılmamış ve hatta yanlış anlaşılmıştır (Olhero 2001). Yerçekiminin segregasyonun tek sebebi olduğu düşünülmüştür. Ancak birikim (clogging) etkisi ve çamurun dolumu sırasında seviye kazanırken ince partiküllerin çekim gücü yüksek kalıp tarafından öncelikli olarak sürüklenmesi, beklenildiği gibi iri taneciklerin kalıbın altında toplanarak belirgin bir segregasyon oluşmasını engellemektedir. Ayrıca kalıp içerisinde çamurun dağıtılmasını sağlayan besleme borularının meydana getirdiği karıştırma etkisi ve çamurun katı miktarının yüksek oluşu da segregasyonu önlenmesinde büyük öneme sahiptir.



Şekil 5.24.

Şekil 5.23. 'de konumları görülen bölgelerin d(50)µm değerleri

### 5.3.3. Kurutmanın hata oluşumları üzerindeki etkisinin belirlenmesi

Kurutma aşamasının boş-masif döküm bölgelerinin geçiş izi üzerindeki etkilerinin belirlenmesi amacıyla **Bölüm 4.3.7.** 'de belirtildiği biçimde çalışmalar yürütülmüştür. Farklı rejimlerde ve farklı pozisyonlarda kurutulan ürünler standart pozisyonda kurutulan referans numune ile karşılaştırılarak incelenmiştir ve sonuçlar **Çizelge 5.10.** ve **Çizelge 5.11.** 'de sunulmuştur.

**Çizelge 5.10.**'da görüldüğü gibi, kurutma sıcaklığının artırılarak süresinin azaltılması, mamülde yumurta kabuğu hatası ve çatlakların oluşumu ile sonuçlanmaktadır. Endüstriyel kurutma rejimlerimden en uygun olanı, **Bölüm 4.3.7.**'de de belirtildiği gibi, mevcut üretimde uygulanan Program-1'dir. Program-2, 3. ve 4.'de ısıtma hızlarının artması, farklı paketleme özelliklerini taşıyan bölgelerin farklı hızlar ile kuru küçülmelerinin tamamlanmasını sağlar ve boş-masif döküm geçiş izlerindeki belirgin artış anlamlıdır.

**Çizelge 5.10.**'a göre, kurutma pozisyonunun hatalar üzerindeki etkileri değerlendirildiğinde şu sonuçlara varılmaktadır;

✓ Kalıptan alınarak standart pozisyon ve ortamda bekletilen ürünlerin, kurutmalara TP veya SÜ pozisyonlarında verilmesi, boğum hataların gözlemlenmesine olumlu veya olumsuz bir katkıda bulunmamıştır.

✓ Mamullerin dökümhane ortamında TP ve SÜ pozisyonlarında bekletilmeleri ve ardından aynı pozisyonlarda kurutuculara yüklenmeleri ise gözle görünür farklılıklara neden olmuştur. Kalıptan alınan mamuller kendi ağırlığını taşıyamayacak derecede az mukavemetli ve yaştır. Mamullerin TP pozisyonu için 90<sup>0</sup> ve SÜ pozisyonu için 180<sup>0</sup> döndürülmesi, paketlenmiş çamurun flokları arasında bulunan suyun aktif hale gelmesine ve bünyenin mukavemet bakımından zayıflamasına neden olmaktadır. Her iki pozisyon için de mamullerin ağırlık merkezleri değişir ve normalde aşağı doğru olan hazne (konkav bölüm); TP pozisyonunda üste doğru (ringe doğru), SÜ pozisyonunda ise arkaya doğru (ayaklara doğru) hareket eder. Haznenin bu hareketinden dolayı bağlantılı olduğu yüzeyler ve iç cidar da yeni denge pozisyonuna ulaşabilmek için bir miktar yer değiştirir. Ürün ters konulduğunda, hazne ile ayağın iç cidarının birleşme izi içeri

dođru belirginleşir. SÜ pozisyonunda konulduğunda ise, ön yüzeyin alt kısmındaki geçiş izi içeri dođru belirginleşmektedir.

**Çizelge 5.10.** Farklı endüstriyel kurutma programlarının hata oluşumları üzerine etkileri

	Sıcaklık (°C)	Süre (saat)	Boş-masif döküm geçiş izi	Nem değeri (%)	Diđer
<b>Program-1.</b> (Standart Kurutma Rejimi)	A	B	Var	<1	-
<b>Program-2.</b>	A↑↑	B↓	Çok var.	<1	Çatlak, Yüzeyde yumurta kabuđu hatası
<b>Program-3.</b>	A↑	B↓	Çok var	>1	Çatlak
<b>Program-4.</b>	A↑	B↓↓	Çok var	>1	Çatlak

**Çizelge 5.11.** Ortamda bekleme ve kurutma pozisyonlarına bađlı olarak hataların deđişimi

<b>Program-1</b>				
Ortamda bekleme pozisyonu	Kurutma pozisyonu	Çamur birleşim izi	Boş-masif döküm geçiş izi	Diđer
<b>Standart</b>	(SP)	Var	Az	-
<b>Kurutma</b>	(TP)	Var	Az	-
<b>Pozisyonu (SP)</b>	(SÜ)	Var	Az	-
<b>Ters Kurutma Pozisyonu (TP)</b>	(TP)	Var	Hazne birleşim çizgisinde belirginleşti.	-
<b>Sırt Üstü Kurutma Pozisyonu (SÜ)</b>	(SÜ)	Var	Ön yüzeyin altında az var	Ön yüzey ortasında çatlak oluştu.

### 5.3.4. Pişirimin hata oluşumları üzerindeki etkisinin belirlenmesi

Pişirim kademesinin hata oluşumları üzerindeki etkilerinin belirlenebilmesi için çalışmalar yapılmıştır. **Bölüm 4.3.8.** 'deki gibi pişirim pozisyonunun etkileri incelenmiş ve daha sonra çeşitli pişirim sıcaklıklarında denemeler yapılarak sıcaklığın etkileri araştırılmıştır.

#### 5.3.4.1. Pişirim Sürecinin İncelenmesi

Her mamülün fırında pişirildiği uygun bir yükleme biçimi vardır. Öncelikle bu pozisyon belirlenmiştir. Pişirim pozisyonunun ve açısının değiştirilmesi ile çalışmalar sürdürülmüş ve boğum izlerinin değişimi incelenmiştir.

**Farklı Pozisyonlarda Pişirim:** Pişirim aşamasının boğum hatası üzerine olan etkilerinin belirlenebilmesi için **Çizelge 4.12.** ve **Çizelge 4.14.** 'e uygun olarak kurutma denemelerinde kullanılan ürünler farklı yüzeyleri üzerinde konumlandırılarak endüstriyel pişirim rejimine tabi tutulmuştur. Pişirilen mamuller, SP 'da pişirilmiş referans ürünle karşılaştırılarak değerlendirilmiştir ve sonuçlar **Çizelge 5.12.** 'de sunulmuştur.

**Çizelge 5.12.** 'deki sonuçlar **Çizelge 5.11.** ile birlikte değerlendirildiğinde, boş-masif döküm geçiş izlerinin görünümünde kurutma periyodu sonunda artış olmakla birlikte, en belirgin artışın pişirim sonunda gözlemlendiği tespit edilmektedir.

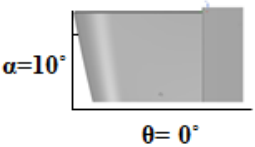
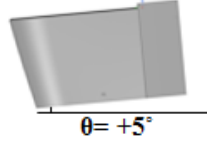
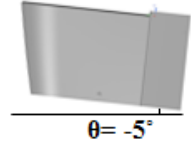
Çizelge 5.12. Ortamda bekleme, kurutma ve pişirim pozisyonlarına bağlı olarak hataların değişimi

Kurutma periyodu: Program-1		Endüstriyel pişirim periyodu		
Ortamda bekleme pozisyonu	Kurutma pozisyonu	Pişirim pozisyonu	Boş-masif döküm geçiş izi	Diğer
Standart Pozisyon (SP)	(SP)	(SP)	Var↑	-
	(TP)	(SP)	Var	-
	(SÜ)	(SP)	Var	-
Ters Pozisyon (TP)	(TP)	(SP)	Hazne birleşim çizgisinde belirginleşti. ↑	-
	(TP)	(TP)	Hazne birleşim çizgisinde belirginleşti. ↑	-
Sırt Üstü Pozisyon (SÜ)	(SÜ)	(SP)	Ön yüzeyin altında belirginleşti.	Ön yüzey ortasında çatlak oluştu.
	(SÜ)	(SÜ)	Ön yüzeyin altında belirginleşti.	-

**Açılı Pişirim:** Açılı pişirim denemesi, özellikle hazne ile yan cidarın birleştiği çizgi üzerinde belirgin biçimde gözlemlenen hazne birleşim izlerini çözümlenmeyi amaçlayan bir çalışmadır. Ürünün üst bölgesindeki kısmın ağırlığı dolu dökümden boş döküme geçişte bir arakesit üzerine yansımaktadır ve burası pişirim sonrasında belirgin biçimde gözlemlenebilmektedir. Bu hataların engellenmesi için yükün bileşkelerini değiştirmek üzere açılı pişirim denemesi yapılmıştır. Ürünün ön bölgesinden aşağı bir dikme inildiğinde elde edilen açı 10°'dir.

Bu durumun sebep olduğu hatanın önlenmesi için ön bölgenin dik hale getirilmesi düşünülmüştür. Ancak seçilen klozetlerin büyük ve ağır olmaları sebebiyle fırın içerisinde dengelerinin bozulmadan pişirilmesi için güvenli pişirim açısı  $5^\circ$  olarak belirlenmiştir.  $\Theta$  açısı  $+5^\circ$  ve  $-5^\circ$  olacak biçimde denemeler yapılmıştır (**Çizelge 5.13.**).

**Çizelge 5.13.** Açılı pişirim denemelerinde ürün pozisyonlarının şematik gösterimi

Standart Pozisyon (SP)	Öne Yatık Pozisyon (ÖYP)	Arkaya Yatık Pozisyon (AYP)
 <p><math>\alpha=10^\circ</math> <math>\theta=0^\circ</math></p>	 <p><math>\theta=+5^\circ</math></p>	 <p><math>\theta=-5^\circ</math></p>

**Öne Yatık Pişirim:** Öne eğik yapılan pişirim sonucunda boş- masif geçiş izi hatalarının belirginliği artmıştır. Ayrıca mamülde, yan yüzeylerin deformasyonu artmıştır ve ürünün ön bölgesinde şişme gözlemlenmiştir. Bu durum, hazne ve sifonun ağırlığının öne doğru aktarılmasından kaynaklanmaktadır.

**Arkaya Yatık Pişirim:** Arkaya eğik pişirilen mamülde hazne birleşim izleri belirgindir ancak referansa göre şiddeti azdır. Bu durum, boş- masif izlerinin çamurun şekillenmesi aşamasında oluştuğunu ve bu geçiş bölgelerin kurutma ve pişirim sırasında taşıdıkları yükün miktarına bağlı olarak arttığını destekler niteliktedir.

#### 5.3.4.2. Pişirim Sıcaklığının İncelenmesi

Önceki bölümlerde yapılan çalışmalardan elde edilen bilgiler sonucunda, boş-masif döküm geçiş izinin pişirim sürecinde belirginleştiği göze çarpmaktadır. Bu hatanın gözlemlenmeye bağladığı sıcaklık aralıklığını tespit etmek üzere **Bölüm 4.3.8.2.** 'deki gibi pişirim denemeleri gerçekleştirilmiştir.

Fiili elde edilen sıcaklıklara karşılık boğum izinin değişimi **Çizelge 4. 14.** 'de sunulmuştur. Boş - masif döküm geçiş izleri 980°C'de yoktur. 1100°C'de 15 dk sonunda çok az olan (↑) izler sıcaklığın 1150 °C' ye artırılmasıyla bir miktar daha belirginleşmiş (↑↑) ve sürenin 45dk.'ya uzatılması ile daha görünür bir hal almıştır (↑↑↑). Bu durum farklı paketlenen bölgelerdeki partiküllerin birbirlerine olan temasının ve dolayısıyla küçülme davranışının farklı olmasından kaynaklanır. Ayrıca sıcaklığın artışı ile birlikte, oluşan camsı fazın hareketi bölgelerin küçülme ve sürünme hızlarını farklılaştırarak aralarındaki görünüm farklılığını arttırmaktadır sonucuna varılır.

**Çizelge 5.14.** Elektrikli fırında, farklı tepe sıcaklıklarında gerçekleştirilen pişirimlerin sonuçları

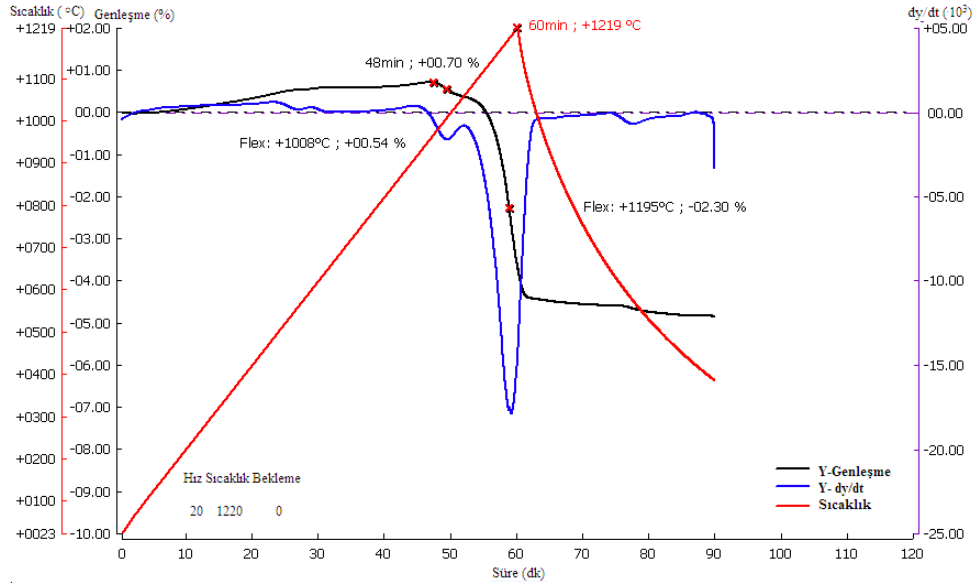
	End. Fırın	Elektrikli Fırın								
Tepe Sıcaklığı (°C)	1200	1200			1170		1150		1100	980
Bekleme Süresi (dk)	*E.F.P.	**E.R.	45	15	45	15	45	15	15	15
Fiili Sıcaklık (°C)	1200	1198	1196	1198	1166	1166	1150	1150	1086	980
Geçiş izi (Boğum)		Var ↑↑↑						Var ↑↑	Var ↑	Yok

\*E.F.P:Endstriyel Fırında Pişirim, \*\*E.R: Endüstriyel Rejim

### 5.3.5. Ürünün farklı paketlenmiş bölgelerinin sinterleme davranışının değerlendirilmesi

**Bölüm 4.3.8.**'de belirtildiği gibi boğum izlerinin belirginliği mamülün pişirilmesi aşamasında artış göstermektedir. Pişirimde meydana gelen reaksiyonların homojen karıştırılmış ve et kalınlığı almış bir bünyenin her bölgesinde aynı olması beklenir. Ancak çamuru oluşturan taneciklerin alçı kalıp duvarına doğru yönelmesi dolayısıyla yöne bağlı ve bölgesel anizotropilerin meydana gelmesi mamülün kuruma ve sintelenme özelliklerini değiştirmektedir. Ayrıca boş döküm, masif döküm ve bu bölgelerin birleşiminin eldesi için kullanılan kalıp sayıları ve et kalınlıkları birbirinden farklıdır. Pişirim sırasında meydana gelen küçülmelerin çamurun kesit kalınlığını azalttığı ve mamülün farklı paketlenmiş bölgelerinin görüntüsünü de değiştirdiği hesaba katılmalıdır. İşletme şartlarında şekillendirilerek kurutulan mamullerin farklı bölgelerinden alınan numunelerin optik dilatometre ile sinterleme davranışı incelenerek boğum izinin oluşumuna yönelik çalışma gerçekleştirilmiştir.

**Şekil 5.25.**'de işletmede şekillendirilip kurutulan ve hata içermeyen bölgeden alınan numunenin sürekli pişirim periyodundaki sinterleme davranışı görülmektedir. Öncelikle standart bünyeye 20°C/dk. ısıtma hızı ile 1220°C'ye kadar sürekli pişirim periyodu (Rejim-1) uygulanmıştır. Şekilde bünyenin zaman ve sıcaklığa bağlı boyutsal değişim ve boyutsal değişiminin zamana bağlı türevi verilmiştir. Standart hatasız bünye için fleks noktası sıcaklık değeri 1195°C olarak belirlenmiştir. Rejim-1 'in ısıtma hızı, tepe sıcaklığı, bekleme süresi, fleks noktası sıcaklığı ve numunenin % küçülme miktarı ile % su emme değeri **Çizelge 5.29.**'da sunulmuştur.



**Şekil 5.25.** Sürekli pişirim periyodunda bünyenin sinterlenme davranışı ve fleks sıcaklığının tespiti

**Çizelge 5.15.** Şekil 5.25.'de uygulanan ısıtma programı ve elde edilen fiziksel sonuçlar

	Isıtma hızı (°C/dk)	Tepe sıcaklığı (°C)	Bekleme süresi (dk)	Fleks noktası sıcaklığı (°C)	Küçülme (%)	Su emme (%)
<b>Rejim-1</b>	20	1220	0	1195	-2,3	0,15
<b>Rejim-2</b>	20	1200	0	1198	-2,2	0,17

Şekil 5.25.'de tespit edilen tepe sıcaklığında (fleks noktası ~1200 ° C ) sürekli pişirim periyodundaki sinterleme davranışı Çizelge 5.15.'de Rejim-2 uygulanarak incelenmiştir. Optik dilatometre analizinden numunenin sinterlenmesinin tamamlanmadığı ve % 0 su emmeye ulaşmadığı belirlenmiştir. Sıcaklığa karşı % genleşme eğrisi Şekil 5.25. ile benzer olduğundan paylaşılmamıştır. Optik dilatometre cihazı özellikle hızlı pişirim uygulaması yapılan kaplama malzemelerinin endüstriyel pişirim rejiminin belirlenmesinde büyük kolaylıklar sağlamaktadır. Ancak, sağlık gereci uygulamalarında cihaza yüklenen ısıtma hızları, zaman zaman yeterli gelmemektedir. Şekil 5.25.'de sinterleme eğrisi türevinin (dy/dt) sıfıra yaklaştığı ancak sıfır olmadığı

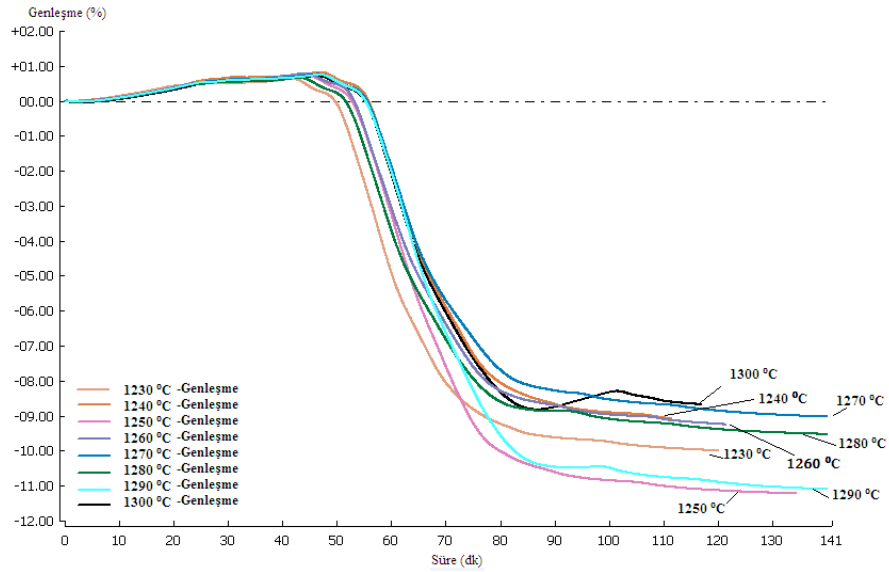
görülmektedir. Bu durum, analiz edilen numunenin sıfır su emme (%) değerine ulaşamadığını, bir diğer deyişle çekmenin bitmediğini ifade eder.

Çekme davranışının sonlandığı ve şişmenin başladığı sıcaklığın tespitine yönelik analizler yapılmıştır. Uygulanan rejimlerde, tepe sıcaklığının her seferinde 10°C arttırılmasıyla ve tepe sıcaklığında 15 dk. bekleme verilmesiyle bünyenin çekmesinin tamamlandığı sıcaklık tesbit edilmeye çalışılmıştır. **Çizelge 5.16.**'da uygulanan rejimler, bünyenin fleks noktasındaki % küçülme ve su emme değerleri ile şişme davranışı verilmektedir.

Sağlık gereçleri standart bünyesinin optik dilatometre cihazında uygulanan sinterleme işleminde, sırasıyla 1290 ve 1300°C tepe sıcaklıklarının uygulandığı Rejim 3-g ve Rejim 3-h'de, çekmesini tamamlayıp şişmenin başladığı **Çizelge 5.16.** ve **Şekil 5.28.** 'de görülmektedir. Her iki eğri için de fleks noktası sıcaklığı, endüstriyel pişirim tepe sıcaklığı olan 1200°C 'nin altındadır. Endüstriyel şartlarda 12-16 saat arası sürelerde pişirilen bünyeler yaklaşık % 0 su emme ve % 7,5 pişme küçülmesi (% 10, 5 toplu küçülme) sergilerken uygulanan analizler bu değerlere yaklaşmaktadır. Bu durum, bünyede viskoz akışın 1200°C 'de var olduğunu ifade eder ancak cihazın fırınının güvenli çalışabildiği yüksek ısıtma hızı ve kısa sürenin çekmenin tamamlanması için yeterli olmadığı sonucunu düşündürmektedir. Sıcaklığın artması ile su emme (%) ve küçülme (%) değerlerinin sürekli azalması beklenti dâhilindedir. Ancak, 1150°C'den tepe sıcaklığına ulaşana kadar geçen süre ve bu sürede gerçekleşen reaksiyonların camsı fazın reaktivitesini değiştirmesi faktörleri devreye girmiştir.

Çizelge 5.16. Farklı tepe sıcaklıklarında uygulanan ısıtma programları

	Isıtma hızı (°C/dk)	Tepe sıcaklığı (°C)	Bekleme süresi (dk)	Fleks noktası sıcaklığı (°C)	Küçülme (%)	Su emme (%)	Şişme Davranışı
Rejim 3-a	20 5	1150 1230	0 15	1177	-3,42	0,14	Yok
Rejim 3-b	20 5	1150 1240	0 15	1174	-2,64	0,14	Yok
Rejim 3-c	20 5	1150 1250	0 15	1182	-3,6	0,11	Yok
Rejim 3-d	20 5	1150 1260	0 15	1166	-1,73	0,6	Yok
Rejim 3-e	20 5	1150 1270	0 15	1173	-2,5	0,24	Yok
Rejim 3-f	20 5	1150 1280	0 15	1170	-2,41	0,14	Yok
Rejim 3-g	20 5	1150 1290	0 15	1181	-3,38	0,72	Var
Rejim 3-h	20 5	1150 1300	0 15	1172	-2,56	1	Var

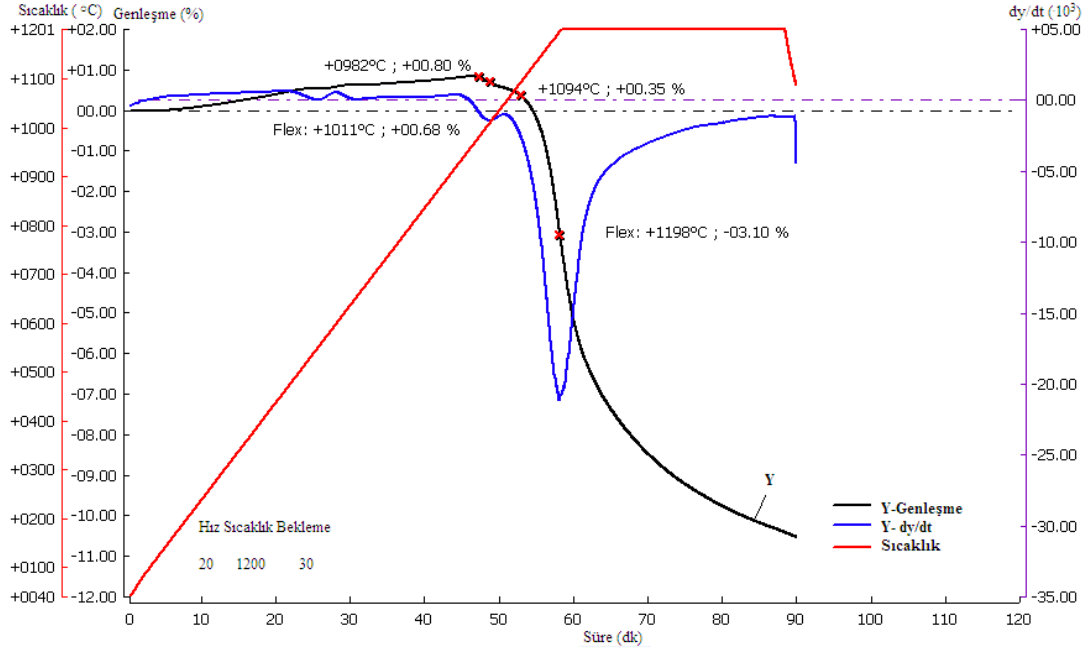


Şekil 5.26. Çizelge 5.16.'nin uygulanması ile elde edilen sıcaklığa karşılık % genleşme eğrileri

Üçlü faz denge diyagramında yakın kompozisyona sahip olan kaplama malzemeleri 30-40 dakika gibi kısa sürelerde çekmesini tamamlayıp şişmeye başlarken, yapılan analizlerde sağlık gereçleri bünyesinin şişmesi yaklaşık  $90^{\circ} \text{C}$  yukarıya ötelendiği tespit edilmiştir. Bu durum iki ürünün şekillendirme yöntemleri arasındaki farklılığı akıllara getirmiştir. Karo üretiminde çamur püskürtmeli kurutucularda granülize edildikten sonra preslenerek şekillendirilmekte ve granüllerin içindeki ve arasındaki boşluklar kapalı porozitelerin kaynağını oluşturmaktadır. Sağlık gereçleri ile aynı sinterlenme mekanizmasının (viskoz akış) meydana geldiği porselen karolarda, oluşan camsı faz bu porların içini doldurur ve sinterleme tamamlanır. Sıcaklık veya sürenin fazla olduğu durumlarda ise kapalı porozitenin içerisinde varolan gazın kısmi basıncı artar ve por çapı büyür, bu durum şişme (bloating) olarak anılmaktadır. Ürünlerde su emme (%) değerinde artış ve abartılı durumlarında yüzeyde ve ürün geometrisinde belirgin bozukluklar görülebilir. Dökümle şekillendirme sürecinde ise partiküllerin birbiri üzerine yığılması, dağıtıcı ortam olan suyun kalıp duvarına doğru olan hareketinden kaynaklanır. Partiküller arası mesafe daha az ve paketleme daha sıkıdır. Ayrıca çamur flokları arasındaki boşlukların, karodaki granül içi ve arasındaki boşluklardan daha az hacim kapladığı ve bu sebeple şişmenin zor olduğu düşünülmektedir. Bu durumun doğrulamasını yapmak üzere aynı sağlık gereçleri çamurundan döküm ve granülizasyon-presleme yöntemleri ile numuneler hazırlanmış ve sinterleme davranışları incelenmiştir. Malzemenin sinterleme davranışı sadece kompozisyon ve uygulanan rejim ile alakalı değildir ve şekillendirme yöntemi de büyük önem arz etmektedir. Bu durumda su emme (%) değerleri incelenerek, sinterleme eğrisinin türevinin ( $dy/dt$ ) sıfır olmadığı diğer eğrilerin de dikkate alınabileceği sonucuna varılabilir. **Şekil 5.26.**'da tespit edilen tepe sıcaklığında (fleks noktası  $\sim 1200^{\circ}\text{C}$ ) 30 dakika bekletilmek suretiyle sinterleme davranışları incelenmiştir. Bu analizler de **Şekil 5.26.** 'daki benzer biçimde çekmenin tamamlanmaması ile sonuçlanmıştır ancak yukarıda belirtilen sebeplerden dolayı ve fırın güvenliğini sağlamak üzere farklı bölgelerin karşılaştırılması için **Çizelge 5.17.**'deki rejim sabit rejim olarak belirlenmiştir.

Çizelge 5.17. Tepe sıcaklığında 30 dk. beklenen ısıtma programı

	Isıtma hızı (°C/dk)	Tepe sıcaklığı (°C)	Bekleme süresi (dk)	Fleks noktası sıcaklığı (°C)	Küçülme (%)	Su emme (%)
Rejim-3	20	1200	30	1198	-3,1	0,5

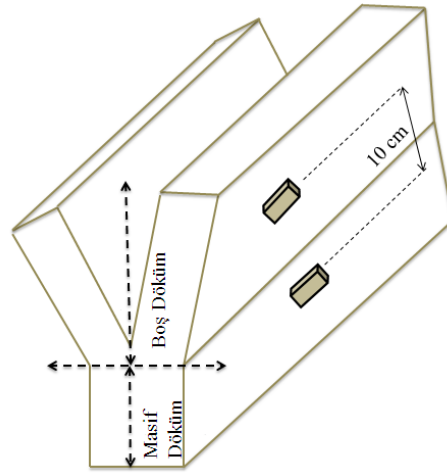


Şekil 5.27. Çizelge 5.17.'ye uygun yapılan optik dilatometre analizi sonucu

Malzemenin sinterleme davranışı, daha önce de bahsedildiği gibi tane boyutu ve şekillendirme yöntemiyle oldukça yakından ilişkilidir. Tanelerin paketlenmesine bağlı olarak sinterlemede gelişen reaksiyonlar değişim göstermektedir. Çalışmanın bu bölümünde ürün genelinde bölgelerin sinterleme davranışları incelenmiş ve karşılaştırılmıştır.

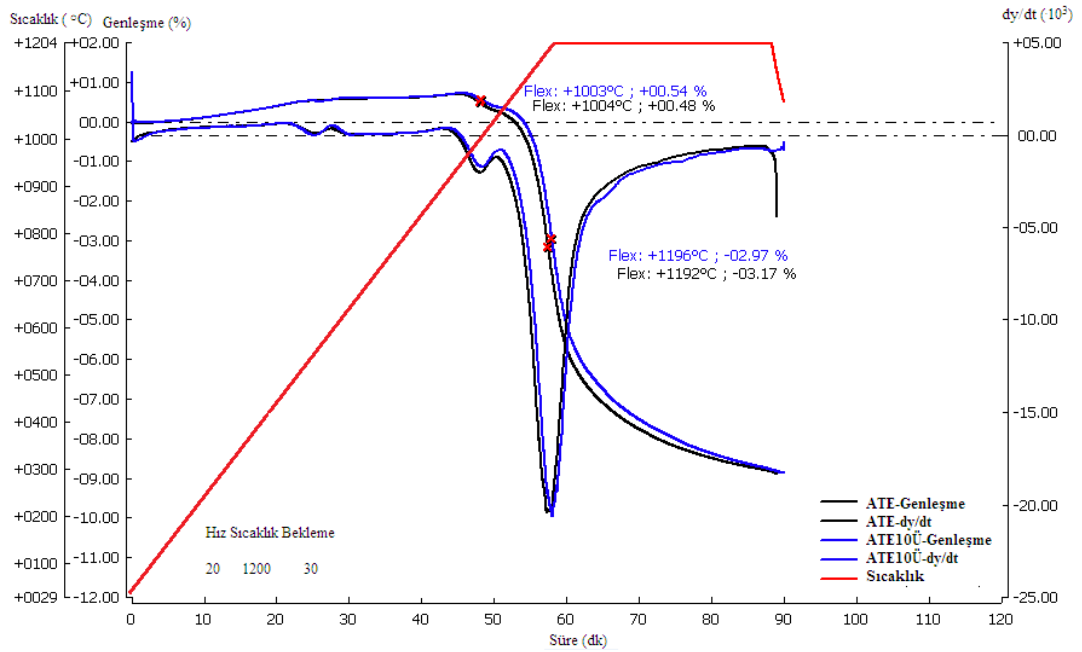
*i. Boş döküm - masif döküm karşılaştırması*

Boş ve masif döküm bölgeleri, şekillendirme yöntemi bakımından birbirinden farklıdır. Bu farklılığın sinterlemede meydana getirdiği sonuçları belirlemek için, aynı ürün üzerinden ve aynı hizadan aralarında 10 cm fark olan numuneler alınmış ve incelenmiştir. Numunelerin alındığı bölgelerin ürün üzerindeki konumları Şekil 5.28. 'de şematik olarak gösterilmiştir.



Şekil 5.28. Numune alınan boş ve masif döküm bölgelerinin şematik gösterimi

Şekil 5.28. ve Çizelge 5.18.'de görüldüğü üzere masif bölgenin sinterlemesinin en hızlı olduğu sıcaklık değeri  $1196^{\circ}\text{C}$ 'dir. Bu sıcaklık, viskoz akış en hızlı olduğu andır. Boş döküm bölgesinde bu değer  $1192^{\circ}\text{C}$ 'dir. Yaklaşık aynı kompozisyona sahip olduğu kabul edilen ve aynı doğrultudan alınan numunelerin fleks sıcaklığındaki küçülme % değerleri, boş döküm bölgesi için % -3,17 ve masif döküm bölgesi için % 2,97'dir.



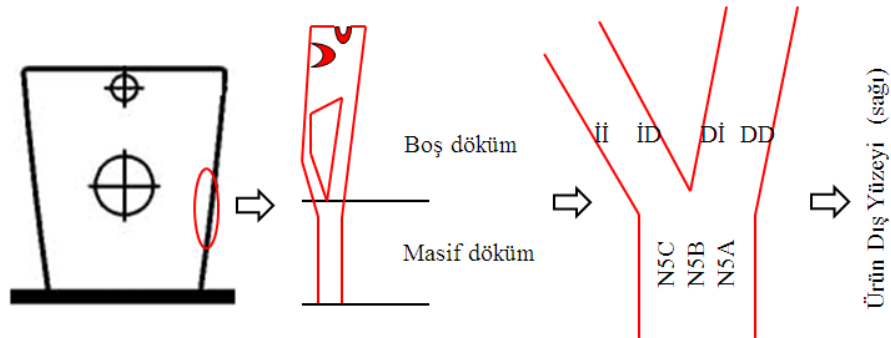
Şekil 5.29. Boş ve masif döküm bölgelerinden alınan numunelerin sinterlenme davranışı

Çizelge 5.18. Boş ve masif döküm bölgelerinin optik dilatometre analiz sonuçları

Analiz kodu	Konum	Şekillendirme	Flex Noktası -1		Flex Noktası-2	
			Flex Noktası Sıcaklığı-1 (°C)	Genleşme (%)	Flex Noktası Sıcaklığı-2 (°C)	Genleşme (%)
4108 ATE10Ü	Ene Paralel Tabandan 10 cm yukarısı	Boş Döküm	1004	+0,48	1192	-3,17
ATE	Ene Paralel Taban	Masif Döküm	1003	+0,54	1196	-2,97

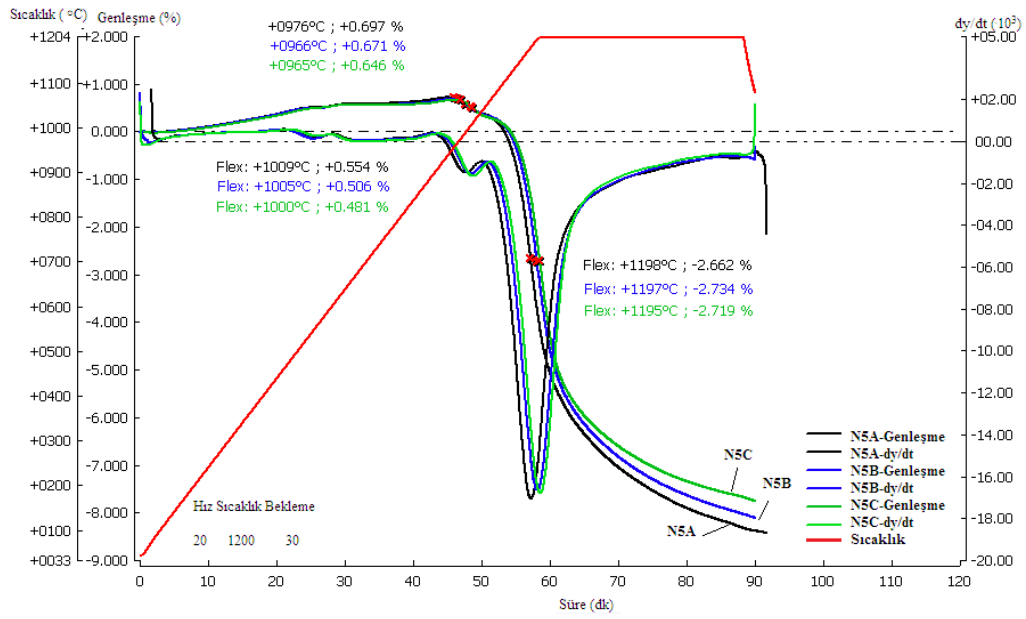
ii. *Masif döküm bölgesinde dışarıdan içeriye doğru sinterlenme davranışının değerlendirilmesi*

Boş ve masif döküm bölgelerinin kesiti boyunca sinterlenme davranışının belirlenmesinde kullanılan numunelerin ürün üzerindeki konumları Şekil 5.30. 'da şematik olarak gösterilmiştir.



Şekil 5.30. Boş ve masif döküm bölgelerinin kesiti boyunca incelenen numunelerin konumlarının şematik gösterimi

Masif döküm bölgesi dıştan içeriye doğru sırasıyla, N5A, N5B ve N5C numunlerine ayrılmıştır. Gerçekleştirilen ısıl analiz sonuçları **Şekil 5.31.** ve **Çizelge 5.19.** 'da verilmiştir. Sonuçlara göre masif bölgenin dışından içine doğru fleks sıcaklıkları azalmaktadır. N5A'nın fleks noktasındaki genleşme değeri % -2,66 ve fleks sıcaklığı 1198°C'dir. Dış bölgenin (N5A) küçülme miktarının, iç bölgelere (N5B ve N5C) nispetle düşük olması, bu bölgenin, alümina ve silika bakımından zengin kil ve kaolen tabakalarının sıkı paketlenmesinden kaynaklanmaktadır. N5B bölgesi iri tanelerin bulunduğu bölgedir bu sebeple ham paketlenmesi N5A bölgesine göre daha gevşektir ve diğer bölgelere göre daha fazla (% 2,73) küçülmüştür.



**Şekil 5.31.** Masif döküm bölgesinin kesiti boyunca analiz edilen numunelerin sinterlenme davranışı

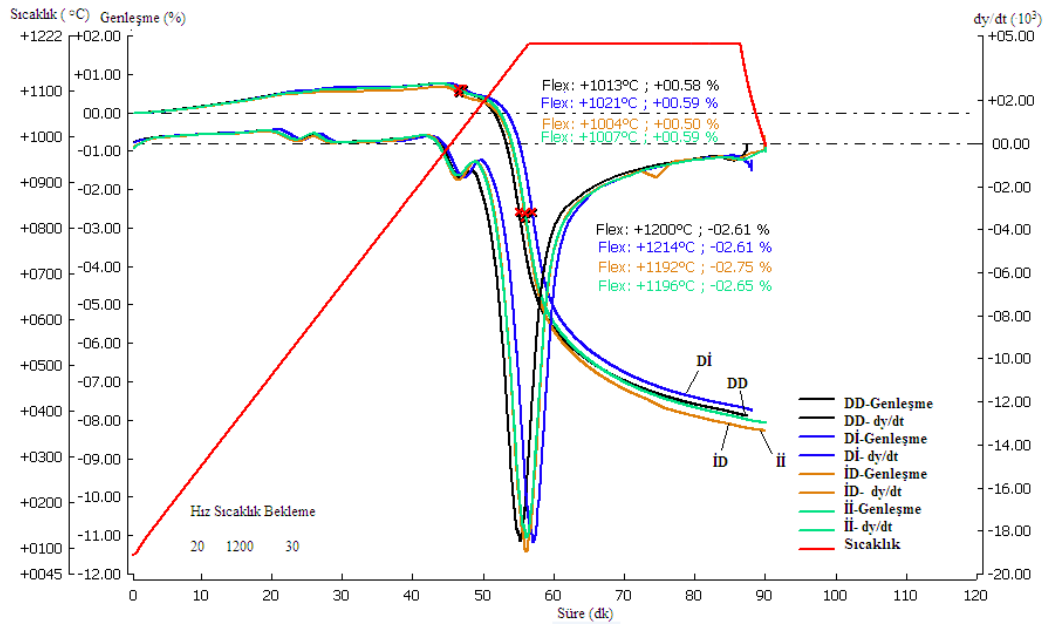
**Çizelge 5.19.** Masif döküm bölgesinin kesiti boyunca yapılan optik dilatometre analiz sonuçları

Analiz kodu	Flex Noktası -1		Flex Noktası-2	
	Flex Noktası Sıcaklığı-1 (°C)	Genleşme (%)	Flex Noktası Sıcaklığı-2 (°C)	Genleşme (%)
N5A	1009	0,55	1198	-2,66
N5B	1005	0,51	1197	-2,73
N5C	1000	0,48	1195	-2,72

*iii. Boş döküm bölgesinde dışarıdan içeriye sinterlenme davranışının değerlendirilmesi*

Boş döküm bölgelerinin kesiti boyunca sinterlenme davranışının belirlenmesinde kullanılan numunelerin ürün üzerindeki konumları **Şekil 5.30.** 'de şematik olarak sunulmuştur. Boş döküm bölgesi dıştan içeriye doğru sırasıyla, DD (dışın dışı), Dİ (dışın içi), İD (için dışı) ve İİ (için içi) numunelerine ayrılmıştır. Gerçekleştirilen ısıl analiz sonuçları **Şekil 5.32.** ve **Çizelge 5.20.** 'de verilmiştir. Sonuçlara göre boş döküm bölgesinin dışından içine doğru fleks sıcaklıkları önce artmış ve daha sonra azalmıştır. İç bölgelerin (Dİ, İD) kalıp ile teması yoktur ve ilk kek oluşumundan sonra paketlemeye katılan ve dış bölgelere göre daha kaba olan partiküllerden oluşmuşlardır. Kalıp ile temas eden DD ve İİ bölgeleri ise, ince partikülleri içermektedir. Kil ve kaolenlerce zengin bölgelerin yüksek miktarda alümina ve silika içermesinden ve tabakalı yapılarının şekillendirme aşamasında daha sıkı paketlenbilmesinden dolayı artan sıcaklık karşısında % küçülme miktarı daha düşük ve sinterleme hızlarının en yüksek olduğu nokta, fleks noktası, daha yüksektir. Burada dikkati çeken bir diğer nokta da, dışın içi ve için dışı arasındaki % küçülme ve fleks noktası farklılığıdır. Bu iki bölge, hacimleri

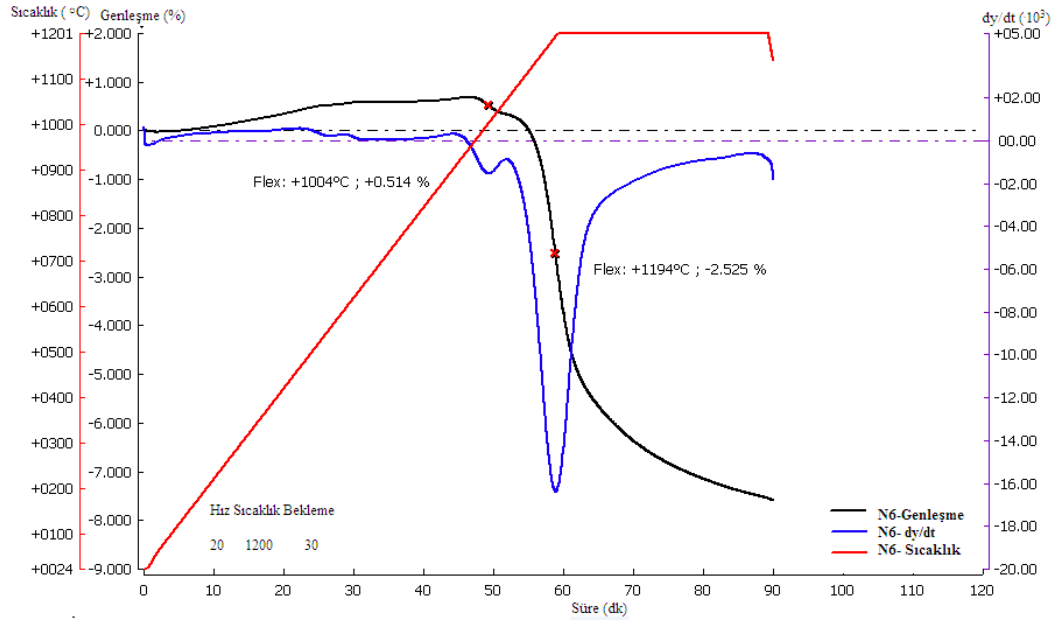
ve yüzey alanları aynı olmayan iki ayrı kalıp tarafından şekillendirilir ve alçı kalıpların hacimleri arasındaki farklılık kalıp çekim gücünü değiştirmektedir. Kalıbın çekim gücü hem gözenek miktarı ve boyutundan hem de kapiler etki ile emilen suyun transfer edileceği kalıp parçasının derinliğinden etkilenmektedir. Hacmi daha büyük olan kalıplarda suyun aktarımı daha uzun süreli ve daha hızlıdır. Kalıp duvarından taşınan su beraberinde ince tanecikler ile aspekt oranı yüksek tabakalı yapıdaki kil ve kaolenleride sürükler ve bu tanecikler kaba olanlara nispetle daha sıkı paketlenirler. Ayrıca mamulün ağırlığının da, şekillendirme sonrası normal ortamda bekleme süresi boyunca ve kurutma aşamasında paketlemeyi etkilediği **Şekil 5. 27.** 'deki Y bölgesinin sonuçlarından anlaşılmaktadır. Y bölgesi, analizi yapılan DD, bölgesi ile aynı dikey eksen üzerinde ve ürünün üst tarafındadır. DD bölgesi sinterlemenin en hızlı olduğu sıcaklığa (1200°C) erişene dek % 2,61 küçülürken üst bölge 1198°C'de % 2, 65 küçülmüştür. Benzer durum, **Şekil 5.27.** 'deki Y bölgesi ile **Şekil 5.33.** 'deki N6 bölgelerinin karşılaştırılması ile de görülebilir. Fleks noktası 1198°C olan Y % 3,1 küçülürken ürünün alt tarafında olan N6 1194°C'de % 2,53 küçülmüştür.



**Şekil 5.32.** Boş döküm bölgesinin kesiti boyunca analiz edilen numunelerin sinterlenme davranışı

**Çizelge 5.20.** Boş döküm bölgesinin kesiti boyunca yapılan optik dilatometre analiz sonuçları

Analiz kodu	Konum	Şekillendirme	Flex Noktası -1		Flex Noktası-2	
			Flex Noktası Sıcaklığı-1 (°C)	Genleşme (%)	Flex Noktası Sıcaklığı-2 (°C)	Genleşme (%)
<b>DD</b>	Boya Paralel Dışın Dışı	Boş Döküm-1Kalıp	1013	0,58	1200	-2,61
<b>Dİ</b>	Boya Paralel Dışın İçi	Boş Döküm-Kalıp ile temas yok	1021	0,59	1214	-2,61
<b>İD</b>	Boya Paralel İçin Dışı	Boş Döküm-Kalıp ile temas yok	1004	0,50	1192	-2,75
<b>İİ</b>	Boya Paralel İçin İçi	Boş Döküm-1Kalıp	1007	0,59	1196	-2,65
<b>Y</b>	Boya Paralel Yan Yüzey	Boş Döküm-1Kalıp	1011	0,68	1198	-3,1



Şekil 5.33. Boya paralel numunenin sinterlenme davranışı

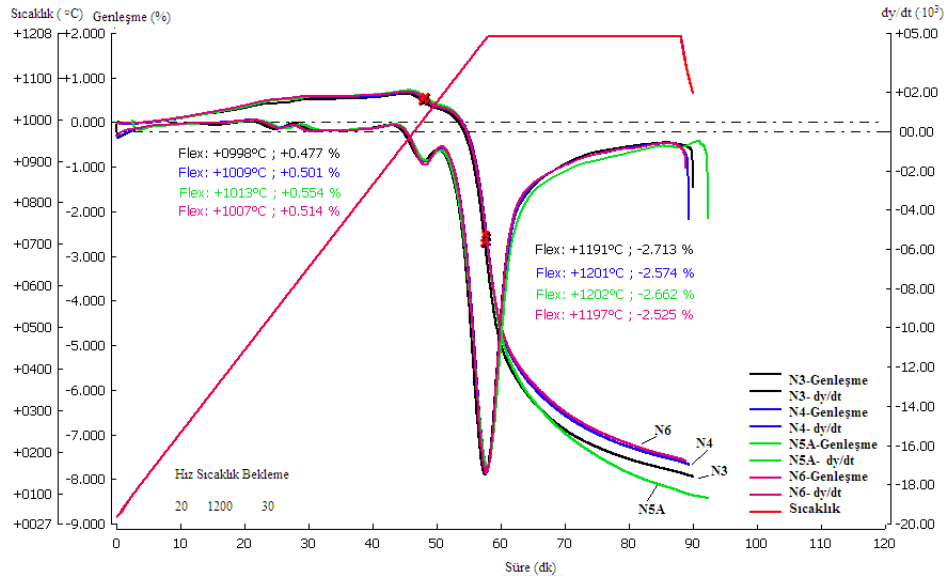
Çizelge 5.21. Boya paralel numunenin optik dilatometre analiz sonucu

Analiz kodu	Flex Noktası -1		Flex Noktası-2	
	Flex Noktası Sıcaklığı-1 (°C)	Genleşme (%)	Flex Noktası Sıcaklığı-2 (°C)	Genleşme (%)
N6	1004	0,51	1194	-2,53

Kalıp sayısının, paketlenme ve dolayısıyla küçülmeler üzerindeki etkilerinin belirlenmesi için boş ve masif bölgelerden farklı sayıda kalıpların şekillendirdiği numuneler alınmış ve analiz edilmiştir. Şekil 5.34.'de optik dilatometre sonuçlarında görüldüğü üzere, kalıp sayısının artması ile numunelerin fleks sıcaklıklarındaki çekme miktarları azalmaktadır. Özellikle N4 bölgesi, 3 kalıp tarafından şekillendirilen boş- masif döküm bölgesidir ve burası hem üzerindeki tüm aksenal yükleri taşıyarak hem de çok yüksek bir kalıp çekim gücünden dolayı başlangıçta çok sıkı paketlenmiştir ve bu sebeple pişirim

esnasında daha az küçülme davranışı sergilemiştir. İkisi de tek kalıp tarafından şekillendirilen N3 ve N6 numunelerinden N3 ürünün üst kısmındadır ve paketlemesi üzerindeki bölgenin yükünü taşıyan N6'ya göre daha gevşektir.

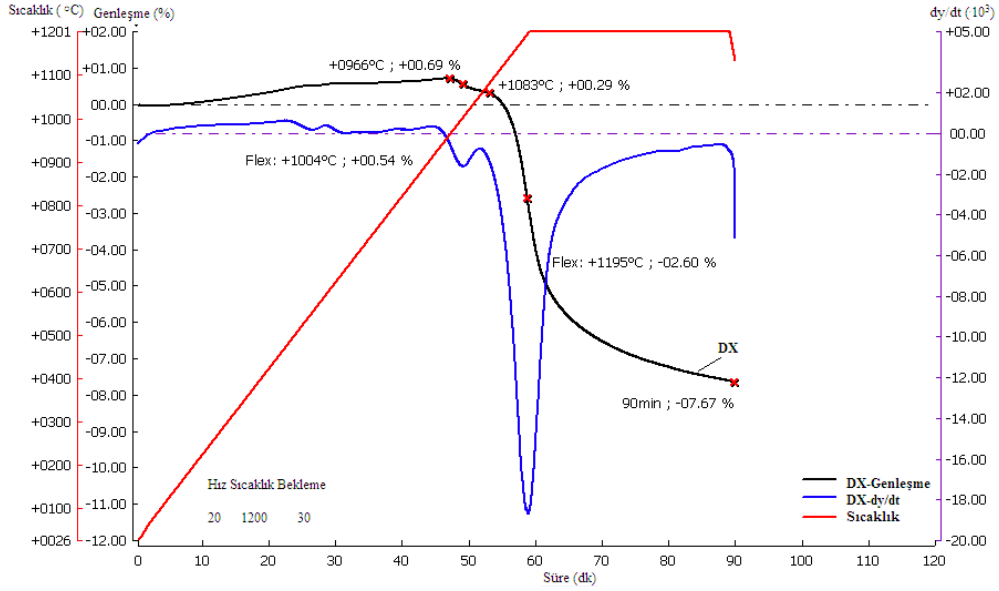
Ürün genelinde tane boyut dağılımının incelendiği kısımda, kalıbın dolumu esnasında ince partiküllerin ilk seviye alan bölümlerde daha fazla olduğu sonucuna varılmıştı, bu durumun sinterleme davranışı üzerine olan etkisinin belirlenmesi için masif dökümle ve 3 kalıp tarafından şekillendirilen N4 numunesi ile aynı özelliklerdeki sifon altından alınan DX numunesi karşılaştırılmıştır. İki numune de aynı yüksekliktedir ve % küçülme değerleri benzerdir (Şekil 5.35. ve Çizelge 5.23.).



Şekil 5.34. Farklı sayıdaki kalıplar tarafından şekillendirilen bölgelerden alınan numunelerin sinterlenme davranışı

**Çizelge 5.22.** Farklı saydaki kalıplar tarafından şekillendirilen bölgelerden alınan numunelerin optik dilatometre analiz sonucu

Analiz kodu	Konum	Şekillendirme	Flex Noktası -1		Flex Noktası-2	
			Flex Noktası Sıcaklığı-1 (°C)	Genleşme (%)	Flex Noktası Sıcaklığı-2 (°C)	Genleşme (%)
N3	Boya Paralel Yan Üst	Boş Döküm-1 Kalıp	998	0,48	1191	-2,71
N4	Hazne Bileşim	Masif Döküm-3 Kalıp	1009	0,5	1201	-2,57
N5A	Ene Paralel Taban	Masif Döküm-2 Kalıp	1013	0,55	1202	-2,66
N6	Boya Paralel Yan Alt	Boş Döküm-1 Kalıp	1007	0,51	1197	-2,53



**Şekil 5.35.** Sifon arkasından alınan numunenin sinterlenme davranışı

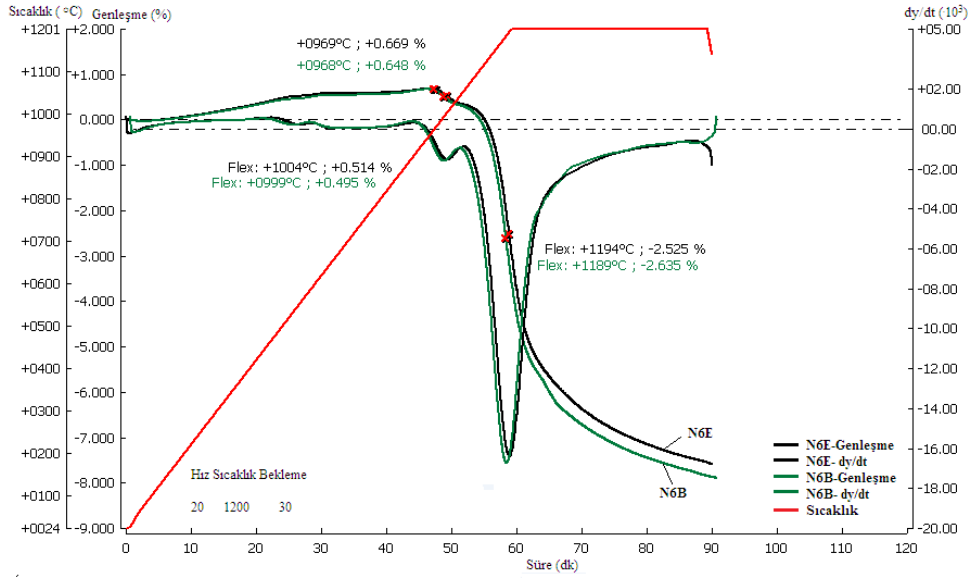
**Çizelge 5.23.** Sifon arkasından alınan numunenin optik dilatometre analiz sonucu

Analiz kodu	Flex Noktası -1		Flex Noktası-2	
	Flex Noktası Sıcaklığı-1 (°C)	Genleşme (%)	Flex Noktası Sıcaklığı-2 (°C)	Genleşme (%)
DX	1004	0,54	1195	-2,6

DX: Sifon arkası

*iv. Aynı bölgenin yatay ve dikey ekseninde sinterlenme davranışının değerlendirilmesi*

Aynı bölgede ve aynı sayıda kalıp tarafından şekillendirilmiş çamurun X(enine) ve Z yönlerinde (boyuna) sinterleme davranışı incelenmiş ve optik dilatometre sonuçları **Şekil 5.36.** ve **Çizelge 5.24.**' de verilmiştir. X eksenine paralel olan N6E numunesi daha % 2, 64 küçülürken Z eksenine paralel olan N6B numunesi % 2,64 küçülmüştür. Bu durum mamül ağırlığının ve çamur akışından dolayı taneciklerin oryantasyonunun başlangıç paketlenmesi ve kuruma sıkışması üzerindeki etkilerini işaret eder. Tabakalı yapıdaki hammaddeler kalıp duvarına doğru sürüklendiklerinde üstüste yığılırlar ancak Z eksenindeki numunelerde olduğu gibi bir ağırlık kuvveti sıkıştırmak üzere etki etmez. Kurutmanın başlangıcında bu tabakalar yine suyun taşınımı ile hareket eder ve sıkıştırlar ancak bu kuvvet yine ağırlığın etkisinden çok daha zayıftır, bu sebeple numune pişirim aşamasında enine daha fazla büzülmemektedir.



Şekil 5.36. Aynı bölgeden alınan yatay ve dikey numunelerin sinterlenme davranışı

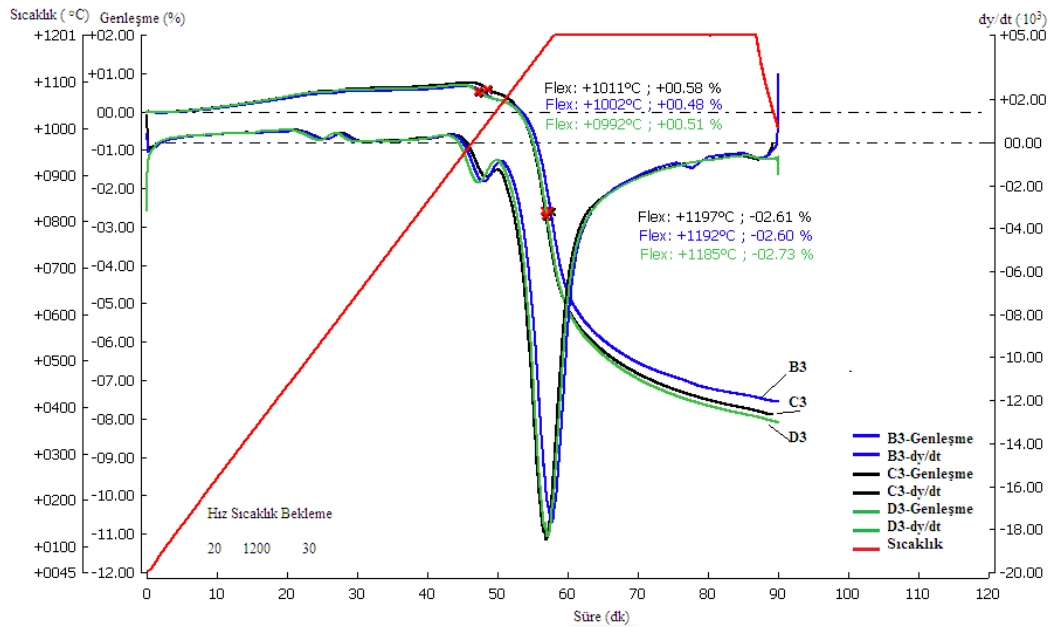
Çizelge 5.24. Aynı bölgeden alınan dikey ve yatay numunelerin optik dilatometre analiz sonucu

Analiz kodu	Flex Noktası -1		Flex Noktası-2	
	Flex Noktası Sıcaklığı-1 (°C)	Genleşme (%)	Flex Noktası Sıcaklığı-2 (°C)	Genleşme (%)
N6B	1004	0,51	1194	-2,53
N6E	999	0,49	1189	-2,64

N6E: ene paralel, N6B: boya paralel

v. Aynı yatay eksende ürünün arkadan öne doğru sinterlenme davranışının değerlendirilmesi

Ürünün arkasından öne doğru aynı yatay eksen üzerinden numuneler alınmış ve sinterleme davranışları incelenmiştir. Flex sıcaklıkları arkadan öne doğru azaldıkça bu sıcaklıktaki % küçülme değerleri de artış göstermektedir (Şekil 5.37. ve Çizelge 5.25.). Bu durumun ilgili bölgelerdeki kalıp sayısının arkadan öne doğru giderek azalması yani yapının başlangıç paketlenmesinin zayıflaşması ile alakalı olduğu düşünülmüştür.



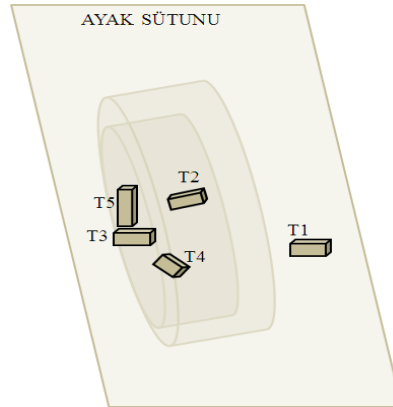
Şekil 5.37. Aynı yatay eksende ürünün arkadan öne doğru sinterlenme davranışı

Çizelge 5.25. Aynı yatay eksen üzerinde ürünün arkasından önüne doğru alınan numunelerin optik dilatometre analiz sonucu

Analiz kodu	Flex Noktası -1		Flex Noktası-2	
	Flex Noktası Sıcaklığı-1 (°C)	Genleşme (%)	Flex Noktası Sıcaklığı-2 (°C)	Genleşme (%)
B3	1011	0,58	1197	-2,61
C3	1002	0,48	1192	-2,60
D3	992	0,51	1185	-2,73

vi. *Takoz bölgesi ve çevresinin sinterlenme davranışının değerlendirilmesi*

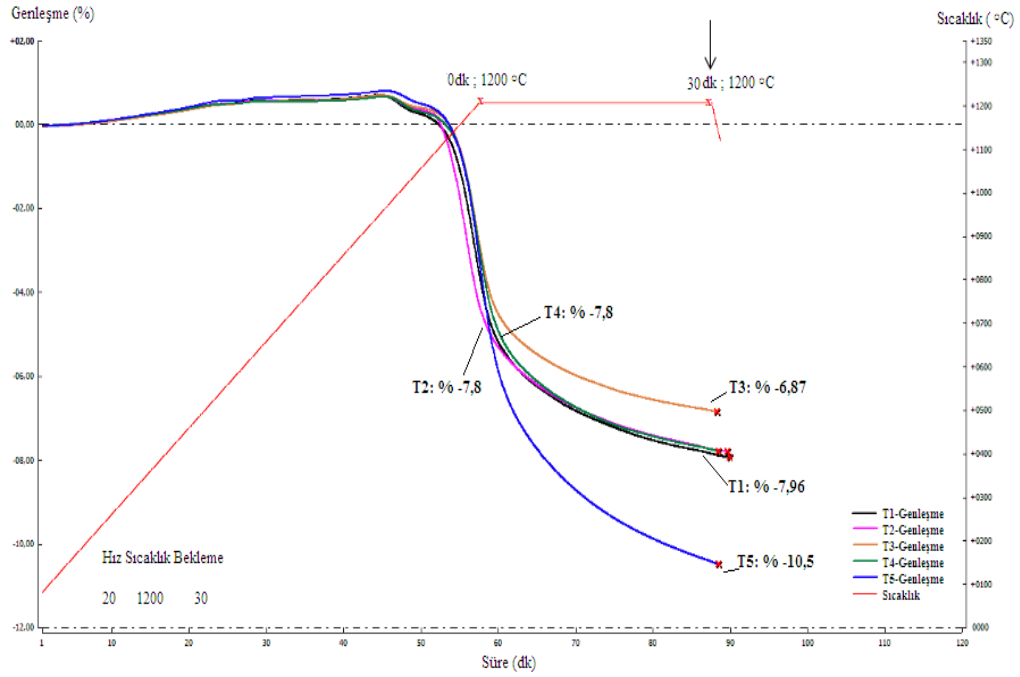
Pişmiş üründe takoz çevresinde belirgin biçimde görünüm farklılığı olmasından dolayı, farklı paketlenen bölgelerden numuneler alınmış ve sinterlenme davranışları incelenmiştir. Paketlenmenin, özellikle fazla sayıda kalıbın olduğu bölgelerde, kil tabakalarının yönlenmesine ilişkin biçimde farklılaştığı literatürde belirtilmektedir. Bu sebeple yaklaşık aynı yükseklikten numuneler alınarak incelenmiştir. Numunelerin alındığı konumlar şematik olarak **Şekil 5.38.**'de sunulmuştur. Fleks noktalarının 1195 - 1200°C arasında olduğu tespit edilen T1, T2, T3, T4 ve T5 bölgelerinin pişirim esnasındaki davranışlarını daha detaylı incelemek için tepe sıcaklığına ulaştıkları andaki (0.dk.) ve 1200°C'de 30. dk.'daki küçülme değerleri araştırılmıştır. Önceki analizlerde, boş döküm bölgelerinin masif bölgelere göre daha fazla küçüldüğü, Z eksenine paralel bölgelerin X eksenine paralel bölgelerden daha fazla küçüldüğü tespit edilmişti. Ancak **Çizelge 5.26.**'da 'te T3 ve T5 bölgelerine yoğunlaştığında, eliptik şekilli takozun ayak yüzeyindeki varlığının, mamulün ilgili bölgesinin yük altındaki kuruma yoğunlaşmasını engellediği ve o bölgede yük taşıyıcı görevi gördüğü anlaşılmaktadır. Bu bölgede şekillenen çamur keki, kurutma esnasında, takozun oluşturduğu masif bölgenin hareketine izin verdiği ölçüde küçülür ve bu değer eşdeğer diğer bölgelere göre çok daha azdır. Küçülmenin büyük bir bölümü pişirim sırasında ve çok aniden gerçekleştiği için ürün yüzeyindeki iz takoz ile aynı geometride ve çok belirgin olarak karşımıza çıkmaktadır.



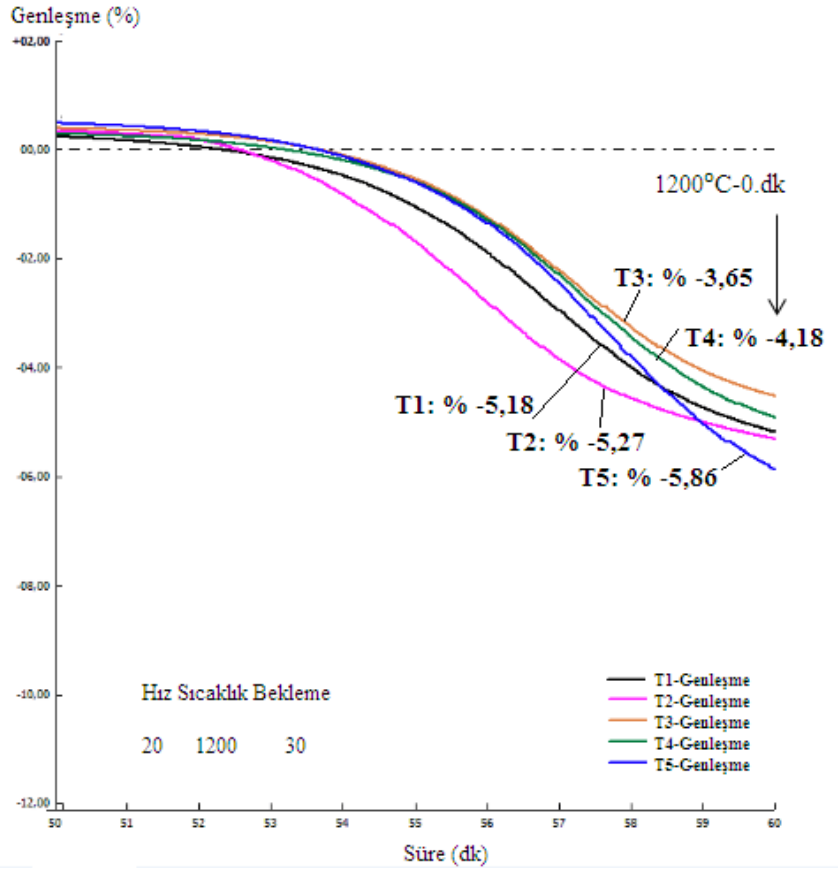
**Şekil 5.38.** Takoz ve çevresindeki bölgelerden alınarak incelenen numunelerin konumlarının şematik gösterimi

**Çizelge 5.26.** Takoz bölgesinden alınan numunelerin optik dilatometre analiz sonucu

Analiz kodu	Konum	Şekillendirme	1200°C'de Genleşme (%)	
			0.dk	30.dk
T1	Ene paralel (öne doğru) takoz yanı	Boş Döküm-1 Kalıp	5,18	7,96
T2	Takoz üçlü birleşim	Masif Döküm-3 Kalıp	5,27	7,80
T3	Ene paralel takoz gövdesi	Masif Döküm-2 Kalıp	3,65	6,88
T4	Takoz köşe xy birleşimi	Masif Döküm-3 Kalıp	4,18	7,80
T5	Boya paralel takoz gövdesi	Masif Döküm-2 Kalıp	5,86	10,5



**Şekil 5.39.** Tepe sıcaklığında 30. dk 'da % küçülme değerleri ve eğrilerin relatif durumu

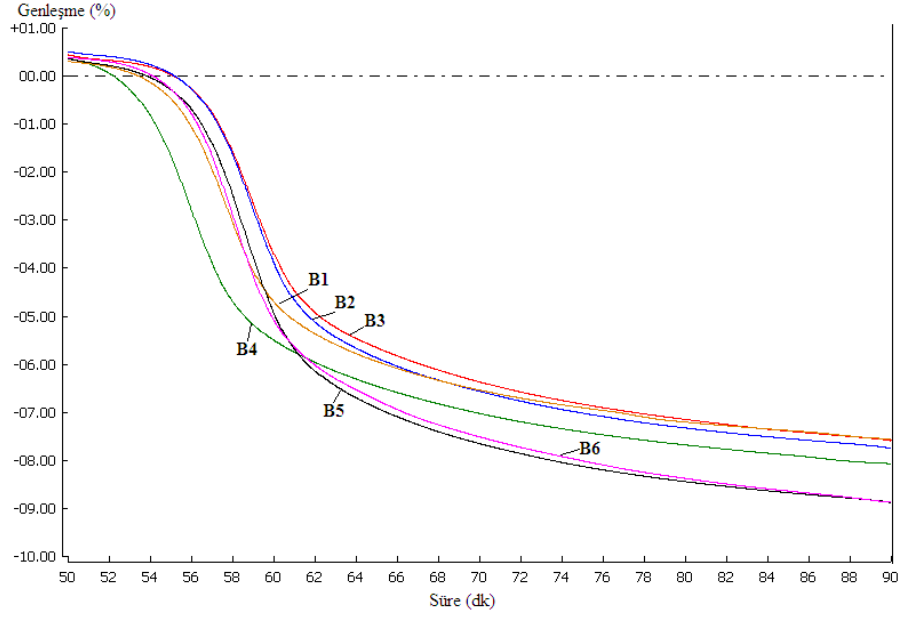


Şekil 5.40. Tepe sıcaklığında 0. dk 'da % küçülme değerleri ve eğrilerin relatif durumu

Yürütülen tane boyut ölçüm çalışmaları ile optik dilatometre analizlerini özetlemek gerekirse, ürünün farklı küçülme davranışı sergileyen bölgelerinin % küçülme eğrileri Şekil 5.25.'de görülmektedir ve bu bölgeler Şekil 5.23.'de ürün üzerinde yerleri görülen bölgeler(Bölüm 5.3.2.) ile özdeşleştirilebilir. B4 eğrisi iri hammaddelerin bulunduğu boş dökümün iç kısmının % genleşme eğrisidir. Burada yer alan feldispat ve kuvars gibi kaba tanelerin başlangıç paketlenmesi zayıftır ve sıcaklığın artışı ile birlikte oluşan camsı fazın etkisi sonucunda buradaki viskoz akış hızlıdır. Küçülme, diğer bölgelere göre daha erken başlar ve bu iri tanelerin paketlenmesinin hızla tamamlanmasının ardından yavaşlar. B2 eğrisi de B4'e benzer biçimde boş dökümün iç kısmıdır ancak, paketlenmeyi sağlayan kalıbın hacmi ve dolayısıyla çekim gücüne istinaden kaba partiküllerin yanı sıra daha fazla ince partikül içermektedir. Kil ve kaolence zengin olan bu bölgede küçülme daha geç başlar ve camsı faz daha yüksek bir viskozite değerine sahiptir. Akış, müllit fazının varlığına dayalı biçimde daha yavaş ve küçülme,

başlangıç paketlemesinin yüksek olmasından dolayı daha azdır. B1 ve B3 eğrileri ürünün boş döküm bölgesinin sırasıyla üst ve alt kısımlarına aittir. B3 bölgesi kalıptan alındıktan sonra, B1 bölgesinin ağırlığı altında sıkışmaya devam etmiştir. B1 bölgesi, tıpkı B4’de olduğu gibi, yapının gevşekliğinden dolayı hızla küçülebilmektedir. Optik dilatometre ile yapılan analizde küçülme davranışı tepe sıcaklığında, 30 dk süre ile takip edilmiştir. Bu aşamanın endüstriyel ölçekte uzun süreli oluşu kristal-camsı faz süspansiyonunun reaksiyonlarının etkinliğini arttırmakla birlikte boyut ve ağırlığın da etkisi sonucunda gözle görülebilir belirginlikte küçülme ve deformasyonlar oluşmaktadır. Özellikle gövdenin ayak kısmı ile birleştiği alandaki boğum izinin oluşum sebebi B5 ve B6 bölgelerinin diğer bölgeler ile karşılaştırması sonucunda kolaylıkla açıklanabilmektedir. Bu iki eğri, üründe ene paralel olacak biçimde alınmıştır ve boya paralel (B1,B2, B3,B4) bölgelerin aksine, paketlenme biçimleri yalnızca ürünün et kalınlığı alması sırasındaki kalıbın kapiler çekim etkisi, tahliye ve sıkıştırma havasının uyguladığı basınç ve kuru küçülmedir. Boya paralel alınan numunelerde ise ürün ağırlığı paketleme yoğunluğunu geliştiren önemli bir etkidir. Uygulanmış olan kısa süreli ısıtma programında elde edilen küçülme değeri %1 farklı gibi görünse de bağıl değişim %12,5’tur. Sürecin endüstriyel pişirimde gerçekleşmesi halinde Şekil 6.9. ve Şekil 6.10. ‘da görülen belirginlikteki boğum izleri ile karşılaşılmaktadır.

Optik dilatometre analiz sonuçları göstermektedir ki, uygulanan ısıtma hızı, tepe sıcaklığı ve süresi kadar bünyenin şekillendirildiği yöntem de bünyenin yoğunlaşma davranışını önemli ölçüde değiştirmektedir. Aynı çamurdan üretilen ancak farklı sayıdaki kalıp tarafından oluşan kekler farklı sinterlenme davranışı sergilemektedirler. Benzer biçimde numunenin, bünyenin hangi yüksekliğinden (alt veya üst) ve derinliğinden (yüzey veya iç kısımlar) alındığı, incelenen bölgedeki tanelerin temaslarının değişmesinden dolayı oluşacak reaksiyonları ve bu reaksiyonların oluşum zamanını farklılaştırmaktadır.



**Şekil 5.41.** Farklı paketlenme özelliğindeki ürün bölgelerinin % küçülme değerleri ve eğrilerin relatif durumu

### 5.3.6. Su emme sonuçları

Ürünün farklı sayıda kalıp tarafından paketlenen bölgeleri, farklı sinterleme mekanizmasına sahip olduğundan pişirim sonunda yoğunluk ve dolayısıyla su emme değerlerinin farklı olması öngörülür. Farklı ürünlerin (5 adet), aynı bölgelerinden alınan boş döküm, boş – masif birleşim bölgesi, ayak bölgesi ve yüzey bölgesinden alınan numunelerin su emme değerleri belirlenmiştir. **Çizelge 5.27.**'de verilen sonuçlarda da görüldüğü gibi, şekillendirmenin sağlandığı kalıp sayısı arttıkça çamur daha sıkı paketlenir ve başlangıç yoğunluğunun yüksek olmasına bağlı olarak su emme değeri azalır. Ürün bazında su emmenin değişkenliğini görmek üzere aynı kalıpta üretilen üründen ardışık günlerde numune alınmış ve 3 üründen su emme değerleri ölçülmüştür. Numunelerden ortalama değere sahip olanın ölçümleri Seramik Araştırma Merkezi laboratuvarlarında tekrarlanmıştır. Deneme 2 kalıpta yapılmıştır. Numunelerin alındığı bölgelerin konumları **Şekil 5.41.**'de, su emme

(%), görünen gözeneklilik (%), görünen bağıl yoğunluk ve hacim kütlesi değerleri çizelge **Çizelge 5.27.** 'de verilmiştir.

**Çizelge 5.27.** Ürünün farklı bölgelerinin su emme (%) değerleri

Bölge	Su Emme (%)	Şekillendirme Biçimi
Boş döküm	0.30, 0.35, 0.34, 0.33, 0.32 <sup>a</sup> 0.33 <sup>b</sup>	Boş döküm-1 kalıp
Yüzey	0.14, 0.14, 0.16, 0.16, 0.15 <sup>a</sup> 0.15 <sup>b</sup>	Masif- 2 kalıp
Boş- Masif Birleşimi	0.14, 0.14, 0.16, 0.13, 0.15 <sup>a</sup> 0.14 <sup>b</sup>	Masif-3 kalıp
Ayak	0.06, 0.07, 0.10, 0.09, 0.07 <sup>a</sup> 0.08 <sup>b</sup>	Masif-3 ve fazla kalıp

a: Ölçülen değer (%), b: 5 değerlerin ortalaması (%)

	Sağ Ayak	Sağ Yan	Ön Orta	Sol Yan	Sol Ayak
<b>Yukarıdan Aşağıya</b>	<b>1</b>	<b>2</b>	<b>5</b>	<b>8</b>	<b>9</b>
			<b>6</b>		
	<b>3</b>	<b>4</b>		<b>10</b>	<b>11</b>
			<b>7</b>		

**Şekil 5.41.** Ürünün farklı bölgelerinden alınan numunelerin konumlarının şematik gösterimi

**Çizelge 5.28.** 1.Kalıptan alınan ürünün farklı bölgelerinin su emme (%), görünen gözeneklilik (%), görünen bağıl yoğunluk ve hacim kütlesi değerleri (3 değer ortalaması)

Numune Kodu	Su Emme (%)	Görünen Gözeneklilik (%)	Görünen Bağıl Yoğunluk (g/cm <sup>3</sup> )	Yığınsal Yoğunluk (g/cm <sup>3</sup> )
1	0,1	0,23	2,35	2,35
2	0,06	0,15	2,36	2,36
3	0,32	0,75	2,34	2,33
4	0,26	0,61	2,35	2,34
5	0,26	0,62	2,36	2,34
6	0,39	0,91	2,34	2,32
7	0,35	0,81	2,34	2,32
8	0,19	0,44	2,35	2,34
9	0,08	0,2	2,35	2,35
10	0,22	0,51	2,34	2,33
11	0,13	0,29	2,35	2,34

**Çizelge 5.29.** 2.Kalıptan alınan ürünün farklı bölgelerinin su emme (%), görünen gözeneklilik (%), görünen bağıl yoğunluk ve hacim kütlesi değerleri (3 değer ortalaması)

Numune Kodu	Su Emme (%)	Görünen Gözeneklilik (%)	Görünen Bağıl Yoğunluk (g/cm <sup>3</sup> )	Yığınsal Yoğunluk (g/cm <sup>3</sup> )
1	0,26	0,6	2,36	2,35
2	0,14	0,33	2,35	2,34
3	0,25	0,59	2,35	2,33
4	0,38	0,89	2,35	2,33
5	0,24	0,56	2,35	2,34
6	0,29	0,67	2,34	2,33
7	0,3	0,69	2,34	2,33
8	0,26	0,6	2,35	2,33
9	0,36	0,83	2,34	2,32
10	0,14	0,34	2,35	2,34
11	0,08	0,19	2,35	2,35

#### 5.4. Bölüm Sonuçları

Boğum hatasının tespitine yönelik gerçekleştirilen çalışmaların sonucunda şu bilgiler elde edilmiştir;

Ürün yüzeyinde tespit edilen görsel farklılıkların karşılaştırılması ve boğum izlerinin sayısal değerler ile ifade edilmesi amacıyla ürün yüzeyinde tasarım tarağı ve sentil çakısı kullanılmıştır.

Bölgelerin kimyasal bileşimi, yöne bağlı olarak, ayırt edilebilir bir değişim göstermemektedir. Pişirim sonucunda meydana gelen görsel farklılıklar, tanelerin kalıp içerisindeki ortantasyonundan kaynaklanmaktadır.

Farklı sayıdaki kalıp tarafından paketlenen bölgelerde yapılan ısı analiz sonuçlarına göre, yüzeye paralel (X yönü) bölge, diğer bölgelere göre daha düşük sıcaklıklarda kaolen-metakaolen dönüşümü ve müllit oluşumu sergilemiştir. Bu bölgeler arasında paketlenme farklılıkları olduğunu işaret eder ve tane boyut analiz sonuçlarıyla desteklenmektedir. Tane boyut analiz sonuçları Ferreira (1998)'nın bulguları ile uyumlu biçimdedir. Ürün kesiti boyunca, kalıp tarafından itibaren ince tanecikleri kaba taneler takip etmektedir. Ürünün çeşitli bölgelerinde ortalama tane boyutu konuma bağlı olarak değişmektedir. Ürünün üst kısmında, ringin ortasından kapak oturma yüzeyine doğru tane boyutu artar. Ön ve yan cidarda alttan üste doğru tane boyutu artar. Ürünün alt ve yan cidarında, dıştaki boş döküm bölgesi içteki boş döküm bölgesine oranla daha ince tanelerden oluşmaktadır. İç kısımdaki boş döküm bölgesinde tane boyut değeri ortadan arkaya doğru irileşmektedir. Bu durumun, kalıbın tezgaha montajlanması sırasında uygulanan açıdan ve çamurun dolumu sırasında öncelikli olarak ince partiküllerin ürünün önünden arkasına ve aşağıdan yukarıya doğru seviye kazanmasından kaynaklandığı belirlenmiştir. Ayrıca, yerçekimi sonucu segregasyona rastlanmayışı, birikim (clogging) etkisi ve çamur besleme yolluklarının sağladığı karıştırma etkisiyle ilişkilendirilmiştir. Aynı tezgâh üzerindeki kalıplarda, tanktan uzaklaştıkça ortalama tane boyutu azalmaktadır. Bu durum tankın üst kısmında bulunan ince partiküllerin kollektöre önce dolmasından kaynaklanmıştır.

Boğum hatalarının kurutma rejimine bağlı olarak değişim gösterdiği belirlenmiştir. Kısa sürede yüksek ısıtma hızıyla yapılan kurutma aşamaları, boğum hatalarının artışı ile sonuçlanmış ve mamüllerde çatlaklar gözlemlenmiştir. Çatlakların sebebi, büyük boyutlu ve karmaşık şekilli ürünlerde hızlı su transferinin meydana getirdiği gerilimlerdir. Isıtma hızının yüksek ve sürenin az olması farklı tane paketleme özelliğinde olan boş döküm, masif döküm ve geçiş bölgelerinde kuru küçülmenin farklı hızlarla tamamlanmasını doğurur ve boğum izlerinin artışı anlamlıdır. Mamül kalıptan alındıktan sonra ortamda bekleme pozisyonuna bağlı olarak boğum izlerinin şiddeti değişir. Bu durum hidroplastik deformasyondan dolayıdır. Mamül ortamda ters pozisyonda bekletilerek aynı pozisyonda kurutulduğunda, hazne ile ayağın iç cidarındaki boğum izi içeriye doğru belirginleşir. Sırt üstü pozisyonda bekleme ve kurutma ise ön yüzeyin alt kısmındaki boğumun içeri doğru belirginleşmesi ile sonuçlanır. Ortamda standart pozisyonunda bekleyen ürünlerin kurutmada ters ve sırt üstünde bekletilmesi aynı etkiyi sağlamaz. Sonuç olarak boğum izinin oluşmasında, mamulün ağırlık merkezinin değiştirilmesi sonucundaki hidroplastik deformasyon, kurutma aşamasındaki küçülmelerden daha fazla etkindir. Kalıptan alınan veya kurutmadan çıkan ürüne uygulanan rötüş işlemlerinin boğum hatalarını ortadan kaldırmadığı belirlenmiştir.

Boğum hatasının en belirginleştiği aşamanın pişirim olduğu belirlenmiştir. Pişirim pozisyonuna bağlı olarak hatanın değişimi, kurutma denemelerinin sonuçları ile uyumludur. Öne ve arkaya yatık pişirimler sonucunda da boğum izlerinin paketlenme aşamasında olduğu doğrulanmıştır. Ayrıca, izin taşıdığı yük miktarına bağlı olarak belirginliğinin değiştiği gözlemlenmiştir. Boğum izleri, camsı fazın olduğu 1100°C'de belirginleşmeye başlamakta ve camsı fazın viskozitesinin azaldığı 1150°C'den itibaren şiddetlenerek artmaktadır. Bu durum farklı paketlenen ve dolayısıyla farklı kuru küçülmeye sahip bölgelerde oluşan camsı fazların, ilgili bölgelerin sürünme ve pişme küçülmesi hızlarını değiştirmesiyle ilişkilendirilmiştir. Ürünün farklı paketlenmiş bölgelerinin sinterleme davranışları optik dilatometre analizleriyle belirlenmiştir. Boş döküm bölgelerindeki viskoz akışın en hızlı olduğu andaki (fleks noktası) sıcaklık ve % küçülme değerinin masif döküm bölgesine oranla daha yüksek olduğu

belirlenmiştir. Masif döküm bölgesinin kesiti boyunca yapılan analizlerde fleks sıcaklıkları dışarıdan içeriye doğru azalmaktadır. Kimyasal analiz ve tane boyut ölçüm sonuçlarından da bilindiği gibi, bu durum kil ve kaolen gibi ince taneli alümina silikatların masif döküm bölgesinin dışında yer almasından dolayıdır. İri taneli hammaddelerin yer aldığı ve paketlemenin yan cidarlara göre daha gevşek olduğu orta kısımda en yüksek % küçülme değerleri saptanmaktadır. Boş döküm bölgesinin kesiti boyunca fleks sıcaklıklarının önce arttığı sonra azaldığı belirlenmiştir. Kalıpla temas eden ve ince taneli hammaddelerin paketlenildiği en iç ve en dış bölgeler, başlangıç paketlemelerinin daha sıkı olması nedeniyle daha az küçülmektedir. Viskoz akışın en hızlı olduğu sıcaklık değeri, bu bölgelerde daha yüksektir. Bu durum kil ve kaolenlerin bileşimini oluşturan alümina ve silikanın ergime sıcaklığının yüksek olmasından kaynaklanmaktadır. Kalıplarla teması olmayan orta bölgelerin fleks noktaları arasındaki farklılık, paketlemeyi sağlayan alçı kalıpların hacimleri ve kalıp çekim kuvvetleri ile ilişkilendirilmiştir. Boş döküm bölgesinin üst ve alt kısımlarının paketlenme derecesinin, mamülün kalıptan alınmasından sonraki bekleme ve kurutma aşamalarında değiştiği belirlenmiştir. Alt kısımlar, üzerlerine etkileyen ağırlıktan dolayı daha fazla sıkıştığından, % pişme küçülme değerleri üst kısımlara oranla daha azdır. Aynı bölgeden alınan numunelerin yatay ekseninde küçülmesi bu nedenden dolayı düşey eksenindeki % küçülme değerinden daha fazladır. Kalıp sayısının fazla olduğu ürünün arka kısmı ön kısmına göre daha sıkı bir başlangıç paketlemesine sahiptir ve pişme sırasında daha az küçülür. Elde edilen bu veriler ışığında, boğum izlerinin hem yük altında paketlenmenin sıkılaşması hem de 3 ve fazlası kalıp tarafından şekillendirilmeden dolayı % pişme küçülmesi değerlerinin boş döküm bölgelerine göre daha az olduğu söylenebilir.

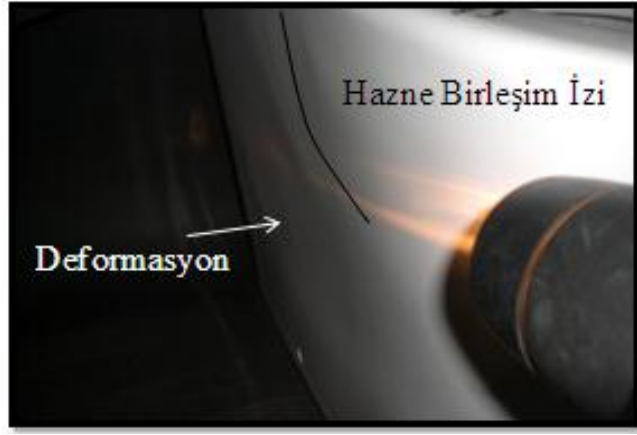
Pişirim sonucunda boğum izinin belirginleşmesi, yalnızca bu bölgenin paketlenme ve sinterlenme özelliklerine bağlı olarak değil; aynı zamanda izi çevreleyen bölgelerin göreceli paketleme ve sinterleme özelliklerine bağlı olarak değişmektedir. Boğum izinin gözlemlendiği alanlardaki kalıpların geometrisinin değiştirilmesiyle yüzeye yansıyan izin hafifletilmesi bazı durumlarda hatanın belirginliğini azaltmada faydalıdır. Boş döküm ile masif döküm kalınlıkları arasındaki farkın azaltılması, ürünün ağırlık dengelerinin değiştirilmesi, mevcuda

oranla daha hafif ürünlerin tasarlanması ve boğum hatasının en fazla gözlemlendiği yüzeylerin masifleştirilmesi de olumlu sonuçlanan işletme denemeleri arasındadır.

## 6. DEFORMASYONUN AZALTILMASINA YÖNELİK ÇALIŞMALAR

### 6.1. Problemin Tanımı

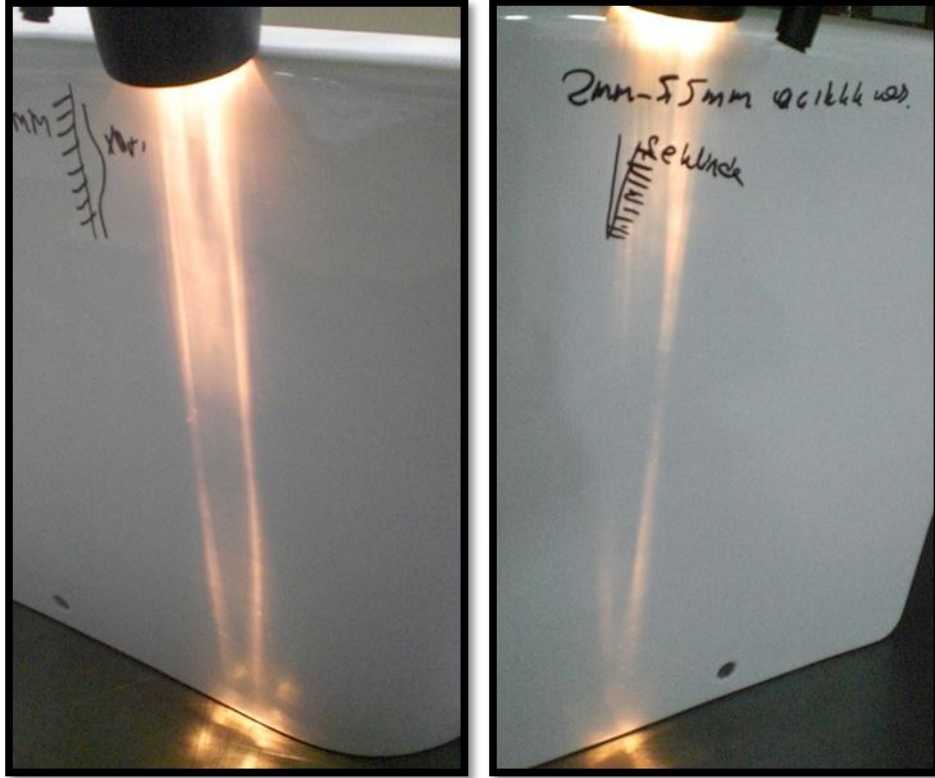
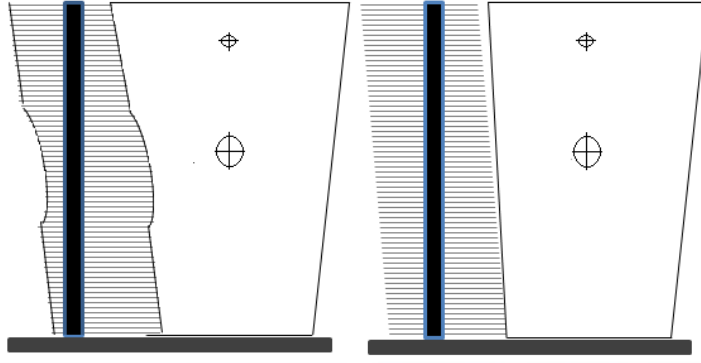
Son dönemde revaçta olan banyolarda bütünlük fikri, seramik sağlık gereçlerinin modüler banyo mobilyalarıyla birlikte kullanılmasının büyük bir ivme artışına neden olmuştur. Bu durum, mamül form ve boyutlarının alışlagelen klasik ürünlerin dışında tasarlanmasını zorunlu kılmaktadır. Ancak üretimde elde edilen ürünler, hedeflenen estetik, fonksiyon, ve teknolojik gereksinimlerden zaman zaman uzak kalmaktadır. Bu bağlamda mamulün istenenden daha fazla deformasyona uğraması en önemli problemlerden biridir. Üründeki toplam deformasyon, mamulün kalıptan alınması sonrasında meydana gelen hidroplastik deformasyon ve pişirim esnasındaki piroplastik deformasyonun sonucudur. Büyük boyutlu ve köşeli forma sahip ürünlerin sergilediği yüksek deformasyon eğilimi temel olarak ürün üzerindeki yük dağılımından kaynaklanmaktadır. Düz yüzeyli, bir başka deyiş ile rölyefsiz ürünlerde, geniş bir alanlarda deformasyonlar çok daha belirgin biçimde gözlemlenmektedir. Ancak, her zaman deformasyonlar görülebilir belirginlikte olmamaktadır. Tezin bu bölümünde, öncelikli olarak deformasyonların belirlenmesi ve karşılaştırılması amacıyla çalışmalar yapılmış, üretim aşamalarının deformasyon oluşumu üzerindeki etkileri belirlenmiştir. Deformasyonun azaltılmasına yönelik üretim denemeleri ve kompozisyon çalışmaları yapılmıştır. **Şekil 6.1.**'de klozetin yan yüzeyinde, hazne birleşim izi ile tabandaki boğum hatasının arasında kalan yüksek deformasyonlu bölge görülmektedir. Ürün yüzeylerindeki deformasyonların görüntülenmesi için, **Bölüm 3.1.** ve **Bölüm 4.1.** ile benzer biçimde, ışıktan faydalanılmıştır. Deformasyonların aynı ürün üzerindeki değişimleri ve farklı ürünler arasındaki karşılaştırmaları için tasarım tarağı ve sentil çakısı kullanılmıştır. İncelenen numunelerden elde edilen görüntüler **Şekil 6.2 - 6.4.**'de sunulmuştur.



Şekil 6.1. Ürün üzerindeki deformasyonun görünüşü



Şekil 6.2. Ürün üzerindeki deformasyonun ışık ile gözlemlenmesi ile tasarım tarağı ve sentil çakısı kullanılarak ölçülmesi



Şekil 6.3. Farklı ürünlerin yüzeylerinde tasarım tarağı ile belirlenmiş deformasyon tiplerinin şematik görünüş ve fotoğrafları



Şekil 6.4. Farklı ürünlerin yüzeylerinde tasarım tarağı ile belirlenmiş deformasyonların görünüşü

## 6.2. Deformasyon ile İlgili Literatür Bilgisi

Sağlık gereçleri bünyesi, viskoz akış ile sinterlenmektedir ve tepe sıcaklığında sistemde bulunan camsı faz, pişirim sonrasında gözlemlenen piroplastik deformasyon üzerinde büyük etkiye sahiptir (Fortuna 2000). Carty (2002), piroplastik deformasyonun çevresinde yüksek viskoziteli cam bölgeleri ve veya kristal inklüzyonları bulunan düşük viskoziteli cam bölgeleri sebebiyle oluştuğunu ifade etmiştir. Camsı fazın viskozitesi, kompozisyon, sıcaklık ve tane boyut dağılımından etkilenmektedir. Camın sıcaklığa bağlı viskozitesi ( $\eta$ ) Vogel-Fulcher-Tammann eşitliği ile ifade edilir (**Eşitlik (6.1)**).

$$\eta \approx \eta_0 \exp(C/T-T_0) \quad (6.1)$$

Tipik bir soda-kireç- silika camı için 100°C'lik bir sıcaklık farkı viskozitenin 1000 kat değişmesine neden olur. Yoğunlaşma hızı da aynı sıcaklık aralığında benzer bir değişim sergiler. Bu nedenle sıcaklık değişimleri kontrollü biçimde gerçekleştirilmelidir. Çamurun kompozisyonu ve çamuru oluşturan taneciklerin boyut ve dağılımları kabul edilebilir yoğunlaşma ve piroplastik deformasyon derecesinin eldesinde etkili değişkenlerdir. Viskozite ile birlikte tane boyutunun göreceli büyüklükleri de önem arzeder. Aniden oluşan camsı fazın yerçekimi altında bünyeyi deforme etmemesi için, yoğunlaşma için gerekli ve yeterli süre boyunca, camsı fazın miktarı ve viskozitesi kontrol altında tutulmalıdır. Bu aralıkta viskozitenin çok düşük olmaması istenir. Bu durum tane boyutunun bulunması gereken aralığı belirlemektedir. Çalışılan kompozisyonlarda tane boyutunun ölçülmesinin nedeni bu yüzdendir. Tane boyutu öyle bir aralıkta bulunmalıdır ki, yüzey geriliminden kaynaklanan gerilmeler, yerçekiminden kaynaklanan gerilmelerden yeterli derecede büyük olmalıdır. Yoğunlaşma hızı tane boyut ve dağılımı ile ters orantılıdır. Boyutun 10 µm'den 1 µm'ye azalması, sinterleme hızını 10 kat artırır. Fazla deformasyon olmadan bünyeyi yoğunlaştırmanın en iyi yolu, ötektik noktalara yaklaşımdan seçilen ve ince taneli malzemelerin kullanıldığı bir kompozisyonun yüksek derecede homojenleştirilerek şekillendirilmesidir (Kingery ve ark. 1976, Rahaman, 2003). Silikat sistemlerinde özellikle bazı killerin kullanımı bu amaca yöneliktir (Bernardin 2006).

Kil ve kaolenlerin, tabakalı yapıda olmaları ham mukavemeti arttırır ve mamulün kalıptan alındıktan sonra maruz kalacağı titreşim ve müdahaleler sonucu ortaya çıkacak hidroplastisitenin azaltılmasında da görev üstlenirler. İlave olarak, kompozisyonu oluşturacak silika ve alüminanın ince taneli kil ve kaolenlerden sağlanması, deformasyonu azaltmada önemli bir parametre olan müllit oluşumunu desteklemektedir. Bu durum  $Al_2O_3$  ve  $SiO_2$ 'nin moleküler ölçekte karışmasıyla açıklanmaktadır (Lundin 1964, Becker 2000). Çapoğlu (2011) müllit içermeyen boş camsı faz bölgelerinin viskozitesinin, müllit içeren bölgelere oranla daha düşük olduğunu ve bu bölgelerin pişirim sonrasında feldispatik kalıntı olarak yer aldığını ifade etmiştir. Özellikle sıvı fazdan kristalleşerek oluşan ikincil müllit kristallerinin yapıda üç boyutlu bir ağ şeklinde dağılarak camsı matrisi güçlendirmesinden dolayı pişirim sırasındaki deformasyonu önlediğini vurgulamıştır (Çapoğlu 2011, Restrepo 1995). Literatürde deformasyonu azaltmaya yönelik çalışmalar arasında yer alan bir diğer yaklaşım da özsüz hammaddelerin tane boyutunun azaltılmasını konu almaktadır. Bu sayede farklı mineral türleri arasındaki temasın arttırılması, istenilen reaksiyonların olma olasılığını güçlendirir ve hedeflenen homojen mikroyapıya ulaşılır (Bernsconi, 2011, Brança, 2006). Bu amaçla başvurulan bir diğer yöntem ise, sistemdeki camsı fazın başlangıç kompozisyonunda firit ve cam ilavesi ile sağlanmasıdır. Camsı fazın viskozitesini kontrol etmek üzere alternatif ergiticilerin kullanılması da gerçekleştirilmiş çalışmalar arasındadır (Sarı 2012, Tunçel 2012, Tayçu 2009).

### 6.3. Test Sonuçları ve Tartışma

Tezin bu bölümünde, öncelikli olarak mamülde gözlemlenen deformasyonların sıcaklıkla ve mamül üzerindeki yüklerle olan değişimi incelenmiştir (**Bölüm 6.3.1.** ve **Bölüm 6.3.2.**). Deformasyonu azaltmaya yönelik kompozisyon çalışmaları yürütülmüş ve işletme denemeleri gerçekleştirilmiştir. (**Bölüm 6.5.**).

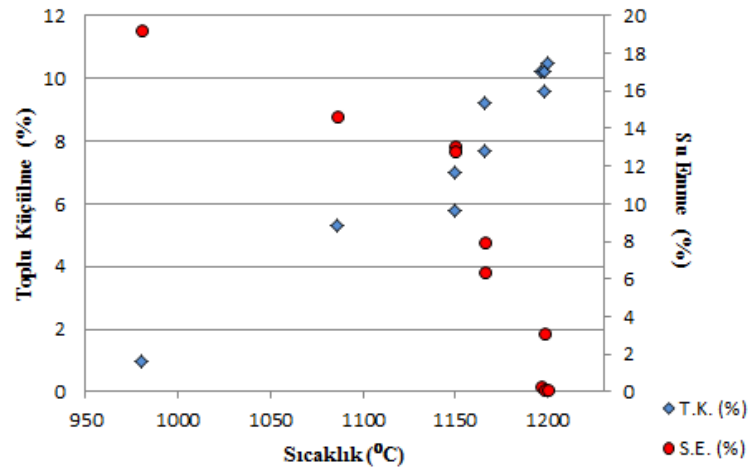
### 6.3.1. Pişirim Sıcaklığının İncelenmesi

Çalışmanın bu bölümünde mamülde meydana gelen deformasyonun sıcaklığa bağlı olarak gelişimi incelenmiştir. Pişirimler **Bölüm 3.3.8.** ve **Bölüm 4.3.2.**'de olduğu gibi yapılmıştır. Fiili elde edilen sıcaklıklara karşılık % toplu küçülme, % su emme ve deformasyon değerlerindeki değişim **Çizelge 6.1.**'de verilmiştir. Farklı tepe sıcaklıklarında pişirilmiş ürünlerin yüzeylerinde gözlemlenen en belirgin deformasyonların tasarım tarağı ve sentil çakısı ile ölçülmüş ve **Şekil 6.5.**'de sunulmuştur.

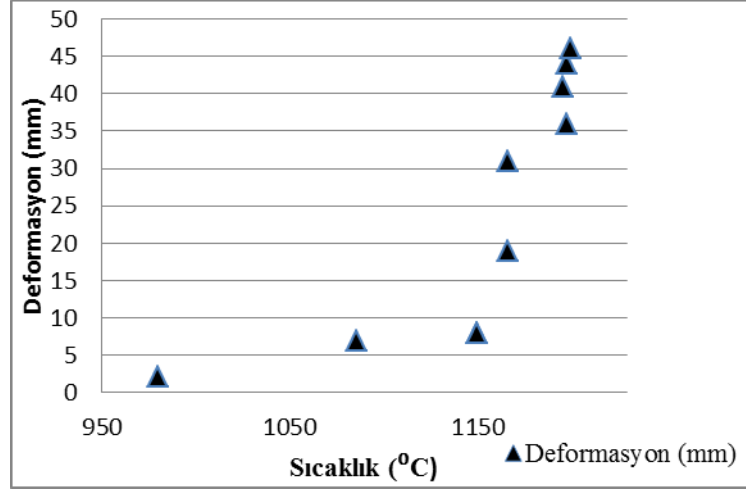


**Şekil 6.5.** Farklı tepe sıcaklıklarında pişirilmiş ürünlerin yüzeylerinde gözlemlenen en belirgin deformasyonların tasarım tarağı ve sentil çakısı ile ölçülmesi

**Şekil 6.6.** ve **Şekil 6.7.**'de görüldüğü üzere 980<sup>0</sup>C'de mamülde belirgin bir deformasyon yoktur. 1100<sup>0</sup>C'den sonra bünyede belirgin değişiklikler meydana gelmektedir. 1100-1150<sup>0</sup>C arasında deformasyon değeri yaklaşık aynı kalırken, 1150<sup>0</sup>C'den sonra hızla artmakta ve 1200 <sup>0</sup>C'de en yüksek değerine ulaşmaktadır. 1150<sup>0</sup>C'de pişirim süresi arttırıldığında deformasyon değeri değişmezken toplu küçülme (TK (%)) artmış ve su emme (SE (%)) azalmıştır. Bu durum, oluşan camsı fazın, etrafını çevrelediği tanelerin birbirine yaklaşmasını işaret eder. Sıcaklık artışı ile birlikte TK (%) değerleri artarken, su emme değeri hızla azalmaktadır. Bu durum, literatüre uygun biçimde, 1000<sup>0</sup>C'den sonra oluşan camsı fazın miktarının artışına ve 1150<sup>0</sup>C'den sonra camsı faz viskozitesinin düşüşüne bağlıdır (Marquez 2010). Aynı tepe sıcaklığında bekleme süresinin arttırıldığı denemelerin (1150<sup>0</sup>C'de 15 dak ve 45 dak), (1170<sup>0</sup>C'de 15 dk. ve 45 dk.), (1200<sup>0</sup>C'de 15 dk., 45 dk. ve endüstriyel pişirim rejimi) sonuçları incelendiğinde, sürenin arttırılması reaksiyonların kinetiklerini olumlu biçimde etkilediği görülmektedir.



**Şekil 6.6.** Fiili elde edilen sıcaklığa bağlı % toplu küçülme ve % su emme değerleri



Şekil 6.7. Fiili elde edilen sıcaklığa bağlı deformasyon (mm) değerleri

**Çizelge 6.1.** Elektrikli fırında, farklı tepe sıcaklıklarında gerçekleştirilen pişirimlerin sonuçları

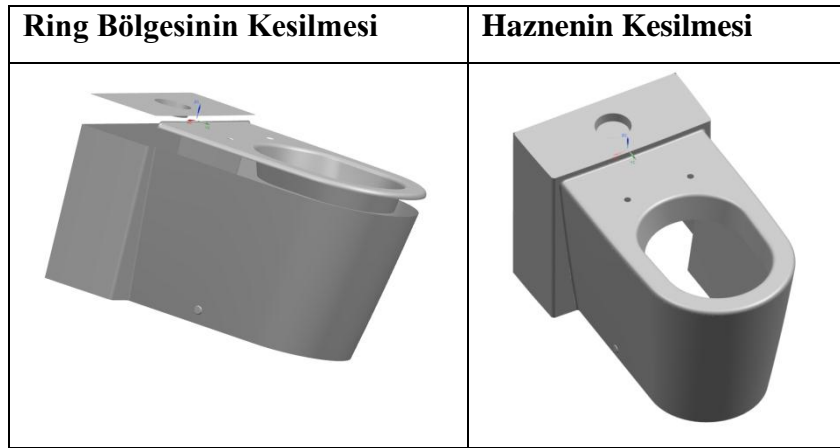
	End.	Elektrikli Fırın									
	Fırın	1200		1170		1150		1100		980	
Tepe Sıcaklığı (°C)	1200	1200		1170		1150		1100		980	
Bekleme Süresi (dk)	*E.F.P.	**E.R.	45	15	45	15	45	15	15	15	15
Fırlı Sıcaklık (°C)	1200	1198	1196	1198	1166	1166	1150	1150	1086	980	980
T.K. (%)	10,5	10,2	10,2	9,6	9,2	7,7	7	5,8	5,3	1	1
DEF. (mm)	46	44	41	36	31	19	8	8	7	2,2	2,2
S.E. (%)	0,1	0,1	0,3	3,1	6,4	8	12,8	13,1	14,7	19,2	19,2
Deformasyon	Var ↑↑↑							Var ↑↑	Var ↑	Yok	

\*E.F.P:Endstriyel Fırında Pişirim, \*\*E.R: Endüstriyel Rejim

Sıcaklığın artması ile deformasyonların artışı kaçınılmazdır. Ancak ürünün aynı şekilde paketlenen bölgelerinin farklı deforme olması dikkat çekmiştir. Özellikle ürün yüzeyinde boş döküm ile şekillenen bölgelerin ciddi farklılıklar sergilemesi ürünün yük dengelerinin incelenmesi gerekliliğini doğurmuştur. Bu sebeple ürün üzerindeki yükün azaltılması ile ilgili çalışmalar yapılmıştır.

### 6.3.2. Mamul Üzerindeki Yükün Azaltılması Çalışması

Klozette, sifon suyunun içerisinde dolaştığı ring kısmı ile hazne ve sifon kısımları ürünün kütlesini arttırmaktadır. Bu ağırlık ölü ağırlık olarak adlandırılmaktadır ve varlığının şekillendirme, kurutma ve pişirim esnasında deformasyona neden olabileceği bilinmektedir. Bu sebeple, kurutma sonrasında, seçilen iki tip klozetin ring ve hazne kısımları kesilip, sırlanarak pişirilmiştir. Pişen mamullerin yüzeyleri ışık altında kontrol edilmiş ve deformasyon özellikleri incelenmiştir (Şekil 6.8.).

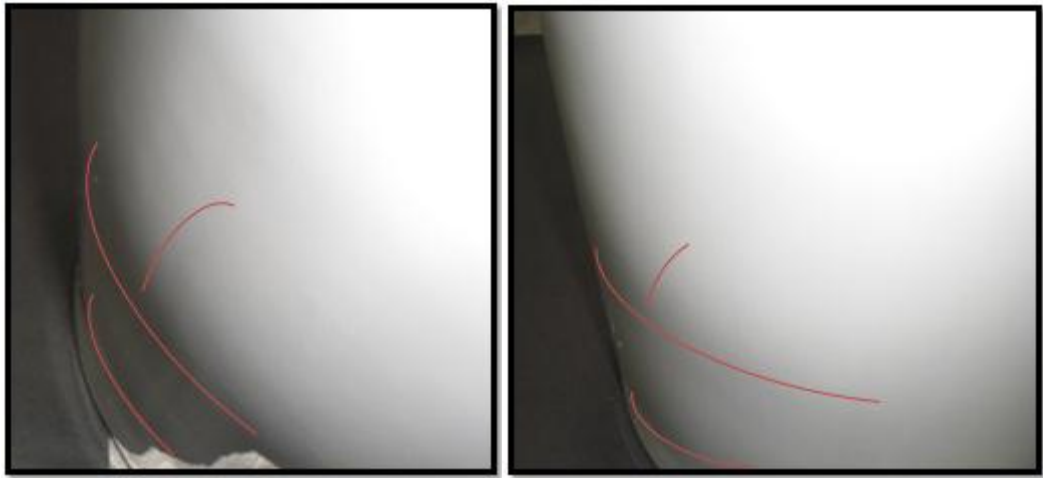


Şekil 6.8. Farklı bölgeleri kesilen ürünlerin şematik gösterimi

**Klozetin ring bölgesinin kesilerek pişirilmesi:** Aynı geometrik formda yüksek ve alçak iki tip klozette deneme yapılmıştır. Klozet üzerinden kesilen ringin ham ağırlığı 12 kg.'dır. Pişmiş ürünlerde, deformasyon ve boğum izleri yan yüzeylerde azalmıştır, ancak ön bölgede biraz daha belirgin biçimde mevcuttur (Şekil 6.9 - 6.10). Ayrıca yüksek olan mamuldeki izler, daha kısa olana nispetle daha belirgindir. Bu durum, artan yükte birlikte deformasyonun artışı işaret etmektedir. Benzer biçimde, yüksek olan mamülde boğum izlerinin belirginliği, kalıpta alınan mamülün ortamda bekleme sırasında kendi ağırlığı ile bir miktar daha sıkışmaya devam ettiği anlamına gelir.



Şekil 6.9. Ringsiz pişirilen klozetin ön bölgesinde ışık taraması



Şekil 6.10. (a) Belirgin hatalar içeren ve (b) ringsiz pişirilen ürünün ön ortasında boğum izi ve deformasyonların görünüşü

**Klozetin Hazne Bölgesinin Kesilerek Pişirilmesi:** Klozetlerin hazne kısımları kesilerek pişirim yapılmıştır. Kesilen haznelerin ham ağırlığı yaklaşık 10 kg.'dır. Haznenin kesilmesi ürünün ayaklarının pişirim sırasında çarpılmasına sebep olmuştur. Ürünlerin yan ve ön yüzlerinde oluşan deformasyonlar azalmıştır. Bu durum haznenin ağırlığının ön ve yan yüzeyler tarafından taşındığını ancak ön yüzeydeki deformasyonun temel sebebinin hazne olmadığını açıklamaktadır. Ayrıca, haznenin yan cidarla birleştiği çizgi belirgin şekilde görülmektedir ve izin şekillendirme kaynaklı olduğu anlaşılmıştır (**Şekil 6.11.**).



**Şekil 6.11.** Haznesi kesilerek pişirilen ürünün ön ortasında boğum izi ve deformasyonların görünüşü

**İnce Kesitli Ürün:** Standart üretim kalınlığı olan 12 mm. yerine 8 mm et kalınlığında döküm yapılmıştır. Ürün ağırlığının yaklaşık üçte bir azaltılması ile mamul üzerindeki ölü yük miktarı da azalmıştır. Kalıp açma ve kalıptan çıkartma işlemleri sırasında meydana gelen hidroplastik deformasyon sonucunda mamül pişirilmemiştir. Bu durum, yaş halde iken mukavemeti yüksek ve pişirim esnasında piroplastik deformasyon eğilimi düşük bir çamurun geliştirilmesi zorunluluğuna dikkat çekmektedir. İncekesitli ürün denemelerine **Bölüm 6.5.** 'de tekrar değinilecektir.

### 6.3.3. Pişirim denemelerinin sonuçları

Piştirimin deformasyon üzerindeki etkilerinin belirlenmesine yönelik gerçekleştirilmiş olan çalışmalar değerlendirildiğinde şu sonuçlara varılmaktadır;

Üründe 1100 °C'den sonra belirgin değişiklikler meydana gelmektedir. 1100-1150°C arasında deformasyon değerinde büyük bir farklılık gözlenmemektedir. Deformasyonların 1150°C'den sonra hızla artması ve 1200°C'de en yüksek değerine ulaşması söz konusudur. Bu durum 1100°C'den sonra oluşan camsı fazın viskozitesinin 1150°C 'den sonra azalması ile ilişkilendirilmiştir. Deformasyon miktarları, sıcaklığa bağlı olarak öncelikle artan camsı fazın miktarına ve daha sonra azalan viskoziteye paralel biçimde artış göstermekte ve en yüksek değerine uzun süreli piştirimin uygulandığı endüstriyel piştirim programı sonucunda ulaşmıştır.

Piştirim sıcaklığın ve süresinin artışı, literatüre uygun biçimde, (%) toplu küçülme değerlerinin artması ve (%) su emme değerlerinin azalması ile sonuçlanmıştır.

Mamül üzerindeki ölü yüklerin azaltıldığı durumda, deformasyonlar ile birlikte boğum izleride azalmıştır ancak tümüyle yok olmamıştır. Ölü yüklerin, yüzeydeki tüm hataların kaynağını oluşturmadığı sonucuna varılmıştır. Bu hataların şekillendirme aşamasında olduğu bir kez daha göze çarpmıştır.

İnce kesitli ürün denemesi sonucunda mamül yaş halde deformasyona uğramış ve pişirilmemiştir. Çalışma sonucunda yaş mukavemet değeri yüksek ve piroplastik deformasyon değeri düşük olan yeni çamur kompozisyonlarının geliştirilmesine karar verilmiştir.

#### 6.4. Deformasyonu Azaltıcı Yönde Yapılan Kompozisyon Çalışmaları

Öncelikli olarak laboratuvar şartlarının işletme şartları ile uyumluluğunu belirlemek üzere standart reçete hazırlanmış laboratuvarda hazırlanmış ve pişirim sonuçları karşılaştırılmıştır. Pişmiş plakaların fiziksel sonuçları **Çizelge 6.2.** 'de sunulmuştur.

**Çizelge 6.2.** İşletme ve laboratuvar şartlarında hazırlanan plaka ve çubukların endüstriyel pişirim sonucundaki fiziksel özellikleri

	<b>Kuru Küçülme (%)</b>	<b>Halka Sıcaklığı (°C)</b>	<b>Deformasyon (mm)</b>	<b>Toplu Küçülme (%)</b>	<b>Plaka Su Emme (%)</b>
<b>Std. İşl.*</b>	2,8-2,9	1202	46-50	10,6-10,8	0,05
<b>Std Lab.**</b>	2,8-2,9	1202	46-50	10,7-10,8	0,08

\*:İşletme şartlarında, \*\*:Laboratuvar şartlarında.

Seramik sağlık gereçleri bünyelerinin iyileştirilmesi amacıyla pek çok çalışma gerçekleştirilmiştir (Sarı 2012, Tuncel 2012, Dağ 2009, Tayçu 2009, Özdemir 2005, Porte 2004, Robinson 2004). Çalışmalar özellikle, endüstriyel üretime uygun, düşük sıcaklık ve sürelerde gelişebilen, düşük deformasyonlu ve üretim aşamalarında meydana gelebilecek gerilimlere karşı koyabilecek mukavemet özelliklerini sergileyebilecek kompozisyonların geliştirilmesi konularında yoğunlaşmaktadır. Özellikle, kuruma ve pişirim esnasında gelişen reaksiyonlarda ortaya çıkan çatlaklar ve deformasyonlara karşı dayanımın artırılması amacıyla iğnemi yapıdaki fiberlerin kullanımı söz konusudur. Selüloz fiberler, işlenmiş doğal malzemeler (taş yünü), silikon fiber, karbon fiber ve potasyum titanatın seramiklerde kullanıldığı bilinmekle birlikte bu malzemelerin yüksek maliyeti, bazılarının insan sağlığı üzerindeki olumsuz etkileri ve üretimi zorlaştırmaları yaygın olarak kullanımlarını sınırlandırmaktadır (Robinson 2000).

İğnemsî yapıya sahip olan bir diğer hammadde ise doğal bir hammadde olan vollastonittir ve teorik formülü  $\text{CaSiO}_3$  ( $\text{CaO} \cdot \text{SiO}_2$ )'tır. Vollastonitin duvar karosu ve porselen kompozisyonlarında küçülme değerlerini ve deformasyon eğilimini azalttığı, mukavemeti arttırdığı ve pişirim sürecini kısalttığı bilinmektedir. Vollastonitin seramikteki kullanımının yaygın olmasının en önemli sebeplerinden bir tanesi, silikanın serbest formda değil kalsiyumlu bir bileşik halinde sisteme katılması ve dolayısıyla ısıl genleşme katsayısını arttırmamasıdır. Bu durumda, ısıtma ve soğutma aşamalarında meydana gelebilecek faz dönüşümleri engellenir ve kompozisyon daha yüksek ısıtma ve soğutma hızlarına uyumlu hale getirilebilmektedir (Robinson 2000, Sainamthip 1987). Sağlık gereçleri üretiminde kullanımının ürünün fiziksel özellikleri ve nihai ürünün performansı üzerindeki olumlu etkileri dikkate alınarak ilk reçete çalışmalarına standart reçete üzerine belirli oranlarda vollastonit ilavesi yapılarak başlanmıştır. C-1 – C-9 reçetelerine, sırasıyla, % 2 - 10 vollastonit ilave edilmiştir.

I.Grup reçetelerine dair ölçülen fiziksel özellikler **Çizelge 6.3.**'de sunulmuştur. **Çizelge 6.3.**'de görüldüğü gibi, vollastonit ilavesi, kuru ve pişme küçülme (%) değerlerinin azalmasına ve (%) su emmenin hızla artışına neden olmuştur. Literatürde belirtildiği gibi çubuk şekilli partiküllerin yapıya ilave edilmesi partikül paketlenmesini iyileştirmekte ve küçülme değerlerini azaltmaktadır (Robinson 2000). Artan vollastonit ilavesine karşılık toplu küçülme değerlerinde kararlı bir azalış belirlenirken kuru küçülmelerde gözlemlenen dalgalanmanın dökümün yapıldığı kalıpların eski veya yeni olmasından kaynaklandığı düşünülmektedir. Fazladan eklenen CaO ve  $\text{SiO}_2$ , reçeteyi refrakterleştirmiştir. Reçetede ki  $\text{MgO}/\text{CaO}$  oranı ve  $\Sigma\text{R}_2\text{O}/\Sigma\text{RO}$  oranı azalmıştır.

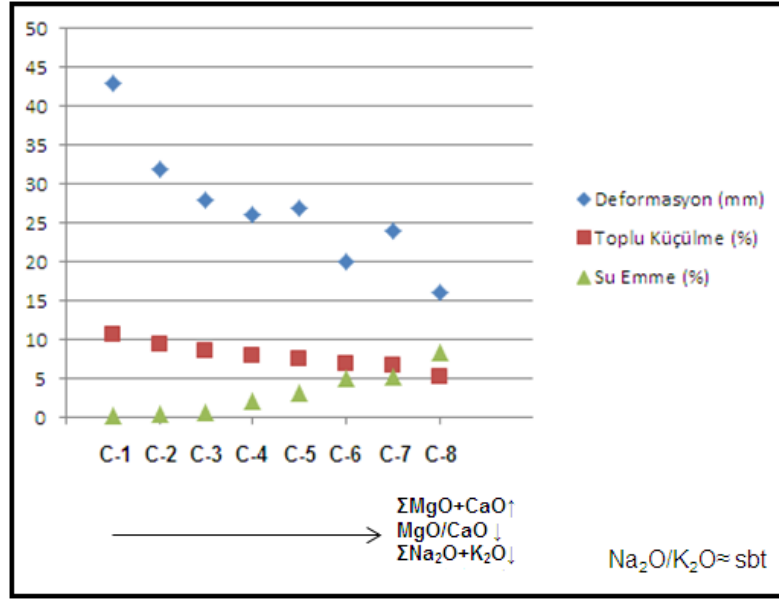
Literatürde, reçetede ki  $\text{MgO}/\text{CaO}$  oranının azalmasının, ergime davranışını belirgin biçimde etkilemediği ancak camsı fazın yumuşama sıcaklığını azalttığı belirtilmiştir (Tarhan 2010). Toprak alkali oksitlerden kalsiyum oksit magnezyum oksitten daha ergitici ve reaktiftir. Sodyum ve potasyum feldispatla birlikte kullanılan az miktardaki kalsiyum oksit ergimeye yardımcı olur.

Kalsiyum oksit  $1100\text{ }^\circ\text{C}$ 'den sonra çok iyi bir eritkendir ancak belli bir değerin üzerindeki varlığı, yapının kristallenme eğilimini artırır ve ergimeyi zorlaştırır. Böylelikle camsı fazın yumuşama sıcaklığı yeniden yükselmektedir (Shelby

2005). Ayrıca, vollastonit ilaveleri ile reçetenin  $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$  oranını da arttırmıştır. Reçetede  $\text{SiO}_2$  miktarının artışı, camsı fazın viskozitesini artırır ve su emme değerlerinin yükselmesinin sebebidir.

**Çizelge 6.3.** Laboratuvar şartlarında gerçekleştirilen vollastonit ilaveli 1. Grup reçetelerin ölçülen fiziksel özellikleri

	İlave	Kuru Küçülme (%)	Halka Sıcaklığı (°C)	Deformasyon (mm)	Toplu Küçülme (%)	Plaka Su Emme (%)
C-1	↓ İlave edilen vollastonit miktarı ↓	2,9	1202	43	10,6	0,16
C-2		2,7	1202	32	9,5	0,44
C-3		2,8	1202	28	8,5	0,7
C-4		2,5	1202	26	8	2,1
C-5		2,6	1202	27	7,5	3,2
C-6		2,4	1202	20	7	5
C-7		2,6	1202	24	6,7	5,2
C-8		2,3	1202	16	5,2	8,26



**Şekil 6.12.** I. Grup reçetelerde kompozisyonun değişimine bağlı olarak fiziksel özelliklerin değişimi

Düşük deformasyonu ve su emme değerlerinden dolayı C-3 reçetesinin işletme şartlarında dökümü yapılmış ve fiziksel özellikleri **Çizelge 6.4.** 'de sunulmuştur. Mamulün döküm sonrası işlenmesi sorunsuz tamamlanmıştır. İşletme denemesinin sonucu genel anlamda olumludur, ancak toplu küçülme değerinin standart çamura göre az olması mamulün istenilenden büyük çıkmasına sebep olmuştur. Benzer biçimde deformasyonun az olması, bazı ürünlerin üretiminde arzulanan rölyef etkisini zayıflayacak niteliktedir.

**İnce Kesitli Ürün Denemesi:** C-3 reçetesi ile standart üretim kalınlığı olan 12 mm. yerine 8 mm et kalınlığında döküm yapılmıştır. Ürün ağırlığının yaklaşık üçte bir azaltılması ile mamul üzerindeki ölü yük miktarı da azalmıştır. Yüzeyi tasarım tarağı ve fener yardımıyla kontrol edilmiştir. Standart üründe görülen hazne deformasyonu belirgin biçimde azalmış ve boş-masif döküm geçiş bölgelerindeki izler yok denilecek kadar azdır. Sentil çakısıyla ölçülen en belirgin deformasyon bazı ürünlerde 8-9 mm'ye ulaşırken ince kesitli üründe bu **değer 2- 3** mm. civarındadır. Ancak, kalıpta revize yapılmaksızın yalnızca döküm süresinin azaltılmasının sonucu olarak, üründe su kaçaqları mevcuttur. Bu durum kalıplar üzerinde düzenleme yapılarak kolaylıkla çözümlenebilmektedir. Fakat tüm

ürünlerin kalıplarının ince kesite dönüştürülmesi anlık bir müdahale değildir ve ekstra maliyet gerektirmektedir.

**Çizelge 6.4.** C-3 reçetesinin, işletme denemelerinin sonuçları

Döküm kalınlığı	Kalınlık (mm)	Tiksotropi (G <sup>0</sup> )	Kuru küçülme (%)	Toplu Küçülme (%)	Deformasyon (mm)	Su emme (%)
C-3	6,7	70	2,7	8,5	28	0,55



(a)



(b)



(c)



(d)

**Şekil 6.13.** C-3 reçetesi ile üretimi yapılan ince kesitli ürünün (a) karşıdan, (b) orta kesitten görünüşü (c) ve (d) tasarım tarağı ile yüzey deformasyonlarının belirlenmesi

Deformasyon hakkındaki literatür çalışmalarına bakıldığında ergitici oksitlerin ve tane boyutunun etkilerinin incelendiği çalışmalar göze çarpmaktadır (Yılmaz, 2003, Uzun, 2006, Dağ, 2009, Stathis, 2004, Bragança, 2006). Bernardin ve ark.'nın (2006) porselen karo deformasyonu üzerine kil, kaolen, albit, talk, filit hammaddelerinin farklı miktarlarının etkilerini inceledikleri çalışmada deney tasarımı yöntemi kullanılarak çok sayıda farklı porselen reçetesi incelenebilmiştir. Hazırlanan reçetelerin piropplastik deformasyon üzerine etkileri incelendiğinde, deformasyon üzerinde en fazla etkili olan hammaddelerin albit ve kil olduğu bulunmuştur. Bu hammaddelerin miktarları arttıkça deformasyon artmaktadır. Albitin deformasyon üzerindeki yüksek etkisinin içeriğindeki sodyum oksit olduğu, sodyum oksidin camsı faz viskozitesini düşürerek deformasyon miktarını artırdığı bilinmektedir (Freeman). Bu sebeple segerde MgO ve K<sub>2</sub>O miktarları sabit ve SiO<sub>2</sub>/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> oranı benzer tutularak artan vollastonit miktarına karşılık reçeteden Na- feldispat azaltılmış ve II. Grup (C-9-11) reçeteleri yapılmıştır. Reçetelerde etkisi araştırılan oksitlerin seger değerlerine ait şematik gösterim **Çizelge 6.5.** 'de sunulmuştur.

II. Grup reçetelere ait fiziksel özellikler incelendiğinde (**Çizelge 6.6.**), reçeteden sodyum feldispatın azaltılarak yerine vollastonit ilavesinin yapılması su emme değerlerinin artmasına sebep olmuştur. Sodyum feldispat, çamurun iri ve özgül hacim kısmında yer almaktadır ve miktarının azalması ile çamur paketlemesi standartta oranla gevşekleşir, dolayısıyla kuru küçülme değeri artmıştır. Diğer bir yandan yapıya eklenen vollastonit ham yoğunluğu arttırarak toplu küçülme değerleri azaltmıştır. II. Grup reçetelerinde seger oksit değerleri belli bir k katsayısının çarpanları ölçütünde değiştirilmiştir. Bu duruma karşılık özellikle C-11 reçetesinin deformasyon ve su emme değerleri büyük bir farkla değişmiştir. Bu durum yapıdaki aşırı CaO'ın daha önceden de sözü edildiği gibi ergimeyi zorlaştıran kritik değer üzerine çıktığını düşündürmektedir. Her ne kadar yapıdaki silisyum dioksit miktarı azalsa da sodyum kalsiyum katyonlarının değişimi önem taşır. İki değerlikli bir toprak alkali katyonu olan kalsiyum camsı fazın ağ yapısında arayer boşluklarını doldurur ve modifiye edici olarak görev alır.

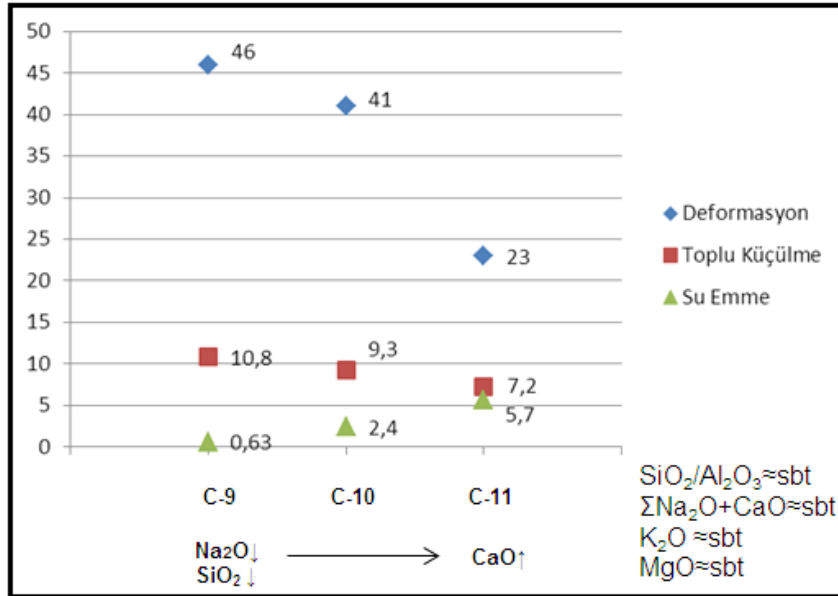
Sodyum oksitin aynı molar konsantrasyonda kalsiyum oksitle yer değiştirmesi durumunda, bağlanmamış oksijen konsantrasyonunda bir değişiklik olmaz ancak çift değerlikli olan kalsiyum iyonunun oksijen ile yaptığı bağlar kuvvetlenir. Bu durum Dietzel'in ortaya koyduğu katyon alan mukavemetinin artışı ile açıklanmaktadır. Dietzel'e göre katyon anyon çiftlerinin arasındaki ilişki, bunların değerlikleri ve aralarındaki mesafe ile ilgilidir ve  $F=Zc/a^2$  eşitliği ile alan mukavemet değeri hesaplanmaktadır. F, katyon alan mukavemetini, Zc katyonun değerliğini ve a,  $a=r_c+r_a$  olacak biçimde katyon ile anyon arasındaki mesafeyi(Å) ifade etmektedir. Sodyum ve oksijen iyonları arasındaki bağın alan mukavemeti 0,19 iken kalsiyum ve oksijen arasındaki bağın mukavemet değeri 0,33'tür. Bu sebeple yapıya katılan kalsiyum iyonları az miktarda da olsa cam yapısını güçlendirir ve toprak alkali içeren silikatların eriyiklerinin viskozitesinin alkali içerenlere nispetle daha yüksek oluşu bu yüzdendir (Dietzel 1942, Varshneya 1994). C-11 reçetesinde oluşan camsı fazın viskozitesi, porların eliminasyonunu sağlayamayacak derecede yüksek kalmıştır. II. Grup reçetelerinin sonuçları işletme denemesi yapılmasına uygun bulunmamıştır.

**Çizelge 6.5.** II. Grup reçetelerde etkisi araştırılan oksitlerin Seger değerlerine ait şematik gösterim (Oksitin Seger değerinin azaltılması ↓ işaretiyle; artırılması ↑ işaretiyle; sabit tutulması ise ↔ işaretiyle gösterilmiştir.)

	SiO <sub>2</sub> /Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Na <sub>2</sub> O	SiO <sub>2</sub>	K <sub>2</sub> O	MgO	CaO	Na <sub>2</sub> O+CaO
C-9	↔	↓	↓	↔	↔	↑	0,81
C-10	↔	↓↓	↓↓	↔	↔	↑↑	0,83
C-11	↔	↓↓↓	↓↓↓	↔	↔	↑↑↑	0,85

Çizelge 6.6. II. Grup reçetelere ait fiziksel özellikler

	Kuru Küçülme (%)	Halka Sıcaklığı (°C)	Deformasyon (mm)	Toplu Küçülme (%)	Plaka Su Emme (%)
C-9	2,7	1202	46	10,8	0,63
C-10	3,0	1202	41	9,3	2,4
C-11	3,1	1202	23	7,2	5,7



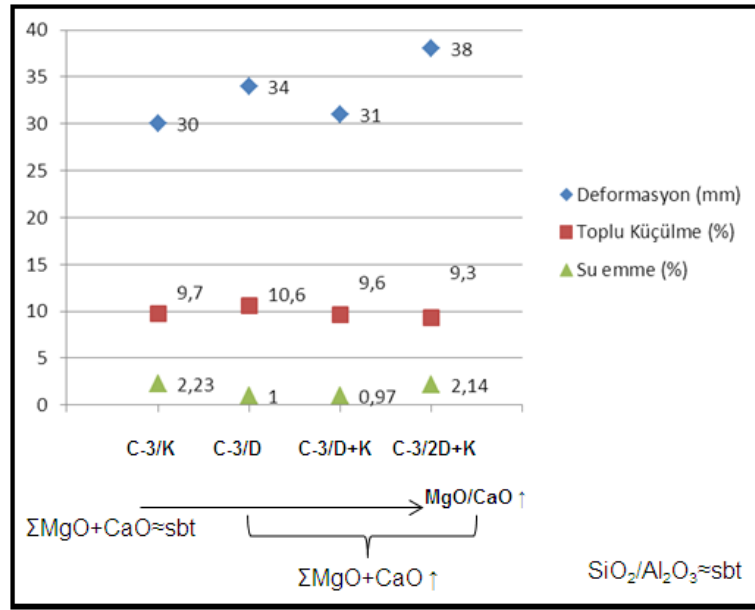
Şekil 6.14. II. Grup reçetelerde kompozisyonun değişimine bağlı olarak fiziksel özelliklerin değişimi

I. ve II. Grup reçeteler değerlendirildiğinde C-3 reçetesinin su emme ve deformasyon değerlerinin düşük olması sebebiyle endüstriyel üretime uyarlanmasına karar verilmiştir. Vollastonit yerine aynı oksitleri sağlayan hammaddelerin kullanımı ile vollastonitli reçetede elde edilen fiziksel özelliklerin sağlanabilirliği araştırılmıştır. Bu sebeple C-3 reçetesinin kimyasal kompozisyonunu sağlayacak biçimde vollastonit yerine, kalsit ilavesi yapılarak C3/K, dolomit ilavesi yapılarak C3/D, kalsit ve dolomitin birlikte ilave edildiği C-

3/D+K ile C-3/2D+K reçeteleri ile çalışmalara devam edilmiştir. III. Grup reçetelerde, C-3/K reçetesinin  $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$  oranını elde etmek üzere  $\Sigma\text{Kaolen}$  miktarı arttırılmıştır. **Çizelge 6.7.**'de görüldüğü üzere, vollastonit yerine kalsitin ilave edildiği C-3/K reçetesinde toplu küçülme % ve deformasyon değerleri C-3'e yaklaşırken su emme değeri % 2,23'e yükselmiştir. Bu durumun, kalsitin  $890,4^\circ\text{C}$ 'de endotermik bir reaksiyonla bozunumu sonucunda yapının içerisinde oluşan boşlukların, tepe sıcaklığında oluşan camsı faz ile doldurulamamasından kaynaklandığı düşünülmektedir. Dolomit ilavesi ile standardın küçülme değerleri yakalanmış ve deformasyon 34 mm olarak belirlenmiştir. C-3 reçetesindeki kalsiyum oksit seviyesine ulaşmak için gerekli olan dolomit miktarı beraberinde magnezyum oksitin de yapıya kazandırılmasına neden olmuştur. C-3/K reçetesine göre deformasyonun artışı karışık-alkali etkisinin bir sonucudur. Buna ilave olarak sistemdeki ergitici miktarının artışı da su emme değerinin % 1'e azalmasını sağlamıştır. Çamur reolojik bakımdan değerlendirildiğinde kalınlık alması düşüktür ve üretime uygun değildir. Dolomit ve kalsitin birlikte kullanıldığı denemelerde (C-3/D+K ve C-3/2D+K), C-3 sistemi için gerekli olan kalsiyum oksit ile birlikte magnezyum oksit değeri de artmıştır. MgO 'in belirli bir değerin üzerine çıkmasının camsı faz viskozitesinin artışına ve dolayısıyla por eliminasyonunun sağlanamamasına sebep olduğu su emme değerinin ve deformasyon değerinin yüksek oluşundan anlaşılmaktadır. Kalsit ve dolomitin bozunarak yapıda boşluklar oluşturması da su emmenin artışında rol oynamaktadır.

**Çizelge 6.7.** C-3 reçetesinin seğerdeki CaO değerini sağlayan III. Grup reçetelerinin deneme sonuçları

	Kalınlık (mm)	Tiksotropi (G <sup>0</sup> )	Kuru küçülme (%)	Toplu Küçülme (%)	Deformasyon (mm)	Su emme (%)
<b>C-3/K</b>	7,3	105	3,1	9,7	30	2,23
<b>C-3/D</b>	6,9	112	3,1	10,6	34	1
<b>C-3/D+K</b>	5,5	100	2,9	9,6	31	0,97
<b>C-3/2D+K</b>	5,9	110	3	9,3	38	2,14



**Şekil 6.15.** III. Grup reçetelerde kompozisyonun değişimine bağlı olarak fiziksel özelliklerin değişimi

Deformasyonu azaltmaya yönelik yapılan IV. Grup reçetelerde vollastonit yerine kalsit ve dolomit kullanılmış ve Bernardin (2006)'in sonuçlarına uygun biçimde kil miktarı değiştirilmiştir. Bazı denemelerde ise sodyum yerine potasyum feldispat kullanılmıştır. IV. Grup reçetelerinde ilk olarak C-12 reçetesi

tasarlanmıştır. Reçetede  $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Na}_2\text{O}/\text{K}_2\text{O}$ ,  $\text{MgO}/\text{CaO}$  oranları sabit kalacak biçimde toprak alkali oksit miktarı iki kat arttırılmış ve  $\Sigma\text{R}_2\text{O}/\Sigma\text{RO}$  oranı üç kat azaltılmıştır. Reçetelerde etkisi araştırılan oksitlerin seger değerlerine ait şematik gösterim **Çizelge 6.8.** 'de sunulmuştur. C-12 reçetesinde kuvars sabit tutulup sodyum feldispat azaltılmış ve dolomit ilave edilmiştir.  $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$  oranının sabit tutulması için reçete bileşeni olan killerden her biri eşit miktarda azaltılarak reçetede kullanılan ağırlıkça toplam kil miktarı % 2,5 düşürülmüştür. Kil/Kaolen oranı azalmıştır. Toplam kil miktarının azaltılması sistemin toplam ergiticilik parametresinin de ( $\% \Sigma\text{Fe}_3\text{O}_3 + \text{Na}_2\text{O} + \text{K}_2\text{O} + \text{CaO} + \text{MgO}$ ) azalmasına katkıda bulunmuştur ancak burada sözü edilen miktar yapılan dolomit ilavesine oranla çok daha zayıftır. Reçetede toprak alkalilerin artışı deformasyon açısından olumlu sonuç vermiştir ancak su emme değerinin yüksek oluşu camsı faz viskozitesinin azaldığını işaret etmektedir. Toplu küçülme değeri yapıdaki kaolenlerin oranının artmasıyla çok az yükselmiştir.

**Çizelge 6.8.** IV. Grup (1) reçetelerde etkisi araştırılan oksitlerin seger değerlerine ait şematik gösterim (Oksitin Seger değerinin azaltılması ↓ işaretiyle; arttırılması ↑ işaretiyle; sabit tutulması ise ↔ işaretiyle gösterilmiştir.)

Reçete Kodu	$\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$	$\text{Na}_2\text{O}/\text{K}_2\text{O}$	$\text{MgO}/\text{CaO}$	$\text{MgO}+\text{CaO}$	$\text{R}_2\text{O}/\text{RO}$	Kil/Kaolen
STD	↔	↔	↔	↔	↔	↔(100/x)
C-12	↔	↔	↔	↑↑	↓↓↓	↓(97,5/x)

x: standart reçetede % ağırlıkça kaolen miktarıdır.

C-13 reçetesi,  $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$  oranı,  $\Sigma\text{R}_2\text{O}$  ve  $\Sigma\text{RO}$  miktarları sabit kalacak biçimde, standart reçeteye kalsit ve potasyum feldispat ilave edilerek düzenlenmiştir.  $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$  oranını sağlamak üzere killer ile kaolenler yer değiştirilmiştir. Yapıdaki kalsiyum oksit ve potasyum oksit seger değerleri artmıştır. Deformasyon ve su emme değerlerinin yüksek olması iri tanecikli kaolenlerin kullanımının şekillendirme paketlenmesini zayıflaştırmasından dolayı olduğu düşünülmektedir. Bu sonuç, % kuru ve toplu küçülme miktarlarının artışıyla desteklenmektedir. C-14 reçetesinde, C-13 reçetesi baz alınmıştır ve  $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$  oranının sağlanması için mevcut killerle birlikte illit miktarını arttıracak biçimde tek tip kaolen kullanılmıştır. Pişmiş numunede belirgin biçimde şişme(bloating) gözlemlenmiştir. IV. Grup reçetelere ait fiziksel sonuçlar toplu halde **Çizelge 6.10.**'da sunulmuştur.

**Çizelge 6.9.** IV. Grup (2) reçetelerinde etkisi araştırılan oksitlerin seger değerlerine ait şematik gösterim (Oksitin Seger değerinin azaltılması ↓ işaretiyle; artırılması ↑ işaretiyle; sabit tutulması ise ↔ işaretiyle gösterilmiştir.)

Reçete Kodu	$\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$	$\text{MgO}/\text{CaO}$	$\text{MgO}+\text{CaO}$	$\text{Na}_2\text{O}+\text{K}_2\text{O}$	$\text{Na}_2\text{O}/\text{K}_2\text{O}$
Std.	↔	↔	↔	↔	↔
C-13	↔	↑	↔	↔	↓
C-14	↔	↑	↔	↔	↓

Deformasyon miktarının, sistemde oluşan camsı fazın viskozitesine ve dolayısıyla çözebildiği kuvars miktarına bağlı olduğu literatürde belirtilmektedir. Camsı fazın oluşum sıcaklığı kadar, bu fazın kuvars tanelerini çevrelemesinin de büyük önem taşıdığı konusuna daha önceki kısımlarda değinilmiştir. Camsı fazın düşük sıcaklıkta reaktivitesini arttırmak üzere, deformasyonu azaltmada olumlu sonuçlar elde edildiği bilinen bir yaklaşım olan feldispatların tane boyutunun azaltılması yöntemi C-15 reçetesinde kullanılmıştır. İnce tane boyutlu potasyum

feldispat ile birlikte kalsit ilave edilmiş ve  $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$  oranının sabit kalmasına özen gösterilmiştir. **Çizelge 6.12.**'de görüldüğü üzere, ince tane boyutlu potasyum feldispatın kullanımı ile şekillendirme paketlemesi artmış ve kuru küçülme % değeri standart oranla azalmıştır. Vitreous china kompozisyonları gibi partikül süspansiyonu olan sistemlerde; partikül-sıvı süspansiyonunun yığın viskozitesinin deformasyon davranışı üzerindeki etkisininin sıvı faz viskozitesinden daha fazla etkili olduğu bilinmektedir (Marquez 2010).  $\text{K}_2\text{O}-\text{Al}_2\text{O}_3-\text{SiO}_2$  üçlü faz sisteminde  $990^\circ\text{C}$ 'de oluşan ötektik sıvı, düşük viskoziteli potasyumca zengin cam paketlerini oluşturur ve sıcaklığın artışı ile silika bakımından doygunlaşır. Sıcaklığın yükselmesi ve oluşan difüzyonlar sonucunda silikanın camsı fazdaki konsantrasyonunun artışı, camsı fazın viskozite değerini arttırmaktadır. Bu durum sistemin erken deformasyonunu engellemiştir.  $1100^\circ\text{C}$ 'den sonra kuvvetli bir ergitici olarak rol alan kalsiyum oksitinin varlığı, camsı fazı akışkan hale getirip % toplu küçülme ve deformasyon miktarını arttırmıştır. Ancak su emme değerindeki artış, kristalizasyon eğilimini işaret etmektedir. C-16 reçetesinde, C-15 reçetesindeki ergitici miktarı artırılarak su emme değeri azaltılmaya çalışılmıştır (**Çizelge 6.10.**). Artan potasyum miktarıyla uyumlu biçimde, karışık alkali etkisinin bir sonucu olarak, su emme değeri azalmış ancak deformasyon değeri artmıştır (**Çizelge 6.12.**).

**Çizelge 6.10.** IV. Grup (3) reçetelerinde etkisi araştırılan oksitlerin seger değerlerine ait şematik gösterim (Oksitin Seger değerinin azaltılması ↓ işaretiyle; artırılması ↑ işaretiyle; sabit tutulması ise ↔ işaretiyle gösterilmiştir.)

Reçete Kodu	$\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$	$\text{MgO}/\text{CaO}$	$\text{MgO}+\text{CaO}$	$\text{Na}_2\text{O}+\text{K}_2\text{O}$	$\text{Na}_2\text{O}/\text{K}_2\text{O}$	$\sum\text{R}_2\text{O}+\text{RO}$
Std.	↔	↔	↔	↔	↔	↔
C-15	↔	↓↓	↑	↑	↓	↔
C-16	↔	↓	↑	↑	↓↓	↑↑

Reçete C-17 ve C-18'de potasyum feldispat miktarı arttırılmış ve segerdeki MgO/CaO değeri azaltılmıştır (Çizelge 6.11.). Özsüz hammadde fraksiyonunun ortalama tane boyutunun azalması ile beklenildiği gibi % kuru küçülme değeri azalmış ve toplu küçülme değerleri artmıştır. Sistemin ergiticilik parametresinin artışı, kompozisyondaki hammaddelerin temas noktalarının arttırılması ve küçük tane boyutunun partikül reaktivitesini arttırması sonucunda elde edilen fiziksel özellikler dikkate alınarak toplam camsı faz miktarı C-18 reçetesinde azaltılmıştır. Çizelge 6.12.'de görüldüğü üzere, yürütülen laboratuvar çalışmalarının sonucunda, C-18 reçetesinin standarta oranla daha düşük deformasyon değerine sahip olduğu belirlenmiş ve kompozisyonun üretim denemesinde değerlendirilmesine karar verilmiştir. Bu reçete kullanılarak üretilen mamül, standart ürün boyut toleransından daha küçük elde edilmiştir, bu sebeple reçetenin devreye alınması durumunda, toplu küçülme değerine uygun kalıp tasarlanması gereklidir.

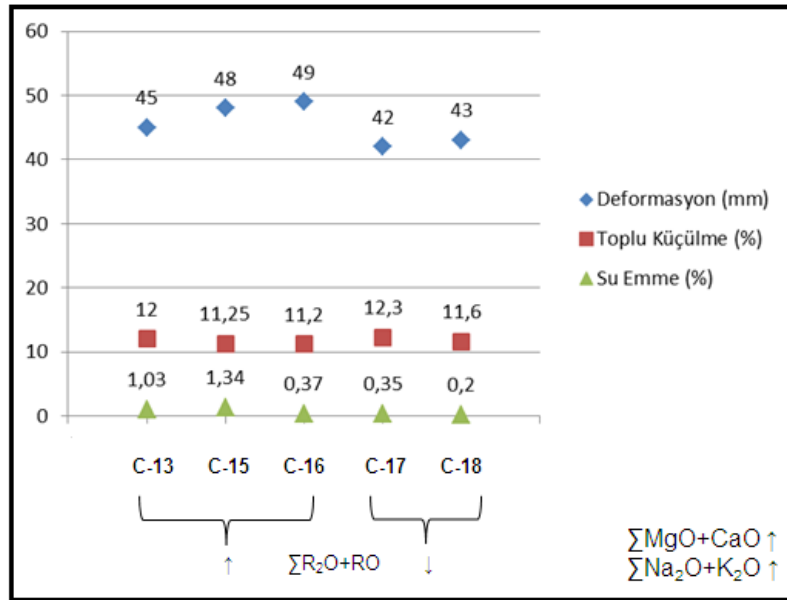
**Çizelge 6.11.** IV. Grup (4) reçetelerinde etkisi araştırılan oksitlerin seger değerlerine ait şematik gösterim (Oksitin Seger değerinin azaltılması ↓ işaretiyle; arttırılması ↑ işaretiyle; sabit tutulması ise ↔ işaretiyle gösterilmiştir.)

Reçete Kodu	SiO <sub>2</sub> /Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	MgO/CaO	MgO+CaO	Na <sub>2</sub> O+K <sub>2</sub> O	Na <sub>2</sub> O/K <sub>2</sub> O	ΣR <sub>2</sub> O+RO
Std.	↔	↔	↔	↔	↔	↔
C-17	↔	↓	↔	↔	↓↓↓	↑↑
C-18	↔	↓↓	↔	↔	↓↓↓	↑

Reçete tasarlanması aşamasında, hedeflenen deformasyon miktarının ürünün formuna ve şekillendirme kalınlığına uygun biçimde belirlenmesi önem arzeder. Geliştirilen reçetelerden vollastonit ilaveli C-3 reçetesi 28mm ve K-feldispat - kalsit ilaveli C-18 reçetesi 43mm deformasyon değeri ile işletme şartlarında geliştirilmeye uygun reçeteler olarak seçilmiştir. C-3 ve C-18 kompozisyonları ile deformasyon değeri standarta oranla sırasıyla ~%41,6 ~%10,4 azaltılmıştır.

Çizelge 6.12. IV. Grup reçetelerine ait fiziksel özellikler

	Kuru Küçülme (%)	Halka Sıcaklığı (°C)	Deformasyon (mm)	Toplu Küçülme (%)	Su Emme (%)
C-12	2,9	1200	32	10,6	1,7
C-13	3,6	1200	45	12	1,03
C-14	2,4	1200	16	4,1	14
C-15	2,7	1200	48	11,25	1,34
C-16	2,8	1200	49	11,2	0,37
C-17	3,2	1200	42	12,3	0,35
C-18	2,8	1200	43	11,6	0,2



Şekil 6.16. IV. Grup reçetelerde kompozisyonun değişimine bağlı olarak fiziksel özelliklerin değişimi

V. Grup reçetelerde, son dönemde yapılmış çalışmalarda (Zanelli 2008, Tayçu 2009, Tarhan 2010, Tunçel 2012) göze çarpan, kompozisyona lityum oksit ve firit ilaveleri yoluyla kuvars çözünürlüğünün artırılması methodu takip edilmiştir.

V. Grup(1) reçetelerinde (**Çizelge 6.19.**) sodyum oksit ile lityum oksit molce birebir yer değiştirilmiştir. Azaltılan albit yerine spodümen ilave edilmesi sistemin  $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$  oranının azalmasına neden olmuştur. Lityum oksitin kullanılmasıyla sodyum katyonundan daha küçük bir katyonun reçeteye girmesini sağlamıştır. Modifiye edici bir oksit olan lityumun cam ağ yapısını kırarak viskoziteyi değiştirmesinin temelde iki sebebi vardır. Bunlardan birincisi, koordinasyon sayısının sodyumdan daha az olmasıdır. Sodyumun koordinasyon sayısı altı iken lityumda bu değer dördür. Koordinasyon sayısı azaldıkça viskozite değeri düşer ve viskoz akış kolaylaşmaktadır (Scholze 1991). Viskozitenin azalmasının bir diğer sebebi ise yapıya katılan lityum katyonunun silisyum ve oksijen arasında yer alan Si-O-Si bağlarını zayıflatmasıdır. Literatürde  $\text{Li}_2\text{O}$ 'in kullanımı genellikle pişirim sıcaklık ve süresinin azaltılması yönündedir. Hazırlanan reçetelerin standart ile aynı sıcaklık ve süredeki endüstriyel programda pişirilmesi % toplu küçülme, deformasyon ve % su emme değerlerinin artışı ile sonuçlanmıştır. C-19 ve C-20 reçetelerinin fiziksel sonuçları irdelendiğinde lityum oksitin miktarındaki küçük bir artışın toplu küçülme değerini çok değiştirmeksizin deformasyon değerini önemli ölçüde artırdığı görülmektedir. Bu durum bir kısmı sodyum ve potasyum ile bağ yapmış olan silika tetrahedralarının(Q4 ve Q3) varlığında yapıya ilave edilen küçük boyutlu lityum katyonlarının yeni köprü yapmamış oksijenleri(non-bridging oxygen) açığa çıkartması ve viskozitenin aniden düşüşünden dolayıdır.

**Çizelge 6.13.** V. Grup(1) reçetelerine ait fiziksel özellikler

Reçete Kodu	SiO <sub>2</sub> /Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Li <sub>2</sub> O	Na <sub>2</sub> O	Na <sub>2</sub> O/K <sub>2</sub> O
Std.	↔	↔	↔	↔
C-19	↓	↑	↓	↓
C-20	↓↓	↑↑	↓↓	↓↓
C-21	↓↓↓	↑↑↑	↓↓↓	↓↓↓

**Çizelge 6.14.** V. Grup(1) reçetelerine ait fiziksel özellikler

	Kuru Küçülme (%)	Halka Sıcaklığı (°C)	Deformasyon (mm)	Toplu Küçülme (%)	Su Emme (%)
<b>C-19</b>	2,9	1200	49	10,3	0,43
<b>C-20</b>	2,8	1200	52	10,5	0,32
<b>C-21</b>	2,8	1200	56	10,9	0,89

V. Grup (2) reçetelerinde alkali oksitler yerine borlu firit ilave edilmiştir. Yer değiştirme molce birebir yapılmıştır. Firitin yüksek silika içeriğinden dolayı SiO<sub>2</sub>/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> oranı korunabilmiştir. Borlu firitin kullanıldığı çamurlarda reolojik problemler gözlemlenmiş ve çalışılan % katı hammadde miktarı ve deflokülant miktarı değiştirilerek denemeler tekrarlanmıştır. Henüz çamur hazırlama aşamasında, özsüz hammaddelerin açılması tamamlanmamışken çamurların döküm yapılamaz derecede yüksek viskoziteli olması ve karıştırmada uygulanan kayma gerilmesinin ortadan kaldırılması ile aniden gelişen tiksotropide olması sebebiyle denemelerden sonuç alınamamıştır. Bu durumun firitin öğütülmesi esnasında bir miktar bor oksitin suya geçerek reolojiyi bozması sebebiyle kaynaklanabileceği düşünülmüştür.

**Çizelge 6.15.** V. Grup (2) reçetelerine ait fiziksel özellikler

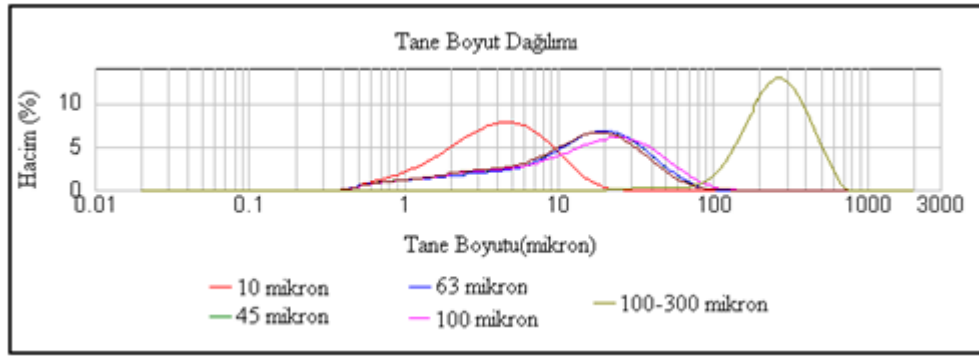
Reçete Kodu	SiO <sub>2</sub> /Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	B <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Na <sub>2</sub> O+K <sub>2</sub> O	CaO+MgO
Std.	↔	-	↔	↔
C-22	↔	↑	↓	↔
C-23	↔	↑↑	↓↓	↔
C-24	↔	↑↑↑	↓↓↓	↔

Deformasyonun azaltılması konusundaki çalışmalara, kalıp revizesi gerektirmeksizin deformasyonu azaltmak üzere kuvars tane boyutunun değiştirilmesi denemeleri ile devam edilmiştir.

Literatür incelendiğinde, Taçyıldız (1997) ve arkadaşları tarafından sağlık gereçleri bünyesi fiziksel özelliklerine kuvars, kaolen ve feldspat tane boyutunun etkilerinin araştırılması ile yapılan çalışmada deney sonucu olarak karışım içindeki kuvarsın % 90 miktarının tane boyutunun 36,6 µm'den 29 µm'ye indiğinde malzemede belirgin deformasyon olmaksızın pişmiş mukavemetin % 18,6 oranında arttığını ve feldspat tane boyutunun 45,4 µm'den 35,4 µm'ye indiğinde ise malzemenin su emme değerinde % 160 oranında azalma gözlemlenmiştir. Andreeva (2002) ve arkadaşlarının elektrik porseleninin mukavemetini artırmaya yönelik çalışmasında bileşimdeki özsüz hammaddeler olan kuvars ve feldspatın ince öğütülmesiyle porselenin mukavemeti standart değer olan 60 MPa' dan 110 MPa'a yükseltilmiştir. İnce öğütlemeyle birlikte porozite de azalmıştır. Dağ'ın (2009) yüksek lisans tezi çalışmasında gerçekleştirilen çalışmalar sonucunda, tane boyutunun düşürülmesi ile hem sinterleme sıcaklığı hem de deformasyonun düştüğü belirlenmiştir. Sadece kuvars tane boyutunun değişimi sinterleme sıcaklığını ve deformasyonu düşürmekte ancak bu düşüş kuvars ve feldspat tane boyutunun aynı anda düşürülmesinden daha az etkili olmaktadır. Tane boyutuyla ilgili olarak çalışılan kompozisyonlar değerlendirildiğinde en fazla dikkati çeken farklılıklar; i) por boyut ve ii) müllit kristallerinin dağılımıdır. Taşkiran (2006) ve arkadaşlarının yaptığı çalışmada

karıştırma ve öğütmenin, tane paketlenmesini kontrol eden tane boyut dağılımı üzerinde ana etkisinin bulunduğu ve yüksek oranda tane paketlenmesinin pişmiş mikroyapıda kapalı gözenek boyutunu ve sayısını düşürerek yoğunlaşmayı arttırdığı belirlenmiştir. Eğme mukavemetinin göreceli yoğunlukla doğru orantılı, kapalı gözenek boyutu ve miktarı ile ters orantılı olarak değiştiği tespit edilmiştir. Feldispat eriyiği içindeki kuvars çözünmesi kısmen kuvarsın tane boyutuna bağlıdır. Kuvarsın çözünmesi porselenin düşük sıcaklıklarda erken camlaşmasını ve sıcaklık artışıyla birlikte deformasyon direncinin artmasını sağlar. Deformasyonun azaltılmasında etken olan bir diğer parametre de sıvı-kristal süspansiyonunun içerisinde yer alan kalıntı kuvars miktarıdır.

Çalışmada, standart reçetede kullanılan kimyasal bileşimde ve farklı tane boyut dağılımına sahip olacak biçimde öğütülmüş kuvarsın reçetelerde kullanılması ile deformasyonun azaltılması amaçlanmıştır. ESAN A.Ş. 'den temin edilen kuvarsların tane boyut dağılımları belirlenmiştir (Şekil 6.17. ve Çizelge 6.16.). Farklı tane boyut dağılımındaki kuvarslardan standart reçetede yer alan (% ağırlıkça) miktarda kullanılarak çamurlar hazırlanmış ve 12 'şer adet mukavemet çubuğu 2 'şer adet deformasyon çubuğu, 4'er adet küçülme plakası dökülmüştür. Numunelerin fiziksel özellikleri belirlenmiştir.



Şekil 6.17. Tane boyut ve dağılımının etkilerinin belirlenmesinde kullanılan kuvarsların tane boyut dağılım eğrileri

**Çizelge 6.16.** Tane boyut ve dağılımının etkilerinin belirlenmesinde kullanılan kuvarsların d10 (µm), d50 (µm) ve d90 (µm) değerleri ve reçete kodları

<b>Kuvars Numune Adı-Reçete Kodu</b>	<b>d10 (µm)</b>	<b>d50 (µm)</b>	<b>d90 (µm)</b>
<b>10 mikron-T10</b>	1,321	4,023	9,757
<b>45 mikron-T45</b>	1,973	14,428	38,998
<b>63 mikron-T63</b>	1,993	14,539	39,192
<b>100 mikron-T100</b>	1,945	13,105	36,234
<b>100-300 mikron-T100/300</b>	138,672	262,061	454,968

**Çizelge 6.17.** Farklı büyüklüklerdeki kuvarslar ile hazırlanan bünyelerin fiziksel özellikleri

	<b>Litre Ağırlığı (g/lt)</b>	<b>Kuru Küçülme (%)</b>	<b>Halka Sıcaklığı (°C)</b>	<b>Deformasyon (mm)</b>	<b>Toplu Küçülme (%)</b>	<b>Plaka Su Emme (%)</b>
<b>T10</b>	1806	2,7	1200	48	11,4	0,03
<b>T45</b>	1806	2,8	1200	49	10,9	1,3
<b>T63</b>	1806	2,8	1200	49	10,8	1,06
<b>T100</b>	1806	2,8	1200	46	10,7	1,68
<b>T100/300</b>	1806	2,8	1200	45	9,6	2,54

**Çizelge 6.18.** Farklı büyüklüklerdeki kuvarslar ile hazırlanan bünyelerin ham ve pişmiş mukavemet değerleri

	<b>T10</b>	<b>T45</b>	<b>T63</b>	<b>T100</b>	<b>T100/300</b>
<b>Ham Mukavemet (kg/cm<sup>2</sup>)</b>	14,87	17,29	17,96	17,65	20,22
<b>Pişmiş Mukavemet (kg/cm<sup>2</sup>)</b>	488,07	417,10	442,03	426,64	206,67

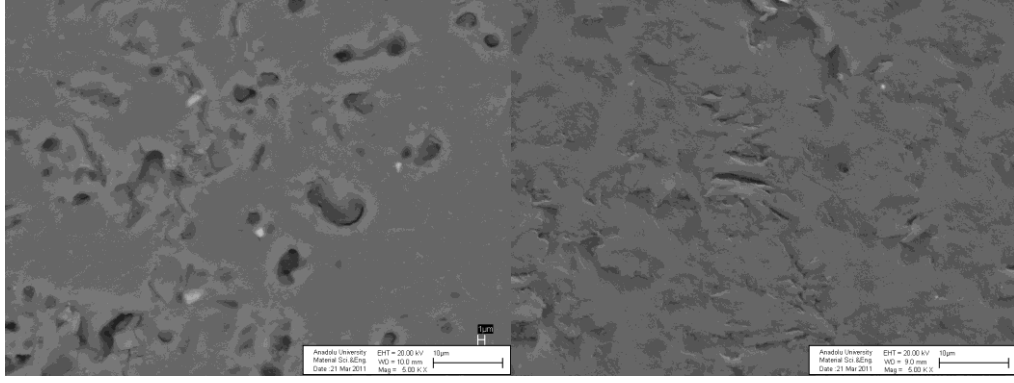
**Çizelge 6.19.** Farklı tane boyutlarındaki kuvarslar ile hazırlanan bünyelerin su emme (%), yığınsal yoğunluk (g/cm<sup>3</sup>), görünür yoğunluk (g/cm<sup>3</sup>) ve porozite (%) değerleri

	<b>Su Emme (%)</b>	<b>Yığınsal Yoğunluk (g/cm<sup>3</sup>)</b>	<b>Görünür Yoğunluk (g/cm<sup>3</sup>)</b>	<b>Porozite (%)</b>
<b>T10</b>	0,018	2,416	2,417	0,043
<b>T45</b>	0,984	2,340	2,395	2,302
<b>T63</b>	0,927	2,347	2,399	2,171
<b>T100</b>	1,274	2,329	2,400	2,961
<b>T100/300</b>	1,833	2,314	2,416	4,240

Endüstriyel pişirim rejimine tabi tutulan numunelerin sonuçları irdelendiğinde, özsüz hammaddelerin partikül boyutunun küçültülmesiyle kuru küçülme değeri azalmış ve pişme küçülmesi ile deformasyon miktarı artmıştır. İnce tanelerin sistemde tam olarak çözünmesiyle daha fazla sayıda, ancak daha küçük porlar oluşmaktadır. Bu durum % su emme değerini azaltmıştır. Tamamen çözünerek camsı faz miktarını arttıran ince partiküller camsı yapıyı kuvvetlendirir ve yüksek mukavemet değerleri elde edilir. Özellikle T10 reçetesindeki mukavemet artışının kuvarsların daha geniş yüzey alanı sağlaması ve dolayısıyla, müllit oluşumunun aktivasyonu ile gerçekleştiği düşünülmektedir. Kalıntı kuvars

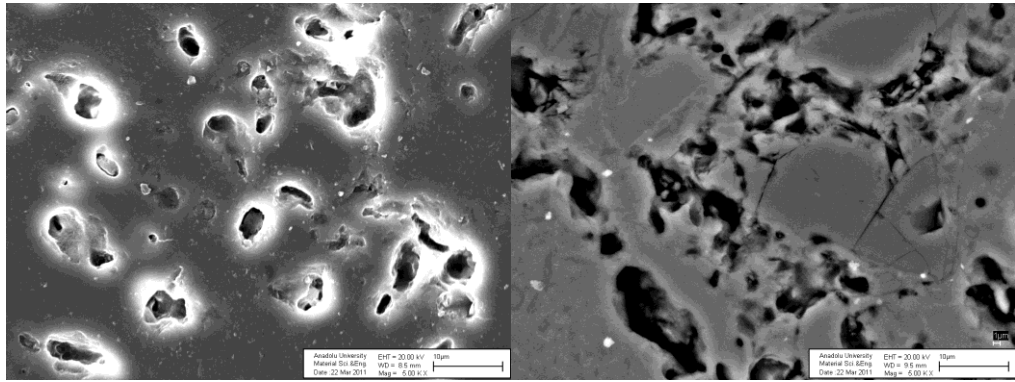
miktarının standartta oranla az oluşu ise deformasyon direncini düşürmektedir(**Çizelge 6.17.** ).

Reçetenin özsüz hammadde fraksiyonunun kabalaşması tanelerin temas noktalarının azalmasına ve dolayısıyla yüksek sıcaklıkta sinterleme kinetiklerinin olumsuz yönde değişimine neden olmaktadır. Kullanılan kuvars tane boyutunun artması numunelerin kuru küçülme ve toplu küçülme değerlerinin azalmasına neden olmuştur. Bu durum, tanelerin irileşmesinin paketlemeyi olumsuz etkilemesinden dolayıdır. İri tanelerin varlığında, bünye iskeletini oluşturan kuvars tanelerinin arasındaki boşluklar, yüksek sıcaklıkta etraflarını saran viskoz camsı faz ile doldurulamaz ve yoğunluk beklenen biçimde azalır(**Çizelge 6.19.**). Mikroyapılarda kuvarsın partikül boyutunun artması durumunda çevresel çatlaklar fazlaşmış, taneler arası kırılmalar, tamamen ayrılmış veya çıkmış partiküller yapının fiziksel özelliklerini ve mukavemet değerlerini düşürmüştür (**Çizelge 6.18.**).



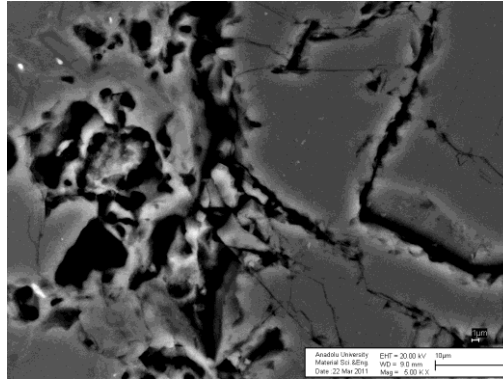
T10

T45



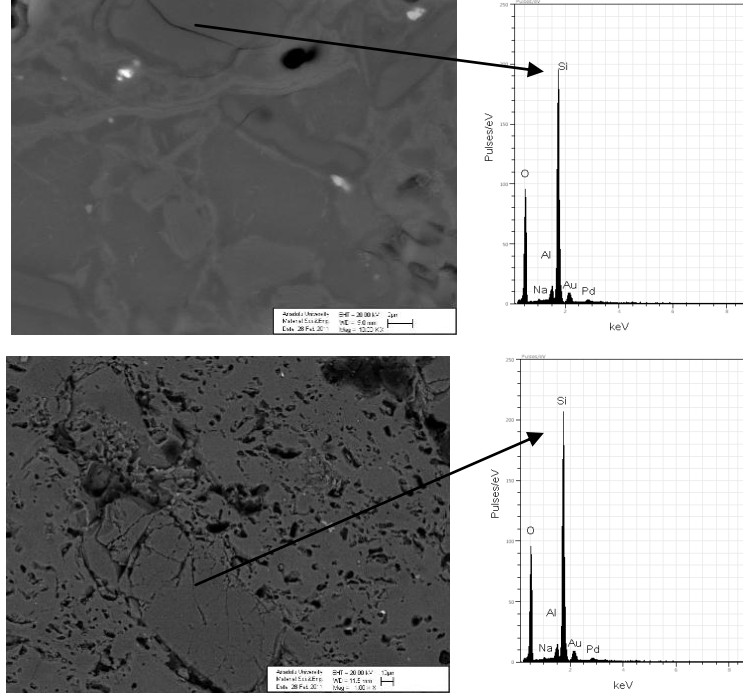
T63

T100

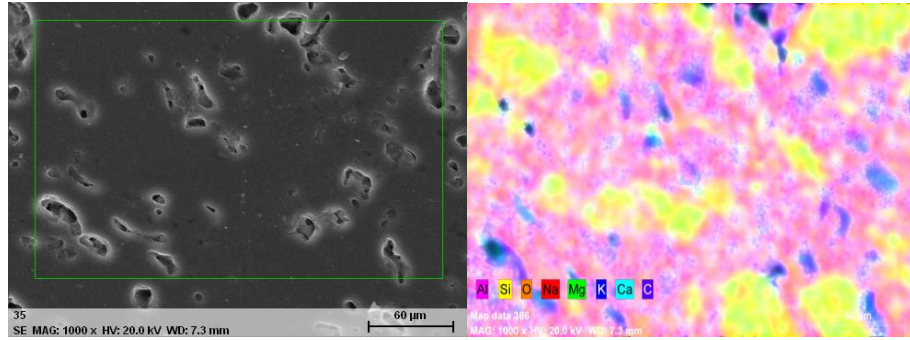


T100/300

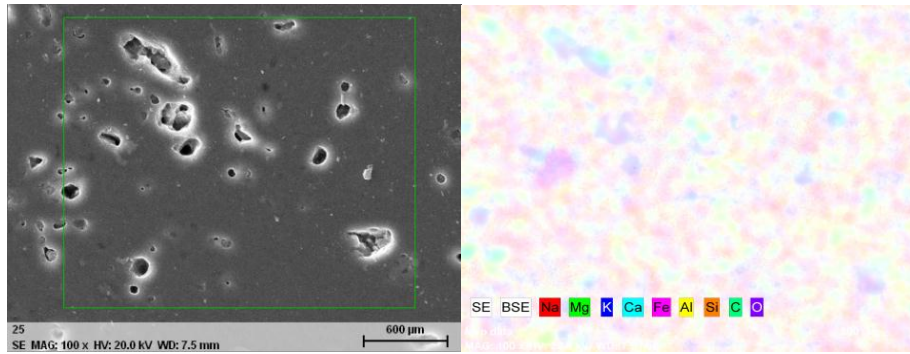
**Şekil 6.18.** Farklı kuvars tane boyutları kullanılarak üretilen bünyelerin mikroyapı görüntüleri (5000 büyütme, mikron bar=10 µm)



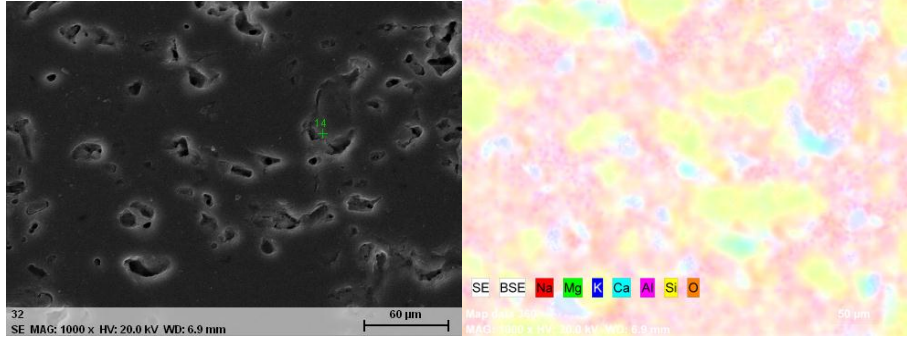
**Şekil 6.19.** Kalıntı kuvars taneleri, transgranüler ve intergranüler çatlaklar ile EDX sonuçları (mikron bar=10 µm)



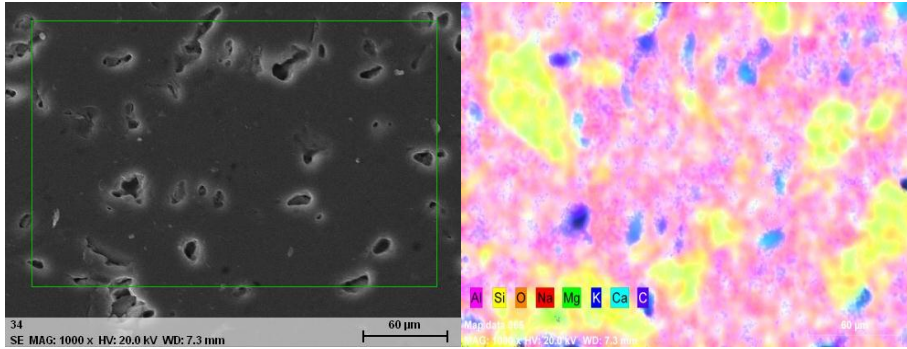
**Şekil 6.20.** Standart bünyenin (a) mikroyapı görüntüsü (b) elementel haritası (1000 büyütme)



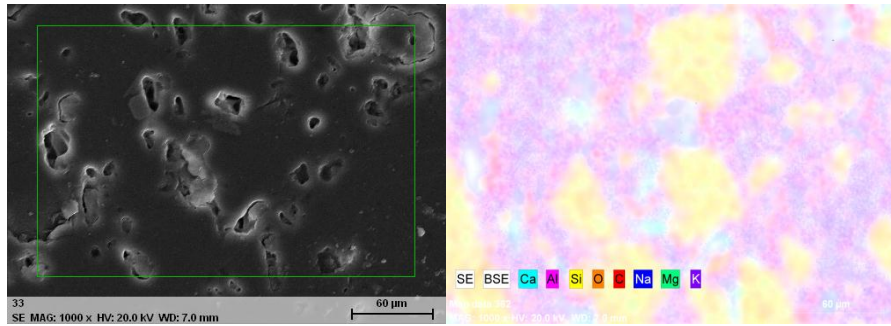
**Şekil 6.21.** T10 reçetesinin (a) mikroyapı görüntüsü (b) elementel haritası (1000 büyütme)



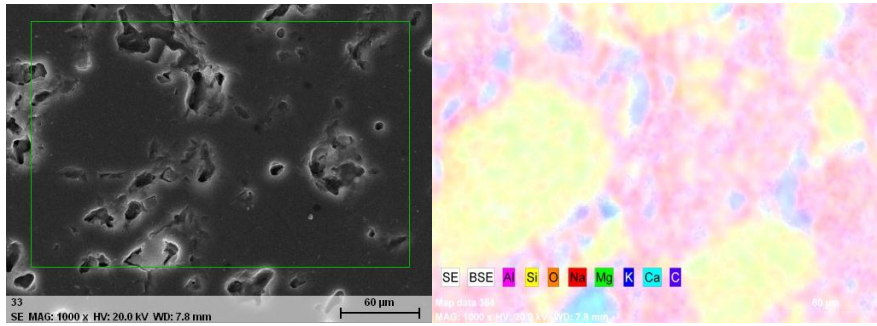
Şekil 6.22. T45 reçetesinin (a) mikroyapı görüntüsü (b) elementel haritası (1000 büyütme)



Şekil 6.23. T63 reçetesinin (a) mikroyapı görüntüsü (b) elementel haritası (1000 büyütme)



Şekil 6.24. T100 reçetesinin (a) mikroyapı görüntüsü (b) elementel haritası (1000 büyütme)



Şekil 6.25. T100/300 reçetesinin (a) mikroyapı görüntüsü (b) elementel haritası (1000 büyütme)

Aynı sıcaklıkta fakat farklı tane boyut ve dağılımına sahip tanelerin su emme değerleri incelendiğinde tane boyutunun artması ile su emme değerinin arttığı görülmektedir. Bünyelerin su emme davranışları açık porozite miktarına bağlı olarak değişmektedir. Su emmenin artması, açık porozitenin arttığını ifade etmektedir(Bernasconi, 2011). Ayrıca, tanelerin şekilleri de dikkate alındığında, bağlantılı por kanallarının varlığından söz edilebilir. Deformasyon direncinin arttırılması için, iso-termal bir pişirim programı yerine tüm numunelerin aynı su emme değerine ulaştırılarak kalıntı kuvars miktarı ile birlikte camsı fazın kompozisyonunun incelenmesi daha anlamlı olacaktır.

## 6.5. Bölüm Sonuçları

Hataların sayısallaştırılması ancak otomotiv sanayiinde kullanılan bilgisayar otomasyonlu ve yüksek maliyetli bir yöntem ile yapılabilirken endüstriyel bazda uygulanabilir, pratik bir sayısallaştırma metodu geliştirilmiştir.

✓ Yapılan kurutma ve pişirim denemeleri sonucunda, ürüne etki eden iki tip deformasyonun varlığından söz edilebilir; yaş mamülde hidroplastik pişmiş mamülde piroplastik deformasyon görülmektedir.

✓ Hidroplastik deformasyon, ürünün paketlenme derecesine ve mamül ağırlığına bağlı olarak artmaktadır.

✓ Ürün yüzeyinde pişirim aşamasında meydana gelen piroplastik deformasyonlar tasarım tarağı ve sentil çakısı kullanılarak ölçülmüştür. 1100 °C'den sonra ürün yüzeyinde deformasyonlar gözle görülebilir hale gelmektedir. Deformasyonların 1150 °C'den sonra hızla artması ve 1200 °C'de en yüksek değerine ulaşması söz konusudur. Bu durum, 1100 °C'den sonra oluşan camsı fazın viskozitesinin 1150 °C'den sonra azalması ile ilişkilendirilmiştir. Pişirim süresinin artması da piroplastik deformasyonu arttırmaktadır.

✓ Pişirim süresinin artması piroplastik deformasyon miktarını arttırmaktadır.

✓ Özellikle boş dökümle şekillendirilen yan yüzeylerde ve ön bölgede oluşan deformasyonlar düzgün (rölyefsiz) yüzeyde mamul yüksekliği arttıkça daha fazla dikkat çekmektedir. Bu durum boyut artışının neden olduğu gerilim artışı ile açıklanabilmektedir.

✓ Boş döküm bölgesinin üst ve alt kısımlarının paketlenme derecesinin, mamülün kalıptan alınmasından sonraki bekleme ve kurutma aşamalarında değiştiği belirlenmiştir. Alt kısımlar, üzerlerine etkileyen ağırlıktan dolayı daha fazla sıkıştığından, % pişme küçülme değerleri üst kısımlara oranla daha azdır. Aynı bölgeden alınan numunelerin yatay ekseninde küçülmesi bu nedenden dolayı düşey eksenindeki % küçülme değerinden daha fazladır.

✓ Mamül ağırlığı piroplastik deformasyonu arttırmaktadır. Mamül üzerindeki ölü yüklerin azaltıldığı durumda, deformasyonlar ile birlikte boğum izleride azalmıştır ancak tümüyle yok olmamıştır. Ölü yüklerin, yüzeydeki tüm

hataların kaynağını oluşturmadığı sonucuna varılmıştır. Bu hataların şekillendirme aşamasında olduğu bir kez daha göze çarpmıştır. Ancak, ince kesitli ürünlerin üretilmesi hata kaynaklarını azaltıcı faydalı bir yöntemdir.

✓ Yürütülen kompozisyonel çalışmalar sonucunda çamurun paketlenmesinin iyileştirilmesi, camsı fazın miktar ve viskozitesinin kontrolü ile deformasyonların azaltılabildiği belirlenmiştir.

✓ Bünyeye yapılan vollastonit ilavesi, iğnemsli tanelerin sisteme katılmasıyla çamurun şekillendirmedeki paketlenmesini iyileştirmiş ve oluşan kompozit yapı deformasyon direncini arttırmıştır. %10'a kadar artan vollastonit miktarına karşılık deformasyon değerleri sırasıyla 43 mm'den 16 mm'ye kadar azalmıştır. Standart üretim için bu değer 46 mm'dir. Vollastonit ilavesi ile hazırlanan reçetelerde deformasyon değerleri % su emme değerleri ile birlikte değerlendirildiğinde C-3 reçetesi endüstriyel üretime en uygun reçetedir. C-3 reçetesinin deformasyon çubuğu ile belirlenen değeri 28mm'dir. İşletmede şartlarında gerçekleştirilen, standart et kalınlığı olan 12 mm ve 8 mm'lik ince kesitli ürün denemesinde C-3 reçetesi olumlu sonuç vermiştir. İnce kesit denemesinde mamul ağırlığının azaltılması, gövdenin taşıdığı ölü yük miktarını azaltarak yan yüzeylerin deformasyonunu azaltmıştır. Ürün yüzeyinde tasarım tarağı ve sentil çakısı ile ölçülen en belirgin deformasyon 2 mm'dir. Standart reçete ile üretilen bazı ürünlerde bu değer 8 – 9mm civarına ulaşmaktadır.

✓ Bir diğer düşük deformasyonlu reçete de sistemdeki albitin azaltılıp, potasyum feldispat ve kalsitin artırılması ile hazırlanmıştır. Reçetenin geliştirilmesi sürecinde, camsı fazın miktar ve kompozisyonunun deformasyon direncini arttıracak biçimde modifikasyonlar yapılmıştır. Standart olarak belirlenen kompozisyonun deformasyon değerinin yaklaşık % 10 altında olan(43mm) bu reçete ile özellikle yuvarlatılan köşe ve kenarların olduğu ürünlerde gerilmelerden kaynaklı keskin çatlakların oluşmasını engellemek bakımından ve rölyefli ürünlerin üretiminde, kalıplar üzerinde yapılması gereken işlemlerin azaltılması açısından önem arz etmektedir.

## 7. GENEL SONUÇLAR

Bu doktora tez çalışmasında, seramik sağlık gereçleri sektöründe pazar payı yüksek olan, büyük boyutlu, düz ve keskin hatlara sahip mamullerin üretilmesi sırasında meydana gelen, çamur birleşim izleri (damar hatası), boş-masif döküm geçiş izleri (boğum hatası) ve deformasyonların oluşumları ele alınmıştır. Tez çalışmalarından aşağıdaki sonuçlar elde edilmiştir;

Tezin ilk bölümünde damar hatasının oluşumunu tespiti yönelik çalışmalar yürütülmüştür.

✓ Tezin konusunu oluşturan hataların gözle tespiti dışında herhangi bir ölçme, değerlendirme ve karşılaştırma sistemi yoktur. Damar hatalarının sarı ışık altında fotoğraflanması hatanın görüntülenmesi, arşivlenmesi ve karşılaştırılması bakımından faydalı bir tekniktir.

✓ Damar hatasının döküm esnasında, kalıbı farklı bölgelerinden dolduran çamurların karşılaştıkları noktada, ince partiküllerin üst üste toplanarak paketlenmesi sonucunda oluştuğu ve rötüş işlemleri ile giderilemediği belirlenmiştir.

✓ Yapılan üretim denemelerinde çamurun laminar akışı koruyacak derecede yavaş ve kalıp içerisindeki karışmayı sağlayacak kadar hızlı biçimde doldurulmasının ve besleme yolluklarının konum, çap ve açılarının değiştirilmesi ile kalıp içerisindeki karışmanın aktive edilmesinin damar hatasının azaltılmasında etkili olduğu sonucuna varılmıştır.

Tezin ikinci bölümünde boğum hatasının oluşumunu tespiti yönelik çalışmalar sürdürülmüştür.

✓ Mamül yüzeyindeki boğum ve deformasyonların görüntülenmesi, karşılaştırılması ve sayısal değerler ile ifade edilmesi bakımından tasarım tarağı ve sentil çakısının kullanılması faydalı bir tekniktir.

✓ Boğum hatasında meydana gelen görsel farklılıklar, tanelerin kalıp içerisindeki ortamından kaynaklanmaktadır. Boğum izlerinin, kalıp sayısı

arttığında artış gösterdiği belirlenmiştir. Bu durum başlangıç paketlenmesinin sıkılaşmasıyla açıklanmıştır.

✓ Boğum izlerinin şiddetinin, ürün kalıptan alındıktan sonra ortamda bekleme pozisyonuna ve kurutma programına bağlı olarak değişim gösterdiği beirlenmiştir. Bu aşamalarda sırasıyla hidroplastik deformasyon ve kuruma küçülme hızları arasındaki farklılıklar etkindir. Ayrıca, hidroplastik deformasyonun kurutma aşamasındaki küçülmelerden daha fazla etkin olduğu sonucuna varılmıştır.

✓ Ürünün çeşitli bölgelerinde ortalama tane boyutunun konuma bağlı olarak değiştiği ancak belirgin bir segregasyon oluşmadığı tespit edilmiştir. Bu durum, paketlemeyi değiştirmekle birlikte sinterleme reaksiyonlarının bölgeler bazında farklı hızlarda oluşmasını da açıklamaktadır.

✓ Pişirim sonucunda boğum izinin belirginleşmesi, yalnızca bu bölgenin paketlenme ve sinterlenme özelliklerine bağlı olarak değil; aynı zamanda izi çevreleyen bölgelerin göreceli paketleme ve sinterleme özelliklerine bağlı olarak değişmektedir.

✓ Boğum izinin gözlemlendiği alanlardaki kalıpların geometrisinin değiştirilmesiyle yüzeye yansıyan izin hafifletilmesi bazı durumlarda hatanın belirginliğini azaltmada faydalıdır. Boş döküm ile masif döküm kalınlıkları arasındaki farkın azaltılması, ürünün ağırlık dengelerinin değiştirilmesi, mevcuda oranla daha hafif ürünlerin tasarlanması ve boğum hatasının en fazla gözlemlendiği yüzeylerin masifleştirilmesi de olumlu sonuçlanan işletme denemeleri arasındadır.

Tezin üçüncü kısmında deformasyonun belirlenmesine yönelik incelemeler yapılmıştır ve deformasyonun azaltılmasına yönelik kompozisyon çalışmaları gerçekleştirilmiştir.

✓ Yapılan kurutma ve pişirim denemeleri sonucunda, ürünün paketlenme gevşekliği, mamül ağırlığı ve yüksekliğinin hidroplastik ve piroplastik deformasyonu arttırdığı tespit edilmiştir. Burada tanelerin birbirleri ile olan temasının sinterlemedeki reaksiyonları değiştirmesi ve boyut farklılığından dolayı ortaya çıkan gerilmeler devreye girmektedir.

✓ Mamül üzerindeki ölü yüklerin azaltıldığı ince kesitli ürünlerin üretilmesi boğum ve deformasyonları azaltan faydalı bir yöntemdir.

✓ Piroplastik deformasyon miktarı, camsı faz miktarının arttığı ve viskozitesinin azaldığı pişirim sıcaklığı ve pişirim süresinin artışıyla kayda değer biçimde artmaktadır.

✓ Yürütülen kompozisyonel çalışmalar sonucunda çamurun paketlenmesinin iyileştirilmesi, camsı fazın miktar ve viskozitesinin kontrolü ile deformasyonların azaltılabildiği belirlenmiştir.

✓ Bünyeye yapılan vollastonit ilavesi, iğnemsî tanelerin sisteme katılmasıyla çamurun şekillendirmedeki paketlemesini iyileştirmiş ve oluşan kompozit yapı deformasyon direncini arttırmıştır. Belirlenen standart kompozisyon için 48 mm olan deformasyon değeri, vollastonit ilavesi ile 28 mm'ye azaltılmıştır. İşletmede şartlarında gerçekleştirilen, standart et kalınlığında ve ince kesitli ürün denemeleri olumlu sonuç vermiştir. İnce kesit denemesinde mamul ağırlığının azaltılması, gövdenin taşıdığı ölü yük miktarını azaltarak yan yüzeylerin deformasyonunu azaltmıştır. Ürün yüzeyinde tasarım tarağı ve sentil çakısı ile ölçülen en belirgin deformasyon 2 mm'dir. Standart reçete ile üretilen bazı ürünlerde bu değer 8 – 9 mm civarına ulaşmaktadır.

✓ Camsı fazın miktar ve kompozisyonunun optimizasyonu ile düşük deformasyonlu bir reçete geliştirilmiştir (C-18). Camsı fazın kuvvetlendirilmesinde katyon alan mukavemeti yaklaşımı izlenmiş ve sistemdeki albit azaltılıp yerine potasyum feldispat ve kalsit ilave edilmiştir. Reçete, standart olarak belirlenen kompozisyonun yaklaşık % 10 daha az deformasyon sergilemektedir. Reçete, özellikle yuvarlatılan köşe ve kenarların olduğu ürünlerde gerilmelerden kaynaklı keskin çatlakların oluşmasını engellemek bakımından ve rölyefli ürünlerin üretiminde, kalıplar üzerinde yapılması gereken işlemlerin azaltılması açısından önem arz etmektedir.

## 8. ÖNERİLER

Yapılan doktora tez çalışması sonucunda, üretim aşamalarının hata oluşumları üzerine etkileri saptanmış ve özellikle döküm sürecinde iyileştirme çalışmaları yapılarak fire miktarını azaltıcı çözümler geliştirilmiştir. Hatalı bölgelerin Yüksek Sıcaklık XRD tekniği ile incelenmesinin paketleme sırasında meydana gelen ve pişirim aşamasında etkin olan faz farklılıklarının tespiti için faydalı olacağı düşünülmektedir. Özellikle farklı deformasyon tespit edilen bölgelerin ve boğum hatalarının fleksimetre ile incelenmesi ve sonuçların optik dilatometre sonuçları ile birlikte yorumlanması, farklı paketlenmiş bölgelerin yöne bağlı olarak deformasyon davranışının anlaşılmasında etkili bir yöntemdir. Benzer biçimde termomekanik analiz (TMA) yöntemi, mamulün deformasyona uğramaksızın taşıyabileceği ölü yük miktarını bulmada ışık tutacak ve geliştirilmesi hedeflenen kompozisyonların sınırları ile ürün tasarımlarının yol haritasının çizilmesinde avantaj sağlayacaktır.

## KAYNAKLAR

Airey, A.C. ve Birtles J.F., (1996), “*Pyroplastic Deformation of Whiteware Bodies*”, Science of Whitewares, 225-235.

Amoros, J.L., Orts, M.J., Garcia, J., Gozalbo, A., Sanchez, E., (2007), “*Effect of green porous texture on porcelain tile properties*”, Journal of the European Ceramic Society, 27, 2295-2301.

Andreeva, N.A., Ordan’yan, S.S., (2002), “*Technological Implications in Increasing The Strength of Porcelain*”, Refractories and Industrial Ceramics, 43, 11-12.

Anonim (2004), “*Use and Maintenance Manual, Misura ODHT HSM 1600-80*”, Expert System Solutions Advanced Laboratory Equipment, Modena.

Anonim (2005a), *SSG Dokuzuncu Kalkınma Planı*.

[http://www.serfed.com/content\\_files/30a1c\\_SSG\\_DOKUZUNCU\\_KALKINMA\\_PLANI.pdf](http://www.serfed.com/content_files/30a1c_SSG_DOKUZUNCU_KALKINMA_PLANI.pdf)

Anonim (2005b), *Sektörel Araştırmalar-Seramik Sağlık Gereçleri*.

[http://www.kalkinma.com.tr/data/file/raporlar/ESA/SA/2005-SA/SA-05-08-25\\_Seramik\\_Saglik\\_Gerecleri\\_Sektoru.pdf](http://www.kalkinma.com.tr/data/file/raporlar/ESA/SA/2005-SA/SA-05-08-25_Seramik_Saglik_Gerecleri_Sektoru.pdf)

Anonim (2009), [http://depo.vitra.com.tr/2009/001\\_5140B003-0092\\_TR.pdf](http://depo.vitra.com.tr/2009/001_5140B003-0092_TR.pdf)

Anonim (2010a), *Seramik Sağlık Gereci Sektörü Raporları*.

[http://www.serfed.com/tr/content.php?content\\_id=99](http://www.serfed.com/tr/content.php?content_id=99)

Anonim (2010b), *Serfed Faaliyet Raporları*.

[http://www.serfed.com/tr/content.php?content\\_id=193](http://www.serfed.com/tr/content.php?content_id=193)

Anonim (2011a), *Imerys Ceramics*.

[http://www.imerysceramics.com/Texts.asp?I1\\_ID=2&I2\\_ID=2&I3\\_ID=29&I4\\_ID=24](http://www.imerysceramics.com/Texts.asp?I1_ID=2&I2_ID=2&I3_ID=29&I4_ID=24).

- Banno, T., Hotta, Y., Sano, S., Tsuzuki, A. ve Oda, K., (2001), “*Cake growth control in slip casting*”, Journal of the European Ceramic Society, **21**, 879-882.
- Bernardin, A.M., Souza de Medeiros, D., Riella, H.G., (2006), “*Pyroplasticity in porcelain tiles*”, Materials Science and Engineering A 427, 316–319.
- Becker, C. R., Misture, S.T., Carty, W.M., (2000), “*The role of flux choice in triaxial whiteware bodies*”, Ceramic Engineering and Science Proceedings, 21-2, 45-51.
- Bernasconi, A., Diella, V., Pagani, A., Pavese, A., Francescon, F., Young, K., Stuart, J., Tunnicliffe, L. (2011), “*The role of firing temperature, firing time and quartz grain size on phase-formation, dilatation and water absorption in sanitary-ware vitreous bodies*”, Journal of the European Ceramic Society, 31, 1353-1360.
- Bragança, S.R., Bergmann, C.P., Hübner, H., (2006), “*Effect of quartz particle size on the strength of triaxial porcelain*”, Journal of the European Ceramic Society, 26, 3761–3768.
- Buchtel, A.,M., Carty, W., M., Noirot, N., D., (2004), “*Pyroplastic deformation revisited*”, Ceramic Engineering and Science Proceedings, ABI/INFORM Trade & Industry, 25-2, 20-25.
- Chakraborty, A.K., (2002), “*DTA study of preheated kaolinite in the mullite formation region*”, Thermochemica Acta, **398**, 203-209.
- Carbajal, L., Rubio-Marcos, F., Bengochea, M.A., Fernandez, J.F., (2007), “*Properties related phase evolution in porcelain ceramics*”, Journal of the European Ceramic Society, 27, 4065-4069.
- Carty, W. M., Senapati U., (1998), “*Porcelain-Raw Materials Processing, Phase Evolution and Mechanical Behaviour*”, Journal of the American Ceramic Society, 81-1, 3-20.

- Carty, W.M., (2002), “*Observations on the glass phase composition in porcelains*”, Ceramic Engineering and Science Proceedings, 23-2, 79-93.
- Cavalante, T., Dondi, P.M., (2004), “*The influence of microstructure on the performance of white porcelain stoneware*”, Ceramics International, 30, 953-963.
- Cheng, D.C.-H., Kruszewski, A.P., Senior, J.R., (1990), “*The effect of article size distribution on the rheology of an industrial suspension*”, Journal of Materials Science, 25 pp:353–373.
- Cowan C.A., Bole G.A., Stone R.L., (1950), “*Spodumene as a flux component in sanitary chinaware bodies*”, Journal of the American Ceramic Society, 33, 193- 197.
- Çapoğlu A., (2009), “*Characterisation of a new translucent whiteware body made up of prefired materials*”, SERES 2009-Proceedings Book, Eskişehir, 154-163.
- Çapoglu A., (2011), “*A novel low-clay translucent whiteware based on anorthite*”, Journal of the European Ceramic Society, 31, 321-329.
- Dağ, P., (2009), “*Sağlık porseleninde kompozisyon değişimlerinin sinterleme üzerine etkileri*”, Yüksek Lisans Tezi, Anadolu Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Eskişehir.
- Dana, K., Kumar, Das S., (2004), “*Evolution of microstructure in fly ash containing porcelain body on heating at different temperatures*”, Bulletin of Material Science, 27- 2, 183-188.
- Das, S.K., Dana, K., (2003), “*Differences in densification behavior of K-and Na-feldspar containing porcelain bodies*”, Thermochemica Acta, 406, 199-206.

- Das, S., K., Dana, K., Das, S., (2004), “*Effect of substitution of fly ash for quartz in triaxial kaolin-quartz-feldspar system*”, Journal of the European Ceramic Society, 24, 3169-3175.
- De Noni, Jr., A., Hotza, D., Soler, VC., Vilches E.S., (2008), “*Analysis of the development of microscopic residual stresses on quartz particles in porcelin tile*”, Journal of the European Ceramic Society, 20, 2629-2637.
- De Noni Jr., Hotza D., Soler V.C., Vilches E.S., (2010), “*Influence of composition on mechanical behavior of porcelain tile. Part I: Microstructural characterization and developed phases after firing*”, Material Science and Engineering, A-527, 1730-1735.
- Dinger, D.R., Funk, J.E., (1994), “*Predictive process control of crowded particulate suspensions applied to ceramic manufacturing*”, Kluwer Academic Publishers, Boston, A.B.D.
- Dondi, M., Iglesias, C., Dominguez, E., Guarini, G., Raimando, M. ,(2008), “*The effect of kaolin properties on their behaviour in ceramic processing as illustrated by a range of kaolins from the Santa Cruz and Chubut Provinces, Patagoni (Argentina)*”, Applied Clay Science, 40, 143-158.
- Dryden, J.R., Kucerovsky, D., Wilkinson, D.S., Wyatt, D.F., (1989), Creep deformation due to a viscous grain boundary phase, Acta Metallurgica, 37, 7, 2007–2015.
- Ercan, S., (2006), “*Vitrikiye çamurunun deformasyon davranışının sayısal modellenmesi*”, Yüksek Lisans Tezi, Sakarya Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Sakarya.
- Ferriera, J.M.F., (1998). “*Role of the Clogging effect in the slip casting process*”, Journal of the European Ceramic Society, 18, 1161-1169.

Ferreira, J.M.F., (1999), Diz, H.M.M., "Effect of solid loadings on slip-casting performance of silicon carbide slurries", Journal of the American Ceramic Society, 82 (8), 1993–2000.

Fortuna, D., (2000), "Sanitaryware", Gruppo Editoriale Faenza Editrice S.P.A.

Freeman J., (Translation), "Reology Applied to Ceramics".

Galos, K., (2011), "Influence of mineralogical composition of applied ball clays on properties of porcelain tiles", Ceramics International, 37, 851-861.

Garciaten, J., Sanchez, E., (2000), "Use of spodumene as a flux in porcelain tile compositions", Qualicer, 139.

Gennaro, R., Cappelletti, P., Cerri G., Gennaro M., Dondi, M., Guarini G., Langella A., Naimo D., "Influence of zeolites on the sintering and technological properties of porcelain stoneware tiles", Journal of the European Ceramic Society, 23, 2237-2245.

German, R.M., Suri, P., and Park, S.J., (2009), "Review liquid phase sintering", Journal of Materials Science, 44, 1-39.

German, R.M., (1996), "Sintering theory and practice", A Wiley-Interscience Publication, New York.

Golder, T., (2010), "Sanitaryware reformulation-Why bother?", Ceramic Forum International, 87, 29-32.

Güler, Ç., Balci, E., (1998), "Effects of Some Salts on The Viscosity of Slip Casting", Applied Clay Science, 13, 213-218.

Huisman, W., Graule, T., Gauckler, L.J., (1995), "Alumina of high reliability by centrifugal casting", Journal of the European Ceramic Society, 15, 811–821.

- Johnson, S.M., Pask, J.A., Moya J.S., (1982), "*Influence of impurities on hightemperature reactions of kaolinite*", Journal of the American Ceramic Society, 65, 31-35.
- Ibrahim, D.M., Ally, M.H., Abdien, K., (2007), "*The role of fux on the sagging property of sanitaryware*", Interceram, 56 (2), 6-11.
- Iqbal, Y., ve Lee, W.E., (2000), "*Microstructural Evolution in Triaxial Porcelain*", Journal of the American Ceramic Society, 83 (12), 3121–3127.
- José, G.T., Ferreira, M.F., (1998), "*Influence of solid loading on drying-shrinkage behaviour of slip cast bodies*", Journal of the European Ceramic Society, 18, 5, 487–493,
- Khoe, G.K., Grace, J.R., (1991), Rheological and fluidisation behaviour of powders of different particle size distribution, Powder Technology, 66, 127–141.
- Kim, H.S., So, J.Y., (2000), "*Microstructural control of sintered glass-ceramics in silicate systems*", Journal of Ceramic Processing, 1, (2), 96-101.
- Kingery, W.D., Bowen, H.K. ve Uhlmann, D.R., (1976), "*Developments of microstructure in ceramics*", Introduction to Ceramic John Wiley & Sons. Inc., Canada
- Konakawa, Y., Ishizaki, K., (1990), "*The particle size distribution for the highest relative density in a compacted body*", Powder Technology, 63, 241–246.
- Köning, R., (1998), "*Ceramic Drying*", Novakeram, Krumbach, Germany.
- Lin, H., Li, J., Wu, J., (2009), "*Effects of different potassium salts on the formation of mullite as the only crystal phase in kaolinite*", Journal of the European Ceramic Society, 29, 2929-2936.

Lundin, S.T., (1974), *“Microstructure of porcelain”*, National Bureau of Standards Miscellaneous Publication, 257, 93-103.

Martín-Ma´rquez, J., Ma. Rinco´n, J., Romero, M., (2008), *“Effect of firing temperature on sintering of porcelain stoneware tiles”*, Ceramics International 34, 1867–1873.

Matteucci, F., Dondi, M., Guarini, G., (2002), *“Effect of soda-lime glass on sintering and technological properties of porcelain stoneware tiles”*, Ceramics International 28, 873–880.

Milne, S.J., Patel, M., Dickinson, E., (1993), *“Experimental studies of particle packing and sintering behaviour of monosize and bimodal spherical silica powders”*, Journal of the European Ceramic Society, 11, 1-7.

Miura M., Shimadzu T., Shin H. and Ishida E.H., (1999), *“Evaluation of Softening Deformation Behaviour in Porcelain Bodies During Firing”*, Ceramic Engineering and Science Proceedings, 20 (2), 99-111.

Mukhopadhyay, T.K., Ghosh, S., Ghatak, S., Maiti, H.S., (2005), *“Effect of pyrophyllite on vitrification and on physical properties of triaxial porcelain”*, Ceramics International, 32, 871–876.

Mysen, B.,O., Richet, P., (2005), *“Silicate Glasses and Melts”*, Elsevier Inc., New York.

Neklyudova, T.L., Maslennikova, G.N., (2011), *“Structural particulars of porcelain articles manufactured by slip casting”*, Glass and Ceramics, Vol. 68, Nos. 1 – 2, (Russian Original, Nos. 1 – 2, January – February, 2011, Translated from Steklo i Keramika, No. 2, pp. 16 – 19, February, 2011).

Noirot, M.D., Carty, W.M., (2003), *“Dynamic pyroplastic deformation study: Digital time-lapse photography of porcelain firing”*, Ceramic Engineering and Science Proceedings, 24-2, 133-147.

- Oberzan, M., Hole, J., Buh, M., Kuscer, D., Lavrac, I., Kosec, M., (2009), “*High alumina porcelain with the addition of a LiO<sub>2</sub>-bearing fluxing agent*”, Journal of the European Ceramic Society, 29, 2143-2152.
- Olhero, S.M., Tari, G., Ferreira, J.M.F., (2001), “*Feedstock formulations for direct consolidation of porcelains with polysaccharides*”, Journal of the American Ceramic Society, 84-4, 719.
- Özdemir, B., (2005), “*Döküm Çamuru Optimizasyonu*”, Doktora Tezi, Anadolu Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Eskişehir.
- Pekeldjiev, G., Andreeva, V., (1983), “*Synthesis of wollastonite at low temperature. Possibilities for its use in ceramic bodies*”, Ceramic Powders, 89-96.
- Paganelli, M., (2002), “*Using Optical Dilatometer*”, American Ceramic Society Bulletin, 81-11, 25-30.
- Pagani, A., Franceskon, F., Pavese, A., Diella, V., (2010), “*Sanitary-ware vitreous body characterization method by optical microscopy, elemental maps, image processing and X-ray powder diffraction*”, Journal of the European Ceramic Society, 30-6, 1267-1275.
- Pardo F., Meseguer S., Jordan M.M., Sanfeliu, T., Gonzales I., (2011), “*Firing transformations of Chilean clays for the manufacture of ceramic tile bodies*”, Applied Clay Science, 51, 147-150.
- Phelps, G.W., Maguire, S.G., Kelly, W.J., Wood, R.K., (1986), “*Rheology and Rheometry of Clay-Water System*”,
- Phelps G.W., (1982), “*Slip Casting, Ceramic Monographs-Handbook of Ceramics*”, Verlag Schmid GmbH, Freiburg.

- Porte F., Brydson R., Rand B. and Riley F.L., (2004), “*Creep Viscosity of Vitreous China*”, Journal of the American Ceramic Society, 87(5), 923-928.
- Prasad, C.S., Maiti, K.N., Venugopal, R., (2002), “*Effect of silica fume addition on the properties of whiteware compositions*”, Ceramics International, 28(1), 9-15.
- Rado, P., (1988), “*An introduction to the technology of pottery*”, Institute of Ceramics Great Britain, 208-209.
- Rahaman, M.N., (2003), “*Ceramic processing and sintering*”, Taylor and Francis Group, A.B.D.
- Raimando, M., Zanelli, C., Guarini, G., Dondi, M., Fabbroni, R., Cortesi, T., (2009), “*Process of Pyroplastic Shaping for Special-Purpose Porcelain Stoneware Tiles*”, Ceramics International, 35, 1975-1984.
- Rambaldi, E., Carty, W.M., Tucci, A., Esposito, L., (2007), “*Using waste glass as a partial flux substitution and pyroplastic deformation of a porcelain stoneware tile body*”, Ceramics International, 33, 5, 727-733.
- Reed, J. S., (1995), “*Principles of Ceramics Processing*”, John Wiley & Sons, Inc., New York.
- Restrepo J.J, Dinger D.R. and Funk J.E., (1993), “*Study of the Reactions during the Firing of a Whiteware*”, Ceramic Engineering and Science Proceedings, 14 (1-2), 116-125.
- Richerson, D.W., (1982), “*Modern Ceramic Engineering: Properties, Processing, and Use In Design*”, New York.
- Robinson, S.M., ve Craig, D.B., (2000), “*Reinforcement of ceramic bodies with wollastonite*”, United States Patent, Patent No: US6037288.

- Roosen, A., Bowen, H.K., (1988), "*Influence of various consolidations techniques on the green microstructure and sintering behaviour of alumina powders*", Journal of the American Ceramic Society, 71, 970–977.
- Rowland, R.A., (1952), "*Differential thermal analysis of clays and carbonates*", Clays and Clays Minerals, 1, 151-163.
- Sainamthip, P. and Reed, (1987), "*Fast-fired wall tile bodies containing wollastonite*," American Ceramic Society Bulletin, 66 (12), 1726-1731.
- Sarı, H., (2012), "*Seramik sağlık gereçlerinde pişirim sıcaklıklarının ve sürelerinin azaltılması*", Doktora Tezi, Anadolu Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Eskişehir.
- Schroeder J.E., Guertin J.P., (1978), "*Extremely high strength porcelain*", McGraw-Edison Company, Franksville, WI, 722, Research Project.
- Sezen M., (2005), "*Düşük kil içerikli yarı saydam özellikli yeni geliştirilen bir beyazseramiğin pyroplastisite davranışı*", Yüksek Lisans Tezi, Gebze.
- Shelby, J.E., (2005), "*Introduction to Glass Science and Technology*", 2<sup>nd</sup> Edition, The Royal Society of Chemistry, Cambridge, UK.
- Singer, F., Singer, S., (1963), "*Industrial Ceramics*", Chapman and Hall Ltd., New York.
- Souza, G.P., Messer, P.F., Lee, W.E., (2006), "*Effect of Varying Quartz Particle Size and Firing Atmosphere on Densification of Brazilian Clay-Based stoneware*", Journal of the American Ceramic Society, 89, 6, 1993–2002.
- Stathis, G., Ekonomakou, A., Stournaras, C.J., Ftikos, C., (2004), "*Effect of firing conditions, filler grain size and quartz content on bending strength and physical properties of sanitaryware porcelain*", Journal of the European Ceramic Society, 24, 2357-2366.

- Taçyıldız E., Şan O., (1997), “*Sağlık Gereçleri Fiziksel Özelliklerine Kuvars, Kaolen ve Feldispat Tane Boyutunun Etkileri*”, VIII. Ulusal Kil Sempozyumu Bildiriler Kitabı, Kütahya, 449.
- Takao, Y., Hotta, T., Naito, M., Shinohara, N., Okumiya, M., Uematsu, K., (2002), “*Microstructure of alumina compact body made by slip casting*”, Journal of the European Ceramic Society, 22, 397-401.
- Takao, K., Hotta, T., Nakahira, K., Naito, M., Shinohara, N., Okumiya, M., Uematsu, K., (2000), “*Processing defects and their relevance to strength in alumina ceramics made by slip casting*”, Journal of the European Ceramic Society, 20, 389-395.
- Taşkıran, M.U., Demirkol N., Çapoğlu A., (2006), “*Influence of mixing/milling on sintering and technological properties of anorthite based porcelainised stoneware*”, Ceramic International, 32, 325-330.
- Tallon, C., Limacher, M., Franks, G.V., (2010), “*Effect of particle size on the shaping of ceramics by slip casting*”, Journal of the European Ceramic Society, 30, 14, 2819–2826.
- Thiess, L.E., (1958), “*Methods for Casting ceramic Shapes*”, Unated States Patent Office, Patent No:2835019
- Tucci, A., Esposito, L., Malmusi, L., Rambaldi, E., (2007), “*New body mixes for porcelain Stoneware tiles*”, Journal of the European Ceramic Society, 27, 1875-1881.
- Tulyaganov, D.U., Agathopaulos, S., Fernandes, H.R., Ferreira, J.M., (2006), “*Influence of lithium oxide as auxiliary flux on the properties of triaxial porcelain bodies*”, Journal of the European Ceramic Society, 26, 1131-1139.

- Tunçel, D.Y., (2012), “*Seramik sağlık gereçleri bünyelerinin piropplastik deformasyonunun azaltılması*”, Doktora Tezi, Anadolu Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Eskişehir.
- Uz, V., (2004), “*İnorganik, organik ve biyolojik bazlı ilavelerin killerin seramik özellikleri üzerine etkisi*”, T.C. Osmangazi Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Maden Mühendisliği Anabilim Dalı, Cevher Hazırlama Bilim Dalı, Doktora Tezi.
- Uzun, Ö.C., (2006), “*Pyroplastik deformasyona dirençli sert porselen bünyeler geliştirilmesi ve karakterizasyonu*”, Yüksek Lisans Tezi, Gebze İleri Teknoloji Enstitüsü, Mühendislik ve Fen Bilimleri Enstitüsü, Kocaeli.
- Varshneya, A.K., (1994), “*Fundamentals of inorganic glasses*”, Academic Pres.Inc. San Diego, USA.
- Villegas-Palacio S., Dinger D.R., (1996), “*PSD Effects on Firing Properties of Porcelains, II*”, American Ceramic Society Bulletin, 75, 7.
- Worrall, W.E., (1982), “*Ceramic Raw Materials*”, Pergamon Press, Oxford.
- Yılmaz, M., (2003), “*Vitrifiye sektöründe kullanılan seramik hammaddelerin tane dağılımının pişirme öncesi ve sonrasındaki mekanik etkilere karşı değişiminin araştırılması*”, Yüksek Lisans Tezi, Dokuz Eylül Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, İzmir.
- Zanelli, C., Baldi G., Dondi, M., Ercolani, G., Guarini, G., Raimondo, M., “*Glass–ceramic frits for porcelain stoneware bodies: Effects on sintering, phase composition and technological properties*”, Ceramics International 34, 455–465, 2008.
- Zheng, J., Carlson, W.B., Reed, J.S., (1995), “*The packing density of binary powder mixtures*”, Journal of the European Ceramic Society, 15, 479–483.