

**ALÜMİNYUM OKSİT PARTİKÜL
KARAKTERİSTİKLERİNİN PARLATMA
SÜSPANSİYONLARININ ÖZELLİKLERİNE
ETKİSİ**

Yüksek Lisans Tezi

Tayfun ÖZMEN

Eskişehir, 2016

**ALÜMİNYUM OKSİT PARTİKÜL KARAKTERİSTİKLERİNİN PARLATMA
SÜSPANSİYONLARININ ÖZELLİKLERİNE ETKİSİ**

Tayfun ÖZMEN

YÜKSEK LİSANS TEZİ

Malzeme Bilimi ve Mühendisliği Anabilim Dalı

Danışman: Prof. Dr. Ender SUVACI

Eskişehir

Anadolu Üniversitesi

Fen Bilimleri Enstitüsü

Temmuz, 2016

Bu Tez Çalışması BAP Komisyonunca kabul edilen 1505F421 no.lu proje kapsamında desteklenmiştir.

JÜRİ VE ENSTİTÜ ONAYI

Tayfun ÖZMEN'in "Alüminyum Oksit Partikül Karakteristiklerinin Süspansiyon Özelliklerine Etkisi" başlıklı tezi 27.07.2016 tarihinde, aşağıdaki jüri tarafından değerlendirilerek "Anadolu Üniversitesi Lisansüstü Eğitim-Öğretim ve Sınav Yönetmeliği"nin ilgili maddeleri uyarınca, Malzeme Bilimi ve Mühendisliği Anabilim dalında Yüksek Lisans Tezi olarak kabul edilmiştir.

	<u>Adı Soyadı</u>	<u>İmza</u>
Üye (Tez Danışmanı) :	Prof. Dr. ENDER SUVACI	
Üye :	Doç. Dr. EMEL ÖZEL	
Üye :	Yrd. Doç. Dr. BİLGE YAMAN	

Enstitü Müdürü

ÖZET

ALÜMİNYUM OKSİT PARTİKÜL KARAKTERİSTİKLERİNİN PARLATMA SÜSPANSİYONLARININ ÖZELLİKLERİNE ETKİSİ

Tayfun ÖZMEN

Malzeme Bilimi ve Mühendisliği Anabilim Dalı

Anadolu Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Temmuz, 2016

Danışman: Prof. Dr. Ender SUVACI

Bu tezde Türkiye’de üretimi olmayan düşük tane boyutlu yüksek saflıkta alümina (Al_2O_3) üretimi, üretilen alüminadan kararlı bir süspansiyon oluşturulması ve elde edilen kararlı alümina süspansiyonlarının parlatma performanslarının incelenmesi ele alınmıştır. Bu sebeple, ortalama tane boyutu 91 μm olan metalürjik alüminyum trihidroksit [$Al(OH)_3$], tekrar çözdürüp-çöktürme yöntemi ile tane boyutu kontrol edilerek ortalama tane boyutu yaklaşık 1 μm olan yüksek saflıkta (%99.94 ve üzeri) $Al(OH)_3$ sentezi gerçekleştirilmiştir. Sentez sonrası elde edilen $Al(OH)_3$ tozları kalsine edilerek α -alüminaya dönüştürülmüştür. Elde edilen alümina tozları karakterize edilmiş, yaklaşık özelliklere sahip ticari Al_2O_3 tozları tedarik edilerek ürün özellikleri karşılaştırılmıştır. Üretilen ve ticari alınan alümina tozları bir dispersiyon ortamı içerisinde dağıtılarak çökme davranışları incelenmiş, kararlı bir süspansiyon elde etmek için gerekli toz ve dispersiyon özellikleri belirlenmiştir. Partikülleri askıda tutmak için 0 ile 1.50 mg/m^2 oranlarında polielektrolit (Darvan C-N) malzemesi kullanılmıştır. 0.001 mg/m^2 polielektrolit ilavesinin üretilen alümina partikülleri askıda tutmaya yeterli olduğu görülmüştür. Oluşturulan kararlı süspansiyonlar alüminanın aşındırıcı özelliğinden ötürü metal yüzeylerin parlatılması amacıyla kullanılmıştır. Daha sonra parlatılan yüzeylerin yüzey pürüzlülük dereceleri karakterize edilerek, üretilen tozun parlatma performansı ticari ürünler ile karşılaştırılarak elde edilen sonuçlar sunulmuştur. Üretilen alümina partikülleri ile oluşturulan parlatma süspansiyonu boyalı metal yüzeylerde ortalama %76 iyileştirme sağlayarak, karşılaştırılan 3 ticari tozdan ortalama olarak daha iyi performans göstermiştir.

Anahtar Kelimeler: Heterojen çöktürme, Alümina, Süspansiyon, Sedimentasyon, Parlatma

ABSTRACT

EFFECT OF ALUMINUM OXIDE PARTICLE CHARACTERISTICS ON POLISHING SUSPENSIONS PROPERTY

Tayfun ÖZMEN

Department of Materials Science and Engineering

Anadolu University, Graduate School of Sciences, July, 2016

Supervisor: Prof. Dr. Ender SUVACI

In this thesis, nano particle sized, high purity alumina (Al_2O_3) production which does not have any production in Turkey, stable suspension preparation from producing alumina and polishing performances of alumina suspensions are considered. Synthesis of 1 μm average particle sized and high pure (%99.94 and higher) aluminum trihydroxide $[\text{Al}(\text{OH})_3]$ is succeed from metallurgical grade 91 μm average particle sized $\text{Al}(\text{OH})_3$, with controlling the particle size by dissolution-precipitation method. After production, calcination of $\text{Al}(\text{OH})_3$ powders is occurred in order to transform $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$. Characterizations of calcined alumina is performed. Then, similar commercial products are supplied and comparisons between producing alumina is occurred. Stabilizations of commercial and calcined aluminas in a dispersion are performed with polyelectrolyte (Darvan C-N) addition between 0 and 1.50 mg/m^2 in order to understand the effective powder and dispersion properties for stable suspension. 0.001 mg/m^2 polyelectrolyte addition were enough for produced alumina particles which become unsettled. Obtained stable suspensions are used as a polishing paste on metal surfaces because of alumina's high hardness property. Then surface qualities of polishing samples are characterized and performance results of producing and commercial powders are compared and presented. After polishing, producing powders included suspension provides %76 average surface quality increment. Therefore, the result becomes higher from 3 commercial powders included suspensions.

Keywords: Heterogeneous precipitation, Alumina, Suspension, Sedimentation, Polishing

TEŞEKKÜR

Tez çalışmalarımın başlangıcından son anına kadar bilgi birikimini, tecrübesini, ve değerli zamanını benimle paylaştığı, aynı zamanda daha donanımlı ve disiplinli bir birey olmama katkı sağladığı için danışmanım saygıdeğer Prof. Dr. Ender SUVACI'ya çok teşekkür ederim.

Bütün cihazlarına kolaylıkla erişebildiğimiz, öğrencilerinden asla bir şey esirgemeyen, tez dönemimizde kendimizi pratik anlamda da oldukça geliştirmemizi sağlayan Anadolu Üniversitesi Malzeme Bilimi ve Mühendisliği Bölümü ve tüm çalışanlarına çok teşekkür ederim.

Çalışmalarına başladığım ilk zamanlarda tez konuma adapte olmama ve laboratuvar ortamına uyum sağlamama yardımcı olan aynı zamanda kullanmaya başladığım ilk cihazlarda bana büyük destekler veren Dr. Murat AVCI, Cem AÇIKSARI ve Şükrü CAN'a çok teşekkür ederim.

Grubumuzda bulunduğu süre boyunca yardımlarını hiçbir zaman esirgemeyen Dr. Meral AKKOYUN'a, laboratuvar koordinatörümüz ve sevecenliğiyle yüksek lisansımız boyunca bize annemizi aratmayan Sn. Sevinç DAĞ'a çok teşekkür ederim. Grubumuzdaki diğer takım arkadaşlarım Pınar ŞENGÜN ve Bülent ALKAN'a, ENTEKNO ve SAM ailesine verdiği destekler ve yardımlar için çok teşekkür ederim.

Lisans hayatım boyunca aynı sıraları paylaştığım, sınavlara beraber çalıştığımız bazen de çalışmadığımız, yüksek lisans sürecimde en büyük desteği gördüğüm, her türlü konuda ilk aradığım kişiler olan kardeşlerim sevgili Ozan UYLAS'a ve sevgili Burcu Ceren DABAK'a sonsuz teşekkür ederim.

Yüksek lisans sürecimin son 1 senesinde yanımda olan psikolojik ve manevi desteği ile beni ayakta tutan sevgili İpek ÖNDER'e çok teşekkür ederim.

Son olarak maddi ve manevi desteklerini benden esirgemeyen bu yoğun süreçte kendilerine yeterince vakit ayıramadığım, haklarını hiçbir zaman ödeyemeyeceğim en büyük destekçilerim babam Ahmet ÖZMEN'e, annem Emel ÖZMEN'e, ablam Hande UZUN'a ve abim Yusuf UZUN'a sonsuz teşekkür ederim.

Tayfun ÖZMEN

Temmuz, 2016

ETİK İLKE VE KURALLARA UYGUNLUK BEYANNAMESİ

Bu tezin bana ait, özgün bir çalışma olduğunu; çalışmamın hazırlık, veri toplama, analiz ve bilgilerin sunumu olmak üzere tüm aşamalarında bilimsel etik ilke ve kurallara uygun davrandığımı; bu çalışma kapsamında elde edilemeyen tüm veri ve bilgiler için kaynak gösterdiğimi ve bu kaynaklara kaynakçada yer verdiğimi; bu çalışmanın Anadolu Üniversitesi tarafından kullanılan “bilimsel intihal tespit programı”yla tarandığını ve hiçbir şekilde “intihal içermediğini” beyan ederim. Herhangi bir zamanda, çalışmamla ilgili yaptığım bu beyana aykırı bir durumun saptanması durumunda, ortaya çıkacak tüm ahlaki ve hukuki sonuçlara razı olduğumu bildiririm.

.....

Tayfun ÖZMEN

İÇİNDEKİLER

	Sayfa
BAŞLIK SAYFASI	i
JÜRİ VE ENSTİTÜ ONAYI.....	ii
ÖZET	iii
ABSTRACT.....	iv
TEŞEKKÜR	v
ETİK İLKE VE KURALLARA UYGUNLUK BEYANNAMESİ.....	vi
İÇİNDEKİLER	vii
TABLOLAR DİZİNİ.....	ix
ŞEKİLLER DİZİNİ	x
1.GİRİŞ	1
2. ALÜMİNA’NIN ÖZELLİKLERİ, ÜRETİM YÖNTEMLERİ VE KULLANIM ALANLARI	2
2.1. Alümina Özellikleri.....	2
2.2. Alümina Kullanım Alanları ve Parlatma İşlemi	4
2.3. Alümina Üretim Yöntemleri	7
3. KOLLOİDLER VE KOLLOİD STABİLİZASYONU	12
3.1. Kolloid Yapısı	12
3.2. Kolloid Stabilizasyonu	13
3.2.1.Elektrostatik stabilizasyon	15
3.2.2.Sterik stabilizasyon	17
3.2.3.Elektrosterik stabilizasyon	17
3.2.4.DLVO teorisi	18
4. YÜZEY PÜRÜZLÜLÜĞÜ ÖLÇÜM TEKNİKLERİ	21
5. AMAÇ	23
6. DENEYSEL ÇALIŞMALAR.....	27
6.1. Çözdürme Çöktürme Metodu Kullanılarak α -Al ₂ O ₃ Üretimi ve Karakterizasyonu.....	27
6.1.1. Çözdürme çöktürme metodu kullanılarak düşük ve dar tane boyut dağılımına sahip Al(OH) ₃ sentezlenmesi	27

6.1.2. Üretilen $\text{Al}(\text{OH})_3$, $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ ve ticari alınan $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ tozlarının karakterizasyonları	30
6.2. Üretilen ve Ticari Olarak Alınan $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ Malzemeleri ile Kararlı Süspansiyon Hazırlama Çalışmaları ve Karakterizasyonları.....	30
6.2.1. Üretilen ve ticari olarak alınan $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ tozları ile süspansiyon hazırlama çalışmaları	30
6.2.2. $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ tozları ile hazırlanan süspansiyonların karakterizasyon çalışmaları	31
6.3. Hazırlanan Kararlı Süspansiyonlar ile Numune Yüzeylerinin Parlatılması ve Karakterizasyonu	32
6.3.1. Numune yüzeylerinin parlatılması	32
6.3.2. Parlatılan boyalı metal yüzeylerin karakterizasyonları	34
7. SONUÇLAR	35
7.1. Çözdürme Çöktürme Metodu Kullanılarak Hedef $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ Toz Sentezi ve Karakterizasyonu	35
7.1.1. Çözdürme çöktürme işleminde kullanılacak hammaddenin karakterizasyonu	35
7.1.2. Çözdürme-çöktürme metodu ile $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ Sentezlenmesi.....	38
7.1.3. Ticari alınan $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ tozlarının karakterizasyonları.....	55
7.2. Üretilen ve Ticari Alınan $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ Malzemeleri ile Kararlı Süspansiyon Hazırlama Çalışmaları ve Karakterizasyon Sonuçları	64
7.3. Hazırlanan Kararlı Süspansiyonlar Kullanılarak Boyalı Metal Yüzeylerin Parlatılması	78
7.3.1. Ticari ve üretilen $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ kullanılarak %25 katı oranında hazırlanan süspansiyonlar ile numune yüzeylerinin parlatılması	78
7.3.2. CR30F ve SRG tozları kullanılarak %5, %10, %15 ve %20 katı içerikli süspansiyonlar ile numune yüzeylerinin parlatılması	109
8. DEĞERLENDİRME VE ÖNERİLER	128
KAYNAKÇA	131
ÖZGEÇMİŞ	

TABLÖLAR DİZİNİ

Sayfa

Tablo 2.1. Alüminyum hidratlar, oksitler ve alüminalara ait kristal yapı ve özellikleri	2
Tablo 2.2. Parlatma adımları, tane boyutları, kullanılan partiküller ve dağıtıcı ortamlar	6
Tablo 3.1. Kolloid sistemlere örnekler	12
Tablo 6.1. α -Alümina, polielektrolit ve saf su miktarları.....	31
Tablo 7.1. Çözdürme-çöktürme işlemi öncesi kullanılan $Al(OH)_3$ tozuna ait XRF sonucu	36
Tablo 7.2. Elde edilen son ürüne ait yıkama öncesi ve sonrası XRF sonuçları	40
Tablo 7.3. Birincil, ikincil ve üçüncül çekirdekler için tane boyut sonuçları	50
Tablo 7.4. Kullanılan hammadde, birincil, ikincil, üçüncül çekirdekler ve kalsinasyon sonrası elde edilen hedef ürüne ait d_{10} , d_{50} , d_{90} değerleri.....	52
Tablo 7.5. Ticari alınan ve üretilen tozların d_{10} , d_{50} ve d_{90} tane boyut değerleri	56
Tablo 7.6. Ticari alınan P2, WRA FG, CR6, CR30F, H43M ve üretilen SRG tozlarına BET yüzey alanı sonuçları	62
Tablo 7.7. Ticari alınan P2, WRA FG, CR6, CR30F ve H43M tozlarının XRF sonucu	63
Tablo 7.8. WRA FG tozunun öğütme öncesi ve sonrası d_{10} , d_{50} ve d_{90} değerleri sonucu	68
Tablo 7.9. P2 süspansiyonları ile parlatılmış numunelere ait pürüzlülük sonuçları	78
Tablo 7.10. WRA FG süspansiyonları ile parlatılmış numunelere ait pürüzlülük sonuçları	82
Tablo 7.11. CR6 süspansiyonları ile parlatılmış numunelere ait pürüzlülük sonuçları	87
Tablo 7.12. CR30F süspansiyonları ile parlatılmış numunelere ait pürüzlülük sonuçları	91
Tablo 7.13. H43M süspansiyonları ile parlatılmış numunelere ait pürüzlülük sonuçları	95
Tablo 7.14. SRG süspansiyonları ile parlatılmış numunelere ait pürüzlülük sonuçları	99

ŞEKİLLER DİZİNİ

Sayfa

Şekil 2.1. Korund kristal yapısındaki atomların düzeni	3
Şekil 2.2. Araç gövdesinin kesit gösterimi	5
Şekil 2.3. Numune yüzeyinde gerçekleştirilen parlatma işlemi	5
Şekil 2.4. Parlatma işlemi ile giderilen çiziklerin gösterimi.....	5
Şekil 2.5. Alüminyum trihidroksitler, oksit hidroksitler ve geçiş alüminaların dönüşüm sıcaklıkları	7
Şekil 2.6. Bayer prosesine ait akım şeması	8
Şekil 2.7. $Al(OH)_3$ çözünürlüğünün pH ile değişimi	9
Şekil 2.8. Çözünürlüğün sıcaklık ile değişimi	9
Şekil 2.9. LaMer diyagramı	10
Şekil 3.1. Dispersiyon içerisinde bulunan partiküllerin (a) flokülasyon ve (b) koagülasyon davranışları	14
Şekil 3.2. Partikül yüzeyinde bulunan Stern ve Gouy-Chapman katmanları	16
Şekil 3.3. Dipol-dipol çekme ve elektrostatik itme kuvvetleri	16
Şekil 3.4. Partikül yüzeyine adsorbe olan polimer yapısı, sterik stabilizasyon.....	17
Şekil 3.5. Elektrosterik stabilizasyonun gösterimi	18
Şekil 3.6. DLVO teorisinin şematik gösterimi	19
Şekil 3.7. Kolloid stabilizasyonu için izlenebilecek adımlar.....	20
Şekil 4.1. Yüzey pürüzlülüğü ölçüm parametreleri	21
Şekil 4.2. Aynı Ra değerine sahip çeşitli yüzey profilleri	22
Şekil 6.1. Çözdürme-çöktürme yöntemi ile $\alpha-Al_2O_3$ toz üretimi akış şeması	29
Şekil 6.2. Toplam süspansiyon yüksekliği, sediment yüksekliği ve birbirlerine olan oranları	32
Şekil 6.3. Süspansiyon çalışmaları akış şeması	31
Şekil 6.4. SRG süspansiyonu ile süreye bağlı parlatma performansı	33
Şekil 6.5. Boyalı metal yüzeylerin parlatılma işlemi.....	34
Şekil 6.6. Parlatma işlemine ait akım şeması	34
Şekil 7.1. Çözdürme-çöktürme işlemi öncesi kullanılan hammaddeye ait XRD desenleri	35

Şekil 7.2. Kullanılan $\text{Al}(\text{OH})_3$ hammaddesine ait tane boyut grafiği	36
Şekil 7.3. Çözdürme çöktürme prosesinde kullanılan başlangıç hammaddesine ait farklı büyütme ölçeklerinde alınan SEM görüntüleri	37
Şekil 7.4. $\text{Al}(\text{OH})_3$ tozuna ait pH-çözünürlük diyagramı	38
Şekil 7.5. Çekirdeklenmelere ait XRD sonuçları	39
Şekil 7.6. Direkt çöktürme metodu ile elde edilen birincil çekirdeklere ait farklı büyütme ölçeklerinde alınan SEM görüntüleri	41
Şekil 7.7. Lamer diyagramı	43
Şekil 7.8. Birincil çekirdekler kullanılarak heterojen çekirdeklenme yöntemi ile elde edilen ikincil çekirdeklere ait farklı büyütme ölçeklerinde çekilen SEM görüntüleri	44
Şekil 7.9. İkincil çekirdekler kullanılarak heterojen çekirdeklenme yöntemi ile elde edilen son çekirdeklere ait farklı büyütme ölçeklerinde çekilen SEM görüntüleri	47
Şekil 7.10. Birincil, ikincil ve üçüncül (son ürün) çekirdeklere ait tane boyut analizi sonuçları	49
Şekil 7.11. 3 adımda üretilen $\text{Al}(\text{OH})_3$ 'in kalsinasyon rejimi	50
Şekil 7.12. Kalsinasyon sonrası elde edilen $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ tozuna ait XRD deseni	51
Şekil 7.13. Kullanılan hammaddeden üretilen hedef malzeme $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ 'ya kadar elde edilen tozların tane boyut analizi sonuçları	51
Şekil 7.14. Kalsinasyon sonrası elde edilen $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ tozuna ait SEM görüntüleri	53
Şekil 7.15. Ticari alınan P2, WRA FG, CR6, CR30F ve H43M tozlarına ait XRD sonuçları	55
Şekil 7.16. Ticari alınan ve üretilen tozlara ait tane boyut analizi	56
Şekil 7.17. Ticari alınan (a) P2, (b) WRA FG, (c) CR6, (d) CR30F, (e) H43M tozlarının SEM görüntüleri	57
Şekil 7.18. Ticari alınan (a) P2, (b) WRA FG, (c) CR6, (d) CR30F, (e) H43M tozlarının SEM görüntüsü	60
Şekil 7.19. Ticari alınan P2, WRA FG, CR6, CR30F, H43M ve üretilen SRG tozlarına ait zeta potansiyeli sonuçları	63
Şekil 7.20. P2 tozuna ait sedimentasyon deneyi sonuçları	64
Şekil 7.21. P2 tozu ile oluşturulan süspansiyonlara ait zeta potansiyeli sonuçları	65
Şekil 7.22. P2 tozu ile oluşturulan süspansiyonlara ait pH değerleri	66

Şekil 7.23. WRA FG tozu ile hazırlanmış süspansiyonlara ait sedimentasyon deneyleri.....	66
Şekil 7.24. WRA FG tozu ile hazırlanmış süspansiyonlara ait zeta potansiyeli sonuçları.....	67
Şekil 7.25. WRA FG tozunun 90 dakika öğütülmesi sonrası tane boyut sonucu.....	68
Şekil 7.26. WRA FG tozu kullanılarak oluşturulan süspansiyonlara ait pH sonuçları.....	69
Şekil 7.27. CR6 tozu ile gerçekleştirilen sedimentasyon deneyleri	70
Şekil 7.28. CR6 ile hazırlanan süspansiyonlara ait zeta potansiyeli sonuçları.....	71
Şekil 7.29. CR6 tozu ile hazırlanan süspansiyonlara ait pH grafiği	71
Şekil 7.30. CR30F ile hazırlanan süspansiyonlara ait sedimentasyon sonuçları.....	72
Şekil 7.31. CR30F ile hazırlanan süspansiyonlara ait zeta potansiyeli sonuçları.....	73
Şekil 7.32. CR30F tozu ile hazırlanan süspansiyonlara ait pH sonuçları.....	73
Şekil 7.33. H43M tozu ile hazırlanan süspansiyonlara ait sedimentasyon sonuçları .	74
Şekil 7.34. H43M tozu ile hazırlanan süspansiyonlara ait zeta potansiyeli sonuçları.....	75
Şekil 7.35. H43M tozu ile hazırlanan süspansiyonlara ait pH sonuçları.....	75
Şekil 7.36. SRG tozu ile hazırlanan süspansiyonların sedimentasyon sonuçları	76
Şekil 7.37. SRG tozu ile hazırlanan süspansiyonların zeta potansiyel sonuçları	77
Şekil 7.38. SRG tozu ile hazırlanan süspansiyonların pH sonuçları	77
Şekil 7.39. P2 süspansiyonu ile parlatılan 1 nolu numuneye ait (a) parlatma öncesi (b) parlatma sonrası ışık mikroskobu görüntüleri.....	79
Şekil 7.40. P2 süspansiyonu ile parlatılan 2 nolu numuneye ait (a) parlatma öncesi (b) parlatma sonrası ışık mikroskobu görüntüleri.....	80
Şekil 7.41. P2 süspansiyonu ile parlatılan 3 nolu numuneye ait (a), (c), (e) parlatma öncesi (b), (d), (f) parlatma sonrası ışık mikroskobu görüntüleri.....	81
Şekil 7.42. WRA FG süspansiyonu ile parlatılan 1 nolu numuneye ait (a), (c) parlatma öncesi (b), (d) parlatma sonrası ışık mikroskobu görüntüleri.....	83
Şekil 7.43. WRA FG süspansiyonu ile parlatılan 2 nolu numuneye ait (a) parlatma öncesi (b) parlatma sonrası ışık mikroskobu görüntüleri.....	85

Şekil 7.44. WRA FG süspansiyonu ile parlatılan 3 nolu numuneye ait (a) parlatma öncesi (b) parlatma sonrası ışık mikroskobu görüntüleri.....	86
Şekil 7.45. CR6 süspansiyonu ile parlatılan 1 nolu numuneye ait (a) parlatma öncesi (b) parlatma sonrası ışık mikroskobu görüntüleri.....	88
Şekil 7.46. CR6 süspansiyonu ile parlatılan 2 nolu numuneye ait (a) parlatma öncesi (b) parlatma sonrası ışık mikroskobu görüntüleri.....	89
Şekil 7.47. CR6 süspansiyonu ile parlatılan 3 nolu numuneye ait (a) parlatma öncesi (b) parlatma sonrası ışık mikroskobu görüntüleri.....	90
Şekil 7.48. CR30F süspansiyonu ile parlatılan 1 nolu numuneye ait (a) parlatma öncesi (b) parlatma sonrası ışık mikroskobu görüntüleri.....	92
Şekil 7.49. CR30F süspansiyonu ile parlatılan 2 nolu numuneye ait (a) parlatma öncesi (b) parlatma sonrası ışık mikroskobu görüntüleri.....	93
Şekil 7.50. CR30F süspansiyonu ile parlatılan 3 nolu numuneye ait (a) parlatma öncesi (b) parlatma sonrası ışık mikroskobu görüntüleri.....	94
Şekil 7.51. H43M süspansiyonu ile parlatılan 1 nolu numuneye ait (a) parlatma öncesi (b) parlatma sonrası ışık mikroskobu görüntüleri.....	96
Şekil 7.52. H43M süspansiyonu ile parlatılan 2 nolu numuneye ait (a) parlatma öncesi (b) parlatma sonrası ışık mikroskobu görüntüleri.....	97
Şekil 7.53. H43M süspansiyonu ile parlatılan 3 nolu numuneye ait (a) parlatma öncesi (b) parlatma sonrası ışık mikroskobu görüntüleri.....	98
Şekil 7.54. SRG süspansiyonu ile parlatılan 1 nolu numuneye ait (a) parlatma öncesi (b) parlatma sonrası ışık mikroskobu görüntüleri.....	100
Şekil 7.55. SRG süspansiyonu ile parlatılan 2 nolu numuneye ait (a) parlatma öncesi (b) parlatma sonrası ışık mikroskobu görüntüleri.....	101
Şekil 7.56. SRG süspansiyonu ile parlatılan 3 nolu numuneye ait (a) parlatma öncesi (b) parlatma sonrası ışık mikroskobu görüntüleri.....	102
Şekil 7.57. Süspansiyonlara ait % parlatma performansları	103
Şekil 7.58. P2, WRA FG ve CR6 ile parlatılan numunelere ait Rz pürüzlülük değerleri	105
Şekil 7.59. H43M, CR30F ve SRG ile parlatılan numunelere ait Rz pürüzlülük değerleri	106

Şekil 7.60. P2, WRA FG ve CR6 ile parlatılan numunelerin Rmax değerleri	107
Şekil 7.61. CR30F, H43M ve SRG ile parlatılan numunelere ait Rmax değerleri...	109
Şekil 7.62. CR30F ve SRG kullanılarak %5, %10, %15 ve %20 katı oranlarında hazırlanan süspansiyonlara ait parlatma performansları.....	110
Şekil 7.63. CR30F ile parlatılan numunelere ait Rz değerleri.....	112
Şekil 7.64. CR30F ile parlatılan numunelere ait Rmax değerleri.....	112
Şekil 7.65. (a) ağ. %5 katı içerikli CR30F süspansiyonu (b) ağ. %20 katı içerikli CR30F süspansiyonu ve yüzeyde oluşturdıkları çizikler.....	113
Şekil 7.66. SRG ile parlatılan numunelere ait Rz değerleri.....	114
Şekil 7.67. SRG ile parlatılan numunelere ait Rmax değerleri	115
Şekil 7.68. CR30F-5 süspansiyonu ile parlatılan numuneye ait (a) parlatma öncesi (b) parlatma sonrası ışık mikroskobu görüntüleri.....	117
Şekil 7.69. CR30F-10 süspansiyonu ile parlatılan numuneye ait (a) parlatma öncesi (b) parlatma sonrası ışık mikroskobu görüntüleri.....	118
Şekil 7.70. CR30F-15 süspansiyonu ile parlatılan numuneye ait (a) parlatma öncesi (b) parlatma sonrası ışık mikroskobu görüntüleri.....	120
Şekil 7.71. CR30F-20 süspansiyonu ile parlatılan numuneye ait (a) parlatma öncesi (b) parlatma sonrası ışık mikroskobu görüntüleri.....	121
Şekil 7.72. SRG5 süspansiyonu ile parlatılan numuneye ait (a) parlatma öncesi (b) parlatma sonrası ışık mikroskobu görüntüleri.....	123
Şekil 7.73. SRG10 süspansiyonu ile parlatılan numuneye ait (a) parlatma öncesi (b) parlatma sonrası ışık mikroskobu görüntüleri.....	124
Şekil 7.74. SRG15 süspansiyonu ile parlatılan numuneye ait (a) parlatma öncesi (b) parlatma sonrası ışık mikroskobu görüntüleri.....	126
Şekil 7.75. SRG20 süspansiyonu ile parlatılan numuneye ait (a) parlatma öncesi (b) parlatma sonrası ışık mikroskobu görüntüleri.....	127

1. GİRİŞ

Alüminyum oksit, daha yaygın adıyla Alümina; optik, manyetik, mekanik, elektronik, kimyasal, termal özellikleri ve dünya üzerinde bulunan en yaygın inorganik seramik malzeme olması sebebiyle birçok farklı endüstride öğütücü ortam (Rue ve Company 1984; Jackson ve Mills, 2000), kesici uç (Mondal ve ark., 1992; Kumar ve ark., 2006) cam katkısı (Dias ve ark., 2016; Ahmad ve ark., 2016), ve refrakter malzemesi olarak (King D. F., 1966; Simonin ve ark., 2000) kullanılmaktadır. Bunun yanında alumina, kompozit seramik olarak zırh (Heimann, 2009) ve dental uygulamalarda (Wolf ve ark., 1996; Zhu ve ark., 2003), transparan seramik olarak floresan lambalarında (Hanneman ve ark, 1969), ve kalsine edildiği sıcaklığa bağlı olarak değişen yüksek sertlik özelliği ile metal ve seramik yüzeyleri aşındırma ve parlatma (Rittenger ve ark 2013; Asghar ve ark., 2014; Dylla-Spears ve ark., 2014) amacı ile günümüz ihtiyaçlarına uygun yenilikçi çözümler getirmektedir.

Aşındırma ve parlatma işlemleri otomotiv, beyaz eşya endüstrisi ve mutfak eşyaları için geleneksel estetik görüntünün iyileştirilmesinin yanında CD, ince film altlıkları (Hong ve ark., 2010; Yun ve ark., 2009) gibi elektronik ürünlerde optik camlarda (Marinescu ve ark., 2012) ve medikal uygulamalarda kullanılabilmektedir. Aşındırma amacı ile sert olan doğal malzemelerin yanı sıra sentetik malzemelerde kullanılabilmektedir fakat genellikle aşındırma ve parlatma endüstrisinin büyük bir bölümü 5 malzeme üzerine odaklanmıştır. Bu malzemeler silisyum karbür (SiC), alüminyum oksit (alümina, Al_2O_3) ve garnettir. Diğer ikisi olan elmas ve kübik bor karbür (CBN) malzemeleri ise özelliklerinden ötürü süper aşındırıcılar olarak bilinmektedirler. Bu geleneksel üç aşındırıcı ile süper aşındırıcılar arasında hem özellik olarak hem de maliyet olarak büyük farklar mevcuttur. Fakat elmas çok yüksek sertliğe sahip olmasına rağmen çelik yüzeylerine uygun olmaması ve yüksek maliyet sebebiyle çelikler için alüminadan daha kullanışsızdır (Marinescu ve ark., 2013). Alümina bu nedenle ortalama sertlik derecesi (2500 kg/mm^2 knoop sertliği ve 9 mohs sertliği), düşük maliyeti, kolay ulaşılabilirliği ve kolay üretilmesi sebebiyle parlatma amacıyla birçok uygulamada sertliği daha yüksek olan malzemelere göre daha kullanışlı olabilmektedir.

2. ALÜMİNA'NIN ÜRETİM YÖNTEMLERİ VE KULLANIM ALANLARI

2.1. Alümina Özellikleri

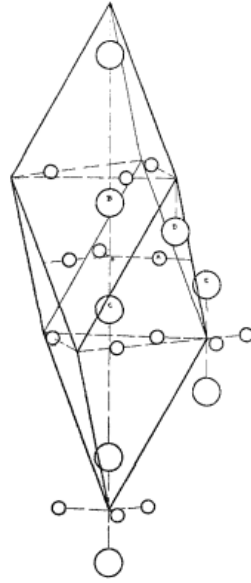
Alüminanın son yıllarda kesin olmamakla birlikte 25 farklı katı fazı tanımlanmıştır. Bu fazlar (ya da formlar) trihidroksitler, oksit hidroksitler ve alüminalardan oluşmaktadır. Trihidroksitler 3 farklı formdan oluşur ve bunlar gibsit, bayerit ve nordstrandite olarak adlandırılır. Oksit hidroksitler ise böhmit ve diaspor olarak ikiye ayrılırlar. Alüminalar ise chi, eta, gamma, delta ve kappa (geçiş alüminaları) formlarından ve en kararlı form olan alfa (korund) fazından oluşur. Korund yani α -alümina, alüminyumun termodinamik olarak kararlı tek oksitidir. Korund kristalleri birim hücre boyutları $a=5.420 \pm 0.010 \text{ Å}$ olan hekzagonal-rombohehral kristal sistemi içerisinde sırasıyla D^6_3d ve $R3C$ uzay grubunda bulunurlar. Tablo 2.1'de alüminyum trihidroksitler, oksit hidroksitler ve oksitlere ait özellikler, kristal yapıları ve uzay grupları sunulmuştur.

Tablo 2.1. Alüminyum hidratlar, oksitler ve alüminalara ait kristal yapı ve özellikleri

	Fazlar	Formül	Kristal Sistem	Uzay Grubu	Mohs Sertliği	Yoğunluk g/ml
Trihidroksitler	Gibsit	$\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$	Monoklinik	C^5_2h	2.5-3.5	2.42
	Bayerit	$\beta\text{-Al}_2\text{O}_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$	Monoklinik	C^5_2h		2.53
	Nordstrandite	$\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$	Monoklinik			
Oksit Hidroksitler	Böhmit	$\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$	Ortorombik	D^{17}_2h	3.5-4	3.01
	Diaspor	$\beta\text{-Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$	Ortorombik	D^{17}_2h	6.5-7	3.44
Geçiş Alüminaları	Chi		Kübik			3.0
	Eta		Kübik(spinel)	O^7_h		2.5-3.6
	Gama		Tetragonal			3.2
	Delta		Tetragonal			3.2
	Teta		Monoklinik	C^3_2h		3.56
	Kappa		Ortorombik			3.3
Korund	Alfa	$\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$	Hekzagonal-Rombohehral	D^6_3d	9	3.96-3.98

Kaynak: Gitzen, 1970

Şekil 2.1’de α -alüminanın kristal yapısı gösterilmiştir. Bu yapı kristallografi içerisinde daha çok korund yapısı olarak bilinir (Pauling ve Hendricks, 1925; Wefers ve Misra, 1987). Korund kristal kafesi hekzagonal sıkı paketlenmiş oksijen iyonlarının (0001) düzlemine paralel katman oluşturmaları ile elde edilir. Sadece 2/3 oktahedral boşlukları Al^{+3} iyonları tarafından doldurulmaktadır. Sıkı paketli yapıya sahip olması ile kafes parametreleri kullanılarak hesaplanan teorik yoğunluk 3.98 g/cm^3 değerine ulaşır (Philips ve ark., 1980).



Şekil 2.1. Korund kristal yapısındaki atomların düzeni; küçük daireler oksijen büyük daireler alüminyum atomlarını temsil etmektedir.

Kaynak: Pauling ve Hendricks, 1925

α -Al₂O₃ sertlik değeri Mohs sertlik skalasında 9.0 olarak gösterilmektedir (Shepard, 1857; Tabor, 1953). Ayrıca α -Al₂O₃ 1.8544 Vickers ve 2500-3000 kg/mm² Knoop sertlik değerlerine sahiptir fakat bu değerler alümina tane boyutu, kristal yapısı (kalsinasyon derecesi) ve kimyasal saflık özelliklerine bağlı olarak değişiklik gösterebilmektedir. α -Alümina 2051.0 $\pm$ 9.7°C ergime noktası yaklaşık 3530°C buharlaşma noktası sıcaklıklarına sahip olmasıyla birçok termal uygulamada kullanılmaktadır. Bunlara ek olarak alümina oda koşullarında sırasıyla 0.086 cal/sec. cm. °C termal ve 10^{-17} mhos elektriksel iletkenliğe sahiptir. Termal ve elektriksel iletkenlik değerleri, sıcaklık ile değişiklik gösterdiği bilinmektedir (Gitzen, 1970).

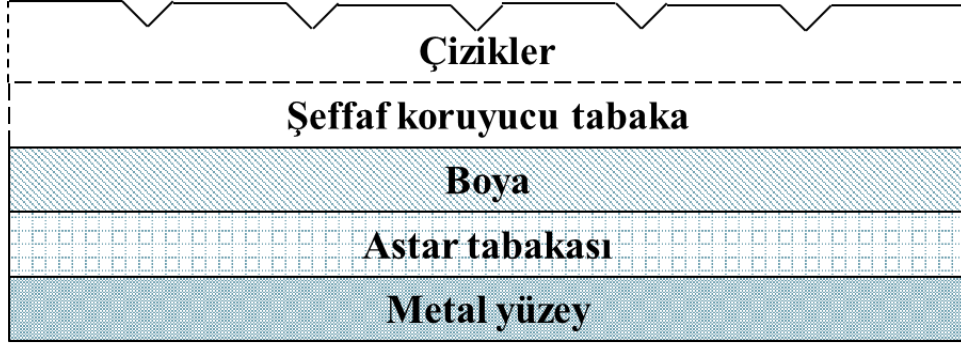
2.2. Alümina Kullanım Alanları ve Parlatma İşlemi

Alüminyum trihidroksitler, geçiş alüminaları ve α -alümina malzemeleri kendilerini oluşturan boksit cevherinin doğada en çok bulunan inorganik malzeme olması sebebiyle endüstride uygulama alanı olarak büyük bir öneme sahiptirler. Alüminyum trihidroksitler, alev geciktirici ve duman önleyici özellikleri sebebiyle ve polimer sistemlerinde (termoset olarak epoxy, polyester, poliüretan, termoplastik olarak akrilik, PVC, elastomer olarak kauçuk, neopren vb.) (Zhang ve ark., 2005; Hauriea ve ark., 2006; Laoutid ve ark., 2009) ve alüminyum bileşiklerin elde edilmesinde (alümina, alüminyum sülfat, alüminyum florür, sodyum alüminat vb.), cam endüstrisinde, kozmetik, ilaç ve kağıt uygulamalarında hammadde olarak büyük ölçüde kullanılmaktadırlar.

Alümina ise yüksek ergime noktası (≈ 2050 °C), termal iletkenliğinin oldukça düşük olması, asidik ve bazik ortamlardaki kararlılıkları sebebiyle refrakter (King, 1966; Simonin ve ark., 2000) ve kroze malzemesi olarak, erime ve pişme sıcaklığını düşürüp baloncuk oluşumunu engellediği için cam endüstrisinde (Dias ve ark., 2016; Ahmad ve ark., 2016), metallerin erime noktasını yükseltmek için metal yüzeylerine kaplama malzemesi (emaye, sır vb.) olarak, yüksek sertlik (9.0 Mohs sertlik değeri) ve aşındırma özelliği sebebiyle malzemelerin kesilmesi amacıyla (Mondal ve ark., 1992; Kumar ve ark., 2006), seramik ve metal malzemelerin öğütülmesinde (Rue ve Company 1984; Jackson ve Mills, 2000) ve parlatılmasında (Rittenger ve ark 2013; Asghar ve ark., 2014; Dylla-Spears ve ark., 2014) kullanılmaktadır.

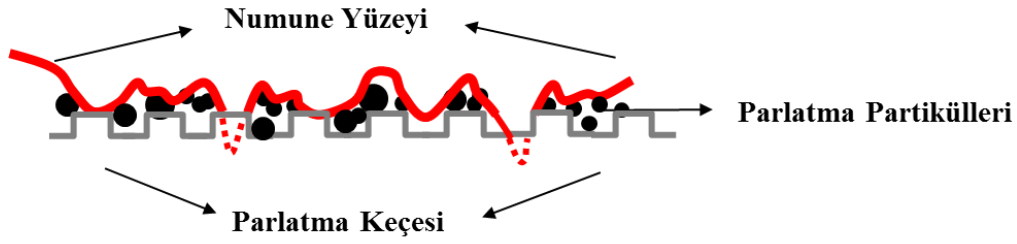
Endüstride parlatma işlemi en çok, tır, yat, gemi, uçak, helikopter, araba, motorsiklet gibi ulaşım araçlarının motor parçalarındaki sürtünmeyi azaltma ve önleme ya da kullanılan diğer metal parçalarda ve gövde yüzeylerinin estetik amaçlı parlatılması amacıyla tercih edilmektedir. Son yıllarda dünya çapında 60 milyonun üzerinde kişisel otomobil, toplamda ise yılda 80 milyondan fazla motorlu taşıt üretildiği tahmin edilmektedir. Ayrıca günümüzde dünya üzerinde 1 milyarın üzerinde motorlu taşıtın kullanıldığı düşünüldüğünde, parlatma işleminde kullanılan parça sayısının ne kadar fazla ve parlatma endüstrisinin ne denli büyük bir sektör olduğu göze çarpmaktadır.

Araçlarda gövde yüzeyi 5 tabakadan oluşmaktadır. Birinci tabaka aracın metal gövdesi, ikinci ve üçüncü tabakalar sırasıyla astar ve boya, son olarak ta şeffaf koruyucu tabaka şeklindedir. Şekil 2.2.'de bu tabakalar gösterilmiştir.



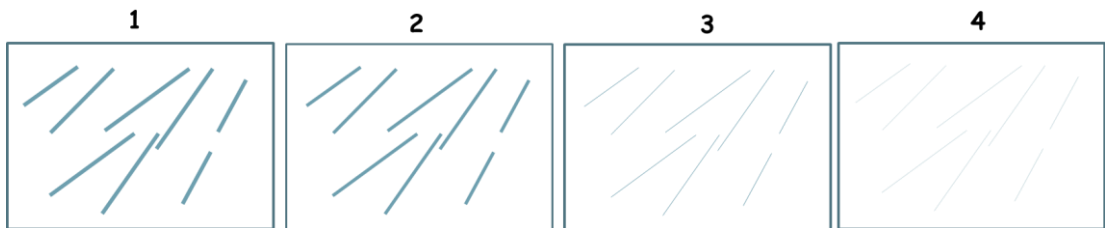
Şekil 2.2. Araç gövdesinin kesit gösterimi

Şeffaf koruyucu tabakanın üzerinde zamanla bazı çizikler oluşur ve boya bu çizikler yüzünden daha soluk görünmeye başlar. Parlatma işlemi ile koruyucu tabaka üzerindeki çizikler giderildiğinde boya daha parlak hale gelir ve parlatma işlemi gerçekleşmiş olur. Numune yüzeyinde gerçekleştirilen parlatma işlemine ait bir görsel Şekil 2.3.'te gösterilmiştir.



Şekil 2.3. Numune yüzeyinde gerçekleştirilen parlatma işlemi

Şekil 2.3.'te gösterilen sert partiküller keçe yardımıyla numune yüzeyinde gezdirilerek çizikler giderilir ve Şekil 2.2.'de gösterilen boya tabakası daha görünür yani parlak hale gelir. Bunun nedeni aslında çiziklerin parlatma ile çıplak gözün görebileceği minimum değer ($\approx 100 \mu\text{m}$) altına indirilmesi ve görülmemeye başlaması olarak düşünülebilir. Şekil 2.4.'te numune yüzeyindeki çiziklerin inceltilerek giderilmesi adımlarla gösterilmiştir.



Şekil 2.4. Parlatma işlemi ile giderilen çiziklerin gösterimi

Şekil 2.3. (1)'de gösterilen çizikler partiküllerin yüzeyde gezdirilmesi ile incelmeye başlarlar ve sırasıyla Şekil 2.3. (2), (3) ve (4)'teki gibi görünmeye ve çıplak gözün görebileceği minimum değerin altına inmeye başlarlar.

Parlatma süreci yüzeyin pürüzlülük seviyesine göre bazı adımlardan oluşabilir. Bu adımlar aşındırma, kaba parlatma, parlatma, ince parlatma ve süper ince (nano) parlatma şeklindedir. Bunun nedeni süspansiyonları oluşturan partiküllerin tane boyutlarının farklı olmasıdır. Bu sayede yüksek pürüzlülük değerine sahip yüzey öncelikle iri partiküller içeren süspansiyonlarla daha sonra daha düşük tane boyutuna sahip partiküller içeren süspansiyonlar ile parlatılır ve pürüzlülük seviyesi her bir adımda daha da düşürülerek minimum seviyeye indirilir. Bu adımlar ve tane boyutları Tablo 2.2.'de gösterilmiştir.

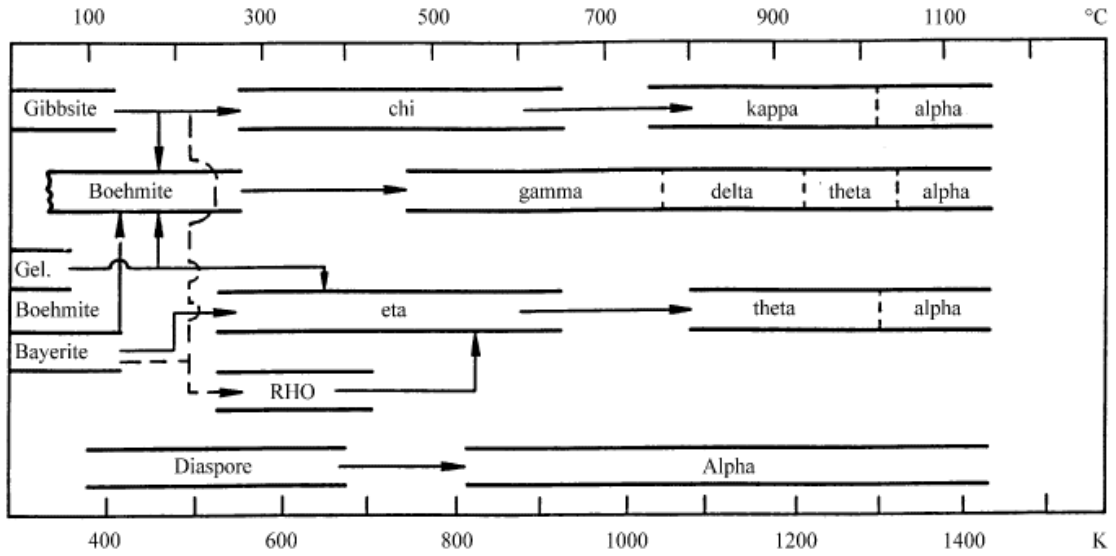
Tablo 2.2. Parlatma adımları, tane boyutları, kullanılan partiküller ve dağıtıcı ortamlar

Sınıflandırma	Tane Boyutu	Partikül	Dağıtıcı Ortam
Aşındırma	(> 40 µm)	α -Al ₂ O ₃	Su
Kaba Parlatma	(6 - 3 µm)	Elmas	
Parlatma	(3 - 1 µm)	Silika	Yağ
		SiC	
İnce Parlatma	(0.3 - 0.05 µm)	Garnet [X ₃ Y ₂ (SiO ₄) ₃]	Organik Çözücüler (Etilen glikol, alkol, gliserol, vb)
Süper İnce (Nano) Parlatma	(> 0.05 µm)	CeO ₂ , Cr ₂ O ₃ , MgO, Fe ₂ O ₃ , CBN, vb	

Parlatma partikülleri seçilirken malzemenin sertliği göz önünde bulundurulur. Parlatma işleminde en çok tercih edilen malzemeler α -Al₂O₃, elmas, silisyum karbür (SiC), silika (SiO₂) ve garnettir. α -alümina, elmas ve silisyum karbürden daha düşük sertliğe sahip olmasına rağmen maliyetinin düşük olması sebebiyle daha çok tercih edilen bir malzemedir. Seryum oksit, krom oksit, magnezyum oksit, demir oksit, kübik bor nitrür gibi malzemeler de bazı sınırlı uygulamalarda kullanılabilmektedir. Diğer bir önemli hususta parlatma amacıyla kullanılan partiküllerin bir dağıtıcı ortam içerisinde çok iyi bir şekilde dağıtılmasıdır. Bu şekilde partiküllerin topaklanması önlenerek homojen bir şekilde dağılmaları sağlanır. Dağıtıcı ortam Tablo 2.2.'de gösterildiği gibi su, yağ ya da organik çözücüler olabilir. Dağıtıcı ortam seçimi parlatılacak yüzeye ve kullanılacak partiküle göre yapılır.

2.3. Alümina Üretim Yöntemleri

α -alümina çok farklı yöntemlerle elde edilebilmektedir. Kullanılan yöntem, tane boyutu, kristal yapısı, saflık derecesi gibi özelliklerin belirlenmesine etki eder. α -alümina elde etmek için başlıca yaklaşımlar; öğütme (Panchula ve Ying, 1997), sol-jel karışımların kalsine edilmesi veya yakılması (İbrahim ve Abu-Ayana, 2008; Li ve ark., 2006; Li ve ark., 2007; Li ve ark., 2008), alüminyum hidroksitlerin, geçiş alüminaların (rho, chi, gamma, delta, kappa ve theta) veya alümina tuzlarının kalsinasyonu ya da hidrotermal sentez ile (Sharma ve ark., 1998; Suchanek, 2010) yüksek sıcaklık ve buhar basıncı yardımıyla α -alüminaya dönüştürülmesi şeklindedir. Bu yöntemler arasında α -alümina elde etmek için en yaygın yöntem bayer prosesi ile elde edilen alüminyum trihidroksit $\text{Al}(\text{OH})_3$ kalsinasyonudur (Misra, 1986). Şekil 2.5.'te alüminyum trihidroksitler, alüminyum oksit hidroksitler ve geçiş alüminalarının atmosferik basınçta dönüşüm sıcaklıkları verilmiştir.

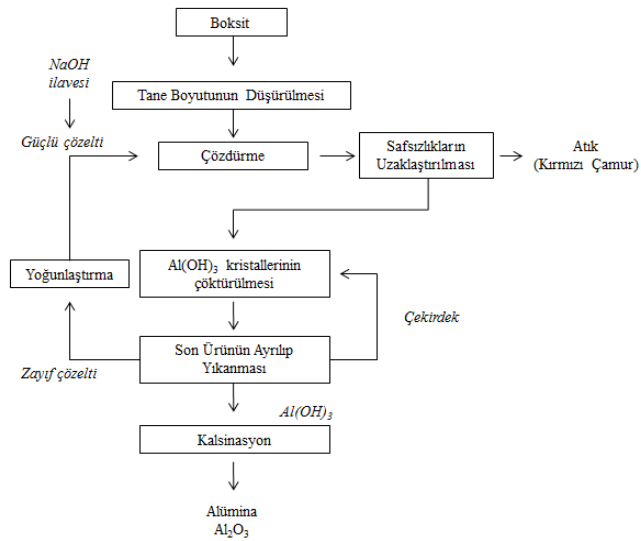


Şekil 2.5. Alüminyum trihidroksitler, oksit hidroksitler ve geçiş alüminalarının dönüşüm sıcaklıkları

Kaynak: Wefers ve Misra, 1987

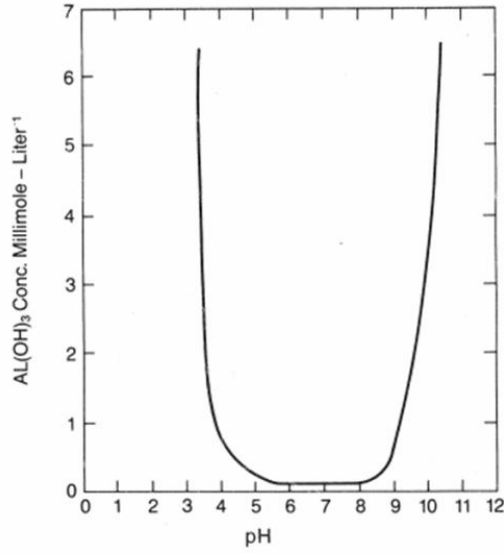
Geçiş fazlarından α -alüminaya dönüşüm sıcaklığı 1100 ile 1150 °C (Stumpf ve ark., 1950; Rooksby, 1958; Papee ve Tertian, 1958) veya 1200 ile 1300 °C (Gorbunova ve Vaganova, 1939; Arakelyan ve Chistyakova, 1962) arasında bir değer alabilir. Bu kalsinasyon sıcaklık farklılığı kalsine edilen toz içerisinde bulunan safsızlık miktarı ve tane boyutuna bağlıdır (Misra, 1986). Alüminyum trihidroksit üretiminin büyük bir kısmı α -alümina eldesi için kullanılır. Alümina üretiminin ara basamağı olan alüminyum

trihidroksit üretiminin ise en önemli kaynağı boksit cevheri saflaştırma tesisleridir. Dünya alümina üretiminin %94 ten fazlası Bayer prosesi ile boksit cevherinin saflaştırılması şeklinde olmaktadır. Bayer prosesine ait akım şeması Şekil 2.6.'da gösterilmiştir. Bu prosesin %30-60 Al_2O_3 ve %7 den az SiO_2 içeren boksitler için ekonomik olduğu görülmüştür. Doğada bulunan boksit cevheri çoğunlukla gibsit, böhmite ve diaspor fazlarından bir ya da daha fazlasından meydana gelir. Şekil 2.6.'da gösterilen üretim akım şemasındaki gibi öncelikle boksit cevheri tane boyutu düşürülerek çözündürülmeye hazırlanır. Alüminyum hidroksitler amfoter özelliklerinden ötürü sadece yüksek asidik veya bazik ortamlarda çözünürler. Şekil 2.7.'de $Al(OH)_3$ 'ün çözünürlüğünün pH ile değişimi gösterilmiştir. Grafikte pH'ın 5 ile 8 arasında $Al(OH)_3$ çözünürlüğünün oldukça düşük olduğu görülmektedir. Bu yüzden boksit mineralinin çözündürülmesi için çözücü pH'mın 5'ten düşük veya 8'den büyük olması gerekmektedir. Boksit cevherinin çözündürülmesi için genellikle yüksek pH'lar tercih edilir. Bunun sebebi asidik ortamda çalışmanın ekonomik olmaması ve sistemi düşük pH'tan ötürü korozyona uğrattığı kontaminasyona sebep olmasıdır (Gitzen, 1970).



Şekil 2.6. Bayer prosesine ait akım şeması

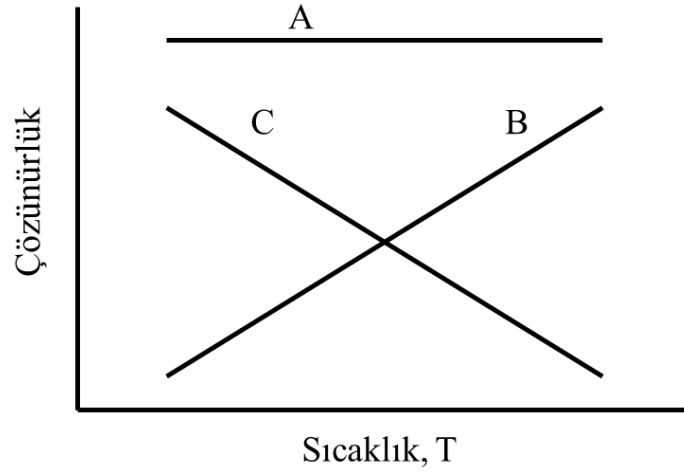
Kaynak: Misra, 1986



Şekil 2.7. $Al(OH)_3$ çözünürlüğünün pH ile değişimi

Kaynak: Wefers ve Misra, 1987

Bu nedenle Şekil 2.6.'da gösterilen boksit çözdürme prosesinde pH'ı yükseltmek için yüksek derişimli sodyum hidroksit kullanılır. Genel olarak çözdürülen malzemelerin çözünürlüğü sıcaklıkla artabilir, azalabilir ya da sabit kalabilir. Şekil 2.8.'de çözünürlüğün sıcaklık ile değişimleri gösterilmiştir.

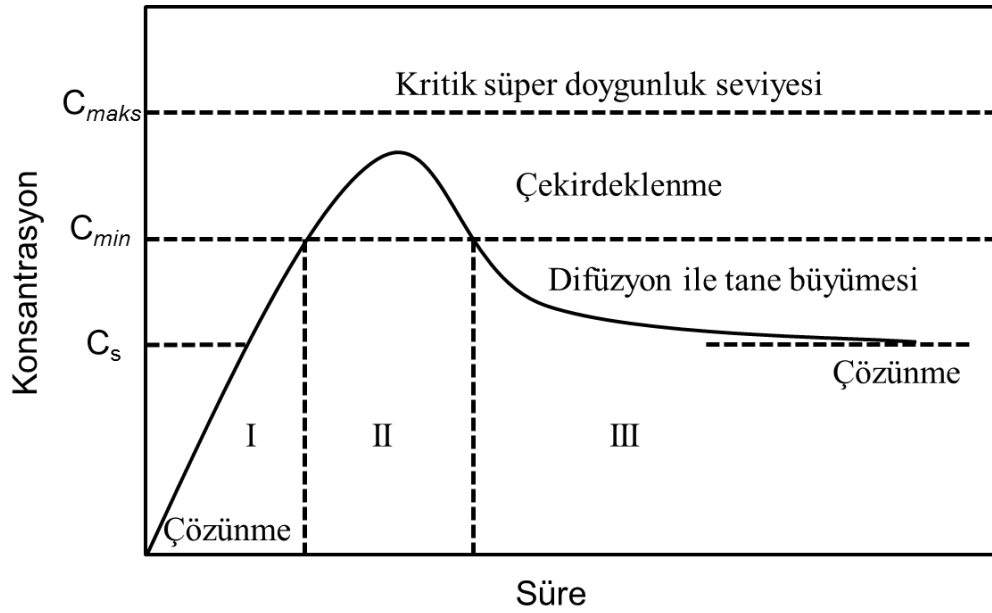


Şekil 2.8. Çözünürlüğün sıcaklık ile değişimi

Kaynak: Rahaman, 2003

Grafikte 'A' eğrisi izotermal çözünürlüğü göstermektedir. 'B' eğrisi çözünürlüğün sıcaklıkla arttığı 'C' eğrisi çözünürlüğün sıcaklıkla azaldığı durumları göstermektedir. Boksit Şekil 2.8.'de (b) eğrisinde gösterildiği gibi sıcaklıkla artan bir çözünürlüğe

sahiptir. Bu nedenle boksitin çözdürülmesi esnasında sıcaklık yaklaşık 150°C 'ye çıkarılmaktadır. Sıcaklık artışıyla sistem doygunluk seviyesinin üzerine çıkar. Şekil 2.9.'da LaMer diyagramında doygunluk seviyeleri ve çekirdeklenme adımları gösterilmiştir. Şekil 2.9.'da gösterilen LaMer diyagramında 'I' nolu bölge çözünme bölgesidir. Çözünme işlemi sıcaklık yardımıyla $C_{\min}$ doygunluk seviyesinin üzerine çıkana kadar devam eder. Daha sonra sistem içerisindeki çözünmeyen safsızlıkların (demir, titanyum ve silisyum oksitler) uzaklaştırılması için filtre işlemi uygulanır. Filtre işlemi ile uzaklaştırılan safsızlıklar kırmızı çamur olarak adlandırılır. Bunun nedeni safsızlıkların kırmızımsı bir renk almasından kaynaklanmaktadır. Doygun sistem içerisindeki safsızlıklar uzaklaştırıldıktan sonra 'II' nolu bölgede sisteme çekirdek ilavesi yapılarak heterojen çekirdeklenme gerçekleştirilir. Süper doygunluk seviyesinin ($C_{\max}$) aşılması durumunda ise sistem kendi kendine çökmeye başlar bu da homojen çekirdeklenme olarak adlandırılır. Homojen çekirdeklenme tane boyutu kontrol edilemediği için istenen bir durum değildir.



Şekil 2.9. LaMer diyagramı

Kaynak: Lamer ve Dinegar, 1950

Şekil 2.6.'da çöktürme işleminden sonra $\text{Al}(\text{OH})_3$ partiküllerin ayrılıp yıkanarak sodyum hidroksitten arındırılır. Daha sonra ayrıştırılan $\text{Al}(\text{OH})_3$ partikülleri kurutularak 1000 ile 1200°C arasında kalsine edilerek α -alüminaya dönüştürülür. Hidroksit çöktürme verimi, kostik çözelti içerisindeki çözünmüş alümina miktarına bağlıdır. Bu parametreler,

3. KOLLOİDLER VE KOLLOİD STABİLİZASYONU

3.1. Kolloid Yapısı

Kolloid sistemler, genel olarak bir dağılan faz ile dispersiyon ortamı veya sürekli fazdan oluşan sistemlerdir. Kolloid sistemlerde dağılan faz ile dispersiyon ortamı katı, sıvı veya gaz olabilir. Örneğin duman, hava içerisinde dağılan katı partiküllerden oluşurken hava içerisinde dağılan su molekülleri ise sis oluşumuna sebep olur. Günlük hayatta kullandığımız boyalar da sıvı içerisinde dağıtılmış küçük katı partiküllerden oluşmaktadır. Tablo 3.1’de çeşitli kolloid sistemlere örnekler gösterilmiştir.

Tablo 3.1. Kolloid sistemlere örnekler

Örnek	Kolloid Sistemi	Dağılan Faz	Dispersiyon Ortamı
Pigmentli Plastikler	Katı Süspansiyon	Katı	Katı
Boya	Sıvı Süspansiyon	Katı	Sıvı
Tereyağı	Emülsiyon	Sıvı	Katı
Süt	Emülsiyon	Sıvı	Sıvı
Strafor	Katı Köpük	Gaz	Katı
Tıraş Köpüğü	Köpük	Gaz	Sıvı
Duman	Katı Aerosol	Katı	Gaz
Sis	Sıvı Aerosol	Sıvı	Gaz

Kaynak: Myers, 1999

Kolloid sistemler Tablo 3.1’de belirtilen farklı hallerdeki dispersiyon ortamları ve dağılan fazlar ile uzun yıllardır biyoloji, ilaç, meteoroloji, kozmetik, boya, yağlayıcı, gıda, seramik ve daha birçok farklı endüstride ve bilim alanında kullanılmaktadır. Kolloid sistemlerde dağılan fazın tane boyutu 1-1000 nm (Myers, 1999) arasında olduğu tarif edilmektedir. Fakat farklı kaynaklarda tane boyutu aralığı 50 Å ile 50 µm (Pashley ve Karaman, 2004) arasında olduğu belirtilmektedir. Dağılan fazı oluşturan katı partiküllerin şekilleri bazı yönlerde farklılık gösterebildiği için kolloid sistemlerde tane boyutunu sınırlandırmak çok doğru olmamaktadır. Bunun yerine birçok farklı kaynaktan kolloid sistemlerin tane boyutuna göre sınıflandırıldığı bilinmektedir. Dağılan fazın 1 nm’den düşük olduğu durumlarda moleküler dispersiyon, 1 nm ile 1 µm arasında olduğunda kolloidal dispersiyon, 1 µm’den büyük olduğu durumlarda ise kaba dispersiyon olarak adlandırılmaktadır (Çelebi, 2009).

3.2. Kolloid Stabilizasyonu

Kolloid davranışları, karakteristikleri ve stabilizasyonu anlatılırken, birçok farklı terim kullanılmaktadır. Bunlardan bazıları koagülasyon, flokülasyon, kremleşme, tekil dağılım, çoğul dağılım ve sedimentasyon şeklindedir. Aşağıda terimler kısaca anlatılmıştır.

Koagülasyon: Dispersiyon ortamında bulunan partiküller sıkı paketler halinde bir araya gelirler ve çökerek yoğun bir agregat oluştururlar. Çöken agregatları tekrar birbirinden ayırarak dispersiyon tabanından uzaklaştırmak ve sistem içerisine yeniden dağıtmak mümkün değildir. Koagülasyon sırasında partiküllerin çökme hızları yavaştır. Çökelti oluştuğunda üstte kalan sıvı bulanık haldedir. Bu nedenlerle koagülasyon kolloid sistemlerinde istenen bir davranış değildir.

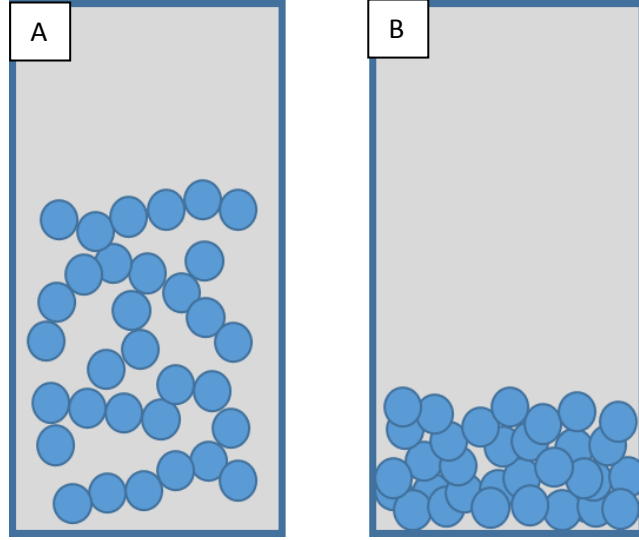
Flokülasyon: Dispersiyon ortamında bulunan partiküller daha zayıf bağlarla bir araya gelirler ve aglomereler oluşturarak çökerler. Çökeltiyi eski haline getirmek için az miktarda çalkalamak yeterlidir. Partiküller kolaylıkla birbirlerinden ayrılarak sistem içerisine tekrar dağılırlar. Flokülasyon sırasında partiküller daha hızlı çökerler. Çökelti oluştuğunda üstte kalan sıvı berrak haldedir. Flokülasyon kolloid sistemlerinde istenen bir davranıştır. Hazırlanan süspansiyonun tekrar karıştırıldığında eski haline gelmesi tercih edilir. Koagülasyon ve flokülasyon davranışları Şekil 3.1’de gösterilmiştir.

Kremleşme: Koagüle veya floküle oluşumunun daha az yoğun bir şekilde dispersiyon ortamından ayrıldığı durumdur.

Tekil dağılımlı: Dispersiyon ortamı içerisindeki bütün partiküllerin hemen hemen eşit tane boyuna sahip olduğu durumdur.

Çok dağılımlı: Dispersiyon ortamı içerisindeki partiküllerin geniş tane boyut aralığına sahip olması durumudur.

Sedimentasyon: Kremleşmede olduğundan farklı olarak, koagüle veya floküle oluşumu dispersiyon ortamından daha yoğundur ve tabanda çökelti oluşturur.



Şekil 3.1. Dispersiyon içerisinde bulunan partiküllerin (a) flokülasyon ve (b) koagülasyon davranışları

Dağılan fazın tane büyüklüğünü ve tane şekli kolloid sistemler için oldukça önemlidir. Bu iki özellik ürünün görünüşüne, çökme hızına, tekrar dağılılabirliğine ve dolayısıyla fiziksel stabilitesine etki eder. Kolloidal partiküllerin şekilleri, küre şeklinde olabildiği gibi, küçük elips, iğneler, çubuklar şeklinde veya gevşek bağlı iplikler şeklinde de olabilir (Çelebi, 2009). Kolloid sistemin stabilitesine etki eden 3 temel kuvvet vardır. Bunlar;

- (1) Dispersiyon ortamı içerisinde bulunan partiküllerin yoğunluklarına bağlı olarak çökme veya yüzme eğilimi göstermelerine etki eden yer çekimi kuvveti,
- (2) Dispersiyon ortamının hareket etmeye karşı gösterdiği direnç kuvveti olan vizkoz sürüklenme kuvveti,
- (3) Partiküllerin ve moleküllerin kinetik enerjisi (Brownian hareketine sebep olan kuvvetler) şeklindedir.

Yukarıdaki ilk iki kuvveti göz önüne aldığımızda, partiküllerin ve dispersiyon ortamının yoğunluğu ve partiküllerin yarıçapına bağlı olarak çökme hızı hesaplanabilmektedir. Çökme hızı V , partikülleri küre kabul edersek yarıçap r , dispersiyon ortamının vizkozitesi η , partiküllerin ve dispersiyon ortamının yoğunluk farkı $p_p - p_w$, ve yer çekimi kuvveti ile vizkoz sürüklenme kuvvetinin eşit olduğunu düşünürsek çökme hızı Stokes denklemi ile açıklanır.

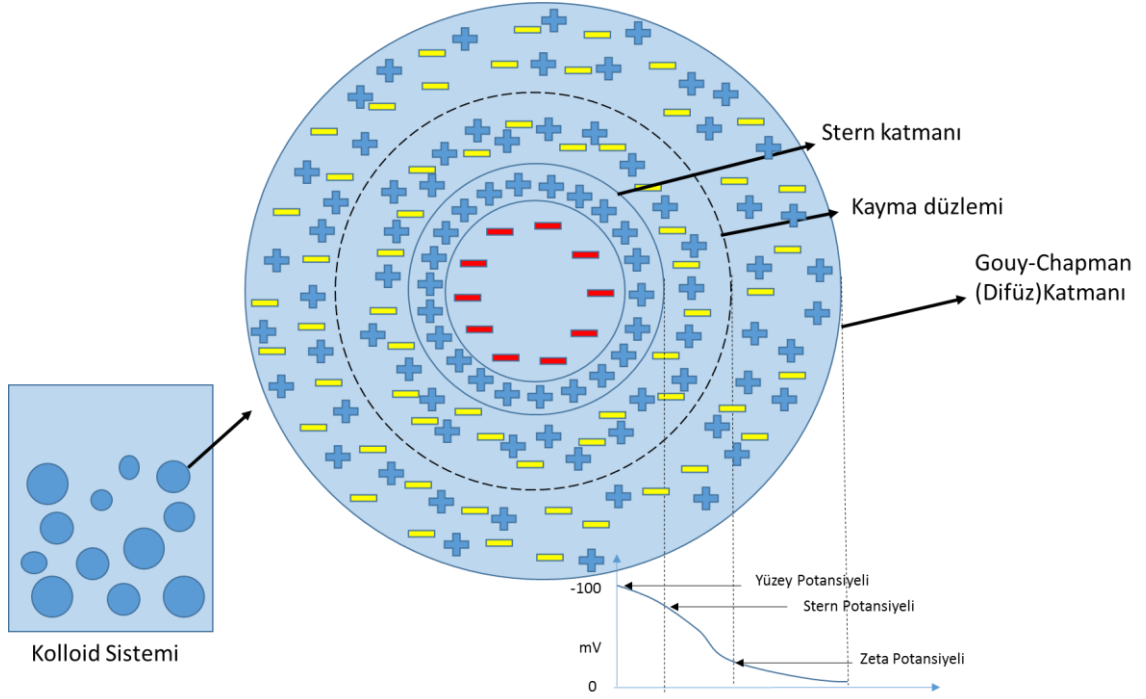
$$F_{vizkoz} = 6\pi V\eta = 4\pi r^3 g(p_p - p_w)/3 = F_{yerçekimi} \quad (1)$$

$$V = \frac{d^2(p_p - p_w)g}{18\eta} \quad (\text{Stokes denklemi}) \quad (2)$$

Stokes denklemi incelendiğinde dispersiyon ortamı içerisinde bulunan partiküllerin çapının karesi oranında değiştiği görülmektedir. Bu nedenle küçük partiküllerin çökmesi çok daha uzun sürerken, iri partiküller çok daha hızlı bir şekilde çökeceği anlaşılmaktadır. Ayrıca dispersiyon ortamının viskozitesi ile çökme hızının ters orantılı olarak değiştiği de görülmektedir (Pashley ve Karaman, 2004). Dispersiyon ortamı içerisindeki partiküllerin çökmesini engelleyerek, sistem içerisinde homojen dağılması ve stabilize edilmesi 3 farklı etki ile sağlanabilir. Bunlar elektrostatik, sterik ve elektrosterik stabilizasyon mekanizmalarıdır (Napper, 1983). Elektrostatik stabilizasyon partiküllerin etrafındaki yüzey yükleri ile sağlanırken, sterik stabilizasyon için sisteme partiküllerin etrafını saracak bir polimer ilave edilir. Elektrosterik stabilizasyon için ise sisteme eklenen polielektrolit, partiküllerin yüzeyinde elektriksel çift tabaka yaratarak itme kuvveti sağlar (Cesarano ve Aksay, 1988; Lewis, 2000).

3.2.1. Elektrostatik stabilizasyon

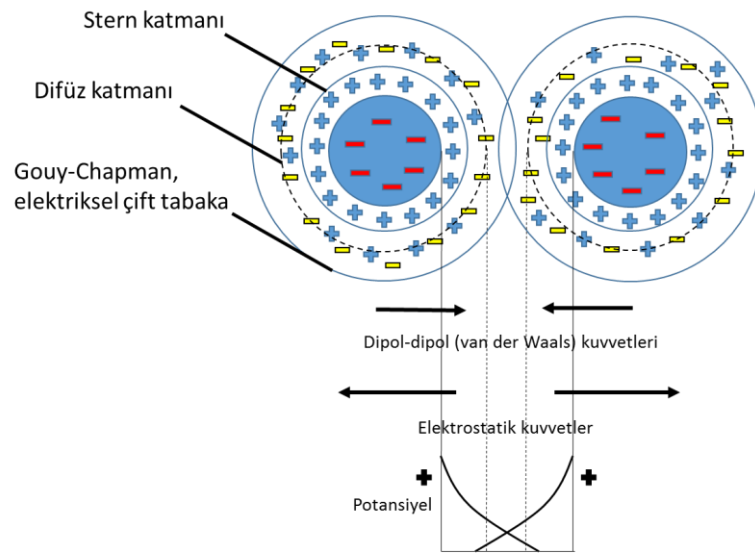
Dispersiyon ortamı içerisindeki partiküller dipol-dipol (van der Waals kuvvetleri) etkileşimleri ile bir araya gelerek aglomere olmaya ve enerjilerini azaltmaya çalışırlar. Partiküller dispersiyon ortamı içerisinde Stern katmanı ve Gouy-Chapman katmanı ile birlikte hareket eder. Şekil 3.2’de partikül yüzeyindeki Stern katmanı, Gouy-Chapman (Elektriksel çift tabaka) katmanı gösterilmiştir. Partiküllerin dispersiyon içerisinde ölçülen zeta değeri, Gouy-Chapman katmanının elektriksel potansiyel değerini verir. Şekil 3.2’de partikül yüzeyindeki elektriksel çift tabaka ve zeta potansiyeli gösterilmiştir. Partiküllerin dispersiyon ortamı içerisinde dipol-dipol etkileşimleri ile birbirlerine yaklaşması elektriksel çift tabakaların çakışmasına sebep olur. Bu çakışma ile ortaya çıkan partiküller arası itme kuvvetlerine elektrostatik kuvvetler adı verilir. Şekil 3.3’te dipol-dipol etkileşimleri ve elektrostatik itme kuvvetleri gösterilmiştir.



Şekil 3.2. Partikül yüzeyinde bulunan Stern ve Gouy-Chapman katmanları

Kaynak: Adair ve ark., 2001

Elektrostatik stabilizasyon partiküllerin yüzeyinde bulunan elektriksel çift tabakalar sayesinde partiküllerin birbirini itmesi ile sağlanır. Bu nedenle dispersiyon içerisindeki partiküllerin yüzey yükleri ve zeta potansiyel değerleri oldukça önemlidir.

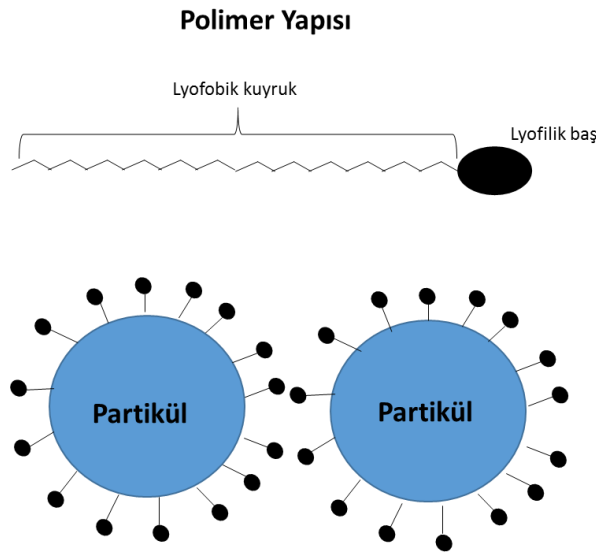


Şekil 3.3. Dipol-dipol çekme ve elektrostatik itme kuvvetleri

Kaynak: Adair ve ark., 2001

3.2.2. Sterik stabilizasyon

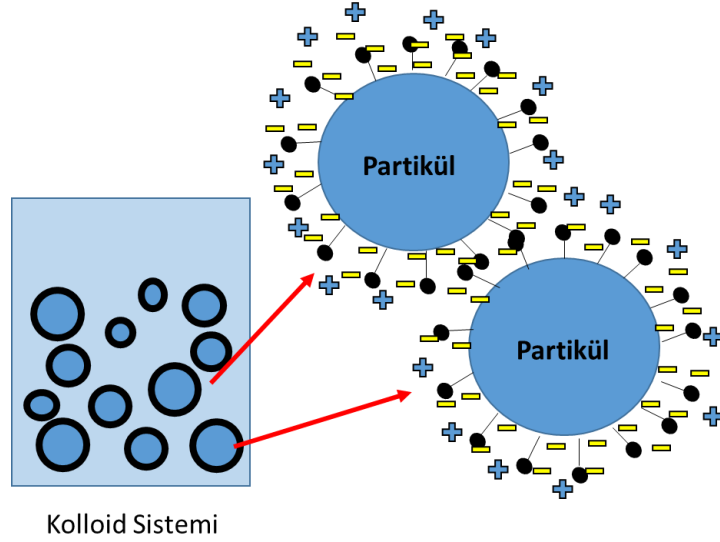
Sterik stabilizasyon, dispersiyon ortamı içersine eklenen yüksüz polimerlerin partikül yüzeyine adsorbe olması ile sağlanır. Eklenen polimer, lyofobik bir baş ve lyofibik bir kuyruktan (zincir) oluşur. Lyofobik kuyruk kısmı sıvı sevmediği için partiküllerin yüzeyine yapışırken, lyofilik kısmı ise dispersiyon sıvısına yapışır. Bu sayede polimer zincirleri partiküller ile dispersiyon ortamı arasında bir bariyer oluşturur ve bu bariyer partiküllerin birbirlerine yaklaşıp aglomere olmalarını engeller. Şekil 3.4’te polimer yapısı ve sterik stabilizasyon gösterilmiştir.



Şekil 3.4. Partikül yüzeyine adsorbe olan polimer yapısı, sterik stabilizasyon

3.2.3. Elektrosterik stabilizasyon

Elektrosterik stabilizasyon, elektrostatik ve sterik stabilizasyonun bir kombinasyonu şeklinde düşünülebilir. Elektrosterik stabilizasyonda dispersiyon ortamına eklenen polimer sterik stabilizasyonun aksine artı veya eksi yüklü olmaktadır. Partikülün yüzeyine adsorbe olan polimer (polielektrolit) ile partiküllerin yüzey yükleri (zeta potansiyelleri) artırılır ve birbirlerini itmeleri sağlanarak aglomere olmaları engellenir. Şekil 3.5’te elektrosterik stabilizasyon gösterilmiştir.

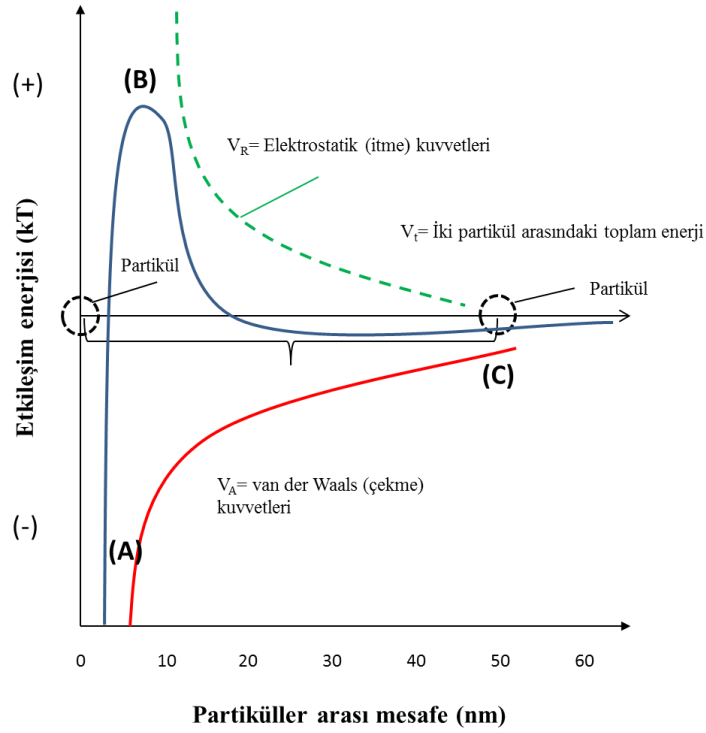


Şekil 3.5. Elektrosterik stabilizasyonun gösterimi

3.2.4. DLVO teorisi

Süspansiyonlarda partiküller arasındaki etkileşimler DLVO teorisi adı verilen teori ile Derjaguin, Landau, Verwey ve Overbeek tarafından açıklanmıştır. Bu teori, elektriksel çift tabaka ve van der Waals kuvvetlerini partiküller arası mesafeyi inceleyerek açıklar (Napper, 1983; Adair ve Suvaci, 2001). İki yüklü partikül arasındaki etkileşme, partiküller arasındaki mesafenin bir fonksiyonu olarak potansiyel enerji eğrileri şeklinde Şekil 3.6'da gösterilmiştir. Şekil 3.6'da çekme enerjisi V_A , itme enerjisi V_R , toplam enerji $V_T = V_A + V_R$ şeklinde gösterilmiştir. Partiküller arası uzaklık çok yakın veya çok uzak olduğunda, çekme enerjisi, aradaki orta uzaklıkta ise, itme enerjisi baskındır. Net enerji eğrisi iki minimum (A ve C) ve bir maksimum (B) içerir. Partiküller birbirine çok yakınsa, potansiyel enerji negatif değere ulaşır ve eğrinin başlangıç kısmında görülen derin birinci minimum noktası (A) oluşur. Bu noktada partiküller birbirlerine sıkıca yapışarak çökerler. Uzaklık arttıkça itme kuvvetleri etkinleşerek itme enerjisi yükselir ve bir noktada en yüksek değere ulaşır (B). İtme enerjisi yüksek olduğunda, potansiyel engel de yüksek olur ve partiküllerin çarpışması engellenir, sistem koagüle halde kalır. Çökme tamamlandığında küçük partiküller büyük partiküller arasındaki boşlukları doldurur ve sıkı bağlanmış bir yapı oluşur. Bu yapıyı ortadan kaldırmak için yüksek enerji engelini kaldırılması gerekir. Çalkalama ile sistem kolayca eski haline gelmez ve partiküller birbirlerini kuvvetle çekerek sıkı bir kek oluştururlar. Partiküller arası uzaklık arttığında, enerji engeli hala büyüktür ve potansiyel enerji önce sıfır olur ve ikinci bir

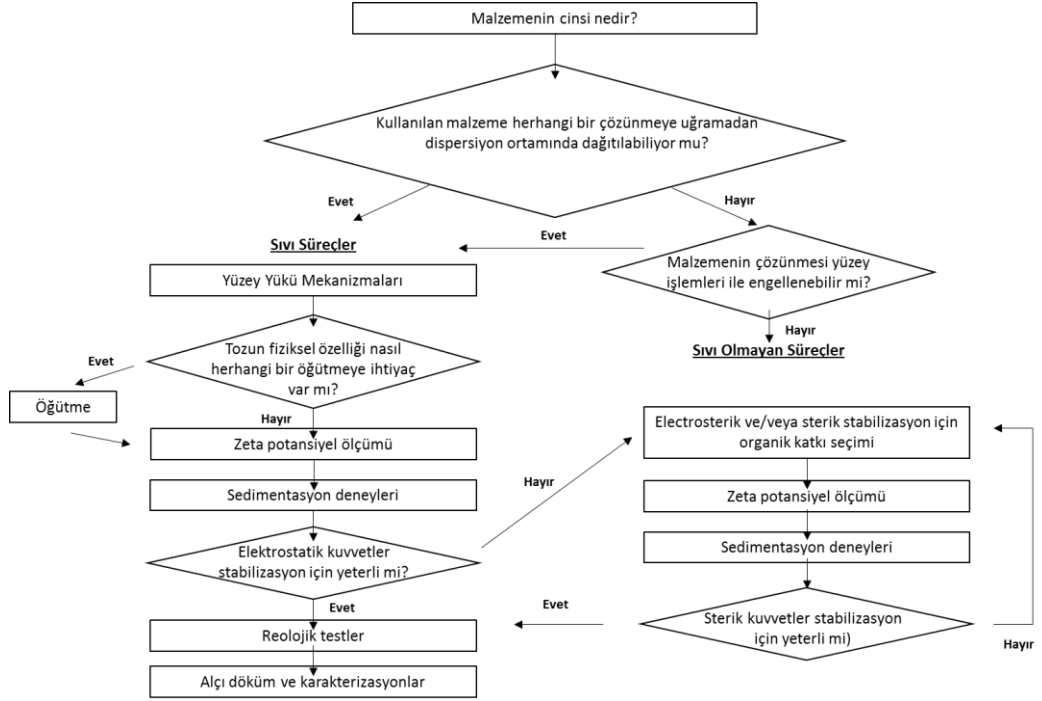
minimum (C) değere ulaşır. Burada partiküller birbirine daha gevşek bağlarla bağlanmıştır ve çalkalama ile kolayca yeniden dağılabilirler.



Şekil 3.6. DLVO teorisinin şematik gösterimi

Kaynak: Adair ve ark., 2001

Partiküller arası uzaklık 1000-2000 Å' dır. Bu mesafe gevşek bağlı flokların oluşması için yeterlidir (Acartürk, 2009). Bu bölgede enerji engeli aşılarak dayanıklı floküle süspansiyonlar hazırlanabilir. Monodispers bir sistem elde etmek üzere partiküllerin birbirini itebilmesi için zeta potansiyelin belirli bir değerde olması gerekir. Bu kritik değer süspansiyona özgüdür. Kararlı ve iyi dağıtılmış bir süspansiyon yapmak için izlenebilecek adımlar Şekil 3.7'de sunulmuştur.



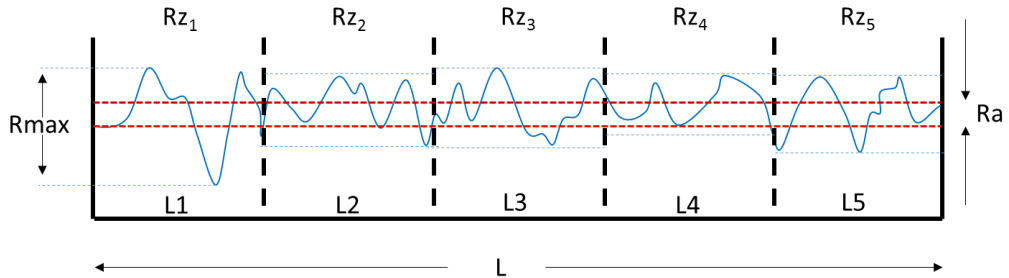
Şekil 3.7. Kolloid stabilizasyonu için izlenebilecek adımlar

Kaynak: Adair ve ark., 2001

4. YÜZEY PÜRÜZLÜLÜĞÜ ÖLÇÜM TEKNİKLERİ

Yüzey pürüzlülüğünün mikro boyuttan nano boyuta veya atomik boyuta göre değerlendirilmesi metotlar arasında bazı farklılıklar oluşmasına sebep olur. Fizikçiler çok ince boyut hatta moleküler pürüzlülük detaylarına ihtiyaç duyarlar. Bu detaylar genellikle düşük enerjili elektron kırınımı, moleküler ışın metotları, alan emisyon mikroskobu, taramalı tünelleme mikroskobu ve atomik kuvvet mikroskopları gibi metotlarla elde edilir. Diğer yandan, çoğu endüstriyel yüzey pürüzlülüğü için ise optik ya da mekanik mikroskobik metotlar yeterli olmaktadır. Yüzey pürüzlülüğü ölçümü için çeşitli birçok aygıt kullanılmaktadır. Bu cihazlar, cihazın numuneye temas ettiği ve numuneye herhangi bir temasın olmadığı şeklinde ikiye ayrılır. Temaslı ölçümlerde sivri ve keskin uçlar özellikle daha yumuşak yüzeylere zarar verebilmektedir. Bu ölçümlerde yüzeye uygulanan kuvvetin olabildiğince düşük olması malzemeye zarar verip ölçüm kalitesini etkilememesi açısından önemlidir.

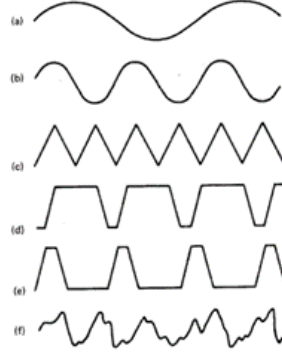
İlk pratik iğneli ölçüm cihazı Abbott and Firestone (1933) tarafından geliştirilmiştir. 1939 da ise Rank Taylor Hobson ilk ticari iğne tipli cihazını Talysulf adıyla tanıtmıştır. Günümüzde temasa dayalı iğne tipli ölçüm cihazlarının elektronik güçlendirme ile çalışması oldukça yaygındır. Bu iğne tipli ölçüm cihazları (profilometreler) ISO tarafından da kabul gördüğü için numunelerde referans amacıyla kullanılmaktadır. Profilometreler yüzey pürüzlülüğünü çeşitli değerlerle ve sembollerle ifade ederler. Şekil 4.1’de yüzey pürüzlülüğü ölçüm parametreleri gösterilmiştir. Şekilde gösterilen R_a aritmetik ortalama pürüzlülük değeri (μm), R_z belli bir yüzey uzunluğunda birbirini takip eden 5 maksimum değer aritmetik ortalaması, R_{max} ise bu değerlerin en büyüğüdür. R_z değeri hesaplaması (1) nolu denklemde sunulmuştur.



Şekil 4.1. Yüzey pürüzlülüğü ölçüm parametreleri

$$RZ = \frac{R_{z1}+R_{z2}+R_{z3}+R_{z4}+R_{z5}}{5} \quad (1)$$

Şekil 4.2’de ise aynı Ra değerine sahip çeşitli yüzey profilleri gösterilmiştir. Aynı Ra değerine sahip yüzeylerin profilleri birbirinden oldukça farklı olduğu açıkça görülmektedir. Bu yüzden yüzey pürüzlülüğünü sadece Ra değeri ile belirtmek çok anlamlı olmayabilir (Bhushan, 2001).



Şekil 4.2. Aynı Ra değerine sahip çeşitli yüzey profilleri

Kaynak: Bhushan, 2001

5. AMAÇ

Yukarda anlatılanlara ek olarak $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ (korund) partiküllerinin aşındırma ve parlatma amacı ile kullanılmasının en önemli sebebi, Mohs sertlik skalasındaki 9.0 (Shepard, 1857; Tabor, 1953) değeri ile elmas (Mohs: 10.0) sonra en sert malzeme olması ve üretim maliyetinin diğer aşındırıcılara göre düşük olmasından kaynaklanmaktadır. Bunun yanı sıra hidrat formları, kalsine edildiği sıcaklığa bağlı olarak değişen geçiş fazları, kimyasal saflık derecesi ya da değişen partikül ve kristal tane boyutları Mohs sertlik değerinde önemli değişimlere yol açmaktadır. Bayer prosesi ile üretilen alüminyum hidratların parlatma performanslarının artan kalsinasyon derecesi ve azalan ortalama tane boyutları ile arttığı bilinmektedir (Russell ve Lewis, 1954). Bu nedenle aşındırma ve parlatma işleminde kullanılacak alüminanın nasıl üretildiği büyük önem taşımaktadır (Gitzen, 1970).

Yüksek saflıkta alümina üretmek için en ucuz yöntem metalürjik kalitede alümina kaynaklarıdır. Bayer prosesi, ekonomik olması ve uygulanabilirliği açısından en çok tercih edilen metalürjik alümina üretim metodudur (Misra, 1986; Hind ve ark., 1998). Ancak elde edilen metalürjik bayer alüminalar düşük kimyasal saflığı ve tane boyutlarının yüksek olması sebebiyle metal alüminyum eldesi dışında kimyasal alanlarda kullanılmak için uygun değildir. Kimyasal ve özel uygulamalarda kullanmak için yüksek kimyasal saflığa sahip ultra ince taneli alüminalar, öğütme (Panchula ve Ying, 1997), sol-jel karışımların kalsine edilmesi veya yakılması (İbrahim ve Abu-Ayana, 2008; Li ve ark., 2006; Li ve ark., 2007; Li ve ark., 2008), ya da sodyum alüminat çözeltilerinin çöktürülmesi (Blanks, 2000; Isupov ve ark., 2001) ile elde edilebilir. Fakat öğütme metodunun düşük tane boyutlarına ($<1.5\text{-}2\text{ }\mu\text{m}$) inmek için yüksek miktarda enerji kaybına sebep olduğu bilinmektedir. Bu yüzden araştırmalar daha düşük taneli alüminyum trihidroksit üretmek için direk çöktürme metoduna yönelmiştir. Direk çöktürme metodunda modifiye edici olarak en az %1 alüminyum sülfat kullanılmasının düşük çöktürme sıcaklığında ve düşük sodyum alüminat konsantrasyonunda çökme gibi avantajlara sahip olduğu bilinmektedir (Bhattacharya ve ark., 2001). Fakat düşük tane boyutuna sahip alüminyum trihidroksit üretmek için bayer çözeltisine çözünmüş alüminyum sülfat ilavesinin düşük verimle 20-30 μm ortalama tane boyutuna sahip iri partiküllerin elde edilmesine sebep olduğu görülmüştür. (Bhattacharya ve ark., 2001; Pradhan ve ark., 2001). Çöktürme esnasında ince taneli ve yüksek yüzey alanına sahip

($>1 \text{ m}^2/\text{cm}^3$) ortalama tane boyutu düşük ($D_{50} < 12.5 \text{ }\mu\text{m}$) ve yüksek miktarda çekirdek ilavesinin ($>15 \text{ g/L}$ çekirdek) heterojen çekirdeklenme sağlayarak verimi arttırdığı ve tane boyutunu $2\text{-}3 \text{ }\mu\text{m}$ 'ye düşürdüğü bilinmektedir (Lee ve ark., 2009). Bunun nedeni heterojen çekirdeklenmenin kinetik olarak homojen çekirdeklenmeye göre avantajlı olmasıdır. Fakat çekirdeklenme, farklı aşırı doygunluk seviyelerinde farklı süreçler tarafından kontrol edilmektedir. Düşük doygunluk seviyelerinde heterojen çekirdeklenmenin baskın olduğu, yüksek doygunluk seviyelerinde ise homojen çekirdeklenmenin gerçekleştiği bilinmektedir (Chernov, 1984; Liu, 2000). Ek olarak heterojen çekirdeklenme esnasında sıcaklık, eklenen çekirdek miktarı, eklenen çekirdeğin yüzey alanı, çöktürme süresi, kostik soda konsantrasyonu, eklenen alüminyum sülfat konsantrasyonu, parametrelerinin çöktürülen alüminyum trihidroksitin tane boyutuna olan etkileri bilinmektedir (Bhattacharya ve ark., 2001; Lee ve ark., 2009).

Partiküllerin tane boyut dağılımı kolloid stabilizasyonu için oldukça önemli parametrelerdir. Yer çekimi kuvveti, vizkoz sürüklenme kuvveti ve Brownian hareketi sebebiyle küçük partiküllerin çökme süresi, dağıtıcı ortamın yoğunluğundan yüksek olsalar bile oldukça uzun sürer. Fakat kolloid sistemin içerisinde bulunan iri veya aglomere olmuş partiküller askıda uzun süre kalamayarak hızlıca çökerler (Pashley ve Karaman, 2004). Bu yüzden sistem içerisindeki partiküller elektrostatik, sterik veya elektrosterik stabilizasyon mekanizmalarıyla homojen olarak dağıtılarak aglomere olmaları ve çökmeleri önlenir (Napper, 1983). Bu mekanizmalar ile yüzey ve kolloid kimyası günümüzde biyoloji, ilaç, kozmetik, gıda, yağlayıcı, seramik, tarım, kimyasalları, boya ve daha birçok uygulamada kullanılmaktadır (Myers, 1999). Çeşitli seramik uygulamalarda kullanılan alümina partikülleri içeren süspansiyon sistemlerinde pH ve zeta potansiyel değerlerinin çökme miktarı (sediment yüksekliği) üzerine etkileri bilinmektedir (Cesarano ve ark., 1988; Singh ve ark., 2005). Alümina parlatma süspansiyonlarında da bu mekanizmalar partikülleri homojen dağıtmak ve çökmelerini önleyerek parlatma performansının artırılması amacıyla kullanılmaktadır (Lei ve ark., 2012; Huang ve ark., 2014). Yapılan çalışmalarda $0.14 \text{ }\mu\text{m}$ ortalama tane boyutuna sahip parlatma süspansiyonunun içerisine kontrollü olarak eklenen $0.5 \text{ }\mu\text{m}$, $1.0 \text{ }\mu\text{m}$ ve $1.5 \text{ }\mu\text{m}$ partiküllerin, tane boyut dağılımını genişlettiği, artan tane boyutu ve konsantrasyon miktarı ile doğru orantılı olarak yüzey pürüzlülüğünü arttırdığı ve yeni derin çiziklere sebep olduğu görülmüştür. Aynı çalışmada artan iri tane boyutu ve konsantrasyon ile numune yüzeyinden kaldırılan malzeme miktarının arttığı görülmüştür. Bu çalışmada

süspansiyon içerisine eklenen iri partikül tane boyutunun artmasıyla malzeme yüzeyinde daha derin çizikler oluştuğu ve en derin çiziklerin 1.5 μm boyutunda partikül içeren süspansiyon ile parlatılan numunede olduğu görülmektedir. Bunun nedeninin eklenen iri partiküller ile tane boyut dağılımının artması ve iri partikül başına düşen uygulama basıncının artması olarak düşünülmüştür. Yine aynı çalışmada optimum parlatma performansı için bu iri partikülleri süspansiyonlardan uzaklaştırmanın en doğru yol olduğu düşünülmüştür (Basim ve ark., 2000). Yapılan başka çalışmada ise ortalama partikül boyutları 10 nm, 20 nm, 50 nm, 80 nm, 110 nm ve 140 nm olan süspansiyonlarla malzeme yüzeyleri parlatılarak partikül boyutunun yüzey kalitesine olan etkisi araştırılmıştır. Numune yüzeyinden kaldırılan malzeme miktarının (MRR) 80 nm ile parlatılan numunede en yüksek, 10 nm ile parlatılan numunede ise en düşük olduğu görülmüştür. Bu çalışmada malzeme kaldırma miktarının 110 nm ve 140 nm ile parlatılan numunelerde düşüşe uğradığı görülmüştür. Artan uygulama basıncı ve döndürme hızının, numune yüzeyinden malzeme kaldırma miktarını arttırdığı ve 45 kPa basınç ve 0.9 m/s döndürme hızlarında en yüksek değerine ulaştığı görülmektedir. Parlatma veriminin mikron boyutlu aşındırıcılara nazaran nano boyutlu parlatma süspansiyonlarında artan konsantrasyon ile arttığı anlaşılmıştır (Zhou ve ark., 2002). Fakat bu çalışmalar SiO_2 partikülleri kullanılarak yapılmıştır. Literatürde alümina partikülleri kullanılarak tane boyut ve dağılım farklılıklarının ve parlatma performansı üzerindeki etkilerini araştıran bir çalışma bulunmamaktadır. Yukarıda anlatılan tüm bu eksiklikleri gidermek adına bu çalışmanın amaçlarını bilimsel ve teknolojik amaçlar olmak üzere 2 grupta toplayabiliriz. İlki bilimsel amaçlar olarak;

- 1) Ülkemizde üretimi yapılmayan düşük tane boyutlu ($<1 \mu\text{m}$) ve dar tane boyut dağılımına sahip yüksek kimyasal saflıkta alümina üretimini gerçekleştirmek için gerekli mekanizmaların tespit edilmesi
- 2) Parlatma amacı ile kullanılacak alümina süspansiyonu hazırlamak için gerekli mekanizmaların tespit edilmesi, sedimentasyon deneylerinin yapılarak kolloid stabilizasyonlarının anlaşılması ve uygulanması
- 3) Üretilen alümina partikülleri kullanılarak hazırlanan parlatma süspansiyonu ile ticari alınan 5 farklı özellikteki alümina partikülleri ile hazırlanan süspansiyonların parlatma performanslarının karşılaştırılarak hangi parametrelerin parlatma performansları üzerinde etkileri olduğunun tespit edilmesi ve anlaşılması

şeklinde sıralanabilir. İkincisi ise teknolojik amaçlar olarak;

- 1) İri tane boyutlu ve düşük kimyasal saflığa sahip metalürjik alüminyum trihidroksit tozu kullanılarak ülkemizde üretimi olmayan yüksek saflığa sahip (>%99.94) düşük tane boyutlu (<1 µm) ve dar tane boyut dağılımına sahip alümina üretiminin gerçekleştirilmesi ve katma değer sağlanması
- 2) Geniş bir uygulama alanına sahip üretilen alümina partikülleri kullanılarak parlatma performansları test edilmiş parlatma amacı ile kullanılacak ülkemizde üretimi olmayan süspansiyonların geliştirilmesi
- 3) Elde edilen süspansiyonlar ile boyalı metal yüzeylerin parlatılması ve performans testlerinin gerçekleştirilerek, üretilen partiküllerin kalite kontrolünün sağlanması

şeklinde sıralanabilir.

Bu tezin organizasyonunda 1. bölüm konu hakkında genel bilgi sahibi olunması için “Giriş” olarak belirlenmiştir. 2. bölümde ise Alümina’nın öne çıkan özellikleri paylaşılarak, üretim yöntemleri ve kullanım alanlarından bahsedilmiştir. 3. bölümde kolloidler hakkında bilgiler verilerek kolloid stabilizasyonu sağlamak için kullanılacak yöntemler ve adımlar paylaşılmıştır. 4. bölümde yüzey işlemleri ve ölçüm teknikleri açıklanmıştır. Paylaşılan bu bilgiler neticesinde 5. bölümde ise çalışmanın amacı sunulmuştur. 6. bölümde deneysel çalışmalar paylaşılarak, kullanılan yöntem ve metotlar aktarılmıştır. 7. bölümde yapılan deneysel çalışmaların sonuçları yukarıda belirtilen amaçları yerine getirmek üzere sırasıyla paylaşılmıştır. Son olarak 8. bölümde ise sonuçlar değerlendirilerek tartışılmış ve gelecekte yapılabilecek çalışmalar için bazı önerilerde bulunulmuştur.

6. DENEYSEL ÇALIŞMALAR

Yukarıdaki amaçlara ulaşabilmek için tez süresince yapılan çalışmalar 3 başlıkta toplanabilir.

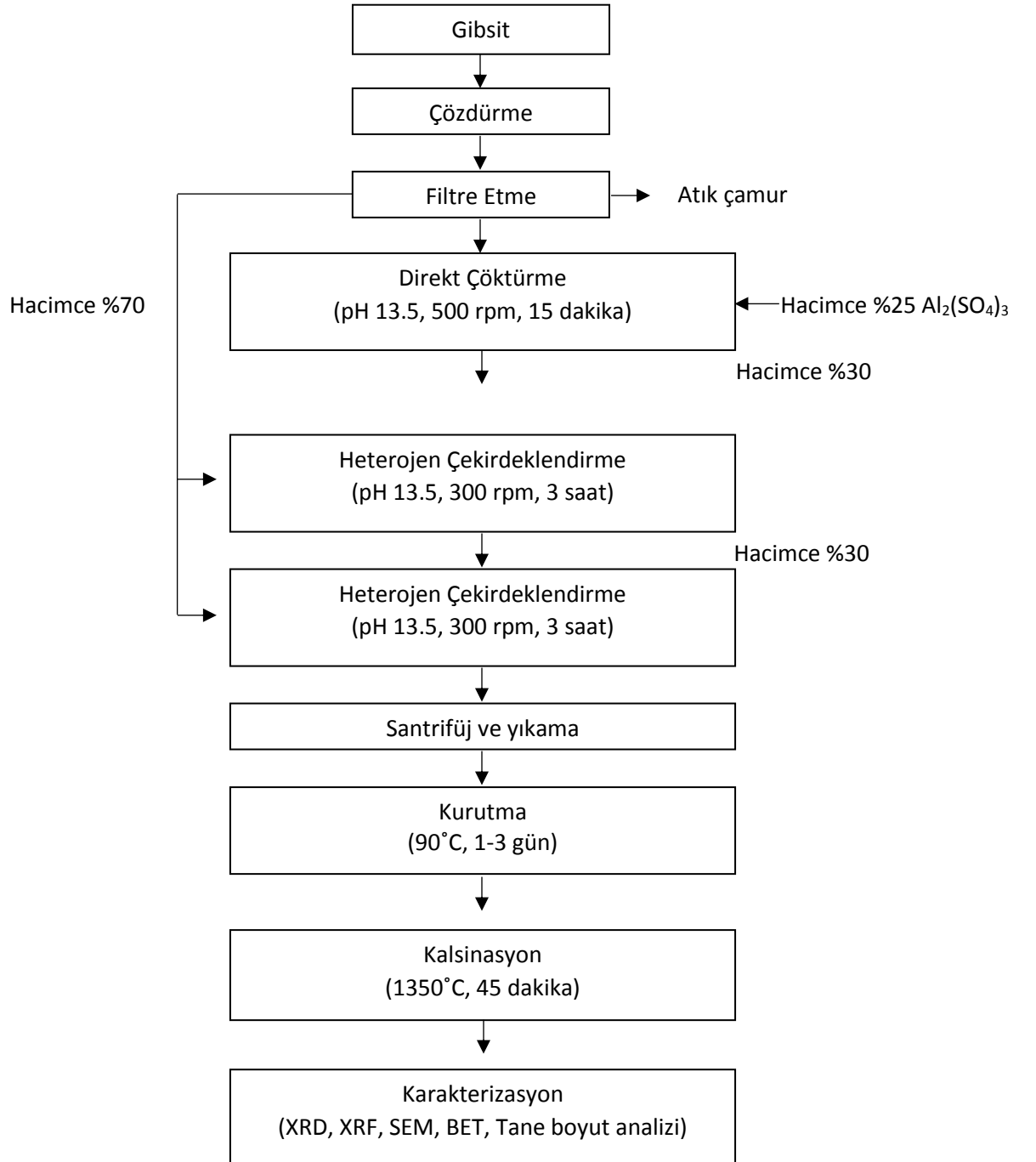
- i. Çözdürme-Çöktürme metodu kullanılarak α -Al₂O₃ toz sentezi ve karakterizasyonu
- ii. Üretilen ve ticari olarak alınan α -Al₂O₃ malzemeleri ile kararlı süspansiyon hazırlama çalışmaları ve karakterizasyonları
- iii. Hazırlanan kararlı α -alümina süspansiyonlar ile numune yüzeylerinin parlatılması ve karakterizasyonu

6.1. Çözdürme-Çöktürme Metodu Kullanılarak α -Al₂O₃ Üretimi ve Karakterizasyonu

6.1.1. Çözdürme-Çöktürme metodu kullanılarak, düşük ve dar tane boyut dağılımına sahip Al(OH)₃ sentezlenmesi

Bu çalışmada, bayer metodu ile üretilmiş yüksek tane boyutuna sahip (ortalama 91 μ m), saflığı düşük olan (kütlegece %94.53) metalürjik alüminyum trihidroksitten [Al(OH)₃], yüksek saflıkta (kütlegece > %99.9) düşük tane boyutlu (<1 μ m) alümina üretimi gerçekleştirilmiştir. Bu hedef kapsamında, çözdürme çöktürme metodu kullanılmıştır. Bbayer prosesi ile üretilmiş iri alüminyum trihidroksit (ATH) tozlarını çözdürebilmek için öncelikle, distile su (<0.1 μ S/cm iletkenlik seviyesinde) içerisinde 4 M (Molar) sodyum hidroksit (NaOH), manyetik karıştırıcı yardımıyla çözdürülerek, çözelti pH'nın yaklaşık 14 seviyelerine gelmesi sağlanmıştır. Daha sonra iri taneli yaklaşık 800 g ATH tozu, sisteme yavaş yavaş eklenerek çözdürülmüştür. Sıcaklık, sistem karıştırılırken kademeli olarak yükseltilerek yaklaşık $\approx 110^{\circ}\text{C}$ ye ulaştırılmıştır. Bu işlem sonucunda hazırlanan sodyum alüminat (NaAlO₂) çözeltisi içerisinde bulunan demir(III)oksit ve silika içeren safsızlıklardan uzaklaştırılmak için buhner hunisi metoduyla 8 μ m açıklığa sahip filtre kağıdı kullanılarak filtrelenmiştir. Safsızlıklardan ötürü rengi kırmızımsı olan çözelti, filtre işleminden sonra berrak bir görünüm almıştır. Çöktürme amacıyla kullanılacak alüminyum sülfat Al₂(SO₄)₃, saf su içerisinde 4.25 M derişiminde hazırlanmıştır. Alüminyum sülfat çözeltisinin pH seviyesi yaklaşık 1.0 olarak ölçülmüştür. Çöktürme işlemi için bu iki çözelti hacimce %75 sodyum alüminat, %25 alüminyum sülfat olacak şekilde 15 dakika boyunca, 60 $^{\circ}\text{C}$ sıcaklıkta karıştırılmıştır.

Sodyum alüminat çözeltisine eklenen alüminyum sülfat çözeltisi, sistemin pH seviyesini 14.0'dan yaklaşık 13.5'e düşürmüştür. Bu sayede sistemin çözebileceği ATH seviyesi düşürülerek $\text{Al}(\text{OH})_3$ çekirdeklerinin (birincil) oluşması sağlanmıştır. Daha sonra elde edilen ATH birincil çekirdekleri, hazırlanan sodyum alüminat çözeltisi içerisine hacimce %30 oranında eklenerek, 45-50°C sıcaklıkta 3 saat boyunca karıştırılarak ikincil $\text{Al}(\text{OH})_3$ çekirdekleri elde edilmiştir. Bu elde edilen ikincil çekirdekler tekrar sodyum alüminat çözeltisine hacimce %30 oranında eklenerek ikinci aşama tekrarlanmış ve üçüncül yani son $\text{Al}(\text{OH})_3$ çekirdekleri elde edilmiştir. Sentez sonrası elde edilen $\text{Al}(\text{OH})_3$ taneleri saf su ile 6 kez yıkanarak santrifüj yardımıyla 5000 rpm'de sıvısından ayrıştırılmıştır. Daha sonra $\text{Al}(\text{OH})_3$ tanecikleri ve az miktardaki su karışımı 90°C de etüvde 1 ila 3 gün süresince kurutulmuştur. Kurutulan tozlar 1300°C' de 1 saat kalsine edilmiştir. Şekil 6.1'de çözdürme-çöktürme yöntemiyle üretilen alüminyum trihidroksit tozlarının üretim akış şeması gösterilmiştir.



Şekil 6.1. Çözdürme-çöktürme yöntemi ile hedef α - Al_2O_3 toz üretimi akış şeması

6.1.2. Üretilen $\text{Al}(\text{OH})_3$, $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ ve ticari alınan $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ tozlarının karakterizasyonları

Çözdürme-çöktürme metodu ile tane boyutu kontrol edilerek 3 aşamada sentezlenerek kalsinasyon ile $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ fazına dönüştürülen hedef malzeme ve ticari olarak alınan P2, WRA FG (Almatis, Ludwigshafen Germany), CR6, CR30F (Baikowski, France), H43M (Showa-Denko, Japonya) tozlarının faz gelişimleri, X-ışınları kırınımı tekniği ile (XRD; Rigaku-Rint 2200) 10-80° aralığında 4°/dakika çekim ve 0.02° tarama hızıyla incelenmiştir. Üretilen $\text{Al}(\text{OH})_3$ ve $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ tozlarının yarı kantitatif kimyasal analizleri X-ışınları flüoresans spektrometresi (XRF; Rigaku ZSX Primus) ile belirlenmiştir. Tozların tane boyutları ve dağılımları lazer kırınım tekniğiyle (Malvern Mastersizer 2000 Hydro S) ölçülmüştür. Ayrıca tozlara ait yüzey morfolojileri, tane boyutları ve dağılımları taramalı elektron mikroskobu (SEM; ZEISS EVO 50 EP) ile ölçülmüştür. Tozların toplam yüzey alanı ölçümleri Brunauer-Emmett-Teller metodu (BET, Quantachrome Autosorb 1) ile ölçülmüştür. Üretilen ve ticari alınan tozların izoelektrik noktaları Smoluchowski yaklaşımı ile (Mastersizer Zetasizer Nano ZS) ölçülmüştür.

6.2. Üretilen ve Ticari Olarak Alınan $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ Malzemeleri ile Kararlı Süspansiyon Hazırlama Çalışmaları ve Karakterizasyonları

6.2.1. Üretilen ve ticari olarak alınan $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ tozları ile süspansiyon hazırlama çalışmaları

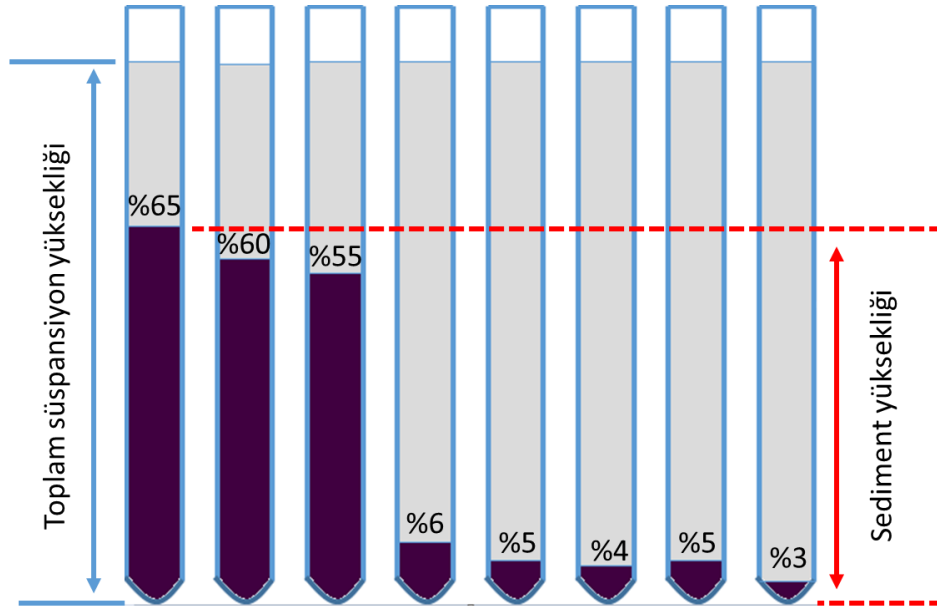
Üretilen SRG ve ticari olarak alınan (P2, WRA FG, CR6, CR30F, H43M) $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ tozları ile kararlı süspansiyonlar hazırlamak için yapılan denemelere ait miktarlar Tablo 6.1.'de paylaşılmıştır. Topaklanmayı engellemek ve alümina partiküllerini birbirinden ayırmak için polielektrolit (Darvan C-N, Vanderbilt Co, ABD) kullanılmıştır. Polielektrolit miktarı Darvan C-N çözeltisindeki %25 aktif kısmı göz önüne alınarak hesaplanmıştır. Daha sonra bu karışımlar 250 ml polietilen (PE) şişelere koyularak, 3 mm lik zirkon bilyeler ile değirmende 14 saat karıştırılmıştır.

Tablo 6.1. *Alümina, polielektrolit ve saf su miktarları*

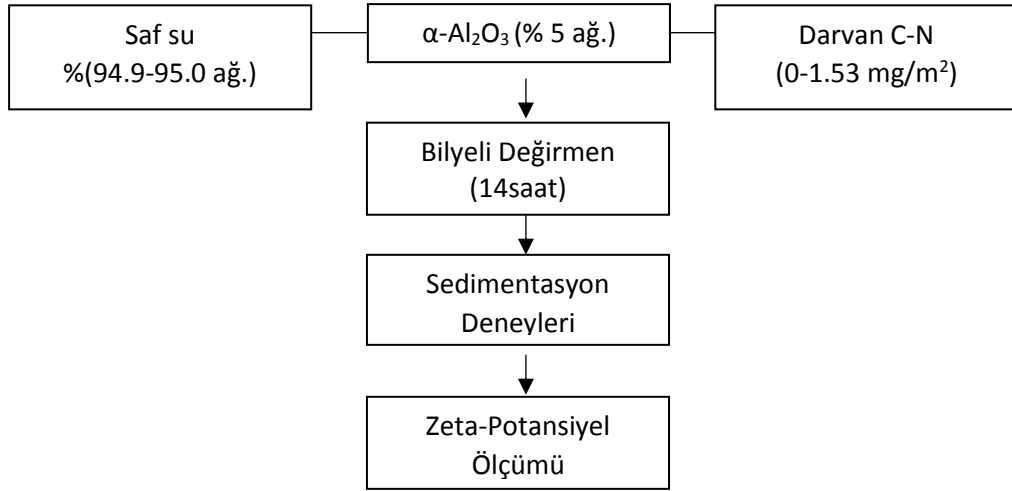
Numune No	Al ₂ O ₃ Toz miktarı (kütlece %)	Dağıtıcı miktarı (mg/m ₂)	Saf su miktarı (g)
1	5	0	76
2	5	0.060	75.992
3	5	0.120	75.994
4	5	0.180	75.995
5	5	0.240	75.997
6	5	0.256	75.998
7	5	0.300	75.999
8	5	0.358	75.99
9	5	0.507	75.98
10	5	0.764	75.97
11	5	1.200	75.96
12	5	1.270	75.95
13	5	1.530	75.94

6.2.2. α -Al₂O₃ tozları ile hazırlanan süspansiyonların karakterizasyon çalışmaları

Değirmende 14 saat boyunca karıştırılan süspansiyonlar 16x160 mm boyutlarındaki test tüplerine doldurularak partiküllerin çökme miktarları 1 saat ile 2 hafta arasında düzenli aralıklarla incelenmiştir. Partiküllerin çökme miktarı sediment yüksekliğinin toplam süspansiyon yüksekliğine oranı hesaplanarak ölçülmüştür. Şekil 6.2.'de sediment yüksekliği, toplam süspansiyon yüksekliği ve yaklaşık % oranları (sediment yüksekliği/toplam süspansiyon yüksekliği) görsel olarak gösterilmiştir. Hazırlanan süspansiyonların zeta-potansiyel ölçümleri zeta potansiyometresi (Malvern Instrument Nano ZS) ile ölçülmüştür. Şekil 6.3.'te süspansiyon hazırlama çalışmasına ait akış şeması gösterilmiştir.



Şekil 6.2. Toplam süspansiyon yüksekliği, sediment yüksekliği ve birbirlerine olan oranları



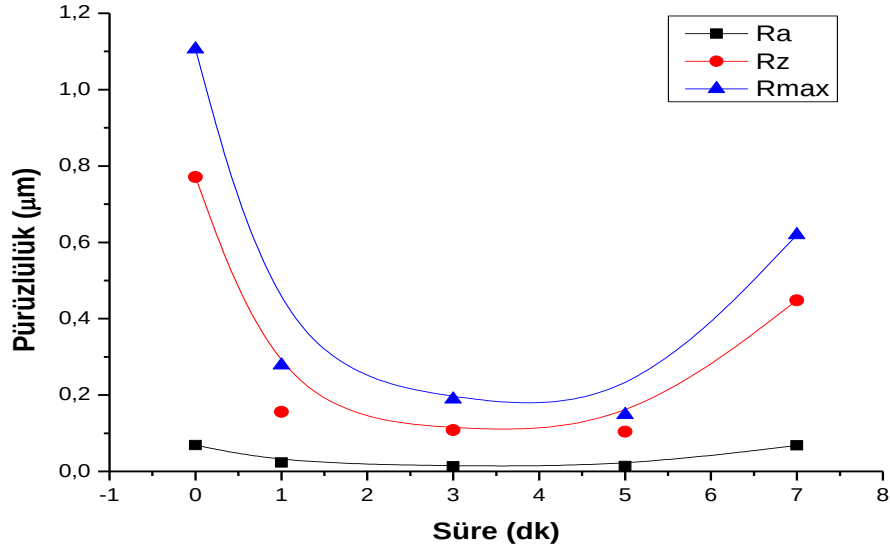
Şekil 6.3. Süspansiyon çalışmaları akış şeması

6.3. Hazırlanan Kararlı Süspansiyonlar ile Numune Yüzeylerinin Parlatılması ve Karakterizasyonu

6.3.1. Numune yüzeylerinin parlatılması

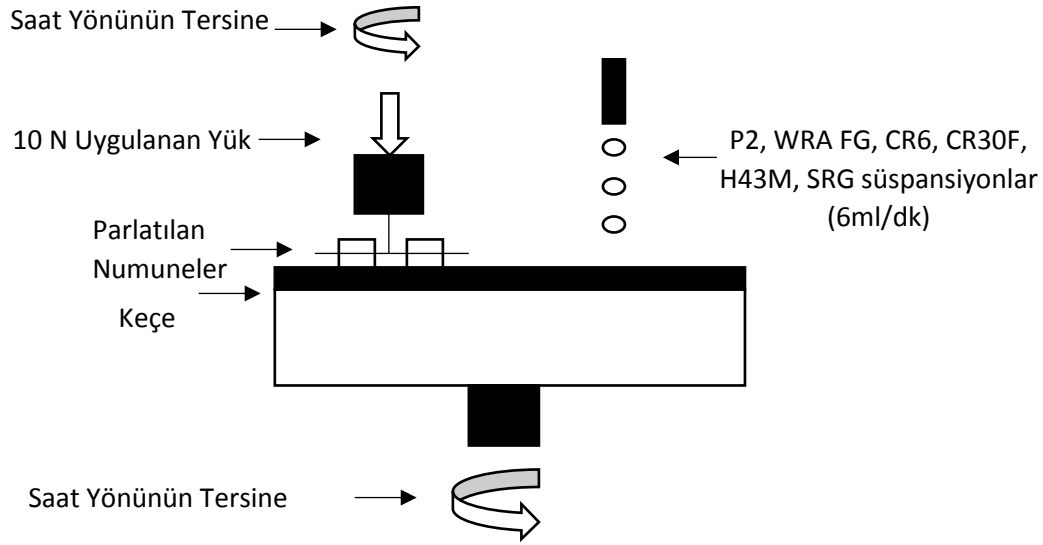
Boyalı metal yüzeyler yaklaşık 2x2 cm boyutlarında kesilerek küçültülmüştür. Kesilen boyalı metal parçalar, kalıp içerisine yerleştirilerek polyester reçine ile kalıba alınmıştır. Kalıba alınan boyalı metal yüzeyler otomatik parlatma cihazı (Struers Tegra) ile 10 N yük, 120 rpm hızında saat yönünün tersine döndürülerek parlatılmıştır. Yapılan

1, 3, 5 ve 7 dakikalık parlatma denemelerinde 3 dakikadan sonra boya üzerindeki şeffaf koruyucu tabakanın kalkmaya başlaması sebebiyle pürüzlülüğün tekrar artmaya başladığı gözlemlenmiştir. Bu nedenle boya üzerindeki tabakayı kaldırmamak için parlatma süresi 3 dakika olarak belirlenmiştir. Bu süreye bağlı yüzey pürüzlülüğü grafiği Şekil 6.4.'te sunulmuştur.



Şekil 6.4. SRG süspansiyonu ile süreye bağlı parlatma performansı

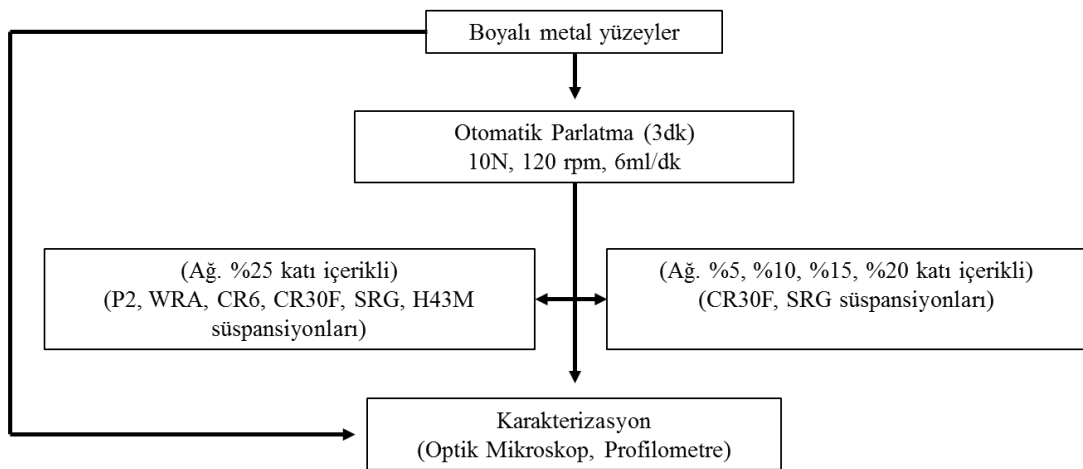
Şekil 6.4. incelendiğinde yüzey pürüzlülüğünün (Ra, Rz ve Rmax) 3 dakika sonunda artmaya başladığı görülmektedir. Numuneleri parlatma esnasında 250 mm çapında sentetik neopren keçe (Struers MDChem) kullanılmıştır. Parlatma deneyleri 2 farklı adımda gerçekleştirilmiştir. Birinci adımda ağırlıkça %25 katı içerikli P2, WRA, CR6, CR30F, H43M ve SRG tozları ile hazırlanan süspansiyonlar kullanılarak 3 er farklı numune yüzeyi dakikada 6 ml süspansiyon damlatılarak parlatılmıştır. Diğer adımda ağırlıkça %5, %10, %15 ve %20 CR30F ve SRG tozları ile hazırlanmış süspansiyonlar ile 2 şer adet numune yüzeyi parlatılarak katı miktarının parlatma performansı üzerindeki etkisi incelenmiştir. Şekil 6.5.'te numunelerin otomatik parlatma işlemi ve Şekil 6.6.'da parlatma adımları gösterilmiştir.



Şekil 6.5. Boyalı metal yüzeylerin parlatılma işlemi

6.3.2. Parlatılan boyalı metal yüzeylerin karakterizasyonu

Polyester reçine ile kalıba alınan boyalı yüzeylerin yüzey özellikleri parlatma işlemlerinden önce ve sonra, optik mikroskop (Nikon Eclipse MA100) ile 5X büyütmede incelenmiştir. Daha sonra aynı yüzeylerin pürüzlülük karakteristiği parlatma işlemlerinden önce ve sonra profilometre cihazı (MahrSurf M 300) ile ölçülmüştür. Şekil 6.6.'da parlatma işlemine ait akış şeması gösterilmiştir.



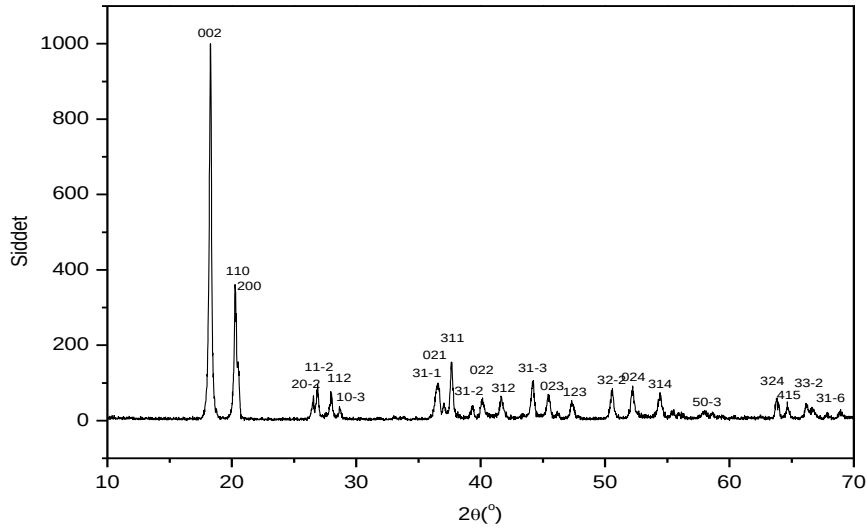
Şekil 6.6. Parlatma işlemlerine ait akım şeması

7. SONUÇLAR

7.1. Çözdürme-Çöktürme metodu kullanılarak hedef α - Al_2O_3 toz sentezi ve karakterizasyonu

7.1.1. Çözdürme-çöktürme işleminde kullanılacak hammaddenin karakterizasyonu

Çözdürme çöktürme yöntemiyle üretilen yüksek saflıkta ve düşük tane boyutuna sahip $\text{Al}(\text{OH})_3$ (Gibsite) için kullanılan iri taneli ve düşük saflıkta metalürjik $\text{Al}(\text{OH})_3$ öncelikle XRD, XRF, tane boyut analizleri ve SEM görüntüleri ile karakterize edilerek, tozun karakteristik özellikleri belirlenmiştir. Sentez öncesi kullanılan bu iri taneli metalürjik gibsite ait XRD desenleri Şekil 7.1. de gösterilmiştir.



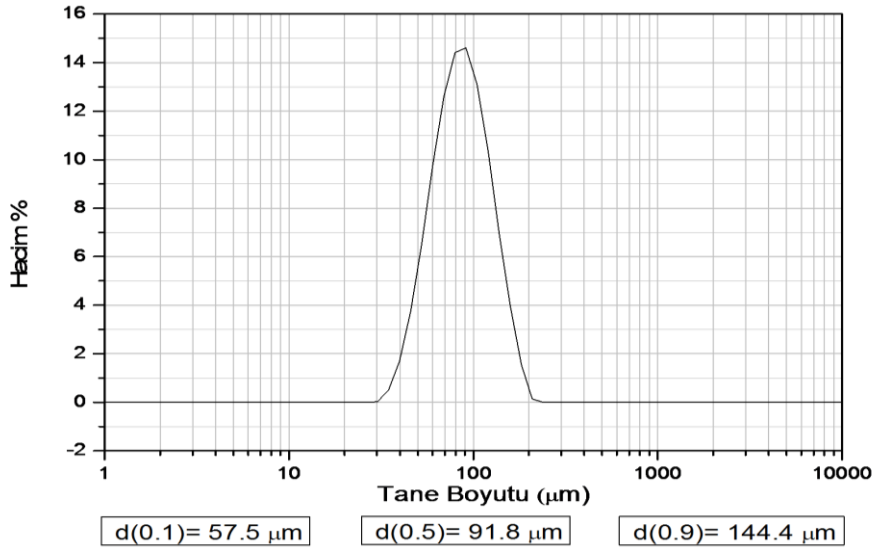
Şekil 7.1. Çözdürme-çöktürme işlemi öncesi kullanılan hammaddeye ait XRD desenleri

XRD desenleri incelendiğinde, kullanılan hammaddenin gibsite fazında olduğu tespit edilmiştir. Saflık seviyesinin çözdürme çöktürme ve filtrasyon işlemleri sonrasında ne denli geliştirildiğini anlamak için çözdürme çöktürme işlemi öncesi kullanılan metalürjik gibsite tozunun saflık derecesi XRF analizi ile kontrol edilmiştir. XRF analizi eritiş yöntemi ile uygulanmıştır. Tablo 7.1.'de XRF sonucu paylaşılmıştır. Sentez öncesi metalürjik gibsite tozunun saflığının yüksek teknolojik uygulamalarda kullanılabilmesi için oldukça düşük (%94.53) olduğu görülmektedir. Ayrıca kostik soda (Na_2O) safsızlığının %0.64 ile oldukça yüksek olduğu anlaşılmaktadır.

Tablo 7.1. Çözdürme-çöktürme işlemi öncesi kullanılan $Al(OH)_3$ tozuna ait XRF sonucu

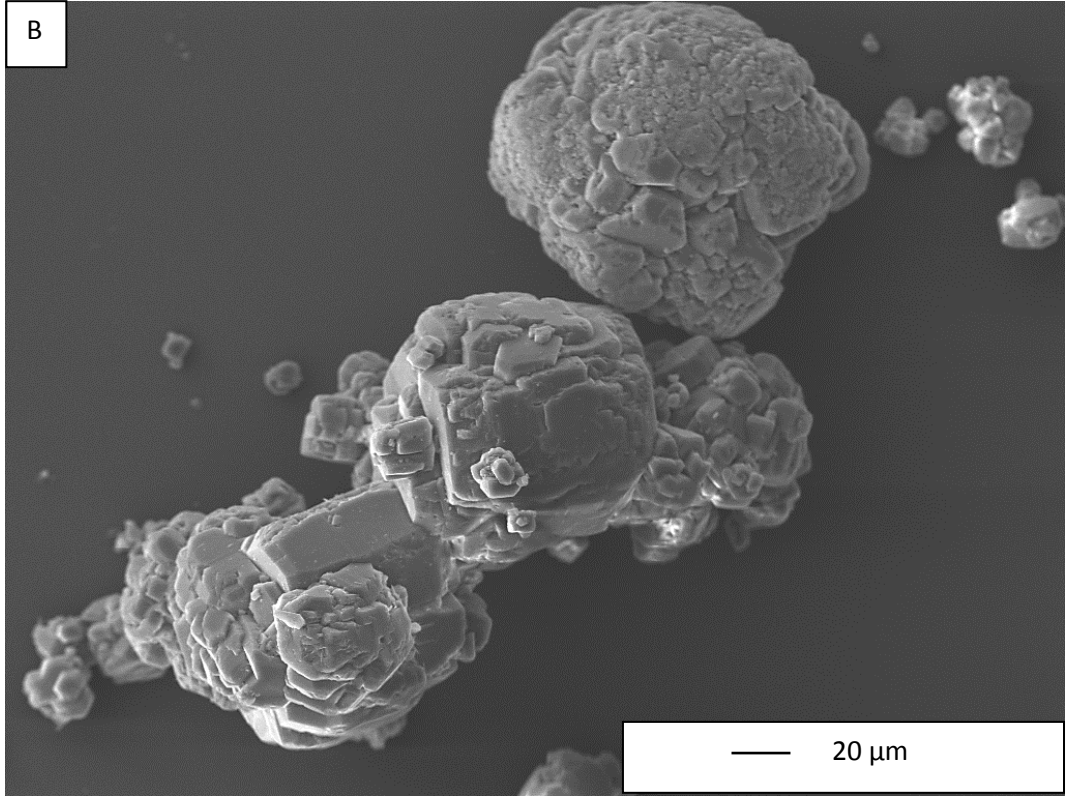
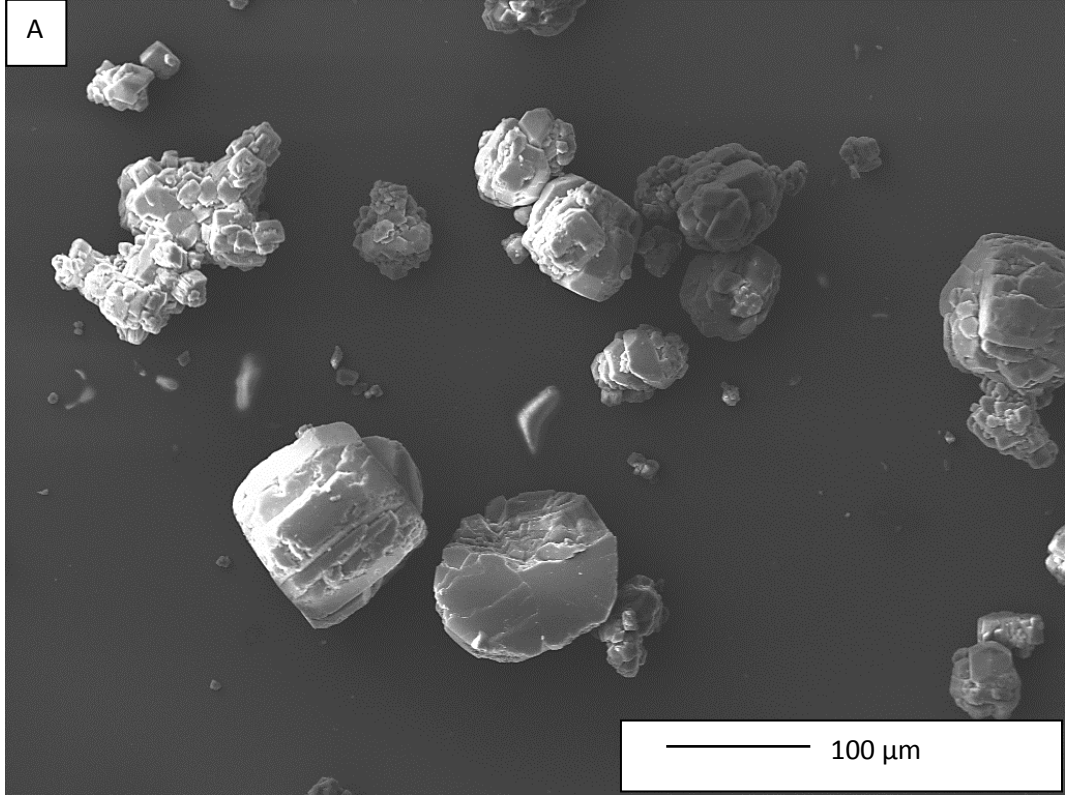
Bileşenler	Kütlece (%)
Al_2O_3	94.53
Na_2O	0.64
BaO	0.30
SiO_2	0.23
Fe_2O_3	0.18

Çözdürme çöktürme işleminde kullanılan $Al(OH)_3$ tozunun ortalama tane boyutu $91 \mu m$ olarak ölçülmüştür. Şekil 7.2. de kullanılan iri taneli $Al(OH)_3$ 'in tane boyut dağılımına ait grafik gösterilmiştir.



Şekil 7.2. Kullanılan $Al(OH)_3$ hammaddesine ait tane boyut grafiği

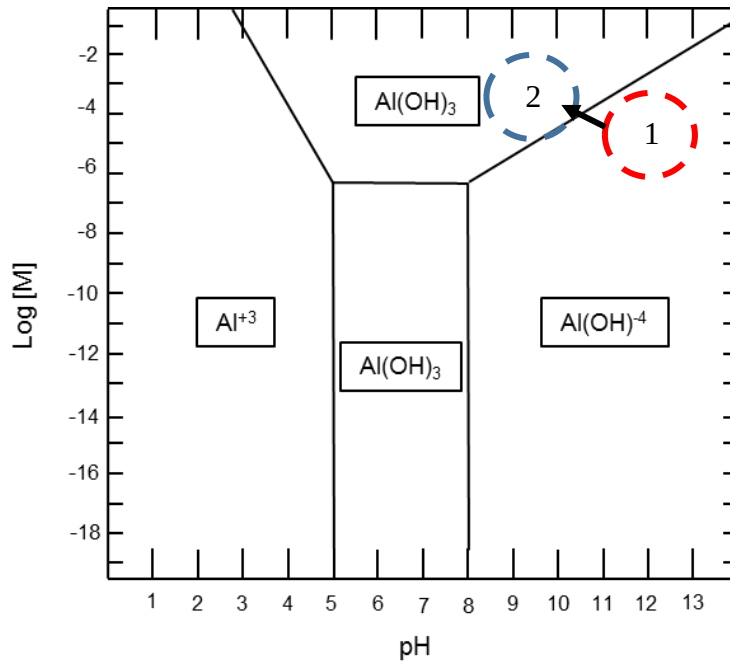
Şekil 7.2.'deki tane boyut grafiğinde d_{10} , d_{50} ve d_{90} sonuçları paylaşılmıştır. Şekil 7.2.'deki sonuca göre d_{10} (tanelerin yüzde 10'luk kısmı) $57.5 \mu m$ 'den, d_{50} (tanelerin yüzde 50'lik kısmı) $91.8 \mu m$ 'den, d_{90} (tanelerin yüzde 90'lık kısmı) $144.4 \mu m$ 'den küçük olduğu tespit edilmiştir. Kullanılan hammaddenin tane boyut dağılımının tek boyunlu olduğu Şekil 7.2.'de görülmektedir. Başlangıç malzemesi olan $Al(OH)_3$ tozlarının morfolojik özelliklerini karakterize etmek için taramalı elektron mikroskobundan faydalanılmıştır. Şekil 7.3.'te başlangıç tozuna ait farklı büyütme ölçeklerinde çekilen SEM görüntüleri paylaşılmıştır. Görüntülerde kullanılan hammaddenin oldukça iri partiküller içerdiği açıkça görülmektedir.



Şekil 7.3. Çözdürme çöktürme prosesinde kullanılan başlangıç hammaddesine ait farklı büyütmelerde alınan SEM görüntüleri

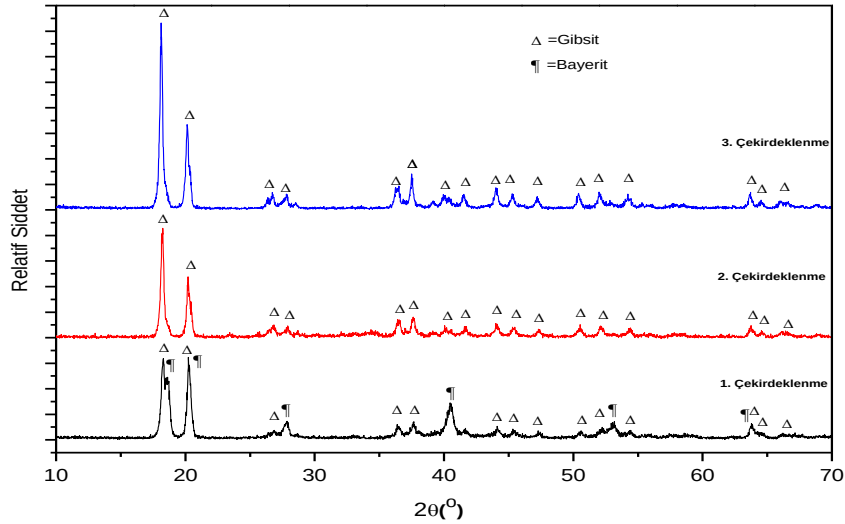
7.1.2. Çözdürme-çöktürme metodu ile α - Al_2O_3 sentezlenmesi

Çözdürme-çöktürme metodu ile iri tane boyutuna sahip metalürjik $\text{Al}(\text{OH})_3$, ilk adımda direkt çöktürme (birincil çekirdeklenme), ikinci ve üçüncü adımlarda heterojen çekirdeklendirme (sırasıyla ikincil çekirdeklenme ve son ürün) yöntemi ile tane boyutu kontrol edilerek sentezlenmiştir. Çözdürme işleminde NaOH çözeltisi, çözücü ortamın pH seviyesinin artırılması amacı ile kullanılmıştır. Bunun nedeni Alüminyum trihidroksitin amfoter özelliğinden ötürü sadece güçlü asidik ve bazik ortamlarda çözünürlüğünün bulunmasıdır (Wefers ve Misra, 1987). Şekil 7.4. te $\text{Al}(\text{OH})_3$ malzemesi için çözünürlük-pH diyagramı sunulmuştur. Diyagramda pH'nın 5 ve 8 arasında olduğu bölgede kararlı fazın $\text{Al}(\text{OH})_3$ olduğu görülmektedir. pH seviyesinin orta derecede olduğu bu bölgede alüminyum trihidroksit çözünürlüğü çok düşüktür. Sistemin pH seviyesi 8'in üzerine çıktığında kararlı fazın $\text{Al}(\text{OH})_4^-$ iyonuna dönüşerek tozun çözmeye başladığı anlaşılmaktadır. Diyagramda ayrıca $\text{Al}(\text{OH})_3$ çözünürlüğünün pH'ın artması ile arttığı açıkça görülmektedir. Çözdürme işlemi, yapılan çalışmalarda Şekil 7.4.'te '1' ile gösterilen pH'nın 13.5-14.0 olduğu bölgede gerçekleştirilmiştir. Çöktürme işlemi ise Şekil 7.4.'te pH'nın ve $\text{Al}(\text{OH})_3$ çözünürlüğünün daha düşük olduğu '2' nolu bölgede gerçekleştirilmiştir.



Şekil 7.4. $\text{Al}(\text{OH})_3$ tozuna ait pH-çözünürlük diyagramı

Gerçekleştirilen birincil çekirdeklenme (direkt çöktürme), ikincil ve üçüncül çekirdeklenmeler (heterojen çekirdeklenme) ile elde edilen tanecikler faz analizi ile kontrol edilmiştir. Şekil 7.5.'te 3 adımda gerçekleştirilen çekirdeklenmelere ait XRD desenleri sırasıyla sunulmuştur.



Şekil 7.5. Çekirdeklenmelere ait XRD sonuçları

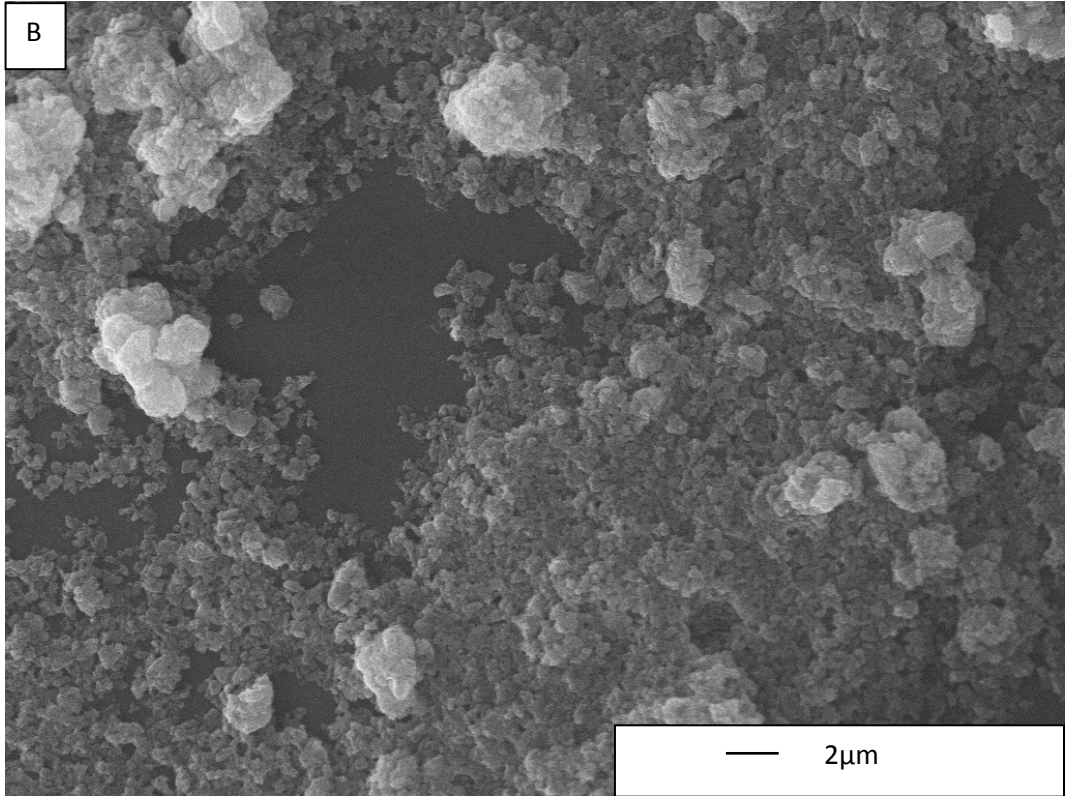
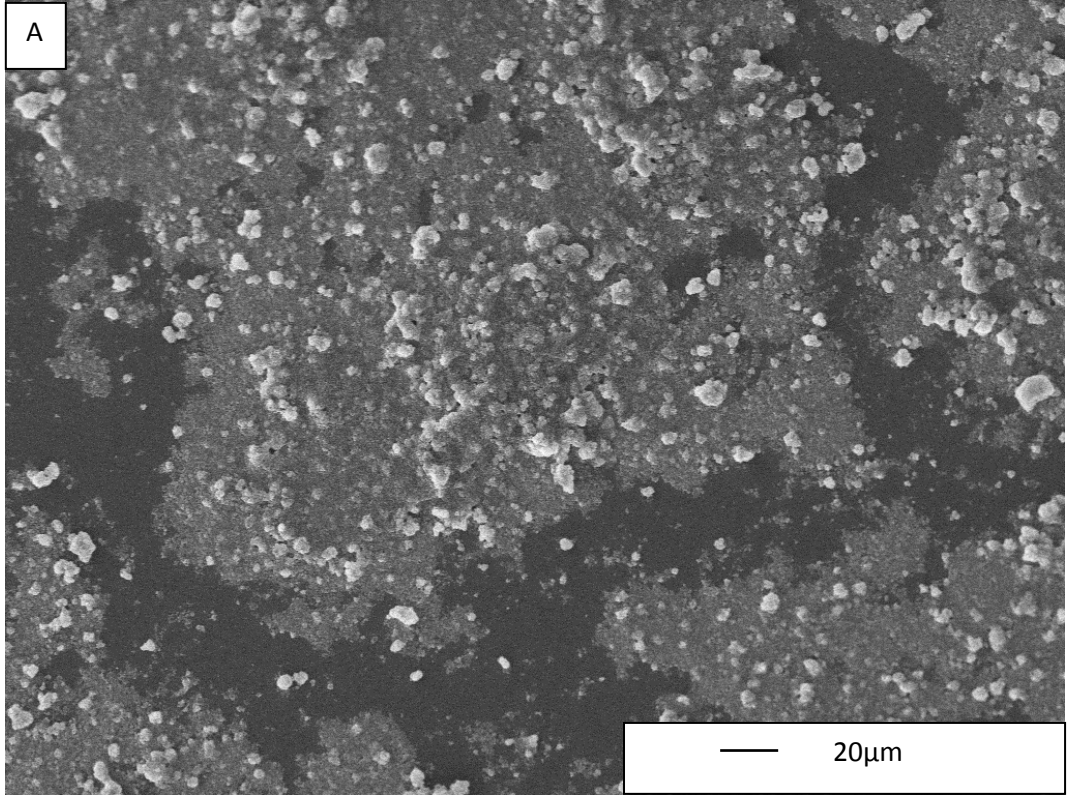
Şekil 7.5.'te direk çöktürme yöntemi ile elde edilen birincil çekirdeklerin tamamen gibsit fazına dönüşmediği, bayerit ve gibsit fazlarının aynı anda bulunduğu görülmektedir. Bunun nedeni direkt çöktürme metodu esnasında çöktürme işleminin çok hızlı gerçekleşmesi ile dönüşüm için gereken sürenin yeterli olmadığı düşünülmektedir. Birincil çekirdekler kullanılarak heterojen çekirdeklenme ile elde edilen ikincil çekirdeklerin ise tamamen gibsit fazına dönüştüğü Şekil 7.5.'te görülmektedir. İkincil çekirdeklerin, heterojen çekirdeklenme metodu ile daha yavaş bir şekilde elde edilmesi ile gibsit dönüşümünün tamamen gerçekleştiği anlaşılmaktadır. İkincil çekirdekler kullanılarak heterojen çekirdeklenme metodu ile elde edilen üçüncül çekirdeklerin (son ürün) de tamamen gibsit fazına dönüştüğü Şekil 7.5.'teki XRD desenlerinde görülmektedir. Heterojen çekirdeklenme ile elde edilen gibsit tanecikleri, safsızlıklardan uzaklaştırmak için 6 kez saf su ile yıkanmış, ve her defasında santrifüj yardımıyla da sıvısından uzaklaştırılmıştır. Yıkama esnasında sistem içerisindeki NaOH safsızlığını gidermek için saf suyun sıcaklığı 70-80 °C 'ye kadar çıkartılmıştır. Bu sayede taneciklerin arasına sıkışan Na^+ iyonlarının suda çözünerek giderilmesi amaçlanmıştır. Elde edilen

son ürüne ait yıkama-santrifüj öncesi ve sonrası kimyasal analiz, Çizelge 7.2.'de sunulmuştur.

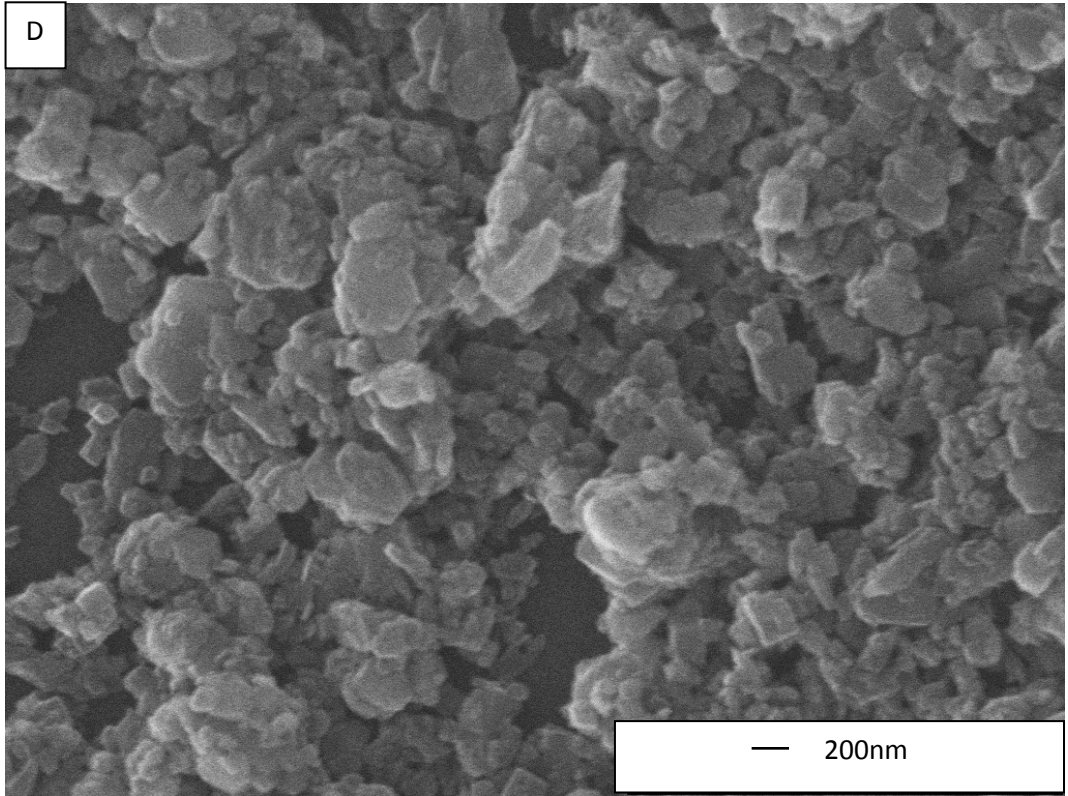
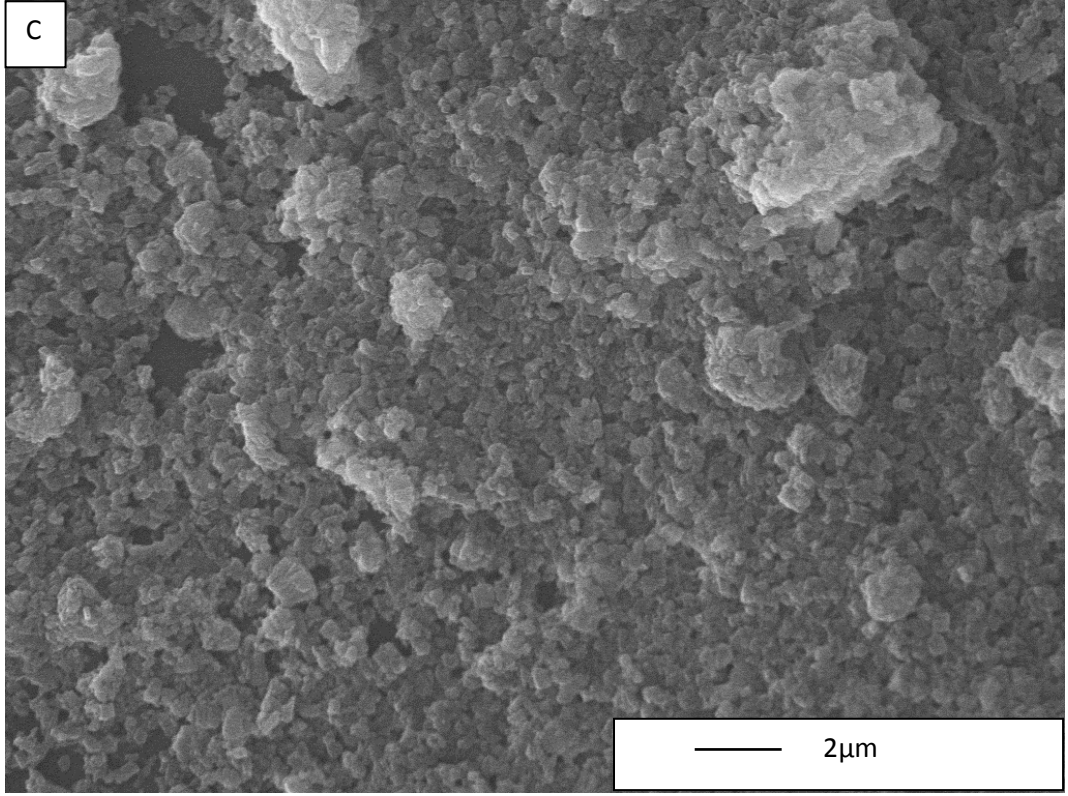
Tablo 7.2. Elde edilen son ürüne ait yıkama öncesi ve sonrası XRF sonuçları

Bileşenler	Yıkama Öncesi Çöktürülen Son Ürün (% ağı.)	Yıkama Sonrası Çöktürülen Son Ürün (% ağı.)
Al ₂ O ₃	94.249	99.537
Na ₂ O	5.166	0.052
SiO ₂	0.124	0.130
SO ₃	0.182	0.027
CaO	0.073	0.062
Fe ₂ O ₃	0.204	0.191

XRF sonuçlarına bakıldığında yıkama öncesi Al₂O₃ miktarının kütlece yaklaşık %94.25 olduğu görülmektedir. 6 kez yapılan yıkama ve santrifüj sonrasında Al₂O₃ miktarının kütlece yaklaşık %99.54 seviyesine yükseldiği görülmektedir. Daha fazla yıkama ve santrifüj yapılmasının bu saflık seviyesini çok fazla iyileştirmediği görülmüştür. Bu nedenle üretilen toz kaybını önlemek için yıkamanın ve santrifüjün 6 kez yapılması uygun görülmüştür. Saflaştırılan gipsit taneleri etüvde kurumaya bırakılmıştır. Kurutma işleminden sonra elde edilen gipsit tozlarının morfolojik özellikleri SEM görüntüleri ile incelenmiştir. Şekil 7.6.'da direk çöktürme ile elde edilen birincil çekirdeklere ait farklı büyütme ölçeklerinde çekilen SEM görüntüleri bulunmaktadır.

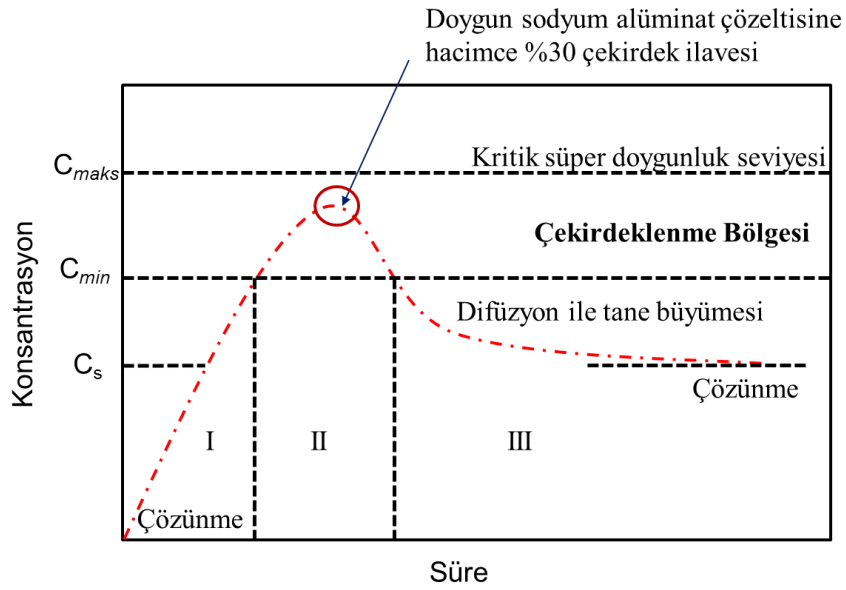


Şekil 7.6. Direkt çöktürme metodu ile elde edilen birincil çekirdeklere ait farklı büyütmelerde alınan SEM görüntüleri



Şekil 7.6. (Devam) *Direkt çöktürme metodu ile elde edilen birincil çekirdeklere ait farklı büyütmelerde alınan SEM görüntüleri*

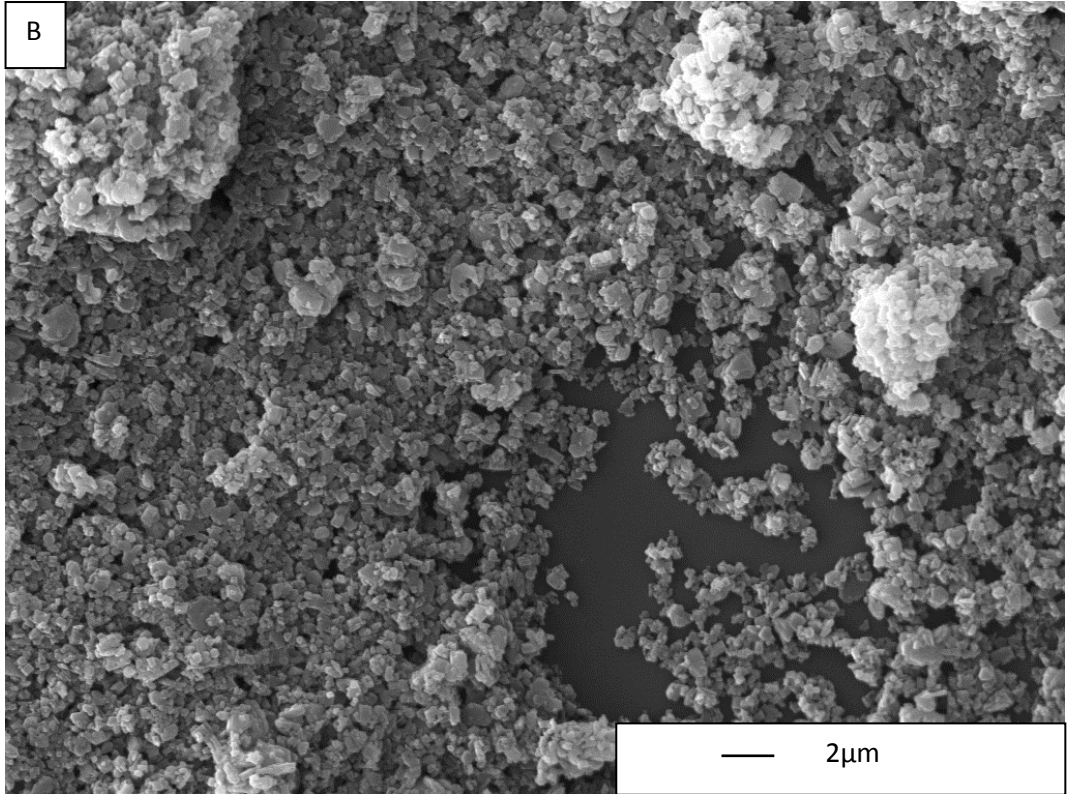
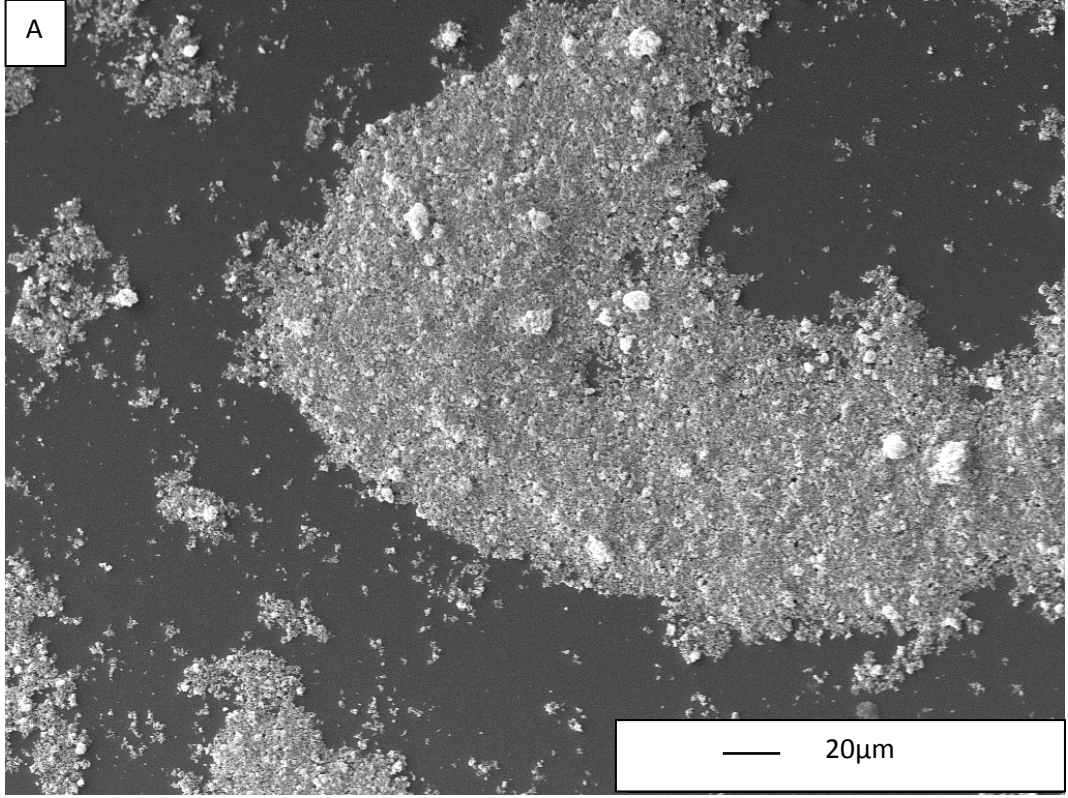
Görüntülerde direkt çöktürme metodu ile çöktürülen birincil çekirdeklerin oldukça aglomereli bir yapıda olduğu ve tane boyut dağılımının oldukça geniş olduğu Şekil 7.6. (a) ve (b)'de açıkça görülmektedir. SEM görüntülerinde partiküllerin direkt çöktürme metodu sırasında hızlı çökmeden kaynaklanarak birbiri üzerine büyüdüğü ve 10 µm boyutlarına kadar aglomereler oluşturduğu görülmektedir. Birincil çekirdeklenmeye ait Şekil 7.6. (c) ve (d)'deki SEM görüntülerinde ise birincil tane boyutunun aglomere olmayan bölgelerinde oldukça düşük ve mikron altı seviyelerinde olduğu açıkça görülmektedir. Bunun nedeni Şekil 7.7.'de Lamer diyagramında gösterildiği gibi doymun halde bulunan sisteme alüminyum sülfat ilavesi ile hızlıca çökmeye başlaması, daha sonra partiküllerin tane büyümesi bölgesinde birbiri üzerine hızlıca büyümesinin sebep olduğu düşünülmektedir (Lamer ve Dinegar, 1950).



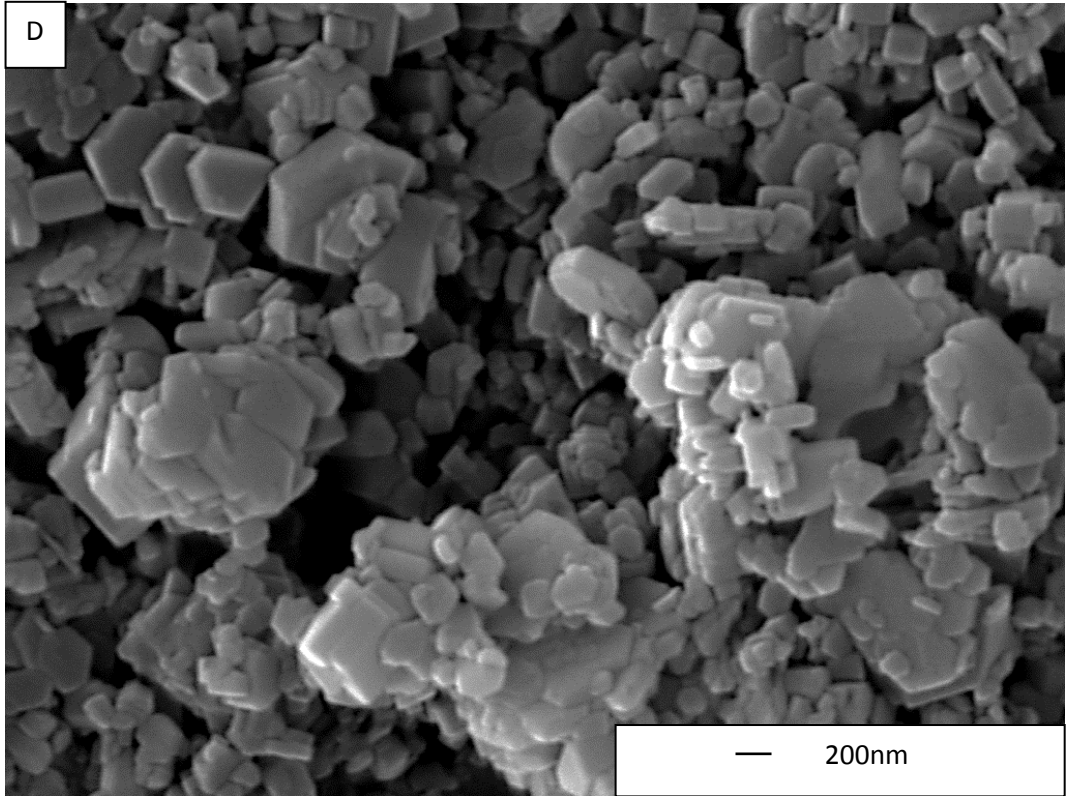
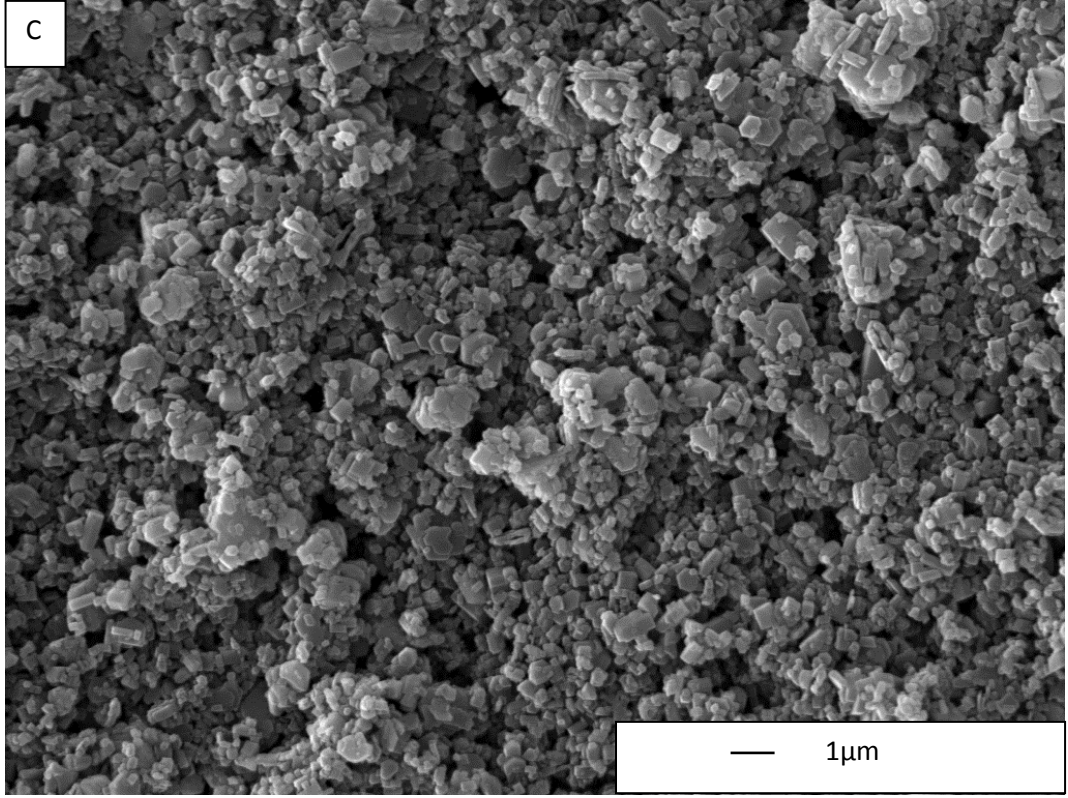
Şekil 7.7. Lamer diyagramı

Kaynak: Lamer ve Dinegar, 1950

Elde edilen birincil çekirdekler kullanılarak heterojen çekirdeklenme metodu ile elde edilen ikincil çekirdeklerin morfolojik özellikleri SEM görüntüleri ile incelenmiştir. Şekil 7.8.'de farklı büyütme ölçeklerinde çekilen SEM görüntüleri paylaşılmıştır.

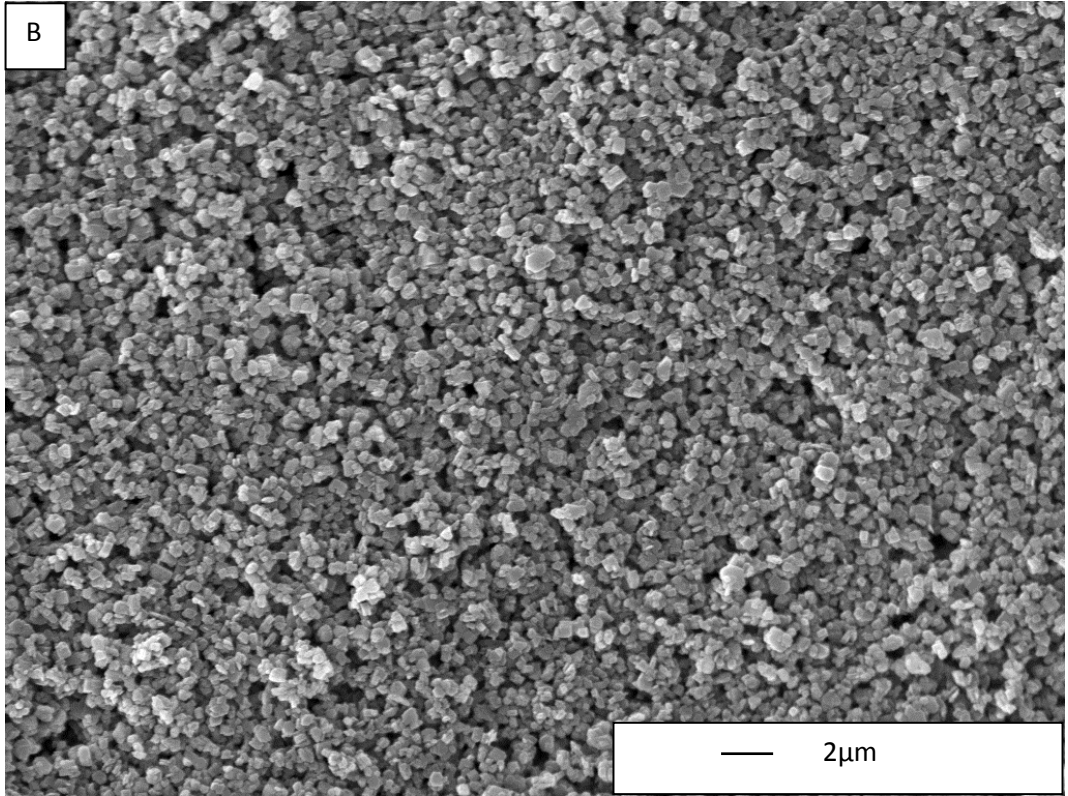
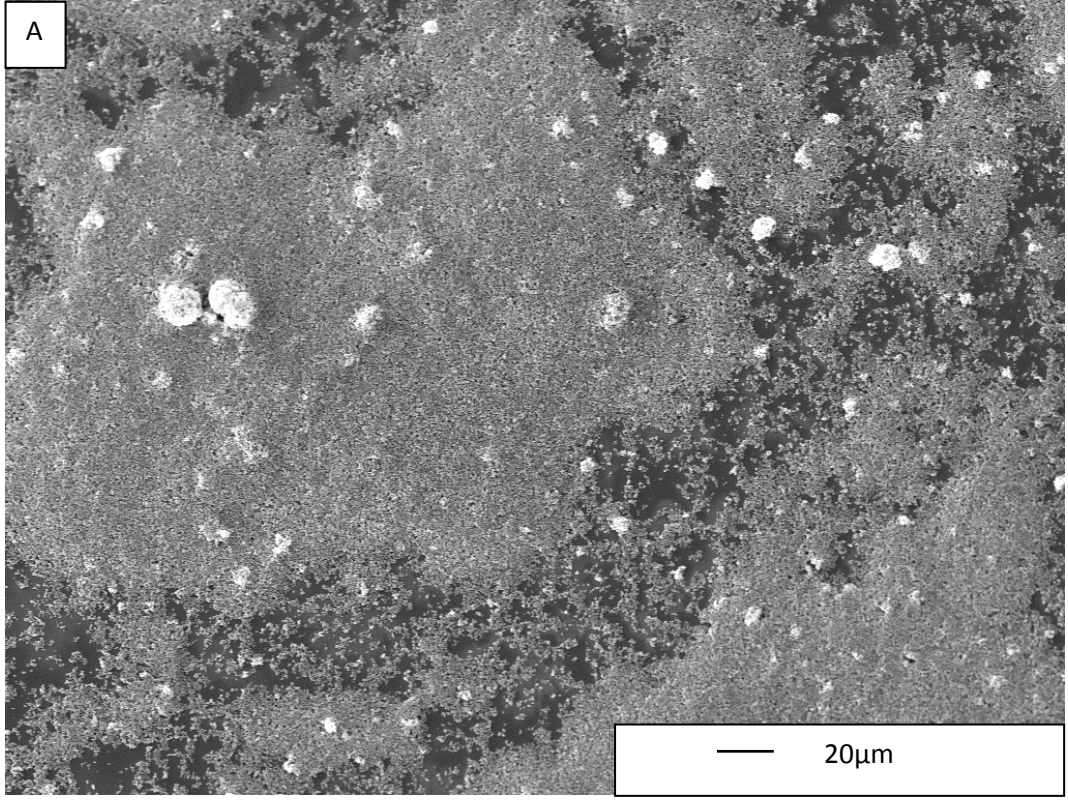


Şekil 7.8. Birincil çekirdekler kullanılarak heterojen çekirdeklenme yöntemi ile elde edilen ikincil çekirdeklere ait farklı büyütmelerde çekilen SEM görüntüleri

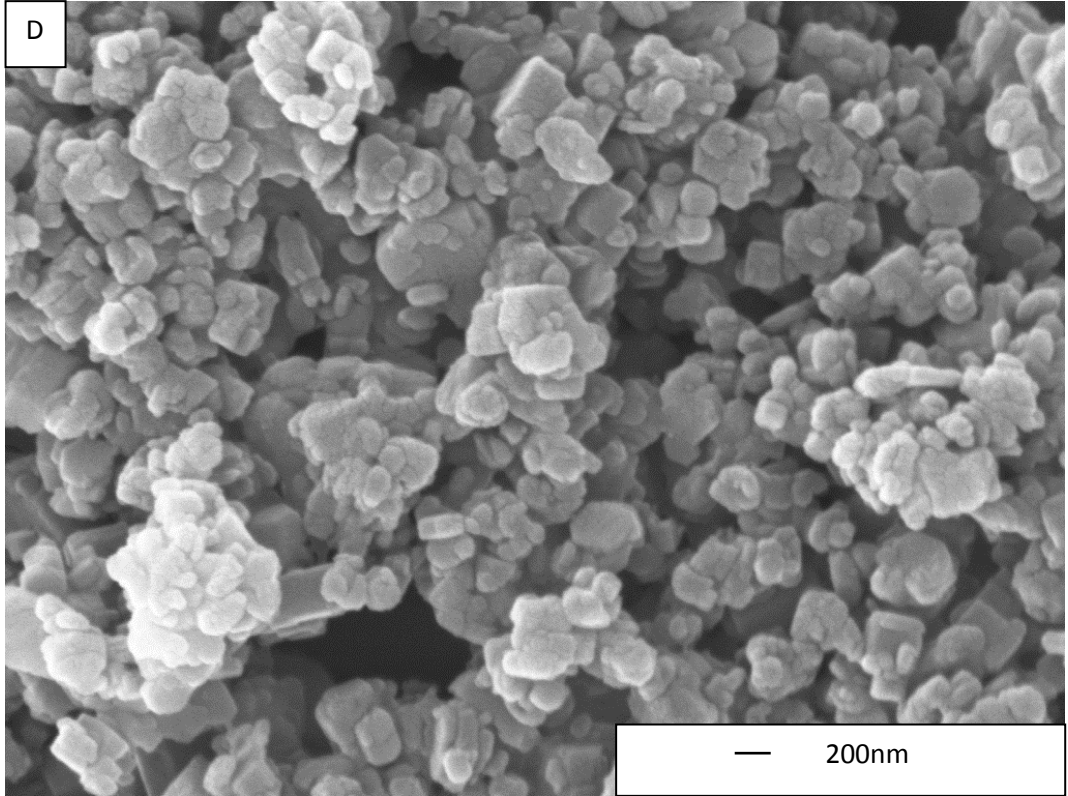
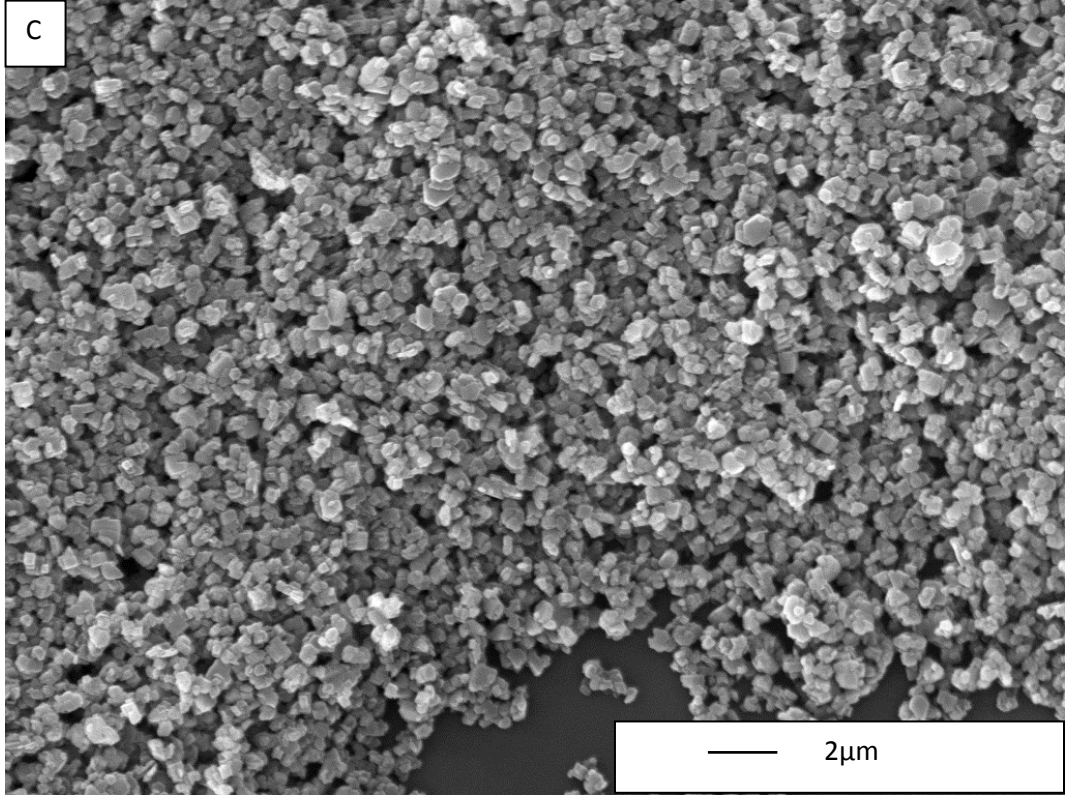


Şekil 7.8. (Devam) Birincil çekirdekler kullanılarak heterojen çekirdeklenme yöntemi ile elde edilen ikincil çekirdeklere ait farklı büyütmelerde çekilen SEM görüntüleri

Şekil 7.8. (a)'daki SEM görüntüsünde birincil çekirdekler kullanılarak heterojen çöktürme metodu ile elde edilen ikincil çekirdek görüntülerinde partiküllerin birincil çekirdeklerde olduğu gibi yer yer aglomereler halinde bir araya geldikleri görülmektedir. Şekil 7.8. (a) ile Şekil 7.6. (a) ile karşılaştırıldığında aglomere miktarındaki düşüş açıkça görülmektedir. Bunun nedeninin doygun bayer çözeltisi içerisine hacimce %30 oranında eklenen birincil çekirdeklerin çökme esnasında bir yüzey oluşturarak heterojen çekirdeklenmeye yardımcı olması gösterilebilir (Chernov, 1984; Liu, 2000). Heterojen çekirdeklenmenin daha yavaş ve uzun süreli gerçekleştirilmesi ile aglomere miktarının azaldığı ve tane boyut dağılımının daha dar hale geldiği Şekil 7.6. (b) ve (c)'deki birincil çekirdek görüntüleri ile Şekil 7.8. (b) ve (c)'deki ikincil çekirdek görüntüleri karşılaştırıldığında açıkça anlaşılmaktadır. Birincil tane boyutunun ikincil çekirdeklenme ile bir miktar yükseldiği, Şekil 7.6. (d) ile Şekil 7.8. (d) görüntüsü karşılaştırıldığında anlaşılmaktadır. Bunun neden olarak çözelti içerisine eklenen birincil çekirdeklerin, ikincil çekirdekler için heterojen bir çökme yüzeyi yaratması ve çöken taneciklerin birincil çekirdeklerin üzerine büyümesi gösterilebilir. Elde edilen ikincil çekirdekler bir sonraki adımda üçüncül çekirdeklerin oluşması için gereken heterojen yüzeyler olarak hacimce %30 oranında kullanılmıştır (Şekil 6.1.). İkincil çekirdekler kullanılarak heterojen çekirdeklenme metodu ile üretilen son ürünlerin morfolojik özellikleri SEM görüntüleri ile incelenmiştir. Şekil 7.9.'da son ürüne SEM görüntüleri paylaşılmıştır.

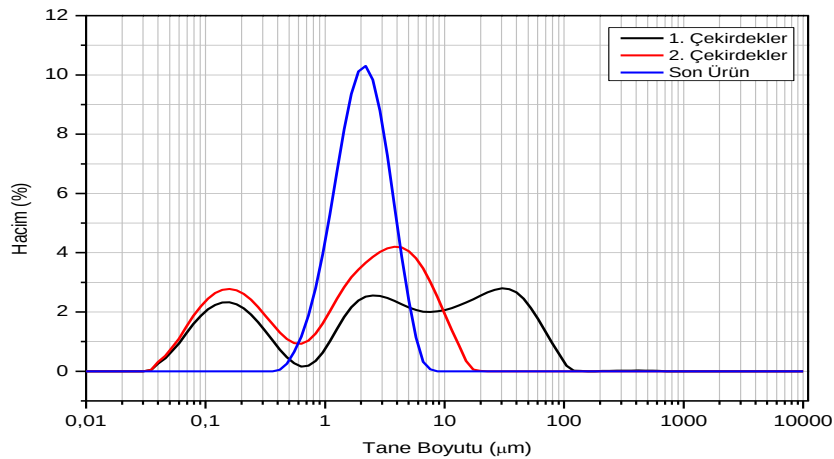


Şekil 7.9. İkincil çekirdekler kullanılarak heterojen çekirdeklenme yöntemi ile elde edilen son çekirdeklere ait farklı büyütmelerde çekilen SEM görüntüleri



Şekil 7.9. (Devam) İkincil çekirdekler kullanılarak heterojen çekirdeklenme yöntemi ile elde edilen son çekirdeklere ait farklı büyütmelerde çekilen SEM görüntüleri

Şekil 7.9. (a)'daki SEM görüntüsünde, 3. adımda gerçekleştirilen heterojen çekirdeklenme sonrası elde edilen son çekirdeklerde az miktarda da olsa aglomereleler olduğu fakat Şekil 7.9. (b) ve (c)'deki görüntülerde tane boyut dağılımının birincil ve ikincil çekirdek görüntüleri ile kıyaslandığında oldukça dar hale geldiği açıkça görülmektedir. Heterojen çekirdeklenme esnasında çökme yüzeyi oluşturmak için kullanılan ikincil çekirdeklerin tane boyut dağılımının, birincil çekirdeklere oranla daha dar olması, çöken taneciklerin daha homojen bir yüzeyde büyümesine sebep olduğu söylenebilir. Bu sayede elde edilen son ürünün daha homojen bir tane boyut dağılımına sahip hale geldiği çıkarılabilir. Direkt çöktürme metodu ile çöktürülen birincil, heterojen çekirdeklenme metotlarıyla çöktürülen ikincil ve üçüncül çekirdekler arasındaki tane boyut ilişkisini daha iyi anlayabilmek için çöktürülen taneciklere tane boyut analizi yapılmıştır. Birincil, ikincil ve üçüncül çekirdeklenmelere ait tane boyut analizi sonucu Şekil 7.10.'da sunulmuştur. Bu sonuca göre birincil çekirdeklerin tane boyut dağılımının SEM görüntülerini destekler nitelikte, oldukça geniş ve 3 boyunlu olduğu açıkça görülmektedir. İkincil çekirdeklenme ile tane boyut dağılımının daha dar bir hale geldiği fakat taneciklerin iki boyunlu bir dağılıma sahip olduğu anlaşılmaktadır. Elde edilen son ürünün ise tane boyut dağılımı tek boyunlu ve oldukça dar bir hale geldiği grafikte açıkça görülmektedir. Çekirdeklerin SEM görüntüleriyle kıyaslandığında tane boyut analizinin bu görüntülere paralel sonuçlar verdiği görülmüştür.



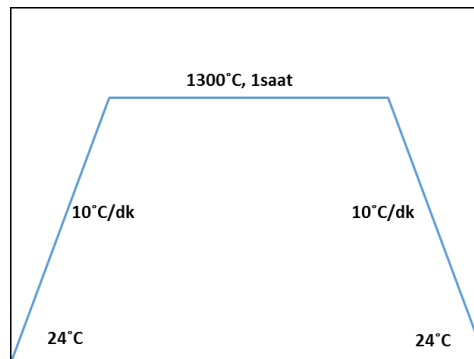
Şekil 7.10. Birincil, ikincil ve üçüncül (son ürün) çekirdeklere ait tane boyut analizi sonuçları

Çekirdeklere ait d_{10} , d_{50} ve d_{90} değerleri Tablo 7.3.'te paylaşılmıştır. Bu değerlere baktığımızda birincil çekirdeklerde d_{90} değerinin oldukça yüksek olduğu bu değer yüksek aglomerasyon seviyesinden kaynaklandığı düşünülmüştür. İkincil ve üçüncül çekirdeklenme ile düşen aglomerasyon seviyesi sayesinde d_{90} değeri son üründe en düşük değerine ulaşmıştır. Çekirdeklere ait SEM görüntülerinde birincil tane boyutlarının 200 ile 300 nm arasında olduğu düşünüldüğünde, tane boyut ölçümü sırasında partiküllerin içerisinde bulunan aglomerelerin tek birer tane olarak algılandığı bu nedenle de ortalama tane boyutunun SEM görüntülerine nazaran daha yüksek sonuç verdiği çıkarılabilir.

Tablo 7.3. Birincil, ikincil ve üçüncül çekirdeklere ait tane boyut sonuçları

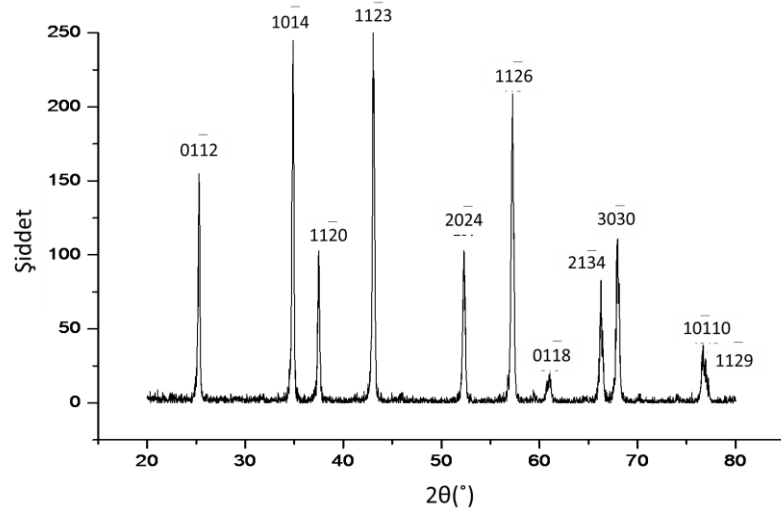
	d_{10} (μm)	d_{50} (μm)	d_{90} (μm)
1. Çekirdekler	0.1	4.2	44.8
2. Çekirdekler	0.1	1.8	7.6
Son Ürün	1.1	2.2	4.1

Çözdürme çöktürme metodu ile 3 adımda (direkt çöktürme ve 2 defa heterojen çöktürme) elde edilen düşük ve dar tane boyutlu $\text{Al}(\text{OH})_3$, $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ fazına dönüştürülmek için 10°C/dk sıcaklık artışıyla 1300°C de 1 saat kalsine edilmiştir. Şekil 7.11.'de kalsinasyon rejimi gösterilmiştir. Kalsinasyon sıcaklığı belirlenirken 1200°C , 1250°C , 1300°C ve 1350°C sıcaklıklarda ve farklı sürelerde kalsinasyon denemeleri yapılmıştır. 1200°C sıcaklığın dönüşüm için yeterli olmadığı 1250°C sıcaklıkta yapılan denemede ise fırının tepe sıcaklığına çıkmasının uzun sürdüğü görülerek deneylerin tekrar edilebilir olması açısından maksimum sıcaklığı daha yüksek fırınlarda 1300°C ve 1350°C sıcaklıkları denenmiştir. 1300°C sıcaklıkta 1 saat yapılan denemenin $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ dönüşümü için yeterli olduğu görülerek kalsinasyonlar bu sıcaklık ve sürelerde gerçekleştirilmiştir.



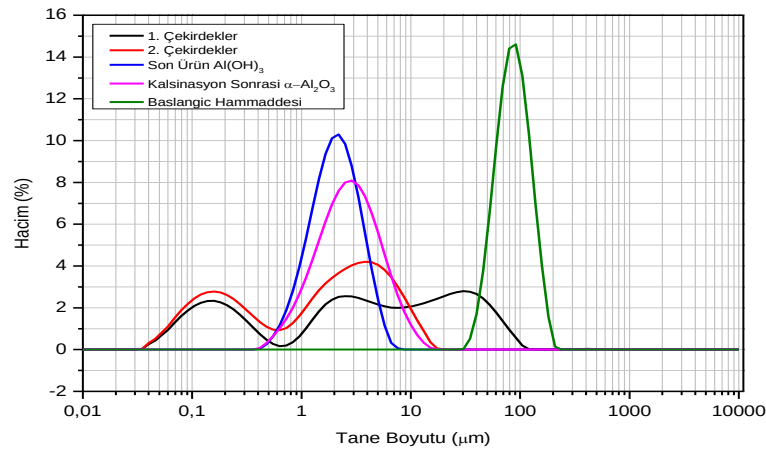
Şekil 7.11. 3 adımda üretilen $\text{Al}(\text{OH})_3$ 'in kalsinasyon rejimi

Kalsine edilen $\text{Al}(\text{OH})_3$ tozlarına faz analizi uygulanarak gelişimleri tespit edilmiştir. Kalsinasyon sonrası tozların XRD desenleri Şekil 7.12.'de sunulmuştur. Kalsine edilen tozların hedef malzeme olan $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ fazına dönüştüğü tespit edilmiştir.



Şekil 7.12. Kalsinasyon sonrası elde edilen $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ tozuna ait XRD deseni

Kalsinasyon sonrası tane boyut gelişimini incelemek için tozlara tane boyut analizi yapılmıştır. Şekil 7.13.'te kullanılan hammadde, birincil, ikincil, üçüncül çekirdeklenmeler ve kalsinasyon ile hedef malzeme olan $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ tozların tane boyut analizi sonuçları sunulmuştur. Şekil 7.13.'deki grafik incelendiğinde kullanılan başlangıç hammaddesinin ortalama tane boyutunun üretilen birincil, ikincil ve üçüncül çekirdekler ile kıyaslandığında oldukça yüksek olduğu görülmektedir.



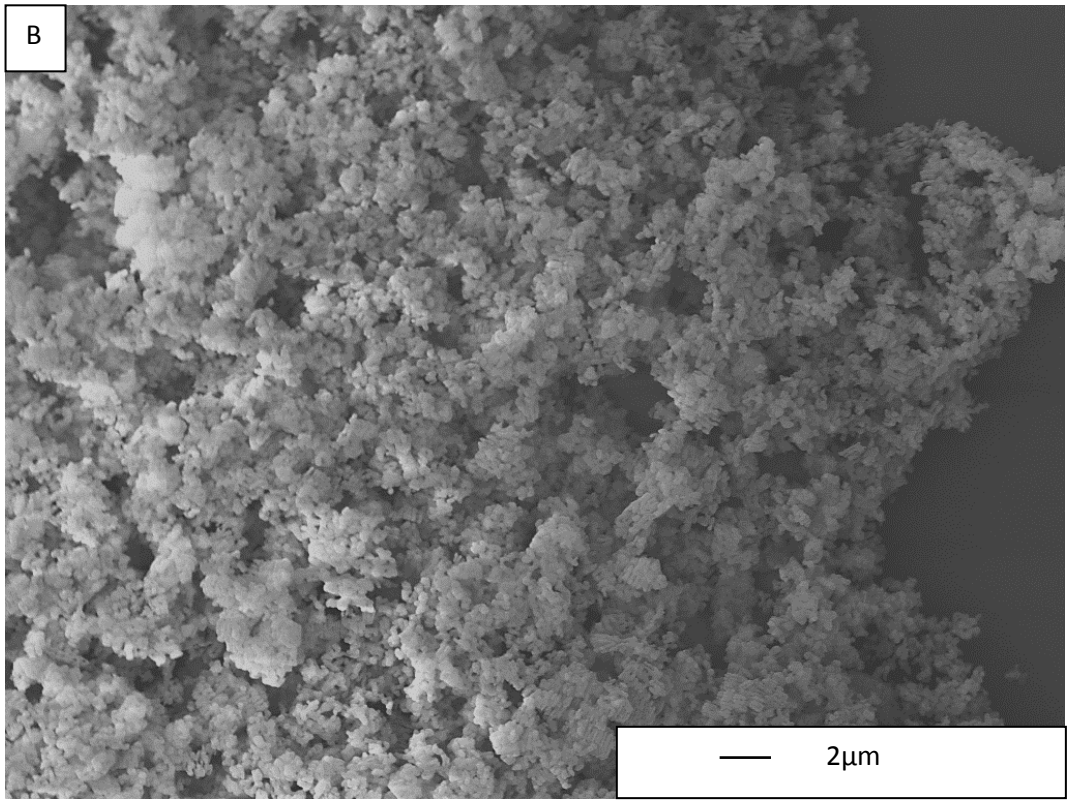
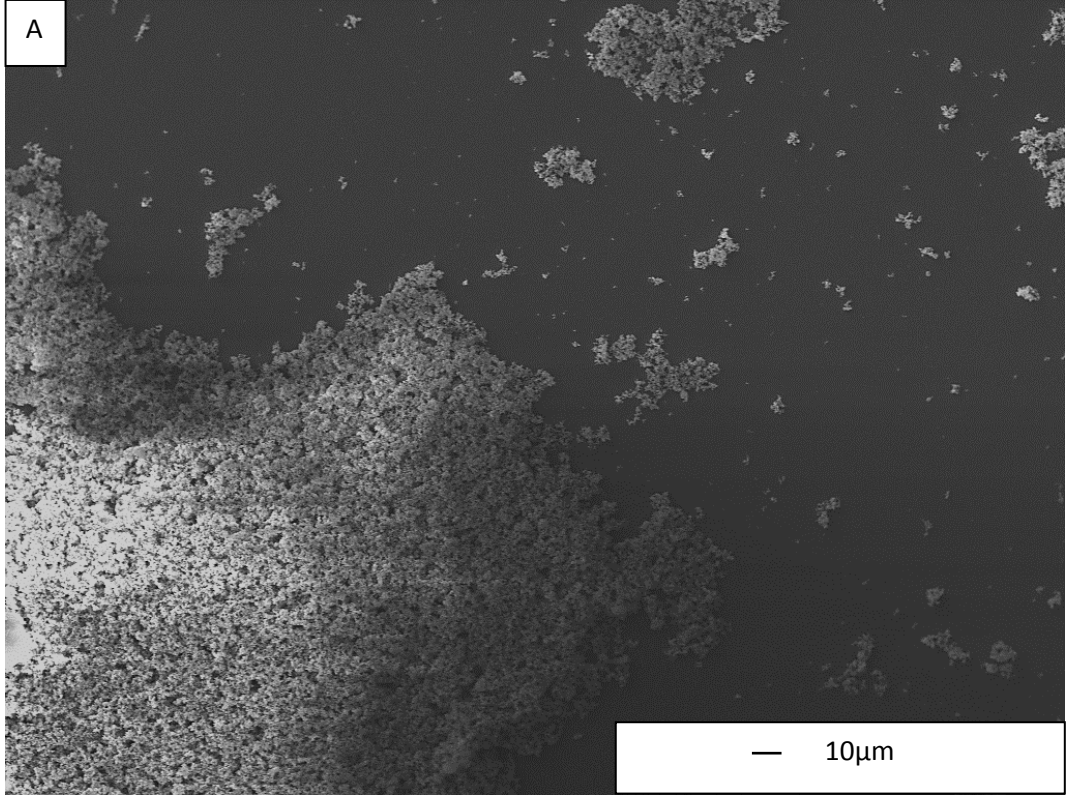
Şekil 7.13. Kullanılan hammaddeden üretilen hedef malzeme $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ 'ya kadar elde edilen tozların tane boyut analizi sonuçları

Kullanılan hammadde ile üretilen partiküller arasındaki tane boyut farklarını daha iyi görebilmek için Tablo 7.4.'te kullanılan hammaddeden elde edilen hedef malzemeye kadar bütün süreçlerdeki tozların d_{10} , d_{50} ve d_{90} değerleri paylaşılmıştır. Bu değerler incelendiğinde çözdürme çöktürme metodu ile kullanılan başlangıç hammaddesinin ortalama tane boyutu hedef malzeme eldesi ile $91.8 \mu\text{m}$ 'den $3.1 \mu\text{m}$ 'ye düşürülmüştür. Başlangıç hammaddesine ait d_{10} değeri $57.5 \mu\text{m}$ 'den üçüncül çekirdeklenme ile $1.1 \mu\text{m}$ 'ye d_{90} değeri ise $144.4 \mu\text{m}$ 'den $4.1 \mu\text{m}$ 'ye düşürüldüğü görülmektedir. Yapılan kalsinasyon işlemi ile aynı değerler tane boyutu bir miktar artarak $1.3 \mu\text{m}$ ve $6.1 \mu\text{m}$ 'ye yükseldiği görülmektedir. Şekil 7.13. ve Tablo 7.4. incelendiğinde başlangıç hammaddesinin tane boyut dağılımının da çözdürme çöktürme metodu ile oldukça dar bir hale getirildiği görülmektedir. Yapılan hesaplama ile tane boyut dağılımının $4.5 \mu\text{m}$ olduğu anlaşılmıştır. Bu değerin ile 3. çekirdeklenme ile elde edilen $\text{Al}(\text{OH})_3$ 'ten bir miktar daha geniş olduğu görülmektedir.

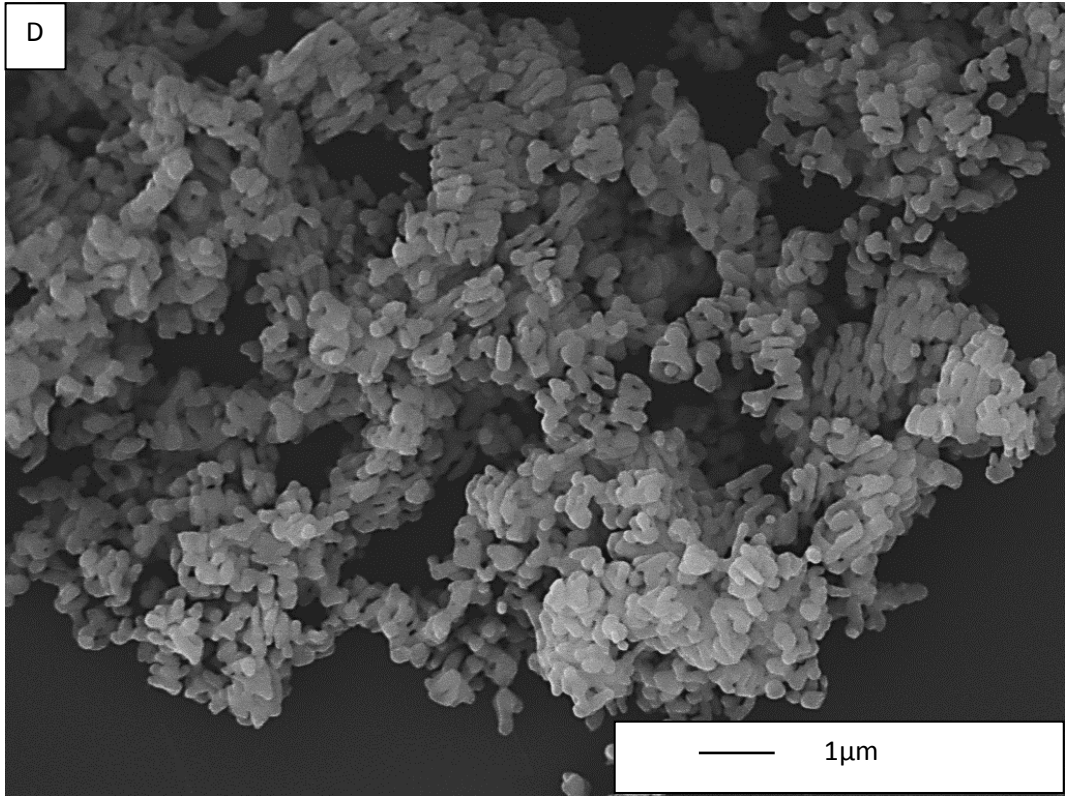
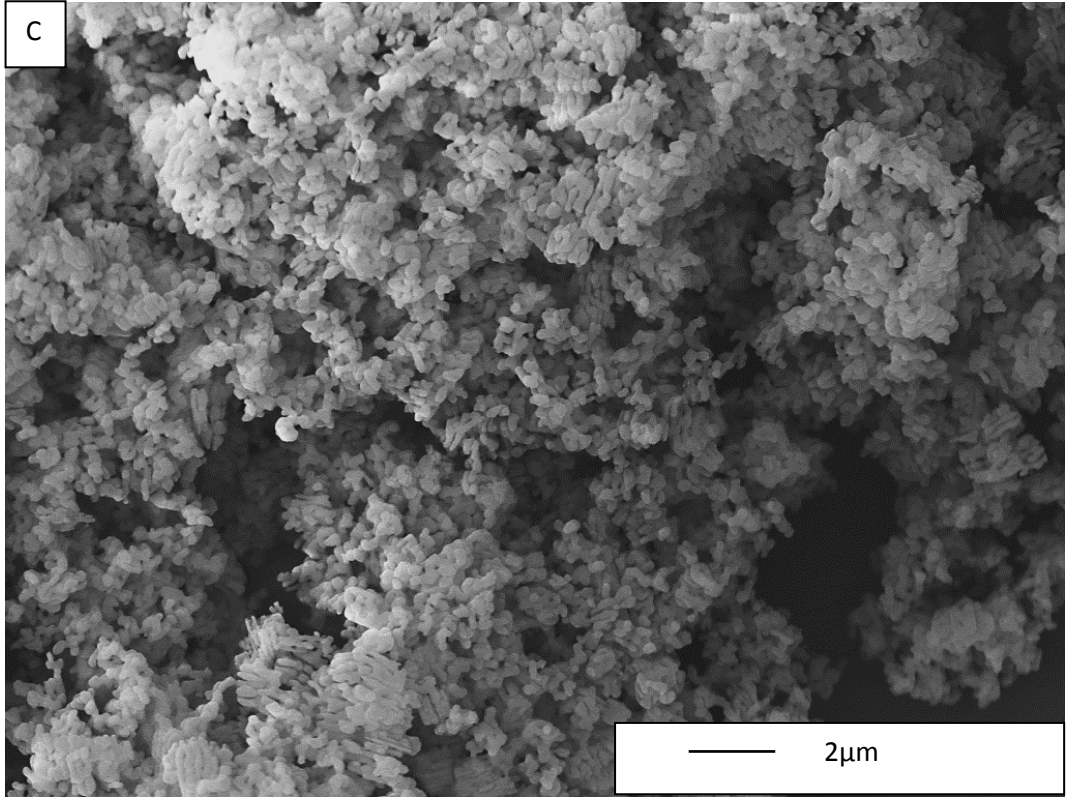
Tablo 7.4. Kullanılan hammadde, birincil, ikincil, üçüncül çekirdekler ve kalsinasyon sonrası elde edilen hedef ürüne ait d_{10} , d_{50} , d_{90} değerleri

	$d(0.1) \mu\text{m}$	$d(0.5) \mu\text{m}$	$d(0.9) \mu\text{m}$
Başlangıç Hammaddesi	57.5	91.8	144.4
1. Çekirdekler	0.1	4.2	44.8
2. Çekirdekler	0.1	1.8	7.6
Son Ürün $\text{Al}(\text{OH})_3$	1.1	2.2	4.1
Kalsinasyon Sonrası $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$	1.3	3.1	6.1

Kalsinasyon sonrası elde edilen $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ tozunun morfolojik özellikleri SEM görüntüleri ile incelenmiştir. Şekil 7.14.'te üretilen $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ 'ya ait farklı büyütme ölçeklerinde SEM görüntüleri paylaşılmıştır. Şekil 7.14. (a) ve (b)'deki görüntüler incelendiğinde $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ tozlarının aglomere içermediği ve oldukça dar bir tane boyut dağılımına sahip oldukları görülmektedir. Şekil 7.14. (c) ve (d)'deki görüntüler incelendiğinde tozların birincil tane boyutunun $1 \mu\text{m}$ 'nin altında olduğu anlaşılmaktadır. Tablo 7.4.'te sunulan tane boyut değerlerinin Şekil 7.14.'teki SEM görüntülerinden daha yüksek çıkmasının sebebi, tane boyut analizi sırasında topaklanan partiküllerin bir araya gelerek tek bir tane şeklinde algılanmasından kaynaklandığı düşünülmektedir.



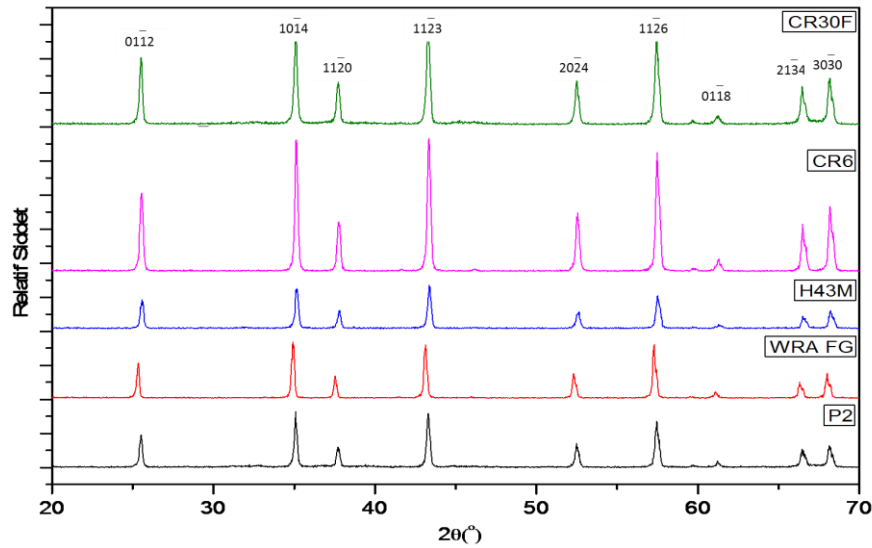
Şekil 7.14. Kalsinasyon sonrası elde edilen α -Al₂O₃ tozuna ait SEM görüntüleri



Şekil 7.14. (Devam) Kalsinasyon sonrası elde edilen α -Al₂O₃ tozuna ait SEM görüntüleri

7.1.3. Ticari alınan α - Al_2O_3 tozlarının karakterizasyonu

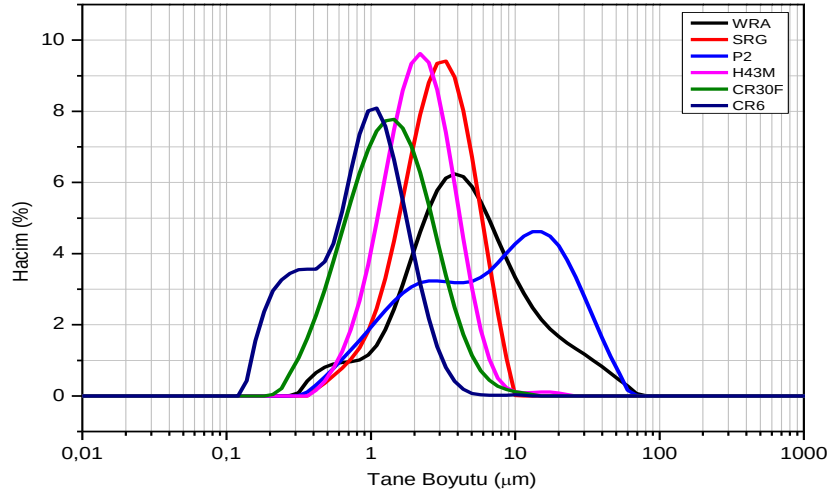
Bu çalışmada, parlatma deneylerinde kullanmak üzere ürettiğimiz tozların performanslarını ölçebilmek adına referans olabilecek, piyasada bulunan ve parlatma amacıyla üretilmiş farklı özelliklere sahip (ortalama tane boyutu, tane boyut dağılımı, yüzey alanı, kimyasal saflık vb.) 4 farklı Al_2O_3 tozu karakterize edilerek özellikleri belirlenmiştir. Ticari alınan H43M $\text{Al}(\text{OH})_3$ tozu ise, öncelikle 1300°C de 1 saat kalsine edildikten sonra karakterize edilmiştir. Ticari olarak alınan 3 farklı üreticiye ait bu 5 farklı özellikteki Al_2O_3 tozlarının öncelikle faz gelişimleri incelenmiştir. Tozların XRD desenleri Şekil 7.15.'te sunulmuştur.



Şekil 7.15. Ticari alınan P2, WRA FG, CR6, CR30F ve H43M tozlarına ait XRD sonuçları

Şekil 7.15.'te ticari alınan alumina tozlarının ve $\text{Al}(\text{OH})_3$ olarak alınıp kalsine edilen H43M tozunun α - Al_2O_3 fazında oldukları tespit edilmiştir. Lazer kırınımı tekniği ile ölçülen ticari ve üretilen α - Al_2O_3 tozlarının tane boyut sonuçları Şekil 7.16.'da, d_{10} , d_{50} ve d_{90} değerleri ise Tablo 7.5.'te sunulmuştur. Sonuçlara göre P2 tozuna ait ortalama tane boyutunun $7.6 \mu\text{m}$ (d_{50}) ile en yüksek değere sahip olduğu görülmektedir. İkinci en yüksek ortalama tane boyutuna sahip olan tozun $4.6 \mu\text{m}$ ile WRA FG olduğu, sırasıyla, 3 aşamada üretilen ve kalsine edilerek α - Al_2O_3 'ya dönüştürülen SRG tozunun $3.1 \mu\text{m}$ ile üçüncü en büyük ortalama tane boyutuna sahip olduğu anlaşılmaktadır. Ticari olarak alınıp kalsinasyon ile α - Al_2O_3 'ya dönüştürülen H43M tozunun ortalama tane boyutunun $2.3 \mu\text{m}$ olduğu, CR30F ve CR6 tozlarının ise sırasıyla $1.4 \mu\text{m}$ ve $1.0 \mu\text{m}$ ile en düşük

ortalama tane boyutlarına sahip oldukları görülmektedir. Şekil 7.16.'da P2, WRA ve CR6 tozlarının iki boyunlu tane boyut dağılımlarına sahip oldukları görülmektedir. SRG, H43M ve CR30F tozlarının ise homojen (tek boyunlu) tane boyut dağılımlarına sahip oldukları görülmektedir.



Şekil 7.16. Ticari alınan ve üretilen tozlara ait tane boyut analizi grafiği

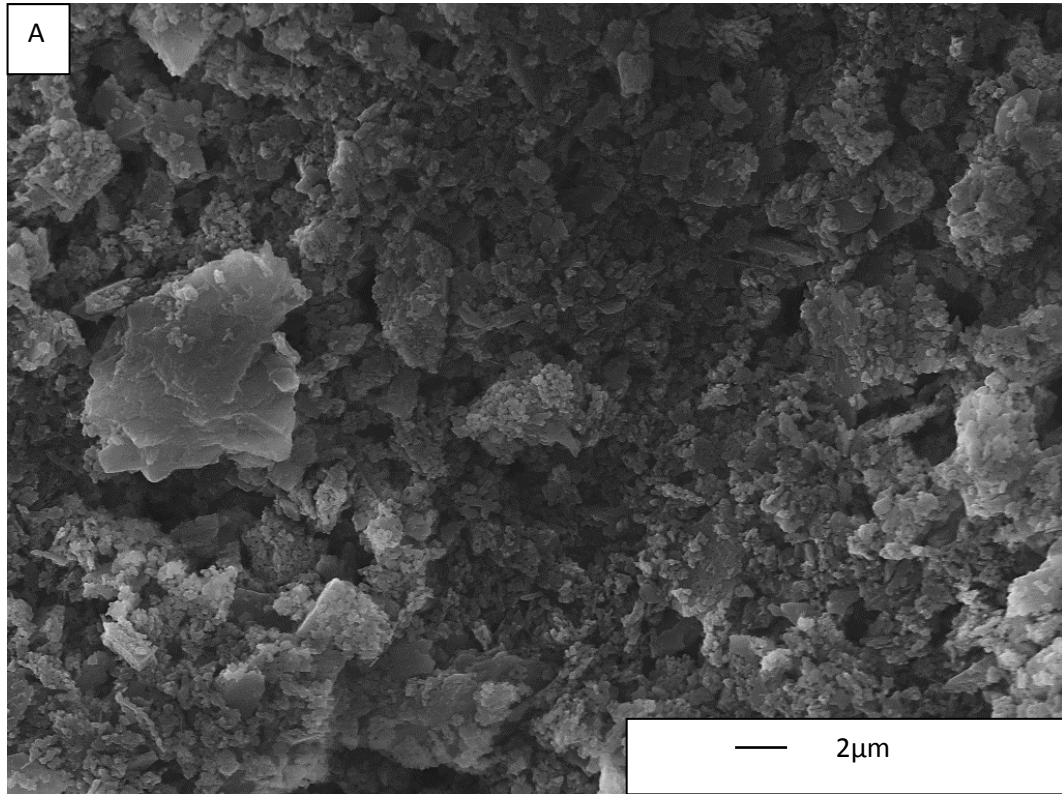
Tablo 7.5. Ticari alınan ve üretilen tozların d_{10} , d_{50} ve d_{90} tane boyut değerleri

Ticari Tozlar	$d(0.1) \mu\text{m}$	$d(0.5) \mu\text{m}$	$d(0.9) \mu\text{m}$
P2	1.3	7.6	28.4
WRA FG	1.4	4.6	18.4
CR6	0.3	0.9	2.0
CR30F	0.6	1.4	3.4
H43M	1.1	2.3	4.6
SRG	1.3	3.1	6.1

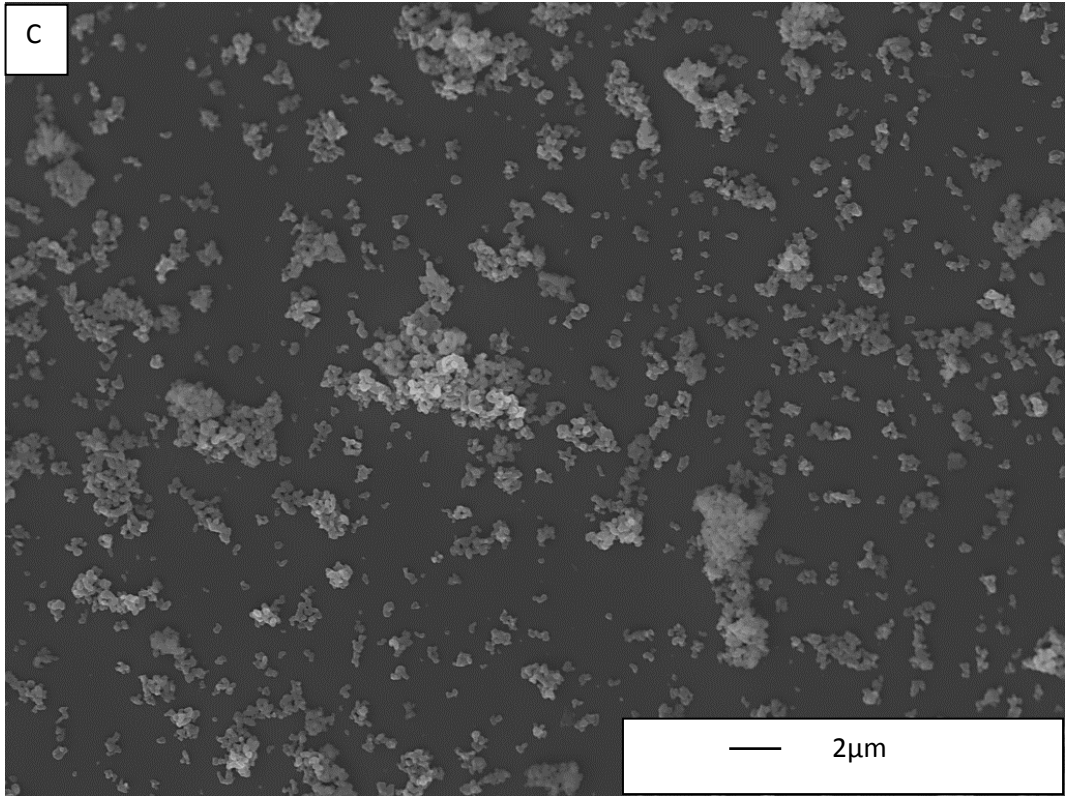
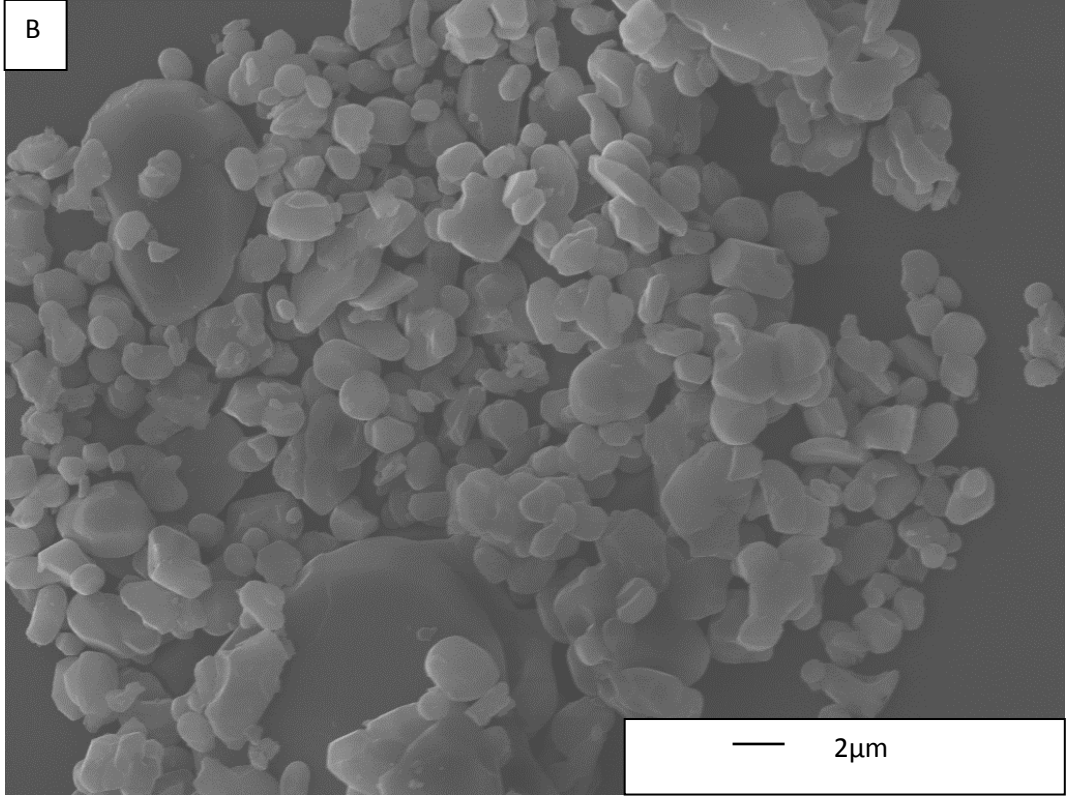
Ticari alınan tozların morfolojik özelliklerini tespit etmek amacıyla uygulanan SEM analizleri Şekil 7.17. ve 7.18.'de sunulmuştur. Şekil 7.17. (a)'daki P2 tozunun SEM görüntüsünde, tane boyut analizini destekler nitelikte oldukça geniş bir tane boyut dağılımına sahip olduğu, 1 µm altı ve yaklaşık 8 µm çapına sahip partiküllerin bir arada bulunduğu görülmektedir. P2 tozunun Şekil 7.18. (a)'daki daha yakın büyütmede alınan SEM görüntüsünde 1 µm altı tane boyutuna sahip taneciklerin varlığı daha net görülmektedir. Şekil 7.17. (b) ve 7.18. (b)'deki SEM görüntülerinde WRA FG tozunun ortalama olarak 2 µm ve daha yüksek tanecikler içerdiği ve P2'ye nazaran daha homojen bir tane boyut dağılımı sergilediği anlaşılmaktadır. Şekil 7.17. (c) ve (d)'deki SEM görüntülerinde CR6 ve CR30F tozlarının oldukça yakın tane boyut dağılımlarına sahip

oldukları görülmektedir. CR6 ve CR30F tozlarına ait Şekil 7.18. (c) ve (d)'deki daha yakın büyütmelelerdeki görüntülerinde CR30F tozunun CR6'dan çok daha küçük taneler içerdiği fakat dağılım olarak CR6 tozunun daha homojen olduğu söylenebilir. Şekil 7.17. (e)'deki SEM görüntüsünde kalsinasyon sonrası elde edilen H43M tozunun tane boyut dağılımının $3.0\ \mu\text{m}$ olarak ölçülmüştür. Şekil 7.17. (e)'de bütün taneciklerin birbirine çok yakın ve $1\ \mu\text{m}$ 'den düşük tane boyutuna sahip oldukları görülmektedir. H43M'in Şekil 7.18.'de yer alan daha yakın görüntüsünde, tozların boyut dağılımının oldukça homojen ve $1\ \mu\text{m}$ altında olduğu daha net görülmektedir.

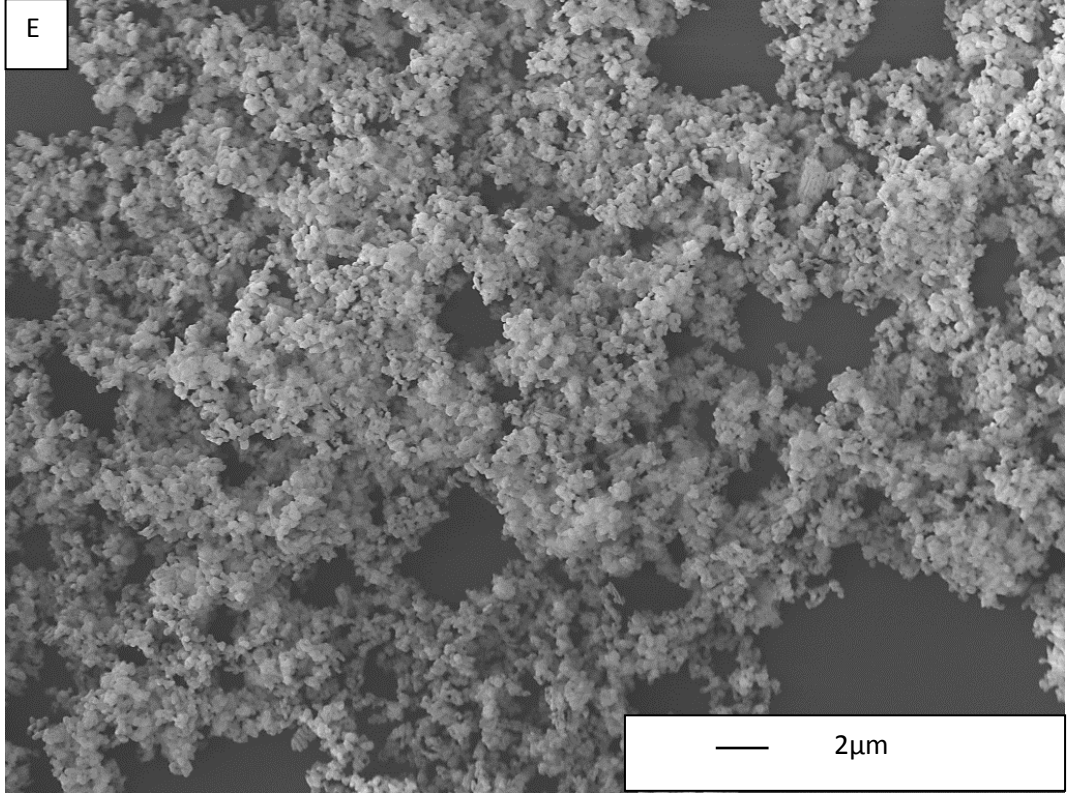
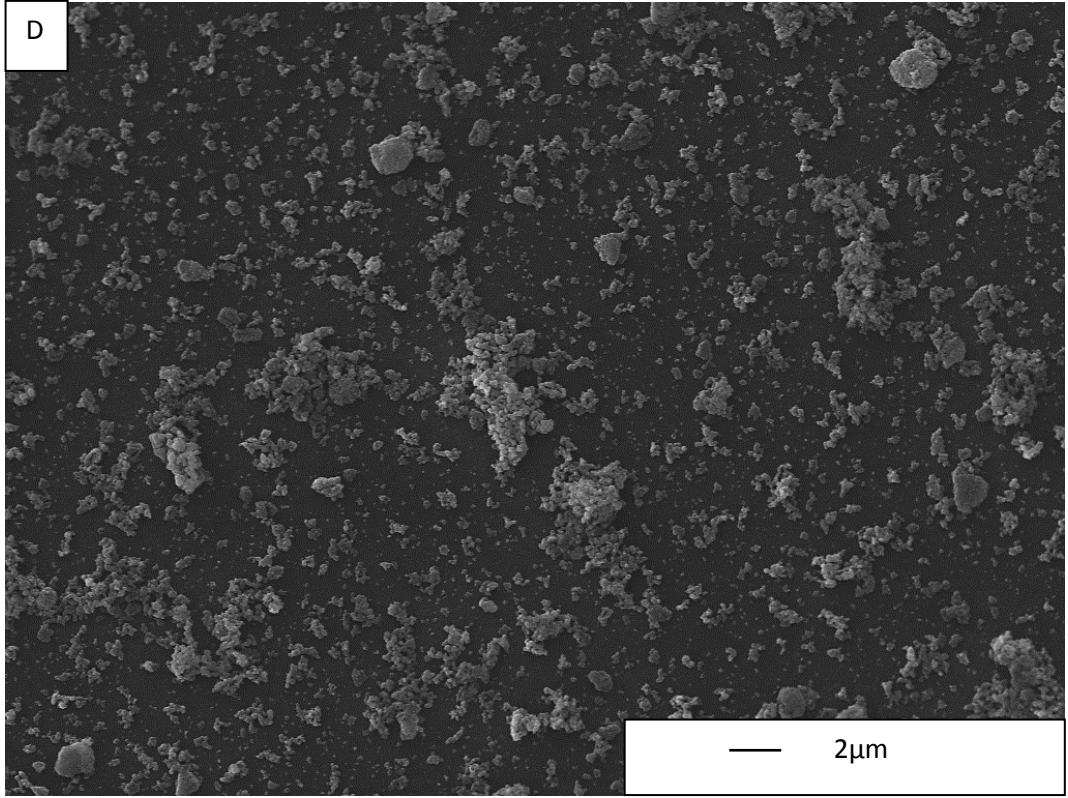
Ticari alınan ve üretilen tozların süspansiyon çalışmalarında ortalama tane boyut ve tane boyut dağılım özelliklerinden çok toplam yüzey alanı özelliği kritik bir rol oynamaktadır. Tozların BET toplam yüzey alanı özellikleri belirlenerek, süspansiyon çalışmalarında bu veriler kullanılmıştır. Tablo 7.6.'da ticari alınan ve üretilen SRG tozuna ait yüzey alanları paylaşılmıştır.



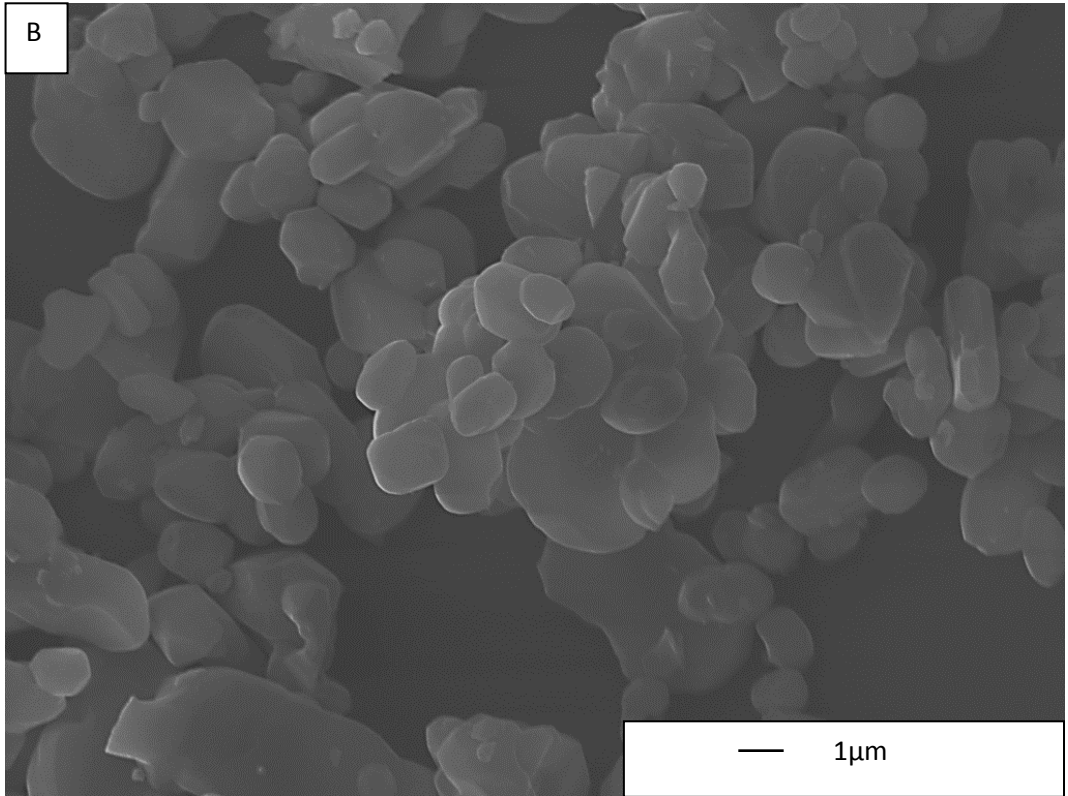
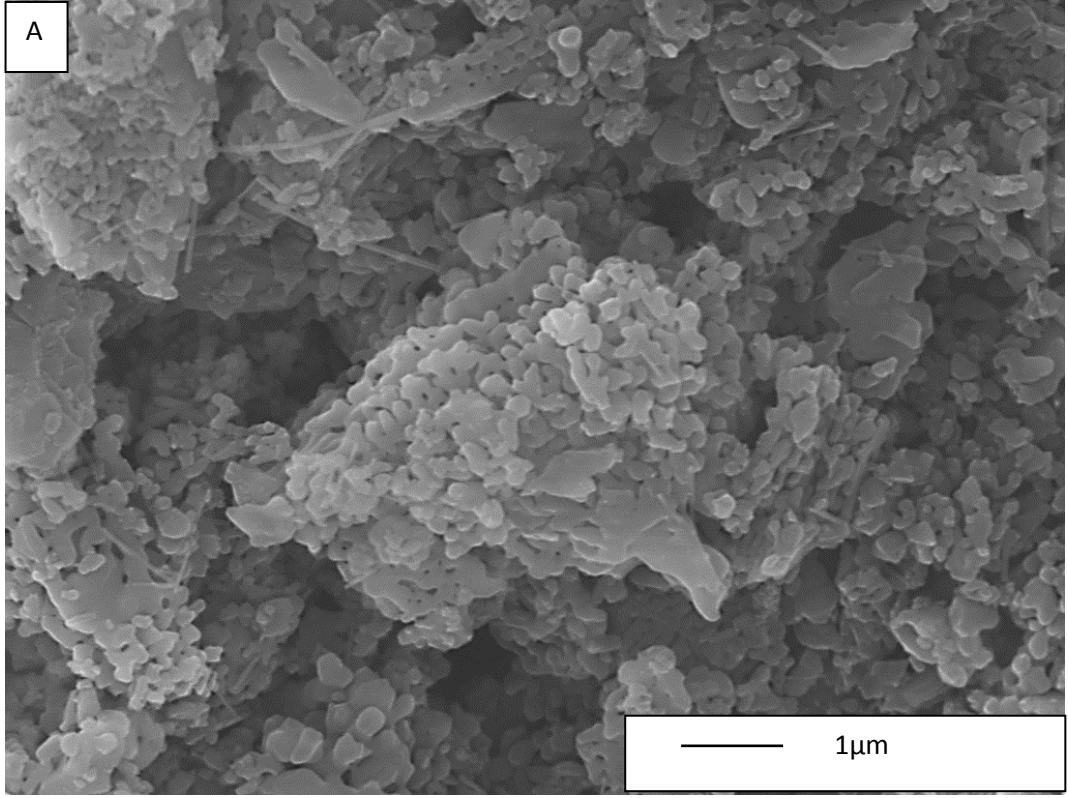
Şekil 7.17. Ticari alınan (a) P2, (b) WRA FG, (c) CR6, (d) CR30F, (e) H43M tozlarının SEM görüntüleri



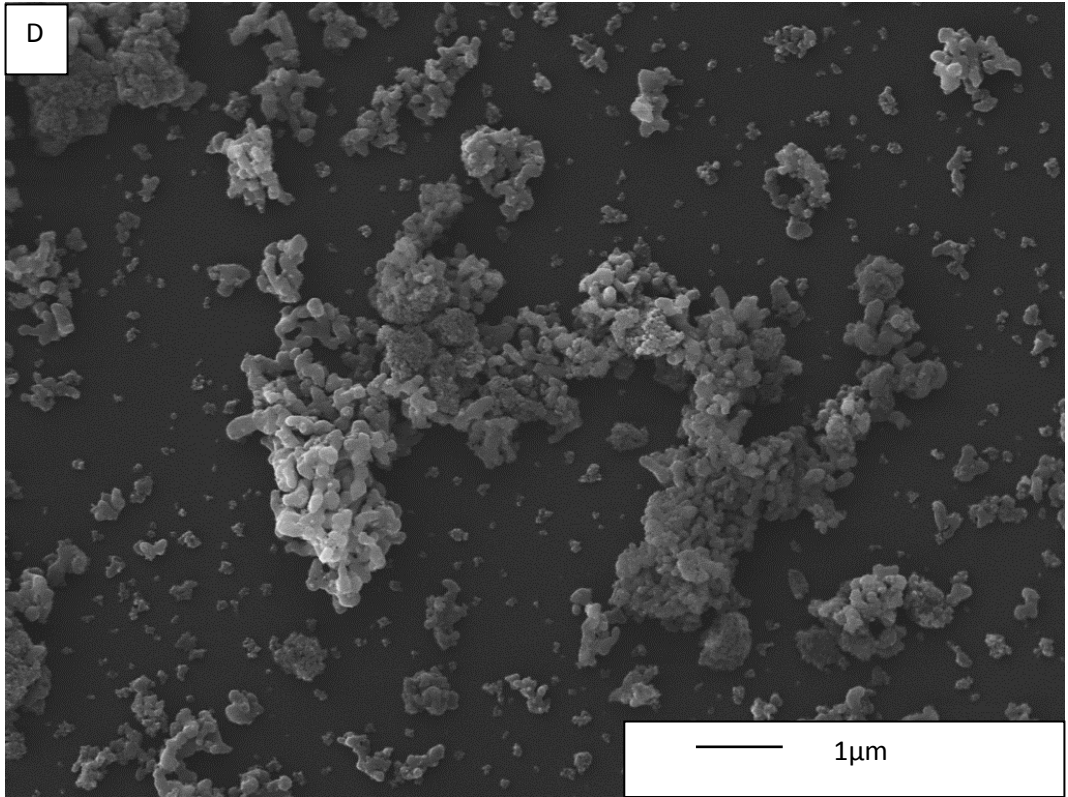
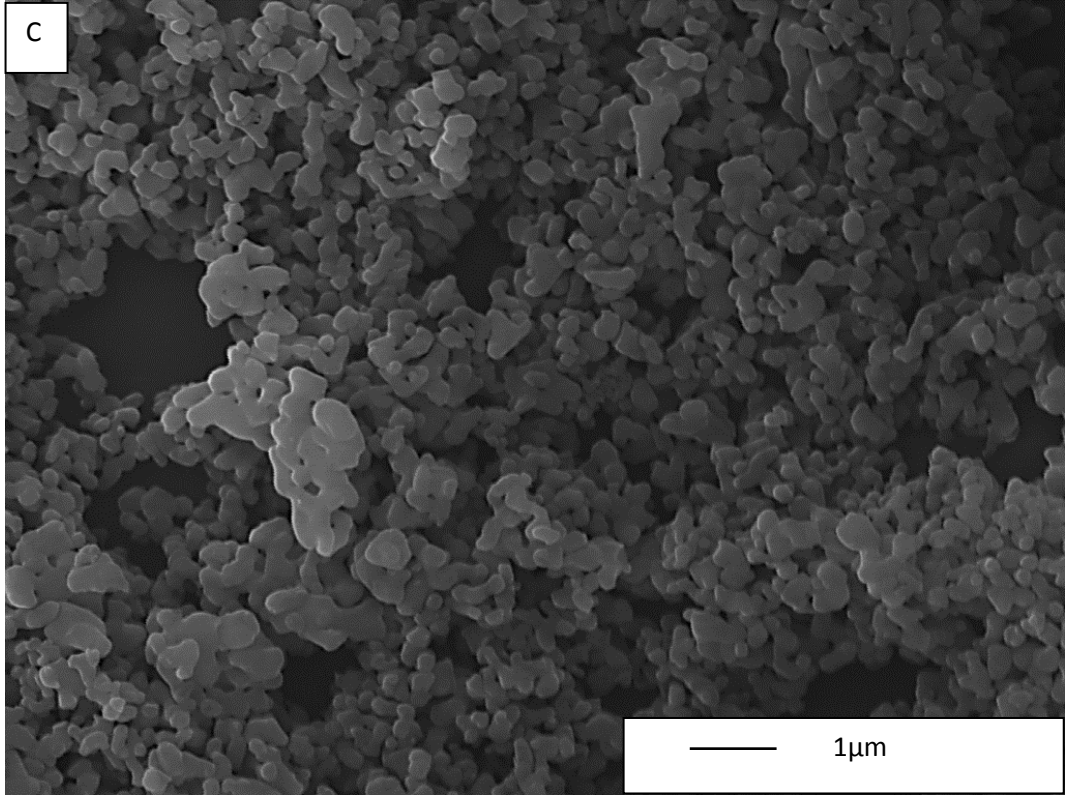
Şekil 7.17. (Devam) Ticari alınan (a) P2, (b) WRA FG, (c) CR6, (d) CR30F, (e) H43M tozlarının SEM görüntüleri



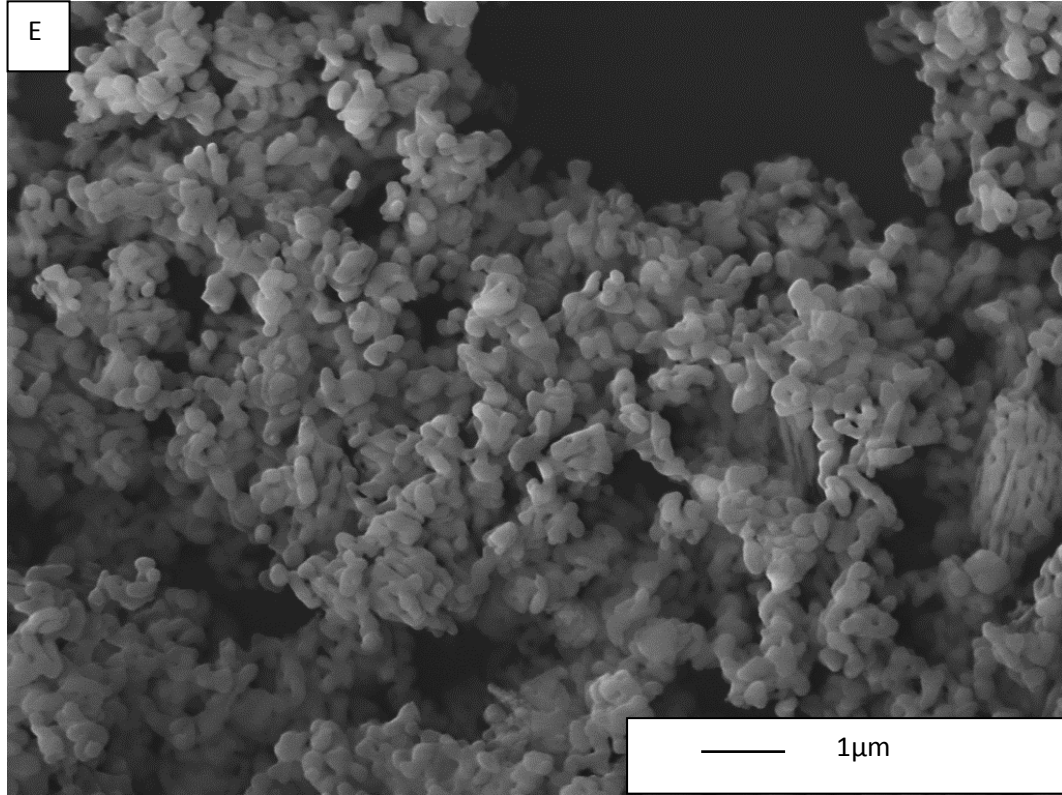
Şekil 7.17. (Devam) Ticari alınan (a) P2, (b) WRA FG, (c) CR6, (d) CR30F, (e) H43M tozlarının SEM görüntüleri



Şekil 7.18. Ticari alınan (a) P2, (b) WRA FG, (c) CR6, (d) CR30F, (e) H43M tozlarının SEM görüntüleri



Şekil 7.18. (Devam) Ticari alınan (a) P2, (b) WRA FG, (c) CR6, (d) CR30F, (e) H43M tozlarının SEM görüntüleri



Şekil 7.18. (Devam) Ticari alınan (a) P2, (b) WRA FG, (c) CR6, (d) CR30F, (e) H43M tozlarının SEM görüntüleri

Tablo 7.6. Ticari alınan P2, WRA FG, CR6, CR30F, H43M ve üretilen SRG tozlarına ait BET yüzey alanı sonuçları

Ticari Tozlar	BET (m ² /g)
P2	10.5
WRA FG	2.4
CR6	10.3
CR30F	29.4
H43M	6.0
SRG	6.2

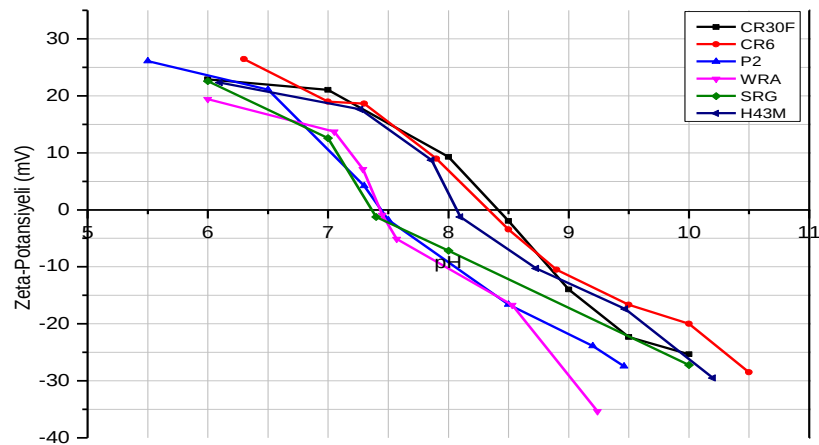
Tablo 7.6.'da yer alan sonuçlar değerlendirildiğinde, en yüksek yüzey alanına sahip olan tozun 29.4 m²/g ile CR30F olduğu görülmektedir. Tablo 7.5.'te paylaşılan tane boyut analizi sonuçlarına göre CR6'dan daha yüksek ortalama tane boyutuna sahip olan CR30F tozunun, Tablo 7.6.'da BET analizinde daha yüksek yüzey alanına yani toplam olarak tanelerin daha küçük tane boyutuna sahip olduğu anlaşılmıştır. Tablo 7.6.'da ikinci en yüksek yüzey alanına sahip olan tozun ortalama tane boyutu en yüksek toz olan P2 olduğu görülmektedir. Bunun nedeni P2 tozunun içerisinde bulunan oldukça küçük taneciklerin

yüzey alanını arttırması, içerisinde bulunan büyük taneciklerin ise ortalama tane boyutunu arttırmasından kaynaklandığı söylenebilir. En düşük ortalama tane boyutuna sahip homojen bir dağılıma sahip CR6 tozu ise üçüncü en yüksek yüzey alanına sahip olduğu görülmektedir. Sırasıyla SRG ve H43M tozları $6.2 \text{ m}^2/\text{g}$ ve $6.0 \text{ m}^2/\text{g}$ toplam yüzey alanlarına sahip oldukları tespit edilmiştir. Bu iki tozun tane boyut analizi sonuçlarının da birbirine çok yakın olduğu Şekil 7.14. ve Tablo 7.5.'te tespit edilmiştir. Toplam yüzey alanı en düşük olan toz ise $2.4 \text{ m}^2/\text{g}$ ile WRA FG olmuştur. Tablo 7.7.'de ticari $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ tozlarının XRF kimyasal bileşimleri paylaşılmıştır. Tablo 7.7.'de P2 tozunun saflık değerinin kütlece %99.29 Al_2O_3 , WRA FG tozunun kütlece %99.51 Al_2O_3 olduğu anlaşılmıştır. CR6, CR30F ve H43M tozlarının ise sırasıyla kütlece %99.69, %99.51 ve %99.42 kimyasal saflığa sahip oldukları görülmektedir.

Tablo 7.7. Ticari alınan P2, WRA FG, CR6, CR30F ve H43M tozlarının XRF sonucu

Bileşenler	P2	WRA FG	CR6	CR30F	H43M
Al_2O_3	99.29	99.51	99.69	99.51	99.42
Na_2O	0.345	0.188	0.085	-	0.073
SiO_2	0.131	0.083	0.077	0.155	0.032
CaO	0.048	0.057	0.025	0.058	0.034
Fe_2O_3	0.186	0.115	0.120	0.276	0.441

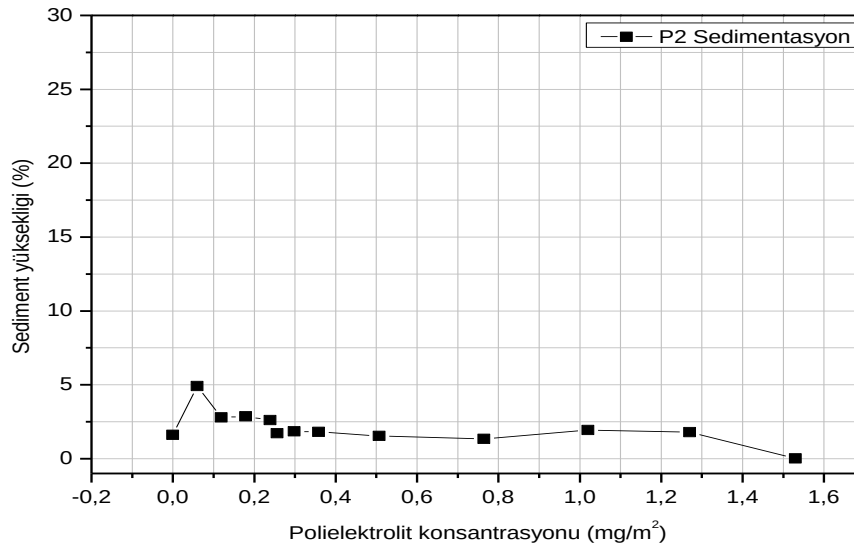
Şekil 7.19.'da ticari ve üretilen $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ tozlarına ait zeta potansiyel analiz sonuçları sunulmuştur. Şekil 7.17.'deki sonuçlar değerlendirildiğinde P2'nin izoelektrik noktasının 7.5, WRA FG'nin 7.45, CR6'nın 8.3, CR30F'in 8.4, H43M'in 8.0 ve üretilen SRG tozunun ise 7.5 olduğu tespit edilmiştir.



Şekil 7.19. Ticari alınan P2, WRA FG, CR6, CR30F, H43M ve üretilen SRG tozlarına ait zeta potansiyeli sonuçları

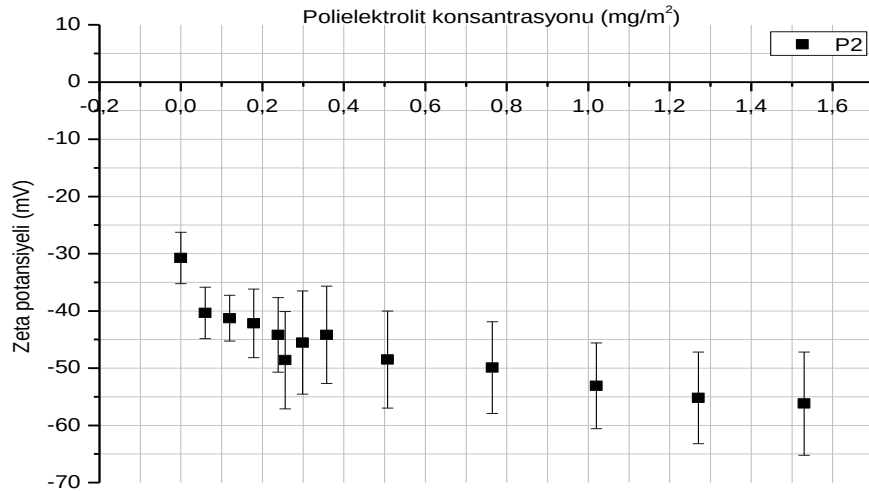
7.2. Üretilen ve Ticari Alınan α -Al₂O₃ Malzemeleri ile Kararlı Süspansiyon Hazırlama Çalışmaları Karakterizasyon Sonuçları

Ticari P2, WRA FG, CR6, CR30F, H43M ve üretilen SRG α -Al₂O₃ tozlarının yüzeylerini kaplayarak askıda kalmalarına yardımcı olması amacıyla 0 ile 1.53 mg/m² miktarları arasında (Tablo 6.1) polielektrolit malzeme (Darvan C-N, Valderbilt, ABD) kullanılarak çeşitli sayılarda sedimantasyon deneyleri yapılmıştır. P2 α -Al₂O₃ tozu kullanılarak gerçekleştirilen sedimantasyon deneyi sonuçları Şekil 7.20.'de paylaşılmıştır. Sonuçlar değerlendirildiğinde, polielektrolit içermeyen birinci örnekte 1 saat sonucundaki çökme miktarı %1.6 olarak ölçülmüştür. Polielektrolit içermeyen bu örnekte partiküllerin askıda kalması, partiküller arası statik kuvvetlerle açıklanabilir. Partikülleri askıda tutan bu statik etkileri görmek için numunelerin zeta potansiyel değerleri ölçülmüştür. Numunelere ait zeta potansiyel sonuçları Şekil 7.21.'de sunulmuştur. Sonuçlar değerlendirildiğinde birinci numuneye ait zeta potansiyeli değerinin -30.7 $\pm$ 4.5 mV olduğu görülmektedir. $\pm$ 30.0 mV zeta potansiyeli değerinin de partikülleri askıda tutmaya yetecek yeterli statik etkiye sahip olduğu bilinmektedir. Birinci numuneye ait bu sonuçlar, partiküllerin birbirlerini statik kuvvetler ile iterek askıda kaldıklarını kanıtlamaktadır.



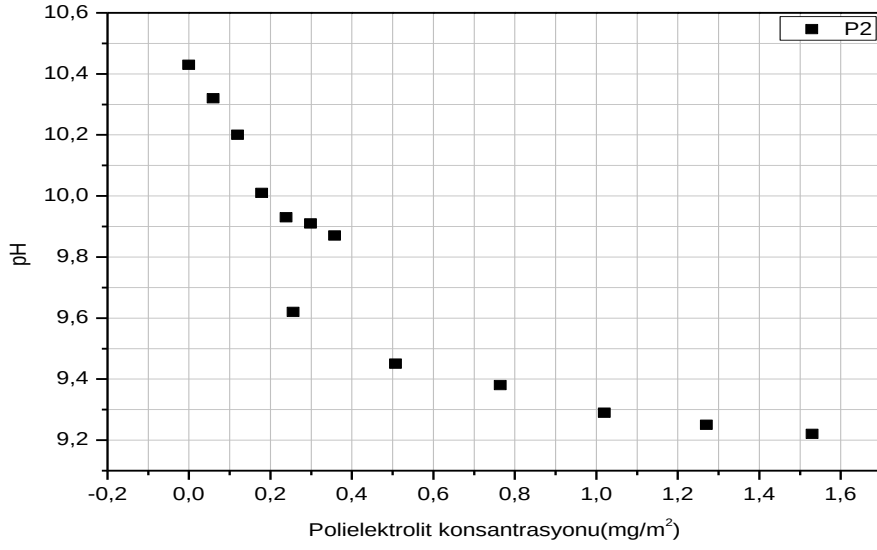
Şekil 7.20. P2 tozuna ait sedimantasyon deneyi sonuçları

Şekil 7.20.'de P2 tozu ile yapılan 2 ile 13 arasındaki sedimentasyon deneylerinde numunelerin hepsinin 1 saat sonunda askıda kaldığı, sediment yüksekliğinin toplam süspansiyon yüksekliğine oranının %5 ile %1 arasında değiştiği görülmektedir. Şekil 7.21.'deki zeta potansiyeli sonuçlarına baktığımızda, bu numuneler için polielektrolit miktarı arttıkça, zeta potansiyeli değerinin doğrusal bir şekilde arttığı görülmektedir. 1.53 mg/m² ile en fazla polielektrolit içeren 13 nolu numunenin -56.2 ±9 mV ile en yüksek zeta potansiyeli değerine ulaştığı ve bu numunenin 1 saat sonunda yaklaşık %1 sediment yüksekliği ile en az çöken numune olduğu açıkça görülmektedir. Sonuçlara göre partikülleri askıda tutan kuvvetlerin polielektrolit katkısı ile statik kuvvetlerden elektrostatik kuvvetlere geçtiği anlaşılmaktadır. Bu etkiyi doğrulamak adına numunelerin sedimentasyon deneyleri öncesi pH değerleri ölçülerek Şekil 7.22.'de sunulmuştur. Şekil 7.22.'de eklenen polielektrolit miktarı ile pH seviyesinin giderek düştüğü görülmektedir.



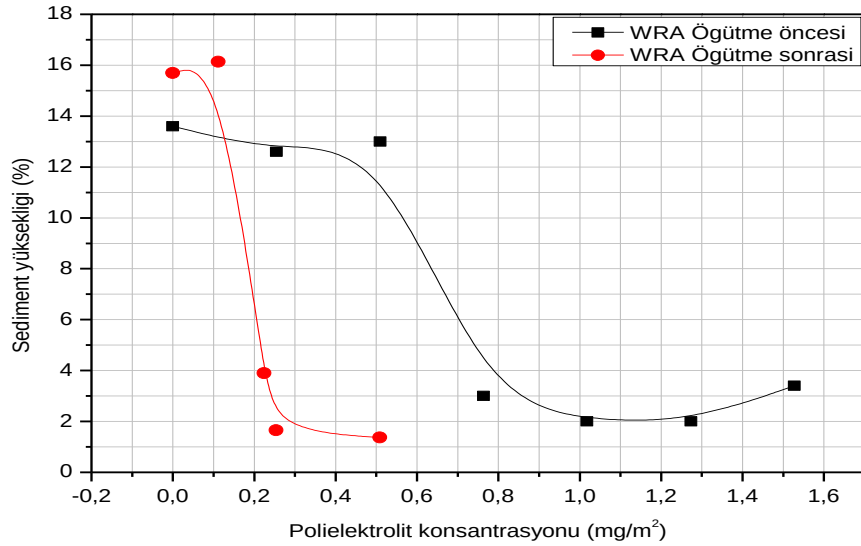
Şekil 7.21. P2 tozu ile oluşturulan süspansiyonlara ait zeta potansiyeli sonuçları

Şekil 7.19.'da pH seviyesinin düşmesi ile P2 tozuna ait zeta potansiyeli değerinin artarak izoelektrik noktasına (7.5 pH, ≈0.00 mV) yaklaştığı görülmektedir. Şekil 7.22.'de ise numunelere ait pH değerinin düşmesine rağmen Şekil 7.21.'de numunelere ait zeta potansiyeli değerlerinin arttığı görülmektedir. Bu sonuçlar değerlendirildiğinde partikülleri askıda tutmaya yardımcı olan partiküller arası etkin olan itme kuvvetlerinin polielektrolit ilavesi ile statik kuvvetlerden elektrosterik kuvvetlere geçtiği açıkça görülmektedir.



Şekil 7.22. P2 tozu ile oluşturulan süspansiyonlara ait pH değerleri

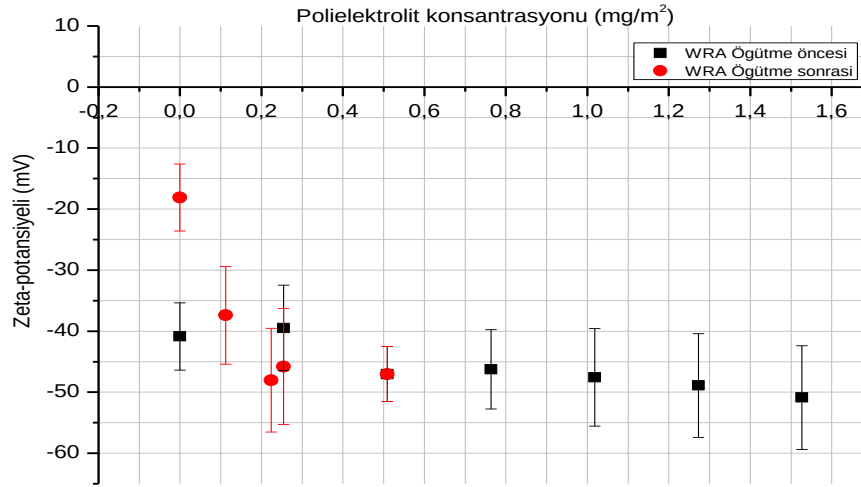
WRA FG α -Al₂O₃ tozu kullanılarak 0 ile 1.53 mg/m² miktarları arasında polielektrolit içeren 7 farklı sedimentasyon deneyi yapılmıştır. Şekil 7.23.'te WRA FG tozu kullanılarak hazırlanan numunelere ait sedimentasyon sonuçları sunulmuştur.



Şekil 7.23. WRA FG tozu ile hazırlanmış süspansiyonlara ait sedimentasyon deneyleri

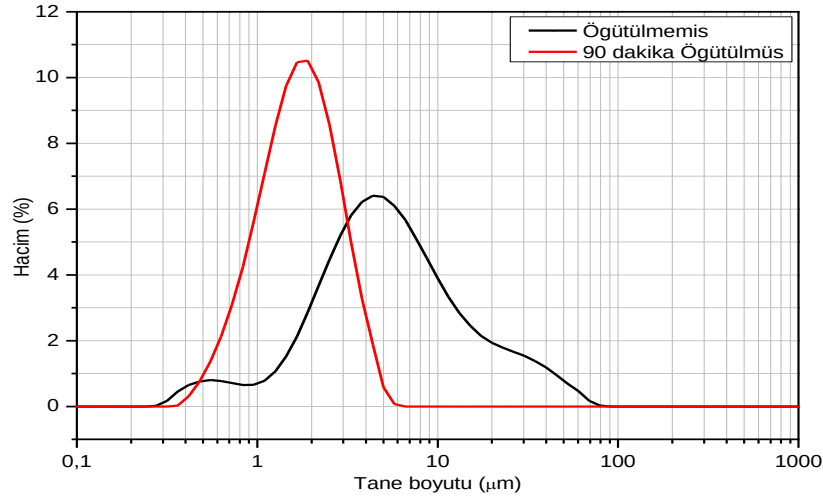
Polielektrolit içermeyen öğütme öncesi 1 nolu numunedeki partiküllerin 1 saat sonunda askıda kalamadığı ve hızlıca çökerek %13.6 sediment yüksekliğine ulaştığı

görülmektedir. Şekil 7.24.'te WRA FG ile hazırlanan süspansiyonlara ait zeta potansiyeli sonuçları paylaşılmıştır.



Şekil 7.24. WRA FG tozu ile hazırlanmış süspansiyonlara ait zeta potansiyeli sonuçları

Sonuçlarda 1 nolu numuneye ait zeta potansiyeli sonucunun -40.9 ± 5.5 mV olduğu anlaşılmaktadır. Sonuca göre partiküllerin askıda kalma bölgesinde (zeta potansiyelinin -30.0 mV'dan daha düşük ve 30 mV'dan daha yüksek) olmasına rağmen WRA FG partiküllerinin hızlıca çöktüğü görülmektedir. Şekil 7.23.'teki öğütme öncesi 2 ve 3 nolu sedimantasyon deneylerinde de partiküllerin askıda kalamayıp 1 saat sonucunda hızlıca çöktüğü görülmektedir. Şekil 7.24.'teki 2 ve 3 nolu numunelere ait zeta potansiyeli sonuçlarının sırasıyla -39.5 ± 7 mV ve -47.0 ± 4.5 mV olmasına rağmen elektrosterik kuvvetlerin partikülleri askıda tutmaya yeterli olmadığı söylenebilir. Bunun sebebi olarak Stoke yasasında belirtilen, çökme hızının (v) ortalama partikül çapının karesi (d^2) oranında artması gösterilebilir (Pashley ve Karaman, 2004). Bu nedenle düşük tane boyutuna sahip tozlar için yeterli olan zeta potansiyeli değerleri tane boyutu yüksek tozları askıda tutmaya yeterli olmayabilir. Bu düşüncenin doğru olup olmadığını anlamak için öğütülen WRA FG tozuna ait tane boyut grafiği Şekil 7.25.'te sunulmuştur. Tozun öğütme öncesi ve öğütme sonrası d_{10} , d_{50} ve d_{90} sonuçları da Tablo 7.8.'de gösterilmiştir. Şekil 7.25.'teki grafik değerlendirildiğinde, toza ait tane boyut dağılımının öğütme sonrası $8.2 \mu\text{m}$ 'den $2.1 \mu\text{m}$ 'ye düştüğü görülmektedir. Tablo 7.8.'deki değerlere bakıldığında ortalama tane boyutunun öğütme ile $4.6 \mu\text{m}$ 'den $1.6 \mu\text{m}$ 'ye düştüğü görülmektedir.



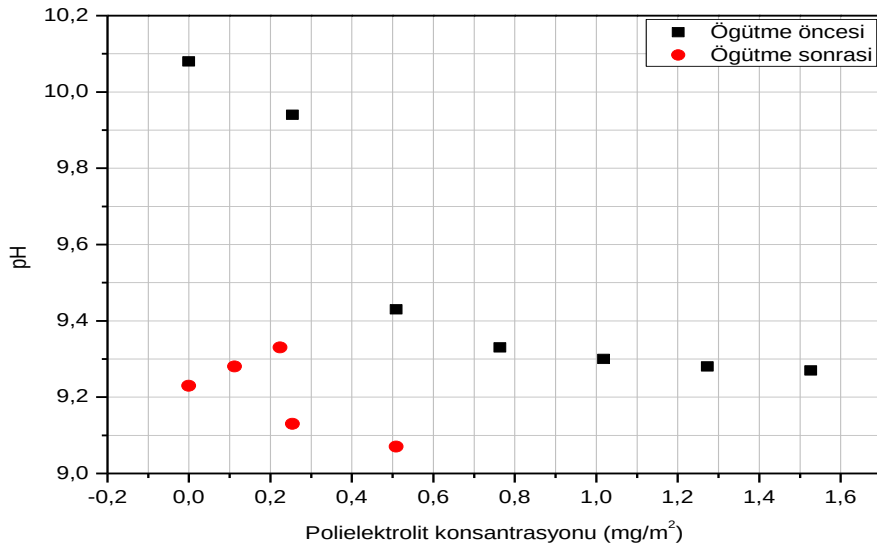
Şekil 7.25. WRA FG tozunun 90 dakika öğütülmesi sonrası tane boyut sonucu

Tablo 7.8. WRA FG tozunun öğütme öncesi ve sonrası d_{10} , d_{50} ve d_{90} değerleri

	$d(0.1) \mu\text{m}$	$d(0.5) \mu\text{m}$	$d(0.9) \mu\text{m}$
WRA (Öğütülmemiş)	1.4	4.6	18.4
WRA (1.5 Saat Öğütülmüş)	0.8	1.6	2.8

Öğütülen WRA FG tozu 0 ile 0.51 mg/m^2 miktarları arasında 5 farklı numune ile tekrar hazırlanarak süspansiyon haline getirilmiş ve sedimantasyon deneyleri yapılmıştır. Şekil 7.23.'te ikinci denemeye ait sonuçlar gösterilmektedir. Sonuçlara göre ortalama tane boyutunun azalması ile 1 ve 2 nolu numunedeki partiküllerin 1 saat sonunda yine askıda kalamayarak çöktükleri sırasıyla %15 ve %16 sediment yüksekliğine sahip oldukları anlaşılmaktadır. Şekil 7.24.'teki ikinci denemeye ait 1 ve 2 nolu numunelerin zeta potansiyeli sonuçları sırasıyla $-18.1 \pm 5.5 \text{ mV}$ ve $37.4 \pm 8 \text{ mV}$ şeklindedir. Zeta potansiyeli değerlerinin partikülleri askıda tutmaya yeterli olmadığı düşünülebilir. Şekil 7.23.'deki öğütme sonrası denemeye ait 3, 4 ve 5 nolu numunelerin ise 1 saat boyunca askıda kaldığı, sediment yüksekliklerinin sırasıyla %3.9, %1.65 ve %1.37 olduğu görülmektedir. Bu numunelere ait zeta potansiyeli sonuçlarının da sırasıyla $-48.0 \pm 8.5 \text{ mV}$, $-45.8 \pm 9.5 \text{ mV}$ ve $-47.0 \pm 4.5 \text{ mV}$ olduğu Şekil 7.24.'te görülmektedir. Bu zeta potansiyeli değerlerinin de partikülleri askıda tutmaya yeterli olduğu görülmüştür. Sonuç olarak öğütme öncesi denemedeki 1, 2 ve 3 nolu süspansiyonların zeta potansiyel değerleri -30 mV 'tan yüksek olsa bile, içerisinde bulunan partiküllerin tane boyutunun

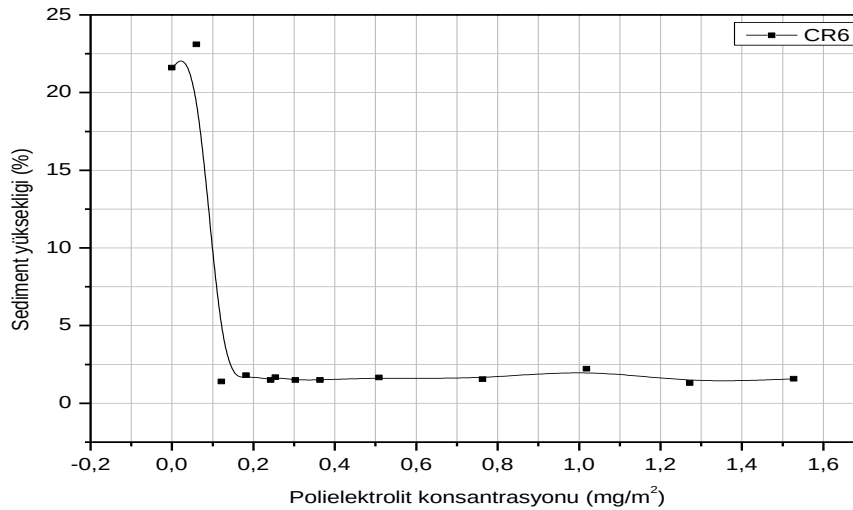
yüksek olması, askıda kalmalarını engellemiştir. Şekil 7.23.'te görüldüğü üzere öğütme sonrası denemede tane boyutunun düşürülmesi ile 3, 4 ve 5 nolu süspansiyonların 1 saat boyunca askıda kalarak çökmeleri bu tezimizi kanıtlar niteliktedir. Şekil 7.23.'te öğütme öncesi denemeye ait 4, 5, 6 ve 7 nolu süspansiyonlar askıda kaldıkları görülmektedir. Bu süspansiyonlara ait zeta potansiyeli değerleri sırasıyla -46.3 ± 6.5 mV, -47.6 ± 8 mV, -48.9 ± 8.5 mV ve -50.9 ± 8.5 mV şeklindedir. Bu sonuçlara göre öğütülmemiş WRA FG partiküllerini askıda tutmak için zeta potansiyeli değerinin yaklaşık -47 mV'dan yüksek olması gerektiği çıkarılabilir. Şekil 7.26.'da WRA FG ile hazırlanmış süspansiyonlara ait pH grafiği sunulmuştur. Grafiğe göre öğütme öncesi polielektrolit miktarı ile pH seviyesinin düştüğü görülmektedir. Şekil 7.19.'da paylaşılan WRA FG'ye ait pH-zeta potansiyel ilişkisi grafiğinde, düşen pH seviyesi ile zeta potansiyelin arttığı ve izoelektrik noktaya (7.5 pH, ≈ 0.00 mV) ulaştığı görülmektedir. Şekil 7.24.'de ise polielektrolit ilavesi ile pH seviyesinin düşmesine rağmen zeta potansiyelinin arttığı görülmektedir. Bunun da polielektrolit malzemesinin WRA FG partiküllerini kaplayarak, eksi yükle yüklediği ve partiküller arası elektrosterik bir itme kuvveti yarattığının kanıtı olarak gösterilebilir.



Şekil 7.26. WRA FG tozu kullanılarak oluşturulan süspansiyonlara ait pH sonuçları

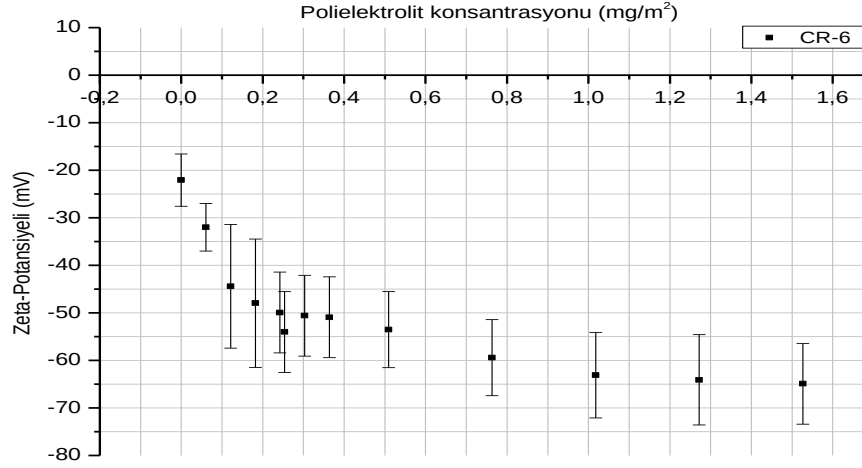
Ticari CR6 α -Al₂O₃ tozu kullanılarak yapılan sedimentasyon deneylerine ait sonuçlar Şekil 7.27.'de paylaşılmıştır. Yapılan deneyde 1 ve 2 nolu numunelerin askıda

kalamayarak 1 saat sonunda sediment yüksekliğinin sırasıyla %21.6 ve %23.1 olduğu görülmüştür. Numunelerin Şekil 7.28.'deki zeta potansiyel değerlerine baktığımızda 1 nolu numune için -22.1 ± 5.5 mV, 2 nolu numune için de -32.0 ± 5 mV olduğu görülmektedir. Numunelerin zeta potansiyelleri partiküllerin askıda kalması için gereken kritik değerinden (-30 mV) düşük ve çok yakın olduğu görülmektedir. Bu sebeple 1 nolu numune için elektrostatik 2 nolu numune için elektrosterik kuvvetlerin yeterli olmadığı söylenebilir. Şekil 7.27.'de gösterilen 3 ile 13 arasındaki bütün numuneler 1 saat boyunca askıda kalarak, sediment yükseklikleri %1.4 ile %2.22 arasında değer almıştır. Şekil 7.28.'deki sonuçlara bakıldığında askıda kalan 3 ve 13 arasındaki numunelerin zeta potansiyelleri -44.4 ± 13 mV'tan başlayarak -65.0 ± 8.5 mV değerine doğru artmıştır. Bütün bu zeta potansiyel değerleri kritik değer olan -30.0 mV'tan yüksek olduğu görülmektedir.

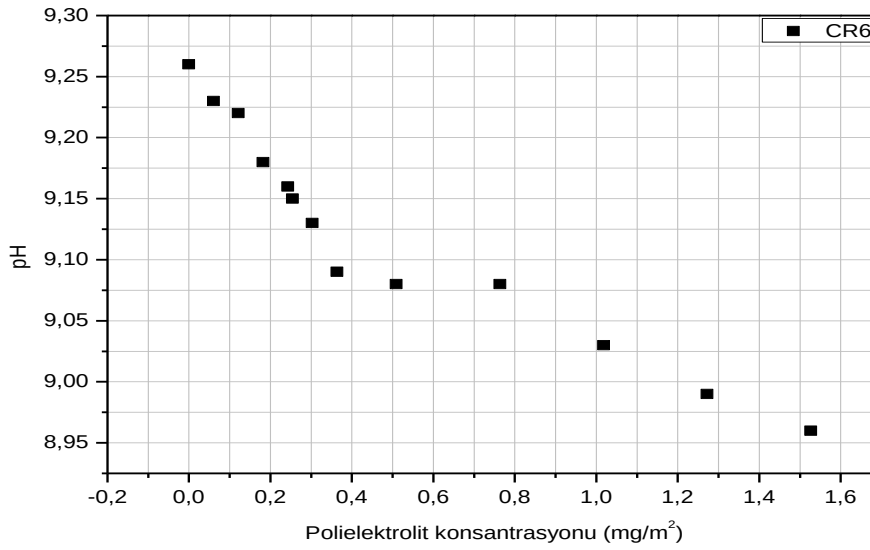


Şekil 7.27. CR6 tozu ile gerçekleştirilen sedimentasyon deneyleri

Şekil 7.29.'da CR6 tozu ile hazırlanan süspansiyonlara ait pH sonuçları paylaşılmıştır.



Şekil 7.28. CR6 ile hazırlanan süspansiyonlara ait zeta potansiyeli sonuçları

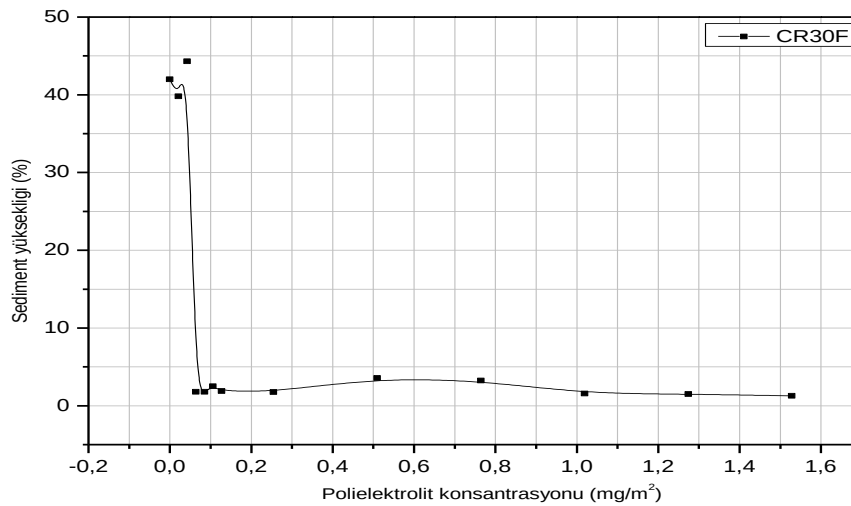


Şekil 7.29. CR6 tozu ile hazırlanan süspansiyonlara ait pH grafiği

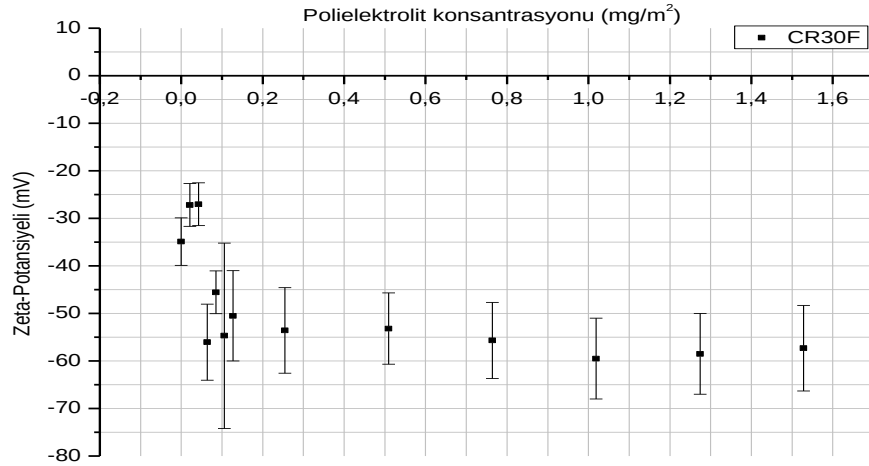
Sonuçlara göre süspansiyonlara ait pH değerlerinin yaklaşık 8.9 ile 9.3 arasında değiştiği görülmektedir. Şekil 7.19.'da yer alan pH-zeta potansiyeli grafiğinde bu değerlere karşılık gelen polielektrolit içermeyen zeta potansiyeli değerlerinin -10.0 mV ile -20.0 mV aralığında olduğu, polielektrolit ilavesi ile Şekil 7.28.'deki zeta potansiyeli değerlerinin -65.0 ± 8.5 mV değerine kadar yükseldiği görülmektedir. Bu verilere göre

polielektrolit malzemesinin partiküllerin yüzeyi kaplayarak eksi yükü yüklediği sonucuna varılmaktadır.

CR30F α -Al₂O₃ tozu ile hazırlanan süspansiyonlara ait sedimentasyon deneyleri Şekil 7.30.'da sunulmuştur. Şekildeki verilere göre 1, 2 ve 3 nolu numunelerin 1 saat içerisinde askıda kalamadıkları ve hızlıca çökerek toplam süspansiyon yüksekliğinin sırasıyla %42.0 %39.8 ve %44.3'ünde çökelti oluşturdukları gözlemlenmiştir. Şekil 7.31.'de paylaşılan zeta potansiyeli sonuçlarına göre 1, 2 ve 3 nolu numunelerin sırasıyla -34.9 ± 5 mV, -27.2 ± 4.5 mV ve -27.03 ± 4.5 mV değer aldıkları görülmüştür. Bu değerlerin partikülleri askıda tutmaya yeterli olan -30.0 mV değerine çok yakın ve yüksek oldukları görülmüştür. Bu sebep ile partiküllerin askıda kalamayıp çökelti oluşturdukları düşünülmüştür. Şekil 7.30.'da paylaşılan diğer numunelere ait sonuçları değerlendirdiğimizde 3 ile 13 arasındaki numunelerin 1 saat sonunda askıda kalarak toplam süspansiyon yüksekliğinin %1.3 ile %3.5 aralığında çökelti oluşturduğu görülmüştür. Bu numunelere ait zeta potansiyeli sonuçları değerlendirildiğinde, bütün numunelerin zeta potansiyel değerleri -45.6 ± 4.5 mV ile 59.5 ± 8.5 mV aralığındadır. Bu değerler partiküllerin askıda kalma bölgesi (<-30.0 mV) içerisinde yer almaktadır.

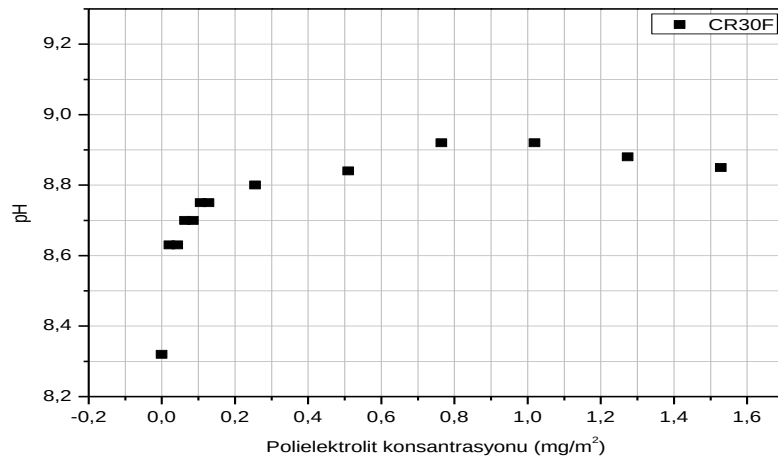


Şekil 7.30. CR30F ile hazırlanan süspansiyonlara ait sedimentasyon sonuçları



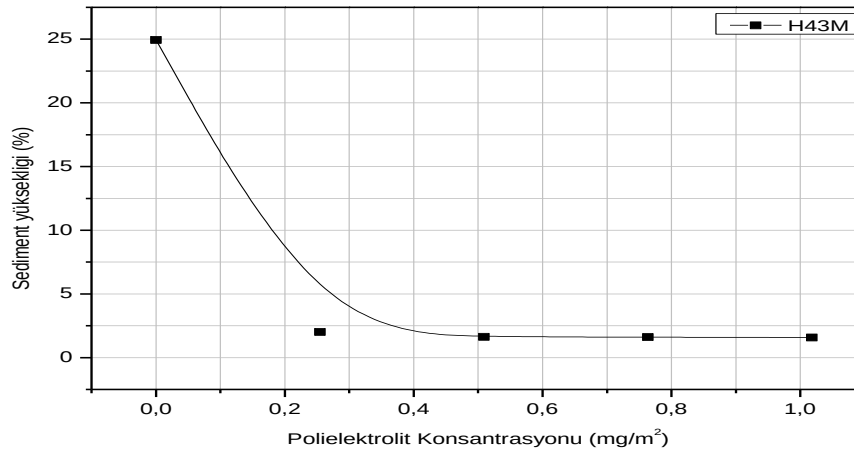
Şekil 7.31. CR30F ile hazırlanan süspansiyonlara ait zeta potansiyeli sonuçları

Şekil 7.32.'de CR30F ile hazırlanan süspansiyonlara ait pH sonuçları paylaşılmıştır. Sonuçlara göre polielektrolit içermeyen numunenin 8.3 pH' sahip olduğu, polielektrolit içeren numunelerin ise 8.6 ile 8.8 pH aralığında olduğu görülmektedir. Şekil 7.19.'da CR30F tozuna ait polielektrolit içermeyen zeta potansiyeli sonuçlarına göre, bu pH değerleri arasında zeta potansiyelinin -2.0 ile -14.0 arasında olduğu görülmektedir. Polielektrolit ilavesi ile bu pH aralığındaki zeta potansiyeli değerleri Şekil 7.31.'de görüldüğü üzere -59.5 ± 8.5 mV değerine kadar yükselmiştir. Bu sayede elektrosterik kuvvetler yardımı ile partiküller birbirlerini iterek askıda kalmışlardır.

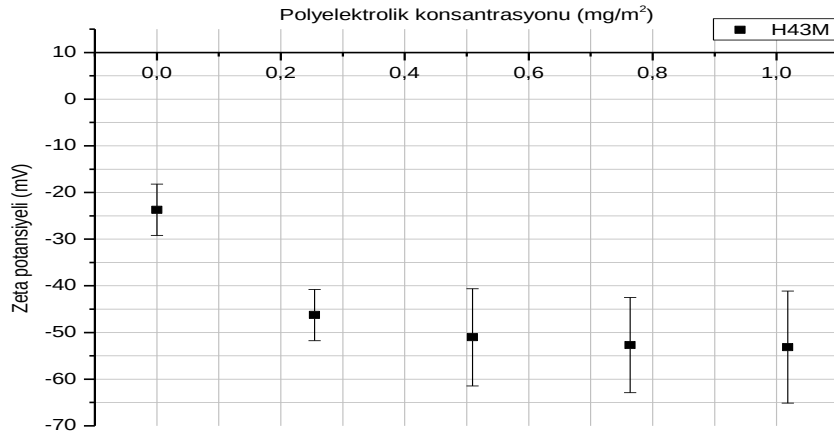


Şekil 7.32. CR30F tozu ile hazırlanan süspansiyonlara ait pH sonuçları

$\text{Al}(\text{OH})_3$ fazında ticari olarak alınıp, 1300 °C de 1 saat kalsine edilerek $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ fazına dönüştürüldükten sonra sedimentasyon deneyleri yapılan H43M tozuna ait 1 saat sonundaki çökme deneyleri Şekil 7.33.'te sunulmuştur. Polielektrolit içermeyen 1 nolu numunedeki partiküllerin 1 saat sonunda askıda kalamayıp toplam süspansiyon yüksekliğinin %25'inde çökelti oluşturdukları görülmektedir. Şekil 7.34.'te H43M tozu hazırlanan süspansiyonlara ait zeta potansiyeli sonuçlar paylaşılmıştır. 1 nolu numunenin -23.7 ± 5.5 mV zeta potansiyeline sahip olduğu, bu değer ile partikülleri askıda tutmaya yetecek yeterli itme kuvvetine sahip olmadığı görülmüştür. Şekil 7.33.'te 0.25 mg/m^2 polielektrolit içeren 2 nolu süspansiyonundaki partiküllerin 1 saat sonunda askıda kalarak toplam süspansiyon yüksekliğinin yalnızca %2'lik kısmında çökelti oluşturdukları görülmektedir. 2 nolu numunenin Şekil 7.34.'teki grafikte 2 nolu numunenin -46.3 ± 5.5 mV zeta potansiyeli değerine sahip olduğu görülmektedir. Bu zeta potansiyeli değerinin partiküllerin askıda kalmasına yetecek miktarda itme kuvveti oluşturduğu anlaşılmaktadır. Şekil 7.33.'te sırasıyla 0.51 mg/m^2 , 0.76 mg/m^2 ve 1.01 mg/m^2 polielektrolit içeren 3, 4 ve 5 nolu numunelerdeki partiküllerin 1 saat sonunda askıda kalarak, çökelti miktarının polielektrolit artışıyla %1.6 den %1.5'e düştüğü görülmektedir.

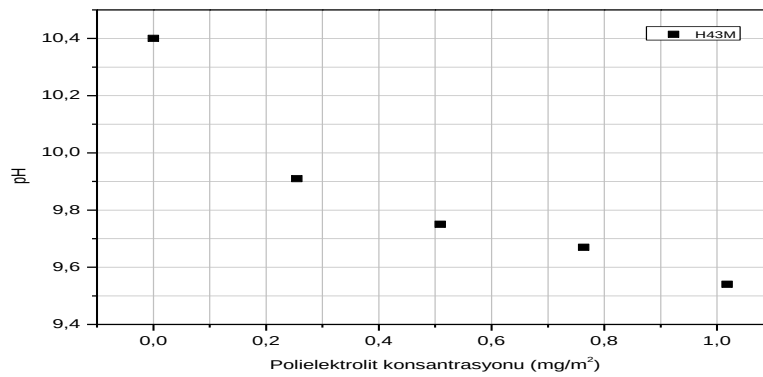


Şekil 7.33. H43M tozu ile hazırlanan süspansiyonlara ait sedimentasyon sonuçları



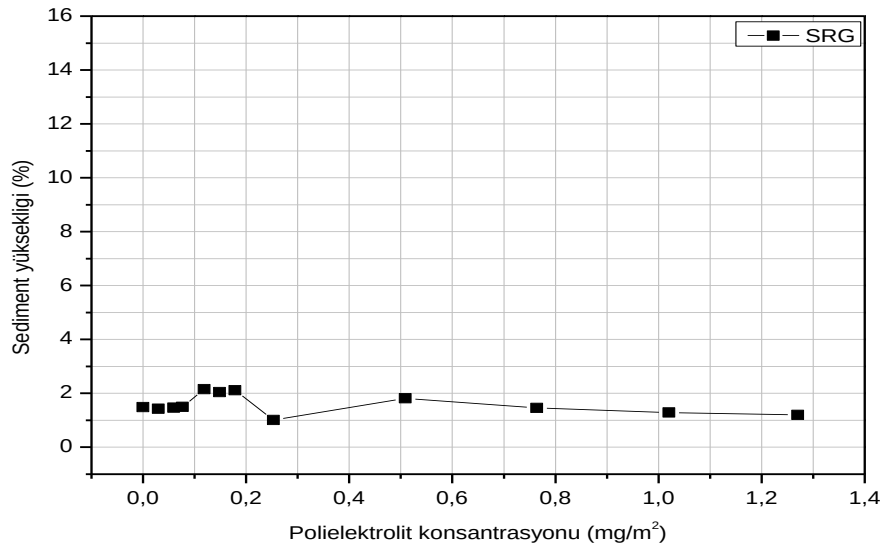
Şekil 7.34. H43M tozu ile hazırlanan süspansiyonlara ait zeta potansiyeli sonuçları

Şekil 7.34.'te 3, 4 ve 5 nolu numunelerin zeta potansiyel değerlerinin sırasıyla -51.0 $\pm$ 10.4 mV, -52.7 $\pm$ 10.2 mV ve -53.1 $\pm$ 12 mV olduğu görülmektedir. Bu zeta potansiyel değerlerinin partikülleri askıda tutmaya yetecek yeterli itme kuvveti yarattığı görülmektedir. Şekil 7.35.'te H43M ile hazırlanan süspansiyonların pH değerleri sunulmuştur. H43M tozu ile hazırlanan 2, 3, 4 ve 5 nolu numunelerin sırasıyla pH değerleri polielektrolit ilavesiyle düştüğü görülmektedir. Şekil 7.19.'da H43M tozuna ait izoelektrik noktasını gösteren grafikte pH'nın 9.5 ile 10 olduğu bölgede zeta potansiyel değerinin -17 mV ile -25 mV arasında değiştiği görülmektedir. Şekil 7.34. ve 7.35.'teki veriler değerlendirildiğinde ise polielektrolit miktarının artmasıyla pH seviyesinin düştüğü buna rağmen zeta potansiyelinin artarak -53.1 $\pm$ 12 mV değerine ulaştığı görülmektedir. Kısaca polielektrolit ilavesi ile H43M partiküllerinin negatif yüklerle kaplanarak askıda kalmalarını yardımcı olacak itme kuvvetinin sağlandığı görülmektedir.



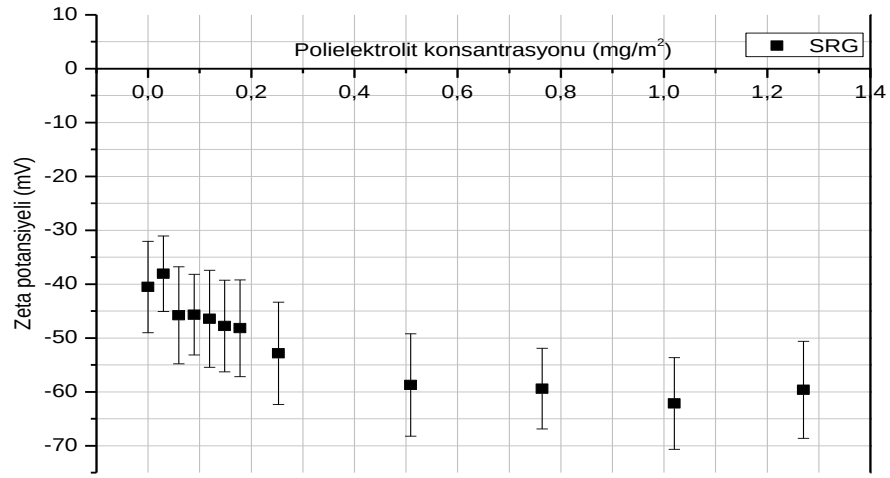
Şekil 7.35. H43M tozu ile hazırlanan süspansiyonlara ait pH sonuçları

Üretilen SRG $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ tozu ile hazırlanan süspansiyonların sedimentasyon sonuçları 7.36.'te sunulmuştur. Şekil 7.36.'daki sonuçlar değerlendirildiğinde bütün numunelerin 1 saat sonunda askıda kaldıkları görülmüştür. Şekil 7.37.'de gösterilen numunelere ait zeta potansiyeli sonuçlarına göre bütün numunelerin zeta potansiyelleri partikülleri askıda tutmaya yetecek yeterli elektrosterik kuvvete sahip olduğu görülmektedir. Şekil 7.36'da gösterilen 1 nolu numunede bulunan partiküller polielektrolit içermemesine rağmen askıda kaldıkları görülmüştür. Bunun sebebi Şekil 7.37.'de gösterilen zeta potansiyelinin -40.5 ± 8.5 mV değer olarak partiküller arası statik itme kuvveti yaratmasıdır.

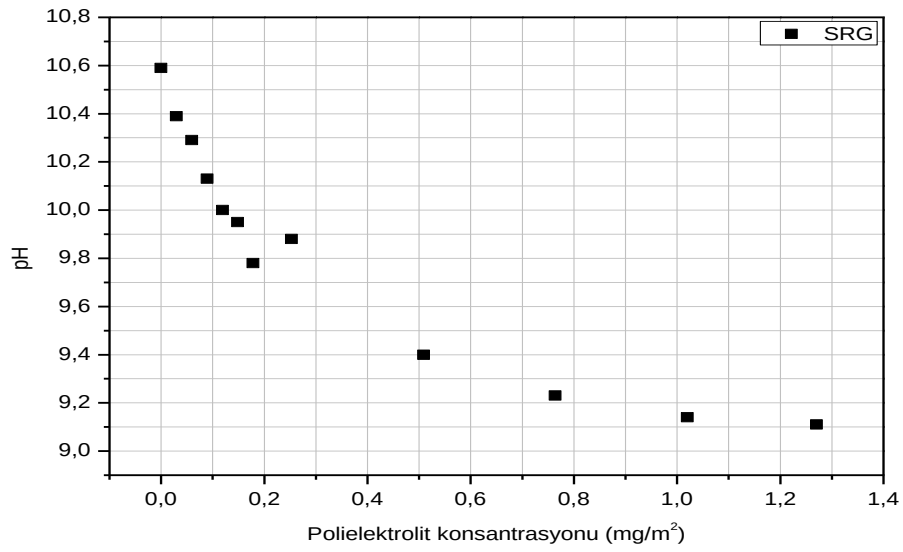


Şekil 7.36. SRG tozu ile hazırlanan süspansiyonların sedimentasyon sonuçları

Polielektrolit içeren bütün numunelerdeki partiküller -48.0 mV üzerinde zeta potansiyel değerine sahip olarak elektrosterik kuvvetler ile askıda kalmışlardır. Şekil 7.38.'de SRG tozu ile hazırlanan süspansiyonlara ait pH sonuçları verilmiştir. Sonuçlar değerlendirildiğinde pH değerlerinin polielektrolit ilavesi ile 10.59'dan 9.11'e doğru düştüğü görülmüştür. Polielektrolit ilavesi olmadan düşen pH seviyesi ile zeta potansiyelinin arttığı Şekil 7.19.'da görülmektedir. Polielektrolit ilavesi ile pH seviyesinin düşmesine rağmen zeta potansiyelinin de düştüğü Şekil 7.37.'de gösterilmiştir. Bu sonuçlar polielektrolit malzemesinin partiküllerin yüzeyini kaplayarak eksi yükle yüklediğini göstermektedir.



Şekil 7.37. SRG tozu ile hazırlanan süspansiyonların zeta potansiyel sonuçları



Şekil 7.38. SRG tozu ile hazırlanan süspansiyonların pH sonuçları

7.3. Hazırlanan Kararlı Süspansiyonlar Kullanılarak Boyalı Metal Yüzeylerin Parlatılması

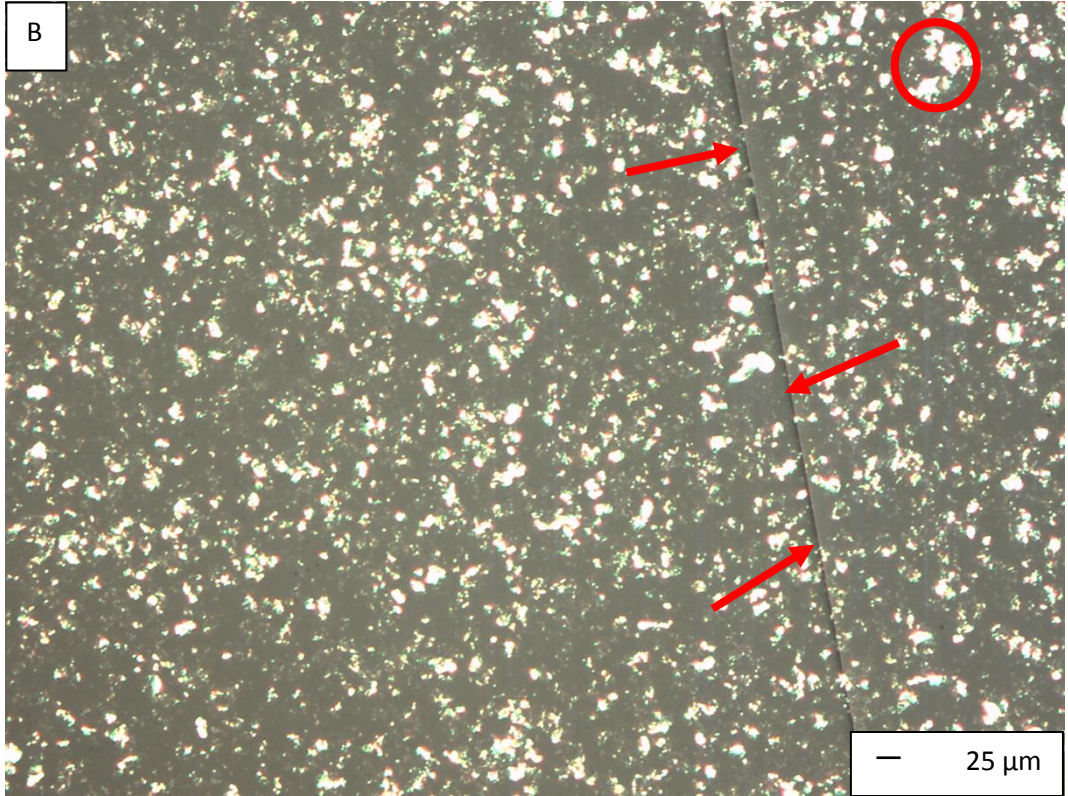
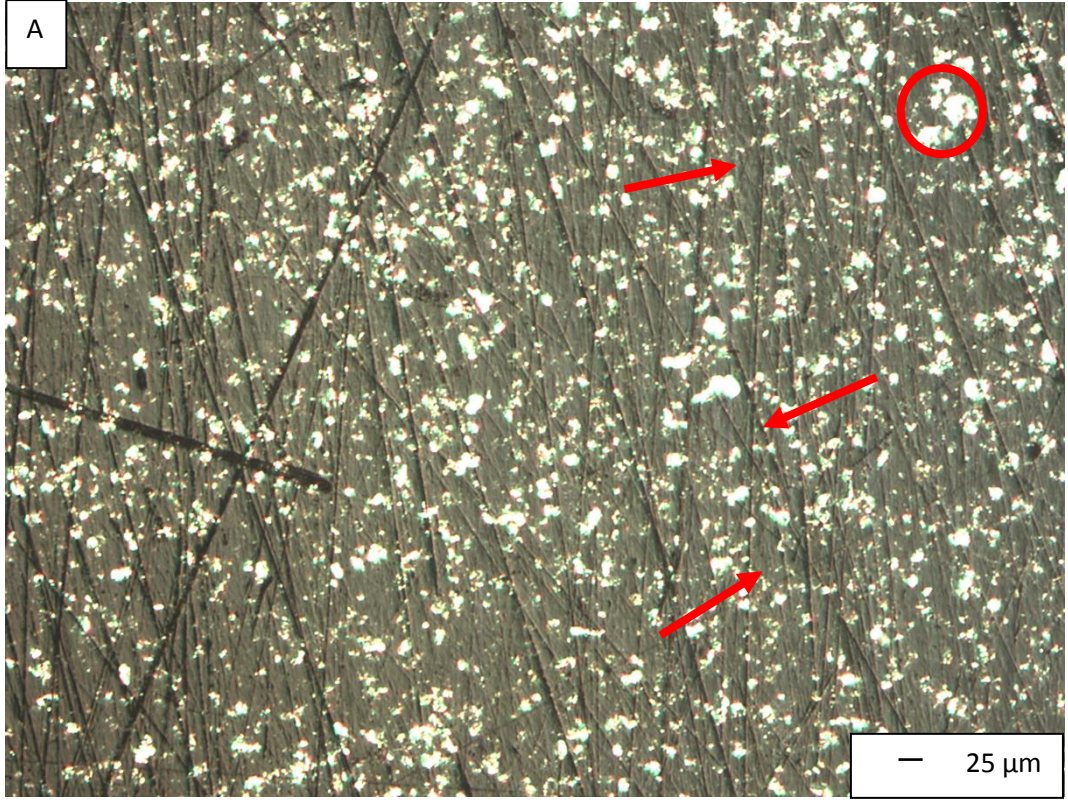
7.3.1. Ticari ve üretilen α -Al₂O₃ kullanılarak %25 katı oranında hazırlanan süspansiyonlar ile numune yüzeylerinin parlatılması

Ticari P2 kullanılarak hazırlanan %25 katı içerikli süspansiyonlar ile parlatılmış 3 farklı numuneye ait parlatma sonuçları Tablo 7.9.'da gösterilmiştir.

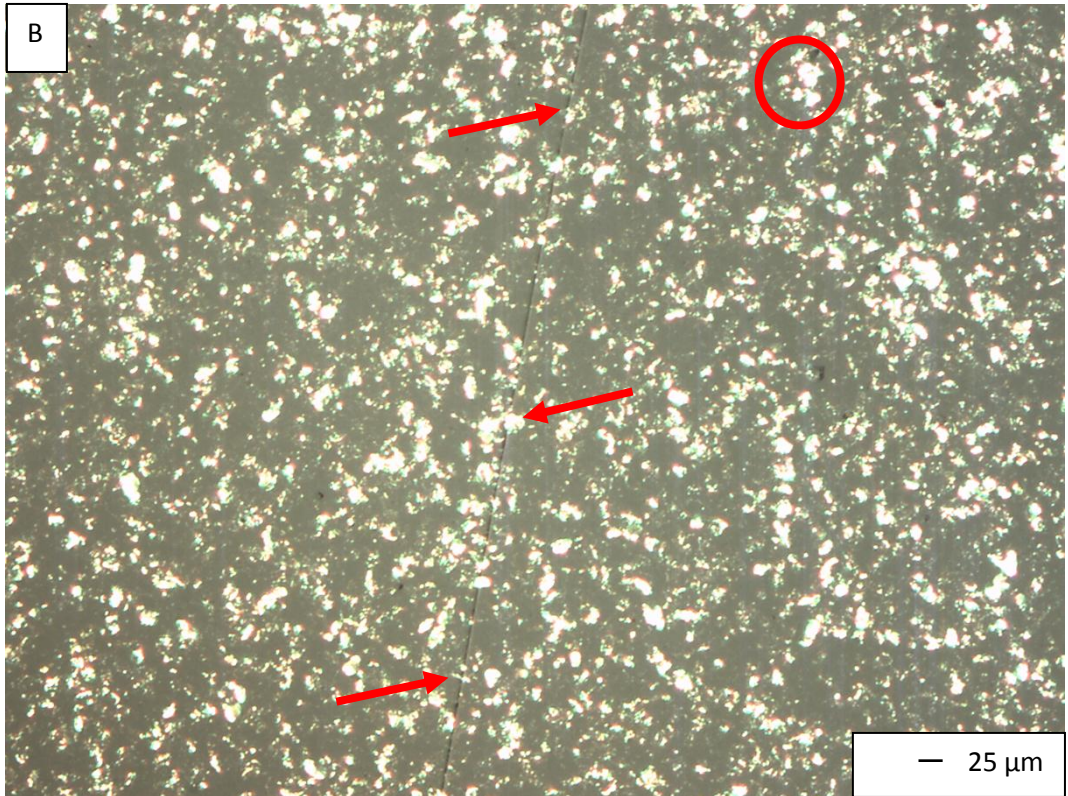
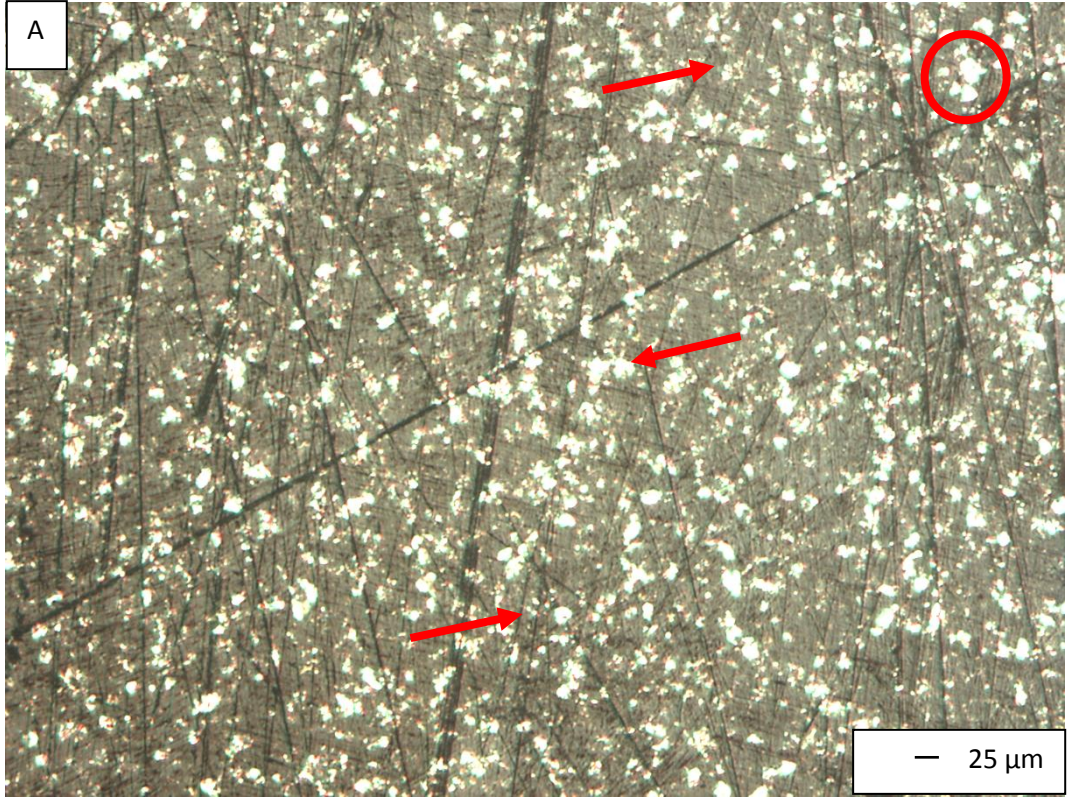
Tablo 7.9. P2 süspansiyonları ile parlatılmış numunelere ait pürüzlülük sonuçları

No:	Süspansiyon	Parlatma Öncesi Yüzey Pürüzlülüğü (μ m)	Parlatma Sonrası Yüzey Pürüzlülüğü (μ m)	Pürüzlülük Gelişme Miktarı (%)
1	P2	0,102 $\pm$ 0,040	0,021 $\pm$ 0,006	79,4
2	P2	0,083 $\pm$ 0,021	0,033 $\pm$ 0,019	60,2
3	P2	0,095 $\pm$ 0,018	0,019 $\pm$ 0,004	80,0

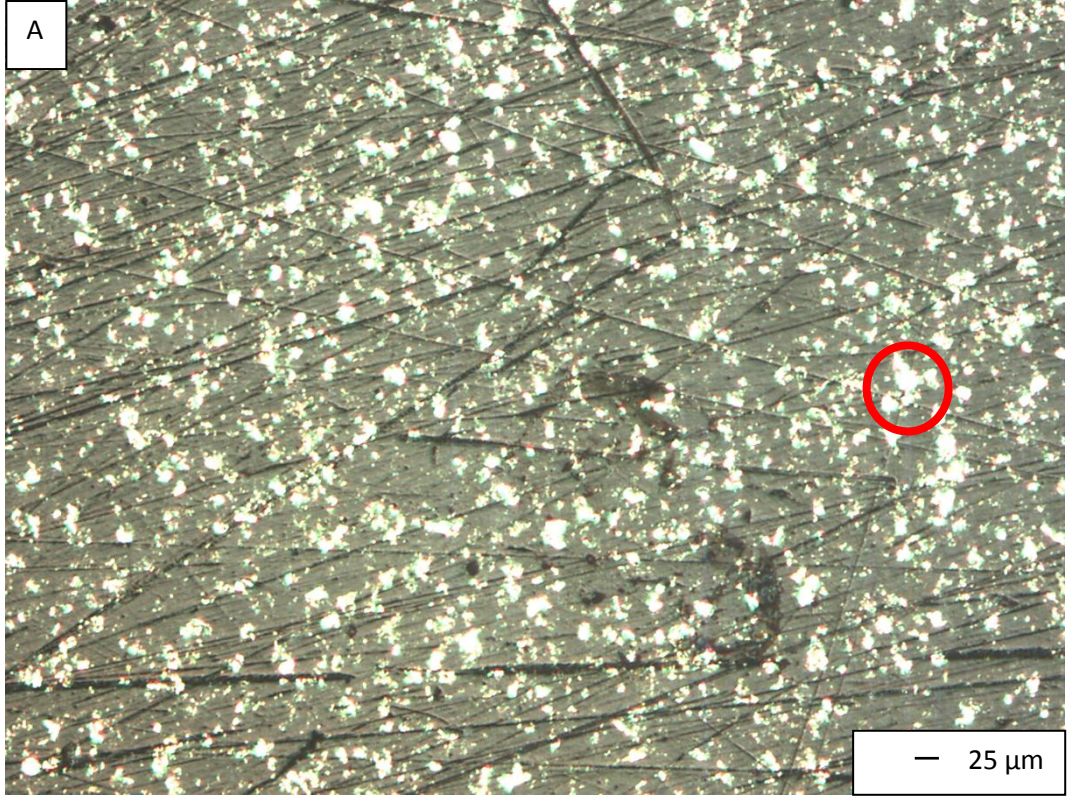
Tablo 7.9.'da sunulan parlatma sonuçları değerlendirildiğinde P2 süspansiyonu ile parlatılmış 1, 2 ve 3 nolu numunelerin parlatma öncesi 0.102, 0.083, 0.095 μ m olan ortalama yüzey pürüzlülükleri sırasıyla 0.021, 0.033, 0.019 μ m seviyelerine düşürülmüştür. Parlatma işlemi uygulandıktan sonra ölçülen pürüzlülük hata payı 1 ve 3 nolu numuneler için $\pm$ 0.040 ve 0.018 μ m seviyelerinden sırasıyla 0.006 ve 0.004 μ m seviyelerine düşürülerek daha homojen bir yüzey kalitesi elde edildiği Tablo 7.9.'da görülmektedir. 2 nolu numuneye ait ölçülen pürüzlülük hata payının ise parlatma işlemi ile çok geliştiremediği görülmektedir. Parlatma işlemi ile yüzey pürüzlülüğünün 1, 2 ve 3 nolu numune için sırasıyla %79.4, %60.2 ve %80.0 oranında geliştirildiği görülmektedir. 2 nolu numunenin yüzey pürüzlülüğünün %60 ile en az olmasının sebebi, pürüzlülük hata oranının geliştirilememesi gösterilebilir. P2 süspansiyonu ile parlatılan 1 nolu numuneye ait parlatma öncesi ve sonrasına ait ışık mikroskobu görüntüleri Şekil 7.39'da paylaşılmıştır. Paylaşılan görüntülerde çiziklerin giderilerek yüzey kalitesinin önemli ölçüde geliştirildiği görülmektedir. Şekil 7.39. (b)'deki görüntülerde kırmızı oklar ile gösterilen çizik dikkatle incelendiğinde, parlatma öncesi Şekil 7.39. (a)'daki görüntülerde yer almadığı anlaşılmaktadır. Bu çiziklerin parlatma esnasında P2 tozunun içinde bulunan iri partiküllerden kaynaklandığı düşünülmektedir. Şekil 7.39.'da P2 ile parlatılan 2 nolu numuneye ait görüntüler paylaşılmıştır. Parlatma öncesi görüntülerde yer alan çiziklerin parlatma işlemi ile giderildiği görülmektedir. Şekil 7.39. (b)'deki parlatma sonrası görüntülerde yer alan çiziklerin ise, 7.38. (a)'daki parlatma sonrası görüntülerinde yer almadığı görülmektedir.



Şekil 7.39. P2 süspansiyonu ile parlatılan 1 nolu numuneye ait (a) parlatma öncesi (b) parlatma sonrası ışık mikroskobu görüntüleri



Şekil 7.40. P2 süspansiyonu ile parlatılan 2 nolu numuneye ait (a) parlatma öncesi (b) parlatma sonrası ışık mikroskobu görüntüleri



Şekil 7.41. P2 süspansiyonu ile parlatılan 3 nolu numuneye ait (a), (c), (e) parlatma öncesi (b), (d), (f) parlatma sonrası ışık mikroskobu görüntüleri

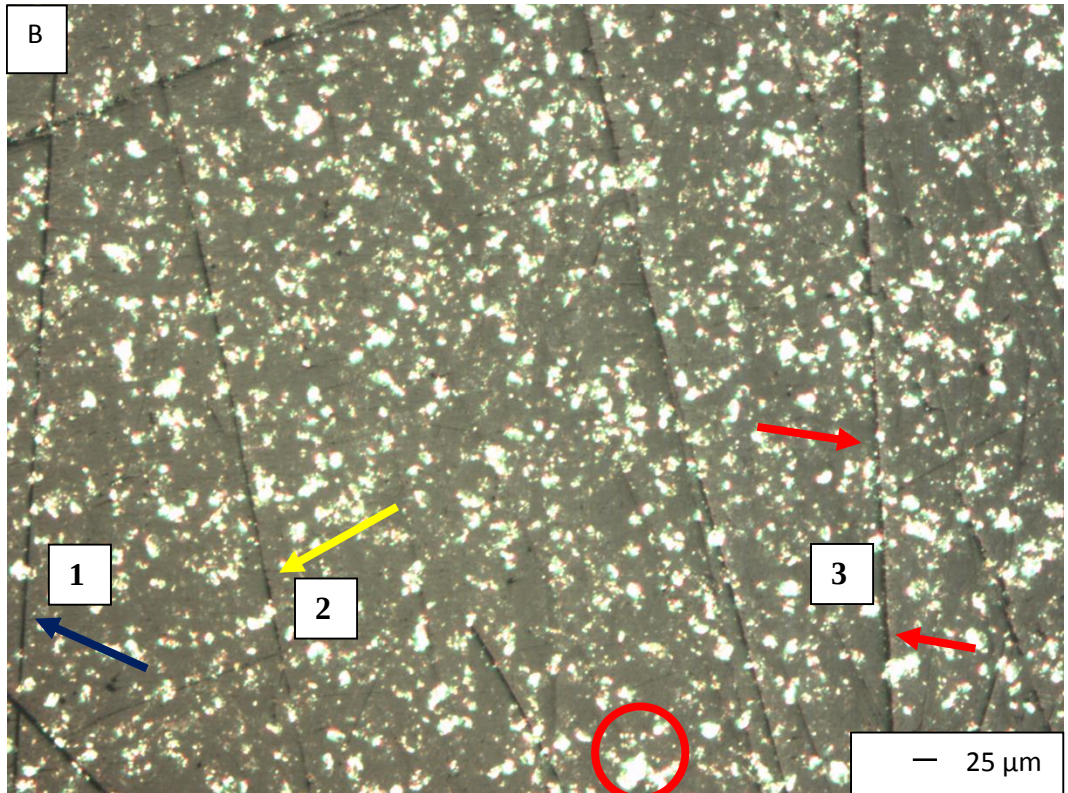
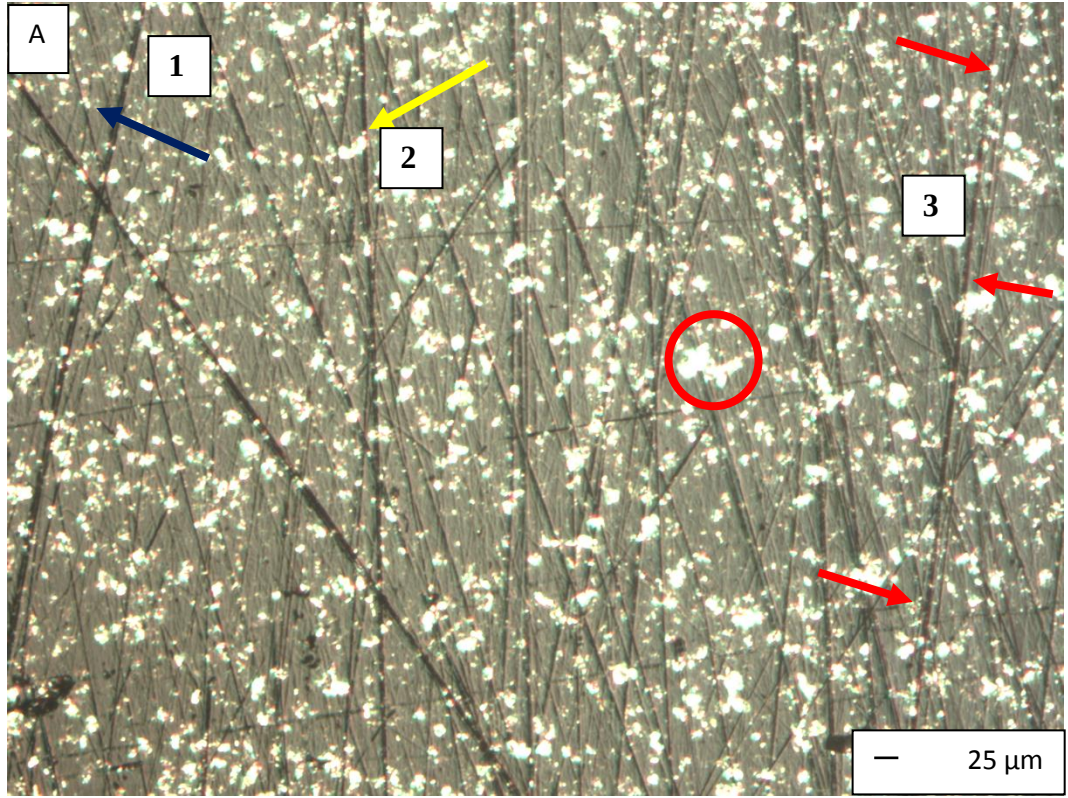
Şekil 7.41.'de P2 süspansiyonu ile parlatılmış 3 nolu numuneye ait ışık mikroskobu görüntüleri sunulmuştur. Şekil 7.41. (b)'deki parlatma sonrasına ait görüntü incelendiğinde, (a) daki parlatma öncesi görüntüde yer alan çiziklerin tamamının giderildiği görülmektedir. 3 nolu numunenin yüzeyinde 1 ve 2 nolu numunedeki gibi parlatma sırasında herhangi bir çizik oluşmadığı görülmektedir. Parlatma öncesine ait bütün çiziklerin giderilmesi ve parlatma esnasında yeni çiziklerin oluşmaması ile 3 nolu numunenin yüzey pürüzlülüğü %80 oranında geliştirilmiştir.

Ticari WRA FG kullanılarak hazırlanan %25 katı içerikli süspansiyonlar ile parlatılmış 3 farklı numuneye ait parlatma sonuçları Tablo 7.10.'da gösterilmiştir.

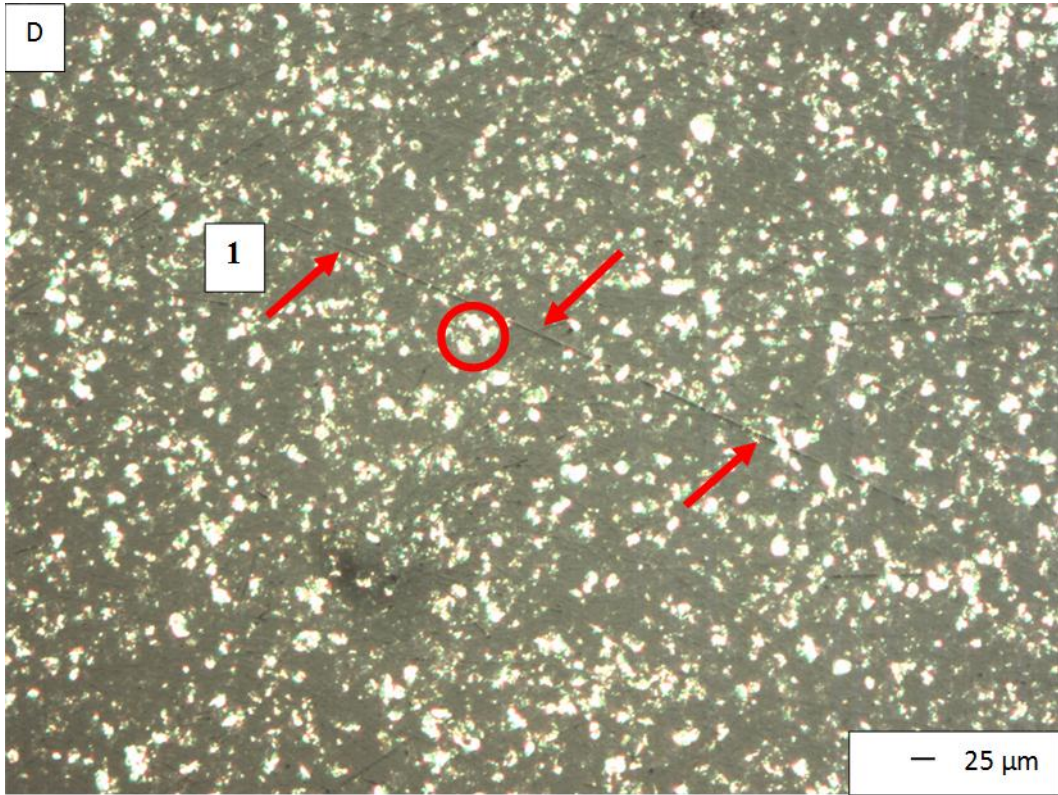
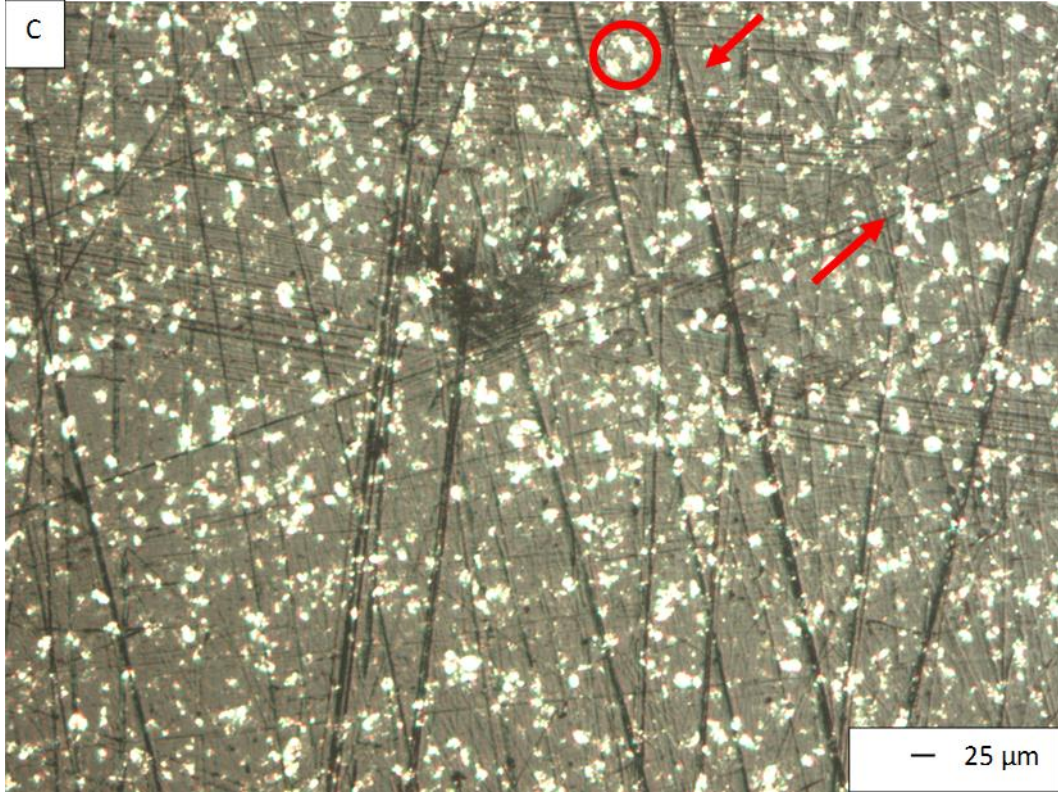
Tablo 7.10. WRA FG süspansiyonları ile parlatılmış numunelere ait pürüzlülük sonuçları

No:	Süspansiyon	Parlatma Öncesi Yüzey Pürüzlülüğü (μm)	Parlatma Sonrası Yüzey Pürüzlülüğü (μm)	Pürüzlülük Gelişme Miktarı (%)
1	WRA FG	0,096 $\pm$ 0,035	0,033 $\pm$ 0,013	65,6
2	WRA FG	0,084 $\pm$ 0,020	0,024 $\pm$ 0,004	71,4
3	WRA FG	0,104 $\pm$ 0,035	0,027 $\pm$ 0,010	74,0

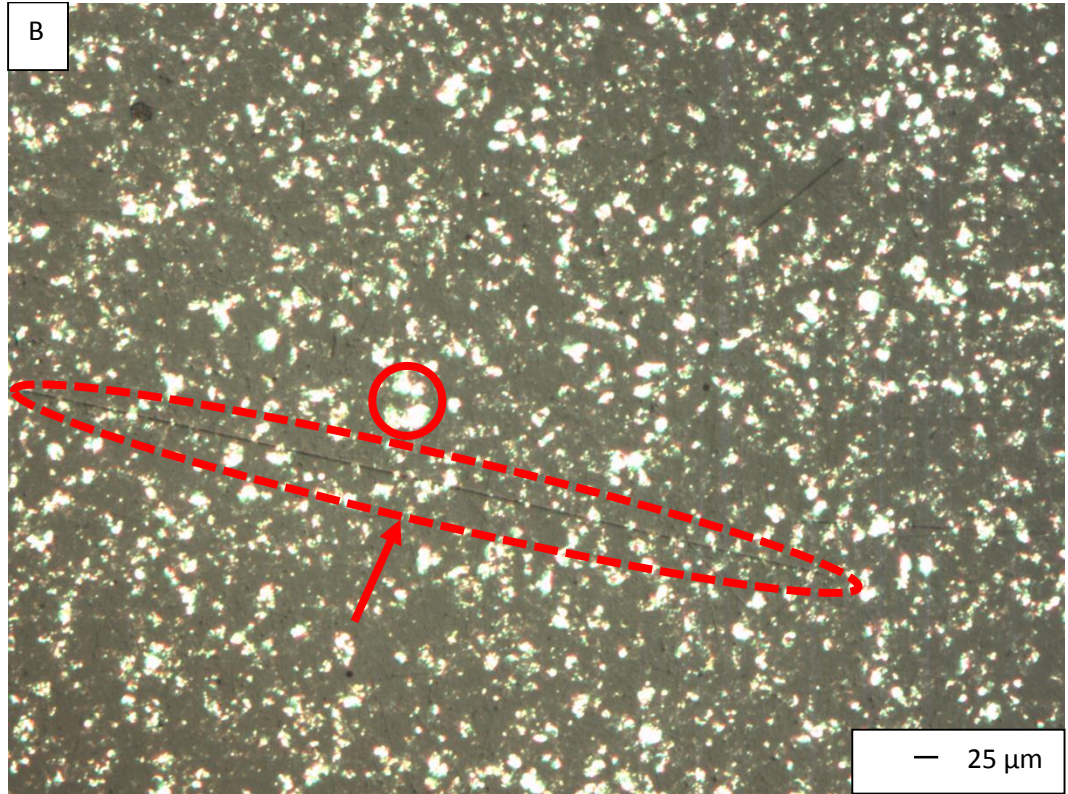
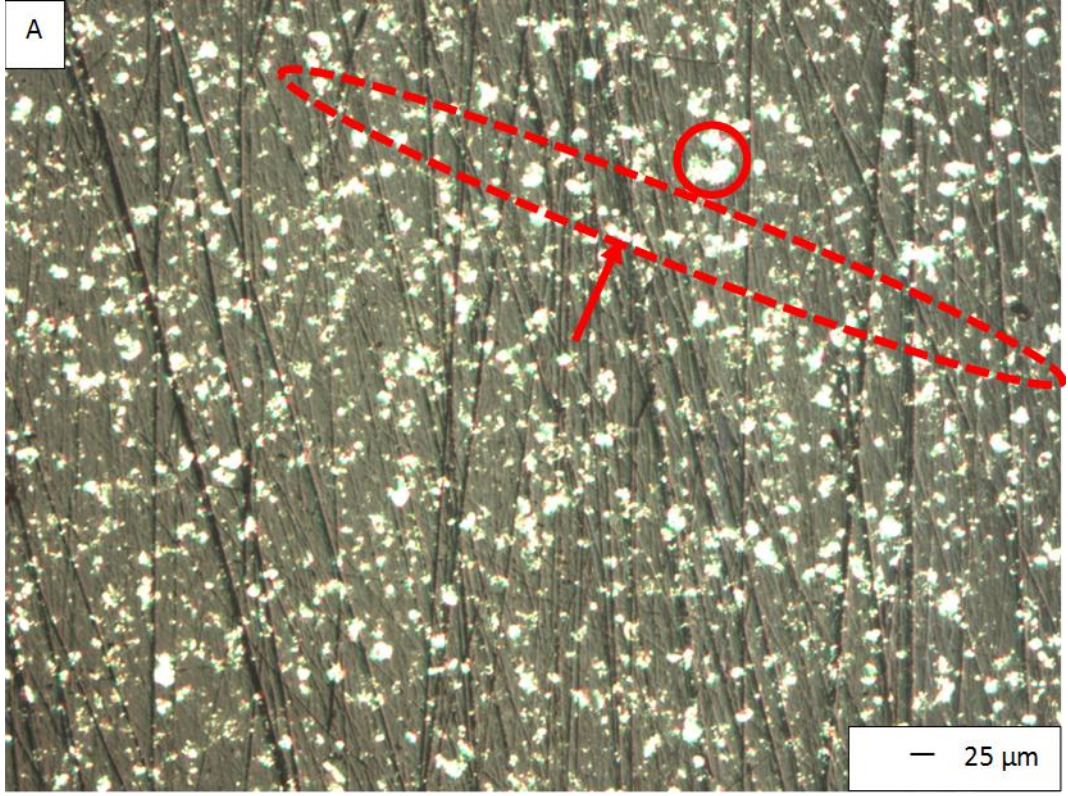
Tablo 7.10.'daki sonuçlar değerlendirildiğinde, parlatma işlemi ile 1, 2 ve 3 nolu numunelerin ortalama pürüzlülük değerlerinin 0.096 μm , 0.084 μm ve 0.104 μm 'den sırasıyla 0.033 μm , 0.024 μm ve 0.027 μm seviyelerine düştüğü görülmektedir. Parlatma işlemi sonrası 1, 2 ve 3 nolu numunelerin yüzey pürüzlülükleri sırasıyla %65.6, %71.4 ve %74.0 oranında geliştirildiği görülmektedir. WRA FG süspansiyonu ile parlatılan 1 nolu numuneye ait ışık mikroskobu görüntüleri Şekil 7.42.'da sunulmuştur. Şekil 7.42. (a)'da gösterilen '1', '2' ve '3' nolu çiziklerin Şekil 7.42. (b)'deki parlatma sonrası görüntülerde giderilemediği görülmektedir. Şekil 7.42. (c)'deki parlatma öncesi çiziklerin parlatma işlemi ile 7.42. (d)'deki parlatma sonrası görüntülerde giderildiği fakat parlatma esnasında yeni çiziklerin oluştuğu görülmektedir. Şekil 7.42. (c)'de paylaşılan görüntüde bu yeni çizğin yer almadığı, bu çizğin parlatma esnasında süspansiyon içerisindeki iri WRA FG partiküllerinden kaynaklandığı tespit edilmiştir. Şekil 7.43.'te WRA FG süspansiyonu ile parlatılan 2 nolu numuneye ait parlatma öncesi ve parlatma sonrasına ait görüntüler paylaşılmıştır. Parlatma sonrası Şekil 7.43. (b)'deki görüntüde yer alan kırmızı daire içerisinde gösterilen çizğin parlatma sonrası Şekil 7.43. (a)'da yer almadığı tespit edilmiştir. Şekil 7.44.'te WRA FG ile parlatılan 3. numuneye ait ışık mikroskobu görüntüleri paylaşılmıştır.



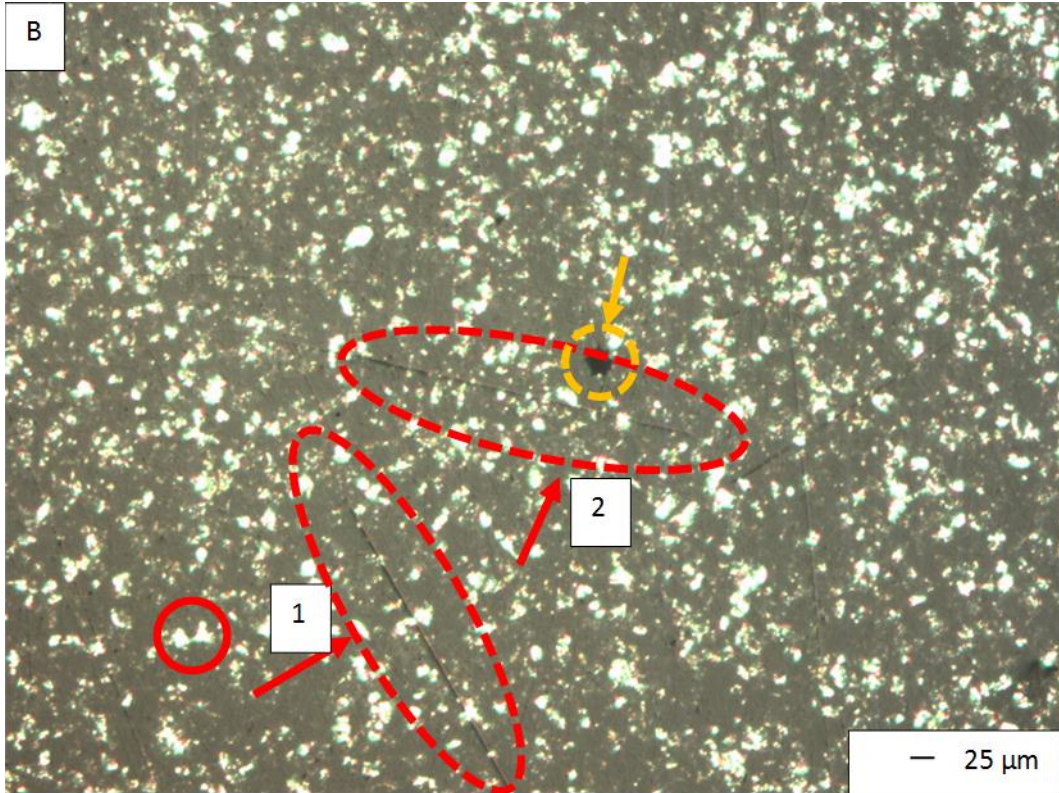
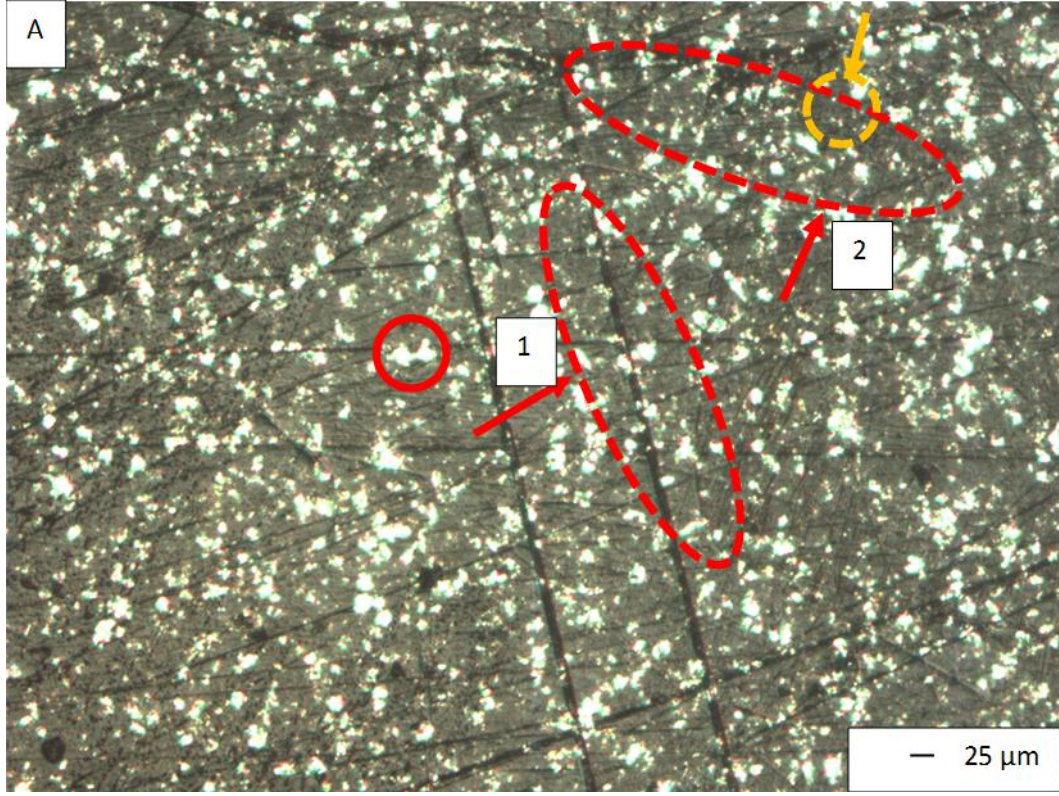
Şekil 7.42. WRA FG süspansiyonu ile parlatılan 1 nolu numuneye ait (a), (c) parlatma öncesi (b), (d) parlatma sonrası ışık mikroskobu görüntüleri



Şekil 7.42. (Devam) WRA FG süspansiyonu ile parlatılan 1 nolu numuneye ait (a), (c) parlatma öncesi (b), (d) parlatma sonrası ışık mikroskobu görüntüleri



Şekil 7.43. WRA FG süspansiyonu ile parlatılan 2 nolu numuneye ait (a) parlatma öncesi (b) parlatma sonrası ışık mikroskobu görüntüleri



Şekil 7.44. WRA FG süspansiyonu ile parlatılan 3 nolu numuneye ait (a) parlatma öncesi (b) parlatma sonrası ışık mikroskobu görüntüleri

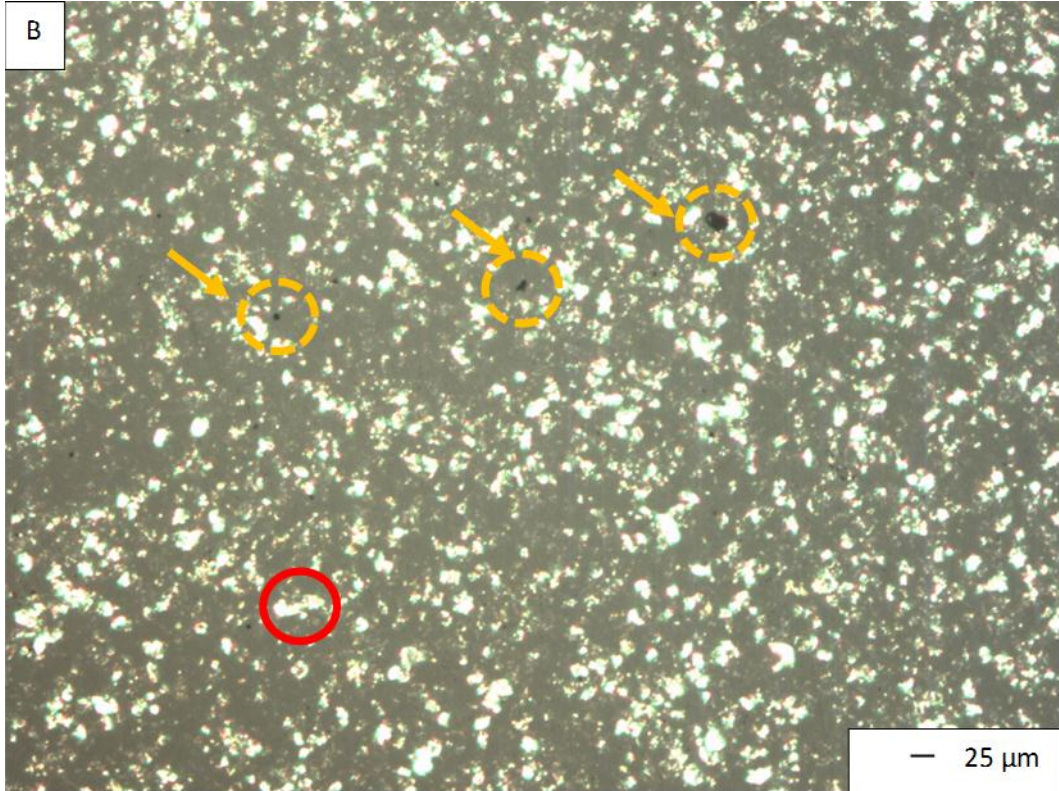
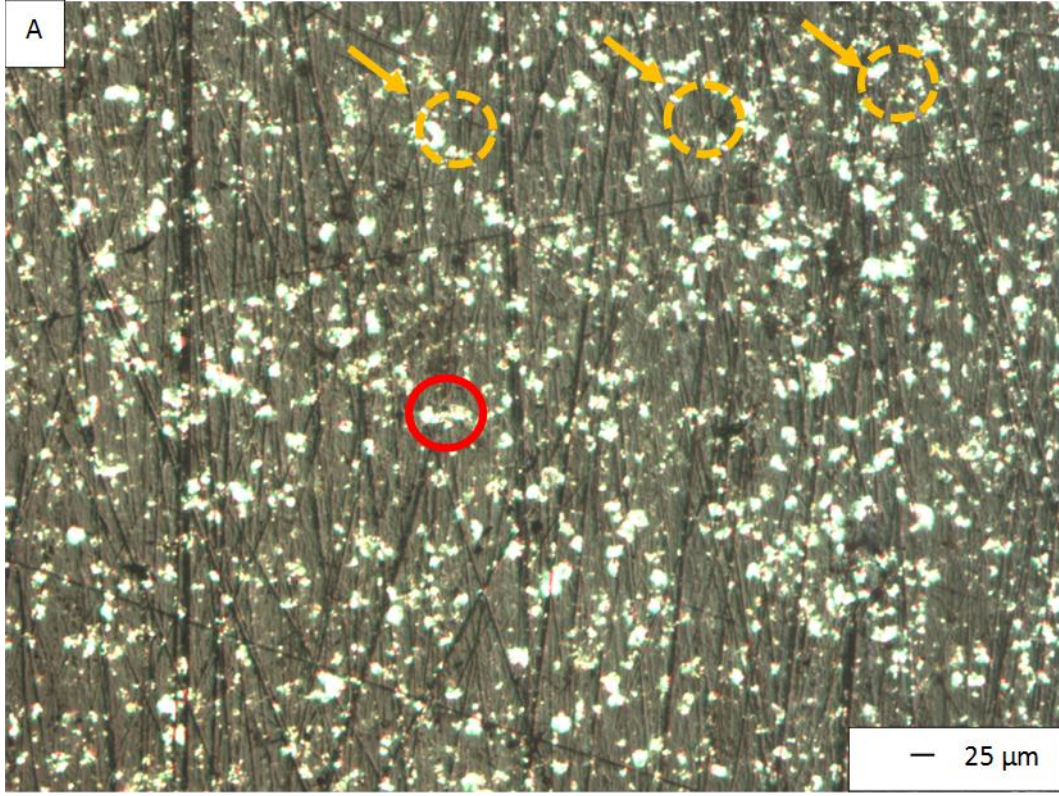
Şekil 7.44. (b)'deki parlatma sonrasına ait görüntülerde yer alan '1' ve '2' nolu çizikler Şekil 7.44. (a)'da kesikli çizgiler ile gösterilmiştir. Parlatma öncesine ait Şekil 7.44. (a)'da bu çiziklerin yer almadığı, çiziklerin parlatma esnasında oluştuğu görülmektedir.

Ticari CR6 kullanılarak hazırlanan %25 katı içerikli süspansiyonlar ile parlatılmış 3 farklı numuneye ait parlatma sonuçları Tablo 7.11.'de gösterilmiştir.

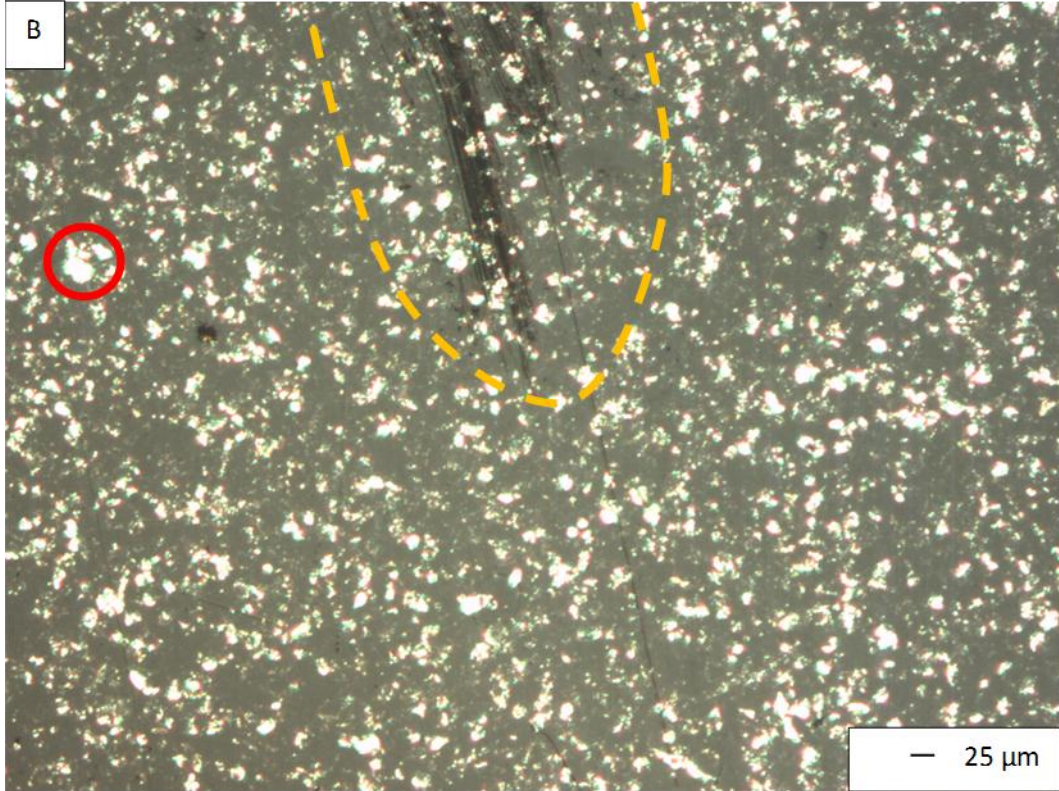
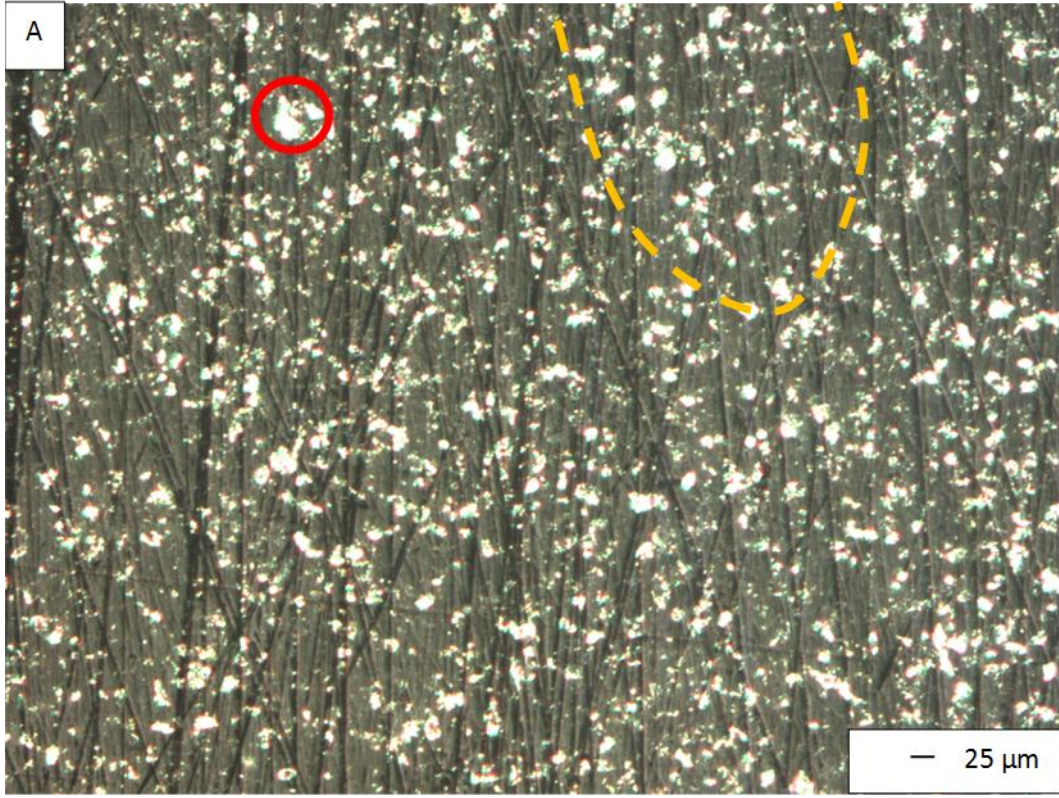
Tablo 7.11. CR6 süspansiyonları ile parlatılmış numunelere ait pürüzlülük sonuçları

No:	Süspansiyon	Parlatma Öncesi Yüzey Pürüzlülüğü (μm)	Parlatma Sonrası Yüzey Pürüzlülüğü (μm)	Pürüzlülük Gelişme Miktarı (%)
1	CR6	0,099 $\pm$ 0,040	0,025 $\pm$ 0,007	74,7
2	CR6	0,106 $\pm$ 0,042	0,034 $\pm$ 0,005	67,9
3	CR6	0,091 $\pm$ 0,034	0,041 $\pm$ 0,024	54,9

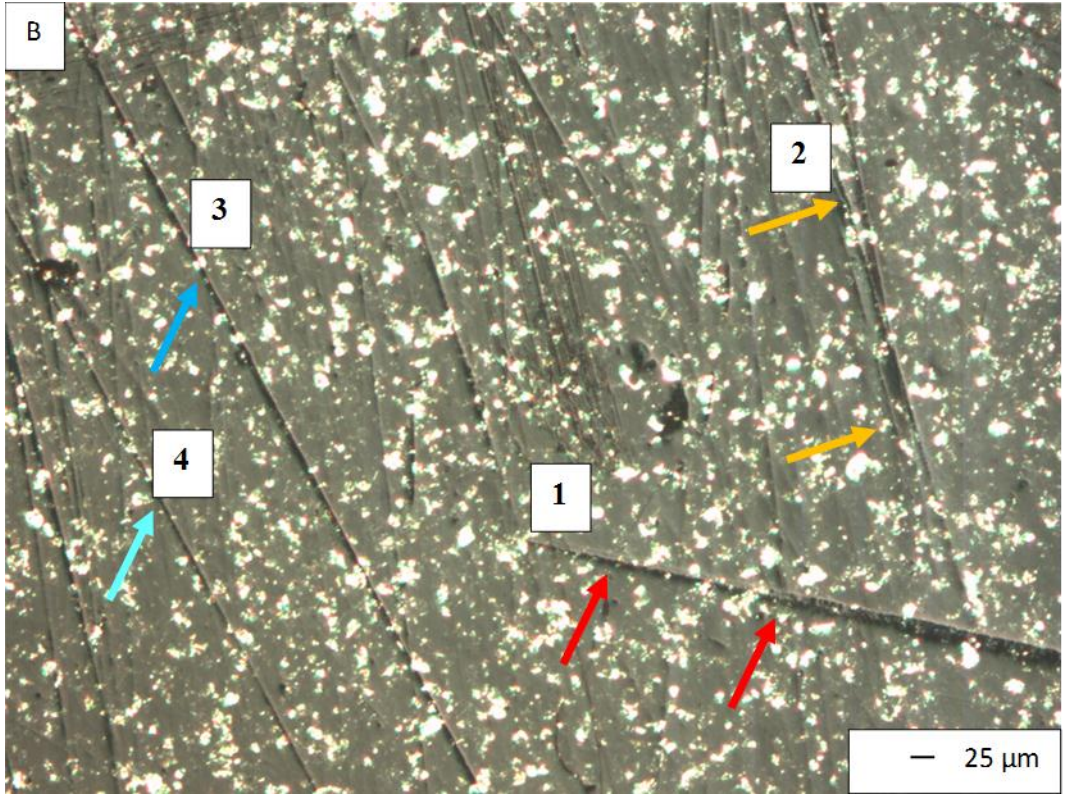
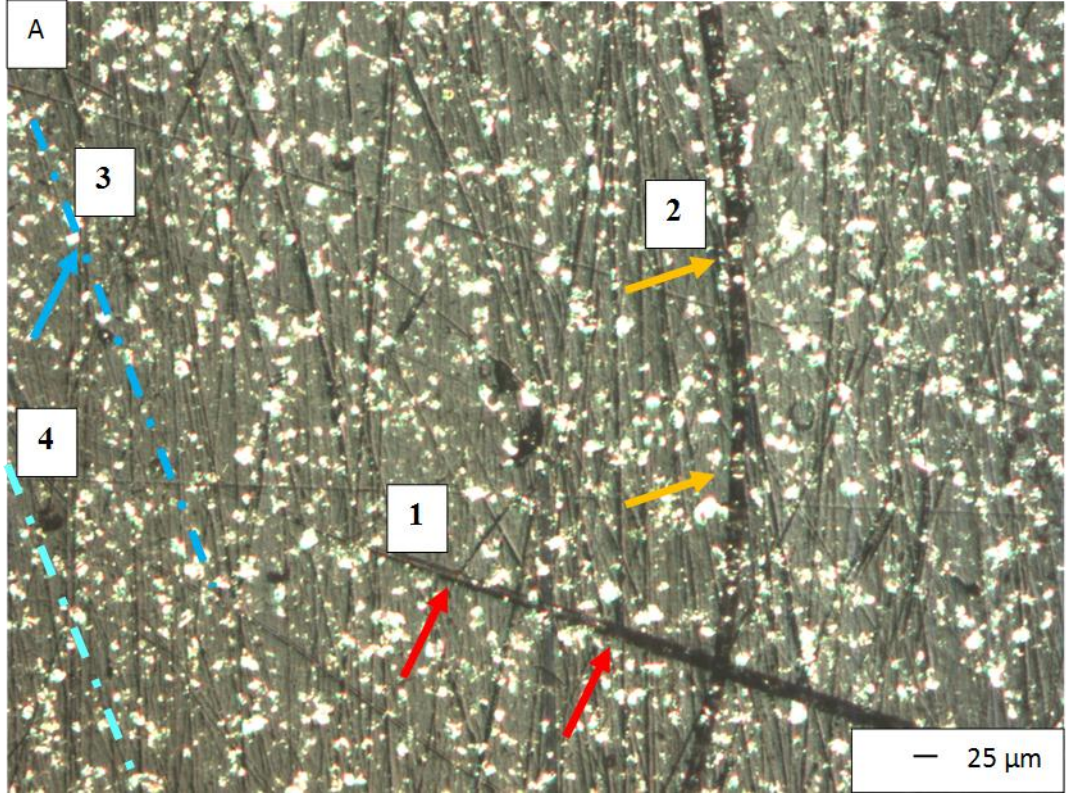
Tablo 7.11.'deki sonuçlar değerlendirildiğinde, parlatma işlemi ile 1, 2 ve 3 nolu numunelerin ortalama pürüzlülük değerlerinin 0.099 μm , 0.106 μm ve 0.091 μm 'den sırasıyla 0.025 μm , 0.034 μm ve 0.041 μm seviyelerine düştüğü görülmektedir. Parlatma sonrası numunelerin yüzey pürüzlülükleri sırasıyla %74.7, %67.9 ve %54.9 oranında geliştirilmiştir. Parlatma sonrası en düşük yüzey pürüzlülüğü 3 nolu numuneye aittir. Ek olarak 3 nolu numunenin parlatma sonrasında yüzey pürüzlülüğü $\pm$ 0.024 μm değişiklik göstermektedir. Bu da 3 nolu numunenin yüzeyinin oldukça heterojen bir dağılıma sahip olduğunu göstermektedir. Şekil 7.45.'te CR6 ile parlatılan 1 nolu numuneye ait ışık mikroskobu görüntüleri sunulmuştur. Görüntülerde kırmızı daireler aynı bölgeleri göstermektedir. Şekil 7.45. (a)'daki 1 nolu numunenin yüzeyindeki çizikler parlatma işlemi ile büyük ölçüde giderildiği Şekil 7.45. (b)'de görülmektedir. Şekil 7.46.'da CR6 ile parlatılan 2 nolu numuneye ait görüntüler paylaşılmıştır. Görüntülerde aynı bölgeler kırmızı daire içine alınarak gösterilmiştir. Şekil 7.46. (b)'deki kırmızı okların arasında yer alan çiziklerin parlatma öncesinde 7.46. (a)'daki görüntülerde yer almadığı görülmektedir. 2 nolu numune yüzeyindeki çiziklerin parlatma işlemi ile giderildiği fakat parlatma esnasında yüzeyde yeni çizikler oluştuğu anlaşılmıştır. CR6 süspansiyonu ile parlatılmış 3 nolu son numuneye ait görüntüler Şekil 7.47.'de sunulmuştur.



Şekil 7.45. CR6 süspansiyonu ile parlatılan 1 nolu numuneye ait (a) parlatma öncesi (b) parlatma sonrası ışık mikroskobu görüntüleri



Şekil 7.46. CR6 süspansiyonu ile parlatılan 2 nolu numuneye ait (a) parlatma öncesi (b) parlatma sonrası ışık mikroskobu görüntüleri



Şekil 7.47. CR6 süspansiyonu ile parlatılan 3 nolu numuneye ait (a) parlatma öncesi (b) parlatma sonrası ışık mikroskobu görüntüleri

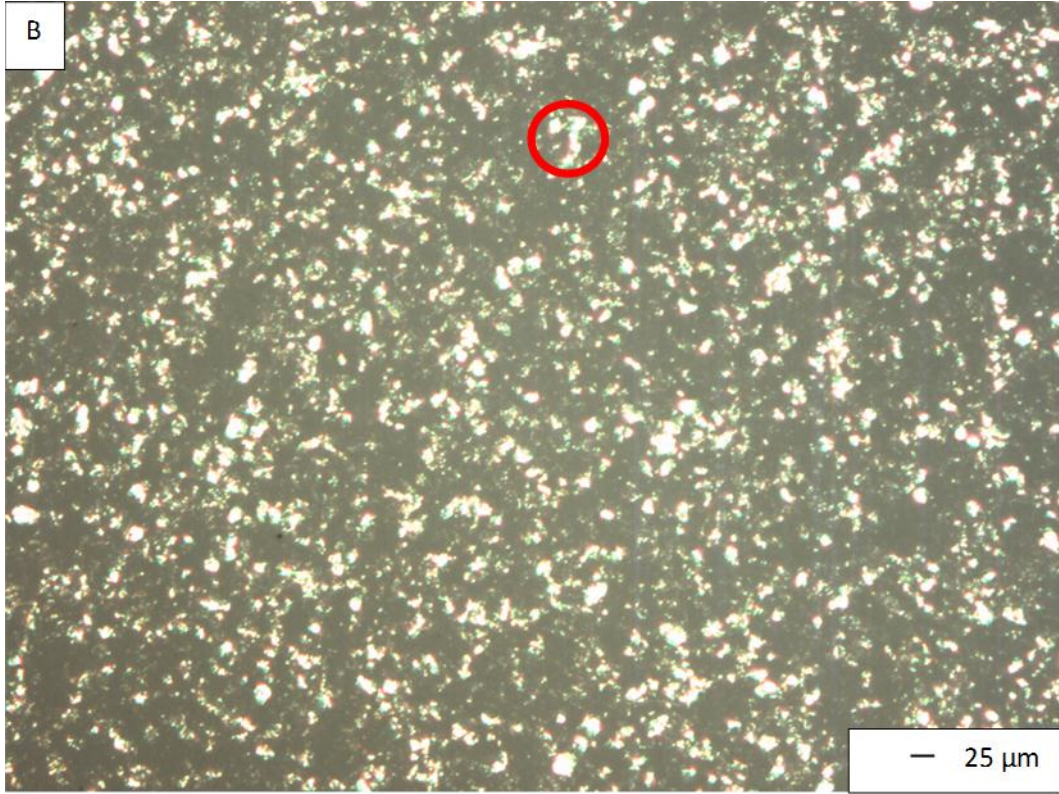
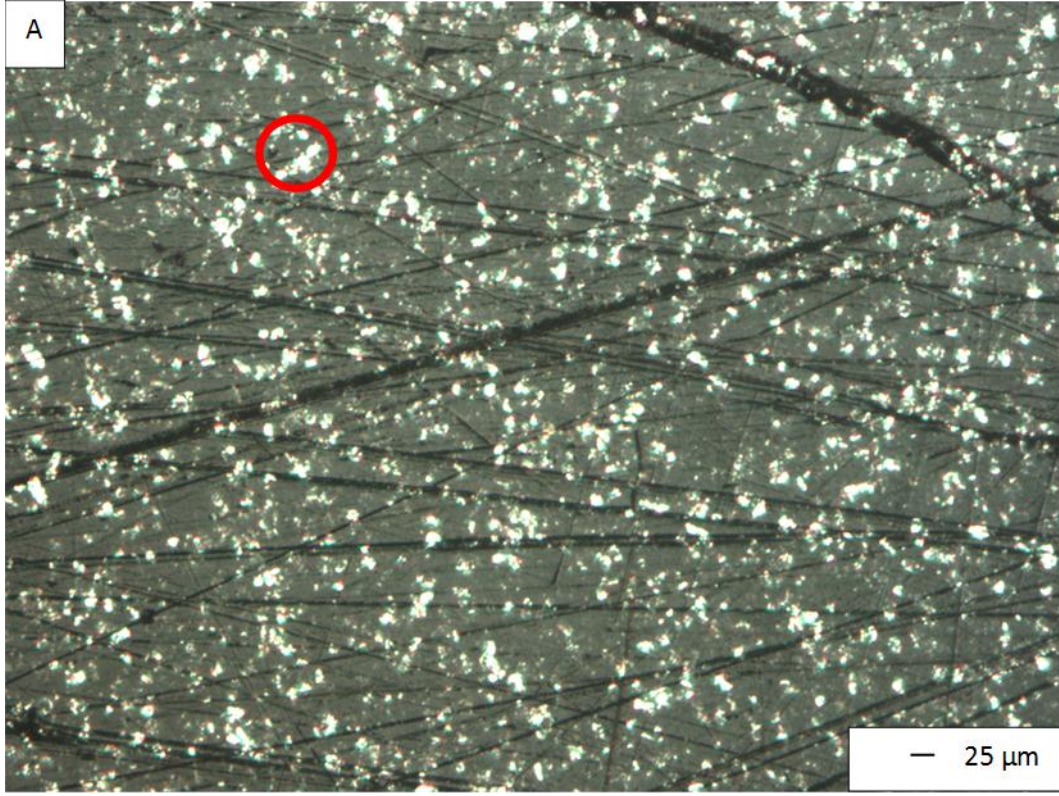
Şekil 7.47. (a)'daki parlatma öncesi görüntüde yer alan 1 ve 2 nolu derin çizikler ve daha birçok küçük çizikğin parlatma işlemi sonunda azaldığı fakat tamamen giderilemediği görülmektedir. Ayrıca Şekil 7.47. (b) ve (a)'daki görüntüler karşılaştırıldığında 3 ve 4 nolu çizikler gibi birçok yeni çizikğin parlatma esnasında oluştuğu görülmektedir. Şekil 7.44. (b)'deki görüntüde parlatma sonrası oluşan 3 ve 4 nolu çizikler kesikli çizgiler ile Şekil 7.47. (a)'da gösterilmiştir. 3 nolu numunenin yüzey pürüzlülüğünün parlatma sonrası %54.9 oranında geliştirildiği düşünüldüğünde, numuneye ait yüzey görüntüleri de bu durumu desteklemektedir.

Ticari CR30F kullanılarak hazırlanan %25 katı içerikli süspansiyonlar ile parlatılmış 3 farklı numuneye ait parlatma sonuçları Tablo 7.12.'de gösterilmiştir.

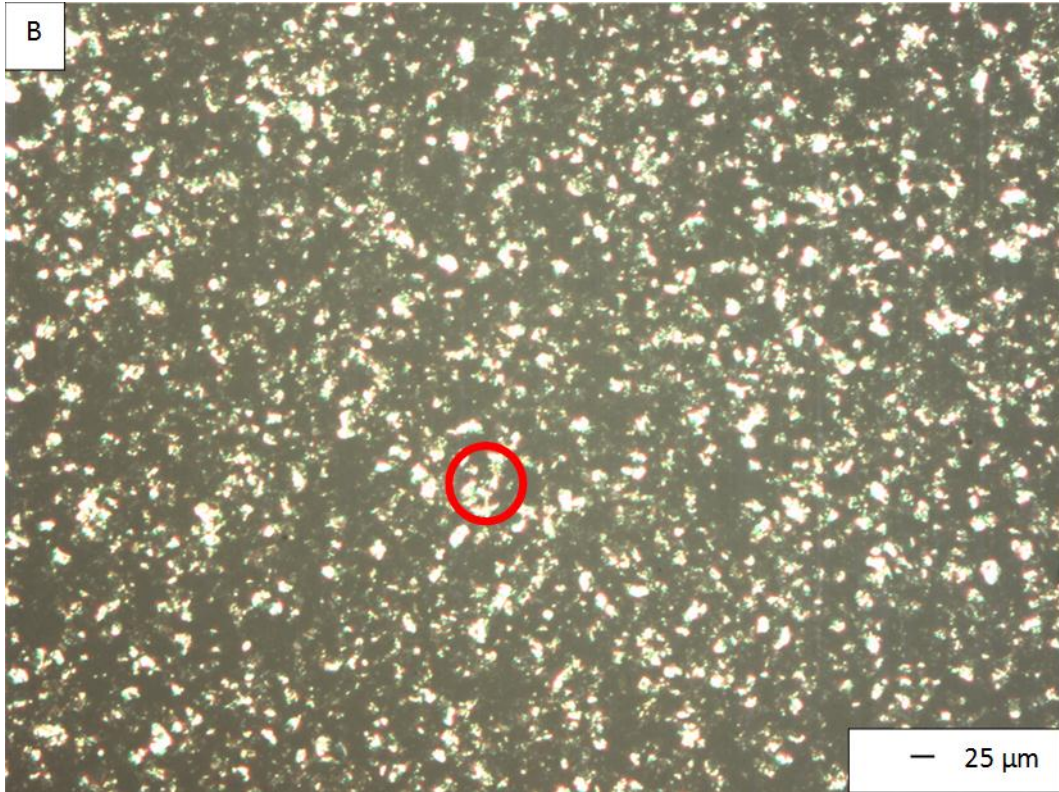
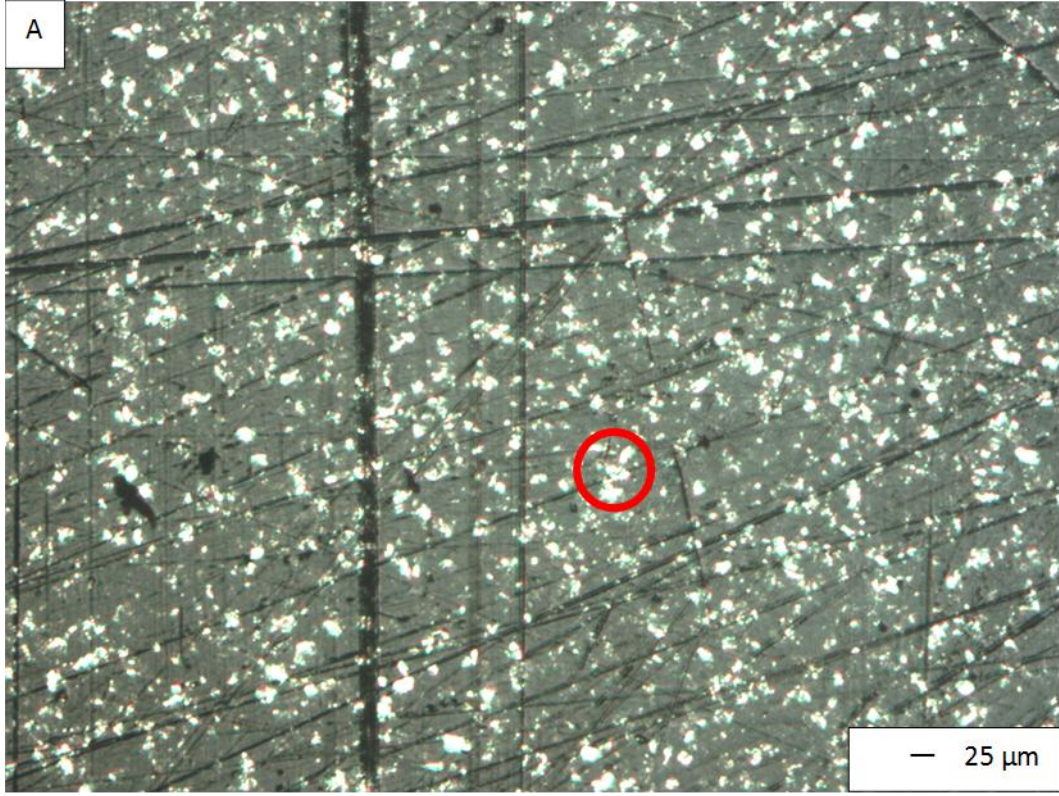
Tablo 7.12. CR30F süspansiyonları ile parlatılmış numunelere ait pürüzlülük sonuçları

No:	Süspansiyon	Parlatma Öncesi Yüzey Pürüzlülüğü (μm)	Parlatma Sonrası Yüzey Pürüzlülüğü (μm)	Pürüzlülük Gelişme Miktarı (%)
1	CR30F	0,086 $\pm$ 0,018	0,015 $\pm$ 0,002	82,5
2	CR30F	0,066 $\pm$ 0,010	0,019 $\pm$ 0,003	71,2
3	CR30F	0,107 $\pm$ 0,036	0,020 $\pm$ 0,003	81,3

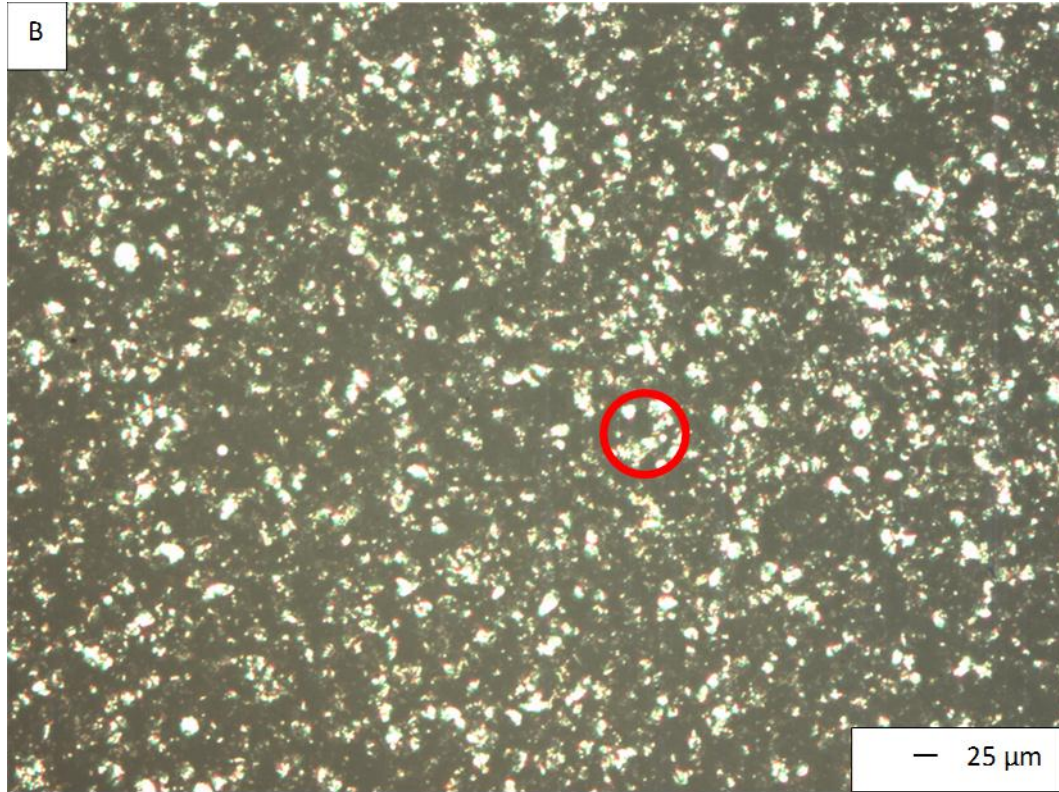
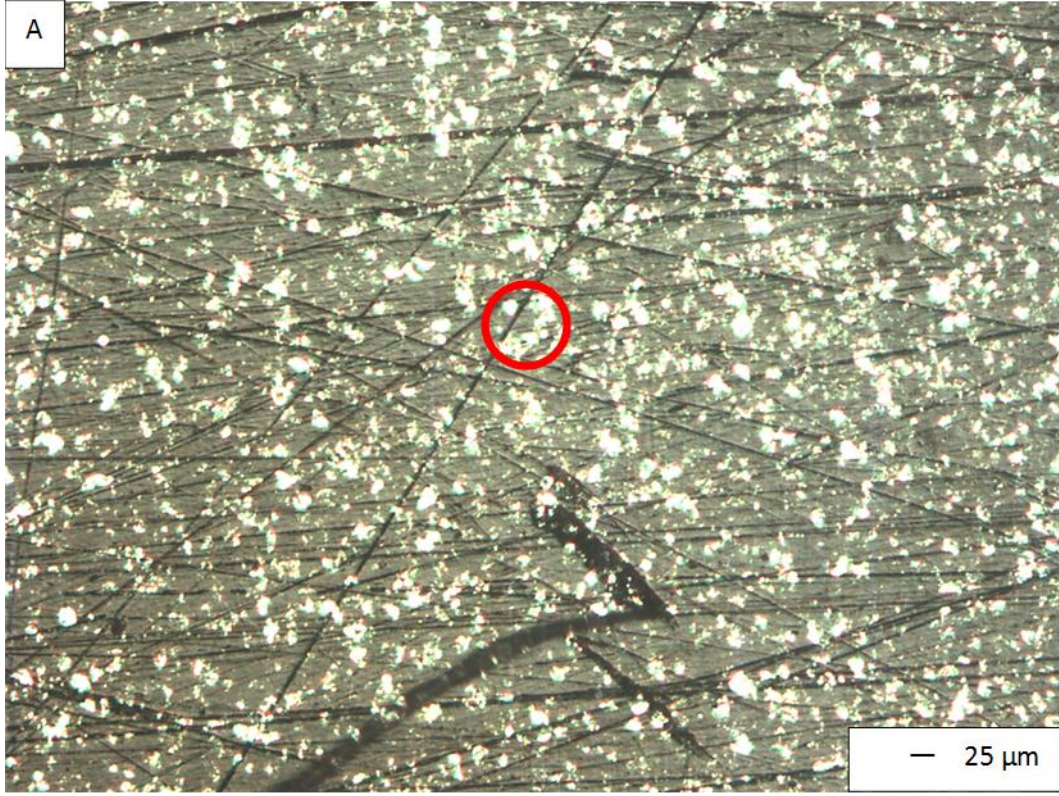
Tablo 7.12.'deki sonuçlar değerlendirildiğinde, 1, 2 ve 3 nolu numunelerin yüzey pürüzlülükleri 0.086 μm , 0.066 μm ve 0.107 μm 'den sırasıyla 0.015 μm , 0.019 μm ve 0.020 μm 'ye düşürülmüştür. Parlatma işlemi ile birlikte numune yüzeyleri sırasıyla %82.5, %71.2 ve %81.3 oranında iyileştirilmiştir. Parlatma sonrası yüzey pürüzlülüğü hata oranlarının da 0.002 μm , 0.003 μm ve 0.003 μm ile oldukça düşük oldukları görülmektedir. Bu veriler ışığında numune yüzeylerinin parlatma sonrası çok daha homojen bir yüzey kalitesine sahip oldukları söylenebilir. Şekil 7.48.'de CR30F ile parlatılan 1 nolu numuneye ait ışık mikroskobu görüntüsü sunulmuştur. Şekil 7.48. (a) ve (b)'deki görüntülerde aynı bölgeler kırmızı daire içerisinde gösterilmiştir. Şekil 7.48. (a)'daki parlatma öncesi numune yüzeyinde yer alan çiziklerin parlatma işleminden sonra numune yüzeyinden tamamen giderildiği görülmektedir. Şekil 7.49.'da CR30F ile parlatılan 2 nolu numuneye ait görüntü paylaşılmıştır. Şekil 7.49. (a)'da gösterilen numune yüzeyindeki çiziklerin parlatma işlemi ile tamamen giderildiği görülmektedir. Şekil 7.50.'de CR30F ile parlatılan 3 nolu numuneye ait ışık mikroskobu görüntüleri paylaşılmıştır.



Şekil 7.48. CR30F süspansiyonu ile parlatılan 1 nolu numuneye ait (a) parlatma öncesi (b) parlatma sonrası ışık mikroskobu görüntüleri



Şekil 7.49. CR30F süspansiyonu ile parlatılan 2 nolu numuneye ait (a) parlatma öncesi (b) parlatma sonrası ışık mikroskobu görüntüleri



Şekil 7.50. CR30F süspansiyonu ile parlatılan 3 nolu numuneye ait (a) parlatma öncesi (b) parlatma sonrası ışık mikroskobu görüntüleri

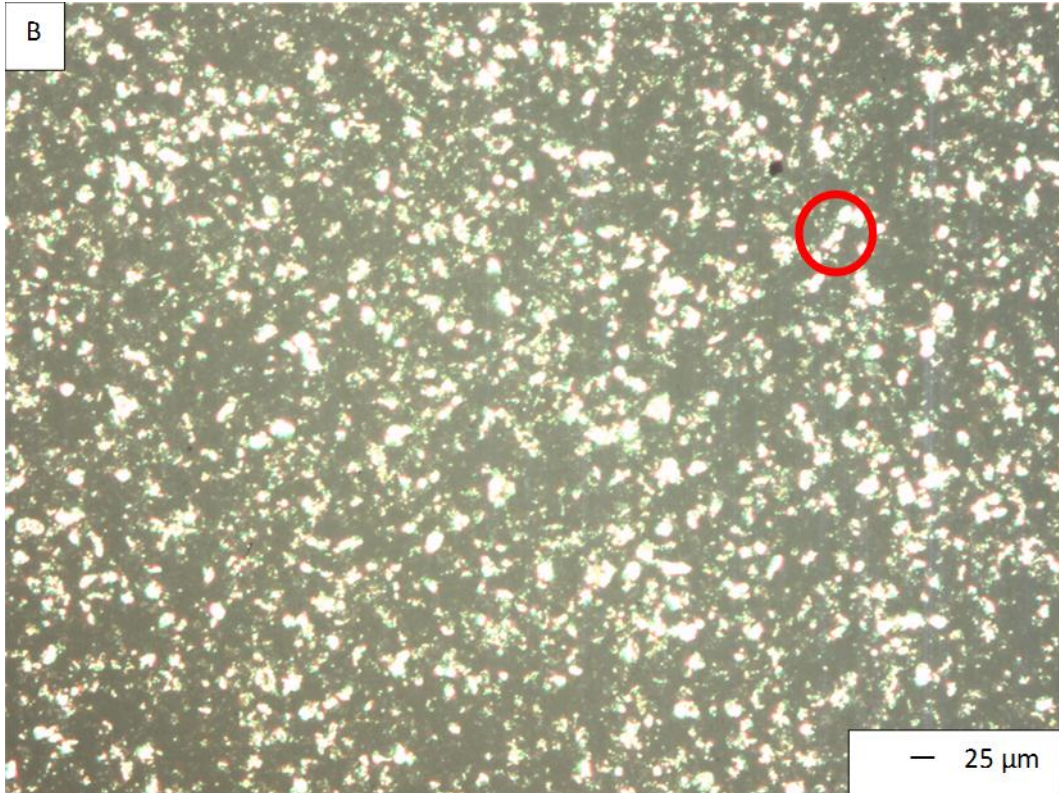
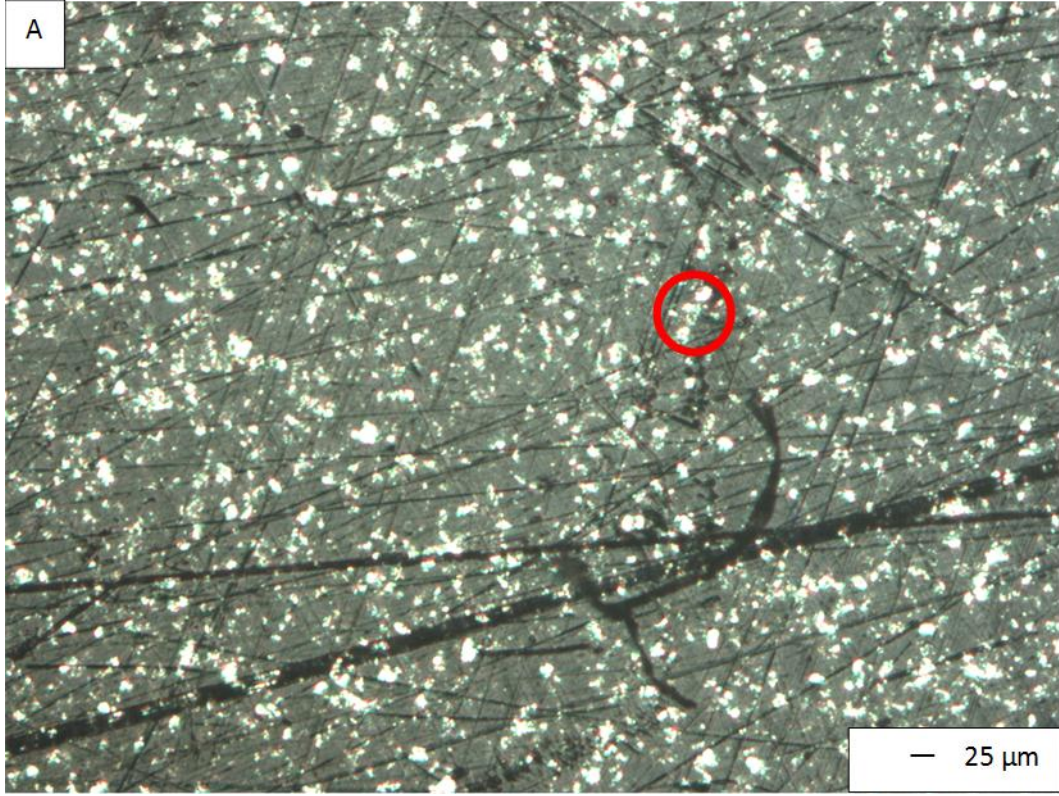
Görüntülerde aynı bölgeler kırmızı daire ile gösterilmiştir. Şekil 7.50. (a)'da parlatma öncesine ait görüntüde yer alan bütün çiziklerin, CR30F süspansiyonu ile parlatıldıktan sonra numune yüzeyinden giderildiği görülmektedir. Parlatma sonrası giderilen çizikler ile birlikte numunenin ortalama pürüzlülük değeri %81.3 oranında geliştirilmiştir. CR30F partikülleri kullanılarak hazırlanmış süspansiyon ile parlatılan 1, 2 ve 3 nolu numunelerin yüzeylerinde yer alan bütün çizikler giderilmiştir.

Ticari H43M kullanılarak hazırlanan %25 katı içerikli süspansiyonlar ile parlatılmış 3 farklı numuneye ait parlatma sonuçları Tablo 7.13.'te gösterilmiştir.

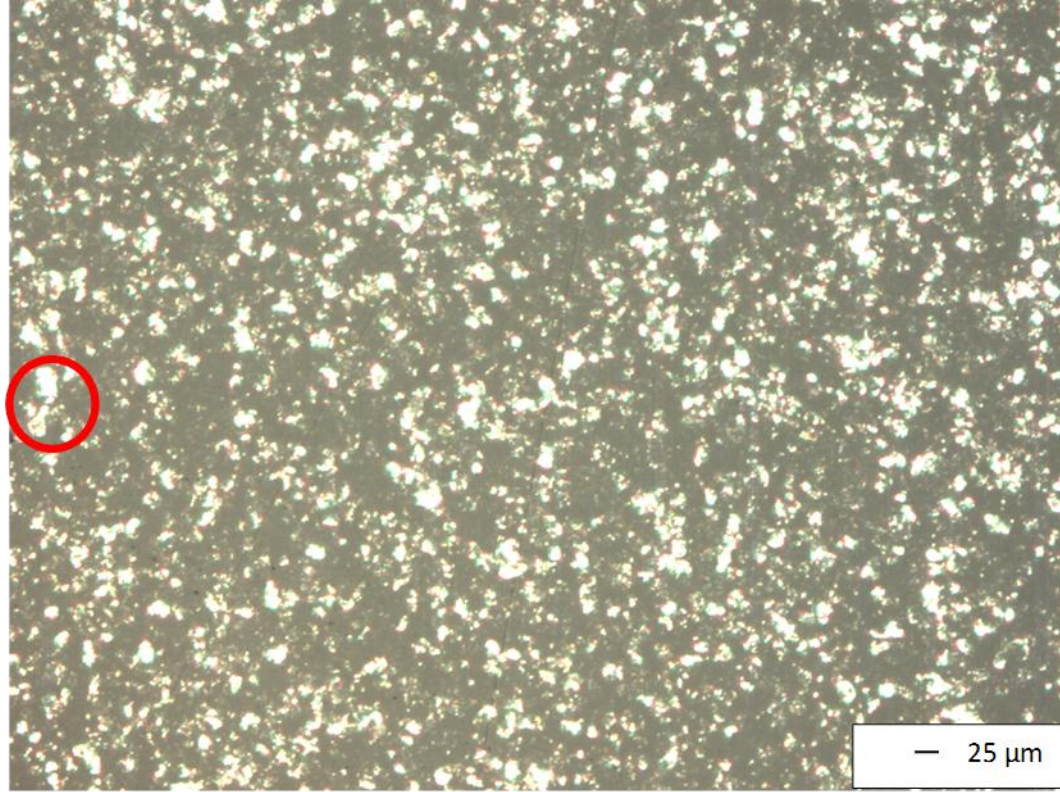
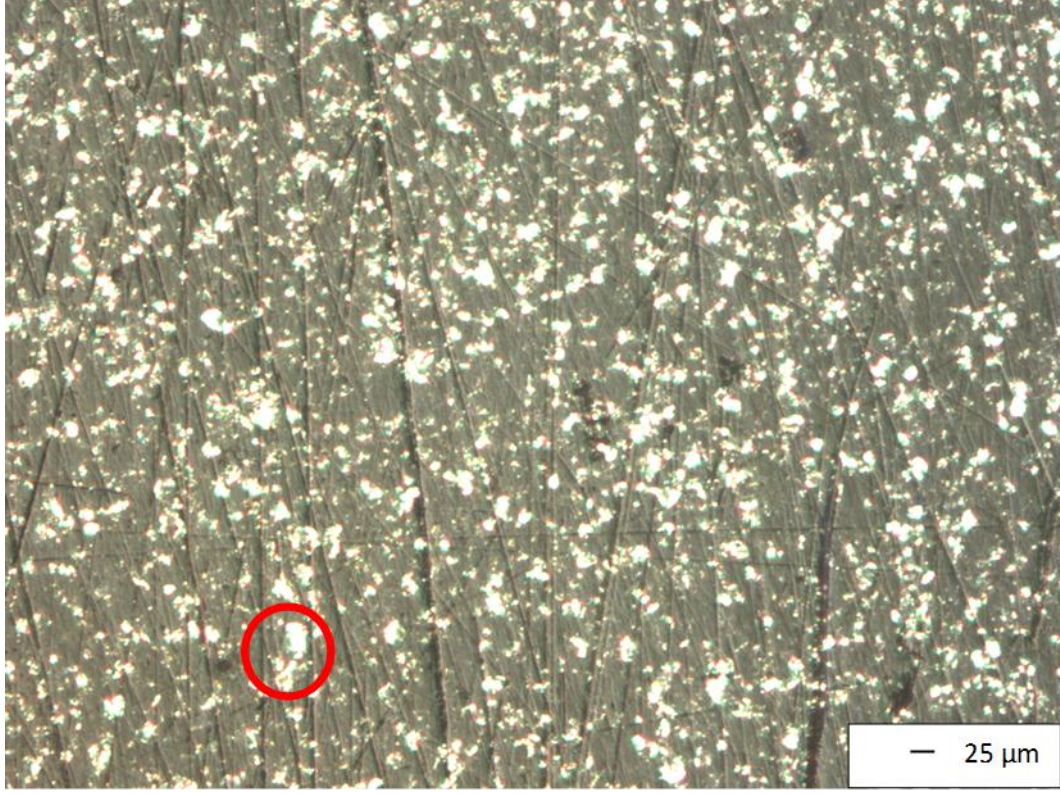
Tablo 7.13. H43M süspansiyonları ile parlatılmış numunelere ait pürüzlülük sonuçları

No:	Süspansiyon	Parlatma Öncesi Yüzey Pürüzlülüğü (μm)	Parlatma Sonrası Yüzey Pürüzlülüğü (μm)	Pürüzlülük Gelişme Miktarı (%)
1	H43M	0,098 $\pm$ 0,026	0,018 $\pm$ 0,003	81,6
2	H43M	0,106 $\pm$ 0,045	0,015 $\pm$ 0,002	85,8
3	H43M	0,091 $\pm$ 0,031	0,018 $\pm$ 0,005	80,2

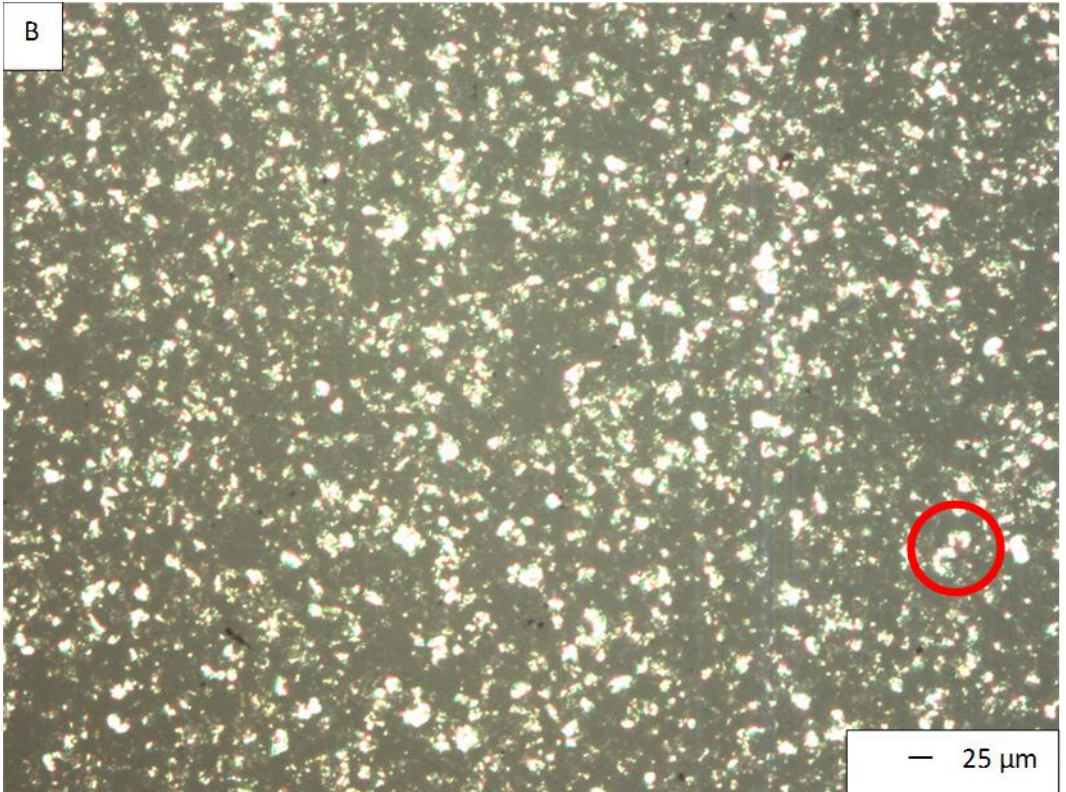
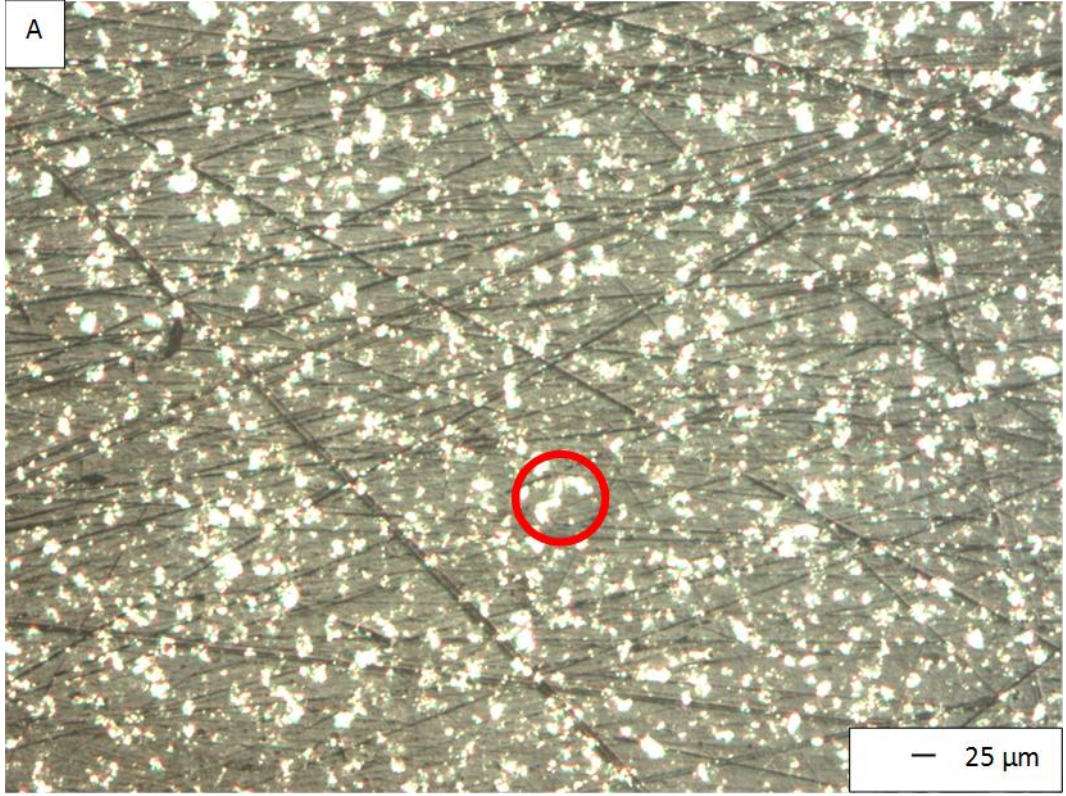
Tablo 7.13.'teki sonuçlar değerlendirildiğinde, 1, 2 ve 3 nolu numunelerin sırasıyla 0.098 μm , 0.106 μm ve 0.091 μm olan ortalama yüzey pürüzlülük değerleri parlatma işlemi ile sırasıyla 0.018 μm , 0.015 μm ve 0.018 μm değerlerine düşürülmüştür. Parlatma işlemi sonrası 1, 2 ve 3 nolu numunenin ortalama yüzey pürüzlülüğü sırasıyla %81.6, %85.8 ve %80.2 oranında geliştirilmiştir. Şekil 7.51.'de H43M ile parlatılan 1 nolu numuneye ait ışık mikroskobu görüntüleri paylaşılmıştır. Görüntülerde yer alan aynı bölgeler kırmızı daire ile gösterilmiştir. Şekil 7.51. (a)'da yer alan 1 nolu numuneye ait çiziklerin Şekil 7.51. (b)'deki parlatma sonrası görüntülerde tamamen giderildiği görülmektedir. H43M ile parlatılan 2 nolu numuneye ait ışık mikroskobu görüntüleri Şekil 7.52.'de sunulmuştur. 2 nolu numuneye ait Şekil 7.52. (a)'da yer alan parlatma öncesi görüntülerinde bulunan çiziklerin parlatma işlemi ile 1 nolu numunede olduğu gibi tamamen giderildiği Şekil 7.52. (b)'de görülmektedir. H43M ile parlatılan 3. Numuneye ait ışık mikroskobu görüntüleri Şekil 7.53.'te paylaşılmıştır. 1 ve 2 nolu numunede olduğu gibi Şekil 7.53. (a)'da yer alan çiziklerin, parlatma işlemiyle tamamen giderildiği Şekil 7.53 (b)'de görülmektedir.



Şekil 7.51. *H43M süspansiyonu ile parlatılan 1 nolu numuneye ait (a) parlatma öncesi (b) parlatma sonrası ışık mikroskobu görüntüleri*



Şekil 7.52. *H43M süspansiyonu ile parlatılan 2 nolu numuneye ait (a) parlatma öncesi (b) parlatma sonrası ışık mikroskobu görüntüleri*



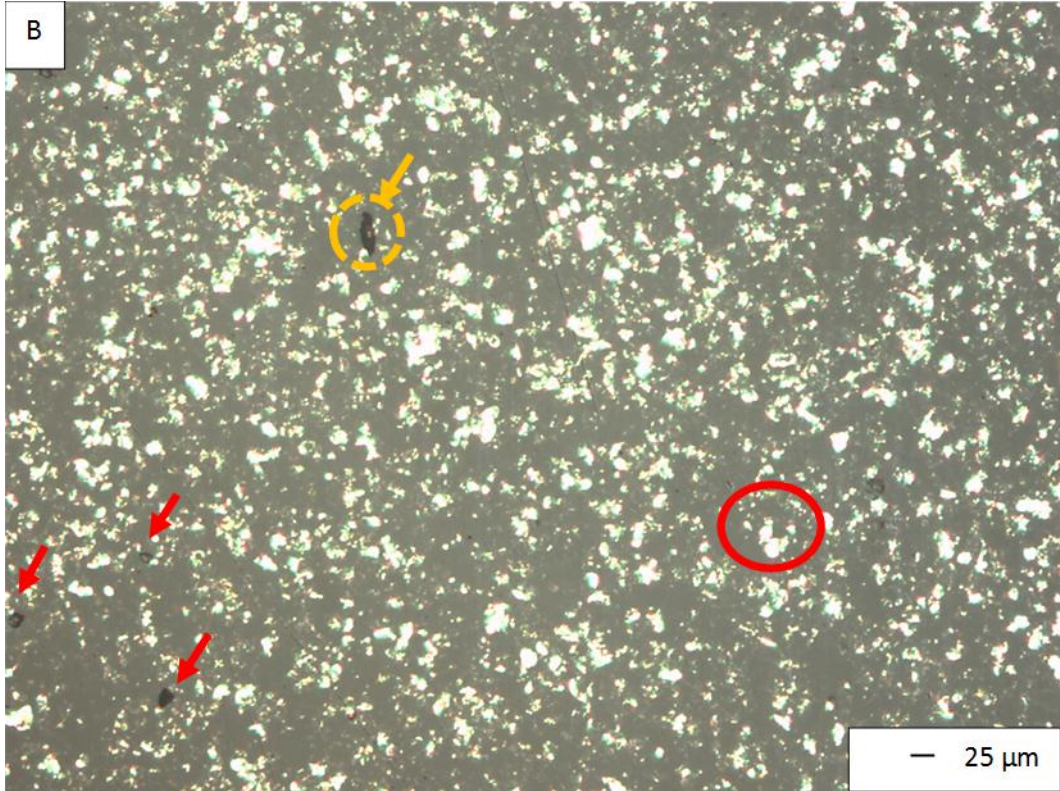
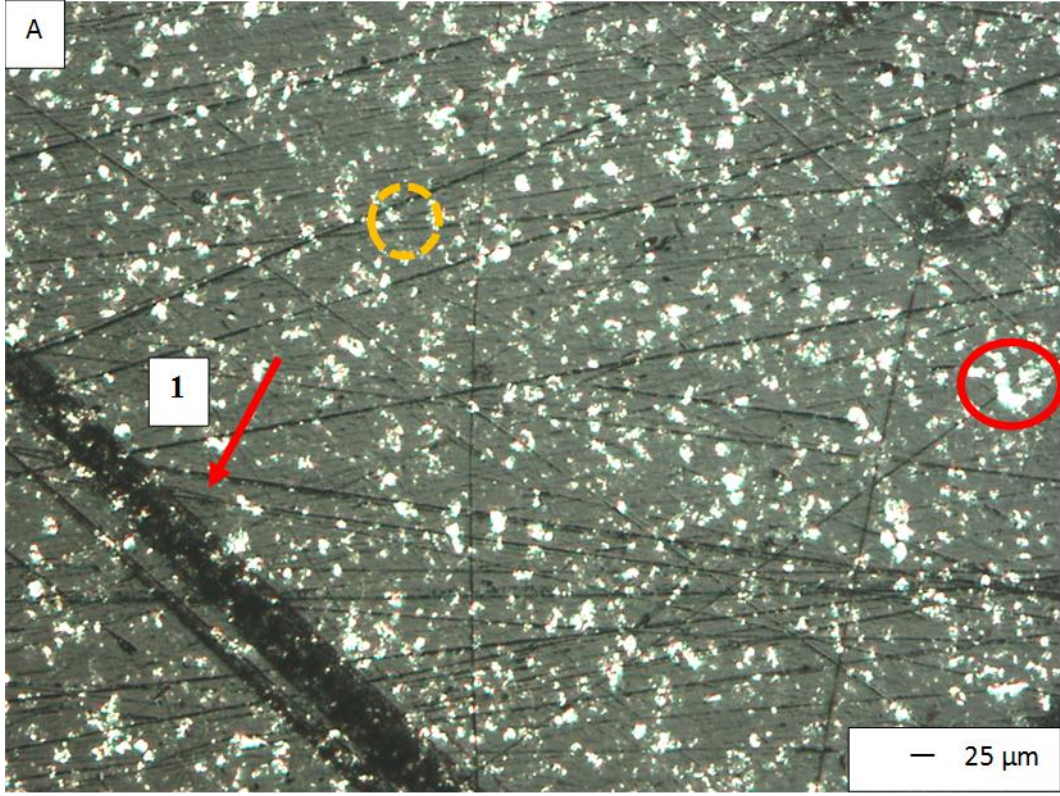
Şekil 7.53. *H43M süspansiyonu ile parlatılan 3 nolu numuneye ait (a) parlatma öncesi (b) parlatma sonrası ışık mikroskobu görüntüleri*

Üretilen SRG tozu kullanılarak hazırlanan %25 katı içerikli süspansiyonlar ile parlatılmış 3 farklı numuneye ait parlatma sonuçları Tablo 7.14.'te gösterilmiştir.

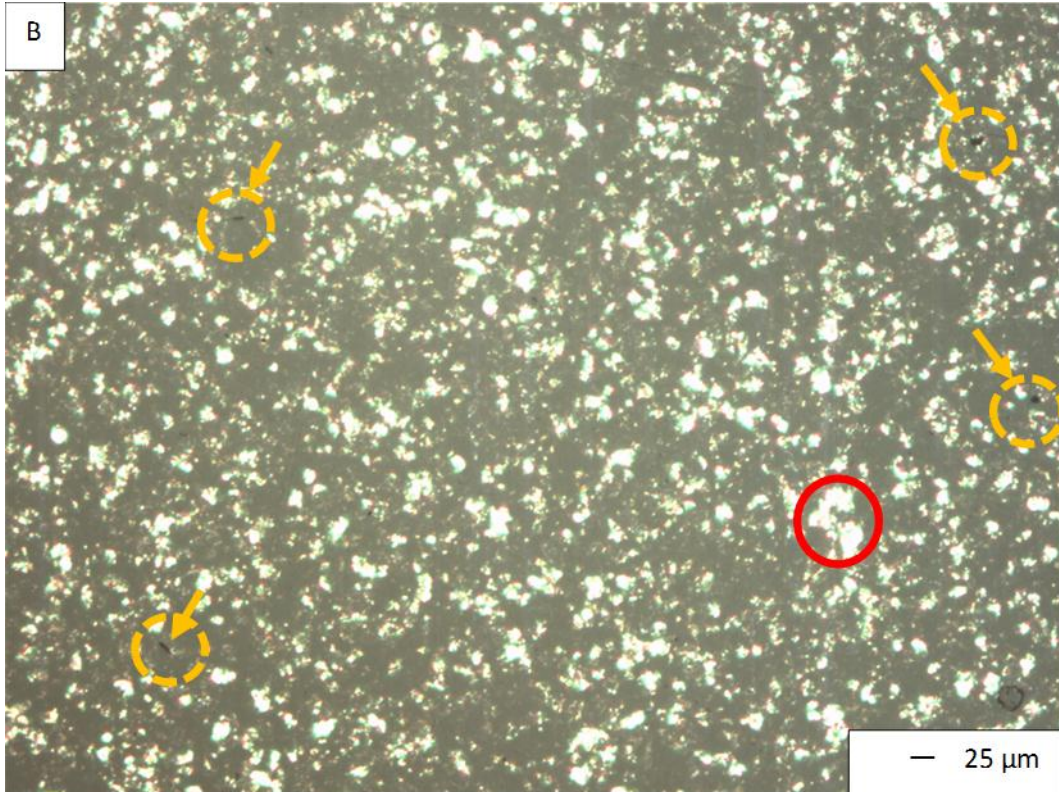
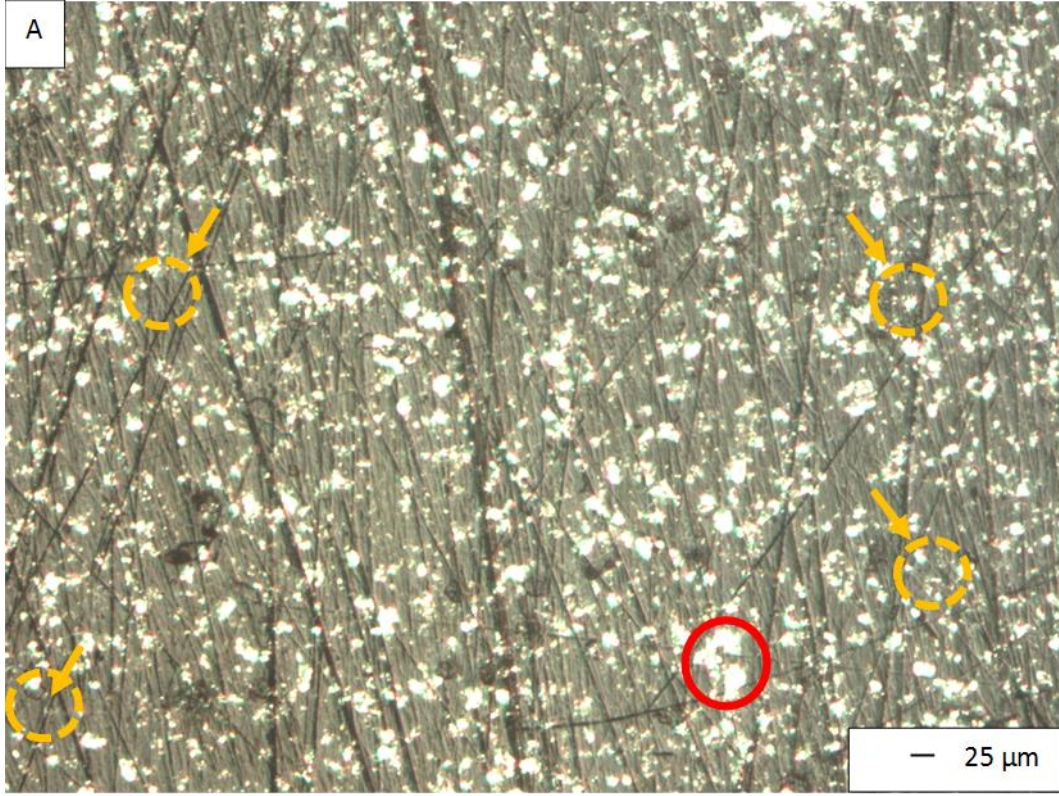
Tablo 7.14. SRG süspansiyonları ile parlatılmış numunelere ait pürüzlülük sonuçları

No:	Süspansiyon	Parlatma Öncesi Yüzey Pürüzlülüğü (μm)	Parlatma Sonrası Yüzey Pürüzlülüğü (μm)	Pürüzlülük Gelişme Miktarı (%)
1	SRG	0,084 $\pm$ 0,019	0,024 $\pm$ 0,010	71,4
2	SRG	0,096 $\pm$ 0,042	0,017 $\pm$ 0,003	82,3
3	SRG	0,104 $\pm$ 0,030	0,028 $\pm$ 0,011	73,1

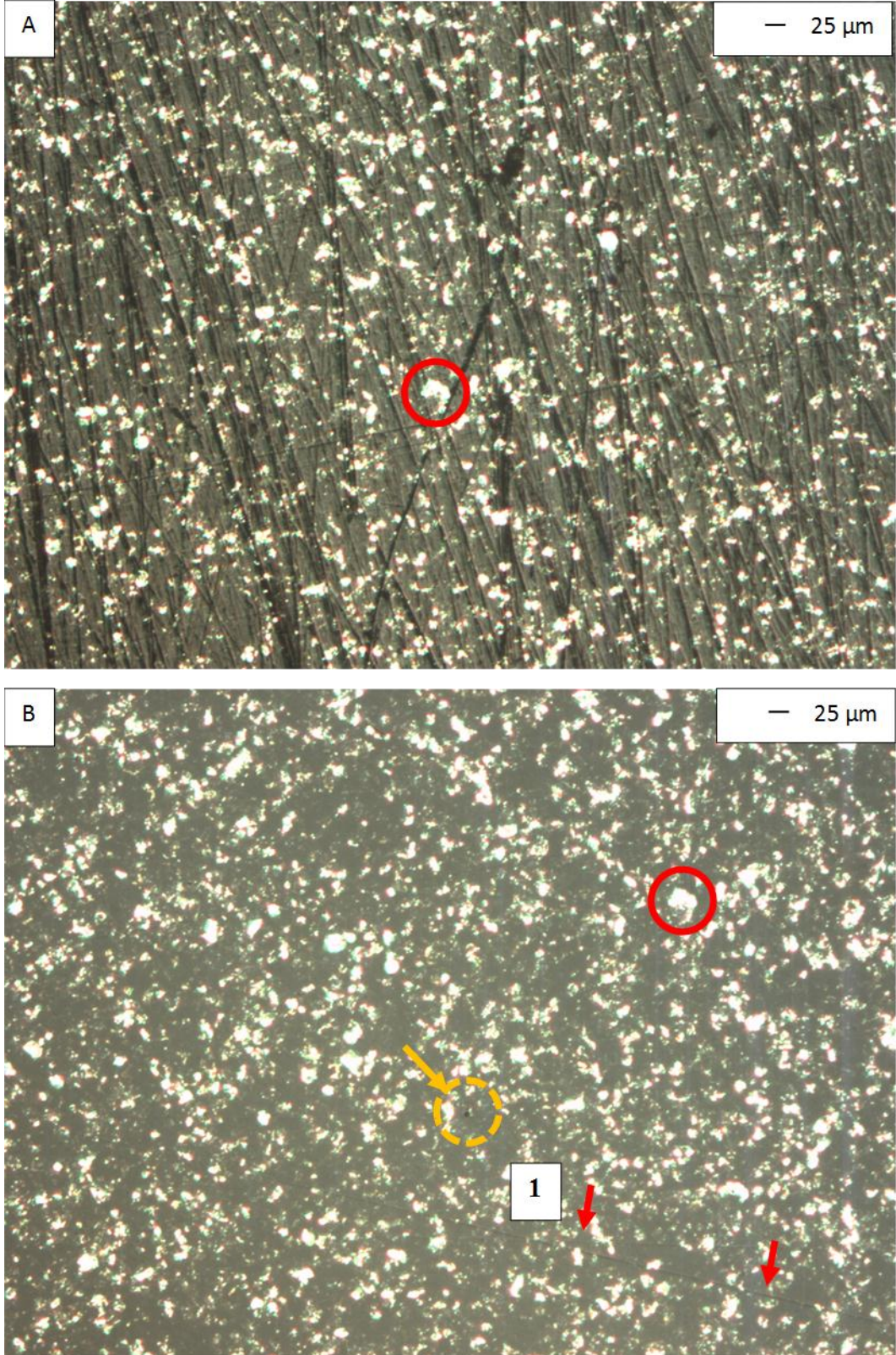
Tablo 7.14.'te yer alan parlatma sonuçlarına göre, 1, 2 ve 3 nolu numunelerin sırasıyla 0.084 μm , 0.096 μm ve 0.104 μm olan ortalama yüzey pürüzlülükleri parlatma işlemi ile sırasıyla 0.024 μm , 0.017 μm ve 0.028 μm 'ye düşürülmüştür. Tablo 7.13.'te parlatma işlemi ile birlikte numunelerin yüzey pürüzlülükleri sırasıyla %71.4, %82.3 ve %73.1 oranında iyileştirildiği görülmektedir. Parlatma işlemi sonrasında 2 nolu numune yüzeyinin % 82.3 ile en çok gelişme gösteren numune olduğu görülmektedir. Şekil 7.54.'te SRG ile parlatılan yüzeyi %71.4 oranında iyileştirilen 1 nolu numuneye ait ışık mikroskobu görüntüleri paylaşılmıştır. Parlatma öncesi ve parlatma sonrası görüntülerde aynı bölgeler kırmızı daire ile gösterilmiştir. Şekil 7.54. (a)'da gösterilen parlatma öncesi numune üzerinde yer alan '1' nolu büyük çizikğin parlatma sonrası büyük ölçüde giderildiği Şekil 7.54. (b)'de görülmektedir. Parlatma işlemi sonrası numune yüzeyinde noktasal 4 adet hata bulunduğu Şekil 7.54. (b)'de kırmızı oklarla gösterilmektedir. Bu noktasal hatalar sebebiyle 1 nolu numunenin yüzey pürüzlülüğünü ancak %71.4 oranında geliştirilebildiği görülmektedir. Şekil 7.55.'te %82.3 ile numune yüzeyi en yüksek oranda geliştirilen 2 nolu numuneye ait ışık mikroskobu görüntüleri paylaşılmıştır. Şekil 7.55. (a)'da yer alan çiziklerin parlatma sonrası Şekil 7.55. (b)'de tamamen giderildiği sadece küçük bazı noktasal hataların yer aldığı görülmektedir. Şekil 7.55. (b)'de yer alan noktasal hatalar kırmızı oklar ile gösterilmiştir. SRG süspansiyonu ile parlatılan 3 nolu numuneye ait ışık mikroskobu görüntüleri Şekil 7.56.'da paylaşılmıştır.



Şekil 7.54. SRG süspansiyonu ile parlatılan 1 nolu numuneye ait (a) parlatma öncesi (b) parlatma sonrası ışık mikroskobu görüntüleri



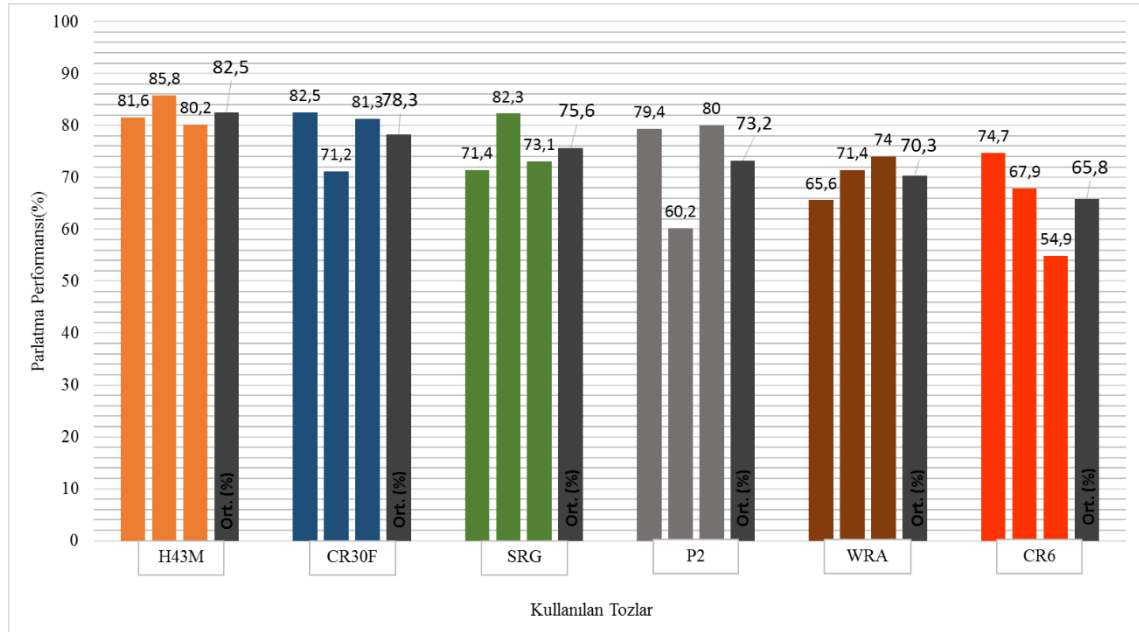
Şekil 7.55. SRG süspansiyonu ile parlatılan 2 nolu numuneye ait (a) parlatma öncesi (b) parlatma sonrası ışık mikroskobu görüntüleri



Şekil 7.56. SRG süspansiyonu ile parlatılan 3 nolu numuneye ait (a) parlatma öncesi (b) parlatma sonrası ışık mikroskobu görüntüleri

Şekil 7.56. (a)'daki parlatma öncesi görüntülerde yer alan çiziklerin parlatma işlemi ile 1 ve 2 nolu numunede olduğu gibi büyük ölçüde giderildiği Şekil 7.56. (b)'de görülmektedir. Parlatma işlemi sonrasında numune yüzeyinde yer alan '1' nolu küçük çizik ve 1 adet noktasal hata kırmızı oklarla gösterilmiştir. Gösterilen bu küçük çizik ve noktasal hatanın numune yüzey kalitesini etkileyerek Çizelge 7.20.'de paylaşılan parlatma performansı oranının %73.1'de kalmasına sebep oldukları söylenebilir.

Ticari P2, WRA FG, CR6, CR30F, H43M ve üretilen SRG tozları kullanılarak hazırlanan süspansiyonların 3'er numune üzerindeki parlatma performanslarına ait grafik Şekil 7.57.'de sunulmuştur. Grafik değerlendirildiğinde yüzey kalitesini %85.8, %81.6 ve %80.2 oranlarıyla en çok geliştiren süspansiyonun %82.5 ortalama değerine sahip H43M süspansiyonu olduğu görülmektedir.



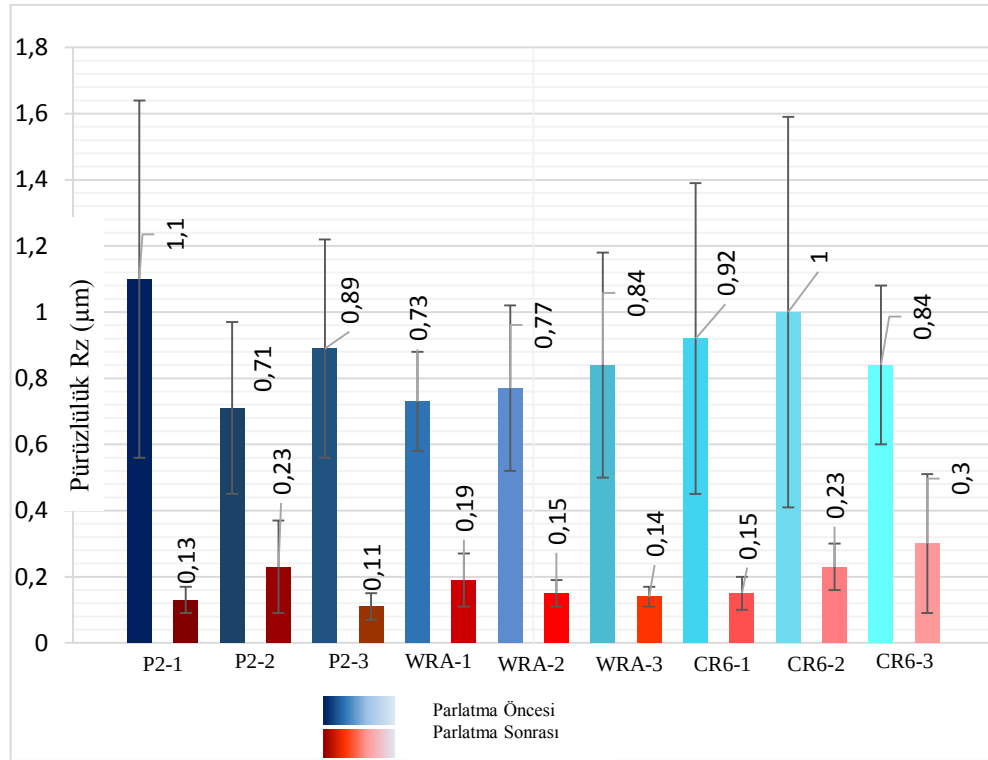
Şekil 7.57. Süspansiyonlara ait % parlatma performansları

Parlatma performansı olarak 2. sırada ise %82.5, %81.3 ve %71.2 oranlarıyla %78.3 ortalama parlatma performansına sahip CR30F süspansiyonu olduğu görülmektedir. Çözdürme-çöktürme yöntemiyle 3 aşamada sentezlenerek kalsinasyon ile elde edilen SRG partiküllerinin parlatma performansları %71.4, %82.3 ve %73.1 olarak ölçülmüştür. SRG süspansiyonunun ortalama parlatma performansı (%75.6) ile en iyi 3. değeri aldığı anlaşılmaktadır P2 partikülleri ile hazırlanan süspansiyonun %79.4, %60.2 ve %80.0 oranında yüzey kalitesini arttırdığı görülmektedir. WRA FG partikülleri ile hazırlanan

süspansiyon kullanılarak parlatılan numunelerin yüzeylerinin ise %65.6, %71.4 ve %74.0 oranında iyileştirildiği görülmektedir. En düşük % parlatma performansı ise %65.8 ortalama parlatma performansı ile CR6 partikülleri kullanılarak hazırlanan süspansiyona ait olduğu görülmektedir. En iyi performansı gösteren H43M, CR30F ve SRG tozlarının Şekil 7.16.'daki tane boyut analizi sonuçlarında ve Tablo 7.5.'te tane boyut dağılımlarının sırasıyla 3.0, 2.4 ve 4.5 μm oldukları görülmektedir. Bu sonuçlarla parlatma performansının tane boyut dağılımı (tek boyunlu olup olmaması) ile bir ilişkisi olduğu görülmektedir. Diğer yandan Tablo 7.5.'te CR6 tozunun en düşük ortalama tane boyutuna sahip olmasına rağmen Şekil 7.17. ve Şekil 7.18.'de CR30F tozundan daha büyük tanelere sahip olduğu görülmektedir. CR6 tozunun Tablo 7.5.'te en düşük ortalama tane boyutuna sahip olmasına rağmen en kötü parlatma performansı göstermesinin sebebi topaklanma eğilimi olabilir. CR6 tozunun Tablo 7.6.'daki BET yüzey alanı sonucunun ise $10.3 \text{ m}^2/\text{g}$ ile CR30F'in $29.4 \text{ m}^2/\text{g}$ olan yüzey alanından düşük olduğu görülmektedir. Şekil 7.57.'deki H43M, CR30F ve SRG'nin 3 numuneye ait parlatma performansları arasında farkın oldukça az olduğu görülmektedir. Diğer yandan P2 ve CR6 ile parlatılan numunelerin arasında yaklaşık %20'lik performans farkları olduğu görülmektedir. Bu farkın sebebinin tozların tane boyut dağılımının geniş olmasından ve içerlerindeki iri partiküllerden kaynaklandığı düşünülmektedir. Şekil 7.39. ve 7.47.'deki ışık mikroskobu görüntülerinde P2 ve CR6 ile parlatılan numunelerin yüzeylerinde parlatma esnasında yeni çiziklerin oluşması bu düşüncüyü kuvvetlendirmektedir.

Pürüzlülük ölçümünde 4. bölümde anlatıldığı gibi yüzey kalitesini sadece Ra değerleriyle ifade etmek yeterli olmayabilir. Yüzey profilleri Şekil 4.2.'deki gibi aynı Ra değerine sahip olmasına rağmen birbirinden çok farklı olabilirler. Bu nedenle farklı süspansiyonlar ile parlatılan yüzeylerin Rz ve Rmax değerleri de birbirleri ile karşılaştırılarak yorumlanmıştır. Rz ve Rmax değerleri Süspansiyonların Şekil 7.57.'deki Ra performanslarına göre P2, WRA FG, CR6 (1. grup) ve H43M, CR30F, SRG (2. grup) olarak 2 gruba ayrılarak değerlendirilmiştir. Şekil 7.58.'de P2, WRA FG ve CR6 ile parlatılan numunelere ait Rz değerleri paylaşılmıştır. Grafikte mavi ile gösterilen barlar parlatma öncesi, kırmızı ile gösterilen barlar ise parlatma sonrası değerlerdir. Grafikte parlatma sonrası en düşük Rz değerine sahip olan numunenin $0.11 \mu\text{m}$ ile P2 süspansiyonu ile parlatılan 3 nolu numune olduğu görülmektedir. Bu 3 nolu numunenin Şekil 7.57.'de Ra değerine göre %80 oranında iyileştirildiği görülmektedir. Şekil 7.58.'deki grafikte parlatma sonrası en yüksek Rz değerine sahip olan numunenin ise CR6

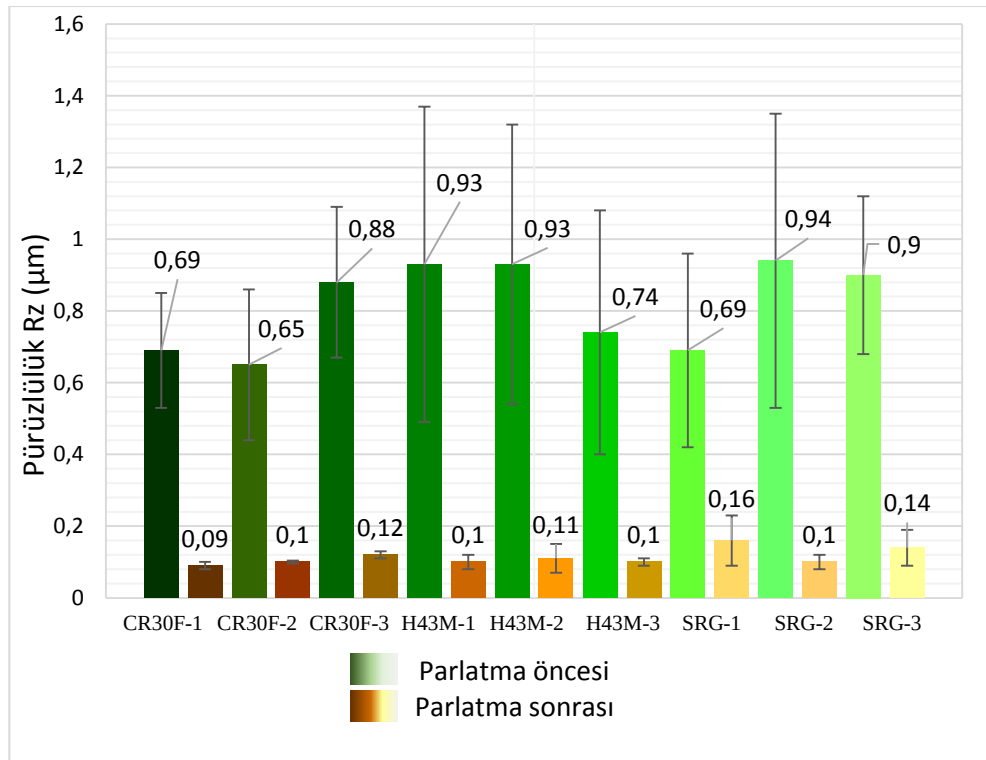
ile parlatılan 3 nolu numune olduğu görülmektedir. Bu numunenin aynı zamanda Şekil 7.57.'de en düşük % parlatma performansına sahip olduğu görülmüştür. Bu 3 parlatma süspansiyonu için Şekil 7.57. ve Şekil 7.58.'deki grafikler karşılaştırıldığında Ra ve Rz değerlerinin uyumlu oldukları görülmektedir. Kısaca yüksek Rz değerine sahip numunelerin parlatma performanslarının düşük olduğu, düşük Rz değerine sahip olan numunelerin ise yüksek parlatma performanslarına sahip olduğu anlaşılmaktadır. Aynı zamanda bu değerler sıralama olarak ta birbirleriyle uymaktadır.



Şekil 7.58. P2, WRA FG ve CR6 ile parlatılan numunelere ait Rz pürüzlülük değerleri

Şekil 7.59.'da parlatma performansları daha yüksek olan 2. grup H43M, CR30F ve SRG ile parlatılan numunelere ait Rz değerleri paylaşılmıştır. Yeşil ile gösterilenler parlatma öncesi, kahverengi ile gösterilenler ise parlatma sonrası Rz değerleridir. Bu değerler incelendiğinde en düşük Rz değerine sahip numunenin CR30F ile parlatılan 1 nolu numune olduğu görülmektedir. Fakat parlatma sonrası Rz değerlerine bakıldığında, Şekil 7.58.'deki değerlerin aksine bütün değerlerin birbirine oldukça yakın oldukları görülmektedir. Şekil 7.58.'de parlatma sonrası Rz değerleri arasındaki fark 0.19 µm iken Şekil 7.59.'da Rz değerleri (en yüksek ile en düşük) arasındaki fark yalnızca 0.07 µm dir. Bunun nedeni, daha dar tane boyut dağılımına sahip oldukları için daha homojen ve

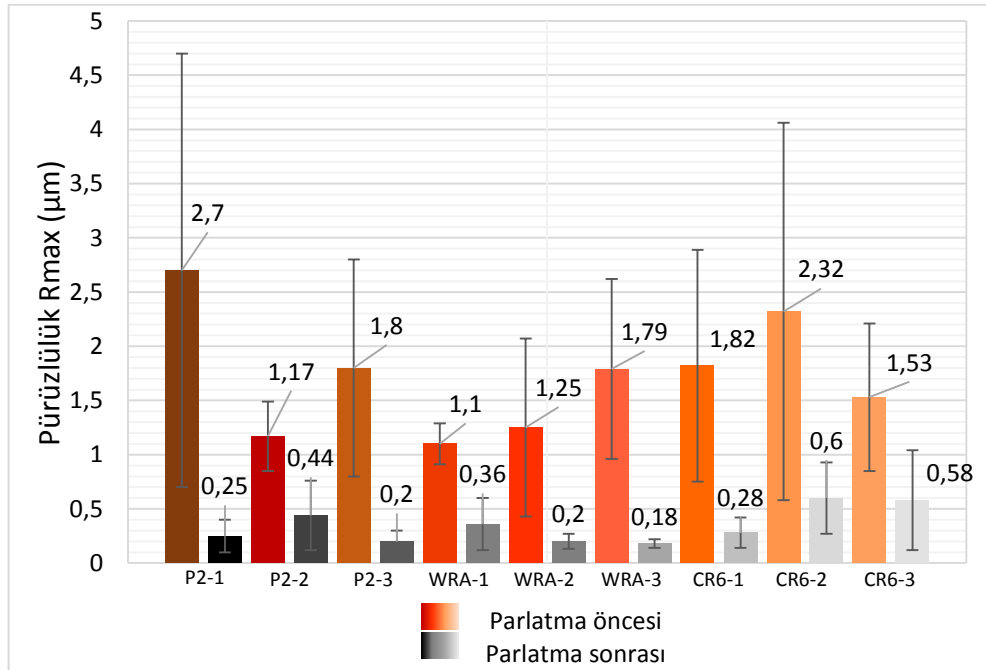
yüksek parlatma performansına sahip H43M, CR30F ve SRG süspansiyonlarının Rz değerlerinin de birbirine daha yakın ve hata oranlarının oldukça dar olduğu gösterilebilir. Bu üç süspansiyonun aksine daha kötü performans sergileyen P2, WRA FG ve CR6 süspansiyonları ile parlatılan numunelerin Rz değerleri arasındaki fark ve hata oranlarının daha yüksek olduğu açıkça görülmektedir. Genel olarak bu iki grafikteki parlatma öncesindeki Rz değerlerine ait hata oranlarının oldukça geniş olduğu, bu değerlerin parlatma işlemi ile oldukça dar hale geldiği görülmektedir. Şekil 7.58.'de P2 ile parlatılan 1 nolu numunenin parlatma öncesinde en yüksek Rz değerine sahip olmasına rağmen, parlatma işlemi ile diğerlerinden daha düşük bir değer aldığı görülmektedir. Aynı şekilde P2 ile parlatılan 2 nolu ve CR6 ile parlatılan 3 nolu numunenin parlatma öncesinde diğerlerine oranla daha düşük Rz değerlerine sahip olmalarına rağmen, parlatma işlemi ile daha yüksek Rz değerlerine sahip oldukları görülmektedir. Bunun nedeninin parlatma işlemi sırasında partiküllerin yeni çizikler oluşturması sebebiyle olduğu düşünülebilir.



Şekil 7.59. H43M, CR30F ve SRG ile parlatılan numunelere ait Rz pürüzlülük değerleri

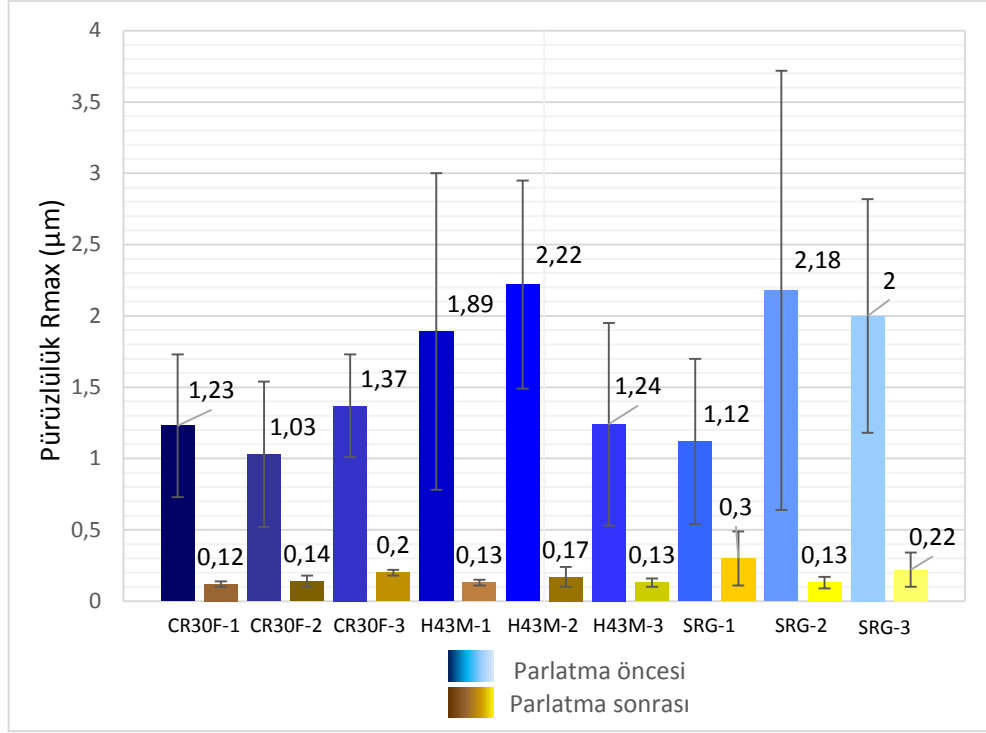
Şekil 7.60.'ta P2, WRA FG ve CR6 süspansiyonları ile parlatılan numunelere ait parlatma öncesi ve parlatma sonrası Rmax değerleri paylaşılmıştır. Bu değerler incelendiğinde Rmax değerlerinin Rz değerleri ile paralel bir şekilde değiştiği

görülmektedir. P2 ile parlatılanlar arasında en yüksek Rz değerine sahip 2 nolu numune Şekil 7.60.'ta da kendi içinde en yüksek Rmax değerine sahiptir. WRA FG ile parlatılan numunelerde de en yüksek ve en düşük Rz ve Rmax değerlerinin aynı numuneler olduğu görülmektedir. Fakat 7.58.'de CR6 ile parlatılan 3 nolu numunenin en yüksek Rz değerine sahip olmasına rağmen 7.60.'ta 2 nolu numuneden daha düşük Rmax değerine sahip olduğu görülmektedir. Bunun nedeni Şekil 7.58.'de CR6 ile parlatılan 3 nolu numunenin hata oranının en geniş olan numune olduğu ve ölçüme göre bu değer önemli ölçüde değişebileceği söylenebilir. Şekil 7.60.'taki CR6 ile parlatılan 2 ve 3 nolu numunelerin Rmax değerlerine ve üst hata oranlarına bakıldığında 3 nolu numunenin 2 nolu numuneden daha yüksek Rmax değerine sahip olabileceği görülmektedir. Kısaca Şekil 7.58. ve 7.60.'taki değerler sapma miktarları da göz önünde bulundurulduğunda değerlerin birbirine paralel oldukları görülmektedir. Şekil 7.60.'taki Rmax değerleri aynı zamanda Şekil 7.57.'deki Ra değerlerini de desteklemektedir. En yüksek Rmax değerlerine sahip CR6 ile parlatılan 2 ve 3 nolu numuneler, P2 ile parlatılan 2 nolu numune ve WRA FG ile parlatılan 1 nolu numunenin Şekil 7.57.'de de en düşük Ra yüzey gelişimini gösterdikleri görülmektedir.



Şekil 7.60. P2, WRA FG ve CR6 ile parlatılan numunelerin Rmax değerleri

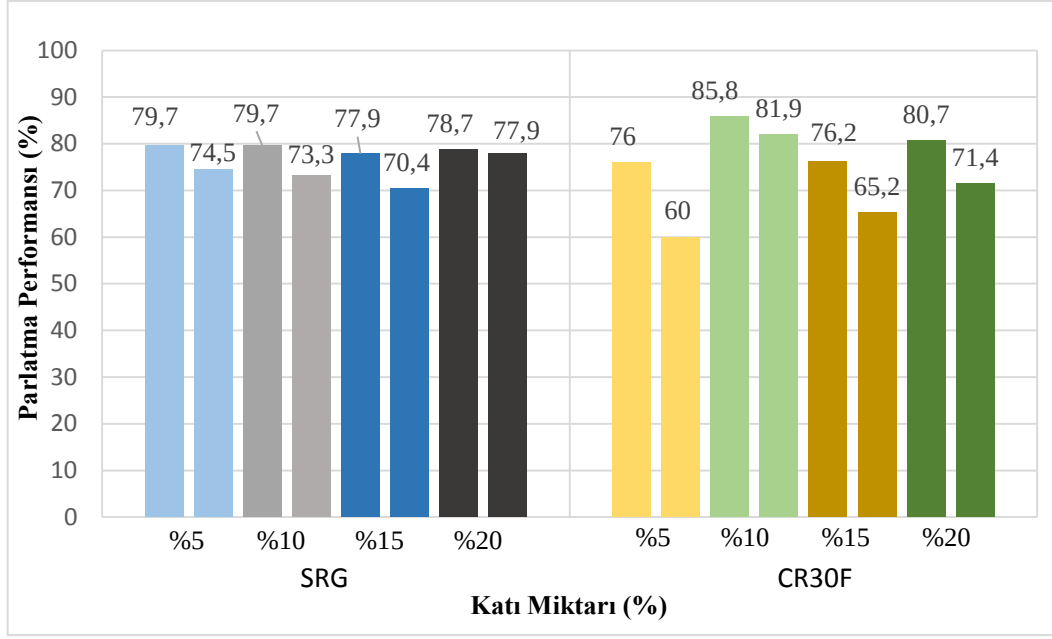
Şekil 7.61.'de CR30F, H43M ve SRG ile parlatılmış numunelere ait Rmax değerleri paylaşılmıştır. Bu değerler incelendiğinde parlatma öncesi numunelerin Rmax değerlerinin oldukça geniş olduğu görülmektedir. Fakat parlatma işlemi ile birlikte Rmax değerleri 0.12 μm ile 0.3 μm arasına indirilmiştir. Aynı zamanda oldukça geniş hata (sapma) oranlarına sahip numunelerin parlatma işlemi ile birlikte oldukça daraldığı görülmektedir. En yüksek Rmax değerine sahip olan SRG1 ve SRG3 numunelerinin Şekil 7.59.'da da en yüksek Rz değerlerine sahip olduğu anlaşılmaktadır. Bu numunelerin yüzey pürüzlülüğünün Şekil 7.57.'de %71.4 ve %73.1 gelişme göstererek H43M ve CR30F ile kıyaslandığında bir miktar düşük performans sergiledikleri görülmektedir. Fakat Şekil 7.57.'de SRG1 ve SRG3 numunelerinin parlatma performans miktarları CR30F2 nolu numuneden daha yüksek olduğu görülmektedir. Şekil 7.61.'deki CR30F2 numunesine ait Rmax değerine bakıldığında 0.14 μm ile SRG1 ve SRG3 numunelerinden daha düşük bir değer aldığı görülmektedir. CR30F2 numunesinin parlatma performansı olarak SRG1 ve SRG3'ten düşük olmasına rağmen daha homojen bir yüzey profiline sahip olduğu söylenebilir. Ayrıca SRG1 ve SRG3 nolu numunelerin parlatma öncesinde SRG2 numunesinden daha düşük Rmax değerine sahip olmasına rağmen parlatma sonrasında daha yüksek Rmax değerlerine sahip olmasının sebebi, parlatma esnasında yüzeyin partiküller tarafından çizilmiş olabileceğini göstermektedir. Genel olarak Şekil 7.61.'deki Rmax değerleri ve hata oranları Şekil 7.60.'taki değerlerinden daha düşük olduğu görülmektedir. Sonuç olarak parlatma işlemi ile birlikte Ra, Rz ve Rmax değerleri göz önünde bulundurulduğunda daha dar tane boyut dağılımına sahip H43M, CR30F ve SRG süspansiyonlarının P2, WRA FG ve CR6 süspansiyonlarına oranla daha iyi yüzey kalitesi sağladıkları söylenebilir.



Şekil 7.61. CR30F, H43M ve SRG ile parlatılan numunelere ait Rmax değerleri

7.3.2. CR30F ve SRG Tozları Kullanılarak %5, %10, %15 ve %20 Katı İçerikli Süspansiyonlar ile Numune Yüzeylerinin Parlatılması

Ticari CR30F ve üretilen SRG α -Al₂O₃ tozları ile %5, %10, %15 ve %20 katı oranlarında hazırlanan süspansiyonlar kullanılarak parlatılan numunelere ait parlatma performansları Şekil 7.58.'de sunulmuştur. Hazırlanan parlatma süspansiyonları kullanılan alümina ismi ve katı içeriklerine göre CR30F-5 (%5), CR30F-10 (%10), CR30F-15 (%15), CR30F-20 (%20), SRG5 (%5), SRG10 (%10), SRG15 (%15), SRG20 (%20) şeklinde isimlendirilmiştir.

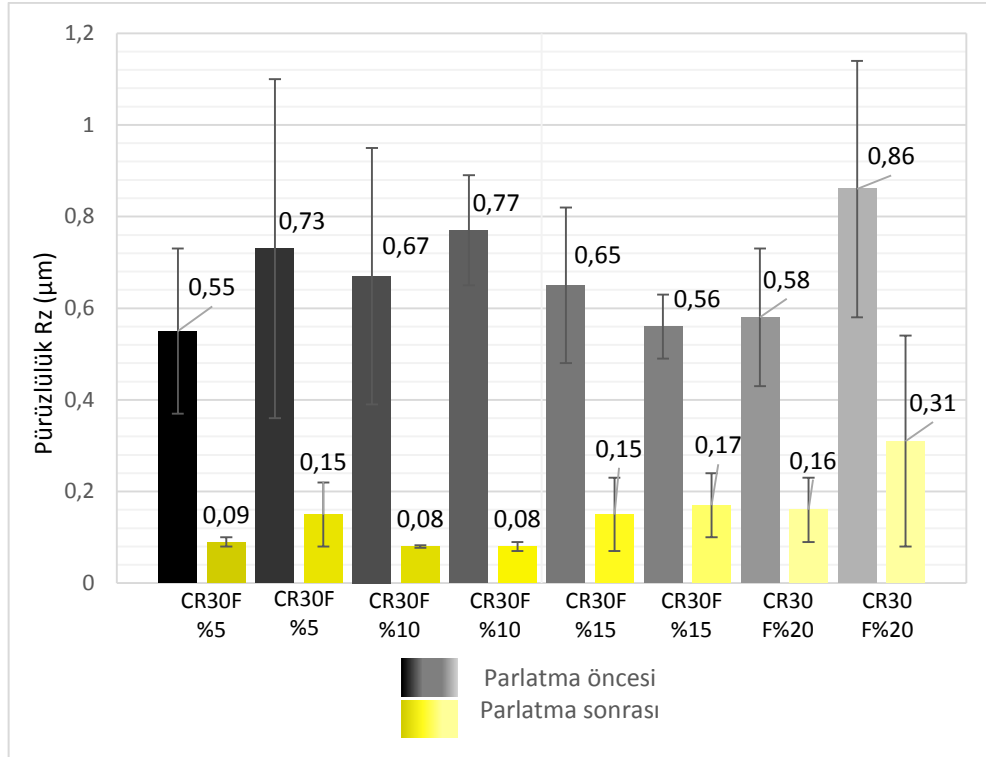


Şekil 7.62. CR30F ve SRG kullanılarak %5, %10, %15 ve %20 katı oranlarında hazırlanan süspansiyonlara ait parlatma performansları

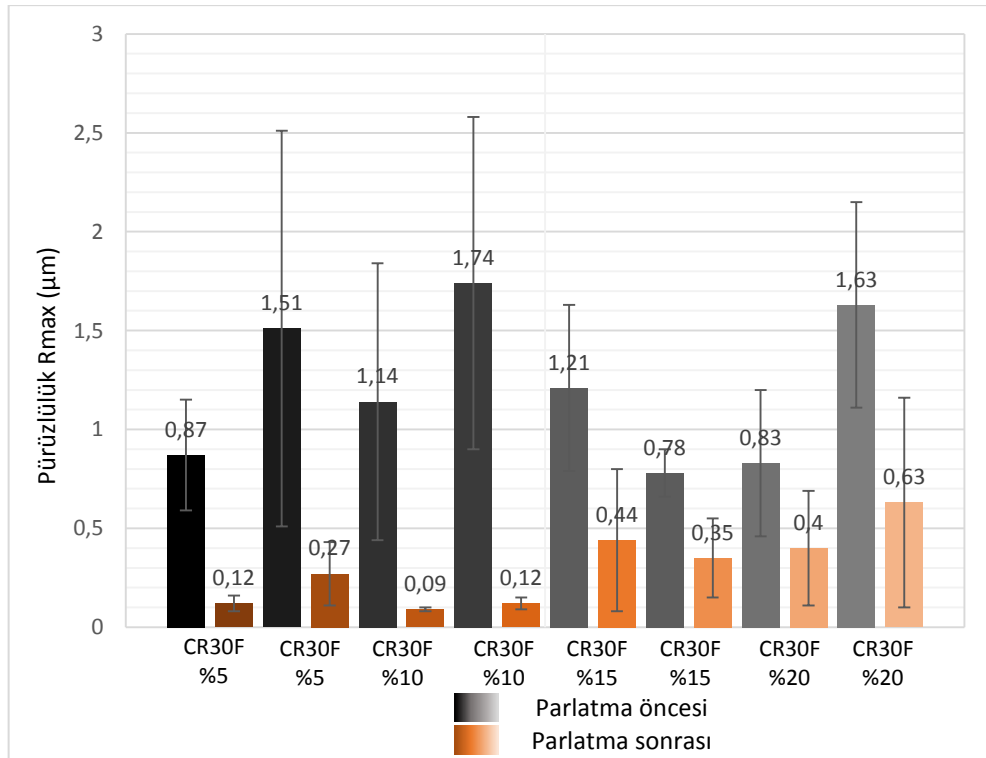
Şekil 7.58.'deki parlatma sonuçları değerlendirildiğinde SRG5 süspansiyonunun yüzey pürüzlülüğünü %79.7 ve %74.5 oranında iyileştirdiği görülmektedir. Aynı katı oranında hazırlanan CR30F-5 süspansiyonu ile parlatılmış numuneye ait yüzey pürüzlülüklerinin ise %76.0 ve %60.0 oranlarında iyileştirildiği görülmektedir. SRG ile hazırlanan süspansiyonun katı oranı %5'ten %10'a çıkarıldığında, parlatma performanslarında çok değişme olmadığı Şekil 7.58.'de görülmektedir. CR30F-10 süspansiyonu kullanılarak yapılan parlatma işleminde ise yüzey pürüzlülüğünün %85.8 ve %81.9 oranlarında gelişerek en yüksek değerlerine ulaştığı anlaşılmaktadır. SRG süspansiyonundaki katı oranının %15'e çıkarılmasına rağmen parlatma performanslarının SRG5 ve SRG10 süspansiyonlarına göre düşüş yaşayarak %77.9 ve %70.4'e gerilediği görülmektedir. %15 katı oranında hazırlanan CR30F-15 süspansiyonu da numune yüzeylerini %76.2 ve %65.2 oranlarında geliştirerek %10 katı içerikli CR30F-10 süspansiyonundan daha düşük değerler almıştır. Şekil 7.58.'de %20 katı içerikli SRG-20 süspansiyonu ile parlatılan numune yüzeylerinin %78.8 ve 77.9 oranında geliştirildiği görülmektedir. CR30F ile aynı oranda hazırlanan CR30F-20 süspansiyonu ise numune yüzeylerini %80.7 ve %71.4 oranlarında iyileştirmiştir. Bu sonuçlar değerlendirildiğinde SRG ve CR30F partikülleri kullanılarak hazırlanan süspansiyonlarda katı miktarını attırmanın performans üzerinde bir etkisi olduğu görülmemiştir. CR30F süspansiyonları arasında en iyi performansları % 85.8 ve %81.9 ile %10 katı oranına sahip süspansiyonlar

sergilerken SRG için en yüksek değer olan %79.7'ye SRG5 ve SRG10 süspansiyonları ile ulaşılmıştır. Ortalama olarak bakıldığında ise %20 katı oranına sahip SRG süspansiyonu 2 farklı numune için de %77 üzerinde yüzey iyileştirmesi sağlayarak en iyi performansı gösterdiği düşünülebilir. Ek olarak Şekil 7.58.'deki sonuçlar değerlendirildiğinde SRG partikülleri ile hazırlanan %5, %10, %15 ve %20 katı içerikli süspansiyonlara ait parlatma performanslarının birbirlerine çok yakın olduğu ve değerlerin sadece %80 ile %70 arasında değiştiği görülmektedir. Diğer yandan CR30F ile hazırlanan süspansiyonlara ait parlatma sonuçlarında ise en iyi ile en kötü parlatma performansları arasında %15.8'lik bir fark olduğu görülmektedir. Bu performans farklılıklarına CR30F tozuna ait Şekil 7.17. (d)'deki SEM görüntülerinde bulunan iri partiküllerin veya topaklanmaların yüzeyde yeni çizikler oluşturarak sebep olduğu düşünülmektedir.

Yüzey pürüzlülüğünün sadece Ra değeri göz önünde bulundurularak yorumlanmasının doğru sonuçlar vermeyeceğini düşünerek numunelere ait Rz ve Rmax değerleri de yorumlanmıştır. Şekil 7.63.'te CR30F ile parlatılan numunelere ait Rz değerleri paylaşılmıştır. Bu değerler incelendiğinde en düşük Rz değerlerine ağırlıkça %10 katı partikül içeren süspansiyonlar ile ulaşıldığı görülmektedir. Katı miktarının artmasıyla Rz değerinin arttığı %20 katı içeren süspansiyon ile parlatılan 2 nolu numune ile maksimum değerine ulaştığı görülmektedir. %20 katı içerikli 2 nolu numuneye ait Şekil 7.62.'deki parlatma performansına bakıldığında %71.4 ile CR30F-5 ile parlatılan 2 nolu numuneden ve CR30F-15 ile parlatılan 2 nolu numuneden yüksek olmasına rağmen Rz değeri bakımından bu numunelerin gerisinde kaldığı görülmektedir. Bu nedenle artan katı miktarı ile yüzey kalitesinin genel olarak arttırıldığı fakat yüzeyde daha derin çiziklerin oluştuğu söylenebilir. Bu teoriyi Şekil 7.64.'te gösterilen CR30F ile parlatılmış numunelere ait Rmax değerleri de desteklemektedir.

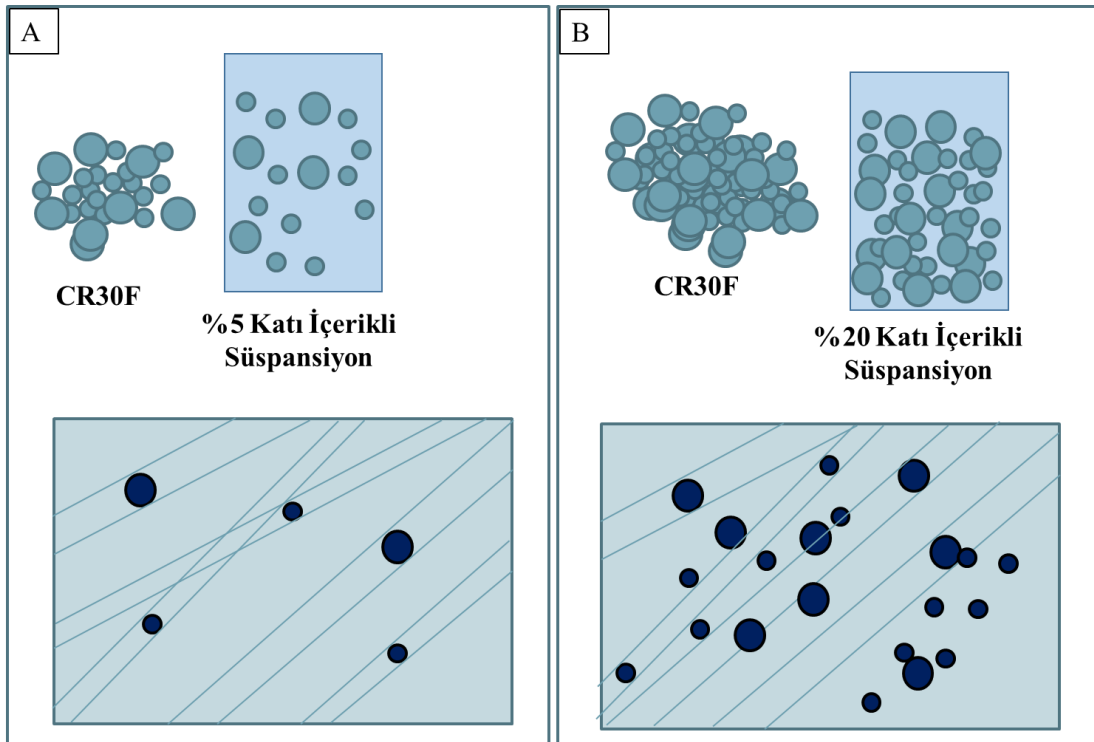


Şekil 7.63. CR30F ile parlatılan numunelere ait Rz değerleri



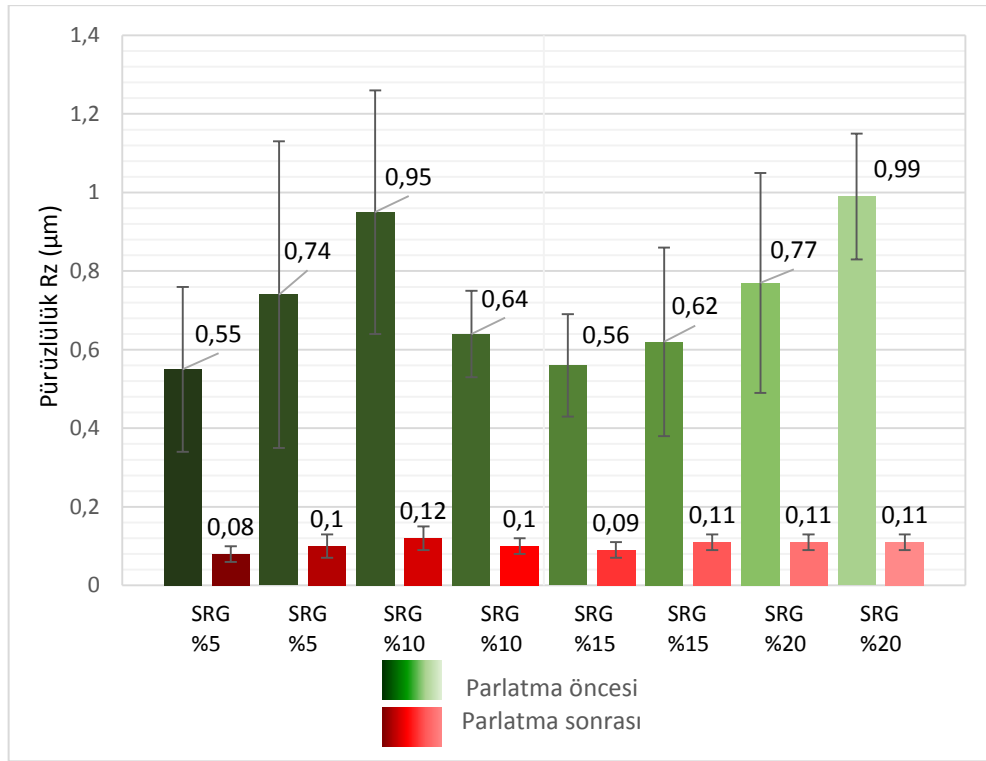
Şekil 7.64. CR30F ile parlatılan numunelere ait Rmax değerleri

Şekil 7.64.'te CR30F-20 ile parlatılan 2 nolu numunenin parlatma öncesi Rmax değeri CR30F-10 ile parlatılan 2 nolu numunenin parlatma öncesi Rmax değerinden düşük olduğu görülmektedir. Buna rağmen parlatma işlemi ile birlikte Rmax değeri CR30F-10 ile parlatılandan oldukça yüksek bir değer almıştır. Aynı zamanda CR30F-20 ile parlatılan 2 nolu numunenin alt ve üst hata oranlarının oldukça geniş olduğu görülmektedir. Bu veriler ışığında katı oranının artması ile süspansiyon içerisinde bulunan iri partiküllerin ya da topakların artması yüzeyde yeni çiziklerin oluşmasına sebep olduğu düşünülmüştür. Bu nedenle % parlatma performansı artmasına rağmen yüzeyde daha fazla çizik oluşarak Rz ve Rmax değerlerinin arttığı söylenebilir. Şekil 7.65.'te artan % katı oranı ile artan iri partiküllerin ya da topaklanmalar ile yüzeyde daha fazla çizik oluşturması şekilsel olarak gösterilmiştir. Şekil 7.65.'te olduğu gibi katı miktarının artmasıyla iri partikül miktarının da arttığı bu sebeple iri partiküllerin malzeme yüzeyinde daha fazla çizik oluşturarak Rz ve Rmax değerini olumsuz yönde ettiği düşünülmektedir.



Şekil 7.65. (a) ağırlık %5 katı içerikli CR30F süspansiyonu (b) ağırlık %20 katı içerikli CR30F süspansiyonu ve yüzeyde oluşturdukları çizikler

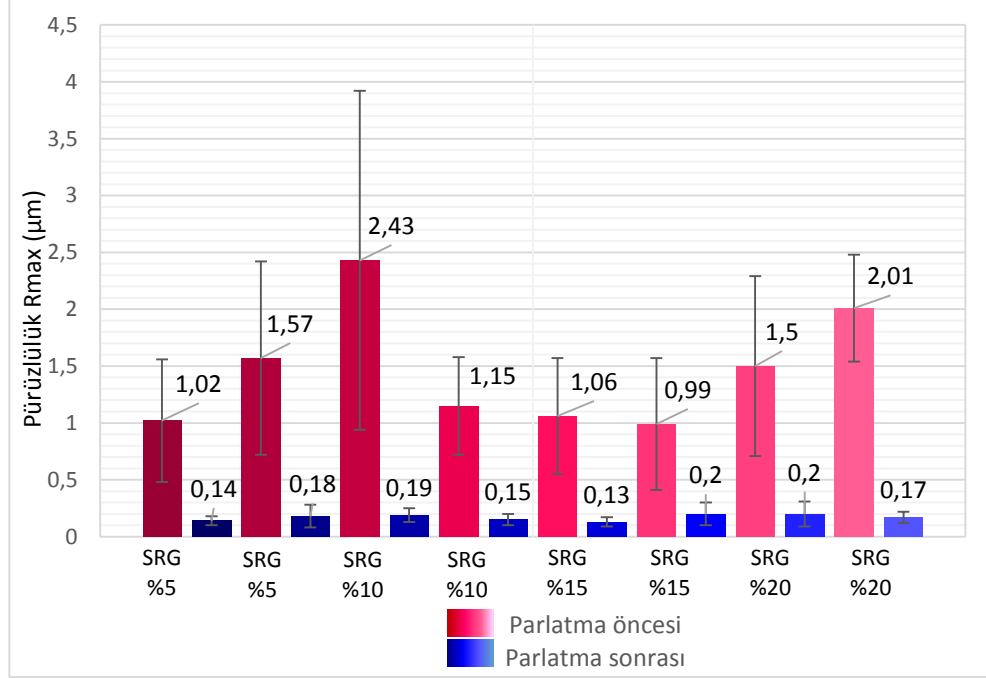
Şekil 7.66.'da SRG ile parlatılan numunelere ait Rz değerleri verilmiştir. Bu değerler incelendiğinde parlatma öncesi Rz değerlerinin birbirinden oldukça farklı olmasına rağmen parlatma işlemi ile birlikte Rz değerlerinin hepsi hemen hemen aynı seviye geldiği görülmektedir. Şekil 7.66.'daki Rz değerlerini gösteren grafikte katı miktarının Rz değeri üzerine bir etkisi olmadığı görülmektedir. Şekil 7.63.'te gösterilen CR30F ile parlatılmış numunelere ait Rz grafiği ile karşılaştırıldığında, katı oranının artmasına rağmen herhangi bir değişiklik olmaması, süspansiyon içerisindeki SRG partiküllerinin Şekil 7.14.'te gösterilen SEM görüntülerinde CR30F partiküllerinden daha homojen bir tane boyut dağılımına sahip olması gösterilebilir.



Şekil 7.66. SRG ile parlatılan numunelere ait Rz değerleri

Kısaca süspansiyon içerisindeki CR30F katı oranının artması yeni derin çiziklere sebep olurken SRG partiküllerinin tane boyut dağılımının homojen olması bu etkiyi ortadan kaldırmaktadır. Şekil 7.67.'deki SRG ile parlatılan numuneye ait Rmax değerleri de bu tezimizi desteklemektedir. Şekil 7.67.'de gösterilen parlatma öncesi Rmax değerleri birbirinden oldukça farklı olsalar da parlatma işlemi ile birlikte aynı seviyelere geldikleri görülmektedir. Şekil 7.64.'teki CR30F-20 ile parlatılan numunelere kıyasla Şekil 7.67.'deki SRG20 ile parlatılan numunelerde Rmax değeri ve hata oranları diğer katı oranlarından çok farklı olmadıkları görülmektedir. Bunun nedeni daha önce belirttiğimiz

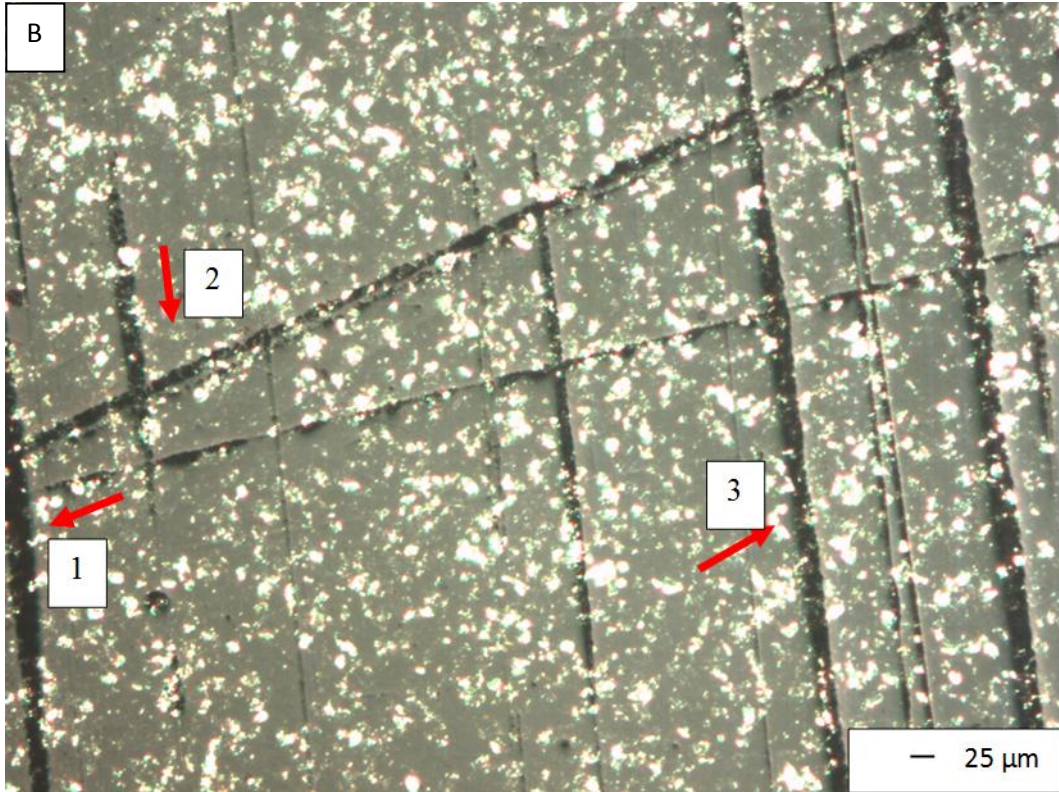
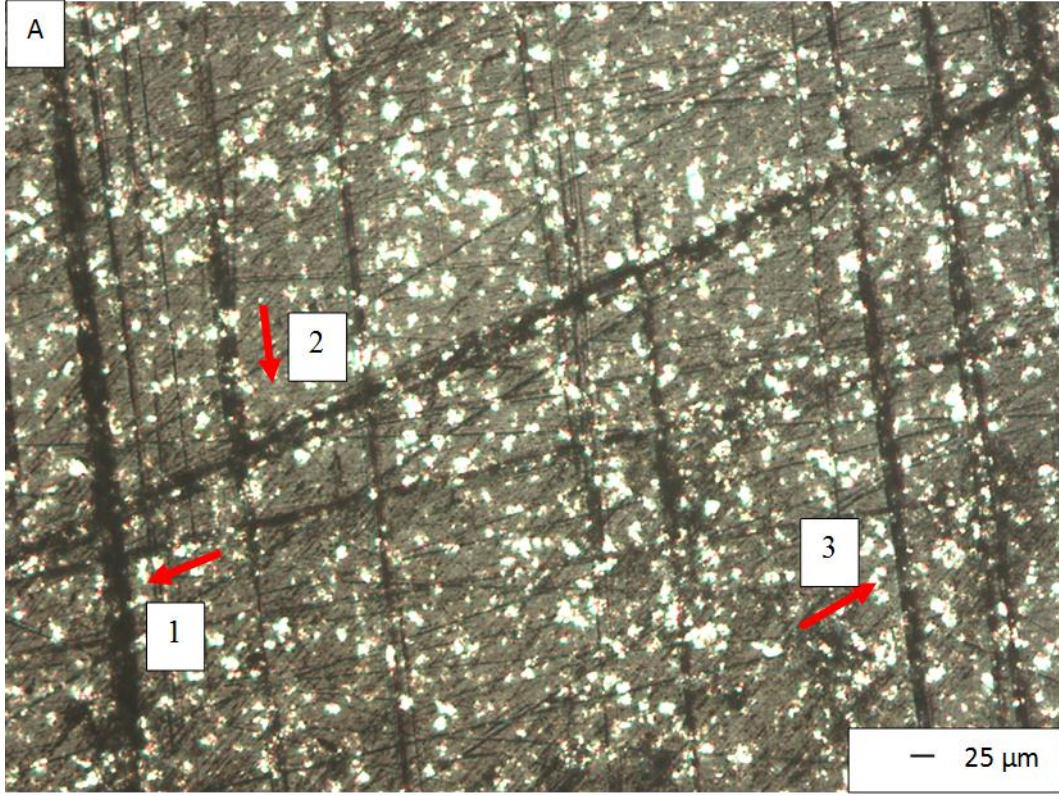
gibi tane boyut dağılımı oldukça homojen olan SRG partikülleri süspansiyon içerisindeki katı oranlarının artmasına rağmen yeni çizikler oluşturmayarak yüzey kalitesinde yeni deformasyonlara sebep vermediği söylenebilir.



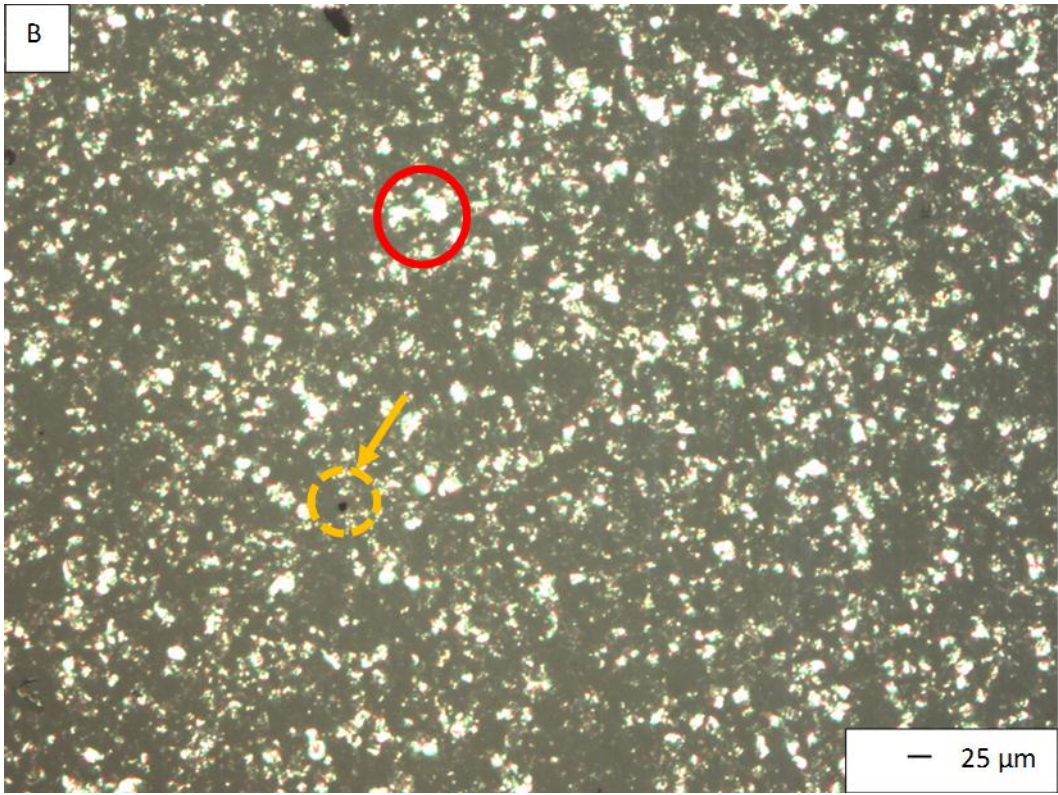
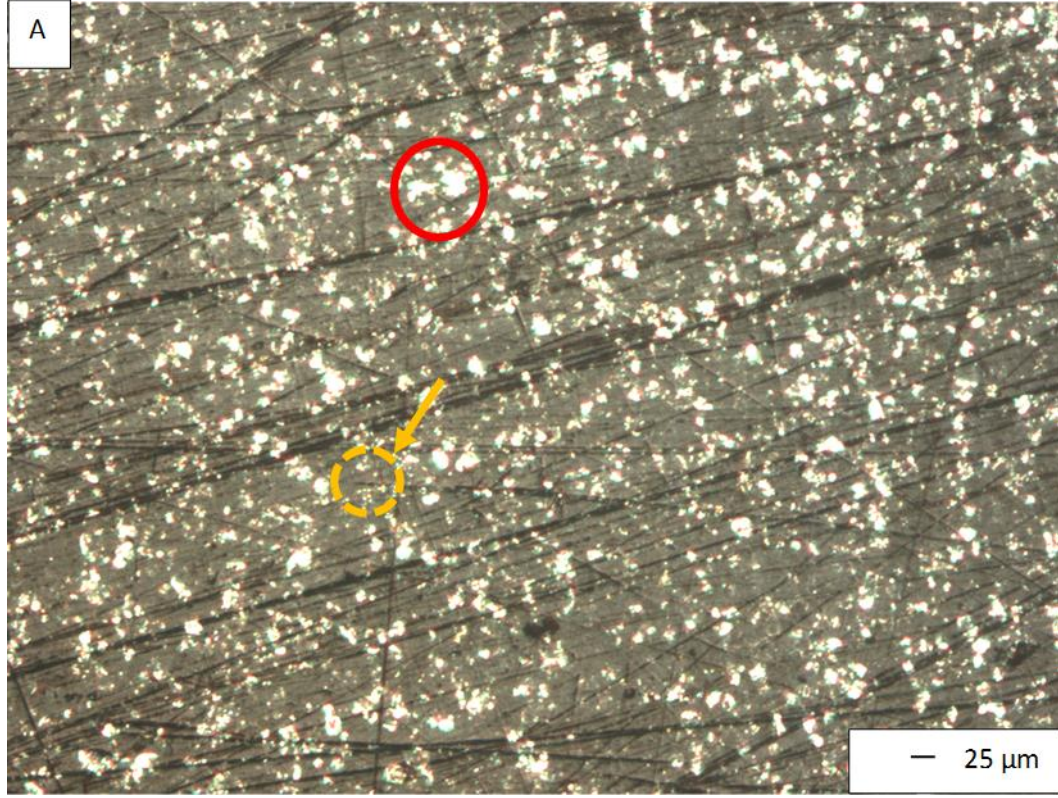
Şekil 7.67. SRG ile parlatılan numunelere ait Rmax değerleri

CR30F ve SRG partikülleri kullanılarak farklı katı oranlarında hazırlanan süspansiyonlar ile parlatılan numune yüzeyleri ışık mikroskobu ile incelenerek daha detaylı araştırılmıştır. CR30F partikülleri kullanılarak %5 katı oranında hazırlanan CR30F-5 süspansiyonu ile parlatılan numuneye ait ışık mikroskobu görüntüleri Şekil 7.68.'de sunulmuştur. Parlatma öncesi ve sonrası görüntülerinde aynı bölgeler kırmızı daire içerisinde, yüzeydeki çizikler kırmızı kesikli çizgilerle, noktasal hatalar ise sarı kesikli çizgilerle gösterilmektedir. Şekil 7.68. (A)'da numune yüzeyinin parlatma öncesinde oldukça geniş çiziklere sahip olduğu görülmektedir. 1, 2 ve 3 olarak numaralandırılan çiziklerin genişliklerinin yaklaşık olarak 20 µm olduğu anlaşılmaktadır. Numune yüzeyi CR30F-5 ile parlatıldıktan sonra küçük çiziklerin giderildiği fakat daha geniş olan çiziklerin tamamen giderilemediği Şekil 7.68. (B)'de görülmektedir. Giderilemeyen bu geniş çizgiler CR30F-5 süspansiyonunun parlatma performansını düşürerek %60'ta kalmasına sebep olmuştur. Şekil 7.69.'da CR30F-10 ile parlatılan numuneye ait ışık mikroskobu görüntüleri sunulmuştur. Şekil 7.69. (A)'da parlatma öncesi numune yüzeyindeki çizikler görülmektedir. Parlatma işlemi ile çiziklerin büyük

ölçüde giderildiği Şekil 7.69. (B)'de görülmektedir. Parlatma sonrası ışık mikroskobu görüntüsünde sarı daire içinde gösterilen küçük noktasal hatanın parlatma öncesi görüntüsünde yer almadığı tespit edilmiştir. Bu hatanın parlatma işleminde oluştuğu anlaşılmaktadır.

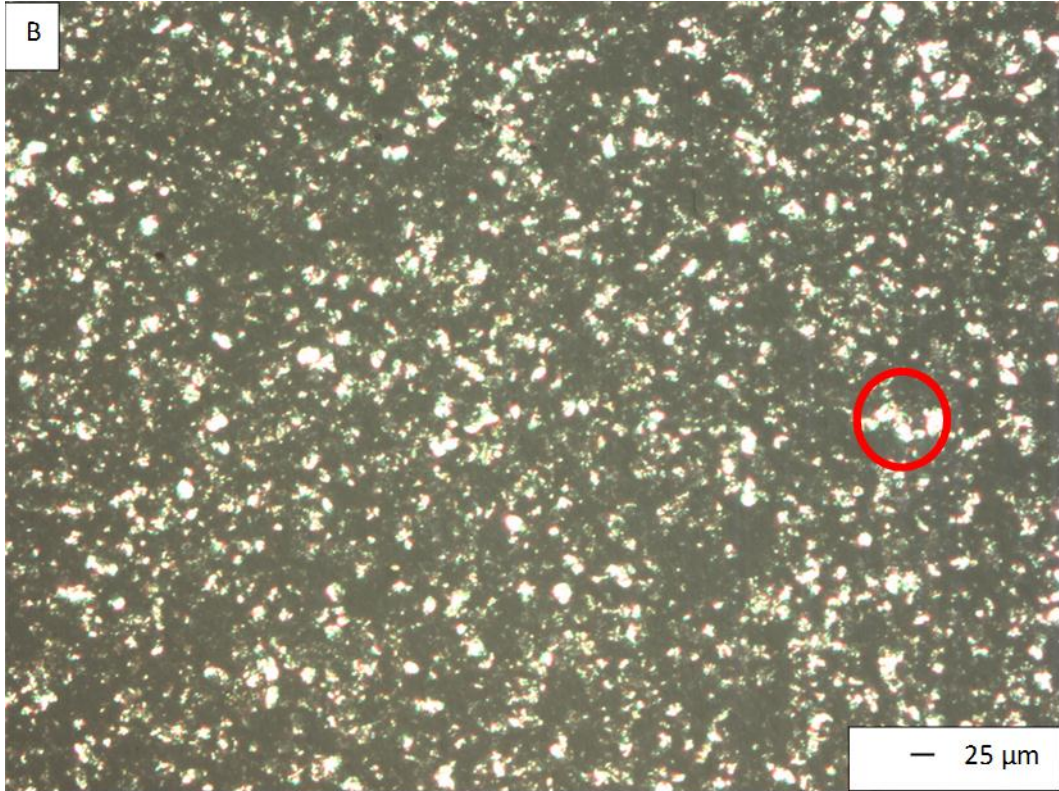
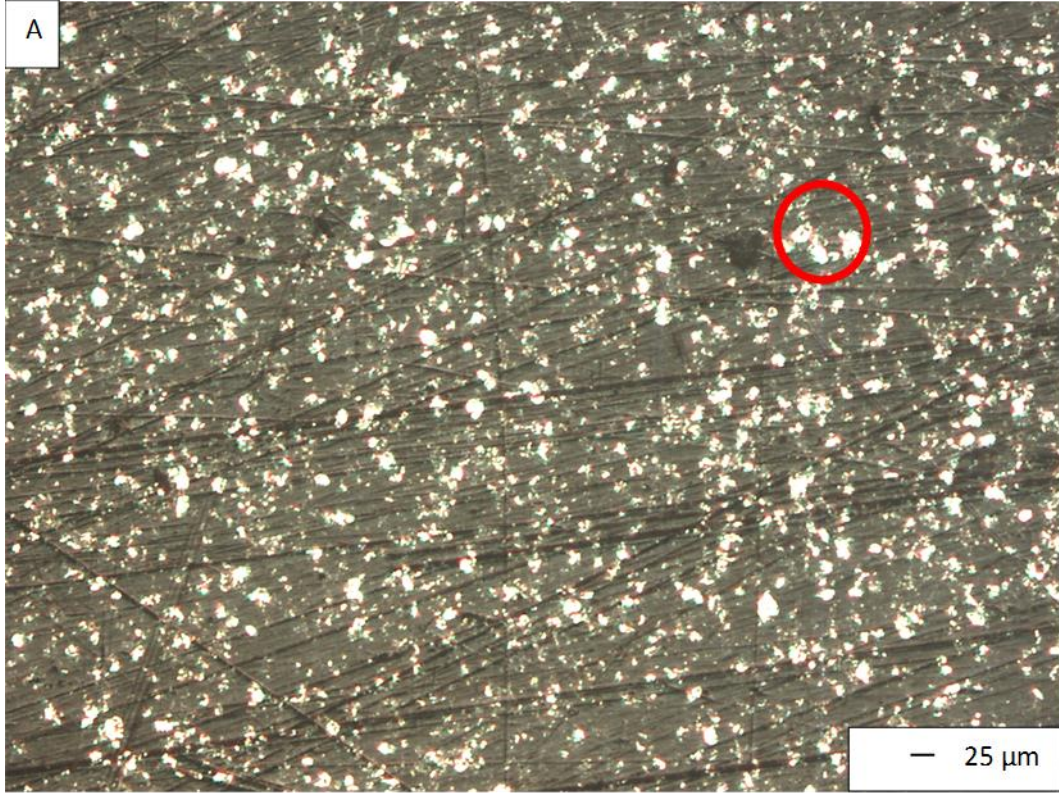


Şekil 7.68. CR30F-5 süspansiyonu ile parlatılan numuneye ait (a) parlatma öncesi (b) parlatma sonrası ışık mikroskobu görüntüleri

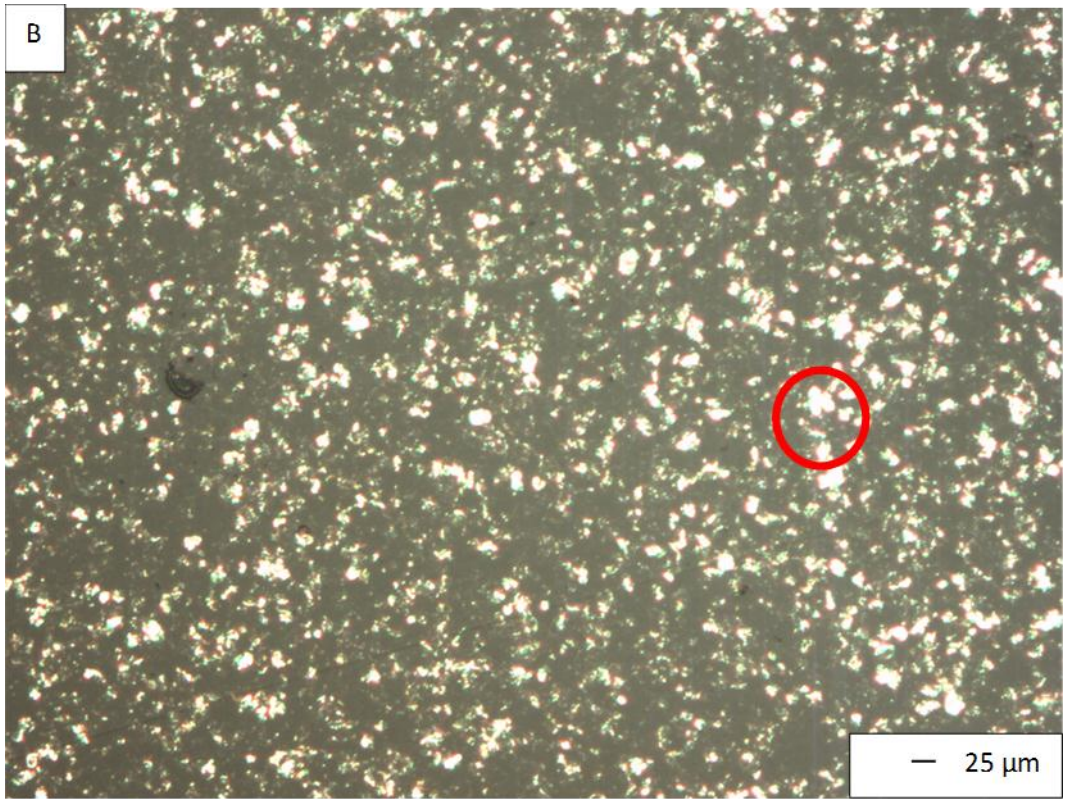
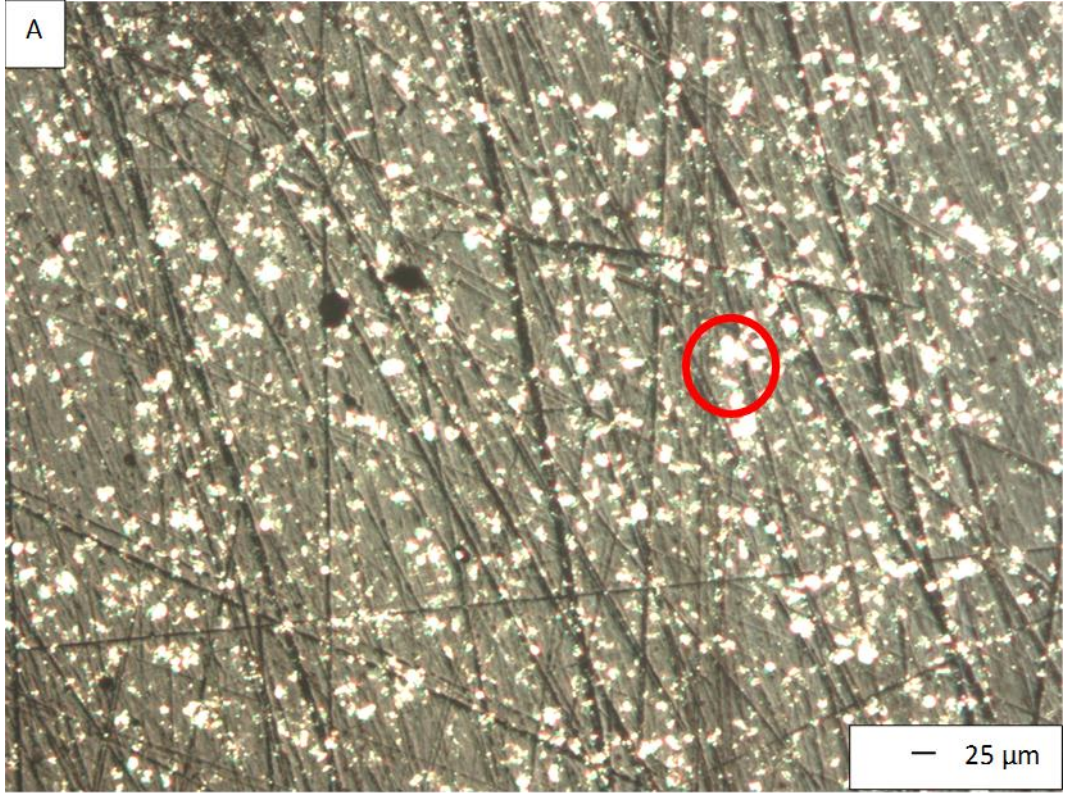


Şekil 7.69. CR30F-10 süspansiyonu ile parlatılan numuneye ait (a) parlatma öncesi (b) parlatma sonrası ışık mikroskobu görüntüleri

Şekil 7.70.'te CR30F-15 ile parlatılan numuneye ait görüntüler paylaşılmıştır. Görüntülerde aynı bölgeler kırmızı daireler ile gösterilmiştir. Şekil 7.70.'teki parlatma öncesi görüntüsünde numune yüzeyindeki çizikler görülmektedir. Parlatma işleminden sonra numune yüzeyinde herhangi bir çizik görülmemektedir (Şekil 7.70. (B)). CR30F partikülleri kullanılarak %20 katı oranında hazırlanan CR30F-20 süspansiyonu kullanılarak parlatılmış numuneye ait görüntüler Şekil 7.71.'de sunulmuştur. Şekil 7.71. (A)'daki parlatma öncesi görüntüsünde numune yüzeyindeki çizikler ve hatalar görülmektedir. Parlatma işlemi ile birlikte yüzey kalitesi artırılarak çizikler giderildiği Şekil 7.71. (B)'de görülmektedir. Görüntüler değerlendirildiğinde, CR30F-5, CR30F-10, CR30F-15 ve CR30F-20 ile parlatılan numunelerdeki çizikler büyük ölçüde giderilmiştir. Sadece CR30F-5 ile parlatılan numunede 20 µm genişliğinde çizikler bulunduğu görülmüş, parlatma işlemi ile bu geniş çizikler giderilememiştir. Bu çiziklerin parlatma ile azaltılmasına rağmen tamamen giderilemeyecek düzeyde derin olduğu görülmüştür. Diğer numunelerde bulunan çizikler ve hatalar farklı oranlardaki süspansiyonlar kullanılarak giderilmiştir. Sonuç olarak süspansiyonlarda kullanılan katı miktarının parlatma performansı üzerinde bir etkisi olduğu görülmemiştir.

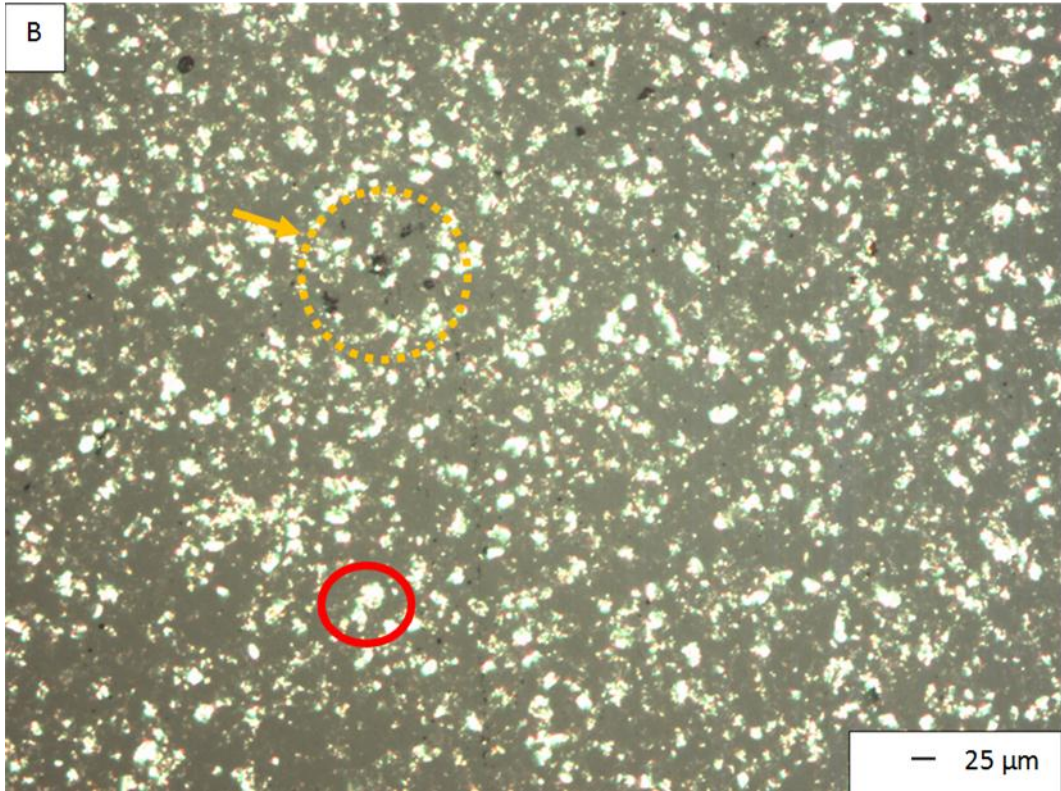
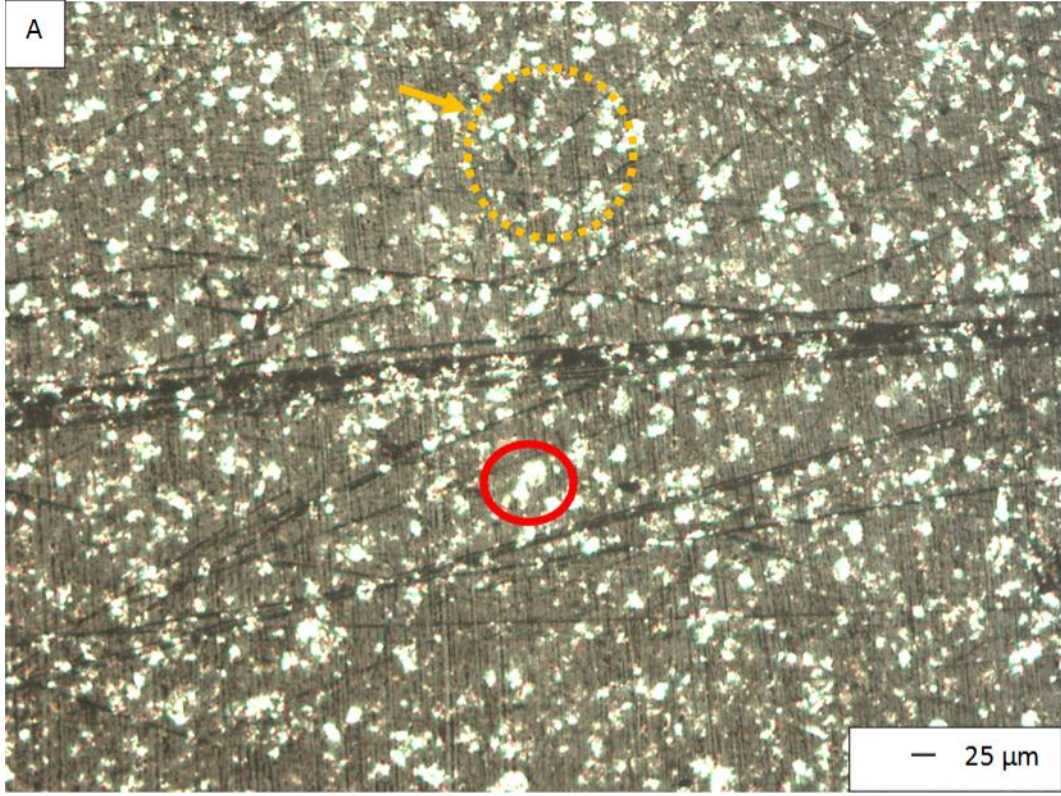


Şekil 7.70. CR30F-15 süspansiyonu ile parlatılan numuneye ait (a) parlatma öncesi (b) parlatma sonrası ışık mikroskobu görüntüleri

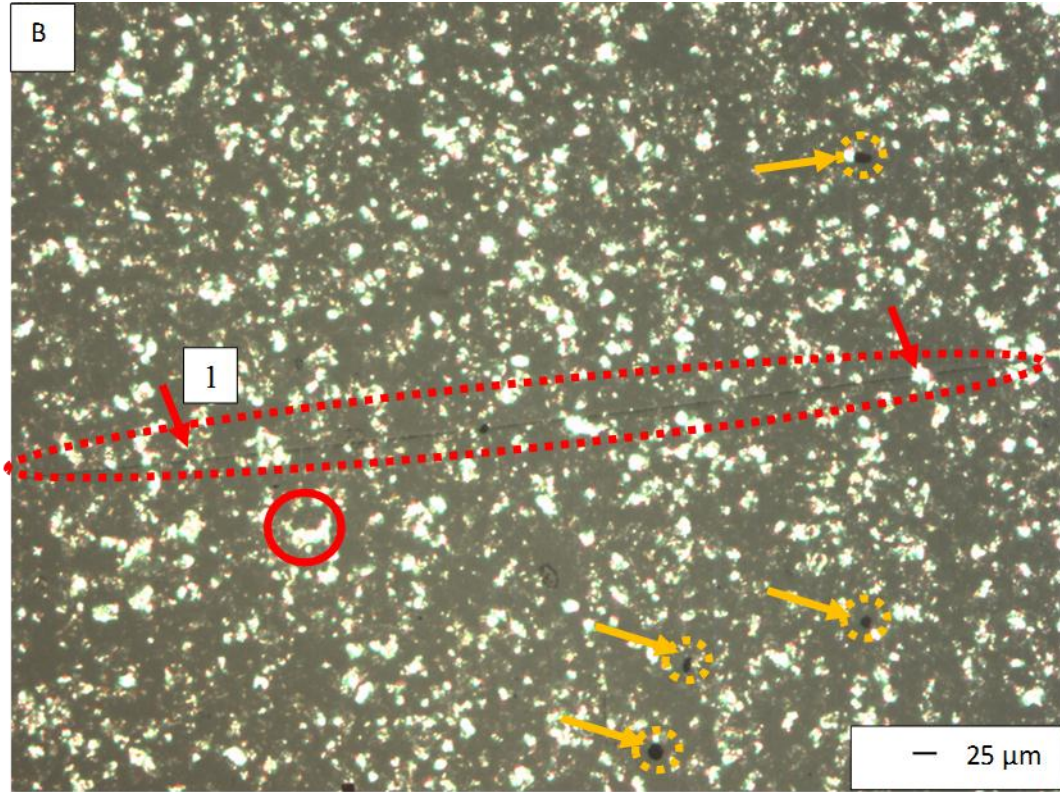
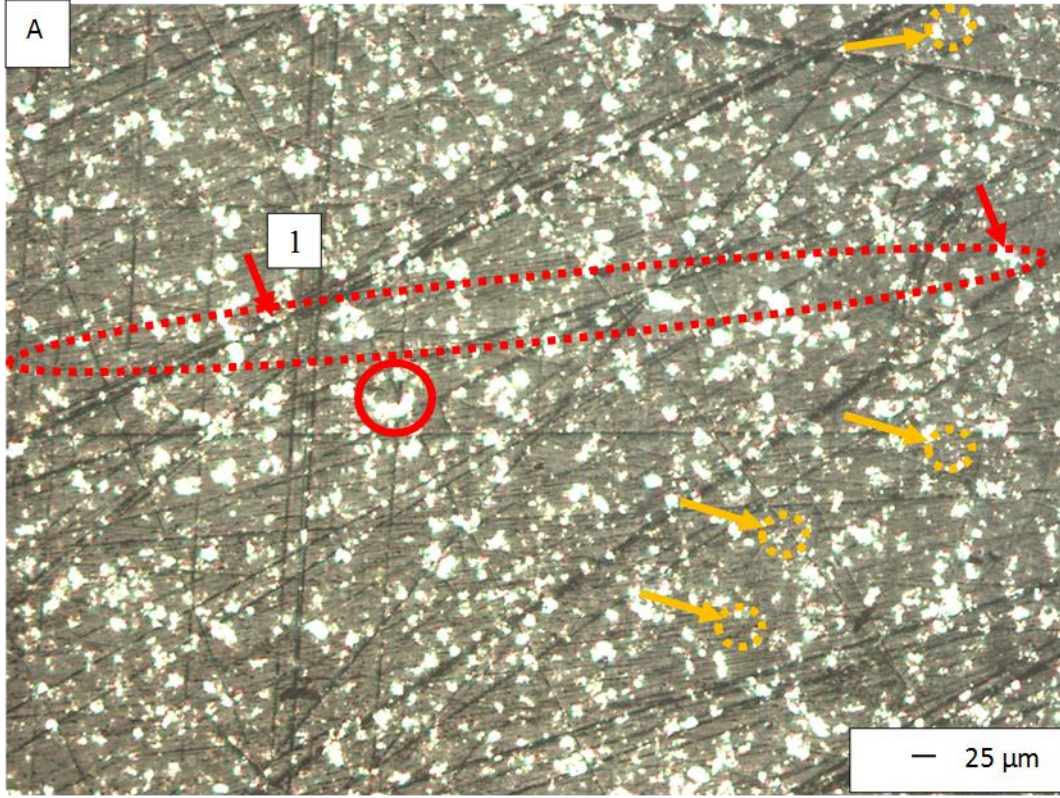


Şekil 7.71. CR30F-20 süspansiyonu ile parlatılan numuneye ait (a) parlatma öncesi (b) parlatma sonrası ışık mikroskobu görüntüleri

Şekil 7.72.'de SRG5 süspansiyonu ile parlatılan bir numunenin parlatma öncesi ve parlatma sonrası ışık mikroskobu görüntüleri paylaşılmıştır. Bu görüntülerde aynı bölgeler kırmızı daireler ile, çizikler kırmızı kesikli daireler ile, noktasal hatalar da sarı kesikli daireler ile gösterilmiştir. Şekil 7.72. (A)'da gösterilen numuneye ait çiziklerin SRG5 ile parlatıldıktan sonra büyük bölümünün giderildiği fakat bazı noktasal hataların bulunduğu Şekil 7.72. (B)'de görülmektedir. Görüntüler incelendiğinde, Şekil 7.72. (B)'de sarı renkli daire içerisinde gösterilen noktasal hataların Şekil 7.72. (A)'daki parlatma öncesi görüntülerde yer almadığı anlaşılmaktadır. Bu nedenle bu noktasal hataların parlatma esnasında oluştuğu düşünülmektedir. Şekil 7.73.'te SRG10 ile parlatılmış numuneye ait ışık mikroskobu görüntüleri sunulmuştur.

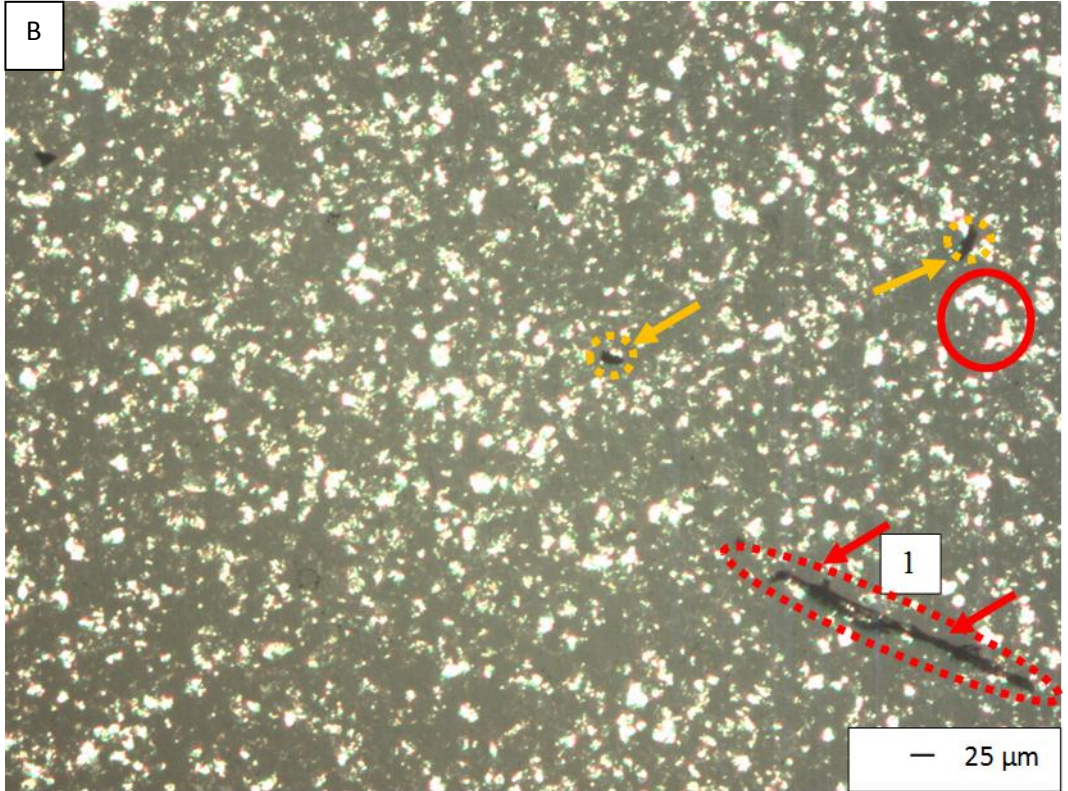
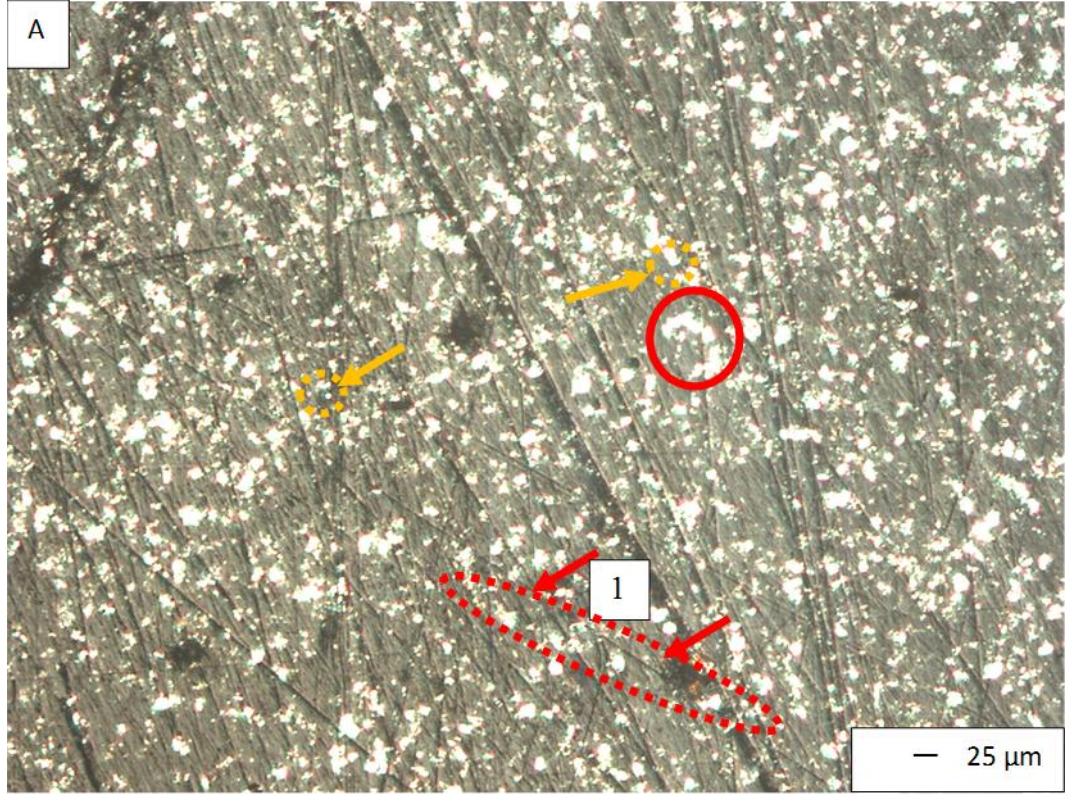


Şekil 7.72. SRG5 süspansiyonu ile parlatılan numuneye ait (a) parlatma öncesi (b) parlatma sonrası ışık mikroskobu görüntüleri

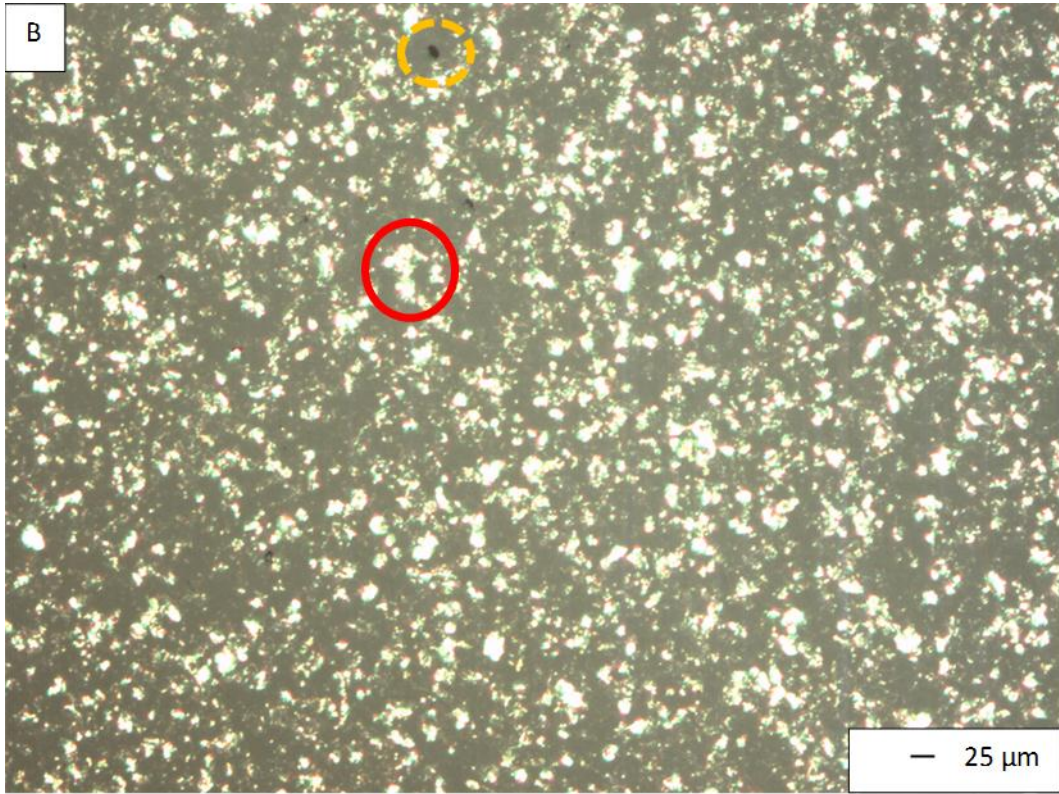
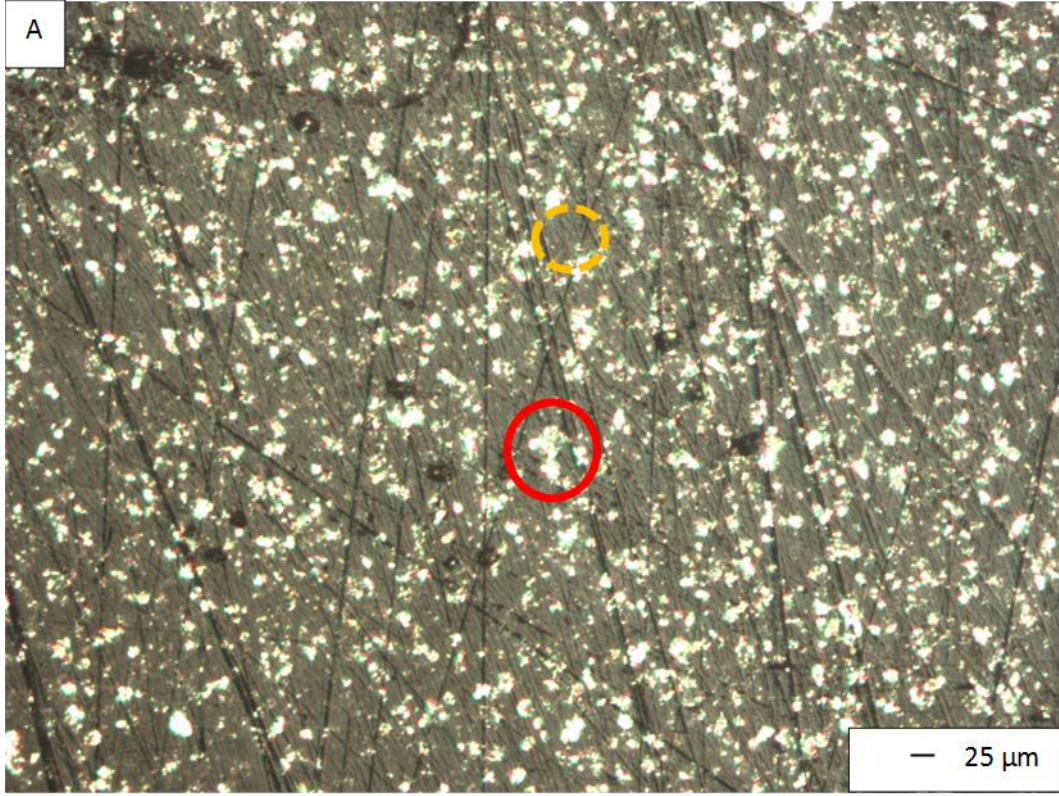


Şekil 7.73. SRG10 süspansiyonu ile parlatılan numuneye ait (a) parlatma öncesi (b) parlatma sonrası ışık mikroskobu görüntüleri

Şekil 7.73. (A)'da numune yüzeyinin parlatma öncesi görüntüsünde, oldukça çizik olduğu görülmektedir. Numune yüzeyi SRG10 ile parlatıldıktan sonra çiziklerin giderildiği Şekil 7.73. (B)'de görülmektedir. Ayrıca numunenin parlatma sonrası görüntüsünde bulunan 1 nolu çizik ve noktasal hataların numuneye ait parlatma öncesi görüntülerde bulunmadığı tespit edilmiştir. Bu çizik ve noktasal hatalarında SRG5 ile parlatılan numunede olduğu gibi parlatma esnasında olduğu tespit edilmiştir. Şekil 7.74.'te SRG15 ile parlatılan numuneye ait görüntüler paylaşılmıştır. Şekil 7.74. (B)'de parlatma sonrası numune yüzeyinde bulunan 1 nolu çizik ve noktasal hatalar gösterilmiştir. Bu hataların parlatma öncesi Şekil 7.74.'teki görüntüde yer almadığı açıkça görülmektedir. SRG20 ile parlatılan numuneye ait görüntüler Şekil 7.75.'te paylaşılmıştır. Şekil 7.75. (B)'deki parlatma sonrası görüntüde sarı kesikli daire içerisine alınmış noktasal hatanın Şekil 7.75. (A)'da bulunmadığı görülmektedir. Sonuç olarak SRG5, SRG10 ve SRG15 numunelerinde olduğu gibi bu hatanın da SRG20 ile parlatma esnasında olduğu tespit edilmiştir.



Şekil 7.74. SRG15 süspansiyonu ile parlatılan numuneye ait (a) parlatma öncesi (b) parlatma sonrası ışık mikroskobu görüntüleri



Şekil 7.75. SRG20 süspansiyonu ile parlatılan numuneye ait (a) parlatma öncesi (b) parlatma sonrası ışık mikroskobu görüntüleri

8. DEĞERLENDİRME VE ÖNERİLER

Bu tez çalışması 3 aşamada gerçekleştirilmiştir. İlk aşamada iri tane boyutuna ($d_{50}=91 \mu\text{m}$) sahip metalürjik alümina kaynağı başlangıç malzemesi olarak kullanılmış ve düşük tane boyutlu ($< 1 \mu\text{m}$), yüksek saflıkta ($>99.94\%$) $\text{Al}(\text{OH})_3$ ve $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ üretimi gerçekleştirilmiştir. Bu tozların üretimi çözdürme çöktürme metodu kullanılarak 3 adımda gerçekleştirilmiştir. Birinci adımda direkt çöktürme metodu ile elde edilen partiküller, ikinci adımda heterojen çekirdeklenmenin gerçekleştirilmesi için sisteme çekirdek ilavesi olarak eklenmiştir. Elde edilen ikincil partiküller üçüncü adımda tekrar heterojen çekirdeklenme amacı ile sistem içerisine eklenerek üretim gerçekleştirilmiştir. Direkt çöktürme metodu ile elde edilen partiküllerin tane boyut dağılımının oldukça geniş olduğu görülmüştür. İkincil partiküllerin eldesi ile tane boyut dağılımının daraldığı fakat ortalama tane boyutunun arttığı gözlemlenmiştir. Elde edilen son üründe ise tane boyut dağılımı en dar halini almıştır. Fakat son ürünün ortalama tane boyutu da 1. ve 2. adımda elde edilen partiküllerden daha yüksek ölçülmüştür. 3 adımda gerçekleşen üretim ile tane boyutunun bir miktar artmasına rağmen tane boyut dağılımı önemli ölçüde daraltıldığı gözlemlenmiştir. Heterojen çekirdeklenmenin tane boyutunu kontrol etmek için direkt çöktürme metoduna göre avantajlı olduğu tespit edilmiştir. Kullanılan çekirdek tane boyutunun ve tane boyut dağılımının üretilen ürünü etkilediği görülmüştür. Tozların yıkanması esnasında Na_2O safsızlığının giderilmesi amacı ile saf suyun yaklaşık 80°C çıkarılmasının daha etkili olduğu gözlemlenmiştir. Ayrıca yıkama ve santrifüj işleminin 6 kez tekrarlanmasının 99.94% saflık için yeterli olduğu, yapılan daha fazla yıkamanın saflık seviyesini arttırmadığı tespit edilmiştir. Kalsinasyon işleminin 1300°C 'de 1 saat gerçekleştirilmesinin $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ dönüşümü için yeterli olduğu görülmüştür. Kalsinasyon sonucunda ortalama tane boyutunun bir miktar artmasına rağmen tane boyut dağılımının genişlemediği görülmüştür.

Tez çalışmasının ikinci aşamasında üretilen ve ticari alınan $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ partikülleri kullanılarak 5% katı içerikli süspansiyonların sedimentasyon çalışmaları yapılmıştır. 0 ile 1.50 mg/m^2 arasında farklı oranlarda eklenen Darvan C-N polielektrolit malzemesi ile pH'nın 7.5 olduğu ortamda partikülleri askıda tutmaya yeterli elektrosterik itme kuvveti sağlanmaya çalışılmıştır. 30 mV ile 40 mV arasında bir zeta potansiyel değerinin çok iri olmayan partikülleri askıda tutmaya yeterli olduğu tespit edilmiştir. Ortalama tane boyutu (d_{50}) $4.6 \mu\text{m}$ ve toplam yüzey alanı $2.4 \text{ m}^2/\text{g}$ olan WRA FG partiküllerini $-47.0 \pm 4.5 \text{ mV}$

zeta potansiyel deęerinin askıda tutmak için yeterli olmadığı görölmüştür. Bu nedenle WRA FG partiküllerinin tane boyutu 1.6 µm'ye düşürölerek sedimentasyon çalışması tekrarlanmıştır. Tekrarlanan deneyde 48.0 ±8.5 mV zeta potansiyel deęerinin partikülleri askıda tutmaya yetecek yeterli itme kuvvetini sağladığı görölmüştür.

Tez çalışmasının üçüncü aşaması 2 bölümden oluşmaktadır. Birinci bölümde %5 katı oranı ile sedimentasyon deneyleri yapılan P2, WRA FG, CR6, CR30F, H43M ve SRG partikülleri kullanarak %25 katı oranına sahip kararlı süspansiyonlar hazırlanmıştır. Bu süspansiyonlar kullanılarak boyalı metal yüzeyler 10 N yük ve 120 rpm dönüş hızlarında 3 dk boyunca parlatılmıştır. Parlatılan yüzeylerin Ra, Rz ve Rmax deęerleri incelenerek, partiküllerin özellikleri ile parlatma performansları ilişkilendirilmiştir. En yüksek yüzey iyileştirmesini %82.5 ile H43M süspansiyonu sağlarken, 2. en iyi %78.3 ile CR30F süspansiyonu, 3. en iyi ise % 75.6 ile üretilen SRG partikülleri ile hazırlanan süspansiyon olmuştur. P2, WRA FG ve CR6 süspansiyonları da sırasıyla %73.2, %70.3 ve %65.8 oranında yüzey iyileştirmesi sağlamıştır. Bu verilere ek olarak elde edilen Rz ve Rmax deęerleri de incelendięi zaman, daha iyi yüzey kalitesinin tane boyut dağılımı dar ve homojen olan partiküller (H43M, CR30F ve SRG) ile hazırlanan süspansiyonlar ile elde edildięi anlaşılmıştır. P2 ve CR6 partiküllerinin içerisinde bulunan iri tanelerin yüzeyde çizikler oluşturarak, yüzey kalitesini bozduęu ve sonuçlarda büyük dalgalanmalara sebep olduęu tespit edilmiştir. Ortalama tane boyutu en yüksek olan WRA FG ile parlatılan numunelerin sonuçlarında dalgalanmalar görölmedięi ama yüzey iyileştirmesinin de düşük olduęu tespit edilmiştir. Düşen tane boyutu ile pürüzlölüğün azaldığı, tane boyut dağılımının artması ile de yeni çiziklerin arttıęı tespit edilmiştir. Numune yüzeylerine ait görüntülerde de parlatma sonrası çiziklerin ve noktasal hataların büyük kısmının parlatma esnasında oluştuęu kanıtlanmıştır. Parlatma deneylerinin ikinci bölümünde CR30F ve SRG partikülleri ile ağırlıkça %5, %10, %15 ve %20 katı oranlarında süspansiyonlar hazırlanmıştır. Hazırlanan bu süspansiyonlar ile boyalı metal yüzeyler parlatılarak katı oranının yüzey iyileştirilmesi üzerine olan ilişkisi araştırılmıştır. CR30F ile hazırlanan süspansiyonlarda en iyi performansın %10 katı içerikli süspansiyon ile edildięi görölmüştür. Artan katı oranı ile yüzeyi iyileştirme oranının artmadığı daha ziyade yeni çizikler oluşturarak Rz ve Rmax deęerini arttırdığı tespit edilmiştir. Bu etkiye CR30F tozuna ait SEM görüntülerinde bulunan iri tanelerin veya aglomerelerin sebep olduęu düşünölmektedir. SRG ile hazırlanan süspansiyonlarda da artan katı oranı ile yüzey iyileştirme arasında önemli bir bağlantı bulunamamıştır.

Fakat CR30F ile parlatılan numunelerde olduğu gibi artan katı oranı ile Rz ve Rmax değerinde önemli bir artış görülememiştir. Buna SRG partiküllerinin CR30F ile kıyaslandığında SEM görüntülerinde oldukça homojen olması ve iri partiküller barındırmaması gösterilebilir. Tane boyut analizinde oldukça dar bir dağılıma sahip CR30F tozunun SEM görüntülerinde bazı iri partiküllere sahip olması katı oranının artması ile malzeme yüzeyinde daha fazla deformasyona sebep olduğu söylenebilir. Kısaca tane boyut dağılımının yüzey kalitesinin arttırılmasına yeni çizikler oluşturarak olumsuz etki ettiği tespit edilmiştir.

Bu çalışmanın ardından düşük tane boyutuna ve dar tane boyut dağılımına sahip yüksek saflıkta $Al(OH)_3$ ve $\alpha-Al_2O_3$ üretimi mümkün kılınmıştır. Bu çalışmaya ek olarak üretim adımları optimize edilerek adımların azaltılması ile maliyetlerinin düşürülmesi ve büyük çaplı üretim için gerekli koşullar üzerine çalışmalar yapılabilir. Elde edilen kararlı süspansiyonların raf ömürleri üzerine çalışmalar yapılarak, vizkozitenin çökme davranışına olan etkileri araştırılabilir. Ek olarak, partiküller sedimente olduktan sonra tekrar karışmasının kolaylaştırılması üzerine sistematik deneyler tasarlanarak araştırmalar yapılabilir. Parlatma verilerinde elde edilen sonuçlara ek olarak kullanılan partiküllerin tane boyut dağılımı kontrollü bir şekilde genişletilerek Rz ve Rmax değerleri üzerine olan etkileri daha detaylı araştırılabilir. Üretilen SRG partikülleri ile hazırlanan süspansiyonların parlatma performansları boya içermeyen metal yüzeyler üzerinde test edilerek metal yüzeyler üzerinde etkili olup olmadığı araştırılabilir. Ayrıca ticari CR6 tozunun tane boyutunun oldukça düşük olmasına rağmen en kötü parlatma performansına sahip olması partiküllerin topaklanma eğiliminden kaynaklandığı düşünülmektedir. Bu partiküller ile hazırlanan süspansiyona topaklanmayı düşürecek çeşitli katkıları (yağlayıcı vb.) ilave edilerek parlatma performansı tekrar incelenebilir.

KAYNAKÇA

- Acartürk, F., (2009). Süspansiyonlar, Modern Farmasötik Teknoloji. *TEB Eczacılık Akademisi*, 301-316.
- Adair, J. H., Suvaci, E., Sindel J., (2001). Surface and colloid chemistry. *Encyclopedia of Materials: Science and Technology*, 9,(RE-S), 8996-9006.
- Ahmad, S; Herrmann, M; Mahmoud, MM; Lippmann, W; Hurtado, A; Seifert, H.J. (2016). Application of Nd₂O₃-Al₂O₃-SiO₂ glass solder for joining of silicon carbide components. *Journal of the European Ceramic Society*, 36(7), 1559-1569.
- Arakelyan, O. I., Chistyakova, A. A., (1962). Synthetic boehmite II. Phase composition of products obtained in firing boehmite. *Zh. Prikl. Khim.*, 35,1653-6.
- Asghar, K., Qasim, M., Das, D., (2014). Effect of polishing parameters on chemical mechanical planarization of c-plane (0001) gallium nitride surface using SiO₂ and Al₂O₃ abrasives. *Ecs Journal Of Solid State Science And Technology*, 3(8), 277-284.
- Basim, G. B., Adler, J. J., Mahajan, U., Singh, R. K., Moudgil B. M., (2000). Effect of particle size of chemical mechanical polishing slurries for enhanced polishing with minimal defects. *Journal of the Electrochemical Society*, 147(9), 3523-3528.
- Blanks, K.A., (2000). Novel synthesis of gibbsite by laser-stimulated nucleation in supersaturated sodium aluminate solutions, *Journal of Crystal Growth*, 220, 572–578.
- Bhattacharya I. N., Pradhan, J. K., Gochhayat, P. K., Das, S. C., (2002). Factors controlling precipitation of finer size aluminatetrihydrate, *Int. J. Miner. Process.* 65, 109 – 124.
- Bhushan, B., (2001). Principles of tribology. *Modern Tribology Handbook*, CRC Press LLC, 81-82.
- Chernov, A. A., (1984). Modern Crystallography 3, *Crystal Growth*, Springer.
- Cesarano J., Aksay I. A., (1988). Stability of aqueous α -Al₂O₃ suspensions with poly(methacrylic acid) polyelectrolyte. *J. Am. Cerum. Soc.*, 71(14), 250-55.

- Çelebi, N., (2009). Kolloidler, Modern Farmasötik Teknoloji. *TEB Eczacılık Akademisi*, 263-275.
- Dias, J. D. M., Melo, G. H. A., Lodi, T. A., Carvalho, J. O., Facanha, P. F., Barboza, M. J., Steimacher, A., Pedrochi, F., (2016). Thermal and structural properties of Nd₂O₃-doped calcium boroaluminate glasses. *Journal of Rare Earths*, 34(5), 521-528.
- Dylla-Spears, R., Miller W. L., Feit P. E., Steele M. D., Suratwala W. T., (2014). Charged micelle halo mechanism for agglomeration reduction in metal oxide particle based polishing slurries, *Colloids And Surfaces A-Physicochemical and Engineering Aspects*, 447, 32-43.
- Gitzen, W. H., (1970). Alumina as a ceramic material. *The American Ceramic Society*.
- Gorbunova, O. E., Vaganova L. I., (1939). X-ray investigation of the transformation of γ -aluminum oxide into α -aluminum oxide. *Khim. Referat. Zhur*, 2(5), 31-32.
- Hanneman, R. E., Hills, B., Jorgensen, P. J., Dimitrios, M., (1969). Alumina-ceramic sodium vapor lamp. U.S. Patent, No: 3453477 A.
- Hauriea, L., Fernández, A. I., Velascob, J. I., Chimenosa, J. M., Cuestac, JM. L., Espiella, F., (2006). Synthetic hydromagnesite as flame retardant: Evaluation of the flame behaviour in a polyethylene matrix. *Polymer Degradation and Stability*, 91(5), 989–994.
- Heimann, R. B., (2010). Classic and advanced ceramics: From fundamentals to applications, New York, USA, Wiley-VCH.
- Hind, A. R., Bhargava, S. K., Grocott, S. C., (1999). The surface chemistry of bayer process solids: a review, *Colloids and Surfaces*, 146, 359–374.
- Hong, L., Naijing, B. U., Zhang, Z., Chen, R., (2010). Chemical mechanical polishing of glass substrate with α -alumina-g-polystyrene sulfonic acid composite abrasive, *Chinese Journal of Mechanical Engineering*.
- Hong L., Wu, X., Chen, R., (2012). Preparation of porous alumina abrasives and their chemical mechanical polishing behavior. *Thin Solid Films*, 520, 2868-2872.

- Huang, L., Wang, Z., Lei, H., Chen, R., (2014). Preparation of porous alumina-g-polystyrene sulfonic acid abrasive and its chemical mechanical polishing behavior on hard disk substrate. *Microelektronik Engineering*, 116, 11-16.
- Ibrahim D. M., Abu-Ayana, Y. M., (2008). Preparation and characterization of ultrafine alumina via sol-gel polymeric route, *Materials Chemistry and Physics*, 111, 326–330.
- Isupov, V., Chupakhina, L., Kryukova, G., Tsybulya, S., (2001). Fine α -alumina with low alkali: a new approach for precipitation. *Solid State Ionics*, 141–142, 471 –478.
- Jackson, M. J., Mills, B. (2000). Materials Selection applied to vitrified alumina & CBN grinding wheels, *Journal of Materials Processing Technology*, 101(1), 114-124.
- King, D. F., (1966). Harbison Walker refractories, U.S. Patent, No: 3284218 A.
- Kumar, A. S., Durai, A. R., Sornakumar, T., (2006). Wear behaviour of alumina based ceramic cutting tools on machining steels, *Tribology international*, 39(3), 191-197.
- Lamer, V. K., Dinegar, R. H., (1950). Theory, production and mechanism of formation of monodispersed hydrosols. *J. Amer. Ceram. Soc.*, 72(11), 4847-4854.
- Laoutid, F., Bonnauda, L., Alexandreb, M., Cuestac, JM. L., Dubois, P. H., New prospects in flame retardant polymer materials: From fundamentals to nanocomposites, *Materials Science and Engineering: R: Reports* 63(3), 100–125.
- Lee, S. O., Jung, K. H., Oh, C. J., Lee Y. H., Tran T., Kim, M. J., (2009). Precipitation of fine aluminium hydroxide from Bayer liquors. *Hydrometallurgy*, 98, 156-161.
- Lewis, J. A., (2000). Colloidal processing of ceramics. *Journal of American Ceramic Society*, 83 (10) 2341–2359.
- Li, J., Pan, Y. B., Xiang, C. S., Ge, Q. M., Guo, J. K., (2006). Low temperature synthesis of ultrafine α -Al₂O₃ powder by a simple aqueous sol-gel process. *Ceramics International*, 32, 587–591.
- Li, J., Wu, Y. S., Pan, Y. B., Guo, J. K., (2007). Alumina precursors produced by gel combustion, *Ceramics International*, 33 (3), 361–363.

- Li, J., Wu, Y. S., Pan, Y. B., Liu, W. B., Zhu, Y., Guo, J. K., (2008). Agglomeration of α -Al₂O₃ powders prepared by gel combustion. *Ceramics International*, 34, 1539–1542.
- Liu, X. Y., (2000). Heterogeneous nucleation or homogeneous nucleation? *Journal Of Chemical Physics*, 112(22).
- Marinescu I. D., Rowe W. B., Dimitrov B., Ohmori, H., (2013). Tribology of Abrasive Machining Processes, USA, Elsevier.
- Misra, C., (1986), Industrial alumina chemicals. *American Chemical Society*.
- Mondal, B., Chattopadhyay, A. B., Virkar A., Paul A., (1992). Development and performance of zirconia-toughened alumina ceramic tools. *Wear*, 156(2), 365-383.
- Myers D., (1999). Surfaces, interfaces and colloids principles and applications. *Wiley*.
- Napper, D. H., (1983). Polimeric stabilizations of colloidal dispersions, *Academic Press*.
- Panchula, M. L., Ying, J. Y., (1997). Mechanical synthesis of nano-crystalline α -Al₂O₃ seeds for enhanced transformation kinetics. *Nanostructured materials*, 9(1–8), 161–164.
- Papee D., Tertian A., (1958). Thermal decomposition of hydrargillite & the constitution of the activated alumina. *Bull. Soc. Chim. Fr.*, 1301-10.
- Pashley, R., M., Karaman, M., E., (2004). Applied Colloid and Surface Chemistry, Wiley.
- Pauling, L., Hendricks, S. B., (1925). The crystal structures of hematite and corundum, *J. Amer. Chem. Soc.*, 781-190.
- Phillips, D. S., Mitchell, T. E., Heuer. A. H., (1980). *Phil. Msg*, A42, 417-432.
- Pradhan, J. K., Gochhayat, P. K., Bhattacharya I. N., Das S. C., (2001). Study on the various factors affecting the quality of precipitated non-metallurgical alumina trihydrate particles. *Hydrometallurgy*, 60, 143–153.
- Qing, Z., Li, B., Li, Y., Li, H., Zhang, S., (2016). Microstructure and properties of ZnO doped Li₂O-Al₂O₃-SiO₂ glass-ceramic for LTCC applications, *Journal Of Materials Science-Materials in Electronics*, 27(2), 1597- 1601.

- Rahaman, M. N., (2003). Ceramic processing and sintering, *New York Marcel Dekker Inc., USA*.
- Rittinger, J., Cvetkovic, S., Rissing, L., (2013). Investigations on the removal mechanisms of diverse alumina based polishing slurries for chemical mechanical polishing of electro-plated NiFe 45/55. *Microelektronik engineering*, 110, 324-328.
- Rooksby H. P., (1958). The preparation of crystalline delta alumina. *J. App. Chem.*, 8(1) 44-9.
- Rue, C. V., Norton Company, (1984). Vitrified bonded grinding wheels containing sintered gel aluminous abrasive grits, U.S. Patent, No:4543107 A.
- Russell, A. S., Lewis, J. E., (1954). Abrasive Characteristics of alumina particles, *Aluminum Research Laboratories, New Kensington, Pa.*, 46(6), 1305-1310.
- Sharma, P. K., Jilavi, M. H., Burgard, D., Nass, R., Schmidt, H., (1998). Hydrothermal synthesis of nanosize α -Al₂O₃ from seeded aluminum hydroxide. *J. Am. Ceram. Soc.*, 81(10) 2732–2734.
- Shepard, C. U., (1857). A Treatise on mineralogy, *Harvard University, mineralogical laboratory, university museum*.
- Simonin, F., Olagnon, C., Maximilien, S., Fantozzi, G., Diaz, L. A., Torrecillas, R., (2000). Thermomechanical behavior of high-alumina refractory castables with synthetic spinel additions. *Journal of the American Ceramic Society*, 83(10), 2481-2490.
- Singh B. P., Ruben Menchavez, R., Takai, C., Fuji, M., Takahashi, M., (2005). Stability of dispersions of colloidal alumina particles in aqueous suspensions. *Journal of Colloid and Interface Science*, 291, 181–186.
- Stumpf P. T., Russell, A. S., Newsome, J.W. & Tucker, C. M., (1950). Thermal transformations of aluminas & alumina hydrates. *Ind. Eng. Chem*, 42(7), 1398-1403.
- Suchanek, W. L., (2010). Hydrothermal synthesis of alpha alumina (α -Al₂O₃) powders: study of the processing variables and growth mechanisms, *J. Am. Ceram . Soc.*, 93(2), 399–412.
- Tabor, D., (1951). The hardness of metals, *Clarendon Press, Oxford*.

- Wefers, K., Misra, C., (1987). Oxides and hydroxides of aluminum, *Aluminum Company of America (Alcoa)*.
- Wolf, W. D., Vaidya, K. J., Francis, L. F., (1996). Mechanical properties and failure analysis of alumina-glass dental composites. *Journal of American Ceramic Society*, 79(7), 1769-1776.
- Yun, D. J., Lim, S. H., Lee, T. W., Rhee, S. W., (2009). Fabrication of the flexible pentacene thin-film transistors on 304 and 430 stainless steel (SS) substrate. *Organic Electronics*, 10, 970–977.
- Zhang, X., Guo, F., Chen, J., Wang, G., Liu, H., (2005). Investigation of interfacial modification for flame retardant ethylene vinyl acetate copolymer/alumina trihydrate nanocomposites. *Polymer Degradation and Stability*, 87(3), 411–418.
- Zhu, Q. S., De With, G., Dortmans L., J., M., G., Feenstra, F., (2003). Subcritical crack growth behavior of Al_2O_3 -glass dental composites. *Journal Of Biomedical Materials Research Part B-Applied Biomaterials*, 65B(2), 233-238.
- Zhou, C., Shan, L., Hight, J. R., Danyluk, S., Ng, S. H., Paszkowski, A. J., (2002). Influence of colloidal abrasive size on material removal rate and surface finish in SiO_2 chemical mechanical polishing. *Tribology Transactions*, 45(2), 232-238.