

İSTANBUL TEKNİK ÜNİVERSİTESİ ★ FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

**AĞIRLIKÇA %2 MgO VE %2 TiO₂ KATKILI ALÜMİNA SERAMİĞİNİN
FARKLI SICAKLIKLARDA SİNTERLENMESİ VE KARAKTERİZASYONU**

YÜKSEK LİSANS TEZİ

Ender ÇİNAZ

Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Anabilim Dalı

Malzeme Mühendisliği Programı

OCAK 2012

İSTANBUL TEKNİK ÜNİVERSİTESİ ★ FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

**AĞIRLIKÇA %2 MgO VE %2 TiO₂ KATKILI ALÜMİNA SERAMİĞİNİN
FARKLI SICAKLIKLARDA SİNTERLENMESİ VE KARAKTERİZASYONU**

YÜKSEK LİSANS TEZİ

**Ender ÇİNAZ
(506081406)**

Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Anabilim Dalı

Malzeme Mühendisliği Programı

Tez Danışmanı: Prof. Dr. Abdülkadir Okan ADDEMİR

Teslim Tarihi: 19 Aralık 2011

İTÜ, Fen Bilimleri Enstitüsü'nün 506081406 numaralı Yüksek Lisans Öğrencisi Ender ÇİNAZ, ilgili yönetmeliklerin belirlediği gerekli tüm şartları yerine getirdikten sonra hazırladığı “AĞIRLIKÇA %2 MgO VE %2 TiO₂ KATKILI ALÜMİNA SERAMİĞİNİN FARKLI SICAKLIKLARDA SİNERLENMESİ VE KARAKTERİZASYONU ” başlıklı tezini aşağıda imzaları olan jüri önünde başarı ile sunmuştur.

Tez Danışmanı : **Prof. Dr. Abdülkadir Okan ADDEMİR**
İstanbul Teknik Üniversitesi

Jüri Üyeleri : **Prof. Dr. Hüseyin ÇİMENÖĞLU**
İstanbul Teknik Üniversitesi

Prof. Dr. Arif Nihat GÜLLÜÖĞLU
Marmara Üniversitesi

Teslim Tarihi : **19 Aralık 2011**
Savunma Tarihi : **26 Ocak 2012**

Aileme,

ÖNSÖZ

Yüksek lisans eğitimim boyunca hep yanımda olan fikirleri ve bilgisiyle bana her alanda yön veren çok değerli danışman hocam Sayın Prof. Dr. Abdülkadir Okan ADDEMİR'e en içten teşekkür ve şükranlarımı sunarım.

Tezdeki deneysel çalışmalarım esnasında laboratuvarlarında ki her türlü imkanlarını kullanmama izin veren değerli hocalarım Prof. Dr. Lütfi ÖVEÇOĞLU ve Prof. Dr. Hüseyin ÇİMENÖĞLU'na katkılarından dolayı çok teşekkür ederim.

Çalışmalarım sırasında bana yardımlarını esirgemeyen çalışma arkadaşlarım Yük. Met. Müh. Çağlar ÇELİK, Yük. Met. Müh. Ali Cem AKARSU' ya teşekkür ederim. Ayrıca karakterizasyon çalışmalarımda bana yardımcı olan Yük. Met. Müh. Önder GÜNEY, Yük. Met. Müh. Hasan GÖKÇE, Met. Müh. Özden ORMANCI ve Met. Müh. Nihan TAŞKIN' a desteklerinden ötürü teşekkürlerimi sunarım.

Son olarak beni her zaman destekleyen, hep yanımda olan aileme teşekkür ederim.

Aralık 2011

Ender Çinaz
(Metalurji ve Malzeme
Mühendisi)

İÇİNDEKİLER

Sayfa

ÖNSÖZ.....	vii
İÇİNDEKİLER	ix
KISALTMALAR	xi
ÇİZELGE LİSTESİ.....	xiii
ŞEKİL LİSTESİ.....	xv
ÖZET.....	xvii
SUMMARY	xix
1. GİRİŞ	1
2. TEORİK BİLGİ	3
2.1 Seramik Malzemeler	3
2.1.1 Geleneksel seramikler	5
2.1.1.1 Kil esaslı hammaddelerden üretilen seramikler	5
2.1.1.2 Refrakterler	6
2.1.1.3 Camlar	6
2.1.1.4 Çimentolar	6
2.1.2 İleri teknoloji seramikleri	6
2.1.2.1 Yapısal seramikler	7
2.1.2.2 Fonksiyonel seramikler	8
2.2 Alümina	9
2.2.1 Alümina mineralleri	10
2.2.2 Alüminanın fazları	11
2.2.3 Alümina üretimi	13
2.2.4 Alüminanın fiziksel ve mekanik özellikleri	14
2.2.5 Alüminanın kullanım alanları	17
2.3 Titanyum ve Titanyum Dioksit	19
2.3.1 Titanyum	19
2.3.2 Titanyum mineralleri	20
2.3.3 Titanyum dioksit ve özellikleri	21
2.4 Magnezyum Oksit	23
2.5 Sinterleme	25
2.5.1 Katı hal sinterlemesi	29
2.5.2 Sıvı faz sinterlemesi	31
2.5.3 Reaksiyon sinterlemesi	33
2.5.4 Sinterleme değişkenleri	33
2.6 MgO ve TiO ₂ Katkılı Alümina Seramikleri	33
3. DENEYSEL ÇALIŞMALAR	37
3.1 Kullanılan Hammaddeler	37
3.2 Kullanılan Alet ve Cihazlar	37
3.3 Deneylerin Yapılışı	41
3.3.1 Toz karışımlarının hazırlanması	41
3.3.2 Soğuk şekillendirme çalışmaları	42

3.3.3 Sinterleme çalışmaları	42
3.3.4 Karakterizasyon çalışmaları	42
3.3.4.1 Hammadde karakterizasyonu	42
3.3.4.2 XRD analizi	43
3.3.4.3 Pişme küçülmesi	43
3.3.4.4 Eğme mukavemeti ölçümü	43
3.3.4.5 Mikroyapı analizleri	44
3.3.4.6 Sertlik ölçümü	44
3.3.4.7 Yoğunluk ölçümü	44
4. DENEY SONUÇLARI VE YORUMLAR	45
4.1 Toz Malzemelerin Karakterizasyon Sonuçları	45
4.2 Sinterlenmiş Numunelerin Karakterizasyon Sonuçları	47
4.2.1 XRD sonuçları	47
4.2.2 Pişme küçülmesi sonuçları	49
4.2.3 Eğme mukavemeti sonuçları	50
4.2.4 Mikroyapı analizi sonuçları	51
4.2.5 Sertlik ölçümü sonuçları	53
4.2.6 Yoğunluk ölçümü sonuçları	54
5. SONUÇ VE ÖNERİLER	57
5.1 Sonuçlar	57
5.2 Öneriler	58
KAYNAKLAR	59
ÖZGEÇMİŞ	63

KISALTMALAR

µm	: Mikrometre
nm	: Nanometre
SEM	: Taramalı Elektron Mikroskobu
XRD	: X-ışını Difraksiyonu
GPa	: Gigapaskal
MPa	: Megapaskal
Å	: Angström
PEG	: Polietilengliserin
Maks.	: Maksimum
Min.	: Minimum

ÇİZELGE LİSTESİ

Sayfa

Çizelge 2.1 : Seramiklerin özelliklerinin diğer malzemelerle karşılaştırılması.....	4
Çizelge 2.2 : Alüminyum mineralleri	11
Çizelge 2.3 : Alüminanın kırılma tokluğu (KIC) değerleri	15
Çizelge 2.4 : %85,0-99,7 saflıkta alüminaların fiziksel ve mekanik özellikleri.....	16
Çizelge 2.5 : Çeşitli alumina örneklerinden alınan sertlik değerleri	17
Çizelge 2.6 : Ticari saf titanyumun mekanik özellikleri.....	19
Çizelge 2.7 : Titanyum mineralleri.....	20
Çizelge 2.8 : Titanyum dioksitin (rutil) fiziksel ve mekanik özellikleri	23
Çizelge 2.9 : Magnezyum oksitin fiziksel özellikleri	24
Çizelge 4.1 : Sinterleme sıcaklığına bağlı pışme küçülmesi değerleri.	50
Çizelge 4.2 : Eğme mukavemeti sonuçları	50
Çizelge 4.3 : Sertlik ölçümü sonuçları.....	53
Çizelge 4.4 : Rölatif yoğunluk ölçüm sonuçları.	54

ŞEKİL LİSTESİ

Sayfa

Şekil 2.1 : Üretim koşullarına bağlı olarak oluşan yapının, seramiklerin mukavemetine etkisi.....	7
Şekil 2.2 : Al_2O_3 Kristal yapısı	10
Şekil 2.3 : Alüminyum hidroksitlerin faz dönüşümleri.	12
Şekil 2.4 : Bayer prosesi	14
Şekil 2.5 : TiO_2 kristal yapısının sıcaklığa bağlı anataz - rutil dönüşümü.	21
Şekil 2.6 : Titanyum dioksitin (rutil) kafes yapısı	22
Şekil 2.7 : Sinterlemede pekişme ve yoğunlaşma aşamaları	27
Şekil 2.8 : Küresel partiküllerin sinterlenmesi sırasında gerçekleşen kütle taşınım hareketleri.....	28
Şekil 2.9 : Sinterleme esnasında yoğunlaşma ve tane büyümesi.....	28
Şekil 2.10 : Sinterleme esnasında partiküller arası bağ oluşumunun iki küre modeli ile açıklanması.....	29
Şekil 2.11 : Sinterlemede boyun oluşumu	30
Şekil 2.12 : Sinterleme zamanı rölatif yoğunluk grafiği	30
Şekil 2.13 : Sıvı faz sinterlemesinin aşamaları.....	32
Şekil 2.14 : $MgO-Al_2O_3-TiO_2$ üçlü denge diyagramı.....	34
Şekil 3.1 : Panalytical X'Pert Pro XRD cihazı.	37
Şekil 3.2 : Mastersizer tane boyut analizi cihazı.	38
Şekil 3.3 : Union Process atritör.	38
Şekil 3.4 : Elektromag marka etüv.	38
Şekil 3.5 : Apex marka hidrolik pres.	39
Şekil 3.6 : Protherm oksit fırınları.	39
Şekil 3.7 : Autograph mekanik test cihazı.	39
Şekil 3.8 : Shimadzu marka mikrosertlik cihazı.	40
Şekil 3.9 : Preciso marka hassas terazi ve yoğunluk ölçüm aparatları.	40
Şekil 3.10 : SEM Hitachi TM-1000 Taramalı elektron mikroskobu.	40
Şekil 3.11 : Deney akış şeması	41
Şekil 4.1 : Deneylerde kullanılan Al_2O_3 tozuna ait x-ışınları analizi.	45
Şekil 4.2 : Deneylerde kullanılan MgO tozuna ait x-ışınları analizi.	45
Şekil 4.3 : Deneylerde kullanılan TiO_2 tozuna ait x-ışınları analizi.	46
Şekil 4.4 : Al_2O_3 tozlarına ait partikül boyut dağılımı.	46
Şekil 4.5 : MgO tozlarına ait partikül boyut dağılımı.....	47
Şekil 4.6 : TiO_2 tozlarına ait partikül boyut dağılımı.	47
Şekil 4.7 : $1300^{\circ}C$ 'de sinterlenen numuneye ait XRD analizi.	48
Şekil 4.8 : $1400^{\circ}C$ ' de sinterlenen numuneye ait XRD analizi.	48
Şekil 4.9 : $1500^{\circ}C$ ' de sinterlenen numuneye ait XRD analizi.	49
Şekil 4.10 : Farklı sinter sıcaklıklarında sinterlenen numunelerin makro görüntüsü.	49
Şekil 4.11 : Sıcaklık – pişme küçülmesi grafiği	50
Şekil 4.12 : Sinterleme sıcaklığına bağlı mukavemet değişimleri.....	51

Şekil 4.13 : 1300°C de sinterlenmiş numunenin kırılma yüzeyinin 5000x büyütmede SEM görüntüsü.	51
Şekil 4.14 : 1400°C’de sinterlenmiş numunenin kırılma yüzeyinin 5000x büyütmede SEM görüntüsü.	52
Şekil 4.15 : 1500°C’de sinterlenmiş numunenin kırılma yüzeyinin 5000x büyütmede SEM görüntüsü.	52
Şekil 4.16 : 1500°C de sinterlenmiş numunenin yüzeyinden alınan 5000x büyütmede SEM görüntüsü.	53
Şekil 4.17 : Sinterleme sıcaklığına bağlı malzeme sertliği değişimi.	54
Şekil 4.18 : Sinterleme sıcaklığına bağlı malzeme yoğunluğu değişimi.	54

AĞIRLIKÇA %2 MgO ve %2 TiO₂ KATKILI ALÜMİNA SERAMİĞİNİN FARKLI SICAKLIKLARDA SİNERLENMESİ VE KARAKTERİZASYONU

ÖZET

Genel özellikleri itibariyle sert, kırılğan, yüksek ergime sıcaklığına sahip, elektrik ve ısı iletkenliği düşük, kimyasal kararlılığı yüksek, aşınma direnci ve basma dayanımı yüksek olan seramikler günümüzde gelişen teknoloji ile birlikte geleneksel kullanımlarının yanı sıra ileri mühendislik uygulamalarında da kullanılmaktadır. Bu amaçla yeni seramik malzemeler ve bunların üretim teknikleri geliştirilmektedir.

Alumina bu teknolojik gelişmelere cevap verebilen bir malzemedir. Yüksek aşınma direnci, kimyasal kararlılığı, yüksek sıcaklıklara karşı dayanıklı olması, yüksek elastik modülü ve düşük maliyetli tozları ile alümina günümüzde seramik malzemeler arasında önemli bir yere sahiptir. Alumina esaslı seramikler birçok alanda kullanılmakta olup, başlıca kimya endüstrisinde korozyona dayanıklı malzeme olarak, makine ve tezgahlarda aşınmaya dayanıklı malzeme olarak ve yüksek sıcaklık içeren uygulamalarda kullanılmaktadır. Elektronik uygulamaları ise yarı iletken olarak yada altlık malzemesi şeklindedir.

Ancak alüminanın istenen yoğunluklarda sinterlenmesi için gereken sıcaklık alüminanın saflığıyla doğru orantılı olarak artar. Geleneksel yöntemler kullanıldığında istenen yoğunlukta alumina üretmek için 1700°C'nin üzerinde sıcaklıklar gerekir. Yüksek sıcaklıklarda sinterleme hem ekonomik değildir hemde üretim zorluklarını beraberinde getirir. Bu nedenle alüminanın ekonomik olarak düşük sıcaklıklarda sinterlenmesi gereklidir. Günümüzde düşük sıcaklıklarda alüminanın sinterlenmesi için bazı katkıların kullanılması gerekmektedir. Bu katkılar genellikle; Cr₂O₃, MgO, TiO₂, MnO₂, MnO ve ZrO₂'dir.

Bu çalışmada amaç ağırlıkça %2 MgO ve %2 TiO₂ katkısıyla alüminanın düşük sıcaklıklarda ve istenen özelliklerde sinterlenebilmesini sağlamaktır. Ağırlıkça %2 MgO ve %2 TiO₂ katkı alümina elde etmek için öncelikle toz karışımları hazırlanmış, bağlayıcı ve ethanol katkısıyla atritörde karıştırılarak homojen bir karışım sağlanmıştır. Etüvde kurutularak ethanol katkısı uzaklaştırılan karışım soğuk preslemede 200 MPa yük altında şekillendirilmiştir. Bağlayıcı uçurma fırınında kurutulan numuneler 1300°C, 1400°C ve 1500°C'de 2 saat sinterlenmiştir. Sinterlenen numunelerin özelliklerinin belirlenmesi amacıyla pisme küçülmesi, yoğunluk, üç nokta eğme mukavemeti ve sertlik deneyleri yapılmıştır. Ayrıca XRD ile sinterleme sonrası oluşabilecek fazlar belirlenmiş, SEM ile de başlangıç tozları ve sinterlenen malzemelerin mikroyapı incelemeleri yapılmıştır. Yapılan bu fiziksel ve mekanik testler neticesinde üretilen MgO ve TiO₂ katkı alümina seramik malzemenin özellikleri üzerine sinterleme sıcaklığının etkileri incelenmiş, sonuçlar verilmiş ve tartışılmıştır.

SINTERING OF 2 WT. % MgO AND 2 WT. % TiO₂ DOPED ALUMINA CERAMIC AT DIFFERENT TEMPERATURES AND ITS CHARACTERIZATION

SUMMARY

Typical properties of ceramics are hard, brittle materials and have high melting point, low electric and thermal conductivity, high bending strength, good chemically stable and good wear resistance. Nowadays ceramics have left their traditional usage and became an engineering material. For that purpose new ceramic materials and production methods have been developed.

Advances in materials engineering and processing technologies have led to the use of high-tech ceramics in a variety of industries. Whereas in many applications high-tech ceramics are not necessarily visible nor particularly well-known to the consumer, today's exceedingly technological world clearly could not function without them anymore. Properties such as extreme hardness and high mechanical strength, outstanding biocompatibility and esthetic appeal, light weight as well as chemical inertness make high-tech ceramics indispensable for numerous applications. The fields of medical technology, luxury consumer goods and aerospace utilize the unique and manifold advantages of this branch of materials.

Alumina is the most cost effective and widely used material in the family of engineering ceramics. The raw materials from which this high performance technical grade ceramic is made are readily available and reasonably priced, resulting in good value for the cost in fabricated alumina shapes. With an excellent combination of properties and an attractive price, it is no surprise that fine grain technical grade alumina has a very wide range of applications.

Alumina can answer high requires of technology. Alumina is one of the important ceramic materials due to its high wear resistance, high chemical resistance, high temperature stability and low cost starting powder. Alumina is used at machinery industry as wear resistant part, in chemical industry as corrosion resistant and at heating system as high temperature material. Also alumina is used at electronic applications as substrate materials and semiconductors. Especially in recent years, high purity alumina ceramics are more widely used for tribological applications such as cutting tools and grinding media.

In order to produce useful bodies, alumina must be densified or sintered. Sintering is the process in which a compact of crystalline powder is heat treated to form a single coherent solid. The driving force for sintering is the reduction in the free surface energy of the system. This is accomplished by a combination of two processes, the conversion of small particles into fewer larger ones (particle and grain growth) and coarsening, or the replacement of the gas-solid interface by a lower energy solid-solid interface. This process is modeled in three stages: Initial; the individual particles are bonded together by the growth of necks between the particles and a grain boundary forms at junction of the two particles. Intermediate; characterized by

interconnected networks of particles and pores. Final step; the structure consists of space-filling polyhedra and isolated pores.

The kinetics of sintering tend to be temperature sensitive, such that an increase in sintering temperature generally substantially accelerates the sintering process. In industrial applications, while an increase in sintering temperature decreases sintering time and increases throughput, the economic gains therefrom are offset by increased fuel cost and decreased furnace life. Therefore, an economically optimum sintering temperature is one that best balances gains from throughput with losses from fuel and furnace wear and tear.

However, the sintering temperature for alumina densification usually increases with an increase in its purity. If alumina powders are prepared by traditional methods, the sintering temperature should be over 1700°C to get a dense alumina sintered body. Because grain growth of alumina is sensitive to the sintering temperature, abnormal grain growth in alumina would occur in the final stage of densification if the sintering temperature was too high, which would have a great influence on the flexural strength and wear resistance of alumina. It is well known that the flexural strength and wear resistance of pure alumina increases with decreasing grain size. The sintering of alumina at temperatures above 1600°C is required to achieve a high density, and alumina is commonly sintered in the temperature range 1700°C – 1800°C, since higher temperatures promote more rapid sintering. Mechanical and/or chemical failure of sintered alumina bodies usually occurs as a grain boundary phenomenon. Since the grain boundaries usually contain porosity and a glassy phase, a sintered alumina body is not as hard, tough, inert and chemically resistant as a comparable single crystal alumina body.

Sintering at high temperatures is not economic and has some difficulties at production. For sintering at low temperatures some additives must be added to the composition of alumina. Cr_2O_3 , MgO , TiO_2 , MnO_2 , MnO ve ZrO_2 are usually added to the composition of alumina for sintering at low temperatures. The effect of these additives is sensitive to certain experimental or production procedures, including the fabrication history of the Al_2O_3 powder, the amount of additives, the sintering temperature, type and concentration of impurities, and so on. The effectiveness of known methods of densification is also a function of the purity alumina and additives. Densification generally increases as a function of purity.

The most extensively used additive for sintering Al_2O_3 , beyond use of silica - based glassy phases, is MgO , which was originally developed to produce envelopes for high-pressure sodium vapor lamps. Such applications require near-zero porosity, and thus sintering at very high temperatures, which, even with grain growth control, results in grain sizes a few to several times greater than in normal sintering, and thus generally less strength and related properties than with much conventional processing. The discovery of MgO as an additive resulted from study of the sinterability of various lots of fine, high-purity Al_2O_3 powder to give bodies approaching transparency for lamp envelope application indicated better results as limited contents of MgO increased and SiO_2 decreased.

MgO is known in the art to act to retard grain growth or, more precisely, to restrict the mobility of grain boundaries. Two categories of grain boundaries can be distinguished: those that intersect pores and are therefore active in densification (type A) and those that are entirely connected to other grain boundaries (type B). The existence of type B boundaries is due to inhomogeneities in the original powder

compaction of the green body. Densely packed regions of the green compact undergo local densification, leading to the development of dense, pore-free regions upon firing in an otherwise porous microstructure. These dense regions will be better able to support grain growth because of the drag exerted by porosity is absent.

The effect of MgO is limited to the increase in the grain boundary area. MgO alone has no effect pore surface area. The raising of the grain boundary area can be interpreted as being due to the inhibition of grain growth in the densified regions, the grain remain small. The function of the additive is to restrain grain growth in the densely packed regions have an opportunity to densify. MgO can be thought of as acting as a homogenizer of the microstructure in that MgO smoothes out the consequences of inhomogeneity.

Another sintering aid known to be effective in the densification of alumina is TiO_2 , additions TiO_2 to alumina have resulted in more rapid sintering relative to pure alumina. For additions of titania as the only sintering additive, the rate of initial sintering generally increases approximately exponentially with titania concentration up to a percentage beyond which the rate of sintering remained constant decreased slightly. The concentration, which produces the maximum rate of sintering, is thought to be the solubility of TiO_2 in Al_2O_3 .

The main aim of this study is to sinter 2 wt. % MgO and 2 wt. % TiO_2 added alumina at lower sintering temperatures. Firstly, powder compositions are wet milled with ceramic binder and ethanol to obtain a homogeneous mixture and then dried in drying oven. And powder mixture were pressed under 200 MPa and dried to evaporate binder. Pressed and dried specimens were sintered for 2 hours at 1300°C, 1400°C and 1500°C. To investigate of the sintered specimens properties firing shrinkage, density, three point bending strength and hardness tests were done. Furthermore, phases formed after sintering were detected by XRD analysis. Microstructural analysis of initial powders and sintered specimens were characterized by SEM. With the assistance of physical and mechanical experiments results, the effect of sintering temperature on the sintered samples properties are given and discussed.

1. GİRİŞ

Günümüzde ileri teknoloji seramikler sahip oldukları mekaniksel, termal ve elektriksel özellikleri dolayısıyla uzun ömürlü kullanım, gelişmiş performans, eşsiz özellikler ve maliyet açısından avantajlı kullanım gerektiren birçok ticari uygulamada yaygın olarak kullanılmaktadır. Bu malzemelerin kullanım alanları, aşınma dayanımı gerektiren parçalar, korozyona dayanıklı potalar, yüksek sıcaklık dayanımı gerektiren ateşleyiciler, makine parçaları, zırh teknolojileri ve diğer benzer alanlardır. Elektronik uygulamaları ise yarı iletken olarak ya da altlık malzemesi şeklindedir. Ayrıca madencilikte, metalurjide, kağıt endüstrisinde, kimya sanayinde, her türlü talaşlı imalatta, yiyecek işlemede, uçak-uzay sanayinde ve tıbbi cihazlarda kullanım alanı bulabilmektedirler [1,2].

Alümina yüksek sertlik, düşük yoğunluk, ısısal kararlılık ve korozyona dayanımı gibi üstün özellikleri ve düşük maliyeti ile son yıllarda en çok kullanılan mühendislik malzemelerinden biri haline gelmiştir. Alümina seramikler başlıca; buji, kesici takım, yatak malzemesi gibi aşınmaya dayanıklı malzeme olarak, kimya sektöründe korozyona dayanıklı malzeme seçimlerinde, elektronik sektörde yalıtım malzemesi olarak ve ısıtma sistemlerinde yüksek sıcaklığa dayanıklı malzeme seçimlerinde kullanılmaktadır [3-5].

Alümina geleneksel yöntemlerle istenen yoğunluklarda ve özelliklerde sinterlenmesi için 1700-1800°C sıcaklıklara ihtiyaç duyar. Bu yüksek sıcaklıklar sinterlemenin oldukça hızlı gerçekleşmesine ve tane sınırlarında camsı fazlar ve porozite gibi sorunların oluşmasına yol açar. Sonuç olarak sinterlenmiş alümina tek kristal alümina yapısıyla kıyaslandığında mekanik ve kimyasal özelliklerinde düşüş gözlemlenir. Ayrıca yüksek sıcaklıklar maliyetinde artmasına sebep olur. Bu nedenlerle alüminanın düşük sıcaklıklarda sinterlenmesi gereklidir. Günümüzde düşük sıcaklıklarda alüminanın sinterlenmesi için bazı katkıların kullanılması gerekmektedir. Bu katkılar genellikle; Cr_2O_3 , MgO , TiO_2 , MnO_2 , MnO ve ZrO_2 'dir [6].

Bu alıřmada ağırlıka %2 MgO ve %2 TiO₂ katkılı alümina 1300°C, 1400°C ve 1500°C’de 2 saat sinterlenmiř olup, sıcaklıęa baęlı olarak mikro yapı, sertlik, yoğunluk ve eęme mukavemeti deęiřimleri arařtırılmıřtır.

2. TEORİK BİLGİ

2.1 Seramik Malzemeler

Genel anlamda seramik, inorganik endüstriyel hammaddelerin belirli oranlarda karıştırılıp şekillendirildikten sonra pişirilerek sertleştirilmesi ile elde edilen malzemelere denilmektedir [4].

Seramik kelimesi, Yunanca kökenli olup pişirilmiş eşya anlamına gelen "keramos" kelimesinden gelmektedir. Seramik üretimi eski çağlardan beri gerçekleştirilmekte olup arkeolojik buluntular seramik üretiminin M.Ö. 6500'lü yıllara kadar uzandığını ortaya koymuştur [7].

Seramik malzemeler değişik bileşimde kristal ve cam yapılı fazları ile genellikle porozite içermektedir. Bu farklı yapı bileşenlerinin miktarı ve dağılımları önemli ölçüde seramik malzemelerin özelliklerini etkilemektedir. Örneğin; yapıda bulunan fazların yerleşim düzenini değiştirmek, yalıtkan olan bir seramik malzemeyi iletken hale getirebilmekte veya bunun tersi olabilmektedir. Bu nedenle, mikro yapı, seramik malzemelerin geliştirilmesinde en önemli konu haline gelmiştir. Bugün mikro yapı üzerinde yapılan araştırmalar sonucu "yeni seramikler" ortaya çıkmıştır ve araştırmalar devam etmektedir [7].

Günümüzde seramik malzemelere ilginin artmasının başlıca nedenleri olarak aşağıda sunulan çeşitli üstün özellikleri belirtilebilir.

- 1) Yüksek sıcaklıklara dayanıklılık,
- 2) Kimyasal kararlılığın yüksek olması,
- 3) Çok sert olabilmeleri,
- 4) Metallerden hafif olmaları (%40' a varan hafiflik),
- 5) Hammadde kaynağının bol ve genellikle metallere kıyasla ucuz olması,
- 6) Pahalı ve stratejik metallere ihtiyaç göstermemesi,
- 7) Erozyon ve aşınmaya karşı dayanıklı olmaları,

8) Oksitlenmeye karşı dirençlerinin yüksek olması,

9) Basma kuvvetlerinin yüksek olması [8].

Avantajlı özelliklerinin yanında, en önemli istenmeyen özellikleri “gevrek nitelikli” olmalarıdır. Seramikler metal ve ametal (metal olmayan) elementlerin birbirlerine birinci derece iyonik, kovalent veya ortaklaşım bağıyla bağlandığı inorganik, metal dışı malzemelerdir. Kimyasal bileşimleri, basit bileşiklerden karmaşık fazlara kadar geniş bir aralıkta değişiklik gösterir. Bileşimlerinde doğada bol miktarda bulunan metal oksitleri, silikatlar, karbürler, nitrürler, borürler bulunur. Bu nedenle kristal yapıları çok karmaşıktır. Amorf ya da amorf/kristalin karma yapılarda olabilirler [7].

Malzeme özellikleri bağ yapıları ile yakından ilgilidir. Genellikle, düşük tokluk ve süneklikte, sert ve kırılırlar. İletim elektronları olmadıkları için elektrik ve ısıyı iyi yalıtlar. Atomik bağ yapıları nedeniyle kimyasal olarak kararlıdır ve ergime sıcaklıkları yüksektir. Bu özellikleri sebebiyle kullanımları birçok halde vazgeçilmez olur [7].

Seramikler genel olarak metal ve polimerlere göre daha iyi mekanik özelliklere sahiptirler. Çizelge 2.1’de seramiklerin diğer malzemelerle karşılaştırılması verilmiştir [4].

Çizelge 2.1 : Seramiklerin özelliklerinin diğer malzemelerle karşılaştırılması [4].

	Seramik	Metal	Polimer
Sertlik	↑↑↑	↓	↓↓↓
Elastik Modül	↑↑↑	↑	↓
Yüksek Sıcaklık Dayanımı	↑	↓	↓↓↓
Termal Genleşme	↓	↑	↑
Yumuşama	↓	↑	↑
Korozyon Dayanımı	↑	↓	↓
Aşınma Dayanımı	↑	↓	↓
Elektriksel İletkenlik	↓	↑	↓
Yoğunluk	↓	↑	↓↓↓
Termal İletkenlik	↓	↑	↓

Bazı durumlarda seramiklerde kristal ve amorf yapının bir kombinasyonu da görülebilmekte ve mikro yapının kontrollü olarak istenen yönde tasarımı

yapılabilmektedir. Bu tasarım, seramiklerin bileşim ve mikro yapı açısından istenen kimyasal, fiziksel, mekanik ve elektriksel ihtiyaçlara göre üretilmesini mümkün kılar. Özellikle gelişen teknolojilerin getirdiği tasarım kolaylığıyla arzu edilen niteliklere sahip kritik seramik malzemelerin oluşturulması bilgisayar, iletişim, elektronik ve mikro elektronik gibi dallarda yeni teknolojilerin gelişmesine yol açmıştır [9].

Seramik malzemelerin üretim süreçleri önemli oranda benzerlikler gösterirler. Öncelikle doğal hammaddenin öğütülmesi, işlenmesi, uygun katkılarla homojen karışımlar haline getirilmesi gerekir. Ardından, ince toz halinde hazırlanan bu başlangıç malzemesinin şekillendirilebilmesi için uygun katkıları kullanılarak plastik hale getirilmesi gerekir. Bu aşamada geleneksel kil için su kullanılırken, modern uygulamalarda organik polimer bağlayıcılar katkı olarak kullanılır. Daha sonra verilmek istenen son şekle göre şekillendirme aşaması için enjeksiyon kalıplama (istenen forma göre kalıp içine malzemenin basınç altında sıkıştırılması), kuru presleme, soğuk izostatik presleme gibi teknikler kullanılarak malzemenin en son formu ortaya çıkartılır. En son olarak, malzemenin plastikliği için katılan maddelerin bünyeden uzaklaştırılması ve malzemenin yoğunlaşması için pişirilme veya sinterleme süreci başlatılır [8].

Seramik malzemeleri “Geleneksel” ve “Yüksek Teknoloji Seramikleri” olarak iki ana grupta incelemek mümkündür.

2.1.1 Geleneksel seramikler

Geleneksel seramikler grubuna kilden mamul sıhhi gereçler, fayans, karo ve porselenler, tuğla ve kiremitler, elektrik izolatör malzemeler; refrakterler; camlar ve çimento malzemeleri girmektedir [10].

2.1.1.1 Kil esaslı hammaddelerden üretilen seramikler

Kaolen ($\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$), feldspat (K_2O veya $\text{Na}_2\text{O} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 6\text{SiO}_2$), kuvars (SiO_2) gibi diğer minerallerin kombinasyonu neticesinde elde edilen ürünler bu sınıfta nitelendirilir. Pişirme kapları, porselenler, süs ve dekorasyon eşyaları, banyo ürün ve aksesuarları, sağlık gereçleri, seramik kaplama malzemeleri, tuğla ve benzeri yapı malzemeleri bu gruptaki tipik uygulamalardır [10].

2.1.1.2 Refrakterler

Yüksek alüminalı, silika-alümina ($\text{SiO}_2\text{-Al}_2\text{O}_3$) esaslı, magnezit (%80-90 MgO , Fe_2O_3 ve Al_2O_3) krom-magnezit esaslı (%60 MgO , Cr_2O_3 ve Fe_2O_3), fosterit (%57 MgO , 54.3 SiO_2), spinel (%72 Al_2O_3 , %28 MgO), süper refrakterler (%50-95 SiC , kuvarz kil), zirkon esaslı (%66 ZrO_2 , %33 SiO_2) olarak grup ve tiplere ayrılan refrakter malzemeler fırınlarda kaplama olarak, ısısal yalıtımda, potalarda, metal üretim malzemeleri olarak, filtre, kalıp ve ısıtma elemanları olarak son derece önemli uygulamalarda kullanılırlar [11].

2.1.1.3 Camlar

Pencere ve şişe camları olarak bilinen $\text{Na}_2\text{O.CaO.6SiO}_2$ az miktarda renklendiricilerle üretilirler. Bunların yanı sıra %14-30 PbO içeren optik ve x-ışınlarından korunma amaçlı yüksek refraktif indekse sahip camlar yaygın olarak kullanılır. Cam yapısındaki alkali ve Ca iyonlarının B^{+3} iyonu ile değiştirilmesi neticesinde ısı genleşmesi çok düşük ve korozyona dayanımlı “Pyreks” olarak da bilinen camlar elde edilir. Genellikle tüp, boru, basınç göstergeleri, laboratuvar alet ve gereçleri ve elektriksel yalıtım amacıyla kullanılırlar [11].

2.1.1.4 Çimentolar

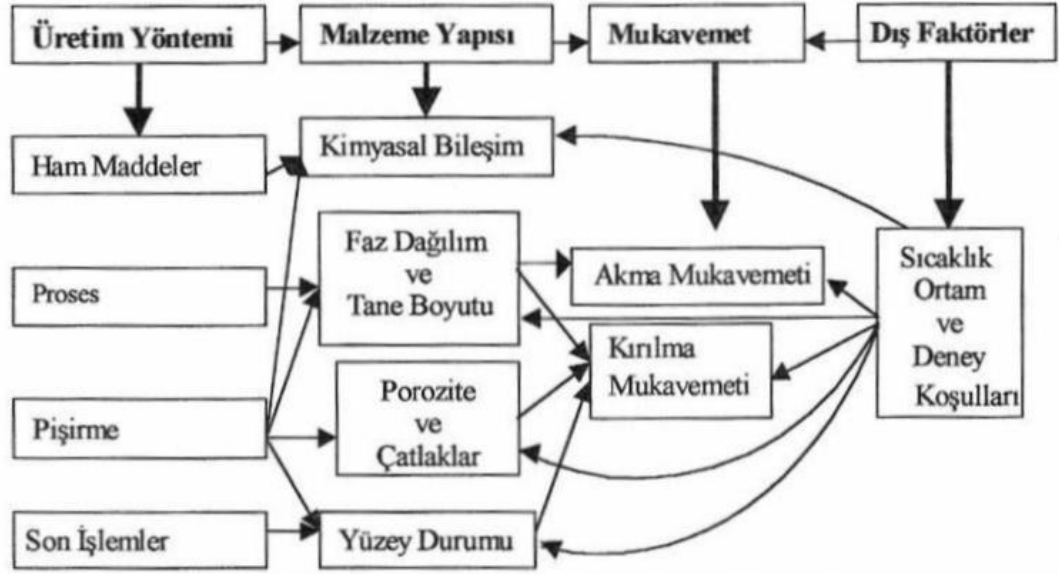
Genelde kalsiyum silikatlardan oluşan bileşimlerdir ve yapıları 3CaO.SiO_2 , 2CaO.SiO_2 ile bunlara ek Al_2O_3 , Fe_2O_3 , ve MgO içerirler. Bu yapılarda sertleşme su ile tepkime sonucu oluşan jelimsi yapının parçacıkları birbirine bağlayarak kompozit bir oluşuma yol açması ile olur. Yüksek sıcaklık gerektiren uygulamalar için kalsiyum alüminat çimentoları veya fosfatlı çimentolar kullanılır [12,13].

2.1.2 İleri teknoloji seramikleri

İleri teknoloji seramikleri, geleneksel seramiklerden farklı olarak saflaştırılmış, iç yapıları çok iyi derecede denetlenmiş, üretim prosesleri hatasız mikroyapılar elde edilecek şekilde dizayn edilmiş seramiklerdir [4].

Dizayn aşamalarında malzeme seçimi, genel olarak ileri teknoloji seramiklerinin kimyasal ve mekanik özellikleri ve bulunabilme imkanına göre yapılmaktadır. Ancak seramiklerin özellikleri, atomlar arasındaki bağa mikro ve makro yapılarına bağlıdır. Ayrıca, seramiklerin yapısı üretim yöntemine bağlıdır ve çeşitli özelliklerini

belirleyen en önemli faktördür. Kısacası seramik malzeme üretiminde kullanılan hammaddeler, şekillendirme işlemi ile pişirme işlemleri ürünün yapısını, dolayısıyla özelliklerini belirler. Bunun yanında ortam, sıcaklık ve çalışma koşulları da özellikleri etkileyen dış faktörler olarak sayılabilir [14]. Şekil 2,1' de üretim koşullarının seramik malzemelerin mukavemet özelliklerine etkisi görülmektedir [11].



Şekil 2.1 : Üretim koşullarına bağlı olarak oluşan yapının, seramiklerin mukavemetine etkisi [11].

İleri teknoloji seramikleri yapısal ve fonksiyonel olmak üzere iki grup altında incelemek mümkündür [7].

2.1.2.1 Yapısal seramikler

Seramik malzemelerin kırılma dayanımı ve aşınma direnci gibi mikroyapısal değişkenlerden etkilenen özellikleri ile sertlik, yoğunluk, ısıl dayanım, yüksek elastik modül gibi kristal yapısı ve atomlar arası bağlanmadan etkilenen özelliklerinin önemli olduğu uygulamalarda kullanılan seramiklere "yapısal amaçlı ileri teknoloji seramikleri" denmektedir. Bu grupta özellikle Al_2O_3 , ZrO_2 , Si_3N_4 , SiC , B_4C , CBN , TiC , TiB_2 , TiN , AlN gibi seramikler tek tek veya çiftli, üçlü veya daha fazla kombinasyon ile oluşan kompozitler olarak göze çarpmaktadırlar [15].

Bu grup seramiklerin tekstil makinelerinde aşınmaya dayanıklı yapay iplik kılavuzları, yüksek hızlı torna tezgahlarında kullanılan kesici uçlar, otomobillerde yüksek ivme sağlayan turbo yükleyici parçaları, madencilik ve çimento sektörü, hafif

balistik yelek ve zırhlı araç koruyucu katmanları, spor malzemeleri, nozullar, ortopedik protezler, özel lambalar, bilyalar, potalar, kimya sanayi parçaları gibi uygulama alanları vardır [7].

2.1.2.2 Fonksiyonel seramikler

Malzemelerin dielektrik, elektriksel ve ısı yalıtkanlık, manyetik ve iletkenlik gibi maddenin elektronik yapısının ortaya koyduğu ve özelliklerin kullanıldığı uygulamalar genel olarak "fonksiyonel amaçlı seramikler" şeklinde tanımlanır. Örneğin, ferrit olarak tabir edilen fonksiyonel amaçlı seramik malzemelerin ana bileşeni demiroksit (Fe_2O_3) olmakla birlikte diğer birçok oksit seramiklerini de yapısında katkı olarak ihtiva ederek malzemenin manyetik özelliklerinde istenen yönde değişiklikler yapılmasını mümkün kılar. Bu gruba giren malzemeler çevreden algıladıkları sinyalleri elektronik yapılarında ortaya çıkabilecek değişikliklerle ortaya koyarlar [10]. Bu değişikliklerin tespiti ve anında ölçümü ise bize seramiklerin fonksiyonel görevlerini verir. Örnek vermek gerekirse ZnO ve SiC gibi malzemeler enerji nakil hatlarında sistemin aşırı voltajlarını soğurarak cihazları aşırı yüklenmeden korurlar [16].

Fonksiyonel seramikler tasarım ve proses yönünden üstün malzemelerdir. Seramiklerdeki temel araştırmaların önemli bir bölümü bu alan üzerinedir. Bunlara ek olarak, ergimiş fazın katılaştırılması, tozların şok dalgaları ile sinterlenmesi ve mikro-ışın teknolojisi gibi yeni teknolojiler fonksiyonel seramiklerin kullanımı için yeni kullanım alanları oluşturmuştur. Örneğin hızlı soğutulmuş LiNbO_3 ve PbTiO_3 , çok yüksek dielektrik sabitine sahiptir. Katı-elektrolitler, gaz sensörü, iyon sensörü, elektronik bellek parçaları, pil ve iyon pompası olarak kullanabilmektedir. Kısmen stabilize zirkonya, demir-çelik endüstrisinde ve oksijen pompalarında başarı ile kullanılmaktadır. Hızlı soğuma sonucu oluşan amorf elektrolitlerin de gelecekte bir takım kullanım alanlarının ortaya çıkacağı şüphesizdir [11].

Saydam ve opak seramikler de önemli ürünler arasındadır. Saydam alümina, halen sodyum lambalarında kullanılmaktadır. Diğer taraftan, saydam sialon, yüksek sıcaklık pencereleri için en önemli malzemedir. Bu sayede, malzemelerin yüksek sıcaklıktaki durumları ve yüksek sıcaklık prosesleri doğrudan izlenebilir [11].

2.2 Alümina

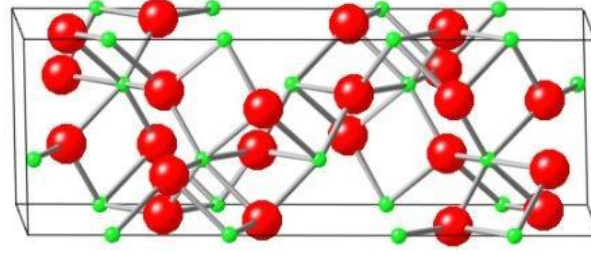
Doğada saf kristal olarak bulunan alümina, korundum halinde fakat feldspat ve killerde olduğu gibi genellikle silikatlarla birlikte bulunur. Sentetik olarak hazırlanan alümina kristalleri ise alüminyum oksit olarak adlandırılmakta, ancak çoğu kez her ikisi için de alümina ismi kullanılmaktadır. Saf alümina beyaz renklidir, fakat farklı renklerde ortaya çıkması eser miktarlarda dahi olsa içerdiği safsızlıklardan kaynaklanmaktadır. Kırmızı renkli doğal alümina halk arasında yakut, mavi renkli olanı ise safir olarak bilinmekte olup, değerli taslardır. Günümüzde alümina % 85’lik payı ile mühendislik seramikleri arasında en yüksek kullanım oranına sahip olanıdır [4,17].

Alümina, kristalografik olarak oksijen iyonlarının alüminyum iyonları tarafından sıkı hegzogonal olarak sarılması ile ifade edilebilir. Dış görünüşü beyaz bir tozdur. Ergime sıcaklığı 2050°C, kaynama noktası ise 2080°C olan alümina yüksek sıcaklıklarda kimyasal maddelere ve mekanik yüklere karşı en dayanıklı refrakter malzemelerdendir. Alüminanın molekül ağırlığı 101,96 g/mol reaktif indeksi 1.765, oluşum serbest enerjisi ise -1582,4 kJ/mol’dür. Alümina suda ve şayet iyi kalsine edilmişse hem mineral asitlerinde hem de bazlarda çözünmez. Sodyum karbonat, kostik soda ve sodyum peroksit saf alümina potalarda az tahribatla eritilebilir. 1700-1800°C gibi yüksek sıcaklıklarda flor gazı dışında bütün gazlara karşı direnç gösterir. Alümina oksitleyici ve redükleyici atmosferde 1900°C’ye kadar kullanılabilir [18].

Değişik modifikasyonlarda alüminalar olmasına rağmen, ticari kullanım alanına sahip olanı α -Al₂O₃’tür. α -Al₂O₃’nın koordinasyon sayısı 6 ve valensi 3’tür, Al₂O₃ rombohedral kristal yapısında basit rombohedral Bravais kafesine sahiptir. Birim kristal kafesinde taban yüzeyindeki atomlar arası mesafe 0.4758 nm ve kafes yüksekliği 1.2991 nm’dir. Uzay grubu R3c’dir. Elektriksel yükler olarak nötr Al₂O₃ bileşiğinin oluşması, her 2 Al atomunun 3’er elektronunu, 6 elektron ihtiyacı olan 3 oksijen atomuna vermesiyle olur [15].

Al₂O₃’te, O₂⁻ iyonları yaklaşık olarak hegzagonal kafes yapısında olup Al₃⁺ katyonları oktahedral boşlukların 2/3’nü doldurmaktadır. Katyonların koordinasyon sayısı 6, anyonların ise 4 tür. Al₂O₃ spinel yapısında da bulunabilmektedir, spinel yapı kübik kafes yapısında olup birim hücrede 32 oksijen iyonu, 16 oktahedral

katyon ve 8 tetrahedral katyon içerir.[15] Şekil 2.2’ de alüminanın kristal yapısı gösterilmektedir [19].



Şekil 2.2 : Al₂O₃ Kristal yapısı (Al yeşil, O kırmızı) [19].

Alümina, mukavemet ve ergime sıcaklığının yüksek, elektrik iletkenliğinin düşük olması nedeni ile kimyasal maddelere ve mekanik yüklere karşı en dayanıklı refrakter malzemelerden biridir. Bunun yanı sıra elektrik yalıtkanları, elektronik çevrelerde altlık olarak, kesici uçlarda, ısı motorlarında ve enerji santrallerinde, aşınmaya maruz parçalarda, aşındırıcılarda ve kompozit malzemeler gibi çok geniş bir alanda kullanılır [20].

2.2.1 Alümina mineralleri

Tabiatta yaklaşık 250 çeşit alüminyum minerali bulunmaktadır. Bunların %40’ını alüminyum silikatlar oluşturmaktadır. Alümina, çoğunlukla hidroksitlerin karışımından oluşan boksitten elde edilir. Boksit bir mineral ismi olmayıp gipsit, böhmit ve diaspor gibi hidroksit minerallerinin bir karışımıdır [21]. Birincil oluşumlar olarak tanımlanan silikat bileşimli kayaçları meydana getiren minerallerin yüzey etkileri ile değişimleri sırasında alüminyum üretimi için uygun olan ikincil mineraller oluşmaktadır. Çeşitli alüminyum mineralleri ve bunların özellikleri Çizelge 2.2’de gösterilmiştir [22].

Çizelge 2.2 : Alüminyum mineralleri [22].

Adı		Formül	%Al	% Al ₂ O ₃
a)	Boksit minareleri:			
	Korund	$\alpha - \text{Al}_2\text{O}_3$	52,9	100,0
	Gibsit	$\gamma - \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$	34,6	65,4
	Diasporit	$\alpha - \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$	45,0	85,0
	Böhmit	$\gamma - \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$	45,0	85,0
b)	Alunit	$\text{K}_2\text{O} \cdot 3\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 4\text{SO}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	19,6	85,0
c)	Alum Mineralleri:			
	Alumojel	$\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 4\text{SO}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	15,8	29,8
	Aluminit	$\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{SO}_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$	15,7	29,7
	Kalinit	$\text{K}_2\text{SO}_4 \cdot \text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 24\text{H}_2\text{O}$	5,7	10,8
	Halotrikrit	$\text{FeSO}_4 \cdot \text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 24\text{H}_2\text{O}$	5,8	11,0
d)	Diğer Mineraller:			
	Andaluzit	Al_2SiO_5	33,3	62,9
	Kiyanit	Al_2SiO_5	33,3	62,9
	Silimanit	Al_2SiO_5	33,3	62,9
	Kaolinit	$\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$	20,9	39,5
	Spinel	$\text{MgO} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3$	38,0	71,8
	Ortoklaz	$\text{K}_2\text{O} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 6\text{SiO}_2$	9,7	18,3
	Kriyolit	$3\text{NaF} \cdot \text{AlF}_3$	12,9	24,3
	Topaz	$\text{Al}_2[\text{Fe}(\text{OH})_2]\text{SiO}_4$	22,7	42,9
	Beril	$\text{BeAl}_2(\text{SiO}_3)_6$	10,4	19,7
	Staurilit	$2 \text{Al}_2 \text{SiO}_5 \cdot \text{Fe}(\text{OH})_2$	26,0	49,0

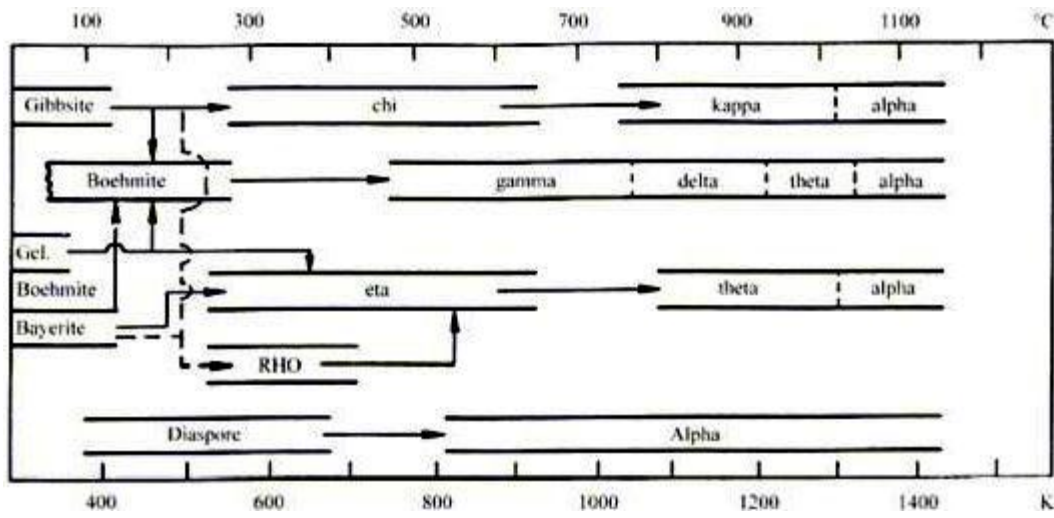
2.2.2 Alüminanın fazları

Alüminyum hidroksitlerin termal dehidroksilasyonları sonucu (250-1150°C) aktif alümina oluşmaktadır. Aktif alümina ismi Alcoa şirketi tarafından verilmiştir. Bugün bu isim, hidroksillerde kimyasal bağlı suyu ortadan kaldıran, poroz yapıya sahip ve termal dehidrasyon ile elde edilen tüm alüminalara verilen isimdir. Aktif alüminalar, adsorbsiyon ve kataliz işlemlerinde giderek artan kullanıma sahiptir ki bu kullanım şeklinde aktif alüminanın poroz yapısı, büyük yüzey alanı, ve özel yüzey kimyası büyük rol oynamaktadır [23].

Elde edilen bu aktif alüminaların kristal yapıları düşük sıcaklıklarda (250-900°C), χ (çi), η (eta), γ (gama), ρ (ro), yüksek sıcaklıklarda (900-1150°C), δ (delta), κ (kapa), θ (teta) alüminadır. Bu iki sıcaklık aralığı genel anlamda geçiş alüminaları olarak

bilinen yapıları oluşturlar. Günümüzde tüm geçiş serileri aktif alümina olarak adlandırılmaktadır [23].

Çeşitli başlangıç hidroksitlerinin sıcaklığa göre χ , gama, delta, kapa, eta, ve teta alümina fazları ile α - Al_2O_3 (korondum)'ya dönüşümü Şekil 2.3'te görülmektedir. Alüminyum hidroksitlere ısı verilerek bu dönüşümler oluşturulmaktadır. Şekilde de görüldüğü gibi tüm geçiş alüminaları gibsitin elde edilebilmektedir. Örneğin, yalnızca gibsitin termal dehidroksilasyonu sonucu χ (χ), alümina oluşmaktadır ve artan sıcaklıkla kapa ve alfa alümina elde edilmektedir, ancak gibsitin vakum altında hızlı ısıtılmasıyla da ro alümina elde edilebilmektedir (302-427°C) [23].



Şekil 2.3 : Alüminyum hidroksitlerin faz dönüşümleri[23].

Alüminanın farklı kristal kafes yapıları mevcuttur. Bunlar;

- 1) α (hekzagonal)
- 2) δ (tetragonal)
- 3) Σ (hekzagonal)
- 4) τ (kübik)
- 5) K' (hekzagonal)
- 6) θ (monoklinik)
- 7) x (hekzagonal)

Yukarıda verilen farklı poliformik şekillerin α -alüminaya göre termodinamik açıdan stabil oldukları hakkında sağlam bir kanıt yoktur. Bu yapıların çoğu sıkı paketli kübik kafes yapısına sahiptir. Oysa korundum (α -alümina) hekzagonal sıkı paketlidir.

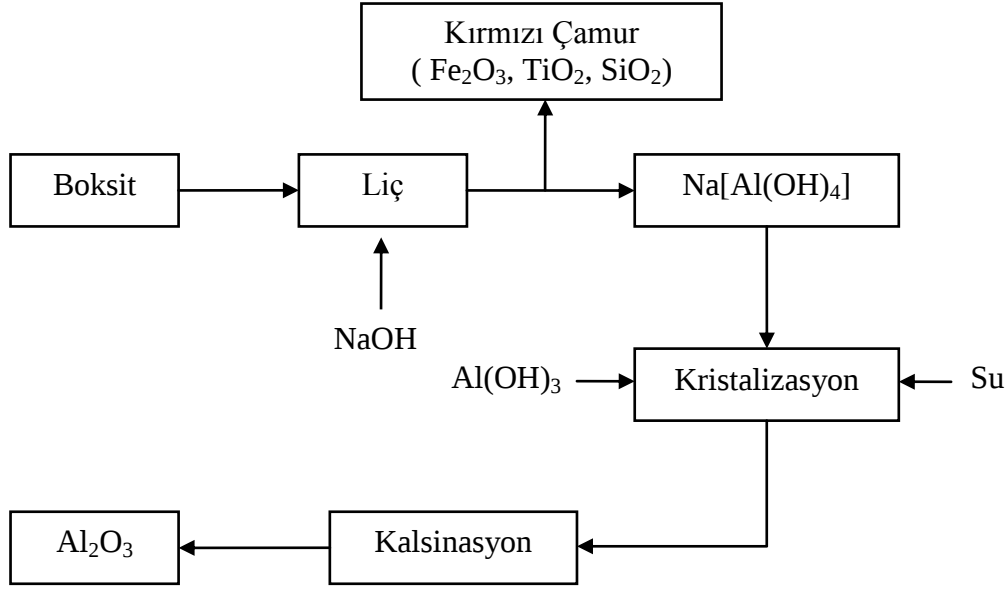
Araştırmalar sonucunda bütün bu formların, zaman, kristal boyutu ve atmosfere bağlı olarak 750-1200 °C arasında α -alüminaya dönüştüğü gözlemlenmiştir. Dönüşümün denklem 2.1’de ki gibi olduğu ve tersinir olmadığı ileri sürülmüştür [4].

$$\tau \rightarrow \delta \rightarrow \theta \rightarrow \alpha \quad (2.1)$$

2.2.3 Alümina üretimi

İstenilen özelliklerde ve çok küçük tane boyutlarında alümina tozlarının üretilmesi yönünde pek çok araştırma yapılmıştır. Bu çalışmalar sonucunda aranılan özellikleri verebilecek seramik tozlarının hazırlanması için değişik yöntemler geliştirilmiştir. Boksit rezervi bakımından farklı olan bazı ülkeler alümina ekstraksiyonu için alternatif metotlar geliştirmişlerdir. Alümina üretim yöntemlerini; asidik yöntemler, elektrotermik yöntemler, indirgeme metodu, kavurma metodu, bazik yöntemler ve sinter metodu şeklinde sınıflandırmak mümkündür. Günümüzde dünyanın ticari alümina ihtiyacının büyük çoğunluğu hammadde olarak boksitin kullanıldığı ve bazik yöntemlerden biri olan Bayer prosesi ile üretilmektedir [24].

Bayer prosesinde kullanılan hammadde, farklı alüminyum hidratlarının karışımında oluşan ve kısaca “boksit” adı verilen bir maddedir. Boksitte safsızlık olarak demir oksitler, silikatlar ve titan bileşiklerine her zaman rastlanılır. Yaklaşık %55-60 Al_2O_3 içeren ve 1 mm’nin altına öğütülmüş boksit cevheri, 250°C’de ve 4 N/mm²’lik basınç altında sıcak sodyum hidroksit çözeltisiyle tüm hidratlar sodyum, alüminat şekline dönüşene kadar yıkanır. Ancak demir hidroksitler, silikatlar, titanyum oksitler çözünmeksizin kalmakta ve bu kırmızı çamur şeklindeki posa ayrıştırılmaktadır. Daha sonra, alüminat çözeltisinden gelen hidrarjilitten sodyum alüminat çözeltisi oluşmakta ve trommelin döner filtrelerinde filtre edilmekte ardından ince dağılımlı alüminyum hidroksit ilavesi ve su ile koyulaştırıldıktan sonra büyük karıştırma tanklarında alınmaktadır. Bunun hemen ardından, 1200-1300 °C civarında döner fırınlarda α - Al_2O_3 oluşuncaya kadar kalsine edilmektedir. Son olarak bu kalsine edilmiş ürün öğütücülere verilmektedir [15,25,26]. Bayer prosesi Şekil 2.4’de gösterilmiştir [27].



Şekil 2.4 : Bayer prosesi [27].

Kalsinasyon kademesinde oluşan fazlar, başlangıç maddelerinin kristallografik yapısına ve pişirme sıcaklığına bağlı olarak değişir. Erime noktasına kadar en kararlı faz hekzagonal kafes yapısına sahip α -Al₂O₃ olmasına rağmen, çeşitli katı çözeltileriyle ve diğer oksitlerle oluşan tepkimeler neticesinde değişik spinel, diğer fazlar ve kafes yapıları da olabilmektedir. Ancak α -Al₂O₃ endüstriyel alanda en yaygın kullanılanıdır [25].

2.2.4 Alüminanın fiziksel ve mekanik özellikleri

Yüksek latis direncine sahip seramik malzemelerin en büyük dezavantajı gevrek olmalarıdır. Seramik malzemelerde yapının ve yapıda bulunan hataların ve/veya gözenegin mekanik özellikler üzerindeki etkisi büyüktür. Bu etki, gözenegin veya hatanın geometrisine, büyüklüğüne ve dağılım biçimine göre değişiklik gösterir. Yapıdaki bu hataların farklı sebeplerden dolayı gerçekleşmektedir. En yaygın sebeplerden biri de seramik yapının üretimi esnasında yapıda mikro boşlukların kalmasıdır. Örneğin; sinterlenmiş ürünler tane sınırlarında küçük gözenek içerirler.

Ayrıca sıcaklık değişimiyle birlikte oluşan ısıl gerilmeler de yapıda küçük çatlakların oluşmasına sebep olur. Bunun yanı sıra çatlaklar, gevrek bir malzemede yüklenme sonucu tanelerin elastik anizotropisinden veya tek bir kayma sisteminde kolay kaymanın gerçekleşmesiyle de meydana gelebilir [5].

Seramik malzemeler kırılma tokluğu açısından metallerle kıyaslandığında metallerin $\sim(1/50)$ K_{IC} oranına sahiptirler. Alüminanın K_{IC} değeri alüminanın tek kristal olup olmamasına, tek kristalde ölçüm alınan yüzeyin atomsal düzlemine ve tanelerinin büyüklüğüne göre değişim göstermektedir. Alüminanın kırılma tokluğu değerleri Çizelge 2.3’de verilmektedir [5].

Çizelge 2.3 : Alüminanın kırılma tokluğu (K_{IC}) değerleri [5].

Malzeme	K_{IC} (MN.m ^{-3/2})
Al ₂ O ₃ – tek kristali	2,38 – 4,54
Al ₂ O ₃ – çoklu taneli	3,80 – 5,10

Alümina, gözenekliliği fazla olusu nedeniyle yüzey alanı büyük, çok saf, amorf ve anfoter bir oksittir. Asitlerle alüminyum tozlarını bazlarla alüminatları oluşturur. Alüminanın yoğunluğu 3,8-4,0 gr/cm³ arasında değişmektedir. Sertliği ise elmasınkinden biraz düşüktür (9 Mohs). Saydam halde veya metal oksitlerle renklendirildiğinde kıymetli taşları meydana getirir. Susuz alümina yüksek ergime ve kaynama noktasına sahiptir. Alümina suda ve şayet iyi kalsine edilmiş ise hem mineral asitlerinde hem de bazlarda çözünmez. 1700-1800 °C gibi yüksek sıcaklıklarda, flor gazı haricinde bütün gazlara karşı direnç gösterir. Alümina, oksitleyici ve redükleyici atmosferde 1900 °C’ ye kadar kullanılabilir [20]. Çizelge 2.4’ te alüminanın saflık derecesine göre bazı fiziksel ve mekanik özellikleri verilmiştir [28].

Çizelge 2.4 : %85,0-99,7 saflıkta alüminaların fiziksel ve mekanik özellikleri [28].

Alümina içeriği, (%)	85,0	95,0	99,7
Yoğunluk, g/cm	3-3,5	3,7	3,9
Dielektrik sabiti	8,5	9,2	9,0-10,1
Dielektrik mukavemeti, kV/mm	28	---	10-35
Hacim direnci, Ω .cm (600°C’de)	4×10^6	5×10^9	4×10^{10}
Termal iletkenlik, W/m °C	15	20	28-35
Termal genleşme katsayısı, $10^{-6} / ^\circ\text{C}$	(20-1000°C) 7	7,6	8
Maksimum kullanım sıcaklığı, °C	1300	1500	1700
Spesifik ısı, J/K kg	920	900	---
Eğme mukavemeti, MPa (20°C’de)	300	350	350
Basma mukavemeti, MPa (20°C’de)	1800	2000	2200-2600
Elastik modül, GPa	260-330	340-375	380-410
Poission oranı	0,22-0,25	0,23-0,26	0,24-0,27
Sertlik, HV1,0	800-1000	1200-1600	1500-2000

Alüminanın en önemli özelliklerinden biri de sertliğidir. Alüminanın sertlik değeri birçok parametreye bağlıdır. Bu parametreler arasında en önemlileri; tane boyutu, yoğunluk, katkılar, ikinci faz ve uygulanan yükür. Çizelge 2.5’ de çeşitli alümina numunelerden alınan sertlik ölçüm değerleri verilmiştir [5].

Çizelge 2.5 : Çeşitli alümina örneklerinden alınan sertlik değerleri [5].

Katkı (%)	Yoğunluk (%)	Tane çapı (µm)	Yük (kg)	Sertlik (kg/mm ²)
Beyaz	-	Mak.200	1	1346-1468
Pembe	-	2-3,1	1	907-1529
Kahverengi	-	10	1	1315-1458
-	100	2	1	1885±129
-	96-97	Orta	1	1202±253
-	93,2-95,6	0,5-5	0,3	2077-2264
TiO ₂ (3)	95-97	7	0,3	2219-2388
MnO ₂ (3) + TiO ₂ (0.5)	98,2-98,5	10-30	0,3	1858-2350
MnO ₂ (0.5-1.5)	88,2-98,1	0,5-50	0,3	1567-2238
Cr ₂ O ₃ (0.5-1.5)	74,1-96,9	0,5-3	0,3	1360-2597
Cr ₂ O ₃ (2-5mol)	>98	5	0,2	1653-1378
-(1,4%göz.)	97,5	3,6	1	1449±59
-(2.2%göz.)	97,5	4,8	1	1388±72
-(1.6%göz.)	97,5	15,5	1	1432±140

2.2.5 Alüminanın kullanım alanları

Oksit esaslı seramik hammaddeleri arasında alümina tüketimi en fazla olanıdır. Alümina sahip olduğu yüksek sertlik, ısısal kararlılık ve korozyon dayanımı gibi üstün özellikleri ve düşük birim maliyeti ile kullanım oranını artırmaktadır [4].

Alümina, tabiatta en fazla bulunan minerallerden boksit içinde bulunur. Dünya alümina tüketiminin yaklaşık % 90' ı alüminyum metal üretiminde ve geriye kalan %10' luk kısım ise ısıya dirençli dolgu malzemeleri, pigment, katalist, refrakterler, aşındırıcılar ve seramik malzemelerin üretiminde kullanılır. Seramik sektöründe kullanılan alüminanın dünya yıllık üretimi yaklaşık 4 milyon ton civarındadır [10].

Alümina, aşınmaya karşı dayanıklılığı, sertliği ve mekanik dayanım nedeni ile öğütücü değirmenlerin bilyelerinde, tekstil endüstrisinde ve kesici takımlarda

kullanılmaktadır. Ayrıca bu özellikleriyle merkezi ısıtma sistemlerinin sirkülasyon pompalarının yataklarında, otomobillerin soğuma sistemlerinde, zırh malzemesi olarak ve roket motorlarında da kullanılmaktadır [18]. En iyi bilinen askeri uygulaması ise hafif balistik panel yüzeylerinin balistik dayanımını artırmak için alümina seramik plakalar ile kaplanmasıdır [29]. Alüminanın diğer bir askeri uygulaması roket ve uçak uç kısımlarında kullanılan radar dalgalarına geçirgen Radome' lar şeklinde kendisini gösterir. Radome' lar alt çapları 35 cm ve yükseklikleri 100 cm kadar olabilen içi boş konik seramik parçalarıdır. Özellikler süpersonik hızlar ile uçan roket ve uçakların radar sistemlerinin muhafazasında rol oynarlar [4].

Alüminadan poroz ve yoğun ürünler yapılır. Poroz ürünler genellikle ergimiş alüminadan yapılır. Yeniden kristalleşmiş poroz olmayan alümina, ergimiş alüminadan daha saftır. Saf alümina, tamamen saydam olarak bazı cihazlarda kullanılmaktadır. Bunların dışında bio malzeme olarak eklem ve diş protezlerinde de aynı özelliklerinden yararlanılmaktadır [18]. Alüminanın bio malzeme sistemlerine sağladığı önemli avantajlardan biri protezin kemiğe yapıştırılmasında kullanılan çimentoya olan gereksinimi, son yıllarda önerilen yeni yöntemlere bağlı olarak ortadan kaldırmasıdır. Geleneksel olarak vücutta kullanılan polimetilmetakratin en büyük dezavantajı olan zamanla gözlenen gevşemenin ortadan kaldırılması için alümina protezlerin kemiğe yapıştırılacak kısımlarının gözenekli dizayn edilerek dokunun bu gözenekli kısımlarda zamanla büyümesi ve mekaniksel doğal bir bağlanmanın oluşturulmasına çalışılır. Alüminanın kemiğe yapışacak kısmında oluşturulacak 75–100 mikron boyutundaki gözeneklere organik doku ve kemik büyümesinin oluşturularak sağlam bağlanmanın gerçekleştirilebileceği bazı araştırmacılar tarafından gözlemlenmiştir [11].

Ayrıca alümina malzemeler, 1900°C'ye kadar çıkan yüksek sıcaklık fırınlarının astarı olarak kullanılır. Yüksek saflığı ve aşınmaya karşı direnci nedeniyle iplik mekiklerinde, sprey nozullarında kullanılır [18].

Elektronik sanayinde ise her yıl milyonlarca alümina parça substrak malzeme olarak üretilmektedir. Bujiler de yalıtım malzemesi olarak çok geniş bir kullanım alanına sahiptirler. Kaynak uçları, nükleer santrallerde parçacık hızlandırıcı vakum odaları alüminanın kullanım alanları arasında diğer örneklerdir. [23].

2.3 Titanyum ve Titanyum Dioksit

2.3.1 Titanyum

Titan minerali, 1791 yılında W. Gregor tarafından İngiltere’ de bulunmuş ve Menakkanıt adı verilmiştir. 1795’ de ise M.H. Klaproth tarafından bulunan minerale Titan ismi verilmiştir. Titan düşük yoğunluk yüksek çekme dayanımı ve çok yüksek korozyon dayanıklılığı gibi üstün özelliklere sahiptir. Ancak eldesi ve kullanımı çok zor olduğundan metal olarak kullanılması çok özel alanlarla sınırlanmıştır [4].

Titanyum, özgül ağırlığı 4.5 gr/cm³, ergime sıcaklığı 1680°C olan ve oda sıcaklığında sıkı dizilmiş hekzagonal kafes yapısına sahip bir metaldir. Çizelge 2.6’da ticari saflıktaki titanyumun mekanik özellikleri gösterilmiştir [30].

Çizelge 2.6 : Ticari saf titanyumun mekanik özellikleri [30].

Yoğunluk	4.51 g/cm ³
Minimum akma dayanımı	480 MPa
Gerilme dayanımı	550MPa
Elastisite	102.7 GPa
Poisson oranı	0.34
Sertlik(Brinell)	265
Termal genleşme katsayısı	8.64×10 ⁻⁶ /°C
Katı/Sıvı	1725°C
Ergime noktası	1668±10°C
Özısı (25°C)	0.518 J/kg K

Karbon yüzdesi çok düşük ve hidrojen gevrekliği olmayan saf titan, demire göre çok daha iyi mekanik özelliklere sahiptir. Titanyum özgül kütlesinin çok düşük olması, alaşımlarının yüksek mekanik özellikler taşıması ve alaşım yapmamış metalinin

yüzeyinde meydana gelen beyaz oksit ve nitrür tabakaları dolayısıyla korozyona çok yüksek direnç göstermesi nedeniyle, sanayide giderek artan bir oranda kullanılmaktadır. Uçak ve uzay araçları yapımında kopma yükü/ özgül kütle oranının yüksekliğinden yararlanılarak ses üstü uçak gövdelerinin, reaktör organlarının, helikopter parçalarının, uzay kapsüllerinin hazırlanmasında kullanılır. Kimya sanayinde, korozyona karşı gösterdiği yüksek dirençten dolayı özellikle klor ve klorlu ürünlerin üretiminde, sodyum klorür elektrolizinde kullanılan anotların yapımında, derişik nitrik asidin konulduğu kaplarda titanyum kullanılır. Ayrıca gemi inşasında, denizaltı araştırmalarında, otomobil yapımında ve silah sanayinde titanyumdan yararlanılır. Titanyum biyolojik uyumluluğu nedeniyle kemik protezleri için de uygun bir metaldir.[30,31].

2.3.2 Titanyum mineralleri

Titanyum, oksit şeklinde dünya kabuğunda bol miktarda bulunmaktadır. Doğada en yaygın halde bulunan titan minerallerinden en önemlileri ilmenit, rutil ve anatazdır. Rutil, anataz ve brokit birbirlerinin polimorfları olup kimyasal formülleri aynıdır. Çizelge 2.7’ de belli başlı titanyum mineralleri gösterilmiştir [32].

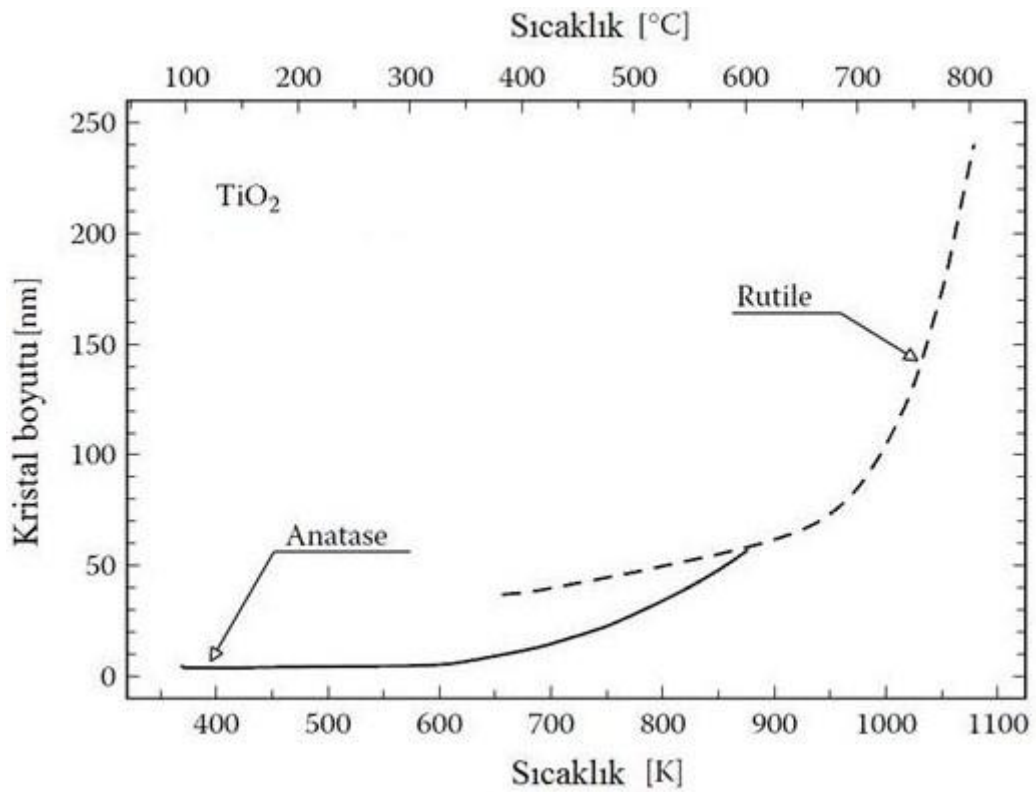
Çizelge 2.7 : Titanyum mineralleri[32]

İsim	Sembol	TiO ₂ içeriği	Kristal sistemi
İlmenit	FeTiO ₃	%43-59	Triklinik
Rutil	TiO ₂	%96	Tetragonal
Anataz	TiO ₂		Tetragonal
Brokit	TiO ₂		Rombik
Titanit, Sfen	CaTiSiO ₅	%40,8	Monoklinik

Titanyum üretiminde kullanılan mineraller rutil ve ilmenittir. Ayrıca son yıllarda anatazdan da yararlanılmakta ve bunun üzerine çalışmalar sürmektedir. Yerkabuğunda titan minerallerinin oluşumları üç şekilde gerçekleşir bunlar; sahil kumları, titanlı demir yatakları ve anortitler içindeki rutil oluşumlarıdır [32].

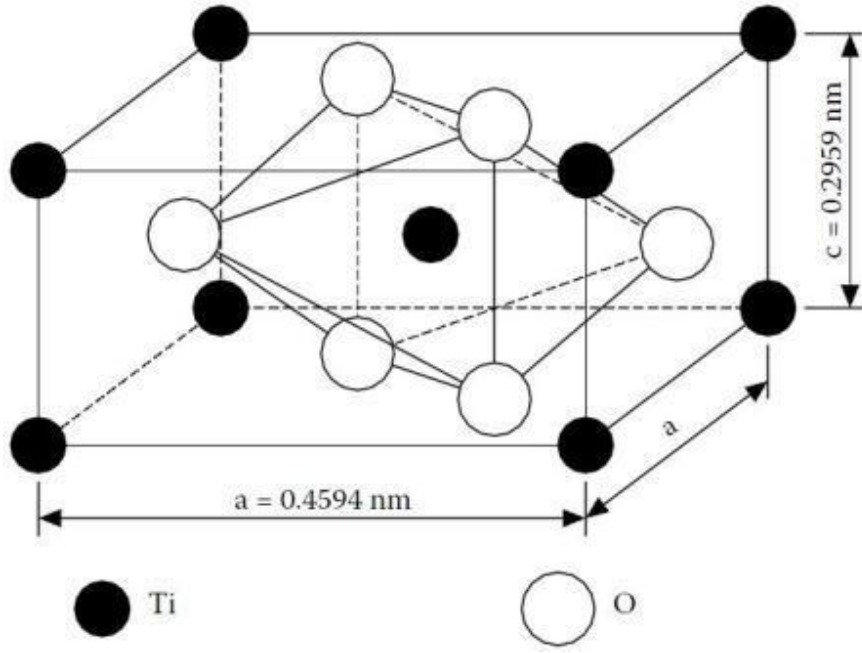
2.3.3 Titanyum dioksit ve özellikleri

Titanyum IVA gurubu elementlerine dahil olup çok çeşitli oksit formları bulunmaktadır. TiO_2 (rutile) çok geniş sıcaklık ve kısmi oksijen basıncı aralıklarında termodinamik olarak dengede olan titanyumun oksit formlarından biridir ve en yaygın kullanılanıdır. TiO , Ti_2O_3 , Ti_3O_5 formları diğer oksit formları olarak örnek verilebilir. Titanyum dioksit üç yaygın kristal forma sahiptir bunlar; rutile, anataz ve brokitdir. Bunlar arasında en yaygın ve en kararlı formu ise rutildir. TiO_2 . Şekil 2.5' TiO_2 kristal yapısının sıcaklığa göre anataz formundan rutile dönüşümü gözükmektedir [33].



Şekil 2.5 : TiO_2 kristal yapısının sıcaklıkla anataz - rutile dönüşümü [33].

Rutil tetragonal kristal yapısında, basit tetragonal Bravais kafesine sahiptir. Uzaklık grubu $P4_2/mnm$ 'dir. Kafes parametreleri ise a : 0.4594 nm ve c : 0.2959 nm'dir. Şekil 2.6 'da rutil fazının kristal kafes yapısı gözükmektedir [33].



Şekil 2.6 : Titanyum dioksitin (rutil) kafes yapısı [33].

Titanyum dioksitin formları genelde beyaz toz olarak elde edilirler. TiO_2 muhteşem beyazlığından ve opaklığından dolayı plastik, kağıt, mürekkep, kozmetik, ilaç ve diş macunu gibi sektörlerde pigment olarak kullanılır. Ayrıca ultraviyole özelliğinden dolayı güneş kremlerinde kullanımı yaygındır. Kendi kendini temizleyen kaplamalar ve sağlık sektörü için antiseptik kaplamalar diğer uygulama alanlarıdır. TiO_2 , ZnO ve WO_3 gibi metal oksitlere göre atık suyun temizlenmesinde daha çok kullanılmaktadır. TiO_2 ucuzdur ve verimi yüksektir, atık suların toksitesini gidermede endüstri için çok önem taşımaktadır. Fakat gelişmekte olan ve en umut verici kullanım alanı güneş enerjisi sektörüdür. Titanyum dioksit yapılan son çalışmalarla birlikte hidrojen yakıtları için solar hücre malzemelerinde ve fotokatalizör olarak solar hücrelerin su saflaştırmalarında kullanım alanı bulmuştur. TiO_2 'in bazı özellikleri Çizelge 2.8' de verilmiştir [33].

Çizelge 2.8 : Titanyum dioksidin (rutil) fiziksel ve mekaniksel özellikleri [33].

Kristal sistem	Tetragonal
Yoğunluk	4.2743 g/cm ³
Ergime noktası	1843°C
Kaynama noktası	2972°C
Dielektrik sabiti	85
Özdirenç	10 ¹² Ω cm (25°C) ^a
Eğme dayanımı	140 MPa
Basma dayanımı	680 MPa
Kırılma tokluğu	3.2 MPa/m ^{1/2}
Isıl genleşme katsayısı	9 · 10 ⁻⁶
Isıl iletkenliği	11.7 Wm/K

TiO₂ başlıca hidrotermal ve sol-jel yöntemleri ile sentezlenmektedir. Anataz ve rutil formu birçok araştırmacı tarafından uzun süredir araştırılırken brukit fazının özelliklerinin ve yapısının incelenmesi yenidir. Bu çalışmalarda farklı yöntemlerin denenmesiyle sentezlenen TiO₂ molekülündeki tanecik boyutu, taneciklerin homojen dağılıp dağılmadığı gibi özellikleri kontrol etmek amaçlanmaktadır.

Morfolojinin kontrolü, tanecik boyutu, tanecik boyutu dağılımı, faz bileşimi ve TiO₂ taneciklerinin gözenek büyüklüğü TiO₂'in özelliklerini belirleyen unsurlardır [30].

2.4 Magnezyum Oksit

Magnezyum oksit, periklas olarak da bilinen, ampirik formülü MgO olan beyaz renkli bir katıdır. Doğada genelde dolomit ve brusit karışımı şeklinde metamorfik kayalarda bulunur. Periklas ilk olarak 1840 yılında A. Scacchi tarafından, İtalya'nın Vesivius bölgesinde bulunan bir demir oksit mineralinin içeriğinde belirlenmiştir.

MgO, yüzey merkezli kübik yapıda inorganik bir bileşiktir. Bazı fiziksel özellikleri Çizelge 2.9’da görülmektedir [34].

Çizelge 2.9 : Magnezyum oksidin fiziksel özellikleri [34].

Mol kütlesi	40.3044 g/mol
Yogunluk	3.58 g/cm ³
Erime Noktası	2800 °C
Kaynama Noktası	3600 °C
Çözünürlük	0.0086 g /100 mL

Magnezya (magnezyum oksit) bazik özellikte bir metal oksit olup büyük oranda magnezit ve magnezyum karbonatın (MgCO₃) söndürülmesinden (kalsine edilmesinden) üretilir. Diğer önemli magnezya kaynakları da deniz suyu, yeraltı tuz yatakları ve tuzlu sularda bulunan magnezyum hidroksittir (Mg(OH)₂). Magnezyum % 2’lik oranıyla doğada en çok bulunan sekizinci elementtir. Magnezyanın kalsine sıcaklıklarına göre kullanım alanları değişir. 700 –1000°C’larda kalsine edilmiş magnezya asitlerin nötrleştirilmesinde, plastik ve kauçuk uygulamalarında; 1000 – 1500°C’lerde kalsine edilen magnezyum oksit, kimyasal aktivitesinin düşük olmasından dolayı gübre ve hayvan yemi üretiminde; 2650°C’in üzerinde kalsine edilmiş magnezyanın ergitilmesiyle de elektrik uygulamaları ve refrakter endüstrisinde kullanılmaktadır.

Magnezya; iyi refrakter özelliği, yüksek korozyon direnci, yüksek ısıl iletkenlik, düşük elektrik iletkenliği ve infiraruj ışınlarını geçirgenliği gibi özelliklerinden ötürü refrakterlerde ve elektrik uygulamalarında kullanılmaktadır [35,36].

Magnezya çelik endüstrisinde korozyon direnci yüksek karbon emdirilmiş refrakter tuğla yapımında kullanılır. Magnezya sipinel veya krom kombinasyonları şeklinde demir alaşımları, demir dışı alaşımlar, çimento ve cam sanayinde refrakter tuğla olarak kullanılır. Dökülebilir ve püskürtülebilir magnezya, çelik transfer uygulamalarında astar malzemesi olarak kullanılır. Süper alaşım endüstrisi, nükleer

enerji ve kimya sanayiinde magnezya krozelor kullanılır. Potaların 2400°C’de havada, 1700°C’de indirgeyici atmosferde, 1600°C’de vakum altında ve 1400°C’de de hidrojen ortamında kararlı olduđu literatürde görölmüşür [35].

Elektrik uygulamalarında magnezya tozları elektrikli ısıtıcılar, bulaşık makineleri ve pişirme fırınlarında kontaktör; dizel motorlarında ateşleme supap uygulamalarında takviye elemanı olarak kullanılır [35].

Ayrıca, ekstrüze edilmiş magnezya ısı çift uygulamalarında çevre etkilerden koruyucu örtü olarak kullanılır. Termo mekanik özelliklerinden dolayı fren sistemlerinde takviye elemanı, elektro-optik özelliklerinden dolayı plazma gösteri ekranlarında koruyucu film olarak kullanılır [35].

MgO, basit bir kristal yapısına sahip olduđu için nanokristal metal oksitler için iyi bir modeldir. Geniş bir yüzey alanı aralığında hazırlanabilir. MgO’nun kristal boyutunun azalması ile adsorpsiyon verimi artış göstermektedir. Nanometre ölçeğinde MgO’nun adsorpsiyon verimi en yüksek değere ulaşmaktadır. Yapılan önceki çalışmalar MgO nanokristallerinin gösterdiği dikkate değer kimyasal reaktivitesini ve adsorpsiyonun kapasitesini kristal boyutunun yanı sıra diğer beş ana özelliğe bağlamışlardır. Bu özellikler; yüksek porozite, büyük yüzey alanı, yüzey ve kenardaki düşük koordinasyonlu gruplarının konsantrasyonu ile artan yüksek iyonik karakter, homojen morfoloji ve yüzeydeki yapısal boşlukların fazla olmasıdır [37].

Literatürde nano ölçüdeki MgO kristallerinin sentezlenmesi için birçok farklı metot mevcuttur. Piroliz, sol-gel, hidrotermal, kimyasal gaz depozisyonu, otoklav metot bunlardan en çok tercih edilenlerindendir. Hidrotermal metod, laboratuvar imkânları dâhilinde kolay ve ucuz bir yöntem olduđu için tercih edilir [37].

2.5 Sinterleme

Erime sıcaklığı altında malzemelerin pişirilmesine teknik olarak sinterleme denir ve malzemenin yoğunlaşması, toz parçacıkların birleşmesi, kaynaşması, gözeneklerin kapanması ve malzemenin büzülerek çekilmesi bu işlem sırasında gerçekleşir. Bu aşama sonucu elde edilen malzeme küçük düzeltme, parlatma ve diğer mekanik işlemlerden sonra doğrudan uygulamaya hazır hale gelir [38].

Sinterleme, güçlü ve yoğun polikristalin yapılar elde edilmesinde uygulanan ve kimi zaman basınç yardımı ile gerçekleştirilen bir yüksek sıcaklık prosesidir. Bu proses ile gerçekleştirilmek istenen amaç, toz parçacıklarının yüzey enerjileri aşılarak bu parçacıklar arasında bağlanmaların gerçekleşmesi ve bu suretle yapı içerisindeki boşlukların azaltılmasıdır [39].

Sinterleme esnasında basınç ve ısıнын etkisiyle, difüzyon mekanizması ile ön şekillendirilmiş malzemedeki mevcut boşluklar ortadan kalkar. Bu sayede sinterlenen parçada başta mukavemet olmak üzere birçok özelliğinde önemli ölçülerde iyileşmeler gerçekleşir. Sinterleme mekanizmasının temelini ısı ve kütle taşınımı oluşturur ve yüksek sıcaklıklarda çalışmak kütle taşınımını kolaylaştıracaktır [40].

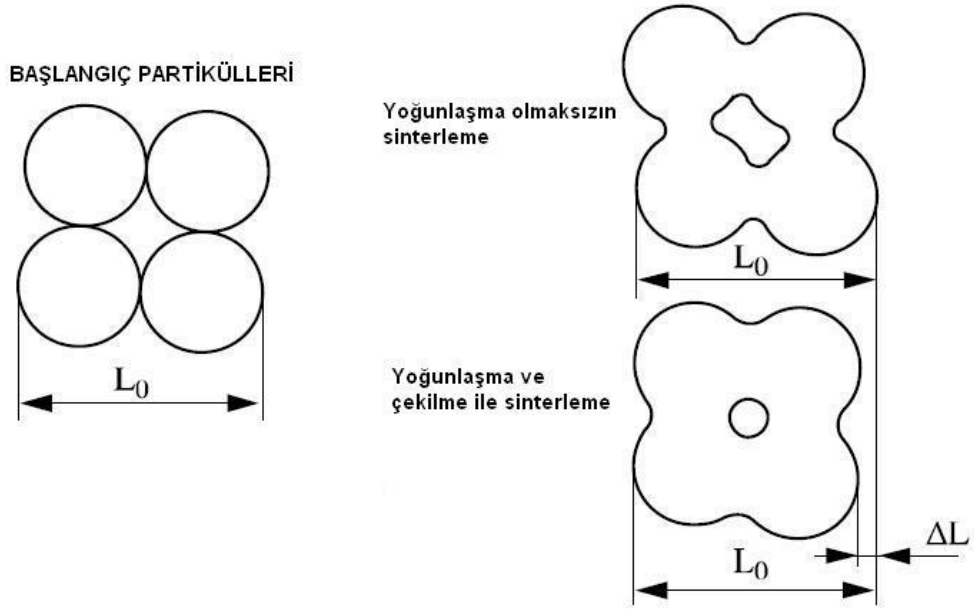
Sinterleme mekanizması, malzemenin taşınımına dayanır ve başlıca, atomların yayınması(yüzey ve hacimsel) ile vizkoz akışa bağlıdır. Sinterleşmeyi sağlayan itici güç, Gibbs serbest enerjisindeki azalmadır [11].

Sinterleme, toz halindeki malzemenin erime sıcaklığı altındaki bir sıcaklığa belli bir süre maruz bırakılması ve tozların birbirine değdikleri noktalardan başlayarak bir boyun bölgesi oluşturup kaynaşmasıdır. Bu kaynaşmadaki esas moleküler çekim kuvvetleriyle partikül kabuğunda oluşan yüzey geriliminin sıcaklıkla azalmasıdır, bu şekliyle eriterek kaynaşmadan çok farklılık gösterir [11].

Sinterleme prosesi sıcaklıkla birlikte kendiliğinden gerçekleşen dört temel aşamada gerçekleşmektedir.

- 1) Pekişme: Boyun oluşumları ile partiküllerin kaynaşması
- 2) Yoğunlaşma: Porozenin azalması ve çekilme
- 3) Tane büyümesi: Tanelerin büyümesi
- 4) Fizikokimyasal reaksiyonlar: Toz ve pekişmiş malzeme içerisinde gerçekleşen reaksiyonlar [41].

Sinterleme prosesi esnasında gerçekleşen dört temel aşamadan, pekişme ve yoğunlaşma aşamaları şekil 2.7’de gösterilmiştir [41].



Şekil 2.7 : Sinterlemede pekişme ve yoğunlaşma aşamaları [41].

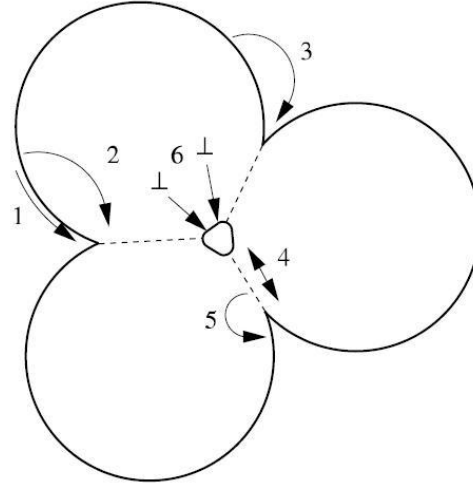
Sinterleme prosesindeki malzeme akış hareketleri çeşitli kütle transfer mekanizmaları ile gerçekleşmektedir. Bu mekanizmalar, malzemenin kimyasal bağ tiplerine, sinterleme prosesinde sıvı faz olup olmadığına ve sinterleme prosesinin hangi aşamada olduğuna bağlıdır.

Kovalent bağlı malzemelerde, katı hal sinterlemesi altı kütle transfer mekanizması ile gerçekleşmektedir. Şekil 2.8’de kütle taşınım hareketleri gösterilmiştir.

- 1) Yüzey difüzyonu
- 2) Yüzeyden boyuna gerçekleşen latis difüzyonu
- 3) Buharlaşma-yoğunlaşma
- 4) Tane sınırı difüzyonu
- 5) Latis difüzyonu
- 6) Dislokasyonlar boyunca difüzyon (orta ve son aşamalarda gerçekleşir ve çekilmeye sebep olmaktadır) [42].

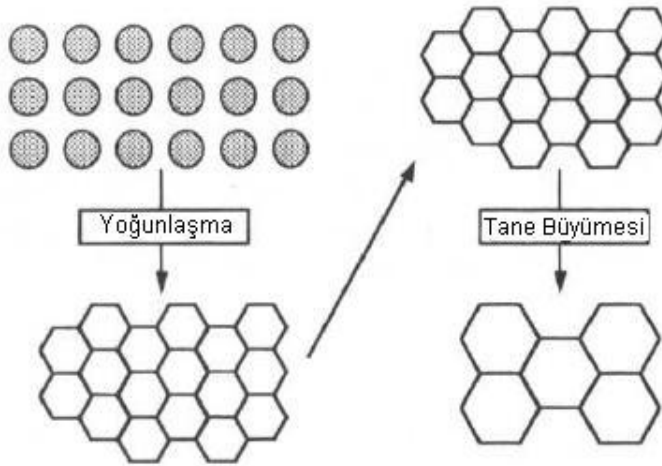
Kümelenmiş yapı yüksek yoğunluğa ulaştığında kapalı porların toplam boşluk hacmine oranında hızlı bir artış gerçekleşir. En sonunda kapalı porlar giderek küreselleşirler ve por yüzeyleri termodinamik olarak dengeye ulaştığında sinterleme prosesi sonlanır. Sinterleme sırasında ortamda bulunan ya da kimyasal reaksiyonlar

sonucu oluşan gazlar kapanan porlarda hapsolurlar. Porlar içerisinde oluşan gaz basıncı yoğunluk artış hızını büyük ölçüde düşürmektedir [39].



Şekil 2.8 : Sinterlenmesi sırasında gerçekleşen kütle taşınım hareketleri [42].

Polikristalin yapının tane sınırı sayısını düşürerek termodinamik enerjisini azaltması ve daha kararlı hale gelme eğilimi tane büyümesi şeklinde kendini gösterir.(Şekil 2.9). Yapıda bulunan ikinci bir faza ait partiküllerin tane sınır hareketlerini kısıtladığı ve tane büyümesini engellediği bilinmektedir. Buna göre belli bir partikül boyut aralığında ortalama tane boyutu partiküller arası hacimsel oran arttıkça artacaktır [39].



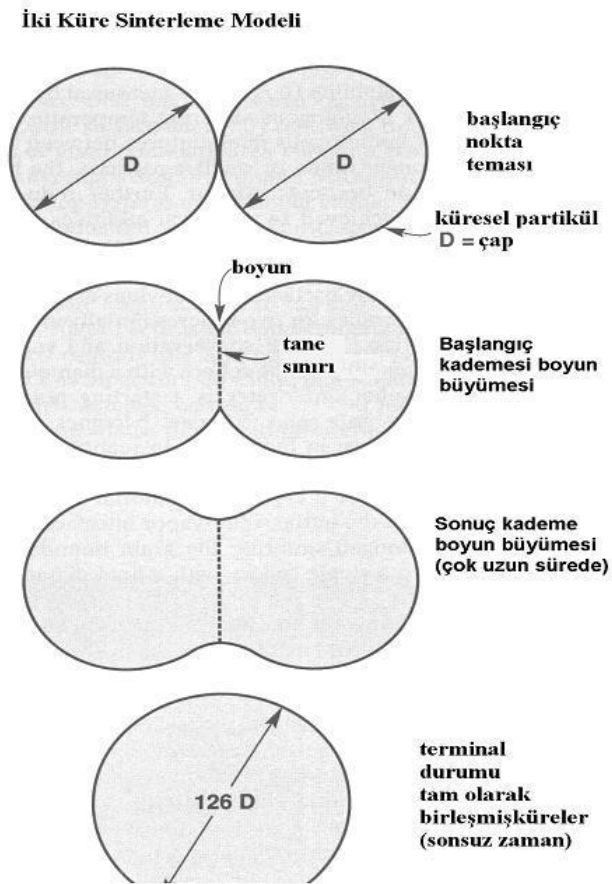
Şekil 2.9 : Sinterleme esnasında yoğunlaşma ve tane büyümesi.[23]

Sinterlemenin başlıca üç farklı çeşidi vardır. Bunlar katı hal sinterlemesi, sıvı faz sinterlemesi ve reaksiyon sinterlemesi olarak sınıflandırılır [40].

2.5.1 Katı hal sinterlemesi

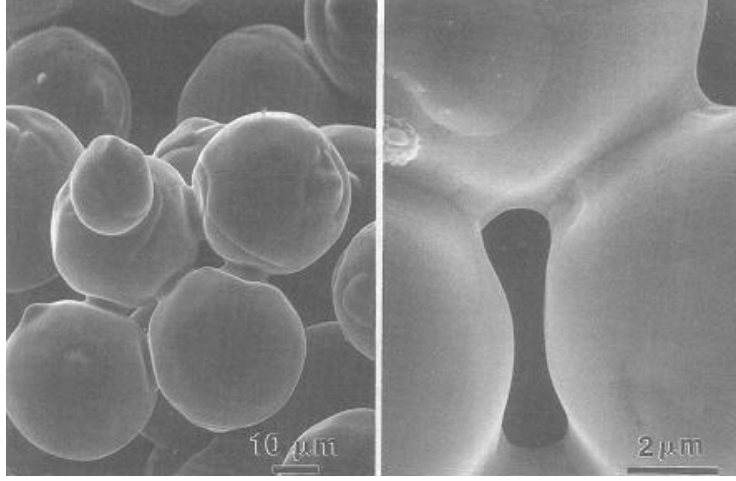
Katı hal difüzyonu ile gerçekleşen katı hal sinterlemesinde, malzemenin yayınması, boyun bölgesi ve tozun yüzeyi arasındaki serbest enerji ve kimyasal potansiyel farkı sonucu gerçekleşir; bu katı hal sinterlemesinin temel prensibidir. Taneciklerin boyun bölgesinde oluşan düşük buhar basıncı malzemelerin daha çok bu bölgelere yayılmasına neden olmaktadır. İki küre sinterleme modeli ile bu süreç daha net anlaşılabilir [23].

Bu modelde D çapına sahip iki partikülün temasından sonra boyun vermesi, oluşan bu boynun uzun bir süre sonrasında büyümesi ve sonsuz bir zaman sonunda tek bir küre haline geleceği modellenmiştir (Şekil 2.10) [23].



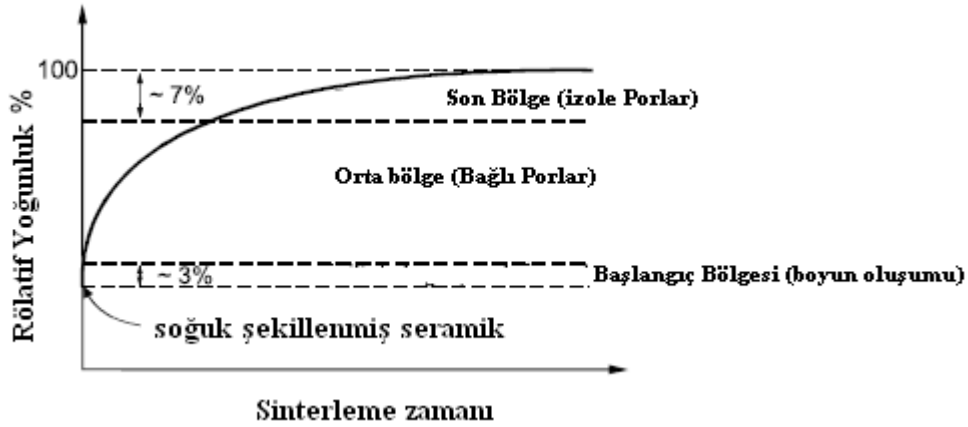
Şekil 2.10 : Sinterleme esnasında partiküller arası bağ oluşumunun iki küre modeli ile açıklanması [23].

Boyun oluşmaya başladıktan ve ilerledikten sonra bağlardan oluşan bir yapı oluşur ve yapı mukavemet kazanır. Şekil 2.11’de nikel tozlarının temas ettikleri noktalarda nasıl kaynadığı ve boyunlar oluşturarak kenetlendiği görülmektedir. En son olarak gözeneksiz bir yapı oluşturacak şekilde birleşmektedirler [42].



Şekil 2.11 : Sinterlemede boyun oluşumu [42].

Gerçekte her partikülün üzerinde bir sürü temas noktası meydana gelir ve bu temas noktaları arasında kalan porlar önce bağlı porları sonra da izole porları oluştururlar. Sinterlemede sıcaklık ve süre ne kadar artarsa bu son por boyutları da o kadar azalır. Şekil 2.12’ de rölatif yoğunluğun sinterleme süresine bağlı değişimi gösterilmiştir [40].



Şekil 2.12 : Sinterleme zamanı rölatif yoğunluk grafiği [40].

Grafikten de görüldüğü gibi ilk kademe de ısıtmayla birlikte boyun oluşumları başlar ancak daha yeterli seviyede kütle akışı yoktur. Bir sonraki kademedede por yapısı daha düzelir birbirine bağlı silindirik por yapısı ortaya çıkar. Sinterlemenin son kademesinde ise tane büyümeleriyle birlikte daha az taneli ve daha az boşluklu bir yapıya ulaşılır [40].

2.5.2 Sıvı faz sinterlemesi

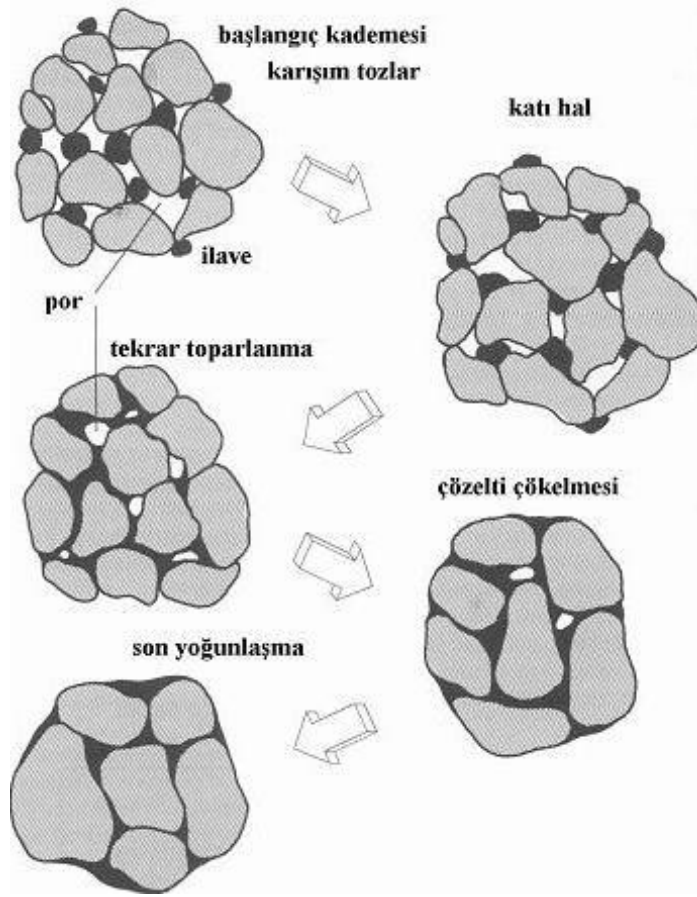
Sıvı faz sinterlemesi; sinterleme sıcaklığında bir ya da birden fazla elemanın sıvı faz oluşturmaktır. Bu proseste sinterleme sıcaklığında oluşan sıvı faz diğer partikülleri ıslatır ve tozlar arasındaki ince kanallarda kapiler etki oluşturarak tozların kolayca sinterlenmesini sağlar. Sıvı faz sinterlemesinde, seramik hammaddesi karışımında bulunan fazlardan en az birisi sinterleme sıcaklığında sıvılaştığı için elde edilen malzemenin kullanım sıcaklığı sinterleme sıcaklığının altında olmalıdır. Sıvı faz sinterlemesinin en önemli avantajı sinterlemenin oldukça hızlı olması ve basınç gibi herhangi bir artı yüke çok fazla ihtiyaç duymamasıdır.

Bu yöntemde amaç, bileşenler arası reaksiyonların zayıf olduğu sistemlerin sinterlenebilme yeteneğinin geliştirilmesidir. Sıvı fazdan gelen yüzey gerilme kuvveti sinterleme hızını belirlemede önemli rol oynar. Bu gibi durumlar için üç temel kavram; sıvı içerisindeki katı çözünürlüğü, sıvının katı tanelerini ıslatması ve sıvı içerisindeki katı faz difüzyonudur[23,43].

Sıvı faz sinterlemesinde şu koşullar oluşmalıdır;

- 1) Sinterleme sıcaklığında katı ve sıvı faz yeterli bir süre bulunmalı,
- 2) Katı fazın sıvı faz içerisinde sınırlı bir çözünürlüğü olmalı,
- 3) Sıvı faz miktarı boyutsal değişimi minimum tutacak kadar az; fakat istenilen yoğunluğu sağlayacak kadar fazla olmalıdır,
- 4) Hızlı yoğunlaşmayı sağlamak için katı faz tozları oldukça küçük olmalıdır,
- 5) Sinterlemede sıvı faz katı faz tanelerini tamamen çevrelemelidir [11].

Prosesin önemli bir diğer karakteristik özelliği de düşük sıcaklıktır. Bu, sinterlenmesi için çok yüksek sıcaklıklara hatta basınç uygulamalarına gerek duyan malzemelerin, sisteme yapılacak modifikasyonlar ile oluşturulacak sıvı faz sayesinde düşük sıcaklıklarda ekonomik ve daha zahmetsiz olarak sinterlenebilmesini sağlamaktadır. Sıvı faz sinterlemesi Şekil 2.13'te gösterilmiştir [43,44].



Şekil 2.13 : Sıvı faz sinterlemesinin aşamaları [43].

Sıvı faz sinterlemesinin ilk evrelerinde sıvı fazın oluşacağı sıcaklığa ulaşmadan önce mikro yapıdaki mevcut kimyasal gradyanın etkisiyle katı hal sinterlemesi meydana gelir. Bu sayede sıvı faz sinterlemesi başlamadan önemli miktarda yoğunlaşma gerçekleşir. Sonraki aşamada yoğunlaşmanın miktarı meydana gelen sıvı miktarına bağlıdır. Bu aşamada yoğunlaşma üç temel kademe gerçekleşir. Bunlar; sıvı akışının başladığı ve partiküllerin tekrar düzenlendiği başlangıç kademesi (tekrar toparlanma), çözelti çökmesinin geliştiği ve daha sık bir paketlemeyi sağlayan ara kademe ve yoğunlaşma hızının katı hal sinterlemesi ile eşitlenerek nihai birleşmenin gerçekleştiği son kademedir.

Soğuk şekillendirilmiş hammaddeler sinterleme esnasında ham yoğunluklarından katı hal difüzyonu ile yoğunlaşır, sıvı oluşumu ile yeniden düzenlenir ve ardından tane büyümesine maruz kalırlar. Sıvı miktarının yüksek olması durumunda yeniden toparlanma sırasında tam yoğunluğa ulaşılabilir. Sıvı miktarının az ise yoğunlaşma katı iskelet tarafından, sıvı içerisinden katı taşınımı ile meydana gelir ve kalıntı porozite de katı hal difüzyonu ile ortadan kaldırılır [23,43].

Katı parçacıklar etrafındaki sıvı faz sayesinde oluşan hızlı yayınımdan ötürü, kimyasal homojenleşme sıvı faz sinterlemesi esnasında daha hızlıdır. Oluşan sıvı faz az miktarda olsa bile sinterleme işlemine önemli ölçüde katkıda bulunabilmektedir. Fakat yoğunlaşma hızı, yapıda oluşan sıvı faz miktarına bağlıdır ve bu sıvı faz miktarı da sisteme bağlı olarak hacimce %30'lara veya daha fazlalarına kadar olabilmektedir [9].

2.5.3 Reaksiyon sinterlemesi

Diğer bir sinterleme mekanizması da reaksiyon sinterlemesidir. Reaksiyon sinterlemesi, birden fazla bileşen içeren bir hammaddenin bileşenlerinin sinterleme prosesi sırasında reaksiyona girerek yoğunlaşmayı ve son bileşime ulaşmayı sağlayan bir yöntemdir. Ürün son haline katı-katı, katı sıvı veya katı-gaz reaksiyonları sonucunda ulaşabilir [23].

2.5.4 Sinterleme değişkenleri

Sinterleme değişkenleri malzemeye bağlı ve prosese bağlı değişkenler olmak üzere iki grupta incelenir. Her parametrenin toz malzemelerin sinterlenebilirliği ve proses sonucu oluşan mikro yapıya değişik etkileri olur.

Malzemeye bağlı değişkenler, tozun kimyasal bileşimi, tane boyutu, tane boyutu dağılımı, tane şekli ve tozun faz değişiklikleridir. Ayrıca prosese bağlı olan ama malzeme özelliği olarak sayılabilecek, hammadde karışımının homojen olarak hazırlanması son derece önemlidir. Proses değişkenleri ise daha çok termodinamik ile ilgili değişkenlerdir. Bunlar sıcaklık, zaman, atmosfer, basınç ve ısıtma-soğutma hızları olarak sıralanabilirler [39].

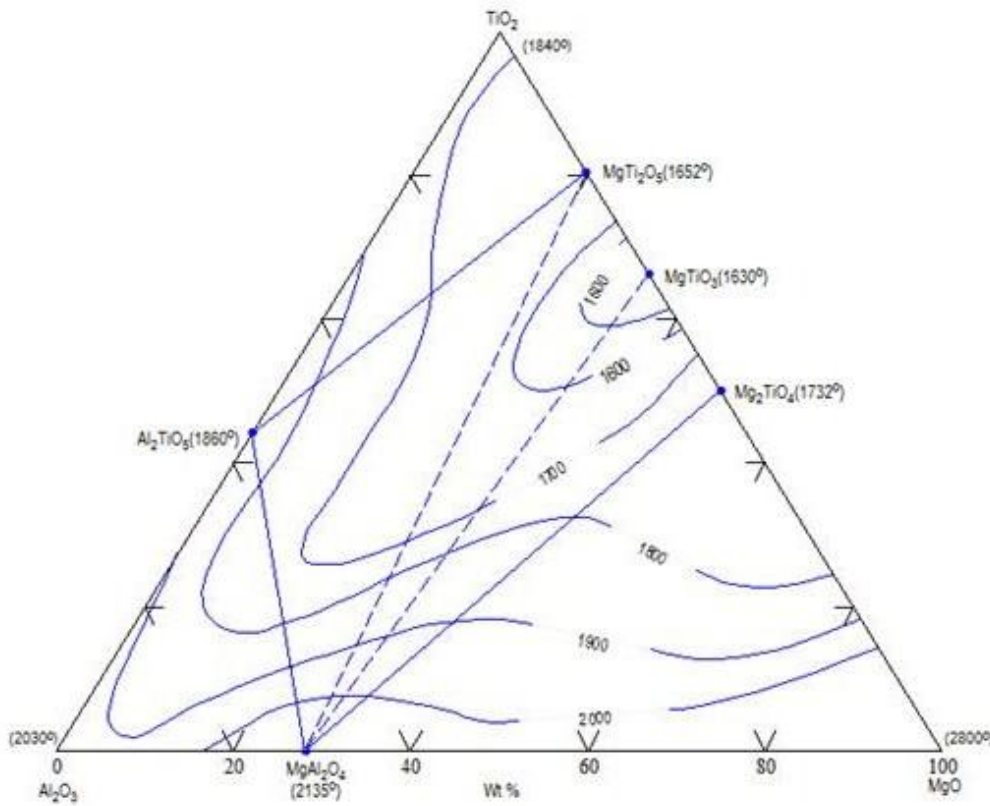
2.6 MgO ve TiO₂ Katkılı Alümina Seramikleri

Katkısız alüminanın yüksek yoğunlukta sinterlenebilmesi için genellikle 1700°C' nin üzerinde ki sıcaklıklara ihtiyaç duyulur. Ancak yüksek sıcaklıklarda ve kısa sinterleme süresi ile sinterlenmiş alüminanın mikro yapısında özellikle tane sınırlarında poroziteler, aşırı tane büyümesi ve istenmeyen camsı fazlar gibi süreksizler meydana gelir ve sinterlenmiş alumina tek kristal alüminanın sahip olduğu üstün özellikleri yitirir. Ayrıca yüksek sıcaklık maliyetide arttırır [6].

Bu yüzden alüminayı düşük sıcaklıklarda ve istenen yoğunluklarda sinterlemek için değişik katkıları denenmiştir. Bu katkıları genellikle; Cr_2O_3 , MgO , TiO_2 , MnO_2 , MnO ve ZrO_2 'dir [6].

Alüminanın sinterleme sıcaklığını düşürerek yoğunluğunu arttırmak için çeşitli katkıların etkileri incelenmesine rağmen MgO ve TiO_2 ilavelerinin alüminanın özellikleri üzerindeki etkisi derinlemesine incelenmemiştir. Bu konuda çok fazla araştırma yoktur. Buna karşın MgO ve TiO_2 katkısının ayrı ayrı veya başka katkılarıyla denendiği çalışmalar mevcuttur [6].

MgO düşük sıcaklıklarda alüminanın sinterlenmesi için en çok bilinen katkılardandır. MgO alüminanın sinterlenme esnasında por sınırlarının yayınmasına engel olur ayrıca süreksiz tane büyümesini engeller ve yapının ortalama tane boyutunun büyüme oranını azaltır. MgO yoğunlaşmış tanelerin daha fazla büyümesini engeller ve daha az yoğunlaşmış ve büyümüş tanelere yoğunlaşması ve büyümesi için fırsat ve zaman kazandırır ve bu sayede yapının homojenliği sağlanır [6]. Şekil 2.14' de $\text{MgO}-\text{Al}_2\text{O}_3-\text{TiO}_2$ üçlü denge diyagramı görülmektedir [46].



Şekil 2.14 : $\text{MgO}-\text{Al}_2\text{O}_3-\text{TiO}_2$ üçlü denge diyagramı [46].

TiO₂ ise normalden düşük sinterleme sıcaklıklarında alüminanın yoğunlaşmasına katkı sağladığı ve sinterleme süresini azalttığı bilinmektedir [6].

Ağırlıkça %96 Al₂O₃, %2 MgO, %2 TiO₂ içeren bileşimimiz Al₂O₃-Al₂TiO₅-MgAl₂O₄ alkamed üçgeninin içerisinde bulunmaktadır. Bu üçgen içerisinde ki bileşimde ilk olarak 2135°C’de MgAl₂O₄ katılaşır. Daha sonra sırası ile Al₂O₃ ve son olarak ise Al₂TiO₅ katılaşır.

3. DENEYSEL ÇALIŞMALAR

3.1 Kullanılan Hammaddeler

Yapılan bu çalışmada yüksek saflığa sahip ticari alcoa alümina (%99.5 Alümina), ve Merck firmasından temin edilen yüksek saflıkta ticari TiO_2 ve MgO tozları kullanılmıştır.

3.2 Kullanılan Alet ve Cihazlar

Çalışmada tozların ve ürünün karakterizasyonu kapsamında XRD çalışması için Panalytical X'Pert Pro XRD cihazı kullanılmıştır (Şekil 3.1).



Şekil 3.1 : Panalytical X'Pert Pro XRD cihazı.

Hammaddelerin tane boyutu analizi için tane boyutu analizleri 0,02 ile 2000 mikron arası ölçüm yapabilme özelliğine sahip Mastersizer tane boyut analizi cihazı kullanılmıştır. (Şekil3.2). Ayrıca tane boyutu ölçülen hammaddelerin aglomere olmamaları için Bandelin Sonarex ultrasonik banyo kullanılmıştır



Şekil 3.2 : Mastersizer tane boyut analizi cihazı.

Hammaddelerin istenen bileşimde hazırlanmasında Union Process marka attritör, içi özel bir polimer kaplı kap ve alümina bilyalar kullanılmıştır (Şekil 3.3).



Şekil 3.3 : Union Process attritör.

Atritörde bağlayıcı içeren ethanol ile karıştırılan bileşimler, Elektromag marka etüv içerisinde kurutulmuştur (Şekil 3.4).



Şekil 3.4 : Elektromag marka etüv.

Şekillendirme işlemi Apex marka tek yönlü soğuk pres kullanılmıştır (Şekil 3.5).



Şekil 3.5 : Apex marka hidrolik pres.

Şekillendirilen ürünler Protherm marka oksit fırınında sinterlenme işlemine tabi tutulmuşlardır (Şekil3.6).



Şekil 3.6 : Protherm oksit fırınları.

Karakterizasyon çalışmalarının ilk bölümünde numunelerin kırılma mukavemetleri ölçülmüştür. Kırılma mukavemetlerinin üç nokta eğme testi ile ölçülmesi Shimadzu marka Autograph mekanik test cihazı ile gerçekleştirilmiştir (Şekil 3.7).



Şekil 3.7 : Autograph mekanik test cihazı.

Numunelerin sertlik ölçümleri Shimadzu marka mikrosertlik cihazı ile yapılmıştır (Şekil 3.8).



Şekil 3.8 : Shimadzu marka mikrosertlik cihazı.

Numunelerin yoğunluk ölçümleri Archimed yöntemine uygun olarak Preciso marka hassas terazi ve yoğunluk ölçüm aparatları kullanılarak yapılmıştır (Şekil 3.9).



Şekil 3.9 : Preciso marka hassas terazi ve yoğunluk ölçüm aparatları.

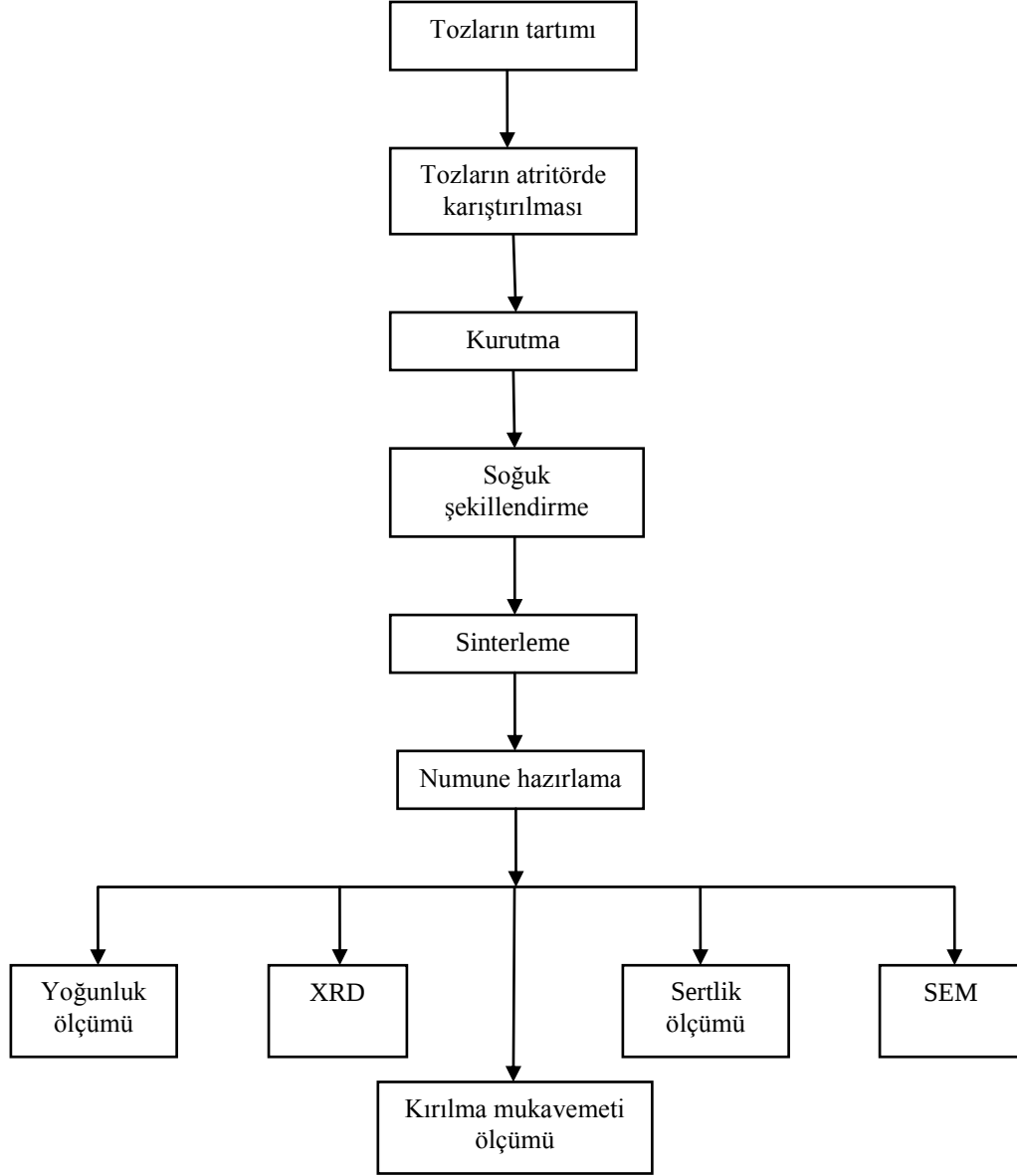
Numunelerin mikroyapı analizleri SEM Hitachi TM-1000 Taramalı Elektron Mikroskopunda yapılmıştır.(Şekil 3.10)



Şekil 3.10 : SEM Hitachi TM-1000 Taramalı elektron mikroskobu.

3.3 Deneylerin Yapılışı

Ağırlıkça %2 MgO ve %2 TiO₂ katkılı alümina seramiğinin sinterlenmesi ve karakterizasyonu çalışmalarında Şekil 3.11'deki akış şeması takip edilmiştir.



Şekil 3.11 : Deney akış şeması

3.3.1 Toz karışımlarının hazırlanması

Deneylerde numunelerinin üretilmesinde kullanılacak malzeme için başlangıç olarak ağırlıkça %96 Alümina, %2 MgO ve %2 TiO₂ kullanılmıştır. Ortalama tane boyutları sırasıyla alümina 8,606 µm, MgO 40,792 µm ve TiO₂ 0,676 µm'dur. Hassas terazi yardımıyla ağırlıkça oranları sağlanan tozlar 2 saat süreyle polietilen kapın içerisinde

30 ml.'lik ethanol ilavesiyle 320 rpm hızla karıştırılmışlardır. Karışıma ağırlıkça %5 oranında bağlayıcı eklenmiştir (PEG). Karıştırma işleminde ağırlıkça bilye:toz oranı 10:1 olacak miktarda Al_2O_3 bilye kullanılmıştır. Daha sonra karışımın yapısında bulunan ethanol, etüvde 120°C'lik sıcaklıkta bekletilerek uçurulmuştur ve karışım kurutulmuştur.

3.3.2 Soğuk şekillendirme çalışmaları

Sıcak presleme öncesi ön şekillendirme işlemi tek yönlü soğuk presleme ile 50 mm x 10 mm şekle sahip çelik kalıplar kullanılarak yapılmıştır. Soğuk preslemede 200 MPa yük ikişer dakika süre ile uygulanarak toz malzeme sıkıştırılmış ve sinterleme fırınına gidecek ham mukavemete sahip numuneler elde edilmiştir.

3.3.3 Sinterleme çalışmaları

Soğuk presleme ile ham mukavemet kazanan numuneler bağlayıcı uçurma fırınına alınmıştır. Bağlayıcı uçurma fırını 2°C/dak hızla 500°C ye ısıtılmıştır ve bu sıcaklıkta 2 saat beklenilmiştir ardından numuneler kontrollü bir şekilde fırın içerisinde soğumaya bırakılmıştır. Bu sayede bağlayıcının yavaş ve kontrollü bir şekilde numuneyi çatlatmadan ve deformasyona uğratmadan uzaklaşması sağlanmaktadır. Ayrıca bağlayıcının sinterleme esnasında fırın astarına zarar vermesi engellenmiştir.

Bağlayıcı maddesi uçurulan nummuneler sinter fırınında 5°C/dak hızla sırasıyla 1300, 1400 ve 1500°C sıcaklıklara çıkılarak ve bu sıcaklıklarda 2 saat bekletilerek sinterlenmiştir. Fırın numunelerle birlikte kendi kendine soğumaya bırakılmıştır. Sinterleme sonucunda 3 farklı sıcaklıkta sinterlenmiş aynı bileşimde 3 seri deney numuneleri elde edilmiştir.

3.3.4 Karakterizasyon çalışmaları

3.3.4.1 Hammadde karakterizasyonu

Deneylerde kullanılan hammaddelere XRD ve tane boyutu analizleri yapılmıştır.

3.3.4.2 XRD analizi

Farklı sıcaklıklarda sinterlenen numunelerde, değişik sinterleme sıcaklıklarında meydana gelebilecek diğer kristalin fazların olup olmadığını belirlemek için numuneler X-ışını difraksiyon analizlerine tabi tutulmuştur.

3.3.4.3 Pişme küçülmesi

Sinterleme sonrası numuneler üzerinde gerçekleşen pişme küçülmesinin belirlenmesi için sinterlenen numunelerin dijital kumpas yardımıyla boyut ölçümü yapılmıştır. Sinterleme sonrasında son boyutları (L_2) ölçülen numunelerde denklem 3.1 yardımıyla pişme küçülmesi değerleri hesaplanmıştır.

$$\%Pişme\ küçülmesi = \frac{L_1 - L_2}{L_1} \times 100 \quad (3.1)$$

L_1 : Kuru numunenin uzunluğu (mm)

L_2 : Pişmiş (sinterlenmiş) numunenin uzunluğu (mm)

3.3.4.4 Eğme mukavemeti ölçümü

Sinterlenen numunelerden her bir seride dört numune olmak üzere 3 farklı seriden 12 adet numunenin kırılma mukavemetleri ASTM C1161-02c(2008)e1 standardına göre 3 nokta eğme testi uygulanarak elde edilen veriler denklem 3.2' de yerine konarak hesaplanmıştır.

$$\sigma_{max} = \frac{3}{2} \times \frac{(P_{max} \times l)}{(b \times d^2)} \quad (3.2)$$

b: numune genişliği (mm)

d: numune kalınlığı (mm)

l: mesnetler arası mesafe (mm)

P: yük (kg)

Her bir seri numune için dört adet numunenin kırılma mukavemeti ölçülmüş ve sonuçların standart sapma miktarları hesaplanmıştır.

3.3.4.5 Mikroyapı analizleri

Sinterlenmiş numunelerin mikro yapı analizleri Hitachi TM-1000 marka taramalı elektron mikroskobu ile yapılmıştır.

3.3.4.6 Sertlik ölçümü

Deney numunelerinin sertlik değerleri Shimadzu marka mikro-vickers cihazında 1kg yük 10 sn. süre ile uygulanarak ölçülmüştür. Her bir sinterleme sıcaklığı numunesinden 15 ölçüm alınarak standart sapmaları hesaplanmıştır.

3.3.4.7 Yoğunluk ölçümü

Suda kaynatma metodu deneyi sonrası ölçülen yaş haldeki numune ağırlığı ile kuru haldeki numune ağırlığı denklem 3.3'te yerine konulmuş ve her bir sinterleme sıcaklığında ki numune için yoğunluk değerleri bulunmuştur [45].

$$d = \frac{(M_1)}{(M_3 - M_2)} \quad (3.3)$$

d: yoğunluk

M₁: kuru haldeki numune ağırlığı

M₂: su içindeki numune ağırlığı

M₃: yaş haldeki numune ağırlığı

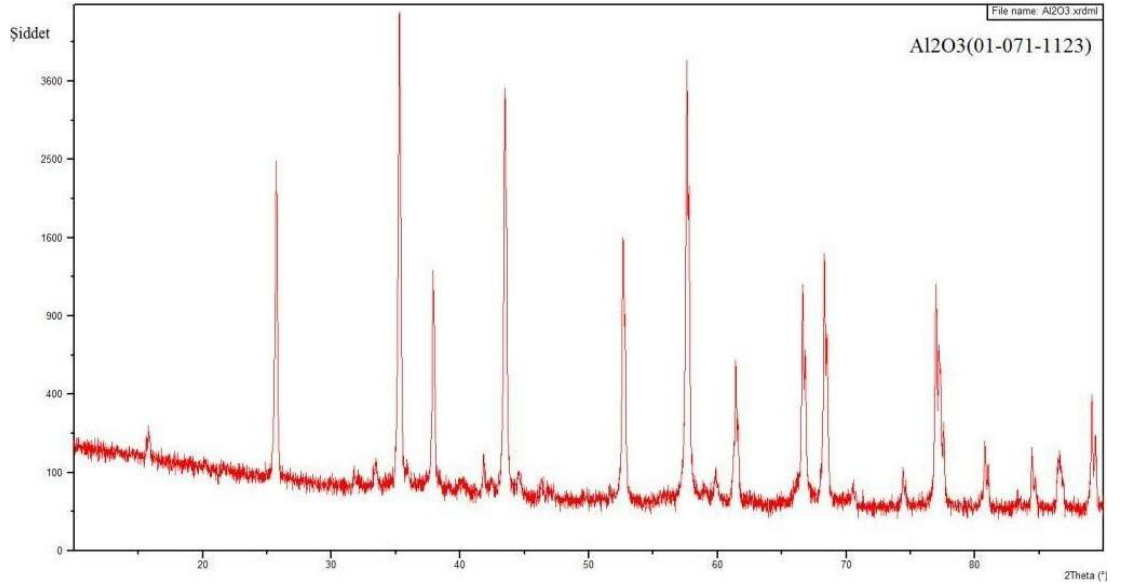
Malzemenin yoğunluğu ölçüldükten sonra denklem 3.4 kullanılarak rölatif yoğunluklar hesaplanmıştır.

$$\%d_{\text{rölatif}} = \frac{d_{\text{ölçülen}}}{d_{\text{teorik}}} \quad (3.4)$$

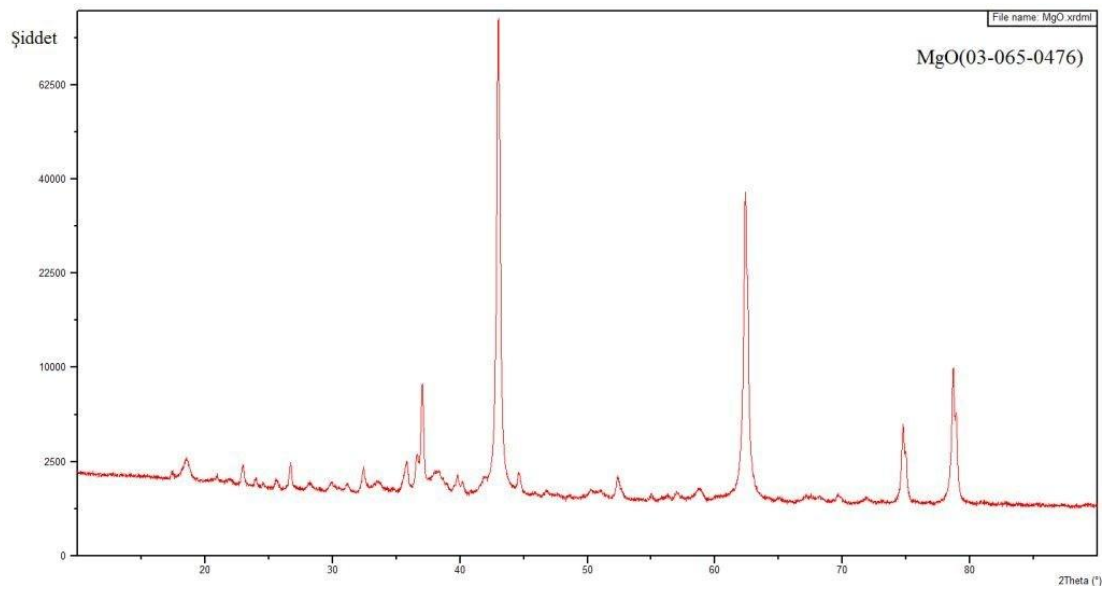
4. DENEY SONUÇLARI VE YORUMLAR

4.1 Toz Malzemelerin Karakterizasyon Sonuçları

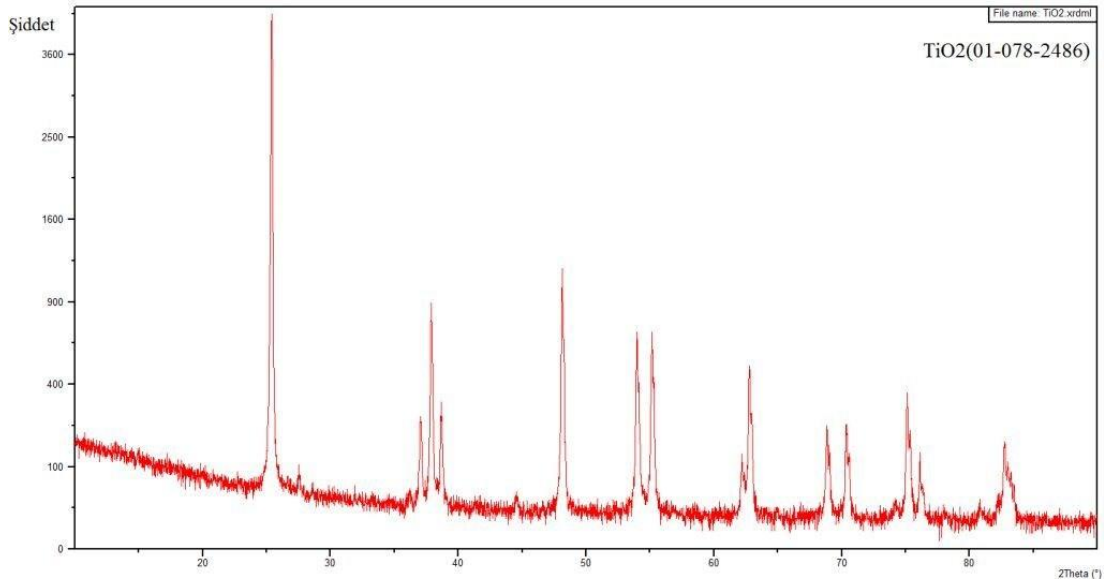
Deneylelerde kullanılan başlangıç tozlarına ait x-ışınları paternleri şekil 4.1, 4.2 ve 4.3'te XRD kart numaralarıyla gösterilmiştir.



Şekil 4.1 : Deneylelerde kullanılan Al₂O₃ tozuna ait x-ışınları analizi.



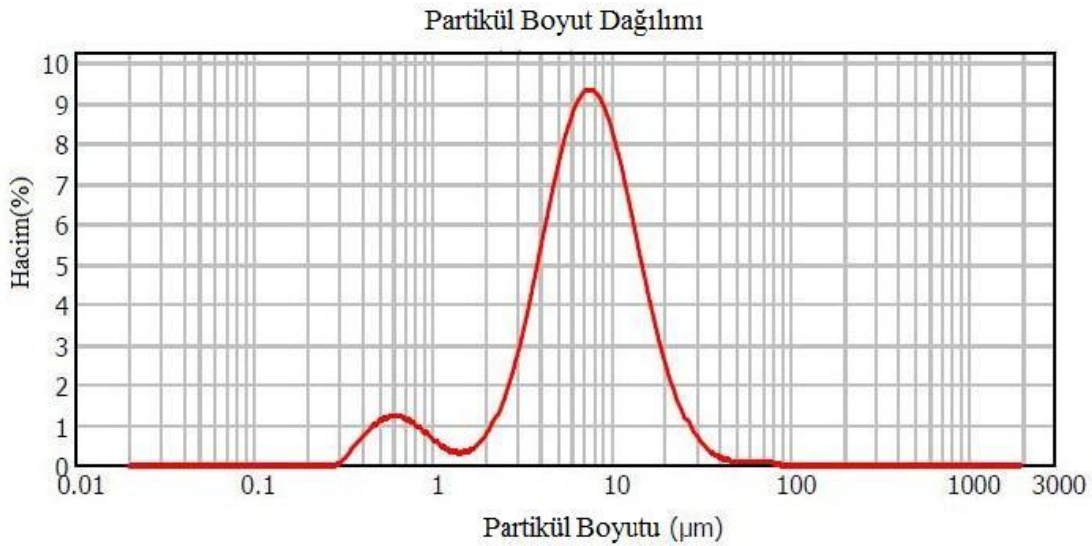
Şekil 4.2 : Deneylelerde kullanılan MgO tozuna ait x-ışınları analizi.



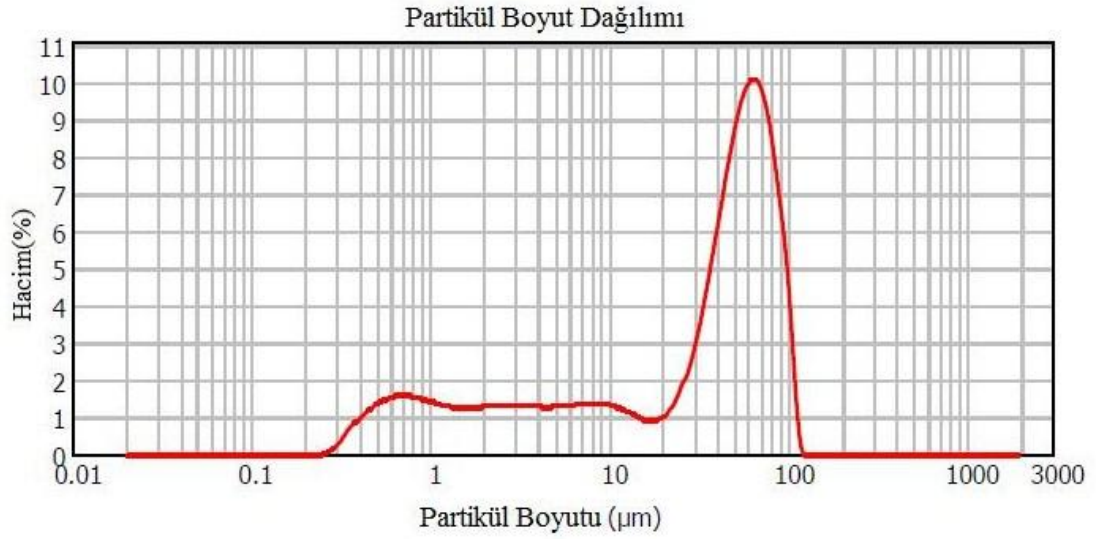
Şekil 4.3 : Deneylerde kullanılan TiO_2 tozuna ait x-ışınları analizi.

Yapılan x-ışınları analizleri ile deneylerde kullanılan başlangıç malzemelerinde beklenmedik herhangi bir safsızlık bulunmadığı görülmüştür.

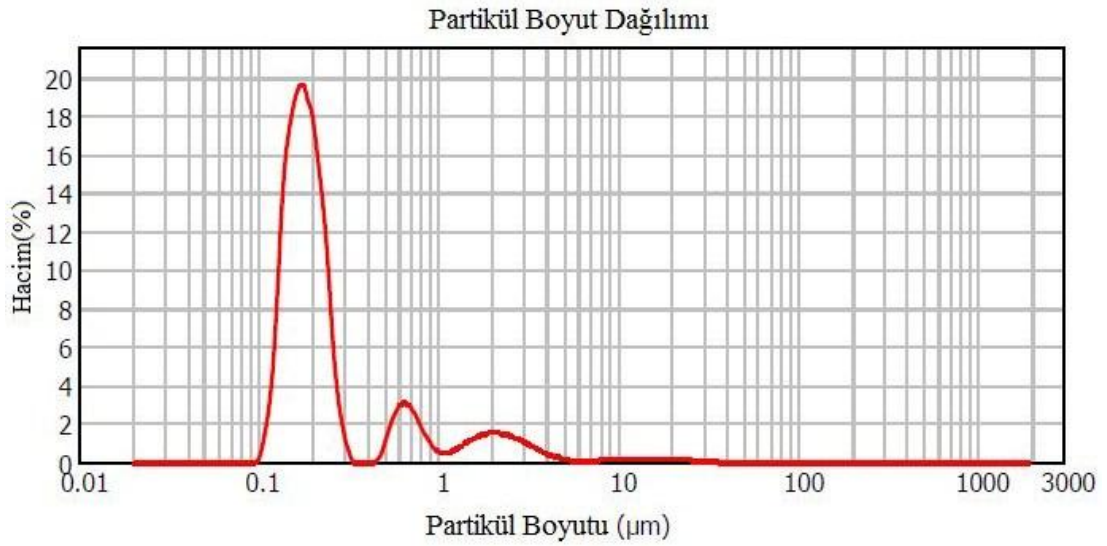
Deneylerde kullanılan başlangıç tozlarına ait partikül boyut dağılım grafikleri ise şekil 4.4, 4.5 ve 4.6’ da verilmiştir. Yapılan ölçümlere göre Al_2O_3 ’ün ortalama partikül boyutu $8,606 \mu\text{m}$, MgO ’nun $40,792 \mu\text{m}$ ve TiO_2 ise $0,676 \mu\text{m}$ ’dir.



Şekil 4.4 : Al_2O_3 tozlarına ait partikül boyut dağılımı.



Şekil 4.5 : MgO tozlarına ait partikül boyut dağılımı.

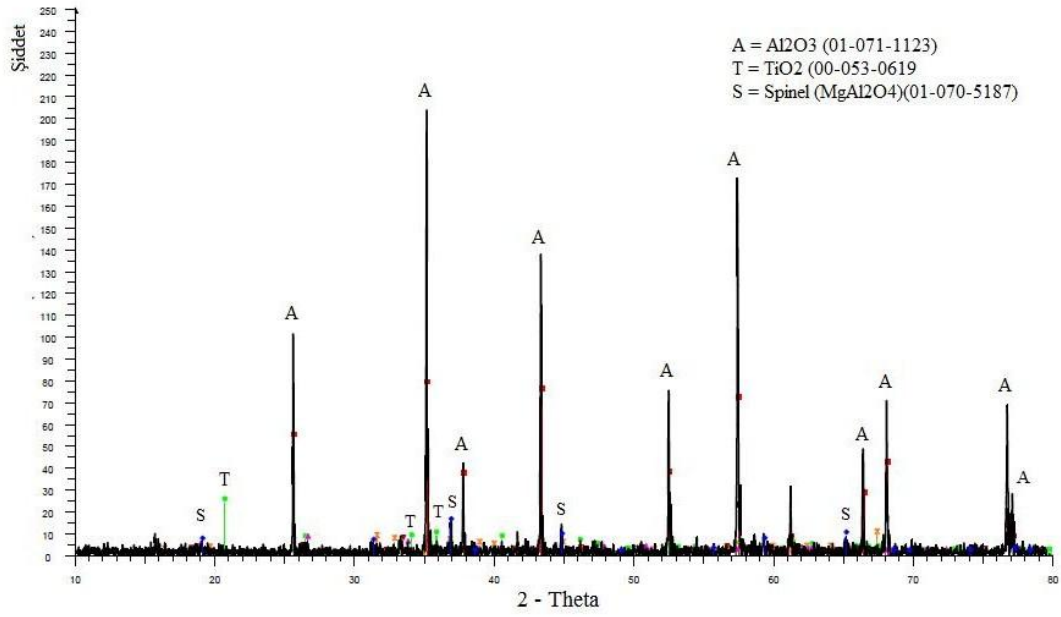


Şekil 4.6 : TiO₂ tozlarına ait partikül boyut dağılımı.

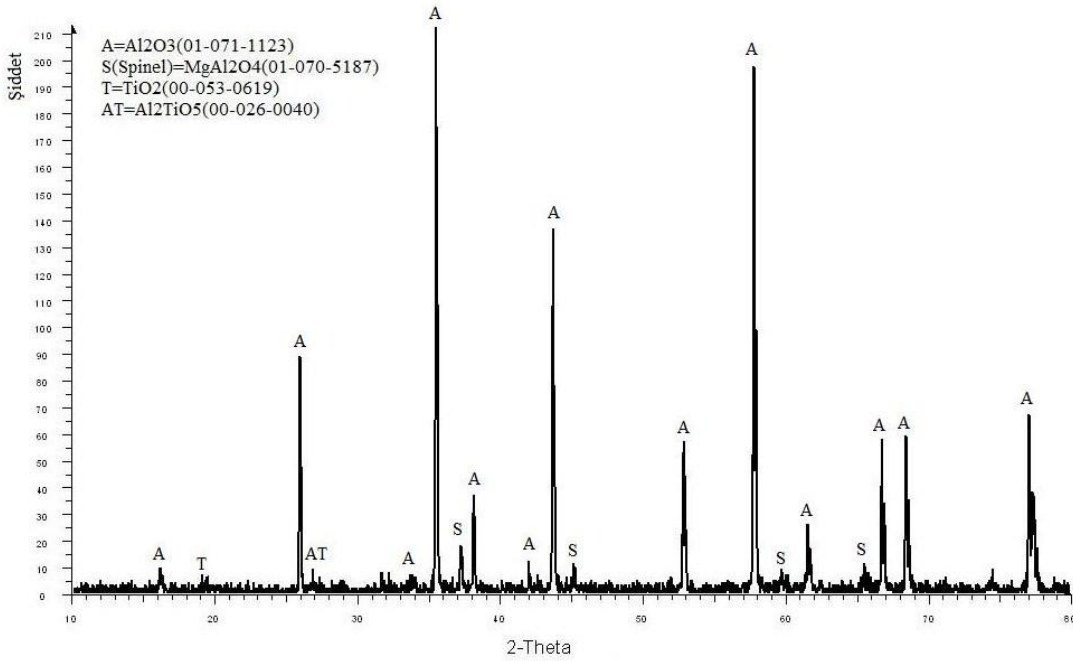
4.2 Sinterlenmiş Numunelerin Karakterizasyon Sonuçları

4.2.1 XRD sonuçları

1300, 1400 ve 1500°C sıcaklıklarda sinterlenen numunelerin XRD analizleri yapılmıştır. Sonuçlar şekil 4.7, 4.8 ve 4.9’da gösterilmiştir.

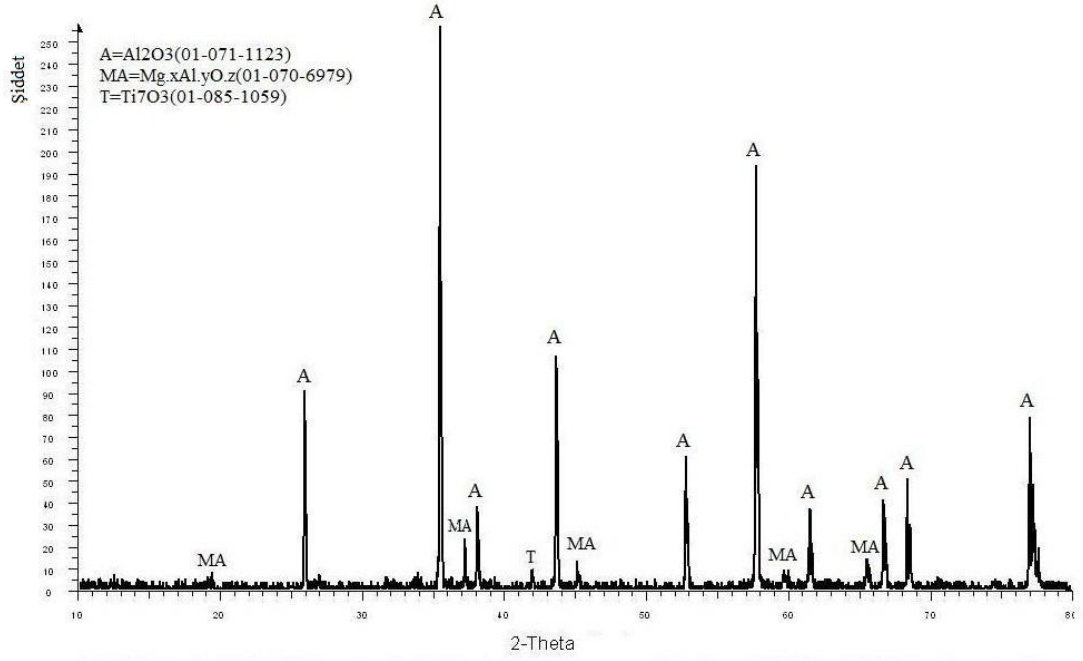


Şekil 4.7 : 1300°C’de sinterlenen numuneye ait XRD analizi.



Şekil 4.8 : 1400°C’de sinterlenen numuneye ait XRD analizi.

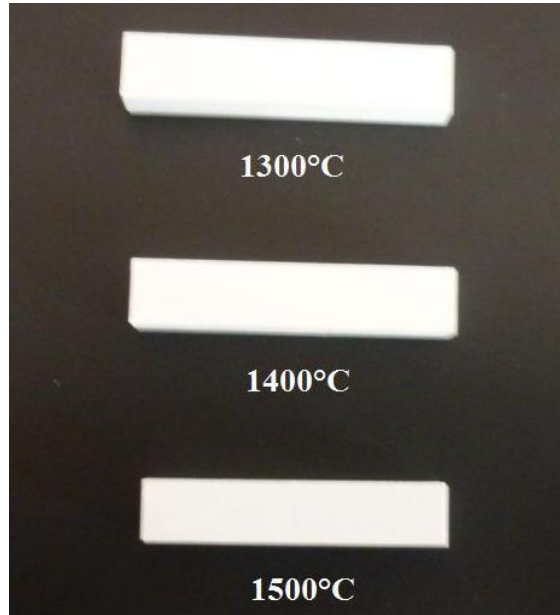
XRD çalışmaları neticesinde sinterleme sonrası α -Al₂O₃’nın (korundum) kristal yapısında bir değişme olmadığı ve rombohedral kristal kafes yapısında olduğu belirlenmiştir.



Şekil 4.9 : 1500°C’ de sinterlenen numuneye ait XRD analizi.

4.2.2 Pişme küçülmesi sonuçları

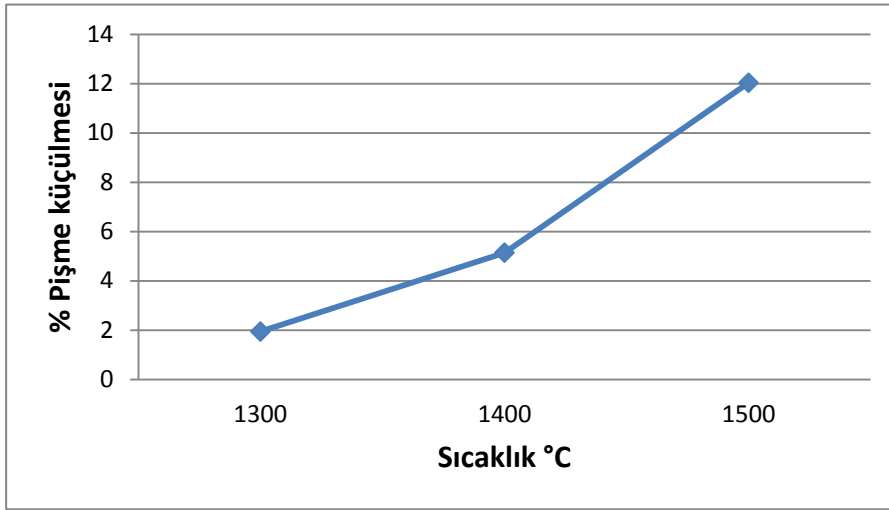
Farklı sıcaklıklarda sinterlenen deney numunelerinin sinterleme sonrası makro görüntüleri Şekil 4.10’ da verilmiştir. Şekilden de anlaşıldığı gibi artan sıcaklıkla boyutsa küçülmenin arttığı gözlemlenmiştir. Çizelge 4.1’de sinterleme sıcaklığına bağlı olarak % pişme küçülmesi değerleri verilmiştir.



Şekil 4.10 : Farklı sinter sıcaklıklarında sinterlenen numunelerin makro görüntüsü.

Çizelge 4.1 : Sinterleme sıcaklığına bağlı pişme küçülmesi değerleri.

Sinterleme sıcaklığı (°C)	% Pişme küçülmesi
1300	1.94
1400	5.14
1500	12.03



Şekil 4.11 : Sıcaklık – pişme küçülmesi grafiği

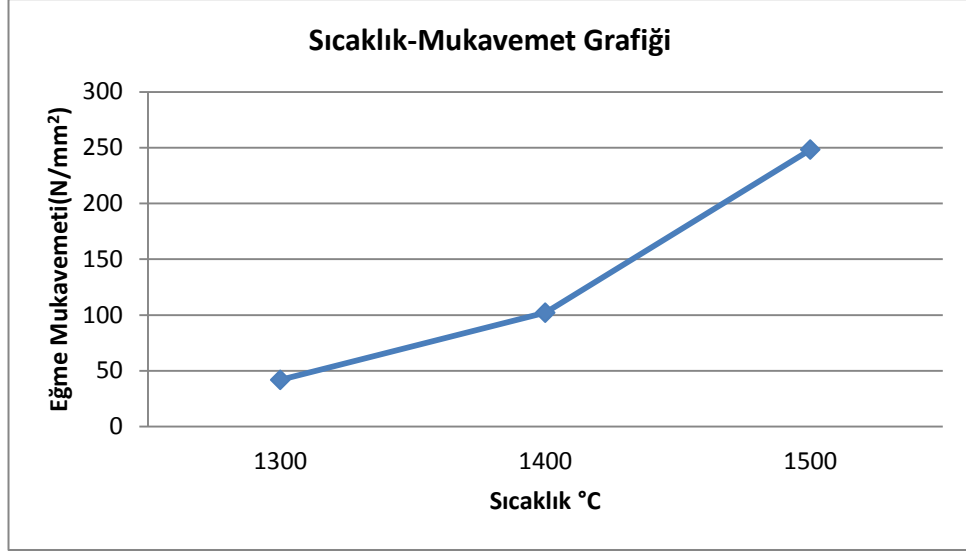
Pişme küçülmesinin sinterleme esnasında, yapıdaki boşlukların azalması ve kaynaşmanın artması sonucu gerçekleştiği düşünülmektedir.

4.2.3 Eğme mukavemeti sonuçları

1300, 1400 ve 1500°C sıcaklıklarda sinterlenen numunelerin kırılma mukavemet değerleri Çizelge 4.2 ve Şekil 4.12’de grafik halinde verilmiştir.

Çizelge 4.2 : Eğme mukavemeti sonuçları

Sinterleme Sıcaklığı °C	Eğme Mukavemeti (N/mm ²)	Standart Sapma
1300	41,9	2,6
1400	102,1	9,3
1500	248,3	9,7

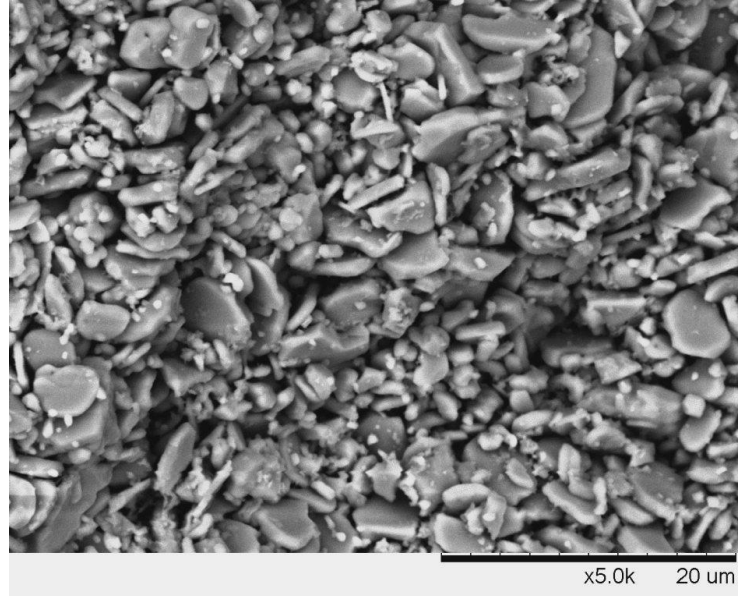


Şekil 4.12 : Sinterleme sıcaklığına bağlı mukavemet değişimleri

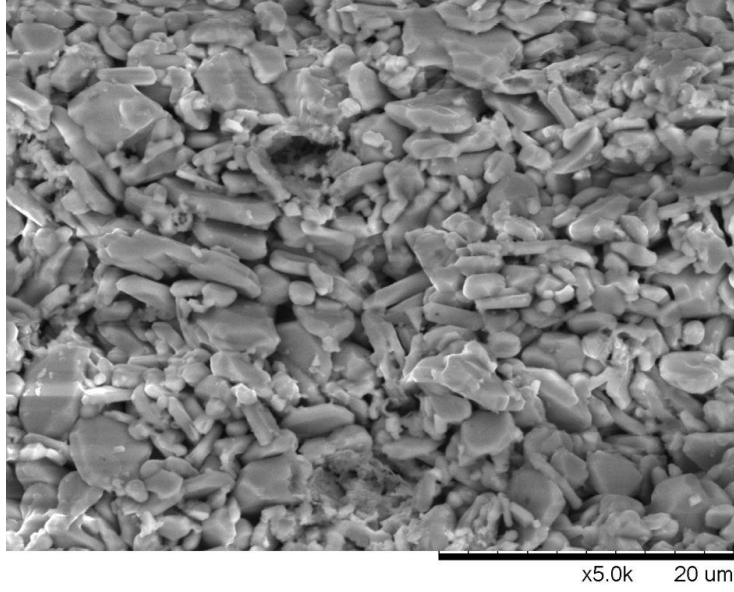
Şekil 4.12’ de görüldüğü gibi artan sıcaklıkla birlikte malzemenin mukavemetinde artış gözlemlenmektedir. Bunun nedeni porozitenin azalması ve sinterleme esnasındaki kaynaşma ve bağlanmanın artması olarak düşünülmektedir..

4.2.4 Mikroyapı analizi sonuçları

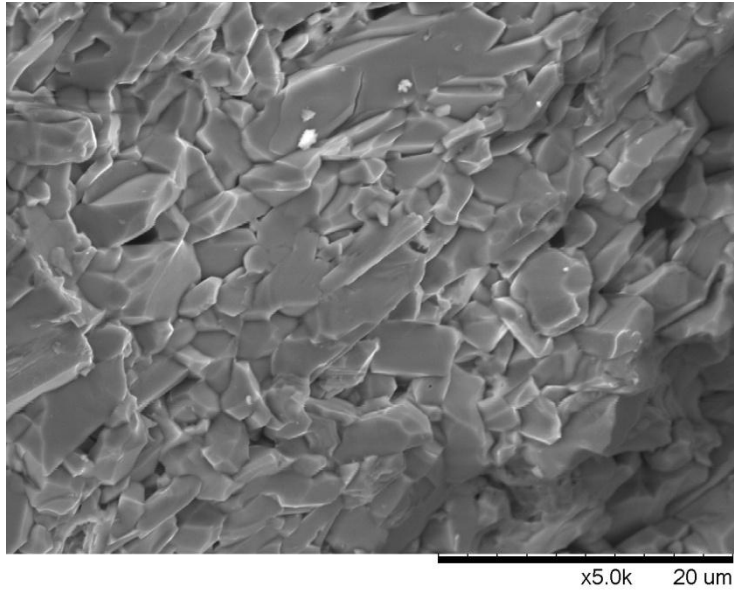
1300, 1400 ve 1500°C’de sinterlenen numunelerin SEM görüntüleri şekil 4.13, 4.14, 4.15, 4.16’da verilmiş ve yorumlanmıştır.



Şekil 4.13 : 1300°C de sinterlenmiş numunenin kırılma yüzeyinin 5000x büyütmede SEM görüntüsü.

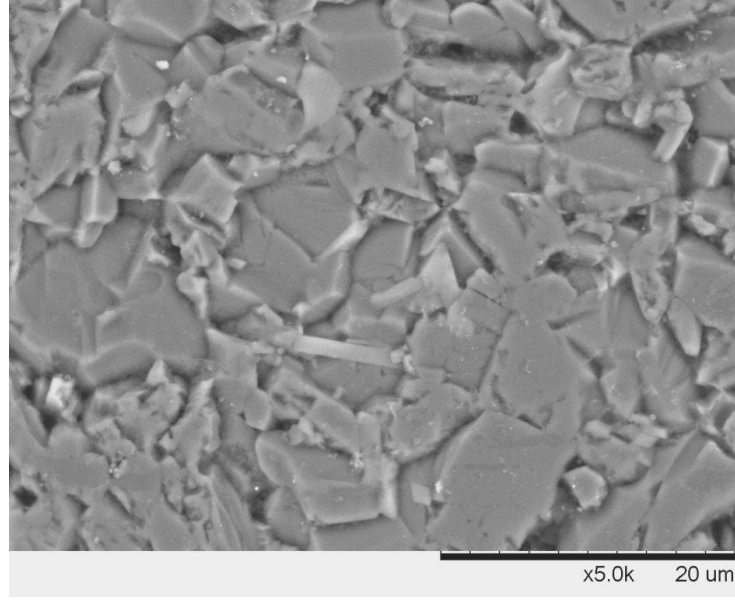


Şekil 4.14 : 1400°C’de sinterlenmiş numunenin kırılma yüzeyinin 5000x büyütmede SEM görüntüsü.



Şekil 4.15 : 1500°C’de sinterlenmiş numunenin kırılma yüzeyinin 5000x büyütmede SEM görüntüsü.

Şekil 4.13 ve 4.14’de görülen 1300 ve 1400°C’de sinterlenen numunelerin yapısında porozite diye tabir edebileceğimiz büyük boşluklar gözükmemektedir. Ayrıca bu numunelerde sinterlenmenin yetersiz olduğu tanelerin yeterince birbirine bağlanmadığı görülmektedir.



Şekil 4.16 : 1500°C de sinterlenmiş numunenin yüzeyinden alınan 5000x büyütmede SEM görüntüsü.

Şekil 4.15 ve 4.16’da görülen 1500°C’de sinterlenen numunenin SEM görüntüsünde yapısında porozite miktarının düşük sıcaklıklarda sinterlenen numunelere göre oldukça azaldığı gözükmemektedir. Sıcaklık artışıyla daha iyi sinterlemenin gerçekleşmesi ve difüzyonun artmasına bağlı olarak tane boyutlarında büyüme göze çarpmaktadır. Mikroyapının az sayıda gözenek içermesinden dolayı diğer özelliklerde iyi sonuçlar beklenmelidir.

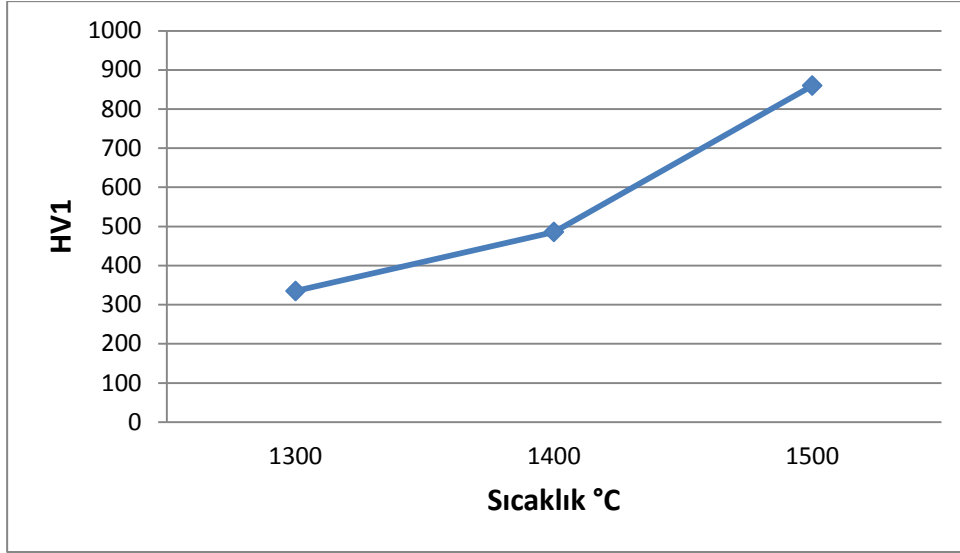
4.2.5 Sertlik ölçümü sonuçları

1300, 1400 ve 1500°C’ de sinterlenen numunelerin sertlik değerleri Çizelge 4.3 ve Şekil 4.17’ de verilmiştir.

Çizelge 4.3 : Sertlik ölçümü sonuçları.

Sinterleme Sıcaklığı °C	Sertlik (HV)	Standart Sapma
1300	335	69
1400	486	105
1500	860	101

Deney sonuçlarına göre MgO ve TiO₂ katkısının Al₂O₃’nın sertliğine olumlu bir katkısı olmadığı görülmektedir.



Şekil 4.17 : Sinterleme sıcaklığına bağlı malzeme sertliği değişimi.

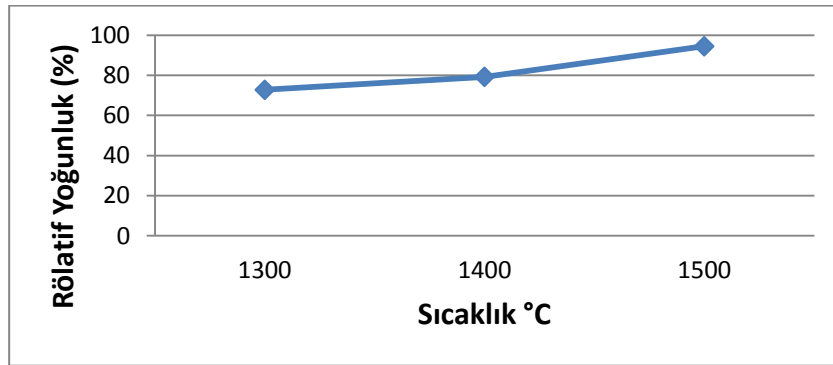
Şekil 4.17’ de görüldüğü gibi artan sıcaklıkla birlikte malzemenin sertliğinde artış gözlemlenmektedir. Bunun nedeni ise porozitenin azalması ve sinterleme esnasındaki kaynaşma ve bağlanmanın artmasıdır.

4.2.6 Yoğunluk ölçümü sonuçları

1300, 1400 ve 1500C’ de sinterlenen numunelerin yoğunluk ölçümleri sonucu bulunan rölatif yoğunluk değerleri Çizelge 4.4 ve Şekil 4.18’ de verilmiştir.

Çizelge 4.4 : Rölatif yoğunluk ölçüm sonuçları.

Sinterleme Sıcaklığı °C	Rölatif yoğunluk (%)	Standart Sapma
1300	72.7	0.05
1400	79.2	0.05
1500	94.4	0.06



Şekil 4.18 : Sinterleme sıcaklığına bağlı malzeme yoğunluğu değişimi.

Çizelge 4.4 ve Şekil 4.18’de görüldüğü gibi artan sinterleme sıcaklığı ile malzeme yoğunluğunun arttığı özellikle 1500°C de azalan porozite ve artan kaynaşma ile yüksek yoğunluk değerlerine ulaşıldığı gözükmetedir.

5. SONUÇ VE ÖNERİLER

5.1 Sonuçlar

Bu tez çalışmasında bünyesine ağırlıkça %2 MgO ve %2 TiO₂ ilave edilmiş Al₂O₃'ün sinterleme sıcaklığına bağlı olarak mekanik ve fiziksel özelliklerindeki değişimin belirlenmesi için malzemelerin karakterizasyonunun yapılması hedeflenmiştir. Yapılan çalışmalarla ortaya çıkan sonuçlar aşağıda verilmiştir:

1. Ağırlıkça %2 MgO ve %2 TiO₂ katkısı 1300 ve 1400°C sinterleme sıcaklıklarında yüksek porozite ve düşük yoğunluk özellikleri nedeniyle istenen sonuç sağlanamamıştır. Ancak 1500°C' de iyi sonuçlar vermiştir ve alüminanın katkılarla düşük sıcaklıklarda sinterlenebileceğini göstermiştir.
2. Eğme mukavemeti sonuçlarına göre artan sinterleme sıcaklığının mukavemeti arttırdığı saptanmıştır. Bunun nedeni olarak mikro yapıda bulunan gözenekliliğin ortadan kalkması ve tanelerin birbirlerine sıcaklığın etkisiyle daha iyi bağlanmaları olduğu saptanmıştır.
3. Sertliğin malzemelerin sinterleme sıcaklığı ve yoğunluğu ile doğru orantı gösterdiği görülmüştür.
4. Daha önce yapılmış çalışmalara paralel şekilde MgO ve TiO₂ katkısının alüminanın sertliğini azalttığı görülmüştür. Bulunan en yüksek sertlik değeri 1500°C'de sinterlenmiş malzemede 860±101 HV 'dir. Bu değer saf alüminanın sertlik değerinin oldukça altında kalmıştır.
5. XRD çalışmaları neticesinde sinterleme sonrası α -Al₂O₃ (korundum) yapısında bir değişme olmadığı ve rombohedral kristal kafes yapısını koruduğu belirlenmiştir. Bu sonuç neticesinde pişme küçülmesinin sinterleme esnasında, yapıdaki boşlukların azalması ve kaynaşmanın artması sonucu gerçekleştiği düşünülmektedir.

5.2 Öneriler

1. Mikroyapı başta olmak üzere mukavemet ve porozite gibi özelliklerin en iyi olduğu sıcaklık olan 1500°C en uygun referans sinterleme sıcaklığı olarak tercih edilebilir.
2. Sonraki çalışmalarda başlangıç tozları olarak daha küçük tane boyutunda özellikle nano boyutta tozlar denenmelidir.
3. TiO₂ ve MgO katksının alüminanın sertlik değerlerini düşürdüğü göz önüne alınmalıdır. Bu katkılarla üretilecek alümina esaslı sinter malzemesi, mekanik ve fiziksel özelliklerine uygun kullanım alanı düşünülerek tasarlanmalıdır.

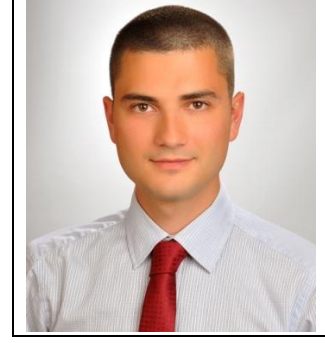
KAYNAKLAR

- [1] **Weimer, A. W.** (1997). Carbide, nitride and boride materials synthesis and processing, s90-91-94-131-188-236-237, Colorado: Chapman&Hall.
- [2] **Çelik, Ç.** (2010). Nano boyutta titanyum diborür katkılı sıcak preslenmiş hegzagonal bor nitrür-titanyum diborür kompozitlerinin özelliklerinin incelenmesi, Yüksek Lisans Tezi, İ.T.Ü. Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul.
- [3] **Ravaglioli, A.ve Krajewski, A.** (1992). Bioceramics, Sf.161-162, London: Chapman&Hall
- [4] **ILGAR, F.** (2008). TiO₂ katkısının alüminanın sinterlenme davranışına etkisinin incelenmesi, Yüksek Lisans Tezi, Sakarya Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Sakarya
- [5] **Palacı, Y.** (2001). Alüminanın özelliklerine şekillendirme yönteminin, katkıların ve sinterleme sıcaklığının etkisi, Yüksek Lisans Tezi, İ.T.Ü. Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul.
- [6] **Gerard, E. P.** (2002). Low-firing temperature method for producing Al₂O₃ bodies having enhanced chemical resistance, United States Patent Application Publication, Pub. No.: US2002/00411062 A1.
- [7] **Geçkinli, E.** (1992). İleri teknoloji malzemeleri (1.Baskı), İstanbul: İstanbul Teknik Üniversitesi Basımevi.
- [8] **Reed, J.** (1995). Principles of ceramic processing, Newyork: Wiley.
- [9] **Barsoum, M.** (1997). Fundamentals of ceramics, Singapur: McGraw-Hill.
- [10] **Toy, Ç. ve Baykara, T.** (1994). 21.Yüzyılın malzemesi seramikler, Tübitak Bilim ve Teknik Dergisi, 317(4), 6-13.
- [11] **Soyhan, H.** (2007). Seramiklerin sinterleme prosesi süresince şekil değişikliklerinin incelenmesi, Yüksek Lisans Tezi, İstanbul Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul.
- [12] **Richerson, D.** (1992). Modern ceramic engineering, Newcastle Library, Newyork.
- [13] **Erdoğan, M.** (2001). Malzeme bilimi ve mühendislik malzemeleri, Nobel, C.2, Ankara.
- [14] **Palacı, Y.** (2001). Alüminanın özelliklerine şekillendirme yönteminin, katkıların ve sinterleme sıcaklığının etkisi, Doktora Tezi, İ.T.Ü.Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul.
- [15] **İnan, U.** (2005). Farklı sinterleme sıcaklıklarının ağırlıkça % 2 MnO ve % 2 TiO₂ katkılı alümina seramiğinin mikroyapısal ve fiziksel özelliklerine olan etkileri, Yüksek Lisans Tezi, İ.T.Ü. Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul.
- [16] **Gökçe H.** (2002). Doğal hammaddelerden sentetik kordiyerit seramiklerinin geliştirilmesi ve karakterizasyonu, Yüksek Lisans Tezi, İ.T.Ü. Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul

- [17] **Gülfen, G.** (1998). Hidroklorik asit çözeltisinde milas boksit cevherlerinin çözünürlüğü, Yüksek Lisans Tezi, SAÜ Fen Bilimleri Enstitüsü, Sakarya.
- [18] **Öztürk, M.** (2007). SiC ilaveli alumina seramik kompozitler, Yüksek Lisans Tezi, Sakarya Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Sakarya.
- [19] **Url-1** <<http://som.web.cmu.edu/structures/S058-Al2O3.html>>, alındığı tarih: 01.11.2011.
- [20] **Baykara, T.** (1984). Sert Malzeme Olarak Alümina, 2. Ulusal Al. San. Kong. Seydisehir/Konya.
- [21] **İpek, M.** (2005). İki farklı yolla üretilmiş alümina-zirkonya kompozitlerin sinterlenme ve kırılma davranışlarının incelenmesi, Doktora Tezi, Sakarya Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Sakarya.
- [22] **Taşkın, E.** (2005). Boksitten alümina ekstraksiyonuna mekanik aktivasyonun etkisi, Yüksek Lisans Tezi, Sakarya Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Sakarya.
- [23] **Bakar, B.** (2009). Alümina katkılı β silisyum karbürün sinterlenmesi ve karakterizasyonu, Yüksek Lisans Tezi, İ.T.Ü. Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul.
- [24] **Alp, A.** (1996). Mugla boksitlerinden alümina üretiminde verimlilik koşullarının incelenmesi, Doktora Tezi, İ.T.Ü. Fen Bilimleri Enstitüsü, 1996.
- [25] **Yılmaz, S.** (1992). Alümina içeren seramik kompozitlerin fiziksel özelliklerinin incelenmesi, Yüksek Lisans Tezi, İ.T.Ü. Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul.
- [26] **Smith W. F.** (2001). Structure and Properties of Engineering Alloys.
- [27] **Url-2** < <http://upload.wikimedia.org/wikipedia/commons/b/bf/Bayer-process-en.svg> >, alındığı tarih: 04.11.2011.
- [28] **İpek, M.** (2005). İki farklı yolla üretilmiş alümina-zirkonya kompozitlerin sinterlenme ve kırılma davranışlarının incelenmesi, Doktora Tezi, Sakarya Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Sakarya.
- [29] **Emrullahoğlu, Ö. F. ve Örencik, S.** (2006). Muhtelif katkıları seydisehir alüminasının sinterlenme davranışlarına etkisi, A.K.Ü., Müh. Fak., Ser. Müh., VI Uluslararası Katılımlı Seramik Kongresi, Bildiriler Kitabı, p. 13-18.
- [30] **Şahin, F.** (2009). Nano TiO₂ sentezi ve uygulaması, Yüksek Lisans Tezi, Yıldız Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul
- [31] **Bhave, R. C. ve Lee, B. I.** (2007), Experimental variables in the synthesis of brookite phase TiO₂ nanoparticles, Materials Science and Engineering, A 467, 146-149.
- [32] **Blake, M.** (1976). Geology and resources of titanium, Geological Survey Professional Paper.
- [33] **Nowotny, J.** (2011). Basic Properties of TiO₂ Oxide Semiconductors for Solar Energy Conversion, Sf. 145 -163, USA: CRC Press.

- [34] **Camtakan Z.** (2009) Magnezyum oksit nanokristallerinin hazırlanması, karakterizasyonu ve uranyum gideriminde kullanılabilirliğinin incelenmesi, Yüksek Lisans Tezi, Ege Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, İzmir.
- [35] **Çalın, R.** (2006). Magnezya parçacık takviyeli al matrisli kompozitin vakum infiltrasyon yöntemi ile üretilmesi ve özelliklerinin incelenmesi, Doktora Tezi, Gazi Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Ankara
- [36] **Eryılmaz, Ö. ve Özgen S.** (2000). Magnezya-alümina spinel dökülebilir refrakterler, 10. Uluslararası Metalurji ve Malzeme Kongresi Bildiriler Kitabı, İstanbul, Cilt 3, 1659-1666.
- [37] **Khairallah, F. ve Glisenti, A.** (2007). Synthesis, characterization and reactivity study of nanoscale magnesium oxide, Journal of Molecular Catalysis A: Chemical, Sf. 274: 137–147.
- [38] **Barsoum, M.** (1997). Fundamentals of ceramics, Sigapur: McGraw-Hill.
- [39] **Akarsu, C.** (2009). Titanyum diborür katkılı sıcak preslenmiş borkarbür-silisyum karbür kompozitlerinin özelliklerinin incelenmesi, Yüksek Lisans Tezi, İ.T.Ü. Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul.
- [40] **Ataşer, O.** (2010). Amorf silika oksit seramiklerin sinterlenme özelliklerinin incelenmesi, Yüksek Lisans Tezi, İ.T.Ü. Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul.
- [41] **Boch P. ve Niepe J.** (2007). Ceramic materials processes, Properties and Applications, London: ISTE Ltd.
- [42] **German R. M.** (1994). Powder metallurgy science (2. baskı), Princeton: Metal Powder Industries Federation.
- [43] **German, R. M.** (1996). Sintering theory and practice, New York: John Wiley and Sons Inc..
- [44] **Cura, M. E.** (2002). Sıcak preslenmiş wc-co/b4c kompozitlerinin mekanik, manyetik ve mikroyapısal incelenmesi, Yüksek Lisans Tezi, İ.T.Ü. Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul.
- [45] **TS-4633**, Pişmiş şekilli refrakter mamullerin porozite, su emme, görünür porozite, katı yoğunluk, hacim ağırlığı-suda kaynatma yöntemi, *Türk Standartları Enstitüsü*, Ankara.
- [46] **Url-3** < <http://phase.ceramics.org/Publicstore/StaticContent/DemoDiagrams.htm> >, alındığı tarih: 14.11.2011.

ÖZGEÇMİŞ



Ad Soyad: Ender Çinaz

Doğum Yeri ve Tarihi: İstanbul – 05.12.1985

Adres: Beylikdüzü/Bizimkent İstanbul

E-Posta: endercinaz@hotmail.com

Lisans: Metalurji ve Malzeme Mühendisliği

Mesleki Deneyim ve Ödüller: Bir yıl kadar madencilik sektöründe satınalma mühendisi olarak çalıştı. Otomotiv sektöründe kalite mühendisi olarak çalışmaktadır.