

İSTANBUL TEKNİK ÜNİVERSİTESİ « FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

**SANATSAL SERAMİKLERİN YAPIMINDA KULLANILAN
ÇAMURA FİBER KATKISI SONUCU ÜRÜN
ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ**

**YÜKSEK LİSANS TEZİ
Malz. Bil. Müh. Tuğba UÇAR**

**Ana Bilim Dalı : METALURJİ VE MALZEME MÜHENDİSLİĞİ
Programı : SERAMİK**

HAZİRAN 2008

İSTANBUL TEKNİK ÜNİVERSİTESİ « FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

**SANATSAL SERAMİKLERİN YAPIMINDA KULLANILAN
ÇAMURA FİBER KATKISI SONUCU ÜRÜN
ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ**

YÜKSEK LİSANS TEZİ

Malzeme Müh. Tuğba UÇAR

(506051303)

Tezin Enstitüye Verildiği Tarih : 5 Mayıs 2008

Tezin Savunulduğu Tarih :

Tez Danışmanı : Yrd.Doç.Dr. Burak ÖZKAL

Diğer Jüri Üyeleri : Prof. Dr. Lütfi ÖVEÇOĞLI

**Yard. Doç. Dr. İrfan AYDIN (Mimar Sinan
Güzel Sanatlar Üniversitesi)**

HAZİRAN 2008

ÖNSÖZ

Yüksek lisans çalışmam süresince bana imkân sağlayan İstanbul Teknik Üniversitesi Kimya Metalurji Fakültesi Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümüne;

Çalışmalarım süresince, beni en iyi anlayan, yeteneklerim ve eğitimimi kullanarak çalışmamda kullanmamı sağlayan, bana değerli fikirleri ve deneyimleri ile her türlü desteğini eksik etmeyerek güç veren değerli hocam Yard. Doç. Dr. Burak ÖZKAL'a;

Tez çalışmamın oluşum, gelişim ve uygulama safhalarında desteklerini esirgemeyen, Mimar Sinan Güzel Sanatlar Üniversitesi Seramik ve Cam Tasarım Bölümü Öğretim Üyesi, değerli hocam Yard. Doç. Dr. İrfan AYDIN'a;

Bana her türlü laboratuvar imkânı sağlayan, bizlere sorumluluklar vererek kendimizi geliştirmemizi öğütleyen sayın hocam Prof. Dr. M. Lütfi ÖVEÇOĞLU'na;

90189 no'lu proje kapsamında sağladıkları imkan için Devlet Planlama Teşkilatı'na;

Deneyisel çalışmalarım boyunca her türlü cihazın kullanımı konusunda bana yardımcı olan ve desteklerini esirgemeyen Araş. Gör. Hasan GÖKÇE'ye;

Bütün numunelerimin taramalı elektron mikroskobu ile görüntülerinin alınması sağlayan Çiğdem ÇAKIR KONAK'a ve Hüseyin SEZER'e;

Numunelerimin üç nokta eğme testlerinin gerçekleştirilmesini sağlayan sayın Yard. Doç. Dr. Murat BAYDOĞAN'a;

Tez çalışmamın uygulama süresinde en kısıtlı zamanlarda bile bana yardımlarını esirgemeyen sevgili dostum Araş. Gör. Umut SÖYLER'e; yaptığım çalışma boyunca her zaman yanımda olan sevgili arkadaşım Yük. Müh. Zeynep KEÇELİ'ye ve değerli dostlarım Araş. Gör. Selim COŞKUN, Araş. Gör. Demet TATAR, Araş. Gör. Cengiz HAMZAÇEBİ, Dilay PEŞTRELİ, Nil ÜNAL, Araş. Gör. Berk ALKAN ve Özgür GÜVENLİ'ye;

Tüm eğitim yaşantımda bana desteklerini esirgemeyen sevgili teyzem Ümit Yaşar GÜNEY'e ve kardeşim Tuğçe UÇAR'a;

Kayıtsız şartsız desteği ile beni yönlendiren ve güçlendiren, bana inanan sevgili arkadaşım Ergin DEMİR'e;

Sahip olduğum her şeyin sınırsız kaynağı, yeteneklerimi en doğru ve en faydalı kullanabileceğimi öğreten, fedakâr ve hayatlarını kızlarına adanmış canım ailem, annem Zümrüt UÇAR ve babam Ahmet UÇAR'a teşekkürlerimi sunarım.

Haziran 2008

Tuğba UÇAR

İÇERİK

KISALTMALAR	vi
TABLO LİSTESİ	vii
ŞEKİL LİSTESİ	ix
SEMBOL LİSTESİ	xiii
ÖZET	xiv
SUMMARY	xv
1. GİRİŞ VE AMAÇ	1
2. SERAMİK MALZEMELERE GENEL BAKIŞ	4
2.1. Seramiklerin Sınıflandırılması	5
2.1.1. Geleneksel Seramikler	7
2.1.1.1. Kilden Mamul Ürünler	7
2.1.1.2. Refrakterler	8
2.1.1.3. Camlar	8
2.1.1.4. Çimentolar	8
2.1.2. İleri Teknoloji Seramikleri	9
2.1.2.1. Yapısal Seramikler	9
2.1.2.2. Fonksiyonel Seramikler	10
2.2. Türkiye'deki Seramik Endüstrisinin Durumu	11
3. SERAMİK HAMMADDELER HAKKINDA GENEL BİLGİ	13
3.1. Kil Tanımı	13
3.2. Killerin Oluşumu	13
3.2.1. Birincil Killer	13
3.2.2. Sedimenter Killer	14
3.3. Kil Mineralleri	14
3.3.1. Killerin Fiziksel Özellikleri	17
3.3.1.1. Tane Boyutunun Önemi	17
3.3.1.2. Plastiklik Özelliği	18
3.3.1.3. Soğurma Özelliği	18
3.3.1.4. Reolojik Özellikler	18
3.4. Kil Minerallerinin Isıtılması Sonucu Oluşan Reaksiyonlar	19
3.4.1. Fiziksel Su Kaybı	19
3.4.2. Kimyasal Su Kaybı	19
3.4.3. Karbonatların Ayrışması	20
3.4.4. Sülfatların Bozunması	20
3.4.5. Organiklerin Yanması	20
3.5. Kristal Faz Dönüşümleri	21
4. SERAMİKLERİN ÜRETİMİ	23
4.1. Toz Hazırlama	23
4.2. Şekillendirme	24

4.2.1. Yaş Şekillendirme	25
4.2.2. Yarı Yaş Şekillendirme	26
4.2.3. Kuru Şekillendirme	27
4.3. Kurutma	29
4.3.1. Kuruma Küçülmesi ve Kuruma Sırasında Meydana Gelebilecek Problemler	31
4.4. Sinterleme	32
4.4.1. Sinterleme Öncesi Prosesler	33
4.4.2. Sinterleme Türleri	34
4.4.2.1. Katı Faz Sinterlemesi	35
4.4.3. Sinterleme Sırasında Meydana Gelebilecek Problemler	35
5. FİBERLER HAKKINDA GENEL BİLGİ	38
5.1. Fiberlerin Sınıflandırılması	38
5.1.1. Doğal Fiberler	38
5.1.2. El Yapımı Fiberler	39
5.2. Fiberlerin Özellikleri	42
5.2.1. İncelik	42
5.2.2. Fiber Boyu	43
5.3. Fiberler ile Güçlendirme	43
6. KARAKTERİZASYON ÇALIŞMALARI	50
6.1. Başlangıç Malzemelerinin Seçimi ve Karakterizasyonu	50
6.1.1. Faz Analizi	51
6.1.2. Yüzey Alanı Analizi	52
6.1.3. Elektron Mikroskopisi ile Mikroyapısal Analiz	53
6.1.4. Parçacık Boyut Analizi	53
6.1.5. Termal Analiz	54
6.2. Karışımların ve Bulk Numunelerin Hazırlanması	58
6.2.1. Karışımların Hazırlanması	58
6.2.1.1. Hammaddelerin Kırılması	58
6.2.1.2. Hammaddelerin Öğütülmesi	59
6.2.1.3. Kompozisyon Karışımlarının Homojen Karıştırılması	59
6.2.1.4. Öğütülen Karışımların DSC Analizi	60
6.2.2. Karışımların Şekillendirilmesi	60
6.2.2.1. Karışımların Elle Şekillendirilmesi	61
6.2.2.2. Karışımların Preslenmesi	62
6.2.3. Kurutma ve Fiziksel Özelliklerin Belirlenmesi	62
6.2.3.1. Ağırlık Kaybının Belirlenmesi	63
6.2.3.2. Kuruma Küçülmesinin Belirlenmesi	63
6.2.4. Peletlerin ve Çubukların Sinterlemesi	64
6.2.4.1. Sinterlenmiş Yığın Numunelerin Karakterize Edilmesi	64
7. DENEYSEL SONUÇLAR VE TARTIŞMALAR	71
7.1. Başlangıç Malzemelerinin Seçimi	72
7.1.1. Başlangıç Hammaddesinin Seçimi	72
7.1.2. Fiber Seçimi	74
7.1.2.1. Cam Fiber ile Yapılan Çalışmalar	74
7.1.2.2. Polimer Fiber ile Yapılan Çalışmalar	79
7.1.2.3. Seramik Fiber ile Yapılan Çalışmalar	82
7.2. Başlangıç Malzemelerinin Karakterizasyon Sonuçları	86

7.2.1. Başlangıç Malzemelerinin XRD Analizi Sonuçları	86
7.2.2. Başlangıç Malzemelerinin Mikroyapısal İncelemeleri	87
7.2.3. Parçacık Boyut Analizi Sonuçları	88
7.2.4. Parçacık Yoğunluk Analizleri	89
7.2.5. Termal Analiz Sonuçları	90
7.3. Kuruma Sonrası Numunelerin Karakterizasyon Sonuçları	94
7.4. Sinterlenmiş Yığın Numunelerin Karakterizasyon Sonuçları	99
7.4.1. Pişme Renginin İncelenmesi	99
7.4.2. Pişme Küçülmesinin İncelenmesi	99
7.4.3. Ağırlık Kaybının İncelenmesi	103
7.4.4. Su Emme Değerleri	105
7.4.5. Yoğunluk Değerleri	107
7.4.6. Faz Analizi Sonuçları	110
7.4.7. Mikroyapısal İncelemeler	115
7.4.8. Sertlik Analizi Sonuçları	126
7.4.9. Üç Nokta Eğme Deneyi Sonuçları	129
7.5. Uygulama Çalışmaları ve Sonuçları	133
7.5.1. Formların Oluşturulması	133
7.5.2. Kurutma ve Sinterleme	135
8. SONUÇLAR VE ÖNERİLER	137
8.1. Sonuçlar	137
8.2. Öneriler	139
KAYNAKLAR	141
EKLER	146
ÖZGEÇMİŞ	150

KISALTMALAR

CF	: Cam Fiber
PF	: Polimer Fiber
SF	: Seramik Fiber
E	: Elle Şekillendirme
P	: Presleme ile Şekillendirme
HV	: Vickers Sertliği
DTA	: Diferensiyel Termal Analiz
DSC	: Diferensiyel Taramalı Kalorimetri
SEM	: Taramalı Elektron Mikroskobu
TG	: Termogravimetrik Analiz
XRD	: X-Işınları Difraktometresi

TABLO LİSTESİ

	<u>Sayfa No</u>
Tablo 7.1	ESC-1 K-302 ve ESBKAS kodlu killerin kimyasal analizleri..... 72
Tablo 7.2	ESC-1, K-302 ve ESBKAS kodlu killerin fiziksel özellikleri..... 73
Tablo 7.3	Cam fiber katkısı sonucu fiziksel özelliklerin gösterimi..... 76
Tablo 7.4	Polimer fiber katkısı sonucu fiziksel özelliklerin gösterimi. 80
Tablo 7.5	Seramik fiberin fiziksel ve kimyasal özelliklerinin gösterimi..... 82
Tablo 7.6	Seramik fiber katkısı ile fiziksel özelliklerin gösterimi..... 83
Tablo 7.7	Elle şekillendirilen bünyelerin kuruma sonrası ağırlık kaybı ve kuruma küçülmesine ait değişim değerleri..... 94
Tablo 7.8	Preslenerek şekillendirilen numunelere ait kuruma ve ağırlık kaybı değişim değerleri..... 96
Tablo 7.9	Elle şekillendirilen bünyelere ait kuruma sonrası yaş yoğunluk değerleri..... 97
Tablo 7.10	Preslenerek şekillendirilen bünyelere ait kuruma sonrası yaş yoğunluk değerleri..... 98
Tablo 7.11	Elle şekillendirilen bünyelere ait sinterleme sonrası lineer çekme değerleri..... 100
Tablo 7.12	Preslenerek şekillendirilen bünyelere ait sinterleme sonrası küçülme değerleri 101
Tablo 7.13	Elle şekillendirilen numunelere ait sinterleme sonrası ağırlık kaybı ve toplam ağırlık kaybı 103
Tablo 7.14	Preslenen numunelere ait sinterleme sonrası ve toplam % ağırlık kaybı tablosu 104
Tablo 7.15	Elle şekillendirilen ve 1050 °C’de sinterlenen numunelerin % su emme değerleri 105
Tablo 7.16	Preslenerek şekillendirilen ve 1050 °C, 1150 °C ve 1250 °C’de sinterlenen numunelerin % su emme değerleri 106
Tablo 7.17	Elle şekillendirilerek hazırlanan bünyelere ait sinterleme sonrası yoğunluk değerleri 108
Tablo 7.18	Preslenerek hazırlanan bünyelere ait sinterleme sonrası yoğunluk değerleri..... 109
Tablo 7.19	Elle şekillendirilen ve sinterlenen numunelere ait sertlik değerleri..... 126
Tablo 7.20	900°C’den sonra sertlik karşılaştırılması..... 127
Tablo 7.21	Preslenen ve sinterlenen kompozisyonların Vickers sertlik değerleri 128
Tablo 7.22	Elle şekillendirilen numunelere ait mukavemet değerleri ... 129
Tablo 7.23	Preslenen numunelere ait mukavemet değerleri 130
Tablo 7.24	150MPa’da preslenen numunelere ait elastik modul değerleri 131

		<u>Sayfa No</u>
Tablo A.1	Farklı oranlarda cam fiber katkısı ile hazırlanan numunelerin içeriği	146
Tablo A.2	Farklı oranlarda polimer fiber katkısı ile hazırlanan numunelerin içeriği	146
Tablo A.3	Farklı oranlarda seramik fiber katkısı ile hazırlanan numunelerin içeriği	147
Tablo A.4	Fiber katkısı olmayan, basınç ve sıcaklık parametreleri değiştirilen numunelerin adlandırılması	147
Tablo A.5	Ağırlıkça %2 fiber katkısı ile şekillendirilen numunelerin adlandırılması	148
Tablo A.6	Ağırlıkça %4 fiber katkısı ile şekillendirilen numunelerin adlandırılması	148
Tablo A.7	Ağırlıkça % 6 fiber katkısı ile şekillendirilen numunelerin adlandırılması	149

ŞEKİL LİSTESİ

	Sayfa No
Şekil 2.1 : Seramiklerin sınıflandırılması	7
Şekil 2.2 : Seramik malzemeler; işlev, uygulama ve örnekler	11
Şekil 2.3 : Türkiye’de seramik hammadde rezervleri	12
Şekil 3.1 : Kil mineralinin tetrahedron birimi	14
Şekil 3.2 : Kil minerallerinin zincir yapısı	15
Şekil 3.3 : $[\text{Si}_2\text{O}_5]_2^-$ tetrahedron tabakası	15
Şekil 3.4 : Kaolinit hammaddesi genel görünümü	16
Şekil 3.5 : Kaolinit ve montmorillonit kristal tabakaları	17
Şekil 3.6 : SiO_2 kristal faz dönüşümleri	22
Şekil 4.1 : Öğütme sırasında karıştırmayı gösteren mekanizma	24
Şekil 4.2 : Şekillendirme yöntemlerinin şematik gösterimi	25
Şekil 4.3 : Yaş şekillendirme ile üretimin şematik gösterimi	25
Şekil 4.4 : Çömlekçi tornası ile şekillendirme örneği	27
Şekil 4.5 : Kuru preslemedeki aşamalar	28
Şekil 4.6 : Sinterleme mekanizmasının mikro yapısal görünümü	35
Şekil 5.1 : Fiberlerin sınıflandırılması	38
Şekil 5.2 : Gevrek bir malzemeye ait kırılma grafiği.....	44
Şekil 5.3 : İntergranüler ve trasgranüler kırılmanın şematik gösterimi	45
Şekil 5.4 : Fiber katkılı seramik anayapılı bünyelerde çeşitli toklaştırma yöntemlerinin çizimsel gösterimi	48
Şekil 6.1 : Başlangıç tozlarının karakterizasyonun şematik gösterimi	51
Şekil 6.2 : XRD analiz cihazının görünümü	52
Şekil 6.3 : Quantachrome TM Autosorb–1 AS–1 BET yüzey analiz cihazının görünümü	53
Şekil 6.4 : Lazer tane boyut analizi cihazının görünümü	54
Şekil 6.5 : DTA-TA-SDT-Q Series TM termal analiz cihazının görünümü .	56
Şekil 6.6 : Unitherm TM 1181 Dilatometre cihazının görünümü	57
Şekil 6.7 : Karışımların ve yığın numunelerin hazırlanması proseslerinin akım şeması	58
Şekil 6.8 : ESKAKAS kodlu kilin kaba hali	59
Şekil 6.9 : Titreşimli elek cihazının görünümü	59
Şekil 6.10 : Eksener bilyalı öğütücünün iç kesiti gösteren şema	60
Şekil 6.11 : Toz-fiber karışımının nihai şeklinin verilmesi için yapılan uygulamaların basamakları	61
Şekil 6.12 : Elle şekillendirme ile yapılan bazı seramik bünyeler	62
Şekil 6.13 : Kurutma sonrası numunelerin karakterizasyon yöntemlerinin şematik gösterim	63
Şekil 6.14 : Numunelerin sinterlenmesinde kullanılan fırın rejimi	64
Şekil 6.15 : Sinterlenmiş numunelerin karakterizasyon süreçleri akım şeması	65
Şekil 6.16 : Manyetik karıştırıcı	67

Şekil.6.17	: Jeol™-JSM-T330 SEM cihazının görüntüsü, Philips™ XL 30 FEG FE-SEM cihazının görüntüsü	68
Şekil 6.18	: Shimadzu™ Vickers sertlik cihazı	69
Şekil 6.19	: Üç nokta eğme testinin şematik gösterimi	70
Şekil 7.1	: ESC-1, K-302 ve ESBAKAS kodlu killerin tane boyut analizleri	73
Şekil 7.2	: Cam fiberlerin görünümüne ait makro görüntü	75
Şekil 7.3	: Cam fiber kullanılarak şekillendirilme süreci	75
Şekil 7.4	: Cam fiber katkısı sonucu fiziksel özelliklerin değişimi	76
Şekil 7.5	: Fiber katkısı olmayan bünyenin kuruma sonrası optik mikroskop görünümü	77
Şekil 7.6	: Ağırlıkça % 1 ve % 2 cam fiber katkılı numunelerin kuruma sonrası optik mikroskop görüntüleri	77
Şekil 7.7	: Ağırlıkça % 2 cam fiber içerikli yapıya ait ağırlık kaybı zaman grafiği	78
Şekil 7.8	: Polimer fibere ait SEM görüntüsü	79
Şekil 7.9	: Polimer fiber katkısı sonucu fiziksel özelliklerin değişimi	80
Şekil 7.10	: Ağırlıkça % 2 polimer fiber içeren bünyenin kuruma sonrası optik mikroskop görüntüsü	81
Şekil 7.11	: Fiber katkısı olmayan ve ağırlıkça % 2 polimer fiber katkılı bünyelerin 1050°C sonrası SEM görüntüleri	81
Şekil 7.12	: Seramik fiber katkısı sonucu fiziksel özelliklerin değişimi	83
Şekil 7.13	: Ağırlıkça % 2 seramik fiber katkılı numunenin kuruma sonrası optik mikroskop görüntüsü	84
Şekil 7.14	: Ağırlıkça % 2 seramik fiber katkılı numunenin sinterleme sonrası SEM görüntüsü	84
Şekil 7.15	: Ağırlıkça % 2 polimer fiber katkılı numune ve ağırlıkça % 2 seramik fiber katkılı numuneye ait 1050°C’de sinterleme sonrası SEM görüntüleri	85
Şekil 7.16	: ESBAKAS kiline ait faz analizi	86
Şekil 7.17	: ESBAKAS kiline ait mikroyapısal görüntüler	87
Şekil 7.18	: Seramik fibere ait SEM görüntüsü ve çapların dağılımına ait histogram	88
Şekil 7.19	: Fiber katkısı olmayan ve ağırlıkça % 6 seramik fiber katkısı yapılan tozlara ait parçacık boyut analiz sonuçları	88
Şekil 7.20	: Ağırlıkça % 2, 4 ve % 6 seramik fiber katkılı tozlara ait görünür ve çökme yoğunluğu sonuçları	89
Şekil 7.21	: Fiber olmayan ve ağırlıkça % 6 seramik fiber katkılı toza ait çökme yoğunluğu ölçümleri	90
Şekil 7.22	: Ağırlıkça % 2 seramik fiber katkılı toza ait görünür yoğunluk deneyleri	90
Şekil 7.23	: ESBAKAS kiline ait DSC analiz sonuçları	91
Şekil 7.24	: Seramik fibere ait DSC grafiklerinin gösterimi	92
Şekil 7.25	: Değişik fiber katkılarına sahip bünyelerin DSC eğrileri.....	92
Şekil 7.26	: Fiber katkısı yapılmayan, % 2 ve % 6 seramik fiber katkılı bünyelere ait dilatometre eğrileri	93
Şekil 7.27	: Kuruma küçülmesi gerçekleşmiş fiber katkısı olmayan bünyeye ait makro görüntü	94

Şekil 7.28	: Elle şekillendirilen bünyelerin kuruma sonrası ağırlık kaybı ve kuruma küçülmesine ait değişim değerleri	95
Şekil 7.29	: Preslenerek şekillendirilen numuneler ait kuruma ve ağırlık kaybı grafikleri	96
Şekil 7.30	: Elle şekillendirilen numunelere ait pişme sonrası küçülme grafikleri	97
Şekil 7.31	: Preslenerek şekillendirilen numunelere ait yaş yoğunluk grafikleri	98
Şekil 7.32	: Elle şekillendirilen numunelere ait sinterleme sonrası lineer çekme grafikleri	100
Şekil 7.33	: Preslenerek hazırlanan numunelere ait sinterleme sonrası fiber katkısı ile lineer çekme grafikleri	102
Şekil 7.34	: Elle şekillendirilerek hazırlanmış numuneye fiber katkısı sonucu ağırlık kaybının değişimi	103
Şekil 7.35	: Preslenerek hazırlanan numunelere ait ağırlık kaybı grafiği	104
Şekil 7.36	: Elle şekillendirilen numunelere ait su emme grafiği	105
Şekil 7.37	: Preslenerek hazırlanan numunelere ait su emme grafiği	106
Şekil 7.38	: Elle şekillendirilerek hazırlanan numunelere ait yoğunluk grafiği	108
Şekil 7.39	: Preslenerek hazırlanan numunelere ait yoğunluk grafiği	109
Şekil 7.40	: Fiber katkısız (SF0-P150–1050 kodlu) ve ağ.%6 seramik fiber katkılı (SF6-P150–1050 kodlu) ve 1050°C’de sinterlenmiş numunelere ait X ışını difraktometrelerinin karşılaştırılması	111
Şekil 7.41	: Fiber katkısız (SF0-P150–1250 kodlu) ve ağ.%6 seramik fiber katkılı (SF6-P150–1250 kodlu) ve 1250°C’de sinterlenmiş numunelere ait X ışını difraktometrelerinin karşılaştırılması	111
Şekil 7.42	: Fiber katkısız (SF0-P50–1050, SF0-P50-1150 VE SF0-P50-1250 kodlu) bünyelerin farklı sıcaklıklarda sinterlenmesi ile X ışını difraktometrelerinin karşılaştırılması	112
Şekil 7.43	: % 6 Fiber katkısı yapılmış (SF6-P50-1050, SF6-P50-1150 VE SF6-P50-1250 kodlu) bünyelerin farklı sıcaklıklarda sinterlenmesi ile X ışını difraktometrelerinin karşılaştırılması .	113
Şekil 7.44	: Seramik fiberin 1050 °C sonrası faz analiz sonuçları	114
Şekil 7.45	: Seramik fiberin 1250 °C sonrası faz analiz sonuçları	114
Şekil 7.46	: Fiber katkısız olarak hazırlanan 50 MPa’da preslenen (SF0-P050–1050 kodlu), 100 MPa’da preslenen (SF0-P100-1050 kodlu ve 150 MPa’da preslenen (SF0-P150-1050 kodlu) ve 1050°C’de sinterlenmiş olan numunelere ait X ışını difraktometrelerinin karşılaştırılması	115
Şekil 7.47	: Fiber katkısı yapılmamış ve 1050°C’de sinterlenmiş bünyeye ait SEM görüntüleri	116
Şekil 7.48	: Ağırlıkça % 2 fiber katkılı ve 1050°C’de sinterlenmiş bünyeye ait SEM görüntüleri	116
Şekil 7.49	: Fiber katkısız bünyenin 500°C sonrası SEM görüntüleri	117
Şekil 7.50	: Fiber katkısız bünyenin 600°C sonrası SEM görüntüleri	117
Şekil 7.51	: Ağ. % 2 seramik fiber katkılı bünyenin 500°C sonrası SEM görüntüleri	118
Şekil 7.52	: Ağ. % 2 seramik fiber katkılı bünyenin 600°C sonrası SEM görüntüleri	118

	<u>Sayfa No</u>
Şekil 7.53 : Fiber katkısı yapılmadan 150MPa’da preslenip 1050°C’de sinterlenen bünyeye ait SEM görüntüleri (SF0-P150-1050)	119
Şekil 7.54 : Ağ.% 6 fiber katkısı yapılmış 150MPa’da preslenip 1050°C’de sinterlenen bünyeye ait SEM görüntüleri (SF6-P150-1050)	120
Şekil 7.55 : Fiber katkısı yapılmadan 150MPa’da preslenip 1250°C’de sinterlenen bünyeye ait SEM görüntüleri (SF0-P150-1250)	121
Şekil 7.56 : Ağ.% 6 fiber katkısı yapılmış 150MPa’da preslenip 1250°C’de sinterlenen bünyeye ait SEM görüntüleri (SF6-P150-1250)	122
Şekil 7.57 : Fiber katkısı yapılmadan 150MPa’da preslenip 1050°C’de sinterlenen bünyeye ait kırık yüzey ve topografik görüntüleri (SF0-P150-1050)	122
Şekil 7.58 : Ağ.% 6 fiber katkısı yapılmış 150MPa’da preslenip 1050°C’de sinterlenen bünyeye ait kırık yüzey ve topografik görüntüleri (SF6-P150-1050)	123
Şekil 7.59 : Fiber katkısı yapılmadan 150MPa’da preslenip 1250°C’de sinterlenen bünyeye ait kırık yüzey ve topografik görüntüleri (SF0-P150-1250)	123
Şekil 7.60 : Ağ.% 6 fiber katkısı yapılmış 150MPa’da preslenip 1250°C’de sinterlenen bünyeye ait kırık yüzey ve topografik görüntüleri (SF6-P150-1250)	124
Şekil 7.61 : Fiber ve anayapının etkileşimini incelemek için hazırlanan deney düzeneğinin şematik gösterimi	124
Şekil 7.62 : 900°C sonrası seramik fiber matrix ara yüzey SEM görüntüleri	125
Şekil 7.63 : 1050°C sonrası seramik fiber matrix ara yüzey SEM görüntüleri	125
Şekil 7.64 : Elle şekillendirilen ve sinterlenen numunelere ait sertlik grafikleri	126
Şekil 7.65 : 900°C’de sinterlenen numunelere ait sertlik değerlerinin karşılaştırılması	127
Şekil 7.66 : Preslenen ve sinterlenen kompozisyonların Vickers sertlik değerleri	128
Şekil 7.67 : Elle şekillendirilen numunelere ait mukavemet değerleri	129
Şekil 7.68 : Preslenen numunelere ait mukavemet değerleri	130
Şekil 7.69 : 150 MPa’da preslenen numunelere ait elastik modul grafiği	131
Şekil 7.70 : Ağ.% 6 fiber katkısı yapılmış 150MPa’da preslenip 1050°C’de sinterlenen bünyeye ait kırık yüzey ve topografik görüntüleri (SF6-P150-1050)	132
Şekil 7.71 : Fiber katkısı yapılmamış ve % 6 fiber katkılı bünyelerin farklı sıcaklıklarda sinterlenmesi sonucu oluşan yük-yer değiştime grafiği	132
Şekil 7.72 : Ağ.% 2 fiber katkılı bünyelerin tornada şekillendirme süreci.....	134
Şekil 7.73 : Ağ.% 2 fiber katkılı bünyelerin kuruma ve bisküvi pişirimi sonrası görüntüleri.....	135
Şekil 7.74 : Ağ.% 2 fiber katkılı bünyelerin sırlama sonrası görüntüleri.....	136

SEMBOL LİSTESİ

mm	: Milimetre
cm	: Santimetre
µm	: Mikrometre (Mikron)
kg	: kilogram
gr	: gram
MPa	: Mega Paskal
T	: Sıcaklık

SANATSAL SERAMİKLERİN YAPIMINDA KULLANILAN ÇAMURA FİBER KATKISI SONUCU ÜRÜN ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ

ÖZET

Seramik bünyelerde istenmeyen çatlaklar gerek şekillendirme sonrası kuruma sırasında gerekse sinterleme sonrasında oluşabilmekte ve bünye boyutlarının büyümesi bu riski arttırmaktadır. Zaman, malzeme ve enerji kaybının ötesinde bir çok durumda aynı formu yakalamanın bile zor olması seramik sanatçıları ve çömlekçiler açısından ciddi bir emek kaybına neden olmaktadır. Bu nedenler göz önünde bulundurularak seramik çamuruna katılan değişik fiberler yoluyla gerek kuruma sırasında gerekse sinterleme sonrasında pozitif katkı sağlanabileceği laboratuvar ölçekli numuneler üzerinde gösterilmiştir. Başlangıç malzemelerinin seçimi ve karakterizasyonu yapılarak uygun kil ve fiber seçeneği belirlenmiştir.

Çalışma süresince, seramik sanatçılarının şekillendirme için kullandığı elle şekillendirme yönetiminin yanısıra bu yöntem süresince oluşabilecek hataları en aza indirebilmek ve fiber katkısının etkisini inceleyebilmek için presleme yöntemi kullanılmıştır. Uygulayıcı parametresinin en aza indirildiği presleme yönetmi için üç ayrı basınç ve üç ayrı sıcaklık ile numuneler hazırlanmıştır. Tüm numunelerin kuruma ve sinterleme sonrası fiziksel, mikroyapısal, mekanik özelliklerinin değişimi incelenerek fiber katkısının bünyeler üzerindeki etkileri tartışılmıştır.

INVESTIGATION OF THE FINAL PROPERTIES FOR FIBER ADDED ARTISTIC CERAMICS

SUMMARY

One of the important problems for ceramic artists and potters is the failure of the ceramic body after final form is given. Unwanted cracks usually appear in the ceramic body during the drying process or sintering stage and working with bigger parts increases the risk. Since it is almost impossible to obtain same uniqueness of the part again, any kind of failure after giving the final form is very discouraging for the artist beyond loss of time, material and energy. Because of their fibrous characteristics, addition of waste papers to art wares is a common practice in literature in order to improve the drying characteristics of structure. Due to the facts that fibers were added to ceramic mud in order to improve its mechanical properties both in green and sintered states. Desired clay and fibre were investigated by material selection and characterizations techniques.

In this study, both hand shaping routes that is a choice of artists and pressing method were preferred to minimise the defects during hand shaping. The pressed samples were prepared by three different pressures and three different temperatures. The difference between nonreinforced and reinforced ceramic bodies were observed. After drying and sintering stages, the fibre reinforcement effects on physical, microstructural and mechanical properties of all specimens were investigated.

1. GİRİŞ ve AMAÇ

Duygular ve düşünceler farklı şekillerle yansıtılıp, değişik yol ve yöntemlerle anlatılabilirler. Bu anlatım ve yansımalar sözlerle, hareketlerle, resimlerle olabildiği gibi insanların elindeki herhangi bir malzemenin kullanımıyla da olabilmektedir. Bu malzemelerden biri de insanlıkla birlikte var olan, çok eski zamanlardan beri kullanılan ve insanlığa eşlik eden kildir. Kil ile şekillendirme yapmak ilk zamanlarda içgüdüsel bir davranış olsa bile zamanla insanın zevk ve duygularına yönelik güzel ve değişik çevreler yaratma isteğini ortaya çıkarmıştır. Bu durumda biçimlendirilen malzemeler, içinde bulunulan doğa ve çevre koşullarına göre değişiklikler gösterebilir. Dolayısıyla şekillendirilen malzemeler taş, metal ve diğer türden olabildiği gibi, kolay şekillendirilebilen ve kullanılan kil de olabilir. Belirli bir üretim sürecinden geçen kil, sert ve kolayca deforme olmayan bir malzeme olan seramik haline gelir. Bu işlemde kil hammadde olarak süreçten geçmiş yapı ve özelliği değişmiştir. Yani, kil hammadde olmuş seramik ise ürün haline gelmiştir. Seramik malzeme üretiminde kil hamuruna belirli maddeler katılarak ve değişik şekillendirme yöntemleri sayesinde, kullanılan hamurun bünyesine uygun bir sinterleme rejimi uygulanarak seramik malzemeye istenilen nitelikler kazandırılabilir [1,2].

Doku ve form sanatçının eserini yaratırken oluşturduğu tasarımın estetik değerleridir. Eserin renk ve dokusu onu sıcak veya soğuk, itici veya çekici kılmakla beraber aynı zamanda anlamını da güçlendirmektedir. Renk, doku ve form birbirini tamamlayan bileşenlerdir. Sanatçı kendi beğenileri doğrultusunda yaptığı eserlere form kazandırırken kendine özgü tarzı ile emek ve zaman harcamaktadır. Hazırlanmış olan hamur ile genellikle vazo, saksı, duvar panosu oluşturan sanatçı kimi zaman seramik malzemenin ses yansıtıcı özelliğini kullanarak müzik aleti bile yapabilmektedir. Yani müzik aletlerinden objesel nesnelere, duvar plakalarından yapı gereçlerine kadar geniş bir kullanım alanına sahip olan seramik tüm ihtiyaçlara cevap verecek kadar geniş bir yelpazeye sahiptir [3]. Fakat seramik malzemelerle çalışırken karşılaşılan en büyük güçlük kırılgan bir yapıya sahip olmasıdır. Seramik sanatçıları şekillendirme üzerinde harcadıkları emek ve zaman düşünüldüğünde oluşabilecek

üretim hatalarından bile tasarımlar yapmayı denemektedirler. Ancak sinterleme sonrası oluşabilecek hataları gidermek çoğu zaman imkânsızdır.

Seramik sanatçısı Özlem Özer Ekim 2005 yılında açtığı “Ben Döngüsel Tılsımım” adlı seramik sergisini “*Seramik üç boyutlu bir sanat eseridir. İncelenirken etrafında döner, her dönüşte farklı bir açı yakalarsınız. Algılarınız değişir görünen esere farklı anlamlar yükleyebilirsiniz,*” şeklinde tanımlamıştır. Yani seramik sanatçısının bakış açısı yarattığı eserin görsel vurgularını öne çıkartmak ve izleyenin hayal gücüne odaklanmasını sağlamaktır [4]. Fakat mühendislik uygulamaları için durum biraz daha karmaşıktır. Seramik malzemeler farklı bileşimde kristal ve cam yapılı fazları içermekte ve genellikle gözenek ihtiva etmektedirler. Bu farklı yapı bileşenlerinin miktarı ve dağılımları seramik malzemelerin özelliklerini önemli ölçüde etkilemektedir [1-2,5]. Örneğin; yapıda mevcut fazların yerleşim düzenini değiştirmek, yalıtkan olan bir seramik malzemeyi iletken hale getirmekte veya bunun tersi olabilmektedir. Bu nedenle, seramik malzemelerin geliştirilmesi konusunda ana fikir, mikroyapı üzerine yoğunlaşmıştır [6].

Değişim süreci içindeki dünyamızda bilim ve teknoloji alanında baş döndürücü gelişmeler yaşanmaktadır. Çağımızın sunduğu bu gelişim ve değişim süreci her alanda mevcut olan sınırları ve standartları zorlamakta ve yeni ölçütler ortaya çıkarmaktadır. Sanayi, sanat ve tasarım için önemli olan bu gelişim süreçleri ulaşılacak noktayı belirleyici unsur niteliğindedir. Teknolojik gelişmelere ayak uyduran sanayi daha hızlı, farklı ve işlevsel üretimi yakalamakta, tasarıma yeni ufuklar açacak gelişmelere zemin hazırlamaktadır. Yaratıcı bir süreç olan tasarım için bu gelişmeleri takip etmek kaçınılmaz bir gereklilik olmuştur. Bir güçlük (problem) karşısında geçmişte edinilen bilgi ve deneyimler doğrultusunda çözüm önerilerini içeren bir ürünü ortaya koymaya yönelik düşünsel ya da maddi çalışmalar süreci olarak tanımlanan tasarım, seramik sektöründe de kendisini hissettirmektedir [7].

Çağdaş seramik sanatı, geleneksel malzeme ve üretim biçimlerinin yanı sıra gelişen teknolojilerden iletişim olanaklarının yaygınlığı nedeniyle günümüzde daha fazla yararlanma fırsatı bulmaktadır. Çağdaş teknoloji ürünlerinde kullanılan seramik hammaddeleri, biçimlendirme ve pişirim teknikleri işlevsel yenilikler sunarken aynı zamanda seramik sanatçısını seramiğin genişleyen anlam ve içeriğine dâhil

etmektedir. Bu keşif alanı seramik sanatçılarını yeni teknik ve arayışlara yöneltirken özgün sonuçlar yaratma ve paylaşma fırsatlarını da sağlamaktadır.

2. SERAMİK MALZEMELERE GENEL BAKIŞ

Seramik kelimesi, Yunanca, pişmiş toprak anlamına gelen "keramos" kelimesinden gelmektedir. İnsanoğlu yaşamını sürdürebilmek için gereksinimi olan suyu, karşılaştığı zorlukların üstesinden gelmek için de kullanmıştır. Yağmurdan sonra ıslanan ve daha sonra suyun buharlaşması sonucu kuruyan bir çeşit toprakta oluşan çukurların şeklini uzun süre koruması, insanoğluna kilin su tutma özelliği ve şekillendirilebilmesiyle ilgili fikirler vermiştir.

Ateşin keşfi ile su taşımaya yarayan ilkel kapların ısıtılması ve ateşin sönmesiyle sertleşmiş bir seramik çanağa dönüşümü insanoğlu tarafından kullanılmaya başlanmıştır. Seramik üretimi eski çağlardan beri gerçekleştirilmekte olup arkeolojik buluntular seramik üretiminin M.Ö. 6500 yıllarına tarihlenebileceğini ortaya koymuştur. İlk pişmiş seramiklere Mısır ve İsviçre’de su kenarlarında yaşayan toplumların bulunduğu bölgelerde tuğla ve plaka şeklinde rastlanmıştır. M.Ö. 6000 yıllarında, ilk çanak çömlek tipi seramiklere Anadolu’da ve yine ilk sırlı seramiklere de M.Ö. 4000 yıllarında Mısır’da yapıldığı tespit edilmiştir. Bu bölgede, keşfinden sonra Romalılar tarafından Avrupa’ya aktarılan seramik kullanım eşyaları Çinliler tarafından M.S. ilk çağlarda teknik açıdan geliştirilmiş ve porselen üretimi yapılmıştır [1].

Seramiklerin ilk fabrikasyon üretimi Almanya’da 1710 yılında, ilk porselen fabrikası ise Fransa’da üretime başlamıştır.

Japonların porselen konusundaki üstünlükleri, II. Dünya savaşından önce tüm uluslarca bilinmektedir [6]. Savaş sonrası, refrakter tuğladaki, Japon teknolojisinin gelişmesi sağlanmış ve üstün elektrik özellikleri ve ısı dayanımı üzerine çalışmalar yoğunlaştırılmıştır. Daha sonra seramikler elektronik endüstrisinde, bilgisayarlarda kapasitör, termistör, varistör, piezoelektrik gibi uygulamalarda kullanmak üzere araştırmalar başlanmıştır [2].

Günümüzde seramikler kesme uçlarından biyo-mühendislik uygulamalarına, katalitik dönüştürücülerden elektronik yalıtkan katmanlara kadar birçok önemli uygulamada

kullanılmaktadır. Seramik alanındaki bu gelişmeler geleneksel seramikler konusunda araştırma ve geliştirmeye büyük önem vermektedir.

Seramik malzemeler,

1. Yüksek sıcaklıklara dayanıklılık göstermesi,
2. Kimyasal kararlılığının yüksek olması,
3. Sert malzemeler olmaları,
4. Basma kuvvetinin yüksek olması,
5. Metallerden hafif fakat erozyon
6. Aşınmaya karşı dayanıklı olmaları
7. Sürtünme katsayılarının düşük olması
8. Oksitlenmeye karşı direnç göstermeleri
9. Hammaddelerin bol miktarda bulunması
10. Ekonomik olmaları nedeniyle tercih edilen ürünlerdir [8].

2.1 Seramiklerin Sınıflandırılması

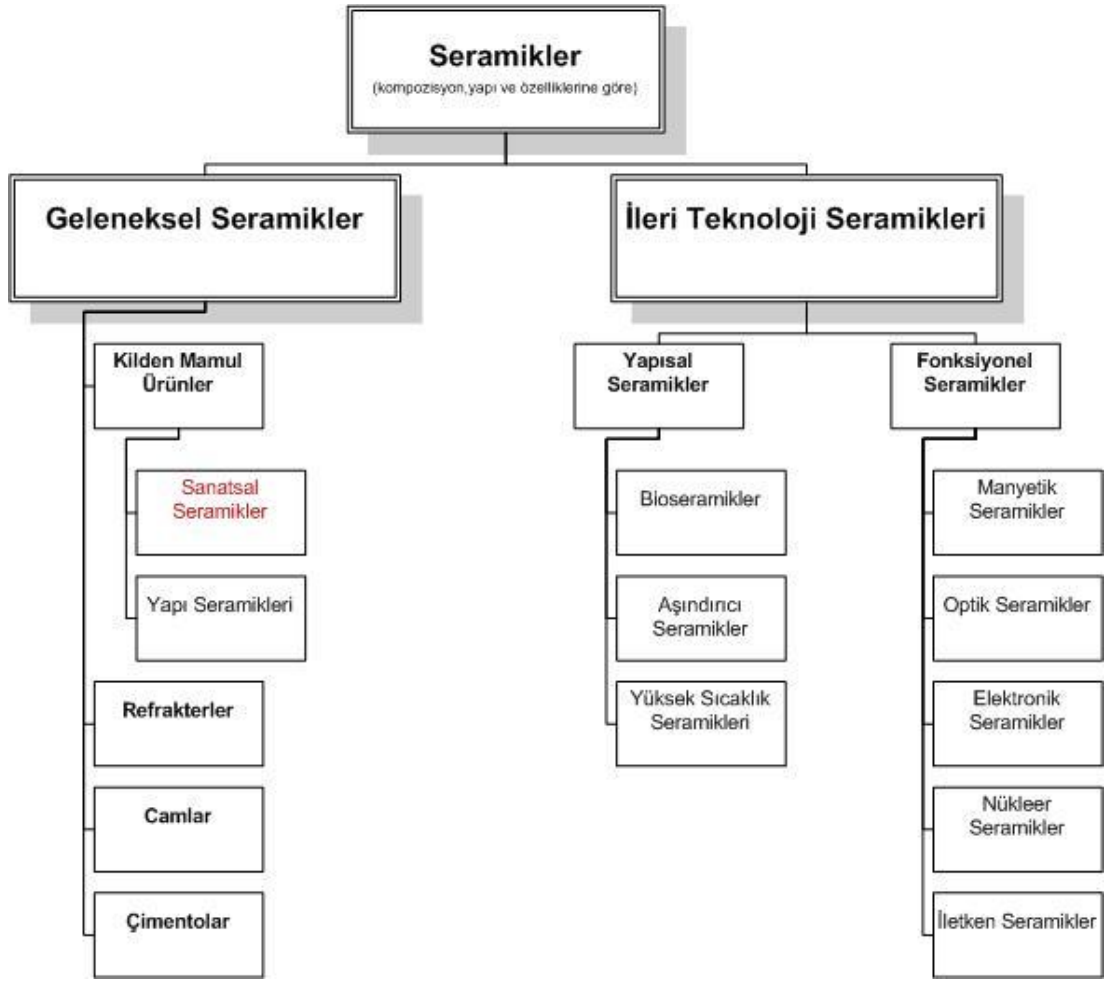
İlk seramik çanağı tesadüfen elde eden insan, önüne çıkan bu çok elverişli imkânı geliştirmeye başlamış, her geçen gün özelliklerine yenilerini ilave ederek seramiğin kullanım alanlarını geliştirerek en etkin malzemelerden biri olmaya aday gösterilir hale getirilmiştir [1].

Genel olarak tanımlandığında, seramik kapsamına metalik ve organik esaslı olmayan tüm malzemeleri almak mümkündür. Bu bakımdan özellikle doğada bol miktarda bulunan metal oksitleri başta olmak üzere silikatlar, karbürler, nitrürler, borürler, camlar, cam-seramikler ve çimento türündeki malzemeler seramik sınıfına girmektedirler. Ayrıca seramik malzemelerin kendi aralarında metallerle ve polimerlerle yaptıkları kombinasyonlarla "kompozit malzemeler" oluşturmaları mümkündür. Seramik malzemelerin ortak özelliği, bu malzemelerin atomları arasındaki bağlanmanın iyonik, kovalent ya da karma olarak ortaya çıkmasıdır. Bu güçlü bağ sınıfından dolayı seramikler genelde ısıya ve korozyona dayanıklı malzemeler olarak bilinirler [9]. Ancak bu güçlü bağların bu malzemelerde oluşturduğu kırılganlık özelliği de seramiklerin bir zaafı olarak karşımıza

çıkmaktadır. Bu malzemelerde içyapıda bulunabilecek en küçük bir hata, çatlak oluşmasına neden olur. Çatlaklar ise özellikle çekme gerilimleri altında süratle ilerleyerek malzemelerin kırılmalarına yol açar. Birçok seramik malzemede atomlar arası bağlanmadan dolayı elektronlar lokalize olarak ısı ve elektriği yapı içinde iletmezler [9,10]. Seramik malzemeleri geleneksel ve yüksek teknoloji seramikleri olarak iki ana grupta incelemek mümkündür. Geleneksel seramikler grubuna kilden mamul sıhhi gereçler, fayans, karo ve porselenler, tuğla ve kiremitler ve elektrik izolatör malzemeleri, refrakterler; camlar ve çimento malzemeleri girmektedir. Yüksek teknoloji seramikleri için ise, zaman zaman "modern seramikler", "mühendislik seramikleri", "ince seramikler", "teknik seramikler" gibi tanımlarda kullanılmaktadır. Bu grup, "yapısal seramikler" ve "fonksiyonel seramikler" ikiye ayrılmaktadır. Seramik malzemelerin üretim süreçleri önemli benzerlikler gösterirler. Her şeyden önce doğal hammaddenin öğütülmesi, işlenmesi, uygun katkılarla homojen karışımlar haline getirilmesi gerekir [8].

İnce toz halinde hazırlanan bu başlangıç malzemesinin şekillendirilebilmesi için uygun katkılarla plastik hale getirilmesi aşaması gelir. Bu aşamada geleneksel killer için su kullanılırken, modern uygulamalarda yoğunlaştırma aşamasında uçuşan organik polimer bağlayıcılar katkı olarak kullanılır [8]. Daha sonra uygulamada istenen son şekle göre (near-net shape şekillendirme aşaması için asıltı döküm (sıvı karışım gözenekli kalıplara dökülmesi ve sıvı katkının kalıptan emilerek atılması), enjeksiyon kalıplama (istenen forma göre kalıp içine malzemenin basınç altında sıkıştırılması), kuru presleme, soğuk izostatik presleme gibi tekniklerle malzeme en son formunda ortaya çıkartılır. Bu aşamadan sonra malzemenin plastikliği için katılan maddelerin bünyeden tamamen atılarak, yoğunlaşması için pişirilmesi veya sinterlenmesi, süreci başlatılır [8].

Ergime sıcaklığı altında malzemelerin pişirilmesi teknik terim olarak "sinterleme" olarak bilinir ve malzemenin yoğunlaşması, toz parçacıkların birleşmesi, kaynaması, gözeneklerin kapanması ve malzemenin büzülerek çekmesi bu süreç sırasında oluşur. Bu aşamada sonucu elde edilen malzeme küçük düzeltme, parlatma ve diğer mekanik işlemlerden sonra doğrudan uygulamaya hazır haldedir [11].



Şekil 2.1 : Seramiklerin Sınıflandırılması

2.1.1 Geleneksel Seramikler

Geleneksel seramikler üç temel bileşenden oluşan yapılardır. Kaolen ($\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$), feldspat (K_2O veya Na_2O , $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 6\text{SiO}_2$), kuvars (SiO_2), diğer minerallerin kombinasyonu neticesinde elde edilen ürünler bu sınıfta nitelendirilir. Kilin ana maddesi özsulu alüminyum silikatlar olup bileşimde küçük miktarda TiO_2 , Fe_2O_3 , MgO , CaO , Na_2O ve K_2O gibi diğer oksitler de bulunur.

2.1.1.1 Kilden Mamul Ürünler

Geleneksel seramiklerdeki kil, pişirmeyle sertleşmeden önceki işlenebilirliği sağlar ve yapıyı oluşturan ana bileşenidir. Kilden mamul ürünler sanatsal seramikler ve yapı seramikleri olmak üzere iki gruba ayrılmaktadırlar.

Sanatsal seramikler, genel anlamda toprağın ya da asıl olarak killi toprağın çeşitli aşamalardan geçirilip işlenip şekillendirilip kullanılmak üzere çeşitli eşyalar

üretimiyle elde edilen saksı, çanak, çömlek, ateşe dayanıklı pişirme kapları, porselenler, süs ve dekorasyon eşyaları ve benzeri ürünler bu gruptaki tipik uygulamalarıdır [9,12,13].

Yapı seramikleri için ise, kullanımı insanoğlunun oluşumu kadar eskiye dayanan tuğla ve kiremit, ayrıca vitrifiye seramik ürünleri olan banyo ürün ve aksesuarları ile sağlık gereçleri ve fayanslar, benzeri yapı malzemeleri kil mamullerinin tipik uygulamalarıdır.

2.1.1.2 Refrakterler

Yüksek alüminalı, silika-alümina esaslı, magnezit (%80-90 MgO, Fe₂O₃ ve Al₂O₃) krom-magnezit esaslı (%60 MgO, Cr₂O₃ ve Fe₂O₃), fosterit (%57 MgO, 54.3 SiO₂), spinel (%72 Al₂O₃, %28 MgO), süper refrakterler (%50-95 SiC, kuvarz kil), zirkon esaslı (%66 ZrO₂, %33 SiO₂) 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 uygulamaları olan seramiklerdir [13-16].

2.1.1.3 Camlar

Cam inorganik maddelerden yüksek sıcaklıklarda elde edilen bir seramik malzemedir. Cam yüzlerce değişik uygulaması ve buna uygun bileşimi olan bir malzeme türüdür. Pencere camı, ampul, TV ve bilgisayar monitör tüpleri, optik ve yemek pişirme kapları bazı uygulama alanlarıdır. [2] Pencere ve şişe camları olarak bilinen Na₂O.CaO.6SiO₂ 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 [11,13]. 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 kullanılır [11,13].

2.1.1.4 Çimentolar

Yapı tasarımında kullanılan ana malzemelerden birisi olan çimento genelde kalsiyum silikatlardan oluşan bileşimlerdir, yapıları 3CaO.SiO₂, 2CaO.SiO₂ ve bunlara ilave Al₂O₃, Fe₂O₃, MgO ve SO₃ içerir. Bu yapılarda sertleşme su ile reaksiyon sonucu

oluşan jelimsi yapının parçacıkları birbirine bağlayarak kompozit bir oluşuma yol açması ile olur [9,13]. Yüksek sıcaklık gerektiren uygulamalar için kalsiyum alüminat çimentoları veya fosfatlı çimentolar kullanılırlar [9,13]. Çimento ve benzeri malzemeler arasında kireç, alçı, doğal çimento, yüksek alümina çimentosu, puzolan çimentosu, kalsiyum alüminat çimentosu ve Portland çimentosu bulunup Portland çimentosu dünyadaki en büyük üretim oranına sahiptir. [2]

2.1.2 İleri Teknoloji Seramikleri

Saf oksitlerin karbürlerin ve nitrürlerin saf bileşenleridir. Yüksek mukavemet, rijitlik ve sertlik, aşınmaya kimyasal etkilere ve yüksek sıcaklıklara dayanıklılık, boyutlarda kararlılık gibi üstün özellikleri nedeniyle uçak ve uzay endüstrisinde son yıllarda büyük ölçüde kullanılmaktadırlar. Bazı seramikler yarı iletkenlerdir, dielektrik, piezoelektrik, manyetik ve süper iletkenlik özelliklerine sahip olduklarından elektronik endüstrisinde çok değişik amaçlarda kullanılırlar.

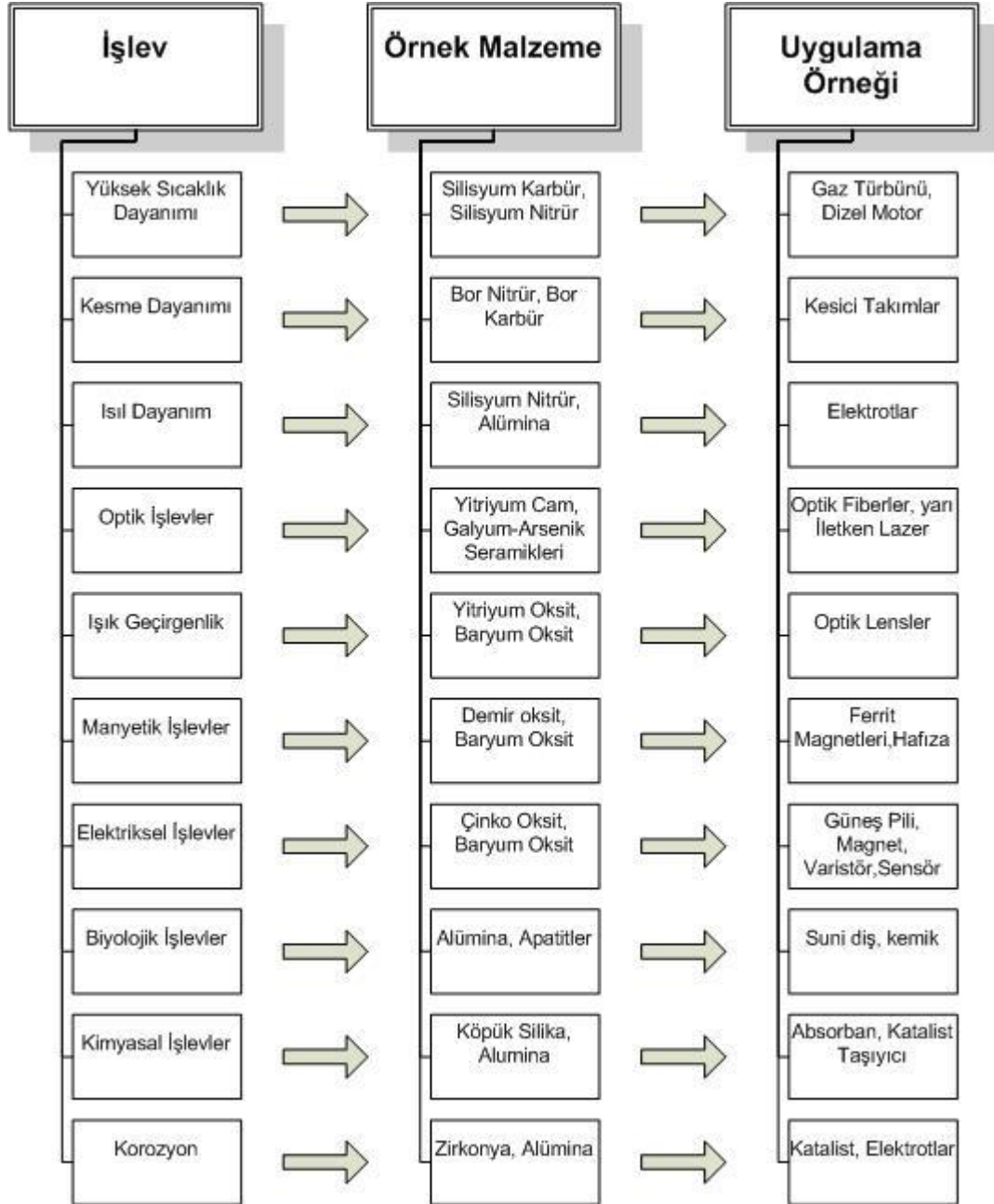
2.1.2.1 Yapısal Seramikler

Seramik malzemelerin kırılma dayanımı ve aşınma direnci gibi mikroyapısal değişkenlerin etkilenen özellikleri ile sertlik, yoğunluk, ısıl dayanım, yüksek elastik modül gibi kristal yapısı ve atomlar arası bağlanmadan etkilenen özelliklerinin önem kazandığı uygulamalarda kullanılan seramiklere "yapısal amaçlı yüksek teknoloji seramikleri" denmektedir [11]. Bu grupta özellikle Al_2O_3 , ZrO_2 , Si_3N_4 , SiC , B_4C , $C-BN$, TiC , TiB_2 , TiN , AlN gibi seramikler tek tek veya çiftli, üçlü veya daha fazla elemanların kombinasyonu ile oluşan kompozitler olarak göze çarpılmaktadırlar [2,15]. Tekstil makinelerinde kullanılan aşınmaya dayanıklı sentetik iplik kılavuzları, yüksek hızlı torna tezgâhlarında kullanılan kesici seramik takımlar, otomobillerde hızlı ivme sağlayıcı turbo yükleyici, madencilik, çimento sektörü, hafif balistik yelek ve zırhlı araç koruyucu kaplamalarda, modern aç-kapa mekanizmalı musluk, spor malzemeleri uygulamaları yapısal amaçlı yüksek teknoloji seramik malzemeleri grubuna giren örneklerden bazılarını oluşturmaktadırlar. Yapısal yüksek teknoloji seramiklerinin en önemli çağdaş kullanımlarına bir örnek olarak iç-yanmalı motorlarda uygulamaları verilebilir. Günümüzde Japonya ve Almanya'da silikon nitrür esaslı turbo-yükleyici motorların uygulanmasına geçmeye çalışılmaktadır [17].

2.1.2.2 Fonksiyonel Seramikler

Malzemelerin dielektrik, elektriksel ve ısı yalıtkanlık, manyetik ve iletkenlik gibi maddenin elektronik yapısının ortaya koyduğu özelliklerin kullanıldığı uygulamaları genel olarak "fonksiyonel amaçlı seramikler" şeklinde tanımlamak mümkündür. Seramik malzemelerin bilim ve endüstrideki araştırmaların yaygınlaşması ile bu tip malzemelerin kullanım alanları artmaktadır. Elektronik ve manyetik aygıtlarda, yüksek sıcaklıklarda veya bozunduruıcı ortamlarda metallere ve polimerlere göre önemli üstünlükleri vardır. 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 yapmak mümkündür. Bu gruba giren malzemeler yapılarına bağlı olarak çevreden algıladıkları sinyalleri elektronik yapılarında ortaya çıkabilecek değişikliklerle ortaya koyarlar [11,18]. Bu değişikliklerin tespiti ve anında ölçümü ise bize seramiklerin fonksiyonel görevlerini verir. Yine bunu örneklerle izah etmek gerekirse ZnO ve SiC gibi malzemeler enerji nakil hatlarında sistemin aşırı voltajları absorbe eden cihazları aşırı yüklenmeden korurlar. Termistör olarak isimlendirilen ve ısı ile direnç değişimi gösteren Ni, Co ve Mn oksitlerden yapılmış malzemeler 300°C 'ye varan sıcaklıklarda hassas ısı ölçümü için kullanılırlar. Otomobillerde egsoz sıcaklığının kontrol edilerek yakıt yanma oranının ayarlanması da ZrO_2 'den yapılmış algılayıcılar vasıtası ile gerçekleştirilir. Zehirleyici ve yanabilen türdeki kaçakların algılanmasında da SnO_2 , $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ ve ZnO türündeki seramik malzemelerin yarı iletken özelliklerinde faydalanılır. Optik telekomünikasyon işlemlerinde silika camında üretilmiş fiber optik malzemelerin kullanılması kabloların boyutlarının küçülmesinin yanı sıra transmisyon kalitesinin de artmasına yol açmıştır [2]. Basınç, yaşamda önemli bir etkiye sahip olduğundan hassas bir şekilde ölçümü önem kazanmaktadır. Bu amaçla seramiklerin piezoelektrik ve manyetik özelliklerinden faydalanılarak statik ve dinamik basınçların ölçümü mümkündür. Kuvars (SiO_2), baryum titanat (BaTiO_3) ve $\text{PbTiO}_3\text{-PbZrO}_3$ (PZT) bu türdeki malzemelere örnek teşkil eder. Son olarak elektronik alanında büyük öneme sahip seramik kapasitörler BaTiO_3 'nün çeşitli aşılandırma veya katkı elementleri ile karıştırılması ve yapıda olan dönüşümlerin kontrolü ile üretilmektedirler [17].

Genel olarak ileri teknoloji seramiklerinin kullanım alanları ile ilgili özet Şekil 2.2’de verilmektedir.



Şekil 2.2 : İleri Seramik Malzemeler; işlev, uygulama ve örnekler [19]

2.2 Türkiye'deki Seramik Endüstrisinin Durumu

Endüstrileşme sürecinde, “Seramik Bilimi ve Teknolojisi”, Türkiye gibi “hızla endüstrileşmekte olan” ülkeler için, temel endüstriyel atılımlar ve sıçramalar açısından önemli bir potansiyele sahiptir. Bu alanda ülkemizde ulusal bilim ve teknoloji birikimini geliştirmek üzere özellikle araştırma-geliştirme ağırlıklı faaliyetler yürütülmektedir. Bu bakımdan “Seramik” alanında ülkemizde “bilim-bazlı

yüksek-teknoloji" modeli geçerlidir. Bu alanda öncü birikimlerin üniversite ve araştırma merkezleri kapsamında olduğu bilinmektedir. Ülkemizin hammadde kaynakları özellikle Şekil 2.3'te de belirtilen bölgelerdeki kil, kaolen rezervleri, insan gücü, ülkenin uygun coğrafik konumu ve son derece güçlü geleneksel seramik endüstrisi bu konuda avantaj olarak değerlendirilmektedir [2,20,21].

Genel anlamda teknolojik gelişmeler dünya ölçüsünde "ileri teknoloji" kavramında önemli dönüşümler geçirmektedir. Bu süreçte, "bilgi" kavramının yönlendirici ve etkileyici boyutu bilimsel bulgu ve sonuçlara bağlı olarak geliştirilen malzemeleri ön plana çıkartmış ve "Malzeme Bilim ve Teknolojisini" bir jenerik teknoloji olarak ön plana çıkartmıştır. Bu kapsamda hem "Geleneksel Seramikler" hem de "İleri Teknoloji Seramikleri" açısından imalat sektörlerinin hemen hemen tümünde önemli uygulama alanları bulmuşlar ve birçok kritik özellikleriyle farklı teknolojilerde sıçrama ve atılımlara neden olmuşlardır. Bu konuda elektrik, elektronik, kimya, petrokimya, metal işleme, bilgisayar teknolojileri örnek olarak verilebilir. Bu açıdan bakıldığında ülkemiz imalat sektörlerinin rekabet düzeylerinin güçlendirilmesinde, farklı ürün geliştirilmesinde, kalitenin iyileştirilmesi, istihdam, ihracat ve katma değer yaratma hususlarında seramik malzemeler önemli işlevler görebilir [2,20,21].



Şekil 2.3 : Türkiye’de Seramik Hammadde Rezervleri [22]

3.SERAMİK HAMMADDELER HAKKINDA BİLGİ

Mühendislik seramiklerini geleneksel seramiklerden ayıran temel özellik mühendislik seramiklerinin Al_2O_3 , ZrO_2 ve Si_3N_4 'de olduğu gibi tek ya da $MgO-Al_2O_3$ ve $Y_2O_3-ZrO_2$ olduğu gibi iki veya yalnızca birkaç evreden oluşması, öte yandan geleneksel seramiklerin çoğu zaman birçok evreden oluşmasıdır. Bu farklılık her iki tür seramiğin hammaddelerinden kaynaklanmaktadır. Geleneksel seramikler doğal minerallerden oluşur. Bu nedenle geleneksel seramiklerin özellikleri değişim gösterebilir. Başlıca hammadde kildir.

3.1 Kil Tanımı

Toz parçacığı büyüklüğü $2\mu m$ 'dan küçük olanların çoğunlukta olduğu, ısıtıldığında plastik, pişirildiğinde sürekli sert kalan, hidrate alüminyum silikat minerallerinin oluşturduğu karışım olarak tanımlanabilir [23].

3.2 Killerin Oluşumu

Killer; olduğu ana kayaçla aynı yerde olabileceği gibi, ana kayaçtan su ile başka bir yere taşınıp çökelmiş halde de bulunabilirler. Killer oluşumlarına göre iki gruba ayrılırlar. Taşınmamış killer birincil kil, taşınmış killer ise ikincil killerdir.

3.2.1 Birincil Killer

Çok miktarda kuvars ve feldspat içeren volkanik kayaların, hava, yer altı suları, bitki kökleri, CO_2 , SO_3 , termal parçalanma, don ve aşınma gibi etkilerle değişime uğramasından oluşan saf killerdir [2,5]. Kristal yapısı, kaolinittir ve diğer kil minerallerini genelde içermezler. Saf oldukları ve renklendirici oksitleri içermedikleri için pişme rengi beyazdır ve porselen yapımında beyazlık ve geçirgenlik gibi özellikleri elde edebilmek için kullanılır.

3.2.2 Sedimenter Killer

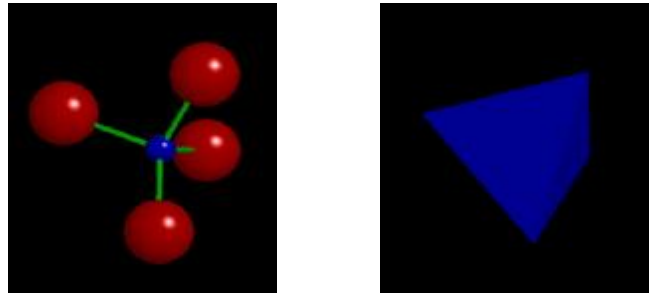
Killerin oluřtukları yerlerden taşınması, taşındıkları yerlerde suların çekilmesi ve çökmesi ile bazı değışikliklere uğraması sonucu oluřurlar. Değışik miktarlarda safsızlık içerirler. Kaolinitiklerdir ancak kristal boyutları daha incedir ve bu yüzden de birincil killere göre ham mukavemetleri daha iyidir [2,5]. Taşınma esnasında sadece su yüzeyinde kalabilen çok ince plakalar çökelmeden taşınabildiğİ için, içerdikleri safsızlıklar da ince boyutlardadır. Bu nedenle çöktürme yöntemi ile rafine etmek çok zordur. Sedimenter killerde temel safsızlık kuvarstır ve bazı killerde toplam silika miktarı % 80'e kadar çıkabilmektedir ki bunun anlamı % 60'ın üzerinde serbest kuvars varlığını gösterir. Bu tip killerin silika içeriğine göre plastisiteleri, mukavemet değeri ve kuruma küçülme değeri değışir. Refrakter killer de sedimenter kil grubuna dâhil olup alkali ve toprak alkali içerikleri düşük olduğundan daha yüksek refrakterlik özellikleri gösterirler [2,5].

3.3 Kil Mineralleri

Temel yapı birimleri için, en düzenli kristal yapıya sahip kil minerali olan kaolinit iki farklı yapı biriminden oluřur.

- Dört yüzlü (tetrahedron) Birim
- Sekiz yüzlü (oktahedron) Birim

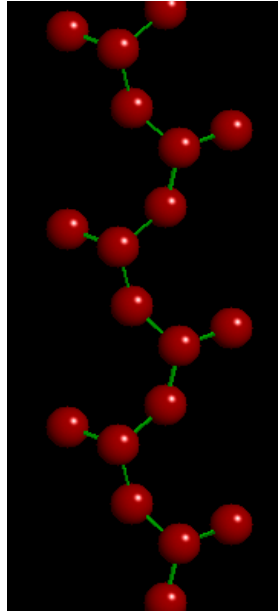
Tetrahedron birim, geometrik şekli düzgün dört yüzlü olup, merkezde silisyum atomu, köşelerde ise merkez atomundan eşit uzaklıkta oksijen ya da hidroksil iyonlarının yer alması ile oluřmaktadır [24]. Silika tabakasında her bir Si iyonu tetrahedral koordinasyonunda dört oksijen iyonu ile çevrelenmiştir. (Şekil 3.1)



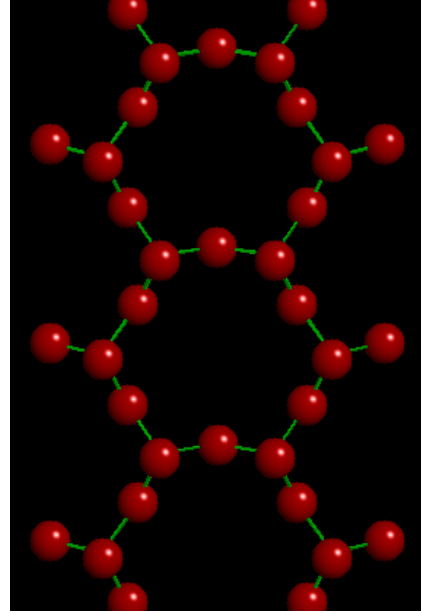
Şekil 3.1 : Kil mineralinin Tetrahedron Birimi [2]

Oktahedron birim, ise geometrik şekli düzgün dört yüzlü olup, merkezinde alüminyum iyonu köşelerinde ise oksijen ya da hidroksil iyonlarının yer alması ile oluşmaktadır.

Şekil 3.2 ve Şekil 3.3'te gösterildiği gibi tetrahedron ya da oktahedron birimlerinin bir araya gelerek zincir ve tabaka yapısı oluşturması ile kil yapısı tamamen oluşur. Çoğu zaman tabakalı yapının istiflenmesinde görülen düzensizlikler hammaddenin özelliklerini belirler.

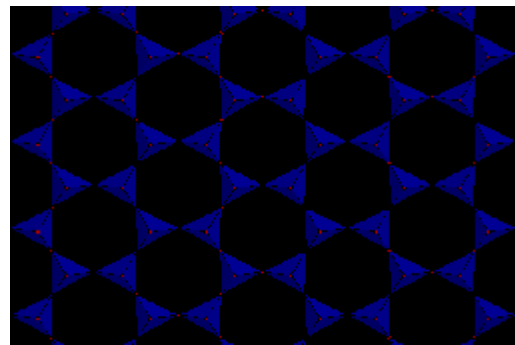
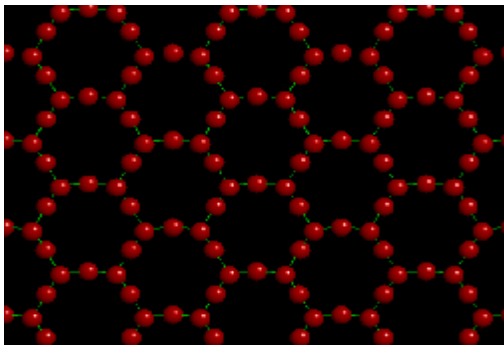


(a) Tekli zincir $[\text{Si}_4\text{O}_{11}]^{4-}$



(b) Çiftli zincir

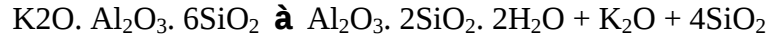
Şekil 3.2 : Kil Minerallerinin Zincir Yapısı [2]



Şekil 3.3 : $[\text{Si}_2\text{O}_5]^{2-}$ Tetrahedron tabakası–(Filosilikatlar) [2]

Kilin ana kayası jeolojik devirlerde oluşmuş olan feldspatlardır. Feldspatik kayalar (granit, gnays, forfir) çeşitli jeolojik devirlerde jeolojik ve fiziki şartların etkisi ile yer yer değişime uğramıştır. Feldspatın (K_2O , Al_2O_3 , 6SiO_2) kaolinizasyonu ile oluşan kaolinit (kaolen yatakları) zaman içindeki doğa şartları özellikle yağmur ve

sel suları ile karşılaştığında tanecikler su ile beraber taşınarak arazi içindeki çukurlara dolmuş ve bu noktalarda zamanla çökelerek kil yataklarını oluşturmuştur. Bu killere sedimenter killer denilmektedir.



Feldspat → Kaolinit (3.1)

Kil, kaolen ile aynı kimyasal yapıya sahip bir kaolinittir ve hammaddesinin genel görünümü Şekil 3.4'te gösterilmektedir. Kilin kaolene göre farkı, kaolenden ayrılan tanelerin su ile sürüklenip toplanması sırasında tanelerin incelmesi ile kil plastiklik özelliği kazanarak şekillendirilme için önemli bir rol oynamasıdır. Taşınma sırasında geçilen yollar ve yataklardaki anorganik ve bitkisel maddeleri de birlikte sürükleyerek taşımaktadırlar. Böylece bünyesinde, metal oksit, karbonat, sülfat, kömür ve humus gibi yabancı maddeleri de taşıyan killerin kalite ve renkleriyle ilgili sorunlarla karşılaşmaktadır. Madensel tuzlar kilin reolojik özellikleri üzerine etki ederler. Sülfatların pişme sırasında olumsuz etkisine karşılık organikler belli bir miktarda kaldığı sürece killerin döküm özelliklerine olumlu yönde etkisi olur [2,5,25].



Şekil 3.4 : Kaolinit Hammaddesinin Genel Görünümü [26]

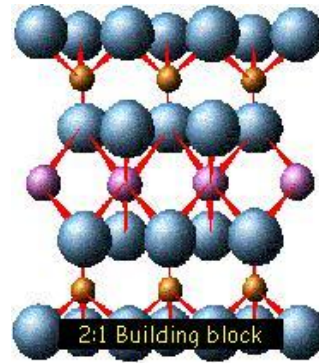
Doğadaki killer değişik bölgelerde bulunmalarına ve değişik zamanlarda oluşmalarına göre farklılıklar gösterirler. En önemli kil minerali olan kaolinit ($Al_2O_3 \cdot 2SiO_2 \cdot 2H_2O$)'in klasik formülüdür ve kısaca feldispatik kayaların hava ve su içeren ortamlarda zamanla bozunması sonucu oluşmuştur şeklinde tanımlanır.

Montmorillonit de diğer bir ana kil mineral grubudur. Silika/alumina oranı kaolinitin iki katı kadardır ve $(OH)_2Al_2(Si_2O_5)_2$ yapısal formülü ile ifade edilir. Montmorillonit teorik formülünden sapmalar gösterebilir bunun sebebi de Al iyonlarının tetrahedral

koordinasyonundaki Si iyonları ile ve/veya Mg, Fe, Zn, Ni, Li iyonlarının oktahedral koordinasyonundaki Al iyonu ile yer değiştirmesidir. Bu tür katyon değişimleri latis içerisinde yük dengesine sebep olur ve bu yük dengesi Na, Ca gibi değiştirilebilir katyonlarla dengelenir. Ayrıca killere beraber mika (muskovit, biotit, illit) ve klorit gibi tabaka yapılı silikalar da birlikte bulunabilir. Mika grubu minerali olan muskovitte yük dengesini sağlamak için tabakalar arasında K^+ iyonları bulunur. İllit ise temelde ince taneli yapıya sahip bir tür muskovittir ve yapısındaki K^+ iyonlarının bir kısmı zayıf bir şekilde bağlı H_2O ve H_3O^+ ile yer değiştirmiştir [1,2,5].



(a) Kaolinit (phyllosilicates) 1.1



(b) Montmorillonit (phyllosilicates) 2.1

Şekil 3.5 : Kaolinit ve Montmorillonit Kristal Tabakaları

Montmorillonit minerali içeren kil grubunun genel adıdır. Kaolinit minerali ile karşılaştırılmalı olarak kristal yapılarının şematik gösterimi Şekil 3.5'te verilmiştir. Sulandırılmış kilin çökmesi, plakaların yüzmesi ve negatif elektrik yükü olması nedeni ile birbirlerini itme özelliklerinden dolayı zor olur. Bu tip killerin bu özelliği ile sulu seramik çamurlarında süspansiyon malzeme görevi de görürler ve kendileri yavaş çökerken diğer kolay çöken ağır malzemeleri de taşıyarak karışımın çökmesini geciktirirler. Volkanik küllerden oluştuğu öne sürülen bentonitler, tane boyutu küçük olduğundan yüksek plastikliğe ve kuru mukavemete sahiptirler. Ancak yüksek kuruma küçülmesi ve bahsedilen yük dengesinden dolayı oluşan deflokulasyon özelliklerinden dolayı tercih edilmezler [1,2,5].

3.3.1 Killerin Fiziksel Özellikleri

3.3.1.1 Killerde Tane Boyutunun Önemi

Killer tanelerinin inceliği oranında plastiklik kazanırlar. Kaolinit 0,1-2 μm arasında değişen plaka şekilli kristallerden oluşan ve genelde bu kristallerin birbiri üzerine tabaka halinde dizilmiş olduğu yapılardır. Ancak su içerisinde dağıtıldıklarında her

bir plaka serbest hale kolaylıkla geçer. Tanelerin bu derece küçük oluşu ve plaka yapısı onlara bilinen plastiklik özelliğini verdiği için tane boyutu şekillendirme için çok önemli bir faktördür [1,2,5,27].

3.3.1.2 Plastiklik Özelliği

Killerin reolojik özelliklerinin su içeriği ile değiştiği bilinmektedir. Killerin şekillendirilebilmeleri için, üretilecek seramik malzeme türüne göre değişik nicelikte su içermelidir. Su miktarının değişimi, kil hamurunun katı ve akıcı haller arasında değişik kıvamlar kazanmasına neden olur. Kildeki su miktarının azalması kilin katılaşmasını, su miktarının artması ise kilin akıcı duruma gelmesini sağlar. Buna kil hamurunun kıvamı denir.

3.3.1.3 Soğurma(Absorption) Özelliği

Killer; içerdikleri minerallerin nitelik ve niceliğine bağlı olarak gözenekli yapıdadırlar. Gözenek duvarlarının alanı, killerin yüzey alanından çok büyüktür [24]. Montmorillonit kil minerali diğer kil minerallerine göre daha yüksek yüzey alanına sahiptir. Yüzey alanının büyük kısmını mikro ve mezo gözenek duvarları oluşturmaktadır. Bu özelliğinden dolayı soğurma kapasitesi oldukça yüksektir [1,2,5,24,27].

3.3.1.4 Reolojik Özellikler

Seyreltik kil süspansiyonları Newtonian akış gösterir. Seyreltik olmayanlarda ise akış plastiktir. Örneğin bentonit oranı % 1'e (w/w) kadar olan süspansiyonların viskozitesi, suyun viskozitesinden çok farklı değildir. Tanecik boyutunun düşmesi ile montmorillonit oranının viskozite üzerine etkisi artar. Reolojik özelliklerde kilin tipi de önemlidir [5].

Reolojideki değişim;

- Kil oranı,
- Tanecik boyutu,
- Kilin tipi,
- Toz parçacık şekli ile de ilgilidir.

Kil teknolojisinde özellikle sondaj çamuru teknolojisinde, floküle (kenar yüzey etkileşimi) kil süspansiyonlarının akıcılığını sağlamak için bazı kimyasal maddeler

kullanılır. Bu kimyasal maddeler; inorganik tuzlar, alkaliler ve organik bileşikler olabilir [1,2,24,27].

3.4 Kil Minerallerinin Isıtılması Sonucu Oluşan Reaksiyonlar

İnorganik maddelerin bir tür ısı işleminden geçerek pişirilmeleri seramik malzemeleri oluşturur. Hammaddesi ne olursa olsun pişme işleminden geçmeyen bir ürün için seramik tanımlaması yapılması doğru değildir. Pişme sırasında seramik ürünler bünyesinde oldukça karmaşık bazı kimyasal değişim ve gelişimler oluşur.

3.4.1 Fiziksel Su Kaybı

Kil mineralleri sahip oldukları kristal yapı ve tane boyutlarına göre bulundukları bünyelerde farklı oranlarda fiziksel su tutabilirler. Fiziksel suyun miktarı ve uzaklaştırılma sıcaklığı, kil mineralinin yapısı hakkında bilgi verir. Genelde fiziksel su kaybı 100°C civarında olur. Bu aşamada buharlaşan su miktarı temelde kilin tane boyutuna bağlıdır. Daha ince tane boyutuna sahip killer bünyelerinde daha fazla fiziksel su tutar. Bazı kil minerallerinde tabakalar arasında kalan su absorplandığı için suyun dışarı çıkarılması zordur ve yüksek sıcaklıklar gerektirir [2,5,28].

3.4.2 Kimyasal Su Kaybı

Kil minerallerinin içerdiği kristal su, sıcaklık yükseldiğinde kristal yapıdan uzaklaşmaya başlar. Kristal suyun uzaklaştırılması genelde hızlı bir reaksiyon değildir ve sıcaklık artış oranına bağlı olarak belli bir sıcaklık aralığında gerçekleşir. Kaolinit kristal suyu 420°C civarında atmaya başlar, fakat tamamen uzaklaşması çok uzun bir süreye yayılabilir fakat 550°C civarında yaklaşık yarım saat içinde kristal suyunu atmış olur. Uzaklaştırılan kristal suyu miktarı, kilin kristal yapısına ve latisteki hidroksil iyonu miktarına bağlıdır.

Kristal suyun bünyeden uzaklaştırılması Diferansiyel Taramalı Kalorimetre (DSC) analizinde büyük bir endotermik pik verir ve bu pik killerin tanımlanmasında kullanılabilir. Örneğin; kaolinitik bir kil eğer montmorillonit içeriyorsa 680°C civarında bir endotermik pik gözlemlenir. Benzer şekilde, mika içeriyorsa 850°C civarında bir endotermik pik gözlemlenir. Kompozisyonun bozunması sonucu oluşan ürün oksit bileşenlerinden oluşan bir karışımdır ve meta-kaolin olarak adlandırılır. Dehidratasyon sırasında meta-kaolin oluşumu sonucu tabakalar arası kanallar kapanır

ve bir miktar OH⁻ içeride kalır. Bu durumda OH⁻ iyonlarının uzaklaştırılması için daha yüksek sıcaklıklar gerekir [2,5,28].

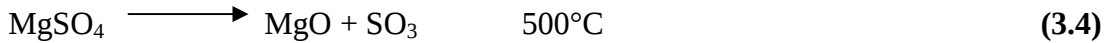
3.4.3 Karbonatların Ayrışması

Kil minerali içinde bulunan karbonat, sülfat gibi diğer mineraller de sıcaklık etkisi ile bozunmaya başlarlar. Karbonatlar da bağımlı olduğu metal oksit cinsine göre bozunup metal oksitler ve CO₂'ye dönüşürler.



3.4.4 Sülfatların Bozunması

Seramik hammaddelerin içinde bulunan sülfatlar, pişirme esnasında çıkan sülfür gazlarının toprak alkali içeren mineraller ile reaksiyonu sonucu oluşabilirler. 500°C ile 1000°C sıcaklık aralığında bozunurlar.



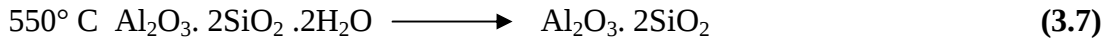
Açığa çıkan SO₂ gazı fırın atmosferinde yoğunlaştığı zaman sır yapısını etkileyerek bozulmalara sebep olur.

3.4.5 Organiklerin Yanması

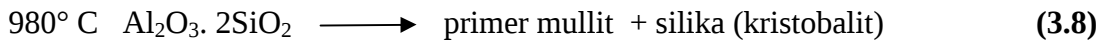
Karbon içerikli organik maddeler oksitlenerek gaz halde yapıyı terk eder. Yapıda bulunan organikler, pişirmenin erken aşamalarında uzaklaştırılmazlar ise, camsı faz oluşumu ile gözenekleri kapatabilir ve havanın iç kısımlara girmesini engelleyebilirler. Fakat bu durumda yapıda bulunun karbon yanmamış olur bu da kullanım sırasında çatlak oluşumuna sebep olabilir. Bu tür durumlarda sıcaklık yavaş yükseltilmeli ve özellikle 300 ile 800°C arasındaki sıcaklıklarda fırın içerisindeki hava sirkülasyonu sağlanmalıdır.

3.5 Kristal Faz Dönüşümleri

Seramik bünyede sinterleme işlemi gerçekleşirken, kil ve kaolinlerin bünyesinde de çeşitli reaksiyonlar gözlemlenmektedir. Kaolin 500°- 600°C arasında kristal suyunu kaybederek meta-kaolin haline dönüşür. Bu DSC eğrilerinde endotermik bir pik verir.



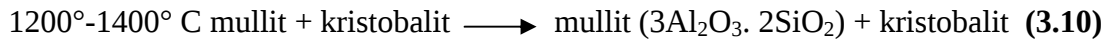
(endotermik reaksiyon)



(ekzotermik reaksiyon)



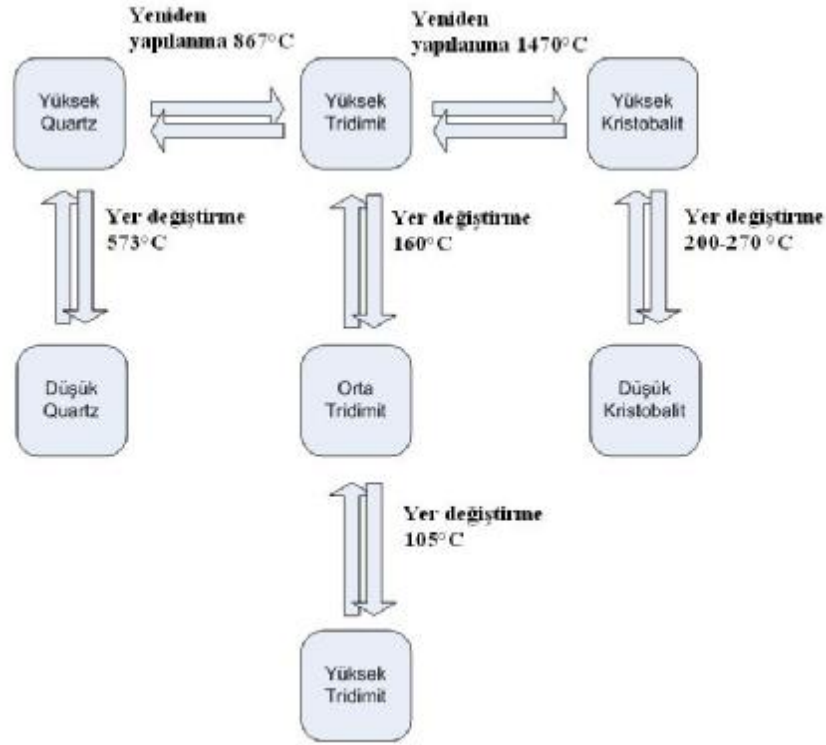
(ekzotermik reaksiyon)



Sıcaklık yükseldikçe kil ve kaolinden dolayı mullit yüzdesi giderek artar. Mullit kristalleri iğnesel şekillerde olup, birbirleri içine girerek seramik bünyeyi mekanik açıdan güçlendirir. Mullit kristallerinin kısmen esnek yapıda olması, seramik bünyenin darbeler karşısında kolay kırılmayacak dayanıma ulaşmasını sağlar.

Silikanın kuvars ya da flint formu, seramik bünyelerde dolgu maddesi olarak yaygın şekilde kullanılmaktadır. Bir bünyede bulunan silika, kurutma esnasında su kaçışı için boşluklar sağlayarak kurutmayı kolaylaştırır ve kurutma küçülmesini ve plastisiteyi azaltır. Aynı zamanda pişmiş bünyenin rengini (beyazlığını) kontrol etmede kullanılır. En önemli fonksiyonlarından biri de, bünyenin termal genleşme katsayısını kontrol etmesidir. Silika, camsı halde çok düşük termal genleşmeye sahiptir ancak bünyede bulunan serbest silika, bünyenin termal genleşmesini ve dolayısıyla sır ile uyumunu ve çatlak dayanımını kontrol eder. Çünkü serbest silikanın termal genleşmesi cam içindeki silikadan çok daha yüksektir [1,2,5].

Silikanın temelde üç kristal formu vardır: kuvars, tridimit ve kristobalit ve Şekil 3.6'da olduğu gibi dönüşüm gösterir.



Şekil 3.6 : SiO₂ Kristal Faz Dönüşümleri [2,5]

SiO₂ seramik bünye içerisinde daha kararlı olup, kolaylıkla bozunmaz. Ancak SiO₂ karşılaştığı ısı değişimlerine bağlı olarak kuvars, tridimit ve kristobalit kristallerine dönüşürler. Bu dönüşümler yeniden yapılanma ya da yer değiştirme reaksiyonları şeklinde olup, ısınma ve soğuma sürecinde dikkatli olmayı gerektiren hacimsel değişimleri oluştururlar.

$\alpha \rightarrow \beta$ -kuvars, $\alpha \rightarrow \beta$ -kristobalit ve $\alpha \rightarrow \beta$ -tridimit dönüşümleri yer değiştirme dönüşümleri olup latiste atomların yerleri fazla değişmeden ufak geometrik değişimler sonucu $\alpha \rightarrow \beta$ dönüşümleri olmaktadır. Ancak kuvars, tridimit ya da kristobalit dönüşümü yeniden yapılanmayı içerdiği için, bu dönüşümler çok daha yavaş gerçekleşmektedir. Kristobalit ve kuvars dönüşümleri sırasında boyutsal değişimler gerçekleşir.

Bu dönüşümler çok hızlı olmakla birlikte yüksek hacimli bir bünyede bu tür ani hacim değişiklikleri çatlamalara sebep olabilir. Bu nedenle dönüşüm sıcaklıkları daha kontrollü bir pişirme işlemiyle geçilebilir [2,5].

4. SERAMİKLERİN ÜRETİMİ

Geleneksel ve ileri teknoloji seramiklerinin çoğunda tozlar ya da partiküller bir araya sıkıştırılarak şekillendirildikten sinterleme sonucu elde edilirler. Seramiklerin üretiminde ana adımlar toz hazırlama, şekillendirme veya döküm, kurutma ve sinterleme proseslerinden oluşur.

4.1 Toz Hazırlama

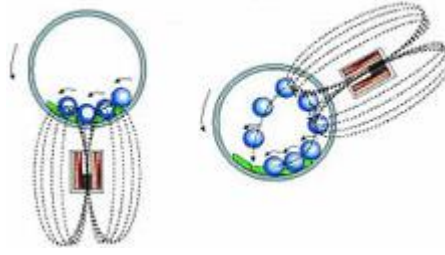
Çoğu üretim yöntemi için seramik tozlarının ortalama boyutu küçük ve dar olmalıdır. Belirli ön işlemlerden geçmiş fakat belirli bir tane boyutuna ulaştırılmamış ise temel olarak sırasıyla;

- Kırma
- Öğütme
- Eleme işlemleri uygulanarak istenilen tane boyutuna ulaşmış tozlar kullanılmaya hazır hale getirilir.

Genellikle fabrikalarda greyderler tarafından besleme yapılan bunkerlerden bantlar vasıtasıyla gelen hammadde yatay fırınlarda kurutulmaktadır. Hammaddenin cinsine ve mevsim koşullarına göre fırın sıcaklığı 60°C ile 130°C arasında değişmektedir. Kurutulan ve nemi uzaklaştırılan hammadde elevatör sistemle yukarı çıkarılmakta ve üst elek denen 1. eleğe ulaşmaktadır. Üst elekten geçen hammadde seperatöre gelir. Seperatör (ayırıcı) siklon denen bir sistemle çalışır. Siklon koni biçimli bir yapı olup üstten gelen hammaddeyi girdap biçiminde çevirerek ağır malzemenin aşağı düşmesini, hafif malzemenin yani tozlarında hava kapanları tarafından emilmesini sağlayarak çok ince tozları ayrıştırmakta kullanılır. Siklonun dönüş hızı malzemenin inceliğini belirler. Dönüş hızı arttıkça elde edilen malzeme daha ince taneli, azaldıkça daha kalın taneli çıkar. Bu sistem sayesinde elde edilen malzemenin tane boyutuna da müdahale edilebilir.

Öğütme kaba tanelerin yüzeyinden malzeme eksiltilmesi ve tanelerin kırılarak ufalanması işlemidir. Öğütme sırasında yüzey enerjisi artar ve tanelerin kalıcı şekil

değişimi sağlanır. Genellikle taneler ufalandığında elde edilen parçacıklar daha çabuk topaklanır. Topaklanma da şekillendirme ve daha sonraki sinterleme esnasında hatalara yol açabileceği için, öğütme esnasında yok edilmesi gereken bir sorundur. Bu nedenle, öğütme yoluyla elde edilebilecek tane boyutu sınırlıdır. Öğütme için önemli parametrelerin başında öğütme kabının büyüklüğü, açısal hız, top-toz oranı ve öğütücü bilyelerin boyutu bulunur. Öğütme süreçleri sırasında gerçekleşen karıştırma temsili olarak Şekil 4.1’de gösterilmektedir.



Şekil 4.1 : Öğütme Sırasında Karıştırmayı Gösteren Mekanizma [29]

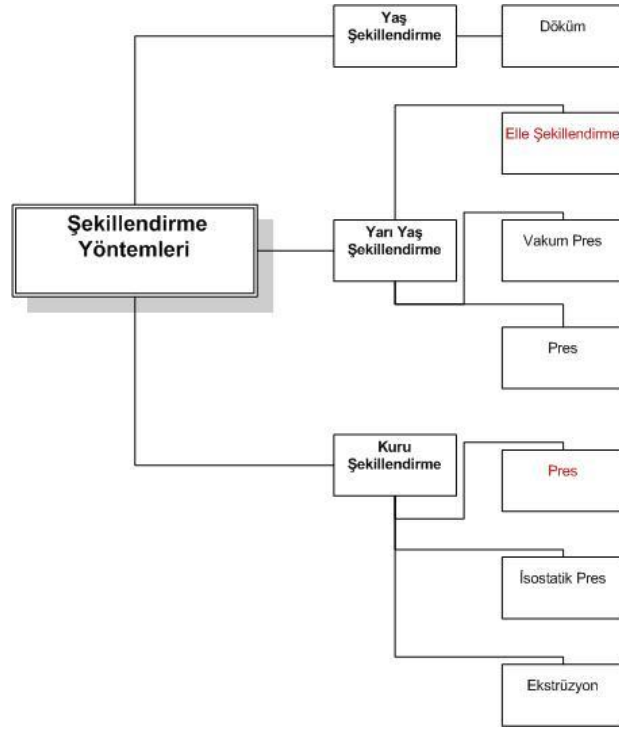
Elde edilen ve istenilen tane boyut aralığındaki tozlar karışım hazırlamak için tartılarak değirmenlere gönderilir. Homojen karışım sağlanması için belirli sürelerde karıştırma işlemine tabi tutulan tozlar kuru, yaş ya da yarı yaş yöntemler ile karıştırılabilir.

4.2 Şekillendirme

Seramik ürünler kullanım amaçlarına uygun olarak çok çeşitli şekillerdir.

- Düz plaka (fayans yer karosu)
- Şekli plaka (kiremit, tuğla)
- Blok tuğla (dikdörtgen küp tuğla)
- Şekli tuğla
- Ağzı dar, içi boş kaplar (vazo, testi vb.)
- İçi boş gereçler (elektroporselenler)
- Silindir ve boru şekilli gereçler

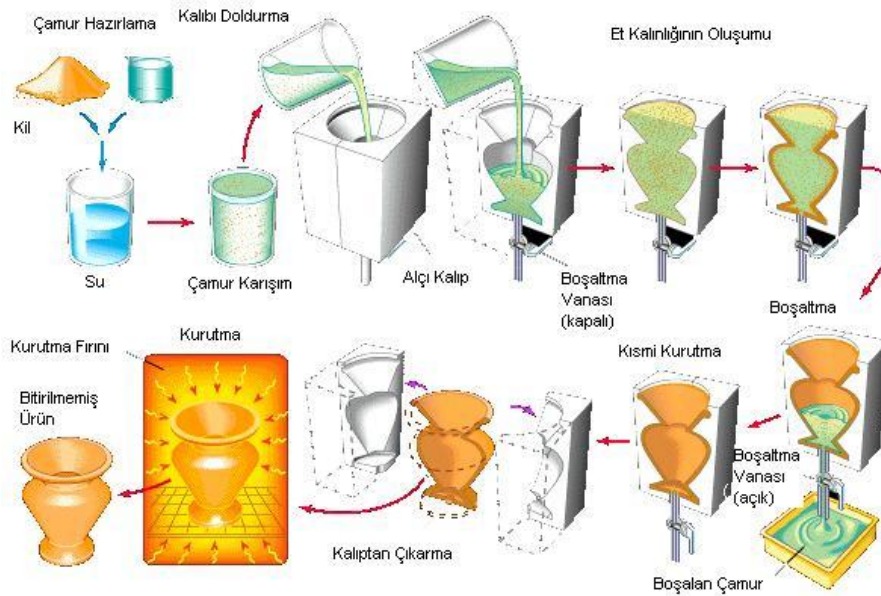
Bu çok çeşitli seramik ürün tiplerinin şekillendirilmeleri içinde çeşitli teknik yöntemler bulunmaktadır. Bu yöntemler seramik hamurunun özelliğine göre üçe ayrılır. Şekillendirilme yöntemlerine ait şematik gösterim Şekil 4.2’de verilmektedir.



Şekil 4.2 : Şekillendirme Yöntemlerinin Şematik Gösterimi [1,2,27]

4.2.1 Yaş Şekillendirme

Yaş şekillendirme sırasındaki süreçler şematik olarak Şekil 4.3’de verildiği üzere, sulu haldeki seramik hamuru, su emme kabiliyeti olan bir kalıp içine dökülerek elde edilir. En uygun kalıp malzemesi alçıdır. Tabiatta bol miktarda bulunan kolay kalıp malzemesi haline getirilebilen ve porları nedeni ile iyi bir su emici olması nedenleri ile tercih edilmektedir [2,27].



Şekil 4.3 : Yaş Şekillendirme ile Üretimin Şematik Gösterimi [30]

4.2.2 Yarı Yaş Şekillendirme

Elle şekillendirme ve vakum preste şekillendirme olarak iki gruba ayrılmaktadır. Seramik teknolojisinde yoğunlaştırma, bir üründe olası en iyi özellikleri elde etmek için gözeneksiz bir yapı elde etmek olarak tanımlanabilir. Seramik parçalar çeşitli üretim öncesi aşamalardan geçirilerek şekillendirilme için hazırlanır. Çoğu üretim yöntemi için seramik tozlarının ortalama boyutu küçük olmalı ve tozların boyut dağılımı da dar olmalıdır. İstenilen özelliklerde toz elde etmek için yüzey büyütme yani öğütme, eleme, ayırma işlemleri uygulanır. Elle şekillendirilme için hazırlanmış olan tozlar belirli miktarda bağlayıcı ile karıştırıldıktan sonra hamur kıvamına getirilir.

Elle şekillendirme düz plaka (pano) yapımı ve çömlekçi tornasında hazırlanabilir. Düz plaka (pano) yapımında, hamur kıvamında olan çamur karışımının bağlayıcı (su) miktarı fazla ise alçıda bekletilerek bu işlem için ön hazırlıkları yapılır. Sulu çamur alçıda bekletildiğinde alçı yüzeyindeki porlar suyu emerek çamurun belli bir sertliğe ulaşmasını sağlar. Hamur kıvamındaki çamura istenilen şekil verildikten sonra bünye kurumaya bırakılır. Kuruma kontrollü olarak izlenir ve çatlak oluşumu engellenmeye çalışılır.

İnsanoğlunun ilk mekanik şekillendirme cihazı, seramik çömlekçi tornasıdır. Çömlekçi tornası ile şekillendirmeye ait gösterim Şekil 4.4'te verilmektedir. Yere paralel olarak döner bir tabla üzerinde homojen hale getirilmiş yarı yaş hamurun yerleştirilip merkezkaç kuvvetinin etkisi ile elle merkeze taşınmaya çalışılan hamur, parmak ve avuç ile bir silindir oluşturulmasını amaçlar. Dönmeye devam eden yumuşak silindir parmaklar arasında sıkılıp gevşetilerek genellikle simetrik formlar yaratılabilir. İstenilen form elde edildikten sonra döner tabla durdurulur ve tabla üzerinde hamur alttan tel ile kesilerek kurutmak için bir başka yere alınır [1,27].



Şekil 4.4 : Çömlekçi Tornası ile Şekillendirme Örneği

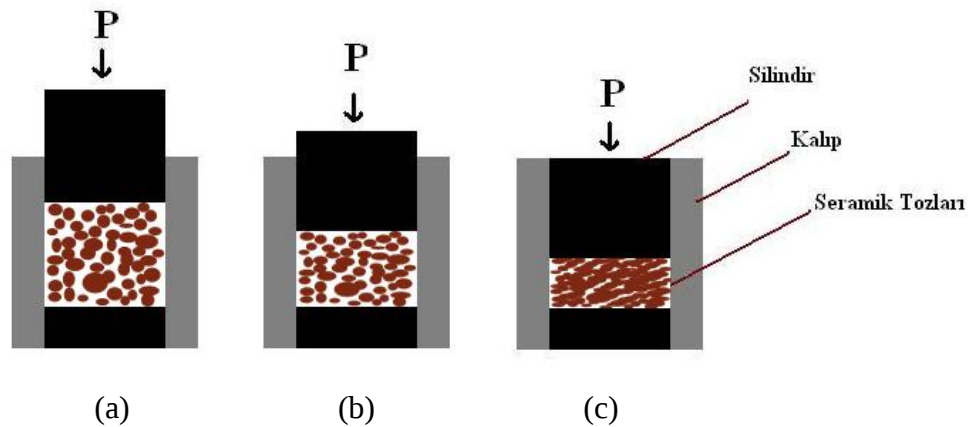
Tuğla, delikli tuğla, dış kaplama plakaları, pis su boruları, teknik tüp, tabak, kâse ve çubuklar gibi ürünler yatay ve dikey çalışan vakum preslerde şekillendirilir. Yeteri kadar rutubetlenirilmiş hamur, vakum pres içinde homojen bir rutubete getirilirken içindeki hava da vakum odasına alınarak presin çıkışına kadar itilir. Basınç altında kalıplarda geçen yarı yaş hamur istenilen şekli alarak vakum presten çıkar [1].

4.2.3 Kuru Şekillendirme

Toz şeklinde bulunan seramik bünyeler basınç uygulanarak kalıplarda şekillendirilebilir. Bu proses tamamıyla kuru olabileceği gibi yarı kuru da olabilir. Yarı kuru veya toz presleme daha az su ve daha fazla basınç gerektiren metot olmaktadır. Bünyelerde plastik kil olup su takriben % 10-15'tir. Yeterli basınç altında plastik şekillendirme kalıpta çukurlar meydana getirir. Preslenen parçalar kırılabilir olup, bünye kalıptan çıkarılır. Bünyede bu sırada hâlâ kuru çekme mevcut olup sabit ağırlığa ulaşana kadar beklenir. Kuru preslemede % 4'e kadar su olmakla beraber bünyede mevcut suyun oluşturduğu plastisite özelliğinin kullanımı olmamaktadır. Uygun yağlar ve bağlayıcılar sayesinde plastisitesi olsun veya

olmasın tüm hammaddeler kuru preslenebilir ve sinterlendiğinde sertleşir. Kuru preslenen seramiklerin kuru çekmeleri yoktur veya çok azdır. Böylece kuruma zamanı düşmektedir. Bu metot ile şekillendirmede ölçü hassasiyeti yüksektir. Basınç altında bünyede hiçbir akış olmadığı için presleme olmadan önce kalıptaki tozların homojenizasyonu ve kalıbın parçaları arasındaki fazlalık olmaması gerekir. Kuru veya yarı kuru presleme tek eksenli pres ya da eşbasıncılı pres kullanılarak yapılabilir. Bu çalışmada tek eksenli pres kullanılmıştır [1,2,27].

Tek eksenli kuru preslemenin çalışma prensibine göre, bünyeler yaş veya kuru öğütmeyle ve karıştırma ile hazırlanır. Tozlar Şekil 4.5'te gösterildiği gibi bir kalıba doldurulur ve bir veya iki uçtan sıkıştırılır. Kuru preslemenin aşamaları tanelerin kayması ve yeniden yerleşmesi, ufalanma ve boşlukların ortadan kaldırılmasıdır. Seramik malzemelerin büyük çoğunluğunda, bağlayıcı bulunmadığı zaman plastik şekillendirme söz konusu değildir. Bu yüzden gözenekler ve taneler arası boşluklar üçüncü aşamaya kadar direnir. Uygun bağlayıcılar tozlara biraz plastik şekillendirilebilirlik sağlar ve kayganlaştırıcılar da taneler arası kaymaya yardımcı olur. Bağlayıcılar aynı zamanda preslenmiş parçalara pişirilmeden önce dayanım verir ve bu da parçaların taşınmasını sağlar. Kuru preslemede katkı maddesi olarak plastik şekillendirilebilmeyi sağlayan kayganlaştırıcılar, sürtünmeyi azaltmak ve preslenmiş ürünün kolayca çıkarılabilmesi için kalıptan ayırıcılar kullanılır [1,2,5,27].



Şekil 4.5 : Kuru Preslemedeki Aşamalar: (a) Kayma ve Yeniden Yerleşme, (b) Tane Ufalanması, (c) Gözeneklerin Azalması

Kuru presleme 10–100 MPa düzeyindeki basınçlarda yapılır. Tozların yerleştirilmesini ve sıkıştırılmasını kolaylaştırmak için titreşim de yardımcı olarak kullanılabilir. İlk etapta yoğunlaşma hızı yüksektir fakat yaklaşık 10 MPa üzerinde

giderek azalır. Yüksek basınçlarda plastik şekil değişimi durur ve şekil değişimi sınırının üzerinde, esnek enerji birikir. Basıncın kaldırılması üzerine, parça esnek enerjisini bırakmak için genişler. Buna yaylanma denir ve aşırı yaylanma olduğu zaman kalıptan çıkarılma esnasında katmanlara ayrılma ve çatlamaya kadar birçok problemle karşılaşılabilir. Katmanlara ayrılma, parça kesitinde uygulanan gerilmenin değişmesi, çap değişimleri ve kalıp çeperlerindeki sürtünme nedeniyle de ortaya çıkabilir. Katmanlara ayrılma olasılığı hamur dayanımının artırılması ve presleme basıncının azaltılması ile azaltılabilir. Hamur dayanımı toz özelliklerinin, dolgu yoğunluğunun ve kalıp kayganlığının iyileştirilmesi ve uygun bağlayıcı kullanılması ile artırılabilir. Ayrıca kuru presleme sırasında ortamdaki nem de önem kazanmaktadır.

4.3 Kurutma

Kurutma gözenekli bir malzemeden taşıma ve buharlaşma yolu ile buharlaşmış gaz veya bazı durumlarda sıvı olarak sıvının taşınması olayıdır. Bulk malzemelerin üretimlerinde özellikle plastik olarak şekillenmiş veya döküm ile şekillendirilmiş ürünlerde dekorasyon ve yüzey kaplamalarında, sinterlenme sırasında suyun taşınması, kuruma miktarı büyük önem taşır.

Sıvıların buharlaştırılma sürecinde, nispeten enerji yoğun ve kurutma etkililiği her zaman önemli bir düşünce olmuştur. Kurutma diferansiyel küçülme veya gaz basıncının oluşturduğu streslerden dolayı ürün üzerinde oluşturabilecek hataları kontrol edebilmek için çok dikkatli bir biçimde takip edilmelidir.

Endüstriyel minerallerin fiyatlandırılmasında kurutma sürecinin çok önemli bir yeri vardır. Güneşin ve rüzgârın doğal kurutma hareketi, bu minerallerin çıkartılmasında ve depolanmasında düşünülür. Yaş süreçli ham maddeler genellikle döner kurutucularda, sürekli tünel kurutucularda ya da sprey kurutucu ile desteklenerek kurutulur [5,28].

Kurutma üç aşamayı içerir;

1. Sıvı evrede kılcal göç
2. Gaz evrede sızma
3. Gaz evrede yayılım

Kurutma ürün içerisindeki enerji taşınımını içerir. Sıvı gözeneklerden yüzeye doğru hareket eder ve buharlaşma gerçekleşir. Böylelikle buhar gözeneklerden geçerek dışarı atılır. Kurutma sisteminde, ısı enerjisi ürün yüzeyine kadar taşınmalıdır ve buhar buradan atılmalıdır. Buharlaşma mekanizması kütle ve termal taşıma kurutma olayı gerçekleştirilmeden önce düşünülerek yapılmalıdır.

Kılcal göç çoğunlukla ısıtıl işlemin başlangıç aşamasında ortaya çıkar. Kılcal kuvvetler sıvı bağlayıcının büyük gözeneklerden daha küçüklerine yavaş yavaş hareket etmesine neden olur. Kapalı yerde bulunan sıvıyı buhar haline dönüştürecek bir basınç değeri oluşturularak sıvının serbest kalması sağlanır. Bu basınç sıvının sıcaklığı ile birlikte yükselir ve buharın oluşturduğu çapa bağlı olarak dışarı atılır. Sabit buhar basıncı belirli bir sıcaklıkta doygun buhar basıncına ulaşır. Çünkü buharlaşma yüksek kinetik enerjiye sahip moleküllerin kaybını içerir ve buharlaşma bir soğutma süreci olup ısı izotermal olarak sağlanır.

Yayınma ve sızma ısıtıl işlemin sonraki aşamalarında çıkan gaz hareket biçimleridir. Bu aşamalarda sıvı bağlayıcı buharlaşmaya devam eder veya uçucu maddelere dönüşür.

Hızlı ısıtma, şişme ve çatlamaya yol açabilir. Bu nedenle, bu aşamada çok yavaş ısıtma uygulanmalıdır. Yayınmalı katkı maddesi arıtma, gaz moleküllerinin gaz ortamında taşınması anlamına gelir. Sızma, gaz moleküllerinin gözenekli bir malzeme içinden geçmesini gösterir. Diğer bir değişle hız belirleyici süreç yayınma ise, katkı maddelerinden arındırma moleküllerin çarpışma sıklığına bağlıdır ve bu da sıcaklığa bağlı bir parametredir.

Suyun buharlaşma hızı kaynama noktası altında sıcaklığa, yüzey alanına ve havadaki sıvının konsantrasyonuna bağlı olarak değişir. Kaynama noktası üzerinde ise, buharlaşma hızı ne kadar ısı sağlandığına bağlı olup havadaki sıvı konsantrasyonundan bağımsızdır. Nem havadaki sıvı/ kütle oranındaki kütle olarak tanımlanır. Havanın taşınması buharlaşma süresince havanın statik sınır tabakası ve buhar taşınabilir hava ve ürün arasında çıkışı sağlar. Bu tabakadaki difüzyon hava ve ürün arasındaki sıvı taşınımı kontrol eder. Belirli sıcaklıkta sıvının buharlaşma hızı sıvının tuz içeriğine ve katıların yüzeylerindeki sıvı bağlanma güçleriyle değişir [5,28].

Kuruma genellikle kuruma hızının artması, sabitlenmesi ve düşmesi olarak üç aşamalı olarak düşünülür. Doygunlaşan malzemede, sıvı buharlaşma yolu ile dış yüzeyden taşınır. Kuruma hızı ağırlık kaybının birim üniteye değişimi olarak tanımlanır ve nemin %100'den az olduğu zaman ısıtma ile artar. Buharlaşma hızı ve buharlaşma yüzey alanı sabitlendiği zaman kuruma hızı da sabitleşir. Bu aşamada ürün sıcaklığı çevrenin sıcaklığına eşitlenir. Birim hücredeki su buharlaşmasının kütlesi Re ;

$$Re = K_e(P_w - P_o) \quad (4.1)$$

K_e ise buharlaşma sabitinin hava akışına bağımlı sabitidir. Buharlaşma sıcaklığında P_w sıvı buhar basıncı ve P_o da saran atmosferin sıvının kısmi buhar basıncıdır. Buharlaşan sıvı dışarıdaki yüzeyden hızlı difüzyon ve kapılar akış ile partikül arası sıvıların taşınmasıyla tekrar doldurulabilir. Dışarıdaki kapılar stress ile gerçekleşen sıvıların kaybı boyutsal küçülmeye sebep olabilir ve plastik kayma mukavemetini arttırır. Emilen bağlayıcılar ya da jel bağlayıcılar sıvıyla taşınmaya dayanabilir fakat çözülmüş tuzlar ve disperse olan colloidal partikül ya da moleküller yüzeye taşınabilir. Küçülme ve kimyasal taşınma kuruma hızının azalmasıyla sonuçlanabilir. Sabit hız periyodu için (CR), pratik kurutma hızı R_{cr} denklemde verilmiştir;

$$R_{cr} = (W_1 - W_2) / A_t \quad (4.2)$$

Burada W_1 ve W_2 , sıvı miktarları olup t süresi için kuruma öncesi ve sonrasını simgeler. A buharlaşma için yüzey alanıdır. Ürünün sıcaklığındaki dinamik değişimler veya atmosferin absorptive kapasitesi, sabit hız periyodunun görünümünü azaltabilir ya da hıza engel olabilir [5,28].

4.3.1 Kuruma Küçülmesi ve Kuruma Sırasında Meydana Gelebilecek Problemler

Kuruma süresince küçülme sıvı taneler arasından taşınırken ve taneler arası ayrışma düşerken meydana gelir. İzotropik küçülme olduğu zaman, hacimsel küçülme lineer küçülme ile bağlantılıdır.

Diferansiyel küçülme diferansiyel sıvı içeriği sebebiyle olur veya diferansiyel kuruma hızı ürünün yüzeyinde eğrilğe sebep olabilir. Streslerden kaynaklanan eğrilik simetrik olmayan küçülmeye sebep olur ki bu düşük küçülme hızı ile plastik uzamayı oluşturur. Eğrilik, kuruma uniformluğunun arttırılması ile ve bünyenin

ortalama kuruma küçülmesinin azaltılması ile azaltılır. Kuruma sırasında meydana gelebilecek hatalar aşağıda maddeler halinde belirtilebilir:

1. Hammaddeye bağlı hatalar: fazla çekme ve kurumaya hassas olan killeri kullanılabilir, ilavelerle önlenebilir, ilave olarak kum, şamot, kireç, uçucu kül, talaş eklenebilir. Ayrıca hammaddede çok ince malzeme varsa kuruma hataları artabilir. Tane boyut aralığı bu noktada tekrar önem kazanır.
2. Hazırlama hataları: dispersiyon ve homojenizasyon yetersiz ise karıştırma ve öğütme sürelerini uzatarak hızlandırabilir. Karıştırma suyunun miktarı farklı olabilir.
3. Şekillendirme hataları: Tabakalı yapılanma görülebilir. Tabakalanmayı hammadde de sağlayabilir.
4. Kalıplama sırasında hatalar
5. Kurutucuda meydana gelen hatalar: yetersiz hava sirkülasyonu, ürünün nem dağılımının farklı olması, kurutma havasının yüksek nem içeriği, kurutmada kullanılan altlıklar ve destekler. Ayrıca su buharının içeride yarattığı çatlaklar nedeniyle oluşabilir [2,5,28].

4.4 Sinterleme

Sinterleme, ileri-teknoloji seramiklerinin üretiminde en önemli aşamalardan birisini teşkil etmektedir. Sinterleme sonunda ulaşılan mikroyapı, malzemenin nihai özelliklerine doğrudan etki edeceğinden, bu işleme etki eden tüm parametrelerin çok iyi bilinmesi gerekmektedir. İleri-teknoloji seramiklerinin sinterlenmesinde halen birçok teknolojik sorun mevcuttur. Bunların başında, sinterleme sıcaklığının yüksek olması gerekmektedir ki, bu sorun üretilen malzemenin pahalıya mal olmasına neden olmaktadır. Diğer problemler ise, gözenek, tane büyümesi ve işlem esnasında yer alan faz dönüşümleridir [6,11]. Bu sorunlar ise, üretilen malzemenin istenilen özelliklere ulaşamamasına neden olmaktadır. Dolayısıyla, belirli bir seramik sistemin sinterlenmesinde başta olan mekanizma ve kinetiği öncelikle tespit edilmeli ayrıca proses ve mikroyapı karakterizasyonu ile yakından izlenmelidir. Seramiklerin sinterlenmesinde esas olarak, yayınma kontrollü bir işlem olduğundan, gerek bilimsel ve gerekse uygulamalı araştırmalarda, iyonik ve kovalent bağlı sistemlerde yer alan yayınma olayının çok iyi kavranılması gerekmektedir [6].

Seramik tozları, şekillendirme esnasında sıkışarak malzemedeki gözenek miktarı bir miktar azalır. Kuruma ile de tozlar tamamen birbiri ile temas haline gelir. Ancak, malzeme henüz pekişmiş hale gelmemiştir. Tozlar arasında boşluklar mevcuttur. Seramik malzemenin cinsine, tane boyutuna ve şekillendirme prosesine bağlı olarak % 25–60 mertebesinde gözenek içerir. Mukavemet, saydamlık ısı iletkenliği gibi özellikler için yapıda mevcut gözenegin elemine edilmesi gerekir. Pişme, esnasında, difüzyon hızlandığından birbiri ile temas halinde olan tozlar arasında özellikle yüzeyde yer alan karşılıklı atom difüzyonu sonucu tozlar birbirine aralarında boyun oluşturarak kenetlenir [31]. Böylece, gözenek miktarı azalır ve yoğunlaşma sağlanır. Bu esnada porların şekilleri de küreleşir. İdeal bir sinterleşme sonunda gözenek tamamen ortadan kalkar ve malzeme pekişmiş bir kitle haline gelir [31].

Sinterleme mekanizması, tamamen malzemenin taşınımına dayanır ve başlıca, atomların yayınması (yüzey ve hacimsel) ile viskoz akışı kapsar. Malzemenin taşınımını kolaylaştırmak için işlem ancak yüksek sıcaklıkta gerçekleştirilir. Sinterlenmeyi sağlayan itici güç, serbest yüzey enerjisindeki azalmadır. Sinterleme ile tam yoğunlaşmasının sağlanması değişik şekilde yapılabilir [6].

Kurutulmuş ve yüzey işlemleri tamamlanmış ve yaş ürün olarak adlandırılan ürünlerin istenilen mikroyapı ve özelliklere ulaşması için fırında ısıtılması işlemidir. Sinterleme olarak adlandırılan bu proses 3 aşamada gerçekleşir;

- 1) Organiklerin yanması, gazların eliminasyonu, gazların parçalanması ve oksidasyon ile sinterlemeye hazırlanma reaksiyonları,
- 2) Sinterlenme
- 3) Termal ve kimyasal tavlamayı içeren soğuma

Sinterleme, fırınlama süresince ürünün sağlamlaşmasıdır. Partiküllerin bir araya gelerek agrega oluşturulması ile sağlamlaştırma sağlanır. Sinterleme süreci her zaman küçülme ve yoğunlaşma terimleriyle birlikte yorumlanır. Oldukça gözenekli, refrakter yapıda ürünler sinterlendikten sonra daha az yoğun bir hal alabilirler [27].

4.4.1 Sinterleme Öncesi Prosesler

Ürünün yarısı ya da üçte ikisi katı hal sinterlemesinde atomik difüzyon veya belirgin difüzyon, kimyasal reaksiyonun oluşturduğu sıvı faz olduğundaki viskoz akışın oluşturduğu ergime sıcaklığına ulaşana kadar sinterleme başlamaz. Kurutma da dâhil olmak üzere ısıtma sırasında oluşan organiklerin yanması, dekompozisyon,

kimyasalların buharlaşması, kristalizasyon, partikül organik malzemelerin pirolizi, metal ve alkali iyonların oksidasyon sırasında dönüşümü, karbonatların sülfatların dekompozisyonu, malzemeyi değiştirir [5].

Fazlar arasındaki termal genleşme farklılıkları veya gaz basıncından kaynaklanan basınç çatlaklara veya kırılmalara yol açmaz.

Sinter öncesi prosesler termal analiz yöntemleri ile yorumlanabilir. Başlangıçtaki ısı mevcut nem miktarını uzaklaştırmaya yarar. Nemin absorplanması gözenekli ürünler için sinterlenmeden önce kurutucu yardımıyla uzaklaştırılabilir. Emilmiş olan nem 200°C a kadar çıkılarak yok edilebilir [5,27].

Organik katkıların termolizi sinterlenme için de çok önemli bir aşama olan kurumada gerçekleşmez. Tamamlanmamış bağlayıcı uzaklaşması ve kontrol edilemeyen termoliz ürünlerde birçok hataya sebep olabilir. Bu hatalar ürünün verimini azaltır veya performansını bozar. Ürün için uygun bağlayıcılar ve uygun atmosfer için kontrollü ısıtma, yaş bünyenin termolizi esnasında hata oluşmadan, deformasyon olmadan çatlak oluşmadan veya gözenekler büyümeden termolizi başarıyla atlatmasını sağlar.

Bağlayıcının yanması, bağlayıcı malzemenin kompozisyonuna ve ürün etrafındaki atmosferin kompozisyonuna ve gazların akışına bağlıdır. Bağlayıcı yol edilene kadar organğin; tozun ve porozitenin ve mikroyapıdaki dinamik değişimlere de oldukça bağlıdır.

Bağlayıcı ve ilavelerin termokimyası, bağlayıcı konsantrasyonu, ürün boyutu, ürün yerleşme konfigürasyonu, ısıtma hızı ve fırın atmosferi termoliz davranışını etkiler.

Dekompozisyon ve organiklerin buharlaşması iç basınca sebep olur ve bu da gaz oluşum hızına, gaz geçirgenliğine ve kompakt boyutuna bağlıdır. Geçirgenlik bağlayıcı miktarına, gözenek yapısına göre değişir ve gözenek bazına göre de değişir [5].

4.4.2 Sinterleme Türleri

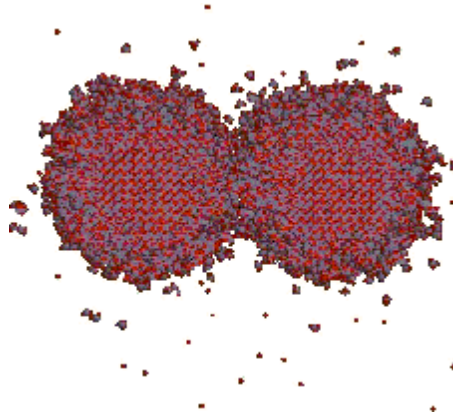
Sinterleme türleri katı hal sinterlemesi, sıvı faz sinterlemesi ve çok bileşenli sistemlerin sinterlenmesi olmak üzere üç çeşittir. Çalışmamızda kullanılan sinterleme katı faz sinterlemesi olduğu için sadece katı faz sinterlenmesi incelenecektir.

4.4.2.1 Katı Faz Sinterlemesi

Sinterleme, gözenekli bir kütlenin göreceli yoğunluğunun artırılması olarak tanımlanmaktadır [2]. Pişirme sonrasında gözenekli bir parçanın mekanik ve fiziksel özellikleri önemli ölçüde iyileşir.

Katı hal sinterlemesinde itici güç tanelerin yüzey enerjilerini azaltma eğilimleridir. Fakat yüzey enerjisi iki yolla düşürülebilir; gözenek giderilmeden tane büyümesi ve gözeneklerin daraldığı yoğunlaşma durumlarıdır. Sinterleme sırasında etken olan parametreler ise sıcaklık, basınç, ortam gazları, yabancı madde oranı, gözenek boyut dayanımı, gözenek biçim dağılımı ve başlangıç mikroyapı özellikleridir.

Sinterleme geleneksel olarak üçe ayrılmaktadır. Klasik yalıtılmış modeller yavaş yavaş gelişen geometrik değişimlerin ve gözenek büyüklüğü dağılımının her aşamada sabit olduğunu varsaymaktadır. İlk aşamada yayınım, kalıcı şekil değişikliği ve tanelerin yeniden yerleşimini içeren boyun verme gözlemlenmektedir. Bu aşamaya bağlı olarak büzülme gerçekleşir. İkinci aşamada gözenekler birbiriyle bağlantılı olarak kalmaya devam eder ve taneler arasında oluşan köprüler genişler. Yoğunlaşmanın çok büyük bölümünün gerçekleştiği safhanın görünümü Şekil 4.6'da gösterilmektedir. Son aşamada ise gözeneklerin belirli oranda kapandığı ve tane sınırlarından ayrıldıkları gözlemlenmektedir.



Şekil 4.6 : Sinterleme Mekanizmasının Mikroyapısal Görünümü [33]

4.4.3 Sinterleme Sırasında Meydana Gelebilecek Problemler

Teknolojide, sinterleme esnasında bazı problemlerle karşılaşılır. Bunlar, çökme, aşırı yanma, bağlayıcıların yanması, ayrışma reaksiyonları ve polimorfik dönüşümlerin yer almasıdır [6].

Sinterleme sırasında çökme, genellikle malzemenin yetersiz desteklenmesinden kaynaklanır. Bu probleme çare olarak fırın içinde bir takım tedbirler alınabilir ve malzemenin pişme esnasında fırındaki konumu değiştirilir. Çökmeye aynı zamanda yaş malzemenin yoğunluğunun yer yer değişik olması da neden olur. Bu durumda heterojenliğin daha önceki kademelerde ortadan kalkması sağlanmalıdır. Aşırı pişme, tane büyümesi, fırındaki yapı veya diğer ürünlerle reaksiyona girmeye şişme veya çökmeye neden olur [9]. Aşırı pişme, aynı zamanda enerji sarfiyatına sebebiyet verir. Ayrışma reaksiyonları, tuzların, nitratların ve hidratların kullanılması halinde meydana gelir. Karbonatların ayrışması 100°C ve sülfatların ayrışması 1200°C'de gerçekleştiğinden bu sıcaklıkların altındaki sinterlemelerde kullanılmaları sorun yaratmaz. Polimorfik dönüşümler özellikle soğuma esnasında problem yaratır [27,34].

Sinterleme esnasında tane büyümesi yer alabilir. Bunu önlemek için genellikle bazı katkı maddeleri çok az miktarda (daima %1'in altında) karışıma ilave edilir. Oksitlerin sinterlenmesinde yayılmayı kontrol eden bileşen oksijen iyonunun difüzyonudur. Sinterleme esnasında yer alan farklı difüzyon hızları, sitokiyometrinin bozulmasına ve tane içerisinde boşluk oluşumuna sebebiyet verir. Oluşan bu boşlukları ortadan kaldırmak mümkün değildir. Sinterleme sıcaklığının çok yüksek tutulması genellikle boşluk absorpsiyonunda yol açtığından, malzemede şişme meydana gelmektedir [9].

Ayrıca başlangıçtaki mikroyapının sinterleme aşamasına önemli ölçüde etkileri olabilmektedir. Kurutma sonrası elde edilmiş yoğunluk, ortalama tane boyutu ve tane boyut dağılımının yanı sıra şekillendirme esnasında oluşabilecek topaklaşma, iğnecik, lif veya ikincil tanelerin bulunup bulunmadığı ve oranları önemli etkenlerdir. Yapılan çalışmalar tane boyutun belirli bir aralıkta bulunması gerektiğini göstermektedir. Amaç; büyük tanelerin arasına küçük tanelerin girmesi ile oluşabilecek muhtemel boşlukların dolmasıdır. Bu sayede tane boyut aralığı daha dar bir sisteme göre daha yüksek yoğunluklar elde edilebileceği gözlemlenmiştir [35,36]. Tek boyutlu tanelerin kullanıldığı sıkıştırılmış kütlelerde sık yerleşimli bölgeler arasında düzensiz yerleşimli bölgelerin bulunduğunu göstermiştir. Bu tür yapılar seçici yoğunlaşmaya ve bu yolla bölgeler arasında gözenek büyümesine yol açarlar. Tane boyut aralığı geniş sistemlerde ise düzenli bölgeler bulunmamakla beraber daha eş dağılımlı yapılar elde edilebilmektedir.

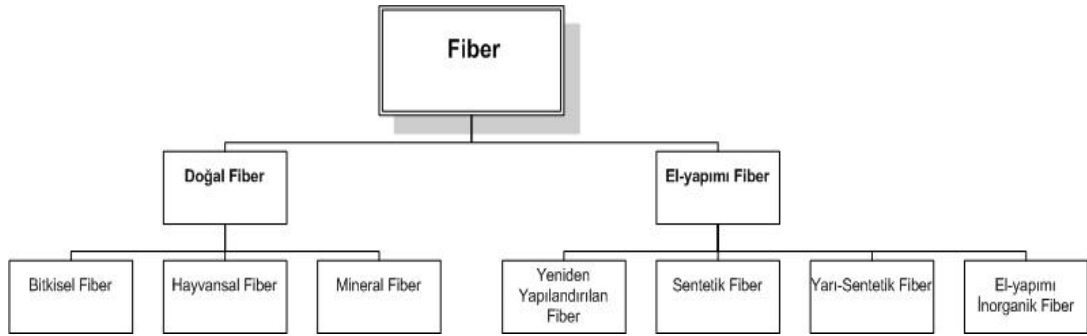
Bir başka teori ise küçük tane boylarının tercih edilmesi ile daha yüksek bir itici kuvvet ve daha kısa yayılım uzaklıkları sayesinde yoğunlaşma hızlarının artacağını öngörür. Ancak bu kazanç ile ince tanelerin topaklanma eğilimlerinin artarak olası problemlerin yaşanmasıdır. Kurutma sonrasında numunelerde aglomerasyon bölgesel yoğunlaşmayı arttıran fakat pişirmeyi zorlaştıran bir durumdur. Yeterince öğütölme yapılmaz ise tozlar içinde topaklar görülebilmekte ve bu topaklar, büzülmenin kütlenin geri kalanından daha hızlı olduğu bölgesel alanlar oluşturarak kalmaktadırlar, bu da numunenin tümündeki yoğunlaşma için olumsuz bir etkidir. Bir başka sorun ise artan yüzey yayılımının irileşmeye neden olma olasılığıdır. Eğer topaklanma önlenabilirse ince tanelerin üstünlüklerinden yararlanılabilir.

5. FİBER MALZEMELER HAKKINDA GENEL BİLGİ

Lifli malzemelerden olan fiberler oluşum süreçlerine göre iki sınıfa ayrılır. Doğal fiber tarihin doğuşundan bu yana çok geniş alanlarda dünya üzerinde kullanılmaktadırlar fakat; el yapımı fiberlerin ortaya çıkması yakın bir zaman içinde olmuştur. Bunun yanında yeni üretim tekniklerinin gelişmesi ve kalitelerindeki artış mucizevî bir gelişmedir. Her yıl doğal fiberlerin kullanım alanları, belirli düzeyde el-yapımı fiberler tarafından ele geçirilmediğidir.

5.1 Fiberlerin Sınıflandırılması

Genel olarak ikiye ayrılan fiberlerin sınıflandırılmasına ait şematik gösterim Şekil 5.1’de verilmektedir.



Şekil 5.1 : Fiberlerin Sınıflandırılması [37]

5.1.1 Doğal Fiberler

Bitki, hayvan ya da minerallerden elde edilen fiber doğal fiberlerdir. Bu tip fiber grubu da bitkisel, hayvansal ve mineral fiberler olmak üzere üçe ayrılmaktadır. Bitkisel fiberler, genellikle selülozik kökenlilerdir. (Örneğin keten, keten ipliği, hasır, kenevir lifi gibi) Selülozik fiberler kâğıt ve kumaş olarak üretilir. Hayvansal fiberler, deride oluşan vücudun ve saç fiber tarafından atılan mukusun pıhtılaşmasının ardından madde fibere dönüşür. Protein içerirler. (Örn. İpek, yün, angora gibi) Mineral fiberler ise doğal olarak fiber oluştururlar ya da kısmen değiştirilmiş minerallerden elde edilirler. Asbestos doğal olarak oluşan tek mineral

fiberdir. Sentetik fiberlerin ortaya çıkması doğal fiberlerin kullanımını önemli ölçüde azaltmıştır. Şimdi, petrol fiyatlarının artması ve çevresel faktörlerin etkisiyle tekstil, bina, plastik ve otomotiv endüstrilerinde doğal fiberlerin kullanımı tekrar canlanmıştır. Endüstriyel Pazar ve yerel üretimlerin gelişimsel perspektifleriyle bu ilgi arttırılmıştır [37,38].

5.1.2 El Yapımı Fiberler

Yeniden üretilmiş fiberler olarak adlandırılırlar. Organik doğal nesnelerden ayrılarak toplanırlar, molekülleri iplik yapısındadır. Birbirlerinden tamamen ayrılırlar ve tekrar düzenlenirler ve böylece fiber oluşumu tamamlanır.

İplik yapısındaki molekülleri kimyasal olarak sentetikleştirilen fiberlerdir. İpliksi yapıları bu tip fiberleri oluşturmak için kullanılır. Farklı çeşit sentetik fiberler vardır fakat bunlar arasında poliamit serisi önceden hazırlanan kullanılan bir çeşit olup dünya üzerinde bugün bile çok kullanılan bir fiber çeşididir. Naylon bunlardan en belirgin olanıdır. Bunun yanında polyester ve poliakril seri de önem taşımaktadır. Ayrıca polivinil alkol ve polipropilen serisinin kullanım alanları genişlemektedir. Hatta başlarda beklediği büyüme imkânını bile bulamamışken gelecek için kullanım hacmi giderek artmaktadır. Polyester, naylon ve akril üç ana sentetik fiber türüdür [37].

İnorganik nesnenin iyi fiber haline dönüştürülmesiyle elde edilen inorganik fiberlerdir. Asetat suni ipek bir başka el yapımı fiberdir fakat viskozik suni ipek gibi değildir. El yapımı inorganik fiberler, arasında cam fiber ve kaya yünü iki önemli maddedir ve çok önceden karşılaştırmalı kullanıma başlanmış ve hala iyi bir talep ve üretimi mevcuttur. Bunlardan başka karbon fiberler, silikon karbonize fiber ve paslanmaz çelik fiberlerde bu kategoriye dâhildir. Hatta bunların üretim hacimleri çok düşüktür. Maliyetleri yüksek ve kullanımları bazı nesneler için sınırlıdır.

Cam fiberler, 1940'lardan bu yana plastik ve çimento malzemelerin sağlamlaştırılmasında yaygın olarak kullanılmaktadır. Tekne gövdeleri, karma malzemeli uçaklar, kimyasal tanklar, pencere çerçeveleri ve banyo birimlerinde yapısal uygulamaları oldukça yaygındır. Cam liflerinin elektriksel özellikleri elektrik makinelerinde yalıtım için uygundur [37,38].

Karbon fiberler çok düşük yoğunlukları ve yüksek özgül mekanik özellikleriyle karbon liflerinin kullanım uygulamaları oldukça dikkat çekicidir. Havacılık

endüstrisi için geliştirilmiş olmakla birlikte, düşük ağırlık, yüksek dayanım, esneklik katsayısı ve yorulma dayanımının önemli olduğu uygulamalar için de uygundur. Karbon liflerinin önemli bir olumsuzluğu 300°C üzerinde hızla oksitlenmeleridir. Bu problemi ortadan kaldırmak için karbonlaştırma işlemi uygulanarak fiberlerin, liflerin kararlı duruma getirilmesi amaçlanmaktadır. Karbonlaştırma/ grafitleştirme işlemindeki parametreler olan ürün dayanımı ve esneklik katsayısını belirlemek ve dikkatli seçmek önemli etkenlerdir. Farklı uygulamalar için çeşitli yüzey işlemleri uygulanabilir:

- Kompozit malzeme üretimine yönelik olarak ıslanma özelliklerinin iyileştirilmesi için organik malzemelerle kaplama
- Oksitlenme ya da bozunma dayanımını arttırmak için inorganik malzemelerle kaplama.
- Metal altyapılara tutunmayı güçlendirmek için dağlama veya yüzey pürüzlülüğünü artırma yoluyla yüzey etkinleştirme [37,38].

Bir diğer el yapımı inorganik fiber olan seramik iğnecikler ve lifler endüstride giderek daha yaygın olarak, özellikle üstün dayanım ve tokluk için kullanılmaktadır [39]. İğnecikler çapları mikrometre düzeyinde olan ince tekil kristallerdir. İğneciklerde tane sınırının olmayışı ve çok küçük boyutları nedeniyle bazı uygulamalarda sınırlama olmaktadır. Yüksek dayanımlı, düşük yoğunluktaki seramik iğnecikler hem metal hem de seramik altyapılar için çok iyi kuvvetlendiricilerdir [2,38,40,41]. Yakın zamanda yapılan çalışmalar seramik iğneciklerin aynı zamanda birçok seramikte toklaştırma amacıyla da kullanılabileceğini göstermiştir. Seramik malzemelerin büyük çoğunlukla yüksek dayanımlara sahip fakat düşük toklukta olması nedeni ile bu malzemelerdeki toklaştırma etkisinin kuvvetlendirmeden çok daha önemlidir. İğnecikler ve tekli kristaller üstün özellikleri nedeni ile de manyetik, optik ve elektronik uygulamalarda da kullanılmaktadır [38,40,41].

Oksit fiberleri genellikle karbon fiberlerine göre daha yüksek yoğunluğa sahiptir fakat; yüksek sıcaklıklardaki oksitlenme dayanımı ve üstün bozunma dayanımı nedenleri ile karbon fiberlerinden daha çok tercih edilebilirler. Oksit fiberler genellikle bulamaç yöntemi kullanılarak elde edilmektedir. Bu yöntem oksit tozlarından bir bulamaç oluşturulması, bulamacın ekstrüzyon ile itilip ısıtma işlem sürecinden geçirilerek organiklerinden temizlenmesi ve sinterleme süreçlerinden

oluşur. Bu şekilde üretilmiş olan fiberler sürekli fiberlerdir ve iplik durumuna getirilmek için uygundur. Kopmadan önceki uzama oranları düşük olduğundan elden geçirilme süreçleri sınırlıdır fakat ısıya dayanımları yüksektir. 1000°C üzerinde bile dayanımları korunur ve hatta bu sıcaklıkta 300 saat ısıl işlem sonrasında da dayanım düşüşü görülmez [2].

Bir başka yöntem de kalıntı yöntemidir. Organik bir iplikçiğin inorganik bir tuz çözeltisinde demlenmesi daha sonra kurutulup elde edilen fiberin ısıl bozunmadan geçirilmesi ile elde edilmesi yöntemidir.

Çözelti yöntemi metal oksit elde etmek üzere çözünen öncül maddelerden sulu bir çözelti hazırlanmaktadır. Viskoz çözelti genellikle hava içinde ve basınç altında bir gözden iplikçikler biçiminde çıkarılır, kurutulur ve yanıcı maddelerin temizlenmesi için ısıtılır. Safimax ve Saffil fiberleri çözelti eğirme yöntemi ile üretilmektedir. Başlangıçta kullanılan çözelti bir alüminyum tuzu, örneğin; alüminyum klorohidroksit ($AlCl_x(OH)_y$) içerir. Suyun giderilmesi polimerleşme yoluyla viskoz bir çözelti elde edilir. Uygun bir ısıl işlemle organik maddeler yakılıp temizlenir ve alüminyum tuzu alüminaya dönüştürülür.

Sol-jel yöntemi kullanılan bir diğer yöntem olup oksit sol içeren sulu bir evre ve organik bir polimer kullanılır. Sol, çökertme özelliği olan bir ortama basınç altında fışkırtılır ve jelleşme oluşur. Bu aşamada lif biçimi dondurularak elde edilir. Örneğin, γ - alumina lifleri trialkil alüminyum veya trialkoksi alüminyum gibi bir organoalüminyum bileşiğinden üretilir. Bu bileşiğe su eklenmesi sonucu polimerleşerek bir organik metal olan polialüminiksan tozuna dönüştürülmektedir. Organik bir çözücü içinde bu polimerin çözdürülmesi sonucu alkilsilikat içeren viskoz bir jel hazırlanır. Jelin eğrilmesi ve 760°C’de ısıl ve 970°C işlemi sonucunda α - Al_2O_3 ’dan daha düşük esneklik katsayılı fakat daha yüksek kopma gerilimine sahip γ -alümina/ağ.% 15 camsı silika fiberleri elde edilmesini sağlar. Fiber çapları oldukça değişkendir. Ayrıca sol-jel yöntemi ile SiO_2 , kurşun zirkonat titanat ve itriyum demir garnet lifleri de elde edilmektedir [38,42].

Düşük ve yüksek sıcaklıklarda yalıtım malzemesi olarak, özellikle seramik ve cam endüstrisindeki modern fırın teknolojisinde seramik fiberler önemli bir yer almıştır. Fırın yapımında devrim yaratmış ve yüksek miktarda enerji tasarrufu sağlayan bu ürünler 1997 yılında Avrupa Birliği’nin çıkardığı bir talimatla “kansorejen”, mineral

yünler de “Kansorejen Şüphesi Altında” olarak sınıflandırılmıştır. Bu karar çeşitli tartışmalara yol açmış ve bunun üzerinde fiber endüstrisi, hayvanlar üzerinde çeşitli deneylerin yanı sıra çalışanları üzerinde yaygın taramalar yaptırmıştır.

Seramik bazlı fiberler bu grup ürünler Avrupa Birliği talimatlarında özel kullanımlar için geliştirilmiş, suni olarak üretilen yönlenmemiş camsı (silikat) fiberler şeklinde tanımlanmış olup %18 oranında alkali ve toprak alkali oksitleri içerirler. Temelde 900–1400°C arasında özellikle hızlı ısıtma ve soğutmanın gerekli olduğu endüstriyel fırınlarda yalıtım malzemesi olarak kullanılırlar. Özellikleri sayesinde fırın duvar kalınlığı azalmış ve daha düşük miktarda yalıtım maddesi kullanılmasına (tuğla yalıtımında 1500–3500 kg/m³, fiber yalıtımında 300 kg/m³) sebep olmuşlardır. Ekonomik ve ekolojik yararlarından dolayı tercih edilirler. Son yıllarda yapılan çalışmalar doğrultusunda piyasaya sunulan toprak alkali –silika esaslı yüksek sıcaklık seramik fiberlerin biyolojik dayanımlarının (fiberin insan dokusunda kalabilme kabiliyeti) düşük olduğu belirlenmiştir. Bu nedenle tehlikeli olarak sınıflandırılmazlar. Ağırlıklı olarak 500-900°C arasında mikrodalga fırın, fırın, su ısıtıcıları gibi ürünlerde de kullanılmaktadırlar. Seramik fiberlerin kullanım alanı sadece endüstriyel fırınlarla kısıtlı kalmaz, bunların dışında atölye ve hobi boyutundaki seramik ve cam fırınları ile bazı cam şekillendirme işlemlerinde de kalıp malzemesi olarak kullanılmaktadırlar [38,43].

5.2 Fiberlerin Özellikleri

5.2.1 İncelik

Fiberlerin kalınlığı, genişliği, çapı ve seçilen alan üzerinden tanımlanmaktadır. Fakat birkaç çeşit fiber sahip olduğu bütün alan ile de tanımlanabilir. Bununla birlikte uzunluğun ağırlığa veya ağırlığın uzunluğa oranı önemli parametrelerdir.

Fiberin kalitesi, inceliğine ve kullanım maliyetine göre değişir. Lifin kalınlığı için de belli miktarda fiber kullanılması yerine ince fiberlerle birlikte kullanılması daha iyi olmaktadır. Böylelikle elde edilen ürün daha pürüzsüz bir yüzeye sahip ve işlemesi daha kolay bir hale getirilmektedir [37,44,45].

5.2.2 Fiber Boyu

El yapımı fiberlerde, uzunluk hazırlanma sırasında ayarlanabilmektedir. Bununla beraber doğal fiberlerin uzunluklarında da sınırlamalar olabilmektedir. Özellikle keten fiberleri için en fazla 50mm olabilmektedir. Fiberler, iplikçiklere dönüştükleri zaman daha uzun bir boya ulaşmaktadırlar ve böyle fiberleri kullanmak daha uygun olur. Ham ipek ve el yapımı fiber bir araya getirildiklerinde tek bir fiber halini almaktadırlar. Lifler döndürme prosesiyle tek fiber halini alabilirler bu da prosesi gerçekleştirme sürecini kolaylaştırır. Fakat bunun için de sınırlar mevcuttur. Çok uzun fiber boyutları için sürece uygun olarak kesilerek üretim sağlanabilir.

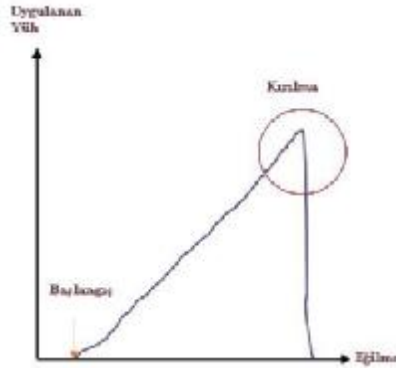
Fiber ve liflerin üretim sürecinde ve fiberlerin iplikçiklere dönüşümünde fiber uzunluğu kritik bir parametredir. Birim iplik uzunluğundaki hat ve ayarları arasında fiberin birinden ötekine geçişi iplikçiklerin arasını azaltır. Fiber yeteri kadar uzun olmalıdır. Eğer fiberler çok kısa ise, süreci kontrol etmek zorlaşmakta ve bu da oluşan yapının bütünlüğünü azaltmaktadır. Süreç içinde küçük fiberler düşerek ve kaybolarak dağılabilmekte ve tasarı alanının altında toplanabilmektedir. Döküntüler üretim sürecinde atık olarak kalır ve bu da maliyet ve hammadde kayıplarına yol açmakta, ayrıca başka süreçleri ve iplikçik özelliklerini etkileyebilmektedirler. Döküntülerle ilgili problemler, fiber uzunluğu ile bağlantılıdır fakat fiberlerin kütle oranı belirli bir uzunluğun altında olur. Ayrıca kısa fiberlerin uzunluğunun ölçülmesi de zor bir aşama olup ve numuneleme sırasında kolaylıkla gözden kaçabilir [37,44,45].

5.3 Fiberler ile Güçlendirme

Kırılma, malzemelerin gerilme altında birden fazla parçalara ayrılmasıdır. Kırılmanın karakteri malzemeden malzemeye değişen ve genellikle tatbik edilen gerilmeye, sıcaklığa ve deformasyon hızına bağlı olan bir olgudur. Kırılma başlıca iki safhadan oluşmaktadır. Birinci safha “çatlak oluşumu”, ikinci safha ise “çatlak ilerlemesi”dir [46].

Makroskobik açıdan kırılma, gevrek kırılma, sünek kırılma, sürünme kırılması ve yorulma kırılması olarak gruplandırılmaktadır. Seramik malzemelerde gözlemlenen gevrek kırılma, çok az veya hiç plastik deformasyon bırakmadan meydana gelen bir

kırılma biçimidir ve Şekil 5.2’de kırılma anındaki davranışı gösterilmektedir [2,46,47].

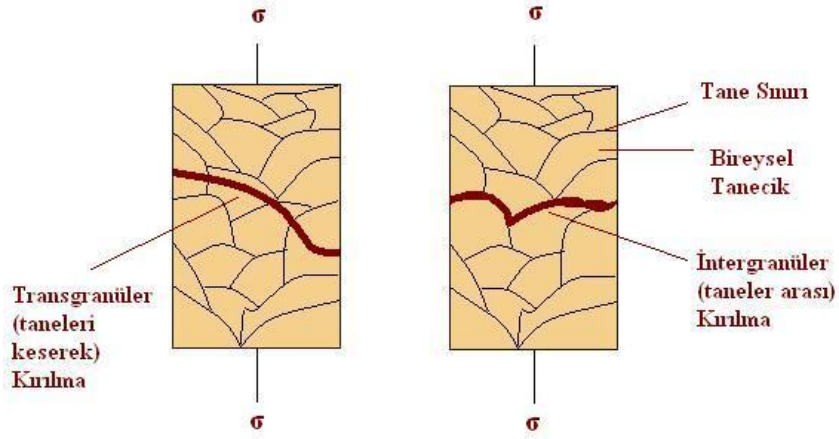


Şekil 5.2 : Gevrek Bir Malzemeye ait Kırılma Grafiği

Sünek kırılma gevrek kırılmanın aksine, çatlak ilerlemesi öncesinde ve esnasında önemli ölçüde plastik deformasyonla karakterize edilir. Sürünme kırılması, yüksek sıcaklıklarda sabit yük altında veya sabit gerilmelerde sürünme deformasyonu ile kırılma meydana gelmesidir. Yorulma kırılması, alternatif yükler altında kalan malzemelerde meydana gelmektedir.

Mikroskobik açıdan kırılma tipleri incelendiğinde ise, ayrılma kırılması ve kayma kırılması gözlemlenmektedir. Ayrılma kırılması, kristallografik düzlemler boyunca meydana gelen kırılma tipi olup genellikle gevrek malzemelerin kırılma tipidir. Kayma kırılmasında ise, metalik malzemelerde plastik deformasyon, kaymaya karşı direnci az olan atom düzlemlerinin kayması sonucu meydana gelmektedir [2,5,46].

Kırılma, taneleri kesip kesmemesine göre Şekil 5.3’te gösterildiği gibi sınıflandırılmaktadır. Bu da transgranüler ya da intergranüler olarak ikiye ayrılmaktadır. Transgranüler kırılma, taneleri keserek, parçalara ayırarak gerçekleşirken, intergranüler kırılma tane sınırlarında yani taneler arasında gerçekleşir.



Şekil 5.3 : İntergranüler ve Trasngranüler Kırılmanın Şematik Gösterimi [2,5]

Bir malzemenin kuramsal dayanımı atom bağlarının koparılması için gereken kuvvetlerden tahmin edilebilir. İki yüzeyin ayrılması sırasında çekme kuvvetleri ayırma uzaklığıyla bir en üst değere kadar artar ve daha sonra düşmeye başlar.

Seramik malzemelerin dayanımını belirleyen önemli etkenlerden bir bölümü kusurların sayısı, boyutları ve dağılımıdır. Yüzey kusurları ve pürüzlülük, dayanım değerlerini önemli ölçüde düşürebilir. Örneğin SiC, Si₃N₄ seramikleri yüzey kusurlarına başkalarından daha duyarlıdır. Seramiklere özgü diğer hata türleri de gözenekler ve topaklar, yani birbirine bitişik tanelerin oluşturduğu kümelerdir. Bu tür kusurlar dikkatli üretim ve hasarsız inceleme yardımıyla en aza indirgendiğinde seramiklerin dayanımları metallere göre üstün bulunur. Fiziksel özellikler ve mikroyapısal değişimler özellikle gözeneklilik ve ikincil evreler dayanım değerlerini önemli ölçüde etkiler [46,47].

Sıcaklık ile dayanımı arttırmak ise belli bir kritik sıcaklığa kadar olabilmektedir. Bu sıcaklığın üstünde kırılma öncesinde kayma gerçekleşir. Kalıcı şekil değişimi yoluyla çatlakların kütleşmesi de olasıdır ve bu yolla artan sıcaklıkla kırılma dayanımı biraz yükselir. Camsı evreler, yumuşama sıcaklıklarının üstündeki sıcaklıklarda seramik içindeki mikroçatlak ve boşlukların iyileştirilmesi yoluyla dayanımı belli bir ölçüde yükseltebilir. Daha yüksek sıcaklıklarda camsı evre dayanımını yitirir ve önemli ölçüde dayanım azalmalarına neden olur [2,5].

Yakın zamana kadar seramik malzemeler kendilerine özgü yapıları nedeniyle kırılgan malzemeler olarak bilinmektedirler. Ancak çeşitli toklaştırma yöntemleri sayesinde bu malzemelerde tokluk değerleri önemli ölçüde artmış ve böylece seramiklerin kullanım alanları genişlemiştir [2,5,48].

Seramik malzemelerin üretimi sırasında kolayca ortaya çıkan içyapı kusurları gerilme yoğunlaşmasına ve kolay kırılmaya neden olur. Yapısal kusurlar, özellikle iç ve yüzey kusurları yüksek ıskarta oranlarının en önemli nedenidir. Artırılmış tokluk değerleri üretim sırasında reddedilen parçaların oranını düşürebilir ve kullanım sırasındaki güvenilirliği yükseltebilir. Bu nedenle seramiklerin toklaştırılmasına yönelik çok sayıda araştırma yürütülmüştür. İğnecik veya kısa lif katkılı seramik matrisli karma malzemelerde üç sağlamlaştırma süreci gerçekleşebilir:

- Yük taşınımı,
- Ana yapı ön gerilmesi
- Toklaştırma yoluyla sağlamlaştırma [2].

Seramik kompozit malzemeler, güçlendirilmemiş seramik anafazın dayanım ve tokluk gibi mekanik özelliklerini iyileştirmişlerdir. Güçlendiricinin cinsine göre, sürekli lifler, süreksiz lifler ve parçacıklarla güçlendirilenler olmak üzere üçe ayrılırlar.

Seramik malzemeleri güçlendirmek için genellikle silisyum karbür ve alüminyum oksit türü sürekli lifler kullanılmaktadır. SiC lifleri hazır halinde örülmekte, daha sonra kimyasal buhar yığma yöntemi ile ana faz lifli hazıran gözeneklerine doldurulmaktadır. Bu tip malzemeler genellikle ısı değiştirme tüplerinde, ısıya karşı koruyucu ve yüksek sıcaklıkta yenimli ortamda çalışan parçalarda kullanılmaktadır.

Süreksiz lifler ve parçacıklarla güçlendirilmiş olan seramik yapılar için ise bu şekilde güçlendirilme yapıldığında parçanın kırılma tokluğunda artış olmaktadır [49,50]. Örneğin; sertleşmiş çimento bulamacından ana faz içinde dolgu parçacıklarından oluşan (kum, çakıl) bir seramik malzeme olan ve inşaat malzemesi olan beton, yeterli basma kuvveti, ekonomiklik, uzun ömürlülük, mukavemet, ateşe dayanım ve estetik görünüm gibi üstünlüklere sahiptir. Betonun düşük çekme dayanımı, çelik çubuklarla desteklenerek büyük ölçüde artırılabilir. Bununla birlikte son yıllarda yapılan çalışmalara göre çimento harcının içine belirli miktarlarda yapılan fiber katkısı da yapıyı güçlendirerek çekme dayanımını daha da arttırıcı rol oynamaktadır [49,51,52,53].

Seramik ana fazlı bünyeler için temelde üç çeşit sağlamlaştırma mekanizması mevcuttur:

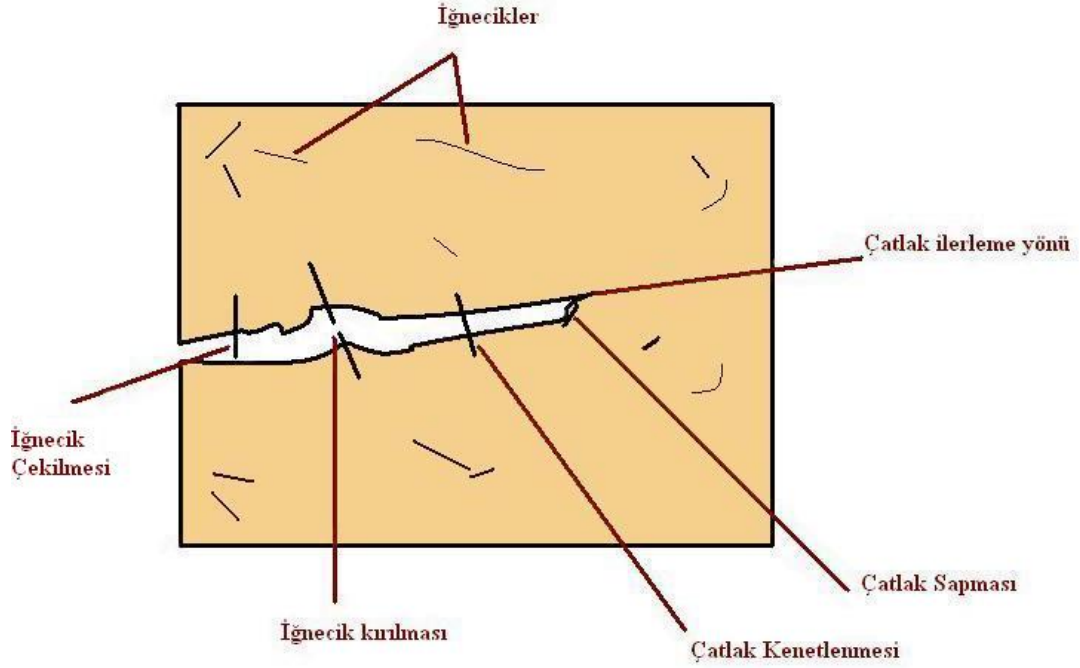
- Çatlak saptırma

- Çatlak kenetlenmesi
- İğnecik çekilmesi

Şekil 5.4 fiber katkılı seramik anayapılı bünyelerdeki çeşitli toklaştırma mekanizmalarını şematik olarak göstermektedir. Yapı içerisindeki kalıcı gerinmeler, ikincil yapı olan fiberler ile ana yapı arasındaki ara yüzeyinin zayıf olması nedeni ile düzlemsel olmayan çatlak oluşumu gözlemlenebilir. Çatlak oluşumları; etkileşimleri ve uyumları sağlanamamış bünyelerde, esneklik katsayılarının farklılıkları, termal genleşme katsayısı uyumsuzluğu nedeniyle ya da tekil veya kompozit malzeme içindeki termal genleşme katsayısının düzensiz dağılımından kaynaklanabilmektedir [2,5,42,47].

Kırılgan malzemelerde çatlak saptırma olgusu incelenerek çeşitli biçimlerde taneler içeren kompozit malzemelerde olası tokluk artışları hesaplanmıştır. Çatlak bir güçlendiriciye rastladığı zaman yön değiştirmek zorunda kalacağından hareket etmesi zorlaşmakta ve çatlağın hareketi için daha yüksek gerinim ve enerjiye ihtiyaç duyulması suretiyle çatlak ilerlemesi engellenmektedir.

Liflerin ana yapıdan ayrıldığı ve sürtünmeli kayma yaşanan karma malzemelerde lif çekilmesinin tokluğa katkısı bulunur. Aynı şey iğneciklerle sağlamlaştırılmış seramiklerde de geçerlidir. Çatlak kenetlenmesi olgusu çeşitli karma yapılarda gözlenmiş ve lastikle toklaştırılmış polimerlerde, seramik-metallerde ve son zamanlarda iri taneli alüminada belgelenmiştir. İri taneli seramiklerde çatlak kenetlenmesinin anlaşılması oldukça yakın bir tarihe rastlamaktadır. Tek evreli iri taneli seramiklerde toklaşmanın iki yolla olabileceği varsayılır. Bunlardan birincisi çatlak büyümesi sırasında çatlak yüzeyleri birbirinden uzaklaşırken zıt çatlak yüzeylerinin sürtünmeli kilitlenmesidir. Çatlak ucunun 100µm gerisine kadar bir bölge tokluk artışına yardımcı olabilir. İkinci yol ise bağlayıcı köprülerin oluşmasıdır. Kırılma direnci bu olgu nedeniyle artar çünkü; çatlağın ilerleyebilmesi için önce bu köprülerin koparılması gerekmektedir. Eğer en zayıf noktalar doğrusal olarak yerleşik olmayıp farklı bir şekilde yerleşmişse ayrıca çatlak sapması nedeniyle de toklaşma sağlanmaktadır.



Şekil 5.4 : Fiber Katkılı Seramik Anayapılı Bünyelerde Çeşitli Toklaştırma Yöntemlerinin Çizimsel Gösterimi [2].

Fiber katkıli sistemlerde lif çekilmesi yoluyla toklaşma çok etkili bir yöntem olup, liflerin çatlayan ana yapıdan dışarı çekilmesi için gereken sürtünme enerjisini yutmakta ve çatlağın ilerlemesi için daha fazla gerilme gerektirmektedir. Dolayısıyla, yüksek dayanımlar için, ana yapıyla lifler arasında iyi bir ara yüzey bağı gerektirmektedir.

Fiber kullanımı ile kırılgan bir yapıya sahip olan seramik malzemelerin güçlendirilmesi günümüzde birçok uygulamada kullanılmaktadır. Özellikle başlıca inşaat malzemesi olan çimento sektöründe cam fiber veya seramik fiber kullanılarak çimento yapısındaki kum güçlendirilmesi yapılmıştır [51,53,54]. Ma, Zhu ve Tan'ın [54] yaptığı çalışmada belirli miktarlarda seramik fiber katkıları, seramik fiberin içindeki Al_2O_3 yüzdesinin değişimi ve fiber boyunun etkisinin Portland çimentosunun özelliklerine etkisi incelenmiştir [54]. Yapılan çalışmaya göre fiber uzunluğunun etkisini inceleyebilmek için 3mm'den 10mm'ye kadar katkılar yapılmış ve eğme mukavemetine etkileri incelenmiş olup, fiber uzunluğu arttığında maximum bir değere ulaşıldıktan sonra mukavemet değerlerinde düşüş belirlenmiştir ve en iyi fiber uzunluğu 5 mm olarak tespit edilmiştir [54]. Bunun dışında seramik fiber miktarı ile mukavemet ilişkisi araştırılarak % 3'den % 10'a kadar fiber katkısı yapılarak sonuçlar tartışılmıştır ve % 5 seramik fiber etkisi ile maximum mukavemet değerine ulaşan yapı fiber miktarı arttıkça azalma göstermiştir. Daha sonra bu

alıřmaların sonucu ile hareket eden Ma, Zhu ve Tan, 5mm fiber uzunluęu ve maximum % 5 fiber ierięi ile numuneler hazırlamıřlardır. En sn olarak seramik fiber ierięindeki Al_2O_3 miktarını % 45'den % 60'a ıkartarak mukavemeti incelenmiř olup mukavemet Al_2O_3 yzdesi ile doęru orantılı olduęu gzlemlenmiřtir [54].

Papargyri, Cooke, Botis ve Papapolymerou'nun yaptıęı alıřmada ise kaolin kil ana yapılı bir sisteme  ayrı kısa fiber eklenmesi ve dkm yntemi ile řekillendirilip 1000°C ile 1300°C arasında sinterlenmesi sonucu mekanik zellikleri incelenmiřtir. Seramik fiberlerin etkilerinin incelenmesinin hedef alındıęı alıřmada, farklı seramik fiberlerin X ışınları difraksiyonu sonucu aynı sıcaklıkta ısıl iřlem grmelerine raęmen ierik farklılıklarından dolayı farklı fazlar bulunduęu gzlemlenmiřtir. Fiber miktarlarının deęiřimi ile farklı faz oluřumu gzlemlenmeyen yapılarda seramik fiberlerin yapı ile uyumlu olduęu ve fiber katkısı ile mukavemet deęerlerinin arttıęı bulunmuřtur. Bu durumunda fiberler ve ana yapı arasında kimyasal bir baę olduęu dřnlmřtir [50].

Bu alıřmanın deneysel blm, sanatsal seramiklerin yapımında kullanılan amur iin en uygun fiber eřidini belirleyip farklı oranlarda fiber katkıları sonucu sinterleme, mikroyapı ve mekanik zelliklere etkisini incelemek amacıyla tasarlanmıřtır.

Deneylere bařlamadan nce uygun kil ve fiber seeneęinin tayin edilmesi nemli bir unsurdur. 3 ayrı kil seilerek denemeler yapılmıřtır. Seilen her kil ile de 3 ayrı fiber denemesi yapılmıřtır. řekillendirme ve mikroyapı sonuları ile uygun fiber eřidi belirlenmiřtir. Sanatsal seramikler iin en uygun kil ve fiber eřidi belirlemeleri yapıldıktan sonra iki ayrı řekillendirme metodu iin en uygun bileřimler belirlenmiř ve numuneler hazırlanıp analizleri yapılmıřtır.

6. KARAKTERİZASYON ÇALIŞMALARI

6.1 Başlangıç Malzemelerinin Seçimi ve Karakterizasyonu

Başlangıç tozunun karakterizasyonu ön denemeler yapılarak fiziksel özelliklerinin belirlenmesi ve karşılaştırılması ile yapılmış olup, sanatsal seramiklerin yapımı için en uygun kil seçeneği tercih edilmesi amaçlanmıştır. Bu çalışmada kullanılmak üzere 3 ayrı kil çeşidi Eczacıbaşı ESAN A.Ş. fabrikasından talep edilip deney şartlarına en uygun kil seçilmiştir.

Sanatsal seramiklerin yapımında kullanılan çamurun iyileştirilmesine yönelik olan bu tez çalışması, uygun kil ve fiber seçimini, fiberin sanatçıların kullanımı için uygun olup olmadığının tayini ve nihai ürün özelliklerinin iyileştirilmesi safhalarını kapsamaktadır. Bu çalışmada kil seçimi yapıldıktan sonra uygun fiber seçimi için 3 ayrı fiber türü ile denemeler yapılmıştır. Cam fiber, polimer fiber ve seramik fiber ön denemelerde kullanılan fiber türleridir. Laboratuvarımızda daha önceden de bulunan bu fiber çeşitleri ile numuneler hazırlanmış, kuruma ve sinterleme sonrası fiziksel özellikleri karşılaştırılıp en uygun fiber seçeneği tayin edilmiştir.

Uygun kil ve fiber seçimi, standart şekillendirme ve sinterleme süreçleri takip edilerek hazırlanan numuneler için kuruma ve sinterleme sonrası fiziksel özelliklerinin incelenmesi ile belirlenmiştir. Daha sonra seçilen kil ve fiber ile belirli kompozisyonlar hazırlanarak elle ve pres ile şekillendirmeler yapılmış olup fiber etkisinin ve şekillendirmenin ürün üzerine etkileri gözlemlenmiştir.

Üç kısımdan oluşan deneysel çalışmalar Şekil 6.1’de de gösterilmektedir. Bunlar:

1. Öncelikle çalışmalarda kullanılacak kilin parçacık boyut dağılımı, ısı etkisiyle hammaddelerde gerçekleşen reaksiyonların belirlenmesi gibi temel özelliklerin analiz edilmesi,
2. Başlangıç hammaddesinin ve fiberlerin karakterizasyonu sonuçlarından yararlanarak değişik kompozisyonlar için karışımların hazırlanması, şekillendirilmesi ve şekillendirilmiş olan numunelerin sinterlenmesi,

3. Son olarak da sinterlenmiş olan numunelerin karakterizasyonu yapılarak mikroyapı ve makroyapı gelişimlerinin incelenmesi, her bir yapıda oluşan fazların tespit edilmesi, mekanik özelliklerinin test edilmesi şeklinde gerçekleştirilmiştir.



Şekil 6.1 : Başlangıç Tozlarının Karakterizasyonun Şematik Gösterimi

6.1.1 Faz Analizi

X ışını difraksiyon (XRD) tekniği, herhangi bir numunede var olan kristalin tozların belirlenmesinde kullanılan en etkin tekniklerden biridir. Verilen herhangi bir madde bir x ışığı kaynağı tarafından radyasyona maruz bırakıldığında zaman karakteristik bir difraksiyon paterni üretir. Herhangi bir paternden seri halinde elde edilen çizgilerin açısıl değerleri (2θ) ve bu çizgilerin izahi şiddet değerleri ile tanımlanır. Çizgilerin açısıl değerleri kullanılan X-ışını kaynağının dalga boyuna (λ) bağlıdır. Alternatif olarak latis düzlemleri arasındaki mesafeyi (d) mesafesi olarak düşünmek mümkündür. θ , d ve λ arasındaki ilişki Bragg eşitliği olarak bilinir ve aşağıda bu eşitlik denklem halinde sunulmuştur: [55,56]

Bu denklemde:

$$n\lambda = 2d \sin \theta \quad [55,56] \quad (6.1)$$

θ = gelen dalga boyu ile normal arasındaki açı

λ = X ışınlarının dalga boyu

d = Kristal düzlemleri arasındaki mesafe

X-ışını difraktometresi ile her bir hammaddenin ve tozun analizi yapılarak herbiri içindeki mevcut kristal fazlar tespit edilmiştir. Böylece kullanılacak olan hammaddelerde sıcaklıkla hangi reaksiyonların gerçekleşebileceği tahmin edilmeye çalışılmıştır.



Şekil 6.2 : XRD Analiz Cihazı

Bu çalışmada fiber katkısı olmayan ve belirli miktarlarda fiber katkısı bulunan toz numuneler ve yığın numunelerin faz analizleri Şekil 6.2’de gösterilen İ.T.Ü. Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü Toz Malzemeler Laboratuvarında bulunan Bruker X-Ray Diffractometry™ cihazı kullanılarak, 15 ile 90° açı arasında 0,4 adım hızı ile çekimleri tamamlanmıştır.

6.1.2. Yüzey Alanı Ölçümleri

Kullanılan kilin yüzey alanları, Şekil 6.2’de gösterilen İ.T.Ü. Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü Toz Malzemeler Laboratuvarında bulunan ve bu çalışmada kullanılan Autosorb-1™ cihazı kullanılarak ölçülmüştür. Yüzey alanı ölçümlerinde çok tabaka gaz adsorpsiyonu yöntemi (multi-point BET) kullanılarak beş noktadan yüzey alanı ölçümleri alınmıştır.



Şekil 6.3 : QuantachromeTM Autosorb-1 AS-1 BET Yüzey Analiz Cihazının Görünümü

BET yüzey alanı ölçümleri iki aşamada gerçekleştirilmektedir. Birinci aşamada toz üzerindeki mevcut gaz atılımı sağlanır. Bu proses için helyum doldurucu gaz olarak kullanılmaktadır. Gaz atılma için sıcaklık 150°C olarak belirlenmiştir. Gaz atılma aşamasından sonra, emilen gaz azot yüzey alanı ölçmek için kullanılır. Bu aşamalar sonunda, tozun yüzey alanı tespit edilmiştir.

6.1.3 Elektron Mikroskopisi Çalışması ile Mikroyapısal İncelemeler

Taramalı elektron mikroskobu (SEM) yüksek büyütmede mikroyapısal inceleme için üstün bir araçtır. Elektronlar boşlukta yüksek gerilim alanı içinde hızlandırılır. Işın, numune üzerine elektromanyetik mercekler kullanılarak 1-2nm büyüklüğünde bir nokta oluşturacak şekilde odaklanır ve tarama sargıları ile incelenen numune yüzeyinde taramaktadır. İkincil elektronlarla 1-50 nm düzeyinde bir çözünürlük elde edilmektedir. Özellikle yüzey düzensizlikleri, tane sınırları, çatlaklar, gözenekler ve iğnecik ve lifli yapılar optik mikroskopla gözlemlenebilen çok üstün bir alan derinliği ile gözlemlenebilir [49,55].

Bu çalışmada İ.T.Ü. Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü Elektron Mikroskopisi Laboratuvarında bulunan JeolTM T-330 marka Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) ile hammaddenin ve fiberlerin x100 ve x1500 büyütmede 20KV da görüntüleri alınmıştır. Böylece başlangıç malzemelerinin morfolojik ve kristal şekli ve partikül boyutları hakkında bilgi elde edilmesi amaçlanmıştır.

6.1.4 Parçacık Boyut Analizi

Şekil 6.4’de gösterilen İ.T.Ü. Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü Toz Malzemeler Laboratuvarında bulunan ve bu çalışma süresince kullanılan Malvern

Instrument Mastersizer 2000 Laser Particle Size Analyzer ve model parçacık boyut ölçüm cihazı ile başlangıç malzemelerinin partikül boyut dağılımları belirlenmiştir. Analizler sonucunda elde edilen veriler cihaz tarafından sonuçlar kontrol edilmiş ve değerlendirmeler bu sonuçlara göre yapılmıştır.



Şekil 6.4 : Malvern Instrument Mastersizer 2000 Lazer Parçacık Boyut Analiz Cihazı

6.1.5 Termal Analiz

Killerin ve diğer seramik malzemelerin birçok özelliği içerdikleri minerallerin miktar ve özelliklerine bağlıdır. Bu yüzden kil minerallerinin belirlenmesi, özelliklerinin tanımlanması veya tahmin edilmesi çok önemlidir. Genelde, saf minerallerini tanımlamak kolaydır. Buna karşılık, diğer mineraller ile karışım halde bulunduğu tanımlama güçleşmektedir.

Geleneksel seramik malzemelerin en önemli hammaddelerinden olan kil birçok kompozisyonda kaolinit şeklinde bulunabilir. İstenilen özellikte seramik ürünler elde etmek için hammaddelerin tane boyutu, tane boyut dağılımı, fazların miktarı, safiyetsizlikler ve ısı karşısındaki davranışları bilinmelidir. Bu özellikler kimyasal analiz ve termal analiz yöntemleriyle belirlenebilir.

Termal analiz, kontrollü sıcaklık değişimi karşısında belli bir maddenin fiziksel ve kimyasal özelliklerinin değişiminin ölçülmesidir.

Termal analiz cihazları geleneksel olarak araştırma ve geliştirme çalışmalarında ölçümler için kullanılmaktaydı. Ancak son zamanlarda seramikler, polimerler, metaller, patlayıcılar, yarı-iletkenler, tıp ve yiyecekler gibi pratik uygulama alanlarında, proses kontrollerinde, malzeme kabullerinde ve tespitlerinde ve kalite kontrolünde kullanılmaktadırlar [2,25].

Termogravimetrik analiz (TGA), kontrollü sıcaklık programına tâbi tutulan bir maddenin kütle değişimi sıcaklığın veya zamanın fonksiyonu olarak ölçülür. TG ile ısıtma veya soğutma periyoduyla, buharlaşma, süblimleşme, ayrışma, oksidasyon,

redüksiyon ve gazların absorpsiyon ve desorpsiyonu sonucu oluşan kütle değişimi ölçülmektedir. Isı etkisine dayanan DTA analizine alternatif bir metottur ancak daha sınırlıdır çünkü sadece gaz çıkışı ya da absorpsiyonu olan reaksiyonlarda kullanılabilir [55].

DTA (Differential Thermal Analysis), kontrollü sıcaklık programı uygulanan bir madde ile referans maddesi arasındaki sıcaklık farkı sıcaklığın fonksiyonu olarak ölçülür. Minerallerin belirlenmesi, DTA eğrisinde oluşan piklerin sıcaklıklarına ve şekline bakılarak yapılır. İnce öğütülmüş kaolinit daha az kristalindir ve kristal suyunu öğütülmemiş kaolene göre daha düşük sıcaklıklarda kaybeder. Plastikliği ve dağılma özelliği daha iyidir. Numune tane boyutu eğrinin şeklini etkileyebilir. Dar tane boyut dağılımına sahip bir numune keskin pik verirken tane boyutunun artması pikleri de genişletir ancak pik alanı aynı kalır.

Isıtma hızı da DTA eğrisinin şekline etki eder. Sıcaklık yavaş yavaş yükseltildiğinde pikler yassılır, yayvanlaşır. Hızlı ısıtıldığında ise, pikler keskin olur, reaksiyon sıcaklıkları daha belirgin olarak okunabilir, fakat yan yana bulunan piklerin birbirini kapatması tehlikesi de artar. Yani ayırma gücü azalır.

Zayıf şekilde kristallenmiş kaolinitte düşük sıcaklıklarda endotermik pik görülmektedir. Bunun nedeni, kaolinit ünitelerinin düzenlenmesindeki düzensizlikler sonucu az miktarda suyun tabakalar arasına girmesidir. Zayıf şekilde kristallenmiş kaolinitte dehidrasyon endotermik pikinin sıcaklığı düşmektedir. Bunun nedeni daha zayıf kristallenmiş kaolinitte su endotermik sıcaklığı civarında tamamen uzaklaşırken, iyi kristallenmiş kaolinitte yüksek sıcaklıklarda tamamlanmaktadır. (>700° C)

Endotermik pik sıcaklığı = 585° C (iyi kristallenmiş kaolinit) **(6.2)**

Endotermik pik sıcaklığı = 500-560° C (zayıf kristallenmiş kaolinit) **(6.3)**

İyi kristalize kaolinitte ekzotermik pik keskin iken, zayıf şekilde kristallenmiş kaolinitte bu pik daha geniştir ve sıcaklığı daha düşüktür.

Eğer 100-200°C arasında su kaybı varsa yapı halloysit ya da monmorillonitik yapıda olduğu söylenebilir. Bu pikin sebebi yapıda bulunan katyonların dehidrasyonu ve küçük olan endotermik pik ise hidrolize olmuş katyondan uzaklara ve kil yüzeyinde

bulunan sudur. İkinci endotermik reaksiyon kristal suyun uzaklaşmasından dolayıdır [2,55].

DSC (Differential Scanning Calorimetry), kontrollü sıcaklık programı uygulanan bir madde ile referans maddesi arasındaki enerji girdi veya çıktı farkını sıcaklığın fonksiyonu olarak ölçer. DSC ile cam geçiş sıcaklığı, faz dönüşümü ve reaksiyon entalpileri, erime- kaynama noktaları, kristalizasyon ve kristalleşme yüzdeleri, safiyet, reaksiyon kinetiği, termal kararlılık belirlenebilir [2,55].



Şekil 6.5 : DTA-TA-SDT-Q Series™ Termal Analiz Cihazı

Şekil 6.5’de gösterilen İ.T.Ü. Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü Toz Malzemeler Laboratuvarında bulunan ve bu çalışma süresince kullanılan DTA-TA-SDT-Q Series™ marka DSC-TG cihazıyla 1250°C’ye kadar 10°C/dak ısıtma hızıyla başlangıç tozlarının DSC grafikleri elde edilmiştir. Grafiklerdeki ekzotermik ve endotermik piklerin hangi reaksiyonları simgelediği açıklanmaya çalışılmıştır. DSC grafiklerinde endotermik pikler sisteme ısı verildiğini ve genellikle karbonatların ve sülfatların bozunarak ayrışması ve yapıda suyun sistemden uzaklaştırılması olaylarını gösterir. Ekzotermik pikler ise sistemden bir ısı çıkışı olduğunu, yeni faz oluşumları olduğunu gösterir.

Dilatometre cihazı kullanılarak, kontrollü sıcaklık programına tabii tutulan bir maddenin boyutları sıcaklığın fonksiyonu olarak ölçülür. Dilatometre ortalama doğrusal termal genleşme katsayısının ölçülmesini sağlar.

$$a_{av} = \frac{1}{L_0} \frac{\Delta L}{\Delta T} \quad (6.4)$$

L_0 , numunenin ilk uzunluđu, ΔL ise ΔT sıcaklık deđiřiminde uzunlukta meydana gelen deđiřimdir.

Dilatometre özellikle hacim ve uzunluk deđiřimine yol aacak bileřiklerin yapısında meydana gelecek deđiřimleri saptamak iin uygun bir tekniktir. Faz deđiřimi, polimorfik dnřmler ve cam geiř gibi farklı yapısal deđiřiklikler bu teknikler saptanabilir. Bu dnřmlerin tersinir olabileceđi de numuneye sođutma programı uygulayarak gsterilebilir.

Boyut deđiřimi, sıcaklıđın artması ile malzemede atomlar arasındaki titreřimin dalga boyunun artması sonucu oluřur. Dolayısıyla boyut deđiřiminin miktarı malzemede atomların dizilimine ve atomlar arası bađların gcne bađlıdır. Titreřimin dalga boyu arttıka genleřme artmaktadır. Atomlar arası bađ kuvveti ve kristal yođunluđu arttıka termal genleřme katsayısı azalmaktadır.

Kbik simetriye sahip sıkı paketlenmiř malzemeler,  boyutta isotropik ve termal genleřme katsayısına sahiptir. Diđer taraftan, kbik olmayan malzemeler deđiřik ynlerde deđiřik zellikler gsterirler ve farklı termal genleřme katsayılarına sahiptirler [2,5,55].

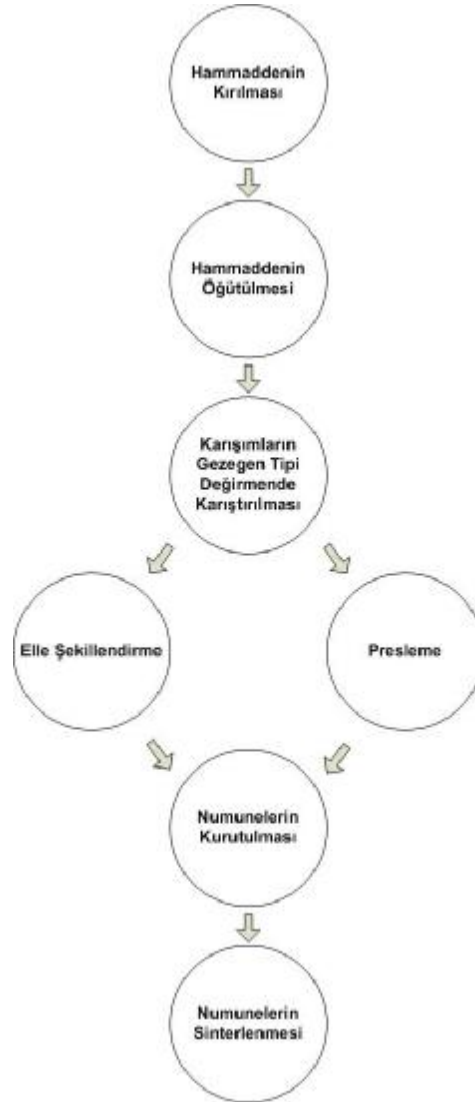


řekil 6.6 : Unitherm™ 1181 Dilatometre Cihazı

řekil 6.6’de gsterilen İ.T.. Metalurji ve Malzeme Mhendisliđi Blm Toz Malzemeler Laboratuvarında bulunan ve bu alıřma sresince, Unitherm™ 1181 marka cihaz kullanarak fiber katkılı ve katkısız olarak řekillendirilmiř numunelerin sıcaklık deđiřimi ile boyut deđiřimi arasındaki iliřki incelenmiřtir.

6.2 Karışımların ve Yığın Numunelerin Hazırlanması

Karışımların ve yığın numunelerin hazırlanması sürecinde gerçekleştirilmiş olan deneysel süreçler Şekil 6.7’de gösterilmektedir. Burada her bir süreç birbiriyle direkt olarak bağlantılıdır. Yani bir önceki süreç bir sonrakinin gelişimini etkilemektedir.



Şekil 6.7 : Karışımların ve Yığın Numunelerin Hazırlanması Proseslerinin Akım Şeması

6.2.1 Karışımların Hazırlanması

6.2.1.1 Hammaddenin Kırılması

Öğütme ve daha sonra şekillendirme prosesleri için iri parçalar küçültülerek kırılmıştır. Eczacıbaşı ESAN’dan temin edilen ESBKAS kodlu kil Şekil 6.8’de gösterildiği gibi irili ufaklı parçalar halinde tarafımıza ulaştırılmıştır. Kaba tanelerin

yüzeyinden malzeme eksilmesi ve yaklaşık 10cm uzunluğundaki parçalar kırılarak ufalanmıştır.



Şekil 6.8 : ESBKAS kodlu Kilin Kaba Hali

6.2.1.2 Hammaddenin Öğütülmesi

Kırılma işlemi ile belirli bir partikül boyutuna eriştirilmiş olan tozlar mikron altı boyutlara ulaştırılması için öğütme işlemine tâbi tutulmuştur. Öğütülen tozlar Şekil 6.9’da görülen eleklerden geçirilerek partikül boyut analizleri yapılmıştır.

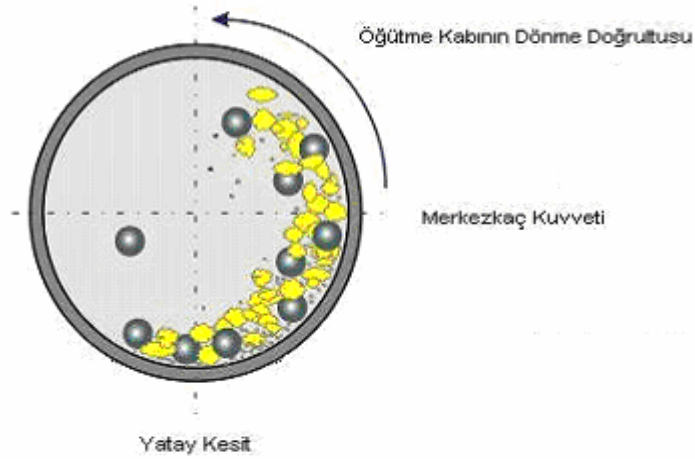


Şekil 6.9 : Titreşimli Elek

6.2.1.3 Kompozisyon Karışımlarının Homojen Karıştırılması

ESBAKAS kili ve farklı oranlardaki fiber katkıları ağırlıkça yüzde miktarları hesaplanmak üzere her bir kompozisyon için hazırlanan karışımların öğütme işleminden sonra homojen bir şekilde karışmasını sağlamak için gezegen tipi değirmen kullanılmıştır. Her bir kompozisyon için yüzer (100) gram olarak

hazırlanan karışımlar Şekil 6.10'da şekli ve çalışma prensibi verilen gezegen tipi öğütücüde (planetary ball milling) 60 dakika süreyle yüksek hızlarda karıştırma ve öğütme işlemine tabi tutulmuştur. Direkt olarak öğütme işleminin bu değirmende yapılmamasının nedeni kullanılan öğütücü ortamın ve bilyelerin aşırı miktarda aşınmasından dolayı kompozisyonların sitokiyometrilerinin bozulmasından dolayıdır.



Şekil 6.10 : Eksenel Bilyalı Öğütücünün İç Kesiti Görünümü [57]

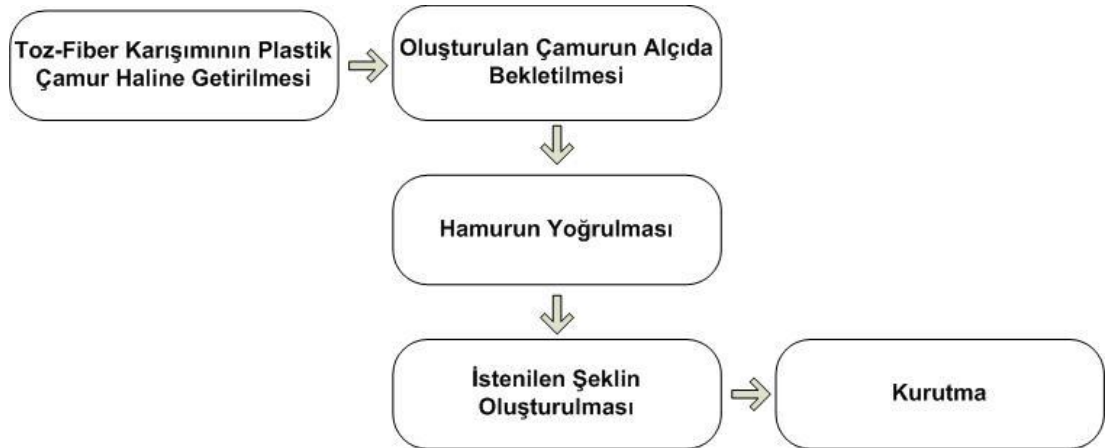
6.2.1.4 Öğütülen Karışımların DSC Analizi

Öğütme işlemine tabi tutulan karışımların DTA-TA-SDT-Q Series™ marka cihazı ile 1250°C'ye kadar 10°C/dakika ısıtma hızıyla DSC grafikleri elde edilmiştir. Bu grafiklerden standart fiber katkısız ESBKAS kili ile belirli oranlarda fiber katkılı karışım tozlarının ısıtma işlemi değişimi incelenmiş ve hangi sıcaklıklarda faz değişiminin başladığı grafiklerdeki ekzotermik ve endotermik pikler yardımıyla tespit edilmeye çalışılmıştır.

6.2.2 Karışımların Şekillendirilmesi

Öğütülerek mikron altı parçacık boyutuna indirilen karışımların şekillendirilmesi iki ayrı şekilde yapılmıştır. Seramik sanatçıların eserlerini oluşturmada kullandığı plaka açma tekniği ile elle şekillendirme yapılarak elle şekillendirme deney seti hazırlanmıştır. İkinci deney seti ise elle şekillendirme sırasında sanatçıdan kaynaklanabilecek etkilerin incelenmesi ve bu parametrenin sabitlenmesi amacı ile, şekillendirme tek eksenli presle çubuk şeklinde numuneler hazırlanması ile oluşturulmuştur.

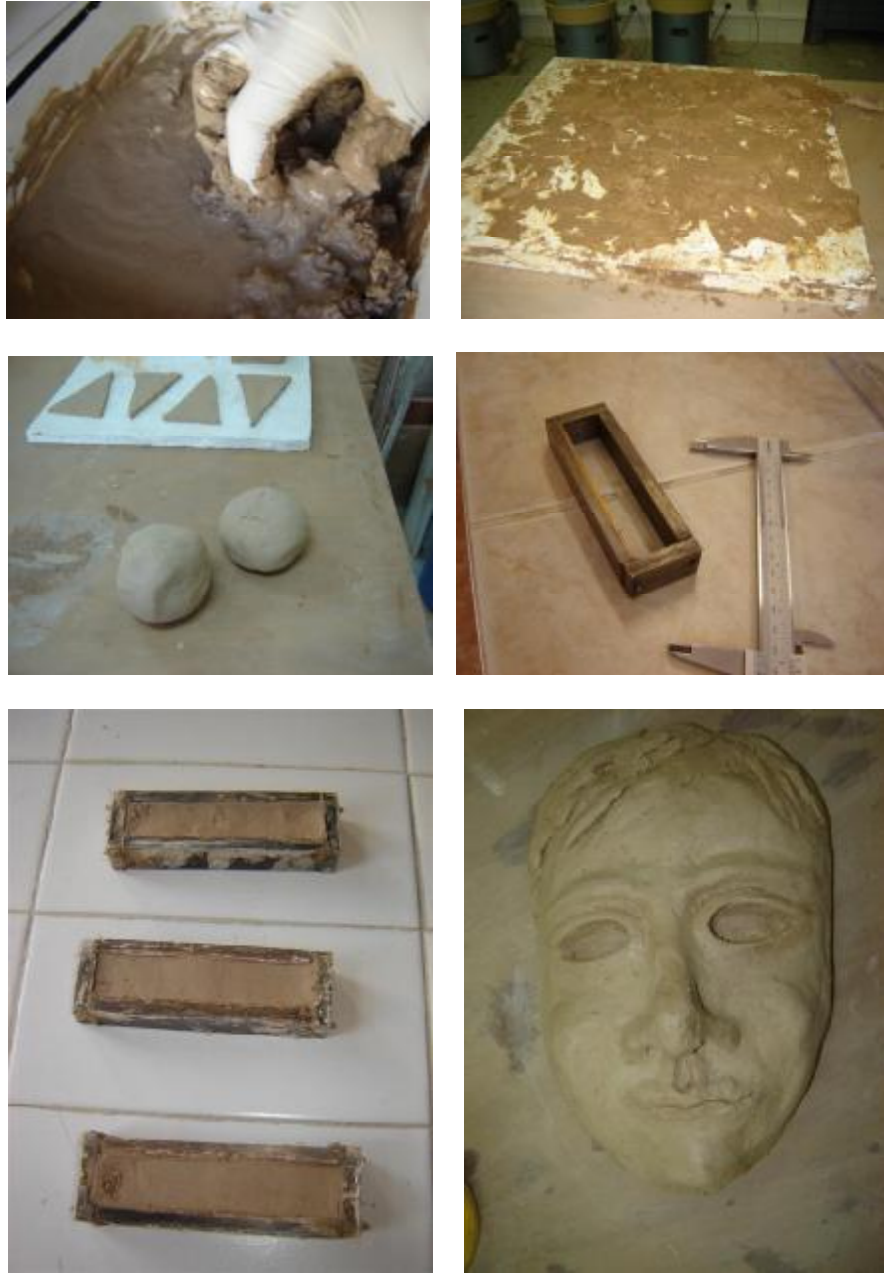
6.2.2.1 Karışımların Elle Şekillendirilmesi



Şekil 6.11 : Toz-fiber Karışımının Nihai Şeklinin Verilmesi için Yapılan Uygulamaların Basamakları

Bu çalışmada uygulanan yoğunlaştırma işlemleri seramik sanatçıların da kullandığı bir teknik olan plaka açma yöntemidir. Bu teknik için et kalınlığı ve oluşan şeklin tek düze hale getirilmesi için hazırlanan hamurlar paslanmaz çelik kalıplara doldurularak şekillendirilmiştir. Böylelikle şekillendirme sırasında et kalınlığı farkından dolayı oluşabilecek farklılık parametresi sabitlenmiştir.

Numuneler hazırlanırken, Şekil 6.11'deki akım şeması takip edilerek önceden hazırlanmış olan toz-fiber karışımları 25 mL su ile açılarak çamur kıvamına getirilmiştir. Ortam şartlarının (sıcaklık, nem) etkisiyle fazla su barındıran çamurlar alçıda bekletilerek fazla suyun alçı yüzeyindeki gözenekler vasıtası ile emilmesi ve çamurun belli bir sertliğe ulaşması sağlanmıştır. Şekil 6.12'de de gösterildiği gibi hamur kıvamındaki çamura istenilen şekil verildikten sonra bünye kurumaya bırakılır. Kuruma kontrollü olarak izlenir ve çatlak oluşumu engellenmeye çalışılır. Hazırlanmış olan numuneler 100mm x 20mm x 20mm hacmine sahip olup, kuruma öncesi ve sonrası kumpas ile ölçümleri yapılmış ve kuru küçülmeleri hesaplanmıştır.



Şekil 6.12 : Elle Şekillendirme ile Yapılan Bazı Seramik Bünyeler

6.2.2.2 Karışım Preslenmesi

Şekillendirme yapılan çeşitli ön çalışmalar sonucunda karar verilen üç ayrı presleme değerinde yani 50, 100 ve 150 MPa basınçla yapılmıştır.

6.2.3 Kurutma ve Fiziksel Özelliklerin Belirlenmesi

Şekillendirilmiş olan pelet ve çubuk şeklindeki numunelerin fiziksel özelliklerini ölçmek için çeşitli tekniklerle karakterize edilmiştir. Karakterizasyon süreçleri Şekil 6.13’de gösterilmiştir.



Şekil 6.13: Kurutma Sonrası Numunelerin Karakterizasyonun Şematik Gösterimi

6.2.3.1 Ağırlık Kaybının Belirlenmesi

Islatılarak yoğrulabilir plastikliğe ulaşmış olan kil ile hazırlanmış numune öncelikle tartılmıştır. Plastiklik şekillendirme sonrası ağırlıkları tespit edilen numuneler, açık hava ve etüvde kurutma sonrası sabit ağırlığa ulaşmasından sonra ağırlığı tekrar tespit edilmiştir. İki ağırlık farkı, % ağırlık kaybını vermektedir [1,2,5].

a: Plastik şekillendirme sonrası ağırlık

b: Kurutma sonrası ağırlık

$$\% \text{ Ağırlık Kaybı} = \frac{(a - b)}{(a)} * 100 \quad (6.5)$$

İki farklı metot ile şekillendirilme sonucu, fiber katkısının etkisinin ağırlık kayıplarına etkisi incelenmiştir.

6.2.3.2 Kuruma Küçülmesinin Belirlenmesi

Su ile plastik hale gelen kil kuruma sırasında bünyelerindeki suyu kaybettiklerinden küçülürler. Yoğrulabilir hale gelene kadar ıslatılmış bulunan kil kalıp içine basılarak plaka haline getirilerek kumpasla hassas olarak ölçümleri yapılmıştır. Her bir numune yaklaşık 4 gün açık hava ortamında daha sonrada 105 C sıcaklıkta etüv içerisinde sabit ağırlığa kadar kurutulmuştur. Oluşturulan plaka soğuduktan sonra tekrar kumpas ile ölçümleri yapılmıştır. İki ölçü arasındaki fark kuru küçülme değerini vermektedir [1,2,5].

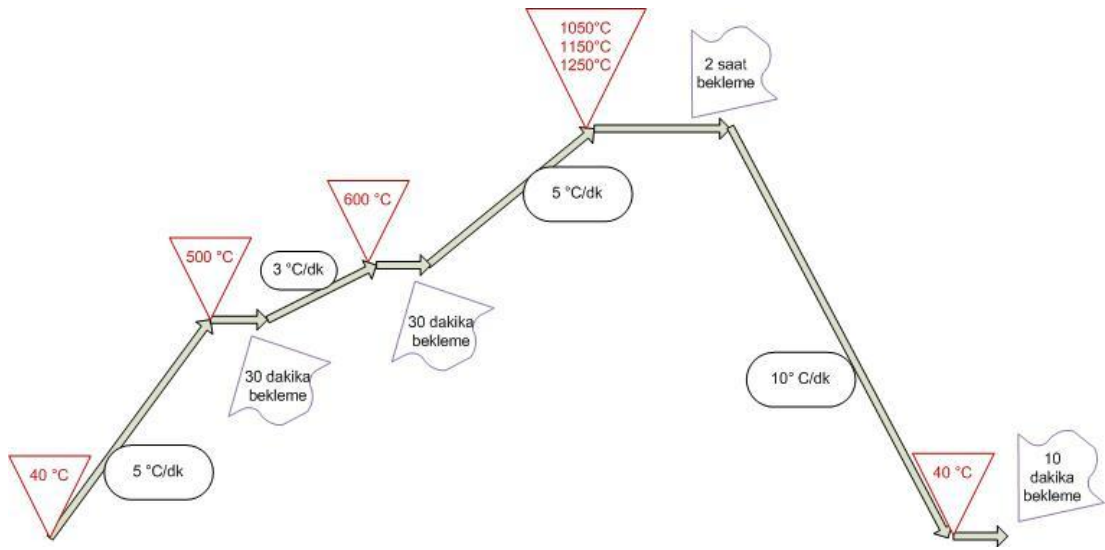
a: Şekillendirme sonrası uzunluk

b: Kurutma sonrası uzunluk

$$\% \text{ Kuru Küçülmesi} = \frac{(a - b)}{(a)} * 100 \quad (6.6)$$

6.2.4 Peletlerin ve Çubukların Sinterlenmesi

Hazırlanan kil-fiber karışımlarından şekillendirilen çubuk ve pelet numunelerin sinterlenmesi çalışmaları sıcaklık kontrollü sinterleme Protherm tipi fırınlarında gerçekleştirilmiştir. Öncelikle fiziksel daha sonra kimyasal suyunu kaybeden numuneler için bu sıcaklık aralıklarında düşük sıcaklık artışları sağlanmıştır. Sinterlemenin hızlı gerçekleşmesi sonucu oluşabilecek çatlakların en aza indirilmesi amaç edinilmiştir. Sinterleme sırasında uygulanan fırın rejimi Şekil 6.14’de sunulmuştur.

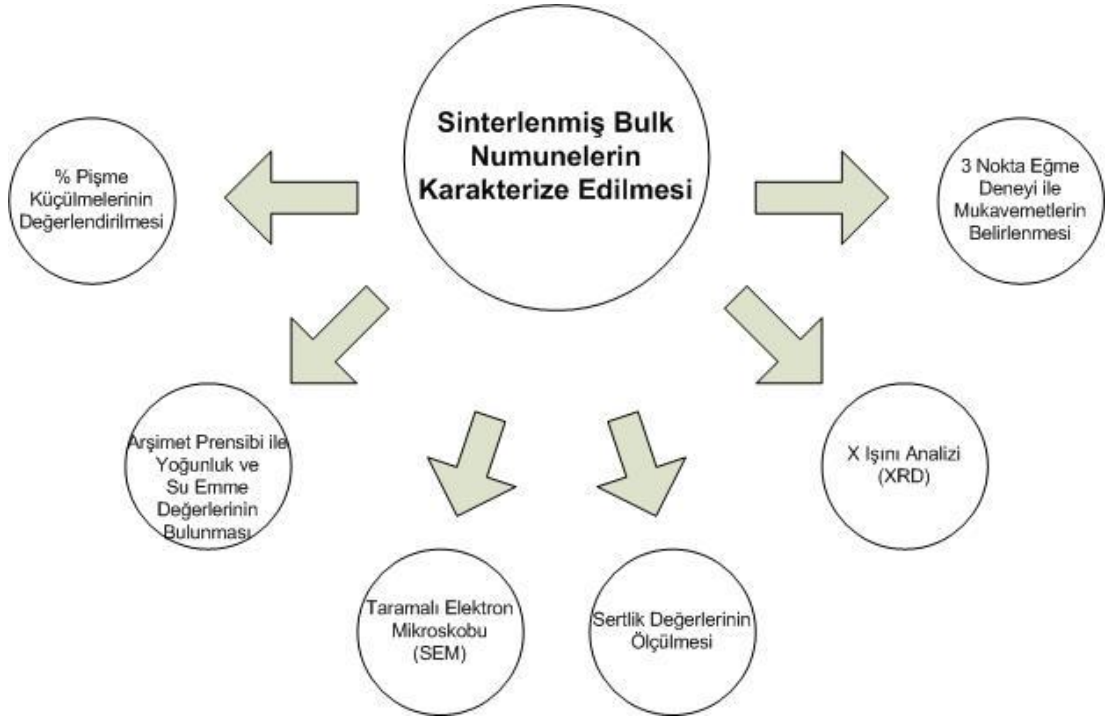


Şekil 6.14 : Numunelerin Sinterlenmesinde Kullanılan Fırın Rejimi

Şekil 6.14’de de görüldüğü gibi sinterleme sıcaklıkları elle şekillendirilen numuneler için 1050°C’dir. Şekillendirme parametresinin değişikliği ile fiber etkisinin incelenmesi için hazırlanmış olan preslenmiş numuneler ise 1050°C, 1150°C ve 1250°C sıcaklıklarda 2 saat bekletme ile sinterleme işlemleri yapılmıştır.

6.2.4.1 Sinterlenmiş Yığın Numunelerin Karakterize Edilmesi

Sinterlenmiş olan çubuk şeklindeki numuneler bazı fiziksel ve mekaniksel özelliklerini ölçmek için çeşitli tekniklerle karakterize edilmiştir. Karakterizasyon süreçleri Şekil 6.15’de gösterilmiştir.



Şekil 6.15 : Sinterlenmiş Numunelerin Karakterizasyon Süreçleri Akım Şeması

Ağırlık Kaybının Belirlenmesi

Islatılarak yoğurulabilir plastikliğe ulaşmış olan kil ile hazırlanmış numune öncelikle tartılmıştır. Plastiklik şekillendirme sonrası ağırlıkları tespit edilen numuneler, açık hava ve etüvde kurutma sonrası sabit ağırlığa ulaşmasından sonra ağırlığı tekrar tespit edilmiştir. İki ağırlık farkı, % ağırlık kaybını vermektedir [1,2,5].

a: Plastik şekillendirme sonrası ağırlık

b: Kurutma sonrası ağırlık

$$\% \text{ Ağırlık Kaybı} = \frac{(a - b)}{(a)} * 100 \quad (6.7)$$

İki farklı metot ile şekillendirilme sonucu, fiber oranlarının etkisinin ağırlık kayıplarına etkisi incelenmiştir.

Şekillendirme sonrası ağırlık ölçümü ile sinterleme sonrası yapılan ölçüm oranı ise toplu ağırlık kaybını vermektedir.

a: Plastik haldeki ölçüm

b: Sinterleme sonrası ölçüm

$$\% \text{ Toplu Ağırlık Kaybı} = \frac{(a - b)}{(a)} * 100 \quad (6.8)$$

Pişme Küçülmesinin Belirlenmesi

Kil minerali bünyesindeki organik maddeler kristal su, sülfatlar ve karbonatları ihtiva etmektedir. Sinterleme süresince bu organik maddeler açığa çıktığı için bu durum bünyelerde ikinci bir küçülmeye neden olmaktadır [1,2,5].

a: Kurutma sonrası ölçüm

b: Sinterleme sonrası ölçüm

$$\% \text{ Pişme Küçülmesi} = \frac{(a - b)}{(a)} * 100 \quad (6.9)$$

Plastik haldeki ölçüm ile sinterleme sonrası yapılan ölçüm oranı ise toplu küçülmeyi vermektedir.

a: Plastik haldeki ölçüm

b: Sinterleme sonrası ölçüm

$$\% \text{ Toplu Küçülme} = \frac{(a - b)}{(a)} * 100 \quad (6.10)$$

Suda Kaynatma Metodu

Suda kaynatma metodu, sinterlenmiş seramik numunelerin Arşimet prensibi ile yoğunluk, su emme ve gözeneklilik değerlerinin hesaplanmasında ilk safhayı teşkil etmektedir. Deiyonize su dolu kaba her bir şekillendirme şekli ve kompozisyon için numuneler hazırlanmıştır. Elle şekillendirilen çubuk numunelerin üç ayrı yerinden enine kesit alınmış ve su dolu kap içerisindeki numuneler Şekil 6.16’da gösterilen elektrikli ısıtıcı üzerine konularak 4 saat süreyle suda kaynaması sağlanmıştır. Bu deney TSE 4633 standardına göre yapılmıştır [1,2,56].



Şekil 6.16 : Manyetik Karıştırıcı

Su Absorpsiyon Deneyi (Su Emme)

Suda kaynatılmış ve soğutularak bekletilmiş numuneler, su dolu kaptan çıkarılıp, Arşimet prensibine göre suda dengeli olan hassas terazide tartılmış, sonra bu numuneler bir kâğıt havlu ile silinip, tekrar hassas terazide tartılmıştır. Buradan elde edilen değerler aşağıdaki formülde yerine konularak % su absorpsiyon değerleri bulunmuştur [1,2].

A = % su absorpsiyonu

$$M_3 = \text{kaynatma sonrası ağırlık} \quad \% A = \frac{(M_3 - M_1)}{(M_1)} * 100 \quad (6.11)$$

M_1 = kaynatma öncesi ağırlık [60]

Yoğunluk Ölçümleri

Suda kaynatma metodu deneyi ile ölçülen yaş haldeki numune ağırlığı ile kuru haldeki numune ağırlığı değerleri aşağıdaki formülde yerine konulmuş her bir sıcaklıktaki numune için yoğunluk değerleri bulunmuştur [1,2].

$$d = \frac{M_1}{M_3 - M_2} \quad (6.12)$$

d = yoğunluk

M_1 = kuru haldeki numune ağırlığı

M_2 = su içinde askıdaki ağırlığı

M_3 = yaş haldeki numune ağırlığı [60]

Bu deney ile farklı şekillendirme türleri, farklı fiber oranları ve farklı sıcaklıklarda sinterlenen numuneler için yoğunluk değişiminin etkisi incelenmiştir.

Ayrıca bu deney sonucu bulunan değerler yardımı ile % porozite değerleri de hesaplanmıştır.

$$\%Porozite = 100 - \frac{(BulunanYogunluk \times 100)}{TeorikYogunluk} \quad (6.13)$$

Bulunan porozite değerleri ile fiber varlığının etkisi tartışılmıştır.

X-Işını Difraksiyon Analizi

Her kompozisyondan aynı sıcaklıklarda fakat fiber katkı oranları ile sinterlenen numunelerde, 1250°C'ye kadar ısıtıl işlem uygulanması sonucu mullit fazının oluşup oluşmadığı, bununla birlikte yapıda farklı bir fazların olup olmadığını belirlemek için X-ışını difraksiyon analizleri yapılmıştır. Bu deneyler için X ışını difraksiyonu, Bruker X-ray difraksiyon cihazı ve $Cu_{K\alpha}$ radyasyonu kullanılmış olup tüp voltajı 40 kV ve akım değeri 40 mA olarak seçilmiştir. Numuneler 0,4°/adım tarama hızında ve 15° ile 90° arasında 2θ açısında X ışını radyasyonuna maruz bırakılmıştır. Deney sonucunda elde edilen d mesafesi değerleri standartlar ile karşılaştırılarak var olan faz ile ilgili bilgi edinilmiştir [55].

Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) Çalışmaları



Şekil.6.17 : (a) Jeol™-JSM-T330 SEM Cihazının Görüntüsü, (b) Philips™ XL 30 FEG FE-SEM Cihazının Görüntüsü

Yüzde su emme ve yoğunluk değerleri belirlenen numuneler için küçük ve büyük büyütmelerde çekimler yapılarak fiber katkısı ile bünye içindeki değişimler, etkileşimler, porozite değerleri ve bağlanma mekanizmalarını inceleyebilmek için,

Şekil 6.17 (a)'da gösterilen İ.T.Ü. Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü Elektron Mikroskoplar Laboratuvarında bulunan JEOL T330 model taramalı elektron mikroskobu ve Şekil 6.17 (b)'de gösterilen ve Biyomalzemeler Laboratuvarında bulunan PhilipsTM XL 30 FEG yüzey geçirimli taramalı elektron mikroskobu (field emission scanning electron microscope) kullanılmıştır.

Vickers Sertlik Ölçüm Çalışmaları



Şekil 6.18 : ShimadzuTM Vickers Sertlik Cihazı

Fiber katkısız ve fiber katkısı yapılarak hazırlanan ve iki farklı yöntem ile şekillendirilip ısıtılma işlemine tabi tutulan numunelerin mekaniksel özellikleri ile ilgili bilgi edinebilmek için Vickers sertlik standartlarına göre sertlik ölçümleri yapılmıştır. Şekil 6.18'de İ.T.Ü. Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü Laboratuvarında bulunan ve bu çalışmada kullanılan ShimadzuTM Vickers sertlik cihazı gösterilmektedir. Bu cihaz kullanılarak yapılan bu çalışmada 200 gram yük 15 saniye süre ile uygulanmıştır. Elle şekillendirilen ve preslenen her bir numune özelliği için 15'er numune hazırlanarak deneyler tamamlanmıştır.

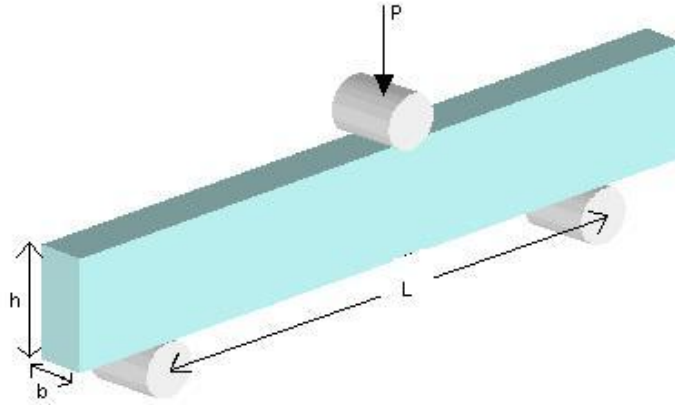
Üç Nokta Eğilme Deneyi ile Mukavemetin Bulunması

Özlülük, kil hammaddelerinin kuru hallerinde çarpma ve basınçlara karşı bir direnç kazandırmaktadır. Bu direnç ölçüsüne göre artıp eksilen bir özelliktir. Mukavemeti tespit edebilmek için sinterlenmiş olan numunelere 3 nokta eğme deneyi uygulanmıştır. İki sivri uç üzerine oturtulan numunelere ortadan yük uygulanması sağlanmaktadır. Ağırlık bir noktaya ulaştığında çubuk kırılacaktır. Bu kırılma noktasındaki ağırlık ve çubuğun kırıldığı yüzey ve oturduğu uçlar arasındaki ilişki numunelerin mukavemet değerlerini göstermektedir.

Farklı şekillendirme yöntemleri ile elde edilmiş numuneler için farklı fiber katkı oranları göz önünde bulundurularak sıcaklık ve basıncın etkisi ile mukavemet değerlerinin değişimi incelenmiştir. Önce çubukların eni, boyu ve yüksekliği kumpasla ölçülmüştür.

Daha sonra Şekil 6.19’da şematik olarak gösterilen İ.T.Ü Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü Instron laboratuvarındaki INSTRON Model 1195 çekme cihazında çubuklar yerleştirilmiş ve tam ortadan bir yük uygulanmıştır.

Her bir parametre için hazırlanmış olan ve sinterlenen numunelerin kırıldığı yük değerleri tespit edilmiştir. Bu değer ve daha önce ölçmüş olduğumuz çubuğun boyutlarından genişlik ve yükseklik değerleri aşağıdaki formülde yerine konularak üç nokta eğme dayanımı değerleri bulunmuştur.



Şekil 6.19 : Üç Nokta Eğme Testinin Şematik Gösterimi [58]

$$\text{Mukavemet (Eğilme dayanımı) } = \frac{3_* P_* L}{2_* b_* h^2} \quad (6.14)$$

P = Uygulanan kuvvet (yük)

L = İki dış nokta arasındaki uzaklık

b= Numunenin genişliği

h = Numunenin yüksekliği [61] .

Bu ölçümler sırasında istenen numunelerin mukavemetinin iyi olmasıdır. Çünkü mukavemet azaldıkça kırılma artmaktadır

7. DENEYSEL ÇALIŞMALAR ve TARTIŞMALAR

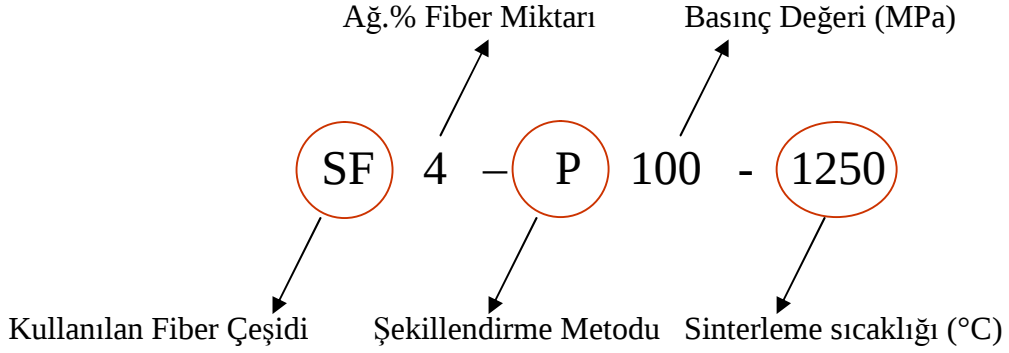
Doğru fiber seçimi bu çalışma için çok önemli bir adımdır. Sanatçı özgün çalışmasını yaratırken onu kısıtlamayacak bir çamur kullanmak ister. Bu nedenle ne uygulanan prosesi bozacak ne de sanatçıya fiziksel anlamda zarar verecek bir yapı tercih edilmelidir. Sanatsal seramiklerin yapımında kullanılan çamur takviyesinde kullanılmak üzere en uygun fiber tespitini yapmak ve uygun oranı belirlemek için üç farklı fiber çeşidi ile deneyler yapılmıştır. Cam fiber, polimer fiber ve seramik fiber kullanılarak, elle şekillendirme için en fazla ağırlıkça % 2 fiber katkısı yapılmıştır.

Elle şekillendirme prosesinde sanatçının şekillendirmesinden kaynaklanan hataları en aza indirmek ve şekillendirme parametresi sabitleyerek fiber katkısının etkisini incelemek amacı ile başka bir deney seti hazırlanmıştır. Hazırlanan bu deney seti için şekillendirme presleme metodu ile yapılmıştır.

Presleme yöntemi kullanıldığında fiber katkı oranı en fazla ağırlıkça % 6 olarak belirlenmiştir. Bu süreçte ağırlıkça % 2, 4 ve 6 olmak üzere üç ayrı fiber kompozisyonu ve bunlara karşılık fiber olmayan numuneler hazırlanmıştır. Şekillendirme yöntemi presleme olarak seçilen numuneler için üç ayrı basınç ve üç ayrı sıcaklıkta gerçekleştirilen deneyler tamamlanmıştır.

Çok sayıda numune ve parametre olduğu için, her bir numuneye bir kod verilmiştir. Numune kodlarının açılımı Ek.A.1’de verilmektedir. Bu kodlamaların ilk iki harfi kullanılan fiberi temsil etmekte olup daha sonrasındaki sayısal değer ağırlıkça fiber miktarını belirtmektedir. Bu çalışmada kullanılan fiberler cam fiber (CF), polimer fiber (PF) ve seramik fiber (SF) olup baş harfleri ile kodlandırılmıştır. Fiber katkısı olmayan ve elle şekillendirilen bünyeler için ise SF0-E ve CF0-E şeklinde kısaltmalar yapılmıştır. Kısacası ilk iki harf ve ardından gelen sayı fiber cinsini ve miktarını gösterirken, (SF6-P150-1150 veya PF2-E-1050 vb) bu gruptan sonra gösterilen harf ise şekillendirme türünü simgelemekte olup E harfi elle şekillendirme, P harfi ise presleme yapılmış olduğunu simgelemektedir. Preslenmiş ürünler için P harfinden sonra kullanılan sayısal değer basınç miktarını gösterirken, en son sayısal değer de sinterleme sıcaklığını simgelemektedir. Yani SF4- P100-1250, ağırlıkça %

4 seramik fiber katkılı numune için 100 MPa basınç kullanılarak preslendiğini ve 1250°C’de sinterlendiğini göstermektedir.



7.1 Başlangıç Malzemelerinin Seçimi

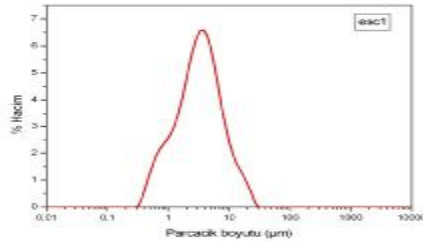
7.1.1 Başlangıç Hammaddesinin Seçimi

Eczacıbaşı ESAN’dan seramik sanatçıları tarafından tercih edilen üç ayrı kil ile ön çalışmalar yapılmıştır. K-302, ESC-1 ve ESBKAS kodlu killerin kimyasal analizleri Tablo 7.1’de gösterilmektedir.

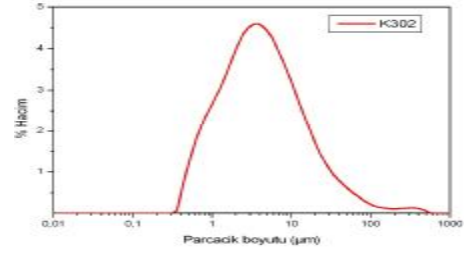
Tablo 7.1: ESC-1 K-302 ve ESBKAS Kodlu Killerin Kimyasal Analizleri

Kimyasal Analiz	ESC-1		K-302		ESBKAS	
	%	+/-	%	+/-	%	+/-
SiO ₂	59,8	1,8	59,2	1,2	50,4	1,0
Al ₂ O ₃	27	1,0	26,0	0,8	33,0	0,3
Fe ₂ O ₃	0,9	0,2	2,2	0,2	1,6	0,3
TiO ₂	1,2	0,2	1,0	0,1	0,8	0,1
CaO	0,2	0,1	0,3	0,2	0,3	0,1
MgO	0,5	0,1	0,3	0,2	0,2	0,1
Na ₂ O	0,5	0,1	0,2	0,1	0,2	0,1
K ₂ O	2,3	0,3	2,0	0,2	1,5	0,2
Ateş Kaybı	7,4	0,8	12,5	1,0	11,0	1,0

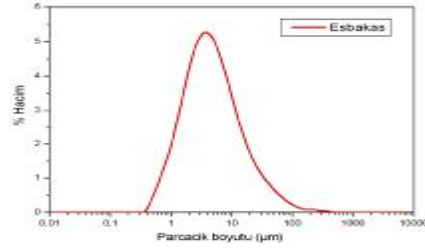
Eczacıbaşı ESAN'dan temin edilen K-302 (Şile-Beykoz yöresi), ESC-1 (Ukrayna yöresi) ve ESBKAS (Bozüyük-Bilecik yöresi) kodlu killer, kırma ve öğütme işlemlerine tabi tutulmuş olup her biri eşit tane boyutuna ulaştırılmaya çalışılmıştır. Partikül boyutu farklılıklarından dolayı oluşabilecek sonuç değişkenlikleri en aza indirilmeye çalışılmıştır. Hazırlanan her bir kil seçeneği için parçacık boyut analizi yapılmış olup sonuçlar Şekil 7.1'de verilmektedir.



ESC-1 kiline ait $d(0,5)=3,471 \mu\text{m}$



K-302 kiline ait $d(0,5)= 3,704 \mu\text{m}$



ESBKAS kilinin parçacık boyut dağılımı $d(0,5)= 4,683 \mu\text{m}$

Şekil 7.1 : ESC-1, K-302 ve ESBKAS kodlu Killerin Tane Boyut Analizleri

Kimyasal analizleri Tablo 7.1'daki gibi olan kil çeşitleri ile hazırlanan karışımlar fiber katkısı olmaksızın standart prosesler uygulanmıştır ve bulunan sonuçlar Tablo 7.2'de verilmiştir.

Tablo 7.2: ESC-1, K-302 ve ESBKAS Kodlu Killerin Fiziksel Özellikleri

Numune içeriği	Kuruma Sonrası		Sinterleme Sonrası			
	% Ağırlık Kaybı	% Kuru Küçülme	%Ağırlık kaybı	% Pişme Küçülmesi	Yoğunluk	%Su Emme
ESC-1	21,08	5,94	14,89	4,84	1,99	21,40
K-302	19,21	5,10	9,04	4,90	1,88	30,04
ESBKAS	20,73	4,80	12,95	4,07	2,09	16,27

Elle şekillendirme ile hazırlanan numunelerin kuruma ve sinterleme sonrası fiziksel özellikleri Tablo 7.2'da görülmektedir. Mevcut killerden yapılan ön denemelerden

görülebileceği gibi kuruma ve sinterleme sonrası küçülme miktarları yaklaşık aynıdır. Sinterleme sonrası ağırlık kayıpları için ise en az K-302 bağlama kili için elde edilmiştir. ESC-1 kodlu kil yüksek plastikliğe sahip bir kil çeşidi olup çok hızlı kuruma göstermiştir ve bu sırada yüzeyde çatlak oluşumu gözlemlenmiştir ve ESC-1 kilinin daha çok slip döküme daha uygun bir kil olduğu tespit edilmiştir. Su emme gözenek ile ilgili bilgi verir. ESBAKAS kodlu bağlama kili için bu özellik en düşük seviyededir, dolayısıyla yoğunluğunun da daha yüksek olduğu daha iyi bir yapıya sahip olduğu belirlenmiştir. Bu özellikler göz önünde bulundurularak ESBAKAS kili en uygun kil çeşidi olarak belirlenmiş ve bundan sonraki deneyler ESBAKAS kili ile gerçekleştirilmiştir.

7.1.2 Fiber Seçimi

Sanatsal seramiklerin yapımında kullanılan çamurun iyileştirilmesine yönelik olan bu çalışma, uygun kil ve fiber seçimini, kullanılan fiberin sanatçıların kullanımı için uygun olup olmadığının tayini ve nihai ürün özelliklerinin iyileştirilmesi safhalarını kapsamaktadır. Bu çalışmada kil seçimi yapıldıktan sonra uygun fiber seçimi için üç ayrı fiber türü ile denemeler yapılmıştır. Cam fiber, polimer fiber ve seramik fiber ön denemelerde kullanılan fiber türleridir. Laboratuvarımızda daha önceden de bulunan bu fiber çeşitleri ile numuneler hazırlanarak kuruma ve sinterleme sonrası fiziksel özellikleri karşılaştırılıp en uygun fiber seçeneği tayin edilmiştir.

7.1.2.1 Cam Fiber ile Yapılan Çalışmalar

Birçok çimento ve beton uygulamalarında güçlendirici olarak tercih edilen cam fiber, agrega, kum ve mıcırın belirli kompozisyonlarında katkı olarak kullanılmaktadırlar. Bu çalışma için de sanatsal seramiklerin güçlendirilmesine yönelik benzeri bir şekilde güçlendirici olarak kullanılabileceği düşünülen cam fiberler kırılarak yaklaşık 1 cm boylarına getirilmiştir (Şekil 7.2). Şekillendirme süreci beton yapılardan farklı olan bu uygulama için şekillendirme sırasında problemlerle karşılaşmıştır.



Şekil 7.2 : Cam Fiberlerin Görünümüne ait Makro Görüntü

Kıvrılma eğilimi olmayan cam fiberler rötuşlama ve şekil verilme sırasında da güçlüklerle yol açmış olup tasarımcı için bu anlamda kısıtlayıcı bir rol oynamaktadır. Örneğin yuvarlak hatlı bir çalışma yapan sanatçı fazlasıyla emek harcadığı ürün için bir de rötuşlama sırasında çıkacak bir problemi aşmak oldukça zor olacaktır. Şekil 7.3 karışımın belirli miktarda su ile nemlendirilmesi ve alçıda bekletilme esnasındaki hallerini göstermektedir.



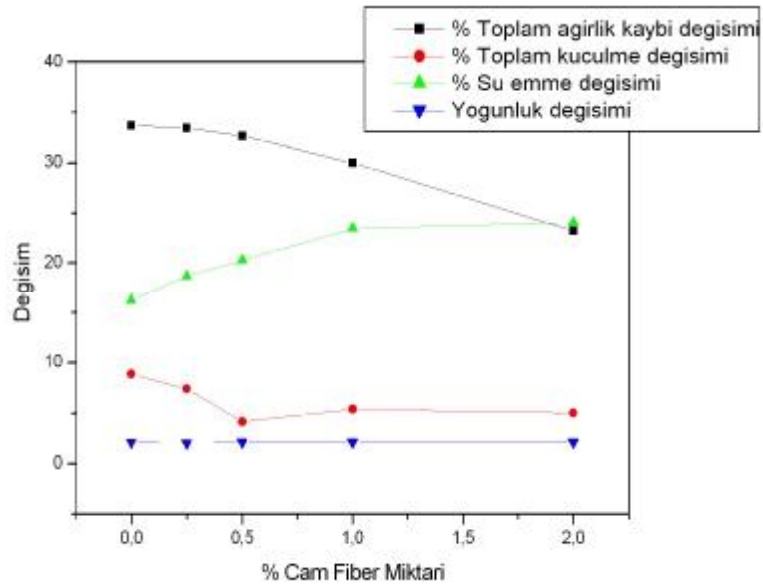
Şekil 7.3 : Cam Fiber Kullanılarak Şekillendirilme Süreci

Bu şekilden görüldüğü gibi çamur kıvamında bile iğnesel yapının belirginliği söz konusudur. Bu da uygulama sırasında hamurla şekilsel olarak uyum sağlamayan cam fiberlerin bu uygulama için uygun olmadığının bir göstergesidir. Fakat yine de cam fiberlerle çalışmalar yapılmış ağırlıkça % 0,25, 0,5, 1 ve ağırlıkça % 2 oranında cam fiber katkısı yapılarak sinterlenmiş ve sinterleme sonrası fiziksel özellikleri incelenmiştir.

Tablo 7.3: Cam Fiber Katkısı Sonucu Fiziksel Özelliklerin Gösterimi

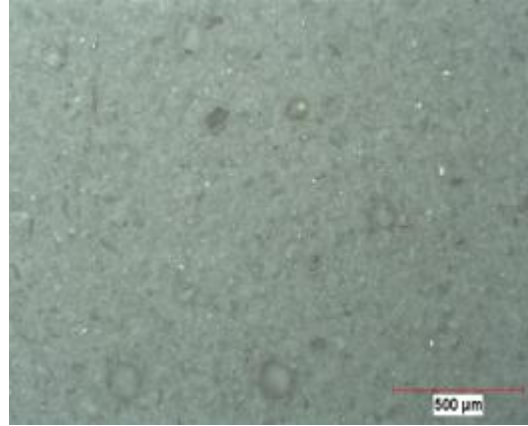
	Sinterleme Sonrası			
Numune içeriği	% Toplam Ağırlık kaybı	% Toplam Küçülme	% Su Emme	Yoğunluk (gr/cm ³)
CF0-E-1050	33,68	8,87	16,27	2,09
CF025-E-1050	33,48	7,43	18,68	2,00
CF05-E-1050	32,67	4,12	20,28	2,10
CF1-E-1050	30,00	5,40	23,45	2,09
CF2-E-1050	23,21	5,00	24,06	2,09

Beşer numune hazırlanmış ve ortalamaları Tablo 7.3’de verilmiş olan numunelere ait değişimleri gösteren eğriler Şekil 7.4’de verilmektedir.

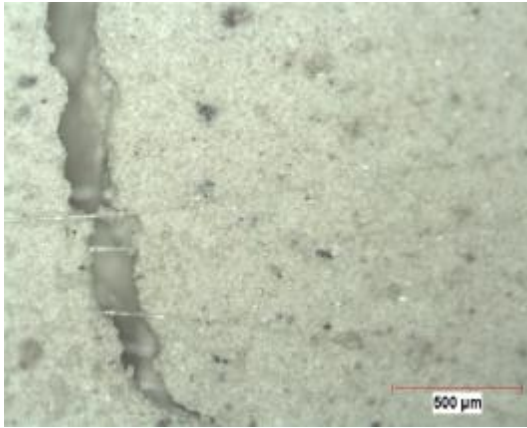
**Şekil 7.4 :** Cam Fiber Katkısı Sonucu Fiziksel Özelliklerin Değişimi

Ağırlıkça en fazla % 2 cam fiber katkısı ile yapılan deneyler sonucu sinterleme sonrası ürün özellikleri Tablo 7.3 ve Şekil 7.4’de verilmiştir. Cam fiber katkısı arttıkça, toplam ağırlık kaybı ve toplam küçülme miktarları azalma eğilimi göstermekte olup yoğunluk değerleri incelendiğinde ise, fiber katkısı olmayan numuneye göre neredeyse hiç değişiklik göstermemiştir. Bunlara karşılık bünye içindeki gözenek miktarları hakkında bilgi veren su emme değeri artış göstermiştir. Yüzeyden ve iç bölümlerden alınan kesitler üzerinde optik mikroskop çalışmaları

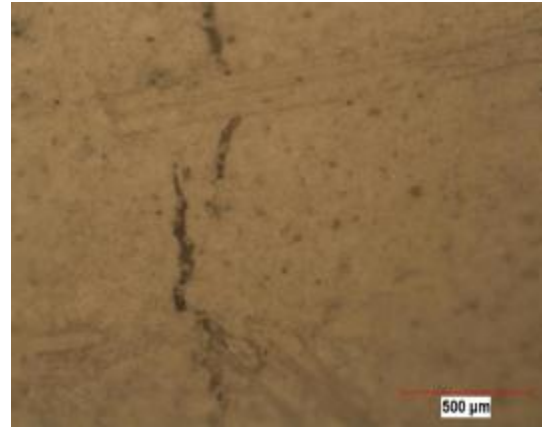
yapılmış olup cam fiberin yüzey özellikleri üzerine etkisi gözlemlenmiştir. (Şekil 7.5 – 7.6)



Şekil 7.5 : Fiber Katkısı Olmayan Bünyenin Kuruma sonrası Optik Mikroskop Görünümü



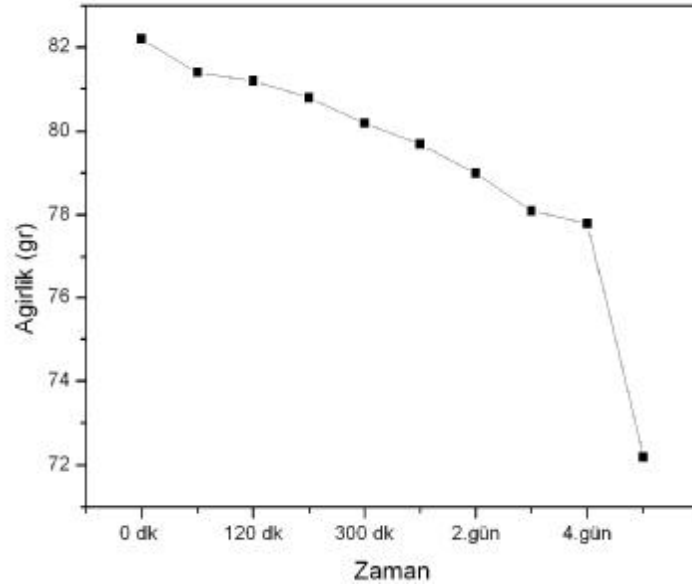
(a)



(b)

Şekil 7.6 : Ağırlıkça % 1(a) ve % 2 (b) Cam Fiber Katkılı Numunelerin Kuruma Sonrası Optik Mikroskop Görüntüleri

Optik mikroskop çalışması sonucu fiber katkısı yapılmayan numunede yapıdan gelen boşluklar olmasına rağmen hiçbir kesitinde çatlak oluşumuna rastlanmamıştır. Buna karşılık ağırlıkça % 1 ve % 2 cam fiber katkısı ile hazırlanmış numunelerin iç yüzeylerinden alınan örneklerde çatlak olduğu gözlemlenmiştir. Oluşan çatlakların sebebini anlayabilmek için hazırlanan ve şekillendirilen numunelerin kuruma davranışları hazırlandıktan sonraki bir gün içinde incelenmiştir. Kuruma davranışı eğer hızlı olmuş ise çatlak oluşumuna sebep olacağından fiber katkısı ile ilişkisi değerlendirilebileceği düşünülerek kurutma işlemi kontrollü olarak gerçekleştirilmiştir.



Şekil 7.7 : Ağırlıkça % 2 cam fiber içerikli yapıya ait ağırlık kaybı zaman grafiği

Ağırlıkça % 2 cam fiber takviyeli yapının kontrollü kuruma davranışını göstermektedir. Kuruma sonrası ağırlık kaybı % 12,17 olarak tespit edilmiştir. Sinterleme sonrası ağırlık kaybı ise % 12,16'dır. Şekil 7.7'den de görüleceği üzere kuruma hızlı bir şekilde olmamış, bünye fiziksel suyunu yavaş yavaş bırakmıştır. Bu nedenle çatlaklar kuruma kaynaklı değildir. Sinterleme sonrasında oluşan çatlaklar genişlemiş olup, fiberler tarafından tutulmuş ya da yapının dağılmasına engel olmuştur. Toklaştırma mekanizmalarında da kullanılan bir yöntem olan çatlak kenetlenmesi ve çatlak sapması gözlemlenmektedir. Karma yapılarda gözlemlenen çatlak kenetlenmesi çatlak büyümesi sırasında çatlak yüzeyleri birbirinden uzaklaşırken, bu yüzeye dik ya da farklı bir doğrultuda bulunan fiber yüzeyinin sürtünmeli kilitlenmesidir. Böylelikle bünye içindeki mevcut fiberler köprü görevi yapar. Çatlak sapması ise Şekil 7.6b'de görüldüğü gibi gerilmeler sonucu oluşan çatlağın oluşturduğu düzlem üzerinde karşısına çıkan fiber sayesinde yönünü değiştirmesi olarak açıklanabilir.

Fiber ile seramik bünye arasında oluşan gerilmeler çatlak oluşuma sebep olmuşsa da fiberler oluşan çatlakları durdurmak için önemli bir görev oluşturmuştur. Fakat oluşan çatlaklardan kaynaklanan boşlukların miktarı arttığı için su emme değerleri de artma göstermiştir.

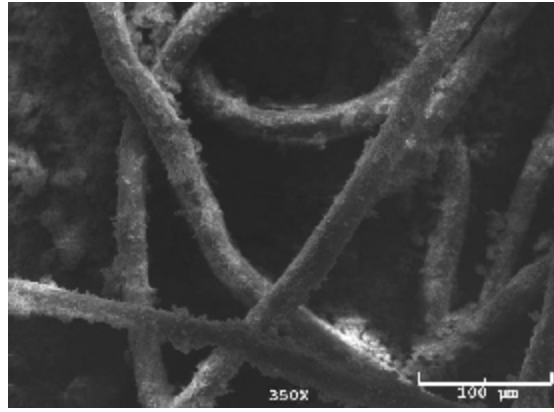
Cam fiber ile yapılan çalışmalar sonucu fiziksel özellikleri incelenen numuneler için cam fiber katkısı ile çatlak oluşumun arttığı gözlemlenmiştir. Bu sonuç ve

şekillendirme sırasında karşılaşılan güçlükler değerlendirildiğinde sanatsal seramiklerin yapılmasında uygun bir fiber seçeneği olmadığı düşünülmüştür.

7.1.2.2 Polimer Fiber ile Yapılan Çalışmalar

Cam fiberle ilgili ön çalışmalar tamamlandıktan sonra ikinci fiber seçeneği olan polimer fiber ile denemeler yapılmıştır. Bu çalışma için en önemli kriter şekillendirme sırasında sanatçıya kısıtlama getirip getirmeyeceği durumudur. Bu nedenle cam fiberle yapılan çalışmalar gibi polipropilen esaslı polimer fiber ile numuneler hazırlanarak fiziksel ve mikroyapısal özellikleri doğrultusunda bu çalışma için uygun olup olmadığı belirlenmiştir.

Çalışmalarda, laboratuarda önceden mevcut olan cam fiberler gibi yaklaşık 1cm boyunda kesilen polipropilen fiberler için de standart karıştırma ve şekillendirme süreçleri kullanılmıştır.



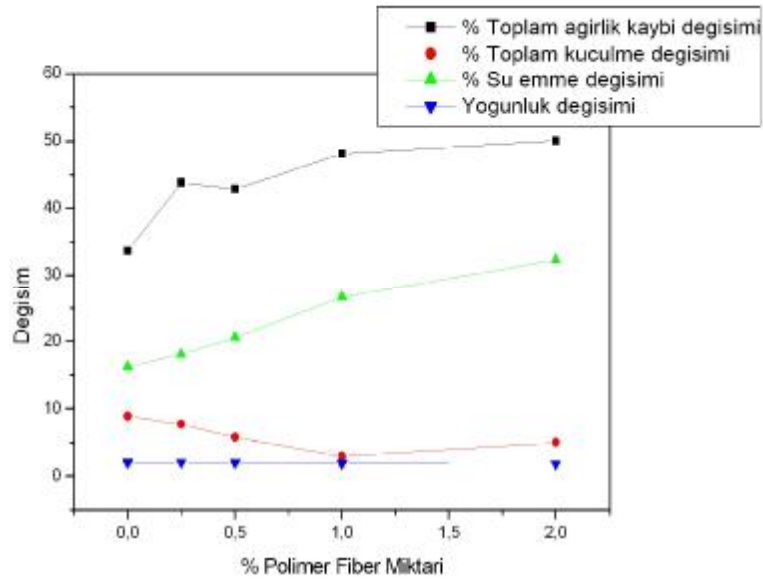
Şekil 7.8 : Polimer Fibere ait SEM Görüntüsü

Çapları yaklaşık olarak 30 µm olan polimer fiberlerin başlangıç tozu olan ESBKAS kili ile karışımının mikroyapısal görüntüsü Şekil 7.8’de verilmiştir. Kolaylıkla kıvrılan ve şekle uyum sağlayan polimer fiber şekillendirme esnasında cam fiber gibi hamur yapısına aykırı davranış göstermemiştir. Bu çeşit fiber için de ağırlıkça % 0,25, % 0,5, % 1 ve % 2’lik kompozisyonlar hazırlanmış ve kuruma ve sinterleme sonrası özellikleri incelenmiştir.

Tablo. 7.4 : Polimer Fiber Katkısı Sonucu Fiziksel Özelliklerin Gösterimi

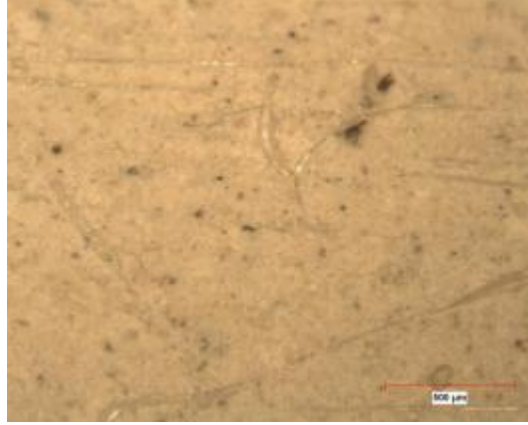
	Sinterleme Sonrası			
Numune içeriği	% Toplam Ağırlık kaybı	% Toplam Küçülme	% Su Emme	Yoğunluk (gr/cm ³)
PF0-E-1050	33,68	8,87	16,27	2,09
PF025-E-1050	43,88	7,70	18,18	2,05
PF05-E-1050	42,91	5,78	20,62	2,06
PF1-E-1050	48,18	3,00	26,69	1,93
PF2-E-1050	50,09	5,00	32,33	1,86

Beşer numune hazırlanmış ve ortalamaları Tablo 7.4’de verilmiş olan numunelere ait değişimleri gösteren eğriler Şekil 7.9’da verilmektedir.

**Şekil 7.9 :** Polimer Fiber Katkısı Sonucu Fiziksel Özelliklerin Değişimi

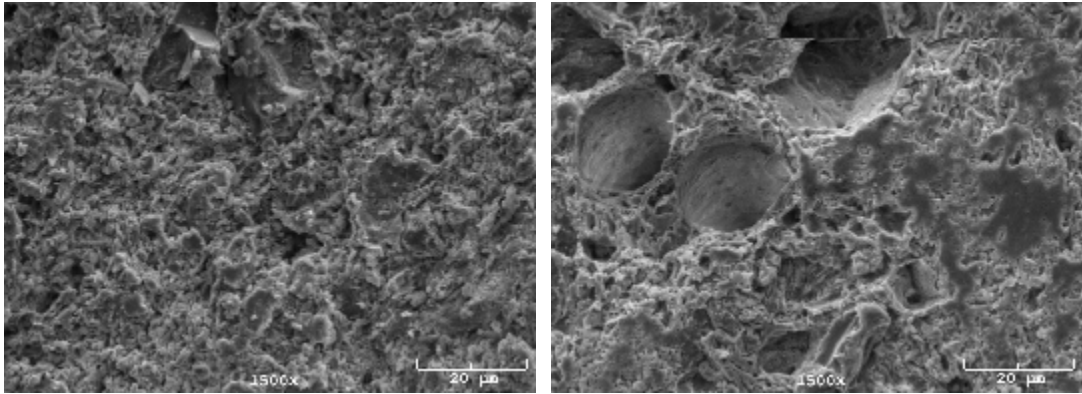
Numunelerin kuruma ve sinterleme sonrası özellikleri Şekil 7.9’da verilmiştir. Toplam ağırlık kayıpları fiber artışına göre artmıştır. Ağırlıkça fiber katkısı arttıkça yoğunluk değerleri için azalma gözlemlenmekte olup su emme miktarı da fiber miktarının artması ile artmaktadır. Bu da yapıda beklenildiği gibi boşluk oluşumu olduğunu göstermektedir. Fiber olmadan hazırlanmış bünyeye göre ağırlıkça % 2 polimer fiber katkılı bünyenin su emme oranı iki katına ulaşmıştır. Bu da bu bünye için iki katı kadar boşluk oluşumu olduğunu ya da sinterleme sonucu bünyede daha çok çatlak oluşması sonucu su emme testleri esnasında su girişinin daha çok olduğu

söylenbilir. İç ve dış yüzeylerden alınan kesitler için büyük ve küçük büyütmelerde çekimler yapılmıştır.



Şekil 7.10 : Ağırlıkça % 2 Polimer Fiber İçeren Bünyenin Kuruma Sonrası Optik Mikroskop Görüntüsü

Kuruma sonrası optik mikroskop çalışmaları sonucu yüzeyde ve iç kesitlerde çatlak oluşumu gözlemlenmezken fiberlerin kıvrıldığı şekil ile uyum sağladığı gözlemlenmiştir. Sinterleme sonrası taramalı elektron mikroskobu (SEM) ile yapılan incelemelerde ise sistemden uzaklaşan polimer fiberlerin yapıda bıraktığı boşluklar incelenmiştir.



(a)

(b)

Şekil 7.11 : Fiber Katkısı Olmayan(a) ve ağırlıkça % 2 Polimer Fiber (b) Katkılı Bünyelerin 1050 °C Sonrası SEM Görüntüleri

Kuruma sonrası optik mikroskopta mevcut olan polimer fiberler sinterleme sonrasında tamamen bozularak sistemden uzaklaşmıştır. Mikroyapısal incelemeler sırasında, bu bozunmadan arta kalan herhangi bir kalıntı ya da bu ürünlerin seramik bünye ile etkileşimine dair herhangi bir iz rastlanmamıştır. Şekil 7.8’de gösterilmiş olan polimer fiberin SEM görüntülerinde fiberin çapları yaklaşık 20 µm olarak

belirlenmişti, ağırlıkça % 2 fiber katkılı bünye içinde gözlemlenen boşluklar silindirik olup başlangıç polimer fiberlerin çapları ile uyum göstermektedir. Boşlukların oluşumu da su emme miktarının bu kadar çok artmasını açıklamaktadır. Böylelikle yoğunluk miktarları düşmekte olup mekanik özellikler içinde uygun bir ortam yaratılmamıştır. Fakat daha hafif seramik üretimi açısından ilgi çekici olabilir.

7.1.2.3 Seramik Fiber ile Yapılan Çalışmalar

Kırılgan yapıya sahip cam fiber ve polipropilen kökenli sentetik fiber kullanımlarından sonra seramik fiber kullanılarak ön denemeler yapılmış cam fiber, polimer fiber ve seramik fiberin özellikleri karşılaştırılmış ve sanatsal seramikler için en uygun fiber yapısı belirlenmiştir. Seramik fibere ait fiziksel ve kimyasal özellikleri Tablo 7.5’de verilmiştir.

Tablo 7.5. Seramik Fiberin Fiziksel Ve Kimyasal Özelliklerinin Gösterimi

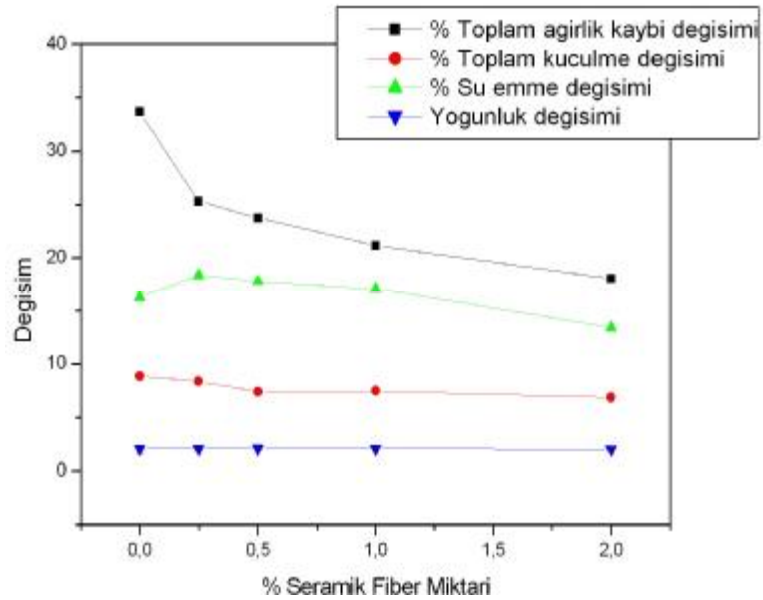
Fiziksel Özellikler	Seramik Fiber C
Renk	Beyaz
Maks. Sıcaklık (°C)	1430
Erime Noktası (°C)	1740
Kimyasal İçerik	%
Al ₂ O ₃	50.0
SiO ₂	49.0
ZrO ₂	0.5
Fe ₂ O ₃	0.1
Na ₂ O + K ₂ O	0.2

Standart karıştırma ve elle şekillendirme süreçleri uygulanan kompozisyonlar ağırlıkça % 0,25, % 0,5, % 1 ve % 2’lik seramik fiber ve ESBKAS kilinden oluşmaktadır ve fiziksel özelliklerine ait Tablo 7.6’de aşağıda verilmiştir.

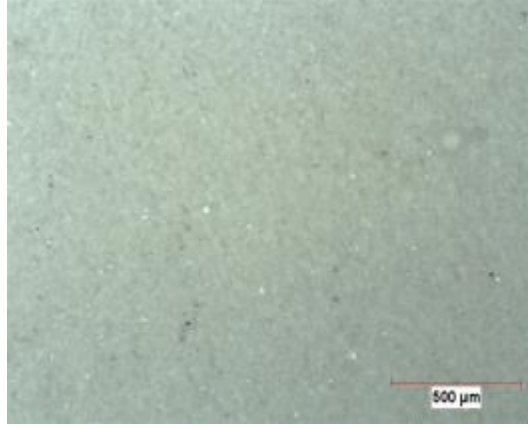
Tablo 7.6: Seramik Fiber Katkısı ile Fiziksel Özelliklerin Gösterimi

	Sinterleme Sonrası			
Numune içeriği	% Toplam Ağırlık kaybı	% Toplam Küçülme	% Su Emme	Yoğunluk
FY-E-1050	33,68	8,87	16,27	2,09
SF025-E-1050	25,33	8,40	18,39	2,08
SF05-E-1050	23,79	7,40	17,81	2,09
SF1-E-1050	21,18	7,50	17,09	2,07
SF2-E-1050	18,06	6,90	13,41	2,01

Beşer numune hazırlanmış ve ortalamaları Tablo 7.6’de verilmiş olan numunelere ait değişimleri gösteren eğriler Şekil 7.12’de verilmektedir.

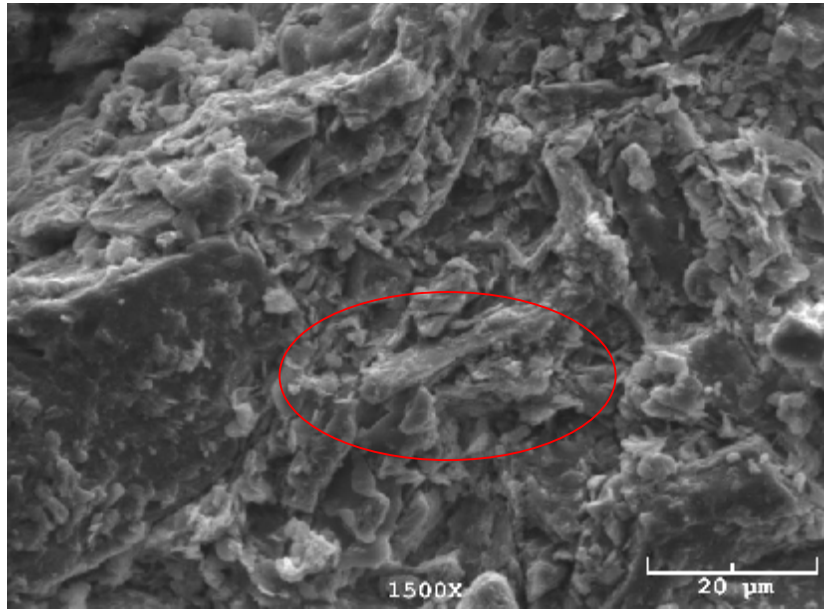
**Şekil 7.12 :** Seramik Fiber Katkısı Sonucu Fiziksel Özelliklerin Değişimi

Şekil 7.12’de gözlendiği gibi seramik fiber ile güçlendirme yapıldığında toplam ağırlık kaybı, toplam küçülme, su emme değerlerinde azalma gerçekleşmiştir. Su emme değerlerinden yola çıkarak ısıtma işlem sonrası boşluk sayısında azalma olduğu söylenebilir. Aluminosilikat yapılı seramik fiberlerin seramik ana yapı ile benzeri yapıda olmasından kaynaklanan bir uyum sağlanabileceği düşünülmüştür. Kuruma sonrası optik mikroskop ile dış yüzeyinde çatlak oluşumu olup olmadığını kontrol etmek amacı ile incelemeler yapılmıştır. (Şekil 7.13)



Şekil 7.13 : Ağ. % 2 Seramik Fiber Katkılı Numunenin Kuruma Sonrası Optik Mikroskop Görüntüsü

Optik mikroskop ile yapılan çalışmalar sonucu çatlak oluşumuna rastlanmamış olup fiber ve ana yapı ilişkisini açıklamak için ve seramik fiberin yüksek sıcaklıklardaki kararlılığını incelemek için taramalı elektron mikroskobu (SEM) kullanılmıştır.

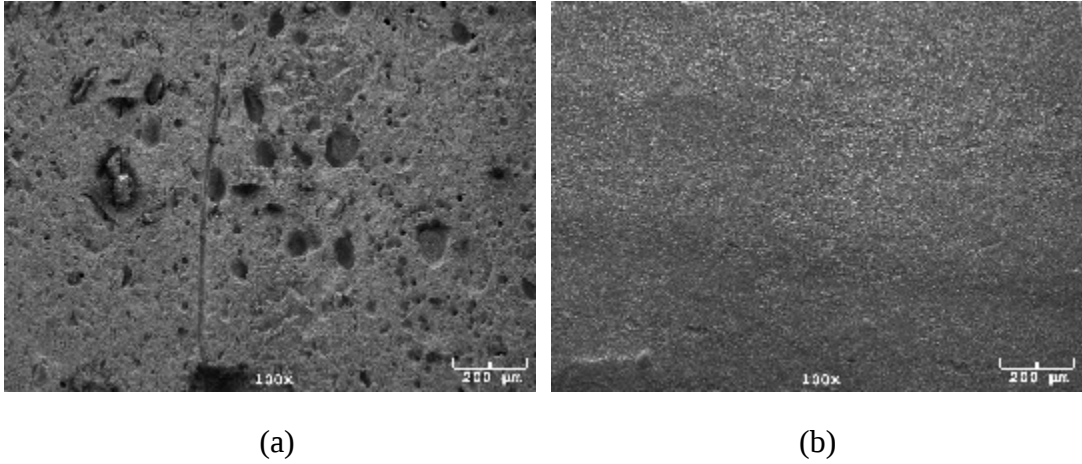


Şekil 7.14 : Ağ. % 2 Seramik Fiber Katkılı Numunenin Sinterleme Sonrası SEM Görüntüsü

Şekil 7.14 ağırlıkça % 2 seramik fiber katkısı ile şekillendirilmiş ve sinterlenmiş numuneyi temsil etmektedir. Şekil 7.14’den de görüleceği gibi fiber, yapı içinde ayrı bir eleman gibi değil yapının bir parçası gibi davranmaktadır. Yapı ile uygunluğu düşünüldüğünde yapı içinde boşlukları doldurarak ya da parçacıkları birbirine bağlayarak daha uyumlu bir yapı haline gelmiştir.

Kullanılan fiberlerle ilgili bir karşılaştırma yapılacak olursa; kuruma sırasında bile büyük miktarda çatlak oluşumuna sebep olan cam fiberin sert ve kırılgan yapısı sonucu oluşan çatlak oluşumu gözlenmiştir. Cam fiberle yapılan çalışmalarda, fiber boyları yaklaşık 1cm olan cam fiber için şekillendirme süresince bu tip bir uygulama için uygun olmadığına karar verilmiştir. Kil içerisinde homojen olarak dağılamadığı gibi, camın kırılgan yapısı nedeni ile çamur karışım hazırlanırken “ele batma” gibi bir sorunla karşı karşıya kalınmıştır. Sanatçı çamurla birebir ilişkide olduğu için ve ellerini kullanarak şekillendirme, rötuşlama yapacağı için cam fiberin uygun olmadığı düşünülmüştür.

Ağ.% 1’lik polimer ve seramik fiber katkısı sonucu iki ayrı numunenin SEM fotoğrafları Şekil 7.15’de karşılaştırılmıştır. Polimer fiber ile şekillendirme cam fibere göre nispeten daha iyi olması beklenildiği gibi bu çeşit fiber ile yapılan çalışmalar sonucu polimer fiberin sinterleme prosesi sonrası uçup gittiği geriye boşluklar kaldığı gözlemlenmiştir. Bu nedenle su emme değerlerinde artış gözlemlenmiştir.



Şekil 7.15 : Ağ.% 2 Polimer Fiber (a) Katkılı Numune ve ağ. % 2 Seramik Fiber (b) Katkılı Numuneye ait 1050°C’de Sinterleme Sonrası SEM Görüntüleri

Polipropilen yapılı sentetik bir fiber olan polimer fiber ile yapılan denemelerde ise sinterleme sırasında polimer yapının beklenildiği gibi bozunarak yapıdan uzaklaşmış olduğu ve yapıda kalan boşlukların yüksek sıcaklıklarda sinterlenme sonrasında kapatılmadığı görülmüştür.

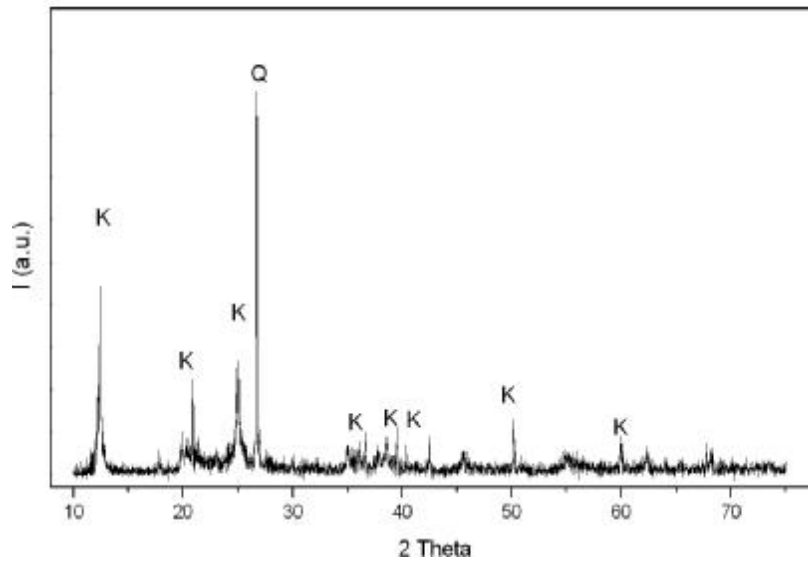
Üç ayrı fiber çeşidi ile yapılan ön denemeler sonucu seramik fiberin, kaolinit kökenli kil ile de aynı yapıya sahip olduğu ve sinterleme sonrasında yapıda sürekliliğini koruduğundan bu uygulama için uygun bir katkı olduğu düşünülmüştür. Elle

şekillendirme süresince de cam fiber ve polimer fibere göre hiçbir sorun teşkil etmeyen seramik fiber, elle şekillendirme sonrasında yapıda kaçınılmaz olarak oluşan poroziteler gözlemlenmiştir. Yapılan fiber katkılarının mekanik özellikler üzerine olan etkisini daha net görebilmek için elle şekillendirme prosesine karşılık olarak kuru presleme yöntemi kullanılmıştır. Basınç miktarları ve sinterleme sıcaklıkları değiştirilerek yapılan bu çalışmalar sonucu fiber katkısının, şekillendirme yönteminin basınç değişiminin ve sinterleme sıcaklığının etkileri tartışılmıştır.

7.2 Başlangıç Malzemelerinin Karakterizasyon Sonuçları

7.2.1 Başlangıç Hammaddelerinin XRD Analizi Sonuçları

Ön çalışmalar sonrasında seçilen ESKAKAS kodlu kil ve seramik fiberin ısı işlem görmeden önceki mevcut fazlarını öğrenmek amacı ile X ışınları difraksiyon yöntemiyle faz analizi yapılmıştır. Kullanılan kile ait X ışını difraksiyonu Şekil 7.16'de verilmektedir.

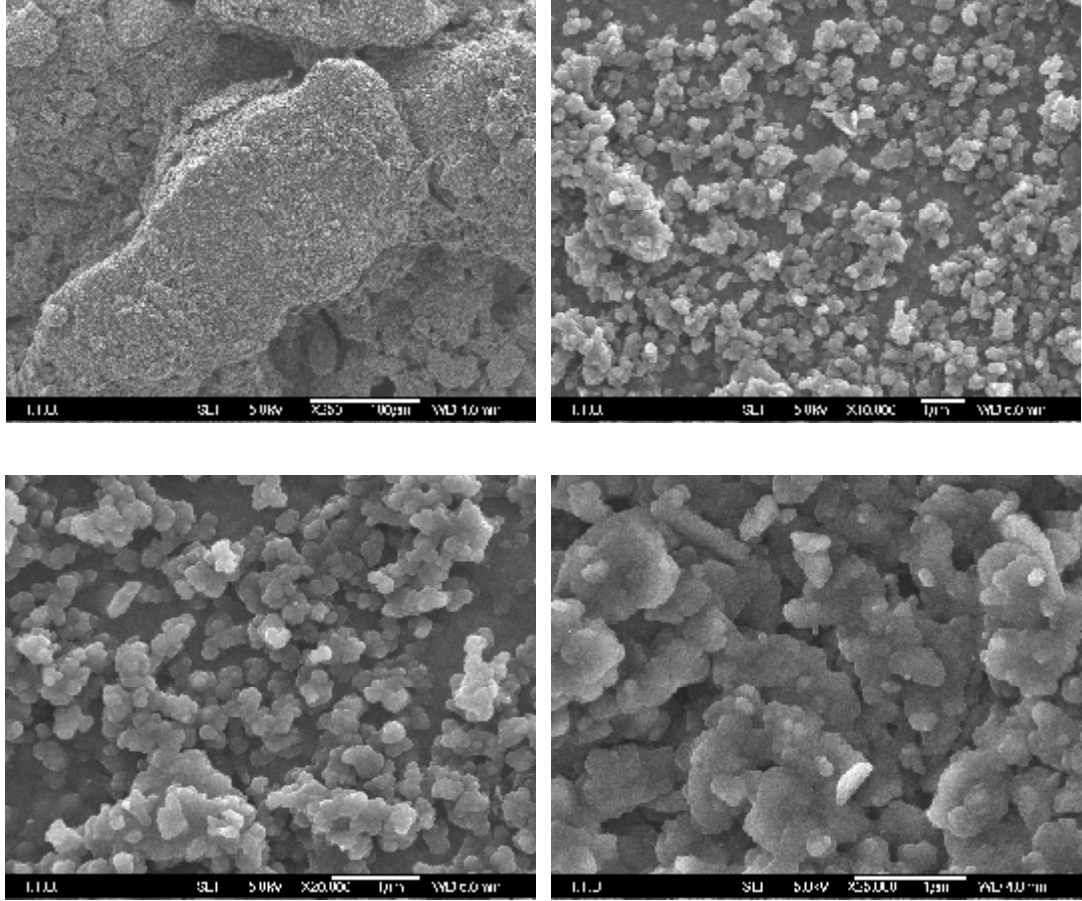


Şekil 7.16 : ESKAKAS Kiline ait Faz Analizi

Başlangıç durumundaki kil içindeki mevcut fazlar Şekil 7.16'da gözlemlenmektedir. hiç bir ısı işlem görmemiş olan kil içindeki fazlar, pikleri K harfi ile işaretlenmiş olan kaolinit ve Q harfi ile işaretlenmiş olan kuvarsdır.

7.2.2 Başlangıç Malzemelerinin Mikroyapısal İncelemeleri

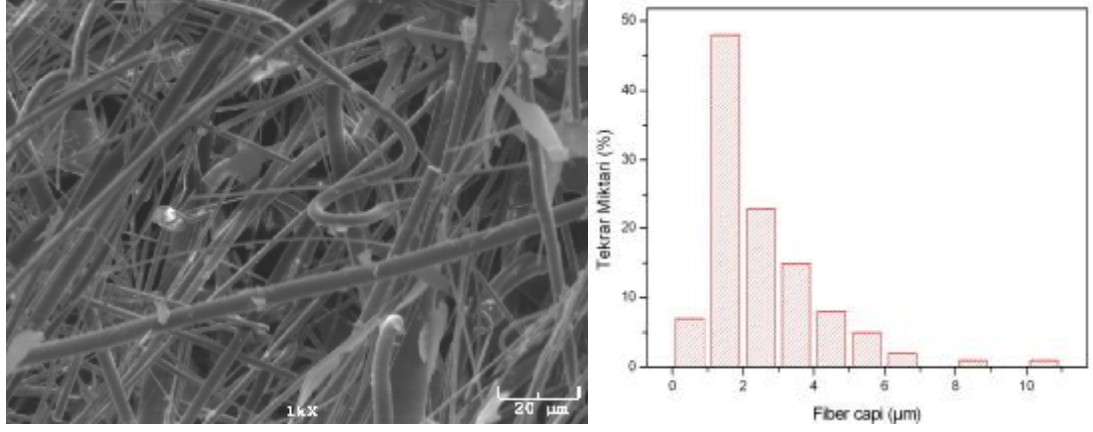
Kilin parçacık yapısı hakkında bilgi edinebilmek, fiberin görünümü ile ilgili yorum yapabilmek için SEM ile incelenmiştir. Şekil 7.17’de kullanılan kile ait SEM görüntüleri verilmiştir.



Şekil 7.17 : ESBKAS Kiline Ait Mikroyapısal Görüntüler

Şekil 7.17 kil mineralinin çeşitli büyütmelerde çekilmiş olan görüntülerini göstermektedir. Kil mineralinin parçacıkları yuvarlak ve küreseldir. Tabakalı yapıya sahip olduğu bilinen kilin kendi parçacık boyutu 1 µm’den küçük olup aglomerasyon ile 1 µm’den 100 µm’ye kadar geniş bir dağılımına neden olmaktadır. Geniş parçacık aralığına sahip olan kil ile şekillendirme süreci, aynı tip parçacıklardan oluşan yapıya kıyasla farklı boyut çeşitleri ile daha sıkı bir yapı olmasını sağlayacaktır. Yapılan BET analizlerinde göre kil partiküllerinin yüzey alanı 2,224 m²/g olarak ölçülmüştür.

Çalışmalarda kullanılan seramik fiberin mikroyapısı ve bu mikroyapısal görüntüler yardımı ile fiber çaplarının dağılımına ait histogram Şekil 7.18’de verilmiştir.

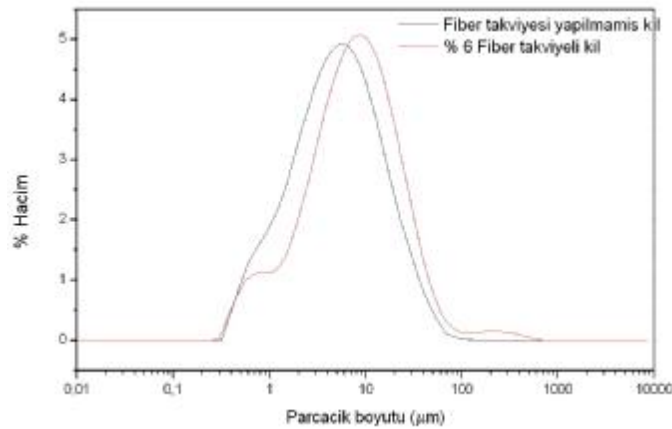


Şekil 7.18 : Seramik fibere ait SEM görüntüsü ve çapların dağılımına ait histogram

Şekil 7.18’de görüldüğü gibi seramik fiberin yapısı uzun iplikçikler şeklindedir ve kıvrılma eğilimi yüksektir. Fiber boyutları 100 µm’den uzun, çapları yaklaşık 7 µm’dir. Histogramdan görüleceği gibi en fazla çap 1-2µm aralığında olup farklı çap çeşitleri bulunmaktadır.

7.2.3 Parçacık Boyut Analizi Sonuçları

Gezen tipi öğütücü kullanılarak yüzey alanı büyültme işlemi tamamlandıktan sonra 60 dakika süreyle aynı tip öğütücü kullanılarak, kısmi öğütme ve karıştırma işlemine tabi tutulmuş, hedef fiber-kil kompozisyonu için hazırlanmış karışımın parçacık boyut dağılımı grafiği Şekil 7.19’da sunulmaktadır.



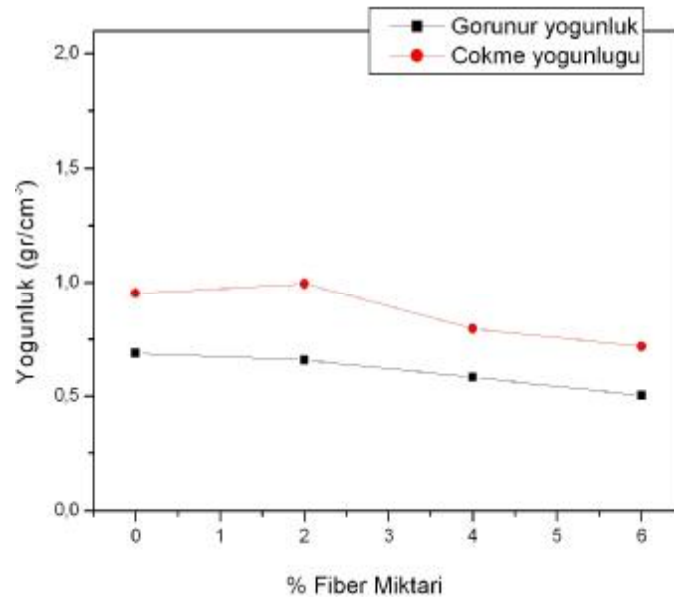
Şekil 7.19 : Fiber Katkısı Olmayan ve ağ % 6 Seramik Fiber Katkılı Tozlara Ait Parçacık Boyut Analiz Sonuçları

Kil ve % 6 kil-fiber karışımlarının tanecik boyut analizleri sonucu fiber katkısı yapılmayan toza ait $d(0,5)$ değeri 5,38 µm iken ağırlıkça % 6 seramik fiber takviyeli karışımın $d(0,5)$ değeri 7,99µm’dir. Fiber katkısı arttıkça ortalama parçacık

boyutunun artmasının ve diyagramdan görülen 1µm altındaki dalgalanmanın sebebi karışım içinde bulunan fiberlerin lazer partikül ölçüm cihazının çalışması sırasında taneciklerin yanı sıra fiber yapılarını da okumasındandır. Lazer taraması yapılırken fiberlerin çapları okunduğunda yapıdan pek farklı bir değer alınmazken, boyca uzun olan fiberlerin bu doğrultudaki ölçümleri yapıldığında ortalama değerden farklılık gösterdiği anlaşılmaktadır.

7.2.4 Parçacık Yoğunluk Analizleri

Şekil 7.20’de toz karışımları hazırlanmış olan numunelerin çökme ve görünür yoğunluklarının karşılaştırması bulunmaktadır.



Şekil 7.20 : Ağ % 2, 4 ve % 6 Seramik Fiber Katkılı Tozlara Ait Görünür Yoğunluk Ve Çökme Yoğunluğu Sonuçları

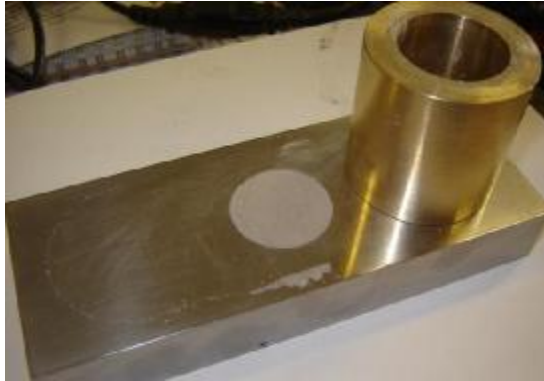
Hiçbir şekillendirme işlemi yapılmadan toz parçacıkların ve fiberlerle oluşturdukları karışımların yoğunluk değerleri çökme ve görünür yoğunluk ölçümleri ile sağlanmıştır. Fiber miktarı arttıkça çökme yoğunluğu ve görünür yoğunluk değerleri azalma eğilimi göstermektedir.

Şekillendirme işlemi yapılmadan çökme yoğunluklarının ölçümü yapıldığında; fiber katkısı yapılmamış toz karışımlardaki toz parçacıklarının birbirleri üzerinde kayışı daha kolay olduğundan taneciklerin birbirleri arasındaki boşlukları doldurması daha kolay olmuştur. Böylece işlem görmemiş fiber takviyesiz karışımların çökme ve görünür yoğunlukları fiber takviyesi yapılmış olan karışımlara göre daha yüksek değerlere sahip olmuştur.



Şekil 7.21 : Fiber Olmayan (resimde solda) ve ağ % 6 Seramik Fiber Katkılı Toza (Resimde Sağda) Ait Çökme Yoğunluğu Ölçümleri

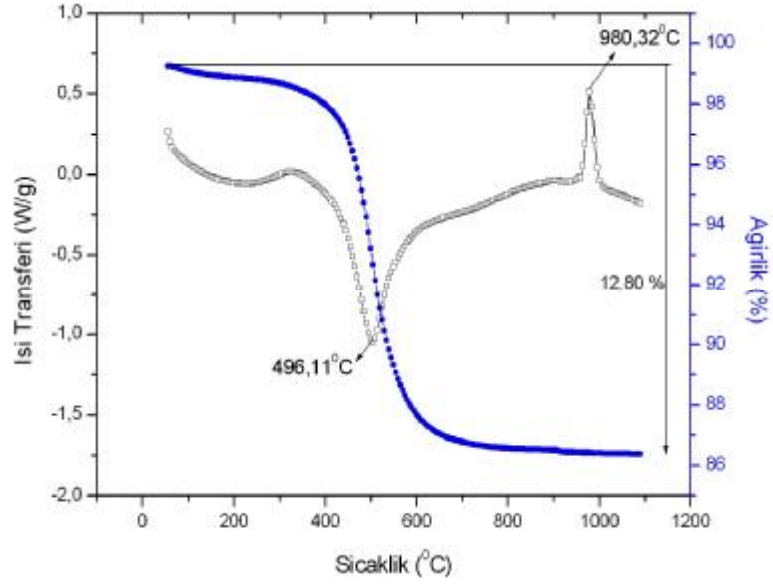
Şekil 6.18’de İ.T.Ü. Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü Laboratuvarında bulunan ve bu çalışmada kullanılan Arnold Aparent Yoğunluk ölçüm cihazı gösterilmektedir. Şekil 7.22’de görüldüğü gibi Arnold görünür yoğunluk tayini (Arnold Aparent Density) yapılırken fiber olmayan bünyelerde daha yüksek yoğunluk değerlerine ulaşılmasına rağmen oluşan toz yığını çok çabuk bir şekilde yıkılırken, fiber katkısı olan bünyelerde mevcut fiberler sayesinde fiber yapıdaki bütünlüğü korumuş ve yapının ölçüm esnasında dağılmamasını sağlamıştır.



Şekil 7.22 : Ağ % 2 Seramik Fiber Katkılı Toza Ait Görünür Yoğunluk Deneyleri

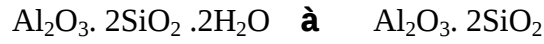
7.2.5 Termal Analiz (DSC-Dilatometre) Sonuçları

Fiber katkısız hazırlanan tozun ve çeşitli fiber ilaveleri ile hazırlanmış olan fiber-kil karışımlarının DSC ve dilatometre eğrileri Şekil 7.23’de verilmiştir. Bu eğriler üzerinde fiber olmadan hazırlanan tozun sıcaklık artışıyla gerçekleşen reaksiyonları tespit edilmiş ayrıca bu tozdan hazırlanan fiber-kil karışımlarının değişik oranları için hazırlanmış olan karışımlarının da DSC eğrileri de ayrıca verilmiş ve gerçekleşen reaksiyonlar incelenmiştir.



Şekil 7.23 : ESBKAS Kiline Ait DSC Analiz Sonuçları

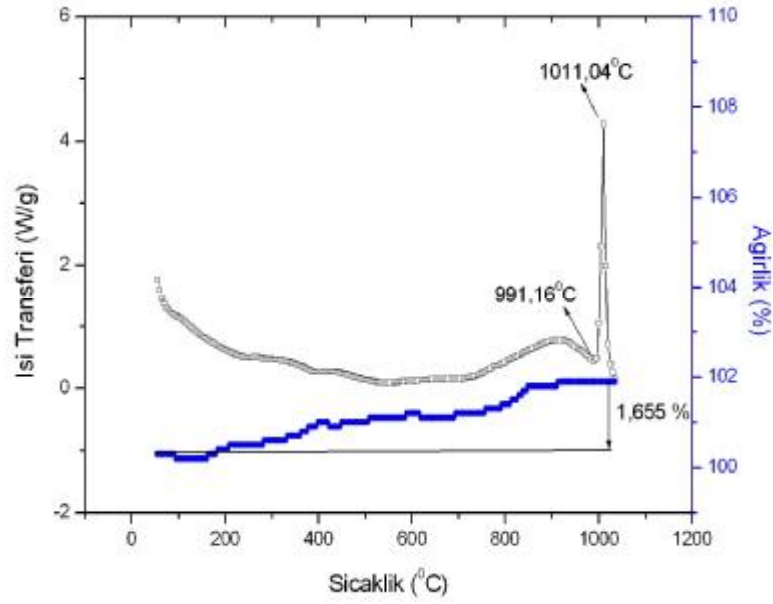
Şekil 7.23’de 1200°C’ye kadar her bir karışımda meydana gelen reaksiyonlar ekzotermik ve endotermik pikler şeklinde gösterilmiştir. Gözlemlenen ilk pik endotermik olup, 496,11°C’de gerçekleşmiştir. Bu sıcaklıkta kaolinit kimyasal suyunu açığa çıkarması yani metakaolene dönüşmüştür.



Saf kaolinit için bu dönüşüm sıcaklığı 550°C iken ESBKAS kili için bu sıcaklık, 496,11°C’de gerçekleşmiştir. Bunun sebebi kaolinit ünitelerinin düzenlenmesindeki düzensizlikler sonucu az miktarda suyun tabakalar arasına girmesi olarak açıklanabilir. Bu da zayıf bir kristallenme olduğunu gösterir ki, bunun sebebi de ince öğütülmüş kil kullanılımasındandır.

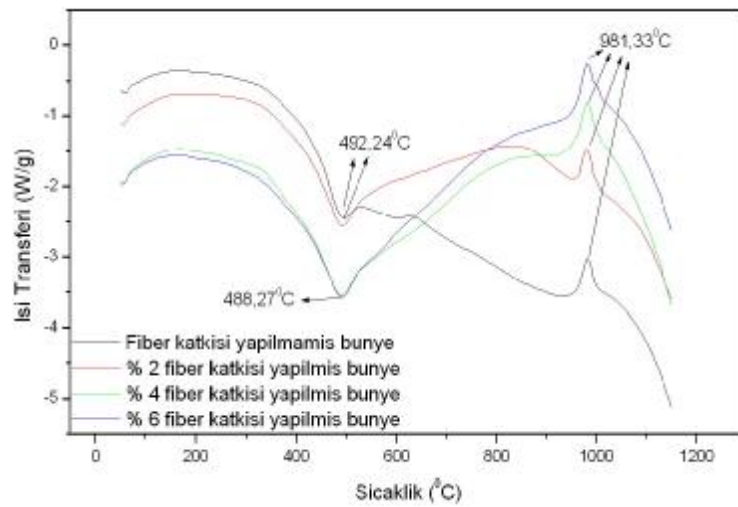
980°C’de gözlemlenen ekzotermik pik ise metakaolenin primer müllite (sillimanit) dönüşüm reaksiyonları ile açıklanabilir. Bu sıcaklıkta ayrıca kaolinit içerisinde gelen SiO_2 ’nin da dönüşümü ve ayrışması olur ve kristobalit fazı oluşmaktadır.

Şekil 7.24 fiber katkısı olmadan hazırlanan ESBKAS tozunun ve seramik fiberin sıcaklığa göre davranışları karşılaştırmalı olarak verilmiştir.



Şekil 7.24 : Seramik Fibere Ait DSC Grafikleri

991,16°C civarında seramik fiber için şiddeti düşük bir endotermik bir reaksiyon ve hemen arkasından 1011°C’de yeni bir dönüşüm gözlemlenmektedir. Bunlarla beraber ESBKAS kili % 12,79 ağırlık kaybetmektedir. Bunun sebebi kil içerisindeki organiklerin yanması ve kimyasal suyun atılmasındandır. Buna karşılık % 100 seramik fiber % 1,655 ağırlık kazanmıştır. Bu da başlangıçta amorf yapıda olan fiberlerin sıcaklık etkisi ile kristalleşerek ağırlık kazanmasındandır. Şekil 7.25’te % 2, % 4 ve % 6 fiber katkılı ve fiber katkısı olmayan numunelere ait DSC grafiklerinin karşılaştırılmasını verilmektedir.

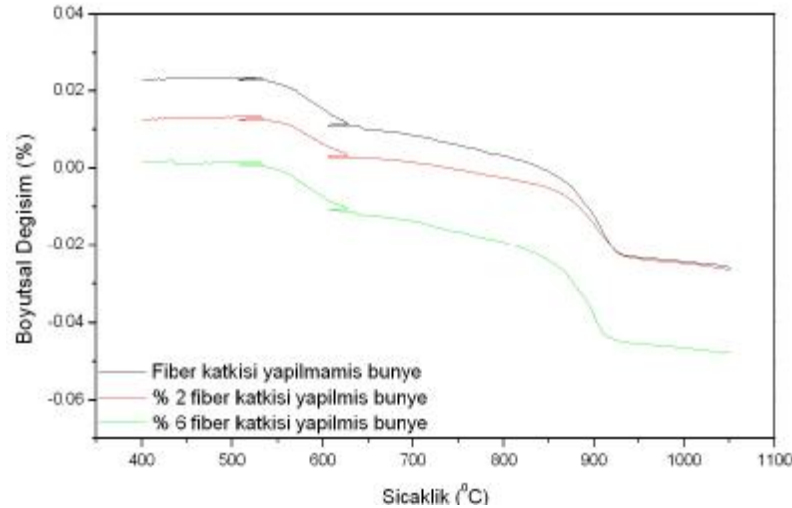


Şekil 7.25 : Değişik Fiber Katkılarına Sahip Bünyelerin 25-1200°C aralığındaki DSC eğrileri

Bu eğrilerden hareketle, hazırlanmış olan her bir karışım için primer müllit oluşumunun hangi sıcaklıktaki pikte başladığı, yine artan sıcaklıkla hangi reaksiyonların gerçekleştiği tespit edilmeye çalışılmıştır. Her bir karışımın DSC eğrilerine bakıldığında doğal hammaddelerden hazırlanmış olan fiber karışımlarının birbirine benzer pikler verdiği görülmektedir. Fiber miktarı arttıkça farklı bir pik gözlemlenmiştir.

Dilatometre Ölçümleri

Sinterleme süreci uygulanan bünyeler için fiber katkısı olmayan bünyeye karşılık ağırlıkça % 2 ve % 6 seramik fiber katkılı yapılar hazırlanmıştır. Fiber katkısı yapılmayan bünyelerin ve fiber katkısı yapılan bünyelerin termal dilatometre grafikleri Şekil 7.26'de verilmektedir.



Şekil 7.26 : Fiber Katkısı Yapılmayan, % 2 Seramik Fiber Katkılı Ve % 6 Seramik Fiber Katkılı Bünyelere Ait Dilatometre Eğrileri

Bu grafiklere göre, 480°C ve 650°C sıcaklıkları arasında kildeki kristal suyun uzaklaşması görülmektedir. Büyük bir küçülme gözlemlenen 880°C ve 980° C arasında primer müllite (silimanit) ve kristobalitin oluşmasından kaynaklanan ekzotermik pik bulunmaktadır. Bünyeler üzerindeki büyük boyutsal çekme bu sıcaklık aralıklarında olmuştur. Bu nedenle sinterleme rejimi bu sıcaklıklar ve büzülme miktarları dikkate alınarak yapılmıştır. Hızlı büzülme esnasında çatlak oluşumu önlenmeye çalışılmıştır.

Kuruma ve pişme sırasında partiküllerin hareketi ile partiküller arasındaki ayrılmalar düşüş göstermektedir. Nemli yüzeylerdeki suyun buharlaşması ile dilatometre grafiklerinde de düşüş hızla gözlemlenmekte olup yapı içindeki büzülme hakkında

bilgi verir. Fiber katkısı yapılmamış bünye, diğer fiber katkısı yapılmış olan bünyelerle karşılaştırıldığında oluşan grafikler de bir fark olmadığı gözlemlenmektedir. Fiber artışı olduğunda küçülme miktarı azalmıştır.

Fiber miktarı arttıkça ısı transferinin de boyutsal değişimi değeri artmaktadır, fakat buna karşılık kristal suyunun yitirildiği ve yeni faz oluşumun gerçekleştiği sıcaklıkta hiçbir değişiklik olmamıştır. Bu da seramik fiberin ana yapıya uygunluğu ile açıklanabilir. Benzer yapıları ile iyi bir bütünlük sağlanmış ve yeni bir faz oluşmamıştır.

7.3 Kuruma Sonrası Numunelerin Karakterizasyon Sonuçları



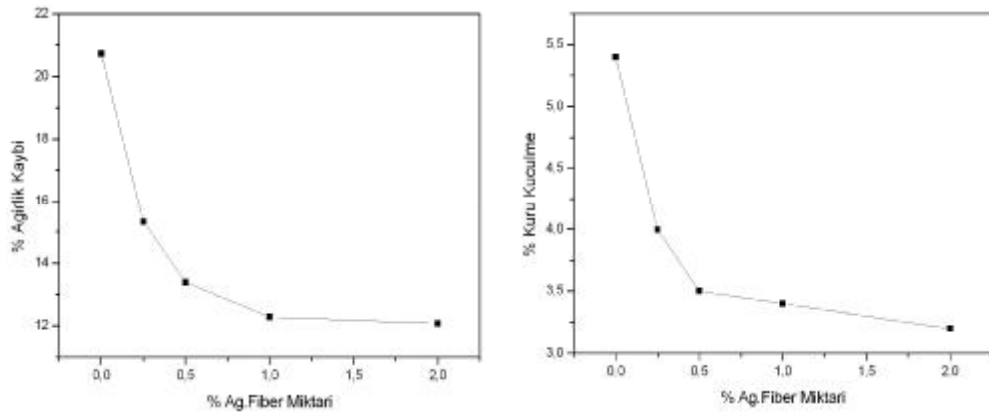
Şekil 7.27 : Kuruma Küçülmesi Gerçekleşmiş Fiber Katkısı Olmayan Bünyeye Ait Makro Görüntü

Uygun fiber ve kil ile hazırlanan karışımlar için elle şekillendirildikten sonra yaş bünyeler kurumaya bırakılmıştır. Kuruma küçülmesi gerçekleşmiş fiber katkısı yapılmamış bünyeye ait görüntü Şekil 7.27’de verilmektedir. Kuruma sonrası ağırlık kayıpları ve kuru küçülmeleri belirlenmiştir. Kuru küçülme için ölçülen değerler numunenin boy (l) uzunluğundan hesaplanmıştır.

Tablo 7.7 ve Şekil 7.28 kuruma sonrası seramik fiber ile güçlendirilmiş sistemin özelliklerini göstermektedir. Seramik fiber katkısının artması ile ağırlık kaybı ve kuru küçülme değerleri azalma eğilimi göstermiştir. Bunun da sebebi seramik fiberlerin su tutma davranışları olabileceği düşünülmüştür.

Tablo 7.7: Elle şekillendirilen bünyelerin kuruma sonrası ağırlık kaybı ve kuruma küçülmesine ait değişim değerleri

Numune içeriği	Kuruma Sonrası	
	% Ağırlık kaybı	% Kuru Küçülme
SF0-E-1050	20,73	5,40
SF025-E-1050	15,33	4,00
SF05-E-1050	13,39	3,50
SF1-E-1050	12,28	3,40
SF2-E-1050	12,08	3,20



Şekil 7.28 : Elle Şekillendirilen Bünyelerin Kuruma Sonrası Ağırlık Kaybı Ve Kuruma Küçülmesine Ait Değişim Değerleri

Preslenmiş numunelerin ağırlık kaybı ve kuru küçülme değerleri Tablo 7.8’de verilmiştir. Her bir kompozisyon için altı adet numune hazırlanmış ve ortalama değerleri verilmiştir. Kuru küçülme için ölçülen değerler numunenin boy (l) uzunluğundan hesaplanmıştır.

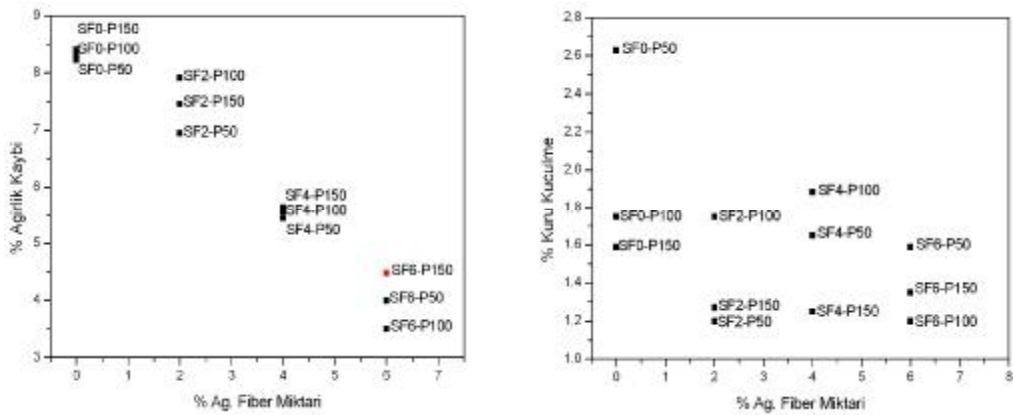
Tablo 7.8a-b ve Şekil 7.29’dan da görüleceği üzere fiber miktarı arttıkça ağırlık kaybı değerleri azalma eğilimi göstermektedir. Fakat fiber oranı sabit tutulduğunda ise basınç değişimi ile ağırlık kaybının doğrudan bir ilişkisi gözlemlenmemiştir.

Tablo 7.8a: Preslenerek şekillendirilen numunelere ait kuruma ve ağırlık kaybı değişim değerleri

Numune içeriği	SF0-P50	SF0-P100	SF0-P150	SF2-P50	SF2-P100	SF2-P150
% Ağırlık Kaybı	8,23	8,32	8,41	6,95	7,92	7,46
% Kuru Küçülme	2,63	1,75	1,59	1,20	1,75	1,27

Tablo 7.8b: Preslenerek şekillendirilen numunelere ait kuruma ve ağırlık kaybı değişim değerleri

Numune içeriği	SF4-P50	SF4-P100	SF4-P150	SF6-P50	SF6-P100	SF6-P150
% Ağırlık Kaybı	5,45	5,57	5,64	3,51	3,99	4,48
% K.Küçülme	1,65	1,885	1,25	1,59	1,20	1,35



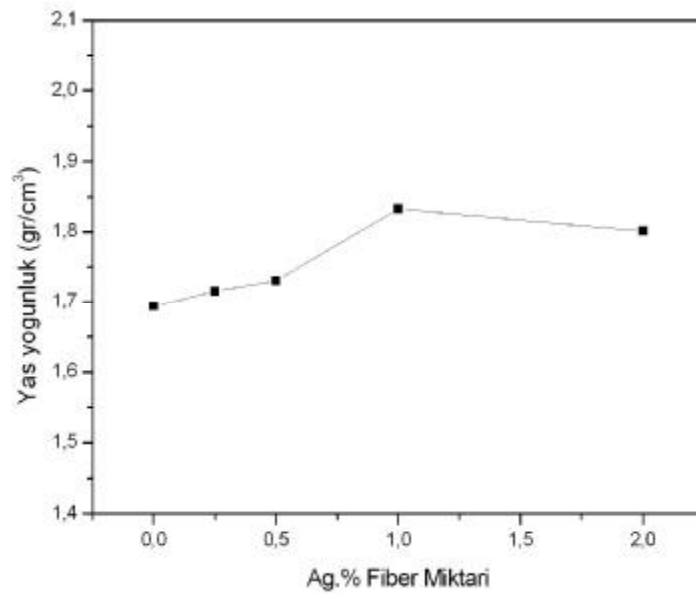
Şekil 7.29 : Preslenerek Şekillendirilen Numuneler Ait Kuruma Ve Ağırlık Kaybı Grafikleri

% ağırlık kaybı; yaş ağırlık ile kuruma sonrası ağırlık farkının ilk ağırlığa oranı ile hesaplanmaktadır. Bunun aksine yaş ağırlık ile kuruma sonrası ağırlık farkının son ağırlığa oranı plastisite sayısını vermektedir. Buna göre bir hesaplama yapıldığında fiber miktarı arttıkça plastisite azalmaktadır. Bu da seramik fiberlerin su tutma davranışlarının bir kanıtıdır. Fiber katkısı yapılmamış karışımlara göre plastikliğin azalmasına rağmen şekillendirilme sırasında bir sorunla karşılaşılmamıştır.

Kuruma sonrası ağırlıkları ve en, boy ve yükseklikleri ölçülen numunelerin yaş yoğunluk değerleri hesaplanmıştır. Elle şekillendirildikten sonra kurumaya bırakılan numuneler için yaş yoğunluk değerleri Tablo 7.9 ve Şekil 7.30’da verilmiştir.

Tablo 7.9: Elle şekillendirilen bünyelere ait kuruma sonrası yaş yoğunluk değerleri

Numune içeriği	SF0-E-1050	SF025-E-1050	SF05-E-1050	SF1-E-1050	SF2-E-1050
Yaş Yoğunluk (gr/cm ³)	1,69	1,72	1,73	1,83	1,80



Şekil 7.30: Elle Şekillendirilen Bünyelere Ait Kuruma Sonrası Yaş Yoğunluk Değerleri

Elle şekillendirilerek hazırlanan numuneler için şekillendirme esnasında kullanılan bağlayıcı su olduğu için kuruma esnasında fiziksel su kaybı olmaktadır. Kuruma süreci başlamadan önce bu değer hazırlanan numunenin ilk yoğunluğu verilmektedir, bu da fiber miktarı arttıkça çok az miktarda artış göstermektedir. Preslenmiş numunelerin yaş yoğunluk değerleri Tablo 7.10a’da verilmiştir. Her bir kompozisyon için altı adet numune hazırlanmış ve ortalama değerleri verilmiştir.

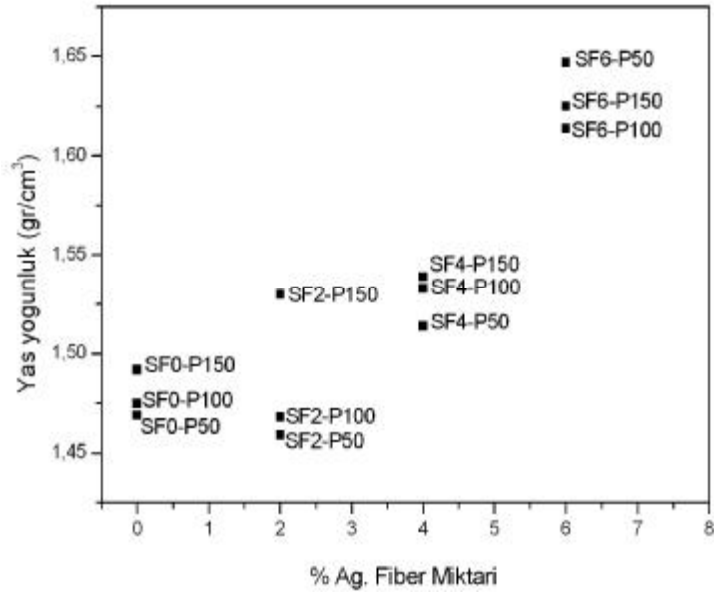
Tablo 7.10a: Preslenerek şekillendirilen bünyelere ait kuruma sonrası yaş yoğunluk değerleri

Numune içeriği	SF0-P50	SF0-P100	SF0-P150	SF2-P50	SF2-P100	SF2-P150
Yaş Yoğunluk (gr/cm ³)	1,47	1,48	1,49	1,46	1,47	1,53

Tablo 7.10b: Preslenerek şekillendirilen bünyelere ait kuruma sonrası yaş yoğunluk değerleri

Numune içeriği	SF4-P50	SF4-P100	SF4-P150	SF6-P50	SF6-P100	SF6-P150
Yaş Yoğunluk (gr/cm ³)	1,53	1,51	1,54	1,62	1,65	1,61

Şekil 7.31’de preslenmiş numunelerin yaş yoğunluk değerleri verilmektedir.



Şekil 7.31 : Preslenerek Şekillendirilen Numunelere Ait Yaş Yoğunluk Grafikleri

Basınç değeri ile bir fark göstermeyen numuneler için fiber katkısı ile yaş yoğunluk değerleri artmaktadır. Sinterlenme öncesi yapıda sıcaklıkla bir değişim olmaksızın yapı içinde bir bütünlük sağlanarak yaklaşık 1.80 gr/cm³ yoğunluk değerine ulaşılmıştır.

7.4 Sinterlenmiş Yığın Numunelerin Karakterizasyon Sonuçları

İki farklı yöntem ile şekillendirilen karışımlar için farklı fiber oranları ile numuneler hazırlanmıştır. Elle şekillendirme için hazırlanan kompozisyonlarda en fazla ağırlıkça % 2'lik fiber oranı kullanılmıştır. Daha fazla fiber katıldığında elle şekillendirme sırasında ıslanan fiberin kontrolü zorlaşmış olup sanatçıyı kısıtlayıcı bir yapıya sahip olan çamuru şekillendirmek güçleşmiştir.

Elle şekillendirme sırasında uygulayıcıdan kaynaklı sorunları minimize edebilmek ve fiber katkısının ürün özelliklerine etkisini inceleyebilmek için presleme yöntemi ile numuneler kuru olarak preslenmiş ve fiberler ıslatılmadan bünye içinde dağılımları sağlanmıştır. Preslenen numuneler üç farklı basınç ve üç farklı sıcaklık değerinde elde edilmiş ve ürün özellikleri incelenmiştir.

7.4.1 Pişme Renginin İncelenmesi

1050, 1150 ve 1250 °C'de 2 saat süresince gözle yapılan incelemeler neticesinde sinterlenen numunelerde herhangi bir pişme rengi farklılığı gözlenmemiştir. Farklı fiber oranları ve farklı yöntemlerle hazırlanan karışımlarından hazırlanmış çubukların sinterleme öncesi kırık krem-beyaz renk olan numune farklı sinterleme sıcaklıkları, fiber oranları ve fiber çeşitleri sonrası yine krem rengindedir. Doğal hammaddelerin karışımlarından hazırlanmış olan çubukların sinterleme öncesi ve sinterleme sonrası renkleri de aynı olup her iki durumda da krem rengindedir.

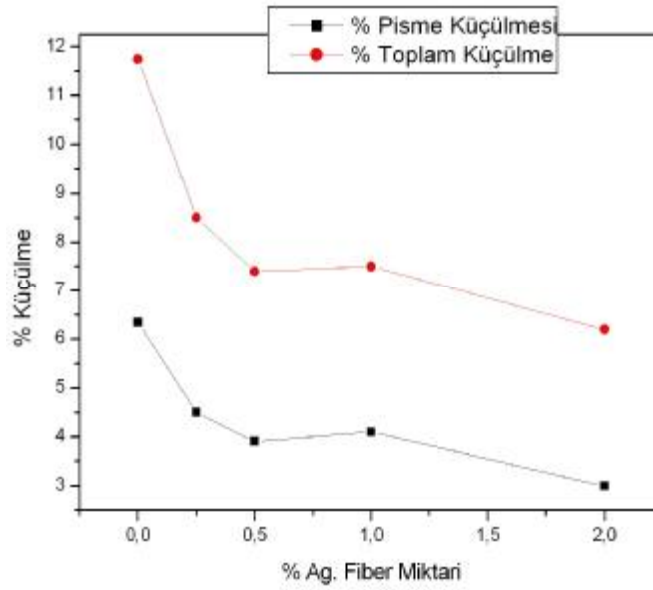
7.4.2 Pişme Küçülmesinin İncelenmesi

Isıl işleme tâbi tutulan numuneler belirli oranlarda boyutsal değişimi uğramışlardır. Tablo 7.11 sinterleme süreci sonrasındaki boyutsal % değişimi ve ilk boyuttan nihâi ürün eldesine kadar olan süreçteki boyutsal değişimi (toplam küçülme) göstermektedir.

Elle şekillendirilerek hazırlanan ağırlıkça % 0,25, % 0,5, % 1 ve % 2 fiber katkılı seramik bünyeler 105°C'de kurutulduktan sonra 1050°C'de 2 saat süresince sinterlenmiş olan numunelere ait bilgiler Tablo 7.11 ve Şekil 7.32'de verilmektedir.

Tablo 7.11 : Elle şekillendirilen bünyelere ait sinterleme sonrası lineer çekme değerleri

Numune içeriği	SF0-E-1050	SF025-E-1050	SF05-E-1050	SF1-E-1050	SF2-E-1050
% Pişme Küçülmesi	6,34	4,50	3,90	4,10	3,00
% Toplam Küçülme	11,74	8,50	7,40	7,50	6,20



Şekil 7.32 : Elle Şekillendirilen Numunelere Ait Sinterleme Sonrası Lineer Çekme Grafikleri

Elle şekillendirme ile 1050°C’de sinterleme sonucunda toplam küçülme değeri fiber miktarının artması ile azalma eğilimindedir. Bunun sebebi, fiberin yapı içinde kenetleyici ve boşluk doldurucu görev yapmasındandır.

Presleme yöntemi ile hazırlanan ağırlıkça % 2, % 4 ve % 6 fiber katkılı seramik bünyeler ve bunlara karşılık hazırlanmış olan fiber katkısız bünyeler 105°C’de kurutulduktan sonra 1050°C, 1150°C ve 1250°C’de 2 saat süresince sinterlenmiş olan numunelere ait bilgiler Tablo 7.12’de verilmektedir.

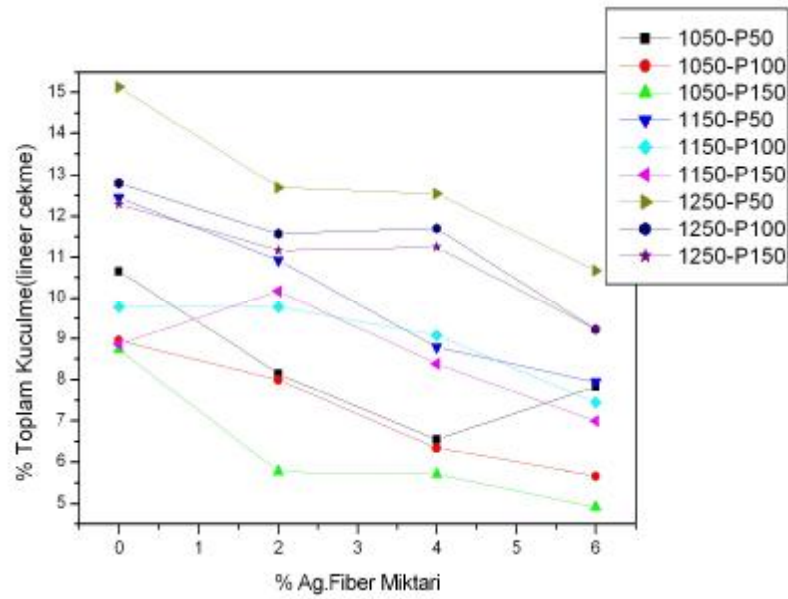
Tablo 7.12’de sinterlenen bileşimlerin lineer çekme miktarları, Şekil 7.33’de ise fiber miktarı, sıcaklık ve uygulanan basınç değerlerinin lineer çekme miktarına ilişkisi verilmiştir. Şekil 7.33’de grafik üzerinde hata barları verilmemiştir. Bunun sebebi, birbirine çok yakın olan değerlere hata barları eklenecek olursa bu değerlerin

anlaşılamamasındandır. Ölçümler üç ayrı numune üzerinden yapılmış olup ortalamaları alınmıştır.

Tablo 7.12 ve Şekil 7.33 incelendiğinde, hazırlanan tüm karışımlar için fiber miktarının artması ile lineer çekme miktarı azalma eğilimi göstermektedir. Ayrıca artan sıcaklıkla birlikte lineer çekme miktarı artmaktadır. Sıcaklıkla küçülme miktarının artmasının sebebi tanelerin birbirine daha çok yaklaşmasından ve daha yoğun yapılar elde edilmesinden kaynaklanmaktadır. Fakat fiber miktarının artışı ile azalma eğilimi gösteren küçülme miktarlarının sebebi fiberlerin muhtemel boşluklara girip yapıyı tutmasından ya da kilit görevi yaparak yapıyı sıkılaştırmasından kaynaklanmaktadır. Bunu daha iyi yorumlayabilmek için numunelerin mikroyapılarına ait SEM görüntüleri incelenmiş olup Bölüm 7.4.7’de tartışılmıştır.

Tablo 7.12: Preslenerek şekillendirilen bünyelere ait sinterleme sonrası küçülme değerleri

		1050			1150			1250		
		P50	P100	P150	P50	P100	P150	P50	P100	P150
SF0	% Pişme Küçülmesi	8,03	7,20	7,14	9,82	8,03	7,27	12,50	11,05	10,71
	%Toplam Küçülme	10,66	8,95	8,73	12,45	9,78	8,86	15,13	12,80	12,30
SF2	% Pişme Küçülmesi	5,35	6,25	4,50	9,73	8,03	8,84	11,50	9,82	9,90
	%Toplam Küçülme	6,55	8,00	5,77	10,93	9,78	10,17	12,70	11,57	11,17
SF4	% Pişme Küçülmesi	6,50	4,46	4,46	7,14	7,20	7,14	10,90	9,82	10,00
	%Toplam Küçülme	8,15	6,35	5,71	8,79	9,09	8,39	12,55	11,70	11,25
SF6	% Pişme Küçülmesi	6,25	4,46	3,57	6,36	6,25	5,65	9,09	8,03	7,89
	%Toplam Küçülme	7,84	5,66	4,92	7,95	7,45	7,00	10,68	9,23	9,24



Şekil 7.33 : Preslenerek Hazırlanan Numunelere Ait Sinterleme Sonrası Fiber Katkısı İle Lineer Çekme İlişkisi

Presleme değişiminin lineer çekmeye etkisi incelendiğinde ise örneğin 1250°C’de hazırlanan bünyeler için basınç arttıkça lineer çekme azalma eğilimi göstermektedir. Bunun da sebebi şekillendirme esnasında daha fazla basınç uygulanmış olan numunelerdeki tozların birbirine daha sıkı bağlanmaları sonucu bünye içindeki boşlukların azalmasından ve ısıtıl işlem sonrası daha sıkı yapılara sahip oldukları için daha az miktarda çekme olmasındandır. Aksine basınç miktarı daha az uygulanan numuneler için muhtemel boşluklar daha fazla olacağından ve taneler arası boşluklar daha fazla kalacağı için ısıtıl işlem sonrası taneler daha çok birbirine bağlanacak ve daha çok küçülme (büzülme) olacaktır.

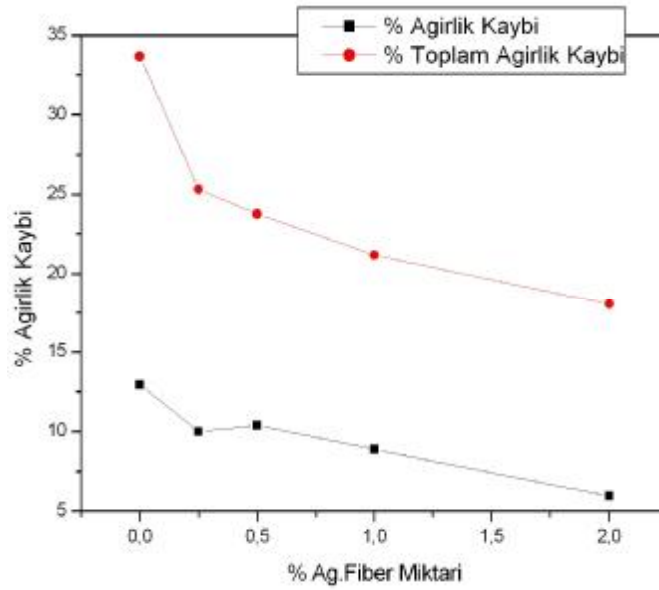
Elle şekillendirilen numuneler ile bir karşılaştırma yapıldığında ise elle şekillendirilerek hazırlanan ve fiber katkısı olmayan bünyeye ait toplam küçülme değeri % 11,77 olarak bulunmuşken, preslenerek hazırlanan ve en düşük basınca sahip olan numune için bu değer % 10,66 olarak bulunmuştur. Basınç artışı oldukça azalan bu büzülme değerleri ile ilgili bir yorum yapıldığında elle şekillendirme süresince daha az basınç uygulanabileceği için taneler arası mesafeler preslenmiş numunelere göre daha çok olacağından ısıtıl işlem sonrası tabakalar arasında kalan suyun kaybı ve partiküllerin birbirine daha çok yaklaşması ile daha çok büzülme meydana gelmesinden kaynaklanmaktadır.

7.4.3 Ağırlık Kaybının İncelenmesi

Plastik şekillendirme sonrasında kurutmaya bırakılan ve daha sonra sinterlenen fiber katkısız ve fiber katkısı yapılmış bünyelerde fiziksel ve kristal suyunun kaybı sebebiyle ağırlık kaybı gözlemlenir. Kurutma sonrası hesaplanan ağırlık kayıplarına ilaveten sinterleme sonrası ağırlık kayıpları hesaplanmış ve toplam ağırlık kaybı belirtilmiştir. Elle şekillendirme yöntemi ile hazırlanan ağırlıkça % 0,25; % 0,5; % 1 ve % 2 fiber katkılı seramik bünyeler ve bunlara karşılık hazırlanmış olan fiber katkısız bünyelere ait bilgiler Tablo 7.13 ve Şekil 7.34’de verilmektedir.

Tablo 7.13: Elle şekillendirilen numunelere ait sinterleme sonrası ağırlık kaybı ve toplam ağırlık kaybı

Numune içeriği	SF0-E-1050	SF025-E-1050	SF05-E-1050	SF1-E-1050	SF2-E-1050
% Ağırlık Kaybı	12,95	10,0	10,4	8,9	5,98
% Toplam Ağırlık Kaybı	33,68	25,33	23,79	21,18	18,06



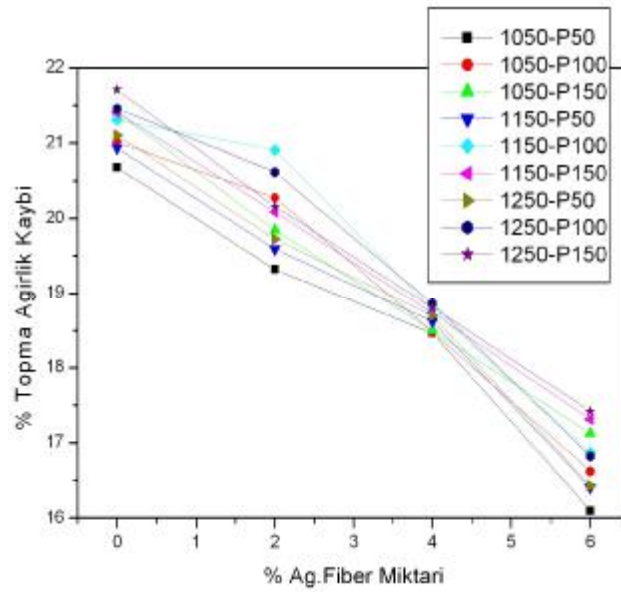
Şekil 7.34 : Elle şekillendirilerek hazırlanmış numuneye fiber katkısı sonucu ağırlık kaybının değişimi

Presleme yöntemi ile hazırlanan ağırlıkça % 2, % 4 ve % 6 fiber katkılı seramik bünyeler ve bunlara karşılık hazırlanmış olan fiber katkısız bünyeler 105°C’de kurutulduktan sonra 1050°C, 1150°C ve 1250°C’de 2 saat süresince sinterlenmiş olan numunelere ait bilgiler Tablo 7.14’de ve Şekil 7.35’de verilmektedir.

Tablo 7.14: Preslenen numunelere ait sinterleme sonrası ve toplam % ağırlık kaybı tablosu

		1050			1150			1250		
		P50	P100	P150	P50	P100	P150	P50	P100	P150
SF0	%Ağ.Kaybı	12,45	12,70	13,00	12,71	12,99	12,99	12,88	13,14	13,30
	%Toplam A.Kaybı	20,68	21,09	21,41	20,94	21,31	21,41	21,11	21,46	21,71
SF2	%Ağ.Kaybı	12,38	12,36	12,39	12,65	12,99	12,63	12,78	12,70	12,70
	%Toplam A.Kaybı	19,33	20,28	19,85	19,60	20,91	20,09	19,73	20,62	20,16
SF4	%Ağ.Kaybı	13,02	12,92	12,86	13,17	13,22	13,09	13,25	13,30	13,17
	%Toplam A.Kaybı	18,47	18,49	18,50	18,62	18,79	18,74	18,70	18,87	18,82
SF6	%Ağ.Kaybı	12,59	12,63	12,65	12,90	12,88	12,84	12,93	12,83	12,94
	%Toplam A.Kaybı	16,10	16,62	17,13	16,41	16,86	17,32	16,44	16,82	17,42

Şekil 7.35’de görüldüğü gibi elle şekillendirilen numuneler için fiber katkısı yapılmadan önceki ağırlık kaybı miktarı % 33,68 iken fiber katkısı yapıldığında (max ağ.% 2) bu değer % 18,06’ya kadar düşmektedir.



Şekil 7.35 : Preslenerek hazırlanan numunelere ait ağırlık kaybı grafiği

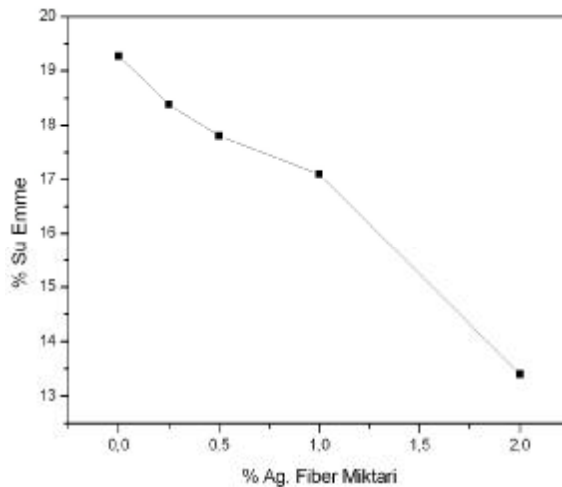
Fiber miktarı arttıkça ağırlık kaybının azaldığı söylenebilir. Preslenerek hazırlanan numuneler için ise basınç arttıkça ağırlık kaybı artarken, sıcaklık kaybı olduğunda da ağırlık kaybının artışı gözlemlenmektedir. Sıcaklıkla ağırlık kaybının artmış olması, difüzyon hızının artışı ile bünye içerisindeki organiklerin, sülfatların, tuzların ve tabakalar arası suyun çıkışının tamamıyla sağlanabilmiş olacağındandır.

7.4.4 Su Absorbsiyon (Su Emme) Değerleri

ES-kil ve seramik fiber ile hazırlanmış olan ve çeşitli kompozisyonlara ait numuneler iki ayrı yöntemle şekillendirildikten sonra belirli sıcaklıklarda iki saat bekletme süresi ile sinterlenmiş olan numunelerin suda kaynatma metodu ile dört saat süresince kaynatılmış olup 24 saat suda bekletilmeleri sonucu ölçümleri yapılmıştır. Arşimet prensibi ile hesaplanmış su emme değerleri Tablo 7.15’de verilmiştir. Şekil 7.36’de verilen su emme grafiklerine bakıldığında, hem elle şekillendirme yöntemi sonucu hem de presleme sonucu hazırlanan numunelerin fiber katkısı artışı ile su emme miktarlarını azaldığı görülmektedir. Elle şekillendirme ve presleme arasında karşılaştırma yapıldığında 1050°C’de sinterlenme yapılmasında fiber katkısı olmayan numuneler için hemen hemen aynı olan su emme değeri, ağ.% 2 fiber katkısı sonucu elle şekillendirmede daha düşük bir su emme değeri almıştır.

Tablo 7.15: Elle şekillendirilen ve 1050°C’de sinterlenen numunelerin % su emme değerleri

Numune içeriği	SF0-E-1050	SF025-E-1050	SF05-E-1050	SF1-E-1050	SF2-E-1050
% Su emme	19,27	18,39	17,81	17,10	13,41

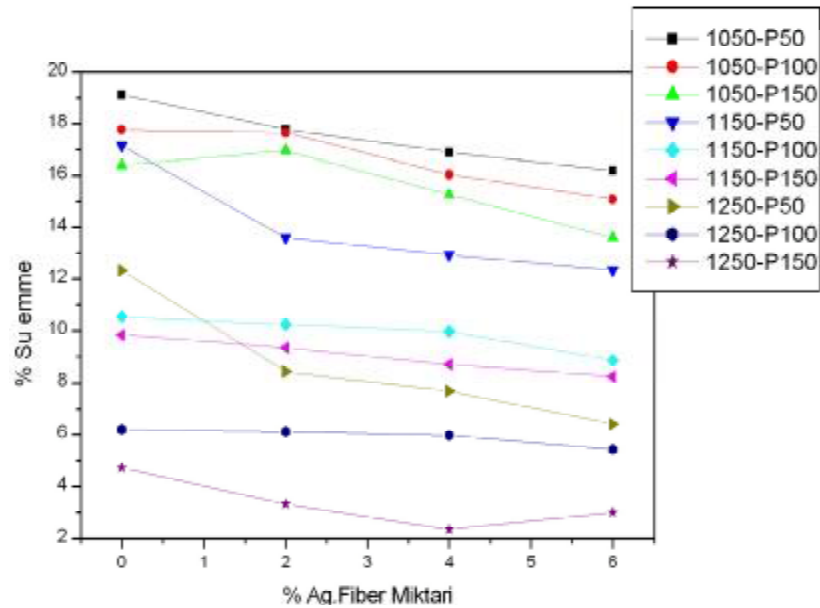


Şekil 7.36 : Elle Şekillendirilerek Hazırlanan Numunelere Ait Su Emme Grafiği

Uygulayıcı parametresi en aza indirildiğinde ve presleme yöntemi ile karşılaştırma yapıldığında sıcaklık artışı (aynı fiber miktarı ve basınç değeri için) ile su emme değerlerinde azalma eğilimi vardır. Sıcaklık sabit tutulduğunda ise basınç artışı ile su emme değerlerinde azalma gözlemlenmektedir. Presleme yöntemi ile hazırlanan numuneler için 1250°C’de sinterlenmiş olan numunelerin su emme değerleri diğer sıcaklıklarda sinterlenen numunelere göre oldukça düşüktür. En düşük değerler olan % 3,01 ve % 2,36’ın 150 MPa ile şekillendirilen ve 1250°C’de sinterlenen ağ.% 4 ve 6 seramik fiber katkılı kompozisyonların 2 saat sinterlenmiş olan numunelerde elde edildiği görülmektedir.

Tablo 7.16: Preslenerek şekillendirilen ve 1050 °C, 1150 °C ve 1250 °C’de sinterlenen numunelerin su emme değerleri

	1050			1150			1250		
	P50	P100	P150	P50	P100	P150	P50	P100	P150
SF0	19,13	17,77	16,40	17,16	10,55	9,83	12,34	6,21	4,72
SF2	17,79	17,66	16,97	13,60	10,24	9,34	8,42	6,13	3,35
SF4	16,91	16,05	15,27	12,93	9,97	8,70	7,70	5,99	2,36
SF6	16,20	15,11	13,60	12,34	8,85	8,24	6,42	5,44	3,01



Şekil 7.37 : Preslenerek hazırlanan numunelere ait su emme grafiği

Tablo 7.16’te sinterlenen bileşimlerin su emme miktarları, Şekil 7.37’de ise fiber miktarı, sıcaklık ve uygulanan basınç değerlerinin su emme miktarına ilişkisi verilmiştir. Şekil 7.37’de grafik üzerinde hata barları verilmemiştir. Bunun sebebi, birbirine çok yakın olan değerlere hata barları eklenecek olursa bu değerlerin anlaşılmasındandır. Ölçümler üç ayrı numune üzerinden yapılmış olup ortalamaları alınmıştır.

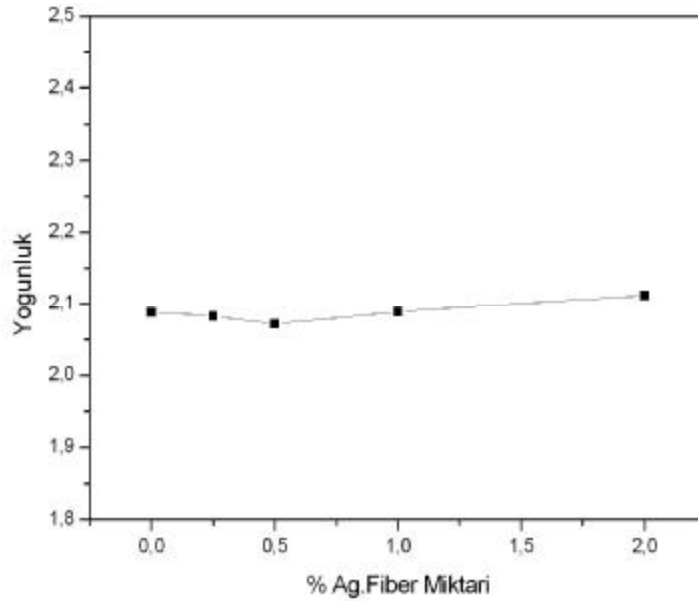
Tablo 7.16 ve Şekil 7.37 incelenecek olursa, tüm bileşimleri için artan sıcaklıkla birlikte su emme miktarı azalmaktadır. Su emme değerlerinden yola çıkılarak da porozite ile ilgili çıkarım yapmak mümkün olabilmektedir. Su emme miktarı bünye içerisindeki boşluk miktarı ile doğru orantılıdır. Bu nedenle su emme miktarı azaldıkça boşluklar azalma eğilimi göstermektedir. Sıcaklık artışı ile daha yoğun bir yapıya ulaşan numuneler için tanelerin birbirine bağlanması mümkün olacak ve bu da boşluk sayılarının azalmasına neden olacaktır. Bunun dışında Şekil 7.37’de belirtilen basınç değerleri için her bir sıcaklık değeri baz alındığında basınç artışı ile su emme miktarı azalmaktadır. Bu da şekillendirilme esnasında uygulanan basıncın muhtemel boşlukları daha aza indirdiğinin bir işaretidir. Her bir grafik ayrı ayrı incelendiğinde fiber miktarının artması ile su emme miktarı azalma eğilimi göstermektedir. Su emme miktarının, boşluk miktarı ile orantılı olduğu düşünülerek hareket edildiğinde su emme miktarları azalan fiber katkılı bünyeler için boşluk sayılarının da azalma eğilimi gösterdiği söylenebilir. Bu yorumu kesinleştirmek için taramalı elektron mikroskobu yardımıyla çekilen mikrograflar sayesinde bünyenin genel yapısına, boşluk miktarına ait yorum yapabilmek mümkün olacaktır. Taramalı elektron mikroskobuyla ilgili çalışmalar Bölüm 7.4.2.7’de tartışılmıştır.

7.4.5 Yoğunluk Değerleri

Elle şekillendirilen ve 1050°C’de sinterlenen numunelere karşılık, presleme ile şekillendirilen ve 1050°C, 1150°C ve 1250°C’de sinterlenen numunelerin fiber oranlarının değişimi ile hazırlanan numunelerin suda kaynatma metodu ile hazırlanmış ve Arşimet prensibi ile hesaplanmış yoğunluk değerleri Tablo 7.17 ve Şekil 7.38’de verilmiştir.

Tablo 7.17: Elle şekillendirilerek hazırlanan bünyelere ait sinterleme sonrası yoğunluk değerleri

Numune içeriği	SF0-E-1050	SF025-E-1050	SF05-E-1050	SF1-E-1050	SF2-E-1050
Yoğunluk (gr/cm ³)	2,09	2,08	2,07	2,09	2,11



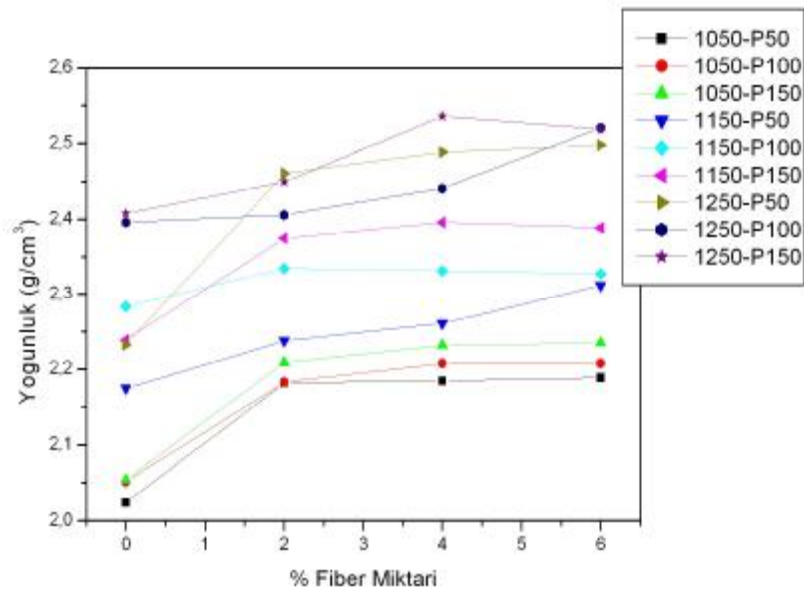
Şekil 7.38: Elle Şekillendirilerek Hazırlanan Numunelere Ait Sinterleme Sonrası Yoğunluk Grafiği

Şekil 7.38’de görüldüğü gibi elle şekillendirilen numuneler için fiber miktarı arttıkça yoğunlukla ilgili çok fazla değişim olmadığı gözlemlenmektedir. Teorik yoğunluğu 2,8174 gr/cm³ olan bünye için en yüksek fiber katkısı ile elle şekillendirilerek hazırlanması sonucu elde edilen yoğunluk değeri 2,11 gr/cm³ olarak belirlenmiştir. Elle şekillendirilen ve fiber katkısı olmayan numune için bulunan yoğunluk değeri kullanılarak hesaplanan porozite değeri % 25,88’dir. Ağırlıkça % 2 fiber katkısı ile porozite değeri % 25,03 olarak belirlenmiştir. Elle şekillendirilerek hazırlanan numuneler için fiber katkısı sonucu porozite değerlerinde azalma eğilimi olduğu söylenebilir. Fakat şekillendirme ve uygulayıcı parametresi düşünüldüğünde bu sonuçlar için kesin bir yorum yapmak mümkün değildir. Bu nedenle bu parametreyi en aza indirebilmek için presleme ile üretilen numunelerin yoğunluk değerleri aşağıda verilmiştir. Farklı fiber yüzdeleri ile hazırlanan ve farklı basınç değerlerinde preslenerek üç ayrı sıcaklıkta karşılaştırmalı olarak sinterlenen numunelerin yoğunlukları sinterleme sıcaklığı ile artmaktadır. Hazırlanan ve farklı kompozisyona ait numunelerin hepsinde de en yüksek yoğunluk değerlerine 1250°C’de sinterlenmiş

olanlarda ulaşılmıştır. Elle şekillendirme ile üretilen ve 1050°C’de sinterlenen numunelere kıyasla preslenen ve 1050°C’de sinterlenen numunelerin daha yüksek yoğunluğa sahip olduğu da gözlemlenmektedir. Ayrıca sinterleme sıcaklığı baz alınarak inceleme yapıldığında aynı fiber yüzdesi için basınç arttıkça yoğunluk değerleri artmaktadır. Preslenme sonucu elde edilen numuneler içerisinde en yüksek yoğunluk değerlerine sahip olan bünyeler ağırlıkça % 4 ve % 6 seramik fiber içeriğine sahip olan ve nispeten daha yüksek basınçta preslenip 1250°C’de sinterlenen numunelerdir.

Tablo 7.18: Preslenerek hazırlanan bünyelere ait sinterleme sonrası yoğunluk değerleri

	1050			1150			1250		
	P50	P100	P150	P50	P100	P150	P50	P100	P150
SF0	2,02	2,05	2,05	2,18	2,28	2,24	2,23	2,40	2,41
SF2	2,18	2,18	2,21	2,24	2,34	2,38	2,46	2,41	2,45
SF4	2,19	2,21	2,23	2,26	2,33	2,40	2,49	2,44	2,54
SF6	2,19	2,21	2,24	2,31	2,33	2,39	2,50	2,52	2,52



Şekil 7.39 : Preslenerek Hazırlanan Numunelere Ait Yoğunluk Grafiği

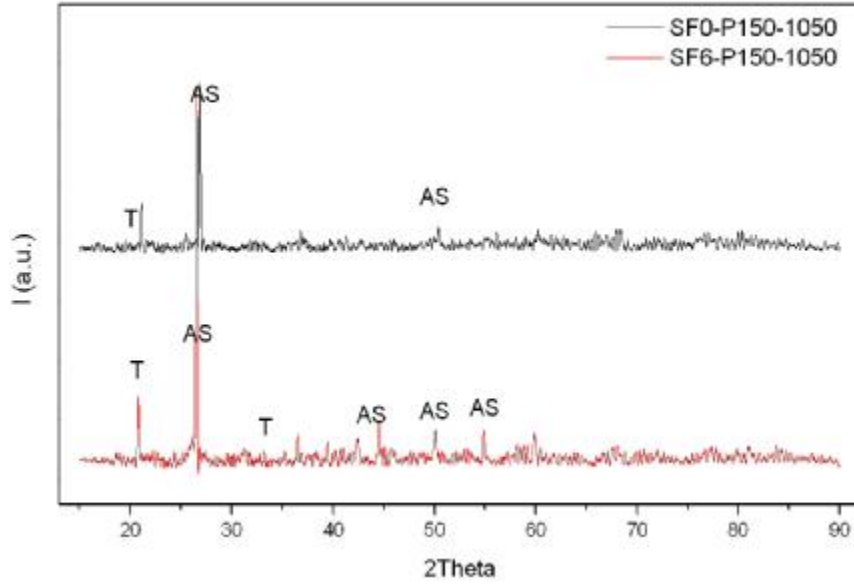
Tablo 7.18 ve Şekil 7.39’de de görüldüğü gibi en düşük yoğunluk değeri olan 2,02 gr/cm³ 1050°C’de sinterleme sonunda fiber katkısı olmayan SF0-P50-1050 kodlu numunede görülmekte olup bu numune için porozite değeri % 28,16 iken, en yüksek yoğunluk değeri olan 2,54 gr/cm³ ise 1250°C saatlik sinterleme sonucunda ağırlıkça % 4 seramik fiber katkılı SF4-P150-1250 kodlu numunede elde edilmiş olup bu numune için porozite değeri % 9,98’dir. Sinterleme sıcaklığı ve basınç değerleri ile tanelerin birbirine yaklaşması sonucu yoğunluk değerlerinin arttığı gözlemlenmektedir. Fiber etkisini anlayabilmek için aynı sıcaklık ve basınç değerleri baz alınarak inceleme yapıldığında, örneğin 100 MPa’da basılan ve 1250 °C’de sinterlenen (P100-1250) için fiber katkısı yapılmayan bünyeye ait yoğunluk 2,34 gr/cm³ ve porozite değeri % 14,95 iken, ağırlıkça % 6 seramik fiber katkılı yapı 2,51 gr/cm³ ve porozite değeri % 10,52 olarak hesaplanmıştır. Bu sonuçlardan hareket ile fiber miktarı arttıkça porozite miktarlarının düştüğü ve dolayısıyla daha yoğun yapılar elde edildiği söylenebilir.

7.4.6 Faz Analizi Sonuçları

Sinterlenen numuneler ısı işlem gördükten sonra faz değişimine uğramaktadırlar. Bu fazlardaki değişimi çözümleyebilmek için X ışını difraktometresi kullanılarak bünyeler içinde nasıl bir değişim yaşandığı incelenmiştir. Fiber değişimi ile fazlarda değişim meydana gelip gelmediği incelenen yapılarda ayrıca sıcaklığın etkisi, basıncın etkisi de incelenmiştir.

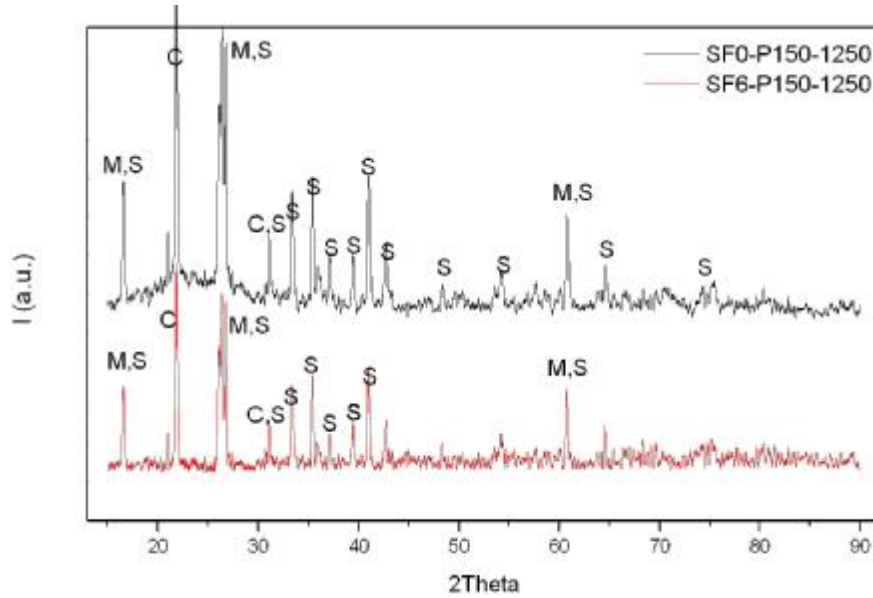
Fiber Etkisinin İncelenmesi

Fiber etkisini inceleyebilmek için fiber katkısı yapılmamış (% 0 seramik fiber) ve ağırlıkça % 6 seramik fiber içeren ve 150 MPa’da preslenip 1050 ve 1250°C’de sinterlenmiş olan numuneler incelenmiştir.



Şekil 7.40 : Fiber Katkısız (SF0-P150–1050 kodlu) ve ağ.% 6 Seramik Fiber Katkılı (SF6-P150-1050 kodlu) ve 1050 °C’de Sinterlenmiş Numunelere Ait X Işını Difraktometrelerinin Karşılaştırılması (T=tridimit, AS=alümina silikat)

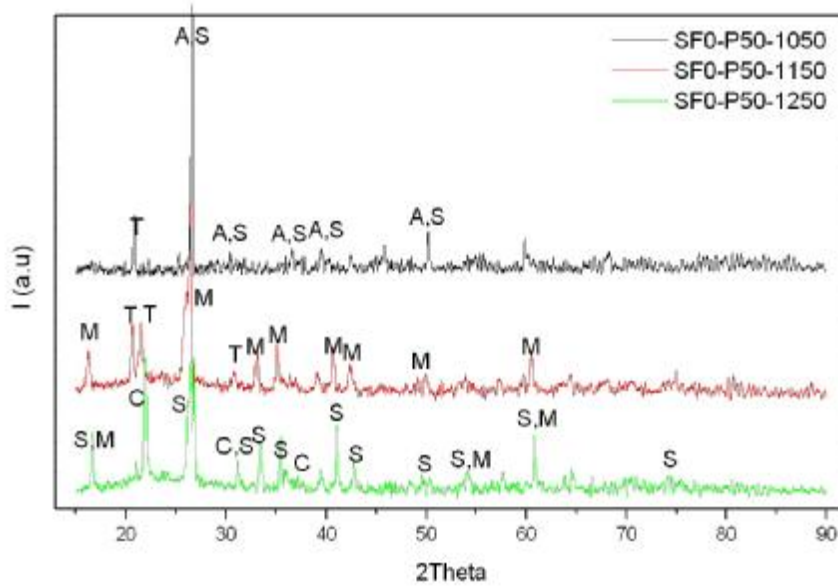
Fiber katkısının faz değişikliği üzerine etkisinin incelendiği grafiklerde (SF0-P150-1050) numuneleri için, fiber miktarı arttıkça farklı bir faz görülmemiş olup yalnızca piklerin şiddetinin arttığı söylenebilir



Şekil 7.41 : Fiber Katkısız (SF0-P150-1250 kodlu) ve ağ.% 6 Seramik Fiber Katkılı (SF6-P150-1250 kodlu) ve 1250 °C’de Sinterlenmiş Numunelere Ait X Işını Difraktometrelerinin Karşılaştırılması (M=mullit, S=silimanit, C=kristobalit)

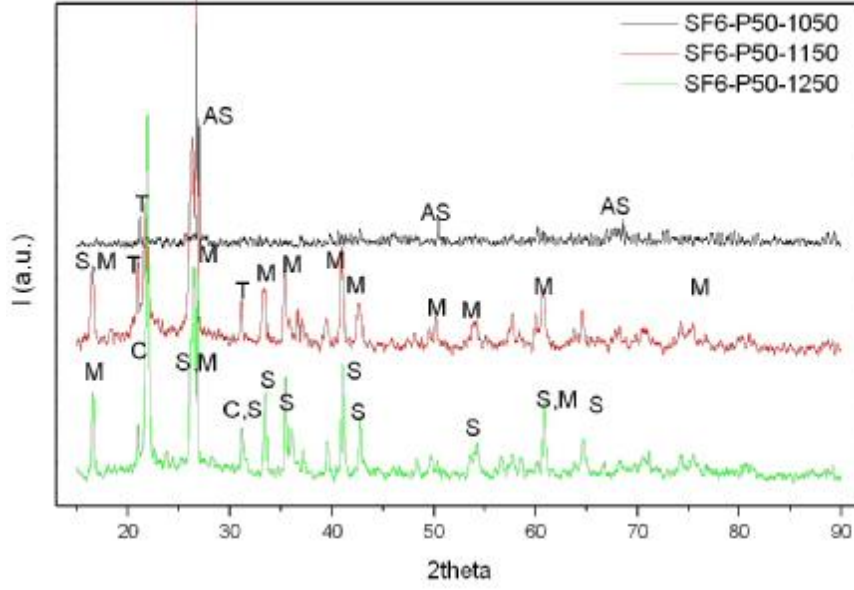
Fiber katkısı yapıldıkça farklı bir faz gözlemlenmemesine rağmen sıcaklık artışı ile birçok faz belirlenmektedir. M= mullit, S= silimanit, C= kristobaliti simgelemekte olup sıcaklık artışı ile mullite miktarının arttığı söylenebilir. İğnesel yapıya sahip olan mullit taneciklerinin oluşması ile iğnecikli bir yapıya sahip olan seramik fiberler ile uyum sağlanabilmektedir. Böylece mukavemet değerlerinde de artış beklenmektedir.

Sıcaklığın Bünyelere Etkisi



Şekil 7.42 : Fiber Katkısız (SF0-P50-1050, SF0-P50-1150 VE SF0-P50-1250 kodlu) Bünyelerin Farklı Sıcaklıklarda Sinterlenmesi İle X Işını Difraktometrelerinin Karşılaştırılması (AS= Alüminosilikat oksit, T= Tridimit, M=Mullit, S=Silimanit, C= Kristobalit)

Sıcaklığın artışı ile 1050°C’de bulunan tridimit fazı kristobalite, alumanosilikat fazı fa primer müllit olan silimanit ve müllite dönüşmektedir.

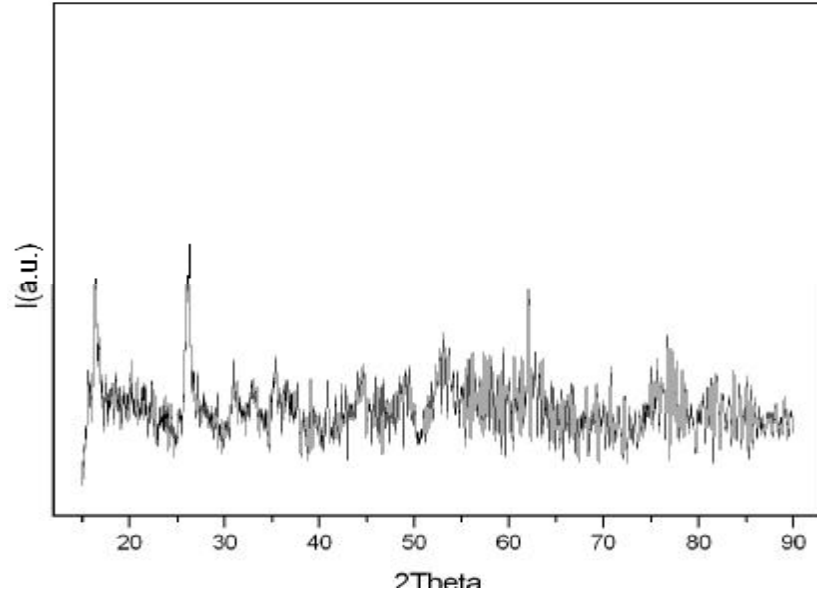


Şekil 7.43 : % 6 Fiber Katkısı Yapılmış (SF6-P50-1050, SF6-P50-1150 VE SF6-P50-1250 kodlu) Bünyelerin Farklı Sıcaklıklarda Sinterlenmesi İle X Işını Difraktometrelerinin Karşılaştırılması (AS= Aluminum silikat oksit, T= Tridimit, M=Mullit, S=Silimanit, C= Kristobalit)

Fiber miktarı maximum. % 6 olduğunda elde edilen faz analiz sonuçları Şekil 7.43'te verilmektedir. Fiber olmayan numunelere göre tek fark piklerin daha şiddetli olarak yer almasıdır. Yapıda yeni bir faz oluşumu gözlenmemektedir.

Sıcaklığın Fiber Yapısına Etkisi

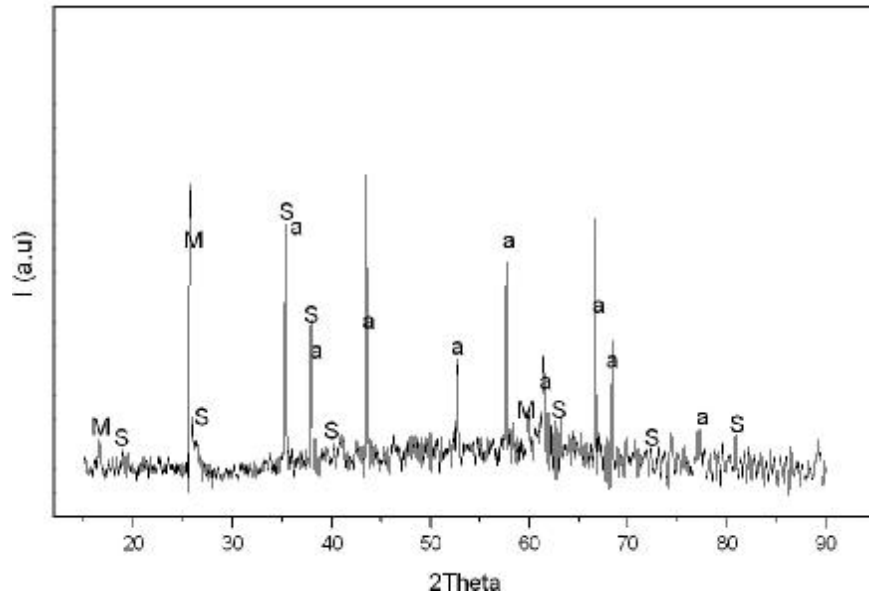
Ayrıca sadece seramik fiber alınarak 1050°C ve 1250°C sonrası XRD analizler yapılmıştır. Kil bünyesinden ayrı olarak seramik fiberin sıcaklıkla beraber faz değişimleri araştırılmıştır.



Şekil 7.44 : Seramik Fiberin 1050 °C Sonrası Faz Analiz Sonuçları (M=mullit, S=silimanit)

Başlangıç durumunda amorf bir yapı gösteren seramik fiber, 1050°C'den sonra da pik oluşumu sağlanamamıştır. (Şekil 7.44)

1250°C'den sonra yapısında silimanit, müllit ve α -Al₂O₃ fazları barındırmaktadır. Fakat numunelerin 1250°C'de sinterlenmesinden sonra yapılan faz analizlerinde α -Al₂O₃ fazlarına rastlanmamıştır. Bu da yapılan katkının sınırlı bir biçimde olmasından kaynaklanıyor olabilir.

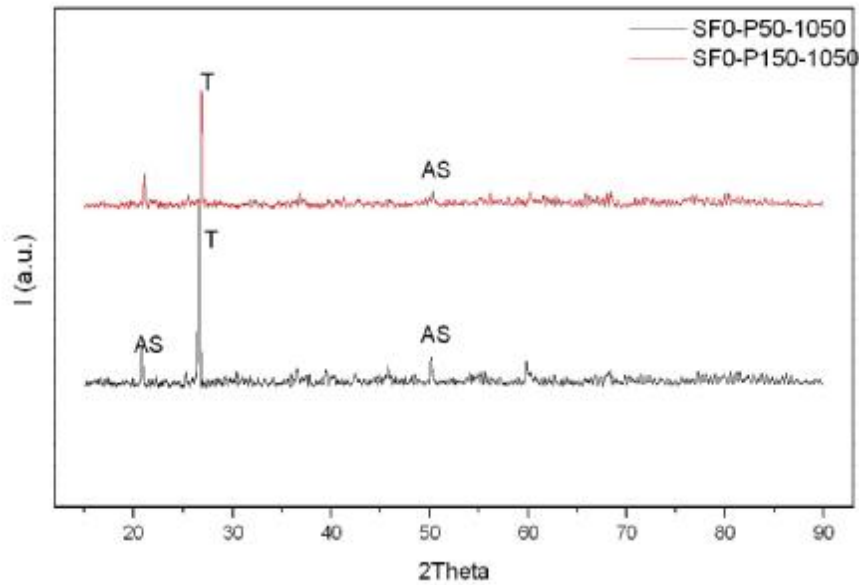


Şekil 7.45 : Seramik Fiberin 1250 °C Sonrası Faz Analiz Sonuçları (M=mullit, S=silimanit, a= α -Al₂O₃)

XRD grafiklerinde de görüldüğü gibi 1250°C sonrası seramik fiber içinde farklı fazlar oluşmuştur. Aluminasilikat esaslı seramik fiber yüksek sıcaklığa çıkınca yapısındaki Al_2O_3 form değiştirerek $\alpha-Al_2O_3$ fazı belirlemektedir. Bu faz dışında numunelerde de gözlemlenen mullit ve silimanit fazları mevcuttur. 1050°C sonrası fazla pik vermeyen ve hatta piklerin şiddeti oldukça düşük olan seramik fiber 1250°C sonrasında daha kristalin bir yapıya sahip olmuştur.

Basıncın Etkisi

Basıncın numunelere etkisini gösteren faz analiz sonuçları Şekil 7.46'da gösterilmektedir. Basınç artışı ile mevcut fazlarda bir değişiklik olmadığı gözlemlenmektedir.



Şekil 7.46 : Fiber Katkısız Olarak Hazırlanan 50 MPa'da Preslenen (SF0-P050-1050 Kodlu) ve 1050°C'de Sinterlenmiş Olan Numunelere Ait X Işını Difraktometrelerinin Karşılaştırılması (T= Tridimit, AS=Aluminosilikat oksit)

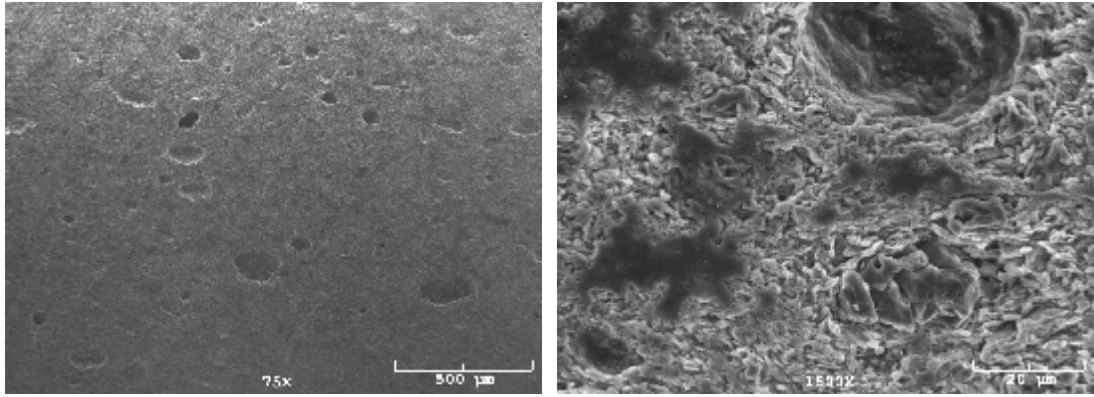
Basınç değişimi ile ana yapı içerisindeki iki faz değişikliklerini incelemek üzere fiber katkısı olmayan bünyeye ait iki farklı basınç değeri Şekil 7.46'da karşılaştırılmaktadır. Yapılan incelemeye göre yapı içerisinde 1050°C'de aynı fazlar olduğu yapının değişmediği görülmektedir.

7.4.7 Mikroyapısal İncelemeler

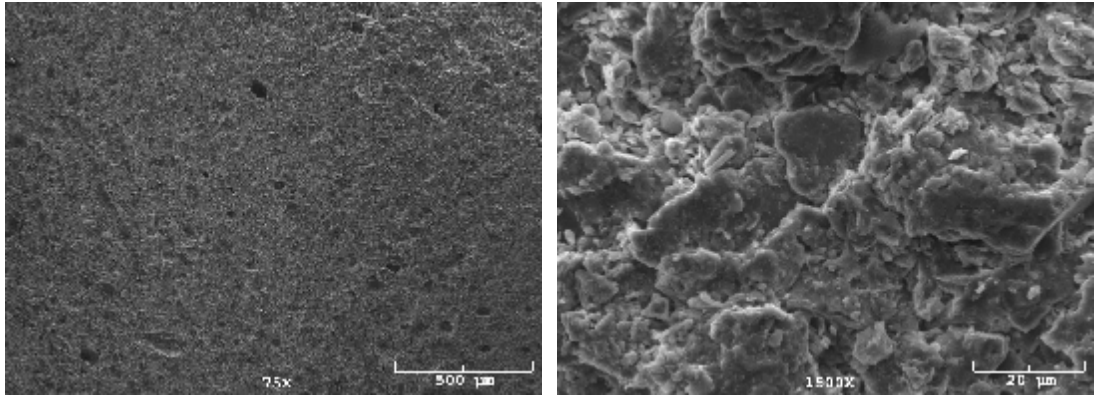
Fiber katkısı yapılmayan ve fiber katkısı yapılarak iki farklı yöntem ile şekillendirilen numunelerin mikroyapısal özelliklerini irdeleyebilmek için tüm numuneler taramalı elektron mikroskobu ile incelenmiştir.

Elle Şekillendirilen Numunelerin Mikroyapısal Görüntüleri

Sanatçıların uygulama biçimi ile hazırlanmış ve 1050°C’de sinterlenmiş olan fiber katkısız ve fiber katkılı numunelerin SEM görüntüleri Şekil 7.47 ve 7.48’de gösterilmektedir. Şekil 7.47 fiber katkısı yapılmamış numuneye ait mikrograftır. Yapıda görüldüğü gibi yüksek miktarda boşluk bulunmaktadır. Şekil 7.48 ise, bu şekillendirme yöntemi için en fazla kullanılan fiber katkısını göstermektedir. Görüldüğü gibi fiber miktarı arttıkça yapıda boşluk sayısı azalmıştır. Bu da su emme değerlerinin azalma eğilimi göstermesini açıklamaktadır.



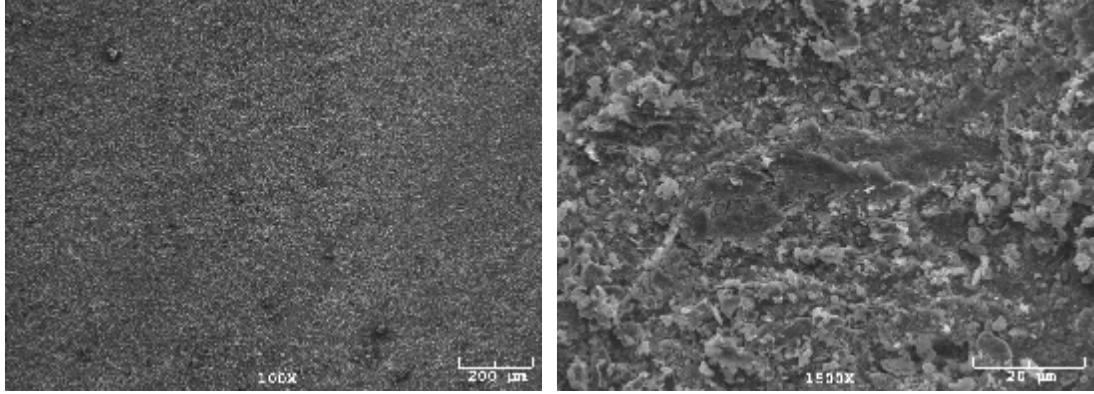
Şekil 7.47 : Fiber Katkısı Yapılmamış Ve 1050°C’de Sinterlenmiş Bünyeye Ait SEM Görüntüleri



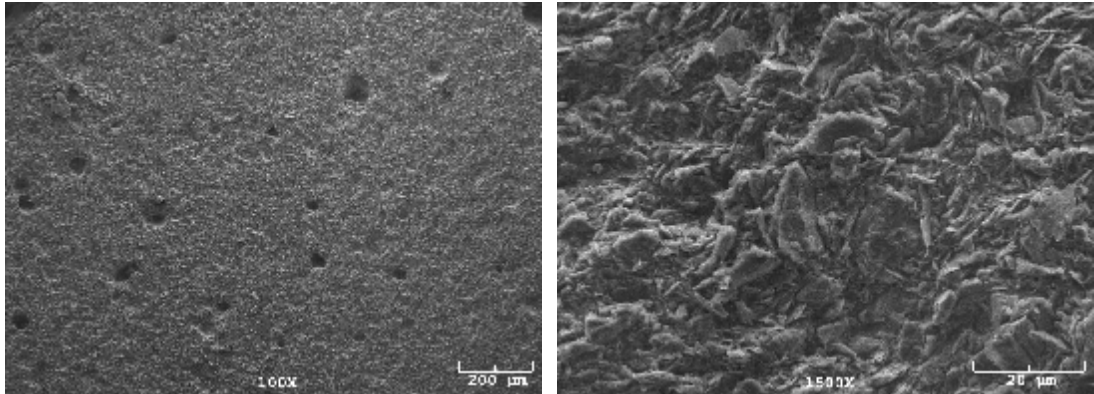
Şekil 7.48 : Ağırlıkça % 2 Fiber Katkılı Ve 1050°C’de Sinterlenmiş Bünyeye Ait SEM Görüntüleri

Elle şekillendirme sonucu hazırlanan numunelere fiber katkısı sonucu küçük ve büyük büyültmeler ile çekilen SEM görüntülerinde fiberler bazı noktalarda görülmektedirler. Bu da seramik fiberin ısı işlem sonucu yok olup gitmediğinin bir göstergesidir. Ancak yapı incelendiğinde partiküller birbirine yaklaşmış ve tane irileşmesi meydana gelmiştir. Fiber de bu tane grupları arasında yer almaktadır. Taneler arasında bulunan seramik fiberler ve taneler üzerinde yapılan EDS analizleri

sonucu aynı kimyasal yapıya sahip oldukları bulunmuştur. Bünyenin iç kesitinden alınan bu örnekler yapının genelini yansıtmakta olan bu numuneler için ayrıca bir deney seti hazırlanmış ve bünyenin ısıl süreçle değişimi sonucu nasıl bir mikroyapıya sahip olduğu incelenmiştir. Sinterleme sıcaklığına kadar 500 ve 600°C'lerinde 30'ar dakika bekletilen numunelerin bu sıcaklıklardan sonraki mikroyapıları incelenmiştir.



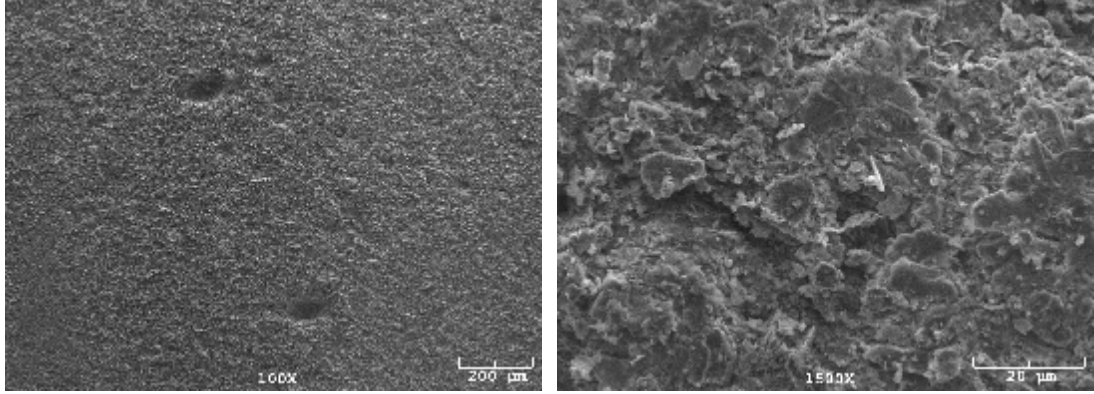
Şekil 7.49 : Fiber Katkısız Bünyenin 500°C Sonrası SEM Görüntüleri



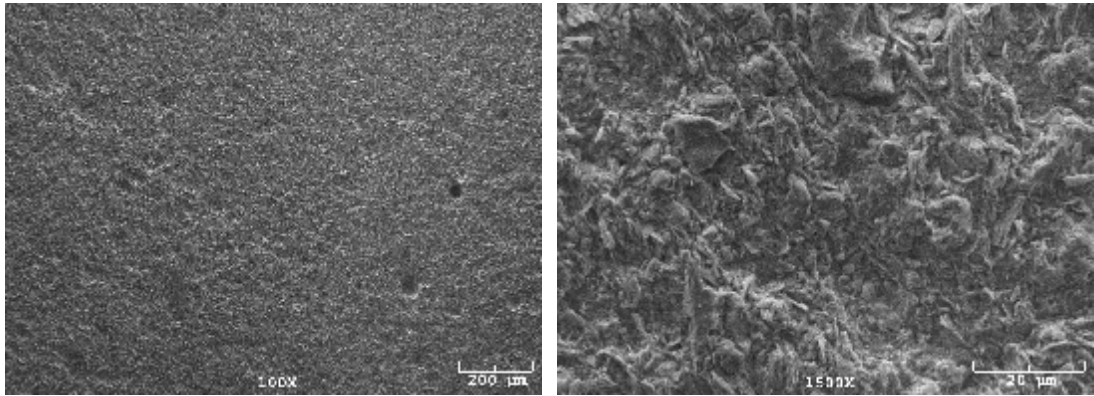
Şekil 7.50 : Fiber Katkısız Bünyenin 600°C Sonrası SEM Görüntüleri

Şekil 7.49'dan da görüldüğü gibi fiber katkısı yapılmamış bir bünyede 500°C sonrasında yapı bütünlüğünü korumaktadır. Fakat 600°C'den sonra yapıda boşluklar oluşmuştur. Bunun da sebebi 492,11°C'de gerçekleşen kristal su kaybının artık gözeneklerden atılmasıdır ve böylece suyunu kaybeden yapı çekilmeye ve yerini boşluklara bırakmaya başlamıştır. 500°C'de görüldüğü gibi taneler birbirinden bağımsız ve küçük parçacıklar halindeyken 600°C'den sonra tanecikler bir araya gelmeye başlamıştır. Bu da termal analiz sonuçlarını doğrulamaktadır.

Ağırlıkça % 2 fiber takviyesi yapılmış bünye için de aynı deney yapılmış olup SEM görüntüleri Şekil 7.51 ve 7.52’de verilmiştir.



Şekil 7.51 : Ağ. % 2 Seramik Fiber Katkılı Bünyenin 500°C Sonrası SEM Görüntüleri



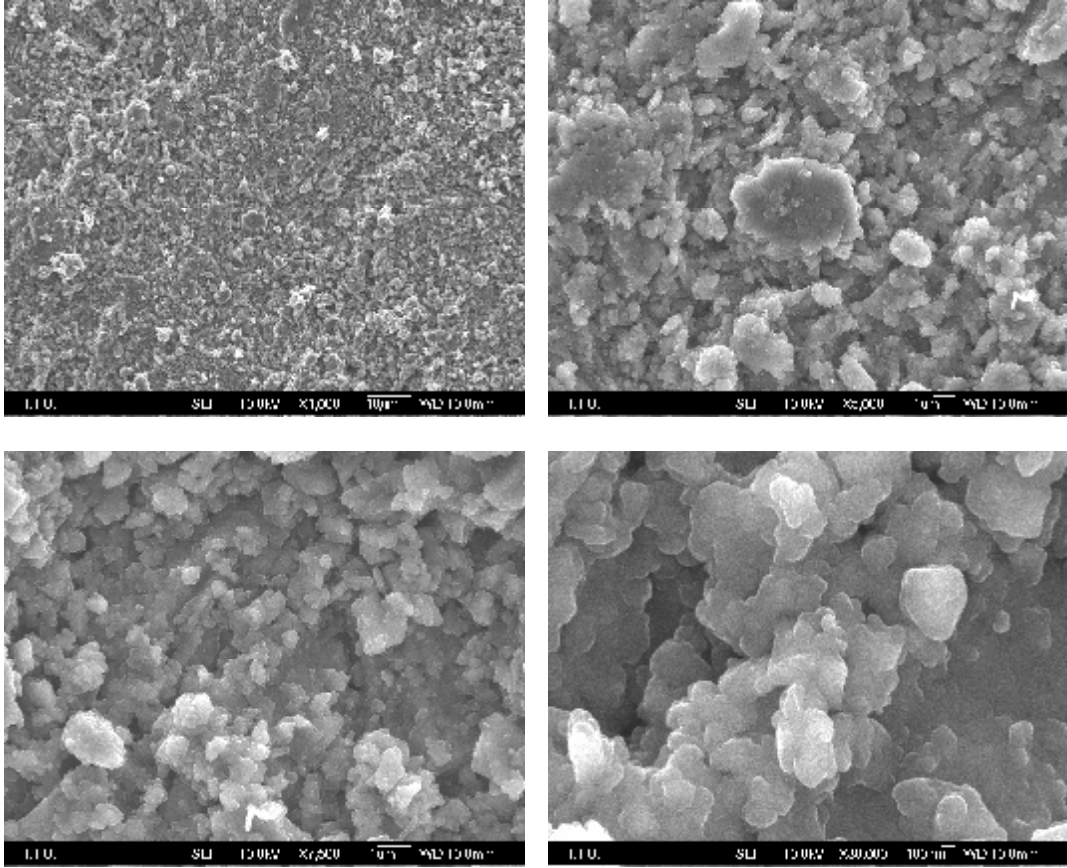
Şekil 7.52 : Ağ. % 2 Seramik Fiber Katkılı Bünyenin 600°C Sonrası SEM Görüntüleri

Fiber katkısı ile de hazırlanmış ola numunelerin ısıtıl işlem ile değişimleri Şekil 7.51 ve 7.52'de verilmiştir. Fiber katkısı olmayan numuneye göre sıcaklık artışı ile çok fazla sayıda boşluk oluşturmadığı gözlemlenmiştir. Yapı yine yaklaşık 500°C civarında kristal suyunu kaybederek yapıdaki boşlukların artmasına ve yapının pekişmesine sebep olurken tanecikler büyür ve daha mukavemetli bir hal alır.

Preslenen Numunelerin Mikroyapısal Görüntüleri

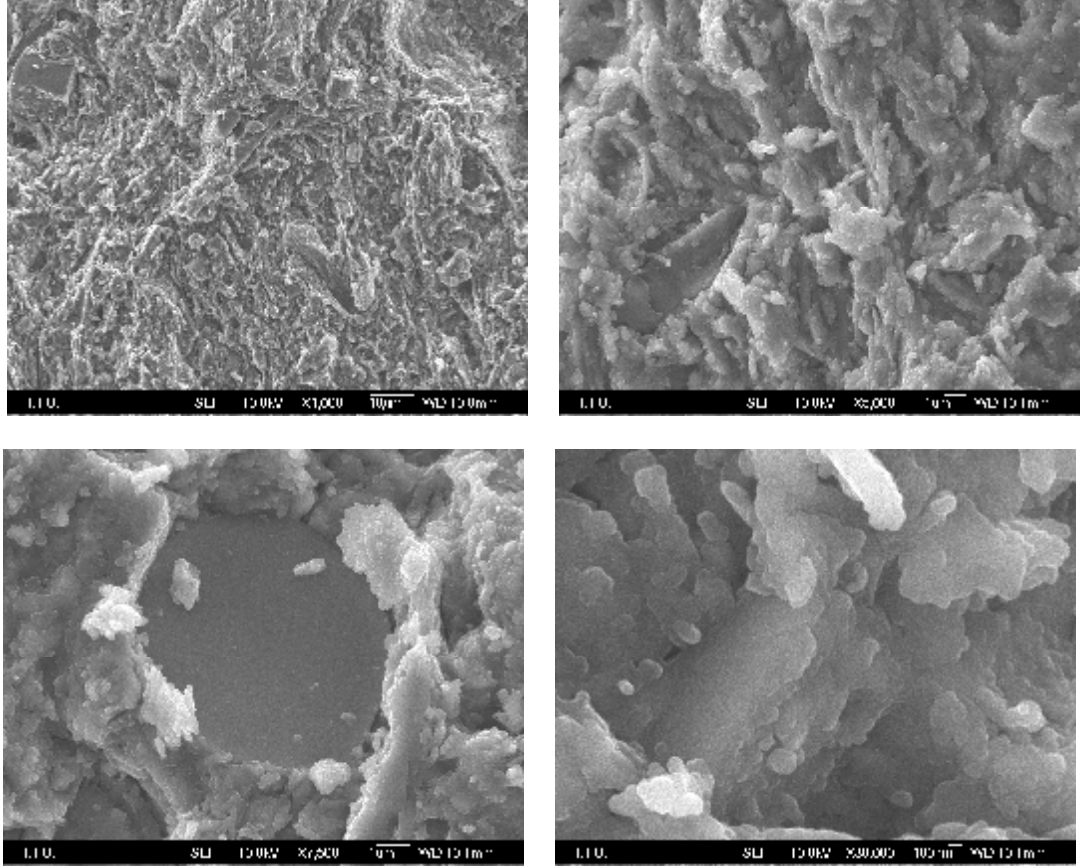
Sanatçıların uygulama biçimi ile hazırlanan ve elle şekillendirilme sonu özellikleri irdelenen fiber katkılı ve katkısız numuneler uygulayıcının hatalarından kaynaklanan sorunlar teşkil edebilmektedirler. Bu parametreyi sabitleyebilmek ve uygulayıcı kaynaklı problemleri en aza indirmek için hazırlanmış olan presleme deney seti bu

parametreyi karşılaştırma ve fiber katkısının etkisini daha iyi anlayabilmek açısından yardımcı bir uygulamadır. Bu yöntemle hazırlanan numuneler için ise dört ayrı kompozisyon, üç ayrı basınç değeri ve üç ayrı sıcaklıkla deneyler yapılmıştır. 1050, 1150 ve 1250°C sinterlenmiş olan fiber katkısız ve fiber katkılı numunelerin SEM görüntüleri numunelerden alınan kesitlerden hazırlanmıştır ve bünyenin genelini temsil etmektedir.



Şekil 7.53 : Fiber Katkısı Yapılmadan 150MPa’da Preslenip 1050°C’de sinterlenen Bünyeye Ait SEM Görüntüleri (SF0-P150-1050)

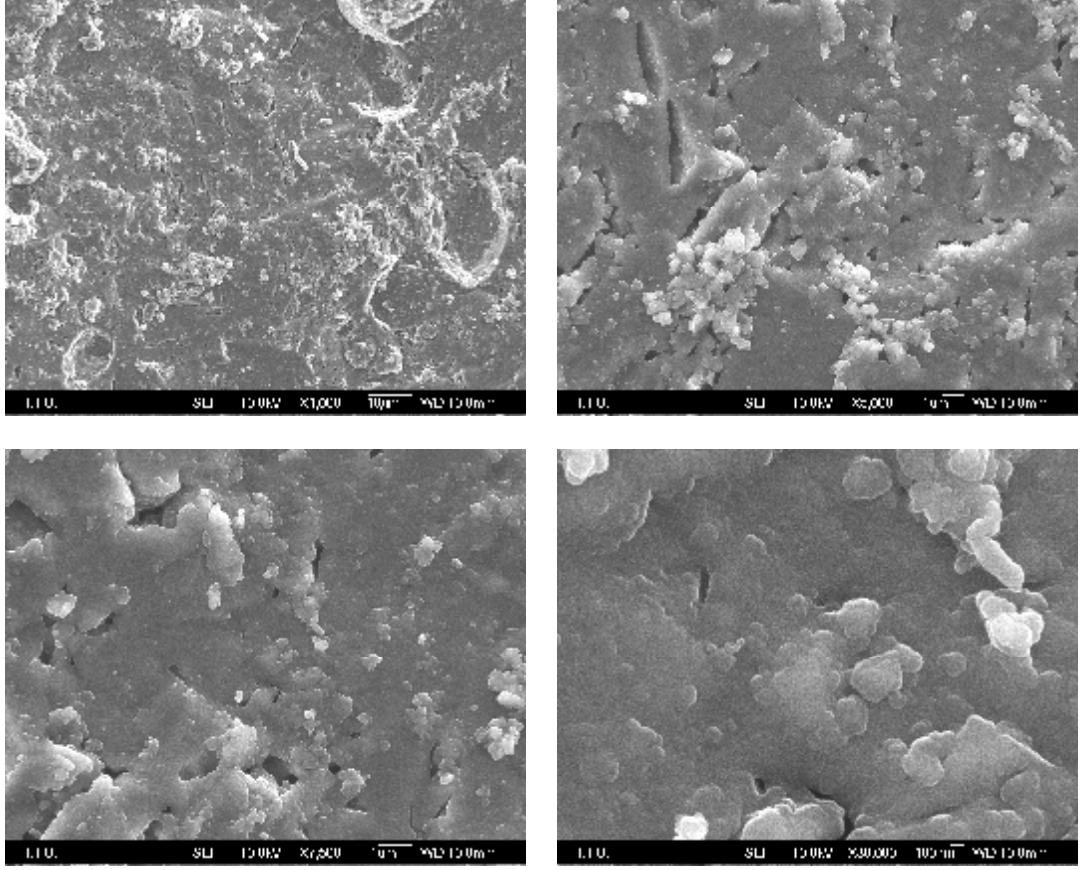
Şekil 7.53 fiber katkısı yapılmamış ve preslenerek şekillendirilmiş ve 1050°C’de sinterlenmiş bir bünyeye ait mikroyapıları göstermektedir. Elle şekillendirilerek hazırlanmış numunelere kıyasla daha yoğun bir yapı gözlenmektedir. Bu sıcaklıkta sinterlenme sonucu yapıda faz analizinden de anlaşıldığı üzere sillimanit ve tridimit fazları oluşmuş yapı güçlenmeye başlamıştır. Şekil 7.54 ise ağırlıkça % 6 fiber katkısı yapılar hazırlanmış ve 150MPa’da preslenerek şekillendirilmiş numunelerin 1050°C’de sinterlenmesinden sonra elde edilen görüntülerdir.



Şekil 7.54 : Ağ.% 6 Fiber Katkısı Yapılmış 150MPa’da Preslenip 1050°C’de Sinterlenen Bünyeye ait SEM görüntüleri (SF6-P150-1050)

Ağırlıkça % 6 fiber katkılı SF6-P150-1050 kodlu bünyeye ait mikroyapı fotoğrafları Şekil 7.54’de verilmiştir. Aynı koşullar altında fiber katkısı yapılmamış bünye ile karşılaştırıldığında yapıdaki tek farkın mevcut fiberler olduğu görülmektedir. Boşluklu yapıya sahip olan bünye içerisinde fiber dağılımı sağlanmış ve yapı içerisine girerek yapı ile uyumlu bir şekilde davranmıştır.

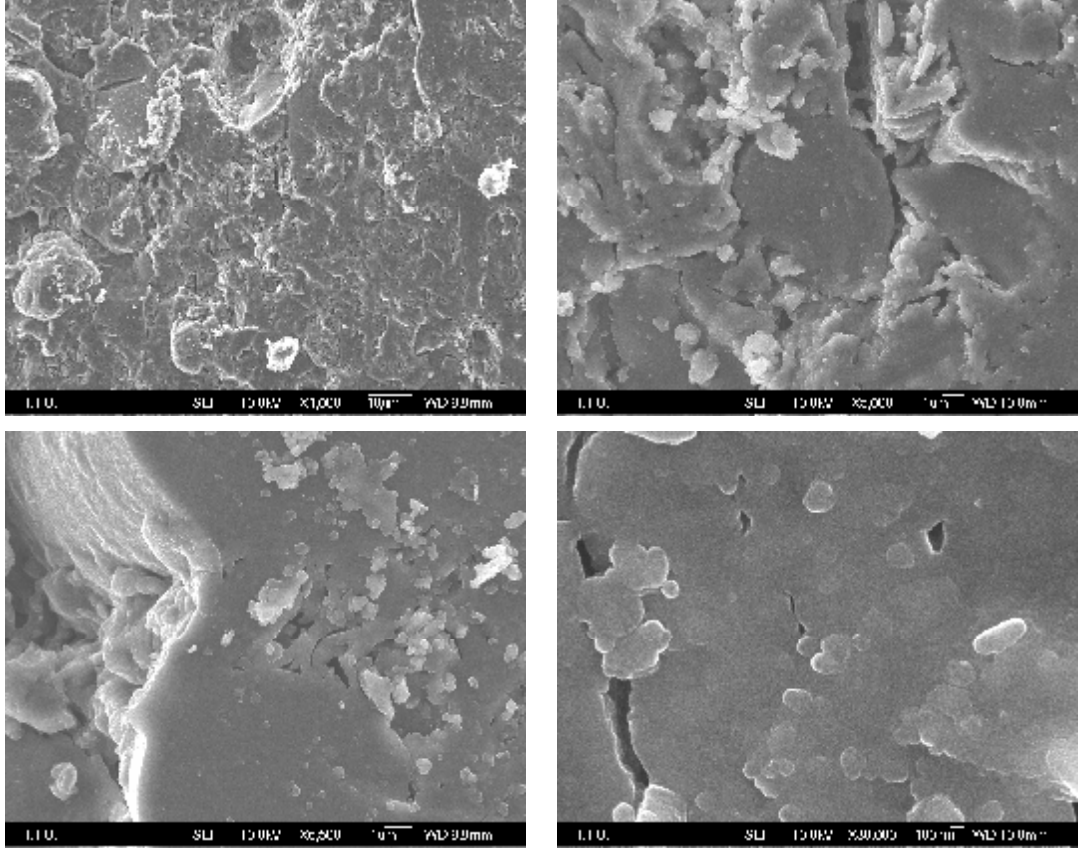
1050°C’de sinterleme sonucu mevcut fiber ve ana yapı etkileşimi Şekil 7.53 ve 7.54’deki gibiyken 1250°C’de mevcut yapı içindeki fazlar değiştiği için etkileşimler de değişmiş olup bu sıcaklıktaki mikroyapı görüntüleri Şekil 7.55 ve 7.56’da verilmiştir.



Şekil 7.55 : Fiber Katkısı Yapılmadan 150MPa’da Preslenip 1250°C’de Sinterlenen Bünyeye ait SEM Görüntüleri (SF0-P150-1250)

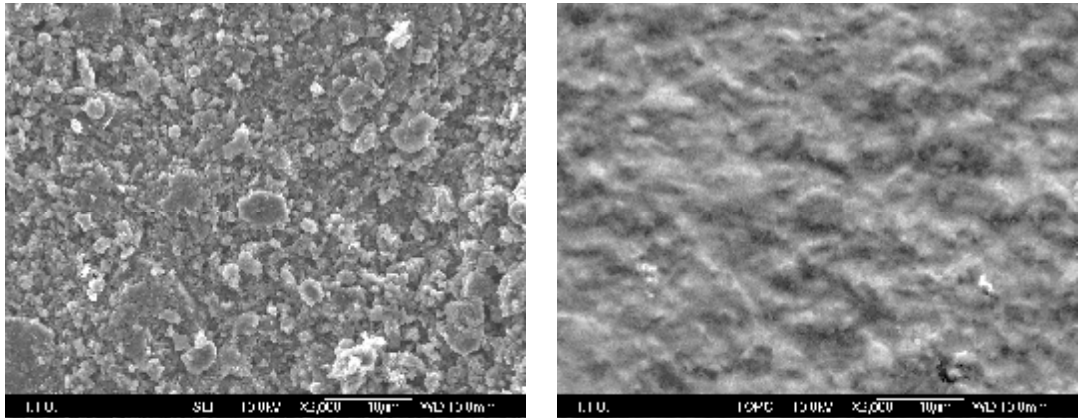
Şekil 7.55 fiber katkısı yapılmamış, preslenerek şekillendirilmiş ve 1250°C’de sinterlenmiş bir bünyenin mikroyapısını göstermektedir. Sıcaklık artışı ile yapıdaki boşluk miktarı azalarak tanecikler arası boşlukların azaldığı gözlemlenmektedir. Bu sonuç da Bölüm 7.4.2.4 ve 6’da tartışılan su emme ve yoğunluk değerlerinin artışının kanıtıdır. Faz analizleri sonucu açığa çıktığı gibi 1250°C’de mullit ve kristobalit fazları oluşmaya başladığı için yapı kuvvetlenmiş ve yoğunluk değerleri artmıştır.

Şekil 7.56 ağırlıkça % 6 fiber katkılı karışımın 150 MPa’da preslenmesi sonucu elde 1250°C’de sinterlenmesi ile elde edilmiş mikroyapı görüntüleridir. Aynı koşullar altında hazırlanmış olan fiber katkısı yapılmamış numuneye göre ana yapı arasına seramik fiberlerin girmesi ile yapıda bütünlük sağlanarak sinterlenme sağlanmıştır. Silindirik dış yapıya sahip olan seramik fiberler kendi başlarına ya da diğer fiber gruplarıyla birlikte güçlü bir ara yapı görevi görmüş 1250°C’de oluşan fazların da etkisiyle Bölüm 7.4.6’da tartışılan yoğunluk değerlerinin artmasını sağlamıştır.

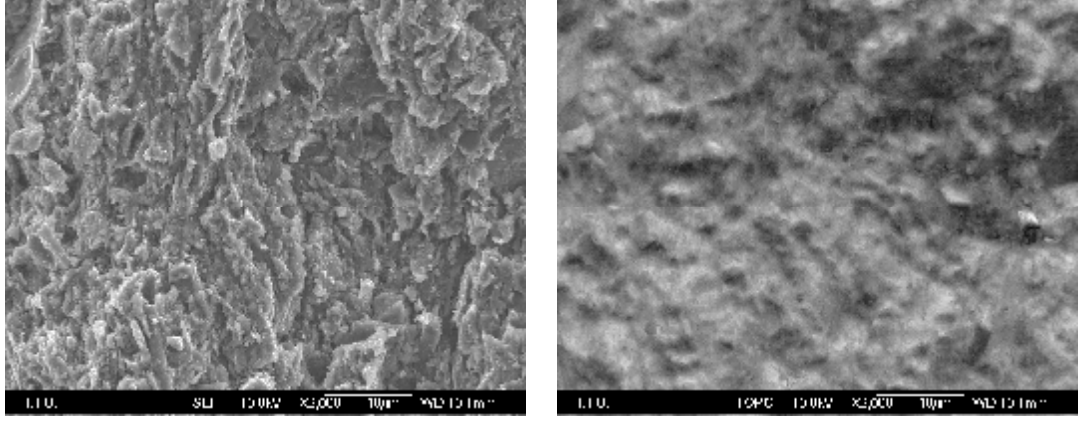


Şekil 7.56 : Ağ.% 6 Fiber Katkısı yapılmış 150MPa’da Preslenip 1250°C’de Sinterlenen Bünyeye Ait SEM Görüntüleri (SF6-P150-1250)

Hazırlanan numunelerin mekanik özelliklerini tartışabilmek için 3 nokta eğme deneyleri yapılmış olup bu verilerle ilgili sonuçlar ve tartışmalar Bölüm 7.’de tartışılmaktadır. Bu deney sonucunda kırılan yüzeylerin mikroyapıları ile fotoğraflar şekil 7.57 ve 7.58’de 1050°C’de sinterlenen fiber katkılı ve fiber katkısız numunelere ait görüntüler verilmektedir. Kırık yüzeylerden alınan görüntüler yüzey topografisi hakkında bilgi vermektedir.

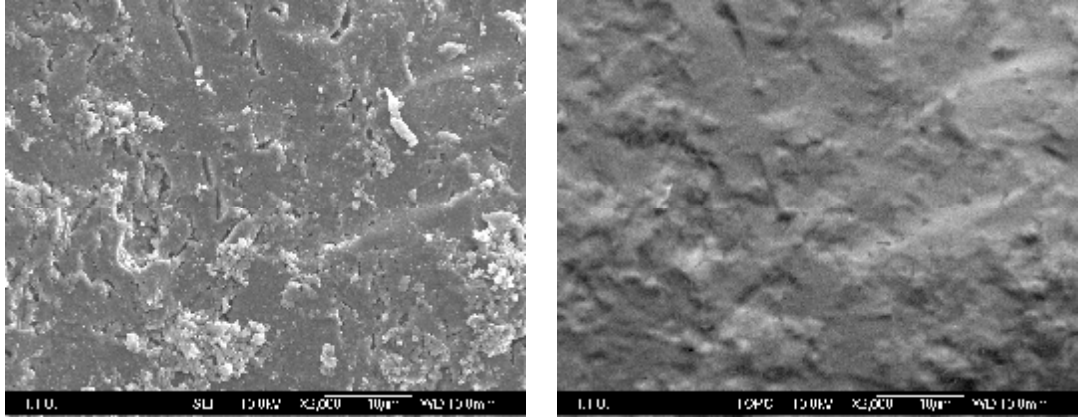


Şekil 7.57 : Fiber Katkısı Yapılmadan 150MPa’da Preslenip 1050°C’de Sinterlenen Bünyeye Ait Kırık Yüzey Ve Topografik Görüntüleri (SF0-P150-1050)

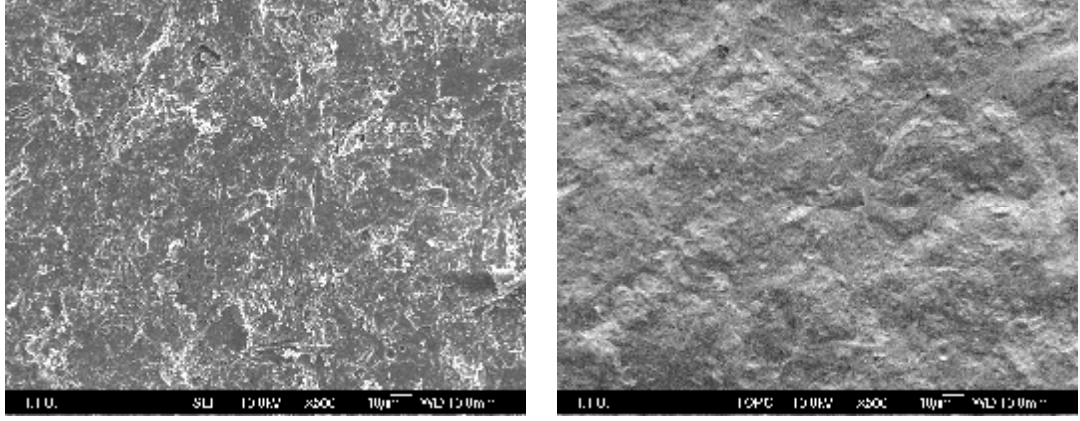


Şekil 7.58 : Ağ.% 6 Fiber Katkısı Yapılmış 150MPa’da Preslenip 1050°C’de Sinterlenen Bünyeye Ait Kırık Yüzey Ve Topografik Görüntüleri (SF6-P150-1050)

% 0 fiber katkıları olan (katkı yapılmamış) ve ağırlıkça % 6 fiber katkıları yapılmış ve 1050°C’de sinterlenerek hazırlanmış bünyeler için genel anlamda topografinin birbirine benzediği fakat fiber katkılı numune için topografisi için geçişlerin daha yavaş olduğu keskin hatlar olmadığı söylenebilir. 3 nokta eğme deneyi esnasında gözlemlenen bir diğer olay da bu görüşü desteklemektedir ki; deney sırasında kırılma anı olduktan sonra bile fiberli yapıların ortadan ikiye ayrılmadığı çok büyük bir kırık olmasına rağmen yapının birbirini tutmaya devam ettiği gözlemlenmiştir. Bu da fiberlerin toklaştırma mekanizmalarının oluşturulan bünye içinde gerçekleştiğinin bir kanıtıdır.



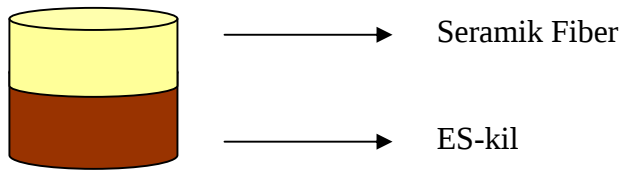
Şekil 7.59 : Fiber Katkısı Yapılmadan 150MPa’da Preslenip 1250°C’de Sinterlenen Bünyeye Ait Kırık Yüzey Ve Topografik Görüntüleri (SF0-P150-1250)



Şekil 7.60 : Ağ.% 6 Fiber Katkısı Yapılmış 150MPa’da Preslenip 1250°C’de Sinterlenen Bünyeye Ait Kırık Yüzey Ve Topografik Görüntüleri Görüntüleri (SF6-P150-1250)

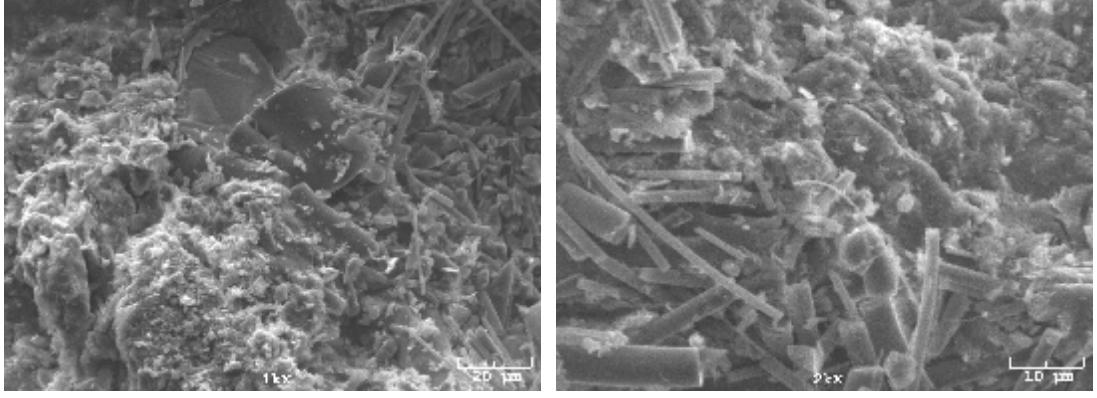
Aynı durum 1250°C’de sinterlenen numuneler için de geçerli olup fiber katkısı yapılmamış olan bünyeler için keskin hatlar gözlemlenirken fiberin yapıda bulunması ile topografi değişmektedir. Bu da kırılma esnasında ani bir kırılma yerine yapının daha yavaş bir şekilde kırıldığını, bağlar arasındaki kopmaların ani bir şekilde olmadığını göstermektedir. Bu da fiberin bünye üzerine uygulanan yükü taşımaya destekleyici bir eleman olduğunun bir göstergesidir.

Fiber ve matrisin sıcaklık ile etkileşimlerinin daha iyi anlayabilmek için bir deney seti tasarlanmıştır. % 100 kil ve % 100 seramik fiber el presi kullanılarak preslenmiş ve 900 ve 1050°C’de sinterlenmiştir. Hazırlanan deney düzeneği Şekil 7.61’deki gibidir.



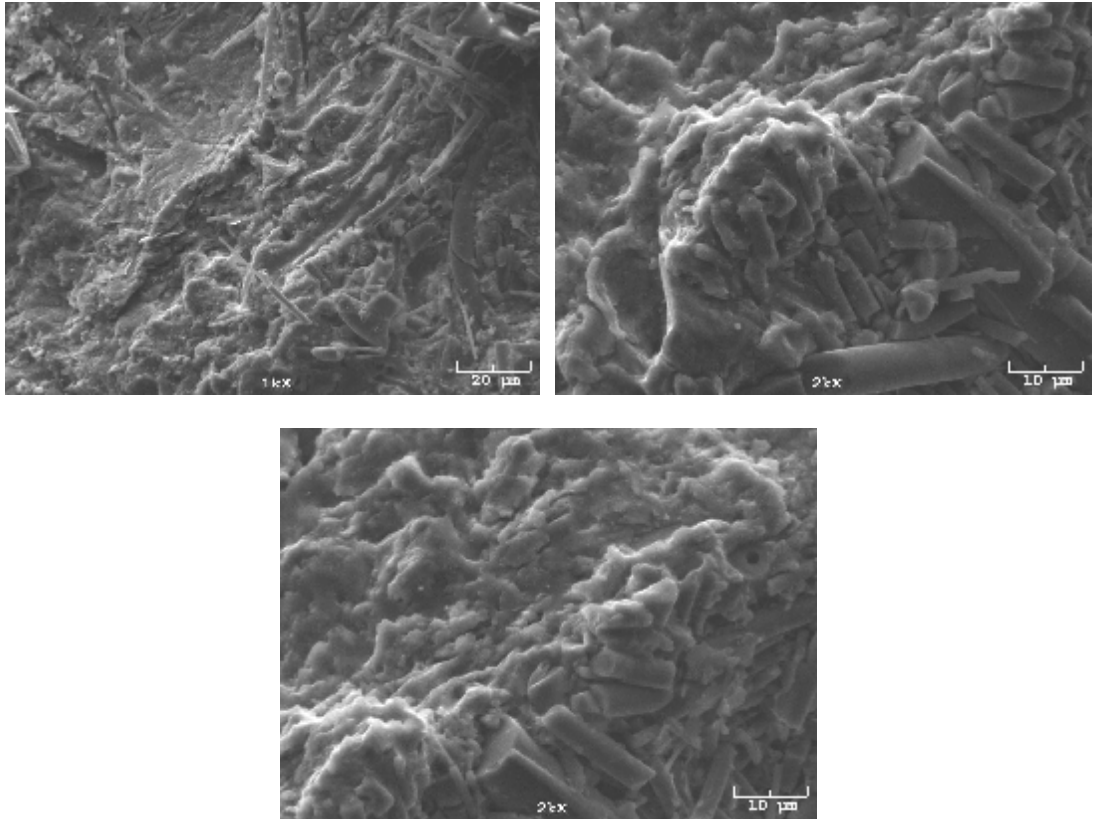
Şekil 7.61 : Fiber ve Anayapının Etkileşimini İncelemek İçin Hazırlanan Deney Düzeneğinin Şematik Gösterimi

Presleme yapıldıktan sonra SEM görüntüleri çekilen fiber- kil deney düzeneğine ait mikrograflar Şekil 7.62 ve 7.63’te verilmiştir.



Şekil 7.62 : 900°C Sonrası Seramik Fiber-Ana Yapı Ara Yüzey SEM Görüntüleri

Seramik fiber ve kil ile yapılan presleme deneyi sonucu ara yüzeyde incelemeler yapılmıştır. Aynı yapıya sahip seramik fiber ve kil malzeme ara yüzeyinde sıkı bir kaynaşma olduğu gözlemlenmektedir. Çeşitli boyutlara sahip fiberler 900°C'den sonra kil tanecikleri arasına girerek daha kompakt bir yapı oluşturmuştur. 1050°C'den sonra sıcaklık artışı ile daha çok pekişmiş ve yapı içinde bütünlük sağlanmıştır.



Şekil 7.63 : 1050°C Sonrası Seramik Fiber-Ana Yapı Ara Yüzey SEM Görüntüleri

Fiber ve kil ana yapısının eşit miktarlarda üst üste koyularak preslenmesi ve daha sonra ara yüzeyin incelenmesi sonucu yapı içinde uyumluluk gözlemlenmektedir.

Ara yüzeyde fiberler seramik yapısına girerek yapıyı güçlendirici eleman oluşturmuştur. Mikroyapılardan da görüldüğü gibi aynı yapıya sahip olan ana yapı ve seramik fiberler sıkı bir şekilde bağlanarak taneciklerin aralarına girmiş ve bazı bölgeleri doldurmuşlardır. Kıvrılabilen ve farklı doğrultularda ilerleyebilen seramik fiberler ana yapı ile uyum göstermişlerdir.

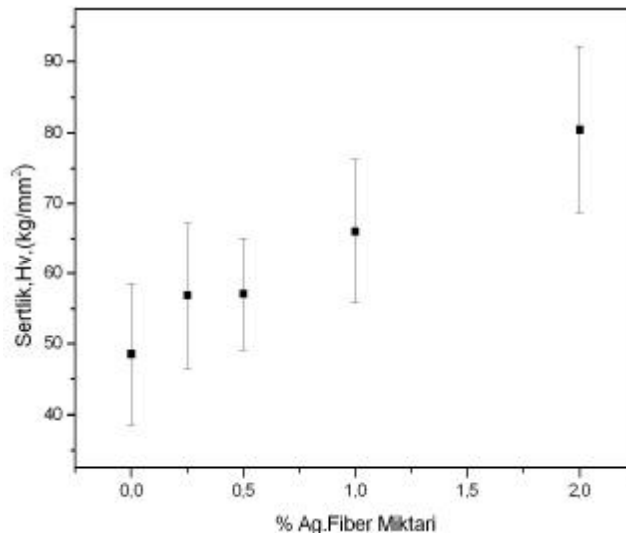
7.4.8 Sertlik Deneyi Sonuçları

Fiber katkısız ve fiber katkısı yapılarak hazırlanan ve iki farklı yöntem ile şekillendirilip ısıtma işlemine tâbi tutulan numunelerin mekaniksel özellikleri ile ilgili bilgi edinebilmek için Vickers sertlik standartlarına göre sertlik ölçümleri yapılmıştır. Tablo 7.19 ve Şekil 7.64 sinterleme süreci sonrasındaki sertlik değerlerini göstermektedir.

Elle şekillendirilerek hazırlanan ağırlıkça % 0,25, % 0,5, % 1 ve % 2 fiber katkılı seramik bünyeler için hazırlanmış bünyelerin 15 ayrı yerinden ölçüm alınmış ve ortalama değer üzerinden grafikleri çizdirilmiştir.

Tablo 7.19: Elle Şekillendirilen Ve Sinterlenen Numunelere Ait Sertlik Değerleri

Numune İçeriği	SF0-E-1050	SF025-E-1050	SF05-E-1050	SF1-E-1050	SF2-E-1050
Sertlik,HV, (kg/mm ²)	48,53 (±9,94)	56,88 (±10,36)	57,07 (±7,97)	66,04 (±10,18)	80,47 (±11,72)

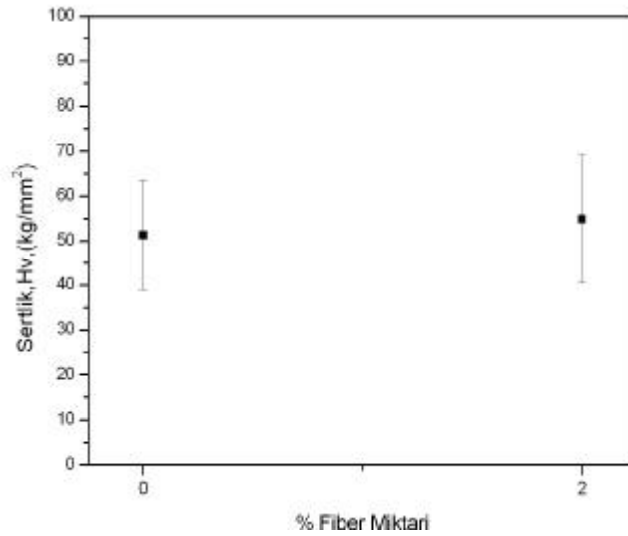


Şekil 7.64: Elle Şekillendirilen Ve Sinterlenen Numunelere Ait Sertlik Değerleri

Elle şekillendirme sonrası sıcaklık değişimi ile sertlik değerlerini karşılaştırabilmek için ayrı bir deney seti tasarlanmış olup 900°C’den sonra ağırlıkça % 2 seramik fiber içeren grubun sertliğine karşılık fiber olmayan numunelerin sertlikleri karşılaştırılmıştır.

Tablo 7.20: 900°C’den sonra sertlik karşılaştırılması

Numune İçeriği	SF0-E - 900	SF2-E- 900
Sertlik,Hv,(kg/mm ²)	51,29 (±12,28)	54,91 (±14,26)



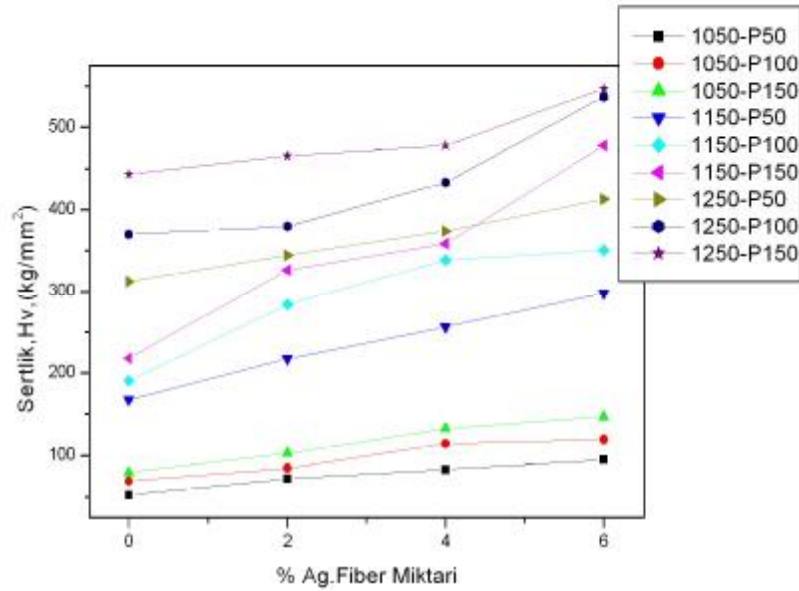
Şekil 7.65 : 900°C’de Sinterlenen Numunelere Ait Sertlik Değerlerinin Karşılaştırılması

900°C sonrası hazırlanan ve sertlik ölçümleri yapılan numuneler için fiber katkısı yapılmayan ve ağırlıkça % 2 fiber katkılı yapılan numuneler için sertlik değerlerinin fiber miktarıyla arttığı gözlemlenmektedir. Fakat 1050°C’ye göre sertlik değerleri düşüktür. Bu da mikroyapısal bilgi edinilen SEM görüntülerinde de görüldüğü gibi daha bağlanmanın tam olarak yapılmamış oluşundandır. Tanecikler ve fiberler birbirleri ile tam olarak etkileşime girmediği için yapının da yoğunluğu tam olarak sağlanamamakta ve sertlik değerleri düşük çıkmaktadır.

Preslenme için hazırlanan ağırlıkça % 2, % 4 ve % 6 seramik fiber içerikli bünyelerin sinterlenmesi sonucu hazırlanarak sertlikleri belirlemek için numunelerin 10 ayrı yerinden ölçüm alınmıştır.

Tablo 7.21: Preslenen ve sinterlenen kompozisyonların Vickers sertlik değerleri (kg/mm^2)

	1050			1150			1250		
	P50	P100	P150	P50	P100	P150	P50	P100	P150
SF0	52,54	69,48	79,84	167,86	191,20	218,12	312,23	370,22	443,50
SF2	72,41	84,87	103,10	217,62	284,12	326,54	344,65	380,10	465,70
SF4	83,33	114,46	132,86	256,55	338,72	358,62	374,00	433,40	477,80
SF6	94,98	119,65	146,87	297,87	350,63	478,37	413,10	537,25	547,25



Şekil 7.66 : Preslenen ve Sinterlenen Kompozisyonların Vickers Sertlik Değerleri

Tablo 7.21 ve Şekil 7.66 incelenecek olursa hazırlanan tüm kompozisyonlar için fiber miktarının artması ile sertlik değerlerinin arttığı görülmektedir. Yine yoğunlukla da doğru orantılı olarak sıcaklık artışı ile sertlik değerlerinin arttığı gözlemlenmektedir. 1050°C’de sinterlenen numunelerin sertlik değerleri ile 1250°C’de sinterlenen numunelerin sertlik değerleri arasında oldukça fazla değişim vardır. Bu da 1250°C’de tanecikler arasındaki bağların daha kuvvetli olduğunun ve daha yoğun yapılar oluştuğunu göstermektedir. Sertlik çizilmeye karşı dirençtir fakat Vickers sertlik ölçümü sırasında indenterin battığı bölgedeki porozite yoğunluğu, batma bölgesinin altında kalan poroziteler gibi faktörler bazı noktalarda daha fazla

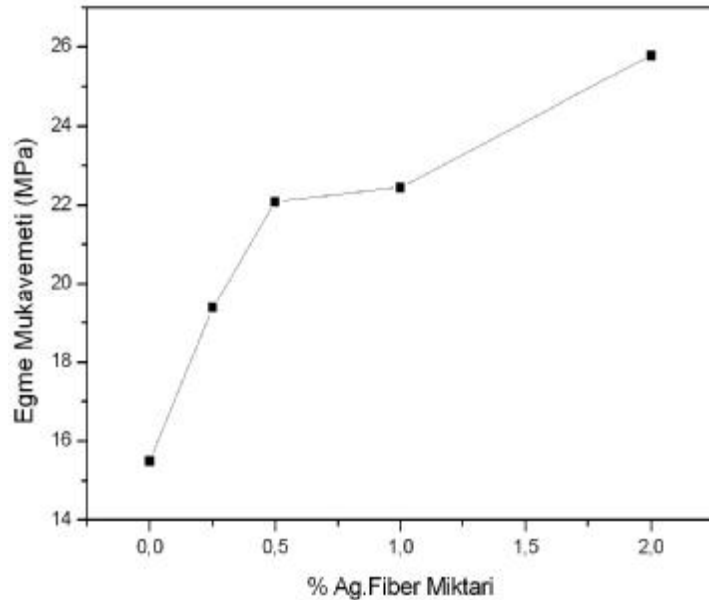
sertlik derlerine ulaşılırken bazı noktalarda daha düşük sertlik değerlerine ulaşılmasına dolayısıyla standart sapma aralıklarının geniş bir aralığa yayılmasına neden olmuştur. Her ne kadar ölçümler sırasında temiz yani porozite miktarları düşük noktalar seçilmiş olsa da yüzeyin altı görülememektedir. Bu sebeplerden ötürü, kompozisyonlara ait değerlerin geçerliliği tartışmaya açıktır.

7.4.9 Üç Nokta Eğme Deneyi Sonuçları

Fiber katkısız ve fiber katkısı yapılarak hazırlanan ve iki farklı yöntem ile şekillendirilip ısıtma işlemine tabi tutulan numunelerin mukavemetleri ile ilgili bilgi edinebilmek için ASTM standartlarına göre hazırlanan numunelere üç nokta eğme deneyi yapılmıştır. Tablo 7.22 sinterleme süreci sonrasındaki eğme mukavemeti değerlerini göstermektedir.

Tablo 7.22: Elle şekillendirilen numunelere ait mukavemet değerleri (MPa)

Numune içeriği	SF0-E-1050	SF025-E-1050	SF05-E-1050	SF1-E-1050	SF2-E-1050
Eğme Mukavemeti (MPa)	15,50	19,38	22,10	22,45	25,78



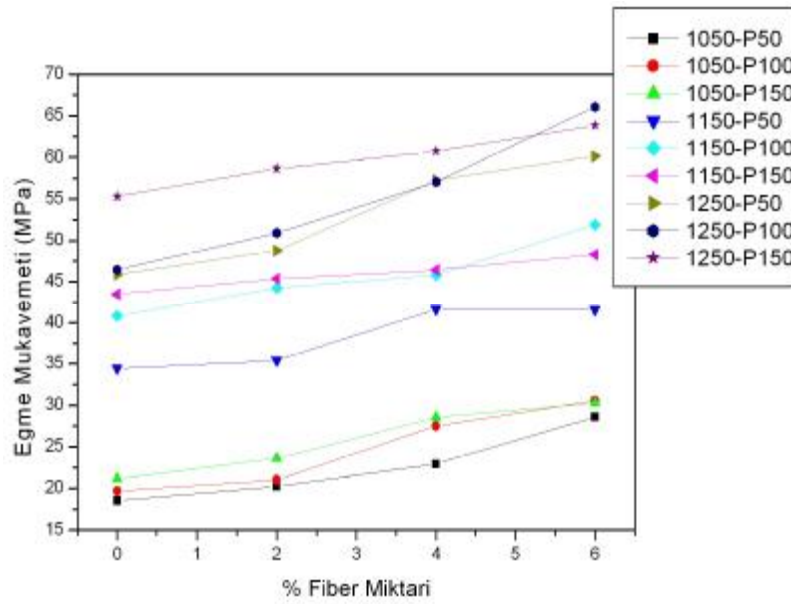
Şekil 7.67 : Elle Şekillendirilen Numunelere Ait Mukavemet Değerleri

Elle şekillendirilerek hazırlanan ağırlıkça % 0,25, % 0,5, % 1 ve % 2 fiber katkılı seramik bün-yeler için hazırlanmış bün-yeler için fiber miktarı arttıkça mukavemet

değerlerinin arttığı gözlemlenmektedir. Mukavemet değerlerinin artışı göz önüne alındığında fiber ile ana yapı olan seramik bünyenin uyumu ve fiberlerin yük taşıma kapasitesini arttırdığı söylenebilir.

Tablo 7.23: Preslenen numunelere ait mukavemet değerleri (MPa)

	1050			1150			1250		
	P50	P100	P150	P50	P100	P150	P50	P100	P150
SF0	18,57	19,72	21,16	34,47	40,85	43,51	45,92	46,48	55,34
SF2	20,27	21,03	23,62	35,43	44,30	45,38	48,82	50,95	58,70
SF4	22,95	27,52	28,57	41,65	45,83	46,45	57,29	57,08	60,76
SF6	28,61	30,59	30,31	41,58	51,94	48,33	60,17	66,09	63,89



Şekil 7.68 : Preslenen numunelere ait mukavemet değerleri

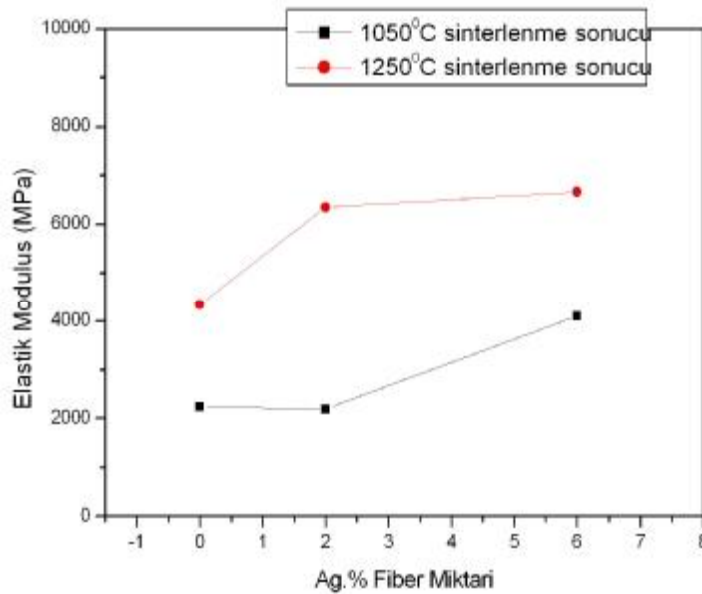
Preslenerek hazırlanmış numuneler için bir değerlendirilme yapıldığında ise sıcaklık artışı ile mukavemet artmaktadır. Bu da yapı içinde oluşmaya başlayan mullitten ve fiberlerin yük taşıma kapasitesini arttırmasından kaynaklıdır yorumu çıkartılabilir. Ayrıca sıcaklık artması ile yapı içindeki tanecikler bir araya gelerek daha bağlı bir yapı oluşturmuşlardır. Genellikle malzemeler için sıcaklık ile mukavemet artışı belli bir noktaya kadar devam eder ve bir süre sonra malzeme yumuşamaya başlar. Bu deneyler süresince böyle bir durum ile karşılaşılmamıştır. Bunun dışında aynı fiber

miktarları ve sıcaklık değerleri için inceleme yapıldığında basınç artışı olduğunda mukavemet artış göstermiştir. Bu da yapının içindeki muhtemel boşlukların basınç parametresi yardımı ile azaltılmış olacağı ve daha sıkı bir yapı oluşacağındandır.

Hazırlanılan seramik numunelerin mekanik özellikleri açısından sertlik ve eğme mukavemetinin tayininden sonra belirli numunelerin elastik modulleri tayin edilmiştir. Ağırlıkça % 2 ve % 6 fiber katkılı bünyelerin 150 MPa’da şekillendirilerek 1050 ve 1250°C’de sinterlenmesi sonucu 3 nokta eğme testinden elde edilen değerlerin uygulanan yük & yer değiştirme verilerinden elde edilen değerler Tablo 7.24’te verilmektedir.

Tablo 7.24: 150MPa’da preslenip sinterlenen numunelere ait elastik modul değerleri (MPa)

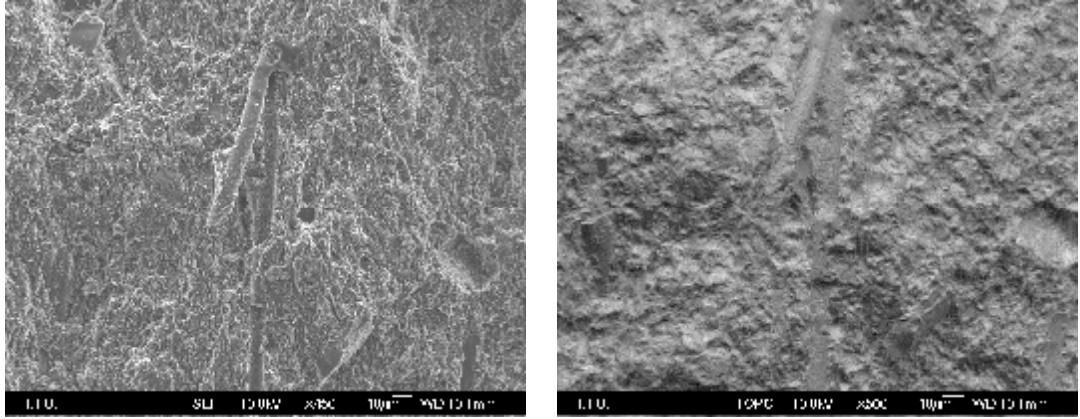
	1050	1250
SF0	2240,17	4345,22
SF2	2189,62	6665,78
SF6	4102,86	6348,80



Şekil 7.69 : Hazırlanan Numunelere Ait Elastik Modulus Değerleri

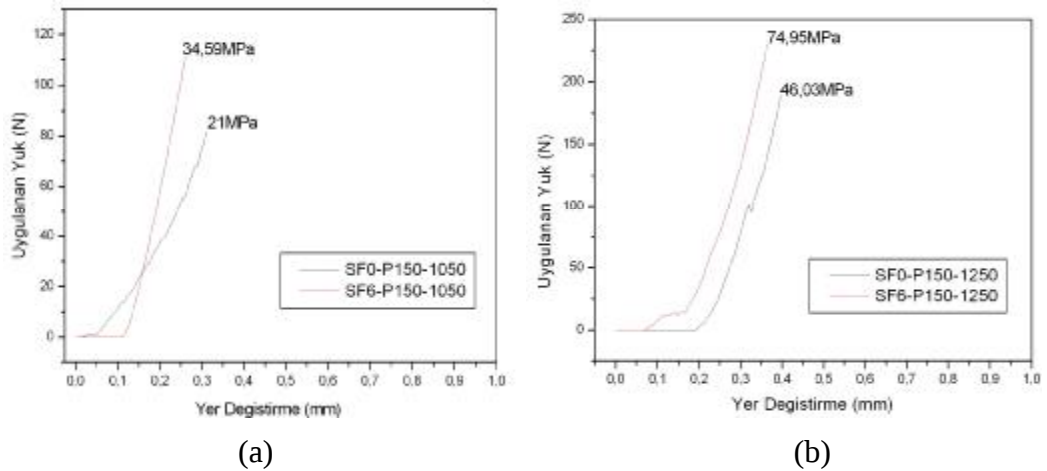
Tablo 7.24 ve Şekil 7.69 hazırlanan numunelere ait elastik modul değerlerini vermektedir. Bu deney için sabit basınç değerinde preslenen numuneler seçilmiş olup analizi yapılan numunelere ait basınç değeri 150 MPa’dır. Gevrek yapıya sahip olan

numunelerin elastik modul değerleri sıcaklıkla ve fiber miktarı ile artmaktadır. Eğme mukavemeti ve elastik modulu fiber etkisi ile artan numuneler için yapıda fiberler yapının mekanik davranışlarını iyi yönde etkilemiş olup kırılabilirliği azaltmıştır. Bu yorumu daha iyi anlayabilmek için üç nokta eğme deneyi sonucu kırık yüzeylerin topografileri incelenerek fiberin kırılma esnasında gösterdiği davranış Şekil 7.70’de verilmektedir.



Şekil 7.70 : Ağ.% 6 Fiber Katkısı Yapılmış 150MPa’da Preslenip 1050°C’de Sinterlenen Bünyeye Ait Kırık Yüzey Ve Topografik Görüntüleri (SF6-P150-1050)

3 nokta eğme deneyi sonrasında kırık yüzeylerden alınan mikrograflar Şekil 7.70’da verilmektedir. Mikroyapı görüntülerine göre de kırılma esnasında fiberin hareket etmiş olabileceği böylelikle kırılmaya karşı fiber katkısı olmayan numunelere göre daha çok direnç göstererek kırılma anını geciktirmiş olabileceği düşünülmektedir.



Şekil 7.71 : Fiber Katkısı Yapılmamış Ve % 6 Fiber Katkılı Bünyelerin Farklı Sıcaklıklarda Sinterlenmeleri Sonucu Kırılma Yer Değiştirme Grafiği (a) 1050°C Ve (b) 1250°C.

Hazırlanmış olan karışımlardan preslenerek şekillendirilen numuneler için fiber artışı ile numunelerin eğme dayanımları arasında büyük fark olduğu ve gözenekli bir

yapıya sahip olmalarına rağmen gayet iyi eğme dayanımı değerlerine sahip olduğu görülmektedir. Şekil 7.70’den görüldüğü gibi fiber bir doğrultu boyunca kayarak kırılma anında kırılmıştır fakat uygulanan kuvvet ile bulunduğu yerden kayan fiber bir süre daha dayanım göstererek kırılma anını geciktirmiştir. Bu yorum Şekil 7.71’deki davranışı da açıklamaktadır. Hatta deneyler sırasında fiber yüzdesi arttıkça kırılma olmasına rağmen numuneler iki ayrı parçaya ayrılmamıştır. Bu da seramik fiberlerin yükü taşıyıp bünye üzerine etki etmesini geciktirdiğini, bünyeyi bir arada tutmaya çalıştığını ve sıkı bir yapıya sahip olduğunun kanıtıdır.

7.5 Uygulama Çalışmaları ve Sonuçları

Seramik sanatçıların kullandıkları çamura fiber takviyesi yapılması ile nihai ürüne giden proses koşullarının ve sonuç özelliklerin iyileştirilmesine yönelik olan bu tez çalışmasında oluşturulan ürünlerin şekillendirme, kuruma ve sinterleme süreçlerindeki parametrelerin irdelenmesinden sonra hazırlanan kompozisyonların uygulama alandaki yansımaları dikkate alınması gereken bir husustur. İyileştirilme yapılmış çamurun, seramik sanatçısının kullanımına uygun olup olmadığı bu çalışma için çok önemli bir parametredir. Bu nedenle hazırlanan karışımdan örnekler alınarak seramik sanatçısı ve Mimar Sinan Güzel Sanatlar Üniversitesi Öğretim Üyesi Yard. Doç.Dr. İrfan Aydın tarafından şekillendirilmiştir. Yapılan deneysel çalışmalar sonucu fiber miktarı arttıkça sağlamlaşan ve mekanik ve fiziksel özellikleri artan bünyeler için iki ayrı üretim yöntemi kullanılmıştır. Preslenen numuneler için ağ. % 6 fiber kullanılırken, elle şekillendirilerek hazırlanan numuneler için bu katkı ağ. % 2 olarak belirlenmiştir. Bunun sebebi yaş şekillendirme sırasında su tutma eğilimi gösteren fiberlerin yapıyı kilitlemesinden ve rötuşlama sırasında yapıda istenilen formun oluşturulamayacağındandır.

7.5.1 Formların Oluşturulması

Hazırlanan ağ. % 2’lik ESBKAS-fiber karışımı üzerinde denemeler, bir çeşit yaş şekillendirme yöntemi olan tornada çekilmiştir. Seramik sanatçıları tarafından en çok tercih edilen yöntemlerden biri olan tornada şekillendirme süresince sanatçılar çamurla birebir ilişki içinde olduğundan, yapı içerisine yanlışlıkla katılmış olan yabancı bir madde varsa (cam kırığı, taş parçacığı gibi parçalar) sanatçının sağlığına, cildine zarar verebilmektedir. Bu nedenle yapılan çalışmanın ele batma durumu olup

olmadığı veya sanatçıyı rahatsız edip etmeyeceği uygulamalar sırasında belirlenmiştir.



Şekil 7.72 : Ağ.% 2 Fiber Katkılı Bünyelerin Tornada Şekillendirme Süreci

Şekil 7.72 Sanatçı İrfan Aydın uygulama sırasında çeşitli formlar oluşturma sürecini göstermektedir. Sanatçı şekillendirme sırasında ele batma gibi bir durumla karşılaşmamış olup oluşturulan çamurla çömlekler oluşturmuştur. Fibersiz hazırlanan bünyeler ile de çömlekler hazırlanmış ve % 2 fiber katkılı bünye ile arasındaki fark sanatçı gözüyle belirlenmiştir. Sanatçı İrfan Aydın'a göre fiber katkılı bünyelerin plastikliği daha düşüktür yani yaş halde su tutma eğilimleri daha azdır bu nedenle tornada çömlek dönerken daha hızlı kurumaktadır bu da kuru mukavemeti arttırmaktadır. Şekillendirme esnasında istenilen form verilirken daha çok elleri ıslatma gereği hissedilmektedir. Fakat fiber katkılı bünyelerin deformasyonu daha az

olduğu için daha kompleks parçaların üretiminde ve daha ince et kalınlıklarında çamurun kendini bırakması engellenerek istenilen formların yapılmasına yardımcı olduğu belirtilmiştir. ESBAKAS karışımı kullanılarak yapılan çömlekler haricinde tornada şekillendirilmek için tercih edilen bir diğer çamur olan ve Göksulu Hasan Usta'dan temin edilen kırmızı torna çamuru için de denemeler yapılmıştır. Kırmızı çamur da kurutulup, öğütüldükten sonra kuru olarak % 2 fiber ile karıştırılmıştır ve tekrar çamur haline getirilerek tornada şekillendirilmiştir. Kırmızı çamurla yapılan çalışmalar da aynı ESBAKAS ile yapılan çalışmalar gibi sonuçlar vererek sanatçıyı kısıtlayan bir etki görülmemiştir.

7.5.2 Kurutma ve Sinterleme

Plaka açılarak ve tornada çekilerek hazırlanan pano ve objeler yaklaşık bir hafta süresince kurutulmuş ve 900°C'de 30 dakika süresince sinterlenerek bisküvi pişirimleri tamamlanmıştır.



Şekil 7.73 : Ağ.% 2 Fiber Katkılı Bünyelerin Kuruma ve Bisküvi Pişirimi Sonrası Görüntüleri

Şekil 7.73 ESBKAS kilinin ve kırmızı çamurun tornada şekillendirilmesinden sonra kuruma ve bisküvi pişirimleri yapılmış formlarını göstermektedir. Yarı yaş şekillendirme yöntemi ile hazırlanan bu parçalar tornada şekillendirilirken hiçbir sorunla karşılaşılmamıştır. Fakat şekillendirilme esnasında bol su alan ve daha zor şekillendirilen parçalarda kuruma esnasında mikro çatlak oluşumu gerçekleşmiştir. Bu durum fiber katkısı olmayan bünyelerde daha fazla gözlemlenmiştir. Ayrıca oluşan bu çatlaklar sinterleme esnasında daha büyük çatlaklara yol açarak fiber katkısı yapılmayan bünyelerde kırılmalar oluşmuştur. Fakat fiber katkısı yapılan bünyelerde mikro çatlak oluşumu nadiren gözlemlenmiş olup sinterleme sonrası oluşan daha büyük çatlaklar kırılmaya yol açmamış ve yapının bütünlüğü korunmuştur.



Şekil 7.74 : Ağ.% 2 Fiber Katkılı Bünyelerin Sırlama Sonrası Görüntüleri

Şekil 7.74 farklı renklerde sırlanarak 1050°C’de ikinci sinterleme işlemi yapılarak hazırlanan objeleri göstermektedir. Sır ön denemesinde yapılarda bir uyumsuzluk gözlemlenmemiştir. Mimar Sinan Güzel Sanatlar Üniversitesi Seramik Atölyesinde Sanatçı Yard. Doç. Dr. İrfan Aydın’ın katkıları ile hazırlanan bu objelerin oluşturulması sırasında ‘ele batma’ gibi bir kısıtlama ile karşılaşılmamıştır. Kısacası ne şekillendirme, ne kurutma ne de sinterleme sırasında oluşturulan yapılarla ilgili negatif bir etkiyle karşılaşılmamıştır. Sanatçı Yard. Doç. Dr. İrfan Aydın’ın yorumuna göre hazırlanmış olan fiberli karışımlar sanatçıların kullanımı için uygun bulunmuştur.

8. SONUÇLAR ve ÖNERİLER

8.1 Sonuçlar

Seramik yapımı, duyguların ve düşüncelerin anlatımında kullanılan önemli bir sanat dalı olup günümüz teknolojisi ve imkânlarıyla her gün daha da gelişmektedir. Fakat seramik kullanımı, sanatçıları birçok yönde sınırlandırmaktadır. Seramiklerin gevrek yapısı sonucu şekillendirme, kuruma ve sinterleme aşamalarındaki ufak hatalar bile geri dönülmez sonuçlar doğurmaktadır. Seramik sanatçısının uğraşısı, emeği ve zamanı düşünüldüğünde bu geri dönüşü olmayan hatalar, büyük risk taşımaktadır.

Bu tez çalışmasının amacı seramik sanatçılarının kullandıkları çamura fiber takviyesi yapılması ile nihai ürüne giden proses koşullarının ve sonuç özelliklerinin iyileştirilmesidir. Çalışma kapsamında öncelikle malzeme seçimi yapılarak uygun fiber kullanımı amaçlanmıştır. Cam fiber, polimer fiber ve seramik fiber ile ön denemeler yapılmıştır. Çeşitli miktarlarda yapılan fiber katkıları sonucu cam fiber miktarı arttıkça yüzeyde çatlak oluşumu gözlemlenmiştir. Ayrıca cam fiberin iğnesel yapısı nedeniyle uygulama alanına uygun olmadığı ve sanatçıyı kısıtlayıcı nitelikte olduğu belirlenmiştir. Polimer fiber ile yapılan çalışmalar sonucu ise, fiberin yüksek sıcaklıklarda yapıda kalmadığı gözlemlenmiş olup su emme değerleri artmıştır bu da gözenek sayısının arttığını göstermektedir. Seramik fiberlerin yapılan ön denemelerinde, fiziksel özelliklerinde belirgin bir iyileşme olduğu, ayrıca yapı ile uyum sağlandığı belirlenmiştir.

Seramik fiberin uygun fiber olduğu belirlendikten sonra çalışmalar iki yönlü devam etmiştir. İlk deney seti elle şekillendirme metoduyla üretilmiş olup seramik sanatçılarının dikkat edeceği parametreler göz önünde bulundurulmuştur. Beş ayrı fiber oranı ile elle şekillendirilme yapılmıştır. İkinci deney seti ise presleme metodu ile şekillendirilmiştir. Bu yöntemi kullanmaktaki amaç elle şekillendirilme sırasındaki uygulayıcıdan kaynaklanan ve şekillendirilme sırasında oluşabilecek hataları en aza indirebilmektir. Presleme yöntemi ile üretilen numuneler için ise daha üç ayrı fiber katkı oranı, üç ayrı basınç değeri ve üç ayrı sıcaklık ile numuneler

hazırlanmıştır. Çalışmalar sonucu fiziksel, mikroyapısal ve mekaniksel özellikler belirlenmiş olup elde edilen bulgular aşağıda özetlenmiştir.

- Fiber-toz karışımlarının karakterizasyonları sonucu aynı sıcaklık ve aynı basınç değerleri için yapıda yeni fazlar oluşmadığı, yapının birbiri ile uyumlu olduğu gözlenmiştir.
- İki farklı üretim yöntemi için de, artistik seramik çamuruna fiber katkı oranı arttıkça toplam küçülme, ağırlık kaybı özelliklerinde azalma eğilimi gözlemlenmiştir. Yapı içerisinde kilit görevi gören seramik fiberler yapının küçülme ve hızlı ağırlık kaybetmesini engelleyerek oluşabilecek muhtemel çatlakların oluşumunu engellemiştir.
- Elde edilen tüm numuneler için fiberlerin yapıdaki boşlukları doldurması ile fiber takviyesi arttıkça su emme değerleri de azalmış, yoğunluk miktarları artmıştır. Yapılan SEM çalışmaları sonucu fiber katkısı olmayan bünyelerde yüksek miktarda bulunan porozite değerleri fiber katkısı arttıkça azalmıştır.
- Preslenerek hazırlanan numuneler için; aynı basınçta ve aynı fiber oranı göz önünde bulundurularak inceleme yapıldığında, sıcaklık artışı ile su emme miktarları azalmaktadır. Partiküllerin birbirine daha çok yaklaşması sonucu su emme değerlerinin azalması yapıya daha yoğun bir hal kazandırmıştır. Bulunan sonuçlardan hareket ile fiber miktarı arttıkça porozite miktarlarının düştüğü ve dolayısıyla daha yoğun yapılar elde edildiği söylenebilir. Basınç artışı ile yoğunluk değerlerinde çok fazla değişim olmamıştır.
- Fiber takviyesi yapılmamış bünyeler ve belirli oranlarda katkı yapılmış bünyeler için XRD verileri karşılaştırıldığında piklerde bir değişiklik olmadığı yeni bir faz oluşmadığı gözlemlenmektedir. Basınç artışı ile de yeni bir faz oluşmamış yapı kendisini korumuştur. Fakat sıcaklık artışı ile başlangıçta alüminum silikat oksit ve tridimit içeren yapılarda sıcaklık artışı ile silimanit, mullit ve kristobalit gözlemlenmektedir. Bu da yapının daha sağlam ve daha kararlı bir yapı haline dönüştüğünün göstergesidir.
- Mekanik özellikler üzerinde fiber takviyesinin artmasının olumlu etkisi gözlemlenmiştir. Hem sertlik hem de eğme mukavemetinin belirlendiği deneyler sonucunda her iki üretim yöntemi sonucunda da fiber katkısı arttıkça değerlerde artma eğilimi olmuştur. Bu da su emme ve daha yoğun yapıların

oluşmasını sağlayan fiberlerin bünyeyi sağlamlaştırdığıdır. Ana yapı içindeki fiber malzemeler yük taşınımını arttırmış ve içyapıda toklaşma sağlamıştır. Aynı sıcaklık ve aynı fiber miktarları dikkate alınarak bir karşılaştırma yapıldığında, basınç artışı ile hem sertlik hem de mukavemet değerlerinde artış gözlenmiştir. Ayrıca sıcaklığın artışı ile daha kararlı bir hale gelen ana yapı için de mekanik özellikler artmaktadır. Mekanik özelliklerin sıcaklık ile artışı yapıda mullit oluşumu açıklanabilir. İğnesel yapıda bulunan mullit kristalleri yapıyı güçlendirici etki yapmıştır.

- Her iki üretim yöntemi karşılaştırılacak olduğunda ise, preslenen numunelerin, elle şekillendirilen numunelere göre daha üstün özellikte olduğu gözlemlenmektedir. Bu da şekillendirme sırasında uygulayıcıdan kaynaklanan faktörlerdendir. Her iki yöntem kendi başına değerlendirildiğinde ise, fiber miktarı arttıkça fiziksel ve mekaniksel özelliklerde artış eğilimi söz konusudur.
- Mikroyapısal çalışmalar sonucu seramik fiber ve ana yapının birbiri ile uyumlu olduğu, yapı içerisinde fiberlerin dağılımının düzgün olduğu ve fiberlerin yapıdaki boşluklara girdiği çevresindeki kil ana yapı ile bir bütünlük teşkil ettiği gözlemlenmiştir.

Bütün bu elde edilen sonuçlar ışığında gerek elle şekillendirilme sonucu gerekse presleme yöntemi ile üretim sonucu hazırlanan fiber katkılı malzemelerin fiziksel ve mekaniksel özelliklerinin artmış olduğu gözlemlenmektedir. Kuruma ve sinterleme sonrası çatlak oluşumu gözlemlenmezken yapının sağlamlaştığı belirlenmiştir.

8.2 Öneriler

- Sanatçıların kullanmış oldukları ve plaka açma, pano yapma yönteminde kullanılan ve çalışmamızda kullanılmış olan kil çeşidi yerine başka kil çeşitleri ile de çalışmalar yapmak mümkündür.
- Yapılan çalışmalar döküm yöntemi ile şekillendirilerek de üretilebilirler. Vazo, testi ve dekoratif uygulamaları yapmak için kullanılan bu yöntem için de fiber etkisinin bünyeye etkisi incelenebilir.
- Fiber inceliği ve fiber boyları ile oynanarak yapı üzerindeki etkileri incelenebilir.

- Mekanik özellikleri arttırmak için karışıma mullit veya zirkonya içerikli farklı bir fiber çeşidi de eklenebilir. Ancak yapıya ilave edilecek fiber miktarı uygulama alanı için çok önemlidir. Seramik sanatçısını kısıtlamayacak bir fiber çeşidi ve fiber miktarı seçilerek denemeler yapılmalıdır.
- Bu çalışmanın uygulama alanındaki yansımaları dikkate alınarak fiber özellikleri, şekillendirilme yöntemleri, fiber-ana yapı etkileşimleri ile değiştirilmesi mümkündür.

KAYNAKLAR

- [1] **Güner, Y.**, 1987. Seramik, Gençlik Kitabevi, İstanbul.
- [2] **Bengisu, M.**, 2006. Seramik Bilimi ve Mühendisliği, Nobel Yayın Dağıtım, Ankara.
- [3] **Çam, A., Okan, S.**, 2007. Seramik Müzik Aletleri, *Seramik Türkiye*, **23**, 96-101.
- [4] **Özer, Ö.**, 2005. Ben Döngüsel Tılsımım, *Seramik Türkiye*, **2**, 29.
- [5] **Reed, J.S.**, 1995. Introduction to the Principles of Ceramic Processing, John Wiley & Sons, New York.
- [6] **Geçkinli, E.**, 1992. İleri Teknoloji Malzemeleri, İstanbul Teknik Üniversitesi Basımevi, İstanbul.
- [7] **Sevim, S., Ak, K.**, 2005. Seramik Karosu Üretiminde Tasarım Trendi, *Seramik Türkiye*, **7**, 106-111.
- [8] **Kingery, D., Chiang, Y.**, 1997. Physical Ceramics, Principles For Ceramic Science and Engineering, Wiley & Sons, New York.
- [9] **Richerson, D.**, 1992. Modern Ceramic Engineering, NewCastle Library, New York.
- [10] **Evans, A.G. ve Faber, K.T.**, 1984. Crack-growth Resistance of Microcracking Brittle Materials, *Journal of American Society*, **67(4)**, 255-260.
- [11] **Barsoum, M.**, 1997. Fundamentals of Ceramics, McGraw-Hill, Singapur.
- [12] **Ford, W.F.**, 1967. The Effect of Heat on Ceramics, Maclaren & Sons, London.
- [13] **Erdoğan, M.**, 2001. Malzeme Bilimi ve Mühendislik Malzemeleri, Nobel, Ankara.
- [14] **Phil, W., Rainfort, M.**, 1994. Ceramic Microstructures, Chapman-Hill, London.
- [15] **Chesters, J.**, 1983. Refractories Production and Properties, Metals Society, London.

- [16] **Erdoğan, N., Yıldız, R.**, 1995. Magnezit ve Bazik Refrakter Malzeme Teknolojisi, Kütahya.
- [17] **Saito, S.**, 1988. Advanced Ceramics, Oxford University Pres, London.
- [18] **Mostaghaci, H.**, 1996. Advanced ceramic Materials, Transtech, Key Engineering.
- [19] **Vincezini, P.**, 1988. Fundamentals of Ceramic Engineering, Elsevier, London.
- [20] **Baykara, T.** 1998. İleri Seramikler, Ulusal Bir Değerlendirme, *Seramik Türkiye*, **1**, 28–32.
- [21] **DPT**, 2001. Madencilik Özel İhtisas Komisyon Raporu, *Endüstriyel Hammaddeler Alt Raporu*, Ankara.
- [22] *Maden Teknik Arama Genel Müdürlüğü Online*. 29 Nisan 2008. <http://www.mta.gov.tr/v1.0/images/turkiye_maden/maden_yataklari/b_hkil_kaolen.jpg>
- [23] **Yong, B.N. ve Warketin, B.P.**, 1975. Soil properties and behaviors, Elsevier, New York.
- [24] **Grim**, 1975. Clays and Ceramic Raw Materials, App. Science, London.
- [25] **Yeskis, D., Koster, A.F., Groosand V., Guggenheim S.**, 1985. The Dehydroxylation of Kaolinite, *American Mineralogists*, **70** , 159-169.
- [26] *The Mineral and Locality Database Online*. 30 Nisan 2008. <<http://www.mindat.org/gphotos/0279163001088133679.jpg>>
- [27] **Arcasoy, A.**, 1983. Seramik Teknolojisi, Marmara Üniversitesi Yayınları, İstanbul.
- [28] **Scherer, G.W.**, 1990. Theory of Drying, *Journal of American Ceramic Society*, **73**, 3-14.
- [29] **Calka A., Wexler D.**, *Nature Online*. 12 Eylül 2002. Mechanical milling assisted by electrical discharge, *Nature*, **419**, 147-151. <<http://www.nature.com/nature/journal/v419/n6903/images/nature00985-f1.2.jpg>>

- [30] *Encyclopædia Britannica, Inc. Online.* 30 Mart 2008. <<http://media-2.web.britannica.com/eb-media/85/1585-004.gif>>
- [31] **German, R.M.**, 1989. Liquid Phase Sintering, Plenum, New York.
- [32] **Richerson, D.W.**, 1982. Modern Ceramic Engineering, Marcel Dekker, New York.
- [33] *Icos Institute of Computational Science Online.* 25 Mayıs 2008. <http://www.icos.ethz.ch/cse/research/research_details/snapshot.gif>
- [34] **Kisi, E.**, 1998. Zircnia Engineering Ceramics, Transtech.
- [35] **Yeh, T.S. ve Sacks M.D.**, 1988. Effect of Particle Size Distribution on the Sintering of Alumina, *Journal of American Ceramic Society*, **71**, 484-487.
- [36] **Yeh, T.S. ve Sacks M.D.**, 1990. Effect of Green Microstructure on the Sintering of Alumina, *Sintering of Advanced Ceramics*, **7**, 309-331.
- [37] **Nakamura, A.**, 2000. Fiber Science and Technology, Enfield N.H.: Science Publishers, USA.
- [38] **Hearle, J.W.S.**, 2001. High Performance Fibers, Woodhead Publishing, Cambridge.
- [39] **Dey, A., Chatterjee, M., Naskar M.K., Basu K.**, 2003. Near-Net-Shape Fibre-Reinforced Ceramic Matrix Composites by the Sol Infiltration Technique, *Materials Letters* **57**, 2919-2926.
- [40] **Lipowitz J., Freeman H.A., Prack E.R., Chen R.T.**, 1987. Composition and Structure of Ceramic Fibers Prepared from Polymer Precursors, *Advanced ceramic Materials*, **2**, 121-128.
- [41] **Sawyer L.C., Jamieson M., Brikowski D., Haider M.I., Chen R.T.**, 1987. Strength, Structure and Fracture Properties of Ceramic Fibers Produced from Polymeric Precursors: I, Base-Line Studies, *Journal of American Ceramic Society*, **70**, 798-810.
- [42] **Naskar M.K., Chatterjee M., Dey A., Basu K.**, 2004. Effects of Processing Parameters on the Fabrication of Near-net-shape Fibre Reinforced

Oxide Ceramic Matrix Composites via Sol-gel Route, *Ceramic International*, **30**, 257-265.

- [43] **Davis, J.M.G.**, 1989. Mineral Fibre Carcinogenesis: Experimental Data Relating to the Importance of Fibre Type, Size, Deposition, Dissolution and Migration, *International Agency for Research on Cancer Scientific Publication*, **90**, 33-46.
- [44] **Milewski J.V.**, 1986. Efficient Use of Whiskers in the Reinforcement of Ceramics, *Advanced Ceramic Materials*, **1**, 36-41.
- [45] **Bunsell A.R., Berger M.H.**, 2000. Fine Diameter Ceramic Fibers, *Journal of Ceramic Society*, **20**, 2249-2269.
- [46] **Lawn B.R.**, 1983. Physics of Fracture, *Journal of Ceramic Society*, **66**, 83-91.
- [47] **Dawidg R.W.**, 1979. Mechanical Behavior of Materials, Oxford.
- [48] **Gouadec G., Karlin S., Wu J., Parlier M., Colomban Ph.**, 2001. Physical Chemistry and Mechanical Imaging of Ceramic-fibre-reinforced Ceramic- or Metal-matrix Composites, *Composites Science and Technology*, **61**, 383-388.
- [49] **Purnell P., Seneviratne A.M.G., Short N.R., Page C.L.**, 2003. Super-critical Carbonation of Glass-fibre Reinforced Cement, *Composites Part A*, **34**, 1105-1112.
- [50] **Papargyri S.A., Cooke R.G., Botis A., Papapolymerou G., Papargyris A. D.**, 2003. Mechanical Properties of Short Oxide Fibre-Kaolin Clay Matrix Composites, *British Ceramic Transition*, **102**, 193-203.
- [51] **Maher M.H., Ho Y.C.**, 1994. Mechanical Properties of Kaolinite/Fiber Soil Composite, *Journal of Geotechnical Engineering*, **120**, 1381-1392.
- [52] **Consoli N.C., Montardo J.P., Prietto P.D.M., Pasa G.S.**, 2002. Engineering Behavior of Sand Reinforced with Plastic Waste, *Journal of Geotechnical and Geoenvironmental Engineering*, **128-6**, 462-472.
- [53] **Consoli N.C., Casagrande M.D.T., Coop M.R.**, 2005. Effect of Fiber Reinforcement on the Isotropic Compression Behavior of a Sand, *Journal of Geotechnical and Geoenvironmental Engineering*, **131**, 1434-1436.

- [54] **Ma, Y., Zhu, B., Tan, M.**, 2005. Properties of Ceramic Fiber Reinforced Cement Composites, *Journal of Cement and Concrete*, **35 (2)**, 296-300.
- [55] **Chin R.E.**, 2002. Ceramography, The American Ceramic Society, USA.
- [56] **Synder, R.**, 1996. Introduction to X-Ray Powder Diffractometry, John Wiley & Sons Publications.

EK A

Sinterlenmiş numunelerin karakterizasyon sonuçlarını tartışırken kullanılmak üzere numuneler hakkında bilgi veren tablolar aşağıda verilmiştir. Çalışmada kullanılan numune kodları Tablo A.1- Tablo A.7 aralığında sunulan tablolarda verilmiştir.

Tablo A.1: Farklı oranlarda cam fiber katkısı ile hazırlanan numunelerin içeriği

Numune Adı	Kompozisyon İçeriği(ağırlıkça%)	Kullanılan Fiber Türü	Şekillendirme Yöntemi	Sinterleme Sıcaklığı
CF0-E-1050	Fiber katkısı olmayan Bünye	Yok	Elle	1050°C
CF025-E-1050	% 0,25 Cam Fiber-Esbakas	Cam Fiber		
CF05-E-1050	% 0,5 Cam Fiber-Esbakas			
CF1-E-1050	% 1 Cam Fiber-Esbakas			
CF2-E-1050	% 2 Cam Fiber-Esbakas			

Tablo A.2: Farklı oranlarda polimer fiber katkısı ile hazırlanan numunelerin içeriği

Numune Adı	Kompozisyon İçeriği(ağırlıkça%)	Kullanılan Fiber Türü	Şekillendirme Yöntemi	Sinterleme Sıcaklığı
PF0-E-1050	Fiber katkısı olmayan Bünye	Yok	Elle	1050°C
PF025-E-1050	% 0,25 Polimer Fiber - Esbakas	Polimer Fiber		
PF05-E-1050	% 0,5 Polimer Fiber- Esbakas			
PF-1-E-1050	% 1 Polimer Fiber-Esbakas			
PF2-E-1050	% 2 Polimer Fiber-Esbakas			

Tablo A.3: Farklı oranlarda seramik fiber katkısı ile hazırlanan numunelerin içeriği

Numune Adı	Kompozisyon İçeriği(ağırlıkça%)	Kullanılan Fiber Türü	Şekillendirme Yöntemi	Sinterleme Sıcaklığı
SF0-E-1050	Fiber katkısı olmayan Bünye	Yok	Elle	1050°C
SF025-E-1050	% 0,25 Seramik Fiber - Esbakas	Seramik Fiber		
SF05-E-1050	% 0,5 Seramik Fiber- Esbakas			
SF1-E-1050	% 1 Seramik Fiber- Esbakas			
SF2-E-1050	% 2 Seramik Fiber- Esbakas			

Tablo A.4: Fiber katkısı olmayan, basınç ve sıcaklık parametreleri değiştirilen numunelerin adlandırılması.

Numune Adı	Kompozisyon İçeriği(ağırlıkça%)	Şekillendirilme Seçeneği	Sinterleme Sıcaklığı
SF0-P50-1050	Fiber yok-%100 Esbakas	Pres (50 MPa)	1050 °C
SF0-P50-1150		Pres (50 MPa)	1150 °C
SF0-P50-1250		Pres (50 MPa)	1250 °C
SF0-P100-1050		Pres (100 MPa)	1050 °C
SF0-P100-1150		Pres (100 MPa)	1150 °C
SF0-P100-1250		Pres (100 MPa)	1250 °C
SF0-P150-1050		Pres (150 MPa)	1050 °C
SF0-P150-1150		Pres (150 MPa)	1150 °C
SF0-P150-1250		Pres (150 MPa)	1250 °C

Tablo A.5: Ağırlıkça %2 fiber katkısı ile şekillendirilen numunelerin adlandırılması

Numune Adı	Kompozisyon İçeriği (ağırlıkça%)	Kullanılan Fiber Türü	Şekillendirilme Seçeneği	Sinterleme Sıcaklığı
SF2-P50-1050	%2 seramik fiber-Esbakas	Seramik Fiber	Pres (50 MPa)	1050 °C
SF2-P50-1150			Pres (50 MPa)	1150 °C
SF2-P50-1250			Pres (50 MPa)	1250 °C
SF2-P100-1050			Pres (100 MPa)	1050 °C
SF2-P100-1150			Pres (100 MPa)	1150 °C
SF2-P100-1250			Pres (100 MPa)	1250 °C
SF2-P150-1050			Pres (150 MPa)	1050 °C
SF2-P150-1150			Pres (150 MPa)	1150 °C
SF2-P150-1250			Pres (150 MPa)	1250 °C

Tablo A.6: Ağırlıkça %4 fiber katkısı ile şekillendirilen numunelerin adlandırılması

Numune Adı	Kompozisyon İçeriği (ağırlıkça%)	Kullanılan Fiber Türü	Şekillendirme Seçeneği	Sinterleme Sıcaklığı
SF4-P50-1050	%4 seramik fiber-Esbakas	Seramik Fiber	Pres (50 MPa)	1050 °C
SF4-P50-1150			Pres (50 MPa)	1150 °C
SF4-P50-1250			Pres (50 MPa)	1250 °C
SF4-P100-1050			Pres (100 MPa)	1050 °C
SF4-P100-1150			Pres (100 MPa)	1150 °C
SF4-P100-1250			Pres (100 MPa)	1250 °C
SF4-P150-1050			Pres (150 MPa)	1050 °C
SF4-P150-1150			Pres (150 MPa)	1150 °C
SF4-P150-1250			Pres (150 MPa)	1250 °C

Tablo A.7: Ağırlıkça % 6 fiber katkısı ile şekillendirilen numunelerin adlandırılması

Numune Adı	Kompozisyon İçeriği (ağırlıkça%)	Kullanılan Fiber Türü	Şekillendirme Seçeneği	Sinterleme Sıcaklığı
SF6-P50-1050	%6 seramik fiber-Esbakas	Seramik Fiber	Pres (50 MPa)	1050 °C
SF6-P50-1150			Pres (50 MPa)	1150 °C
SF6-P50-1250			Pres (50 MPa)	1250 °C
SF6-P100-1050			Pres (100 MPa)	1050 °C
SF6-P100-1150			Pres (100 MPa)	1150 °C
SF6-P100-1250			Pres (100 MPa)	1250 °C
SF6-P150-1050			Pres (150 MPa)	1050 °C
SF6-P150-1150			Pres (150 MPa)	1150 °C
SF6-P150-1250			Pres (150 MPa)	1250 °C

ÖZGEÇMİŞ

Tuğba UÇAR 26 Şubat 1982’de Eskişehir’de doğdu. Eskişehir Anadolu Güzel Sanatlar Lisesi Resim Bölümü ve okul değişimiyle Süleyman Çakır Lisesinde eğitiminin ardından 2000 yılında Eskişehir Anadolu Üniversitesi Malzeme Bilimi ve Mühendisliği Bölümüne devam etti. Malzeme Bilimi ve Mühendisliği Bölümünde lisans eğitimini 2005’de tamamladı. Aynı yıl içerisinde İstanbul Teknik Üniversitesi Seramik Mühendisliği Yüksek Lisans Programına başladı.