

**T.C.
MANİSA CELAL BAYAR ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**

**YÜKSEK LİSANS TEZİ
METALURJİ ve MALZEME MÜHENDİSLİĞİ ANABİLİM DALI
METALURJİ ve MALZEME MÜHENDİSLİĞİ BİLİM DALI**

**SERAMİK DUVAR KAROLARINDA GÖZLENEN RUTUBET
GENLEŞMESİ VE ETKİLEYEN FAKTÖRLERİN İNCELENMESİ**

Rabia GÜN

**Danışman
Doç. Dr. Emre YALAMAÇ**



MANİSA-2019

TEZ ONAYI

Rabia GÜN tarafından hazırlanan “**Seramik Duvar Karolarında Gözlenen Rutubet Genleşmesi ve Etkileyen Faktörlerin İncelenmesi**” adlı tez çalışması 25/07/2019 tarihinde aşağıdaki jüri üyeleri önünde Manisa Celal Bayar Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü **Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Anabilim Dalı**’nda **YÜKSEK LİSANS TEZİ** olarak başarı ile savunulmuştur.

Danışman

Doç. Dr. Emre YALAMAÇ
Manisa Celal Bayar Üniversitesi

Jüri Üyesi

Doç. Dr. Mücahit SÜTÇÜ
İzmir Katip Çelebi Üniversitesi

Jüri Üyesi

Dr. Öğr. Üyesi Ahu ÇELEBİ
Manisa Celal Bayar Üniversitesi

TAAHHÜTNAME

Bu tezin Manisa Celal Bayar Üniversitesi Mühendislik Fakültesi Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü'nde, akademik ve etik kurallara uygun olarak yazıldığını ve kullanılan tüm literatür bilgilerinin referans gösterilerek tezde yer aldığını beyan ederim.

Rabia GÜN



İÇİNDEKİLER

Sayfa

İÇİNDEKİLER.....	I
SİMGELER VE KISALTMALAR DİZİNİ.....	III
TABLO DİZİNİ.....	VI
TEŞEKKÜR	VII
1.GİRİŞ	1
2.GENEL BİLGİLER	3
2.1.Seramik Hammaddeleri	3
2.2. Duvar Karoları Üretim Süreçleri	5
3. MATERYAL VE YÖNTEM.....	21
3.1. Materyal	21
3.2. Yöntem.....	22
3.2.1. Kompozisyon (Reçete) Hazırlanması.....	22
3.2.2. Kuru Presleme.....	23
3.2.3. Pişirme.....	23
3.3. Karakterizasyon.....	24
3.3.1. Faz Analizi.....	24
3.3.2. Mikroyapı Analizi	25
3.3.3. Mukavemet (Eğme Dayanımı).....	26
3.3.4. Su Emme	26
3.3.5. Renk Tayini	27
3.3.6. Termal Ölçümler (Isıl Genleşme Davranışı)	28
4. BULGULAR VE TARTIŞMA.....	29
4.1.Seger Analiz Sonuçları	29
4.2. XRD Analizi Sonuçları.....	31
4.3. Mikroyapısal Analiz	35
4.4. Mukavemet (Eğme Dayanımı)	43
4.5. Su Emme	43
4.6. Renk Tayini.....	44
4.7. Dilatometrik Analiz Sonuçları	45
4.7.1. Rutubet (Nem) Genleşmesi Değerinin Dilatometrik Yönteme Göre Sonuçları	48
4.8. Rutubet (Nem) Genleşmesi Değerinin ISO Standardına Göre Sonuçları.....	56

5.GENEL SONUÇLAR	58
KAYNAKLAR.....	60



SİMGELER VE KISALTMALAR DİZİNİ

EDS	Energy Dispersive Spectroscopy (Enerji Dağılım Spektroskopisi)
SEM	Scanning Electron Microscopy (Taramalı Elektron Mikroskobu)
XRD	X-Işını Difraksiyonu
XRF	X-Işını Floresans



ŞEKİLLER DİZİNİ

Sayfa

Şekil 2.1. Seramik üretiminde kullanılan bilyalı değirmenler.....	6
Şekil 2.2. Püskürtmeli kurutucu ve kurutucudan çıkan granül.....	7
Şekil 2.3. Seramik kurutma işleminde kullanılan yatay ve dikey kurutucular.....	8
Şekil 2.4. Sırlama bantları ve baskı aşamaları.....	8
Şekil 2.5. Seramik üretiminde kullanılan yüksek sıcaklık fırın örneği.....	9
Şekil 2.6. Su emme tayini için kullanılan cihazlar.....	13
Şekil 2.7. Kırılma dayanımı tayini prensibi.....	14
Şekil 2.8. Dilatometre örneği ve numune şekli.....	15
Şekil 2.9. Rutubet genleşmesi ölçümünün yapıldığı örnek kazan.....	16
Şekil 2.10. Dilatometrik ölçümlerin Gerinim-Sıcaklık analizleri.....	18
Şekil 2.11. Gerinim-Sıcaklık eğriliklerinin türevleri (1 ve 2. tavlama ların).....	18
Şekil 2.12. Dilatometrik yöntem ile rutubet genleşmesi hesabı.....	19
Şekil 3.1. Laboratuvar tipi jet değirmen.....	23
Şekil 3.2. Laboratuvar tipi mikser.....	23
Şekil 3.3. Kül fırını pişirme rejimi.....	24
Şekil 3.4. Carl Zeiss 300VP marka taramalı elektron mikroskobu (SEM) cihazı.....	25
Şekil 3.5. Üç nokta eğilme cihazı.....	26
Şekil 3.6. Vakumlu su emme cihazı.....	27
Şekil 3.7. Bahr model 801 L marka dilatometre cihazı.....	28
Şekil 4.1. Standart kompozisyonun farklı pişirme sıcaklıklarındaki XRD analizleri.....	32
Şekil 4.2. D1 Kompozisyonun Farklı Pişirme Sıcaklıklarındaki XRD Analizleri.....	32
Şekil 4.3. D2 kompozisyonun farklı pişirme sıcaklıklarındaki XRD analizleri.....	33
Şekil 4.4. D3 kompozisyonun farklı pişirme sıcaklıklarındaki XRD analizleri.....	33
Şekil 4.5. 1150°C pişirilmiş kompozisyonların XRD analizleri.....	34
Şekil 4.6. Numunelerin 950°C pişirme sonrası farklı büyütme lerdeki parlatılmış yüzeylerinin elektron mikroskobu görüntüleri.....	36
Şekil 4.7. Numunelerin 1050°C pişirme sonrası farklı büyütme lerdeki parlatılmış yüzeylerinin elektron mikroskobu görüntüleri.....	37
Şekil 4.8. Numunelerin 1150°C pişirme sonrası farklı büyütme lerdeki parlatılmış yüzeylerinin elektron mikroskobu görüntüleri.....	38
Şekil 4.9. 1150°C pişirme sıcaklığında (a) STD, (b) D1, (c) D2, (d) D3 kompozisyonlarının EDS analiz bölgeleri.....	39
Şekil 4.10. D3 kompozisyonunun farklı pişirme sıcaklıklarında (a) 950°C (b) 1050°C EDS analiz görüntüleri.....	42
Şekil 4.11. 950°C pişirme sonrası plakaların ısı genleşme katsayıları.....	47
Şekil 4.12. 1050°C pişirme sonrası plakaların ısı genleşme katsayıları.....	47
Şekil 4.13. 1150°C pişirme sonrası plakaların ısı genleşme katsayıları.....	47
Şekil 4.14. 1150°C pişirme sıcaklığında standart kompozisyonun otoklav öncesi-sonrası dilatasyon eğrileri.....	49
Şekil 4.15. 1150°C pişirme sıcaklığında D1 kompozisyonunun otoklav öncesi-sonrası dilatasyon eğrileri.....	49
Şekil 4.16. 1150°C pişirme sıcaklığında D2 kompozisyonunun otoklav öncesi-sonrası dilatasyon eğrileri.....	50
Şekil 4.17. 1150°C pişirme sıcaklığında D3 kompozisyonunun otoklav öncesi-sonrası dilatasyon eğrileri.....	50

Şekil 4.18. 1150°C pişirme sıcaklığında standart kompozisyonunun otoklav öncesi-sonrası dilatasyon eğrilerinin türevleri.....	51
Şekil 4.19. 1150°C pişirme sıcaklığında D1 kompozisyonunun otoklav öncesi-sonrası dilatasyon eğrilerinin türevleri.....	52
Şekil 4.20. 1150°C pişirme sıcaklığında D2 kompozisyonunun otoklav öncesi-sonrası dilatasyon eğrilerinin türevleri.....	52
Şekil 4.21. 1150°C pişirme sıcaklığında D3 kompozisyonunun otoklav öncesi-sonrası dilatasyon eğrilerinin türevleri.....	53
Şekil 4.22. 1150°C pişirme sıcaklığında standart kompozisyon dilatasyon eğrileri (a) otoklav öncesi (b) otoklav sonrası sonuçları.....	54



TABLO DİZİNİ

	Sayfa
Tablo 2.1. Seramik bünyelerde kullanılan feldispatlar.....	4
Tablo 2.2. Seramik bünyelere uygulanan temel testler ve standartları [11].....	11
Tablo 2.3. TS EN ISO Standardına göre yer ve duvar karolarının bazı standartların teknik özellikleri.....	12
Tablo 3.1. Kullanılan hammaddelerin kimyasal analizleri.....	21
Tablo 3.2. Kullanılan hammaddelerin fiziksel özellikleri.....	21
Tablo 3.3. Standart ve hazırlanan duvar karosu reçetelerinin ağırlıkça % kompozisyon içerikleri.....	22
Tablo 3.4. Pişmiş numunelerin pişme sıcaklığına ve reçete çeşidine göre kodları...	24
Tablo 4.1. Standart kompozisyonun (STD) seger analizi.....	30
Tablo 4.2. D1 kompozisyonunun seger analizi.....	30
Tablo 4.3. D2 kompozisyonunun seger analizi.....	30
Tablo 4.4. D3 kompozisyonunun seger analizi.....	31
Tablo 4.5. 1150°C pişirilmiş STD kompozisyonu EDS analiz sonuçları (Şekil 4.9a).....	40
Tablo 4.6. 1150°C pişirilmiş D1 kompozisyonu EDS analiz sonuçları (Şekil 4.9b).....	40
Tablo 4.7. 1150°C pişirilmiş D2 kompozisyonu EDS analiz sonuçları (Şekil 4.9c).....	41
Tablo 4.8. 1150°C pişirilmiş D3 kompozisyonu EDS analiz sonuçları (Şekil 4.9d).....	41
Tablo 4.9. D3 kompozisyonunun 950°C ve 1050°C sıcaklığındaki EDS analiz sonuçları (Şekil 4.10).....	42
Tablo 4.10. Kompozisyonlarının farklı pişirme sıcaklık mukavemet sonuçları (kg/cm ²).....	43
Tablo 4.11. Kompozisyonlarının farklı pişirme sıcaklık yüzde su emme sonuçları..	44
Tablo 4.12. Kompozisyonlarının farklı pişirme sıcaklık renk tayin sonuçları.....	45
Tablo 4.13. Duvar karolarının otoklav öncesi ısıl genişleme katsayıları.....	46
Tablo 4.14. Duvar karolarının otoklav sonrası ısıl genişleme katsayıları.....	46
Tablo 4.15. Standart reçetenin farklı pişirme sıcaklıklarındaki otoklav öncesi ve otoklav sonrası dilatasyon eğrileri altındaki alan değerleri.....	55
Tablo 4.16. D1 reçetesinin farklı pişirme sıcaklıklarındaki otoklav öncesi ve otoklav sonrası dilatasyon eğrileri altındaki alan değerleri.....	55
Tablo 4.17. D2 reçetesinin farklı pişirme sıcaklıklarındaki otoklav öncesi ve otoklav sonrası dilatasyon eğrileri altındaki alan değerleri.....	55
Tablo 4.18. D3 reçetesinin farklı pişirme sıcaklıklarındaki otoklav öncesi ve otoklav sonrası dilatasyon eğrileri altındaki alan değerleri.....	56
Tablo 4.19. Farklı sıcaklıklarda pişirilmiş reçetelerin dilatometrik yöntem ile rutubet genişmesi değerleri.....	56
Tablo 4.20. Farklı sıcaklıklarda pişirilmiş kompozisyonların TS EN ISO standardına göre rutubet genişmesi değerleri (%)......	57

TEŞEKKÜR

Tez çalışmalarım boyunca değerli katkıları ve yönlendirmeleri ile her zaman yardım ve desteğini gördüğüm; bilgi ve deneyimlerini benden esirgemeyen danışman hocam Sayın Doç. Dr. Emre YALAMAÇ'a en içten saygı, sevgi ve teşekkürlerimi sunarım.

Tezimin deneysel çalışmaları sırasında çalışmalarımı ilgiyle takip eden ve değerli düşünceleriyle bana yol gösteren Graniser Seramik Ar- Ge Merkez Müdürü Sayın M. Fahri ÖZER'e saygı ve teşekkürlerimi sunarım. Tez çalışmalarım boyunca benden hiçbir zaman desteklerini esirgemeyen Graniser Seramik Ailesine sonsuz teşekkür ederim.

Manisa Celal Bayar Üniversitesinde gerçekleştirdiğim laboratuvar çalışmalarım boyunca yardımlarını esirgemeyen Metalurji ve Malzeme Mühendisliği öğrencisi Görkem GÜRKAN'a ve tezimin alan hesabı bölümünde origin programı yardımıyla çizimlerimi gerçekleştiren Araş. Gör. Erdiç EROL'a çok teşekkür ederim.

Hayatımın her döneminde bana güvenen, maddi ve manevi destek olan beni daima motive eden babam Güngör GÜN, annem Derya GÜN, dedem S. Zeki GÜN ve babaannem Rabia GÜN'e en içten sevgi, saygı ve teşekkürlerimi sunarım.

Son olarak tez çalışmalarım esnasında beni destekleyen, her yorulduğumda sabırla tekrar başlamam gerektiğini hatırlatan, her zaman yanımda olan kardeşim Kübra GÜN ve arkadaşım Sercan ULUCAN'a sonsuz teşekkür ederim.

Rabia GÜN
Manisa, 2019

ÖZET

Yüksek Lisans Tezi

Seramik Duvar Karolarında Gözlenen Rutubet Genleşmesi ve Etkileyen Faktörlerin İncelenmesi

Rabia GÜN

Manisa Celal Bayar Üniversitesi
Fen Bilimleri Enstitüsü
Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Anabilim Dalı

Danışman: Doç.Dr. Emre YALAMAÇ

Seramik duvar karosu üretim süreçlerinde pek çok değişken mevcuttur. Bu değişkenler ürün kalitesi ile doğrudan etkilidir. Bu çalışmada, seramik duvar karosu üretim kalitesini etkileyen unsurlardan biri olan rutubet (nem) genleşmesi kavramı üzerinde durulmuştur. Rutubet genleşmesi değeri TS EN ISO 10545-10 Standardına ek olarak yeni bir uygulama olan dilatometrik yöntem kullanılarak değerleri hesaplanmıştır.

Rutubet genleşmesinin farklı sıcaklıklardaki (950, 1050, 1150°C) etkileri incelenmiştir. Nem genleşme değerini düşürebilmek ya da standartlar içinde tutarken duvar karosu özelliklerini iyileştirmek hedeflenmiştir. Kil, kaolen, feldspat ve mermer tozu hammaddelerinin karo bünyesindeki yüzdeleri değiştirilerek farklı kompozisyonlarına ait üç yeni reçete (D1, D2, D3) çalışılmıştır. Kompozisyonlar belirlenirken firmada üretimi yapılan, standart duvar karosu kompozisyonu referans alınmıştır. Her bir reçetenin farklı pişme sıcaklığındaki % su emme, mukavemet, ısıl genleşme katsayıları, rutubet genleşmesi değeri ve renk farklılıkları incelenmiştir. Tüm yapılan testlerin sonuçlarının uygunluğu TS EN 14411 Standardında belirtilmiş olan değerlere göre belirlenmiştir. Duvar karolarının faz analizleri X-ışınları difraktometresi (XRD) ve mikroyapı incelemesi taramalı elektron mikroskobu (SEM) ile yapılmıştır.

Farklı kompozisyonlardan üretilen tüm duvar karolarında 1050°C ve üzerindeki pişirme sıcaklıklarında standart nem genleşme değerinin (< % 0,06) altında sonuçlar bulunmuştur. Hazırlanan yeni kompozisyonlar ile üretilen karoların mukavemet, % su emme değerleri de istenilen değerlerde olduğu görülmüştür. Standart duvar karosu bünye kompozisyonuna alternatif olabilecek bir yeni kompozisyon geliştirilmiştir.

Anahtar Kelimeler: Duvar Karosu, Rutubet Genleşmesi, Dilatometrik Yöntem

2019, 62 SAYFA

ABSTRACT

M.Sc. Thesis

Investigation of Moisture Expansion and Affecting Factors in Ceramic Wall Tiles

Rabia GÜN

**Manisa Celal Bayar University
Graduate School of Applied and Natural Sciences
Department of Metallurgical and Materials Engineering**

Supervisor: Assoc.Prof.Dr. Emre YALAMAÇ

There are many variables in ceramic wall tile production processes. These variables are directly influenced by product quality. In this study, moisture expansion, which is one of the factors affecting the quality of ceramic wall tile production, is emphasized. In addition to TS EN ISO 10545-10 Standard, new method moisture dependent dilatation values were calculated by using dilatometric method.

The effects of moisture expansion at different temperatures (950, 1050, 1150°C) were investigated. It is aimed to reduce the moisture expansion value or improve the wall tile properties while keeping the moisture expansion value within the standards. Three new recipes (D1, D2, D3) of different compositions were studied by changing the percentages of raw materials of clay, kaolin, feldspar and marble powder.

While determining the compositions, the standard wall tile composition produced in the company was taken as reference. Water absorption, strength, thermal expansion coefficients, moisture expansion value and color differences of each recipe at different firing temperatures were investigated. The suitability of the results of all tests was determined according to the values specified in TS EN 14411 Standard. Phase analysis of the wall tiles was carried out by X-ray diffractometer (XRD) and microstructure analysis was done by scanning electron microscopy (SEM).

In all wall tiles produced from different compositions, results were found to be below the standard moisture expansion value (<0.06%) at firing temperatures of 1050°C and above. It was observed that the strength, % water absorption values of the tiles produced with the new compositions were at the desired values. A new composition has been developed, it can be an alternative to the standard wall tile composition.

Keywords: Wall tile, Moisture Expansion, Dilatometric Analysis

2019, 62 pages

1.GİRİŞ

Türkiye de yaklaşık 22 seramik fabrikası bulunmaktadır. Ülkemiz nüfusunun her geçen zamanda büyümesinin bir sonucu olarak inşaat yapı malzemelerine duyulan ihtiyaçta buna bağlı olarak artmaktadır. Bu durum rekabetçi ortamın oluşmasına neden olmuş ve bu rekabetçi ortamda ürün kalitesinin her geçen gün artması gerekmektedir. Arz-talep meselesi göz önüne alınarak yapılacak olan iyileştirmeler sonucu daha yüksek kalitede düşük maliyetli ürünler üretilmek istenmektedir.

Seramik yer ve duvar karoları kil, kaolen, feldspat, mermer tozu, kuvars gibi inorganik hammaddelerden oluşurlar. Seramik duvar karoları öğütme, eleme, nemlendirme sureti ile hazırlanır. Şekillendirme işlemi tamamlandıktan sonra kurutulur ve yüksek sıcaklıkta pişirilirlir. Seramik duvar karoları öğütülüp belirli oranlarda karıştırılıp plaka halinde şekillendirildikten sonra, sırlı veya sırsız desenli veya desensiz olarak, bir veya birden fazla pişirilerek (yoğunlaştırılarak) elde edilen ürünlerdir. Çift pişirim duvar karolarında kurutucudan çıkan ürünler sırlanmadan önce fırına girer ve pişer. Duvar karoları bu ilk pişiriminden sonra sırlama bantlarına girerek sırasıyla engop – sır ve baskı aşamasından geçer ve ikinci pişirim olan sırlı pişirim fırınına girerek pişer. Tek pişirim olan duvar karolarında ise sırlı ürünler direkt pişme fırınına girer. Pişen karoların TS EN ISO 14411 Standardın göre; kesme testi, su geçirgenliği, mürekkep testi, deformasyon, su emme, rutubet(nem) genişmesi, ham ve pişmiş mukavemet Otoklav ve Harkot (Termal Şok) analizleri yapılır.

Seramik duvar karolarında (sırlı veya sırsız) pişme sonrasında (haftalar, aylar) eğrilikler gözlenir ve karo boyutu artıkça önemli bir sorun haline gelir. Günümüzde duvar karolarının da daha büyük ebat çalışması nedeniyle bu sorun kaliteyi etkileyen önemli bir unsur haline gelmiştir. Büyük ebatlar çalışan seramik duvar karolarındaki bu artmanın sebebi rutubet genişmesi ile ilişkilendirilmektedir. Zaman içerisinde döşenmiş duvar karolarının nem ile etkileşimi sonucu gözlenen bu etki duvar karolarının yerinden sökülmesine, sır çatlamaaları gözlenmesine neden olmaktadır.

Rutubet genişmesi değeri TS EN ISO 10545-10 Standardına göre uzun süre gerektiren testler sonucunda belirlenir. Tez çalışmaları boyunca ilgili literatür çalışmaları doğrultusunda TS EN ISO Standardının yanı sıra daha hassas ve avantajlı

bir ölçüm olan dilatometrik yöntem de kullanılmıştır. Böyle bir yöntem geliştirilerek ticari olarak üretim yapan karo firmalarında rutubet genişmesine bağlı sorunların çözümüne destek olunacaktır.

Bu tez çalışmasında duvar karolarının kalitesini etkileyen rutubet genişmesi kavramı üzerinde durulmuştur. Duvar karolarında zaman içerisinde meydana gelen rutubet genişmesine bağlı oluşan hataların azaltılması ve önlenmesi için alternatif kompozisyonlar hazırlanıp test ve karakterizasyonları yapılmıştır.



2.GENEL BİLGİLER

2.1.Seramik Hammaddeleri

Seramikler günümüzde, çeşitli endüstriyel tasarımlarda ve endüstriyel hizmetlerde kullanılan, vazgeçilmez ürün gurubudur. Yer ve Duvar karosu ürünler yaşam alanlarımız sıkça karşımıza çıkmaktadır. Sağlık ve hijyen açısından uygun olması sebebi ile mutfak, tuvalet, banyo ve koridor gibi alanlarda seramik döşenmemiş yaşam alanı bulmak neredeyse imkânsızdır. Ülkemiz nüfusunun her geçen zamanda büyümesinin bir sonucu olarak inşaat yapı malzemelerine duyulan ihtiyaçta buna bağlı olarak artmaktadır.

Seramik üretim aşamalarında çok çeşitli hammaddeler kullanılmaktadır. Bunlara örnek olarak; kil, kaolen, feldspat, kuvars, kireçtaşı, dolomit, talk, magnezit vs. sayılabilir [1].

Killer: Seramik bünyelerin kalıcı şekil alması için plastikliğini sağlayan önemli bir hammadde türüdür. Seramik endüstrisinde killer % 30 - 55 oranında yer ve duvar karosu bünye kompozisyonları içerisinde kullanılırlar. Killer çamurun yaş halde plastikliğini ve kuru mukavemetini verirken tekrar kurutulduğunda veya pişirildiğinde sertleşir ve yüksek sıcaklıklara karşı dayanıklı hale gelirler.

Kaolen: Seramik endüstrisinde % 15 - 20 oranında kullanılan ve çamurun beyazlığını sağlayan bir hammadDEDİR. Saf kaolenin ergime derecesi 1760°C'dir ve plastiklik derecesi düşük veya ortadır. Ortalama tane boyutları yaklaşık 0,7 mikron çap ve yaklaşık 0,05 mikron kalınlığındadır [1,2].

Feldispat: Potasyum, sodyum ve kalsiyum alümina silikat bileşimli bir mineral grubuna "feldispat" adı verilmektedir. Yeryüzünde en çok bulunan kristal mineraldir [1]. Feldspatlar seramik bünyelerde yaklaşık % 20 - 45 oranında kullanılır. Sertlikleri 6, özgül ağırlıkları 2.55 - 2.76 g/cm³'tür. Feldispatlar taşıdıkları alkali oksitlere göre isimlendirilirler. Tablo 2.1'de seramik bünyelerde kullanılan feldspatların sertlikleri ve özgül ağırlıkları ile verilmiştir [2].

Tablo 2.1. Seramik bünyelerde kullanılan feldspatlar

	İsim	Kimyasal Formül	Sertlik (Mohs)	Özgül Ağırlık (g/cm ³)
K- Feldspat	Ortoklas	K ₂ O.Al ₂ O ₃ .6SiO ₂	6,00	2,56
Na-Feldspat	Albit	Na ₂ O.Al ₂ O ₃ .6SiO ₂	6,0-6,5	2,61
Ca-Feldspat	Anortit	CaO.Al ₂ O ₃ .2SiO ₂	6,0-6,5	2,7

Özellikle geleneksel seramik malzemeler için feldspat önemli hammaddelerden biridir. Seramik bünyelerde kullanılmasının en önemli sebebi, seramik bünye bileşimlerine K₂O, Na₂O ve CaO bileşiklerini kazandırmaktır. Çünkü seramik yapılarıdaki camsı fazlar bu oksitlerin yardımıyla sağlanmaktadır. Aynı şekilde sırlarda da çok kullanılan önemli bir eriticidir. Seramik bünyelerde eriticilik sağlanarak kristal yapıların birbirine bağlanması gerçekleştirilir ve sinterleme sıcaklığı düşürülür. Fakat yüksek oranda feldspat kullanımında üründe deformasyon gözlemlenebilir [1,2].

Kuvars: SiO₂ bileşiminde olan kuvarsın içinde % 46,7 Silisyum ve % 53,3 Oksijen bulunur. Yerkabuğunda en yaygın minerallerden biri olan kuvarsın sertliği 7, özgül ağırlığı 2.85 g/cm³'tür. Ergime sıcaklığı 1785°C kuvars renksizdir. En çok rastlanan minerallerden biri olan kuvars eridiği bünyelerde genleşme katsayısını düşürücü bir etki yapar. Tam olarak erimemesi durumunda, genleşme katsayısını yükseltir. Aynı zamanda kuvars, plastik olmayan bir hammaddedir ve plastiklik oranını düzenler ve pişirildikten sonra bünyenin mukavemet kazanmasını sağlar.

Kuvars katkısının seramik bünyelere etkisi:

- Çamurun bağlayıcı özelliği ve kuru direnci katkı oranı arttıkça azalır.
- Pişmiş çamurda gözeneklilik ve su emme artar.
- Kuru ve pişme küçülmesi değerlerinde azalma ortaya çıkar. Katkı oranının artması ile birlikte küçülme yerine büyüme görülür [2].

Kireç Taşı, Dolomit: Bileşiminde %50 den daha fazla CaCO₃ kimyasal yapıları kireçtaşı, magnezyum oranı yüksek olan kireçtaşlarına da “dolomit” denir. CaCO₃.MgCO₃ kimyasal formülüne sahip dolomitte %56 CaCO₃ ve %44 MgCO₃ bulunur. Sinterlemeye yardımcı olan bu hammaddeler sır ile bünye arasında ara

tabakanın daha iyi oluşmasını sağlar. Kalsitten düşük sıcaklıklarda (950°C) CO₂ uçarak geriye CaO kalır [1,4].

Talk: Magnezyum, silis ve oksijenden oluşmuş sulu bir silikattır ve doğada bulunan en yumuşak minerallerden biridir. Kimyasal formülü Mg₃Si₄O₁₀(OH)₂'dir. Teorik olarak %63,5 SiO₂, %31,7 MgO ve %4,8 H₂O içerir. Talkın yoğunluğu 2,6–2,8 g/cm³ arasındadır. Talkın ısı ve elektrik iletkenliği zayıftır ancak ateşe dayanıklıdır. Yüksek sıcaklıklarda ısıtıldığında sertleşir, katılaştır ve asitlerle bozulmaz. Asitlerden etkilenmez, yüksek sıcaklıkta sertleşir ve 800°C – 860°C sıcaklıkta amorf silise dönüşür [1,2].

Magnezit: Kimyasal bileşimi MgCO₃ olan magnezit saf halde %47,8 MgO ve %52,2 CO₂'den meydana gelmektedir. Magnezit ısıtıldığında 400°C'den itibaren MgO ve CO₂ bileşenlerine ayrılmaya başlar. Isıtılmaya devam edilirse 680°C sıcaklıkta bozunma tamamlanarak MgO dönüşür. Özgül ağırlığı 3-3,2, sertliği 3,5-5 arasında değişen magnezit bünyenin pişme sırasında sinterlenmesini ve sağlamlaşmasını sağlar [1,2].

2.2. Duvar Karoları Üretim Süreçleri

Seramik duvar karoları kil, kaolen, feldispat, mermer tozu, gibi hammaddelerin öğütülüp belirli oranlarda karıştırılıp plaka halinde şekillendirildikten sonra, sırlı veya sırsız, bir veya birden fazla pişirilerek mukavemet kazanması sonucu elde edilen ürünlerdir [5]. Duvar karoları, yer karolarına göre su emmenin daha fazla, pişme sıcaklığının ise daha az olduğu; tek veya çift pişirim yapılarak üretilen malzemelerdir. Seramik duvar karosu üretim prosesi genel olarak şu şekildedir:

- A. Öğütme
- B. Püskürtmeli Kurutma
- C. Şekillendirme
- D. Kurutma
- E. Sırlama
- F. Pişirme
 1. Tek Pişirim
 2. Çift Pişirim

Öğütme: Seramik bünyelerde kullanılan hammaddeler kuru ve yaş olarak işlem görürler. Bütün bileşenlerin uygun tane büyüklüğüne sahip olmaları gerekir. Bunu sağlamak için ufalama, kırma ve öğütme işlemleri yapılır. Çamur hazırlama yönteminin seçimi ve seçilen bu yöntemin uygulanmasında oluşacak hatalar, üretilen ürünün kalitesini olumsuz yönde etkiler [6]. Şekil 2.1’de öğütme işleminde kullanılan bilyalı değirmen gösterilmektedir.



Şekil 2.1. Seramik üretiminde kullanılan bilyalı değirmenler

Püskürtmeli kurutma: Yaş halde bulunan çamuru granül haline getirmek için kullanılan bir kurutucudur. Bu aşamanın amacı küresel tanecikler oluştururken bünyedeki suyun bir kısmını buharlaştırmaktır [7]. Bu sistem yardımı ile bünye çamuru havuzlardan kurutucu içine taşınır ve yukarıya doğru püskürtülürken aynı anda sıcak hava ile aşağı doğru üflenir. Sıcak hava ile karşılaşan çamur, granül şeklini alır. Püskürtmeli kurutucu iç sıcaklığı yaklaşık 450-500°C aralığına sahiptir. Püskürtmeli kurutucu çıkışına gelen granüller pres silolarına taşınarak stoklanır [8]. Şekil 2.2’de püskürtmeli kurutucu ve kurutucudan çıkan granüller gösterilmektedir.



Şekil 2.2. Püskürtmeli kurutucu ve kurutucudan çıkan granül

Şekillendirme: Tozların uygun sıkıştırma yöntemleri kullanarak yarı ürün ya da son ürün boyutlarında, belirli bir mukavemete sahip parça üretme tekniği olarak tanımlanabilir [9]. Preslere gelen granül çeşitli ebat ve desenlerdeki kalıplara basılır [10].

Seramik duvar karoları için pres basıncı yaklaşık $200 - 250 \text{ kg/cm}^2$, yer karoları ise $380- 500 \text{ kg/cm}^2$ civarındadır [7].

Seramik üretimi gerçekleştirilen her firmanın ebatları birbirinden farklıdır. Genel olarak yer karoları; 80×80 , 60×60 , 45×45 , 33×33 , 45×90 , 30×60 , 15×90 vb. ebatlar çalışırken seramik duvar karoları 30×90 , 25×75 , 25×50 , 50×50 vb. ebatlar çalışılmaktadır.

Kurutma: Seramik bünyelerin pişme öncesinde kurutulduğu bölümdür. Pişme öncesinde üründe kalan su uzaklaşmazsa pişirim sırasında gözeneklerdeki suyun ısınmasıyla aniden oluşan aşırı hacim genişlemesi, ürünün çatlamasına ve parçalanmasına sebep olabilir [8]. Bu aşamada seramik malzemenin eğme mukavemeti artar, çünkü tanecikler birbirine yaklaşırlar ve aralarındaki bağlar kuvvetlenir [7]. Modern fırın döngülerinde, kurutma ile oluşacak boyut değişimi % $0,0 - 0,3$ aralığında olmalıdır. Bu sayede karo yüzey ve kenar çatlakları da önlenmiş olur. Şekil 2.3 de seramik kurutma işleminde kullanılan dikey ve yatay kurutucular gösterilmektedir.



Şekil 2.3. Seramik kurutma işleminde kullanılan yatay ve dikey kurutucular

Sırlama: Sırlar seramik ürün yüzeylerine teknik, estetik ve hijyenik özellikler kazandıran; parlak veya mat camsı tabakalardır. Çeşitli sırlama yöntemleri ile pişmiş veya ham karolar üzerine düzgün ve homojen yüzeyler elde edilmesi sağlanır [7]. Kurutucudan çıkan seramik karolar sırası ile engop ve sır aşamalarından geçerler. Engop; gövde ile sır arasında uygulanan ve iki tabaka arasında uyumu sağlayan aynı zamanda gövde rengini örten tabakadır. Sır ise karo yüzeyini kaplamakta kullanılan camsı tabakadır. Yüzeye pürüzsüzlük verir. Dokusu mat veya parlak, renkli-beyaz veya transparan olabilir. Sırlama işlemi tamamlanan karolar baskı aşamasına geçerler ve daha sonra yüksek sıcaklık fırınlarında pişirilirler. Şekil 3.4 de sırlama bantları ve baskı aşamaları gösterilmektedir.



Şekil 2.4. Sırlama bantları ve baskı aşamaları

Piştirme: Şekillendirilmiş ham seramik bünyeler suya ve kimyasal maddelere dayanıklı, kararlı bünyelere dönüştürülebilirleri için bileşimine ve niteliklerine göre belirlenen sıcaklıklarda az bir defa yüksek sıcaklık fırınlarında pişirilirlir [11]. Şekil 2.5'de seramik üretiminde kullanılan yüksek sıcaklık fırının gösterilmektedir.



Şekil 2.5. Seramik üretiminde kullanılan yüksek sıcaklık fırın örneği

Seramik ürünlerin üretiminde piştirme, önemli bir adımdır. Şekillendirilmiş ve kurutulmuş ürüne, fırında istenilen mikroyapı ve özellikleri kazandırmak için ısı işlem uygulanır ve bu proses, piştirme olarak tanımlanır. Pişirmenin başlamasıyla birlikte seramik ürünlerin bünyesinde; fiziksel, kimyasal ve yapısal değişimler başlar. Bünyeyi oluşturan kil mineralleride kimyasal suyun uçması, organik maddelerin yanması, karbonat ve sülfatların bozunmasından sonra faz değişimleri meydana gelir [12, 13].

Fırınlanma farklı sıcaklık aşamalarından oluşur ve genel olarak bakıldığında; ilk aşama da (yaklaşık 800 °C) malzemenin ısı işlem öncesi fazını ve kil minerallerinin bozunmasını içermektedir. Sonraki aşamada ise (yaklaşık 800°C - 900°C) karbonatlar bozunmaya başlar ve CO₂ çıkışı gözlenir. Daha sonraki aşamada ise (yaklaşık 900°C - 1100°C) karbonatların bozunması ile oluşan toprak alkali oksitlerin (MgO gibi) sentez reaksiyonları ve killerin bozunmasına bağlı olarak artık amorf faz yer alır. Sonraki aşamalar ise önce hızlı sonra yavaş soğumayı içerir. Bu sayede fırınlanmış gövdede bulunan serbest kuvars dönüşümü sırasında oluşan gerilim kontrol altına alınır.

Pişme sırasındaki olaylar, kristal ve cam faz olarak ayrı ayrı gelişmeyip birlikte oluşmaktadır. Sinterleme olayı, cam ve kristal fazı oluşturan malzemelerin

çözünmesiyle ve çeşitli reaksiyonlarla meydana gelir. Sıcaklık arttıkça, kil ve kaolinden dolayı müllit yüzdesi artar. Müllit kristalleri iğne şeklinde olup, birbiri içine girerek bünyenin mekanik dayanımını arttırmaktadır [12].

Seramik duvar karoları tek veya çift pişirim şeklinde pişirilebilirler. Tek pişirim duvar karoları kurutma işleminden sonra sırlama bantlarına girerek uygun şekilde sırlanırlar ve yüksek sıcaklık fırınlarında pişirilirlir. Çift pişirim duvar karoları ise öncelikle şekillendirme aşaması tamamlandıktan sonra kurutma fırınlara girer. Kurutmadan çıkan karolar bisküvi pişirim olarak adlandırılan ilk aşaması gerçekleştirilir. Bisküvi pişirimi gerçekleştiren duvar karoları sırlama bantlarına gönderilerek sırlanırlar. Bu aşamada tamamlandıktan sonra ikinci pişirim olan sırlı pişirim bölümünde tekrar pişirilir.

Seramik üretiminde pişirme en önemli süreç olup iyi ürün elde edebilmek için pişirme hızı denetlenmeli, fırında uygun bir sıcaklık dağılımı olmalı, pişirme süresi iyi seçilmeli ve soğutma kontrol altında tutulmalıdır [11].

Seramik endüstrisinde yer ve duvar karolarının tamamı TS EN ISO Standartlarına uygun şekilde yapılmaktadır.

2.3. TS EN 14411 Standardında Duvar Karolarının Fiziksel, Mekanik, Termal Özellikleri

Seramik sektöründe tüm pişmiş karoların kesme testi, su geçirgenliği, mürekkep testi, deformasyon, su emme, rutubet (nem) genleşmesi, ham ve pişmiş mukavemet, otoklav ve harkot (Termal Şok) gibi tüm analizleri yapılır. Aşağıda Tablo 2.2’de seramiklere uygulanan TS EN ISO Standardına göre tüm testlerin standartları verilmiştir.

Tablo 2.2’de seramik bünyelere uygulanan temel testler ve standartları Tablo 2.3 ise TS EN ISO Standardına göre yer ve duvar karolarının bazı standartların teknik özelliklerini vermektedir.

Tablo 2.2. Seramik bünyelere uygulanan temel testler ve standartları [14].

SERAMİK KARO TESTLERİ	STANDARTLAR
Seramik Karolar Numune Alma Ve Kabul Esasları	TS EN ISO 10545-1
Seramik Karolar Boyut ve Yüzey Kalitesi Tayini	TS EN ISO 10545-2
Seramik Karolar Su Emme, Görünen Gözeneklilik, Görünen Bağlı Yoğunluk ve Hacim Kütleli Tayini	TS EN ISO 10545-3
Seramik Karolar Eğilme Dayanımı ve Kırılma Dayanımı Tayini	TS EN ISO 10545-4
Seramik Karolar Çarpma Dayanımı Tayini-Geri Gelme Katsayısı Ölçümü	TS EN ISO 10545-5
Seramik Karolar Sırsız Karolarda Derin Aşınma Tayini	TS EN ISO 10545-6
Seramik Karolar Sırlı Karolarda Yüzey Aşınmasına Dayanıklılık Tayini	TS EN ISO 10545-7
Seramik Karolar Lineer Isıl Genleşme Tayini	TS EN ISO 10545-8
Seramik Karolar Isı Şokuna Dayanıklılık Tayini	TS EN ISO 10545-9
Seramik Karolar Rutubet Genleşmesi Tayini	TS EN ISO 10545-10
Seramik Karolar Sırlı Karoların Çatlamaya Dayanım Tayini	TS EN ISO 10545-11
Seramik Karolar Dona Dayanıklılık Tayini	TS EN ISO 10545-12
Seramik Karolar Kimyasal Maddelere Dayanıklılık Tayini	TS EN ISO 10545-13
Seramik Karolar Lekelenmeye Dayanıklılık Tayini	TS EN ISO 10545-14
Seramik Karolar Sırlı Karolardan Ekstrakte Edilen Kurşun ve Kadmiyumun Tayini	TS EN ISO 10545-15
Seramik Karolar Küçük Renk Farklılıklarının tayini	TS EN ISO 10545-16

Tablo 2.3. TS EN ISO Standardına göre yer ve duvar karolarının bazı standartların teknik özellikleri

Teknik Özellikler ve Standart Kodlar	Yer Karosu Teknik Özellikleri	Duvar Karosu Teknik Özellikleri
	TS EN 14411 Grup BIb	TS EN 14411 Grup BIII
% Su Emme (E) TS EN ISO 10545-3	$0,5 < E \leq 3$	Min. 10
Eğilme Dayanımı (N/mm ²) TS EN ISO 10545-4	Min. 30	Min. 15
Çatlamaya Dayanım TS EN ISO 10545-11	5 Atm. basınçta 2 saat	5 Atm. basınçta 2 saat
Isıl Şok Dayanımı TS EN ISO 10545-9	Gereklidir (150°C'de 10çevrim)	Gereklidir (150°C'de 10çevrim)
Lekelenme Dayanımı TS EN ISO 10545-14	Min. Sınıf 3*	Min. Sınıf 3
Ev Kimyasallarına Dayanım TS EN ISO 10545-13	Min. Sınıf GB**	Min. Sınıf GB
Asit ve Bazlara Dayanım TS EN ISO 10545-13	Üretici belirtir	Üretici belirtir
Dona Dayanım TS EN ISO 10545-13	Gereklidir	---

* Deney numune temizliğinin üç aşamadan geçtikten sonra kabul olmuş halidir. İlk aşama deney numunesi akan su altında 5 dakika yıkanır ve sonra yüzeyi nemli bezle silinir. İkinci aşama da Numune zayıf temizleme maddesi ile aşındırıcı olmayan doğal bir sünger veya bezle, elle temizlenir. Daha sonra numune yüzeyi akan su ile durulanır ve nemli bezle silinir. Üçüncü aşamada ise numune güçlü temizleme maddesi ile mekanik olarak temizlenir. Minimum üçüncü aşamadan sonra çıkan lekeler standart gereğince kabul edilmektedir [15].

** GB sınıfı numune görünümünde belirgin deęişiklik var anlamına gelmektedir. Minimum bu şekilde olan ürünler standart gereęince kabul görmektedir [16].

Tez çalışmalarını boyunca kullanılan testlerin prensipleri ařaęıda kısaca açıklanmıştır.

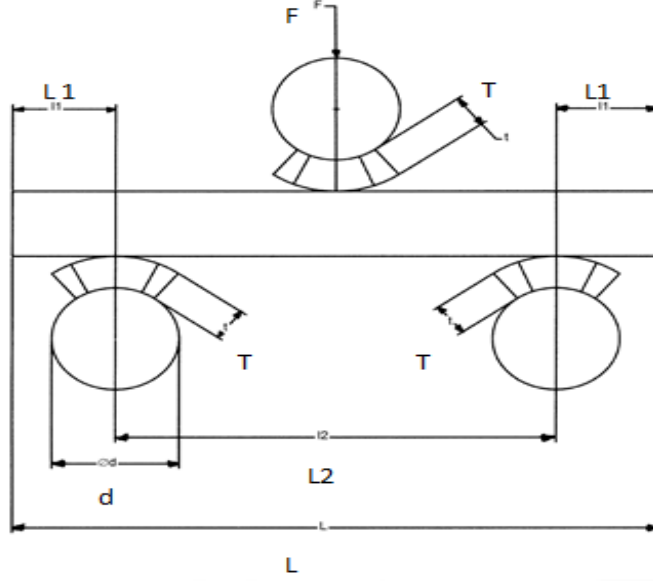
Seramik Karolar Su Emme, Görünen Gözeneklilik, Görünen Baęıl Yoęunluk Ve Hacim Kütlesi Tayini: Seramik karoların su emme, görünen gözeneklilik, görünen baęıl yoęunluk ve hacim kütlelerinin tayini ile ilgili metotları kapsar. Numunelerin açık gözeneklerine su girmesi için, kaynatma ve vakum altında suya daldırma gibi iki metot vardır. Kaynatma ile kolaylıkla su doldurulabilen açık gözeneklere su girer, vakum metodu ise hemen hemen tüm gözenekleri doldurur. Şekil 2.6'da vakumlu ve kaynatma metodu ile su emme test cihazları gösterilmektedir.



Şekil 2.6. Su emme tayini için kullanılan cihazlar

TS EN ISO Standardına göre seramik yer karolarında su emme deęeri % 3 - % 0.5, duvar karolarında ise minimum % 10 oranında tutulmalıdır.

Seramik Karolar Eğme Dayanımı ve Kırılma Dayanımı Tayini: Bu standart, bütün seramik karoların kopma modülünün ve kırılma dayanımının belirlenmesine dair deney yöntemini kapsar. Şekil 2.7'de kırılma dayanımı test düzeneęi gösterilmektedir.



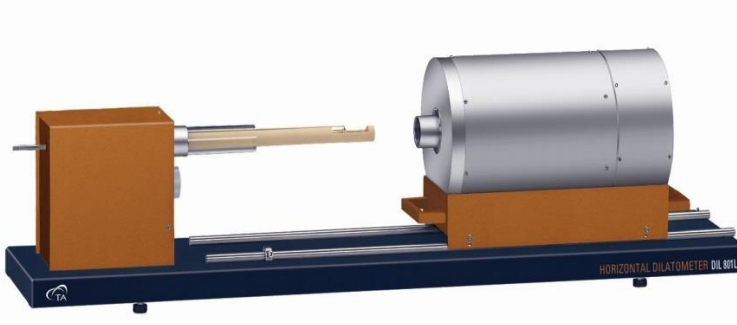
Şekil 2.7. Kırılma dayanımı tayini prensibi [14].

Standarda göre deney numuneleri, mesnet çubuklarından L1 mesafesi kadar dışarı çıkıntı olacak şekilde karonun sırlı veya üst yüzeyi yukarıya gelecek şekilde mesnet çubukları üzerine yerleştirilmelidir.

Merkezi çubuk, mesnetler arasında eşit mesafeye yerleştirilmelidir. Saniyede $1 \pm 0,2$ N/mm²'lik bir kuvvet artışı elde edilecek şekilde bir yük uygulanır ve kırılma yükü (F) kaydedilir.

TS EN ISO 14411 Standardına göre seramik duvar karolarında mukavemet değeri 15 N/mm² aralığında olması gerekmektedir.

Seramik Karolar Lineer Isıl Genleşme Tayini: Bu standart, seramik karoların doğrusal ısıl genleşme katsayısının belirlenmesiyle ilgili bir deney yöntemi tanımlar. Dilatometre cihazı kullanılarak ısıl genleşme katsayısı değeri bulunabilir. Dilatometre cihazı ile test edilecek olan malzemenin ısı karşısında gösterdiği boyut ve faz değişimleri biçim bozulması, yeniden kristalleşme ve sinterleme gibi davranışları elektronik veya optik sistemler ile kaydedicilere aktarılır. Bir dilatometre fiziksel ya da kimyasal sürecin sonucunu, hacim değişimini ölçen bir bilimsel araçtır [17]. Dilatometre cihazı ile malzemelerdeki boyutsal değişimler ölçülüp doğrusal termal genleşme katsayısı, camsı geçiş sıcaklığı, genleşme / büzülme, malzemelerin yumuşama davranışları hakkında bilgi sahibi olunur [18]. Şekil 2.8'de dilatometre cihazı ile numune şekli gösterilmektedir.



Şekil 2.8. Dilatometre ve numune şekli

Seramik Karolar Küçük Renk Farklılıklarının Tayini: Standart, düz renkli seramik karolar arasındaki küçük renk farklılıklarını ölçmek için renk ölçüm cihazlarının kullanılmasına yönelik bir yöntemi açıklamaktadır. Bu standart sanatsal amaçlar için üretilen renk varyasyonları için geçerli değildir.

Seramik Karolar Rutubet Genleşmesi Tayini: Rutubet genleşmesi yeniden ısıtılıp soğutulan karonun kaynar su içerisine daldırılarak genişletilmesi sonucu oluşturulan hızlandırılmış bağıl genişlemedir. Yeniden ısıtılan karoyu kaynar su içerisine daldırma ve uzunluğundaki oransal değişim ölçülmesi prensibine dayanır [14].

Rutubet genleşmesi, ürün kalitesini etkileyen özelliklerdendir [19]. Fırın çıkışından haftalar aylar sonra bile ortaya çıkan özellikle de karo boyutu artıkça önemli bir sorun haline gelen bir kavramdır [20]. Bu durumdan dolayı özellikle seramik duvar karolarında sürekli kontrol altında tutulmalıdır [21]. Çünkü seramik endüstrisinde yer alan duvar karoları, yer ve porselen karolara göre; yüksek gözeneklilik ve yüksek su emme değerlerine sahip olduğundan dolayı daha kararsız yapıdır ($E > \% 10$, EN 14411 Grup BIII). Yüksek su emme değerine sahip olan duvar karolarının ana fazları zaman içerisinde su ile temas ettiğinde suyu emebilir ve boyutlarını arttırabilir bundan dolayı seramik ürünler çatlayabilir veya yerinden sökülebilir [22]. Rutubet genleşmesinin kaçınılmazlığı göz önünde bulundurulduğunda, istenmeyen etkilerini önlemek için prosedürlerin oluşturulması gerekmektedir. Çünkü bu kavramı kontrol etmek yüksek kalite elde etmek için önemli noktalardan biridir [23, 24].

Rutubet genleşmesi etkileyen ana nedenler hammadde mineralojisi ve karo üretim sıcaklığıdır. Seramik duvar karoları içerisinde reaksiyona girmemiş CaO, alkali oksitler, demir oksit, titan oksit gibi hammaddelerin oluşturduğu amorf camsı faz ve /

veya reaksiyona girmeden kalan amorf alümina silikattan dolayı rutubet genişmesi ortaya çıkmaktadır [25, 26] Bünye içerisinde kimyasal olayların gerçekleşmesi pişme ve soğuma esnasında hacimsel genişmeye sebep olabilir. Bu nedenle bünye kompozisyonunun ve pişme sıcaklığının doğru şekilde ayarlanması rutubet genişme değerinin düşmesine neden olacaktır [20,27].

TS EN ISO 10545-10 “Rutubet Genleşmesi Tayini” standardına göre rutubet genişmesi iki şekilde ölçülebilir:

1. Yeniden Isıtma İşlemi: Deney numuneleri 150°C/saatlik sıcaklık artış hızında, 600°C’ye kadar ısıtacak kapasitedeki ve $\pm 15^\circ\text{C}$ fazla hassasiyetteki fırında iki saat süre 550 \pm 15 °C de tutularak yeniden ısıtılır. Deney numuneleri fırın içerisinde 70 \pm 10 °C’ye düşünceye kadar fırın içerisinde bekletilir. Daha sonra desikatör içinde 24-32 saat arasında bekletilir. Her deney numunesinin ilk uzunluğu deney numunesi ile aynı uzunluktaki izoleli tutma kolu olan nikel-çelik mukayese çubukları ile karşılaştırılarak sonuç tespit edilir. Deney numuneleri üç saatlik aralar ile iki kez ölçülür.

2. Kaynar Suda İşlem: Deiyonize veya damıtık su kaynatma cihazı içerisinde kabın tabanına, kenarlarına ve birbirine değmeyecek şekilde yerleştirilir. En az 100 mm uzunlukta en az 35 mm genişlikteki deney numuneleri üzerine devamlı olarak en az 5 cm su bulunacak şekilde kaynatma cihazında kesintisiz 24 saat süreyle kaynatılır. Şekil 2.9’da rutubet genişmesi ölçümünün yapıldığı örnek kazan gösterilmektedir.



Şekil 2.9. Rutubet genişmesi ölçümünün yapıldığı örnek kazan

Kaynama işlemleri tamamlandıktan sonra deney numuneleri bir saat ve takip eden üç saat sonra ölçülür.

Ölçüm sonuçları aşağıda ki gibi hesaplanmaktadır:

$$\frac{\Delta L}{L} \times 1000 \text{ (mm/m)} \quad (2.1)$$

ΔL : İki ortalama mesafe arasındaki farkın mm olarak değeri

L: Deney numunesinin mm olarak ilk ortalama uzunluğu

Rutubet genişmesi yüzde olarak da aşağıdaki gibi hesaplanır:

$$\frac{\Delta L}{L} \times 100 \text{ (\%)} \quad (2.2)$$

TS EN ISO 10545-10 Standardı EK A'nın vermiş olduğu bilgiye göre maksimum rutubet genişmesi değeri % 0,06 olarak alınması önerilmektedir [28].

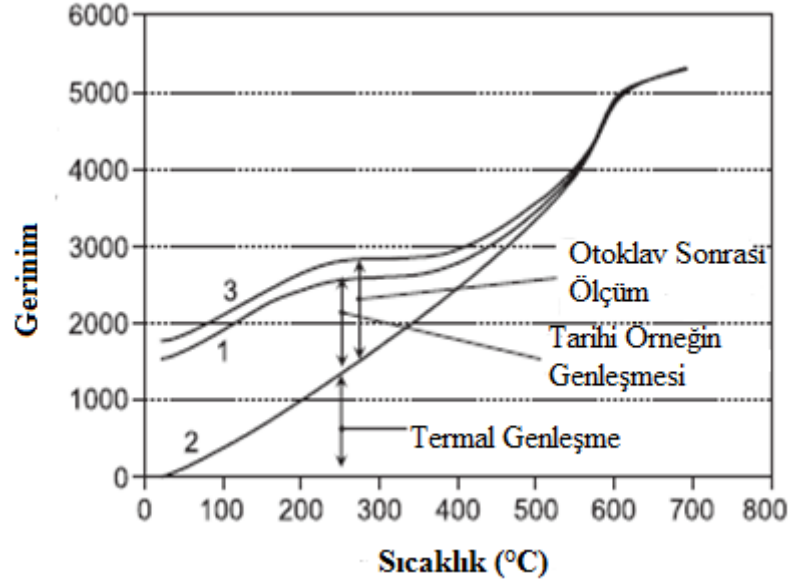
Rutubet genişmesi tayini yukarıda da anlatıldığı gibi TS EN ISO Standardına göre uzun bir süre gerektiren testler kullanılarak belirlenmektedir. Bu tayine ek olarak daha kısa, avantajlı ve insandan bağımsız hassas şekilde rutubet genişmesi değerini veren dilatometrik yöntem geliştirilmiştir.

Vokac ve ark. [29] seramik bünyelerdeki rutubet genişmesini belirlemek için çalışmalar yapmışlar ve bu çalışmalarında farklı bölgelerden alınan farklı kimyasal ve mineralojik yapılara sahip tarihi kiremitler kullanmışlardır. TS EN ISO 10545-10 "Rutubet Genişmesi Tayinini" standardına ek olarak dilatometrik analizler gerçekleştirerek rutubet genişmesi değerlerini hesaplamışlardır. Ortaya çıkan bu yeni yöntem 3 aşamadan oluşmaktadır.

Birinci Aşama: Belirlenen örnek numune, 105°C de sabit bir kütleye gelene kadar bekletilir. Sıcaklık 5°C/dk hızla 685°C'ye yükseltilir. Bu olay en yüksek sıcaklığa kadar izlenir.

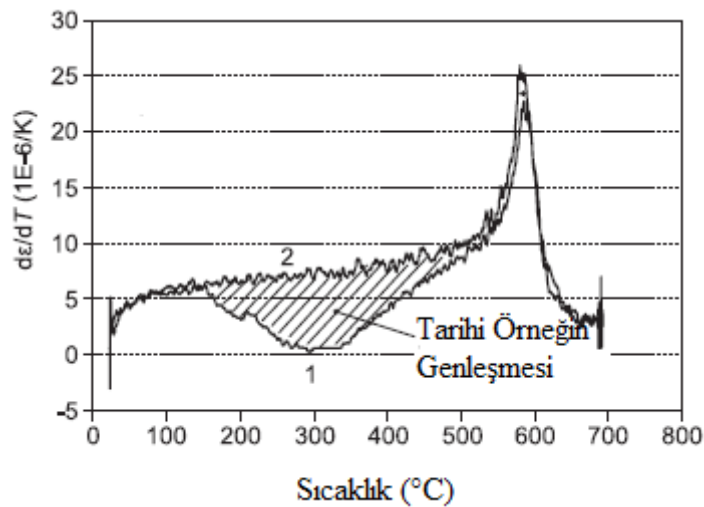
İkinci Aşama: Tavlanmış örnek üzerinden gerçekleştirilir ve ilk tavlama sonrası geçen süre maksimum 24 saat olmalıdır.

Üçüncü Aşama: Yaşlanmayı belirlemek için otoklava koyulan numune otoklav çıkışı tekrar ölçülür [29].



Şekil 2.10. Dilatometrik ölçümlerin Gerinim-Sıcaklık analizleri [29]

Yukarıdaki Şekil 2.10.'de rutubet genişmesini belirlemek için Vokac ve arkadaşlarının gerçekleştirdiği üç aşamanın gerinim-sıcaklık eğrisi gösterilmiştir. Şekil 2.10.'deki gerinim-sıcaklık ilişkisinde, üç aşama içinde 685 °C'de rehidrasyon gerçekleştiği için uç noktalar aynı olacak şekilde çizilmiştir. Dilatometrede birinci ve ikinci tavlama arasındaki fark kimyasal suyun seramik bünyeden dışarı atılmasından kaynaklanır ve rutubet genişmesine eşdeğeridir. Benzer şekilde ikinci ve üçüncü arasındaki hızlandırıcı testten sonra yapılan ölçüm de rutubet genişmesi değerini vermektedir. Belirtilen alanlardaki rutubet genişmesinin sayısal değerleri grafiklerin türevleri altındaki alan hesaplanarak bulunmaktadır [29].

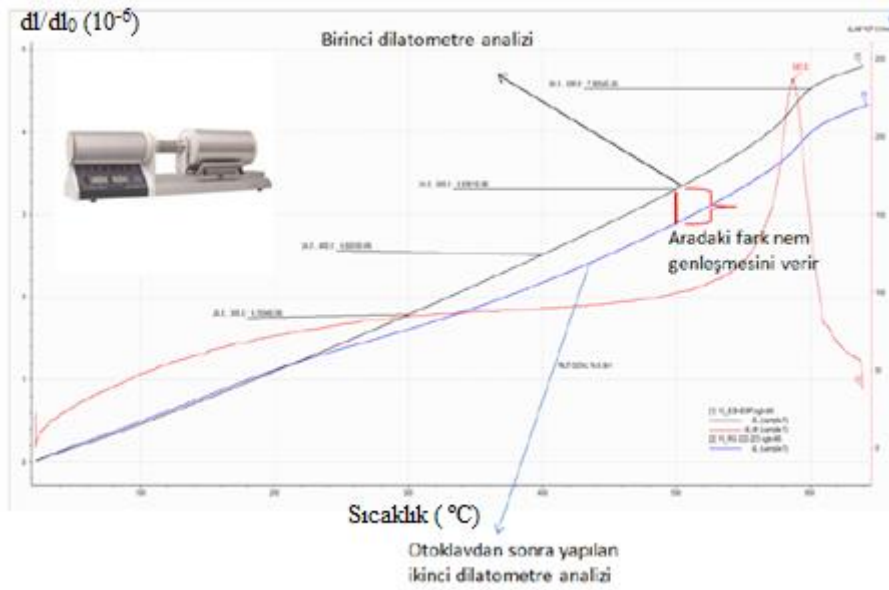


Şekil 2.11. Gerinim-Sıcaklık eğrilerinin türevleri (1.ve 2. tavlamaların) [29]

Şekil 2.10.'da belirtilen birinci ve ikinci aşamanın gerinim sıcaklık eğrilerinin türevleri, Şekil 2.11.'de çizilmiştir; burada çizgili alanda belirtilen bölge geri dönüşsüz rutubet genişlemesine işaret etmektedir [29].

Tarhan ve arkadaşları [22] ise perlit kullanımının seramik duvar karosu teknik özelliklerine etkisini incelemek amacı ile standart duvar karosu bünye kompozisyonuna belirli oranlarda pegmatit yerine perlit ekleyerek bünyelerin pişme küçülmesi, su emme, renk değerleri (L, a, b) ölçmüştür. Farklı bünyelerin ısı genleşme katsayıları ve bu yöntemi kullanarak rutubet genişmesi değerleri incelenmiştir.

Rutubet genişmesi değeri için öncelikle numunelerin ısı genleşme katsayı değerleri ölçülmüştür. Daha sonra aynı numuneler otoklavda 6 atmosfer basınç altında 3,5 saat su basıncına maruz bırakılarak yaşlandırılmıştır ve dilatometre ile ısı genleşme katsayısı tekrar ölçülmüştür. Şekil 2.12.'da numunelerin otoklav öncesi ve sonrası dilatasyon eğrileri grafikte gösterilmiştir. Tarhan ve ark. eğriler arasındaki farkın rutubet genişmesi değerine eşdeğer olduğunu belirtmiştir [22].



Şekil 2.12. Dilatometrik yöntem ile rutubet genişmesi hesabı [22]

Seramik duvar karolarında bünyelerin nem ile etkileşmesi sonucunda rutubet genişmesi gözlenmektedir. Bu durum bünye pişiriminden uzun süre sonra da ortaya çıkabileceği gibi sır stresini değiştireceğinden sır çatlaklarına da yol açabilir. Bundan

dolayı rutubet genişmesi değerin kontrol altında tutulması gözenekli yapılar için oldukça önemlidir [30].

Plesingerova ve ark. [30] gözenekli bünyelerdeki bünye ve sır termal genişme katsayıları uyumu ile rutubet genişmesini çalışmışlardır. Bünyeye uygulanacak olan doğru sır seçimi için özellikle pişme sıcaklığı, bünye genişme katsayısı, sır genişme katsayısı gibi özelliklerin bilinmesi gerektiğini vurgulamışlardır. Eğer bünye ile sır arasında doğru uyum sağlanırsa pişme işleminden sonra soğutma sırasında gerilme veya sıkıştırmadan dolayı sır çatlakları gözlenmez. Bünyelerin nem ile etkileşmesi sonucu ortaya çıkan rutubet genişmesi kavramı ile sırdaki gerilme değişmekte ve durum sır çatlamasına neden olmaktadır. Bu durumu en aza indirmek için yapmış oldukları çalışmalarda bünyelerin hidrasyon kabiliyetini azaltarak, sistem kristallikliğini artırmak için ham bileşim veya pişme sıcaklığında değişim yapılarak rutubet genişmesi değerin azaltılabileceği ve böylelikle buna bağlı olan sır çatlamların ortadan kaldırılabileceği belirtilmiştir [30, 31].

3. MATERYAL VE YÖNTEM

3.1. Materyal

Tez çalışmasında farklı bölgelerden temin edilen üç kil, iki kaolen, bir feldspat ve bir mermer tozu kullanılmıştır. Tablo 3.1 ve 3.2’de tez çalışmaları boyunca kullanılan hammaddelerin kimyasal analizlerinin değer aralıkları ve fiziksel özellikleri verilmektedir. Tüm hammaddeler yurt içinden temin edilmiştir.

Tablo 3.1. Kullanılan hammaddelerin kimyasal analizleri (%ağırlık)

Hammadde Oksitler	Kil1	Kil2	Kil3	Kaolen1	Kaolen2	Feldspat	Mermer Tozu
SiO₂	60-65	60-65	65-70	75-80	65-70	70-75	1-5
Al₂O₃	20-25	25-30	15-20	15-20	25-30	15-20	1-5
Fe₂O₃	1-5	1-5	1-5	0-3	0-5	1-5	0-2
K₂O	0-3	0-3	0-3	0-3	0-3	1-5	0
Na₂O	0	0	1-3	1-3	0	1-3	0
SO₃	0-3	0-3	0	0-3	0-3	0	0
TiO₂	0-3	0-3	0-3	0-3	0-3	0-3	0
CaO	0-3	0-3	0-3	0-3	0-3	1-3	50-55
MgO	0-1	0-1	0-1	0	0	0-1	0-1
A.Z.	5-10	5-10	5-10	5-10	5-10	5-10	40-50
Toplam	100	100	100	100	100	100	100

Tablo 3.2. Kullanılan hammaddelerin fiziksel özellikleri

Fiziksel Özellikler		Kil1	Kil2	Kil3	Kaolen1	Kaolen2	Feldspat	M.Tozu
% Boyutsal Değişim		2,53	3,51	1,48	0,41	1,10	0,23	0,40
% Su Emme		15,47	11,41	13,65	20,48	20,45	18,55	-
Renk Değerleri	L	79,68	78,97	58,31	86,20	85,17	88,53	95,17
	a	6,32	6,48	18,04	5,26	7,33	3,11	0,08
	b	9,34	14,50	28,80	6,32	8,50	12,12	3,60

3.2. Yöntem

3.2.1. Kompozisyon (Reçete) Hazırlanması

Tez çalışmasında Graniser Seramik AŞ firmasının standart duvar karosu (STD) kompozisyon reçetesi esas alınarak literatür destekli çalışmalar ile üç farklı kompozisyon (D1-D3) hazırlanmıştır. Hazırlanan kompozisyonların yüzdelik dağılımları aşağıda Tablo 3.3'te belirtilmiştir. Ayrıca hazırlanan her bir kompozisyonun Seger analizleri yapılmıştır. Sonuçlar bulgular ve tartışma bölümünde incelenecektir.

Tablo 3.3. Standart ve hazırlanan duvar karosu reçetelerinin ağırlıkça % kompozisyon içerikleri

Hammaddeler (%)	STD	D1	D2	D3
Kil	44	44	44	44
Kaolen	18	23	22	26
Feldspat	28	28	26	20
Mermer Tozu	10	5	8	10

Yukarıdaki tablo 3.3'de yüzdelik oranları belirlenen kompozisyonlar toplam reçete ağırlığı 500 gram olacak şekilde hesaplanarak hazırlanmıştır. Kompozisyonlar laboratuvar tipi hızlı bilyalı değirmenler (Şekil 3.1) yardımıyla yaş öğütme yapılarak homojen bir şekilde 14 dakika öğütülmüştür. Çamur haline gelen kompozisyonlar granül haline getirebilmek için, geniş bir kapta 100 °C de etüvde kurutulmuştur. Kurutulan çamurlar laboratuvar tipi mikser (Şekil 3.2) yardımı ile karıştırıldıktan, öğütüldükten sonra 1 mm'lik elek yardımı ile elendikten sonra % 5-7 oranında nemlendirilmiştir.



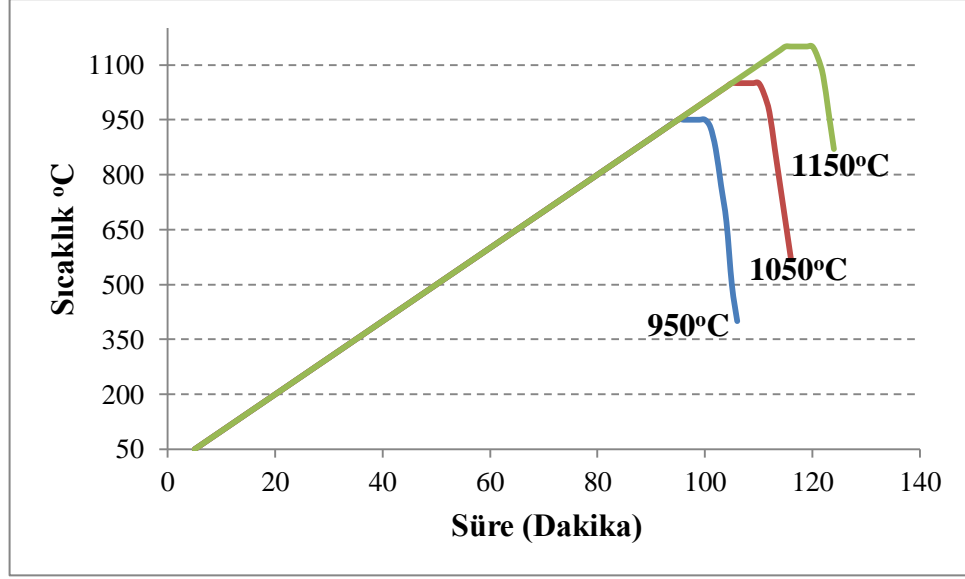
Şekil 3.1. Laboratuvar tipi jet değirmen **Şekil 3.2.** Laboratuvar tipi mikser

3.2.2. Kuru Presleme

Bölüm 3.2.1’de anlatılan tüm aşamalar tamamlandıktan sonra standart ile birlikte dört farklı kompozisyona ait granüller presleme işlemine hazır haline gelmektedir. Tüm kompozisyonlar laboratuvar tipi b & t marka pres yardımı ile preslenmiştir. Presleme işlemi 50 mm x 100 mm pres kalıbına sahip olan presin haznesini 70 gram granül ile homojen bir şekilde doldurularak 150 kg/cm² tek yönlü pres basıncında tamamlanmıştır. Kuru presleme işlemi tamamlandıktan sonra kompozisyonlar 50 mm x 100 mm boyutlarında plakalar haline getirilmiştir. Her bir kompozisyondan sekiz adet plaka olmak üzere toplamda 96 adet plaka hazırlanmıştır.

3.2.3. Pişirme

Şekillenen plakalar öncelikle ani sıcaklık etkinleri ortadan kaldırmak adına, içerisindeki nemi uzaklaştırmak için 100 °C etüvde 20 dakika bekletilmiştir. Etüvde kuruma işlemi tamamlanan plakalar Protherm marka kül fırınında belirlenen üç farklı sıcaklıkta 950 °C, 1050 °C ve 1150 °C tek pişirim olacak şekilde pişirilmiştir.



Şekil 3.3. Kül fırını pişirme rejimi

Hazırlanan plakalar, Protherm marka kül fırınında, şekil 3.3'de belirtilen pişirme rejiminde dakikada 10 °C hız ile tepe sıcaklığına ulaşmıştır. Tepe sıcaklığında beş dakika bekletilen plakalar kül fırını içerisinde soğumaya bırakılmıştır. Pişmiş numuneler aşağıdaki Tablo 3.4'de pişirme sıcaklık ve reçetelerine göre kodlanmıştır.

Tablo 3.4. Pişmiş numunelerin pişme sıcaklığına ve reçete çeşidine göre kodları

Sıcaklık (°C) Reçete	950	1050	1150
STD	STD-950	STD-1050	STD-1150
D1	D1-950	D1-1050	D1-1150
D2	D2-950	D2-1050	D2-1150
D3	D3-950	D3-1050	D3-1150

3.3. Karakterizasyon

3.3.1. Faz Analizi

Farklı sıcaklıklarda pişmiş duvar karosu kompozisyonlarının faz analizleri X- Işını Difraktometresi (XRD) ile incelenmiştir. XRD faz analizi için sinterlenmiş seramik duvar karosu kompozisyonları bir havan içerisinde öğütülerek 75 µm ve altında toz haline getirilmiştir.

Analizler Bakır hedef malzemesi kullanılarak CuK α dalgaboyu $\lambda=1,54060 \text{ \AA}$ olan Panalytical Empyrean XRD cihazında yapılmış ve tarama aralığı olarak $2\Theta: 10^\circ-70^\circ$ seçilmiştir.

3.3.2. Mikroyapı Analizi

3 farklı sıcaklıkta sinterlenmiş kompozisyonların mikro yapısal analizleri iki şekilde incelenmiş ve analizleri yapılmıştır.

Mikro yapısal görüntüleri elde etmek amacıyla küçük parçalara kesilmiş plakalar soğuk kalıplama işlemine tabi tutulmuştur. Yüzey düzgünlüğünü sağlamak amacıyla zımparalama ve parlatma işlemleri gerçekleştirilir. Taramalı Elektron Mikroskobu öncesi incelenecek olan numuneler % 3 HF ile 60 saniye süre ile dağlanmıştır.

Yüksek büyütme elde edilebilmesi ve element analizi (EDS) yapabilmesi amacıyla Carl Zeiss 300VP marka Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) cihazı kullanılarak analizler gerçekleştirilmiştir. Şekil 3.4’de kullanılan SEM cihazı gösterilmektedir.



Şekil 3.4. Carl Zeiss 300VP marka taramalı elektron mikroskobu (SEM) cihazı

3.3.3. Mukavemet (Eğme Dayanımı)

Sinterleme işlemi gerçekleştirilmiş plakaların pişmiş mukavemet değerleri TS EN ISO 10545-4 “Kopma Modülünün Ve Kırılma Dayanımının Belirlenmesi” standardına göre üç nokta eğme cihazında ölçülmüştür. Şekil 3.5’de 3 nokta eğme cihazı gösterilmektedir.



Şekil 3.5. Üç nokta eğilme cihazı

Cihazın destek ayakları üzerine yerleştirilen karoya, giderek artan yüklerle kırılıncaya kadar basınç uygulanmıştır. Farklı sıcaklıklarda pişen plakalardan 4’er adet mukavemet değerine bakılmıştır. Pişmiş mukavemet aşağıda verilen formüle (denklem 3.1) göre hesaplanmıştır.

$$\sigma = \frac{3 \times P \times L}{2 \times b \times d^2} \quad \text{N/mm}^2 \quad (3.1)$$

P: kırma kuvveti (N)

L: mesnetler arası mesafe (mm)

b: numunenin kırılan yüzeyinin eni (mm)

d: numunenin kırılan yüzeyindeki yükseklik (mm)

3.3.4. Su Emme

Bölüm 3.2.3’te belirtilen sinterleme işlemleri çalışılan dört ayrı kompozisyona uygulanmıştır. Seramik duvar karosu kompozisyonlarından hazırlanan plakaların her birinden kesilen 4 adet numuneden % Su Emme değerleri ölçülmüştür. Şekil 3.6’da vakumlu su emme cihazı gösterilmektedir



Şekil 3.6. Vakumlu su emme cihazı

% Su Emme Değerleri TS EN ISO 10545-3 “Su Emme, Görünür Gözeneklilik, Görülür Bağlı Yoğunluk Ve Hacim Kütlelerinin Tayini” Standardına göre 10 ± 1 kPa vakum altında 30 dakika süre ile bekletilerek gerçekleştirilmiştir. Su Emme tayinine başlamadan önce kuru ölçümleri alınan her bir plaka, test bitiminde tek tek alınarak bir havlu üzerinde hafif kurularak yaş tartımları gerçekleştirilir.

Plakaların % Su emme oran hesabı aşağıda verilen eşitlik (denklem 3.2) ile hesaplanmıştır.

$$\% \text{ Su emme} = \frac{W_c - W_a}{W_a} \times 100 \quad (3.2)$$

Wa: Kuru numunenin havadaki ağırlığı

Wc: Su ile sızdırılmış numunenin havadaki ağırlığı

3.3.5. Renk Tayini

Pişmiş numunelerin kromatik koordinatları Konica Mimolta model renk ölçüm cihazı ile belirlenmiştir. Yapılan renk ölçümleri sonucunda L, a ve b değerleri elde edilmiştir.

L*a*b* renk değer ölçümü en çok kullanılan renk tayini yöntemidir. İnsan gözünün algılayabildiği tüm renkleri tanımlar.

L, a, b, renk değerlerinin özellikleri aşağıda sıralanmıştır:

L – Açıklık koordinatı (L*=0 siyahı gösterir ve L*=100 beyazdır)

a – kırmızı/yeşil koordinatıdır, +a* kırmızıyı, – a* ise yeşili belirtir

b – sarı/mavi koordinatıdır ve +b* sarıyı, -b* ise maviyi belirtir.

3.3.6. Termal Ölçümler (Isıl Genleşme Davranışı)

Pişmiş plakaların ısıl genleşme davranışını belirlemek amacıyla firmada bulunan Bahr model 801 L marka dilatometre kullanılmıştır (Şekil 3.7).



Şekil 3.7. Bahr model 801 L marka dilatometre cihazı

50 mm x 5 mm boyutlarında kesilen pişmiş karoların ısıl genleşme davranışları yüksek hassasiyete sahip dilatometre cihazı ile 5 °C/dk ısıtma hızı ile 650 °C maksimum sıcaklığına kadar çıkılarak ölçülmüştür.

Termal Isıl genleşme katsayısı aşağıda verilen eşitlik (denklem 3.3) yardımı ile hesaplanmaktadır.

$$\alpha = \frac{\Delta l}{l} \times \frac{1}{\Delta T} \quad (1/^{\circ}\text{C}) \quad (3.3)$$

α : Termal Genleşme Katsayısı

Δl : Boydaki değişim

l : Numunenin İlk Boyu

ΔT : Sıcaklık Farkı

4. BULGULAR VE TARTIŞMA

Bölüm üç materyal ve metot kısmında açıklanan yöntemler ve karakterizasyon teknikleri ile; “Standart, D1, D2, D3” reçetelerine ait kompozisyonlardan (Tablo 3.3) üretilen plakalar üç farklı sıcaklıkta pişirilmiştir ve karakterizasyon sonuçları bu bölümde verilmektedir.

4.1. Seger Analiz Sonuçları

Tez çalışmaları için hazırlanan her bir kompozisyonun Seger analiz sonuçları Tablo 4.1, 4.2, 4.3 ve 4.4’de verilmiştir. Tablolardaki sonuçlar incelendiğinde tüm kompozisyonların bazik oksitlerin mol oranlarının toplamının 1,00 olacak şekilde hesabı yapılmıştır. Bazik oksitler toplamı 1 mole eşitlendiğinde kompozisyonu oluşturan diğer amfoterik ve asidik oksit miktarları molce karşılaştırılabilir. D1 kompozisyonun amfoterik oksit miktarı (2,00 mol) ve asidik oksit miktarı (11,10 mol) diğer kompozisyonlara göre daha yüksek değerlerdedir. Bu kompozisyonda feldispat toplamının göreceli olarak diğer kompozisyonlardan fazla olarak kullanılması kompozisyonun diğer kompozisyonlara göre daha yüksek amfoterik ve asidik oksit yapısında olmasına neden olmuştur. Buna karşılık en düşük amfoterik ve asidik oksit kompozisyon yapısını standart kompozisyon göstermektedir. Ayrıca Tablo 3.3’deki, standart ve diğer duvar karosu kompozisyonlara ait olan reçetelerin % kil, kaolen, feldispat ve mermer tozu dağılımları incelendiğinde mermer tozunun fazla olduğu STD ve D3 reçetelerinin seger analizlerinde asidik oksit miktarı D1 ve D2 reçetelerine göre daha düşüktür. Aynı zamanda amfoterik oksit değeri mermer tozu azaldıkça 1,50’nin üzerine çıkmıştır.

Tablo 4.1. Standart kompozisyonun (STD) seger analizi

STD					
Bazik Oksit	%Molce	Amfoterik Oksit	%Molce	Asidik Oksit	% Molce
Li₂O	0	Al₂O₃	1,19	SiO₂	7,03
Na₂O	0,08	Fe₂O₃	0,08	B₂O₃	0
K₂O	0,14			ZrO₂	0
CaO	0,72			TiO₂	0,05
MgO	0,06			SnO₂	0
Toplam	1,00		1,27		7,09

Tablo 4.2. D1 kompozisyonunun seger analizi

D1					
Bazik Oksit	% Molce	Amfoterik Oksit	% Molce	Asidik Oksit	% Molce
Li₂O	0	Al₂O₃	1,89	SiO₂	11,02
Na₂O	0,12	Fe₂O₃	0,12	B₂O₃	0
K₂O	0,21			ZrO₂	0
CaO	0,58			TiO₂	0,08
MgO	0,09			SnO₂	0
Toplam	1,00		2,00		11,10

Tablo 4.3. D2 kompozisyonunun seger analizi

D2					
Bazik Oksit	% Molce	Amfoterik Oksit	% Molce	Asidik Oksit	% Molce
Li₂O	0	Al₂O₃	1,43	SiO₂	8,41
Na₂O	0,09	Fe₂O₃	0,09	B₂O₃	0
K₂O	0,15			ZrO₂	0
CaO	0,68			TiO₂	0,06
MgO	0,07			SnO₂	0
Toplam	1,00		1,52		8,47

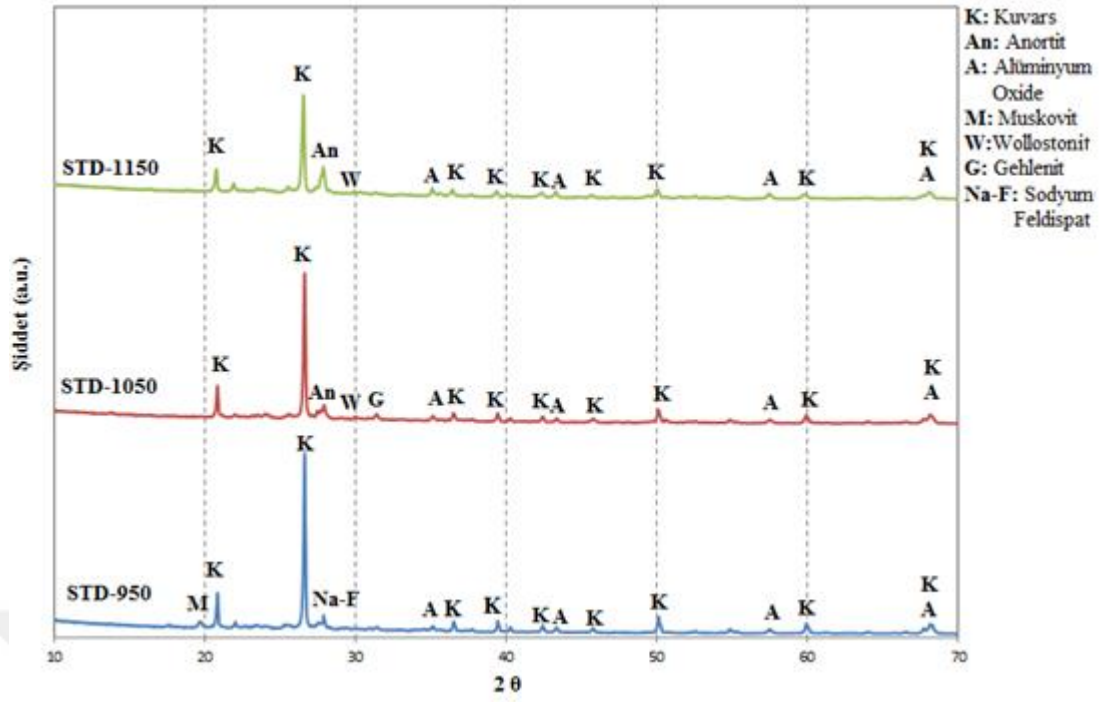
Tablo 4.4. D3 kompozisyonunun seger analizi

D3					
Bazik Oksit	% Molce	Amfoterik Oksit	% Molce	Asidik Oksit	% Molce
Li₂O	0	Al₂O₃	1,29	SiO₂	7,46
Na₂O	0,07	Fe₂O₃	0,08	B₂O₃	0
K₂O	0,12			ZrO₂	0
CaO	0,75			TiO₂	0,06
MgO	0,06			SnO₂	0
Toplam	1,00		1,37		7,52

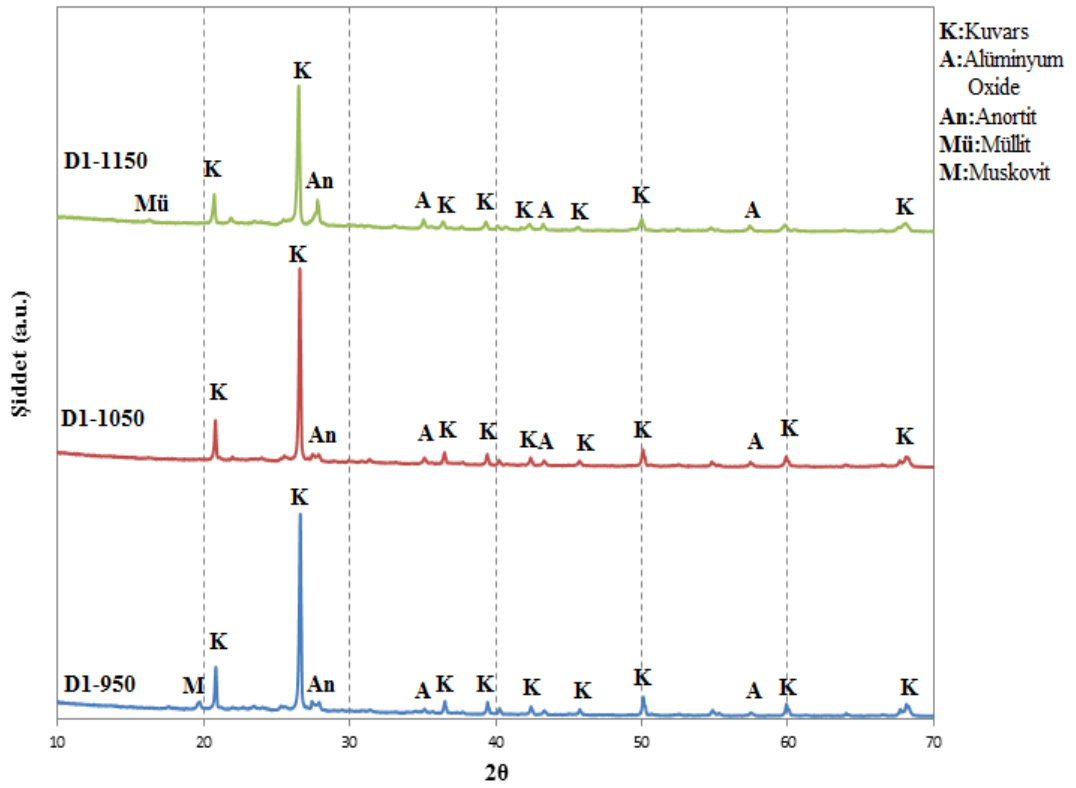
4.2. XRD Analizi Sonuçları

Farklı sıcaklıklarda pişirilen plakaların materyal metot bölümünde madde 3.3.1 Faz Analizi kısmında belirtilen yöntemler uygulanarak her bir numune için analizler gerçekleştirilmiştir. Elde edilen sonuçlar Şekil 4.1, 4.2, 4.3, 4.4 ve 4.5'te gösterilmiştir.

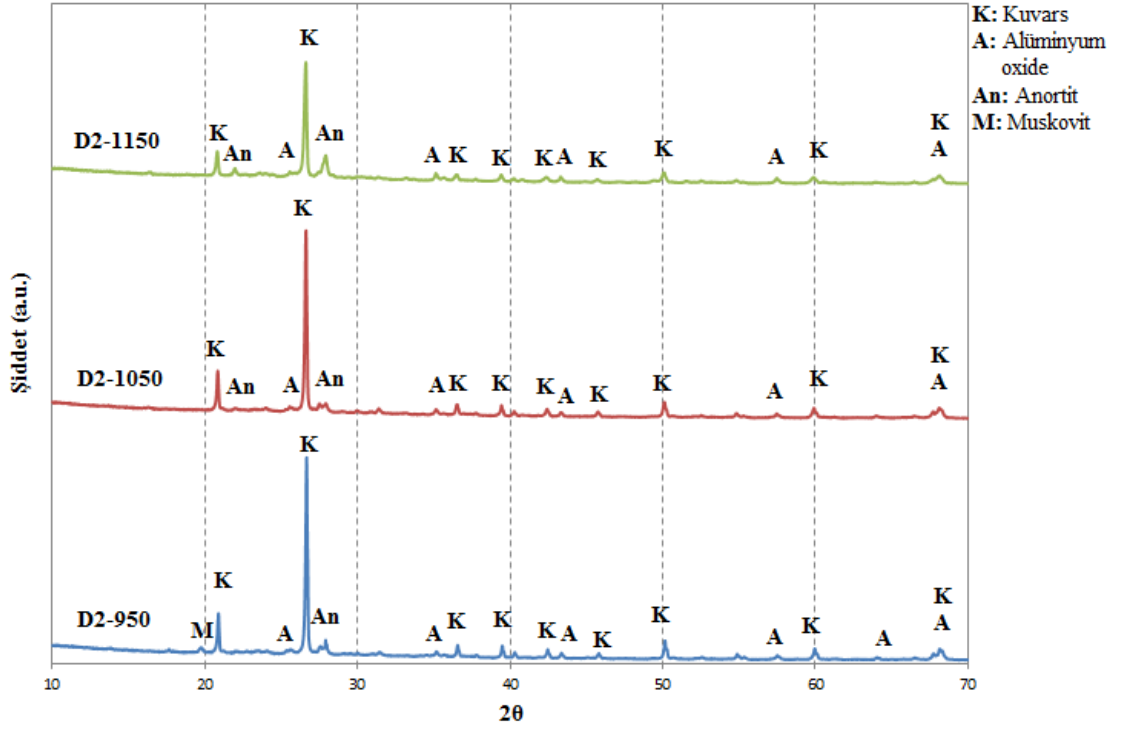
Aşağıda şekillerde belirtilen tüm yapılarda görülen alüminyum oksit sonradan bizim tarafımızdan % faz miktarının belirlenmesi için belirli oranda (%10 ağırlıkça) eklenmiştir.



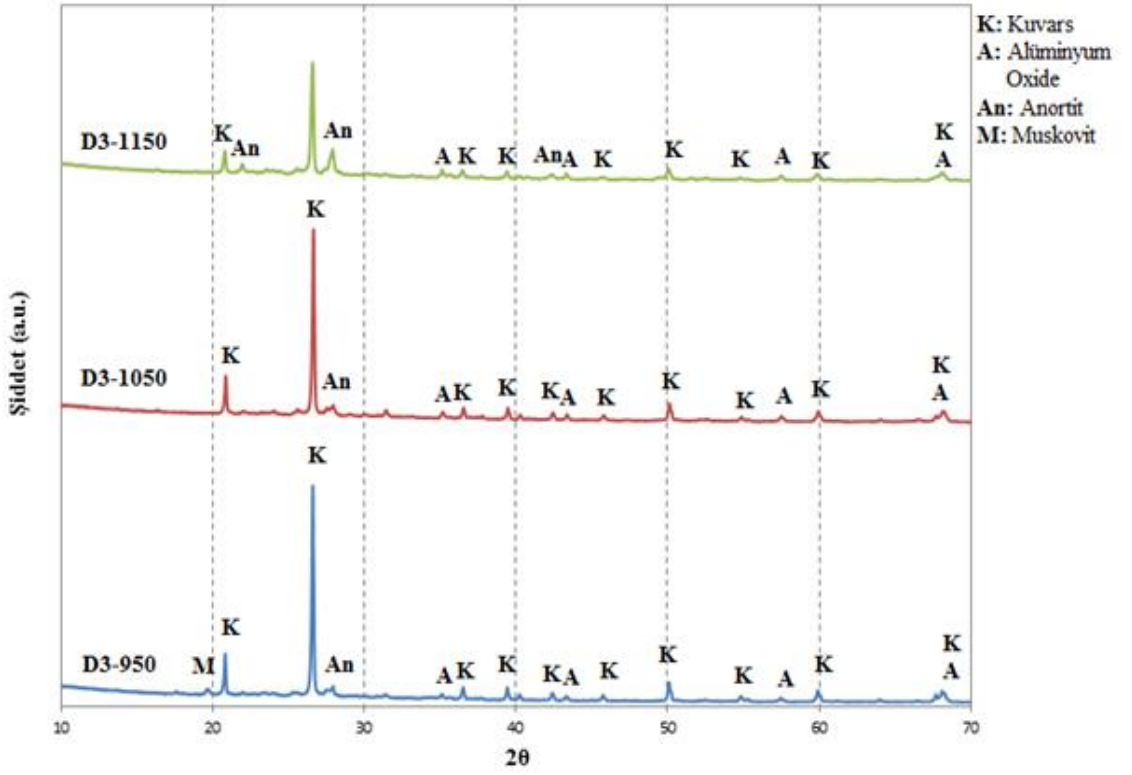
Şekil 4.1. Standart kompozisyonun farklı pişirme sıcaklıklarındaki XRD analizleri



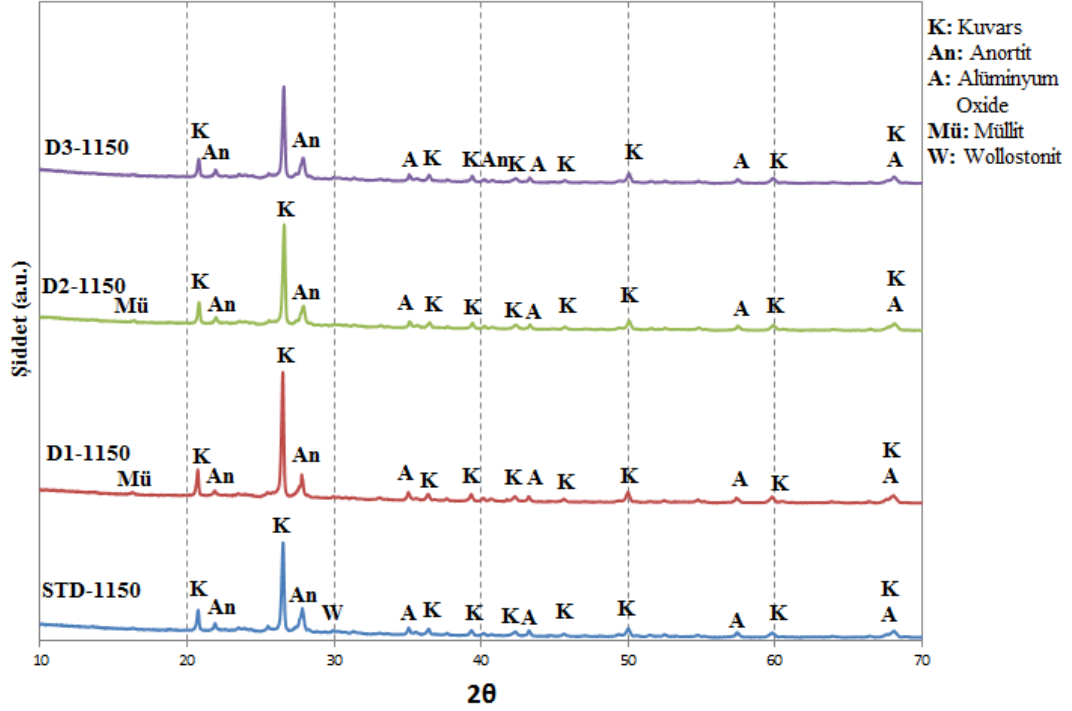
Şekil 4.2. D1 Kompozisyonun Farklı Pişirme Sıcaklıklarındaki XRD Analizleri



Şekil 4.3. D2 kompozisyonun farklı pişirme sıcaklıklarındaki XRD analizleri



Şekil 4.4. D3 kompozisyonun farklı pişirme sıcaklıklarındaki XRD analizleri



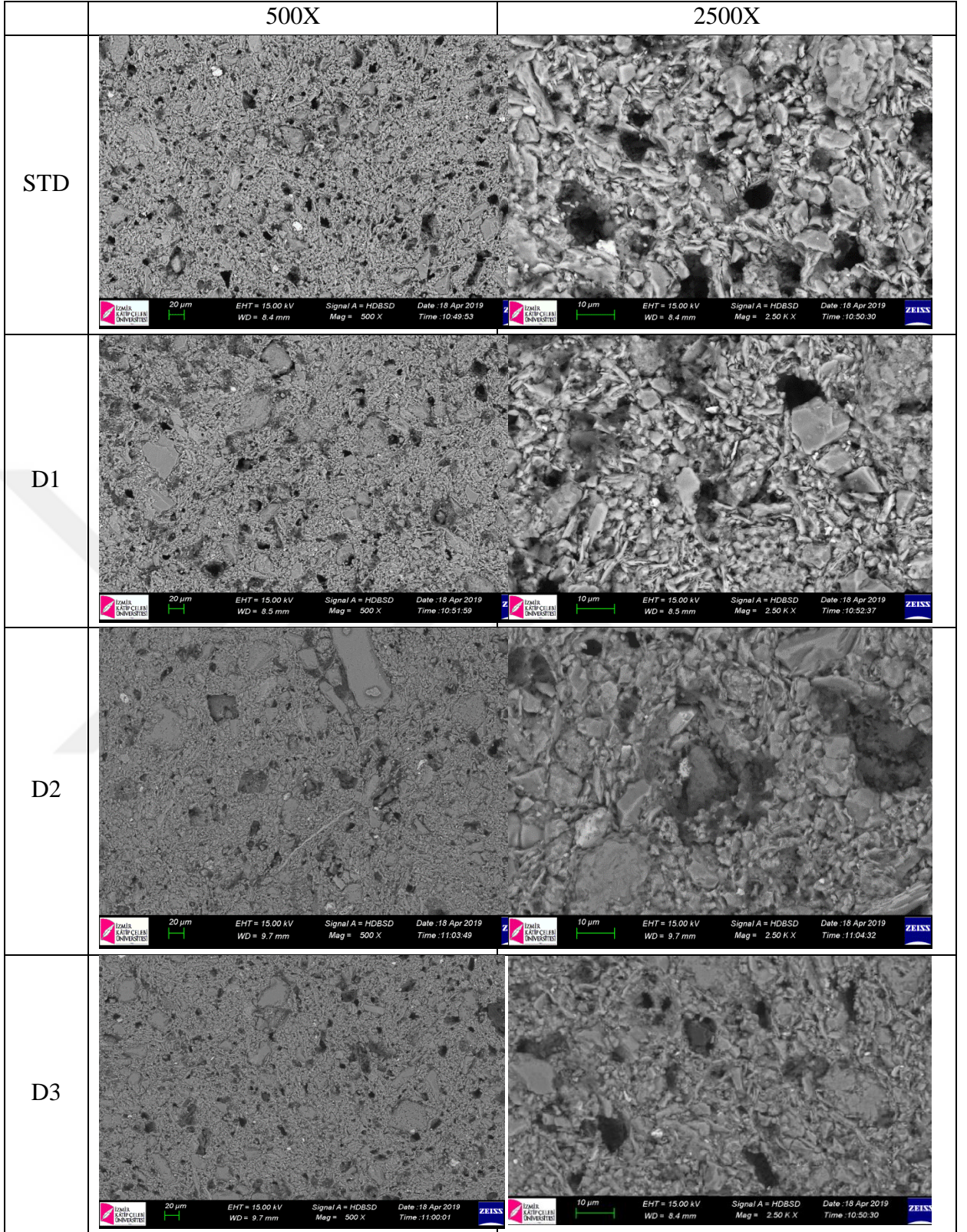
Şekil 4.5. 1150°C pişirilmiş kompozisyonların XRD analizleri

Yukarıda verilen Şekil 4.1, 4.2, 4.3 ve 4.4 üç farklı kompozisyonun farklı sıcaklıklardaki XRD analizlerini, Şekil 4.5 ise 1150 °C pişmiş STD, D1, D2, D3 kompozisyonlarının XRD analizlerini vermektedir. Şekil 4.1 standart kompozisyona ait XRD analizlerini vermektedir. Yapı incelendiğinde sıcaklık artışı (1050 °C ve 1150 °C) ile birlikte yapıdaki muskovit ($\text{KA}_1\text{Si}_3\text{O}_{10}(\text{OH})_2$) yapısının kaybolduğu wollastonit (CaSiO_3) yapısının da ortaya çıkmaya başladığı gözlenmiştir. Ayrıca ara sıcaklık olan 1050 °C sıcaklığında gehlenit ($\text{Ca}_2\text{Al}_2\text{SiO}_7$) fazı gözlenirken 950 °C sıcaklığındaki Na-F (Sodyum Feldspat) ($\text{Na}_2\text{O}.\text{Al}_2\text{O}_3.6\text{SiO}_2$)'nin 1050 °C ve 1150 °C sıcaklıklarında anortit ($\text{CaO}.\text{Al}_2\text{O}_3.2\text{SiO}_2$) yapısına dönüştüğü gözlenmiştir. Şekil 4.2'de D1 kompozisyonuna ait XRD analizleri verilmektedir. Burada yapıda kuvars (SiO_2) ve anortit fazları gözlenmektedir. 950 °C sıcaklığındaki muskovit fazının ara sıcaklık olan 1050 °C ve yüksek sıcaklık 1150 °C olmadığı onun yerinde 1150 °C sıcaklığında müllit ($3\text{Al}_2\text{O}_3.2\text{SiO}_2$) yapısının oluşmaya başladığı gözlenmiştir. Şekil 4.3 D2 kompozisyonun farklı pişirme sıcaklıklarındaki XRD analizleri incelendiğinde muskovit sadece 950 °C sıcaklığında gözlenirken sıcaklık artışı ile yapıda anortit fazları artmaya başlamıştır. Şekil 4.4 D3 kompozisyonun farklı pişirme sıcaklıklarındaki XRD analizleri incelendiğinde yapının kuvars ve anortit fazları bakımından oldukça zengin olduğu özellikle sıcaklık artışı ile yapıdaki anortit

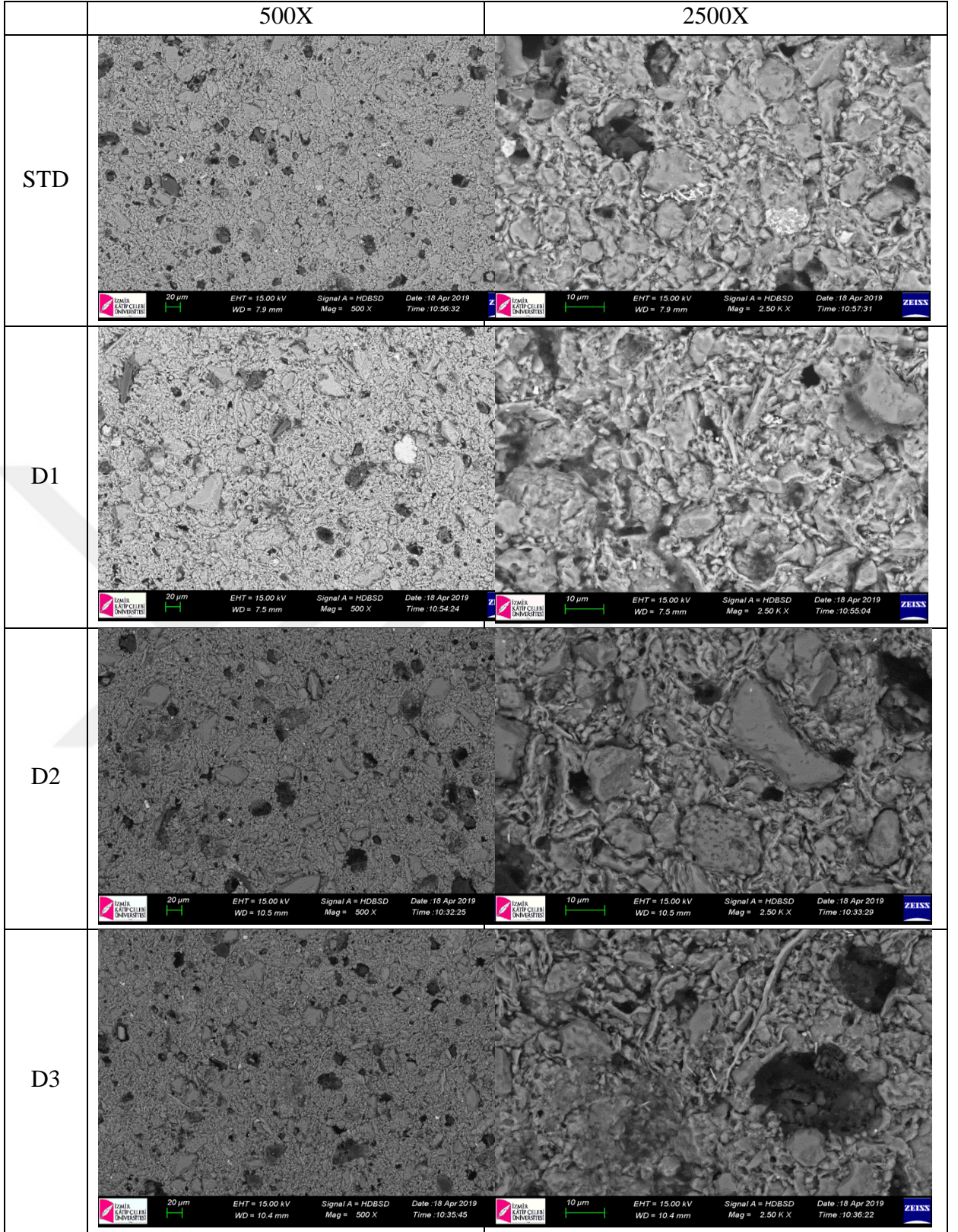
fazların artığı gözlenmektedir. Şekil 4.5 1150°C pişirilmiş kompozisyonların XRD analizleri incelendiğinde Standart ve D3 kompozisyonlarının CaO oranının daha fazla olduğu ve D1 ve D2 kompozisyonlarında müllit yapısı gözlenmiştir. STD, D1, D2 ve D3 kompozisyonlarının hepsinde anortit yapısı gözlenmektedir. Fakat mermer tozunun daha fazla olduğu STD ve D3 kompozisyon reçetelerinde anortit fazının şiddeti D1 ve D2 reçetelerine oranla daha yüksektir. Kompozisyonların seger analizleri incelendiğinde; D1 ve D2 kompozisyonlarının SiO₂ - Al₂O₃ miktarı daha yüksek olduğu için 1150 °C pişirme sıcaklığında bu kompozisyonlarda müllit oluşumu beklenmektedir. XRD analizleri incelendiğinde de yapıda müllitlerin oluştuğu gözlenmiştir.

4.3. Mikroyapısal Analiz

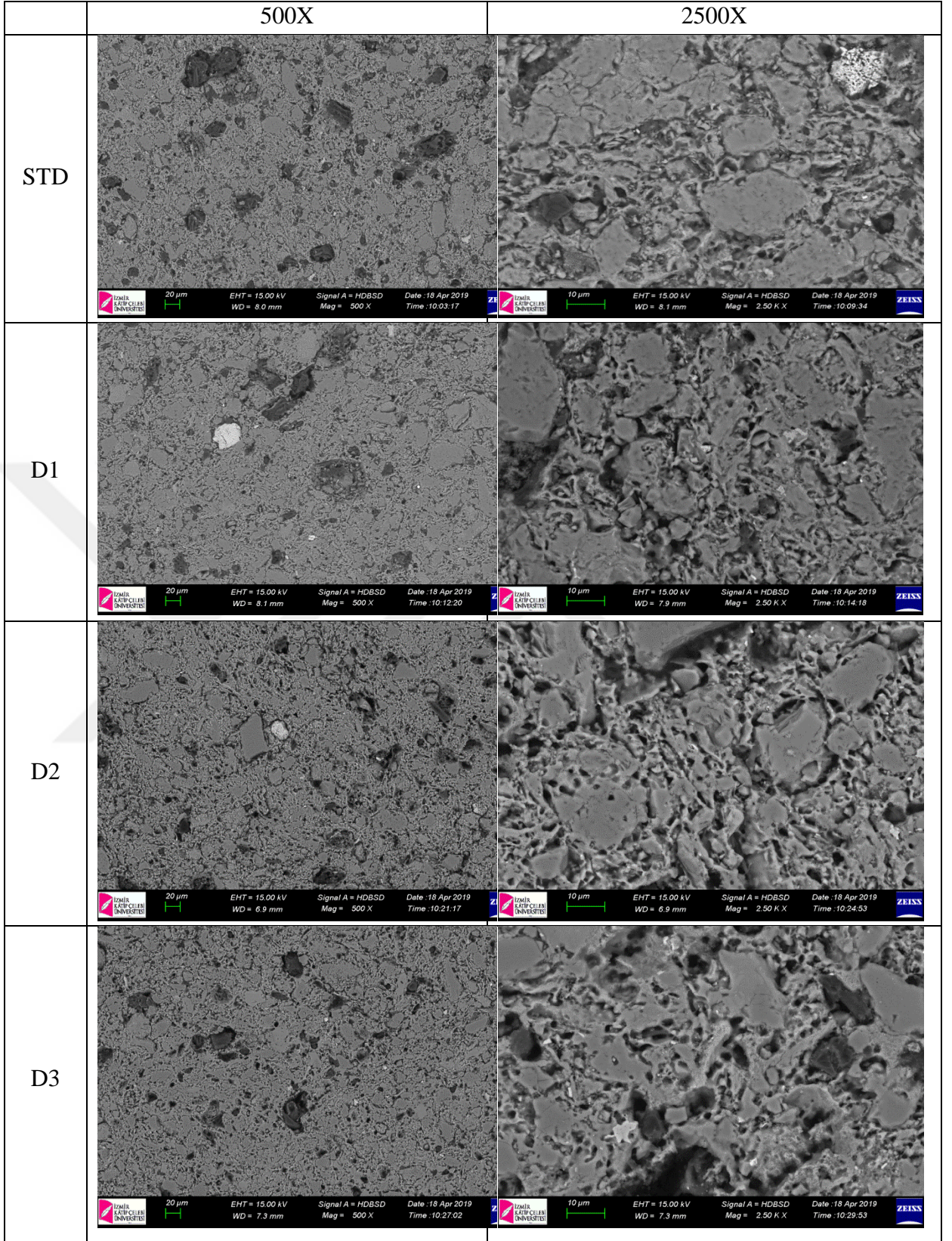
Farklı sıcaklıklarda pişirilen plakaların materyal ve metot 3.3.2. Mikroyapı Analizi kısmında belirtilen aşamaları ile analizleri gerçekleştirilmiştir. Farklı sıcaklıklarda pişmiş kompozisyonlara ait ilgili büyütmelelerdeki SEM görüntüleri Şekil 4.6, 4.7 ve 4.8'de gösterilmiştir.



Şekil 4.6. Numunelerin 950°C pişirme sonrası farklı büyütmelelerdeki parlatılmış yüzeylerinin elektron mikroskobu görüntüleri



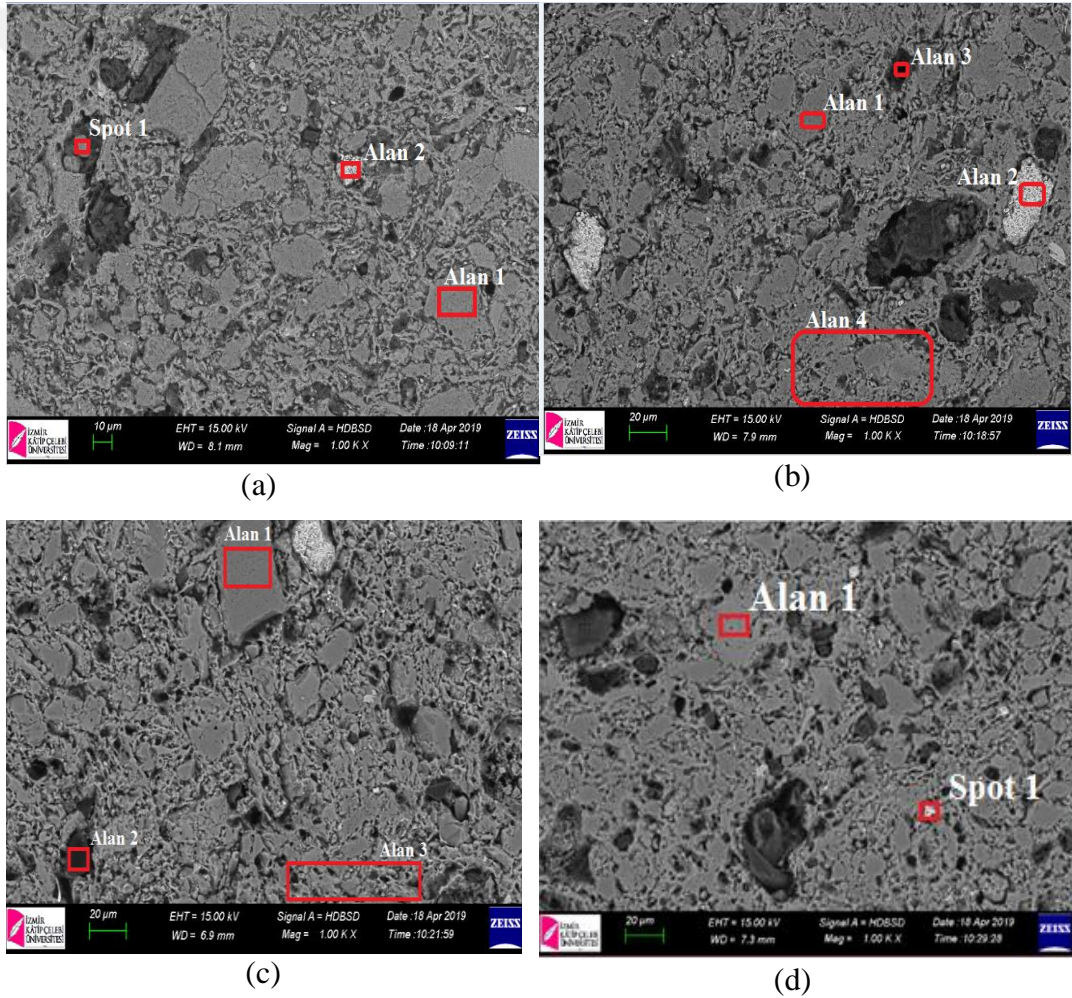
Şekil 4.7. Numunelerin 1050°C pişirme sonrası farklı büyütmelerdeki parlatılmış yüzeylerinin elektron mikroskobu görüntüleri



Şekil 4.8. Numunelerin 1150°C pişirme sonrası farklı büyütmelelerdeki parlatılmış yüzeylerinin elektron mikroskobu görüntüleri

Şekil 4.6, 4.7, ve 4.8 farklı sıcaklıklarda pişmiş farklı kompozisyonlara ait duvar karoları incelendiğinde siyah bölge olarak çukur yapıda görünen bölgelerin gözenek olduğu düşünülmektedir. Beyaz renk olarak gördüğümüz yapıların demir, iri ve büyük bölgelerin kuvars taneleri olduğu varsayılmaktadır. Tüm reçeteler genel olarak incelendiğinde sıcaklık artışı ile tane sınırlarının kaybolduğu özellikle kuvars tanesi olarak düşünülen iri ve büyük bölgelerin küçüldüğü gözlenmiştir.

SEM görüntü yorumlarımızı desteklemek amacı ile STD-1150, D1-1150, D2-1150, D3-1150, D3-950, D3-1050, kodlu numunelerinin belirlenen bölgelerinden EDS analizleri yapılmıştır. Yapılan EDS analiz alanları ve sonuçları aşağıda belirtilen Şekiller ve Tablolarda gösterilmiştir.



Şekil 4.9. 1150°C pişirme sıcaklığında (a) STD, (b) D1, (c) D2, (d) D3 kompozisyonlarının EDS analiz bölgeleri

Tablo 4.5. 1150°C pişirilmiş STD kompozisyonu EDS analiz sonuçları (Şekil 4.9a)

ELEMENT	Spot 1	Alan 1	Alan 2
	% Ağırlık	% Ağırlık	% Ağırlık
O	50,72	46,25	36,78
Al	2,72	7,64	4,23
Si	46,56	44,68	11,59
K	-	0,54	-
Ca	-	0,89	2,95
Fe	-	-	44,45
Toplam	100	100	100

Tablo 4.6. 1150°C pişirilmiş D1 kompozisyonu EDS analiz sonuçları (Şekil 4.9b)

ELEMENT	Alan1	Alan 2	Alan 3	Alan 4
	% Ağırlık	% Ağırlık	% Ağırlık	% Ağırlık
O	49,93	31,56	51,42	47,91
Al	2,85	4,69	10,23	10,84
Si	47,22	12,32	33,36	35,7
Ca	-	1,71	4,99	2,8
Fe	-	49,72	-	-
K	-	-	-	2,75
Toplam	100	100	100	100

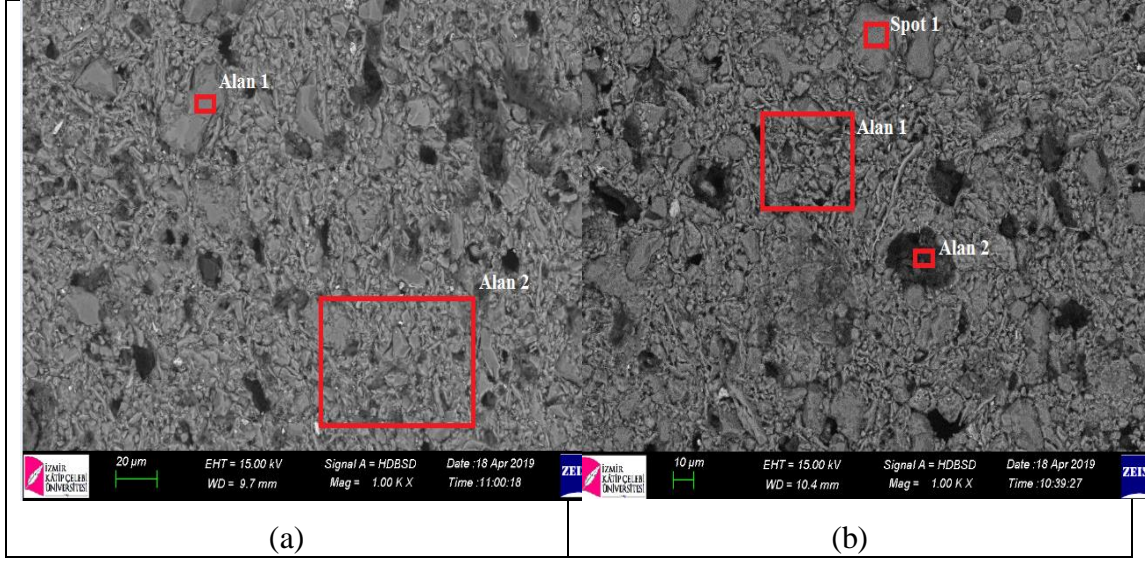
Tablo 4.7. 1150°C pişirilmiş D2 kompozisyonu EDS analiz sonuçları (Şekil 4.9c)

ELEMENT	Alan 1	Alan 2	Alan 3
	% Ağırlık	% Ağırlık	% Ağırlık
C	-	70,63	-
O	50,4	20,62	48,66
Al	2,47	2,08	10,59
Si	47,13	5,86	34,69
K	-	-	2,45
Ca	-	0,81	3,61
Toplam	100	100	100

Tablo 4.8. 1150°C pişirilmiş D3 kompozisyonu EDS analiz sonuçları (Şekil 4.9d)

ELEMENT	Spot 1	Alan 1
	Ağırlık %	Ağırlık %
O	28,04	48,24
Al	4,97	11,37
Si	11,65	31,88
Ca	2,5	-
Fe	52,84	-
K	-	4,4
Ca	-	4,11
Toplam	100	100

1150 °C pişirme sıcaklığında 4 farklı reçetenin EDS analizleri yukarıdaki tablolarda verilmiştir. Sonuçlar incelendiğinde kuvars olarak düşündüğümüz iri ve büyük taneler EDS analizinde Si oranlarının fazla olması sebebi ile doğrulanmıştır. Siyah ve çukur şeklinde görülen bölgelerde (Şekil 4.9c-Alan2) karbon oranının fazla olması sebebi ile yanma sonucu oluşan boşluklar olarak düşünülmektedir.



Şekil 4.10. D3 kompozisyonunun farklı pişirme sıcaklıklarında (a) 950°C (b) 1050°C EDS analiz görüntüleri

Tablo 4.9. D3 kompozisyonunun 950°C ve 1050°C sıcaklığındaki EDS analiz sonuçları (Şekil 4.10)

ELEMENT	950°C		1050°C		
	Alan 1	Alan 2	Spot 1	Alan 1	Alan 2
	% Ağırlık	% Ağırlık	% Ağırlık	% Ağırlık	% Ağırlık
O	51,61	51,21	48,49	51,42	52,31
Al	3,16	13,45	22,38	12,11	10,1
Si	45,23	31,12	29,13	31,35	32,57
K	-	2,13	-	2	-
Ca	-	2,09	-	3,12	5,02
Fe	-	-	-	-	-
Toplam	100	100	100	100	100

Farklı sıcaklıklarda D3 kompozisyonuna ait duvar karosunun EDS analizi incelendiğinde yapının kuvars bakımından zengin olduğu gözlenmiştir.

4.4. Mukavemet (Eğme Dayanımı)

Farklı sıcaklıklarda pişirilen plakaların materyal metot bölümünde madde 3.3.3' de belirtilen mukavemet (Eğme Dayanımı) test yöntemine göre testleri gerçekleştirilmiştir. Sonuçlar Tablo 4.10'de belirtilmiştir.

Tablo 4.10. Kompozisyonlarının farklı pişirme sıcaklık mukavemet sonuçları
(kg/cm²)

Reçete Sıcaklık(°C)	STD	D1	D2	D3
950	94,35 ± 2,63	97,67 ± 4,89	123,67 ± 7,16	87,01 ± 7,72
1050	173,86 ± 6,11	151,45 ± 4,18	172,33 ± 8,65	171,18 ± 5,74
1150	277,75 ± 22,83	268,08 ± 12,59	261,19 ± 9,92	292,01 ± 16,13

Tablo 4.10'da farklı kompozisyonların üç farklı sıcaklıktaki ortalama mukavemet değerleri verilmiştir. Tablo incelendiğinde sıcaklık artışı ile Standart, D1, D2 ve D3 kompozisyonlarının mukavemet değerlerinin de arttığı gözlemlenmiştir. Seramikler malzemelerde farklı bileşimdeki kristal ve camsı yapılı fazları sıcaklık artışı ile daha fazla ortaya çıktığı göz önünde bulundurulduğunda yapmış olduğumuz deneysel çalışmalar literatür destekli çalışmalar ile birbirini doğrulamaktadır. Aynı zamanda TS EN 14411 standardında seramik duvar karolarının mukavemet değerlerinin ortalama 150 kg/cm² olacağı belirtilmiştir. Buna bağlı olarak Tablo 4.10. tekrar incelendiğinde 950°C sıcaklığında pişirilmiş tüm plakaların standartta belirtilen değerlerin aşağısında kaldığı fakat 1050°C ve 1150°C sıcaklığında pişmiş plakaların mukavemet değerlerinin standarda uygun olduğu tespit edilmiştir.

4.5. Su Emme

Çeşitli sıcaklıklarda pişirilen plakaların materyal ve metot 3.3.4. belirtilen su emme yöntemine göre analizler gerçekleştirilmiştir. Sonuçlar Tablo 4.11'de verilmiştir.

Tablo 4.11. Kompozisyonlarının farklı pişirme sıcaklık yüzde su emme sonuçları

Reçete Sıcaklık (°C)	STD	D1	D2	D3
950	18,15 ± 0,15	18,06 ± 0,57	18,34 ± 0,76	19,03 ± 0,41
1050	19,26 ± 0,16	17,96 ± 0,44	18,85 ± 0,46	20,55 ± 0,48
1150	17,08 ± 0,39	16,03 ± 0,56	16,55 ± 0,40	17,25 ± 0,27

Tablo 4.11’de hazırlanan kompozisyon farklı sıcaklıklardaki ortalama yüzde su emme değerleri verilmiştir. TS EN 14411 Standardında duvar karoları su emme değerlerinin % 10-20 arasında tutulması gerektiği belirtilmiştir. Yukarıda verilen tablo incelendiğinde su emme değerlerinin standarda uygun aralıklarda olduğu görülmektedir.

Yapılan literatür çalışmaları incelendiğinde su emme değerlerinin sinterlemeye bağlı olarak düşmesi beklenmektedir. Sonuçlar incelendiğinde 1150°C’deki yüzde su emme değerlerinin diğer sıcaklıklardaki değerlere oranla daha az olduğu gözlenmektedir.

4.6. Renk Tayini

Farklı sıcaklıklarda pişirilen plakaların materyal metot 3.3.5. bölümünde açıklanan renk tayini yöntemi kullanılarak analizler gerçekleştirilmiştir. Sonuçlar Tablo 4.12’de verilmiştir.

Tablo 4.12. Kompozisyonlarının farklı pişirme sıcaklık renk tayin sonuçları

		950°C	1050°C	1150°C
STD	L	77,67	78,42	75,31
	a	8,56	8,49	7,25
	b	15,43	16,39	16,72
<hr/>				
D1	L	78,20	79,45	76,49
	a	7,96	7,66	6,99
	b	14,1	14,42	16,02
<hr/>				
D2	L	79,19	78,73	75,95
	a	8,16	8,23	7,41
	b	15,08	15,54	16,59
<hr/>				
D3	L	78,58	78,19	75,71
	a	8,19	8,41	7,22
	b	14,71	15,12	15,89

Yukarıda Tablo 4.12’de her bir sıcaklık için kompozisyonların beyazlık (L), kırmızılık (a) ve sarılık (b) değerleri gösterilmiştir. Madde 3.3.5. Renk Tayininde L, a ve b değerlerinin ifade ettiği anlamlar belirtilmiştir. Yapılan çalışmalar arasında farklı kompozisyonlar ve sıcaklıklarda renk farklılıkları arasında belirgin bir fark gözlenmemiştir.

4.7. Dilatometrik Analiz Sonuçları

Farklı sıcaklıklarda pişirilen, farklı kompozisyonlara ait plakaların materyal metot 3.3.6 bölümünde Termal Ölçümler (Isıl Genleşme Davranışı) yöntemine göre dilatometrik ölçümleri yapılmıştır. Ölçümlerin sonuçları otoklav öncesi Tablo 4.13 ve otoklav sonrası Tablo 4.14 de verilmiştir.

Tablo 4.13. Duvar karolarının otoklav öncesi ısıl genişleme katsayıları

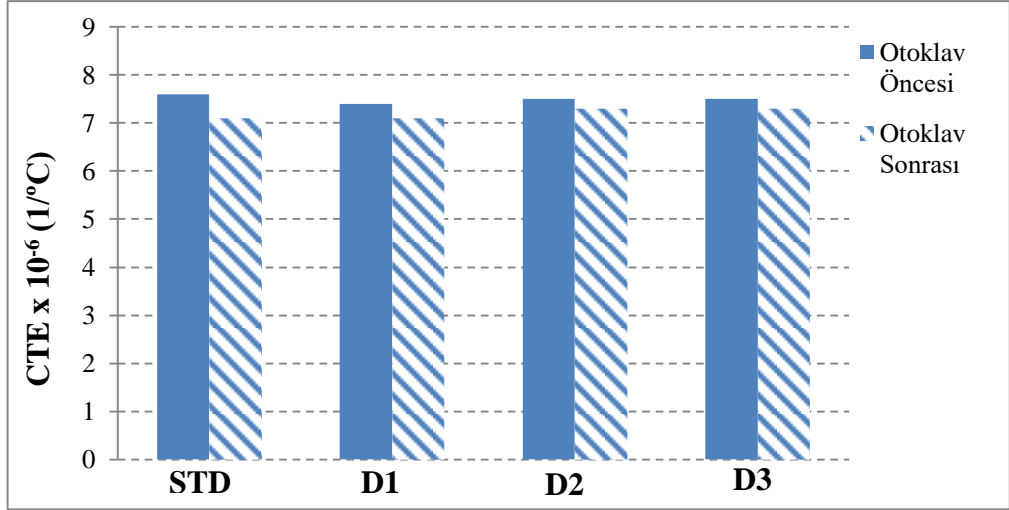
Reçete Sıcaklık (°C)		CTE x 10 ⁻⁶ (1/°C) (25-600°C)			
		STD	D1	D2	D3
950		7,64	7,40	7,59	7,58
1050		7,79	7,40	7,68	8,17
1150		7,38	7,58	7,34	7,25

Tablo 4.14. Duvar karolarının otoklav sonrası ısıl genişleme katsayıları

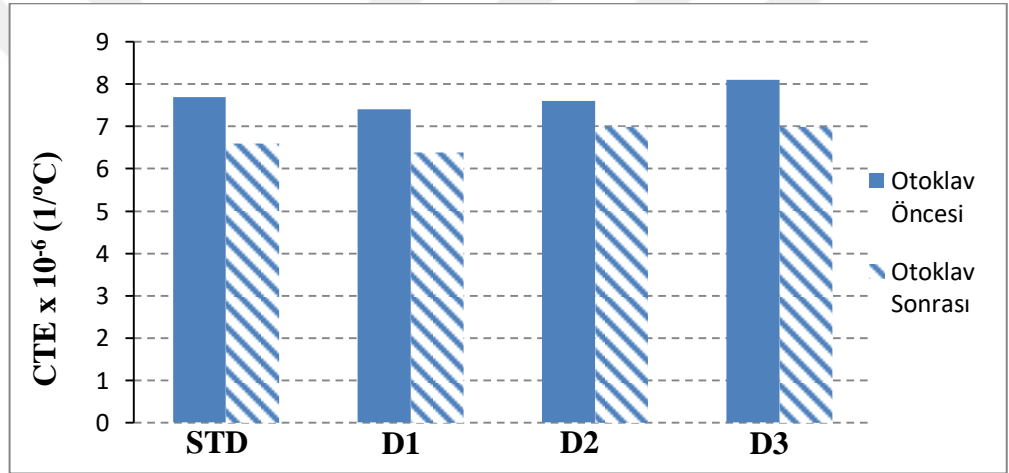
Reçete Sıcaklık(°C)		CTE x 10 ⁻⁶ (1/°C) (25-600°C)			
		STD	D1	D2	D3
950		7,19	7,19	7,37	7,30
1050		6,67	6,44	7,03	7,05
1150		6,96	6,98	6,91	6,76

Yukarıda verilen Tablo 4.13 farklı sıcaklıklarda pişirilmiş farklı kompozisyonlara ait duvar karolarının ısıl genişleme katsayısı değerlerini vermektedir. Yapılan ölçümler doğrultusunda 1050 °C sıcaklığında pişen duvar karolarının ısıl genişleme katsayısı değerinin 950 °C ve 1150 °C sıcaklıklarında ölçülen ısıl genişleme katsayısı değerlerinden fazla olduğuna gözlenmiştir.

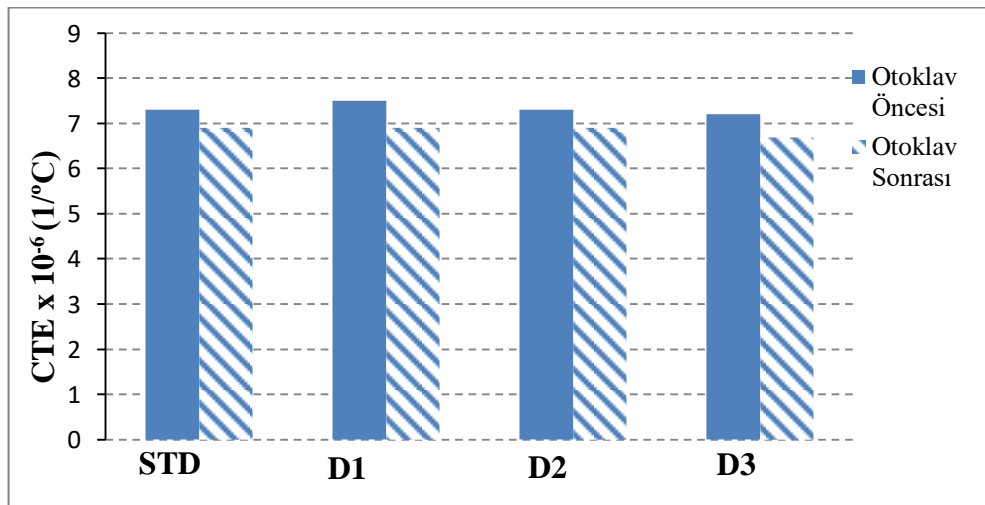
Otoklav öncesi ve otoklav sonrası ölçülen ısıl genişleme katsayıları değerleri arasındaki farkı daha ayrıntılı görebilmek ve yorumlayabilmek adına Şekil 4.11, 4.12. ve 4.13'de sonuçlar grafiksel olarak gösterilmiştir.



Şekil 4.11. 950°C pişirme sonrası plakaların ısıl genişleme katsayıları



Şekil 4.12. 1050°C pişirme sonrası plakaların ısıl genişleme katsayıları



Şekil 4.13. 1150°C pişirme sonrası plakaların ısıl genişleme katsayıları

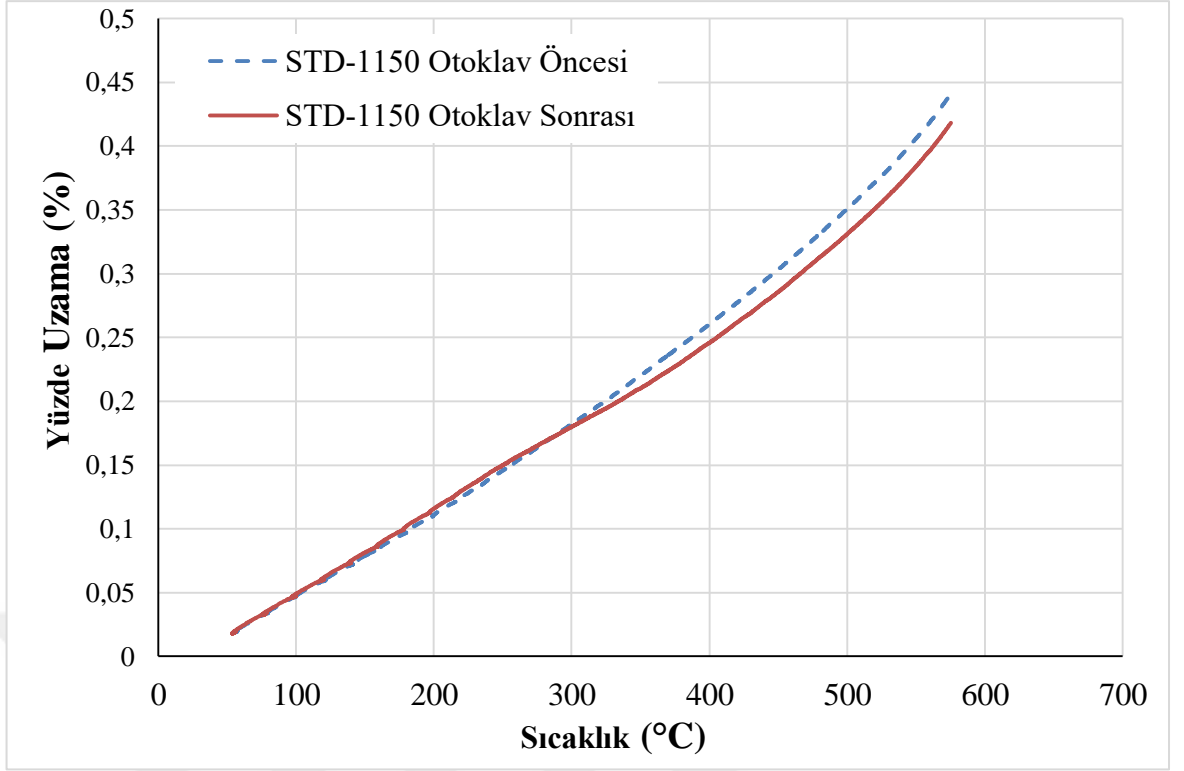
Şekil 4.11, 4.12 ve 4.13 incelendiğinde otoklav öncesi ısı genleşme katsayı değerlerinin otoklav sonrası ısı genleşme katsayı değerlerinden yüksek olduğu gözlenmiştir. Bunun nedeni yapı içerisindeki porozite ile ilişkilendirilebilir. Karo otoklav testi ile dönüşümünü tamamen tamamlar. Otoklav testine maruz kalan duvar karolarının basınçlı su buharı ile yapısı değiştiğinden dolayı ısı genleşme katsayısı değerleri de otoklav sonunda aynı kalmamaktadır.

4.7.1. Rutubet (Nem) Genleşmesi Değerinin Dilatometrik Yönteme Göre

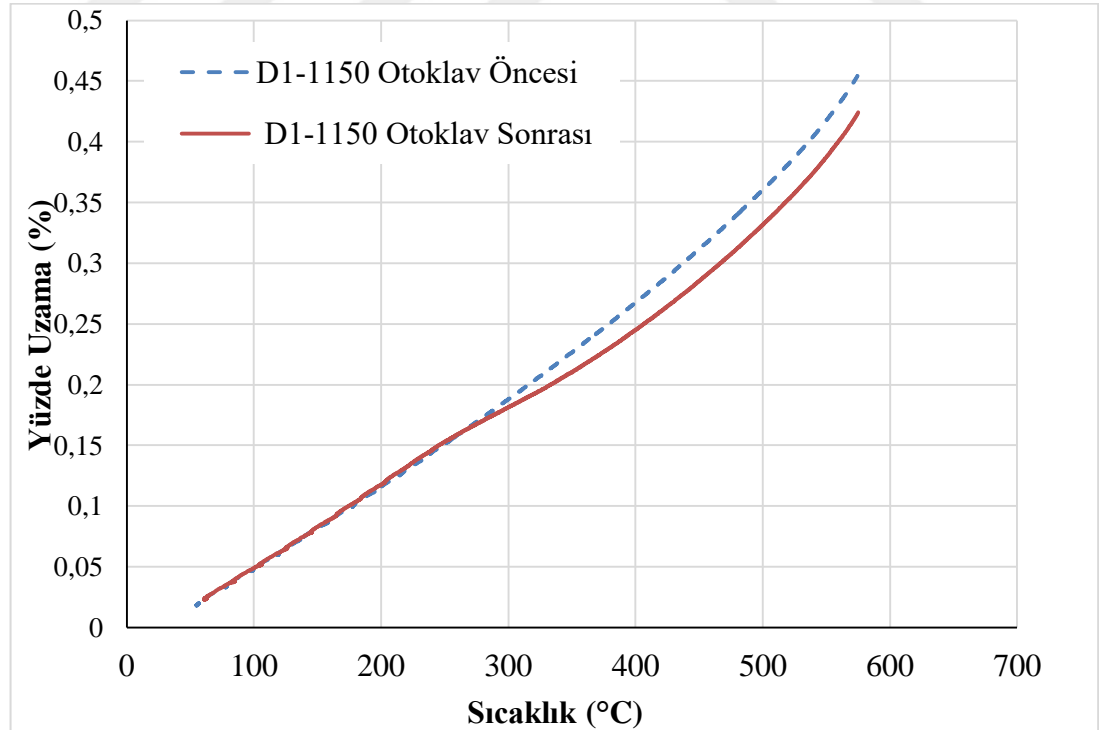
Sonuçları

TS EN ISO Rutubet genleşmesi tayinine ek olarak Vokac ve arkadaşları [12] dilatometrik yöntem kullanarak rutubet genleşmesi değerini belirlemişlerdir. Dilatometrik yöntem kullanılarak rutubet genleşmesi sayısal değeri ısı genleşme katsayıları hesaplanarak belirlenmektedir. Otoklav öncesi ısı genleşme katsayıları ve karoların yaşlanması amacı ile yapılan otoklav testinden sonra ölçülen ısı genleşme katsayılarının türevleri arasında kalan değer rutubet genleşmesi sayısal değerini vermektedir.

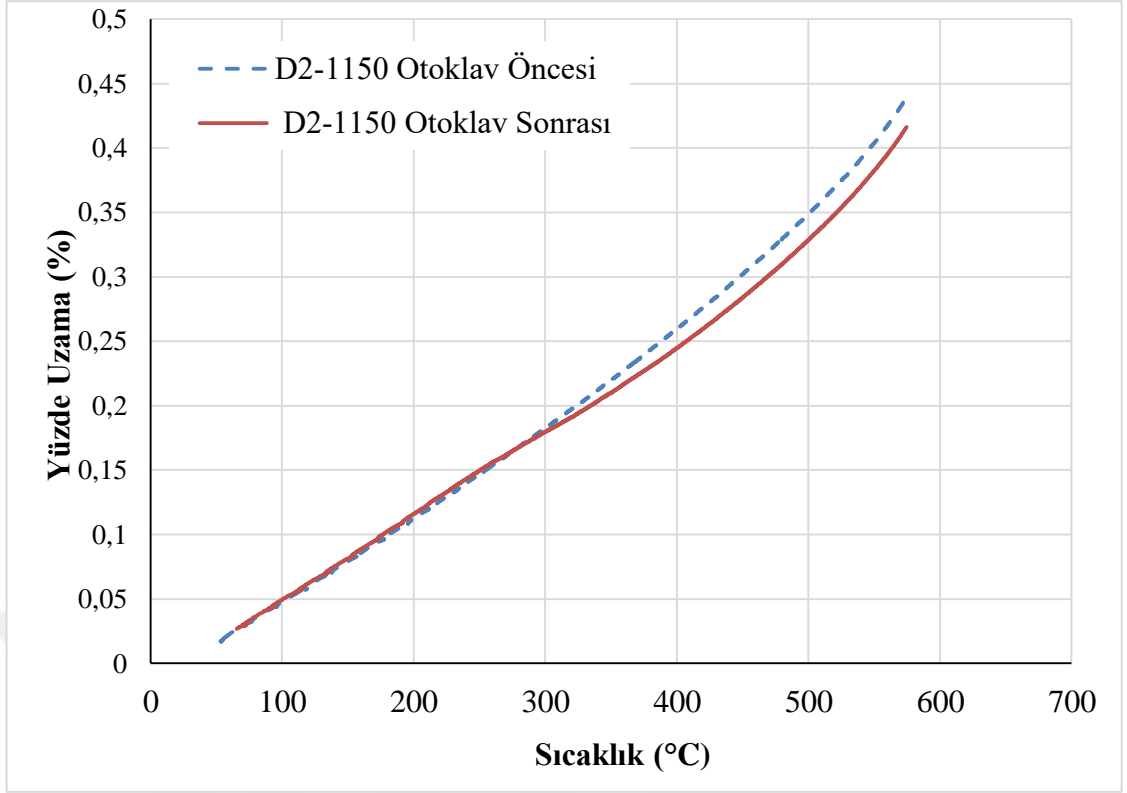
Rutubet genleşmesi değerini dilatometrik yöntem ile hesaplamak için farklı sıcaklıklarda pişmiş farklı kompozisyonlara ait her bir duvar karolarının aşağıda Şekil 4.14, 4.15, 4.16 ve 4.17 örneklerinde olduğu gibi otoklav öncesi ve sonrası dilatometrik eğrileri çizilmiştir.



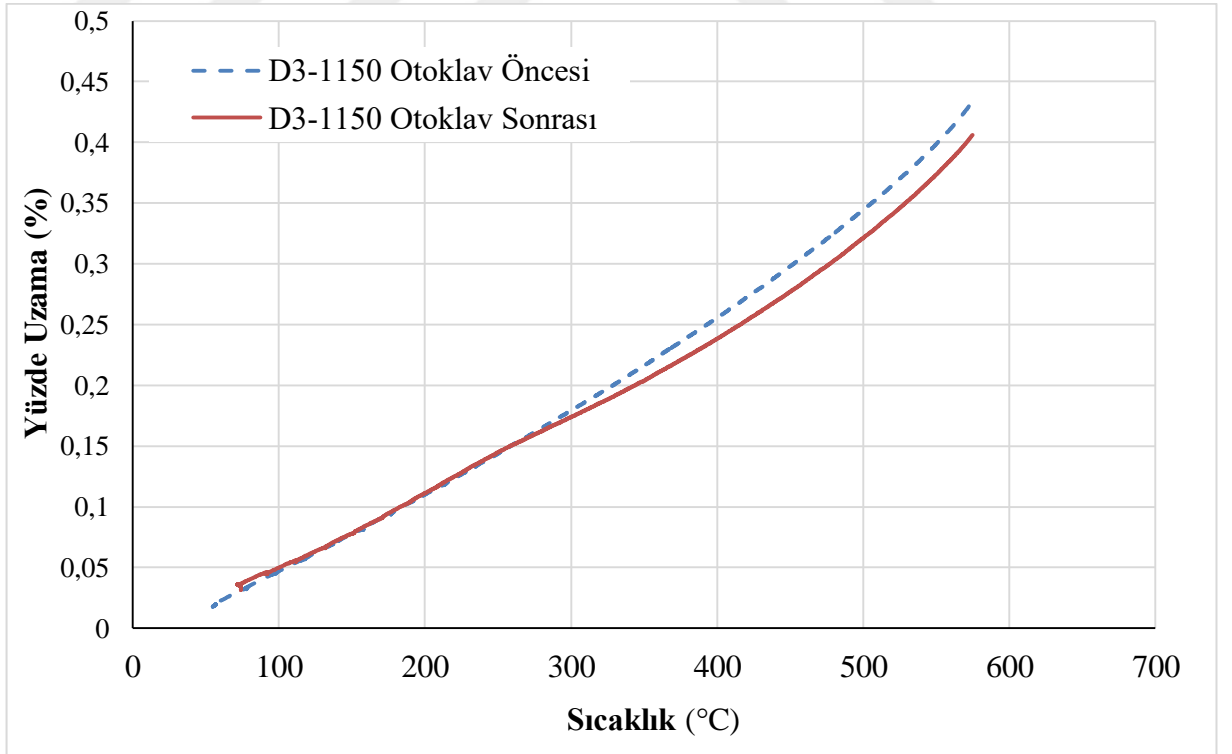
Şekil 4.14. 1150°C pişirme sıcaklığında standart kompozisyonun otoklav öncesi-sonrası dilatasyon eğrileri



Şekil 4.15. 1150°C pişirme sıcaklığında D1 kompozisyonunun otoklav öncesi-sonrası dilatasyon eğrileri

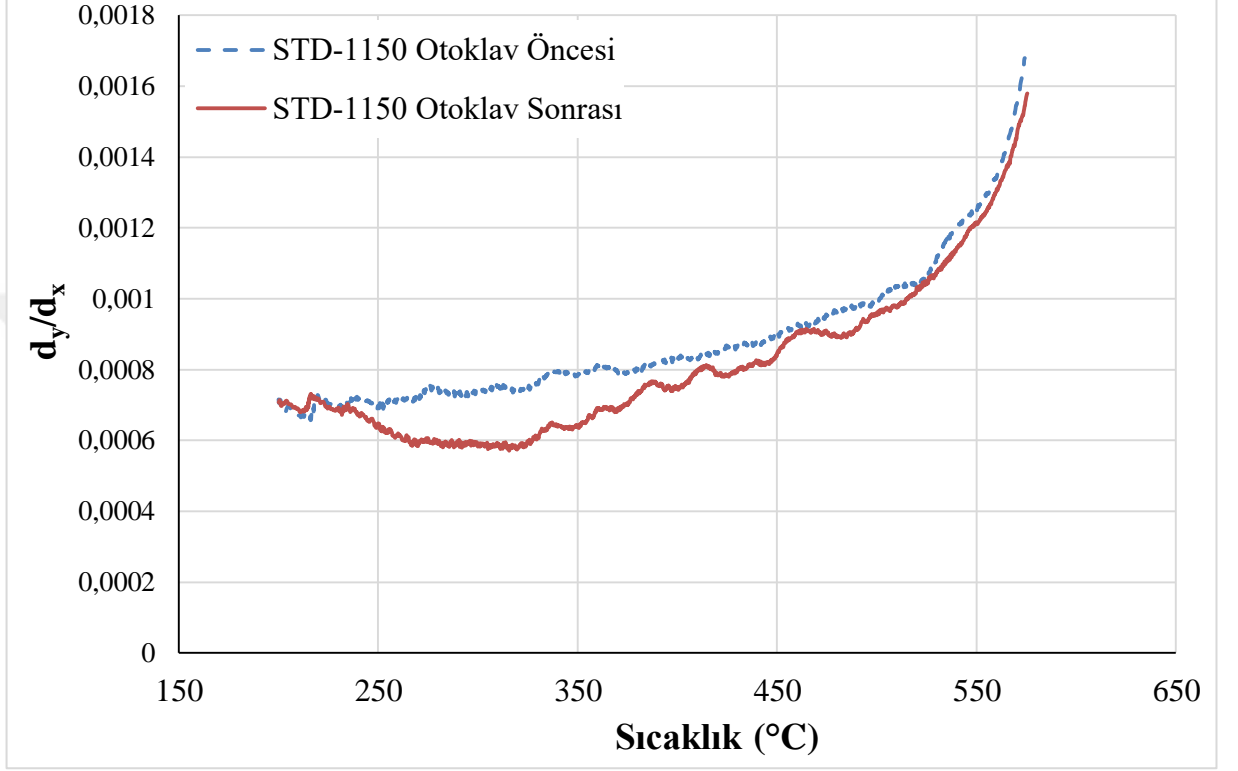


Şekil 4.16. 1150°C pişirme sıcaklığında D2 kompozisyonunun otoklav öncesi-sonrası dilatasyon eğrileri

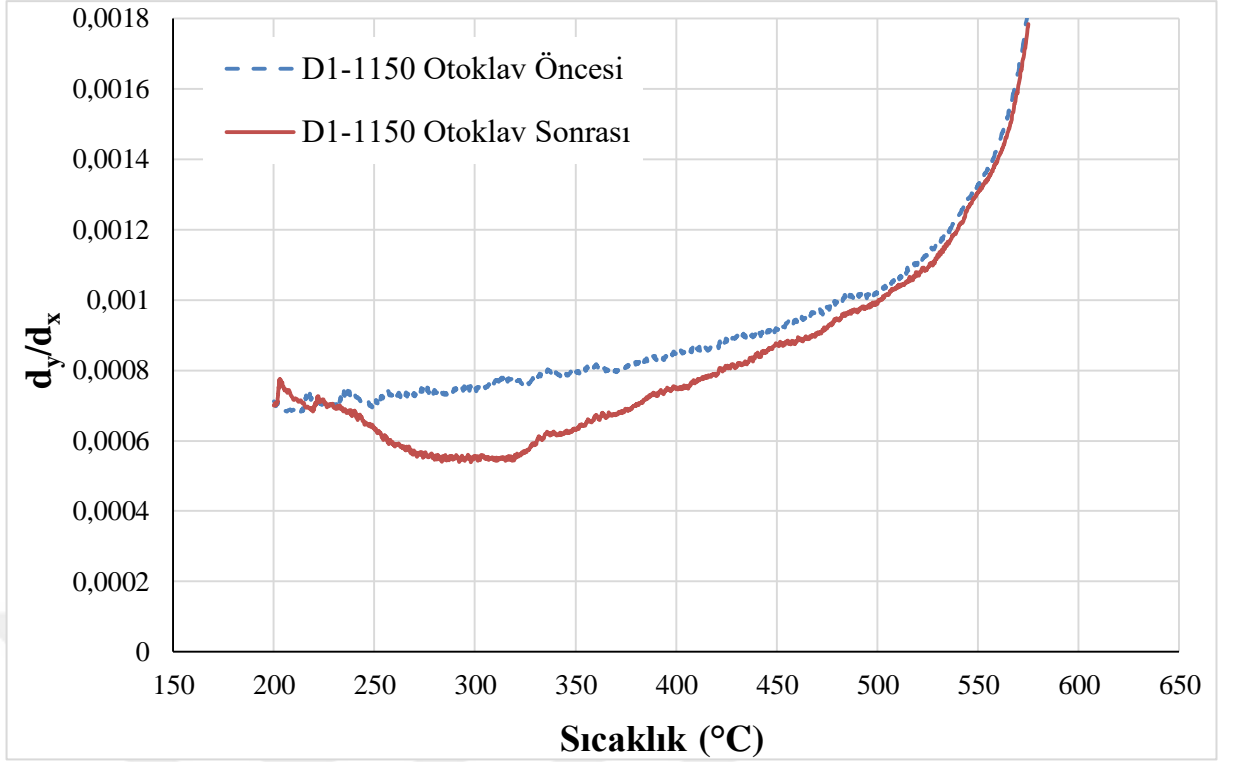


Şekil 4.17. 1150°C pişirme sıcaklığında D3 kompozisyonunun otoklav öncesi-sonrası dilatasyon eğrileri

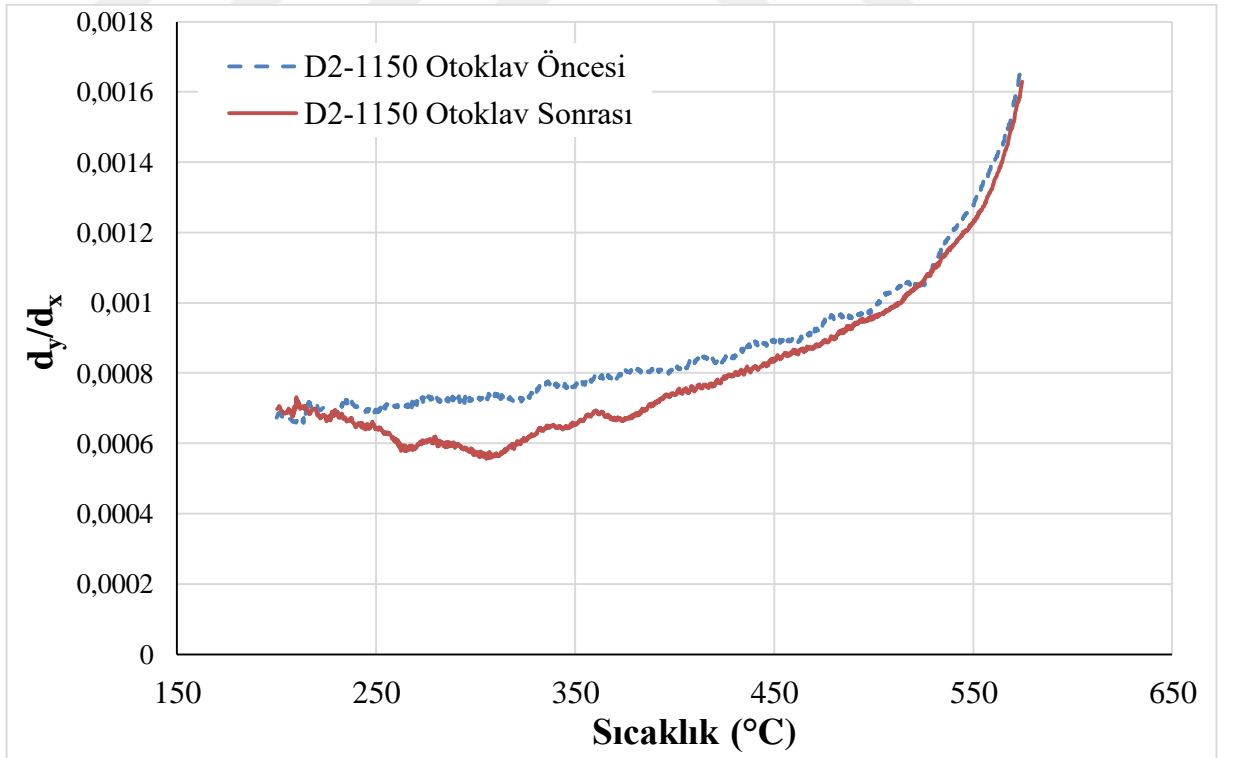
İlgili literatür çalışmaları doğrultusunda otoklav öncesi ve otoklav sonrası ölçülen dilatasyon eğrilerinin türevleri arasında kalan alan rutubet genleşmesi değerini vermektedir. Bu kapsamda yukarıda verilen otoklav öncesi ve sonrası dilatasyon eğrilerinin her birinin türevleri Şekil 4.18, 4.19, 4.20 ve 4.21’de gösterilmiştir.



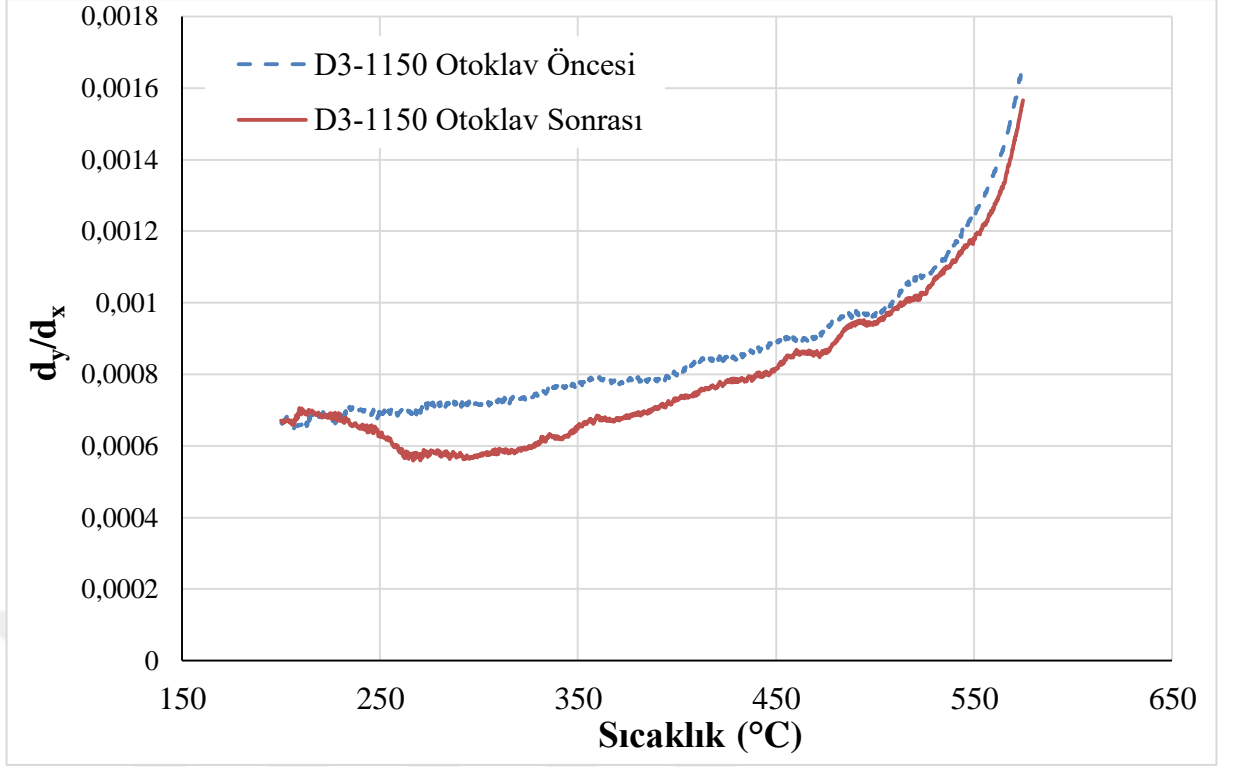
Şekil 4.18. 1150°C pişirme sıcaklığında standart kompozisyonunun otoklav öncesi-sonrası dilatasyon eğrilerinin türevleri



Şekil 4.19. 1150°C pişirme sıcaklığında D1 kompozisyonunun otoklav öncesi-sonrası dilatasyon eğrilerinin türevleri

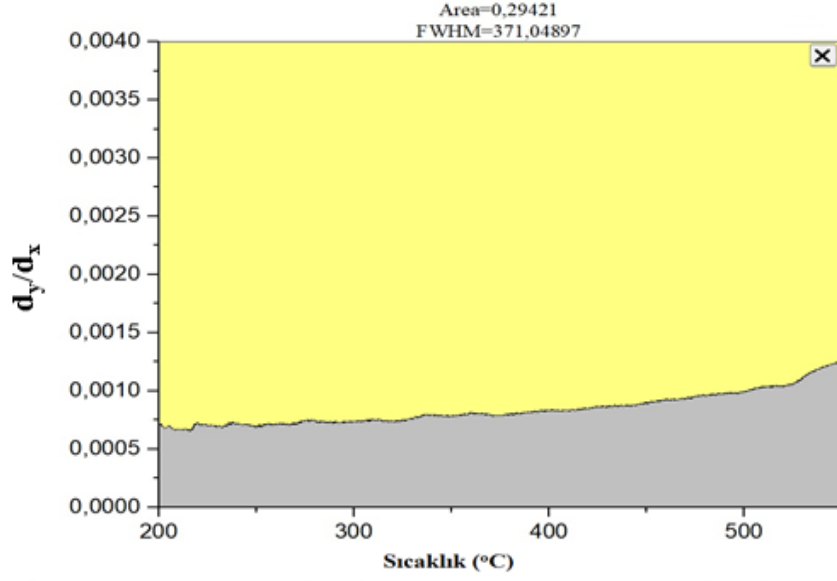


Şekil 4.20. 1150°C pişirme sıcaklığında D2 kompozisyonunun otoklav öncesi-sonrası dilatasyon eğrilerinin türevleri

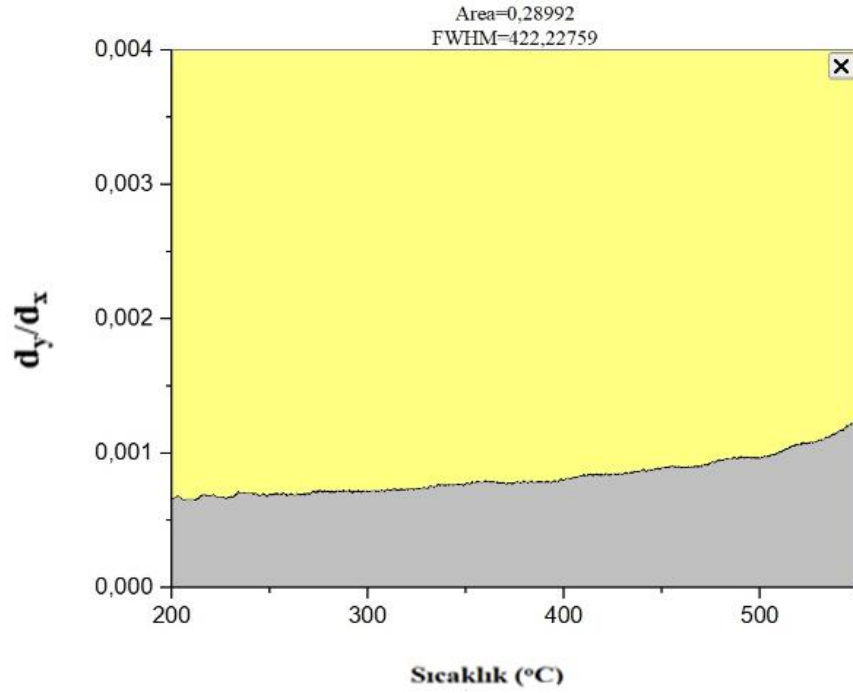


Şekil 4.21. 1150°C pişirme sıcaklığında D3 kompozisyonunun otoklav öncesi-sonrası dilatasyon eğrilerinin türevleri

Aşağıda Şekil 4.22.'de belli sıcaklıklar arasında (200°C - 550°C) alan hesabı grafiği belirtilmiştir. Farklı sıcaklıklarda pişirilmiş tüm reçetelerin otoklav öncesi ve otoklav sonrası dilatasyon eğrilerinin türevleri arasındaki alan değerleri, aşağıda Şekil 4.22.'de belirtildiği gibi hesaplanmıştır. Şekil 4.18 1150°C pişirme sıcaklığında standart kompozisyonun otoklav öncesi-sonrası dilatasyon eğrilerinin türevleri grafiğindeki 200°C ve 550°C arasındaki bölgeleri seçilerek origin programında eğrilerin altında kalan alanlar Şekil 4.22 (a) - (b) de hesaplanmıştır. Örnek hesaplama göre, Otoklav öncesi standart numunenin alan değeri 0,29421 (Şekil 4.22a) otoklav sonrası standart numunenin alan değeri 0,28633 (Şekil 4.22b) olarak hesaplanmıştır.



(a)



(b)

Şekil 4.22. 1150°C pişirme sıcaklığında standart kompozisyon dilatasyon eğrileri (a) otoklav öncesi (b) otoklav sonrası sonuçları

Şekil 4.18 örneğinde belirtildiği gibi tüm reçetelerin alan değerleri aşağıda belirtilen Tablo 4.15, 4.16, 4.17, ve 4.18 de verilmektedir.

Tablo 4.15. Standart reçetenin farklı pişirme sıcaklıklarındaki otoklav öncesi ve otoklav sonrası dilatasyon eğrileri altındaki alan değerleri

Reçete Sıcaklık(°C)	STD	
	Otoklav Öncesi	Otoklav Sonrası
950°C	0,33	0,30
1050°C	0,31	0,26
1150°C	0,29	0,27

Tablo 4.16. D1 reçetesinin farklı pişirme sıcaklıklarındaki otoklav öncesi ve otoklav sonrası dilatasyon eğrileri altındaki alan değerleri

Reçete Sıcaklık(°C)	D1	
	Otoklav Öncesi	Otoklav Sonrası
950°C	0,29	0,29
1050°C	0,29	0,24
1150°C	0,30	0,27

Tablo 4.17. D2 reçetesinin farklı pişirme sıcaklıklarındaki otoklav öncesi ve otoklav sonrası dilatasyon eğrileri altındaki alan değerleri

Reçete Sıcaklık(°C)	D2	
	Otoklav Öncesi	Otoklav Sonrası
950°C	0,30	0,29
1050°C	0,31	0,27
1150°C	0,29	0,27

Tablo 4.18. D3 reçetesinin farklı pişirme sıcaklıklarındaki otoklav öncesi ve otoklav sonrası dilatasyon eğrileri altındaki alan değerleri

Reçete Sıcaklık(°C)	D3	
	Otoklav Öncesi	Otoklav Sonrası
950°C	0,30	0,29
1050°C	0,33	0,27
1150°C	0,29	0,26

Vokac ve arkadaşlarının [29] yapmış olduğu çalışmalar doğrultusunda yukarıda verilen farklı sıcaklıklarda pişirilmiş farklı reçetelere ait alan değerleri arasındaki fark rutubet (nem) genişmesi değerini vermektedir. Aşağıda belirtilen Tablo 4.19 dilatometrik yöntem kullanılarak hesaplanan rutubet genişmesi değerleri verilmektedir.

Tablo 4.19. Farklı sıcaklıklarda pişirilmiş reçetelerin dilatometrik yöntem ile rutubet genişmesi değerleri

Reçete Sıcaklık (°C)	STD	D1	D2	D3
950	0,03	0,01	0,01	0,01
1050	0,05	0,05	0,04	0,05
1150	0,03	0,03	0,02	0,03

Tablo 4.19’da belirtilen rutubet genişmesi değerleri incelendiğinde tüm değerlerin standardın altında olduğu belirlenmiştir. En yüksek rutubet genişmesi değerine 1050 °C sıcaklığında pişirilen reçetelerde rastlanılmıştır. 950 °C ve 1150 °C sıcaklıklarında pişen reçetelerin rutubet genişmesi değerlerinin düşük çıktığı gözlenmiştir.

4.8. Rutubet (Nem) Genişmesi Değerinin ISO Standardına Göre Sonuçları

Seramik duvar karoları bölüm 2.3 TS EN 14411 standardında duvar karolarının fiziksel, mekanik, termal özellikleri bölümünde anlatılan TS EN ISO 10545-10

Rutubet Genleşmesi Tayinine göre hesaplar yapılmıştır. TS EN ISO Standardına göre farklı sıcaklıklarda pişirilmiş farklı kompozisyonlara ait duvar karoları Şekil 2.6. belirtilen kazan yardımı ile 24 saat boyunca kaynatılmış ve uzunluklarındaki oransal değişim ölçülerek rutubet genleşmesi değeri hesaplanmıştır.

Farklı kompozisyonlardaki duvar karolarının farklı sıcaklıklarda pişirme sonrası TS EN ISO Standardına göre rutubet genleşme değerleri aşağıdaki Tablo 4.20. verilmektedir.

Tablo 4.20. Farklı sıcaklıklarda pişirilmiş kompozisyonların TS EN ISO standardına göre rutubet genleşmesi değerleri (%)

Reçete Sıcaklık (°C)	STD	D1	D2	D3
950	0,02	0,01	0,02	0,02
1050	0,03	0,06	0,04	0,03
1150	0,03	0,02	0,02	0,02

TS EN ISO 1545-10 Standardı Ek A'nın vermiş olduğu bilgi doğrultusunda rutubet genleşmesi değerinin maksimum % 0,06 olması gerektiği belirtilmiştir. Bu standart ele alınarak Tablo 4.20 incelendiğinde farklı sıcaklıklara pişirilmiş farklı kompozisyonlara ait olan tüm duvar karolarının belirtilen değer aralığında olduğu gözlenmiştir. Ayrıca 950 °C ve 1150 °C sıcaklıklarında ölçülen rutubet genleşmesi değerinin 1050 °C ara sıcaklığında ölçülen rutubet genleşme değerlerinden daha düşük çıkmıştır.

5.GENEL SONUÇLAR

Rutubet genişmesinin seramik duvar karosu üzerindeki farklı sıcaklıklardaki etkilerinin araştırıldığı bu çalışmada farklı kompozisyonlara ait reçeteler oluşturularak rutubet genişmesini düşürmek ya da standartlar içinde tutarak mukavemet, su emme gibi özelliklerini iyileştirerek mevcut standart duvar karosu kompozisyonuna alternatif kompozisyon üretmek yönünde çalışmalar yapılmıştır. Rutubet genişmesi değeri TS EN ISO Standardına ek olarak yeni bir yöntem ile ölçülmüştür. Literatür araştırmaları sonucunda kullanılan yeni yöntemin ISO Standardı ile paralelliği, yapılan testler sonucunda doğrulanmıştır.

Standart seramik duvar karosu kompozisyonuna ait olan reçeteler 950°C, 1050°C, 1150°C farklı sıcaklıklarında kül fırınında pişirilmişlerdir. Farklı sıcaklıklardaki standart reçetelerin %su emme, mukavemet, renk tayini, ısıl genişleme katsayıları ve rutubet genişmesi değerleri incelenmiştir. Standart bünyelere ait fiziksel ve termal testler incelendiğinde, 3 farklı sıcaklıkta pişirilen duvar karolarının su emme ve mukavemet değerlerinin TS EN ISO 14411 Standardına göre uygun olduğu belirtilmiştir. Renk farklılıkları incelendiğinde farklı sıcaklıklar arasında çok büyük bir renk farklı gözlenmemiştir. Standart kompozisyonların farklı sıcaklıktaki ısıl genişleme katsayıları incelendiğinde değerlerin ortalama $7,30 - 7,60 \times 10^{-6}$ (1/°C) (25-600°C) aralığında değerler tespit edilmiştir.

Rutubet genişmesi değerini düşürmek için birbirinden farklı üç kompozisyon reçetesi hazırlanmıştır. Reçeteler rutubet genişmesine etki eden CaO miktarı değiştirilerek hazırlanmıştır. Her bir reçete belirlen 950°C, 1050°C, 1150°C pişirme sıcaklıklarında kül fırınında pişirilmiştir. Her bir kompozisyon reçetesinin TS EN ISO 14411 Standardına göre % su emme, mukavemet, renk tayini, ısıl genişleme katsayıları ve rutubet genişmesi değerleri incelenmiştir. Farklı sıcaklıklarda pişirilmiş standart reçete dahil tüm reçetelere yapılan testler incelendiğinde % su emme değerleri % 16,00 - % 20,00 değerleri aralığında, mukavemet sonuçları sıcaklık artışı ile artış göstermiş olup 950 °C pişirme sıcaklığında 94,00 – 123 kg/cm² aralığında, 1050 °C pişirme sıcaklığında 150 – 175 kg/cm² aralığında ve 1150 °C pişirme sıcaklığında 260 - 295 kg/cm² aralığında çıkmıştır. Yapılan testlerin sonuçlarının TS EN ISO Standardında verilen değerlerle uygunluğu tespit edilmiştir.

Rutubet genişmesi değerinin hesaplamada tez çalışmaları boyunca iki yöntem kullanılmıştır. TS EN ISO Standardında belirtilen yöntem ve yeni kullanılan dilatometrik yöntem ile tüm ölçümler gerçekleştirilmiştir. Yapılan iki yöntem ölçümlerinin sonuçları incelendiğinde; TS EN ISO Standardına göre yapılan testlerin rutubet genişmesi sayısal değer sonuçları 950 °C'de % 0,01 - % 0,02 aralığında, 1050 °C'de % 0,03 – % 0,06 değerleri aralığında ve 1150 °C pişirme sıcaklığında % 0,02 - % 0,03 aralığında sonuçlanmıştır. Aynı şekilde dilatometrik yöntem kullanılarak yapılan hesaplamalarda sonuçlar 950 °C'de % 0,01 - % 0,03 aralığında, 1050 °C'de % 0,04– % 0,05 değerleri aralığında ve 1150 °C pişirme sıcaklığında % 0,02 - % 0,03 aralıklarında sonuçlandırılmıştır. Her iki yöntemde de rutubet genişmesi değerinin 950 °C ve 1150 °C pişirme sıcaklıklarında düşük, 1050 °C pişirme sıcaklığında daha yüksek geldiği sonucuna ulaşılmıştır.

Literatürler incelendiğinde sıcaklık artışı ile rutubet genişmesi değerinin düşmesi beklenirken 1050 °C sıcaklığında artış, 1150 °C pişirme sıcaklığında ise tekrar düşüş gözlenmiştir. Bu olay sıcaklık değişimi ile yapıda meydana gelen yapı dönüşümleri ile açıklanmaktadır. Faz analizleri incelendiğinde rutubet genişmesine yol açan CaO elementi yüksek sıcaklıkta anortit yapısını oluşturarak yapıda bulunmaktadır. Buradaki oluşum tamamlandığından dolayı rutubet genişmesi değerinin düşük olmasına neden olmaktadır. 950 °C de yapılar oluşumunu tamamlayamazken, 1050 °C de yapılar serbest halde bulunduğundan dolayı rutubet genişmesi değeri diğer sıcaklıklara oranla daha yüksek çıkmaktadır.

Tez boyunca yapılan çalışmalar sonucunda 1150 °C pişirme sıcaklığında üretim yapan standart kompozisyonuna alternatif olarak; 950 °C pişirme sıcaklığında D2 kompozisyon reçetesi alternatif olarak gösterilebilir. Çünkü D2 kompozisyon reçetesi 950 °C pişirme sıcaklığında diğer kompozisyonlara kıyasla daha yüksek mukavemet değerine sahiptir. % Su emme değeri standart duvar karosu su emme değer aralığındadır. Aynı zamanda rutubet genişmesi değeri % 0,01 olarak hesaplanmıştır ve bu değer standartta verilen değerden oldukça düşüktür. Otoklav öncesi ve sonrası ısı genleşme katsayıları arasındaki farkın diğerlerine oranla daha düşük olması da yapı hareketinin az olacağı sonucunu ortaya çıkarmaktadır.

KAYNAKLAR

1. Çalışkan F., Seramik Hammaddeleri, Sakarya Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Matalurji Ve Malzeme Mühendisliği
2. MTA Genel Müdürlüğü, Kil, Kaolen, Feldispat Teknik Özellikleri
<http://www.mta.gov.tr/v3.0/bilgi-merkezi/kaolin>
3. D Aktürk, A. & Ergül, H.(1978). Endüstriyel Hammaddeler Jeolojisi, jeoloji Etütleri Dairesi Kitaplığı No:91, Diyarbakır
4. Yılmaz Ş., Toplan H.Ö., Demirkıran A.Ş., Seramik Hammaddeler, Ders Notu, Sakarya Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Matalurji Ve Malzeme Mühendisliği, 2015-2016
5. C Kafalı M.A., Seramik Yer Ve Duvar Kaplamaları, Sektörel, Araştırmalar, Araştırma Müdürlüğü, Türkiye Kalkınma Bankası A.Ş. Ankara, 2005.
6. Arcasoy A., Seramik Teknolojileri, Marmara Üniversitesi, Güzel Sanatlar Fakültesi, Seramik Ana Sanat Dalı Yayınları, No:2, 1983
7. Ersoy G.G., CaO İlavesi İle Duvar Karosu Bünye Renginin Açılması, Dokuz Eylül Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Jeoloji Mühendisliği Anabilim Dalı, Yüksek Lisans Tezi, 2015
8. Haner S., Talk ve Wollastonit İlavelerinin Duvar Karosu Bünyesine Etkilerinin Araştırılması, Dumlupınar Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Seramik Mühendisliği Ana Bilim Dalı, Yüksek Lisans Tezi, 2019
9. Soyhan H., Seramik Sinterleme Prosesi Sürecinde Şekil Değişikliklerinin İncelenmesi, İstanbul Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Yüksek Lisans Tezi, 2007
10. Çakıcı R.İ., Seramik Üretiminde Alternatif Hammaddelerin Kullanılma Olanaklarının Araştırılması ve Maliyet Azaltma Çalışmalarının Yapılması, İstanbul Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Maden Mühendisliği Ana Bilim Dalı, Yüksek Lisans Tezi, 2014
11. Karabay, D., Değişik Oranlarda Pomza, Talk ve Serpantin İlavelerinin Fayans Masse Üzerine Etkileri, Dumlupınar Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü Yüksek Lisans Tezi, 2006
12. Çetin B., Tokat Reşadiye Bölgesi Bentonitinin Duvar Karosu Bünyelerinde Kullanılabilirliğinin Araştırılması İstanbul Teknik Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Ana Bilim Dalı, Yüksek Lisans Tezi, 2015
13. E Zvezdin D.F., Kir'yanov A.V., Moisture expansion of ceramic tiles in double firing. Glass and Ceramics, 2006.
14. TS EN ISO Standartları
(<https://intweb.tse.org.tr/Standard/Standard/StandardAra.aspx>)
15. A TS EN ISO 10545-14 Seramik Karolar Lekelenmeye Dayanıklılık Tayini, Türk Standardı, Türk Standartları Enstitüsü.

16. B TS EN ISO 10545-13 Seamik Karolar Kimyasal Maddelere Dayanıklılık Tayini, Türk Standardı, Türk Standartları Enstitüsü.
17. Y Evcin, A., Malzeme Karakterizasyon Metodları, Afyon Kocatepe Üniversitesi, Afyon, 2016.
18. X Skoog, D.A., Holler F. J., Nieman T.A., Enstrümental Analiz İlkeleri, , Çev. Editörleri, E. Kılıç, F. Köseoğlu, H. Yılmaz, Bilim Yayıncılık, 1998.
19. F Abdrakhimov V.Z., Abdrakhimov E.S. Abdrakhimov D.V., Moist Expansion of Ceramic Materials, Glass and Ceramic, 1998
20. Cantavella V., García J., Sánchez Ten, E., Bannier E., Sánchez J., Soler C., Sales J. Delayed Curvatures In Porcelain Tile. Analysis And Measurement Of Influencing Factors, Qualicer, Spain 2008.
21. Lira C., Fredel M. C. , Mauro D. M. da Silveira, Orestes E. Alarcon, «Effect Of Carbonates On Firing Shrinkage And On Moisture Expansion Of Porous Ceramic Tiles», Qualicer'98, 1998.
22. Tarhan, M., Tarhan, B., «Effect Of Usage Of Perlit On Technical Properties Of Ceramic Wall Tile», International Journal of Engineering Research and Development, 2018.
23. S.Nastri,L.R. Dos S. Conserva, F. Contartesi, D. Franco, A.V. Lot, V.L.Gallo, F.G.Melchiades,A.O. Boschi ,About The Evaluation Of Moisture Expansion, 2016.
24. T Kara A., Özer F., Kayacı Kağan., Özer P., Development of a Multipurpose Tile Body: Phase and Microstructural Development
25. Q Vasic R., Vasic M., Phenomenon Of Moisture Expansion And Its Influence On Mechanical Properties Of Brick Clay Products. Ceramic Materials, 2011
26. E Sarı H., Kuruma S., Seramik Sağlık Gereçleri Bünyelerinde Camsı Faz Kompozisyonunun Pişirim Sıcaklıklarına Etkisi, Gazi Üniversitesi, Mühendislik ve Mimarlık Fakültesi, Cilt 28, No 3, 445-454, 2013
27. Bowman R., The Need For Establishing A Moisture Expansion Convention Fort He Analysis Of Tiling System Failures, CSIRO Division of Building, Construction and Engineering, Australia
28. H TS EN ISO 10545-10 Rutubet Genleşmesi Tayini, Türk Standardı, Türk Standartları Enstitüsü.
29. Vokáč M., Kloužková A., Hanykýř V., Bouška P., Dilatometric Analysis Of Ceramic Roof Tiles For Determining Irreversible Moisture Expansion, Czech Technical University In Prague, Klokner Institute 2009.
30. Plešingerová B., Klapáč M., Kovalčíková M., Moisture Expansion Of Porous Biscuit Bodies – Reason Of Glaze Cracking, Department Of Chemistry, Faculty Of Metallurgy, Technical University Košice, 2002.
31. Moisture Expansion, Institut de Promocio Ceramica (http://www3.ipc.org.es/guia_colocacion/info_tec_colocacion/los_materiales/baldosas/caract_fis_qui/expansion_humedad.html)

ÖZGEÇMİŞ

Adı Soyadı : Rabia GÜN

Doğum Yeri ve Yılı : Muğla, 1994

Medeni Hali : Bekar

E-posta : gunnrabia@gmail.com, rgun@graniser.com.tr

Eğitim Durumu

Lise : Ortaca Anadolu Lisesi, 2012

Lisans : Celal Bayar Üniversitesi, Metalurji ve Malzeme Mühendisliği,
2016

Mesleki Deneyim

Graniser Seramik San.A.Ş – Ar-Ge Mühendisi 2017-..... (halen)

Yayınlar

1. Özer M.F., Yalamaç E., Gün R., Investigation of Relationship Between Firing Temperature and Moisture Expansion, SERES, Sözlü ve Özet Bildiri, 10-12 Ekim 2018.