

T.C.
YILDIZ TEKNİK ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

SİLİKA AEROJEL KATKILI HAFİF SERAMİK SAĞLIK GEREÇİNİN
GELİŞTİRİLMESİ

Murat DOĞDU

YÜKSEK LİSANS TEZİ

Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Anabilim Dalı

Malzeme Programı

Danışman

Prof. Dr. Hasibe Aygöl YEPREM

Eş Danışman

Prof. Dr. Sevil YÜCEL

Şubat, 2022

T.C.
YILDIZ TEKNİK ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

**SİLİKA AEROJEL KATKILI HAFİF SERAMİK SAĞLIK GEREÇİNİN
GELİŞTİRİLMESİ**

Murat DOĞDU tarafından hazırlanan tez çalışması 04.02.2022 tarihinde aşağıdaki jüri üyeleri tarafından Yıldız Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Anabilim Dalı, Malzeme Programı **YÜKSEK LİSANS TEZİ** olarak kabul edilmiştir.

Prof. Dr. Hasibe Aygöl YEPREM
Yıldız Teknik Üniversitesi
Danışman

Prof. Dr. Sevil YÜCEL
Yıldız Teknik Üniversitesi
Eş-Danışman

Jüri Üyeleri

Prof. Dr. Hasibe Aygöl YEPREM, Danışman
Yıldız Teknik Üniversitesi

Prof. Dr. Nilgün KUŞKONMAZ, Üye
Yıldız Teknik Üniversitesi

Prof. Dr. Bekir KARASU, Üye
Eskişehir Teknik Üniversitesi

Danışmanım Prof. Dr. Hasibe Aygöl YEPRM ve eş danışmanım Prof. Dr. Sevil YÜCEL sorumluluğunda tarafımca hazırlanan “Silika Aerojel Katkılı Hafif Seramik Sağlık Gerecinin Geliştirilmesi” başlıklı çalışmada veri toplama ve veri kullanımında gerekli yasal izinleri aldığımı, diğer kaynaklardan aldığım bilgileri ana metin ve referanslarda eksiksiz gösterdiğimi, araştırma verilerine ve sonuçlarına ilişkin çarpıtma ve/veya sahtecilik yapmadığımı, çalışmam süresince bilimsel araştırma ve etik ilkelerine uygun davrandığımı beyan ederim. Beyanımın aksinin ispatı halinde her türlü yasal sonucu kabul ederim.

Murat DOĞDU

İmza



Bu alıřma, Trkiye Bilimsel ve Teknolojik Arařtırma Kurumu (TBİTAK) tarafından 2210-D Sanayiye Ynelik Yurt İi Yksek Lisans Burs Programı kapsamında desteklenmiřtir.

Her zaman yanımda olan aileme

TEŞEKKÜR

Bu çalışmanın gerçekleştirilmesinde yüksek tecrübe ve engin bilgilerini benimle paylaşan, araştırmalarım boyunca doğru sonuçlara kolaylıkla ulaşmamı sağlayan, akademik ortamda olduğu kadar insani ilişkilerde de sonsuz destekleriyle gelişmeye katkıda bulunan asla unutmayacağım danışman hocam Prof. Dr. Hasibe Aygöl YEPREM ve eş danışman hocam Prof. Dr. Sevil YÜCEL hocalarıma sonsuz teşekkürlerimi sunarım.

Çalışmanın deneysel faaliyetlerinin sürdürülmesi aşamasında teknik altyapıları ile katkılarını sunan DURAVİT AG ve Genel Müdür Müfit ÜLKE'ye, çalışmaya sağladıkları büyük yardımlar için Selin BAKLACI, teknisyen Çoşkun AŞCI'ya teşekkür ederim.

Bu tez çalışmasında 2210-D Sanayiye Yönelik Yurt İçi Yüksek Lisans Burs Programı kapsamında maddi destek veren Türkiye Bilimsel ve Teknolojik Araştırma Kurumu'na (TÜBİTAK), faz analizlerinin gerçekleştirilmesinde büyük yardımları dokunan Dr. Enver Can KILIÇ ve Esra BİNİCİ'ye, son olarak tez süresince desteklerini esirgemeyen, eğitimim süresince aldığım kararlarda yanımda olan sevgili aileme sonsuz teşekkürlerimi sunarım.

Murat DOĞDU

İÇİNDEKİLER

SİMGE LİSTESİ	ix
KISALTMA LİSTESİ	x
ŞEKİL LİSTESİ	xi
TABLO LİSTESİ	xii
1 GİRİŞ	1
1.1 Literatür Özeti	1
1.2 Tezin Amacı	3
1.3 Hipotez (Bulgular veya Orjinal Katkı)	3
2 SERAMİKLER	4
2.1 Seramik Tanımı ve Tarihçesi	4
2.2 Seramiklerin Özellikleri	5
2.3 Seramiklerin Sınıflandırılması	6
3 VİTRİFİYE SERAMİKLER	7
3.1 Vitrikiye Seramik Tanımı	7
3.2 Dünya ve Türkiye’de Vitrikiye Seramik Sektörü	7
3.2.1 Sektörün Dünya Ekonomisi ve Avrupa Birliği Ülkelerindeki Durumu	7
3.2.2 Sektörün Türkiye’deki Durumu	8
3.3 Vitrikiye Ürünlerin Üretimi	8
3.3.1 Vitrikiye Üretiminde Kullanılan Hammaddeler ve Özellikleri	8
3.3.2 Vitrikiye Üretiminde Kullanılan Çamurlar	15
3.3.3 Çamurun Hazırlanması	16
3.3.4 Döküm	16
3.3.5 Kurutma	17
3.3.6 Sırlama	18
3.3.7 Sinterleme (Pişirim)	20
4 SİLİKA AEROJELLER	24

4.1	Aerojel Tanımı ve Tarihçesi	24
4.2	Silika Aerojeller.....	25
4.3	Silika Aerojellerin Özellikleri ve Kullanım Alanları	26
4.4	Silika Aerojellerin Üretim Yöntemleri.....	28
5	DENEYSEL ÇALIŞMALAR	30
5.1	Kullanılan Hammadde ve Cihazlar	30
5.2	Reçete Çalışmaları.....	31
5.2.1	Referans Numune ve Silika Aerojel İlavesi Yapılmış Numunelerin Hazırlanması	31
5.2.2	Referans Çamur ve Silika Aerojel İlavesi Yapılmış Çamurların Döküm İşlemi ve Kurutulması.....	35
5.2.3	Sırlama ve Sinterleme	36
5.3	Karakterizasyon.....	36
5.3.1	Et Kalınlığı ve Ağırlık Deneyleri	36
5.3.2	Küçülme Deneyleri	37
5.3.3	Su Emme Testi.....	38
5.3.4	Üç Nokta Eğme Testi.....	38
5.3.5	Dilatometre ve Deformasyon Analizi	39
5.3.6	Pişme Renk Kontrolü.....	40
5.3.7	Harkort ve Otaklav Testi	41
5.3.8	Faz Analizi.....	43
6	SONUÇLAR VE TARTIŞMA	45
6.1	Reolojik Sonuçlar	45
6.2	Et Kalınlığı ve Ağırlık Sonuçları	46
6.3	Küçülme Deneyi Sonuçları.....	47
6.4	Su Emme Test Sonuçları.....	48
6.5	Üç Nokta Eğme Test Sonuçları	48
6.6	Dilatometre ve Deformasyon Analizi Sonuçları	48
6.7	Pişme Renk Kontrol Sonuçları	50
6.8	Harkort ve Otoklav Testi Sonuçları.....	50

6.9 Faz Analizi Sonuçları.....	50
7 SONUÇ VE ÖNERİLER	57
KAYNAKÇA	59
TEZDEN ÜRETİLMİŞ YAYINLAR	64



SİMGE LİSTESİ

ağ	Ağırlık (G)
α	Alfa
β	Beta
dk	Dakika
°	Derece
gr	Gram
w	Güç
°F	Fahrenheit
kg	Kilogram
K	Kelvin
lt	Litre
MPa	Megapaskal
m	Metre
mm	Milimetre
sa	Saat
sn	Saniye
°C	Santigrad
cm ³	Santimetreküp
θ	Teta
L	Uzunluk
~	Yaklaşık
%	Yüzde

KISALTMA LİSTESİ

A.Ş.	Anonim Şirketi
CAGR	Bileşik Yıllık Büyüme Oranı
CIE	Uluslararası Aydınlatma Komisyonu
FC	Fire Clay
FFC	Fine Fire Clay
GOF	Uygunluk Değeri
VC	Vitrous China



ŞEKİL LİSTESİ

Şekil 3.1 Silika Faz Diyagramı	12
Şekil 3.2 SiO ₂ Sisteminde Sıcaklık Dönüşümlü Faz Diyagramı	13
Şekil 3.3 Vitrifiye Seramiklerin Pişirim Süreci	21
Şekil 4.1 Aerojel Yapısı	24
Şekil 4.2 Silika Aerojel Şematik Yapısı.....	26
Şekil 5.1 Çalışmalarda Kullanılan Hammaddeler a) 1-Şamot, 2-Kaolen, 3-Kil, b) Silika Aerojel c) Kuvars d) K-Feldispat e) Vollastonit.....	30
Şekil 5.2 Çamur Hazırlama	32
Şekil 5.3 Piknometre ile Litre Ağırlığı Tayini	33
Şekil 5.4 Gallenkamp Viskozimetresi.....	34
Şekil 5.5 a)Hazırlanan Çamurun Elek Analizi, b) Manyetik Bileşenlerin Ayırıştırılması.....	34
Şekil 5.6 Reoloji Çalışmaları a) Reometre Cihazı b) Ford Cup Cihazı	35
Şekil 5.7 Alçı Kalıplara Döküm.....	36
Şekil 5.8 Karakterizasyon Numuneleri.....	37
Şekil 5.9 Su Emme Test Cihazı	38
Şekil 5.10 Üç Nokta Eğme Test Cihazı.....	39
Şekil 5.11 Dilatometre Analizi a) Dilatometre Numuneleri, b) Test Cihazı	39
Şekil 5.12 Deformasyon Testi a) Deformasyon Kalıbı b) Test Numuneleri	40
Şekil 5.13 L*, a*, b* Kromatik Koordinat Şeması.....	41
Şekil 5.14 Harkort Deney Numuneleri	42
Şekil 5.15 Otoklav Cihazı	42
Şekil 5.16 Boyut Küçültme Çalışmaları a) Öğütme b) Elek Analizi	43
Şekil 5.17 X- Işını Kırınım (XRD) Analizi Çalışmaları	44
Şekil 6.1 26°-27° Arasında Yer Alan Pikte Faz Dağılımı	51
Şekil 6.2 20°-22° Arasında Yer Alan Pikte Faz Dağılımı	52
Şekil 6.3 Referans Numunesinin Faz Analizi.....	52
Şekil 6.4 N1 Numunesinin Faz Analizi.....	53
Şekil 6.5 N2 Numunesinin Faz Analizi.....	53
Şekil 6.6 N3 Numunesinin Faz Analizi.....	54
Şekil 6.7 N4 Numunesinin Faz Analizi.....	54
Şekil 6.8 N5 Numunesinin Faz Analizi.....	55

TABLO LİSTESİ

Tablo 3.1 Seramik Sektöründe Kullanılan Na-Feldispat ve K-Feldispat Cevherlerinin Kimyasal Bileşimleri	11
Tablo 5.1 Çalışmalarda Kullanılan Reçetelerde Silika Aerojelin Ağırlıkça Bulunma Oranı.....	32
Tablo 6.1 Çamurun Reolojik Özellikleri	45
Tablo 6.2 Silika Aerojel Malzemesinin Özellikleri.....	46
Tablo 6.3 Numunelerin Kalınlık Alma Analiz Sonuçları	46
Tablo 6.4 Numunelerin Sinterlenmesi Sonrası Ağırlığı ve Referans Numuneye Göre % Hafifleme Oranı	47
Tablo 6.5 Numunelerde Küçülme ve Ateş Kaybı	47
Tablo 6.6 Su Emme Analiz Sonuçları.....	48
Tablo 6.7 Üç Nokta Eğme Testi Sonuçları	48
Tablo 6.8 Sırlı ve Sırsız Bünyelerin 4 Farklı Sıcaklıkta Dilatometre Test Sonuçları.....	49
Tablo 6.9 Deformasyon Analiz Sonuçları	49
Tablo 6.10 Pişme Rengi Analiz Sonuçları.....	50
Tablo 6.11 Uygunluk Değerleri (GOF)	51
Tablo 6.12 XRD Analizi Faz Dağılımları	55

Silika Aerojel Katkılı Hafif Seramik Sağlık Gerecinin Geliştirilmesi

Murat DOĞDU

Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Anabilim Dalı

Yüksek Lisans Tezi

Danışman: Prof. Dr. Hasibe Aygöl YEPREM

Eş-Danışman: Prof. Dr. Sevil YÜCEL

Vitrifiye seramiklerin, inorganik hammaddelerin (kil, kaolen, kuvars ve feldispat gibi) belirli oranlarda karıştırılması, ardından alçı veya sentetik reçine kalıplara dökülerek 1200-1250°C'de sinterlenmesi ile elde edildiği bilinmektedir. Genel olarak vitrifiye seramik sektöründe üretilen ürünler için iki farklı çamur kullanılmakta olup bu çamurlar akçini çamurları (VC) ve ince ateş kili (Fine Fire Clay) (FFC) çamurlarıdır. Bu sektörde, büyük boyutlu ürünler, Fine Fire Clay (FFC) olarak bilinen yüksek pişmiş kil içeriğine sahip killerle dökülmektedirler. FFC çamurları ile uzun ebatlara ve düşük pişirme deformasyonuna sahip lavabo tipi ürünler üretilmektedir. Bu çalışmada, vitrifiye seramiklerin hazırlanmasında kullanılan Fine Fire Clay (FFC) çamur reçetesinde bulunan kuvars oranında değişiklik yapılarak farklı inorganik bileşimlerinin gerçekleştirilmesi ile daha hızlı kalınlık alan hafifletilmiş ürünlerin elde edilmesi amaçlanmıştır. Bu amaçla çalışmada kullanılan malzeme silika aerojel olup sodyum silikat çözeltisi

kullanılarak sol-jel tekniđi ile üretilmiřtir. Silika arojel amorf yapıda olup 0,25 g/cm³ yoğunluđa sahiptir. Yapılan alıřmada ađırlıka %0,55, %3, %5, %7,5 ve %10 oranlarında silika arojel katkılı 5 farklı reete hazırlanmıřtır. FFC amuruna ađırlıka ilave edilen silika arojel ve diđer hammaddeler, 4-5 saat karıřtırılıp 2 gún yařlandırılmıřtır. Yařlandırma sonrasında alı kalıba döküm gerekleřtirilmiř ve kalıptan ıkan ürün 1250°C'de sinterlenmiřtir. alıřmalar sırasında amurun litre ađırlıđı en düşük 1595 (g/lt) en yüksek 1836 (g/lt), tiksotropik davranıřı ise 36-67° olarak ölçölmüřtür. Eklenen silika arojelin miktarı arttıka, numunelerin kalınlık alması artmıř ve ađırlıkta önemli düşüřler gözlemlenmiřtir. Ađırlıka %10 silika arojel ieren numunede kalınlık alma 8,6 (mm/sa) ölçölmüř ve ürün ađırlıđında %28,3 azalma sađlanmıřtır. Ayrıca silika arojel miktarı arttıka kalınlık alma, deformasyon ve su emme seviyelerinde de artma gözlemlenmiřtir.

Anahtar Kelimeler: Seramik Sađlık Gereeleri, Vitrifiye Seramik, Silika Arojel, FFC.

Development of Silica Aerogel Added Lightweight Ceramic Sanitaryware

Murat DOĞDU

Department of Metallurgical and Materials Engineering

Master Of Science Thesis

Supervisor: Prof. Dr. Hasibe Aygöl YEPEM

Co-supervisor: Prof. Dr. Sevil YÜCEL

It is known that ceramic sanitary wares are obtained by mixing inorganic raw materials (such as clay, kaolen, quartz and feldspar) in certain proportions and then pouring them into gypsum or synthetic resin moulds and sintering them at 1200-1250°C. Generally, two different slurries are used in the ceramic sanitary ware industry. These slurries; vitreous china and fine fire clay (FFC). In this sector, oversized products are cast with clays with a high fired clay content known as Fine Fire Clay (FFC). Sink type products with long sizes and low firing deformation are produced with FFC slurries. In this study, it is aimed to obtain lighter products that gain thickness faster by realizing different inorganic compositions by changing the quartz ratio in the Fine Fire Clay (FFC) mud recipe used in the preparation of ceramic sanitary ware. For this purpose, the material used in the study is silica aerogel which was produced by sol-gel technique using sodium silicate solution. Silica aerogel is amorphous and has a density of 0.25 g/cm³. In the study, 5 different recipes were prepared with silica aerogel additives (0.55%, 3%, 5%, 7.5% and 10%) by weight. Silica aerogel and other raw materials added by weight to FFC slurry were

mixed for 4-5 hours and aged for 2 days. After aging, casting was carried out into the plaster mold and the product coming out of the mold was sintered at 1250°C. During the studies, the lowest liter weight of the sludge was 1595 g/lt, the highest was 1836 (g/lt) and thixotropic behavior was measured as 36-67°. As the amount of silica aerogel added increased, the wall thickness of the samples increased and significant decreases were observed in their weights. In the sample containing 10 wt% silica aerogel, the wall thickness was measured as 8.6 mm/h and a 28.3 wt% reduction in the product weight was achieved. As the amount of silica increased, the wall thickness, deformation and water absorption levels increased.

Keywords: Ceramic Sanitaryware, Vitrified Ceramic, Silica Aerogel, FFC.



1.1 Literatür Özeti

Seramik sektörü; geleneksel veya yüksek teknoloji yöntemleri ile üretilen, seramik kaplama malzemeleri, vitrifiye ürünler, mutfak eşyaları, refrakter malzemelerin yanı sıra seramik hammaddeleri alt sektörlerinden oluşmaktadır. Farklı kullanım alanları olup özellikle inşaat sektörüne önemli oranda katkı sağlayan bir sanayi dalı olarak dikkat çekmektedir.

Vitrifiye seramikleri sektörde seramik sağlık gereçleri olarakta adlandırılmakta olup bu çalışmada vitriye seramikler şeklinde bahsedilmiştir. Vitrifiye seramikler bir dizi süreçler sonucunda ortaya çıkan ürünlerdir. Bu süreç genel olarak kil, kaolen, kuvars ve feldispat gibi inorganik maddelerin belirli oranlarda karıştırılması ile başlar. Karıştırılan hammaddeler akışkan bir çamur haline getirilip uygun yöntemlerle şekillendirilmesi sağlanıp 1250 °C'de pişirilmektedirler. Pişirim ile sertleştirilmesi sağlanmış su emme değeri %0,75'in altında olan ürünler olarak tanımlanmaktadır.

Vitrifiye seramiklerin tasarımında ürünün hafif, et kalınlığının ince ve mukavemetinin yüksek olması istenmektedir. Bu özellikler, seramikte bulunan hammaddelerin farklı oranlarda karıştırılması ile sağlanmaktadır. Vitrifiye seramik sektöründe üretilen ürünler için genellikle Vitrous China (VC) ve Fine Fire Clay (FFC) çamurları kullanılmaktadır.

Vitrifiye seramiklerde büyük ebatlı ürünler FFC olarak bilinen pişmiş kil içeriği yüksek çamurlar ile dökülmektedir. Uzun ebatlı ve düşük pişme deformasyonun gerekliliği içeren lavabo türü ürünler FFC çamurları ile üretilmektedir [1]. Yaklaşık olarak, karakteristik bir FFC çamuru şu oranlardan oluşmaktadır; %3 feldispat, %18 kuvars, %15 kil, %20 kaolen ve son olarak %31 şamot [2]. Türkiye'deki vitrifiye üreticilerinin FFC çamurlarında %30-35 aralığında şamot kullandıkları

bilinmektedir. Şamot, sıhhi tesisat ürünlerine direnç verip deformasyon davranışını en aza indirmektedir [1].

Vitrifiye seramiklerin daha büyük ebatlarda ve istenilen ölçülerde üretilmesi üreticilerin karşılaştığı bir sorundur [3] [4]. Büyük boyutlu bu ürünlerin küçülmesi ve deformasyonu üretim esnasında bazı sorunlara neden olmaktadır. Ürünlerde oluşan sorunların azaltılmasına yönelik kısıtlı çalışma bulunmaktadır [5] [3] .

Nazım Kunduracı ve Tuna Aydın tarafından yapılan bir çalışmada vitrifiye seramiklerine yönelik ultra ince FFC lavabo üretimi gerçekleştirilmiştir. Ultra ince FFC lavabo üretimi yapılırken yarı mamül ve pişmiş mamül mukavemetleri arttırılmıştır. Çalışmada mevcut vitrifiye ürün reçetesinde yer alan şamotun yerine alternatif malzeme olarak Symlox tozu (ticari müllit) kullanılmıştır. Symlox tozunun seçiminde yapısında müllit fazının %95 oranında olması etkili olmuştur. Reçetede yer alan diğer hammaddelerin oranlarında ayarlamalar yapılarak çamur hazırlanıp ürün üretimi gerçekleştirilmiştir. Bu çalışma sonucunda şamot malzemesinin yerine alternatif Symlox tozunun kullanılabilirliği gösterilmiştir. Symlox tozunun kullanımı ile ultra ince FFC lavabo üretimi sağlanmış ve mukavemette azalma görülmemiştir [1].

Silika aerojeller, tüm aerojeller içerisinde son 30 yıldır üzerinde çalışılan ve olağanüstü özellikleri ile oldukça geniş uygulama alanları olan aerojeldir [6].

Silika aerojeller tanelerinin çok sayıda çapraz bağlı zincirlerinden oluşan nano gözenekli malzemelerdir. Silika aerojel, yüksek spesifik yüzey alanlı ($100-1200 \text{ m}^2/\text{g}$), yüksek gözenekli (%80-99.9), düşük yoğunluklu ($0.003-0.3 \text{ g}/\text{cm}^3$), düşük dielektrik sabiti (~ 1.05) ve üstün ısı yalıtım ($0.005 \text{ W}/\text{m K}$) düşük kırınım indisi gibi oldukça mükemmel özelliklere sahip bilinen en hafif katı maddelerdir. Yüksek gözenekliliği ve küçük gözenek boyutları sayesinde, aerojeller mükemmel fiziksel, ısı, optik ve akustik özelliklere sahip olmaktadır. Yüksek gözeneklilikleri sayesinde aerojeller bilinen en hafif katı maddeler olma rekorunu elinde tutar ve yaklaşık $3 \text{ kg}/\text{m}^3$ 'lük düşük bir kütle yoğunluğuna sahip olabilirler [7] [8] [9].

Bu çalışmayla, seramik sağlık gereçleri ürünlerini hafifletmek ve daha hızlı et kalınlığı alması amacıyla ürün reçetesinde farklı bileşimlerde çalışılarak tasarımının

iyileştirilmesi hedeflenmiştir. Bu amaçla, %0.55, %3, %5, %7,5 ve %10 silika aerogel içeren Fine Fire Clay (FFC) çamurları hazırlanmıştır. Hazırlanan çamurda kuvarsın bir kısmının yerine farklı oranlarda silika aerogel ilave edilerek deneme reçeteleri hazırlanmıştır. Çalışmada litre ağırlığı, tiksotropi, viskozite, kalınlık alma, boyutta küçülmeler, mukavemet ölçümleri, deformasyon, ateş kaybı, su emme, dilatometre, pişme rengi, ağırlık, XRD analizleri gerçekleştirilmiştir.

1.2 Tezin Amacı

Bu tez çalışmasında, seramik sağlık gereçlerinin hazırlanmasında kullanılan FFC çamur reçetesinde bulunan kuvars oranında değişiklik yapılarak farklı inorganik bileşimlerin gerçekleştirilmesi ile daha hızlı kalınlık alan hafifletilmiş ürün eldesi amaçlanmıştır. Bu kapsamda çalışmada kullanılan malzeme silika aerogel olup sodyum silikat çözeltisi kullanılarak sol-jel tekniği ile üretilmiştir. Üretilen silika aerogel reçete çalışmalarında kuvars oranında azaltmalar yapılarak farklı bileşimlerde dahil edilmiştir. Ayrıca tez çalışmasında vitrifiye ürünlerinin daha hızlı kalınlık alması ile işletmelerde enerji maliyetlerinin düşürülmesi ve birim zamanda daha fazla ürün üretiminin sağlanması hedeflenmiştir.

1.3 Hipotez (Bulgular veya Orjinal Katkı)

Bu tez çalışmasında Duravit firmasına ait endüstriyel ürün reçetesine vitrifiye ürünlerin üretiminde kullanılan hammaddelerin yanı sıra, oldukça düşük yoğunluğa sahip silika aerogel hammaddesi eklenmesi ile ağırlığı düşürülmüş yeni ürünlerin üretilebilir olacağı düşünülmüştür. Aynı zamanda silika aerogel katkılı vitrifiye seramiklerde istenilen kalınlık alma değerlerine daha kısa sürede ulaşılması öngörülmektedir. Silika aerogel pahalı bir malzeme olmasına karşın bu çalışmada daha ucuz bir yöntemle üretilen silika aerogelin kullanımı düşünülmüştür.

2.1 Seramik Tanımı ve Tarihçesi

Seramik sözcüğü kil, toprak ya da pişirilmiş eşya anlamındaki latince “keramikos/keramos”tan gelmektedir. Metal olmayan element ile bir veya birden çok metalin bir araya gelerek sinterlenmesiyle oluşan organik olmayan bileşikler seramik olarak adlandırılır. Böylesi ürünlerin eldesinde kullanılan kil, kaolen ve benzeri maddelerin kaynağı doğa olayları sonucunda kayaçların parçalanması ile oluşup bu hammaddelerin pişirilmesi ile seramik bünyeler oluşturulmaktadır. Dolayısıyla halk arasında yaygın olarak pişmiş toprak esaslı malzeme olarak bilinmektedir [10] [11].

Başka bir tanım ise; seramik inorganik hammaddelerin karıştırılması ve pişirilmesi ile elde edilen estetik, dayanıklı, sağlıklı ve kolay temizlenebilen malzemedir. Metal ve metal olmayan minerallerin karıştırılıp öğütülerek toz haline getirilmesi ve bu karışımın belli bir şekil verildikten sonra pişirilmesiyle elde edilen yarı camı malzemeler seramik olarak tanımlanabilir [12].

M.Ö. 7000 yılında kurutulmuş kil ile yapılmış ilk tuğlalar seramik üretiminin başlangıcı olarak kabul edilmektedir. Daha sonra M.Ö. 4000 yılına ait pişirilmiş ilk tuğla örnekleri bulunmuştur. M.Ö. 2600 yılında çivi yazısı ile yazılmış tuğlalar bulunmuştur.

İlk porselen üretimi M.S. 800 yılında Çin’de yapılmıştır. M.S. 1600 yıllarında Avrupa’da ilk seramik fabrikası kurulmuştur. 1986 yılında süper iletken seramik keşfedilmiştir [13].

Seramik tarihi insanlık tarihi ile paralellik göstermektedir. Anadolu’daki en eski seramik kalıntıları Çatalhöyük’teki 8000 yıl öncesine ait kalıntılardır [10].

2.2 Seramiklerin Özellikleri

Seramikler, doğada bulunan toprak esaslı kayaçların öğütülmesi ile küçük tane boyutlarına indirilmesi ve bu hammaddelerin homojen bir şekilde karıştırılması sonrasında şekillendirilir. Bu bünyelerden elde edilen ürünler, kullanım alanına göre sırlı veya sırsız bir halde farklı sıcaklık değerlerinde sinterleme yapılması sonucu oluşmaktadır. Fiziksel olarak sert ve kırılğan yapıya sahip olan seramiklerin süneklikleri ve toklukları da düşüktür. Ayrıca, yüksek erime sıcaklıklarına sahip olup, korozyona karşıda dayanıklıdır [14]. Seramik malzemelerin yapılarında bulunan göcekler, bünyelerindeki kristal ve cam yapılı fazlardan kaynaklanmaktadır. Seramik bünyelerde bulunan farklı faz yapılarının miktarı ve dağılımlar malzemelerin özelliklerini önemli ölçüde belirlemektedir. Örnek olarak; bir seramik malzeme yapısında yer alan mevcut fazların dizilimlerinin değiştirilmesi sonucunda iletken olan özelliğini yalıtkan hale getirebilir.

Seramiklerin kimyasal bileşimleri, karmaşık faz yapılarından basit bileşiklere kadar geniş bir yalpazede değişebilmektedir. Bileşimlerinde doğada bol miktarda bulunan metal oksitler, silikatlar, karbürler, nitrürler, borürler ve camlar yer alabilir. Bu sebeple kristalografleri karmaşıktır. Seramiklerde amorf yapılar gözlenebileceği gibi amorf/kristalin karma yapılar da ortaya çıkabilmektedir. Seramiklerin özellikleri kimyasal bağ yapıları ile doğrudan ilişkilidir. Seramik malzemelerin genel özellikleri aşağıdaki gibi sıralanabilir [15]:

- Dayanım değerlerini yüksek sıcaklıklarda koruyabilmesi,
- Düşük tokluk ve yüksek gevreklik,
- Düşük elektrik ve ısı iletimi,
- Yüksek korozyon direnci ve kimyasal kararlılık,
- Düşük yoğunlukları ile özellikle metallere kıyasla % 40'a varan hafiflik avantajı,
- Kaynaklarının doğada bol miktarda bulunması,
- Düşük sürtünme katsayısı,
- Yüksek basma dayanımı.

Seramik malzemelerin kullanımlarını kısıtlayan en büyük dezavantaj düşük süneklik özellikleri göstermesidir. Yapılarındaki gözenek yoğunluğu sebebiyle çekme dayanımları düşük, basma dayanımları ise yüksektir [15].

2.3 Seramiklerin Sınıflandırılması

Seramik ürünler; geleneksel seramikler ve ileri teknoloji seramikleri olarak iki temel başlık altında incelenmektedir.

Geleneksel seramikler; porselen, cam, fayans, çimento, vitrifiye seramik, tuğla-kiremit, çanak, çömlek gibi ürünleri kapsar.

Geleneksel seramikler üretim yöntemine göre “Kaba”, “İnce” ve “Teknik” seramikler şeklinde 3 kategoriye ayrılırlar. Temel yapısı renkli olanlar kaba seramik şeklinde adlandırılmaktadır. Bu seramiklere örnek olarak inşaat tuğlaları, kiremitler, refrakter tuğlaları, çömlekçilik ürünleri gösterilebilmektedir. Genellikle beyaz olan bileşimler ise ince seramikleri oluşturmaktadır. Örneğin; fayanslar, karo, porselenler, vitrifiye seramikler, elektroporselenler ve çinicilikler bu kategoriye girmektedir. Ürün yapısı renkli veya beyaz olabilme davranışı sergileyen genellikle teknik çalışmalarda kullanılmak üzere geliştirilmiş ürünler teknik seramikleri oluşturmaktadır [11].

İleri teknoloji seramiklerinin geleneksel seramiklere kıyasla iç yapıları daha denetimli olup aynı zamanda yüksek saflık göstermektedir. Bu seramikler istenilen yüksek saflık ve sıkı iç yapıların kazandırılması için hammaddeler genellikle yapay olarak veya doğal hammaddelerin saflaştırılması sonucu elde edilmektedir. İleri teknoloji seramikleri alüminyum oksit (alümina, Al_2O_3), zirkonya (ZrO_2), silisyum karbür (SiC) ve silisyum nitrür (Si_3N_4) gibi bileşenlerden (karbürler, nitrürler, oksitler ve borürler) oluşur.

İleri teknoloji seramiklerini diğer seramiklerden ayırtıran en dikkat çekici özellik tek (Al_2O_3) veya iki fazdan ($MgO-Al_2O_3$,) oluşurken geleneksel seramikler genellikle bunlar birden fazla faz içermektedir. İleri teknoloji seramiklerin kristal yapıları basit, ortalama tane boyutları oldukça küçük, bünyelerde bulunan safsızlık oranı düşüktür [15].

3.1 Vitrifiye Seramik Tanımı

Vitrifiye seramikler; inorganik hammaddelerin (kil, kaolen, kuvars ve feldispat gibi) farklı bileşim oranları ile karıştırılması yoluyla akışkan bir çamur formu kazandırılıp, daha sonrada alçı veya sentetik reçine kalıplarda şekillendirilmesi sağlanıp 1200-1250 °C arasında pişirilen ürünlerdir [16].

Vitrifiye seramikler; banyo, tuvalet, mutfak gibi farklı alanlarda kullanılan lavabo, evye, klozet, rezervuar, bide, tuvalet taşı, pisuar, duş teknesi ve sırlı veya sırsız, pişmiş çeşitli beyaz renkli ürünlerden oluşan bir sektörü oluşturmaktadır [17].

3.2 Dünya ve Türkiye’de Vitrifiye Seramik Sektörü

3.2.1 Sektörün Dünya Ekonomisi ve Avrupa Birliği Ülkelerindeki Durumu

Günümüzde vitrifiye sektöründe büyük küresel firmalar ön planda olup Dünya’da yıllık yaklaşık 200 milyon adet ürün üretilmektedir. Yapılan sektör pazar araştırmalarında Doğu Avrupa ülkeleri dışında Avrupa yaklaşık 50 milyon adetlik üretimi ile Çin’den sonra dünyadaki en büyük üretici bölge olarak dikkat çekmektedir. Bu bölgede en önemli vitrifiye seramik üreticileri olarak İtalya, İspanya, Türkiye, Fransa, İngiltere ve Almanya başı çekmektedir. Vitrifiye sektöründeki ilk 10 üretici, yaklaşık 150 milyon adet üretim kapasitesine sahiptir. Çin, vitrifiye sektöründe en büyük üretici ülke olup bu ülkeyi üretim kapasitelerine göre Brezilya, Meksika ve Türkiye takip etmektedir [18].

Yapılan bir pazar market araştırma raporuna göre, küresel vitrifiye seramik pazar büyüklüğü 2020’de 36.544,8 milyon dolar olarak belirlenmiş olup 2021’den 2030’a kadar %7,5’lik bir CAGR kaydederek 2030’a kadar 76.956.6 milyon dolara ulaşması beklenmektedir [19].

3.2.2 Sektörün Türkiye'deki Durumu

Ülkemizde vitrifiye seramik endüstrisi 1958 yılında Eczacıbaşı ile başlamıştır. Türkiye feldispat, kil, kaolen ve kuvars gibi seramik hammaddeleri açısından rezervlere sahiptir. Rezervler talebi karşılayacak ölçüde zengin olduğundan birçok üretici kendi hammadde hazırlama tesislerini kurmuştur [20].

2008 yılı itibariyle Türkiye'de vitrifiye sektörünün üretim kapasitesi yıllık 21 milyon adet ve istihdam kapasitesi 5.800'dür. 1990-2007 yılları arasında tesisler 5.5, üretim 5.7 ve ihracat 8.2 katına çıkmıştır [17]. 2012 yılında en büyük 9 vitrifiye üreticisi yaklaşık 300 milyon TL değerinde 112 bin ton üretim gerçekleştirmiştir.

Türkiye'de gelişen teknolojiler ile birlikte her geçen sene vitrifiye seramik sektörü gelişmektedir. Sektörde her geçen zaman diliminde kendini ve ürünlerini geliştirmekte, ürün çeşitliliğini arttırmaktadır. 2019 yılı verilerine göre Türkiye vitrifiye seramiklerin ihracatı noktasında globalde 5. sırada yer almış olup ihracatta %4,8 artışla pazar payında %2,3 değerlik bir dilimde yer almıştır [21].

3.3 Vitrifiye Ürünlerin Üretimi

3.3.1 Vitrifiye Üretiminde Kullanılan Hammaddeler ve Özellikleri

Kil: Killeri oluşturan ana kayalar alümina silikatlardır. Feldispat, pegmatit gibi birincil volkanik kayaların jeolojik dönüşümler yoluyla bozunması sonucunda meydana gelmektedirler. Killerin tane boyutu 0,002 mm (2 mikron)'den daha küçüktür. Killer kimyasal morfoloji olarak kaolen ile aynı yapıda bir kaolenittir. Yabancı maddeler (metal oksitleri, Ca, Mg karbonatları, sülfatları, kömür, humus) kilin saflık, kalite ve beyazlık özelliklerini bozucu etki yapar. Metal oksitler ise karışma oranlarına göre killerin ham ve pişmiş renklerini bozarlar. Madensel tuzlar ise kilin döküm özelliklerini bozarlar.

- Fe₂O₃: Bej, sarı, kırmızı, kahverengi
- MnO: Mor, kahverengi, siyah
- SiO₂: Sarı, bej, gri, kirli mavi

Killer farklı kimyasal ve fiziksel özelliklerine göre sınıflandırılmaktadır. Bu kapsamda killer; kaba seramik kili, ince seramik kili, refrakter kil (ateş kili) ve bağlayıcı kil olarak sınıflandırılmaktadır [22].

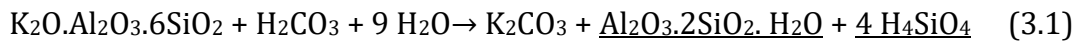
Killerin plastik şekil verme davranışı gösterebilmesi için içeriklerinde su bulundurmaları gerekmektedir. Killer plastiklik gösterebilmesinden dolayı seramik ürünlerin şekillendirilmesinde kolaylık ve gerekli olan ham mukavemeti sağlamaktadırlar. Kil mineralleri bünyeye silisyum oksit ve alüminyum oksit kazandırırken bu oksitlerin bir kısmı cam faza karışır, bir kısmı da müllit ve anortit benzeri faz yapılarını oluşturmaktadır [22]

Kaolen: Özlü seramik hammaddesi olup granit, feldispat, pegmatit gibi kayaçların rüzgâr, su, CO₂ gibi doğal etkenlerle parçalanarak tabakalar şeklinde çukur ya da düz arazilerde çökmesi sonucunda oluşmaktadır. Kaolen havzalarında kaolenit dışında kalite düşürücü farklı minerallerde bulunmaktadır. Bu safsızlık oluşturan minereller genellikle kuvars, muskovit, limonit, anatas, illit vb. şeklindedir. Kimyasal formülü Al₂O₃.2SiO₂.2H₂O, teorik olarak bileşimi; SiO₂(%45,54), Al₂O₃(% 39,5), H₂O (% 13,96)'dur. Mohs sertliği 2-3'tür [21]. Yapısındaki alüminyum oksit arttıkça pişme sıcaklığı ve mukavemeti de artmaktadır. Isı değişimlerinden çok fazla etkilenmemektedir [23].

Kaolenin Minerolojik Oluşumu

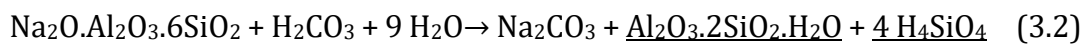
Granitlerin içerisinde veya serbest halde bulunan feldispatlar kimyasal olarak ayrışarak (CO₂, H₂CO₃ asidi veya organik çürümeler sonucu ortaya çıkan hümkik asitlerinin etkisiyle) kaoliniti (kil cevheri) oluşturur.

Potasyumlu Feldispatlarda (Ortoklas)



Kaolinit Silikat Asidi

Sodyum Feldispatlarda (Albit)



Kaolinit Silikat Asidi

K₂CO₃ ve Na₂CO₃ suda çözünür. Silikat asidi su kaybederek aşağıdaki tepkimeye göre SiO₂ halini alır.



Kil ve kaolenin içinde daima bozunmamış ve bozunma sonucu oluşan bir miktar kuvars bulunur. İdeal kaolen bileşimi, Al₂O₃.2SiO₂.2H₂O şeklindedir.

Feldispat: Feldispat doğada yaygın olup üretimin %60'ı cam, %35'i porselen yapımı ve sır hammaddesi olarak seramik sektöründe ve %5'i de kauçuk, plastik ve boya sanayinde dolgu hammaddesi olarak kullanılmaktadır. Feldispat seramik sektöründe ergitici olarak kullanılır. Porselenlerde %25-40, sofras eşyasında %18-30, elektroporselende %20-28, kimyasal teknik porselende %17-30, fayansta %13-35 ve sır malzemelerinde %30-50 oranında feldispat kullanılır. Seramik sektöründe ise yüksek tenörlü K-Feldispat kullanılır K-Feldispat yüksek viskoziteye sahip reolojik özellik gösterip artan sıcaklıklarda seramiklerin şekil bozunumlarını önlemeye yönelik yapıya mukavemet kazandırır. Flotasyonla zenginleştirilmiş ve yüksek beyazlık değeri olan Flote Albit granit reçetesinde kullanılmaktadır [24].

Genel olarak feldispatların en önemli karakteristik özelliği, 1150-1300°C arasında pişirildiğinde camsı ve beyazımsı bir yüzeye sahip olmasıdır. Pişirildiğinde oluşan beyaz ve tonlarındaki renk; demir, bakır gibi renklendirici oksitlerin atom boyutları sebebiyle feldispatın içine yerleşememelerinden kaynaklanmaktadır [22].

Feldispat çeşitleri;

1. Albit (Na-Feldispat) NaO.Al₂O₃.6SiO₂
2. Ortoklas (K-Feldispat) K₂O. Al₂O₃.6SiO₂
3. Anortit (Kalsiyum Feldispat) CaO. Al₂O₃.6SiO₂
4. Celsian (Baryum Feldispat) BaO.Al₂O₃.6SiO₂
5. Pegmatit : %70 kadar SiO₂ ve %4-9 arasında Na₂O+K₂O içeren feldispatik bir kayadır [25].

Kullanım amaçları;

- Erime noktası düşük hammaddelerdir. Albit 1120°C, K-Feldispat 1170°C'de tam olarak erir ve camsı bir görünüm alır. Bu camsı üründe %90 cam faz, %10 kuvars bulunur,
- Feldispatların erime sıcaklıkları düşük olduğu için bünye ya da sırnın mevcut ergime derecesini düşürürler. Yapı içerisindeki gözenekleri doldururlar.

Günümüzde yaygın olarak Na-Feldispat ve K-Feldispat kullanılmakta olup bunlara ait kimyasal bileşimler Tablo 3.1'de gösterilmektedir.

Tablo 3.1 Seramik Sektöründe Kullanılan Na-Feldispat ve K-Feldispat Cevherlerinin Kimyasal Bileşimleri [2]

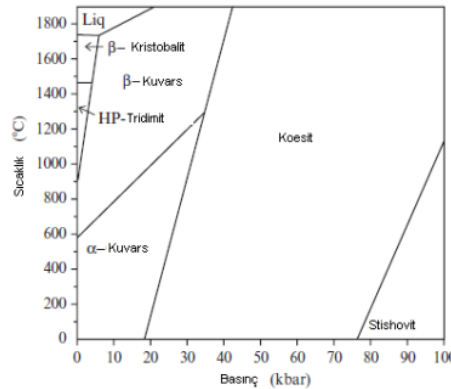
Bileşimler	Na-Feldispat	K-Feldispat
SiO ₂	65-70	65-70
%CaO + %MgO	<1,50	<1,50
Al ₂ O ₃	17-18	13-15
%K ₂ O	0,50-3,00	>8,00
%Na ₂ O	7-11	<4
%Fe ₂ O ₃ +%TiO ₂	<0,10	<0,10
Pişme Rengi	parlak beyaz	parlak beyaz

Kuvars: Kuvars yaygın olarak cam ve seramik sektöründe kullanılmakta olup demir içeriği bu sektörlerde sorun yaratmaktadır [17]. Kuvarsın bileşimi silika olup formülü SiO₂ şeklindedir. Tüm mineraller içinde en fazla saf kimyasal bileşimi ve fiziksel özellikleri gösteren bir mineraldir.

Kuvars, kaba tane boyutu sayesinde kurutma işlemi sırasında olası çatlama problemlerine karşı mukavemet oluşturur. Sinterleme işlemi esnasında feldispatla bir araya geldiğinde kalıntı kuvarslar müllit formunu oluşturur. Burada sinterleme aşamasında iskelet ağı oluşturarak piroplastik deformasyonu düşürür. Plastikliği azaltırken, yapının kuru çekmelerini düşürüp ısı genleşmesini belirler [26].

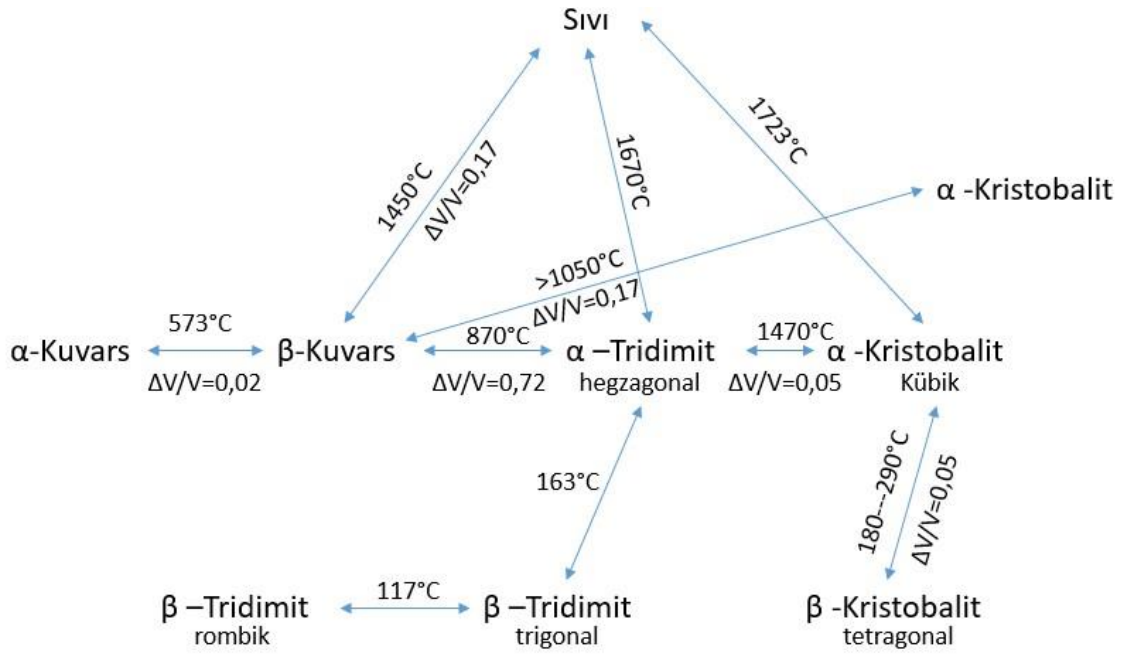
Kuvars silikanın polimorfu olup α -kuvars, atmosfer basıncı ve oda sıcaklığında kararlı olan silika polimorfudur. Daha yüksek sıcaklıklarda β -kuvars haline gelmektedir [27]. Silikanın faz diyagramı Şekil 3.1’de, Şekil 3.2 ‘de ise sıcaklık dönüşümlü faz yapısı gösterilmektedir. Kuvarsın Mohs sertliği 7, Ergime derecesi 1790°C’dir. Bir seramik yapıda kil gibi plastik ve dolgu özelliği olan hammaddeler yanında yapıyı yüksek sıcaklıklarda ayakta tutacak hammaddelere de ihtiyaç vardır. Pişme esnasında bünyenin deformasyona uğramadan gaz çıkının olmasını sağlar [25].

Seramik sektöründe kullanım özelliklerine göre farklı kuvars türleri bulunmaktadır. Yaygın olarak kullanılan kuvars türleri; kuvars kumu, kuvarsit, sileks taşı, flint taşı ve diatomit (kizelgur)’tir. Kuvars kumu demir bileşikleri içerebilir ve tabiatta bol miktarda bulunmaktadır. Seramik bünyelerde ise demir içermeyen halleri tercih edilmektedir. Kuvarsit oldukça temiz bir yapıya sahip kuvarstır. Büyük kayalar halinde bulunur ve seramik yapımında kullanımı son derece fazladır. Sileks taşı; oldukça küçük kristalli bir kuvarsit taşıdır ve değirmen iç yüzeylerinin kaplanmasında kullanılmaktadır. Flint taşı; çakmak taşı olarak da bilinen, değirmenlerde öğütme taşı olarak kullanılan bir kuvars türüdür. Diatomit ise; gözenekli formda kuvarsın amorf halidir [17].



Şekil 3.1 Silika Faz Diyagramı [28]

Saf kuvarsın birincil yapısı olan α -kuvars yüksek sıcaklıklarda 573°C 'de β -kuvarsa; 870°C 'de ise tridimit poliformlarına dönüşüm gerçekleştirerek kararlı hale gelmektedir. Isı verilmeye devam edildiği takdirde iç yapısındaki bağların kırılmasıyla yeni bir yapı oluştururak 1470°C 'de kristobalite dönüşür. SiO_2 içerikli kuvarsın ergime sıcaklığı ise 1713°C 'dir. α -kuvars'ın β -kuvarsa 573°C 'deki dönüşümü sırasında hacimsel anlamda % 1,6 büyümeye yaşanır. Hacimdeki bu değişim nedeniyle, dönüşüm sıcaklıklarının yavaş ve kontrollü olması gerekmektedir [29].



Şekil 3.2 SiO_2 Sisteminde Sıcaklık Dönüşümlü Faz Diyagramı [30]

Şamot: Bu kil genellikle kömür yataklarında, kömür tabakaları üstünde bulunmaktadır. Dolayısıyla çoğu kömür madeninde kazı esnasında kazanılır. Bu kil genellikle saf ve temizdir yani çok az miktarda safsızlık bulundurulur. Şamot düşük plastiklik derecesi ve sertlik özellikleri sayesinde refrakter alanında oldukça fazla tercih edilmektedir. Bu özelliklerinden dolayı diğer kil çeşitlerinden ayrılmaktadır [31].

Baryum karbonat: BaCO_3 formülüne sahip baryum karbonat sırlarda baryum kaynağı olarak kullanılır. Fakat reaktifliği ve zehirli olmasından dolayı kullanımı sınırlıdır. Düşük sıcaklıklarda pişen ürünlerde (koni 06-5) mat yüzey sağlarken,

yüksek sıcaklıklarda pişen ürünlerde (koni 08-13) güçlü bir ergitici olarak görev yapar [32].

Boraks: $\text{Na}_2\text{O} \cdot \text{B}_2\text{O}_3 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ kimyasal formülüne sahip boraks aynı zamanda sodyum tetraborat olarak da bilinir. Sodyum ve bor kaynağı olarak kullanılan boraks, bozulma sıcaklığından dolayı düşük sıcaklıklarda pişen sıklarda ergitici olarak kullanılır. Yüksek sıcaklıklarda pişen seramikler için kullanılabilir. Sırın olgunlaşma sıcaklığında çatlama, çizilme gibi hataların üstesinden gelmek için ergitici olarak görev yapar. Fazla kullanıldığında “pinhole (iğne deliği)” ve “blister” hatalarına sebep olur [32].

Dolomit: $\text{MgCa}(\text{CO}_3)_2$ kimyasal formülüne sahip dolomit sıklarda magnezyum kaynağı olarak kullanılır. Bileşenlerinde hem magnezyum karbonat hem de kalsiyum karbonat vardır. Ağırlıkça %56 CaCO_3 ve %44 MgCO_3 içerir. Daha uzun ve daha düşük sıcaklıkta bir pişirim sağlaması sebebiyle kullanılır [32].

Manyezit: Kimyasal formülü MgCO_3 olan manyezit sıklarda magnezyum oksit (MgO) kaynağı olarak kullanılır. Yüksek sıcaklıklarda pişen (koni 09-16) ürünler için alümina ile aynı etkiyi yapar, sırın viskozitesini artırır [32].

Kalsit: CaCO_3 kimyasal formülüne sahip kalsit bünye ve sır için kalsiyum kaynağıdır. Koni -07-12 arasında kullanıldığında mat yüzey sağlar ve kimyasal kararlılığı artırıcı etki yapar. Aynı pişme özelliklerini gösteren ürünlerde %3'ten fazla kullanıldığında ergitici etki yapar, küçülme ve mukavemeti artırır, ayrıca poroziteyi azaltırken camlaşma (vitrifikasyon) noktasını düşürür [32].

Vollastonit: CaSiO_3 kimyasal formülüne sahip vollastonit kalsiyum silikattan oluşur. Bünyede ve sırda silika ve kalsitle yer değiştirebilir. Koni 05-12 olan ürünlerde düşük nem genleşmesi sağlar, mukavemeti, küçülmeyi ve ısıl şok direncini geliştirir [32].

Çinko Oksit: ZnO ya da çinko oksit çinko sülfattan üretilir. Koni 05-13 arasındaki çoğu sırda kullanılan çinko oksidin başlıca özellikleri, ergitici, opaklaştırıcı, renk düzenleyici olmasıdır. Sırın ısıl genleşmesini düşürür, çatlama direncini, parlaklığını, beyazlığını ve olgunlaşma sıcaklığını artırır. Düşük alümina içeren kristal sıklarda, kristal büyümesini sağlar [32].

Kalay Oksit: SnO_2 kimyasal formülüne sahip kalay oksit çoğu sıcaklık aralığında en fazla opaklık sağlayan hammaddedir. Sırlarda genelde ağırlıkça %4-5 oranında kullanılır, en az %2 en çok ise %8'e kadar ilave edilir [32].

Titanyum Dioksit: TiO_2 kimyasal formülüne sahip titanyum dioksit sırlarda opaklaştırıcı olarak kullanılır. Kalay oksidin verdiği beyazlığa karşılık titanyum dioksit kremi bir renk verir. Asit direncini artırır [32].

Zirkon: ZrSiO_4 kimyasal formülüne sahip zirkon sır ve bünyede opaklaştırıcı olarak kullanılır. Yüzeye parlak bir beyazlık sağlar [32].

3.3.2 Vitrifiye Üretiminde Kullanılan Çamurlar

Akçini Çamuru (Vitrous China)

En basit tanımıyla vitrous china su emmesi %1'den küçük olan bir akçini çamuru olarak tanımlanır.

Karakteristik bir sağlık gereci çamur reçetesinde hammaddeler şu oranlarda kullanılır:

- %10-15 Potasyum Feldispat
- %10-12 Sodyum Feldispat
- %8-10 Kuvars
- %25 Kaolen
- %40-50 Kil

Bu çamurların litre ağırlığı en düşük 1780 gr/lt olup iyi bir dökümde çamurun kalınlık almasının 8 mm/sa tiksotropisinin ise %40-46 arasında çıkması beklenmektedir. Tiksotropi değerlerinin düşmesi bünyede kalınlık almayı zorlaştırmaktadır.

Ateş Kili (Fire Clay)

Şamotlu seramik sağlık gereçlerini oluşturan bu bileşimler ateş kili olarak bilinmektedir. Kil veya kaolen hammaddelerinin pişirilmesi ile ortaya çıkan şamot hammaddesiyle beraber kuvars, kaolen ve kil gibi maddelerin karışımından da üretilmektedirler. Fire clay ürünlerinde yüzey pürüzsüzlüğünün sağlanması için seramik yapılara astar (angop) ara tabakası uygulanır. Angop işlemi sır ile ürün

arasında katman oluřturmak iin yapılmaktadır. Angop iřleminden sonra rne ynelik sırlama ve piřirim gerekleřtirilmektedir. Piřirim sonrasında seramik rnn su emme deęerinin %13'den dřk olması beklenir [33].

İnce Ateř Kili (Fine Fire Clay)

Vitrifiye seramik sektrnde byk l ve boyuta sahip rnler FFC olarak adlandırılan piřmiř kil oranı yksek amurlar ile retilmektedir [1]. Karakteristik olarak bir FFC vitrifiye amur reetesinde hammaddeler řu oranlarda kullanılır:

- %3 Feldispat
- %18 Kuvars
- %15 Kil
- %20 Kaolen
- %31 řamot [25]

lkemizde vitrifiye seramik firmaları, FFC rn reetelerinde ortalama %30-35 arası řamot hammadde kullanmaktadır. řamotu FFC yapıya kattıęı zellikler bakımından inceleyecek olursak; piřmiř bir hammadde olduęundan FFC bnyelerde rne dayanım kazandırarak deformasyonu dřrc etki gstermektedir [1].

3.3.3 amurun Hazırlanması

Seramik saęlık gerelerinde amur hazırlıęı kapsamında bařlangıta hammaddelerin karıřtırılması gerekleřmektedir. Karıřtırıcı ortamında bařlangı olarak zl hammaddelerden olan kil ve kaolen dahil edilerek su ve deflokulant aracılıęıyla zdrlmektedir. Devamında zsz hammaddeler olan kuvars, feldispat, vollastonit ve řamot dahil edilir. Tm hammaddelerin karıřtırılması ile birlikte amur elek analizi ve manyetik ayırıcıdan geirilir [34].

3.3.4 Dkm

Seramik amurların yer alan kil ve kaolenin tane boyutu zsz hammaddelere gre ok kktr. Aynı zamanda standart bir rn bnyesinde toplam yzey alanının % 95'ini oluřturmakta olup amur reolojisi ve kararlıęı zerinde etkindirler. Bu nedenle yzey alanlarının daha da bymemesi iin kil ve kaolen deęirmende ętme srecine dahil edilmez. Hammaddelerin karıřtırılması sonrasında amurun

viskozite, tiksotropi, litre ağırlığı gibi temel reolojik özellikleri uygun döküm şartlarına göre kontrol altına alınır [35].

Vitrifiye seramik ürünlerin karmaşık form yapıları, boşluklu ve ince et kalınlığında olmaları nedeniyle şekillendirilmesinde döküm işlemi tercih edilmektedir [35].

Yaygın olarak 2 döküm yöntemi kullanılıp bunlar alçı kalıba (klasik) ve reçine kalıba (yüksek basınç) döküm şeklindedir [34]. Klasik dökümün gerçekleşme şeklinde alçı kalıp önemli bir rol oynamaktadır. Kalıbın gözenekli yapıda olması bünyede yer alan fazla suyun emilmesini sağlar. Suyun emilimi sırasında kil tanecikleri kalıp yüzeyinde toplanarak istenilen formu oluşturur. İstenilen kalınlık oluşması sonrasında kalıp içerisinden ürünün çıkarılması klasik dökümü tanımlamaktadır [35]. Yüksek basınç dökümde ise sulu çamur belirlenen basınç ve zaman aralığında sentetik polimer kalıplara gönderilir. Kalıp yüzeyinde bulunan kanallar aracılığıyla suyun uzaklaştırılması sağlanır [36].

Seramik mamüllerin üretim yöntemi olarak döküm tekniğinin tercih edilmesi sonucunda şekillendirme bakımından çeşitli hatalar gözlenebilmektedir. Çamurun reolojik bakımdan akışkan bir yapıda olabilme özelliğini etkileyen parametrelerin tespit edilerek kontrol altında tutulması önemlidir. Kontrol altında tutulması gereken bu parametreler; çamura eklenecek su oranı, fiziksel ve kimyasal yapısı, kullanılan hammaddelerin minerolojik bileşimidir. Ayrıca tane büyüklüğü, karışımda tercih edilecek deflokülan, özsüz hammaddenin öğütülme süresi, çamurun litre cinsinden ağırlığı ve viskozitesi reolojik yeteneğini etkileyen parametreler olarak belirlenmiştir [37].

3.3.5 Kurutma

Döküm işleminin gerçekleştirilmesi sonrası şekillendirilirken ürünler kalıptan çıkarılmaktadır. Çıkarılan bünyelerin nem oranı yüksek olmasından dolayı suyun kontrollü olarak uzaklaştırılmasına yönelik hava ortamında 25°C ortamda bir gün bekletilmesi gerekmektedir. 80-100°C sıcaklığa yükseltilecek ve ortalama olarak % 15-17 oranında nem içeren fırınlarda yaklaşık olarak 10-13 saat arasında kurutma gerçekleştirilir [35]. Kurutma fiziksel bir aşamadan meydana gelmekte olup ısı etkisiyle numunenin tane yüzey neminin buharlaştırılarak uzaklaştırılarak dışarı

atılmasını sağlamaktadır. Bu süreç sinterleme aşamasında ürünlerin deformasyon, çatlama gibi problemleri yaşamaması adına yapılır [38]. Kurutma işleminin gerçekleştirilmesi ile birlikte birbirinden uzak olan tane yapıları bünyedeki nemin uzaklaştırılması ile birbirlerine yaklaşır ve üründe kuruma küçülmesini oluşturur [35].

Kurutma işlemi gerek ürün kalitesi gerekse işletmelerde ekonomik açıdan önemli bir yer tutmaktadır. Döküm işlemi sonrası ürünlerde yer alan suyun çabuk, ürüne zarar vermeden uzaklaştırılması gerekmektedir. Bu nedenle ürün yüzey büyüklüğüne göre kurutma havasının sıcaklığı, hızı ve zamanının planlanması gerekmektedir [39].

3.3.6 Sırlama

Öğütülmüş uygun bileşimli seramik hammaddelerden elde edilen ve seramik bünye üzerinde pişirme neticesinde cam yapıya benzer bir yapı oluşturabilen karışımlara ve bünye üzerinde oluşan camsı tabakaya sır denir [40].

Seramik sırı olarak adlandırılan bu camların ergime noktaları daima üzerine çekildiği bünyeden daha düşüktür. Seramik sırlarında aranan en büyük özellik, üzerine çekildiği çamur ile normal koşullarda fiziksel ve kimyasal bağlar kurmasıdır. Bu bağların çeşitli nedenler ile iyi veya zayıf olmaları sonucu, sırnın başarısı belirlenmiş olur. Hatasız bir sır tabakası seramik bünyenin üzerinde genelde çatlamadan ve kavlamadan kalmalıdır [40]. Sırlanarak kullanılan seramik ürünlerde sırnın çeşitli görevlerinden en önemlileri şunlardır:

- Üzerine çekildiği bünyenin sıvılardan ve gazlardan koruyup yalıtma
- Bünyeye etki eden çeşitli mekanik güçlere karşı koyma gücünü arttırmak
- Bünye üzerinde parlak ve kaygan bir yüzey oluşturmak
- Renkli pişme gösteren bünyelerin üzerinde örtücü bir tabaka oluşturmak
- Seramik yüzeyine renk ve doku özellikleri getirerek estetik değerini arttırmak
- Sır altına uygulanan dekorasyonu koruyup dış etkililerden yalıtma [40].

Genel olarak sırların sınıflandırılması, sırnın ortak özellikleri göz önüne alınarak yapılmaktadır. En çok şu özellikler göz önüne alınarak sınıflandırma yapılmıştır:

- Bileşimlerine göre sır çeşitleri:
 - Fritsiz (ham) sırlar
 - Porselen sırlar
 - Bristol (çinko oksit içerikli) sırlar
 - Kurşunlu sırlar
 - Fritli sırlar
 - Kurşunlu sırlar
 - Kurşunsuz sırlar
- Yüzey özelliklerine göre sır çeşitleri:
 - Parlak sırlar
 - Mat sırlar
 - Crackle (çatlaklı) sırlar
 - Toplanmalı sırlar
 - Akıcı sırlar
 - Kristal sırlar
 - Aventurin sırlar
 - Redüksiyon sırları:
 - Lüsterli sırlar
 - Çin kırmızısı
 - Seladon sırlar
- Optik özelliklerine göre sır çeşitleri:
 - Saydam (transparant) sırlar
 - Örtücü (opak) sırlar
 - Kristal sırlar [41]

Seramik sağlık gereçlerinde, ürün boyutlarının büyük olması nedeniyle sır yüzeyi kişilerle direct temas halindedir. Kullanılan sırnın beyaz ve opak olması, her türlü kusuru rahatça göstermektedir ve düzgün bir sır yüzeyi elde etmek oldukça zordur. Buna ek olarak, ürünlerin pişirimleri uzun sürede ve yüksek sıcaklıklarda gerçekleşmektedir. Seramik sağlık gereçlerinde kullanılan sırlar, cam özellikleri

taşımaktadır. Dolayısıyla sır, sinterleme şartlarından çok fazla etkilenmektedir. Sinterleme sürecinde, sırnın mat özellik göstermesine sebep olan tamamen kristallenme ya da şeffaf özellik verecek şekilde tamamen camsı yapıda olması istenmemektedir. Bu nedenle, pişirim rejimi ve bileşim, sırnın fiziksel ve kimyasal özelliklerine direkt etki eden parametrelerdir. Vitrifiye seramik sağlık gereçlerinin sırlanmasında, püskürtme (spray) yöntemi kullanılmaktadır. Bu püskürtme pnömatik veya elektriksel olabilir. Yaygın olarak kullanılan hava ile püskürtmedir.

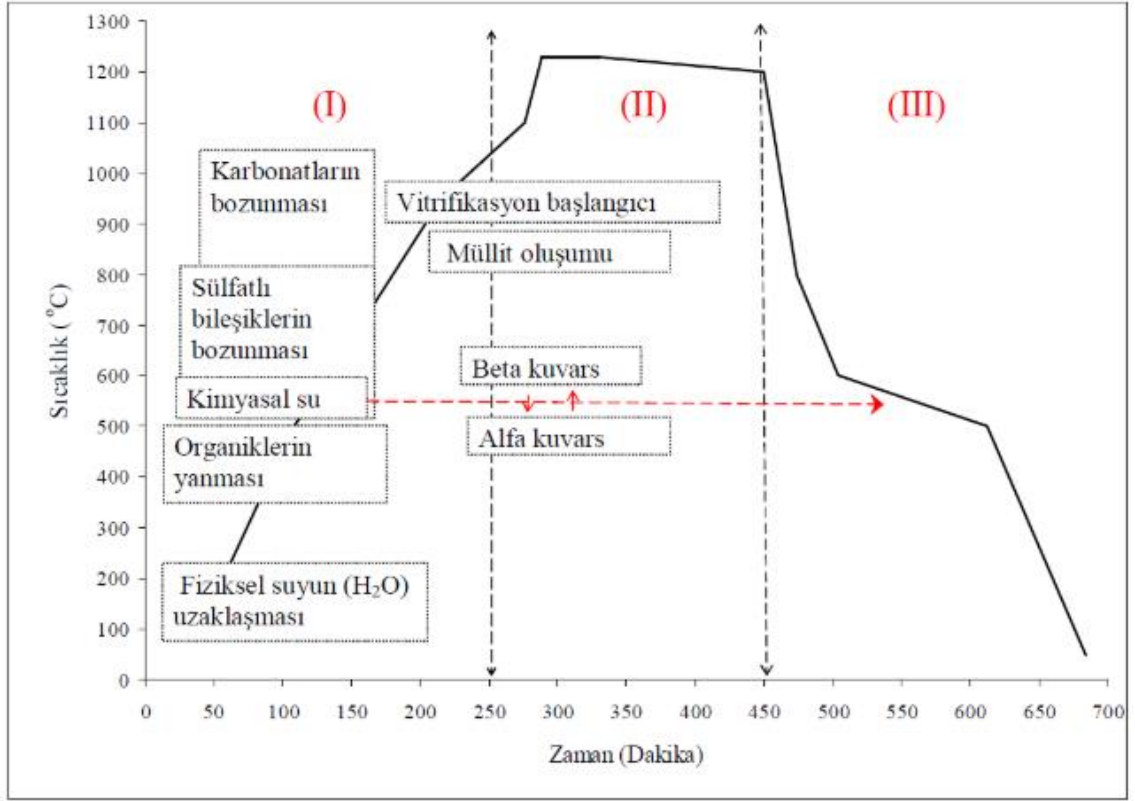
Sağlık gereci sırları yavaş ve uzun süreli bir pişirim rejimine maruz kaldığı için her türlü parametrenin kontrol edilmesi zorlaşmaktadır. Sır yüzeyinde pişirimden sonra istenmeyen hatalar ve istenmeyen sır yüzeyi ile karşılaşmaktadır. En çok görülen hatalar “pinhole” olarak adlandırılan küçük delikler, “blister” olarak adlandırılan büyük delikler, matlaşma, çatlama, portakal kabuğu görünümünde pürüzlü yüzey, leke, sır kalkması, toplanma gibi hatalardır. Hazırlanacak sırların bu hataları ihtiva etmemesi ve oldukça düzgün, pürüzlülüğü yok denecek kadar az ve parlak olması gerekmektedir.

3.3.7 Sinterleme (Pişirim)

Seramik sağlık gereci üretiminde son aşama olan sinterleme, uygun koşullar altında dökümü gerçekleşip kurutma işlemine tabi tutulup sırlı veya sırsız bünyelerin kontrollü bir ısıtma ve soğutma işlemi altında geçirdiği zaman olarak tanımlanmaktadır. Sinterleme işlemi sırasında numunelerde hacimsel ve yüzeysel değişimler oluşurken yapıda yer alan bazı minerallerin artan sıcaklığa bağlı olarak eriyip sonrasında soğutma ile camlaşması gerçekleşir. Yine sinterleme sırasında bünyede faz dönüşümleri ve kristal yapı farklılıkları meydana gelir [33]. Sinterleme sıcaklıklarına bağlı olarak vitrifiye seramik ürünlerin fiziksel özelliklerinin değişiminin araştırıldığı bir çalışmada sinterleme aşamasındaki farklılaşmanın porozite ve su emme değerlerinin artışına veya azalışına etki ettiği belirlenmiştir [42].

Sinterleme aşaması vitrifiye seramiklerde geçiş sıcaklığının ve dönüşüm sürelerinin kritik olduğu bir süreçtir. Bu parametreler neticesinde seramik ürünün kullanım ömürleri tayin edilebilmektedir. Sürecin gerçekleşmesi sırasında bünyenin ve sırnın kimyasal yapısı ile mineralojik bileşimlerin içeriğinde bulunan hammaddelerin tane

boyutu ve dağılımları bünynenin fiziksel ve kimyasal değişimlerini etkilemektedir [34]. Reçete içeriğinde yer alan hammaddelerin birbirleri arasındaki ilişkileri ve sinterleme mekanizması ve bunu etkileyen kriterlerin belirlenmesi önemlidir. Bu parametreler dikkate alınarak fırın rejimi tayin edilir ve sinterleme sonucunda ulaşmak istenen mikroyapı için uygun koşulların kontrol altına alınması sağlanır. [35]. Vitrifiye seramikler için pişirim eğrisi Şekil 3.3' de verilmiştir.



Şekil 3.3 Vitriifiye Seramiklerin Pişirim Süreci [30]

(I)Ön ısıtma zonu:

Bu bölgede bünyede yer alan kil, kaolen, kuvars ve feldispat homojen bir karışım oluşturmaktadır. Taneler birbirleri ile fiziksel temas içerisinde yer almaktadır.

Fiziksel suyun 30-150°C aralığında uzaklaşması: Yükselen sıcaklığa bağlı olarak bünyede yer alan fiziksel suyun uzaklaşması sağlanır. Fakat bu aşama gerçekleşirken çatlama gibi sorunlara neden olmamak için ani buharlaşmadan uzak durulması gerekmektedir. Suyun uzaklaştırılması için en uygun 1,7-2,2°C/dk ısıtma hızı önerilmektedir [43].

Kimyasal suyun uzaklaşması ve organiklerin 150-500°C aralığında yanması:

Kil ve kaolende yer alan kaolenitin bozunması sırasında oluşan su 460-550°C'de buharlaşmaya başlamakta ve bünyeden 650°C'de bütünüyle uzaklaşmaktadır. Süreç sırasında ısıtma hızının 300°C /dk'ya ulaşmasıyla birlikte bünyedeki organikler 700 °C'ye kadar, kömür benzeri safsızlıklar ise 1100 °C olana kadar yanmaya devam etmektedir. Ön ısıtma zonunun bu safhasında ısıtma hızının optimum olduğu değer 1,7-3,33°C/dk aralığıdır [43].

Kuvars dönüşümünün 500-700°C gerçekleşmesi: Sinterleme süreci esnasında α kuvars fazının, β kuvars fazına dönüşümü 573°C'de meydana gelmektedir. Bu işlem gerçekleşirken aynı zamanda %1,6 hacim genişmesi oluşur. Genleşmenin dengelenmesi kaolenit metakaolenit dönüşümü esnasında ortaya çıkan küçülme ve tanecikler arasında yer alan boşluklarla olmaktadır. Aynı zamanda kilin yapısında bulunan bileşikler olan karbonat ve mika bozunmaya başlar. Bu safhadaki ısıtma hızının optimum olduğu değer 5-6,7°C/dk aralığıdır [44].

Karbonat ve sülfat türü bileşiklerin 700-1050°C aralığında bozunması:

Vitrifiye bünyeler oluşturulurken karbonat kullanılmamaktadır. Fakat sır bileşimlerinin oluşturulmasında yaklaşık %18 oranında görülebilmektedir [45]. Bu sıcaklık aralığında magnezyum karbonat 800 °C'de ve kalsiyum karbonat 950 °C'de bozunmaya başlar. Aynı zamanda ısıtma hızına bağlı olarak, bu sıcaklıkta ortaya çıkan SO₂ gazının yapıdan uzaklaştırılmaya başladığı sıcaklık değişmektedir. Burada temel kriter sıranın ergime sıcaklığından yüksek olmamasıdır. Ortaya çıkan istenmeyen gazın uzaklaştırılamaması durumunda çeşitli sorunlar oluşturur. Örneğin; gaz bünye içinde kalıp iğne deliği hatasını oluşturup aynı zamanda yüzey kalitesini de düşürmektedir [46].

(II) Sinterleme zonu:

Bu bölgede camsı faz oluşuyor olup bu faz kristal yapıyı bir arada tutmaktadır. Camsı faz hammaddelerin arasını doldurmaya başlayıp bünye boyutlarında küçülmeler ve piroplastik deformasyonlar meydana gelmeye başlar [47].

Amorf faz ve müllit kristallerinin 950-1100°C aralığında oluşması: 950-1000°C'de, kil bünyesinde bulunan metakaolenin iğne şekilli birincil müllit

kristallerine ve silika cama dönüşmesi gerçekleşir. Bunun sonucunda yapıda hacimsel anlamda küçülme meydana gelmektedir. Potasyum(K) feldispat 1150°C erimeye uğrarken sodyum(Na) feldispat 1050°C'de erimektedir. K-feldispat süreç esnasında ortamda su buharı yer alması koşulunda silika ile temasa geçmesi durumunda 1000°C'nin altında bir sıvı faz oluşturma durumu bulunmaktadır. Feldispat hammaddesinin kaolenle 1050°C üzerindeki ergitici etkileşimleri camsı düşük ve feldispata yakın tarafında birincil müllit ve kaolene yakın tarafında ikincil mülliti (tabaka şekilli) ortaya çıkarır. Yapıya uygulanmış olan sır ise 1100°C'de erime özelliği göstermeye başlamaktadır. Bu aralıktaki ısıtma hızının en uygun olduğu değer 2-2,5°C/dk aralığıdır [48].

Sinterlemenin 1100-1250°C aralığında tamamlanması: En yüksek sinterleme sıcaklığı olan 1250°C'de ürünün vitrifikasyon işlemi gerçekleşmiş olmaktadır. İşlem sonucunda yapıdaki kalıntı kuvars miktarı ısı genleşme katsayısını nitelendirmektedir. Bu doğrultuda ısı genleşme katsayısı ile kalıntı kuvars miktarı doğru orantılıdır. Bu aralıkta en uygun ısıtma hızı değeri 2-2,5°C/dk aralığıdır [43].

(III) Soğutma zonu:

Soğutma zonunda istenilen mikroyapının korunarak kontrollü bir soğutma ile ürünün fırından çıkışı gerçekleştirilmektedir. 1250-1200°C aralığında sır içerisinde biriken gazlar ürün kalitesini etkilememesi açısından 0,17-0,25°C/dk en uygun soğutma hızı ile uzaklaştırılmaktadır. [43].

600-180°C aralığında 0,8°C/dk'lık soğutma işlemi ile 573°C'de kuvars dönüşümü ($\beta \rightarrow \alpha$) oluşurken yapı hacimsel olarak küçülür. Yapı içerisinde kalıntı kuvarsın azlığı ve yavaş soğutma deformasyonları engellemektedir [43].

800-600°C aralığında 1,7-2,17°C/dk hızlarda yavaş soğutma ile yapının homojenliği sağlanıp camsı fazın katı forma geçer.

1200-800°C aralığında 16,7°C/dk'lık hızlı soğutma işlemi ile yapı içerisinde oluşma riski bulunan gerilimler piroplastik deformasyonlar ile sönmelenmektedir [43].

4.1 Aerojel Tanımı ve Tarihçesi

Aerojel, gözenekler içerisinde bulunan sıvının hava ile değiştirilmiş olduğu katı maddelerdir. Yüzeyleri fiziksel olarak incelendiğinde çok fazla küçük deliklerden oluştuğu, süngere benzediği görülmektedir. Aerojeller Şekil 4.1’de de olduğu üzere dünyanın en hafif katı malzemeleri olup çok düşük yoğunluklu ve son derece düşük ısı iletkenliğinin yanı sıra yüksek spesifik yüzey alanına sahip sentetik gözenekli bir malzemedir [49].



Şekil 4.1 Aerojel Yapısı [50]

Genel olarak incelenirse, aerojellerin gözenekleri mezo yapıda olup %90-98 arasında gözeneklilik içermektedir. Bununla birlikte aerojellerin eldesi farklı malzemelerden yapılabilmektedir. Bunlar;

- Silika
- Metal oksit geçişlerinin çoğu
- Lantanit ve aktinit metal oksitler
- Birkaç ana grup metal oksitler
- Organik polimerler

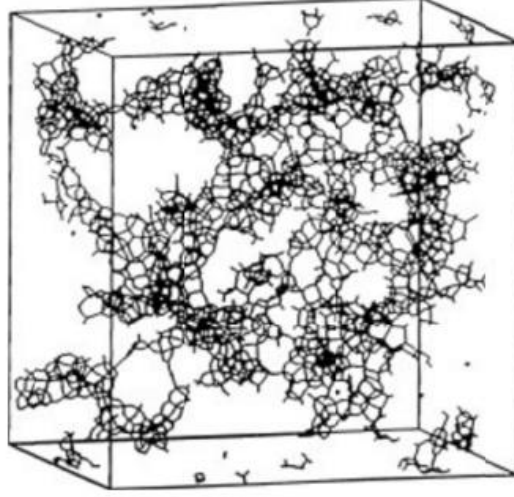
- Biyolojik polimerler
- Yarı iletken nano yapılar
- Karbon
- Metaller (bakır ve altın gibi)

Aerogellerin tarihçesi incelendiğinde günümüzdekilere benzer yapıda olan ilk aerogeller Steven S. Kistler tarafından 1931 senesinde üretildiği görülmektedir. Elde edilen bu aerogeller oldukça ilgi uyandırmış, oluşumunda saydam, düşük yoğunluklu ve milyonlarca gözenekli yapısı olması etkili olmuştur [51]. İlerleyen seneler içerisinde Kistler elde ettiği aerogellerin karakterizasyonunu yaparak, çok farklı özellikler içeren bir seri aerogel daha geliştirmiştir. Ayrıca Kistler tungstik, ferric, nikel tartarat, selüloz, nitro selüloz ve jelatin gibi bir çok maddeden aerogel sentezlemeyi de başarmıştır [52].

Aerogeller sahip oldukları üstün özellikleri ile günümüzde birçok bilimsel ve teknolojik ihtiyaçların giderilmesinde kullanılmaktadır. Günümüzde genellikle silika aerogeller kullanılmakta olup farklı uygulama alanlarına özel aerogeller de sentezlenmektedir.

4.2 Silika Aerogeller

Silika aerogel ilk defa 1930'larda Kistler tarafından keşfedilmiştir. İlerleyen yıllarda ise Teichner grubunun yaptığı sol-jel metodundaki iyileştirmelerle üretimi kolaylaşan silika aerogelin popülerliği artmıştır. Silika aerogeller, tüm aerogeller içerisinde son 30 yıldır üzerinde en fazla araştırma yapılan ve sahip olduğu olağanüstü özellikleri ve oldukça geniş uygulama alanına sahip olan aerojeldir [6]. "Silika" adı verilen aerogelleri temsil eden genel formül, $Si(OR)_4$ formülüdür. Silisyumla bağlantılı çeşitli organik fonksiyonel gruplar içeren birçok başka alkoksitler jele farklı özellikler vermek için kullanılmaktadır. Silika aerogeller genellikle sol-gel yöntemi ile üretilmekte ve üretim parametrelerine bağlı olarak (yaşlandırma, başlatıcılar, kurutma vb.) farklı mekanik ve fiziksel özelliklere sahip olmaktadır.



Şekil 4.2 Silika Aerojel Şematik Yapısı [53]

Silika aerogeller partiküllerinin çok sayıda çapraz bağlı zincirlerinden oluşan nano gözenekli malzemelerdir. Şekil 4.2’de şematik iç yapısında da gözenekler belirgin bir şekilde görülmektedir. Silika aerogel, yüksek spesifik yüzey alanlı ($100-1200 \text{ m}^2/\text{g}$), yüksek gözenekli (%80-99.9), düşük yoğunluklu ($0.003-0.3 \text{ g/cm}^3$), düşük dielektrik sabitli (~ 1.05) ve üstün ısı yalıtımlı (0.005 W/m K) düşük kırınım indisli oldukça mükemmel özelliklere sahip bilinen en hafif katı maddelerdir [7] [8] [9]. Yüksek gözenekliliği ve küçük gözenek boyutları sayesinde, aerogeller mükemmel fiziksel, ısı, optik ve akustik özelliklere sahip olmaktadır. Yüksek gözeneklilikleri sayesinde aerogeller bilinen en hafif katı maddeler olma rekorunu elinde tutar ve yaklaşık 3 kg/m^3 ’lük düşük bir kütle yoğunluğuna sahip olabilirler.

4.3 Silika Aerogellerin Özellikleri ve Kullanım Alanları

Silika aerogeller gözenekli bir madde olmasına karşın sıradışı bir şekilde saydam bir forma sahiptirler. Mikro yapısının ışığın dalga boyuyla mukayese edildiğinde daha küçük olduğu görülmektedir [54].

Genellikle silika aerogeller zayıf mekanik özelliklere sahiptirler (düşük gerilme, sıkıştırma ve esneklik katsayısı). Bu durum aerogel numuneleri gevrek, yumuşak ve kırılğan hale getirir. Bu eksiklikler büyük oranda silika aerogellerin gelişimi ve uygulama alanlarını sınırlar. Bununla birlikte, günümüzde silika aerogellerin mekanik özelliklerini geliştirmek için aerogellere bazı lifler ve diğer sert

malzemeleri ekleyerek mekanik mukavemet ve tokluğun arttırılması gibi çabalar gösterilmektedir [49].

Yüksek gözeneklilik ve küçük gözenek boyutundan başka, aerojellerin olağanüstü özelliklerinden bir diğeri de çok düşük ısı iletkenliğidir. Aerojellerin çok küçük ısı iletkenliğe sahip olmasının sebebi, %1-10 arasında değişen katı maddenin miktarının oldukça az olması, ayrıca birbiriyle bağlantılı veya bağlantısız gözenekli, 3 boyutlu ağ yapılı parçacıklardan oluşmasıdır. Normalde, silika aerogel için sıcaklık aralığı -190 °C – 1200 °C'dir. Nano gözenekli yapı sebebiyle silika aerogel 10°C'de ve atmosferik basınçta çok düşük ısı iletkenlik değerine sahiptir. Statik ısı iletkenlik değeri havadan daha düşüktür ve silika aerogel molekülleri, yüksek sıcaklıklarda ayrılmayacak ve zararlı gaz çıkarmayacaktır. 800°C'de bile, ısı iletkenliği sadece 43 mW/(m.K)'dir. Silika aerojeller, ısıya dirençli elyaf malzemelerle birleştirilerek, sanayi, inşaat, sıhhi tesisat, otomotiv, havacılık ve diğer alanlarda yaygın olarak kullanılan farklı yalıtım malzemeleri haline getirilebilir [49].

Silika aerojeller, sentezlenme şartlarına bağlı olarak hidrofilik veya hidrofobik özellikler içermektedir. Yapısında yer alan silanol (Si-OH) polar grubu hidrofiliklik kaynağıdır. Çünkü bu grup, suyu adsorplanmaya teşvik etmektedir. Silika aerojellere genellikle yüksek sıcaklıklarda süper kritik kurutma yapılarak hidrofobik, CO₂ ile düşük sıcaklıkta kurutma yapılarak hidrofilik özellik kazandırılmaktadır. Kurutma yüzeyi boyunca farklı yüzey gruplarının oluşması bu farklılığı oluşturmaktadır. Hidrofobik özelliği arttırmaya yönelik 2 ayrı yöntem kullanılmaktadır.

- Kurutma esnasında ajan dahil etmek veya jelleşme sırasında yüzey modifikasyonu için ajan dahil etmek.
- Kurutma faaliyetinden sonra ısı olarak yüzey modifikasyonu oluşturmak [54].

Silika aerojeller sahip olduğu üstün özellikleri sayesinde oldukça geniş bir kullanıma alanına sahip amorf yapıda malzemelerdir. En önemli kullanım alanı ısı ve ses yalıtım özelliği sayesinde inşaat, tekstil ve havacılık endüstrileridir. Havacılık, nakliye, endüstriyel ekipmanlar, enerji üretimi, yüksek sıcaklık ısı ve yangından korunma gibi uygulamalar için 1200°F (650°C)'ye kadar olağanüstü ısı yalıtımı

sağlayabilmektedir [55]. Ayrıca kimya sektöründe zehirli organik bileşikler ve suların arıtımı için adsorban, nem sensörü, katalizör taşıyıcısı, enjeksiyon ajanı, vernik ve boyalar için dolgu malzemesi, eczacılık ve tarımda taşıyıcı malzeme, akustik bariyer, süperkapasitör, elektronikte izolator, sensor bileşimleri, pigment taşıyıcılar, çerenkov detektörü, gerilim düzenleyiciler, şeklinde çalışmalar mevcuttur [56] [57].

4.4 Silika Aerojellerin Üretim Yöntemleri

Genel olarak silika aerogel üretiminde sol-jel yöntemi kullanılmaktadır. Bu yöntem diğer yöntemlere göre düşük sıcaklıklarda çalışılan yüksek saflıkta ve homojenlikte ürünler veren bir yöntemdir. Bu yöntem metal alkoksitlerin ve inorganik tuzların hidrolizi ve yoğunlaştırılmasıyla gerçekleşir [58]. Silika aerogel sol-jel yöntemi ile elde edilmektedir. Sol-jel prosesi temel olarak jel hazırlama, jelin yaşlandırılması ve jelin kurutulması dahi 3 basamakta gerçekleşir. Son ürün yapısını değiştirmek için farklı prosedürler de eklenebilir.

Sol-jel yöntemi, nano-yapılı bir katı silika ağının, silika öncülünün hidrolizi ve yoğunlaşma işleminin bir sonucu olarak siloksan köprülerinin (Si-O-Si) yapılarının olduğu bir yöntemdir. Bu tür tepkimeler, organik öncülerin karbon atomları arasındaki bağların lineer zincirlere veya dallanmış (çapraz bağlı) yapılara neden olduğu organik kimyadaki bir polimerizasyon işlemine eşdeğerdir. Sol-jel kimyasının son 10 yıllarda hızlı gelişmesi nedeniyle, silika aerojellerin üretiminin çoğunda öncüler olarak silikon alkoksitler kullanılmaktadır. Silisyum alkoksitlerinin en yaygın olanları ortak kimyasallarla birlikte tetrametilortosilikat [TMOS, $\text{Si}(\text{OCH}_3)_4$] ve tetraetilortosilikat [TEOS, $\text{Si}(\text{OCH}_2\text{CH}_3)_4$] şeklindedir [59]. Yapıda su ile karışmayı zorlaştıran TEOS gibi maddelerin kullanımı söz konusu olduğunda karışımı daha homojen bir yapıya dönüştürmek için alkol, aseton, dioksan gibi çeşitli çözücüler devreye alınmaktadır. Literatürde farklı başlangıç maddelerinin parametrelerin olması durumunda silika aerojellerin özelliklerinin de farklı olduğu bildirilmiştir [54]. Alkoksisilanın hidrolizi, sol-jel işlemi için önemli olan bir asit veya baz gibi bir katalizörün eklenmesi ile başlar. Bu nedenle, hidrolize silisin doğası, çözeltinin pH'ına bağlıdır.

Aerojel üretiminin ilk basamağı olan jelleşme işlemi gerçekleştirildikten sonra elde edilen silika jeller, silika ağına yeni monomerlerinin dahil edilmesi ve siloksan çapraz bağ mertebesinin artması amacı ile yaşlandırma işlemine tabi tutulurlar.

Kurutma işleminden önce jelin yaşlandırılması ağ bütünlüğünün güçlendirilmesine yardımcı olur ve böylece sonra yapılacak işlemler sırasında kırılma riskini azaltır. Yaşlanma sırasında, kondenzasyon tepkimeleri ve jel ağı içindeki siloksan çapraz bağlanma ($\equiv\text{Si-OH}+\text{OH-Si}\equiv\rightarrow\equiv\text{Si-O-Si}\equiv$) miktarının artması ve tepkimeye girmemiş oligomerlerin yapıya katılması nedeniyle jel iskeletin sağlamlığı ve sertliği artar.

Jelin kurutulması önemli adımlardan biridir. Kurutma işlemlerinde farklı yöntemler uygulanmaktadır. Kurutma işleminde çözücü uzaklaştırılırken dikkat edilmesi gereken en önemli unsur, jelin iskelet formunun korunup büzülmenin en aza düşürülmesidir [54]. Ortam basıncında çeşitli sıcaklıklarda, dondurarak kurutma yöntemi ya da süperkritik kurutma yöntemleri başlıca uygulanan kurutma yöntemlerindendir. Süperkritik kurutma, jel içindeki sıvının kontrol edilerek jelden uzaklaştırma işlemidir [60]. Karbondioksit, metanol, etanol vb. maddeler kritik basınç ve kritik sıcaklık değerine ulaştıklarında süperkritik sıvı olarak davranırlar. Bir madde süperkritik şartlara ulaştığında artık sıvı gibi değildir ve bu şartlarda moleküllerinin sahip olduğu enerji ile sıvılarda oluşan yüzey gerilimini kırar. Süperkritik kurutma, jeldeki kılcal gerilimleri (capillary stress) gidermeye olanak sağlar [61].

Silika aerojel üretiminde ucuz başlangıç maddesinin ve uygun kurutma yönteminin kullanıldığı çalışmalar mevcuttur. Düşük maliyetli silika aerojel üretiminde silikon alkoksit başlangıç maddelerinin alternatifi olarak oldukça düşük maliyetli ve kısa sürede kolayca kolloidal silika formunu oluşturan sodyum silikat (cam suyu) çözeltisinin kullanımı oldukça yaygındır [62].

5.1 Kullanılan Hammadde ve Cihazlar

İnce ateş kili (Fine fire clay-FFC) çamur bileşiklerinin yüksek mukavemetli olması ve deformasyon değerlerinin daha düşük olmasından dolayı lavabo üretimlerinde yüksek oranlı şamot maddesi içeren bu çamur bileşikleri kullanılmaktadır [63]. Deney çalışmaları kapsamında FFC bünyelerin eldesine yönelik kil (Matel A.Ş.), kaolen (Kaolen AD), kuvars (Matel A.Ş.), potasyum feldispat (Kaolen AD), şamot (Kaolen AD) ve vollastonit (Matel A.Ş.) hammaddeleri Duravit AG tarafından sağlanmıştır. Kullanılan silika aerojel ise, Yıldız Teknik Üniversitesi Biyomühendislik Bölümü Lipid ve Kompozit Laboratuvarlarında üretilmiştir. Kullanılan hammaddeler Şekil 5.1’de gösterilmiştir.



Şekil 5.1 Çalışmalarda Kullanılan Hammaddeler a) 1-Şamot, 2-Kaolen, 3-Kil, b) Silika Aerojel c) Kuvars d) K-Feldispat e) Vollastonit

Kullanılan Hammaddeler:

- K-2 Kaolen
- MASK 6 Kil
- K-Feldispat
- Kuvars
- Şamot 300
- Vollastonit
- Silika Aerojel
- Deflokülan: Sodyum Silikat

Kullanılan Cihaz ve Ekipmanlar:

- Mikser
- Alçı Kalıp
- Fırın
- Manyetik ayırıştırıcı
- Kumpas
- Piknometre
- Hassas Tartı

5.2 Reçete Çalışmaları

5.2.1 Referans Numune ve Silika Aerojel İlavesi Yapılmış Numunelerin Hazırlanması

Çamur hazırlama çalışmalarında farklı bileşimlerde 5 farklı reçete oluşturulmuştur. Hammaddeler, FFC çamur reçetelerine göre belirli oranda su ve sodyum silikat ile karıştırılarak elde edilmiştir. Çalışmada çamur reçeteleri, referans, N1, N2, N3, N4, N5 olarak kodlanmıştır. Tablo 5.1, bu çamur reçetelerinde bulunan silika aerojel miktarlarını göstermektedir.

Tablo 5.1 Çalışmalarda Kullanılan Reçetelerde Silika Aerojelin Ağırlıkça Bulunma Oranı

Hammadde	REF	N1	N2	N3	N4	N5
Silika Aerojel (%ağ)	-	0,55	3,00	5,00	7,50	10,00

Hazırlanan çamurların ağırlıkça bileşimi yaklaşık olarak: %26-27 Şamot, %10-16 Kuvars, %1 - %1,5 K- Feldispat, %3-3,5 Vollastonit, %17-20 Kaolen, %30-33 Kil ve %0,55-10 Silika Aerojel içermektedir. Referans çamur ve silika aerojel ilavesi yapılmış çamurlar aynı koşullarda hazırlanmıştır.

Silika aerojelin farklı reçete bileşimlerinde çamur bünyeye uygulanması için laboratuvar ölçekli ince ateş kili “FFC” çamuru uygun üretim şartlarında hazırlanmıştır. Bileşiği oluşturacak hammaddeler uygun şekilde tartılmış, uygun tane boyutunda ve su içerisinde çözünen hammaddelerin eklenmesiyle açıcılar vasıtasıyla gerekli olan litre ağırlığına gelecek şekilde çamur bileşikleri Şekil 5.2’de olduğu gibi karıştırılmıştır.



Şekil 5.2 Çamur Hazırlama

Çamurun oluşturulması sırasında hammaddelerin kullanım sırası özelliklerine göre dikkat edilmiştir. Başlangıç olarak silika aerojel dahil edilmiş devamında özlü

seramik hammaddeleri olan mask-6 kil ve k-2 kaolen ilave edilmiştir. 3 hammaddenin karışımı tamamladıktan sonra özsüz hammaddeler olan kuvars, K-feldispat, şamot 300, vollastonit dahil edilmiştir. Çamur hazırlanması aşamasında reolojik özellikler takip edilmiş olup deflokülan ve su eklemeleri ile istenilen döküm özellikleri kazandırılmıştır.

Hazırlanan çamurun reoloji çalışmaları TS EN 997 standardına göre yapılmıştır. 1 litrelik bir kap içindeki ağırlığı çamurun yoğunluğunu belirtmektedir. Şekil 5.3'de piknometre gösterilmektedir. Yoğunluğun belirlenmesinde iki önemli faktör vardır:

- Kullanılan hammaddeler,
- Sodyum silikat miktarıdır.

Yapılan çalışmada çamurun yoğunluğu ölçülerek katı/sıvı oranının belirlenmesi ve standartlara uygunluğu incelenmiştir. Hazırlanan referans çamurun litre yoğunluğu 1834 g/L iken diğer silika aerojel katkılı numunelerde litre yoğunluğu en düşük 1595 g/L, en yüksek 1836 g/L olarak ölçülmüştür.



Şekil 5.3 Piknometre ile Litre Ağırlığı Tayini

Evrensel Gallenkamp viskozimetresi tiksotropinin hızlı ölçümleri için seramik alanında en çok kullanılan cihazlardan biri olup el ile çalıştırılmaktadır. Deneysel çalışmalarda kullanılan cihaz Şekil 5.4'de gösterilmektedir. Test sırasında disk 360°C döndürülüp sonra serbest bırakılıp, viskoziteyi ölçmek için numunenin

silindirin dış kısmı üzerindeki frenleme etkisi kullanılmıştır. Tiksotropi değeri, 5 dakika sonra (numunenin statik durumda kaldığı) ikinci bir ölçüm yapılarak saptanmış ve birinci ölçüme göre fark hesaplanmıştır.



Şekil 5.4 Gallenkamp Viskozimetresi

Hazırlanan çamurların analizlerinin gerçekleştirmesi sonrasında 300 meşlik elekten geçirilmiştir. Elekten geçirilen çamura miktarıslanma kuvveti uygulanarak çamur bünyesinde bulunan istenmeyen manyetik bileşenlerin temizlenmesi gerçekleştirilmiştir.



Şekil 5.5 a) Hazırlanan Çamurun Elek Analizi, b) Manyetik Bileşenlerin Ayrıştırılması

Viskozite, akışkanın akışa karşı gösterdiği direnç olarak tanımlanmaktadır. Durgun haldeki bir akışkana kayma gerilimi uygulandığında akışkan deforme olur. Moleküler etkileşim ve moleküler momentumun transferi akışkanların viskozitesinde iki önemli etkindir. Rotasyonel reometre, akışkan içerisine daldırılmış milleri (spindle) döndürmek için gerekli torku (momenti) hesaplayarak viskozite ölçümü yapmaktadır. Bu kapsamda 27°C’de sabit hızda zamana bağlı çamurun reolojik özellikleri Thermo Haake Reometre cihazında incelenmiştir. Çamur içerisinde askıda kalan moleküller sedimente olma eğilimindedirler. Bu durum viskoziteyi arttırmaktadır. Dolayısıyla viskozite tayini çamurun hazırlanması aşamasında da önemlidir. Çamur hazırlama çalışmaları sırasında Ford Cup cihazı kullanılmış olup çamurun 30 dk sürelik zamanda akış süresi ölçülerek viskozitesi belirlenmiştir.



Şekil 5.6 Reoloji Çalışmaları a) Reometre Cihazı b) Ford Cup Cihazı

5.2.2 Referans Çamur ve Silika Aerojel İlavesi Yapılmış Çamurların Döküm İşlemi ve Kurutulması

Duravit AG’de referans ve 5 reçete için toplamda 6 döküm işlemi gerçekleştirilmiştir. Döküm çalışmaları derin alçı kalıplara gerçekleştirilmiştir. Şekil 5.7’de olduğu gibi farklı tip kalıplar kullanılarak reçetelerin karakterizasyon çalışmaları için uygun deney numuneleri oluşturulmuştur. Döküm işlemi

sonrasında 1 saat beklenerek kalınlık alma durumları incelenmiştir. Numuneler havada 24 saat boyunca hava ortamı olan 25°C'de kurutulması gerçekleştirildikten sonra sinterleme aşamasına geçilmiştir.



Şekil 5.7 Alçı Kalıplara Döküm

5.2.3 Sırlama ve Sinterleme

Kurutma işleminden sonra numunelerin TS EN 997 standardına göre 1250°C'de sinterlenmesi gerçekleştirilmiştir. Sinterlenme aşamasında ilk olarak 40°C'den 800°C'ye 160°C/saat sıcaklık artışı sağlanmıştır. Daha sonra 800 °C'den 1250 °C'ye 180 °C/saat sıcaklık artışı devamında 1250 °C'de 30 dakika bekletilmiştir. Beklemeden sonra 1250 °C'den 40 °C'ye kontrolsüz soğutma yapılmıştır.

5.3 Karakterizasyon

5.3.1 Et Kalınlığı ve Ağırlık Deneyleri

TS EN 997 standardına göre et kalınlığı ve ağırlık analizi yapılmıştır. Et kalınlığı analizinin yapılması için hazırlanan çamurlar slip döküm yöntemi ile bir kalıba dökülmüştür. Slip dökümün yapılmasından sonra kalıp içerisinde numuneler 1 saat bekletilip çıkartılmıştır. Kalıptan çıkarılan örneklerin et kalınlıkları 4 farklı noktadan ölçülüp ortalaması alınmıştır. Ağırlık analizi sinterlenmiş örnekler için gerçekleştirilmiştir. Her bir reçete için 10'ar örnek oluşturulmuş ağırlıkları ölçülüp ortalaması alınmıştır. Çıkan sonuçlar birbirleriyle karşılaştırılmıştır. Çalışmalar

kapsamında kullanılmak üzere 1 reçete için hazırlanan karakterizasyon numuneleri Şekil 5.8’de gösterilmektedir.



Şekil 5.8 Karakterizasyon Numuneleri

5.3.2 Küçülme Deneyleri

Bulamaç genellikle 10x50x100 mm boyutlarında plakalar elde etmek için alçı kalıplara dökülmüştür. Bu plakalar hala ıslak iken, numunelerin çapraz birim uzunlukları kumpas (L1) ile belirlenmiştir. Plakalar önce kalıpta, daha sonra kurutma kabininde 105 °C’de sabit uzunluğa ulaşincaya kadar kurutulur. Kuru uzunluk değerleri, kurutulmuş plakaların kumpas (L2) ile yeniden ölçülmesiyle elde edilmiştir.

$$\text{Kuruma Küçülmesi (\%)} = \frac{(L1 - L2) \times 100}{L1} \quad (5.1)$$

Örnekler 1250°C’de kurutulduktan sonra sinterlenmiştir. Sinterlenmiş uzunluk değerleri, sinterlenmiş plakaların kumpas (L3) ile yeniden ölçülmesiyle elde edilir.

$$\text{Pişme Küçülmesi (\%)} = \frac{(L2 - L3) \times 100}{L2} \quad (5.2)$$

Ölçülen numunenin toplam küçülmesi;

$$\text{Toplam Küçülme (\%)} = \frac{(L1 - L3) \times 100}{L1} \quad (5.3)$$

5.3.3 Su Emme Testi

TSE EN 997 standartlarına göre su emme testleri gerçekleştirilmiştir. Standart kapsamında ilk olarak numunelerin kuru ağırlıkları (G1) ölçülmüştür. Ölçümden sonra numuneler distile saf suda 2 saat kaynatılmıştır. Kaynatma işlemi bittikten sonra numuneler 20 saat suda bekletilmiştir. İşlem tamamlandıktan sonra numunelerin yüzeyi kurutulup ağırlıkları (G2) tekrar ölçülmüştür. Kullanılan su emme cihazı Şekil 5.9’da gösterilmiştir.

$$\text{Su Emme (\%)} = \frac{(G2 - G1) \times 100}{G1} \quad (5.4)$$



Şekil 5.9 Su Emme Test Cihazı

5.3.4 Üç Nokta Eğme Testi

TSE EN 997 standartlarına göre destekler arası mesafe (L) 150 mm, yükseklik (h) 14,3 mm ve genişlik (b) 5,1 mm olarak belirlenmiştir. Her reçete için 6’şar numune

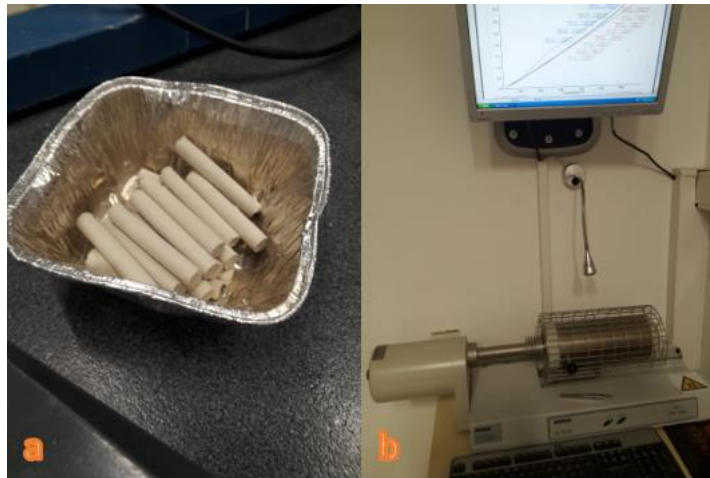
hazırlanmış olup Şekil 5.10'da gösterilen Gabrielli cihazında eğme testi yapılmıştır. Numuneler destekler üzerinde ortalanmış ve cihazın üst çenesi numune ile yakın temasa getirilmiştir. Test başlatılmış ve numune kırılıncaya kadar yük uygulanmaya devam edilmiştir.



Şekil 5.10 Üç Nokta Eğme Test Cihazı

5.3.5 Dilatometre ve Deformasyon Analizi

Sinterlenme davranışlarının belirlenmesi için Netzsch DIL 402 PC/1 cihazı kullanılmıştır. Her reçete için 6'şar sırlı ve sırsız numune hazırlanmış olup 300°C, 400°C, 500°C ve 650°C'deki davranışları incelenmiştir. Şekil 5.11'de dilatometre analizi için hazırlanan numuneler yer almakta olup deney analizi gerçekleştirilen cihaz gösterilmektedir.



Şekil 5.11 Dilatometre Analizi a) Dilatometre Numuneleri, b) Test Cihazı

Sinterlenmeye karşı bünyenin direncini ölçmek için ise deformasyon örnekleri hazırlanmıştır. Deformasyon örnekleri her reçete için 4'er adet hazırlanmış olup hazırlanış süreci Şekil 5.12'de verilmiştir. Sinterlenen bu numuneler kumpas yardımı ile ölçülerek deformasyon miktarları belirlenmiştir.



Şekil 5.12 Deformasyon Testi a) Deformasyon Kalıbı b) Test Numuneleri

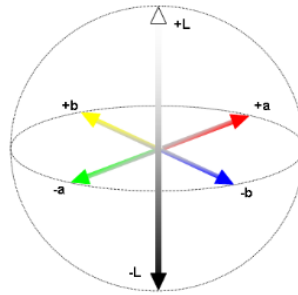
5.3.6 Pişme Renk Kontrolü

Bir sırnın en önemli özelliklerinden biri renktir. Renk ölçümü, optik yöntemlerin renk ölçen aparatlar vasıtasıyla yapılır. Bu aparatlarda bir flaş lambası bir kürenin içinde dağınık bir şekilde saçılır ve ışık düşey olarak numuneden yansır ve ışığı algılayan bir detektör tarafından toplanır. Bu yansıyan ışık bir monokromatör ve tek dalga boyunun yoğunluğunu belirlemek için kullanılan bir fotoelektrik hücre tarafından kırılır. Renk ölçümü yapılmadan cihaz beyaz ve siyah standartlarına göre kalibre edilmelidir. Deney sırasında fotoelektrik hücre tarafından kaydedilen renk sinyalleri bu standarda göre karşılaştırılır [64].

Renk ölçüm metotlarından bir başkası da; Tricolor LFM 3 (Dr Lange GmbH) renk farklılığı ölçüm aparatı örneğinde olduğu gibi “3 uyarımlı metot” diye tabir edilen metottur. Numune iki ışık kaynağından 45 derecelik açıyla aydınlatılmaktadır. Daha iyi bir aydınlanma için (örneğin, dokulu yüzeyler), iki halojen lamba yerleştirilir. Standart kullanımlarda lamba türevleri C Tipi ve D 65 Tipi lambalardır. 3 uyarımlı

yönteme göre, 0 derece ve normal arası dağınık yansıtılan ışık, standart X, Y, Z spektral filtrelerinden geçerek 3 fotodetektör tarafından alınır. Bu detektörlerden alınan veriler toplanır ve bilgisayar yazılımları ile uluslararası standartlara göre analiz edilir [64].

Sır yüzeyi renginin nicel değerini belirlemek için renk ölçüm cihazı kullanılır. Genellikle aşağıdaki denklemlere göre hesaplanan L^* , a^* , b^* değerleri verilir. Bu değerler CIE tarafından CIELAB uygulamasının geliştirilmesinden gelir. CIELAM renk sisteminde, bütün renkler üç boyutlu bir yer kaplar. L^* parlaklık eksenini, yani $L^*=0$ siyah $L^*=100$ ise beyaz demektir. L^* eksenine dik olan diğer bir eksen a^* eksenidir ve bu eksen pozitif yöne doğru kırmızılığı negatif yöne doğru ise yeşil rengi temsil eder. L^* eksenine dik olan diğer eksen ise b^* eksenidir. Bu eksen de negatif yöne doğru mavi rengi pozitif yöne doğru sarı rengi tanımlar.



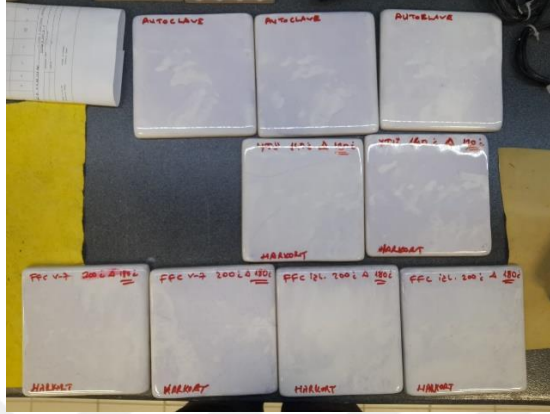
Şekil 5.13 L^* , a^* , b^* Kromatik Koordinat Şeması [65]

Çalışmalar kapsamında Konica Minolta marka CR-400 model spektrofotometre kullanılmıştır. Ölçümlerde referans yüzey cihazın beyaz kalibrasyon için kullanılan yüzeyidir. Buna göre ölçüm değerleri yorumlanmıştır. Her bir reçete için D65 lambası ile 5'er adet çekim yapılmıştır.

5.3.7 Harkort ve Otaklav Testi

Endüstriyel tünel fırından alınan sırlı ürünlere Harkort testi uygulanmaktadır. Bu test, belirli bir sıcaklık değerine çıkartılan sırlı ürünlerin soğuk su içerisine daldırılarak sır yüzeyinde oluşabilecek çatlakların gözlenmesi esasına dayanır [66]. Çalışmada seramik sağlık gereci olarak bilinen opak sır kullanılmış olup sırlı bünyelerin 120 °C'den maksimum 260 °C'ye kadar 20 °C'lik artışlar ile davranışı

gözlemlenmiştir. Her 20 °C artış sonrası 20 °C’de bulunan su içerisine daldırılıp çatlamanın olup olmadığı incelenmiştir. Harkortta her sıcaklık değeri için 3 numune kullanılmıştır. Standart sıcaklık değeri 160 °C’in altına düşmemesi gerektiğinden test işlemi bu hususa dikkat edilerek gerçekleştirilmiştir. Harkort deneyi silika aerojel etkisini gözlemlemek adına sadece N1 için yapılmıştır.



Şekil 5.14 Harkort Deney Numuneleri

Otoklav, hızlı ısı değişimlerine karşı bünyenin hasara uğramaksızın dayanıp dayanamayacağını gösteren karakteristik bir testdir. Bu analiz çalışması ile otoklav içinde yüksek basınçta buhara maruz bırakılarak sır çatlağı oluşma dayanımı belirlenmiştir. Otoklav deneyinin yapılmasında Gabbrielli marka cihaz kullanılmıştır. Otoklav cihazı içerisine saf su bırakılması sağlanarak cihaz içerisinde suyun buharlaşması ile basınç uygulaması sağlanmıştır. 8 bar’a kadar sıcak basınç uygulanmış olup kontrollü otoklav içine yerleştirilen 8 parça plaka ile sağlanmıştır.



Şekil 5.15 Otoklav Cihazı

5.3.8 Faz Analizi

X-ışını kırınımı (XRD), malzemelerin kristallografik özelliklerinin ve içerdikleri fazların belirlenmesi için yapılmıştır. Analiz çalışmaları için sinterlenmiş numuneler kullanılmıştır. Numuneler toz hale getirilmesi için alumina jet değirmende öğütülmüştür. 1 kg'lık jet değirmende 150 gram toz numune elde edilmesi 20 dakika öğütme işlemi gerçekleştirilmiştir. Öğütme sonrasında 300 mikron elekten geçirilmiştir. Şekil 5.16'da alumina değirmende öğütülen tozlar ve bu tozların elek analizlerinin gerçekleştirilmesi gösterilmiştir.



Şekil 5.16 Boyut Küçültme Çalışmaları a) Öğütme b) Elek Analizi

Toz hale getirilen numunelerin analizlerinin gerçekleştirilmesi İstanbul Teknik Üniversitesi'nde XPert-Pro cihazı kullanılarak sağlanmıştır. Cihaz parametreleri şu şekilde belirlenmiştir:

- Scan Axis: Gonio
- Start Position [2θ]: 10.0119
- End Position [2θ]: 89.9819
- Step Size [2θ]: 0.0220



Şekil 5.17 X- Işını Kırınım (XRD) Analizi Çalışmaları

XRD çekimlerine ait difraktogramların mineral çözümlemesi Yıldız Teknik Üniversitesi'nde bulunan Panalytical High Score Plus 4.7 programı üzerinde değerlendirilmiştir. İlgili program üzerinde Rietveld Metodu uygulanarak tam kantitatif analiz gerçekleştirilmiştir. Analiz sonucunda numunelerin yapılarında bulunan faz yüzdeleri tespit edilmiştir.

6.1 Reolojik Sonuçlar

Tablo 6.1’de çamurların göreceli reolojik özellikleri verilmiştir. TS EN 997 standardına göre yapılan analizlerde, silika aerojel miktarı arttıkça daha düşük litre ağırlığında yüksek tiksotropi ve ford cup viskozite değerlerine sahip çamurların olduğu görülmüştür. Ford cup ile akış süresi tayin edilerek viskozite yorumlanmıştır. Silika aerojelin düşük yoğunlukta olması ve bünyede hacimce çok yer kaplaması çözünmeyi zorlaştırmıştır. Bu durum eklenen su miktarını arttırmış olup daha düşük litre ağırlıklarını ortaya çıkarmıştır. Daha düşük litre ağırlıklarında uygun döküm şartlarının sağlanmasına yönelik tiksotropi ve ford cup viskozite değerleri ayarlanmıştır. Yapılan çalışmalar sonucu uygun döküm alabilme şartları sağlanmıştır.

Tablo 6.1 Çamurun Reolojik Özellikleri

Özellik	STD	REF	N1	N2	N3	N4	N5
Litre Ağırlığı (g/L)	1832-1838	1834	1836	1727	1650	1680	1595
Tiksotropi (°)	25-35	34	48	64	57	67	36
Ford Cup Viskozite (sn)	28-35	28	35	30	22	51	32

Çalışmada kullanılan silika aerojelin sahip olduğu özellikler Tablo 6.2’de verilmiştir. Malzemenin sahip olduğu özellikler ve su emmenin %20 seviyelerinde olması bu çalışma için kullanılabilir bir ürün olduğunu ortaya koymaktadır. Aynı zamanda silika aerojelin düşük yoğunluğa sahip olması reçete çalışmalarında hafifletme noktasında etkili olmuştur.

Tablo 6.2 Silika Aerojel Malzemesinin Özellikleri

Özellik	
Kitlesel Yoğunluk (Bulk) (g/cm ³)	0,187
Sıkıştırılmış Yoğunluk (Tap) (g/cm ³)	0,19
Yüzey alanı (m ² /g)	240
Su Emme (%)	20

6.2 Et Kalınlığı ve Ağırlık Sonuçları

Numunelerin yaş halde üçgen kalıplarda kalınlık alma durumları Tablo 6.3’de verilmiştir. Sonuçlar incelendiğinde, kullanılan silika arojel miktarı arttıkça ürünün 1 saatte kalınlık alma oranının en fazla N5’de arttığı gözlemlenmiştir. Silika arojelin yüzey alanının büyük olmasından dolayı kalıp yüzeyinde yaptığı kalınlık alma miktarı artmıştır. Silika arojelin bünyede varlığının artışı kalınlık almayı hızlandırmıştır. Alınan bu sonuç, istenilen kalınlık değerine daha kısa sürede ulaşılabilceğini göstermektedir.

Tablo 6.3 Numunelerin Kalınlık Alma Analiz Sonuçları

Özellik	STD	REF	N1	N2	N3	N4	N5
Kalınlık alma (mm/sa)	≥ 7,50	7,40	5,60	8,30	6,70	8,10	8,60

Numunelerin sinterlenmiş ağırlıkları Tablo 6.4’de verilmiştir. Ağırlıklar her bir reçete için 10’ar plaka numunenin ortalama ağırlığı şeklinde hesaplanmıştır. Silika arojel katkısıyla elde edilen numunelerin ağırlıklarının referans numuneye göre azaldığı görülmüştür. Eklenen miktarın artması, numune ağırlıklarının daha da düşmesine neden olmuştur. Tablo 6.4’de verilen ağırlık değişimleri incelendiğinde, sinterleme işlemi sonrası numunede ağırlık değişiminin en fazla %28,30 oranı ile

N5 numunesinde olduğu görülmüştür. Artan silika aerojel miktarının numune hafifletmede daha başarılı olduğunu söylemek mümkündür.

Tablo 6.4 Numunelerin Sinterlenmesi Sonrası Ağırlığı ve Referans Numuneye Göre % Hafifleme Oranı

Özellik	REF	N1	N2	N3	N4	N5
Ağırlık (gr)	110,50	109,85	98,12	91,27	86,63	79,22
Hafifleme Oranı(%)	-	0,58	11,20	17,40	21,60	28,30

6.3 Küçülme Deneyi Sonuçları

Kuruma küçülmesi, pişme küçülmesi ve ateş kaybı deney sonuçları Tablo 6.5'de verilmiştir. Çalışmalar sırasında reçete bünyelerinde silika aerojelin artışı kuruma küçülmesini arttırmıştır. Bu durum silika aerojelin yüksek yüzey alanına sahip olmasından dolayı oluşmuştur. Kuruma küçülmesinin %4 üzerine çıkması bünyede bozulmalara neden olmaktadır. Çalışmalar sırasında bu değerler üzerine çıkılmamıştır. Pişme küçülmesinde ise elde edilen sonuçlar numunelerin özellikleri açısından sorun oluşturmadığı yorumlanmış olup optimum pişme küçülmesinin %5,0-5,5 arasında olabileceği düşünülmüştür. Ateş kaybı değerlerinde ise ciddi artışlar yaşanmamış olup eklenen malzemenin refrakter özelliği sergilediği görülmüştür. Bu sonuçlar, silika aerojel miktarı arttıkça malzemenin kurutma ve sinterleme işlemlerinden sonra daha da küçüldüğünü göstermektedir. Ayrıca silika aerojel ilavesi de atık oluşum miktarını arttırmıştır.

Tablo 6.5 Numunelerde Küçülme ve Ateş Kaybı

Özellik	REF	N1	N2	N3	N4	N5
Kuruma küçülmesi (%)	3,05	2,78	3,30	3,80	3,47	3,84
Pişme küçülmesi (%)	3,35	3,61	4,61	4,96	6,01	6,46
Ateş kaybı (%)	5,77	6,05	6,15	6,35	6,00	6,23

6.4 Su Emme Test Sonuçları

Hazırlanan numunelerin su emme analiz sonuçları Tablo 6.6'da verilmiştir. Sonuçlar incelendiğinde, kullanılan silika aerogel miktarı arttıkça ürünün daha çok su emdiği görülmüştür. Bunun nedeni silika aerogelin yüksek yüzey alanı ve su emme değerinden kaynaklanmıştır.

Tablo 6.6 Su Emme Analiz Sonuçları

Özellik	STD	REF	N1	N2	N3	N4	N5
Su emme (%)	7-9	8,18	7,68	10,03	11,85	12,96	18,97

6.5 Üç Nokta Eğme Test Sonuçları

Üç nokta eğme testi sonuçları Tablo 6.7'de verilmiştir. Bu sonuçlara göre silika aerogel ilavesi N1 için eğilme mukavemetini %1,5 oranında arttırmıştır. N2, N3, N4 ve N5 numunelerinde ise %9,33-%23,42 aralığında dayanım değerlerinde düşme gerçekleşmiştir. Silika aerogelin gözenekli yapıda olması yapı içerisinde dayanımı düşürmektedir. Genel sonuçlara bakıldığında ise standart değerlerin altına düşülmediği tespit edilmiştir.

Tablo 6.7 Üç Nokta Eğme Testi Sonuçları

Özellik	STD	REF	N1	N2	N3	N4	N5
Kuru dayanım (MPa)	>2	2,66	2,32	2,34	2,10	2,69	2,35
Pişme dayanımı (MPa)	>25	39,75	40,31	34,00	35,80	32,98	30,44

6.6 Dilatometre ve Deformasyon Analizi Sonuçları

Sırlı ve sırsız numuneler için gerçekleştirilen dilatometre sonuçları Tablo 6.8'de verilmiştir. Dilatometre analizlerinde sıcaklığa bağlı ısı genleşmeler incelenmektedir. Sır-bünye uyumunun olması açısından sırlı bünyeler için ısı genleşme katsayısının 60'dan büyük, sırsız bünyelerde ise 50'dan büyük olması

beklenmektedir. Sırlı ve sırsız numunelerin 300°C, 400°C, 500°C ve 650°C’de elde edilen sonuçlar standart içerisinde kalmıştır.

Tablo 6.8 Sırlı ve Sırsız Bünyelerin 4 Farklı Sıcaklıkta Dilatometre Test Sonuçları

Özellik	Sıcaklık (°C)	Referans	N1	N2	N3	N4	N5
Sırlı (µm)	300	76,53	68,57	68,83	68,19	68,49	74,16
	400	72,55	65,88	66,13	65,19	65,77	70,17
	500	70,64	64,90	64,99	63,91	64,44	68,39
	650	73,80	68,15	67,33	66,15	67,00	70,41
Sırsız (µm)	300	56,7	58,24	57,70	57,70	56,31	57,78
	400	57,68	59,15	58,70	58,70	57,18	58,98
	500	58,40	59,80	59,40	59,40	57,90	59,62
	650	59,97	61,19	60,96	60,96	59,27	61,27

Deformasyon kalıbına yapılan döküm işlemi sonrasında elde edilen numuneler uygun ısıtma/soğutma koşullarında sinterlenmiştir. Silika aerojel miktarının yapıda bulunma oranı arttıkça deformasyonun arttığı gözlemlenmiştir. Deformasyonun artması silika arojelin bünyede ergitici etki sergilediğini düşündürmüştür. Deformasyonu düşürmek için ergimeyen malzemelerin kullanımının yapılması gerekmektedir. Elde edilen deformasyon analiz sonuçları Tablo 6.9’da gösterilmektedir.

Tablo 6.9 Deformasyon Analiz Sonuçları

Özellik	STD	REF	N1	N2	N3	N4	N5
Deformasyon (mm)	12-16	9,00	12,50	19,50	23,00	21,50	23,50

6.7 Pişme Renk Kontrol Sonuçları

Sinterlenmiş numunelerin renk analizleri Tablo 6.10'da gösterilmektedir. Renk parametrelerinde L değeri parlaklığı, a (+) kırmızı ya da a (-) yeşil koordinatı; b (+) sarı ya da b (-) mavi koordinatı temsil etmektedir. Her üç değer de 0 ile 100 arasında değişkenlik göstermektedir. Fine fire clay çamurlarında renk parametrelerinde L: açık, b: mavi, a: nötre yakın beklenmektedir. Gerçekleştirilen analizlerde renk parametrelerinin Duravit firmasından alınan endüstriyel reçetenin referans numuneye uygun çıktığı ve standartlar içerisinde yer aldığı görülmüştür.

Tablo 6.10 Pişme Rengi Analiz Sonuçları

Renk Parametresi	REF	N1	N2	N3	N4	N5
L	81,80	81,52	81,40	80,45	81,32	84,85
a	-0,35	0,10	-0,04	0,33	0,20	-0,17
b	10,51	12,22	12,73	13,37	12,78	12,21

6.8 Harkort ve Otoklav Testi Sonuçları

Çalışmalar kapsamında gerçekleştirilen Harkort testinde bünyenin 160°C üzerinde kalması beklenmektedir. Referans numunenin Harkort sonucu ise 182°C belirlenmiş olmasına karşında N1'de ise Harkort analiz sonucu 120°C ölçülmüştür. Bu sonuçtan, silika aerojelin sıcaklık farkından çatlamalara karşı direncinin referans numuneye göre daha az olduğu tespit edilmiştir.

Otoklav analizleri sonucunda 8 bar basınç altında referans ve N1 numeleri 8'er plaka ile incelenmiş olup sonuçların uygun olduğu tespit edilmiştir.

6.9 Faz Analizi Sonuçları

Çalışmada XRD analizleri her numune için 5 defa ölçüm yapılarak gerçekleştirilmiştir. Analizler sonucunda referans numune dışında diğer 5 reçetede de 4 farklı mineral tespit edilmiştir.

Bu mineraller;

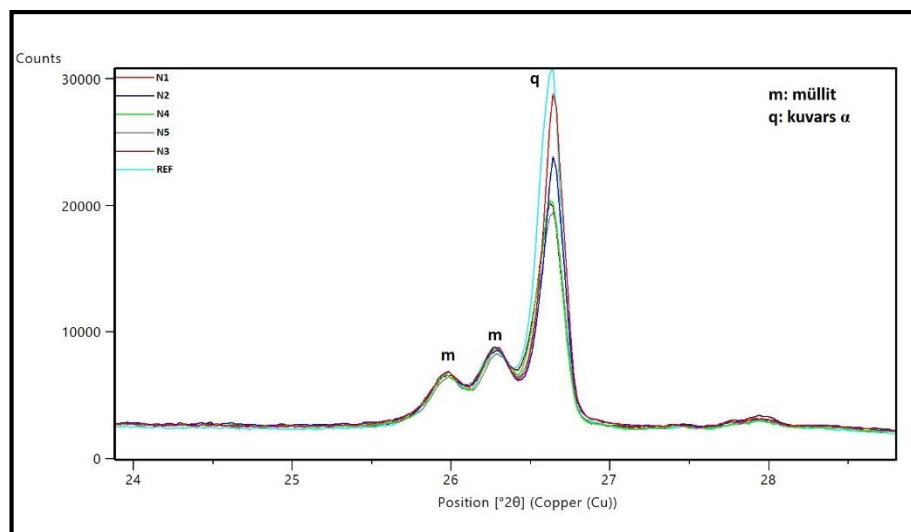
- α -Kuvars,
- Müllit,
- α -Kristobalit,
- β - Kristobalit'dir.

Gerçekleştirilen Rietveld Metodu sonucunda Goodness of Fit (GOF) (uygunluk) değerleri değerlendirilmiştir. Uygunluk değerlerinin ölçütleri genel olarak gözlemlenen değerler ile söz konusu modelde beklenen arasındaki tutarsızlığı özetlemektedir. Elde edilen veriler analizin doğruluk oranının yüksek olduğunu göstermiştir. Elde edilen değerler Tablo 6.11'de verilmiştir.

Tablo 6.11 Uygunluk Değerleri (GOF)

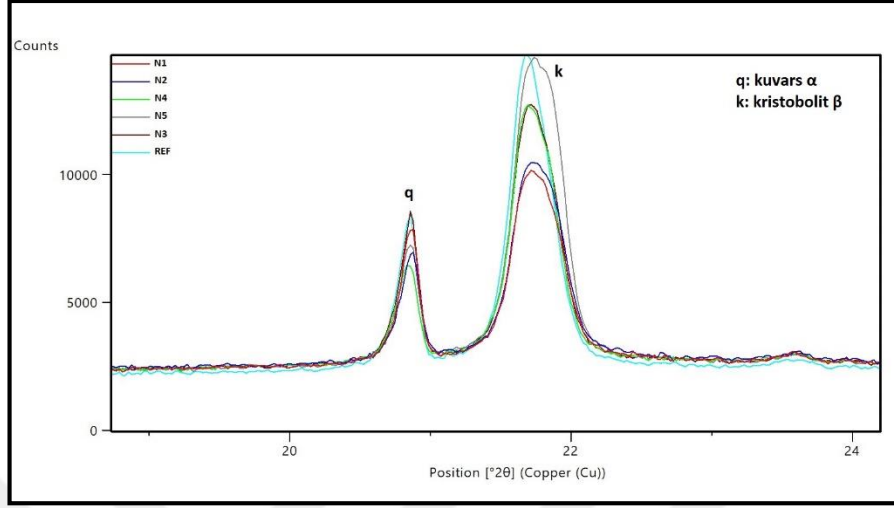
Özellik	REF	N1	N2	N3	N4	N5
Uygunluk Değerleri (GOF)	2,27	2,01	2,03	2,04	2,17	1,76

Gerçekleştirilen XRD analizleri 0-90° arasında yapılmıştır. Bu aralıkta en yüksek pikler 26-27° ve 20-22° arasında gözlemlenmiştir. 26-27° aralığı incelendiğinde yoğun olarak müllit ve α -kuvarsa rastlanmıştır. Yapılan analizle ilgili sonuç Şekil 6.1'de paylaşılmıştır.



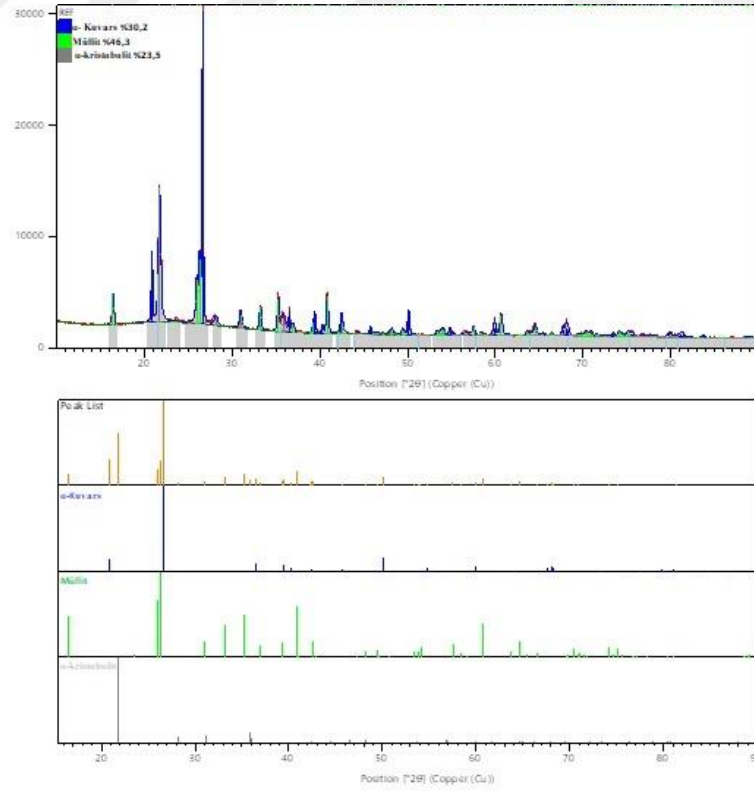
Şekil 6.1 26°-27° Arasında Yer Alan Pikte Faz Dağılımı

20-22° aralıkları incelendiğinde en yüksek pik değerinin olduğu noktada yoğun olarak β -kristobolit, 21° yakın noktada ise α -kuvars tespit edilmiştir. Referans numune ve diğer 5 reçete için yapılmış analiz sonucu Şekil 6.2’de gösterilmektedir.



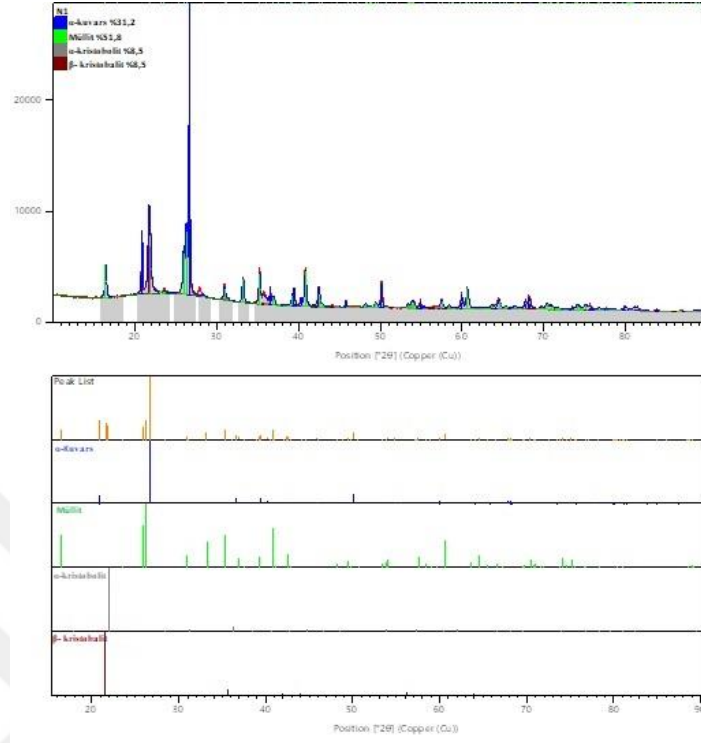
Şekil 6.2 20°-22° Arasında Yer Alan Pikte Faz Dağılımı

Referans numunesi için Rietveld metodu ile gerçekleştirilen faz analizi sonucuna Şekil 6.3’de verilmiştir. Yapılan analiz sonucunda 3 farklı faz yapısı tespit edilmiştir.

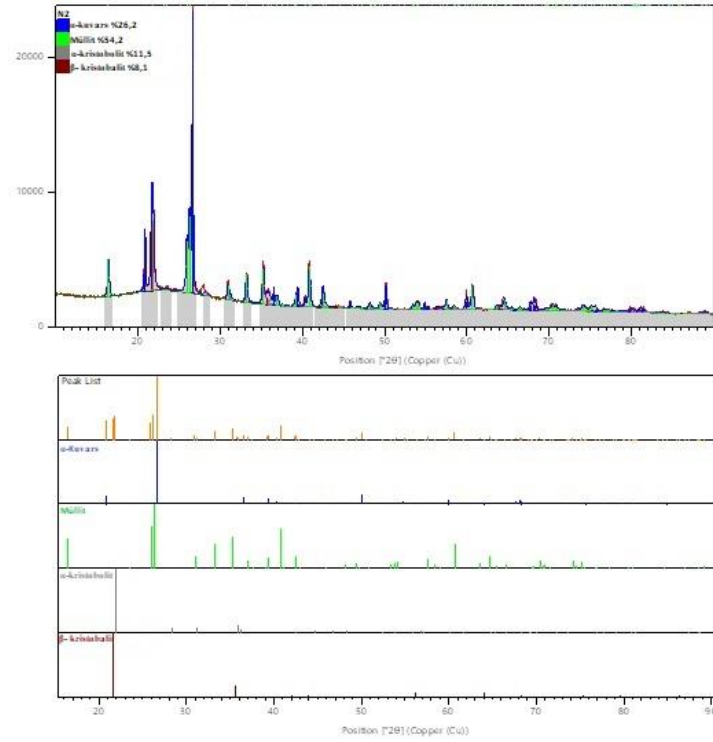


Şekil 6.3 Referans Numunesinin Faz Analizi

N1 ve N2 numuneleri için yapılan faz analizi sonuçları Şekil 6.4 ve Şekil 6.5’de verilmiş olup yapılan analizler sonucunda 4 farklı faz yapısı tespit edilmiştir.

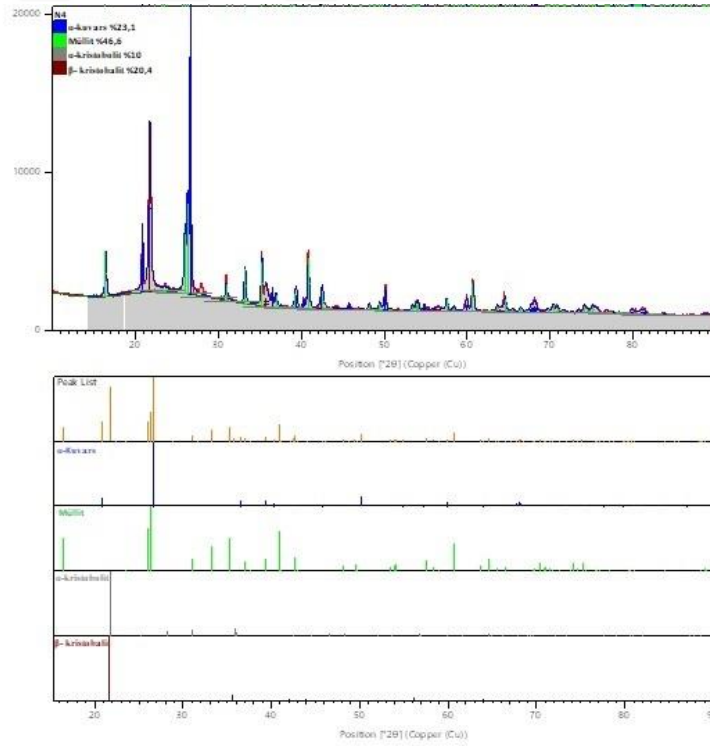
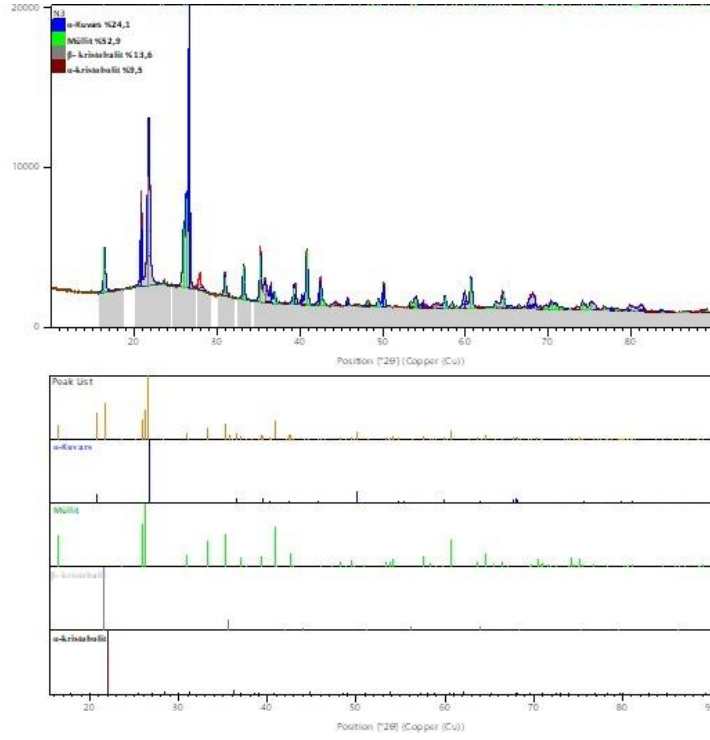


Şekil 6.4 N1 Numunesinin Faz Analizi

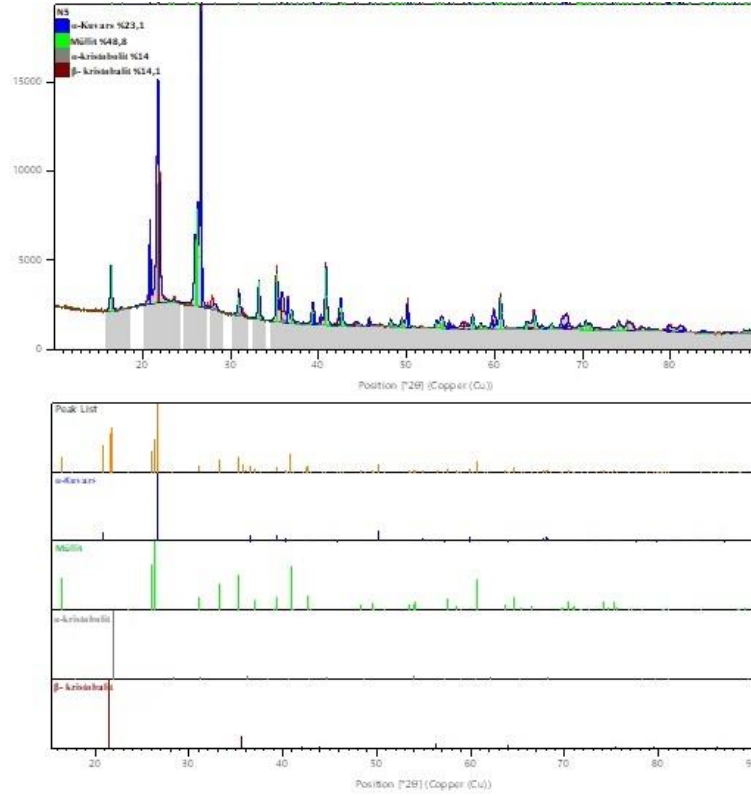


Şekil 6.5 N2 Numunesinin Faz Analizi

N3 ve N4 numuneleri için yapılan faz analizi sonuçları Şekil 6.6 ve Şekil 6.7’de verilmiş olup yapılan analizler sonucunda 4 farklı faz yapısı tespit edilmiştir.



N5 numunesi için yapılan faz analizi sonucu Şekil 6.8’da verilmiş olup yapılan analiz sonucunda 4 farklı faz yapısı tespit edilmiştir.



Şekil 6.8 N5 Numunesinin Faz Analizi

Yapılan Rietvelt metoduna göre bünyelerde yer alan fazlar tespit edilmeye çalışılmıştır. Elde edilen fazlar ve bulunma oranları Tablo 6.12’de verilmiştir.

Tablo 6.12 XRD Analizi Faz Dağılımları

Kristal fazlar	REF	N1	N2	N3	N4	N5
Müllit (%)	46,30	51,80	54,20	52,90	46,60	48,80
α-kuvars (%)	30,20	31,20	26,20	24,10	23,10	23,10
α-kristobolit (%)	23,50	8,50	11,50	9,50	10,00	14,00
β- kristobalit (%)	-	8,50	8,10	13,60	20,40	14,10

Yapılan analizler sonucunda referans yapıda kristobolit kendini α formunda gösterirken silika aerogel içerikli reçetelerde bulunma oranı azalıp β -kristobalit formunda görülmüştür. β -kristobalit N4 numunesine kadar devamlı bir artış göstermesine karşın N5 numunesinde düşüş görülmüştür. Bu durum 180-290°C'de oluşan α -kristobalit polimorfik dönüşümünün etkisinin silika aerogel miktarının artışı ile azaldığını düşündürmektedir. Bilindiği gibi bu dönüşüm hacimce 0,05 oranında bir genleşme getirmektedir. Bu genleşmenin de mukavemet üzerine etkileri olmaktadır. Tablo 6.7'de mukavemet değerlerine bakıldığında görülen iniş çıkışlarda da bu polimorfik etkinin olduğu düşünülmektedir. Yine seramik bünyelere mukavemet kazandırdığı bilinen müllit fazının silika aerogelli numunelerde düşük bir miktar referans numuneye göre arttığı görülmüş silika aerogel miktarı arttıkça müllit fazının bulunma oranının düşüşe geçtiği gözlemlenmiştir. Bu faz ve polimorfik dönüşümlerin bünye üzerine olan etkileri başka bir çalışmada detaylı incelenmesi gerekmekte olup bu tez çalışmasını kapsamamaktadır.

Bu çalışmada seramik sağlık gereçlerinde yaygın olarak kullanılan fine fire clay (FFC) bünyelerinde bulunan kuvarsın oranının bir kısmı yerine ilave edilen silika aerogelin etkileri incelenmiştir. Yapılan çalışmalarda;

- Çamurların reolojik incelemeleri sırasında standart ve referans değerlerine göre farklı litre ağırlığı, tiksotropi ve ford cup viskozite değerleri elde edilmiştir. Ford cup ile akış süresi üzerinden viskozite tayini yapılmıştır. Silika aerogel miktarının artışı litre ağırlığını düşürdüğü tespit edilmiştir. Düşen litre ağırlığına bağlı olarak uygun döküm şartlarının sağlanması için referans ürüne göre daha yüksek vizkozite ve tiksotropi değerlerine çıkılmıştır.
- Gerçekleştirilen çamur döküm sonrasında numunelere yönelik yapılan kalınlık almalar incelendiğinde %10 silika aerogel içeren N5 numenesinde 8,6 mm/sa kalınlık alma ölçülmüştür.
- Duravit endüstriyel FFC reçetesi(REF) ve farklı miktarlarda silika aerogel içeren bileşimlerin ağırlıkları sinterleme sonrası incelendiğinde silika aerogel miktarının bünyede bulunma miktarına göre hafiflemenin arttığı görülmüştür. N5’de REF’e göre %28,30 oranında hafifletme sağlanmıştır.
- Küçülme analizlerine göre, bünyede bulunan silika aerogel miktarının artışının özellikle sinterleme sonrasında küçülmeyi arttırdığı görülmektedir.
- 3 nokta eğme analizlerine göre, silika aerogel miktarının artışı düzenli olarak dayanım değerlerini düşürmektedir. FFC ürünlerde minimumda 25 MPa’dan yüksek dayanım beklenmekte olup çalışmalarda en düşük dayanım N5 için 30,44 MPa olarak ölçülmüştür. Bu durum göz önüne alındığında reçetelerin dayanım özellikleri olarak standart altında kalmadığı görülmüştür.

- Sırlı ve sırsız bünyeler için dilatometre analizleri sonucunda 300°C, 400°C, 500°C ve 650°C'de ısı genleşmelerin uygun olduğu sır-bünye için sorun teşkil etmediği belirlenmiştir.
- Tez çalışması sırasında dikkat çeken bulgular su emme ve deformasyon değerlerinde gözlemlenmiştir. Silika aerogelin bünyede varlığının artışı su emme ve deformasyonu ciddi miktarda arttırmıştır. N5 reçetesinde çatlama meydana gelmiştir. Deformasyonun artması silika aerogelin bünyede ergitici etki sergilediğini düşündürmüştür. Deformasyonu düşürmek için ergimeyen malzemelerin kullanımının yapılması gerekmektedir.
- XRD analizleri göre, referans reçeteye göre silika aerogel içerikli bünyelerde kristalolit β fazı tespit edilmiştir. Silika aerogelin artışı bu fazı arttırmış olup %10 silika aerogel içerikli N5 reçetesinde düştüğü görülmüştür. Faz yapılarının daha detaylı incelenmesi için ısı mikroskop analizi ve SEM-EDX analizinin yapılması önerilmektedir.

Sonuç olarak, silika aerogel malzemesinin reçete içindeki miktarı arttıkça, numune ağırlıklarının büyük ölçüde azaldığı ve istenilen kalınlık alma değerlerine daha kısa sürede ulaşıldığı görülmüştür. Malzemenin hafifletilmesi noktasında sağladığı faydanın referans ürüne göre daha başarılı olduğu saptanmıştır. Bu durumun temel nedeni kullanılan silika aerogelin yoğunluğunun oldukça düşük olmasıdır. Tez çalışması kapsamında eş-danışman öncülüğünde piyasadakilere göre daha ucuz bir yöntemle üretilen silika aerogel kullanılmıştır. Çalışmada kullanılan hammaddeye bağlı olarak daha düşük litre ağırlığında çalışma olanağı sağlanmıştır. Litre ağırlığının düşük olmasına bağlı olarak genel olarak tiksotropi ve ford cup viskozite değerlerinin daha yüksek olduğu görülmüştür. Alınan bu sonuçlar ürün dökümü için olumsuzluk oluşturmadığı döküm akışının uygun olduğu gözlemlenmiştir. Yapılan çalışmada, kullanılan silika aerogel miktarının artmasına bağlı olarak su emmenin ve deformasyonun arttığı tespit edilmiştir. Bu kapsamda silika aerogel ile ileride yapılacak çalışmalarda su emme ve deformasyonu düşürecek reçete bileşimlerinin hazırlanması önerilmektedir.

- [1] T. A. N.Kunduracı, "FFC Seramik Sağlık Gereçlerinin Yarı Mamül ve Pişmiş Mamul Mukavemetlerini Arttırarak Ultra İnce FFC Lavaboların Üretimi," vol. 30, pp. 30–33, 2015.
- [2] M. C. H. I. Bayraktar, S. Ersayın, Ö. Y. Gülsoy, Z. Ekmekçi, "Temel Seramik ve Cam Hammaddelerimizdeki (Feldispat, Kuvars ve Kaolin) Kalite Sorunları ve Çözüm Önerileri," 1999.
- [3] T. Golder, "The development of high performance sanitaryware bodies to improve manufacturing productivity and yield," *CFI Ceram. Forum Int.*, 2007.
- [4] V. V. Mikhalev, V. V. Serov, and A. S. Vlasov, "Effect of the physical properties of slip on the molding of commercial grade sanitary ware," *Glas. Ceram. (English Transl. Steklo i Keramika)*, 2007, doi: 10.1007/s10717-007-0033-4.
- [5] B. Waters, "Balancing firmness with packing in pressure casting sanitaryware," *CFI Ceramic Forum International*. 2005.
- [6] Y. Yılmaz, "Farklı Başlangıç Maddeleri Kullanılarak Sol-Jel Yöntemiyle Monolitik Silika Aerojel ve Silika Aerojel Sentezi ve Karakterizasyonu," Gazi Üniversitesi, 2013.
- [7] C. E. Carraher, "Silica aerogels - Properties and uses," *Polym. News*, vol. 30, no. 12, pp. 386–388, 2005, doi: 10.1080/00323910500402961.
- [8] J. M. Schultz, K. I. Jensen, and F. H. Kristiansen, "Super insulating aerogel glazing," *Sol. Energy Mater. Sol. Cells*, vol. 89, no. 2–3, pp. 275–285, 2005, doi: 10.1016/j.solmat.2005.01.016.
- [9] H. Maleki, L. Durães, and A. Portugal, "An overview on silica aerogels synthesis and different mechanical reinforcing strategies," *J. Non. Cryst. Solids*, vol. 385, pp. 55–74, 2014, doi: 10.1016/j.jnoncrysol.2013.10.017.
- [10] Anon, *CERAMICS IN TURKEY- The History of Earth and Fire*. Turkish Ceramic Promotion Committee, Central Anatolian Exporter Union, 2003.
- [11] T. Ağaçayak, "Seramik Hammaddeler," 2009.
- [12] A. O. System, A. Çırpın, and E. Yakar, "Developing Novel Materials to Increase Opacity Performance of the CaO- Kullanılacak Örtücülük Performansını Arttırıcı Yeni Malzemelerin Geliştirilmesi," *Çanakkale 18 Mart Üniversitesi Fen Bilim. Enstitüsü Derg.*, pp. 233–242, 2019.
- [13] P. Bevilacqua, "Ceramic Industry World Market, Raw Materials Requirement," Italy, 2013.
- [14] "Sanayiden Kaynaklanan Hava Kirliliğinin Belirlenmesi ve Azaltılmasına Yönelik Uygulamanın Kolaylaştırılmasının Sağlanması Projesi, Seramik Üretimi Sektörel Uygulama Kılavuzu," *Çevre ve Şehircilik Bakanlığı*, 2020. https://webdosya.csb.gov.tr/db/sanayihavarehberi/icerikler/23_seram-k-

uret-m--20200103075114.pdf (accessed Jun. 13, 2021).

- [15] E. Bulucu Dağışan, "MBM 301 Seramikler Ders Notları." Erciyes Üniversitesi, Kayseri, 2016.
- [16] M. Doğdu, S. Yücel, and H. A. Yeprem, "Farklı İnorganik Kompozisyonların Kullanılması ile Seramik Sağlık Gereçleri Fine Fire Clay (FFC) Ürünlerinde Bazı Özelliklerin İyileştirilmesi," in *6TH INTERNATIONAL CONGRESS ON ENGINEERING, ARCHITECTURE AND DESIGN*, İstanbul, 2020, pp. 485–492.
- [17] F. Gökkaya, "Vitriye Üretiminde Kullanılan Kalıplama Sistemleri," Dokuz Eylül Üniversitesi, 2007.
- [18] T.C. Bilim Sanayi ve Teknoloji Bakanlığı, "Seramik Sektörü Raporu (2015)," 2015.
- [19] "Ceramic Sanitary Ware Market Analysis, Trends, Growth 2030." <https://www.alliedmarketresearch.com/ceramic-sanitary-ware-market> (accessed Dec. 28, 2021).
- [20] Sanayi Genel Müdürlüğü, "Türkiye seramik sektörü strateji belgesi ve eylem planı 2012-2016," 2012.
- [21] Sanayi Genel Müdürlüğü, "Seramik Sektörü Strateji Belgesi ve Eylem Planı(2012-2016)." 2013.
- [22] M. Gökbel, "Seramik Döküm Çamurlarının Hazırlanması," Dokuz Eylül Üniversitesi, İzmir, 2014.
- [23] M. A. Kafalı, *Sektörel Araştırmalar Seramik Sağlık Gereçleri*. Ankara: Türkiye Kalkınma Bankası A.Ş., 2005.
- [24] G. Sümer and M. Kaya, "Aydın-Çine Feldspatlarının Flotasyon ile Zenginleştirilmesi," *Endüstriyel Hammaddeler Sempozyumu*, pp. 59–69, 1995, [Online]. Available: http://www.maden.org.tr/resimler/ekler/a21bae82c02d1e2_ek.pdf.
- [25] R. İ. Çakıcı, "Seramik Üretiminde Alternatif Hammaddelerin Kullanılma Olanaklarının Araştırılması ve Maliyet Azaltma Çalışmalarının Yapılması," İstanbul Üniversitesi, 2014.
- [26] G. Stathis, A. Ekonomakou, C. J. Stournaras, and C. Ftikos, "Effect of firing conditions, filler grain size and quartz content on bending strength and physical properties of sanitaryware porcelain," *J. Eur. Ceram. Soc.*, vol. 24, no. 8, pp. 2357–2366, 2004, doi: 10.1016/J.JEURCERAMSOC.2003.07.003.
- [27] H. O. ATEŞER, "Amorf silika Seramiklerin Andaluzit Katkısıyla Sinterleme ve Mekanik Özelliklerin İncelenmesi," İstanbul Teknik Üniversitesi, 2010.
- [28] P. J. Heaney, "Structure and Chemistry of the Low-Pressure Silica Polymorphs," *Silica Phys. Behav. Geochemistry Mater. Appl.*, vol. 29, pp. 1–32, 1994.
- [29] D. W. Richerson and W. E. Lee, "Modern Ceramic Engineering: Properties, Processing, and Use in Design, Third Edition," p. 880, 1992, Accessed: Jan. 10, 2022. [Online]. Available:

https://books.google.com/books/about/Modern_Ceramic_Engineering.html?hl=tr&id=TSsR-orZAl4C.

- [30] A. Aydın Günbay, "Seramik sağlık gereçleri üretiminde pişirme sürelerinin kısaltılmasına bağlı enerji tasarrufu sağlayan kompozisyonların geliştirilmesi," ZONGULDAK BÜLENT ECEVİT ÜNİVERSİTESİ, 2019.
- [31] U. Malayoğlu and A. Akar, "Killerin Sınıflandırmasında ve Kullanım Alanlarının Saptanmasında Aranılan Kriterlerin İrdelenmesi," *Endüstriyel Hammaddeler Sempozyumu*, no. 2, pp. 125–133, 1995.
- [32] S. Baklacı, "Seramik Sağlık Gereçlerinde Sır Yüzeyinin İyileştirilmesi," Eskişehir Teknik Üniversitesi, 2019.
- [33] Sacmi Imola S.C., *Seramik Sağlık Gereçleri Seramik Teknolojisi*. İstanbul: Seramik Sağlık Gereçleri Üreticileri Derneği SERSA, 2010.
- [34] V. Tiryaki, H. Çukurluoğlu, N. D. Coşkun, and V. Uz, "Dökümle Şekillendirmede Yoğunluk ve Viskozitenin Etkileri," *Afyon Kocatepe Üniversitesi Fen Ve Mühendislik Bilim. Derg.*, vol. 14, no. 3, pp. 177–183, 2014.
- [35] H. Sarı, "Seramik sağlık gereçlerinde pişirim sıcaklık ve sürelerinin azaltılması," Anadolu Üniversitesi, 2012.
- [36] G. Açıkbaş, "Seramik sağlık gereçlerine alternatif polimer matrisli kompozit malzemelerin geliştirilmesi ve karakterizasyonu," Dumlupınar Üniversitesi, 2016.
- [37] E. Özel, "Sağlık gereçleri döküm çamurlarının reolojik özelliklerinin incelenmesi ve geliştirilmesi," Anadolu Üniversitesi, 1997.
- [38] A. Ürkmez, "Seramik Sağlık Gereçleri Deformasyonlarının Sonlu Elemanlar Analiziyle Doğrulanması," Eskişehir Osmangazi Üniversitesi, 2018.
- [39] E. Dalkıran, "Pişmiş Sağlık Gereçleri Atıklarının Fine Fire Clay Bünyelerde Şamot Yerine Kullanılabilirliği," Dumlupınar Üniversitesi, 2015.
- [40] A. Kartal, *Sır ve Sırlama Tekniği*. 1998.
- [41] Milli Eğitim Bakanlığı, "Seramik ve Cam Teknolojisi Döküm Yolu ile Şekillendirme," *Milli Eğitim Bakanlığı*. Milli Eğitim Bakanlığı, Ankara, pp. 1–64, 2007.
- [42] E. Eren Gültekin, H. Sarı, and S. Kurama, "Seramik Sağlık Gereçlerinin Sinterleme Sıcaklığının Fiziksel Özelliklere ve Tahribatsız Muayene Yöntemine Etkisi," *Anadolu Univ. J. Sci. Technol. Appl. Sci. Eng.*, vol. 17, no. 3, pp. 438–446, 2016, doi: 10.18038/btda.57768.
- [43] D. Fortuna, "Firing," in *Ceramic Technology Sanitaryware*, Gruppo Editoriale Feanza Editrice S.P.A, Feanze, Italy, 2000, pp. 125–126.
- [44] D. Fortuna, "Ceramic Technology Sanitaryware," Italy: Gruppo Editoriale Faenza Editrice, 2000, p. 344.
- [45] T. Yeşilkaya, "Seramik sağlık gereçlerinde piropplastik davranışın ve yarı mamül mukavemetinin geliştirilmesi," Zonguldak Bülent Ecevit Üniversitesi, 2019.

- [46] D. Fortuna and A. Angeli, "Pinholing Part1," *Interceram*, vol. 54, pp. 10–14, 2005.
- [47] A. Tayçu, "SERAMİK SAĞLIK GEREÇLERİ PİŞİRİM KOŞULLARININ İNCELENMESİ," Anadolu Üniversitesi, 2009.
- [48] W. M. Carty and U. Senapati, "Porcelain—Raw Materials, Processing, Phase Evolution, and Mechanical Behavior," *J. Am. Ceram. Soc.*, vol. 81, no. 1, pp. 3–20, Jan. 1998, doi: 10.1111/J.1151-2916.1998.TB02290.X.
- [49] L. Huang, "Feasibility Study of Using Silica Aerogel As Insulation for Buildings," KTH Royal Institute of Technology, 2012.
- [50] "Aryom İleri Teknolojik Ürünler A.Ş." <https://www.aryomteknoloji.com.tr/aerogel.php> (accessed Jan. 06, 2022).
- [51] "Aerogel.org » Silica Aerogel." <http://www.aerogel.org/?p=16> (accessed Nov. 08, 2021).
- [52] M. A. Aegerter, N. Leventis, and M. M. Koebel, "History of Aerogels," *Aerogels Handb.*, pp. 3–5, 2011, doi: 10.1007/978-1-4419-7589-8_1.
- [53] N. H. Ulrich Schubert, "Synthesis of Inorganic Materials, 4th Edition," p. 424, 2019, Accessed: Dec. 28, 2021. [Online]. Available: <https://www.wiley.com/en-us/Synthesis+of+Inorganic+Materials%2C+4th+Edition-p-9783527344574>.
- [54] A. Soleimani Dorcheh and M. H. Abbasi, "Silica aerogel; synthesis, properties and characterization," *J. Mater. Process. Technol.*, vol. 199, no. 1, pp. 10–26, 2008, doi: 10.1016/j.jmatprotec.2007.10.060.
- [55] J. Feng, D. Le, S. T. Nguyen, V. Tan Chin Nien, D. Jewell, and H. M. Duong, "Silica–cellulose hybrid aerogels for thermal and acoustic insulation applications," *Colloids Surfaces A Physicochem. Eng. Asp.*, vol. 506, pp. 298–305, 2016, doi: 10.1016/j.colsurfa.2016.06.052.
- [56] X. Du, C. Wang, T. Li, and M. Chen, "Studies on the performances of silica aerogel electrodes for the application of supercapacitor," *Ionics (Kiel)*, vol. 15, no. 5, pp. 561–565, 2009, doi: 10.1007/s11581-009-0315-7.
- [57] H. Liu, W. Sha, A. T. Cooper, and M. Fan, "Preparation and characterization of a novel silica aerogel as adsorbent for toxic organic compounds," *Colloids Surfaces A Physicochem. Eng. Asp.*, vol. 347, no. 1–3, pp. 38–44, 2009, doi: 10.1016/j.colsurfa.2008.11.033.
- [58] F. Ciesielczyk and T. Jesionowski, "Characterisation of highly dispersed magnesium silicates prepared from silica sols and selected magnesium salts," *Physicochem. Probl. Miner. Process.*, vol. 46, pp. 279–288, 2011.
- [59] M. Liu, C. Zuo, and M. Liu, *Advances in Sol-Gel Derived Materials and Technologies*. 2012.
- [60] T. Błaszczński, A. Ślosarczyk, and M. Morawski, "Synthesis of silica aerogel by supercritical drying method," *Procedia Eng.*, vol. 57, pp. 200–206, 2013, doi: 10.1016/j.proeng.2013.04.028.

- [61] R. A. Mollin, "Exponent Two In Class Groups Of Real Quadratic Fields With Discriminant $D = K^2s^2 \pm 4s$ And Prime production Of Euler-Rabinowitsch Polynomials," *Far East J. Math. Sci.*, 2013, [Online]. Available: https://www.researchgate.net/publication/267677954_New_class_number_one_criteria_for_real_quadratic_fields_of_Richaud-Degert_type_and_prime-producing_polynomials.
- [62] T. M. Temel, B. K. İkizler, P. Terzioğlu, S. Yücel, and Y. B. Elalmış, "The effect of process variables on the properties of nanoporous silica aerogels: an approach to prepare silica aerogels from biosilica," *J. Sol-Gel Sci. Technol.*, vol. 84, no. 1, pp. 51–59, 2017, doi: 10.1007/s10971-017-4469-x.
- [63] N. Kunduracı, G. Binal, and İ. N. G. Şimşek, "Research and Synthesis of Alternative Domestic Fireclay Materials in Sanitaryware Fine Fire Clay Products," *Afyon Kocatepe Univ. J. Sci. Eng.*, vol. 17, no. 1, pp. 203–208, 2017, doi: 10.5578/fmbd.51757.
- [64] H. Mörtel, "Modern Methods Of Glaze Characterization," *Sci. Whitewares*, pp. 373–378, 2006.
- [65] "The Known Colors Palette Tool - Final Revision - Hopefully - CodeProject." <https://www.codeproject.com/Articles/243610/The-Known-Colors-Palette-Tool-Final-Revision-Hopef> (accessed Dec. 26, 2021).
- [66] B. Karasu, M. Çakı, G. Kaya, and A. Aydaşgil, "Tunçbilek Termik Santral Uçucu Küllerinin Bazı Stoneware Sırlarında Değerlendirilmesi," *Türkiye Seramik Fed.*, vol. 36, no. 3, pp. 66–69, 2004.

TEZDEN ÜRETİLMİŞ YAYINLAR

İletişim Bilgisi: mrdogdu07@gmail.com

Konferans Bildirileri

1. M. Doğdu, S. Yücel, and H. A. Yeprem, "Farklı İnorganik Kompozisyonların Kullanılması ile Seramik Sağlık Gereçleri Fine Fire Clay (FFC) Ürünlerinde Bazı Özelliklerin İyileştirilmesi," in 6TH INTERNATIONAL CONGRESS ON ENGINEERING, ARCHITECTURE AND DESIGN, İstanbul, 2020, pp. 485-492.

