

T.C.
GEBZE TEKNİK ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

GRANİT ESASLI KARO SERAMİKLERİN
GÖZENEKLİ YAPIDA
ÜRETİLMESİ VE KARAKTERİZASYONU

ASLI TUĞBA KARAGÖZ
YÜKSEK LİSANS TEZİ
MALZEME BİLİMİ VE MÜHENDİSLİĞİ ANABİLİM DALI

GEBZE
2020

T.C.

**GEBZE TEKNİK ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**

**GRANİT ESASLI KARO SERAMİKLERİN
GÖZENEKLİ YAPIDA
ÜRETİLMESİ VE KARAKTERİZASYONU**

**ASLI TUĞBA KARAGÖZ
YÜKSEK LİSANS TEZİ**

MALZEME BİLİMİ VE MÜHENDİSLİĞİ ANABİLİM DALI

DANIŞMANI

PROF. DR. MEHMET TARAKÇI

GEBZE

2020

T.R.
GEBZE TECHNICAL UNIVERSITY
GRADUATE SCHOOL OF NATURAL AND APPLIED SCIENCES

**PRODUCTION AND CHARACTERIZATION
OF GRANITE BASED TILE CERAMICS
IN A PORE-SHAPED STRUCTURE**

ASLI TUĞBA KARAGÖZ
**A THESIS SUBMITTED FOR THE DEGREE OF
MASTER OF SCIENCE**
DEPARTMENT OF MATERIAL SCIENCE AND ENGINEERING

THESIS SUPERVISOR
PROF. DR. MEHMET TARAKÇI

GEBZE
2020

GTÜ Fen Bilimleri Enstitüsü Yönetim Kurulu'nun 17/07/2020 tarih ve 2020/34 sayılı kararıyla oluşturulan jüri tarafından 13/08/2020 tarihinde tez savunma sınavı yapılan Aslı Tuğba KARAGÖZ'ün tez çalışması Malzeme Bilim ve Mühendisliği Anabilim Dalında YÜKSEK LİSANS tezi olarak kabul edilmiştir.

JÜRİ

ÜYE

(TEZ DANIŞMANI) : Prof. Dr. Mehmet TARAKÇI

ÜYE

: Prof. Dr. Yücel GENCER

ÜYE

: Doç. Dr. Mediha İPEK

ONAY

Gebze Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Yönetim Kurulu'nun

...../...../..... tarih ve/..... sayılı kararı.

ÖZET

Bu çalışmada porselen stoneware karoların yapısında gözenek oluşturarak üretilip izolasyon özelliği kazandırılması amaçlanmıştır. Porselen stoneware bünyesinde gözenek oluşturmak için önceki araştırma geliştirme çalışmaları kapsamında, porselen stoneware türü seramik üretim atıklarından yalıtım malzemesi olarak geliştirilen ve patent koruması altında olan inorganik esaslı seramik tozu gözenek oluşturucu ajan olarak kullanılmıştır. Hazır halde temin edilen porselen stoneware bünyesine %3, %6,%9 ve %12 oranlarında gözenek oluşturucu toz ilave edilmiştir. Hazırlanan numuneler 1200 °C’de sinterleme işlemine tabi tutulduktan sonra karakterizasyon işlemleri gerçekleştirilmiştir.

Yapılan deney sonuçları incelendiğinde, gözenek oluşturucu ajan ilave edilen bünyede yoğunluk değerleri 2,3 g/cm³ değerinden yaklaşık olarak 1,2 g/cm³ değerine düştüğü gözlemlenmiştir. Su emme değerleri kontrol edildiğinde bünyede oluşturulan gözeneklerin kapalı gözenek şeklinde oluşturulduğu anlaşılmıştır. Bünyeye gözenek yapıcı ajan ilavesi olmadan önce yapının genleşme katsayısı 793 °C’de $7,68 \times 10^{-6}$ iken bu değer bünyeye %9 oranında gözenek yapıcı ajan ilave edildiğinde $7,01 \times 10^{-6}$ şeklinde ölçülmüştür. Aynı şekilde %15 pomza minerali içeren bünyenin sonuçları incelendiğinde 1200 °C sıcaklıkta sinterlenen numunenin yoğunluk değeri 2,24 g/cm³ iken su emme değeri %50 oranında çıkmıştır. Elde edilen sonuçlara göre yapı içerisinde kapalı gözenek oluşturulması başarılımış ve bünyeye izolasyon özelliği kazandırılmıştır.

Anahtar Kelimeler: Porselen Stoneware, Isıl Genleşme, Gözenek Oluşturucu Ajan, İzolasyon.

SUMMARY

In this study, it is aimed to produce pores in the structure of porcelain stoneware tiles and to provide insulation properties. Within the scope of previous research and developmental studies, inorganic-based ceramic powder, which was developed as an insulating material from ceramic production wastes and which is under patent protection, was used as a pore-forming agent. 3%, 6%, 9% and 12% pore-forming powder was added to the ready-made porcelain stoneware body. After the samples were sintered at 1200 ° C, the characterization processes were carried out.

When the results of the experiments are examined, it was observed that the density values in the body to which the pore forming agent was added, decreased from 2,3 g/cm³ to approximately 1,2 g/cm³. When the water absorption values are controlled, it is understood that the pores formed in the body are formed as closed pores. While the expansion coefficient of the structure was 7,68 x10⁻⁶ at 793 C ° before the pore-forming agent was added to the body, this value was measured as 7,01 x10⁻⁶ when 9% pore-forming agent was added to the body. Likewise, when the results of the body containing 15% pumice mineral were examined, the density value of the sample sintered at 1200 ° C was 2,24 g / cm³, while the water absorption value was 50%. According to the results obtained, the formation of closed pores in the building has been achieved and the structure has been gained the feature of the insulation.

Keywords: Porcelain Stoneware, Thermal Expansion, Pore-Forming Agent, Isolation.

TEŐEKKÜR

Bu alıőmayı bitirmemi saęlayan saygıdeęer hocam Prof. Dr. Mehmet TARAKI'ya teőekkürlerimi sunarım.

Eęitim hayatım boyunca tecrübesiyle ve bilgisiyle bana destek olan, bu alıőmanın her adımında bana destek olup alıőmayı tamamlamamı saęlayan saygıdeęer hocam Prof. Dr. Ahmet APOęLU'na teőekkürü bir bor bilirim.

alıőmalarıma yardımcı olan Araő. Gör. Elif KABAKI ve Araő. Gör. Neslihan BAŐARAN'a teőekkürlerimi sunarım.

DeneySEL alıőmalarımı yapmam konusunda bana ok yardımcı olan Tekniker Adem ŐEN'e ve Uzman Ahmet NAZIM'a teőekkür ederim.

Eęitim hayatım boyunca bana destek olan aileme ve bu alıőmanın her aőamasında benden desteęini esirgemeyen eőim Birol KARAGÖZ'e sonsuz teőekkür ederim.

İÇİNDEKİLER

	<u>Sayfa</u>
ÖZET	v
SUMMARY	vi
TEŞEKKÜR	vii
İÇİNDEKİLER	viii
SİMGELER VE KISALTMALAR DİZİNİ	xi
ŞEKİLLER DİZİNİ	xiv
TABLolar DİZİNİ	xvi
1.GİRİŞ	1
2.TEORİK BİLGİ VE LİTERATÜR TARAMASI	3
2.1.Porselen Granit	3
2.1.1.Üretim Teknolojisi	4
2.1.1.1.Hammaddelerin Hazırlanması ve Öğütülmesi	4
2.1.1.2.Püskürtmeli Kurutma	4
2.1.1.3.Şekillendirme	4
2.1.1.4.Kurutma	5
2.1.1.5.Sinterleme	5
2.1.2.Isı Yalıtımı	5
2.1.2.1.Isı Geçirgenlik Direnci	6
2.1.2.1.1. İletim (Kondüksiyon)	6
2.1.2.1.2. Taşınım (Konveksiyon)	8
2.1.2.1.3. Isı Işınımı (Radyasyon)	11
2.1.2.2.Isı Yalıtım Mekanizmaları	11

2.1.2.3. Isı Yalıtım Malzemeleri	12
2.2. Literatür Taraması	14
3. DENEYSEL AŞAMALAR	23
3.1. Bünyelerin Hazırlanması	23
3.2. Bünyelere Uygulanan Öğütme İşlemi	24
3.3. Tane Boyut Analizi	25
3.4. Kurutma	25
3.5. Granül Hazırlanması	26
3.6. Granül Şekillendirilmesi	27
3.7. Numunelerin Sinterlenmesi	28
3.8. Karakterizasyon Teknikleri	29
3.8.1. Kütleli Yoğunluk Ölçümü	29
3.8.2. Su Emme Testi	30
3.8.3. Boyut Değişimi	30
3.8.4. Elastik Modül Ölçümü	31
3.8.5. Üç Nokta Eğme Mukavemet Testi	32
3.8.6. Isıl Genleşme	33
3.8.7. XRD ile Faz Analizi	34
3.8.8. SEM Analizi İçin Numune Hazırlanması	35
4. DENEYSEL SONUÇLAR VE TARTIŞMA	37
4.1. Gözenek Yapıcı Ajan İçeren Numune Sonuçları	37
4.1.1. Kütleli Yoğunluk	37
4.1.2. Su Emme Testi	39
4.1.3. Boyut Değişimi	42
4.1.4. Elastik Modül	43
4.1.5. Eğme Mukavemeti	44
4.1.6. Isıl Genleşme	45

4.1.7.XRD Analizi	48
4.1.8.SEM Analizi	52
4.2.Pomza İeren Numune Sonuları	67
4.2.1.Tane Boyut Analizi	67
4.2.2.Kütlesel Yoğunluk	67
4.2.3.Su Emme Testi	68
4.2.4.Pişme Küçülmesi	68
4.2.5.Elastik Modül	69
4.2.6.Eğme Mukavemeti	70
5.GENEL SONULAR	71
KAYNAKLAR	74
ÖZGEÇMİŐ	77

SİMGELER VE KISALTMALAR DİZİNİ

<u>Simgeler</u>	<u>Acıklamalar</u>
<u>veKisaltmalar</u>	
%	: Yüzde
°	: Derece
θ	: Teta
σ	: Eğme mukavemeti
α	: Isıl genleşme katsayısı
α	: Alfa
β	: Beta
μm	: Mikrometre
C	: Santigrat
d	: Yoğunluk
T	: Sıcaklık
E	: Elastik modül
F	: Kuvvet
m	: Ağırlık
N	: Newton
mm	: Milimetre
kg	: Kilogram
GPa	: Giga Paskal
MPa	: Mega Paskal
kg	: Kilogram
cm ²	: Santimetrekare
W	: Watt
K	: Kelvin
m ³	: Metreküp
<	: Küçük
λ	: Isı iletkenlik değeri
1/Λ	: Isıl geçirgenlik direnci
eV	: Elektronvolt
keV	: Kiloelektronvolt

d	: Yapı bileşeninin kalınlığı
HF	: Hidroflorik asit
λ_n	: Isı iletkenlik hesap değeri
A	: Levhanın yüzey alanı
T_1 ve T_2	: Levha yüzey sıcaklıkları
k	: Isı iletim katsayısı
β	: Isı iletiminin sıcaklık katsayısı
μ	: Dinamik viskoziteyi
Y	: Uzaklık
dA	: Diferansiyel alanı
dF	: Diferansiyel kayma kuvvetini
τ	: Kayma gerilmesini
T_∞	: Sonsuz sıcaklık
T_w	: Yüzey sıcaklığını,
T_f	: Sınır tabaka dışındaki akışkan sıcaklığını
h	: Taşınım katsayısını
R	: Isı taşınım direnci
ρ	: Yansımaya katsayısı
a	: Yutma katsayısı
τ	: Geçirme katsayısı
E _b	: Yayma gücü
g	: Gram
V	: Hacim
E	: Elastik modül
X	: Destekler arası mesafe
TB	: Ölçüm yapılacak numune uzunluğu
q	: Bragg açısı
2q	: Kırınım açısı
hkl	: Miller indisleri
Al ₂ O ₃	: Alüminyum oksit
CaO	: Kalsiyum Oksit
Fe ₂ O ₃	: Demir (III) Oksit
K ₂ O	: Potasyum Oksit
Na ₂ O	: Sodyum Oksit

SiC	: Silisyum Karbür
SiO ₂	: Silikon dioksit
SO ₃	: Kükürt trioksit
TiO ₂	: Titanyum dioksit
ABD	: Amerika Birleşik Devletleri
ASTM	: Uluslar arası Amerikan Test ve Materyalleri Topluluğu
CEN	: Avrupa Standartları Komitesi
ISO	: Uluslar arası Standart Teşkilatı
PA	: Polipropilen
PMMA	: Polimetil metakrilat
SEM	: Taramalı Elektron Mikroskopu
XRD	: X Işınımı Difraksiyonu

ŞEKİLLER DİZİNİ

<u>Sekil No:</u>	<u>Sayfa</u>
2.1: Fourier Isı İletim Yasası Düzenegi.	7
2.2: Katı bir yüzey üzerinden T_{∞} sıcaklıkta, a) Akışkan hız dağılımı, b) Sıcaklık dağılımı.	9
2.3: Toz pomza mineralinin SEM mikroyapı görüntüleri.	20
3.1: Öğütme işleminde kullanılan bilyalı değirmen.	24
3.2: Tane boyut analizi cihazı.	25
3.3: Kurutma için kullanılan WTC Binder marka etüv.	26
3.4: a) Granül haline getirme işlemi, b) Kullanılan elekler.	27
3.5: Şekillendirme sırasında kullanılan Carver marka hidrolik pres.	28
3.6: Sinterleme için kullanılan Nabertherm marka laboratuvar tipi elektrik ısıtmalı kutu fırın.	29
3.7: Elastik modül ve frekans ölçümü için kullanılan Grindo-Sonic® marka Mk5 model cihaz.	32
3.8: Eğme mukavemeti hesaplaması için kullanılan 5569 model Instron test cihaz.	33
3.9: Isıl genleşme değerlerinin hesaplanması için kullanılan Netzsch marka dilatometre cihazı.	34
3.10: Bragg kanunu.	35
4.1: Farklı sinterleme sıcaklıklarında kütleli yoğunluk değerinin bünyelere ilave edilen gözenek oluşturuju ajan miktarına bağılı olarak değışimi.	38
4.2: Farklı sinterleme sıcaklıklarında su emme değerinin bünyelere ilave edilen gözenek oluşturuju ajan miktarına bağılı olarak değışimi.	40
4.3: Farklı sinterleme sıcaklıklarında boyut değışiminin bünyelere ilave edilen gözenek oluşturuju ajan miktarına bağılı olarak değışimi.	42
4.4: Gözenek yapıcı ajan ilavesiz bünye için ısıl genleşme sonuçlar.	46
4.5: %9 oranında gözenek yapıcı ajan içeren numunenin ısıl genleşme sonuçları.	47
4.6: 1200 °C'de sinterlenen ve gözenek yapıcı ajan ilavesiz bünyenin XRD analiz sonuçları.	49

4.7:	1200 °C’de sinterlenen ve %3 oranında gözenek yapıcı ajan içeren bünyenin XRD analiz sonuçları.	50
4.8:	1200 °C’de sinterlenen ve %6 oranında gözenek yapıcı ajan içeren bünyenin XRD analiz sonuçları.	50
4.9:	1200 °C’de sinterlenen ve %9 oranında gözenek yapıcı ajan içeren bünyenin XRD analiz sonuçları.	51
4.10:	1200 °C’de sinterlenen ve %12 oranında gözenek yapıcı ajan içeren bünyenin XRD analiz sonuçları.	52
4.11:	Gözenek yapıcı ajan içermeyen porselen stoneware bünyesinden üretilen ve 1200°C’de sinterlenen numunenin mikroyapısındaki gözeneklerin dağılımının farklı büyütme oranlarındaki görüntüleri a)65X, b)125X, c)250X ve d)500X.	54
4.12:	%3 oranında gözenek yapıcı ajan içeren porselen stoneware bünyesinden üretilen ve 1200°C’de sinterlenen numunenin mikroyapısındaki gözeneklerin dağılımının farklı büyütme oranlarındaki görüntüleri a)65X, b)125X, c)250X ve d)500X.	57
4.13:	%6 oranında gözenek yapıcı ajan içeren porselen stoneware bünyesinden üretilen ve 1200°C’de sinterlenen numunenin mikroyapısındaki gözeneklerin dağılımının farklı büyütme oranlarındaki görüntüleri a)65X, b)125X, c)250X ve d)500X.	60
4.14:	%9 oranında gözenek yapıcı ajan içeren porselen stoneware bünyesinden üretilen ve 1200°C’de sinterlenen numunenin mikroyapısındaki gözeneklerin dağılımının farklı büyütme oranlarındaki görüntüleri a)65X, b)125X, c)250X ve d)500X.	63
4.15:	%12 oranında gözenek yapıcı ajan içeren porselen stoneware bünyesinden üretilen ve 1200°C’de sinterlenen numunenin mikroyapısındaki gözeneklerin dağılımının farklı büyütme oranlarındaki görüntüleri a)65X, b)125X, c)250X ve d)500X.	66
4.16:	Tane boyut analizi %hacim – parçacık boyutu grafiği.	67

TABLolar DİZİNİ

<u>Tablo No:</u>	<u>Sayfa</u>
2.1: Isı Yalıtım Malzemeleri ve Termal İletkenlik Değerleri.	13
3.1: Deneysel Aşamalar İçin Hazırlanan Bünyelerin Gözenek Yapıcı Ajan Porselen Stoneware Karışım Oranları.	24
4.1: Değişik Miktarda Gözenek Oluşturucu Ajan İçeren Bünyelerin Farklı Sıcaklıklarda Sinterleme Sonucu Elde Edilen Kütlesel Yoğunluk Değerleri.	37
4.2: Değişik Miktarda Gözenek Oluşturucu Ajan İçeren Bünyelerin Farklı Sıcaklıklarda Sinterleme Sonucu Elde Edilen Su Emme Değerleri.	39
4.3: Farklı Sıcaklıklarda Gözenek Yapıcı Ajan İlavesiz Bünye ve %9 Gözenek Yapıcı Ajan İçeren Numunelerin Isıl Genleşme Sonuçları.	46
4.4: Yapısında Değişik Oranlarda Gözenek Oluşturucu Ajan Bulunduran Bünyelerde Oluşan Fazların Çeşitleri.	48
4.5: %15 Pomza İlavesi İçeren Numunenin Kütlesel Yoğunluk Değerleri.	67
4.6: %15 Oranında Pomza İçeren ve 1175 °C'de ile 1200 °C'de Sinterlenen Numunelerin % Su Emme Testi Sonuçları.	68
4.7: %15 Oranında Pomza İçeren ve 1175 °C'de ile 1200 °C'de Sinterlenen Numunelerin % Pişme Küçülmesi Sonuçları.	69
4.8: %15 Oranında Pomza İçeren ve 1175 °C'de ile 1200 °C'de Sinterlenen Numunelerin Elastik Modül Sonuçları.	69
4.9: %15 Oranında Pomza İçeren ve 1175 °C'de ile 1200 °C'de Sinterlenen Numunelerin Eğme Mukavemeti Testi Sonuçları.	70

1. GİRİŞ

Porselen stoneware (granit); su emme değeri %0,5'in altında, eğme mukavemet değeri 37-55 kg/cm² aralığında olan ve sırlama işlemine tabi tutulmadan kullanılabilen oldukça yüksek oranda yoğunlaşmış seramik zemin ve duvar kaplama malzemesidir [1]. Genellikle porselen stoneware bina içinde ıslak zemin kaplamaları veya bina dışı yüzey kaplamaları şeklinde kullanılmaktadır. Zemin kaplaması olarak kullanılacak porselen stoneware; kimyasal bağlayıcılar aracılığı ile doğrudan beton üzerine sabitlenmektedir. Isıl iletkenlik katsayısı görece yüksek olduğundan (yaklaşık 2-4 W/mK) çıplak ayak ile binaların porselen stoneware kaplı zeminlerine temas edildiğinde, betondan alınan düşük ısı değeri vücut tarafından direkt olarak hissedilmektedir [2]. Ayrıca, bu nedenden dolayı bina içerisinden enerji kayıpları da yaşanmaktadır. Bu durumlar göz önünde bulundurulduğunda porselen stoneware kullanılmasına bağlı olarak yaşam kalitesinde önemli oranda düşüş gözlenmiş ve sonuç olarak binaların banyo ve mutfak gibi ıslak zemin alanlarında porselen stoneware kullanımı yerine suya dayanıklı parkeler gibi ısı iletkenlik katsayısı görece daha düşük olan malzemelerin kullanım tercihi artmıştır. Karşılaşılan bu probleme çözüm üretmek adına, porselen stoneware bünyesinin ısı iletkenlik katsayısının düşürülmesi amacıyla önemli araştırmalar yapılmıştır. Yapılan çalışmalar neticesinde porselen stoneware bünyesinin ısı iletkenlik katsayısının düşürülmesinde bünye içerisine gözenek yapıcı ajan ilave edilmesinin etkin rol oynadığı görülmüştür. Bu tez çalışmasında da porselen stoneware ürünlerin mevcut durumda içerdiği kapalı gözenek miktarına ilave gözenek oluşturacak şekilde üretilmesi üzerine deneysel çalışmalar gerçekleştirilmiştir.

Porselen stoneware' in hem yaşamsal alanların konfor düzeyini yükseltmek hem de binalarda ısı kayıplarını azaltarak enerji tasarrufu sağlamak adına porselen stoneware yapısı ve özelliklerinden ödün vermeden bünye içerisine gözenek oluşturucu ajan ilave ederek yapıda ilave kapalı gözeneklerin oluşturulması ve bu sayede ısı iletkenlik katsayısının düşürülmesi amaçlanmıştır. Bu amaçla yapılan çalışmada bünye içerisinde gözenek oluşturabilecek maddeler araştırılmıştır. Önceki araştırma geliştirme çalışmaları kapsamında, porselen stoneware türü seramik üretim atıklarından yalıtım malzemesi olarak geliştirilen ve patent koruması altında olan inorganik esaslı seramik tozu gözenek oluşturucu ajan olarak kullanılmıştır. Hazır

halde temin edilen porselen stoneware bünyesine hiç gözenek yapıcı ajan eklenmeyen numuneler ile %3, %6, %9 ve %12 oranlarında eklenmiş ve bu bünyelerden üretilen numuneler 1200°C'de sinterlenmişlerdir. Böylelikle gözenek oluşturuca ajanın bünyeye değişik oranlarda eklendiğinde sinterlenmiş ürünler üzerine etkisi; su emme, yoğunluk, mukavemet gibi değerleri karşılaştırılarak kontrol edilmiştir. Akabinde alternatif bir gözenek oluşturuca ajan olarak porselen stoneware bünyesine bünyeye %15 oranında pomza ilavesi pomza mineral ilavesi yapılmıştır. Pomza doğası gereği gözenekli bir yapıya sahiptir [3]. Pomza porselen stoneware bünyesine ilave edildiğinde daha önce denenen inorganik esaslı ajan gibi bünye içerisinde ilave kapalı gözenek oluşumunu gerçekleştirmiştir [4].

Günümüzde hızla büyüyen yapı sektöründe ısı yalıtımının önemi çok büyüktür. Enerji ve Tabii Kaynaklar Bakanlığı tarafından 24 Haziran 2004 tarihinde onaylanan “Enerji Verimliliği Stratejisi”; Türkiye’deki enerji tüketim sektörlerindeki enerji verimliliğini AB standartlarına çekmeyi amaçlanmaktadır [5]. Avrupa Komisyonu Enerji ve Ulaşım Genel Müdürlüğü’nce yapılan çalışmalara göre, toplam enerji kullanım dağılımı

- % 32 ulaşım,
- % 28 endüstri,
- % 40 binalar

olarak belirlenmiştir. Binalardaki enerji kullanımının ise % 85’inin ısıtma için harcandığı ortaya çıkmıştır [6]. Bu sonuca göre enerjide en büyük tasarruf potansiyelinin binalarda olduğu açıkça görülmektedir. Bu amaçla porselen stoneware bünyesinin ısıl iletkenlik katsayısının düşürülmesi, bina içi yalıtımı açısından büyük önem taşımaktadır.

2. TEORİK BİLGİ VE LİTERATÜR TARAMASI

Bu çalışmada, izolasyon amaçlı porselen stoneware bünyesinde kontrollü gözenek oluşturmak için porselen stoneware bünyesine gözenek oluşturucu ajanlar eklenmesi sonucu elde edilen kazanımlar işlenmiştir. Bu amaçla öncelikle numunelerin hazırlanması gerçekleştirilmiştir. Sonrasında öğütme, kurutma, granül hazırlama, şekillendirme ve sinterleme işlemleri yapılmıştır. Ardından sinterlenen numunelere karakterizasyon işlemleri uygulanmıştır. Bu işlemler sırasıyla kütleli yoğunluk hesaplanması, su emme testi, pişme küçülmesi hesaplanması, elastik modül ölçümü, üç nokta eğme mukavemet testi, ısıl genleşme testi, XRD ile faz analizi ve SEM analizidir.

Bu bölümde numunelerin hazırlanmasından en son uygulanan karakterizasyon metotlarına kadar detaylı açıklamalar verilmiştir.

2.1. Porselen Granit

Porselen granit yapısında kil-kaolin, kuvars ve feldispat karışımı bulunduran vitrifiye bir üründür. Formülasyonları genellikle ağırlıkça %45-50 Kaolin, %35-40 Feldispat ve %10-15 kuvars oranlarındadır [25]. Porselen mikroyapısı dolgu malzemesi olan büyük parçacıklı kalıntı kuvars ve neredeyse tamamen yoğun müllit kristalleri ve camsı fazdan oluşur. Ham maddeler arasındaki güçlü etkileşimlerden ötürü porselenlerin üretimi sırasında proses ve sinterleme kinetiği gibi durumlar göz önüne alındığında porselenlerin seramik bünyeler arasında en karmaşık yapı olduğu söylenebilir.

Porselen granit karolar; yüksek yoğunluk ($2,3-2,4\text{g/cm}^3$), çok düşük su emme ($<0,5\%$) ve sınırlı küçük gözenek boyutu ($<50\ \mu\text{m}$) değerleri ile karakterize edilirler [2]. Bu özellikler porselen granitlerin yüksek mekanik mukavemet ve donma direncine sahip olmalarını da sağlarlar. Bu sayede iç ve dış mekânların zeminlerinde kaplama malzemesi olarak kullanılabilirler. Günümüzde yaygın olarak kullanılmasının sebepleri yüksek sertlik derecesine dolayısıyla aşınma direncine sahip olmaları, kuru presleme tekniği seri halde üretilebilmeleri ve $1200\ ^\circ\text{C}$ sıcaklığında hızlı pişim metodu ile dakikalar mertebesinde üretilebilmesidir [26].

2.1.1. Üretim Teknolojisi

Porselen karoların üretimleri genel olarak hammaddelerin hazırlanması, öğütme, sprey kurutma-granülasyon, şekillendirme ve sinterleme başlıkları altında incelenebilir. Bu adımlar aşağıda açıklanmıştır [27].

2.1.1.1.Hammaddelerin Hazırlanması ve Öğütülmesi

Porselen karo üretiminde kullanılan ham maddeler kaolin, kil, kuvars ve feldispatlardır. Bu ham maddeler porselen stoneware özelliklerini ve mikroyapısını elde etmek üzere belirli oranlarda harmanlanırlar. Ardından öğütülmek üzere bilyalı değirmenlerde sulu olarak karıştırılırlar. Öğütme esnasında istenilen özelliklere göre çeşitli pigmentler ile renklendirmeler yapılabilir. Öğütme işlemi presle şekillendirme sırasında optimum paketlenmeyi sağlayacak tane boyut dağılımına ulaşana kadar devam edilir.

2.1.1.2.Püskürtmeli Kurutma

Öğütme işlemi ile homojen karışım halinde elde edilen bünye bileşenlerinin kalıba aktarılması ve doldurulması sırasında ayrışarak homojenliğin bozulmasını engellemek için sulu çamur halindeki karışım yaklaşık 100-300mikron arası çapa sahip granül oluşumunun sağlanması için içinde sıcak havanın dolaştığı sprey kurutucuya beslenir. Bu kurutucuların sıcaklığı 400–500°C civarında bulunur. Amaç bünyedeki su miktarının %5,5 ila %6,5 arasında olmasıdır. Püskürtme yöntemi ile küresel şekilli granüller elde edilir.

2.1.1.3.Şekillendirme

Porselen stoneware karoları şekillendirmek için izostatik kalıplara sahip presler kullanılır. Bu işlem sayesinde karolara sertlik ve ham mukavemet gibi özellikler kazandırılır. Hidrolik preslerde tek eksenli ve çift yönlü sıkıştırma işlemi ile 350 – 400 kg/cm² basınç uygulanmasıyla presleme işlemi gerçekleştirilir.

2.1.1.4.Kurutma

Karoların bünyesinde kalan nemin pişme sırasında olumsuz etkisinin ortadan kaldırılması için şekillendirme sonrasında sinterleme fırınına beslenmeden önce kurutma işlemi için bantlara aktarılırlar. Kurutma işlemi sırasında bünyede bulunan nem miktarının %0,5'i geçmemesi istenmektedir. Bu oranı sağlayacak şekilde kalıntı nem bünyeden uzaklaştırılır.

2.1.1.5.Sinterleme

Porselen karolar hızlı pişim tekniği ile sinterlenir. Burada sıvı faz sinterleme mekanizması etkindir. Sıvı faz sinterlemesinde preslenen toz karışımı sıvı fazın olduğu sıcaklıkta sinterlenir. Sıvı faz oluşumu ile ürün boyutlarında ilk boyutuna oranla %8'e varan bir büzülme meydana gelir. Bu esnada katı partiküllerin yüzeylerinde oluşan sıvı fazın oluşturduğu etkin çekim kuvvetleriyle birbirine yaklaşarak yeni bir düzene girerler. Sıvı faz sinterlemesinde oluşan sıvı soğuma sırasında amorf camsı faz olarak katılır. Bu camsı fazın miktarı kompozisyona bağlı olarak %60'a kadar varabilir. Sıvı faz sinterlemesinde seramik tozlarının düşük sıcaklıkta ve kısa sürede sinterlenmesi mümkündür.

Porselen karolar sıvı faz sinterlemesine uygun olarak rulolu fırınlarda pişirilirlir. Karonun boyutuna bağlı olarak yaklaşık 1185–1215°C sıcaklıkta ve yaklaşık 40-75 dakika aralığında pişirilir.

Porselen karolarda yüksek yoğunlaşma elde edildiği için %0,5 oranında su emme değerine ve yüksek mukavemete sahip olurlar.

Piştirilen karolar sonrasında kalite kontrole ayrılır ve paketlemeye hazırlanır.

2.1.2. Isı Yalıtımı

Değişik sıcaklıklara sahip farklı iki ortam arasındaki ısı geçişini engellemek için yapılan işlemlere ısı yalıtımı denir. Isı yalıtım malzemeleri

- iletim,
- taşınım,

- ışıınım

yoluyla oluşan ısı akışını belirli oranda engel olan malzemelerdir. Bu malzemeler dış hacimlerden binalara veya binalardan dış hacimlere olan ısı akış hızını yüksek ısıl direnç özellikleri sayesinde azaltırlar.

Isı iletkenlik değeri (λ) birbirine paralel iki yüzeyin sıcaklıkları arasında ki farkın 1 K olduğunda birim zamanda birim alan ve bu alana dik yöndeki birim kalınlıktan geçen ısı miktarıdır ve W/mK birimi ile ifade edilir [28].

2.1.2.1. Isı Geçirgenlik Direnci

Isıl geçirgenlik direnci ($1/\Lambda$) taşınım, iletim ve radyasyon yolu ile olan ısı akışına direncin ölçüsüdür ve m^2K/W şeklinde ifade edilir.

$$1/\Lambda = d/\lambda n \quad (2.1)$$

Burada;

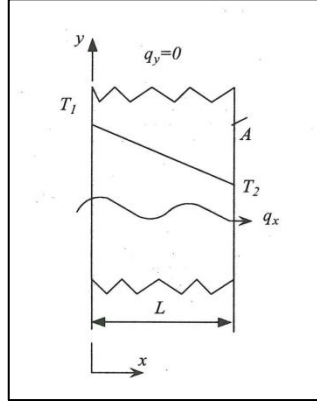
- $1/\Lambda$: Isıl geçirgenlik direnci (m^2K / W),
- d : Yapı bileşeninin kalınlığı (m),
- λn : Isı iletkenlik hesap değeri (W/mK)[29].

2.1.2.1.1. İletim (Kondüksiyon)

Bir cismin farklı sıcaklıktaki bölgeleri arasında, birbirleriyle temas halindeki parçacıklardan, yüksek enerji seviyesinde bulunanlardan, düşük enerji seviyesinde bulunanlara doğru geçen enerji, iletimle ısı geçişi olarak ifade edilir. Enerji geçişi

- katı,
- sıvı,
- gaz

ortamında gerçekleşebilir.



Şekil 2.1:Fourier Isı İletim Yasası Düzenegi.

Şekil 2.1’de gösterilen ve iki boyutu L kalınlığına göre oldukça büyük olan düz bir levha örnek alınsın. A, levhanın yüzey alanı, T_1 ve T_2 , levha yüzey sıcaklıkları ve $T_1 > T_2$ olsun. Sıcaklık geçişi; T_1 sıcak yüzeyinden T_2 soğuk yüzeyine doğru olacaktır. Sıcaklık zamanla değişmemektedir. Katı bir cisimden ısı geçiş hızı ($T_1 - T_2$) sıcaklık farkı ve A yüzeyi ile doğru, levha kalınlığı L ile ters orantılıdır. Orantı kat sayısı k, denklemin içerisine yerleştirilerek yeni denklem elde edilebilir (Eşitlik 2.2) [29].

$$q = A \frac{T_1 - T_2}{L} \quad q = -kA \frac{(T_2 - T_1)}{L} \quad (2.2)$$

Burada k malzemenin bir özelliği olup, ısı iletim katsayısı olarak tanımlanır. Termodinamiğin 2. yasası gereği ısı iletimi sıcaklığın azaldığı yönde olacaktır. Bu nedenle sıcaklık farkı ile ısı akısı ters işaretlidir. Pozitif yönde ısı geçişi elde etmek için, yukarıdaki ifadenin önüne (-) işareti konulmuştur. Verilen ifade gerçekte aşağıda Eşitlik 2.3’de gösterildiği gibi, ısı iletim katsayısının bir tanımı olup,

$$k = - \frac{(q / A)L}{(T_2 - T_1)} \quad (2.3)$$

şeklinde yazılabilir. k ısı iletim katsayısının birimi SI birim sisteminde W/mK veya W/m°C'dır [29].

Isı iletim katsayısı; birim kalınlıkta sıcaklık artışı için iletilen ısı transfer hızıdır ve malzemeden malzemeye değişir. Basınca göre değişimi sıcaklığa göre değişiminden daha az olması nedeniyle ihmal edilir. Bu sebeple, ısı iletim katsayısı sıcaklığın bir fonksiyonu olarak kabul edilebilir. Birçok durumda ısı iletim katsayısı Eşitlik 2.4'te verilen ifadede görüldüğü gibi sıcaklığa göre lineer olarak değişir[29].

$$k(T) = k_0(1 + \beta T) \quad (2.4)$$

Burada $k_0 = k(T_0)$ olup, T_0 referans sıcaklığıdır. β bir sabittir ve ısı iletiminin sıcaklık katsayısı olarak adlandırılır. Birimi 1/K'dir. Isı geçişi Fourier ısı iletim yasasında k yerine yukarıdaki ifade konulursa, Eşitlik 2.5'de görülen bağıntı elde edilir [29].

$$q = \frac{k_0 A}{\Delta x} (T_2 - T_1) + \frac{b}{2} (T_2^2 - T_1^2) \quad (2.5)$$

2.1.2.1.2. Taşınım (Konveksiyon)

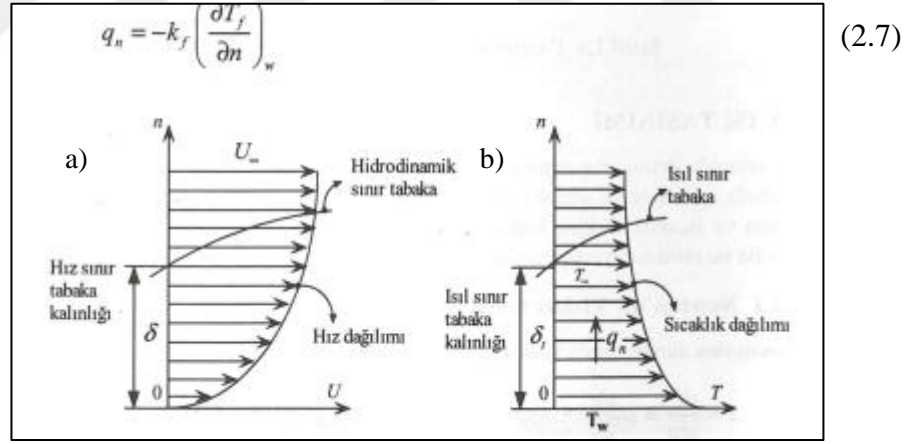
Bir ortamda iletim ve ışınlama ısı geçişinin yanında, eğer ortam hareketli ise, bu takdirde taşınım ısı geçişi olur. Taşınım ısı geçişi akışkan özelliklerine, akış hızına ve sıcaklık farkına bağlıdır. Taşınım, sıcaklıkları farklı hareketli bir ortam ile bu ortamı çevreleyen yüzey arasında gerçekleşir. Newtonien akışkanlarda viskoz gerilimler için bir boyutlu olarak,

$$\tau = \frac{dF}{dA} = \mu \frac{du}{dy} \quad (2.6)$$

Eşitlik 2.6'daki bağıntısı yazılabilir. Burada μ akışkanın özelliği ile ilgili dinamik viskoziteyi, y cidardan olan uzaklığı, dA diferansiyel alanı dF diferansiyel kayma kuvvetini ve τ kayma gerilmesini gösterir [28].

Viskozite, akışkanın akışa karşı gösterdiği direncin bir ölçümüdür. Sıvıların viskozitesi sıcaklıkla azalır, gazların viskozitesi ise sıcaklıkla artar. Birim boya karşı gelen kütle akış hızı dinamik viskozite olarak adlandırılır ve μ ile gösterilir. Birimi Ns/m^2 veya kg/ms dir. Kinematik viskozite, $\nu = \mu / \rho$ şeklinde verilir. Birimi m^2/s dir.

Şekil 2.2’de görüldüğü gibi bir katı yüzey üzerinden T_∞ sıcaklıkta bir akışkan aksın. Yüzey ile temasta olan akışkan parçacıklarının hızları sıfırdır. Diğer akışkan parçacıkları durgun parçacıklar üzerinden kayarlar. Viskoz kuvvetler nedeniyle, cidarda parçacıkların sürüklenmesi engellenir. Viskoz kuvvetlerin etkisi yüzeyden başlayarak akış merkezine doğru azalır ve nihayet sınır tabaka kalınlığından sonra, parçacıkların hızı akışkan hızına ulaşır. Eğer katı yüzey sıcaklığı ile akışkan sıcaklığı arasında bir sıcaklık farkı varsa, bu takdirde yüzeyden durgun akışkan parçacıklarına doğru iletimle ısı geçişi olacaktır. Bu durumda yüzeydeki akışkan parçacıkları T_w yüzey sıcaklığına eşit olur ve sınır tabaka kalınlığı içinde asimtotik olarak serbest akış sıcaklığı olan T_∞ değerine ulaşır ve Eşitlik 2.7’deki gibi yazılır [28].



Şekil 2.2: Katı bir yüzey üzerinden T_∞ sıcaklıkta, a) Akışkan hız dağılımı, b) Sıcaklık dağılımı.

Burada k_f akışkanın ısı iletim katsayısı, T_f akışkan sıcaklığını, n yüzeye dik doğrultu ve w türevin yüzey boyunca olduğunu gösterir.

Newton katı bir yüzeyle temasta olan hareketli bir akışkan arasında birim alandan birim zamana geçen ısı akısını,

$$\dot{q} = h(T_w - T_f) \quad (2.8)$$

Eşitlik 2.8 bağıntısıyla verilmiştir. Burada T_w yüzey sıcaklığını, T_f sınır tabaka dışındaki akışkan sıcaklığını ve h taşınım katsayısını gösterir. Bu ifade Newton'un soğuma yasası olarak adlandırılır [28].

Isı taşınım katsayısının hesaplanması oldukça karmaşıktır. Deneysel olarak elde edilen ampirik bağıntılar yardımıyla bulunabilir. Isı taşınım katsayısı akışkanın özellikleri olan

- viskozite,
- yoğunluk,
- ısı iletim kat sayısı,
- akışkanın şekli,
- akış geometrisi,
- akışkanın hızına

bağlıdır. Boyutu *SI* birim sisteminde $W/m^2 K$ dir.

Isı taşınım katsayısı yüzey üzerinde lokal olarak farklı değerler alır. Mühendislik uygulamalarında yüzey boyunca ortalama ısı taşınım kat sayısı kullanılır. Yüzey boyunca ortalama ısı taşınım kat sayısı,

$$\bar{h} = \frac{1}{A} \int_A h dA \quad (2.9)$$

Eşitlik 2.9'da ki bağıntı ile verilir.

Isı transferi proseslerinde, akışkanın hareketi bir pompa veya fan yardımıyla gerçekleştirilirse, bu zorlanmış taşınım olarak adlandırılır. Eğer akışkan hareketi yoğunluk farkı nedeniyle kütleli bir kuvvet etkisiyle gerçekleşirse, bu tür ısı taşınım olayına doğal taşınım denir. Eşitlik 2.9 ile verilen yüzey boyunca aşağıdaki yazılır. İfadede verilen $R=1/hA$ değeri ısı taşınım direnci olarak adlandırılır [28].

$$q_n = hA(T_w - T_\infty) = \frac{T_w - T_\infty}{\frac{1}{hA}} \quad (3.10)$$

2.1.2.1.3. Isı Işınımı (Radyasyon)

Isı ışınımında enerji, fiziksel bir ortam olmaksızın elektromanyetik dalgalar yardımıyla yayılarak geçer. Tüm cisimler (katı, sıvı, gaz) yüksek sıcaklıklarda elektro manyetik dalgalar şeklinde enerjiyi hem yayar hem de yutarlar. Yüzeğe gelen ışınımın bir kısmı geri yansır, bir kısmı cisim tarafından soğurular ve geri kalan kısmı ise yüzeyden geçer. Yüzeyi geçen ışınım çok kısa bir kalınlıkta yutulur. Yutulan ışınım iç enerjiye dönüşürse böyle cisimler opak (donuk) yüzey adını alırlar. Donuk yüzeyler arasındaki ışınım yüzey ışınımı adı verilir. Yüzeğe gelen ışınımın yansıyan kısmı (reflektiviti) yansıma katsayısı p , yutulan kısmı (obsorbiviti) yutma katsayısı a ve geçen kısmı (transmissiviti) geçirme katsayısı τ ile verilir. Gelen ışınım 1 birim ise $p+a+\tau=1$ yazılabilir. Opak cisimler için $\tau=0$ dir. Siyah bir cisim için $a=1$ alınır. Siyah cisme en yakın yüzeyler siyah karbon ve siyah platindir.

Bir yüzeyin birim alanından birim zamanda ışınım yayma gücü, yüzeyin mutlak sıcaklığının dördüncü kuvveti ile orantılıdır. Bu ifade, $E_b = \sigma T^4$ şeklinde verilir. 1879 da Stefan tarafından verilen ve 1884'de Boltzmann tarafından teorik olarak elde edilen bağıntı Stefan-Boltzmann yasası olarak adlandırılır. Burada σ Stefan-Boltzmann sabiti T mutlak sıcaklık ve E_b siyah cisim için yayma gücüdür. SI birim sisteminde $\sigma=5,67.10^{-8} W/M^2 K^4$ şeklindedir [28].

2.1.2.2. Isı Yalıtım Mekanizmaları

Isı yalıtımı, binaların çatılarına, dışa veya garaj, depo gibi kullanılmayan bölümlere bakan duvarlarına, toprak veya içerisinde yaşanmayan mahaller ile daireleri ayıran döşemeleri, tesisat boruları ile havalandırma kanallarına yapılır. Ayrıca özel kaplamalı yalıtım camı üniteleri ve yalıtımlı doğramalar kullanılarak kışın pencerelerden oluşan ısı kayıpları azaltılır, yazın binaya güneş ısı girişi sınırlanır. Böylece ısıtma ve soğutma için harcanan enerjiden tasarruf sağlanır. Isı yalıtımının faydalarından tam anlamıyla yararlanmak için, evlerin kışın soğuk, yazın

sıcak kısımlara bakan tüm duvar ve döşemeleri, çatıları mutlaka yalıtılmalı ve nitelikli pencere kullanılmalıdır. Isı yalıtımı, binanın temelinden çatısına kadar dışa veya kullanılmayan kısımlara bakan yüzeylerine, ısı geçişini azaltan özel yalıtım malzemelerinin uygulanması ile yapılır. Çatıların yalıtımında çatıların şekline göre değişen yalıtım uygulamaları vardır. Çatılarda ısı yalıtımı; levha veya şilte biçiminde çeşitli yalıtım malzemeleriyle yapılır. Çatı örtüsü ile tavan döşemesi arasında kullanılmayan boşlukların olduğu binalarda, ısı yalıtımı tavan döşemesi üzerine serilerek uygulanır. Çatı arasının yaşam mekânı olarak kullanıldığı binalarda ısı yalıtımı çatı seviyesinde yapılır. Ahşap konstrüksiyon çatılarda ısı yalıtımı merteklerin arasına, altına veya üstüne yapılabilir. Betonarme kırma çatılarda ise genellikle beton yüzeyin üstüne yapılır. Duvarlarda yalıtım ise, çeşitli malzemelerin genellikle duvarlara monte edilmesiyle, binanın dışından, içinden veya iki duvar katmanının arasından yapılabilir. Dıştan yapılan uygulamalar ile cephenin tümüne ısı yalıtım malzemeleri sabitlenebildiğinden, ısı köprüleri oluşmaz. Aynı zamanda uygulama dış taraftan yapıldığı için duvarlar sıcak kalır ve yoğuşma meydana gelmez. Dış cephelerde kullanılacak olan ısı yalıtım levhaları bu uygulama için özel olarak üretilmiş olmalıdır. Pencereelerde iyi bir ısı yalıtımı; kaliteli, sızdırmaz, doğru uygulanmış ve düşük ısı geçirgenlik değerlerine sahip doğramalar ve yalıtım camı üniteleri ile mümkündür. Binalardaki kapılar da enerji verimliliği göz önüne alınarak seçilmelidir [30].

2.1.2.3. Isı Yalıtım Malzemeleri

Sadece ısı iletkenlik değerine bakılarak seçilen bir ısı yalıtım malzemesiyle istenilen sonuçlara ulaşmak neredeyse imkânsızdır. Yapıdaki nem ve yoğuşma problemleri sebebi ile ısı yalıtım malzemesinin farklı özelliklere de sahip olması gereklidir. Isı yalıtım malzemesi seçerken ısı performansla birlikte

- dayanıklılık,
- maliyet,
- basınç dayanımı,
- su buharı emilimi ve iletimi,
- yangına karşı direnci,

- uygulama kolaylığı,
- ısı iletkenlik

dâhil olmak üzere birçok parametre göz önüne alınmalıdır. Bir malzemenin ısı yalıtım malzemesi olabilmesi için ISO ve CEN standartlarına göre ısı iletim katsayısının 0,065 W/mK'den düşük olması gerekmektedir. Kullanılan malzemenin ısı iletkenlik katsayısı ne kadar düşükse ısı geçişine karşı o oranda bir direnç gösterir. Tablo 2.1'de bu malzemeler ve ısı iletim katsayıları görülmektedir [6].

Tablo 2.2: Isı Yalıtım Malzemeleri ve Termal İletkenlik Değerleri.

Malzeme	Özgül kütle (kg / m ³)	Termal iletkenlik (W / mK)
Yer Karoları	2000	1.5
Parke	800	0.17-0.27
Naylon keçe halı	0.05	0.18
Mantar	200	0.06-0.07
Yün	400	0.07

Binalarda enerji performansı yönetmeliğine göre yapılan ısı yalıtımı, ısı yalıtım malzemesine bağlı olarak %30-60 oranında tasarruf sağlar. Dengeli oda sıcaklıkları yaratır, yakıt tüketimi ve dolayısıyla atık gazlar azaltılarak çevrenin korunmasına katkıda bulunur.

Porselen granit bünyeleri ise binaların banyo, mutfak gibi ıslak zeminlerinde kullanılmaktadır. Bunun sebebi karoların temiz ve hijyenik bir ortam sağlamasıdır. Son yıllarda özellikle mutfaklarda suya dayanıklı parkeler karoların yerini almaya başlamıştır. Bunun en önemli sebebi karoların soğuk hissi vermesidir. Son yıllarda yapılan çalışmalarda ılık hissi veren karolar üretilmeye çalışılmaktadır. Bunu yapabilmeyen en önemli yolu da ısı iletim katsayısının düşürülmesidir. Tablo 2.1 incelendiğinde karoların ısı iletim katsayısının 1,5 W/mK olduğu gözlemlenmektedir. Bünyesinde gözenek bulunduran malzemelerin ısı yalıtımı ve akustik izolasyonu sağladığı görülmüştür. Yalıtım özelliklerini iyileştirmek için, yüksek yoğunluklu porselen stoneware bünyesi içine, düşük su emme ve mukavemet değerleri gibi tanımlanmış özelliklerini olumsuz etkilemeden bazı gözeneklerin oluşturulması amaçlanmıştır. Böylelikle porselen stoneware yapısının spesifik

özelliklerini etkilemeden, bünyenin ısı iletim katsayısının düşürülerek malzemeye ısı yalıtımı özelliğinin eklenmesi hedeflenmiştir.

2.2. Literatür Taraması

Porselen granit; su emme değeri %0,5'in altında olacak şekilde açık gözenek içermeyecek ve böylelikle sırt uygulamasına ihtiyaç duymayacak, yüksek yoğunluk ve minimum 35-45 MPa eğme mukavemet değerine sahip olacak şekilde 1180-1220°C sıcaklık aralığında sinterlenen bir zemin kaplama malzemesidir [7]. Bu malzemenin düşük sıcaklıkta sinterlenerek porselen yapısı oluşturmasını sağlamak için yapıda camsı faz geliştirmesi gerektirmektedir. Bu sebeple; üretimi için kullanılan temel malzemeler flaks olarak sodyum ve/veya potasyum feldspatlar, plastisite kazandırmak için kil ve kaolen, dolgu malzemesi olarak da kuvars esaslı bileşenler kullanılmaktadır [8]. Yani; kompozisyon temelinde

- feldispat,
- kil-kaolen,
- kuvarsın

oluşturduğu üç bileşenden meydana gelir. Ayrıca, bünyeye renklendirme amaçlı olarak düşük miktarda pigment ilavesi de yapılır. Dolayısıyla; bu malzeme 1180-1220°C civarında sinterlendiğinde mikroyapısında yüksek oranda (60% civarında) amorf faz ve kalıntı kuvars ile müllit kristallerinin geliştiği bir yapı oluşturmaktadır [9]. Porselen granitler 1980'li yılların ikinci yarısında İtalyanlar tarafından geliştirilmiş ve buna paralel olarak geliştirilen hızlı pişirim teknolojisi ile beraber endüstriyel olarak üretimi ve kullanımı hızla artmıştır [10]. Bu malzemelerin keşfi ile ve endüstriyel olarak üretime geçmesiyle beraber hem teknolojik açıdan hem de bilimsel açıdan önemli sayıda çalışma literatüre yansımıştır. Özellikle porselen granitlerin özelliklerinin iyileştirilmesi [11] için alternatif malzemelerle (özellikle atık malzemelerle, cam atıkları, eski TV tüp atıkları, şehir çöpleri vs.), mikroyapı özellik ilişkisi [12], üretim parametreleri değişiminin özellikler üzerine etkisi [13] ile ilgili çokça yayın yapılmaktadır. Genellikle bu tür malzemeler yer döşemesi olarak binaların ıslak mekânlarında kullanımı tercih edilmektedir. Ancak, porselen granitler

üzerine döşendiği betondan algıladığı ısıyı sahip olduğu görece yüksek ısı iletim katsayısı (2,5 W/mK) dolayısıyla yüzeye ilettiğinden özellikle, görece soğuk mevsimlerde çıplak ayakla porselen granit türü zemin malzemesi üzerine basılması ile soğuk hissinin algılanması insan yaşam konforunu olumsuz etkilemektedir [14]. Bu etkiyi hissettirmemek için porselen granit yüzeylerin daha düşük ısı iletim katsayısı değerine sahip halı, kilim vb. gibi örtülerle kaplanması estetik dekor ve görünüme sahip karoların etkisini kaybetmesine ve özellikle son zamanlarda seramiğe alternatif desenli ahşap malzemelerin geliştirilmesi bu tür seramiklerin pazar payını önemli oranda olumsuz etkilemektedir. Ayrıca, yaşamsal mekânlardaki konfor düzeyinin mevsimsel döngülerden olumsuz etkilenmemesi için duvar, tavan ve camdan oluşabilecek ısı kayıplarını minimize etmek üzere yalıtıcı ürünlerin geliştirilmesi yönünde önemli gelişmeler sağlanmıştır. Yaşam mekânları; ıslak mekânları da içerecek bir bütün halinde maksimum konforun sağlandığı bir ortam olarak düşünüldüğünde, ıslak mekânların yaygın olarak tercih edilen kaplama malzemesi olan porselen granitlerinin de ısı iletim katsayısı düşürülerek yalıtım özelliği kazandırılması bir zorunluluk haline gelmiştir. Bu amaçla; seramik karolarının düşük ısı iletim katsayısına sahip olacak şekilde alternatif üretim yöntemlerin geliştirilmesi üzerine araştırmalar sürdürülmekte ve bu çalışmaların sonuçlarını içeren yayınlar ilgili literatüre kazandırılmaktadır.

Rui M. Novais ve arkadaşlarının gerçekleştirdiği ‘Ceramic tiles with controlled porosity and low thermal conductivity by using pore-forming agents’ adlı çalışması incelendiğinde porselen granit malzemesinin ısı iletim katsayısının düşürülmesi için yapıda ilave gözenek oluşturulması üzerine olduğu anlaşılmaktadır. Bu amaçla 25 mm çap ve 0,8 mm kalınlıkta iki katmanlı seramik diskler, oda sıcaklığında iki basamaklı tek eksenli presleme tekniği ile bağlayıcı ve plastikleştirici kullanmadan üretilmiştir. Yapılan araştırmalara göre son zamanlarda yoğun ve gözenekli olacak şekilde iki katmanlı seramiklerin basit ve hızlı bir şekilde üretilebileceği rapor edilmiştir. Seramik karoların kesit incelemesi yapıldığında; karoların yüzeye yakın üst bölgesinin yoğun ve alt kısmının da gözenekli olacak şekilde tasarlandığı anlaşılmaktadır. Bu şekilde üretilen seramiklerin, tamamen tek katman halinde yoğun olarak üretilen seramiklere göre daha hafif ve böylelikle yer ve duvar karosu olarak kullanımına uygun olarak üretilebilen seramikler olduğu görülmüştür. Deneysel çalışmalarda 2 çeşit gözenek yapıcı ajan kullanılmıştır. Bunlar; organik esaslı malzemelerden polipropilen (PP) ve polimetil metakrilat (PMMA)’dır. PP’nin

seçilme nedeni büyük ölçekli üretime imkân tanınması ve fiyatının düşük olmasıdır. PMMA ise seramiklerde oldukça fazla kullanılan bir gözenek yapıcı ajandır. Isıl özelliğinden dolayı özellikle monomerlerine kadar ayrışır ve yüksek sıcaklıklarda yanar. Deneysel çalışmalar neticesinde elde edilen sonuçlar incelendiğinde; iki katmanlı seramiklerdeki gözenek seviyesi alt katmanda kolayca kontrol edilebilmektedir. Elde edilen sonuçlara göre iki katmanlı seramikler değişken ısı iletimlerine sahip olabilecek şekilde üretilebilir ve spesifik uygulamalar için elverişli hale getirilebilirler. Gözenek yapıcı ajanın niteliği iki katmanlı seramiğin özelliklerini etkilememiştir. Hem PP hem de PMMA ile üretilen seramiklerde yanma sonrası yüksek miktarda açık gözenekler ortaya çıkmıştır. Fakat gözenek yapıcı ajanlar yalnızca alt katmanda kullanıldığı için gözenekler homojen bir şekilde dağılamamıştır [11].

Fatih Doğan ve arkadaşlarının gerçekleştirdiği 'Effect of Various Pore Formers on the Microstructural Development of Tape-cast Porous Ceramic' başlıklı çalışmasında; şerit döküm yöntemi ile üretilen seramiklerin gözenek yapısını kontrol etmek için gözenek yapıcı ajanların rolü araştırılmıştır. Çalışmada incelenen gözenek yapıcı ajanlar sırasıyla lamel grafit, küresel grafit, polimetil metakrilat (PMMA), şeker ve polistiren'dir [15].

Gözenek yapıcı ajanların tane boyut dağılımları karşılaştırıldığında küresel grafit ve polistiren'in tane boyut dağılım aralığının görece daha dar olduğu anlaşılmaktadır. Fakat yapılan analizler sonucunda; tane boyutu değerlerinden en yüksek tepe değeri, orta değeri ve ortalama tane boyut değerleri arasında kayda değer bir farklılığın olmadığı ortaya çıkmıştır. PMMA'nın tane boyut dağılımına bakıldığında dar bir aralıkta olduğu görülmüştür. Ancak, iki tepeli dağılım grafiğine sahip tane boyut dağılımının karakteristik istatistiksel parametreleri üzerinde kayda değer derecede farklılık oluşturduğu tespit edilmiştir. Lamel grafit ve şekerin tane boyut dağılımı görece geniş dağılım göstermiştir. Lamel grafit ve şekerdeki bu geniş tane boyut dağılımı, ideal çok dağılımlı yapısından sapma yapmasına sebep olmuştur [15].

Sonuç olarak; şeker ve lamel grafitin, görece geniş boyut dağılımı ve rastgele şekillenmiş parçacık yapısı gösterdiği tespit edilmiştir. Diğer tarafta, küresel grafit, PMMA, polistiren ise daha çok küresel parçacık yapısına sahip olarak daha dar tane boyut dağılımları göstermişlerdir. Lamel grafit ve şekerdeki çok yönlü dağılmış taneler, açık porozitelerin arzu edilen yapılarda gözeneklere dönüşebilmesine imkân

sağlar. Ancak, bozunma öncesinde şekerin eritilme gereksinimi onun gözenek yapma kabiliyetini ortadan kaldırabilir. Polimer esaslı gözenek yapıcılar olan PMMA ve polistiren üzerinde yapılan ısı analizler neticesinde 250°C ve 400°C arasında en yüksek oranda kütle kaybına neden oldukları gösterilmiştir. Ortalama 350°C’de bu polimerlerin yanma işlemi tamamlanır. Çalışma sonucuna göre gözenek yapıcıların ısı ve morfolojik özellikleri, sonuçta elde edilen mikroyapı üzerinde oldukça önemli bir etkiye sahiptir. Şerit döküm yöntemi ile üretilen seramiklere gözenek yapıcı ajanlarla arzu edilen özellikler kazandırılabilir [15].

Z.Zivcova ve arkadaşlarının yaptığı ‘Porous Alumina Ceramics Produced with Lycopodium Spores as Pore-forming Agents’ adlı çalışma incelendiğinde; yapılan araştırmalara göre şimdiye kadar hiç bir biojenik malzemenin gözenek yapıcı ajan olarak kullanılmadığı gözlemlenmiş ve bu açığı kapatmak için söz konusu çalışmanın yapıldığı bildirilmiştir. Gözenekli alümina seramik elde etmek için Lycopodium sporlar kullanılmıştır [16].

Lycopodium tozu; kurtayağının izometrik şekilli sporlarını içermektedir. Tane boyut dağılımı lazer kırınımı yöntemi ile tespit edilmiştir. Sporların boyut dağılımı çok dardır. Bu şartlarda; doğal büyüme koşulunda tek dağılımlı sistem olmasına yol açar. Bu durum da bize gözenekli seramiklerin gözenek boyut dağılımında avantaj sağlamaktadır. Isıl analiz sonucuna göre Lycopodium tozu 200°C ve 530°C sıcaklıkları arasında ekzotermik reaksiyon göstermektedir. Bu sıcaklık aralığı nişastaya göre (270°C ile 540°C arası) daha geniştir. Bu durumda yüksek sıcaklık prosesleri sırasında pişme planlamasında her hangi bir değişiklik olmadan üretimin olacağını gösterir [16].

Sonuç olarak; Lycopodium tozu sistemindeki tek dağılımlı yapısı ile gözenekli seramiklerde gözenek boyutunun ve dağılımının kontrol edilmesi için etkili bir şekilde kullanılabilecek bir gözenek yapıcı ajan olabileceğini göstermektedir. Isıl analizler; lycopodium sporlarındaki yanma davranışının nişastaya benzer olduğunu göstermiştir ve bu çalışmada yüksek sıcaklık proseslerinde hiçbir problem olmayacağı da doğrulanmıştır [16].

Spuwan Vichaphun ve arkadaşlarının yaptığı ‘Influence of the Addition of Pore Foaming Agent on Mechanical and Thermal Properties of Porcelain Tiles’adlı çalışma incelendiğinde son zamanlarda porselen stoneware bünyelerinin yüksek fiziksel ve mekanik özellikleri sebebiyle kullanımlarının arttığının gözlemlendiği belirtilmektedir. Bu malzemelerin su emme ve farklı mukavemet değerlerine göre

sınıflandırıldığını ve bu sınıflandırmada kullanım özelliklerine dikkat edildiği bildirilmektedir. Yer ve duvar karoları binaların ve evlerin banyolarında, mutfaklarda, yüzme havuzlarında, laboratuvarlarda, hastanelerde ve sanayilerde oldukça fazla kullanıldığı gözlemlenmiştir. Şimdiye kadar birçok farklı kompozisyona sahip porselen stoneware raporlanmıştır ve bu malzemeler genellikle %40-75 oranında kil, %0-18 oranında feldispat ve %27-50 oranında kuarz içermektedir. Birçok çalışmada seramik bileşenlerin farklı alternatiflerine başvurularak bunların yapılına bilirlğine odaklanılmıştır. Bunlardan birinin de fonksiyonlu seramiklerde termal özelliklerin iyileştirilmesi olduğu görülmüştür. Fakat yapılan çalışmaların incelenmesi sonucunda hem mekanik hem de termal özelliklere fokuslanan çok az çalışma ile karşılaştığı için bu iki özelliğe odaklanan bir çalışma yapılmıştır [17].

Bu çalışmada, polimetilmetaklarayt (PMMA) gözenek oluşturucu ajan olarak seçilmiştir. PMMA termal özellikler için iyi bir denge oluşturduğundan geniş ölçüde kullanılan bir malzeme olmuştur. PMMA neredeyse monomerlerine kadar ayrışabilmektedir. PMMA'nın gözenek yapıcı ajan olarak kullanıldığında porselen stoneware üzerinde fiziksel, mekanik ve termal özellikleri incelenmiştir. PMMA içeriği ağırlıkça %0-20 aralığında ve sinterleme sıcaklığı 1000 – 1300 °C olacak şekilde çalışmalar yapılmıştır [17].

Sonuç olarak, gözenekli ve PMMA ilavesi olan porselen seramikler 45-200 µm boyutunda ve ağırlıkça %5-20 oranında olacak şekilde üretilmiştir. PMMA ilavesi bünyede gözenekli yapı oluşmasına, yoğunlukta düşüş olmasına sebep olurken PMMA oranının artmasıyla gözenek ve su emme değerlerinde yükselişler meydana gelmiştir. Yapıda gözenek miktarının artmasıyla mekanik dayanım ISO 13006 standartlarına göre 35 MPa'dan büyük olduğunda termal iletkenlikte düşüş meydana geldiği gözlemlenmiştir. Ağırlıkça %5-20 oranında PMMA ilavesiyle üretilen bünye 1300 °C'de sinterlenerek termal iletkenliğin %12-34 aralığında düşmesine sebep olmuştur. Aynı zamanda bükülme mukavemeti değeri de 36-56 MPa aralığında ölçülmüştür. Açıkça görüldüğü üzere termal iletkenlikteki düşüş ile termal dirençteki yükseliş miktarı eşittir. Böylece bina dışından içine olan ısı transferindeki düşüş ve tam tersi durumda enerji korunumu sağlanmıştır [17].

P. Colomba ve arkadaşlarının yaptığı 'Development of Lightweight Porcelain Stoneware Tiles Using Foaming Agents'adlı çalışma incelendiğinde, porselen stoneware karoların iç ve dış yer kaplaması olarak kullanıldığını fakat bu yapıların

yüksek yoğunluğa sahip olmasından ötürü kullanımlarını zorlaştırdığı ve ulaşımda dağıtım maliyetlerini arttırdığı gözlemlenmiştir. Sinterleme sırasında yoğunluğu düşürerek bu malzemenin yeni alanlarda kullanılmasını ve ısı ve ses yalıtımı gibi özellikler kazanmasını sağlamayı amaçlamışlardır [18].

Bu çalışmada, mekanik direnç ve su emme değeri istenilen değerlerde olacak şekilde düşük yoğunluklu porselen stoneware karolar üretmek için, 1200 °C'de sinterleme ve 1,7g/cm³ yoğunluk değerine sahip olacak şekilde malzeme üretmek için SiC ilavesinin etkileri incelenmiştir [18].

SiC ilavesi ve farklı boyutlarda gözenek oluşturacak şekilde uygun mekanik özellik ve ağırlıkça %0,5 değerinin altında su emme değerine sahip olacak şekilde hafif porselen stoneware karoların üretilmesi amaçlanmıştır [18].

Sonuç olarak; SiC ilavesinin porselen stoneware bünyesinin yoğunluğunu azaltmada oldukça etkili olduğu görülmüştür. Ayrıca genleşme sıcaklığını düşürüp genleşme işlemini arttırdığı tespit edilmiştir. SiC ilavesi oldukça zayıf bağlara sahip küçük gözeneklerin oluşumunu desteklemiştir. SiC partikül boyutundaki küçülme, oldukça fazla sayıda gözenegin mikroyapıda oluşmasını sağladığı görülmüştür. 1200 °C'de hafif porselen stoneware elde etmek için SiC'in ortalama tane boyutu 10 µm'nin altında olacak şekilde kullanmak gerektiği görülmüştür. Maksimum porozite, mekanik mukavemet değeri %35'in altında olmayacak şekilde üretildiğinde %26 daha hafif olacak şekilde üretilmiştir. İstenilen derecede hafif porselen karo üretmek için SiC tane boyutu 10 µm'nin altında olması gerekmektedir. Bu durum porselenin sinterleme sıcaklığını, plastik deformasyonunu ve termal iletkenliğini düşürmüştür. Ayrıca hafifçe açık gözenek miktarında artış olduğu görüşmüştür. Bu yaklaşımı kullanarak, porselen stoneware karoların düşük yoğunluk ve sıfır su emme değerlerini geleneksel sinterleme sıcaklığında üretmenin mümkün olduğu gözlemlenmiştir. Porselendeki ağırlığın azalmasının mekanik direnç ve plastik deformasyonu etkilemeyecek şekilde sınırlı olarak yapılabildiği görülmüştür [18].

Isıl iletkenlik değerinin düşürülmesi amacıyla porselen granit bünyelerinde gözenek oluşturulmasına ilişkin birçok sayıda [9], [12]-[15] makale incelenmiştir. Elisa Rambaldi ve arkadaşları [19] seramik sistemlerde gözenek yapıcı ajan olarak polimetil metakrilat kullanmıştır. Zuzana Živcová ve arkadaşları [20] ise bu amaçla yaptığı çalışmada nişasta kullanıp gözenek yapıcı ajanın hareketlerini gözlemlenmiştir. Xiuan Xi [21] ve arkadaşları yaptığı çalışmada gözenek yapıcı ajan olarak SiC kullanmıştır. S. Vichaphun ve arkadaşlarının [17] yaptığı çalışmada

gözenek yapıcı ajan olarak PMMA kullanılmıştır ve bu ajanın etkisinin malzemenin hem mekanik hem de termal özelliklerindeki değişimler gözlemlenmiştir. M. Novais ve arkadaşlarının [22] yaptığı çalışmada ise gözenek yapıcı ajan olarak odun partikülleri kullanılmıştır ve kullanıldığında bünyede gözenek oluşturarak yoğunluk ve ısı iletkenlik değerlerinde düşüş elde edilmiştir. Yapılan tüm bu çalışmalarda organik ve inorganik maddelerin seramik bünyesine eklenmesi sonucunda gözenek yapıcı davranışları incelenmiştir.

Bu çalışmada; zemin döşeme malzemesi olarak kullanılan porselen granitin, tanımlı özelliklerini kaybetmeden, ısı iletim katsayısını düşürmek için bünyesinde kontrollü miktarda ilave gözenek oluşturmak amacıyla gözenek yapıcı ajan olarak, daha önce porselen granit türü seramiklerin üretim atıklarından yalıtım malzemesi olarak geliştirilen ve patent koruması altında olan inorganik esaslı seramik tozunun kullanılma potansiyeli araştırılmıştır. Deneysel çalışmalar; söz konusu malzemenin porselen granit bünyesine %12'ye varan farklı oranlarda eklenerek bünyelerin hazırlanması gerçekleştirilecek ve sonrasında gözenek oluşturma yetisi kontrol edilecektir. Ayrıca, porselen granit bünyesinde ilave gözenek oluşturma becerisi açısından bu toz ile karşılaştırma yapmak amacıyla doğal bir mineral olan ve Şekil 2.3'de verilen taramalı elektron mikroskop görüntüsünden de anlaşılacağı üzere kendinden nano-mikron boyutta gözenek dağılımına sahip olan pomza mineralinin yapıda bir dolgu malzemesi olarak kullanılması da araştırılacaktır.



Şekil 2.3: Toz pomza mineralinin SEM mikroyapı görüntüleri.

Pomza minerali doğası gereği nano-mikron boyutta gözenek içeren bir malzemedir ve bu çalışmada bünyede dolgu malzemesi olarak kullanılması

durumunda pişim sonrasında bu gözeneklilik tavrını koruyup koruyamadığı araştırılacaktır.

Pomzanın cevher hazırlama yöntemleri ile kazanımı sonrasında tane çapı çoğunlukla 5 cm'den küçük olup, nadiren 10 cm'ye ulaşır. Pomzanın istiflenme durumuna bakıldığında genellikle alt seviyede kaba taneli, üst seviyelerde ise ince taneli olduğu görülür. Açık gri-krem renkli, afirik (ince -kristalli bir hamur maddesi ve hiç fenokristal bulundurmaması ile karakteristik bir kor kayaç dokusu) camsı olan pomza; piroklastları ve lapilli boyutuna ulaşan volkanik kayaç parçalarından (%10-20) ibarettir. Pomza piroklastları düzensiz yüzeylere sahip olup, %50'den fazla gözenek içerir. Sertliği mohs skalasına göre 5-6'dır. Kimyasal olarak % 75'e varan silis içeriği bulunabilmektedir. Pomzanın genel kimyasal bileşimi ;

- % 60-75 SiO₂,
- % 13-17 Al₂O₃,
- % 1-3 Fe₂O₃,
- % 1-2 CaO,
- % 7-8 Na₂O - K₂O
- eser miktarda TiO₂ ve SO₃'den

oluşmaktadır. Kayacın içerdiği SiO₂ oranı kayaca abraziflik özelliği kazandırmaktadır. Bu özelliğinden dolayı çeliği rahatlıkla aşındırabilecek bir kimyasal yapı sergileyebilmektedir. Al₂O₃ bileşimi ise ateşe ve ısıya yüksek dayanım özelliği kazandırmaktadır. Na₂O ve K₂O tekstil sanayiinde reaksiyon özellikleri veren mineraller olarak bilinmektedir [23]. Dünya genelinde tespit edilen pomza rezervi 18 milyar ton civarındadır. Pomza yataklarının yer aldığı ülkelerin başında ABD, Türkiye ve İtalya gelmektedir. Türkiye'deki pomza rezervi miktarı 2,8 milyar ton civarındadır. Buna göre Türkiye'deki pomza rezervi, Dünya pomza rezervinin %15,8'ine karşılık gelmektedir. Pomza üretiminde dünyada birkaç ülke söz sahibidir. Türkiye'deki pomzanın, büyük çoğunluğunun (%90) inşaat sektöründe değerlendirildiği, daha fazla katma değer sağlayan yeni kullanım alanlarında yeterince değerlendirilmediği, dolayısıyla ülke ekonomisine sağlaması beklenen katkının düşük olduğu ifade edilebilir. Pomzanın yeni kullanım alanlarında değerlendirilmesi halinde Türkiye'nin ekonomisine önemli bir katkı yapması

beklenmektedir. Hafif tuğlalar, bloklar, asmolenler, paneller ve diğer kullanım şekilleri inşaatta kullanılan harç ve inşaat demirinden tasarruf sağladığı gibi önemli oranda ısı ve ses izolasyonu da sağlamaktadır. Ayrıca, yangına dayanıklılık açısından da normal betona kıyasla %20'ye varan oranda daha emniyetli olduğu kabul edilmektedir. Pomzalı betonun normal betona kıyasla önemli bir avantajı da deprem yüklerine karşı daha elastik davranış gösterebilmesidir. İlave olarak, pomzalı beton ve yapı elemanları dondan da etkilenmemektedir [24].

Literatür taraması sonucunda; pomza mineralinin gözenek oluşturmak amacıyla porselen granit bünyesine ilave edilmesi üzerine daha önce bir çalışmanın yapılmadığı tespit edilmiştir. Projenin amacı literatürde eksik olan bu boşluğu yapılacak çalışma ile doldurmaktır.



3. DENEYSEL AŞAMALAR

3.1. Bünyelerin Hazırlanması

Bu çalışmada; zemin döşeme malzemesi olarak kullanılan porselen stoneware'ın ısı iletim katsayısını düşürmek için bünyesinde kontrollü miktarda ilave gözenek oluşturmak amacıyla gözenek yapıcı ajan olarak daha önce porselen stoneware (granit) türü seramik üretim atıklarından yalıtım malzemesi olarak geliştirilen ve patent koruması altında olan inorganik yapı lı seramik toz kullanılmıştır. Porselen stoneware (granit) olarak kullanılacak malzeme ulusal bir şirketten temin edilmiştir. Ayrıca, porselen stoneware bünyesi de spreylı kurutucuda hazırlanmış granül halinde hazır olarak porselen stoneware karo üretimi yapan ulusal bir firmadan temin edilmiştir. Deneysel çalışmaları gerçekleştirmek üzere gözenek yapıcı ajan ilavesiz bünye ile %3, %6, %9 ve %12 oranında gözenek yapıcı ajan içeren bünyeler hazırlanmıştır. Elde edilen bünyelerin karışım oranları Tablo 3.1'de verilmiştir.

Doğası gereği gözenekli yapıya sahip olan pomza mineralinin porselen stoneware yapısında ilave gözenek oluşturma davranışını gözlemlemek amacıyla ilave bir bünye de hazırlanmıştır. Pomza mineralinin porselen stoneware bünyesine ilave oranı %15 olarak belirlenmiştir. Deneysel çalışmalarda kullanılan pomza minerali Garden Pomza firmasından temin edilmiştir ve Tablo 3.1'de verilen kimyasal kompozisyona sahiptir. Porselen stoneware bünyesine ilave edilecek pomza mineralinin görece kaba boyutlarda ve belirli boyut sınırları içinde olmasının sağlanması için temin edilen pomza minerali 16 mesh ve 20 mesh elek değerlerine sahip elekler kullanılarak elenmiştir. 16 mesh ile 20 mesh arasında kalan pomza minerali bünyeye ilave edilmek üzere ayrılmıştır.

Tablo 3.1:Deneysel Aşamalar İçin Hazırlanan Bünyelerin Gözenek Yapıcı Ajan - Porselen Stoneware Karışım Oranları.

Gözenek Yapıcı Ajan Miktarı (ağ. %)	Porselen Stoneware Miktarı (ağ. %)
0	100
3	97
6	94
9	91
12	88

3.2. Bünyelere Uygulanan Öğütme İşlemi

Tablo 3.1’de verilen kompozisyonlarda bünyeleri oluşturmak üzere granül formunda temin edilmiş hammaddeler tartıldı. Granül formu ihtiva ettiği hammaddelerin küçük ölçekte homojen karışımını temsil etmektedir. Ancak, farklı bileşimlere sahip granüllerin bir araya getirildiği karışım durumunda en küçük ölçekte homojen karışımın elde edilebilmesi için bu granül formlarının bozularak hammadde boyut ölçeğinin sağlanması gerekir. Bu amaçla granül formundaki hammaddeler sulu öğütme işlemine tabi tutulmuştur. 250 gram karışımın öğütülmesi için değirmen kabının içine 50 gram damıtılmış su ve 250 gram irili ufaklı alümina esaslı bilye eklenmiştir. Ardından karışım 1 saat boyunca değirmen kabı içerisinde öğütülmüştür. Bilyalı değirmen düzenek yapısı Şekil 3.1’de görülmektedir.



Şekil 3.1:Öğütme işleminde kullanılan bilyalı değirmen.

3.3. Tane Boyut Analizi

Bünyede gözenek sayısını arttırmak amacıyla kullanılan pomza mineralinin tane boyut dağılımı laboratuvarlarda mevcut olan Malvern Scirocco 2000 cihazı ile ölçülerek tespit edilmiştir. Cihazın ölçüm prensibi “light scattering” tekniğine dayanır ve numune yüzeyine ışın gönderilir, gönderilen ışın numune yüzeyinde saçılır ve saçılan ışına göre tane boyutu karakterizasyonu yapılır. Tane boyut dağılımının ölçümünde kullanılan cihazın fotoğrafı Şekil 3.2’de görülmektedir.



Şekil 3.2:Tane boyut analizi cihazı.

3.4. Kurutma

Bünyelerde homojen karışımın elde edilmesi için yapılan öğütme işlemi sonrasında granül formunun elde edebilmesi için çamur halindeki karışıma öncelikle kurutma işleminin uygulanması gerekmektedir. Kurutma işlemi için bilyalı değirmen kabı içerisinde hazırlanan karışım plastik bir kaba aktarılmıştır. Bilyaların üzerinde yapışık halde kalan karışımın da kazanılması için su spreyi kullanılmıştır. Ardından, plastik kap içerisine aktarılan karışım WTC Binder marka etüvün içerisine alınıp 100°C sıcaklıkta 24 saat boyunca tutularak karışımın kurutulması işlemi gerçekleştirilmiştir. Karışımın kurutulması için kullanılan WTC Binder marka etüv Şekil 3.3’de görülmektedir.



Şekil 3.3:Kurutma için kullanılan WTC Binder marka etüv.

3.5. Granül Hazırlanması

Katı maddelerin daha küçük partiküllü toz haline getirilmesi (öğütülmesi), çarpma - vurma, sıkıştırma, sürtme - kaydırma ve germe şeklinde farklı etki mekanizmalarına dayanan değirmenler ile yapılır. Bu mekanizmalara bağlı olarak partiküller sırasıyla parçalanma, kırılma, kesilme ve kopma sonucunda daha küçük partiküller haline gelirler.

Öğütme ve karıştırma işlemi uygulanması ile daha küçük boyutlar haline getirilen karışım tozları farklı şekillere ve yoğunluklara sahip olduklarından karışımın homojenliği her an bozulabilir. Karışımların homojenliğinin küçük ölçekte korunması için tozların kümeler haline getirilmesi granülasyon işlemi ile sağlanır. Tozların öğütülmesi sırasında yüzeylerinde oluşan koparılmış bağlardan ötürü toz yüzeylerinde enerji bulunur. Bu enerjiler tozların arasında itme ve çekme kuvvetleri oluşturabilir. Su da kutuplu bir moleküldür. Dolayısıyla, öğütülmüş tozları spreyleyerek su uygulanması ile toz yüzeylerindeki enerjiler çekim kuvvetlerine dönüştürülerek tozların topaklanması sağlanabilir. Bu işlem granülasyon olarak adlandırılmaktadır. Bu çalışmada da hazırlanan bünyeler kurutma işleminden sonra karışımın homojenliğinin korunması amacıyla granülasyon işlemine tabi tutulmuştur.

Granülasyon işlemi için öncelikle değirmende öğütülüp, etüvde kurutulmaya bırakılan topraklar havan içerisine alınmıştır. Sonrasında tokmak yardımı ile toprakların ufalanması sağlanmış ve bu sırada nem dengesini elde etmek için su püskürtme işlemi gerçekleştirilmiştir. Ardından havanda ezilen ve su püskürtülerek topraklar haline getirilen toz karışımı 20 mesh ve 16 mesh elek aralıklarına sahip eleklerden geçirilmiştir. 20 mesh üstünde ve 16 mesh altında kalan granüller kilitli poşet içine aktarılmıştır. 16 mesh üstü ve 20 mesh altında kalan tozlara aynı işlem uygulanarak tüm toz karışımının 20 mesh üstü ve 16 mesh altı boyutlarda granüller haline getirilmesi sağlanmıştır. Granül haline getirilirken kullanılan elekler Şekil 3.4'de gösterilmiştir.



Şekil 3.4:a) Granül haline getirme işlemi, b) Kullanılan elekler.

3.6. Granül Şekillendirilmesi

Granülasyon işleminden sonra elde edilen granüller

- yoğunluk kazanımı,
- ısı genleşme ve büzülme,
- mekanik özellikler,
- ısı iletim davranışını

tespit etmek üzere pelet ve çubuk şeklinde numunelerin hazırlanması için kullanılmıştır. Bunun için uygun numune şekline sahip çelik kalıplar içine tartılarak yerleştirilen granüller tek yönlü hidrolik preste 30 MPa basınç altında şekillendirilmiştir. Pelet şekilli numuneler 31,5 mm çapına sahip silindirik kalıp kullanılarak çubuk şeklindeki numuneler de 7 mm x 75 mm boyutlarındaki

dikdörtgen kalıp kullanılarak şekillendirilmiştir. Numunelerin üretimi sırasında kullanılan kalıplar ve Carver marka hidrolik pres Şekil 3.5’de görülmektedir.



Şekil 3.5:Şekillendirme sırasında kullanılan Carver marka hidrolik pres.

3.7. Numunelerin Sinterlenmesi

Sinterleme; seramik ürünü oluşturan toz taneciklerin yüksek sıcaklıklarda birbirine bağlanmasını sağlayan bir süreçtir. Bu işlem; ergime noktasının yaklaşık üçte ikisi gibi sıcaklıklarda katı-hal atom taşınım olaylarıyla gerçekleşir, ancak çoğu zaman sıvı faz da içerebilir.

Mikroyapısal ölçekte bakıldığında bağlanma partikül temas noktalarındaki kohezif boyun büyümesi ile meydana gelir. Bu boyun büyümesi özelliklerin değişmesine neden olmaktadır.

Hidrolik preste kalıp içinde basınç uygulanarak şekillendirilen silindirik pelet ve dikdörtgen şekilli çubuk numuneler Nabertherm marka laboratuvar tipi elektrik ısıtmalı kutu fırında sinterlenmiştir. Farklı oranlarda kabartıcı toz içeren bünyelerden hazırlanan numuneler sırasıyla 1175°C, 1200°C ve 1225°C sıcaklıklarında sinterlenmiştir. Sinterleme işlemi sırasında istenilen sıcaklığa 6 saat içerisinde çıkılmış sonrasında bu sıcaklıkta beklemeden yine 6 saat içerisinde soğutma işlemine geçilmiştir. Porselen stoneware ürünler endüstriyel üretim boyutlarında hızlı pişim tekniği ile üretilmektedir. Laboratuvarımızda hızlı pişirim fırını mevcut olmadığından bu ısıl işlem döngüsü ile mevcut fırının güvenliği ve işlevselliği de

korunarak olabildiğince endüstriyel pişim şartlarının uygulanması sağlanmıştır. Sinterleme sırasında kullanılan fırın Şekil 3.6’da görülmektedir.



Şekil 3.6:Sinterleme için kullanılan Nabertherm marka laboratuvar tipi elektrik ısıtmalı kutu fırın.

3.8. Karakterizasyon Teknikleri

3.8.1. Kütlesel Yoğunluk Ölçümü

Sinterlenen numunelerdeki yoğunluk değişim davranışının belirlenmesi amacıyla numuneler üzerinden kütlesel yoğunluk ölçümü yapılmıştır. Kütlesel yoğunluk değerleri; peletlerin kütle ve hacim verileri kullanılarak Eşitlik 3.1 yardımıyla hesaplanmıştır. Eşitlik 3.1’deki m kütle, V hacim ve d ise kütlesel yoğunluğu ifade etmektedir. Pelet numunelerin çapları elektronik kumpas yardımıyla en az 6 farklı yerden ölçülüp ve bu ölçümlerin aritmetik ortalaması alınarak tespit edilmiştir.

$$d = m/V \quad (3.1)$$

3.8.2. Su Emme Testi

Sinterlenen numunelerde açık gözenek miktarını tespit etmek için su emme ölçüm deneyi gerçekleştirilmiştir. Her bir sinterleme sıcaklığı için kuru halde iken tartılarak ağırlıkları tespit edilen üç adet numune su içeren bir kaba yerleştirildi. Numuneler, elektrikli su ısıtıcısı ile kaynama noktasına getirilen suda, suyun açık gözeneklerin içini tamamen doldurabilmesi amacıyla 3 saat bekletilmiştir. 3 saatin sonunda elektrikli ısıtıcı kapatılmış ve numuneler gece boyunca soğuyuncaya kadar kabın içinde bekletilmiştir. Ertesi sabah kabın içinden çıkarılan numunelerin yüzeyindeki fazla su kağıt havlu ile alınarak nemli halde tartılmış ve yaş ağırlık olarak kayıt edilmiştir. Yaş ağırlık ve kuru ağırlık değerleri Eşitlik 3.2'de yerine yazılarak numunelerin içerdiği su miktarı ve dolayısıyla açık gözenek miktarı belirlenmiştir.

$$\%Su\ Emme = \frac{(Yaş\ Ağırlık - Kuru\ Ağırlık)}{Kuru\ Ağırlık} \times 100 \quad (3.2)$$

3.8.3. Boyut Değişimi

Normalde seramik malzemelerde sinterleme sonrasında yoğunluk kazanımından dolayı numunelerin boyutlarında pişme küçülmesi meydana gelmektedir. Fakat yalıtım malzemelerinde gözenek oluşumu nedeniyle hacimsel genişleme olacağından pişme büyümesi olabilecektir. Bu çalışmada da amaç gözenek miktarını artırarak ısı iletim katsayısını düşürmek olduğundan sinterleme sonrasında numunelerin boyutlarında küçülmenin aksine büyüme gözlemlenmesi olasıdır. Numunelerin boyutlardaki değişim oranını tespit etmek için Eşitlik 3.3 kullanılmıştır. Formülde görülen son çap sinterleme sonrası pelet çapını, ilk çap da peletin sinterleme öncesi çapını pişme büyümesi de sinterleme sonrası pelet boyutundaki % cinsinden değişim oranını ifade etmektedir.

$$\% Pişme\ Büyümesi = \frac{(Son\ Çap - İlk\ Çap)}{İlk\ Çap} \times 100 \quad (3.3)$$

3.8.4. Elastik Modül Ölçümü

Bir malzemenin elastik modülü, o malzemenin atomları arasındaki kimyasal bağ mukavemeti ile ilişkisini verir. Elastik modül (E) gerilme-gerinme eğrisinin eğimi ile ifade edilir. Sıcaklık artışıyla elastik modül değerinde azalma görülür. Bunun nedeni ısıl genişlemeyle birlikte atomlar arasındaki mesafenin artmasıdır. Malzemenin yoğunluğu elastik modül değerini etkiler. Yapıda gözenek bulunması elastik modülün düşmesine neden olur.

Bu çalışmanın amacı da porselen stoneware bünyesinde ilave gözenek oluşturmak olduğuna göre elastik modülü ölçümü ile elde edilecek elastik modülü değerleri ile yapı içinde oluşturulacak ilave gözenekler arasında ilişki kurulabilecektir. Bu tezin deneysel çalışmaları sırasında elastik modül ölçümü Grindo-Sonic® marka Mk5 model cihaz kullanılarak rezonans frekans modeliyle ASTM C1259-94 standartlarına uygun şekilde gerçekleştirilmiştir. Ölçümler için dikdörtgen prizması şekilli sinterlenmiş numuneler kullanılmıştır. Bu numuneler iki metal destek üzerine yerleştirilmiş ve ardından numunenin bir ucuna küçük çelik bilye içeren bir plastik çekiç ile vurulmuştur. Bu vuruşun numune üzerinde ürettiği ses bir algılayıcı ile numunenin diğer ucundan tespit edilir. Burada kritik nokta üzerinde ölçüm yapılacak numunenin üzerine konulacağı çelik destekler arasındaki mesafedir. Bu mesafe de Eşitlik 3.4 kullanılarak hesaplanmıştır. Bu eşitlikteki TB, ölçüm yapılacak numunenin uzunluğudur.

$$X = (TB - (TB \times 0,45)) - 3,1 \quad (3.4)$$

Numune boyutlarının, yoğunluk değerinin ve ölçülen frekans değerinin ölçüm cihazına bağlı olarak çalışan bilgisayardaki yazılıma girilmesi ile Elastik modülü değeri GPa cinsinden hesaplanmıştır. Frekans ölçüm cihazı Şekil 3.7'de gösterilmiştir.



Şekil 3.7: Elastik modül ve frekans ölçümü için kullanılan Grindo-Sonic® marka Mk5 model cihaz.

3.8.5. Üç Nokta Eğme Mukavemet Testi

Eğme deneyi malzemenin mukavemeti hakkında tasarım bilgilerini belirlemek ve malzemenin eğilmeye karşı mekanik özelliklerini tespit etmek amacı ile yapılır. Enine yük taşıyan kiriş gibi elemanlar eğilmeye maruz kalırlar. Kirişin her bir bölgesinde eğilme momentleri meydana gelir. Buda eğilme gerilmesi ile alakalıdır. Klasik eğilme denklemlerinin geçerli olabilmesi için malzemenin homojen ve Hook Kanunlarına uyması gerekir.

Farklı sıcaklıklarda sinterlenen ve yoğunlukları ölçülen numunelerin eğme mukavemetleri Şekil 3.8’de gösterilen 5569 model Instron test cihazı ile ölçülmüştür. Ölçüm sırasında destekler arası mesafe 50 mm olarak hazırlanmış ve yükün uygulanma hızı da 1 mm/dakika olarak belirlenmiştir. Numunenin kırıldığı maksimum yük, kırılma yükü olarak kabul edilmiş ve numunenin eğme mukavemeti bu yük değeri kullanılarak hesaplanmıştır.

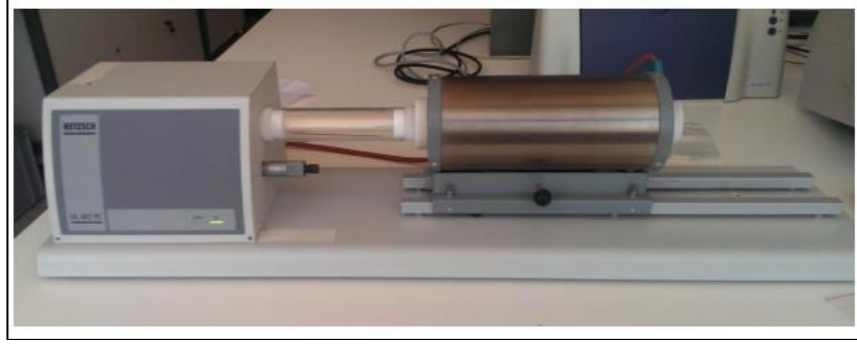


Şekil 3.8:Eğme mukavemeti hesaplaması için kullanılan 5569 model Instron test cihaz.

3.8.6. Isıl Genleşme

Isıl genleşme ölçümünde temel prensip, birim sıcaklık değişiminde numunenin uzunluğunda meydana gelen değişimi hesaplamaktır. Dilatometre bu işlemi yapabilmek için kullanılan temel cihazdır ve iki ana bölümden oluşur. Bunlar ısıyı sağlayan fırın ve lineer değişkenli diferansiyel transistörlerdir. Isıya maruz kalan numunede meydana gelen genleşmeler ve büzölmeler transistör aracılığıyla elektrik sinyaline dönüştürülerek cihazdan bilgisayara aktarılır. Aluminadan yapılmış standart parçasının genleşme değerleri ile karşılaştırılarak genleşme katsayısı elde edilir.

Deneysel çalışmalar sırasında ısıl genleşme testinde Şekil 3.9'da gösterilen Netzsch marka dilatometre cihazı kullanılmıştır. Ölçüm yapılabilmesi için yapı içerisine gözenek yapıcı ajan ilavesiz bünye ile ve %9 oranında gözenek yapıcı madde içeren bünyeden hazırlanan ve 1200°C sıcaklıkta sinterlenen numunelerden bir adet çubuk şeklindeki numune zımparalanarak minimum 25 mm boyunda ve 5 mm çapında silindir haline getirilmiştir. Genleşme ölçümlerinin sağlıklı olması için çubukların iki ucunun birbirine paralel olması sağlanmıştır.

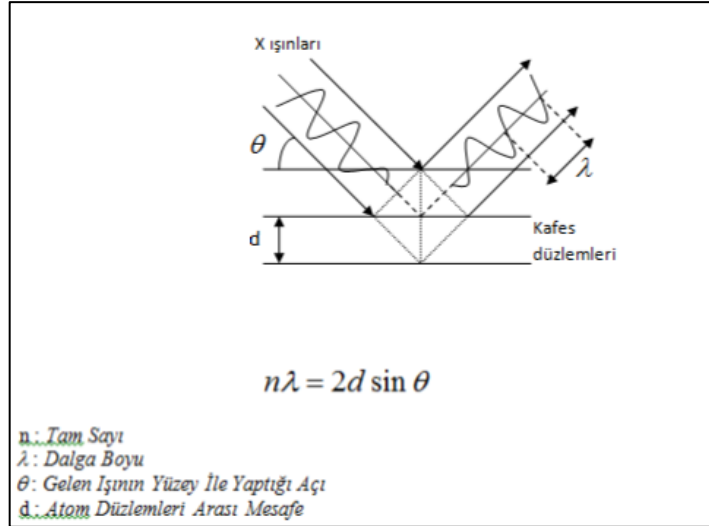


Şekil 3.9: Isıl genleşme değerlerinin hesaplanması için kullanılan Netzsch marka dilatometre cihazı.

3.8.7. XRD ile Faz Analizi

Hazırlanan bünyelerden üretilen numunelerin farklı sinterleme sıcaklıklarında ısıl işleme tabi tutulmasından sonra mikroyapılarında gelişen kristal yapıları fazların tespit edilmesinde x-ışınları kırınım analizi yöntemi uygulanmıştır. X-ışınları kırınım (XRD) cihazı, taramalı elektron mikroskop (SEM) cihazındaki elektron difraksiyon spektrum (EDS) sisteminde olduğu gibi karakteristik X ışınları kullanarak numuneler üzerinde analiz yapar. Ancak EDS’de numuneye elektronlar gönderilirken XRD cihazında X-ışını gönderilir. X-ışınları tüpünden çıkan ışınlar atom düzlemlerinde kırılarak geri yansır ve detektörde toplanarak veriler elde edilir. Bu veriler ile şiddet “I” – gelen ışının yüzey ile yaptığı açı “2teta” grafiği elde edilir.

Grafik üzerindeki piklerin açıları, Bragg Bağıntısı kullanılarak atom düzlemleri arası mesafe “d” elde edilir (Şekil 3.10). Elde ettiğimiz “d” değerleri mevcut fazı belirlemede yardımcı olur. Değişik açılardaki atom düzlemleri X ışını kırınımı ile analiz edilir. Bu düzlemler (hkl) olarak gösterilir.



Şekil 3.10: Bragg kanunu.

3.8.8. SEM Analizi İçin Numune Hazırlanması

XRD analizi yöntemi ile mikroyapıda gelişen kristal fazların ve gözeneklerin şekillerinin ve mikroyapıda dağılımlarının görüntülenmesi için SEM kullanılmıştır. Temel olarak SEM, Tungsten, Lantan hekza borit katottan veya alan emisyonlu (FEG) gun'dan ortaya çıkan elektronların kullanımı incelenecek malzeme yüzeyine gönderilmesi sonucu oluşan etkileşimlerden yararlanılması esasına dayanır. SEM'ler genel olarak bu elektron enerjisi 200-300 eV dan 100 keV a kadar değişebilir. Bu amaçla, yoğunlaştırıcı elektromanyetik mercek (condenser lense) toplanan, objektif mercek ile odaklanan elektron demeti, yine elektromanyetik saptırıcı bobinlerle örnek yüzeyinde tarama işlemini (scanning) gerçekleştirir. Bir SEM de görüntü oluşumu temel olarak; elektron demetinin incelenen örneğin yüzeyi ile yaptığı fiziksel etkileşimlerin (elastik, elastik olmayan çarpışmalar ve diğerleri) sonucunda ortaya çıkan sinyallerin toplanması ve incelenmesi prensibine dayanır.

Bunlardan ilki, gelen elektron demetindeki elektronların, malzemedeki atomlarla yapmış olduğu elastik olmayan çarpışma sonucu ortaya çıkan ikincil elektronlardır (secondary electrons). Bu elektronlar örnek yüzeyinin yaklaşık 10 nm'lik bir derinliğinden ortaya çıkarlar ve bunların tipik enerjileri en fazla 50 eV civarındadır. İkincil elektronlar foto çoğaltıcı tüp yardımıyla toplanıp, örneğin tarama sinyali konumuyla ilişkilendirilerek yüzey görüntüsü elde edilir.

SEM kullanılarak alınacak mikroyapı görüntülerin kalitesi numunelerin yüzey hazırlama işlemlerine önemli oranda bağlıdır. Bu bölümde SEM için numunelerin nasıl hazırlandığına ilişkin bilgiler verilecektir.

Numune yüzey hazırlama işlemine zımparalama ile başlanmıştır. Zımparalama işlemi bir nevi talaş kaldırmadır. Zımparalamada aşındırıcı olarak genellikle SiC veya BC kullanılır.

Yapılan çalışmada kullanılan numuneler gözenekli oldukları için parlatma işlemi yapılmamıştır. Sonrasında bünye içerisinde zımparalama sonucunda aşındırıcı partiküllerin kalma ihtimaline karşın numuneye ultrasonik temizleme işlemine tabi tutulmuştur. Ultrasonik temizleme işlemi sonrasında direk dağlama adımına geçilmiştir. Numuneler 1-1,5dk. %3 HF asit içeren sulu çözeltide daldırma yöntemiyle dağlanmıştır. Sonrasında SEM analizi yapılmıştır. Analiz sırasında 65X, 125X, 250X ve 500 X büyütmelemleri kullanılmıştır. Yapılan çalışmada önemli olan bünye içerisinde oluşan gözeneklerin gözlemlenmesidir. Bu sebeple numunelerin gözenekli bölgeleri incelenip, SEM sonuçları elde edilmiştir.

4.DENEYSEL SONUÇLAR VE TARTIŞMA

Bu kısımda deneysel aşamalarda detaylı olarak bahsedilen metotların uygulanması sonucu deneylerden elde edilen sonuçlar incelenecektir. Bu sonuçlar tane boyut analizi sonucu, yoğunluk kazanımı sonucu, su emme sonucu, pişme büyümesi sonucu, elastik modül sonucu, üç nokta mukavemet sonucu, ısıl genleşme sonucu, XRD analizi sonucu ve SEM analizi sonucu olarak sıralanabilir.

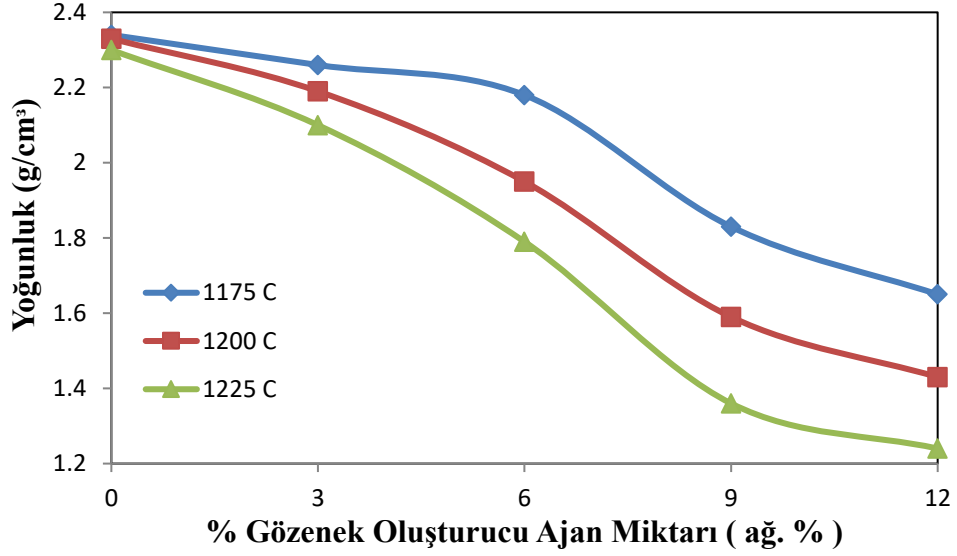
4.1. Gözenek Yapıcı Ajan İçeren Numune Sonuçları

4.1.1. Kütlesel Yoğunluk

Karıştırılıp granül haline getirilen karışımlardan kuru presleme işlemine tabi tutularak üretilen pelet şekilli numuneler; farklı sıcaklıklarda ve ulaşılan maksimum sinterleme sıcaklığında beklemeksizin direkt soğutmaya geçilerek gerçekleştirilen sinterleme işlemine tabi tutulmuşlardır. Bu işlem sonucunda elde edilen numunelerin yoğunluk ölçümleri oda sıcaklığında gerçekleştirilmiştir. Farklı sıcaklıklarda sinterleme sonucu elde edilen kütlesel yoğunluk değerleri Tablo 4.1’de verilirken bu değerlerin bünyelere ilave edilen gözenek oluşturucu ajan miktarına bağlı olarak değişimini gösteren grafik Şekil 4.1’de verilmektedir.

Tablo 4.1:Değişik Miktarda Gözenek Oluşturucu Ajan İçeren Bünyelerin Farklı Sıcaklıklarda Sinterleme Sonucu Elde Edilen Kütlesel Yoğunluk Değerleri.

		Sıcaklık(°C)		
		1175	1200	1225
Gözenek Yapıcı Ajan Miktarı (%)	0	2,34	2,33	2,30
	3	2,26	2,19	2,10
	6	2,18	1,95	1,79
	9	1,83	1,59	1,36
	12	1,65	1,43	1,24



Şekil 4.1:Farklı sinterleme sıcaklıklarında kütsel yođunluk deđerinin bünyelere ilave edilen gözenek oluşturucu ajan miktarına bađlı olarak deđişimi.

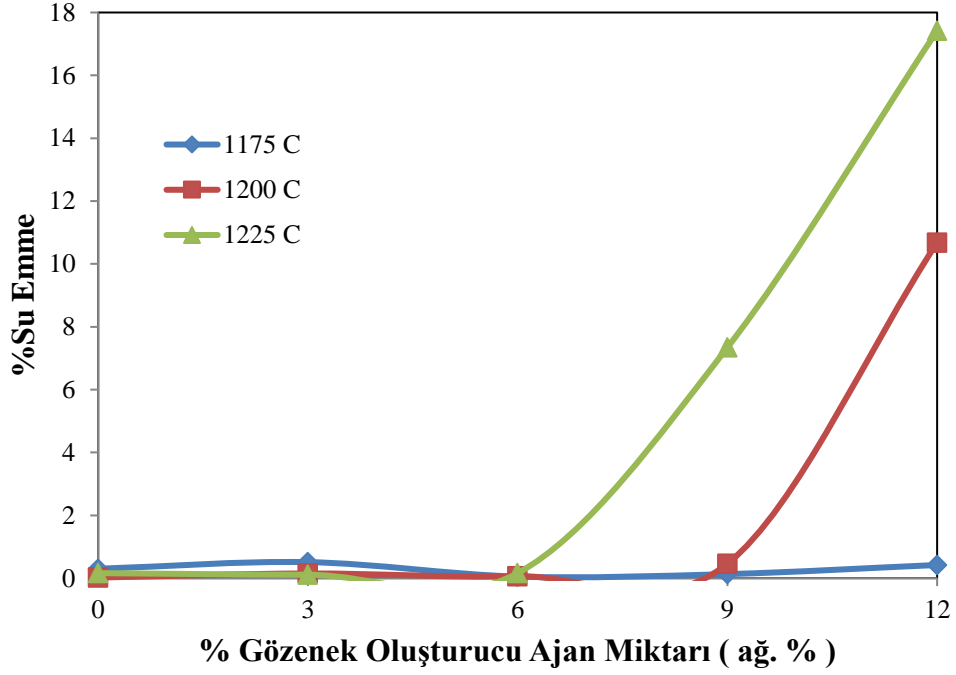
Şekil 4.1'deki grafik incelendiđinde bünyeye ilave edilen gözenek yapıcı ajan miktarının artmasıyla birlikte yođunluk deđerlerinin kademeli olarak düştüđü tespit edilmiştir. Özellikle gözenek yapıcı ajan miktarının %9 seviyesine ulaştıđında yođunluktaki düşüşün çok belirgin olduđu gözlemlenmiştir. Ayrıca, gözenek yapıcı ajan miktarına bađlı olarak gelişen yođunluktaki düşüş eğilimi tüm sinterleme sıcaklıklarında birbirine benzer bir tavır sergilemiştir. Sinterleme sıcaklıđı arttıkça aynı gözenek yapıcı ajan miktarındaki yođunluktaki düşüşte şiddetlenmiştir. Bu durum ajan miktarının artmasıyla birlikte yapı içindeki gözenek oluşturma merkezlerinin sayısının arttıđı ve dolayısıyla yapı içerisindeki gözenek miktarının artması ile birlikte yođunluđun düşmesine işaret eder. Sinterleme sıcaklıđının artmasıyla yođunluk deđerindeki düşüşün şiddetlenmesinin nedeni; sıcaklık artışı ile birlikte gözenek içinde bulunan gazların basıncının artması ve bu gözenekleri çevreleyen camı fazın viskozitesinin sıcaklık artışı ile birlikte daha fazla düşmesi ile gözenek hacminin artması şeklinde açıklanabilir.

4.1.2. Su Emme Testi

Sinterlenen numunelerin yüzeylerindeki gözeneklerin kapanarak numunenin dış ortama karşın izole olmasının sağlanmasını engelleyen açık gözeneklerin miktarını belirleyebilmek için numunelere su emme testi uygulanmıştır. Numuneler su dolu bir kaptaki 3 saat süre ile kaynatılmıştır. Bu sayede sıcaklık artışına bağlı olarak yüzey gerilim değeri düşen suyun numune yüzeyinde bulunan ince boyutlu açık gözeneklerin içine girmesi sağlanır ve gözenekler içine giren suyun belirlenmesi ile açık gözeneklerin hacmi tespit edilir. Farklı sinterleme sıcaklıklarındaki deney sonucunda elde edilen su emme değerlerinin gözenek oluşturucu ajan miktarına bağlı olarak değişimi Tablo 5.2’de ve Şekil 5.2’de verilmektedir.

Tablo 4.2:Değişik Miktarda Gözenek Oluşturucu Ajan İçeren Bünyelerin Farklı Sıcaklıklarda Sinterleme Sonucu Elde Edilen Su Emme Değerleri.

		Sıcaklık(°C)		
		1175	1200	1225
Gözenek Yapıcı Ajan Miktarı (%)	0	0.3	0.02	0.16
	3	0.51	0.15	0.11
	6	0.05	0.06	0.16
	9	0.13	0.46	7.34
	12	0.42	10.68	17.42



Şekil 4.2:Farklı sinterleme sıcaklıklarında su emme değerinin bünyelere ilave edilen gözenek oluşturucu ajan miktarına bađlı olarak deđişimi.

Gözenek oluşturucu ajan miktarına bađlı olarak farklı sinterleme sıcaklığındaki su emme miktarı deđişimi Şekil 4.2’de incelendiđinde su emme deđerlerinin gözenek yapıcı ajan miktarına ve sinterleme sıcaklığına bađlı olarak farklı sonuçlar sergilediđi görülmektedir. İyi bir porselen granit seramiđinin standartlarca belirlenen su emme deđerinin çok düşük (<0,5%) olması gerekmektedir. Elde edilen su emme sonuçları deđerlendirildiđinde; 1175°C’de sinterlenen farklı miktarda gözenek oluşturucu ajana sahip numunelerin su emme deđerlerinin hemen hemen hepsinin standartlarca belirlenen su emme deđerinden küçük olduđu görülmüştür. Gözenek yapıcı ajan oranının artmasına rađmen su emme deđerinin neredeyse aynı oranlarda seyretmesi bize yapıda bulunan gözenek miktarının kapalı gözenek olarak bulunduđunu, açık gözenek oluşumunun çok az miktarda gerçekteştiđini göstermektedir.

1200°C’de sinterlenen numunelerin su emme oranları deđerlendirildiđinde; bünyelere ilave edilen gözenek oluşturucu ajan miktarı %9’a kadar ulařana kadar standartların belirlediđi su emme deđerini sađlamıştır. Fakat gözenek oluşturucu ajan miktarı %9’u ařtıđında su emme deđerinde ani bir sıçrama meydana gelerek, %12 gözenek oluşturucu ajan miktarında %10,68 deđerine ulařmıştır. Bu deđer standartlarca belirlenen su emme miktarının çok üzerindedir dolayısıyla, seramik

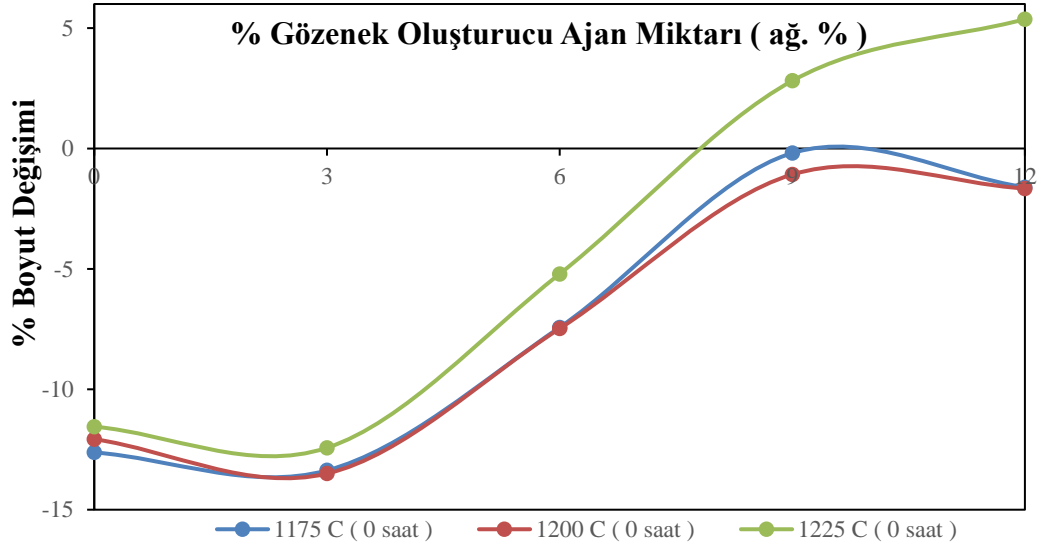
ürün porselen granit vasfını yitirmektedir. Su emme değeriindeki bu ani artışın sebebi; bünyeye ilave edilen gözenek oluşturucu ajan miktarının artması ile birlikte yapıdaki gözenek sayısının artması ve 1200°C'ye yükseltile sinterleme sıcaklığının etkisiyle de yüzeye yakın kapalı gözeneklerin içindeki gazların basıncının artarak atmosferik basınç düzeyini aşması ile birlikte hacmi genişleyen gözeneklerin patlayarak yüzeyde krater benzeri boşluk oluşturması gösterilebilir. Bu yüzeydeki krater benzeri boşluklar her ne kadar yapı içindeki kapalı gözenekleri ile irtibatlı olmasa da su emme deneyi sırasında yüzey gerilim değeri düşen kaynamış su, bu iç bükey yüzeylerin içini doldurur ve deney sonrasında iç bükey yüzeylerdeki kohezyon kuvvetlerinin yüksek olmasından dolayı bu su boşlukların dışına çıkamaz. Deney sonrasındaki tartımlarda da numune ağırlığı yüksek çıkar ve numune sanki açık gözeneklere sahipmiş gibi suyu emmiş davranışı sergiler. Her ne kadar bu boşluklar açık gözenek olmasa da su emme değeri standartların üzerinde bir değer sergilemesi bu ürünlerin porselen granit olarak adlandırılmasını engeller.

Benzer şekilde, su emme değerinin bir kez standartların belirlediği değeri sağlamasından sonra gözenek oluşturucu ajan miktarının artmasına bağlı olarak tekrar artış göstermesi; 1225°C'de sinterlenen numunelerin su emme değerlerinin değişiminde de gözlenmiştir. Burada durum Şekil 4.2'de görüleceği gibi daha da şiddetlenerek gözenek oluşturucu ajan miktarının %6'ya ulaşmasından sonra su emme değerinin ani olarak artması söz konusudur. İlave edilen gözenek oluşturucu ajan miktarı %9'a ulaştığında su emme oranı %7,34 değerine yükselmiş ve bu değeri; gözenek oluşturucu ajan miktarının %12'ye ulaşması ile %17,42'ye çıktığı görülmüştür. 1200°C sinterleme sıcaklığında gözlemlenen benzer davranış için yukarıdaki paragrafta verilen açıklama 1225°C sinterleme sonucunda gözlemlenen davranış için de geçerlidir. 1225°C de durum; yükselen sıcaklıkla birlikte gözeneklerin içindeki gazların basıncının daha da yükselmesinden dolayı daha da şiddetlenmesidir.

Şekil 4.2'de verilen grafik incelendiğinde genel olarak en iyi su emme sonuçlarının 1175°C'de sinterlenen numunelerden elde edildiği görülmüştür. Bu sıcaklıkta; bünyelere ilave edilen gözenek oluşturucu ajan oranı kademeli olarak arttırılmasına rağmen su emme değerinin standartlarca belirlenen değeri sağlayacak şekilde düşük seyretmiştir. Böylelikle; porselen granitlerde açık gözenekler tamamıyla yok edilmiş ve sinterlenmiş bünye tamamen yapı içerisinde giderilemeyerek kalan kapalı gözenekler içermektedir.

4.1.3. Boyut Değişimi

Sinterlenen numunelerin boyutlarında meydana gelen değişimler; sinterleme sonrası boyutların ulaştığı değerin ölçülerek bu değerin sinterleme öncesindeki değer ile kıyaslanmasıyla hesaplanmıştır. Elde edilen boyutsal değişim değerleri; bünyeye ilave edilen gözenek oluşturucu ajan miktarına bağlı olarak küçülme ve/veya genişleme davranışı sergilemesinden dolayı pişme küçülmesi/büyümesi değerleri bünyeye ilave edilen gözenek yapıcı ajan miktarına bağlı olarak değişimini sergileyecek tarzda grafik haline dönüştürülmüştür ve elde edilen grafik Şekil 4.3'te verilmiştir.



Şekil 4.3:Farklı sinterleme sıcaklıklarında boyut değişiminin bünyelere ilave edilen gözenek oluşturucu ajan miktarına bağlı olarak değişimi.

Şekil 4.3'te görülen değişik oranlarda gözenek yapıcı ajan içeren bünyelerden üretilen ve farklı sıcaklıkta sinterlenen numunelerin gösterdiği şekil değişimleri incelendiğinde; normalde porselen granit bünyelerinde sinterlenme sonrasında sadece pişme küçülmesi gözlemlenirken gözenek yapıcı ajan içeren bünyeler üzerinden yapılan çalışmada yapıda ilave kapalı gözenek oluşumu ve bu gözeneklerin genişlererek büyümesi söz konusu olduğundan sinterlenen numunelerde genel olarak pişme büyümesi gözlemlenmiştir.

1175 °C, 1200 °C ve 1225 °C’de sinterlenen numunelerin hepsi genel olarak benzer pişme büyümesi rejimi göstermişlerdir. Gözenek yapıcı ajanların oranlarına göre farklı sıcaklıktaki numuneler kıyaslandığında aynı orandaki ajanların numunelerin şekil değişimlerine aynı etkiyi verdiği gözlemlenmektedir. Yapı içerisine %3 gözenek yapıcı ajan eklendiğinde numunelerin sinterleme sonrası boyutunda genişleme anlamında her hangi bir değişim gözlenmemiştir. Numunelere sanki hiç gözenek yapıcı ilave edilmemişçesine sadece %13 civarında çekme gözlenmiştir. Bu oran %6’ya çıktığında ise sinterleme sonrası elde edilen numune boyutunda ilk ciddi değişim gözlemlenmeye başlamıştır. İlk başta yaklaşık %13 oranında pişme küçülmesi gözlemlenirken %6 gözenek yapıcı ajan eklendiğinde %5-6 pişme küçülmesi görülmüştür. Yani; başlangıçtaki %13 küçülmenin yaklaşık %7’si ilave edilen gözenek yapıcı ajan ilavesi ile yapıda ilave gözenek oluşumu ve bunların sıcaklığa bağlı olarak gelişen genişmesi söz konusudur. Bu orandan itibaren gözenek yapıcı ajan miktarının artmasıyla birlikte sinterleme sonrası numunelerin boyutundaki küçülme miktarı azalmaya başlamıştır. %9 gözenek yapıcı ajan eklendiğinde ise hiç gözenek yapıcı ajan eklenmemiş bünyenin sinterleme öncesi haline kıyasla yapıdaki boyut değişimi neredeyse yok denecek kadar azdır. Sinterleme sonrasında pişme küçülmesi gözlemlenmemiştir. Son olarak %12 gözenek yapıcı ajan eklendiğinde 1175°C ve 1200°C sıcaklıklarda sinterlenen numunelerde, sinterleme öncesine göre boyut değişimi gözlemlenmezken 1225°C’de sinterlenen numunelerde, sinterleme öncesine oranla yaklaşık %5 büyüme gözlemlenmiştir. Bu sonucun ortaya çıkmasının nedeni yüksek sıcaklıkta sinterleme sırasında gözeneklerin aşırı büyüme gerçekleştirilmesiyle yapının sinterleme öncesine göre büyümesine neden olmuştur.

4.1.4. Elastik Modül

1200°C’de sinterleme sonrasında çubuk şeklinde preslenen numunelere elastik ölçümü yapılmıştır. Elastik modülü yapı rijitliğinin bir ölçüsüdür. Bir malzemenin elastik modülü; yapısında bulunan gözeneklerin boyutundan, hacimsel miktarından ve yapı içerisindeki dağılımından önemli oranda etkilenir. Bu nedenle elastik modül ölçüm sonucu bu çalışma için önemlidir. Yapılan çalışmada malzemenin içerisinde ilave kapalı gözenek oluşturulması hedeflenmiştir. Elastik modül ölçümü ile elde

edilecek elastik modül değeri ile yapı içinde oluşturulacak ilave gözenekler arasında ilişki kurulabilecektir. 1200°C’de sinterlenen numunelerden elde edilen elastik modül sonuçları Şekil 4.3’te görüldüğü gibi bünyeye ilave edilen gözenek yapıcı ajan miktarına bağlı olarak grafik haline getirilmiştir.

Elastik modül sonuçları incelendiğinde gözenek oluşturucu ajan miktarının artmasıyla birlikte elastik modülde lineer bir düşüş gözlemlenmektedir. Bu düşüş; sinterlenen numuneler içerisinde gözenek miktarının artmasından kaynaklanmaktadır. Bünyesinde hiç gözenek yapıcı ajan bulunmayan numunenin elastik modül değeri ortalama 75,15 GPa ’dır. Bu değer %3 gözenek yapıcı ajan eklendiğinde 65,7 GPa’a düşmüştür. Sonrasında gözenek yapıcı ajan miktarı artırılıp %6’ya çıkarıldığında elastik modül değeri 54,21 GPa’a düştüğü gözlemlenmektedir. Gözenek yapıcı ajan miktarı %9 oranına çıkarıldığında; elastik modül değeri 31,38 GPa’a kadar düşmüştür. Bu değerden sonra grafik incelendiğinde elastik modül değerindeki azalma lineerliğini kaybedip sabitlenmeye başlamıştır. Bu sonuç; %12 oranında gözenek yapıcı ajan eklendiğinde elastik modül değerinin 27,18 GPa düzeyinde kalmasından anlaşılabilir.

Sonuç olarak; bünyeye ilave ettiğimiz gözenek yapıcı ajan sayesinde kasıtlı olarak gelişmesi sağlanan gözenek miktarı ile elastik modül değerlerinde gözlemlenen önemli miktardaki düşüş gösteren sonuçlar arasında ilişki kurularak bu tez çalışmasının yüksek oranda hedefine ulaşmış olduğunu gösterebilir.

4.1.5. Eğme Mukavemeti

Sinterlenen bünyelerde gelişen gözeneklerin porselen granit bünyesinin mekanik davranışı üzerine etkisini gözlemlemek için değişen oranlarda gözenek oluşturucu ajan içeren bünyelerden üretilen ve 1200 °C’de sinterlenen çubuk şeklindeki numuneler üç nokta eğme testine tabi tutulmuşlardır. Elde edilen üç nokta eğme mukavemet değerlerinin bünyelere ilave edilen gözenek oluşturucu ajan miktarına bağlı olarak değişiklik göstermektedir.

Eğme mukavemeti değerleri incelendiğinde, elde edilen mukavemet sonuçların elastik modül sonuçlarına önemli derecede paralellik sergilediği gözlemlenmektedir. Porselen bünyesinde hiç gözenek oluşturucu ajan yokken eğme mukavemeti değeri 60,19 MPa çıkarken bu değer bünyeye %3 oranında gözenek yapıcı ajan

eklendiğinde 33,49 MPa değerine düşmüştür. Yapı içerisinde bulunan gözenek miktarı bir anda arttığı için mukavemet değerinde ani bir düşüş gözlemlenmektedir. Bu ani düşüşün sebebi içerisinde mikroyapıda kasıtlı olarak ilave gözeneklerin oluşturulmasıdır. Gözenekler boşluklar oldukları için yük taşıma kapasiteleri yoktur. Numuneye yük uygulanması sırasında, artan gözenek yoğunluğu nedeniyle gerilim altında kalan bölgede boşluk bulunma olasılığı arttığından mukavemetteki bu düşüşün gözlenmesi normaldir. Yapıya ilave edilen gözenek yapıcı ajan miktarının artmasına bağlı olarak bu düşüş eğilimi giderek azalarak devam etmektedir. %6 oranında gözenek yapıcı ajan eklendiğinde mukavemet değeri 27,3 MPa değerine düşmüştür. Ardından bu oran %9'a çıkarıldığında elde edilen mukavemet değerinin ise 15,64 MPa değerine düştüğü gözlemlenmektedir. Sonrasında ise %12 oranında gözenek yapıcı ajan eklenmesine rağmen mukavemet değerinde çok düşük bir yükselme meydana gelmiştir. Bu değerlerin bir nebze yüksek çıkması, test sırasında kullanılan numunelerin ölçümünde yükün uygulandığı noktada bulunan gözenek miktarının tüm bünyedeki gözenek miktarına göre daha düşük olmasından kaynaklanabilir.

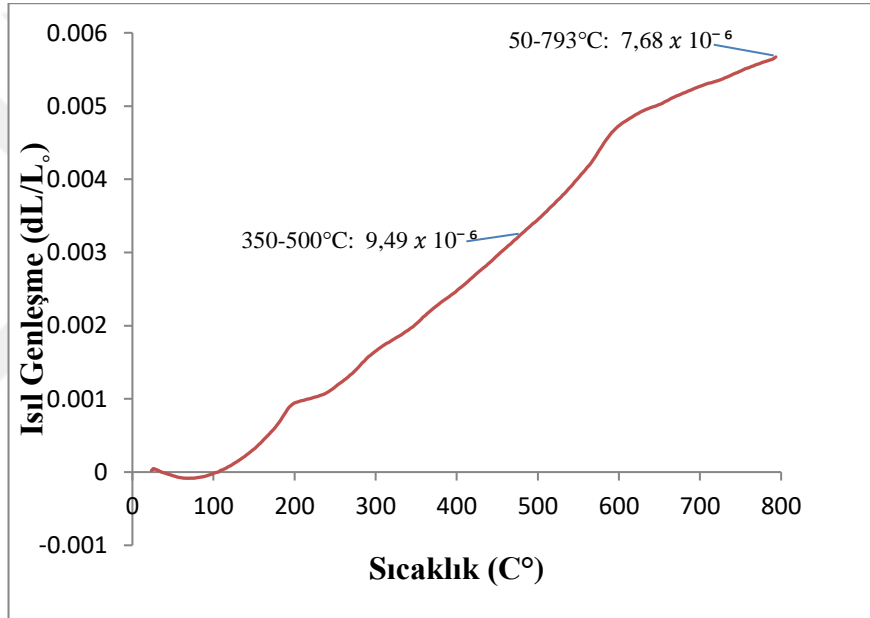
Genel olarak tüm sonuçlar incelendiğinde, bünye içerisinde oluşturulan gözenekli yapının malzemenin eğme mukavemeti değerinin azalmasına yol açtığı gözlemlenmektedir. Mukavemet değerinin porselen granitlerde daha yüksek olması gerektiği için bu değerlerin geliştirilmesi gerekmektedir.

4.1.6. Isıl Genleşme

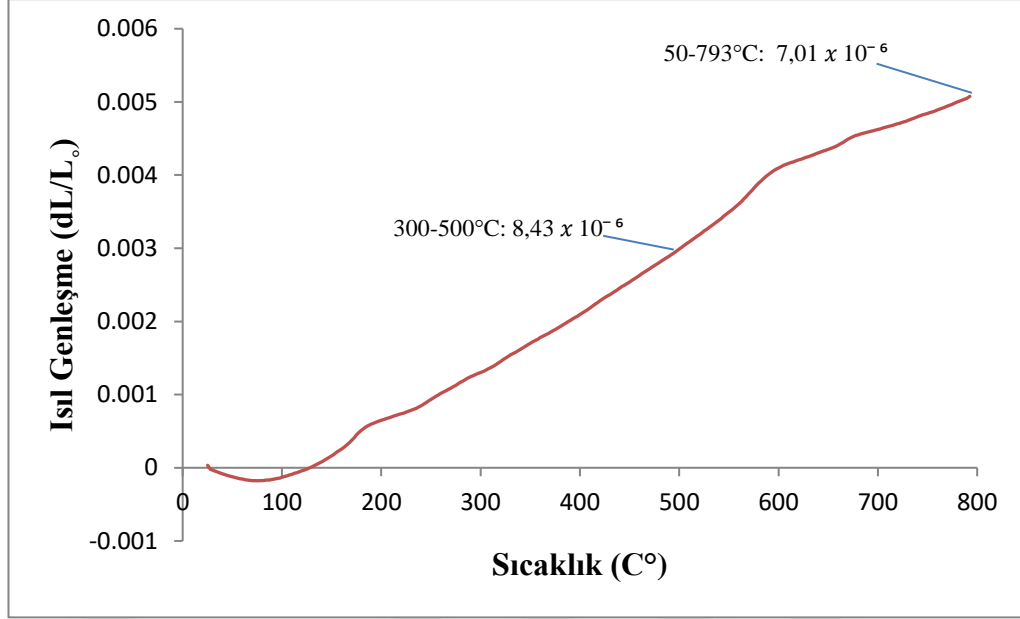
Isıl genleşme ölçümünde temel prensip, birim sıcaklık değişiminde numunenin uzunluğunda meydana gelen değişimi hesaplamaktır. Isıl genleşme testi gözenek yapıcı ajan ilavesiz bünye ile %9 oranında gözenek yapıcı ajan içeren bünyelerden hazırlanan ve 1200°C sıcaklıkta sinterlenen numuneler üzerinden gerçekleştirilmiştir. Bu sayede malzemelerin sıcaklığa bağlı olarak genleşme davranışı açısından nasıl tepki verdikleri ölçülmüştür. İşlem sonucunda elde edilen ısıl genleşme davranışının sıcaklığa bağlı olarak değişimini veren grafikler gözenek yapıcı ajan ilavesiz bünye için Şekil 4.4'te ve %9 oranında gözenek yapıcı ajan içeren numune için Şekil 4.5'te gösterilmektedir. Ayrıca, farklı sıcaklık aralıkları için hesaplanan ısıl genleşme değerleri Tablo 4.3'te listelenmiştir.

Tablo 4.3:Farklı Sıcaklıklarda Gözenek Yapıcı Ajan İlavesiz Bünye ve %9 Gözenek Yapıcı Ajan İçeren Numunelerin Isıl Genleşme Sonuçları.

		Sıcaklık(°C)	
		500	793
Gözenek Yapıcı Ajan Miktarı (%)	0	$9,49 \times 10^{-6}$	$7,68 \times 10^{-6}$
	9	$8,43 \times 10^{-6}$	$7,01 \times 10^{-6}$



Şekil 4.4:Gözenek yapıcı ajan ilavesiz bünye için ısıl genleşme sonuçları.



Şekil 4.5:%9 oranında gözenek yapıcı ajan içeren numunenin ısıl genleşme sonuçları.

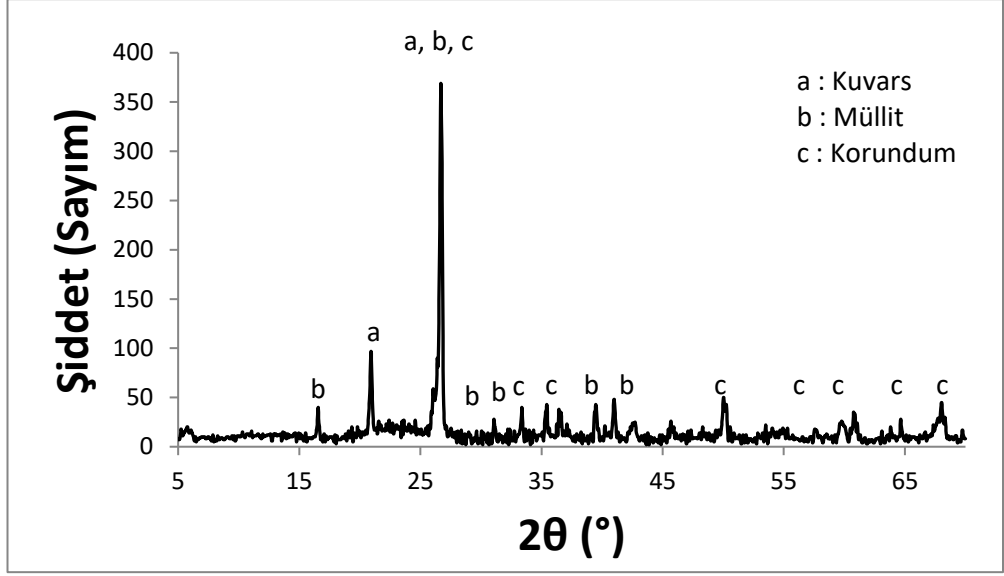
Şekil 4.4 ve Şekil 4.5'teki ısıl genleşme grafikleri incelendiğinde testin oda sıcaklığından 800°C'ye kadar sürdürüldüğü ve her iki numunenin de benzer genleşme davranışı sergilediği görülmektedir. Sıcaklık artışına bağlı olarak boyut artışındaki lineer davranışın yaklaşık 570°C'ye kadar devam ettiği bu noktadan sonra sıcaklık artışına bağlı olarak boyuttaki artış ani olarak yükselmekte ve akabinde azalarak artışına lineer bir şekilde devam etmektedir. Bu 600°C civarında eğride meydana gelen hörgüç oluşumu şeklindeki davranış bünyede bulunan kuvarsın alfa-beta dönüşümünden kaynaklanmış olabilir. Tablo 4.3'te verilen değerler incelendiğinde 500 °C'de gözenek yapıcı ajan ilavesiz numunenin ısıl genleşme katsayı değerinin $9,49 \times 10^{-6} / ^\circ\text{C}$ olduğu görülmektedir. Bu değer %9 gözenek yapıcı ajan eklenen numunede ise $8,43 \times 10^{-6} / ^\circ\text{C}$ değerindedir. Aynı şekilde 793 °C'deki ısıl genleşme katsayı değerleri gözenek yapıcı ajan ilavesiz bünye için $7,68 \times 10^{-6} / ^\circ\text{C}$ iken bu değer %9 gözenek yapıcı ajan eklendiğinde $7,01 \times 10^{-6} / ^\circ\text{C}$ olarak gözlemlenmiştir. Buradan da anlaşıldığı üzere porselen granit bünyesinde gözenek oluşturulması bünyenin ısıl genleşme davranışında çok büyük bir değişikliğe sebebiyet vermediği tespit edilmiştir. Böylelikle; bünyesinde ilave gözenek bulunan porselen granitlerin sıcaklık artışına verdikleri tepkinin, daha az gözenek içeren numune ile aynı olması bu bünyenin porselen granitlerle aynı ortamlarda kullanılması durumunda ısıl şoklara göstereceği davranış açısından bir fark olmayacağını göstermektedir.

4.1.7. XRD Analizi

XRD ile faz analizi yapılarak yapısında gözenek yapıcı ajan ilavesiz bünye ile %3, %6, %9 ve %12 gibi farklı oranlarda gözenek yapıcı ajan ilavesi yapılarak hazırlanan ve 1200°C de sıcaklıkta sinterlenen numunelerin mikro yapılarında gelişen kristal yapılı fazların tespit edilmesi sağlanmıştır. Her bir numuneden elde edilen kırınım indis desenleri ve bir bilgisayar programı yardımı ile bu desenlerin hangi kristal fazına ait olduğunun çözümüyle tespit edilen fazlar Şekil 4.6 ve Şekil 4.10 arasında verilmektedir. Tablo 4.4'te yapısında değişik oranlarda gözenek oluşturuca ajan bulunduran bünyelerde oluşa n fazlar özetlenmiştir.

Tablo 4.4:Yapısında Değişik Oranlarda Gözenek Oluşturuca Ajan Bulunduran Bünyelerde Oluşan Fazların Çeşitleri.

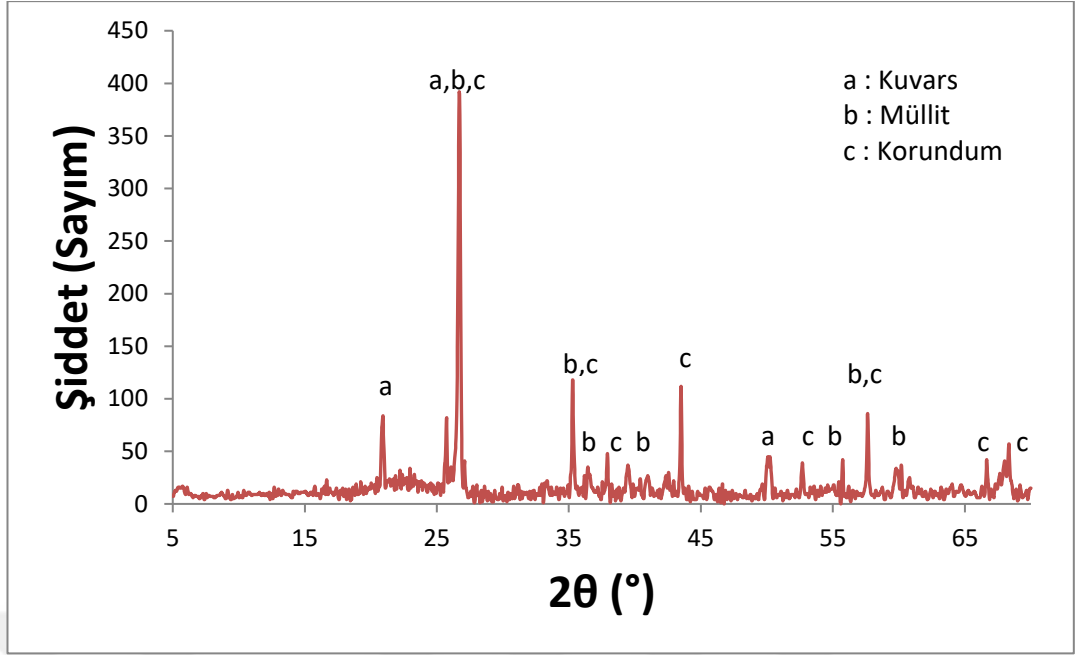
Gözenek Yapıcı Ajan Miktarı (%)	Bünyede Oluşan Fazlar
0	Kuvars, Müllit, Korundum
3	Kuvars, Müllit, Korundum
6	Kuvars, Müllit, Korundum
9	Kuvars, Müllit, Korundum, Kaolinit
12	Kuvars, Müllit



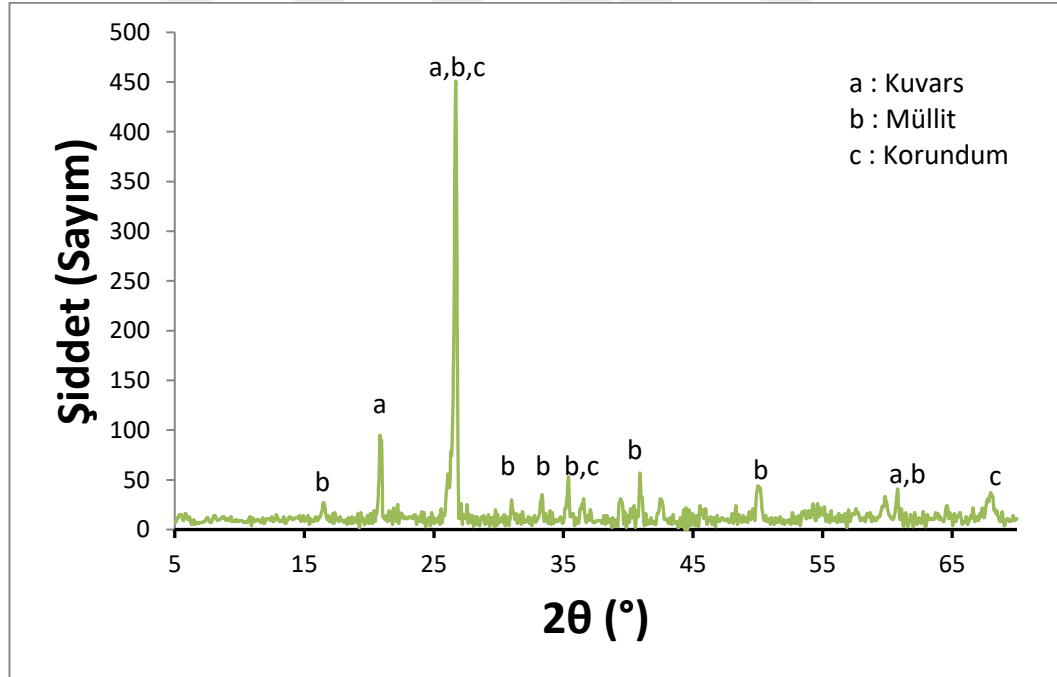
Şekil 4.6:1200 °C’de sinterlenen ve gözenek yapıcı ajan ilavesiz bünyenin XRD analiz sonuçları.

Şekil 4.6’da 1200 °C’de sinterlenen ve gözenek yapıcı ajan ilavesiz bünyenin XRD analiz sonuçları verilmektedir. Analiz sonucu incelendiğinde yapının düzenli kristal düzlemlerinden oluştuğunu görülmektedir. Piklerin çözümlenmesi ile mikroyapıda mevcut olan fazlar Tablo 4.4’te verilmiştir. Yapısında gözenek yapıcı ajan bulunmayan bünyede kuvars, müllit ve korundum fazlarının oluştuğu görülmüştür.

Şekil 4.7 ve Şekil 4.8’de ise yapısında %3 ve %6 oranında gözenek oluşturucu ajan bulunan ve 1200 °C sıcaklıkta sinterlenen numunelerin XRD sonuçları verilmektedir. Bu iki XRD analizi incelendiğinde, yapısında hiç gözenek oluşturucu ajan bulunmayan numunenin XRD analizi ile benzer sonuçlar vermiştir. Aynı şekilde bünyede kuvars, müllit ve korundum fazları oluşmuştur.



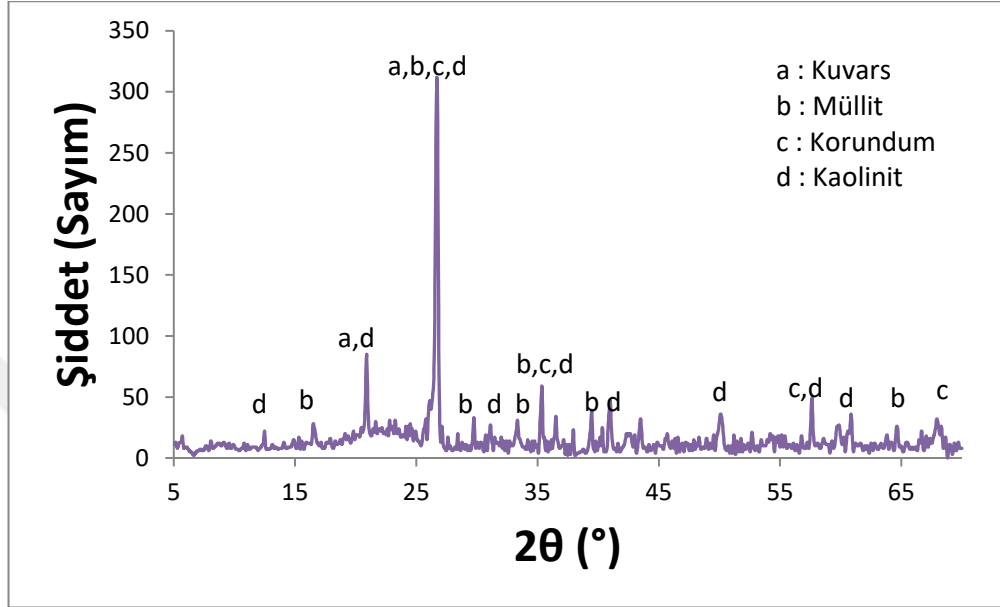
Şekil 4.7:1200 °C’de sinterlenen ve %3 oranında gözenek yapıcı ajan içeren bünyenin XRD analiz sonuçları.



Şekil 4.8:1200 °C’de sinterlenen ve %6 oranında gözenek yapıcı ajan içeren bünyenin XRD analiz sonuçları.

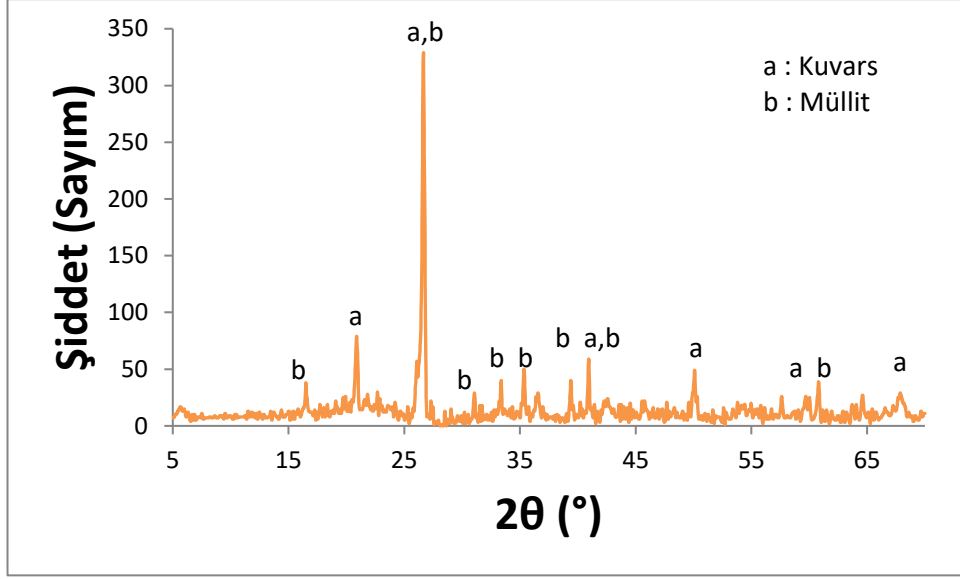
Şekil 4.9’da ise yapısında %9 oranında gözenek yapıcı ajan bulunan numunenin XRD analiz sonucu verilmektedir. Bu analiz sonucu incelendiğinde elde

edilen gözenek yapıcı ajan ilavesiz bünye ile %3 ve %6 oranında gözenek yapıcı ajan içeren numunelerin XRD analiz sonuçları ile kıyaslandığında yapıda oluşan kuvars, müllit ve korondum kristallerine ek olarak kaolinit kristallerinin de oluştuğu gözlemlenmektedir.



Şekil 4.9:1200 °C’de sinterlenen ve %9 oranında gözenek yapıcı ajan içeren bünyenin XRD analiz sonuçları.

Son olarak %12 oranında gözenek yapıcı ajan içeren numunenin XRD analiz sonucu Şekil 4.10’da verilmektedir. Elde edilen analiz hiç gözenek yapıcı ajan içermeyen numunenin sonucuna kıyaslandığında bünyede kuvars ve müllit kristallerinin oluşmasına karşın, korondum kristallerinin oluşmadığı gözlemlenmiştir.

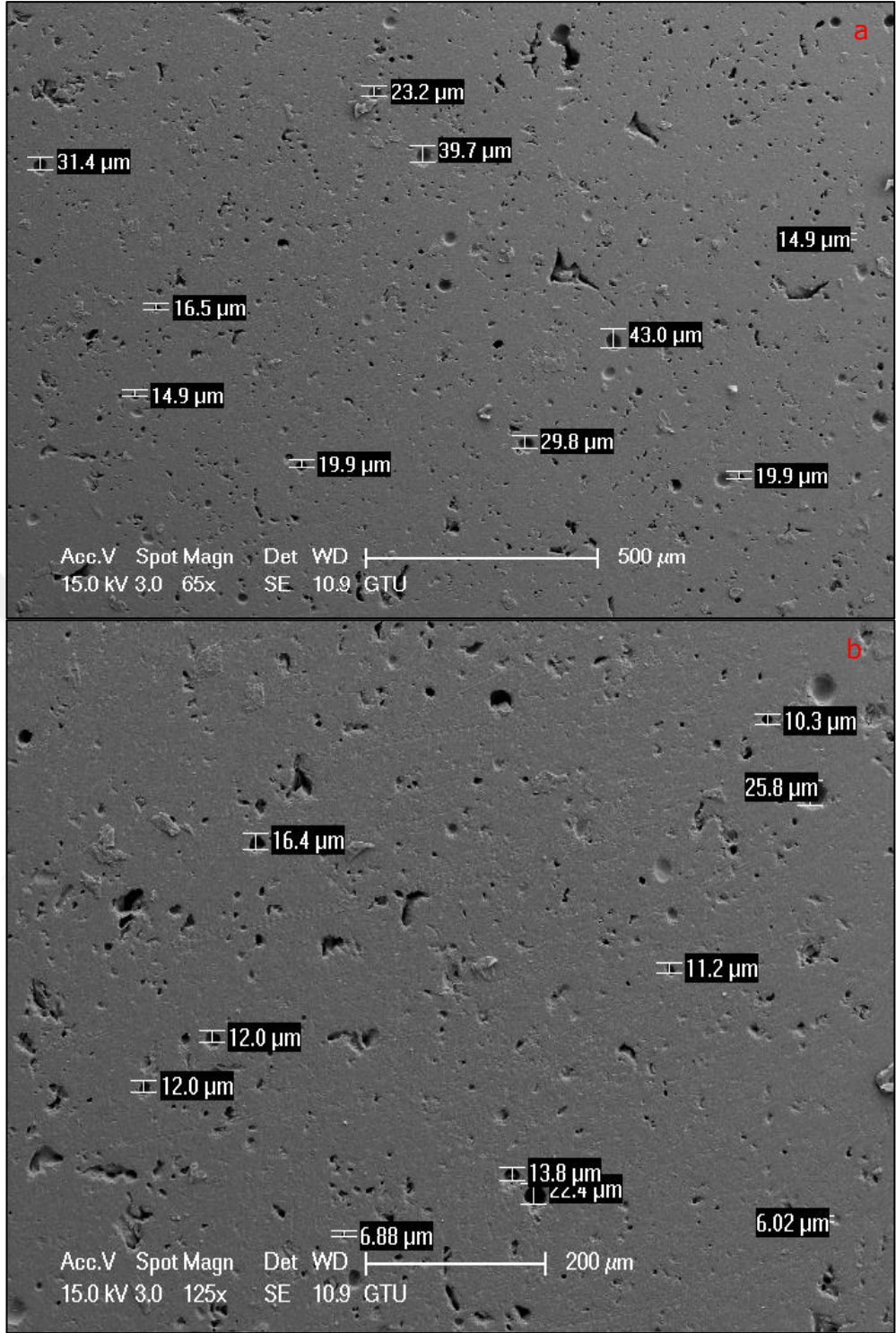


Şekil 4.10:1200 °C’de sinterlenen ve %12 oranında gözenek yapıcı ajan içeren bünyenin XRD analiz sonuçları.

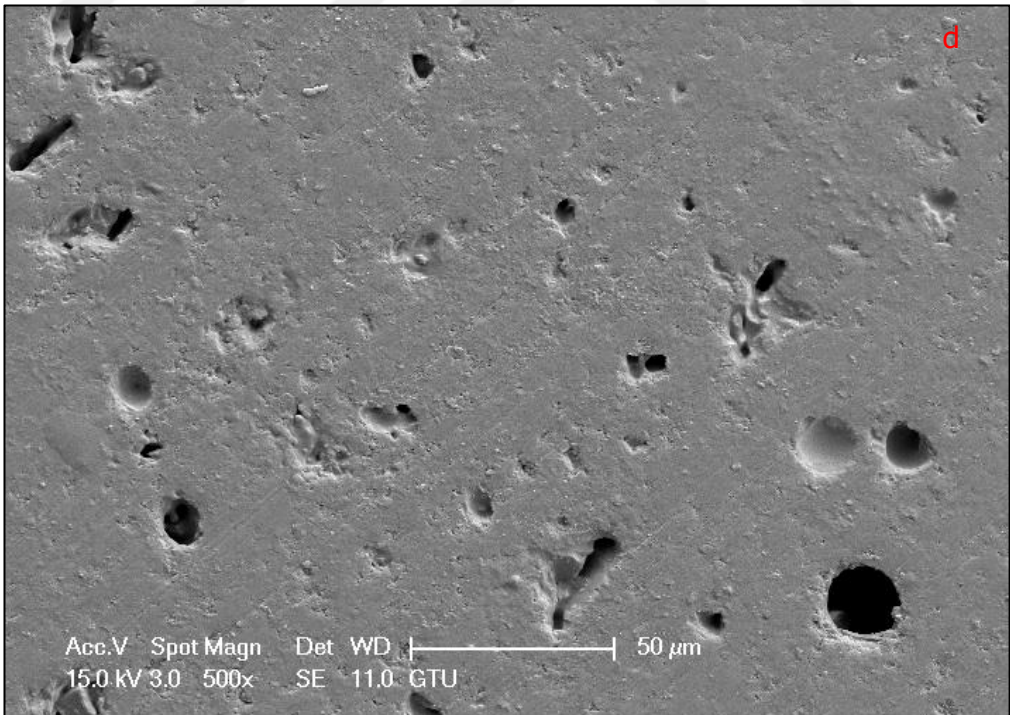
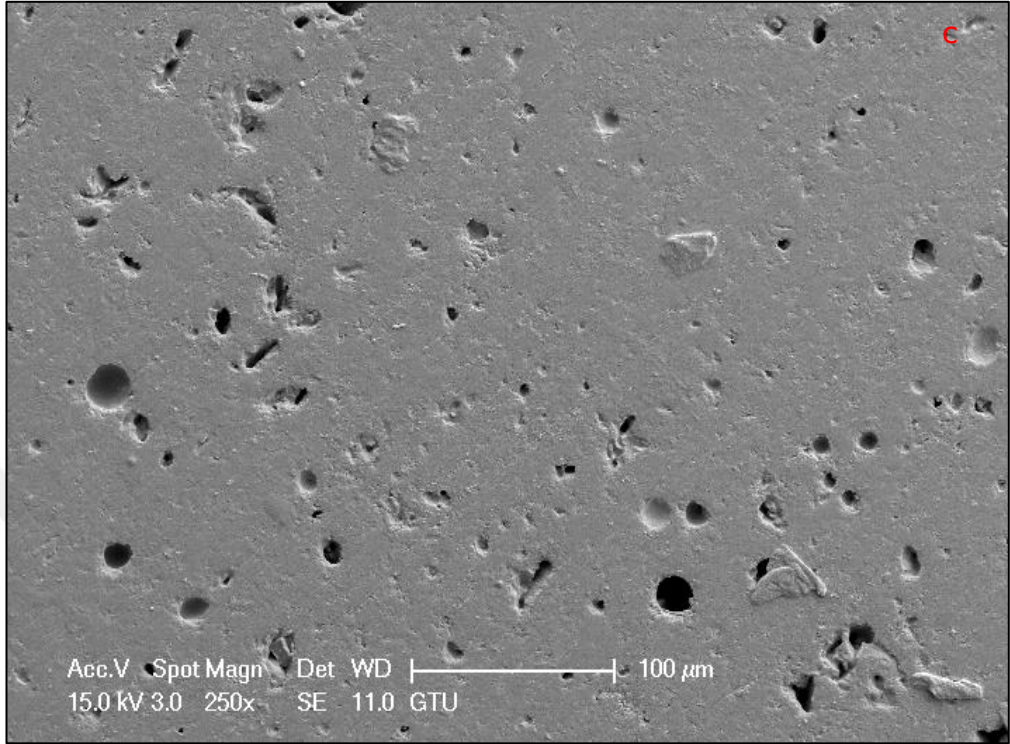
4.1.8. SEM Analizi

SEM analizinde x-ışınları kırınım analizi yöntemi ile mikroyapıda gelişen kristal fazların ve gözeneklerin şekillerinin ve mikroyapıda dağılımlarının görüntülenmesi amaçlanmıştır.

Şekil 4.11’de yapısında gözenek oluşturucu ajan bulundurmayan, 1200 °C’de sinterleme işlemine tabi tutulan porselen granit bünyesine ait numunelerin gözenek dağılımlarını sergileyen SEM mikroyapı fotoğrafları görülmektedir. Bu görüntüler incelendiğinde bünyede gözenek bulundurucu ajan bulunmadığında yapıda çok az miktarda gözenek olduğu ve bu gözenek boyutlarının çok küçük oldukları gözlemlenmektedir. Ortalama gözenek boyutu yaklaşık olarak 25µm’dir. Yapıda bulunan gözenekler birbirinden bağımsız kapalı gözeneklerdir.



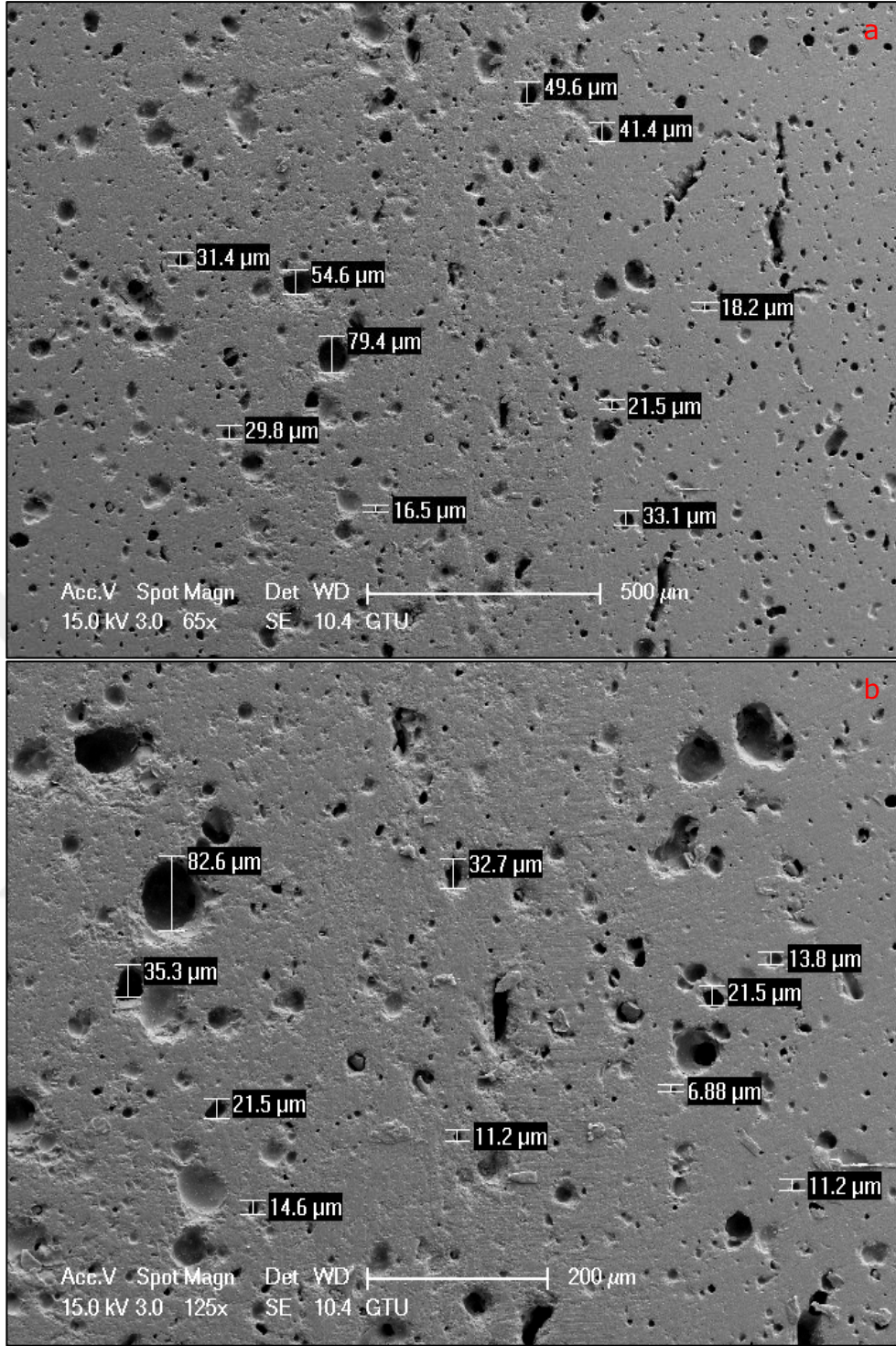
Şekil 4.11:Gözenek yapıcı ajan içermeyen porselen stoneware bünyesinden üretilen ve 1200°C’de sinterlenen numunenin mikroyapısındaki gözeneklerin dağılımının farklı büyütme oranlarındaki görüntüleri a)65X, b)125X, c)250X ve d)500X.



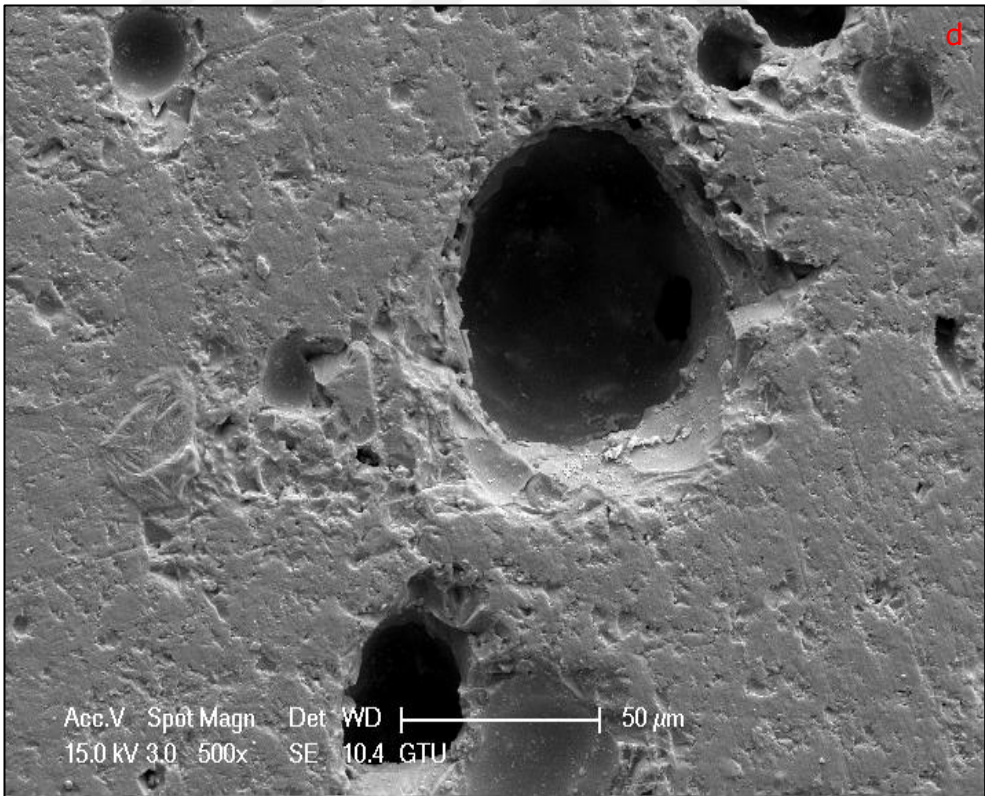
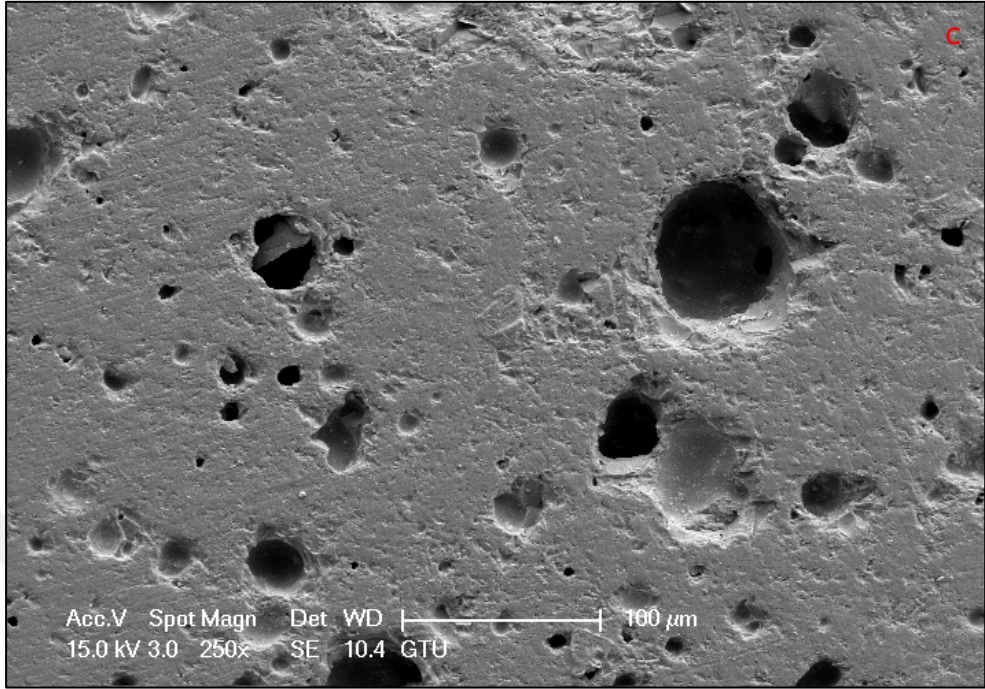
Şekil 4.12: Devam.

Şekil 4.12’de yapısında %3 oranında gözenek oluşturucu ajan bulunan, 1200°C sıcaklıkta sinterlenen numunelerin gözenek dağılımlarını sergileyen SEM mikroyapı fotoğrafları görülmektedir. Bu görüntüler incelendiğinde yapı içerisinde bulunan gözenek miktarlarının gözenek oluşturucu ajan içermeyen bünyeye göre arttığı gözlemlenmektedir. %3 oranında gözenek yapıcı ajan eklendiğinde ortalama gözenek boyutunun yaklaşık olarak 37 µm olduğu gözlemlenmiştir. Yapısında hiç gözenek yapıcı ajan bulunmayan numunelere göre bünyede bulunan gözenek boyutlarında büyüme olduğu görülmüştür. Bünyede oluşan gözenekler kapalı gözenek durumundadır. Oluşan gözeneklerin kapalı gözenek durumunda olması porselen granitin su emme miktarının olumsuz etkilenmesini engellemektedir.





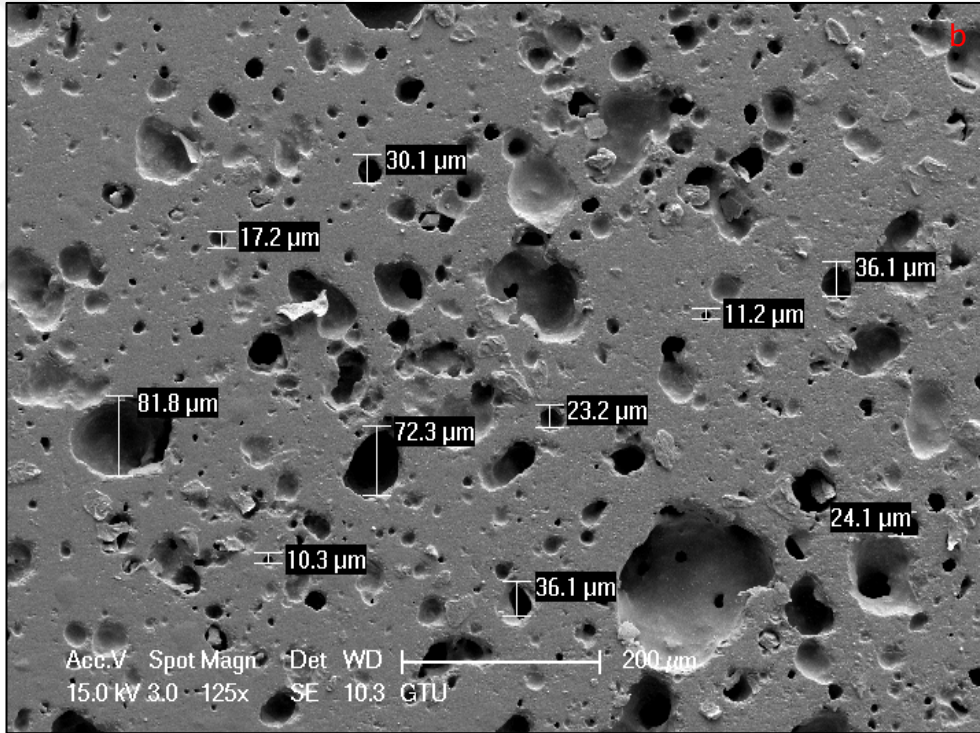
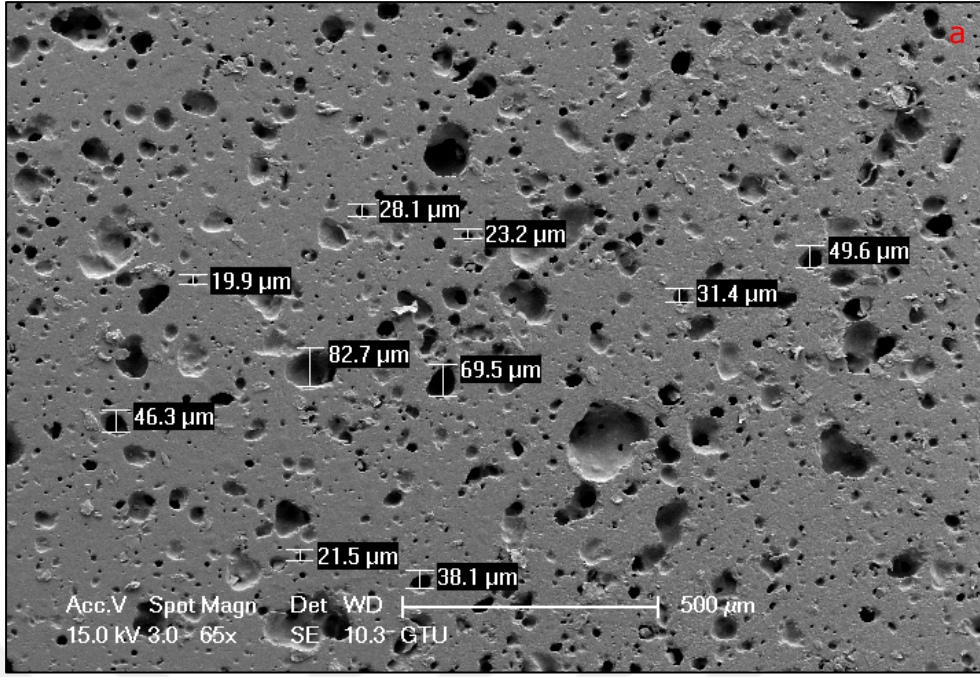
Şekil 4.13:%3 oranında gözenek yapıcı ajan içeren porselen stoneware bünyesinden üretilen ve 1200°C’de sinterlenen numunenin mikroyapısındaki gözeneklerin dağılımının farklı büyütme oranlarındaki görüntüleri a)65X, b)125X, c)250X ve d)500X.



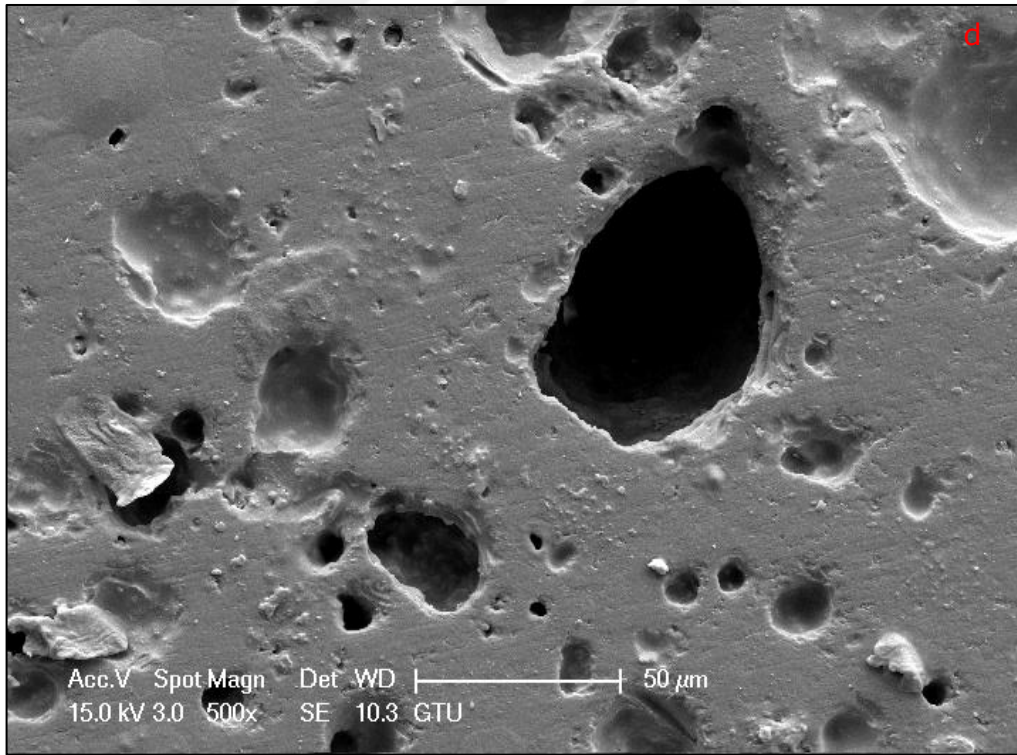
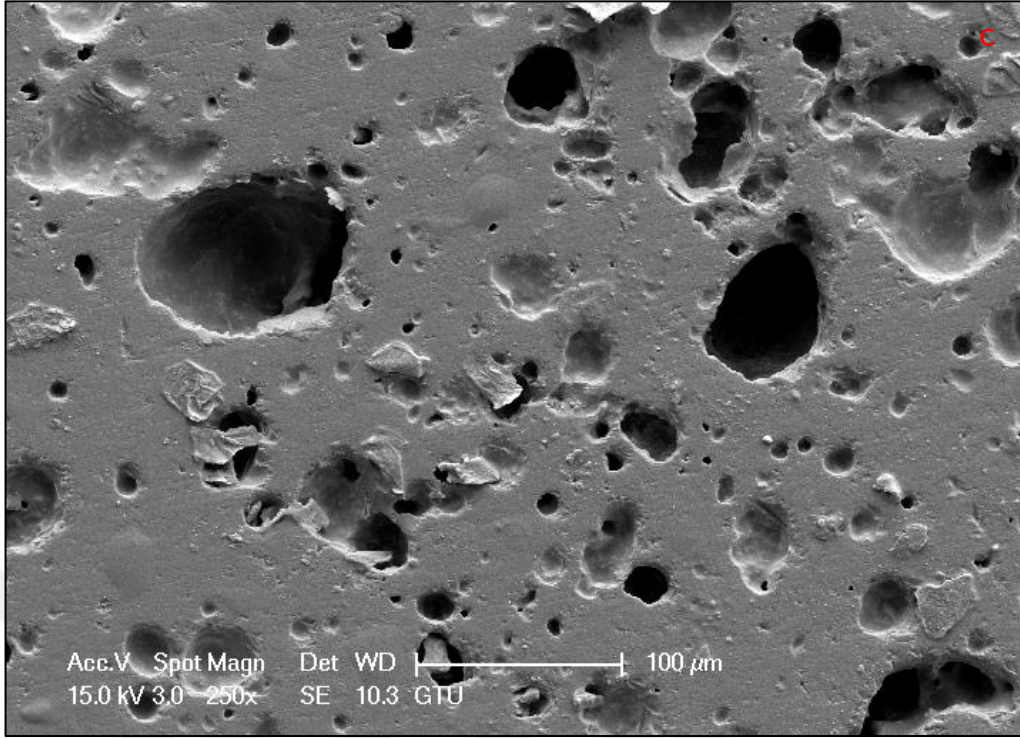
Şekil 4.14: Devam.

Şekil 4.13'te ise yapısında %6 oranında gözenek yapıcı ajan bulunan ve 1200°C'de sinterlenen numunenin gözenek dağılımlarını sergileyen SEM mikroyapı fotoğrafları görülmektedir. Ortalama gözenek boyutu yaklaşık olarak 41 µm'dir. Bünyede oluşan gözenek miktarı %3 oranında gözenek oluşturucu ajan eklenen numuneye kıyasla daha fazladır. Gözenek boyutlarının büyümesiyle birlikte bazı kapalı gözeneklerin birleşerek daha büyük gözenekler oluşturduğu da gözlemlenmektedir.





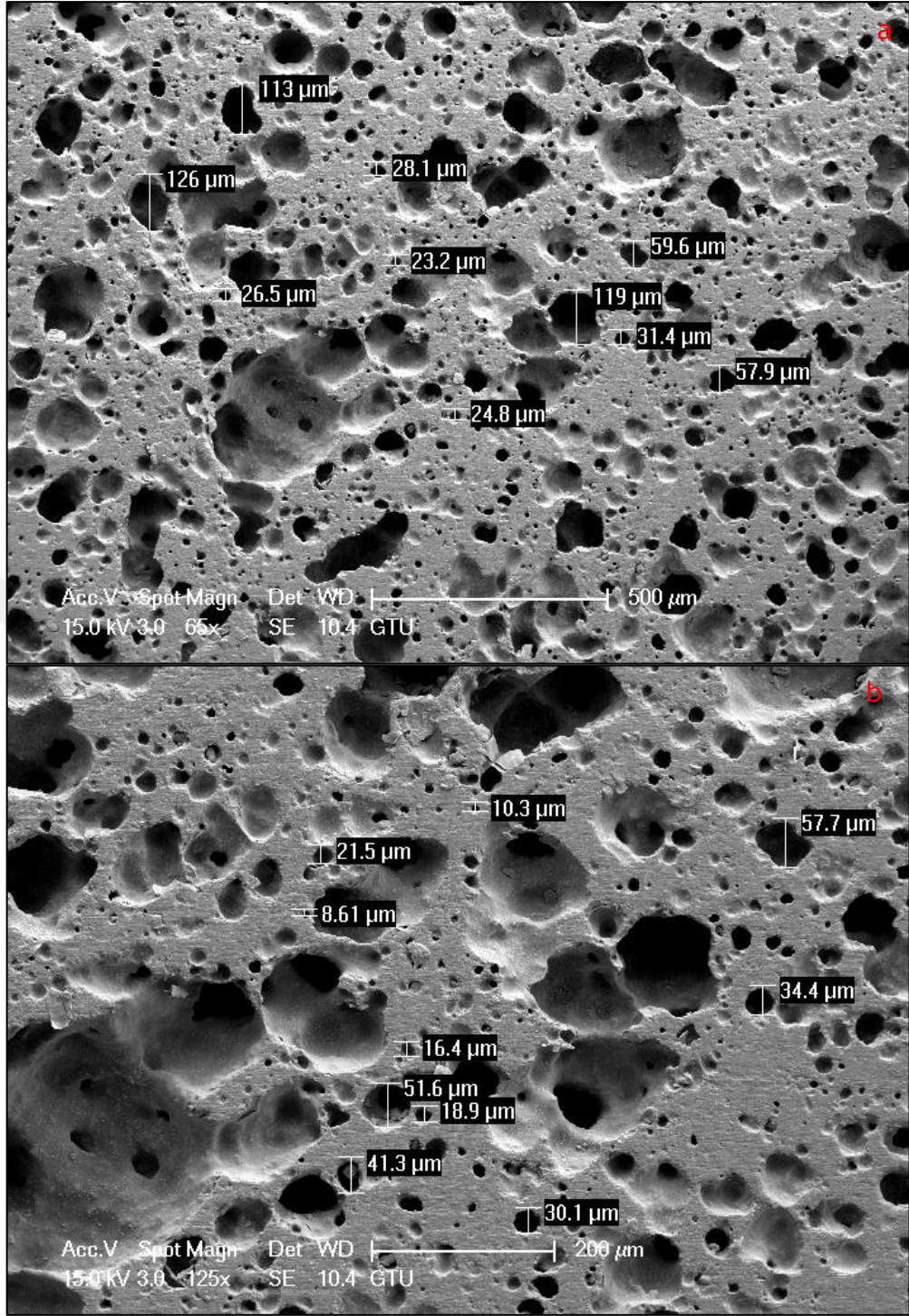
Şekil 4.15:%6 oranında gözenek yapıcı ajan içeren porselen stoneware bünyesinden üretilen ve 1200°C'de sinterlenen numunenin mikroyapısındaki gözeneklerin dağılımının farklı büyütme oranlarındaki görüntüleri a)65X, b)125X, c)250X ve d)500X.



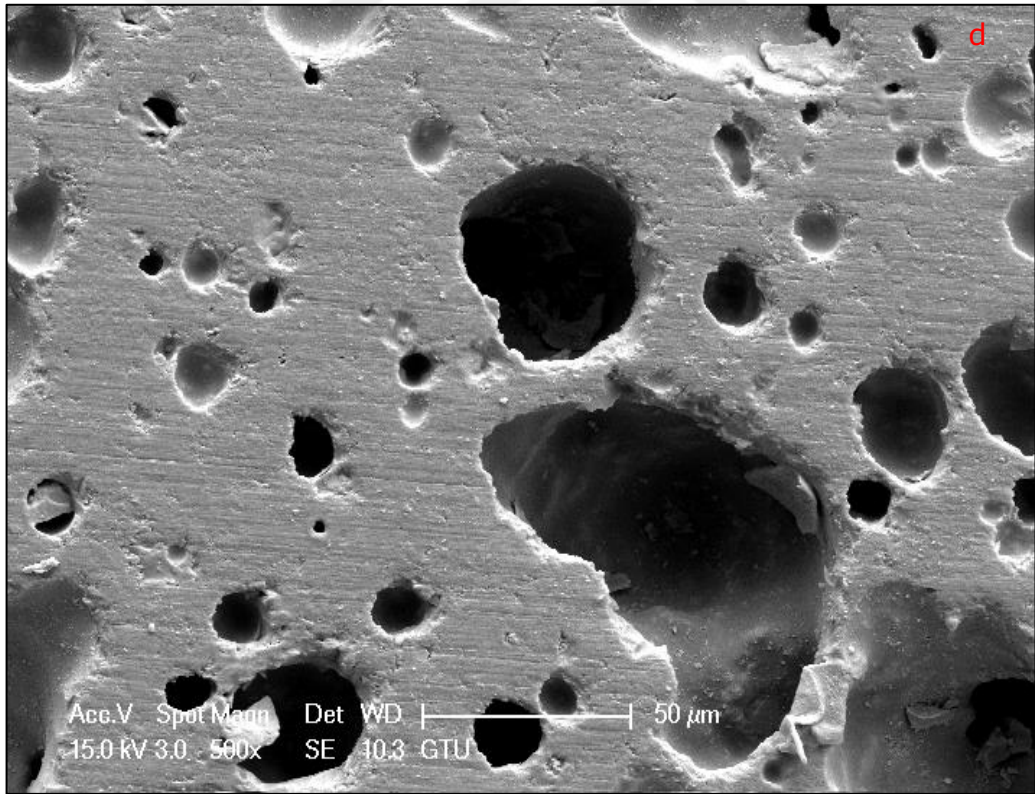
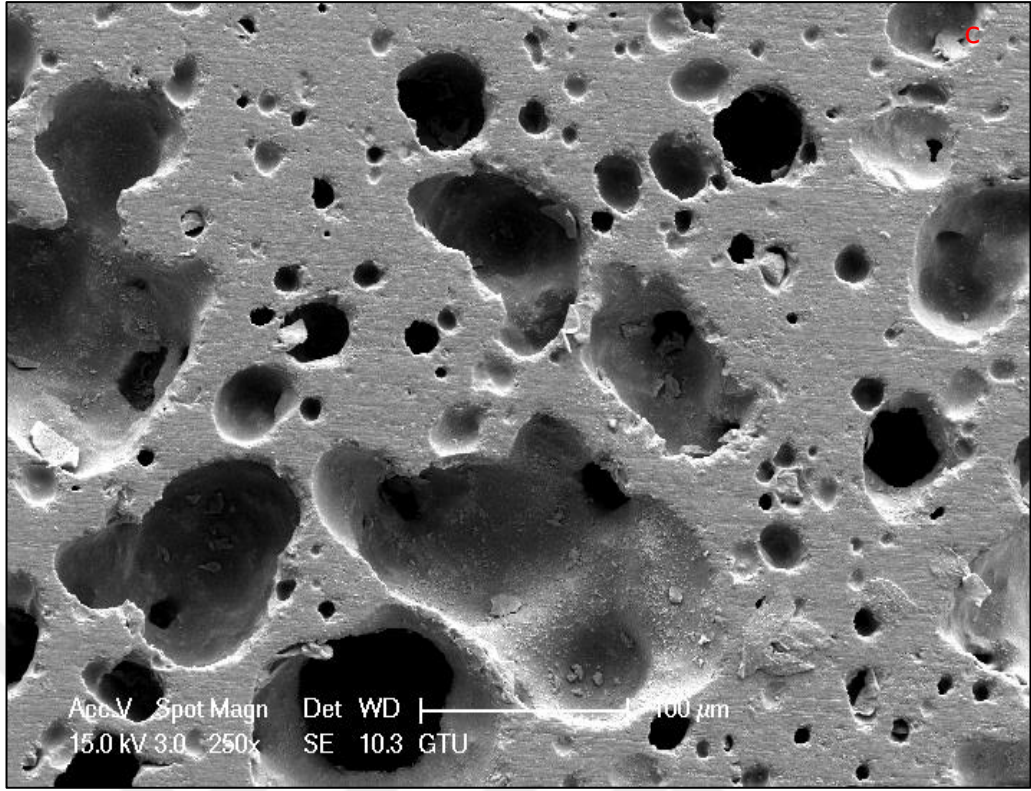
Şekil 4.16: Devam.

Şekil 4.14'te bünyesinde %9 oranında gözenek oluşturucu ajan bulunduran, 1200 °C'de sinterlenen numunenin gözenek dağılımlarını sergileyen SEM mikroyapı fotoğrafları görülmektedir. Gözenek oluşturucu ajan miktarının %9 oranına çıkmasıyla bünye içerisinde bulunan gözenek miktarında yapısında hiç gözenek yapıcı ajan bulundurmayan numunelere göre ciddi bir artış gözlemlenmektedir. Yapısında %9 oranında gözenek yapıcı ajan bulunan numunelerde ortalama gözenek boyutu yaklaşık olarak 60 µ'dir. Bünye içerisinde hemen hemen her bölgede gözenek oluşumu gözlemlenirken aynı zamanda oluşan gözeneklerin boyutunda da artış bulunmaktadır.



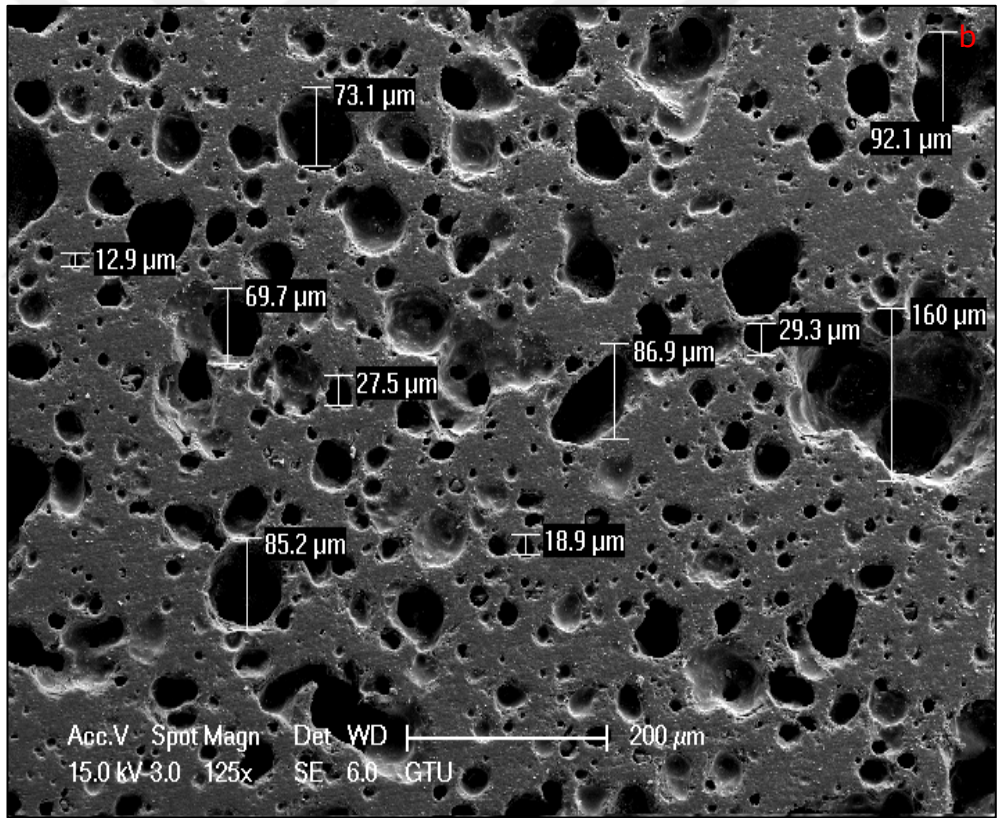
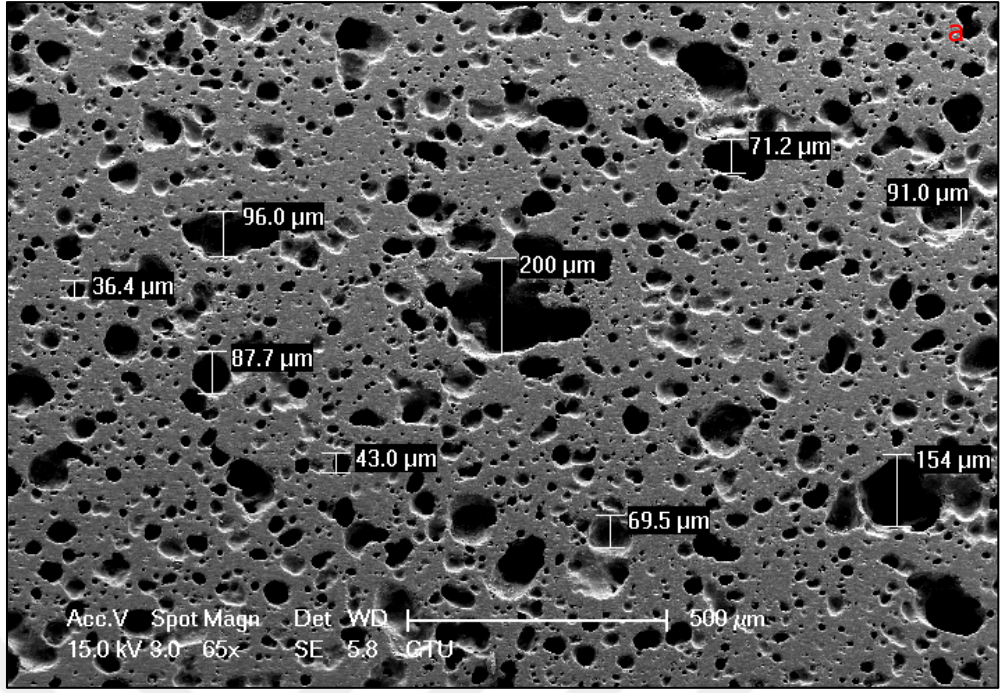


Şekil 4.17:%9 oranında gözenek yapıcı ajan içeren porselen stoneware bünyesinden üretilen ve 1200°C’de sinterlenen numunenin mikroyapısındaki gözeneklerin dağılımının farklı büyütme oranlarındaki görüntüleri a)65X, b)125X, c)250X ve d)500X.

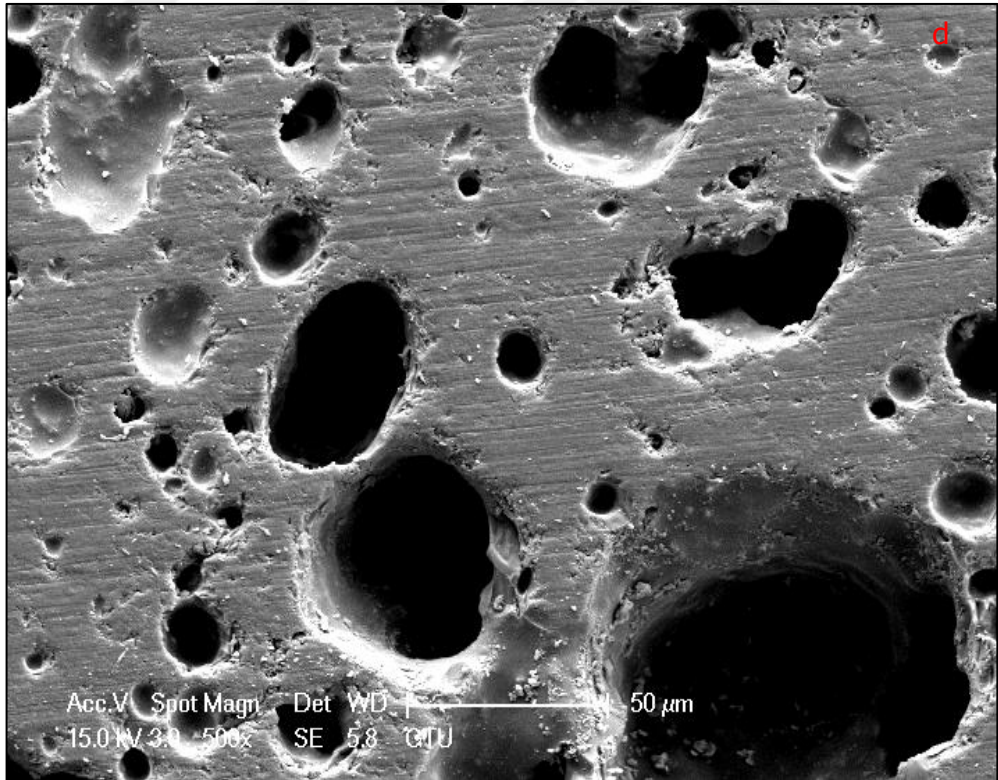
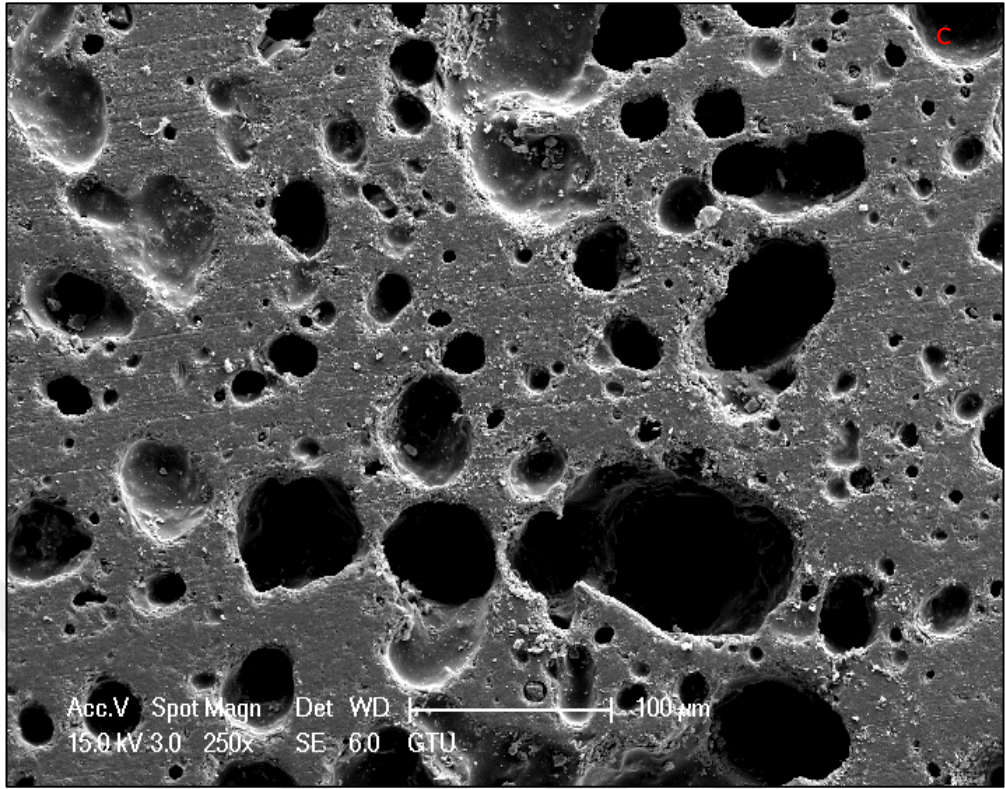


Şekil 4.18: Devam.

Son olarak Şekil 4.15'te yapısında %12 oranında gözenek oluřturucu ajan bulunduran, 1200 °C'de sinterlenen gözenek dađılımlarını sergileyen SEM mikroyapı fotođrafları görölmektedir. Bu görüntüleri incelendiđinde, yapısında daha az oranda gözenek oluřturucu ajan bulunduran numunelere kıyasla gözenek miktarının en üst seviyede olduđu gözlemlenmektedir. Bünyesinde %12 oranında gözenek yapıcı ajan bulunduran numunelerin ortalama gözenek boyutu yaklaşık olarak 94 µm'dir. Bünyeye eklenen gözenek oluřturucu ajan miktarının artmasıyla birlikte yapı içerisinde oluřan gözenekler birleřerek çok daha büyük gözenekler oluřturmuřlardır. Gözeneklerin aşırı büyümesi kapalı olan gözeneklerin yüzeyde patlayarak açık gözenek durumuna geçmelerine neden olmuřtur. Bu sebeple %12 oranında gözenek oluřturucu ajan içeren numunelerde su emme miktarında aşırı artış gözlemlenmektedir.



Şekil 4.19:%12 oranında gözenek yapıcı ajan içeren porselen stoneware bünyesinden üretilen ve 1200°C'de sinterlenen numunenin mikroyapısındaki gözeneklerin dağılımının farklı büyütme oranlarındaki görüntüleri a)65X, b)125X, c)250X ve d)500X.

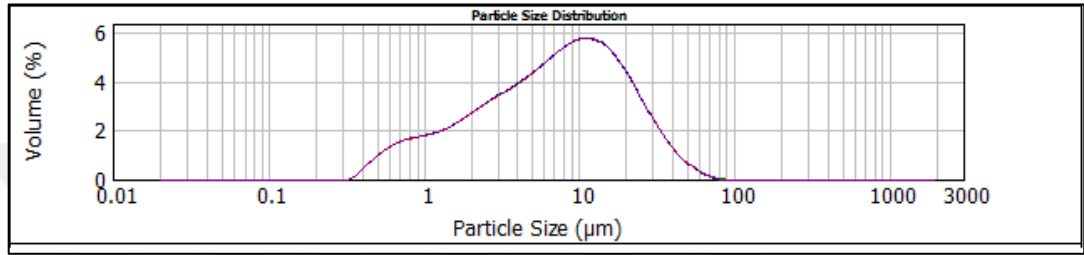


Şekil 4.20: Devam.

4.2. Pomza İeren Numune Sonuları

4.2.1. Tane Boyut Analizi

Gzenek ilavesine neden olup olmayacađı arařtırılacak pomza mineralinin tane boyut dađılımı lm gerekleřtirilmiřtir. Bu iřlem sonucunda elde edilen boyut analizi %hacim – paracık boyutu grafiđinde gsterilmektedir. (Őekil 4.16)



Őekil 4.21:Tane boyut analizi %hacim – paracık boyutu grafiđi.

4.2.2. Ktlesel Yođunluk

%15 oranında pomza ieren numunelerin yođunluk deđerleri Tablo 4.5'te verilmektedir. Bu tablo incelendiđinde 1175 C'de sinterlenen numunenin yođunluk deđerini 2,21 g/cm³, 1200 C'de sinterlenen numunenin yođunluk deđerinin 2,24 g/cm³ olduđu gzlemlenmektedir. Bu deđerler karřılařtırıldıđında sinterleme sıcaklıđının arttırılmasının numunelerin yođunluk miktarında artıř olmasına sebebiyet verdiđi grlmřtir.

Tablo 4.5:%15 Pomza İevesi İeren Numunenin Ktlesel Yođunluk Deđerleri.

Sıcaklık (C°)	Yođunluk (g/cm ³)
1175	2,21
1200	2,24

4.2.3. Su Emme Testi

Sinterlenen numunelerin yüzeylerindeki gözeneklerin kapanarak numunenin dış ortama karşın izole olmasının sağlanmasını engelleyen açık gözeneklerin miktarını öğrenebilmek için numunelere su emme testi uygulanmıştır. Tablo 4.6'da %15 oranında Pomza içeren ve 1175 °C'de ile 1200 °C'de sinterlenen numunelerin % su emme testi sonuçları verilmektedir. 1175°C'de sinterlenen numunenin su emme miktarı % 0,92 iken 1200 °C'de sinterlenen numunenin su emme miktarı % 0,50'dir. Bu sonuçlardan anlaşıldığı üzere sinterleme sıcaklığındaki artış sonucu % su emme değerinde düşüş gerçekleşmiştir.

Bu sonuçlar yoğunluk sonuçları ile karşılaştırılmıştır. Bu durumda yoğunluk miktarında sinterleme sıcaklığının artmasıyla yaşanan artış sonucu, bu artışa paralel olarak su emme yüzdesinde azalış olduğu gözlemlenmiştir.

Tablo 4.6:%15 Oranında Pomza İçeren ve 1175 °C'de ile 1200 °C'de Sinterlenen Numunelerin % Su Emme Testi Sonuçları.

Sıcaklık (C°)	Su emme (%)
1175	0,92
1200	0,50

4.2.4. Pişme Küçülmesi

Sinterlenen numunelerin boyutlarında meydana gelen değişimler; sinterleme sonrası boyutların ulaştığı değerin ölçülerek bu değerin sinterleme öncesindeki değer ile kıyaslanmasıyla hesaplanmıştır. Elde edilen boyutsal değişim değerleri; bünyeye ilave edilen %15 pomza oranına bağlı olarak farklı sinterleme sıcaklığında küçülme davranışı sergilemiştir ve elde edilen değerler Tablo 4.7'de verilmiştir.

Tablo 4.7:%15 Oranında Pomza İçeren ve 1175 °C’de ile 1200 °C’de Sinterlenen Numunelerin % Pişme Küçülmesi Sonuçları.

Sıcaklık (C°)	Pişme Küçülmesi (%)
1175	11,58
1200	11,45

Tablo 4.7 incelendiğinde%15 oranında pomza içeren ve 1175 °C’de sinterlenen numunenin % pişme küçülmesi oranın 11,58 değerinde bulunurken, 1200 °C’de sinterlenen numunede bu oran 11,45 değerindedir. Bu sonuçlardan da anlaşıldığı gibi sinterleme sıcaklığında yaşanan artış sonucunda bünyede gerçekleşen pişme küçülmesi oranındaki değişim miktarı -0,13 değerindedir. Bu sonuç sinterleme sıcaklığındaki değişimin pişme küçülmesi oranını çok etkilemediğini vermektedir.

4.2.5. Elastik Modül

Elastik modülü yapı rijitliğinin bir ölçüsüdür. Bir malzemenin Elastik modülü; yapısında bulunan gözeneklerin boyutundan, hacimsel miktarından ve yapı içerisindeki dağılımından önemli oranda etkilenir. Bu nedenle elastik modül ölçüm sonucu bu çalışma için önemlidir. Yapılan çalışmada malzemenin içerisinde ilave kapalı gözenek oluşturulması hedeflenmiştir. Elastik modül ölçümü ile elde edilecek elastik modülü değerleri ile yapı içinde oluşturulacak ilave gözenekler arasında ilişki kurulabilecektir. Daha öncesinde yapısında gözenek oluşturucu ajan bulunan numunelerin elastik modül ölçüm sonuçları gibi farklı sıcaklıklarda sinterlenen ve yapısına %15 oranında pomza ilave edilen numunelerin elastik modül sonuçlarında hesaplanmıştır.

Tablo 4.8:%15 Oranında Pomza İçeren ve 1175 °C’de ile 1200 °C’de Sinterlenen Numunelerin Elastik Modül Sonuçları.

Sıcaklık (C°)	Elastik Modül (GPa)
1175	328,07
1200	392,51

Tablo 4.8’de görüldüğü üzere yapısında %15 oranında pomza bulunan ve 1175 °C’de sinterlenen numunenin elastik modül değeri 328,07 GPa çıkarken 1200 °C’de sinterlenen numunede elastik modül değeri 392,51 GPa değerindedir. Sinterleme sıcaklığında yaşanan artışla beraber elastik modül değerinde de artış gözlemlenmiştir.

4.2.6. Eğme Mukavemeti

Sinterlenen bünyelerde gelişen gözeneklerin porselen granit bünyesinin mekanik davranışı üzerine etkisini gözlemlmek için %15 oranında pomza içeren ve 1175 °C ile 1200 °C sıcaklıklarında sinterlenen çubuk şeklindeki numuneler üç nokta eğme testine tabi tutulmuşlardır. Elde edilen üç nokta eğme mukavemet değerleri farklı sinterleme sıcaklıklarına göre mukavemet değerleri Tablo 4.9’da gösterilmektedir.

Tablo 4.9:% 15 Oranında Pomza İçeren ve 1175 °C’de ile 1200 °C’de Sinterlenen Numunelerin Eğme Mukavemeti Testi Sonuçları.

Sıcaklık (C°)	Eğme Mukavemeti (MPa)
1175	28,02
1200	26,24

%15 Pomza içeren ve 1175 °C’de sinterlenen numunenin üç nokta eğme testine göre mukavemet sonucu 28,02 MPa iken, 1200 °C’de sinterlenen numunenin mukavemet değeri 26,24 MPa’dır. Aynı oranda pomza ilavesi içeren numunenin farklı sinterleme sıcaklıklarında sinterlenen numunelerin mukavemet değerleri kıyaslandığında kayda değer bir farkın olmadığı gözlemlenmiştir. Elde edilen sonuçlar karşılaştırıldığında %15 pomza ilavesi sonucunda mukavemet değerlerinin, bünye içerisinde gözenek yapıcı ajan ilave edilen numunelere göre görece daha düşük olduğu gözlemlenmiştir.

5. GENEL SONUÇLAR

Bu çalışmanın amacı, porselen stoneware bünyesini inorganik bazlı gözenek yapıcı ajan ve pomza minerali kullanarak kapalı gözenek oluşturacak şekilde üreterek yapıya izolasyon özelliği kazandırmaktır.

Bu amaçla porselen stoneware bünyesine öncelikle gözenek yapıcı ajan ilavesiz bünye ile %3, %6, %9 ve %12 oranlarında inorganik bazlı gözenek yapıcı ajan eklenmiştir. Sonrasında elde edilen karışıma öğütme işlemi uygulanmıştır. Öğütme sonrasında bünye etüvde kurutulup granül haline getirilmiştir Mekanik preste şekillendirilen numuneler 1175 °C, 1200 °C ve 1225 °C sıcaklıklarında 0 saat boyunca sinterlenmiştir. Sinterlenen numunelerin sırasıyla yoğunluk, % su emme, % pişme küçülmesi gibi değerleri ölçülmüştür. Daha önce yapılan çalışmalar incelendiğinde bünyeye genel olarak %0-20 oranlarında gözenek yapıcı ajanlar eklenirken sinterleme sıcaklığı 1000 – 1300 °C olacak şekilde numuneler hazırlanmıştır [17]. Elde edilen sonuçlar incelendiğinde 1200 °C’de sinterlenen numunelerde elde edilen değerler istenilene daha yakın çıktığı için sonrasında yapılan testlerde sadece 1200 °C’de sinterlenen numuneler kullanılmıştır. Sonrasında yapılan testler elastik modül ve mukavemet değerleri ölçümüdür. Ardından XRD ve SEM analizleri yapılmıştır.

Yüksek yoğunluğa sahip porselen stoneware bünyesinde inorganik bazlı gözenek yapıcı ajan sayesinde kapalı gözenek seviyesi kolaylıkla kontrol edilebilmiştir. Kapalı gözenek oluşumuyla bünyeye eklenen inorganik bazlı gözenek yapıcı ajan miktarı arasında yakın bir ilişki gözlemlenmiştir.

Literatür çalışması boyunca porselen stoneware bünyesine PP, PMMA, nişasta, SiC ve grafit gibi birçok inorganik bazlı gözenek yapıcı ajan kullanıldığı görülmüştür [9], [12]-[15]. Elde edilen sonuçlar incelendiğinde kullanılan bu ajanların bünyede kapalı gözenek oluşturarak yapıya izolasyon özelliği kazandırdığı görülmüştür. Aynı şekilde yapılan bu çalışmada da kullanılan gözenek yapıcı ajan ve pomza minerali yapıya kapalı gözenek oluşturma özelliği kazandırmıştır.

Yoğunluk değeri inorganik bazlı gözenek yapıcı ajan eklemesiyle 2,3 g/cm³ değerinden ortalama olarak 1,2 g/cm³ değerine düştüğü görülmüştür. Su emme yüzdeleri kontrol edildiğinde inorganik bazlı gözenek yapıcı ajanın açık gözenek miktarını arttırmadığı gözlemlenmiştir. Mekanik mukavemet değerinin porselen

stoneware standartlarına göre inorganik bazlı gözenek yapıcı ajan miktarıyla düşüş gerçekleştirdiği gözlemlenmiştir. Ama morfoloji ve gözenek boyutunu kontrol ederek mekanik mukavemet değerinin porselen stoneware bünyesinin standartlarına çıkarılabileceği gözlemlenmiştir. P. Colomba ve arkadaşlarının yaptığı çalışmada 1200 °C sinterlenen numunelerin yoğunluğunun 1,7 g/cm³ olması için yapıya SiC ilavesi gerçekleştirilmiştir[18]. Yapılan bu çalışmada ise 1200°C sinterleme sıcaklığında yapıya %6 gözenek yapıcı ajan eklendiğinde yoğunluk 1,95 g/cm³ olarak ölçülmüştür. Bu da az miktarda gözenek yapıcı ajan ile istenilen değer üzerinde bir yoğunluk elde edildiğinin göstergesidir. SEM analizi sonuçları incelendiğinde yapı içerisine eklenen gözenek yapıcı ajan miktarının artmasıyla, bünyede oluşan gözenek miktarı ve boyutunda artış gözlemlenmiştir. Bu artış %9 gözenek yapıcı ajan ilavesine kadar kapalı gözenek oluşumuna yol açarken, gözenek yapıcı ajan miktarının artmasıyla yapıda açık gözenek miktarında artışa yol açmıştır. Bu durum su emme miktarını arttırdığı için istenilen bir durum değildir.

Yapılan çalışmada termal iletkenlik değerinin ölçümü yapılamamıştır. Fakat elde edilen yoğunluk değeri baz alınarak, literatürde hali hazırda yer alan termal iletkenlik dataları baz alınarak analiz edildiğinde inorganik bazlı gözenek yapıcı ajanın termal iletkenliğe etkisi tahmini hesaplanabilmektedir. 0,25 W/mK değerindeki termal iletkenlik değeri tahmini %5 inorganik bazlı ajanın eklenmesiyle elde edilebileceği düşünülmektedir [14].

Sonuç olarak %6 oranında inorganik bazlı gözenek yapıcı ajan ilavesiyle elde edilen porselen stoneware bünyesi yapıda kapalı gözenek oluşturarak termal iletkenlik değerini düşürüp, porselen stoneware bünyesinin izolasyon amaçlı kullanımına olanak sağladığı görülmüştür.

Ayrıca yapılan çalışmaya ek olarak, porselen stoneware bünyesine %15 oranında pomza ilavesi yapılarak bünye içerisindeki gözenek oluşumu kontrol edilmiştir. Elde edilen bünye 1175 °C ve 1200 °C sıcaklıklarında sinterlenmiştir. Sinterleme sonrasında numunelerin yoğunlukları ölçülmüştür, su emme değerleri kontrol edilmiştir. Pişme küçülmesi yüzdesi, elastik modül ve mukavemet değerleri kontrol edilmiştir. 1175 °C’de sinterlenen numunelerin yoğunluk değeri 2,21 g/cm³ iken 1200 °C’de sinterlenen numunenin yoğunluğu 2,24 g/cm³ ölçülmüştür. Elde edilen sonuçlar porselen stoneware bünyesinin standartlarına uygun değerler olduğu görülmüştür. 1175°C’de sinterlenen numunenin su emme miktarı 0,92 iken 1200 °C’de sinterlenen numunenin % 0,5’dir. 1200 °C’de elde edilen su emme miktarının

standartlara uygun olduđu gözlemlenmiştir. Ayrıca su emme değeriinde yüksek yüzdelerin elde edilmemesi bünyede kapalı gözenek oluşumunun gerçekleştiğini göstermiştir. Böylelikle yapılan çalışmada %15 pomza ilavesinin de termal iletkenliğe düşürücü etkisi sağlayacağı ve izolasyon amacıyla kullanılabileceği gözlemlenmiştir.



KAYNAKLAR

- [1] Gonon M., Sciamanna V., Nait-Ali B., (2015), ‘‘Mechanical properties and thermal conductivity of porous alumina ceramics obtained from particle stabilized foams’’, *Ceramics International*, 41 (2), 2599-2606.
- [2] Colombo P., Garca-Ten J., Saburit A., Bernardo E., (2012), ‘‘Development of lightweight porcelain stoneware tiles using foaming agents’’, *Journal of the European Ceramic Society*, 32 (4), 745-75.
- [3] Akbal F., (2005), ‘‘Adsorption of basic dyes from aqueous solution into pumice powder’’, *Journal of Colloid and Interface Science*, 286 (2), 455-458.
- [4] Elmastaş N., (2012), ‘‘A mine becoming increasingly important for economy of Turkey: Pumice’’, *The Journal of International Social Research*, 5 (23), 1307-9581.
- [5] ResGaz 1, (2018), Binalarda Enerji Performansı Yönetmeliđi, 5 Aralık 2018 tarih ve 27075 sayılı Resmi Gazete.
- [6] Arslan M., Aktaş M. A., (2018), ‘‘İnşaat Sektöründe Kullanılan Yalıtım Malzemelerinin Isı ve Ses Yalıtımı Açısından Deđerlendirilmesi’’, *Politeknik Dergisi*, 21 (2), 299-320.
- [7] Sanchez E., , Garcia-Ten J., Sanz V., Moreno A., (2010), ‘‘Porcelain Tile Almost 30 Years of Steady Scientific-Technological Evolution’’, *Ceramics International*, 36 (3), 831-845.
- [8] Rambaldi E., Pabst W., Gregorová E., Prete F., Chiara Bignozzi M., (2017), ‘‘Elastic properties of porous porcelain stoneware tiles’’, *Ceramics International*, 43 (1), 6919-6924.
- [9] Başkan Ö., (2016), ‘‘Granit Seramik Üretim Prosesinde Öğütme Öncesi Boyut Küçültmenin Enerji Tasarrufuna Katkısının Araştırılması’’, Yüksek Lisans Tezi, Eskişehir Osmangazi Üniversitesi.
- [10] Tangil S., (2012), ‘‘Anortit Esaslı Porselen Granit Bünyesine MgO İlavesinin Mekanik Özellikler Üzerine Etkisi’’, Yüksek Lisans Tezi, Gebze İleri teknoloji Enstitüsü.
- [11] Novais R. M., Seabra M. P., Labrincha J. A., (2014), ‘‘Ceramic tiles with controlled porosity and low thermal conductivity by using pore-forming agents’’, *Science Direct*, 40 (1), 11637-11648.
- [12] Souza M. T., Maia G. O., Teixeira L. B., Oliveira K. G., Teixeira H. B., (2017), ‘‘Glass foams produced from glass bottles and eggshell wastes’’, *Process Safety and Environmental Protection*, 11 (1), 60-64.

- [13] Badanoiu A., Abood Al Saadi T. H., Stoleriu S., Voicu G., (2015), "Preparation and characterization of foamed geopolymers from waste glass and red mud", *Construction and Building Materials*, 84 (1), 284-293.
- [14] Callister W. D., (2013), "Malzeme Bilimi ve Mühendisliği", 8. Baskı, Nobel.
- [15] Doğan F., Sarıkaya A., (2013), "Effect of various pore formers on the microstructural development of tape-cast porous ceramics", *Ceramics International*, 39 (1), 403-413.
- [16] Pabst W., Živcova Z., Gregorová E., (2007), "Porous alumina ceramics produced with lycopodium spores", *Academic Journal*, 42 (1), 8760-8764.
- [17] Wimuktiwan P., Rodchom M., Soongrasit K., Atong D., Vichaphund S., (2019), "Influence of the addition of pore foaming agent on mechanical and thermal properties of porcelain tiles", *Ceramics-Silikáty*, 64 (2), 164-171.
- [18] Colombo P., García-Tena J., Saburita A., Bernardo E., (2012), "Development of lightweight porcelain stoneware tiles using foaming agents", *Journal of the European Ceramic Society*, 32 (4), 745-752.
- [19] Rambaldi E., Pabst W., Gregorová E., Prete F., Chiara Bignozzi M., (2017), "Elastic properties of porous porcelain stoneware tiles", *Ceramics International*, 43 (1), 6919-6924.
- [20] Živcová Z., Gregorová E., Pabst W., Smith D. S., Michot A., Poulier C., (2009), "Thermal conductivity of porous alumina ceramics prepared using starch as a pore-forming agent", *Journal of the European Ceramic Society*, 29 (3), 347-353.
- [21] Xia X., Xiong H., Shui A., Huang M., Xiao S., Lin H., (2017), "Foaming inhibition of SiC-containing porcelain ceramics by using Si powders during sintering", *Journal of the European Ceramic Society*, 37 (15), 5044-5050.
- [22] Labrincha J.A., Novais R. M., Ascensão G., Seabra M.P., (2015), "Lightweight dense/porous PCM-ceramic tiles for indoor temperature control", *Energy and Buildings*, 108 (1), 205-214.
- [23] Koçyigit F., Kavak Akpınar E., Biçer Y., "Experimental and theoretical study for the determination of thermal conductivity of porous building material made with pumice and tragacanth", *Journal of Adhesion Science and Technology*, 30 (21), 2357-2365.
- [24] Gündüz L., Şapcı N., Davraz M., (2015), "Pomza Madenciliği, Endüstrisi ve Türkiye Açısından Önemi", *Türkiye 19. Uluslararası Madencilik Kongresi ve Fuarı*, İzmir – Türkiye, 9-12 Haziran.
- [25] Romero M., Martín-Márquez J., Rincón J., (2008), "Effect of firing temperature on sintering of porcelain stoneware tiles", *Ceramics International*, 34 (8), 1867-1873.

- [26] Höland W., Beall G. H., (2012), “Glass-Ceramic Technology”, 3th Edition, Wiley & Sons Inc.
- [27] NIIR Board of Consultants & Engineers, (2017), “The Complete Book on Glass and Ceramics Technology”, 2th Edition, Asia Pacific Business Press Inc.
- [28] Çengel Y. A., (2012), “Isı ve Kütle Transferi”, 1. Baskı, Palme Yayıncılık.
- [29] Bergman T. L., Lavine A. S., Incropera F. P., Dewitt D. P., (2014), “Fundamentals of Heat and Mass Transfer”, 1th Edition, Palme Publishing House.
- [30] Yaman Ö., Şengül Ö., Selçuk H., Çalikuş O., Kara İ., Erdem Ş., Özgür D., (2015), “Binalarda Isı Yalıtımı ve Isı Yalıtım Malzemeleri”, İMO Yapı Malzemeleri Komisyonu, 487, Nisan 2015.