

T.C.
YOZGAT BOZOK ÜNİVERSİTESİ
LİSANSÜSTÜ EĞİTİM ENSTİTÜSÜ
MAKİNE MÜHENDİSLİĞİ ANABİLİM DALI

YÜKSEK LİSANS TEZİ

YER VE DUVAR KAROSU ÜRETİMİNDE
DEFORMASYON VE SU EMME KRİTERLERİNE ETKİ
EDEN PARAMETRELERİN İNCELENMESİ

FEVZİ HAN

Tez Danışmanı

Prof. Dr. Hamza Kemal AKYILDIZ

YOZGAT-2022

T.C.
YOZGAT BOZOK ÜNİVERSİTESİ
LİSANSÜSTÜ EĞİTİM ENSTİTÜSÜ
MAKİNE MÜHENDİSLİĞİ ANA BİLİM DALI

YÜKSEK LİSANS TEZİ

**YER VE DUVAR KAROSU ÜRETİMİNDE DEFORMASYON
VE SU EMME KRİTERLERİNE ETKİ EDEN
PARAMETRELERİN İNCELENMESİ**

FEVZİ HAN

Tez Danışmanı

Prof. Dr. Hamza Kemal AKYILDIZ

YOZGAT-2022

Sevgili eřim ve biricik kızıma...



TEZ BEYANI

Tez yazım kurallarına uygun olarak hazırlanan bu tezin yazılmasında bilimsel ahlak kurallarına uyulduğunu, başkalarının eserlerinden yararlanılması durumunda bilimsel normlara uygun olarak atıfta bulunulduğunu, tezin içerdiği yenilik ve sonuçların başka bir yerden alınmadığını, kullanılan verilerde herhangi bir tahrifat yapılmadığını, tezin herhangi bir kısmının bu üniversite veya başka bir üniversitedeki başka bir tez çalışması olarak sunulmadığını beyan eder, aksi bir durumda aleyhime doğabilecek tüm hak kayıplarını kabullendiğimi beyan ederim.

Fevzi HAN

10/02/2022

ÖZET

YÜKSEK LİSANS TEZİ

YER VE DUVAR KAROSU ÜRETİMİNDE DEFORMASYON VE SU EMME KRİTERLERİNE ETKİ EDEN PARAMETRELERİN İNCELENMESİ

FEVZİ HAN

YOZGAT BOZOK ÜNİVERSİTESİ
LİSANSÜSTÜ EĞİTİM ENSTİTÜSÜ

MAKİNE MÜHENDİSLİĞİ ANABİLİM DALI
TEZ DANIŞMANI: Prof. Dr. HAMZA KEMAL AKYILDIZ

Yer ve duvar karo su üretim tesislerinde; üretim aşamaları, üretim de karşılaşılan deformasyon ve su emme problemleri deneysel verilerle anlatılmıştır. Tezin amacı, yer ve duvar karo su üretim yapan tesiste deformasyon ve su emme nedenlerini inceleyerek kalitesizliğin önüne geçmektir. Deformasyon karoda düzlemsel hatalar olup uygulama ve sonraki aşamalarda çok ciddi sorunlara neden olan istenmeyen bir durumdur. Su emme de karonun yararlı ömrünü azaltacak bir etmendir.

Deneyler iki kısımdan oluşmaktadır. Birinci kısımda deformasyon problemlerinin nedenleri araştırılmıştır. Deformasyon konusunda; masse, sır ve engop etkileşimleri incelenmiş, hammadde kimyasal analizleri ve reçete analizleri yapılmıştır. Sonuçta masse ile sır ve engobun termal genleşme uyumunun önemi tespit edilmiştir. Feldspat ilavesi bünyenin termal genleşme katsayısını düşürdüğü, feldspatlar termal genleşmeyi etkilediğinden boyutsal olarak deformeyi de etkilediği deney çalışmalarında tespit edilmiştir. İkinci kısımda su emme deneyleri yapılmıştır. Su emme deneylerinde karo bünyesindeki gözenegin ve ergitici hammaddelerin su emmeye etkisi araştırılmıştır. Sonuçta porlar hacmi ile su emmenin ters orantılı olduğu, ergitici hammaddenin su emmeyi düşürdüğü tespit edilmiştir. Fırınlama süresi arttıkça sinterleme (yani ısı ile taneciklerin katı olarak birbirleriyle kaynaşma işlemi) daha fazla olacağından porlar (granül taneleri arası boşluklar) arası mesafe pişirim süresi arttıkça azalmaktadır. Özetle; gözenekler azalmakta ve su emme değeri düşmektedir. Pres basıncının artması ile de karo bünyesi daha yoğun hale geleceğinden, yani taneler arası mesafe azalacağından su emme düşmektedir. Yapılan deneysel çalışmalarda, hacimsel yoğunluğun artması ile porların hacminin küçüldüğü tespit edilmiştir.

2022, Sayfa:180

ANAHTAR KELİMELEER: Seramik üretim, Deformasyon ve Su Emme Problemi

ABSTRACT

MASTER THESIS

INVESTIGATION OF PARAMETERS AFFECTING DEFORMATION AND WATER ABSORPTION CRITERIA IN FLOOR AND WALL TILE PRODUCTION

FEVZİ HAN

**YOZGAT BOZOK UNIVERSITY
SCHOOL OF GRADUATE STUDIES**

**DEPARTMENT OF MECHANICAL ENGINEERING
THESIS ADVISOR: Prof. Dr. HAMZA KEMAL AKYILDIZ**

In floor and wall tile production facilities; production stages, deformation and water absorption problems encountered in production are explained with experimental data. The aim of the thesis is to prevent poor quality by examining the causes of deformation and water absorption in the facility that produces floor and wall tiles. Deformation is planar faults in the tile and is an undesirable situation that causes very serious problems in the application and subsequent stages. Water absorption is also a factor that will reduce the useful life of the tile.

The experiments consist of two parts. In the first part, the causes of deformation problems are investigated. On deformation; masse, glaze and engob interactions were examined, raw material chemical analyzes and recipe analyzes were made. As a result, the importance of thermal expansion compatibility of masse with glaze and engob was determined. It has been determined in the experimental studies that the addition of feldspar reduces the thermal expansion coefficient of the body, and since feldspars affect the thermal expansion, it also affects the dimensional deformation. In the second part, water absorption experiments were carried out. In the water absorption experiments, the effect of the porosity in the tile and the melting raw materials on the water absorption was investigated. As a result, it has been determined that the pore volume and water absorption are inversely proportional, and the melting raw material reduces the water absorption. As the firing time increases, the distance between the pores (the spaces between the granules) decreases as the firing time increases, since the sintering (that is, the process of fusing the particles with each other as a solid with heat) will be more. In summary; the pores are reduced and the water absorption value decreases. With the increase of the press pressure, the tile body will become more dense, that is, the distance between the grains will decrease, and the water absorption decreases. In the experimental studies, it was determined that the volume of the pores decreased with the increase in volumetric density.

2022, Page:180

KEYWORDS: Ceramic production, Deformation and Water Absorption Problem

ÖNSÖZ

Yer ve duvar karosu üretim tesislerinde fire, yani kalitesizlik maliyetlerinin kök nedenlerini incelerken öncelikle işin başlangıcı olan hammadde konusuna değinilmiştir. Bu çalışmada deformasyon ve su emme problemlerinin çözümüne yönelik deneysel çalışmalar yapılmıştır. Çalışmanın amacı; üretim tesislerine deneysel verilerle destek olmak ve sanayiye çözüm önerileri sunarak fire kaynaklı kalitesizlik maliyet oranını düşürmektir. Çünkü yer ve duvar karosu üretim tesisleri özellikle; doğalgaz, elektrik ve su gibi doğal kaynakları devamlı olarak kullanmakta ve herhangi kalitesizlik veya duruş yaşandığında üretim için gereken bu girdileri durdurma, kapatma şansı bulunmamaktadır. Yani fire nedenini çözmeye çalışırken fırında doğalgaz yanmaya devam etmekte, fırın fanları elektrik tüketmeye devam etmektedir bu yüzden diğer üretim sektörlerinde olduğu gibi bu sektörde de zaman en değerli etkidir.

Özellikle tez seçimi konusunda; ‘‘Sanayiye katkısı olsun.’’ mantığı ile yola çıkarak, bu yönde bir konu seçmeme liderlik eden, üretim tesisimize ve bana katkısı olan bir tez çalışmasına onay veren ve değerli bilgilerinden istifade ettiğim Sn. Hocam Prof. Dr. Hamza Kemal Akyıldız’a, yüksek lisans eğitimim süresince her türlü desteği ve teşviki veren, üretim süreçlerinde değerli bilgilerini bana aktaran, Kaleseramik A.Ş. Yozgat Fabrika Müdürümüz Sn. Gürsel Olgaç’a, deney aşamasında bilgilerini paylaşan ARGE Müdürümüz Sn. Erdiñ Türk’e, ARGE Uzmanımız Sn. Ahmet Vural ve ARGE Uzmanımız Sn. Cem Kayalıdağ’a ve burada adını yazamadığım tüm üretim takım arkadaşlarıma sonsuz teşekkürlerimi sunarım.

Fevzi HAN

10/02/2022

İÇİNDEKİLER

Sayfa

Tez Onay Sayfası.....	ii
Tez Beyanı.....	iii
Özet.....	iv
Abstract.....	v
Önsöz.....	vi
İçindekiler.....	vii
Tablolar Listesi.....	xiii
Şekiller Listesi.....	xv
Resimler Listesi.....	xvii
Denklemler Listesi.....	xix
Singeler ve Kısaltmalar.....	xx
GİRİŞ.....	1

BİRİNCİ BÖLÜM SERAMİK HAMMADDELERİ

1.SERAMİK HAMMADDELERİ.....	2
1.1. KİLLER	2
1.1.1. Kaolinit	3
1.1.2. Montmorillonit.....	4
1.1.3. İllit.....	4
1.1.4. Klorit	4
1.2. ERGİTİCİ MALZEMELER (Feldspatlar).....	4
1.3. KUVARS ve SİLİS KUMU	5
1.4. YARDIMCI HAMMADDELER	7
1.4.1. Mermer (CaCO_3)	7
1.4.2. Wollastonit (CaSiO_3)	7
1.4.3. Manyezit (MgCO_3)	7

1.4.4. Dolomit ($\text{CaMg}(\text{CO}_3)_2$)	7
---	---

İKİNCİ BÖLÜM

SERAMİK HAMMADDE ANALİZLERİ ve ÜRETİM ANALİZLERİ

2.SERAMİK HAMMADDE ANALİZLERİ ve ÜRETİM ANALİZLERİ	8
2.1. KİMYASAL ANALİZLER	8
2.1.1. X–Işınları Floresans Analizi (XRF)	8
2.1.2. Absorpsiyon Spektroskopisi (AAS-GFAAS)	9
2.1.3. Atomik Emisyon Spektroskopisi (ICP-AES)	9
2.2. MİNERALOGİK (KRİSTALOGRAFİK) ANALİZ	10
2.2.1. X–Işınları Kırınım (difraksiyon) Analizleri (XRD).....	10
2.2.2. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) ve Enerji Saçınım Spektrometresi (EDS) Analizleri.....	10
2.3. TERMAL ANALİZLER.....	11
2.3.1. Dilatometre	11
2.3.2. Termogravimetrik Analiz (TGA)	12
2.3.3. Diferansiyel Termal Analiz (DTA)	12
2.3.4. Diferansiyel Taramalı Kalorimetre (DSC)	12
2.3.5. Isı Mikroskobu.....	12
2.4. FİZİKSEL ANALİZLER.....	13
2.4.1. Tane Boyut Dağılımı Önemi ve Ölçümü.....	13
2.4.2. Elek Analizi.....	15
2.4.3. Rutubet Tayini.....	15
2.4.4. Su Emme.....	16
2.4.5. Kenar Düzgünlüğü, Gönyeden Sapma ve Yüzey Düzgünlüğü Ölçümü....	17
2.4.6. Mukavemet Ölçümü.....	19
2.4.7. Presleme Sonrası Genleşme (%)	20
2.4.8. Preslenmiş Karonun Eğilme Dayanım Mukavemeti (MOR).....	20
2.4.9. Kuruma Boyut Değişimi (Genellikle Küçülme) (%)	20
2.4.10. Ateş Zayılatı (%)	21

2.4.11. Pişme Boyut Değişimi (Genellikle Küçülme) (%)	21
---	----

ÜÇÜNCÜ BÖLÜM

YER VE DUVAR KAROSU ÜRETİM SÜREÇLERİ

3. YER VE DUVAR KAROSU ÜRETİM SÜREÇLERİ.....	23
3.1. ÖĞÜTME VE ÇAMUR HAZIRLAMA	25
3.1.1.Öğütme Mekanizması	25
3.1.2.Yaş ve Kuru Öğütme.....	26
3.1.3.Sürekli ve Süreksiz Yaş Öğütme Teknolojileri	27
3.1.3.1. Değirmen Kritik Hızı.....	27
3.1.3.2. Öğütücü Bilye (Taşlar).....	29
3.1.3.3. Öğütücü Malzemelerin Yüklenmesi	30
3.1.4. Çamur Reolojisi ve Reolojik Katkı Maddeleri.....	31
3.1.5. Öğütme ve Çamur Hazırlama Süreç Kontrolleri ve Parametreleri.....	31
3.1.5.1. Tane Boyut Dağılımı (% bakiye)	31
3.1.5.2. Yoğunluk ve Su İçeriği (%)	32
3.1.5.3. Viskozite (ve Tiksotropi)	33
3.2. PÜSKÜRTMELİ KURUTMA.....	34
3.2.1. Temel çalışma prensipleri.....	34
3.2.2. Granül Oluşum Mekanizması ve Formülasyon Dinamikleri.....	37
3.2.3. Tanenin Morfolojisi ve Tozların Tane Boyut Dağılımı.....	39
3.2.3.1. Tane Boyutu.....	39
3.2.3.2. Toz Akışkanlığı.....	39
3.3. PRESLEME (ŞEKİLENDİRME) TEKNOLOJİSİ.....	40
3.3.1. Hidrolik Presler.....	40
3.3.2. Presleme Zinciri.....	41
3.3.3. Preslemede Kullanılan Seramik Tozlarının Karakteristikleri.....	42
3.3.4. Toz Akışkanlığı ve Tane Boyut Dağılımı.....	44
3.3.5. Toz Parametrelerindeki Değişimlerin Fonksiyonu Olarak Hacimsel Yoğunluk, Sıkıştırılmış Yoğunluk ve Hausner İndeksi.....	45

3.3.6. Preslenmiş Malzemenin Hacimsel Yoğunluğu ve Yaş Eğilime Dayanım Mukavemeti Arasındaki ilişkiler	47
3.3.7. Seramik Tozların Fırınlama Performansında Şekillendirme Basıncının Etkileri.....	47
3.3.8. Porozite ve Fırınlanmış Karonun Eğilime Dayanım Mukavemeti.....	50
3.3.9. Şekillendirme Üretim Parametreleri.....	51
3.4. KURUTMA.....	52
3.4.1. Seramik İçin Konvansiyonel Sıcak Hava Kurutucuları.....	52
3.4.2. Teknolojik Hususlar.....	53
3.4.3. Kurutma Temel Kavramlar.....	53
3.4.4. Bünye Reçetelerinde Dikkate Alınması Gereken Başlıca Parametreler...	56
3.4.5. Kil, Kuvars ve Feldspatin Kurutmaya Etkisi.....	56
3.4.6. Dikey Kurutucular.....	56
3.4.7. Kurutma Döngüsü ve Karo Kalınlığı/Boyutu Arasındaki İlişki.....	58
3.5. SİRLAMA.....	59
3.5.1. Frit ve Sır Hazırlama.....	59
3.5.2. Frit ve Sır Öğütme.....	60
3.5.3. Reolojik İlaveler.....	60
3.5.3.1. Askıda (Süspansiyonda) Tutma Elemanları.....	60
3.5.3.2. Bentonit.....	61
3.5.3.3. Islatma Elemanları.....	61
3.5.3.4. Köpük Kontrol Elemanları.....	61
3.5.3.5. Sır Sabitleyiciler.....	61
3.5.4. Sır Reolojisi ve Ölçüm Yöntemleri.....	61
3.5.5. Sır Uygulama Yöntemleri.....	62
3.5.5.1. Daldırma	62
3.5.5.2. Akıtma	63
3.5.5.3. Püskürtme	64
3.5.6. Sır-Bünye Uyumu.....	64
3.5.7. Sır Çatlağına Karşı Alınabilecek Önlemler.....	65
3.5.8. Sır Kavlamasına Karşı Alınabilecek Önlemler.....	65
3.5.9. Sır Toplanması.....	66
3.5.10. Sırlama Üretim Parametreleri.....	66
3.6. PİŞİRİM TEKNOLOJİSİ.....	67

3.6.1. Pişirim Esnasında Meydana Gelen Dönüşümler.....	67
3.6.2. Pişirim Çevrimi.....	73
3.6.3. Sinterlemenin Üretimdeki Rolü ve Önemi.....	74
3.6.4. Tane Boyut Değişiminin Yoğunlaşma Üzerine Etkisi.....	75
3.6.5. Sinterleme Parametrelerin Değiştirilmesi ve Bu Parametrelerin Leke Dayanımına Etkisinin İncelenmesi.....	75
3.6.6. Tek Pişirim Fırın sistemi.....	77
3.6.6.1. Fırınlama Öncesi.....	78
3.6.6.2. Isıtma Öncesi.....	78
3.6.6.3. Fırınlama.....	78
3.6.6.4. Hızlı Soğutma.....	79
3.6.6.5. Yavaş soğutma	79
3.6.6.6. Son Soğutma.....	79

DÖRDÜNCÜ BÖLÜM

YER VE DUVAR KAROSU ÜRETİM HATALARI

4. YER VE DUVAR KAROSU ÜRETİM HATALARI.....	81
4.1. DEFORMASYON HATALARI (DÜZLEMSEL HATALAR)	81
4.1.1. Karo Köşelerinin Aşağı Düşmesi.....	82
4.1.2. Karo Köşelerinin Yukarı Kalkması.....	82
4.1.3. Konvekslik (Dış bükey)	82
4.1.3.1. Konvekslik (Dış bükey) Hatasını Hızlı Soğutma Bölgesinde Ayarlama	83
4.1.3.2. Konvekslik (Dış bükey) Hatasını Pişme Bölgesinde Ayarlama.....	83
4.1.4. Konkavlık (İç bükey)	85
4.1.4.1. Konkavlık (İç bükey) Pişme Bölgesinin Başında Ayarlama.....	86
4.1.4.2. Konkavlık (İç bükey) Pişme Bölgesinin Sonunda Ayarlama.....	87
4.1.4.3. Konkavlık (İç bükey) Hızlı Soğutma Bölgesinde Ayarlama.....	87
4.1.5. Rulo Etkisi.....	87
4.1.6. Priest Hat.....	89
4.1.7. Asimetrik Deformasyon ya da Eğrilik.....	89
4.1.8. Konveks Düzlemsellik (Tek Pişirim)	90
4.1.8.1. Konveks Düzlemsellik Ön Isıtmada Ayarlama.....	91
4.1.8.2. Konveks Düzlemsellik Pişme Bölgesinde Ayarlama.....	91

4.1.8.3. Konveks Düzlemsellik Pişme Bölgesinin Sonunda Ayarlama.....	92
4.2. HAMMADDELERLE BAĞLANTILI HATALAR.....	93
4.2.1. Kalsit Kaynaklı Delik.....	93
4.2.2. Organik Madde.....	94
4.2.3. Aşırı Serbest Kuvars.....	94
4.2.4. Sır Küçülmesi.....	94
4.2.5. Sır Üzerindeki İğne Delikleri	95
4.2.6. Tuzlar.....	96
4.2.7. Çöküntüler (gamzeler)	96
4.2.8. Kükürt Kaynaklı Hatalar.....	96
4.2.9. Gaz Çıkışı.....	96

BEŞİNCİ BÖLÜM

DENEYSEL ÇALIŞMALAR

5.1. DEFORMASYON DENEYLERİ.....	97
5.1.1. Masse (Granülü), Sır ve Engobun Deformasyona Etkisinin İncelenmesi.	98
5.1.2. Frit Analizleri ve Deformasyona Etkisinin İncelenmesi.....	102
5.1.3. Sır ve Engop Hammaddelerinin Deformasyona Etkisinin İncelenmesi....	108
5.1.4. Sır ve Engop Reçetelerinin Deformasyona Etkisinin İncelenmesi.....	107
5.1.5. Hammadde Değişimlerinin Deformasyona Etkisinin İncelenmesi.....	111
5.1.6. Masse Değişimlerinin Deformasyona Etkisinin İncelenmesi.....	119
5.1.7. Deformasyon Deney Çalışmalarının Genel Sonuçları.....	124
5.2. SU EMME DENEYLERİ.....	125
5.2.1. Fırın Süre Değişimlerinin Su Emmeye Etkisinin İncelenmesi.....	126
5.2.2. Pres Basınç Değişimlerinin; Kırılma Yüküne, Kırılma Dayanımına, Eğilme Dayanımına ve Su Emmeye Etkisinin İncelenmesi.....	129
5.2.3. Masse Hammadde ve Reçetelerinin Su Emmeye Etkisinin İncelenmesi...	137
5.2.4. Zenginleştirmiş Feldspatın Su Emmeye Etkisinin İncelenmesi.....	144
5.2.5. Su emme Deneyleri Genel Sonuçları.....	149
6. SONUÇLAR.....	150
7. KAYNAKLAR.....	153
8. EKLER.....	160
9. ÖZGEÇMİŞ	

TABLÖLAR LİSTESİ

Tablo

Tablo 2.1. Mukavemet Ölçüm Tablosu	19
Tablo 3.1. Şekillendirme 24 Saatlik Üretim Parametreleri	51
Tablo 3.2. Sırlama 24 Saatlik Üretim Parametreleri	66
Tablo 3.3. Pişirim 24 Saatlik Üretim Parametreleri	80
Tablo 5.1. Duvar Karosu Çalışma Kriterleri	99
Tablo 5.2. Duvar Karosu Çalışma Kriterleri Devamı.....	99
Tablo 5.3. Fritlerin Fiili ve Standart Termal Genleşme Değerleri	103
Tablo 5.4. Lineer Genleşme Örneği	104
Tablo 5.5. Kaolin Analiz Sonuçları 1	105
Tablo 5.6. Kaolin Analiz Sonuçları 2	106
Tablo 5.7. Kil Analiz Sonuçları.....	106
Tablo 5.8. Wollastonit (CaSiO_3) Analiz Sonuçları	107
Tablo 5.9. Sır Reçetesi İçindeki Frit ve Çinko Oksit Karşılaştırması	108
Tablo 5.10. Sırların Ölçülen Lineer Termal Genleşme, Kimyasal Analiz ve Tane Boyu Dağılımı	110
Tablo 5.11. Sırların Ölçülen Lineer Termal Genleşme, Kimyasal Analiz ve Tane Boyu Dağılımı (Devamı)	110
Tablo 5.12. Kaleseramik Hammadde Analiz Takip Formu	111
Tablo 5.13. Kil Hammadde Analizi	113
Tablo 5.14. 28.08.2020 Tarihli Hammadde Analizi	114
Tablo 5.15. 14.09.2020 Tarihli Hammadde Analizi	115
Tablo 5.16. 16.09.2020 Tarihli Hammadde Analizi	116
Tablo 5.17. Kaolin, Feldspat ve Killerin Küçülme ve Su Emme Değerleri	117
Tablo 5.18. Kaolin, Feldspat ve Killerin Küçülme Değerleri.....	118
Tablo 5.19. Masse Kriterleri	119
Tablo 5.20. Tablet Denemeleri Tablosu	121
Tablo 5.21. Masse Kimyasal Analizleri, Elek Analiz ve Pişme Özellikleri	122
Tablo 5.22. Üretim Termal Genleşme ve Rutubet Genleşmesi Değerleri.....	122
Tablo 5.23. 38 Dakika Fırın Süresi için Su emme Değerleri	126
Tablo 5.24. 40 Dakika Fırın Süresi için Su emme Değerleri	126

Tablo 5.25. 42 Dakika Fırın Süresi için Su emme Değerleri	127
Tablo 5.26. 38, 40 ve 42 Dakika Fırın Süreleri İçin Su Emme Değerleri.....	127
Tablo 5.27. 280 Bar için Kırılma Yüğü(N), Kırılma Dayanımı (S) Newton, Eğilme Dayanımı (N/mm ²), %Su Emme Değerleri Sonucu	130
Tablo 5.28. 290 Bar için Kırılma Yüğü(N), Kırılma Dayanımı (S) Newton, Eğilme Dayanımı (N/mm ²), %Su Emme Değerleri Sonucu	130
Tablo 5.29. 300 Bar için Kırılma Yüğü(N), Kırılma Dayanımı (S) Newton, Eğilme Dayanımı (N/mm ²), %Su Emme Değerleri Sonucu	131
Tablo 5.30. 310 Bar için Kırılma Yüğü(N), Kırılma Dayanımı (S) Newton, Eğilme Dayanımı (N/mm ²), %Su Emme Değerleri Sonucu	131
Tablo 5.31. 320 Bar için Kırılma Yüğü(N), Kırılma Dayanımı (S) Newton, Eğilme Dayanımı (N/mm ²), %Su Emme Değerleri Sonucu	132
Tablo 5.32. 325 Bar için Kırılma Yüğü(N), Kırılma Dayanımı (S) Newton, Eğilme Dayanımı (N/mm ²), %Su Emme Değerleri Sonucu	132
Tablo 5.33. 280, 290, 300, 310, 320, 325 Bar için; Kırılma Yüğü (N), Kırılma Dayanımı (N), Eğilme Dayanımı (N/mm ²), % Su Emme Ortalama Değer	133
Tablo 5.34. Su Emme Değeri Yüksek Durumu	138
Tablo 5.35. Hammadde Kimyasal Analizleri (Su Emme Yüksek Durumu) ...	138
Tablo 5.36. Masse Reçeteleri Kimyasal Analizi (Su Emme Yüksek Durumu). ...	138
Tablo 5.37. Seger Kimyasal Analiz Sonuçları (Su Emme Yüksek Durumu) ...	139
Tablo 5.38. Su Emme Değeri Düşük Durumu.....	139
Tablo 5.39. Hammadde Kimyasal Analizleri (Su Emme Düşük Durumu)	139
Tablo 5.40. Masse Reçeteleri Kimyasal Analizi (Su Emme Düşük Durumu) ...	140
Tablo 5.41. Seger Kimyasal Analiz Sonuçları (Su Emme Düşük Durumu)	140
Tablo 5.42. Tablet Analiz	141
Tablo 5.43. 637 Hammadde İlavesi	145
Tablo 5.44. Flote 637'nin 1166 °C Fırın Sıcaklığı ve 300 Bar Pres Basıncı	145
Tablo 5.45. Flote 637'nin 1173 °C Fırın Sıcaklığı ve 335 Bar Pres Basıncı	146
Tablo 5.46. Çalışan Üretim 1166 °C Fırın Sıcaklığı ve 300 Bar Pres Basıncı ...	147
Tablo 5.47. Çalışan Üretim 1173 °C Fırın Sıcaklığı ve 335 Bar Pres Basıncı ...	147

ŞEKİLLER LİSTESİ

Sekil

Şekil 2.1. XRF Çalışma Prensibi.....	9
Şekil 2.2. Farklı Tipteki Poroziteler	13
Şekil 3.1. Değirmen Kritik Hızı	28
Şekil 3.2. Değirmen Doluluk Oranın Öğütme Zamanına Etkisi	30
Sekil 3.3. Püskürtmeli Kurutma Sisteminin Ana Parçaları ve Cihazlar.....	35
Sekil 3.4. Püskürtmeli Kurutma Sisteminin Kesit Görünümü	36
Sekil 3.5. Püskürtmeli Kurutulmuş Tozun Akış Hızının Nem İçeriğine Karşı Değişimleri	44
Sekil 3.6. Spesifik Çaptaki Püskürtmeli Kurutulmuş ve Granüle Edilmiş Tozların Akışkanlığındaki Değişimler.....	45
Sekil 3.7. Püskürtmeli kurutulmuş tozlar için nem içeriğinin fonksiyonu olarak Hacimsel yoğunluk, sıkıştırılmış ve Hausner indeksi değişimleri	46
Sekil 3.8. Püskürtmeli kurutulmuş tozdaki tane boyutundaki değişimlerin Hacimsel yoğunluk, sıkıştırılmış yoğunluk ve akışkanlığa etkileri	46
Şekil 3.9. Nem İçeriği ve Yas Kırılma Yüğü Arasındaki İlişki	47
Şekil 3.10. Farklı Hacimsel Yoğunluklara Sahip Vitrikiye Olabilen Bünyeler İçin Vitrifikasyon Eğrileri	48
Şekil 3.11. Fırınlanmamış hacimsel yoğunluk ve çizgisel küçülme	49
Şekil 3.12. Üç Malzeme Tipi İçin Şekillendirme Basıncının Fonksiyonu Olarak Fırınlanmış Karoların Kırılma Yükleri	50
Şekil 3.13. Sinterleme Esnasında Oluşan Dönüşümler ve Reaksiyonlar	69
Şekil 3.14. Isıtma Hızının ve Fırın Atmosferinin Değiştirilmesi	76
Şekil 3.15. Isıtma Hızı ve Toplam Porozite Arasındaki İlişki	77
Sekil 3.16. Vitrikiye Olan Malzemenin Fırınlama Eğrisi	77
Şekil 4.1. Karo Köşesinin Aşağı Deformasyonu	82
Şekil 4.2. Karo Köşelerinin Yukarı Deformasyonu	82
Şekil 4.3. Konvekslik (Dış bükey)	83
Şekil 4.4. Konveks Karoda Karo Altı ve Üstü Sıcaklık Farkı	84
Şekil 4.5. Konveks Karo Kenarının Ruloya Yaslaması	84

Şekil 4.6. Konveks Karonun Yer Çekimi Etkisi ile Düzilmesi	84
Şekil 4.7. Pişmeye Sonrası Konveks Karo, İç Bükey Hale Gelmesi	85
Şekil 4.8. Aşırı Pişme Sonrası Kulak Oluşması	85
Şekil 4.9. Konkav Karo	85
Şekil 4.10. Konkav Karo Oluşması	86
Şekil 4.11. Konkav Karo Rulo Ya Yaslanma Durumu	86
Şekil 4.12. Konkav Karonun Konveks Hale Gelmesi	86
Şekil 4.13. Rulo Etkisi Deformasyonu 1	87
Şekil 4.14. Rulo Etkisi Deformasyon 2	87
Şekil 4.15. Pişme Bölgesinde Rulo Altı Sıcaklığının Yüksek Olması	88
Şekil 4.16. Rulo Etkisi Kulak Yapması	88
Şekil 4.17. Priest Hat	89
Şekil 4.18. Asimetrik Deformasyon	89
Şekil 4.19. Genleşmenin Pişirim Eğrisine Göre Değişimi	91
Şekil 4.20. Pişme Bölgesinde Genleşme Eğrisi	92
Şekil 5.1. 38, 40 ve 42 Dakika Fırın Süreleri İçin Su Emme Değerleri	127
Şekil 5.2. Kırılma Yükünün Basınca Göre Değişimi	134
Şekil 5.3. Kırılma Dayanımının Basınca Göre Değişimi	134
Şekil 5.4. Eğilme Dayanımının Basınca Göre Değişimi	135
Şekil 5.5. Su Emmenin Basınca Göre Değişimi	135

RESİMLER LİSTESİ

Resim

Resim 1.2. Kuvars	6
Resim 1.3. Silis Kumu	6
Resim 2.1. Elek Cihazı	15
Resim 2.2. Rutubet Cihazı	16
Resim 2.3. Vakumlu Su Emme Cihazı	17
Resim 2.4. Pulkometre Cihaz Şeması	18
Resim 2.5. Pulkometre Cihazı	18
Resim 2.6. Mukavemet Cihazı	19
Resim 3.1. Yer ve Duvar Karosu Üretim Süreci	24
Resim 3.2. Çamur Öğütme Değirmeni	25
Resim 3.3. Alümina Öğütme Taşları	29
Resim 3.4. Püskürtmeli Kurutucu Makine Paneli	34
Resim 3.5. Püskürtmeli Kurutucu ve Çıkış Nozulu	35
Resim 3.6. Masse Granülü Büyültülmüş Resmi	38
Resim 3.7. Granül Görüntüleri Elektron Mikroskobu	40
Resim 3.8. Hidrolik Pres	41
Resim 3.9. Kurutma Başlamadan Önce	55
Resim 3.10. Yüzey Suyu Buharlaştıktan Sonra	55
Resim 3.11. İkinci Kuruma Aşamasından Sonra	55
Resim 3.12. Kurutma Son Aşama	55
Resim 3.13. Dikey Kurutucu	57
Resim 3.14. Dikey Kurutucu Dönüş Şeması	57
Resim 3.15. Frit	59
Resim 3.16. Viskozimetre (Ford cup-ağdalık ölçer)	62
Resim 3.17. Kampanada Sır Akıtma ve Sırlama	63
Resim 3.18. Püskürtme Yöntemi	64
Resim 3.19. Sır Çatlağı	65
Resim 3.20. 50 °C / dakika Isıtma Hızında Porozite Görüntüleri	76

Resim 3.21. Sinterlemenin Gerçekleştiği Tünel Fırının Şematik Gösterimi	80
Resim 4.1. İri Tanelerden Kaynaklı Yüzey Hatası, Fırınlama Sırasında Gaz....	93
Resim 4.2. Sır ve Bünye Termal Genleşme Farkı Kaynaklı Çatlak Problemi ...	95
Resim 5.1. Bisküvi, Engop ve Sır Uygulamalı Deney Verileri	99
Resim 5.2. 22.07.2020 ile 22.09.2021 Tarihli Karonun Deformasyon Farkı	102
Resim 5.3. Tablet Denemeleri	120
Resim 5.4. Tablet 8.11.2019	141
Resim 5.5. Tablet 17.12.2019	141



DENKLEMLER LİSTESİ

Denklem

Denklem 2.1. Termal Genleşme Katsayısı.....	11
Denklem 2.2. Nem içeriği (%)	15
Denklem 2.3. Su Emme Tayini	17
Denklem 2.4. Presleme sonrası genleşme (%)	20
Denklem 2.5. Preslenmiş Karonun Eğilme Dayanım Mukavemeti	20
Denklem 2.6. Kuruma Boyut Değişimi (%)	21
Denklem 2.7. Ateş Zayılatı (%)	21
Denklem 2.8. Pişme Boyut Değişimi (%)	21
Denklem 3.1. Merkez Kaç Kuvveti	28
Denklem 3.2. Değirmen Kritik Hızı	29
Denklem 3.3. Litredeki Katı Madde Miktarı	32
Denklem 3.4. Viskozite Eşitliği	33
Denklem 3.5. Hausner İndeksi	42
Denklem 3.6. Hacim Yoğunluğu	43
Denklem 3.7. Toplam Porozite	43
Denklem 3.8. Karo Kalınlığı/Boyutu Arasındaki İlişki	58
Denklem 3.9. Tane Boyutu ve Yoğunlaşma ilişkisi	75

SİMGELER VE KISALTMALAR

Bu çalışmada kullanılmış simgeler ve kısaltmalar, açıklamaları ile aşağıda sunulmuştur.

Simgeler	Açıklamalar
m^2	: Metrekare
mm	: Milimetre
m^3	: Metreküp
N	: Newton
$g (m/sn^2)$	: Yerçekimi ivmesi
N/mm^2	: Eğilme Dayanımı
$Nd (d/dk)$	: Değirmen Kritik Hızı
Kz	: Ateş Zayiatı (%)
BS	: Eğilme dayanım mukavemeti (N/mm^2)
F	: Sıvıya uygulanan güç (N)
S	: Uygulama yüzey alanı (m^2)
X	: Sıvının kalınlığı (m)
η	: Viskozite ($Ns/m^2 = Pa s$)
cP	: 1 centiPoise: 1 milli Pascal saniye (mPa s)
F	: Deformasyon kuvveti (Kg)
S	: Yüzey Alanı (cm^2)
P	: Yağ Basıncı (Kg/cm^2)
P_0	: Yağ basıncı Kg/cm^2
Dv	: Sıkıştırılmış yoğunluk (g/cm^3)
Da	: Tozun hacim yoğunluğu (g/cm^3)
Teo	: Kurutma zamanı (dakika)
S	: Toplam kalınlık (mm)
Lm	: En uzun kenar (mm)

Kısaltmalar	Açıklama
XRF	: X-Işınları Floresans Analizi
AAS-GFAAS	: Absorpsiyon Spektroskopisi
ICP-AES	: Atomik Emisyon Spektroskopisi
SEM	: Taramalı Elektron Mikroskobu
EDS	: Enerji Saçınım Spektrometresi
TGA	: Termogravimetrik Analiz
DTA	: Diferansiyel Termal Analiz
DSC	: Diferansiyel Taramalı Kalorimetre
TMA	: Termo Mekanik Analiz veya Dilatometre
EGA	: Geliştirilmiş Gaz Analizi

GİRİŞ

Tüm üretim sektörlerinde olduğu gibi seramik üretim sektöründe de fire yani hatalı üretim istenmeyen bir durumdur. Bu tezin amacı; yer ve duvar karosu üretiminde fire nedenlerinden olan deformasyon ve su emme problemlerinin kök nedenlerini inceleyerek ilgili problemler konusunda çözüm önerilerini ortaya koymaktır. Bu kapsamda deformasyon ve su emme problemlerine yönelik deneysel çalışmalar yapılmıştır. Bu tezde, yer ve duvar karosu üretim hammaddeleri, üretim analizleri, üretim parametreleri ve yer ve duvar karolarında deformasyon ve su emme problemlerinin deneysel çalışmaları yapılmıştır.

Deneyler iki kısımdan oluşmaktadır. Birinci kısımda deformasyon problemlerinin nedenleri araştırılmıştır. Deformasyon konusunda; masse, sır ve engop etkileşimleri incelenmiş, hammadde kimyasal analizleri ve reçete analizleri yapılmıştır. İkinci kısımda da su emme deneyleri olarak; pres basınç değişimleri, fırın süre ve sıcaklık değişimleri ile hammadde reçete deneyleri yapılmıştır. Deformasyon deneyinde sonuç olarak masse bünyesi ile sır ve engobun termal genleşme olarak uyumunun önemli olduğu deneysel çalışmalarda tespit edilmiştir. Su emme deneylerinde de karo bünyesindeki gözeneklerin önemli olduğu gözeneklerin hacminin küçülmesi için; fırın süresinin, fırın sıcaklığının, pres basıncının artırılması gerektiği tespit edilmiştir. Ayrıca ergiticiliği yüksek hammaddelerin su emmeyi azalttığı tespit edilmiştir.

Seramik üretim tesisleri sürekli yirmi dört saat çalışan tesislerdir. Tesisin özellikle fırınlar kısmı devamlı çalışmaktadır. Herhangi üretim hatasında fırınlar kapatılamamakta devamlı doğalgaz tüketmektedir. Fırınlar, üretimin en önemli maliyet girdilerinden olan doğalgaz enerjisi ve elektrik enerjisi ile çalıştığından hatalı üretimlerin maliyete çok ciddi zararları vardır.

2022 Üretim birim maliyetlerine baktığımızda hammadde ve ambalajlama üretim maliyetinin yaklaşık %40 ila %60'ını, enerji ise %15 ile %25'ini oluşturmaktadır.

1. SERAMİK HAMMADDELERİ

Seramik üretiminde kullanılan hammaddeler ana başlık olarak dört grupta incelenebilir;

- Killer
- Ergitici Malzemeler (Feldspatlar)
- Kuvars ve Silis Kumu
- Yardımcı Hammaddeler

1.1. KİLLER

Bunlara plastik hammaddeler de denilmektedir. Kil ve kaolenler oluşum bakımından birbirlerine benzerler. Ancak primer yataklar kaolinleri sekonder yataklarda killeri teşkil eder. Kil ve kaolinler feldspatik kayaçların tabiat şartlarında kimyasal ve fiziksel faktörlerin etkisiyle bozulmasından meydana gelmiştir. Kaolinler genellikle primer yataklarda bulunduklarından kimyasal yönden daha saftırlar. Kendisi beyaz olduğu gibi pişme renkleri de beyazdır. Taşınma esnasında kaolinitlerin çökmesi ile kil yatakları meydana gelir. Bu tip yataklara sekonder yataklar denir. Taşınma esnasında kristaller kırılır ve yabancı maddeler karışır. Bu durum da pişme renginin koyulaşmasına neden olur (Arcasoy, 2020; Fiori, 1989; Özdemir, 2020; Sacmi, 2002).

Alümina-Silikat ana kayaçlardaki alkalilerin çözünerek uzaklaşması sonucu iyon dengesi bozulan yapıya su molekülleri girerek hidrojen iyonları ile elektriksel denge sağlanır. Böylece yeni bir mineral grubu olan hidrat alümina silikatlar diğer bir deyişle killer oluşur (Caillere, 1993; Çalışkan, 2000; Sacmi, 2002).

Killer yapıları gereği çok ince tanelidir, bu nedenle seramik prosesinde öğütülmekten çok, su içinde dağıtılarak orijinal boyutlarına indirilir. Killerin seramik endüstrisinde yaygın olarak kullanımlarının ana nedenlerinden birisi de higroskopik olmalarıdır. Killer bu özellikleri sayesinde suyu çok kolay emer ve bünyelerinde kuvvetlice tutarlar. Kristal yapısının etrafında tutunan su, killere seramik endüstrisinde kullanılmalarına neden olan en önemli özelliği yani “PLASTİSİTEYİ” sağlar. Killerin seramiklerdeki diğer önemli özelliği ise plastisite sayesinde verilen şeklin, su buharlaşarak uzaklaştırıldığı zamanda da korunması ve belli bir mukavemet kazanmasıdır. Killer, kaolinlere göre daha plastiktir. Kaolinlerin pişme sıcaklığı artırıldığında pişme renklerinin beyazlığı artar ve bünyede bir büyüme gözlenir. Killerde ise bir küçülme söz konusudur. Pişme sıcaklığı arttıkça killerin su emme oranı azalır (Galassi e Pozzi, 1994; Sacmi, 2002).

Bir kilin değeri; kimyasal, mineralojik ve teknolojik özelliklerinden anlaşılmaktadır. Killerin kimyasal analizinde; Al_2O_3 , SiO_2 , Fe_2O_3 , K_2O , Na_2O , CaO ve MgO değerlerine bakılır. Al_2O_3 oranının %20-40 arasında olması istenir. Bu değer seramik killerinde düşük, refrakter killerde yüksektir. Fe_2O_3 oranı seramik killerinde %1'in, diğer killerde %3'ün altında olmalıdır. SiO_2 oranı yüksek ise serbest kuvarsın varlığını gösterir. CaO ve MgO toplamı ile K_2O ve Na_2O toplamı ayrı ayrı %1'in altında olmalıdır. Bunların yüksek olması ateş zayıtını arttırır (Caillere, 1993; Çalışkan, 2020; Sacmi, 2002).

Kil mineralleri ve kil minerallerinin genel özellikleri aşağıdaki başlıklar altında verilmiştir (Arcasoy, 2020; Fiori, Fabbri, 1989; Grimshaw, 1981).

- Kaolinit
- Montmorillonit
- İllit
- Klorit

Kil minerallerinin başlıca özellikleri:

- Plastik yapıda olmaları,
- Termal olarak kararlı olmaları,
- Ucuz ve yaygın olarak ulaşılabilir olmaları.

Doğal maden yatağından elde edilen kil mineralleri çoğunlukla feldspat, kuvars, karbonat ve mika gibi diğer mineralleri de yapılarında içerirler.

1.1.1. Kaolinit

Kaolinit seramik endüstrisinde en yaygın kullanılan kil grubudur. Seramik terminolojisinde feldspatın çözünerek ve daha sonra hidrat olarak “hidrat alümina silikata” dönüşmesi ve yerinde çökelerek birikmesi ile oluşan hammaddeye Kaolin ve bu oluşumun uzun mesafelere taşınıp daha sonra yeni bir yerde çökmesiyle oluşan hammaddeye Kil denir (Arcasoy, 2020; Özdemir, 2020; Sacmi, 2002).

Kaolin, yerinde oluştuğu ve aşınmaya maruz kalmadığı için killere kıyasla daha iri taneli, daha az plastik ve daha temiz (daha az safsızlık içeren) hammaddedir. Kil ise taşınma sırasında aşınmaya maruz kalarak daha ince taneciklere ufalanmıştır. Taşıma sırasında bünyesine değişik malzemeler girerek içinde birçok safsızlık bulunabilir (Arcasoy, 2020; Özdemir, 2020; Sacmi, 2002).

1.1.2. Montmorillonit

Ana minerali montmorillonit ya da montmorillonit izomorfik iyon deęiřimi ile türeyen smektit grubunun bir başka elemanı olan killere “bentonit” adı verilir. Çamur hale getirdiklerinde plastik özellik gösteren bentonitler içinde kolloidal halde dağılmıř dięer silikatlarda bulunmaktadır. Bentonit, alüminyum veya magnezyumca zengin volkanik kül, tuf ve lavların kimyasal ayrıřması veya bozulması ile oluřmuř çok küçük kristallere sahip kil grubudur. Çok ince taneli olması ve özellikle sodyum bentonitler su içinde kendi hacimlerinin 10-15 katı şiřmeleri nedeni ile kullanımları çok sınırlıdır. Tuęla kiremit üretimindeki killer içinde belli oranda plastisite saęlamak amacı ile yer alabilir (Arcasoy, 2020; Özdemir, 2020; Sacmi, 2002; Jouenne, 1975).

1.1.3. İllit

Ana kayaç mikanın bozulması ile oluřmuř killerdir. Kaolinittik killere nazaran daha düşük Al_2O_3 ve kristal suyu içerir. Bunun yanında yüksek oranda alkali (özelikle K_2O) içerir. Ülkemizde son 10 yıl içinde Afyon civarında bulunan illitik killer seramik karo üretiminde kullanılmaktadır. Porselen karo üretiminde yoğun olarak kullanılan Ukrayna killeri ve bazı İstanbul killeri de kaolinit, İllit yapısındadır (Arcasoy, 2020; Çalışkan, 2000).

1.1.4. Klorit

Klorit grubu killer, alüminyum (Al) atomlarının kısmen magnezyum (Mg) atomları ile yer deęiřtirmesinden oluřmuřtur, bu nedenle çok dar bir sıcaklık aralıęında erir. Birimler arasında, suya ilave demir (Fe) ve silisyum (Si) iyonları olabilir. Vitrifiye bünyelerinde kullanılamaz, ama gözenekli bünyelerde kullanılabilir. İtalya’da seramik karo endüstrisinin gelişiminde ana hammadde olarak kullanılan Sassuolo gri kilinin esas yapısını oluřturan ana malzeme klorittir (Sacmi, 2002).

1.2. ERGİTİCİ MALZEMELER (Feldspatlar)

Seramik malzemeler piřirildięinde oluřan faz transformasyonları dışında sinterleme ve vitrifikasyon işleminden geçerler. Sinterleme, ısı ile taneciklerin katı olarak birbirleriyle kaynařma işlemidir. Vitrifikasyon ise aradaki boşlukların erimiř malzemelerle dolmasından ibarettir. Daha doęrusu vitrifikasyon bu boşlukların sıvı faz ile doldurulma prosesidir. Ergitici olarak kullanılan hammaddeler genellikle feldspatlardır.

Feldspat mineralleri, çok iyi sırlanma sağlamaları nedeni ile seramik sektöründe çok önemli bir yere sahiptirler. Feldspatlar doğada alkali silikatları halinde bulunurlar. Nadiren saf halde görülürler. K, Na ve Ca'la birlikte bulunuşuna göre ayrı ayrı adlandırılır (Fiori, 1989; Sacmi, 2002; Suvacı, 2020).

Potasyum Feldspat (Ortoklaz)	$KAlSi_3O_8$
Sodyum Feldspat (Albit)	$NaAlSi_3O_8$
Kalsiyum Feldspat (Anortit)	$CaAl_2Si_2O_8$

Feldspatlar; seramik bünyelerde eritici olarak kullanılır. Sırlanma süreci içinde kuvarsla birlikte camsı bir oluşum sağlayarak ürün dayanımını ve hijyenikliğini artırır. Seramik karolarda feldspat ilavesi bünyenin termal genleşme katsayısını düşürür. (Arcasoy,2020; Fiori, 1989; Özdemir,2020).

Feldspat, özellikle geleneksel seramik ürünler için en önemli hammaddelerden birisidir. Bu hammaddelerin seramik hamurunda kullanılmasının sebebi, seramik ürünlerin bileşimine K_2O , Na_2O , CaO , bileşiklerini kazandırmaktır. Seramik yapısındaki cam faz bu oksitlerin yardımıyla sağlanmaktadır. Bu oksitlerin ergitici özelliklerinden yararlanılır. Pişme sürecinde kuvars ile camsı fazı oluştururlar (Arcasoy,2020; Fiori, 1989; Özdemir, 2020; Sacmi, 2002).

1.3. KUVARS ve SİLİS KUMU

Kuvars seramik hammaddeleri arasında doğada en saf olarak bulunabilendir. Çok sert ve düşük çözünürlüğü olması nedeniyle ana matristeki diğer mineraller aşınarak ve çözünerek uzaklaşmış ve geriye neredeyse saf kuvars kalmıştır. Saf kuvars, seramik kaplama ve sağlık gereçlerinde daha çok sır ve frit kompozisyonlarında kullanılır. Bünyede kullanıldığı yer tüm hammaddelerde daha çok saflık isteyen sert porselen endüstrisidir. Kuvars çok sert bir malzeme olduğu için daha önceden kuru öğütülür ve seramik reçetelerinde öğütülmüş olarak kullanılır. Kaplama malzemelerinde serbest silisin büyük bir kısmı killerden, pegmatitlerden veya silis kaolinlerden gelen serbest kuvarstan karşılanır. Reçete için de SiO_2 gerekli ise reçeteye gerekli miktarda silis kumu girilir (Fiori, 1989; Özdemir, 2020; Sacmi, 2002).

Silis Kumunun fiziksel özellikleri; genelde renksiz, açık beyaz renkli, ince taneli yapı sergileyen yalıtımlı hafif yapı malzemeleridir. Temel safsızlık oranları ve türleri

oluşum yerine bağlı olarak değişiklikler gösterir. Silis kumu (Kuars) formülü SiO_2 olup, saf halde %46,5 Si ve %53,3 Oksijen içerir. (Fiori, 1989; H. Tanışan, 1988)

Kuars doğada tek tersinir mineraldir. Yani ısınırken gerçekleştirdiği tüm kristal dönüşümleri soğuma esnasında tekrar gerçekleştirir. Eğer soğutma için yeterli süre sağlanmaz ise farklı hacim değişimlerinden dolayı karoda çatlamlar meydana gelir. Bir seramik bünyenin kil, kaolin gibi plastik ve dolgu olan hammaddeler yanında kuvars gibi plastik olmayan ve yapıyı yüksek sıcaklıklarda ayakta tutabilen bir hammaddeye gereksinimi vardır. Kuvars bünyenin pişme küçülmesini azaltır, plastikliğini düzenlemeye yardımcı olur ve pişme esnasında deformasyon olmaksızın gaz çıkışına izin verir. Seramikte kullanılacak olan kuvarsın SiO_2 oranı minimum %97 olmalıdır. Fe_2O_3 ve yan kayaç parçaları %0.15'i geçmemelidir (Arcasoy, 2020; Fiori, 1989; Sacmi, 2002).

Resim 1.2. ve 1.3'te Kuvars hammaddesine ve silis kumuna ait görseller verilmiştir. Kuvarsın sağdaki resmi büyültülmüş halidir. Resim 1.3'te ise silis kumunun nemli ve kuru resimleri ile bej ve beyaz renkli silis kumu resimleri verilmiştir.



Resim 1.2. Kuvars (Turan, 2020)



Resim 1.3. Silis Kumu (Turan, 2020)

1.4. YARDIMCI HAMMADDELER

1.4.1. Mermer (CaCO_3)

Seramikte kullanılacak mermerlerde demir ve renk veren yabancı maddelerin bulunmaması gerekir. Feldspatın ergime sıcaklığını düşürdüğünden sır üretiminde kullanılır. Ekstra seramik kalitesindeki mermer yatakları Çanakkale ili çevresinde bulunmaktadır (Arcasoy, 2020).

1.4.2. Wollastonit (CaSiO_3)

Doğal oluşumlu lifsi yapıda bir kalsiyum meta silikattır. Seramik bünyesinde, sır yapımında yer ve duvar karosu üretiminde kullanılır. Ürünlerin mekanik mukavemetini arttırdığı, pişme küçülmesini azalttığı, kurumayı çabuklaştırdığı, gaz çıkışı ve gözenek oluşturmadağı (iğnemsî yapı ve ateş kaybının düşük olması nedeni ile), bir defada pişirmeye imkân sağladığı ve pişme süresini azalttığı, şekillendirmede laminasyonu önlediği için kullanılmaktadır (Arcasoy, 2020; Sacmi, 2002).

1.4.3. Manyezit (MgCO_3)

Frit hazırlamada ve refrakter sanayinde kullanılmaktadır. Diğer maddelerle karıştırıldığında eritken vazifesi görür. Manyezit, sır hazırlık ünitesinde kullanılmaktadır (Arcasoy, 2020; Sacmi, 2002).

1.4.4. Dolomit ($\text{CaMg}(\text{CO}_3)_2$)

Magnezyumlu kireçtaşı olarak bilinir. Seramik sektöründe yüzey matlaştırıcı olarak kullanılır. Karonun pişme sıcaklığını düşürür. Bünyede sodyum ve potasyum varsa dolomit kullanıldığında ergime arttığından su emme azalır. Fakat gaz çıkışı fazla olduğundan fırın içinde kalma süresi uzun tutulmalıdır (Arcasoy, 2020; Sacmi, 2002)

2. SERAMİK HAMMADDE ANALİZLERİ ve ÜRETİM ANALİZLERİ

Seramik sektöründe kullanılan hammaddelerde girdileri ve ürünü kontrol etmek amacıyla uygulanan dört ana yöntem mevcuttur.

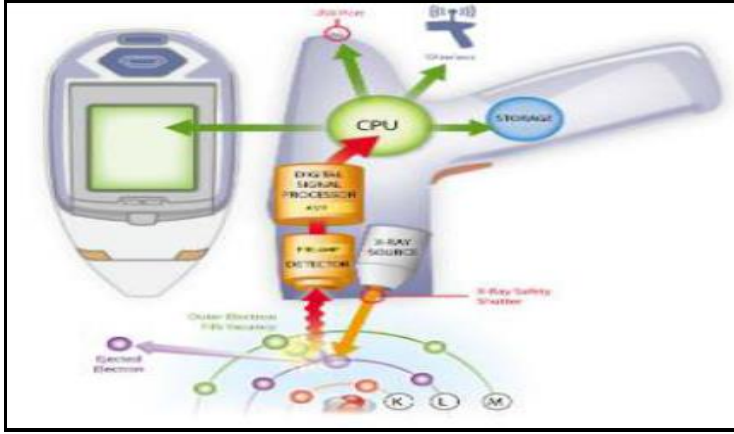
- Kimyasal Analizler
- Mineralojik Analizler
- Termal Analizler
- Fiziksel Analizler

2.1. KİMYASAL ANALİZLER

Seramik üretiminde ihtiyaç duyulan bilgilerden biri de numunedeki her bir elementin türü ve miktarının belirlenmesidir. Herhangi bir malzemenin kimyasal analiz sonuçları oksitler olarak ifade edilir ve özellikle seramik bünyenin malzemelerinde sekiz ana oksit bulunmaktadır. Bunlar; silisyum dioksit (SiO_2), alüminyum oksit (Al_2O_3), titanyum dioksit (TiO_2), ferrik oksit (Fe_2O_3), kalsiyum oksit (CaO), magnezyum oksit (MgO), sodyum monoksit (Na_2O) ve potasyum oksit (K_2O) dir. Oksitler 1000 °C’de buharlaşırlar (Su ile karbondioksit veya karbon monoksit, kükürt oksitler SO_2 ve SO_3 gibi) ve bu durum Kızdırma Kaybı (K.K.) şeklinde ifade edilir. Hassas analizde diğer bileşenlerin (genellikle %1’in altında bulunan) tamamı görülebilir. Bunlar baryum, stronsiyum ve bakır, krom, mangan gibi geçiş metalleri ile bor, lityum gibi elementleri içerir. Seramik malzemelerin kimyasal analizinde kullanılan başlıca kantitatif metotlar numunenin elektromanyetik radyasyon ile etkileşimine dayanmaktadır (Grimshaw, 1981; Sacmi, 2002)

2.1.1. X-Işınları Floresans Analizi (XRF)

Alkali bir cam içinde dağıtılmış mineraller yüksek frekanslı kısa dalga boylu radyasyon ile bombardıman edilir. Radyasyondaki enerji, elementlerin orbitallerindeki elektronların tahrik edilmesine yol açar. Bu elektronlar özel bir detektör tarafından toplanır. Oluşturulan sinyaller numunenin veya detektörün pozisyonu ile bağlantılıdır ve standart numune ile karşılaştırılarak sinyalin göreceli yoğunluğu saptanır (Seramik Araştırma Merkezi [SAM], 2020; Turan, 2020). Şekil 2.1.’de XRF Çalışma prensibi verilmiştir.



Şekil 2.1. XRF Çalışma Prensibi (Turan, 2020)

2.1.2. Absorpsiyon Spektroskopisi (AAS-GFAAS)

Bu teknik, özel lambalar tarafından oluşturulan monokromatik radyasyonun etkisiyle bir rota üzerine yerleşmiş atomların varlığından ortaya çıkan enerji absorpsiyonuna dayanır. Pratik olarak incelenecek çözelti; lamba içine enjekte edilir, elementlerin atomik formda olacağı sıcaklık, geometri ve kompozisyon ayarlanır ve gelen radyasyon ile maksimum etkileşime girmesi sağlanır. Daha net çözünme sağlamak için, bazen alev yerine atomize enerji kaynakları kullanılarak hızlı indüksiyon ısıtma kullanmak mümkündür. Bu da grafit veya başka bir malzemeden yapılan tüpün içerisinde inert gaz akışı altında olur. Özel koşullar altında bu teknik kolay buharlaşabilen katı numunelerin direkt analizinde de kullanılabilir. Aynı zamanda herhangi bir metalik element içinde mükemmel analitik sonuçlar almak mümkündür (Emiliani, 1998; Grimshaw, 1981; Sacmi, 2002).

2.1.3. Atomik Emisyon Spektroskopisi (ICP-AES)

Absorpsiyon spektroskopisi tekniğinin benzeridir. Etkileşimleri gelen radyasyonun absorpsiyonu yerine, emisyonu ile ölçülür. Bu durumda numune çözelti, standart yüksek sıcaklık alev meşalesi ve radyo frekans kaynağı uygulanmasının kombinasyonu tarafından atomize edilir. Absorpsiyon sistemine göre, her numune için kaynağı modifiye etmeden ardışık analizler elde edilebileceğinden, daha avantajlıdır. Her elementin belirleme limiti daha zayıftır yine de sonuçlar bazı elementler için gerçekten daha iyidir. Spesifik kimyasal testler bazı spesifik elementlerin (karbon, kükürt, flor...) veya anyonların (karbonatlar CO_3^{2-} , sülfatlar SO_4^{2-} ...) varlığını doğrulamak için kullanılabilir (Emiliani, 1998; Grimshaw, 1981; Sacmi, 2002).

2.2. MİNERALojİK (KRİSTALOGRAFİK) ANALİZ

Bu tip analizlerde numunenin içindeki kristal fazların varlığı kontrol edilir ve böylece mineral kompozisyonu, hammaddenin teknolojik özelliklerini tanımlarken önemi veya bünyeye katkıları hakkında bilgi elde edilir. Bu tür mineralojik bilgiler çıplak gözle, daha sonra yansımali, polarize ve geçirimli ışık mikroskoplarıyla sağlanır. Diğer optik özellikleri yardımıyla (örneğin yansıma indisi) ayırt etme ve tanıma sonuçlarını elde etmek mümkündür (Emiliani, 1998; Grimshaw, 1981; Sacmi, 2002).

2.2.1. X-Işınlari Kırınım (difraksiyon) Analizleri (XRD)

Numune üzerine düşen X-ışını radyasyonu, monokromatik olacak şekilde uygun filtrelenerek, kristal kafesi ile etkileşime girer. Bragg Kanununa ($n \cdot \lambda = 2d \sin \theta$) uyan difraksiyon bilgileri alınır. Çok geniş çeşitlilikte X-ışını kullanılabilir (en çok kullanılan Ni filtreli Cu antikatodu Cu $K\alpha = 1.541 \text{ \AA}$). Partiküller kristal kafes etkileşim setlerinin Angström ($\text{\AA}$) cinsinden ifade etmek doğru olacaktır (Emiliani, 1998; Grimshaw, 1981; Sacmi, 2002).

X-ışını difraktometresi analizi oldukça rutin prosedürdür. Göreceli olarak hızlı ve matrislerde toplanan bilginin yorumlanması oldukça basittir, bundan başka hammaddenin veya bünyenin rasyonel analizine de izin verir. Dolayısıyla seramik bünyenin sadece oksit-bazlı kimyasal kompozisyonunu değil aynı zamanda mineralojik kompozisyonunu da (kuvars, illit, kalsit, dolomit, albit, mikroklin, vs. olarak ifade edilen) değerlendirir (Emiliani, 1998; Grimshaw, 1981; Sacmi, 2002).

2.2.2. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) ve Enerji Saçınım Spektrometresi (EDS) Analizleri

Hammadde ve ürünlerin gözle görülmeyen kristal yapıları incelenerek mineral ve ürünlerin cinsi hakkında bilgi almak mümkündür. SEM analizi ile malzemede, tane boyutu, tane morfolojisi, yüzey kabalığı, porozite, tane boyut dağılımı, malzeme homojenliği ve kaplama kalınlığı belirlenebilir (Turan, 2020).

2.3. TERMAL ANALİZLER

Sıcaklığın artması veya azalması fonksiyonuna bağlı parametre değişkenleri ile numune analiz etmenin birden fazla yolu vardır. Ağırlık, sıcaklık, ısı değişimi veya absorpsiyonu, boyutlar, yayılan gaz maddeler, vs. varyasyonları sıcaklık eğiminin fonksiyonu olarak kaydedilir. Uygun tipteki teknikler aşağıda listelenmiştir (Emiliani, 1998; Grimshaw, 1981; Sacmi, 2002).

- TGA (Termogravimetrik Analiz)
- DTA (Diferansiyel Termal Analiz)
- DSC (Diferansiyel Taramalı Kalorimetre)
- TMA (Termo Mekanik Analiz) veya DIL (Dilatometre)
- EGA (Geliştirilmiş Gaz Analizi (Evolved Gas Analysis))

Bu tip analizler hammaddenin veya bünyenin kurutma, fırınlama veya soğuma esnasında davranışlarını tahmine yarayan metotlar olmalarının yanı sıra, farklı minerallerin kristal yapı ve faz dönüşümlerinin gözlemleriyle malzemenin mineralojik kompozisyonlarını belirlemede mükemmel yardımcı olurlar. Dolomit, karbonatlar, sülfatlar, sülfidler ve florürler, vs. gibi mineral ve tuzların varlığı belirlenebilir ve bu analizler kimyasal parametrelerin açıklanmasına da yardımcı olurlar (Emiliani, 1998; Grimshaw, 1981; Sacmi, 2002).

2.3.1. Dilatometre

Dilatometre, ihmal edilebilir yük altında ve kontrollü sıcaklık programına tabi tutulan bir malzemenin sıcaklığın veya zamanın fonksiyonu olarak boyut ölçülerindeki değişimini ölçmektedir. Bu teknik malzemelerin doğrusal genleşme katsayılarının saptanmasında kullanılmaktadır (Sam, 2020).

Belirli sıcaklık aralığında malzemenin genleşme veya büzölmeye olan eğiliminin ölçümü aşağıdaki Denklem 2.1. Termal Genleşme Katsayısı formülü ile açıklanır (Emiliani, 1998; Grimshaw, 1981; Sacmi, 2002; Tok, 2020).

$$\alpha_{T1-T2} = \frac{\Delta L}{L_0 \Delta T}$$

Denklem 2.1. Termal Genleşme Katsayısı

T1 ve T2 sıcaklıkları arasında ' α ' (Alfa) lineer genleşme katsayısı, L_0 numunenin başlangıç uzunluğu, ΔL ise LT1 ve LT2 arasındaki farkı ifade etmektedir. Fabrikalarda kullanımı kübik genleşme katsayısına göre oldukça yaygın ve pratiktir. Kübik genleşme katsayısı, dilatometre ölçümünden elde edilen lineer genleşme katsayısının 3 ile çarpımından bulunur ve tüm yönlerde doğru boyutsal değişimini ifade eder (Grimshaw, 1981; Sacmi, 2002; Tok, 2020).

2.3.2. Termogravimetrik Analiz (TGA)

Termogravimetrik analizde, kontrol edilen atmosferdeki bir numunenin kütlesi, sıcaklığın veya zamanın fonksiyonu olarak sıcaklığa (zamanla doğrusal olarak) karşı kaydedilir. Kütlenin veya kütle yüzdesinin, zamana, sıcaklığa ve atmosferdeki değişime karşı grafiği, termogram veya termal bozunma eğrisi olarak adlanır (Grimshaw, 1981; Sacmi, 2002; Tok, 2020).

2.3.3. Diferansiyel Termal Analiz (DTA)

Numuneye ve termal olarak inert olan referans maddeye aynı sıcaklık programı uygulanır. İkisi arasındaki fark, sıcaklığın bir fonksiyonu olarak ölçülür. Bu iki madde bir arada ısıtılır. Genellikle ekzotermik olan adsorpsiyon olayları veya endotermik olaylara giren erime davranışları DTA ile incelenebilir (Grimshaw, 1981; Sacmi, 2002; Tok, 2020).

2.3.4. Diferansiyel Taramalı Kalorimetre (DSC)

Bu yöntemle bir referansa bağlı olarak numunenin ısı ısı ölçüler ve reaksiyonlarda da ekzotermik veya endotermik pikler elde edilebilir (Sam, 2020).

2.3.5. Isı Mikroskobu

Optik dilatometre veya ısı mikroskobu, kül eriyik sıcaklığını belirlemek, malzemenin yumuşatıcı ve erime davranışını karakterize etmek, sinterleme başlangıç noktasını belirlemek, test numunesinin dilatometrik eğrilerle boyutsal değişimlerini görselleştirmek, çeşitli alt tabakalar üzerinde eritilmiş malzemenin sıvılaşma davranışını incelemek için kullanılır. Malzemelerin karakterizasyonu oda sıcaklığından 1750 °C'ye kadar çıkabilir (Sam, 2020).

2.4. FİZİKSEL ANALİZLER

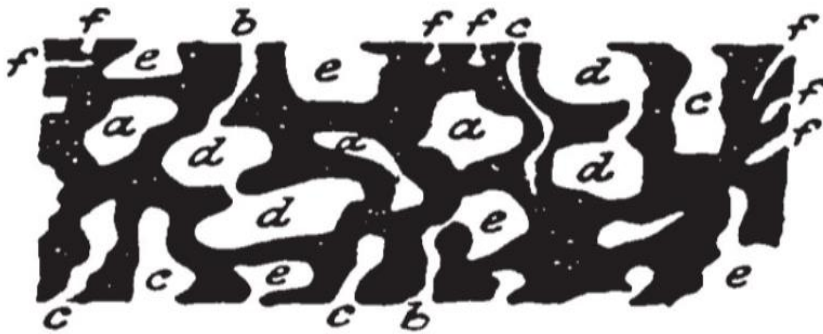
2.4.1. Tane Boyut Dağılımı Önemi ve Ölçümü

Farklı boyutlu ve şekilli tanelerden oluşan hammadde, partikül sistem olarak tanımlanabilir. Böyle bir sistemde tanelerin boyut dağılımı çok önemlidir ve ölçülmesi çok zordur. Mükemmel şekilli küreler olsalardı, boyutsal veya gravimetrik olarak ayırmak kolay olurdu. Kil sistemi ile, sorun daha komplekstir, “tane” kelimesini tam anlamıyla açıklamak zorlaşmaktadır. Kilin oldukça küçük tanelerden oluştuğu tanımlanmış olsa da bu taneler seramik gövdelerde ve hammadde olarak kendi içlerinde, toplanırlar ve topaklanırlar, bu onların serbest formlarından izole edilmelerini zorlaştırır (Sacmi, 2002; Socc, 1984).

Killerin öğütülmesi ile elde edilen taneler, aslında düzensiz yapıda ve değişken yüzey/çevresel yükte küçük topaklardan oluşmaktadır. Bu durum sulu süspansiyonlarında ve fırınlama esnasında davranışları etkilemektedir (Sacmi, 2002; Socc, 1984).

Reolojik katkılar ile su içinde dağıtılmış malzemenin tane boyut analizi, aynı numunenin kuru haldeki ölçümleriyle çok farklılık gösterebilir. Son olarak, öğütülmüş seramik malzemede taneler, özellikle killi olanlar, küresellikten uzaktır, genelde levha şeklindedir (Sacmi, 2002; Socc, 1984).

Bazı camlar hariç tüm seramik malzemeler porlara veya boş alanlara sahiptir. Bir malzemenin porozitesi içerdiği hava miktarı ile tanımlanır. Literatürde tanımlı altı farklı porozite vardır (Sacmi, 2002; Socc, 1984). Bu porozite tipleri Şekil 2.2.’de gösterilmiştir.



Şekil 2.2. Farklı tipteki poroziteler (Suvacı, 2020; Grimshaw, 1981)

- 1) Kapalı porlar (a)
- 2) Kapalı porlarla bağlantılı kapiler kanallar (b)

- 3) K r porlar (c)
- 4) Ara baęlantılı porlar (d)
- 5) A ık veya “ink bottle” porlar (e)
- 6) Mikro porlar (su veya dięer sıvıların giriřine engelleyecek kadar k   k) (f)

İki tip kapalı por vardır; bunlar yarı bitmiř  r n n preslenmesi ile oluřur ve fırınlama sırasında ergiyen veya řekillenen a ık porların oluřumunu bařlatırlar.

Her iki durumda da ama  zellikle ikincisinde, kapalı porlar hava, su buharı, SO₂, CO₂ veya CO veya bazen O₂ ile doludur (Sacmi, 2002; Socc, 1982; Suvacı, 2020).

 ukurcuklar veya “pin hole” hataları fırınlanmıř sırlarda g r l r, genellikle kapalı porlardan kaynaklanır. Bunlar, y ksek sıcaklıkta gaz  ıkararak karbonatlardan, s lfatlardan ve dięer piroliz etkili bileřiklerden oluřur. Sırın plastik olması durumunda, sır gaz  ıkıřını ve bu gazların eliminasyonunu engelleyecektir (Sacmi, 2002; Socc, 1982; Suvacı, 2020).

Bu t r geniř aralıktaki senaryolar, iki farklı g vde parametresini  l meyi m mk n hale getirmiřtir, bunlar toplam porozite ve g r n r porozitedir. G vdenin ger ek porozitesi, t m boř alanların (a ık veya kapalı) toplam hacme oranıdır. Sık kullanılan g r n r porozitenin tanımı, belirli řartlar altında (uzun s reli kaynama veya vakum ortamında) g vdenin emdięi su hacminin, g vdenin toplam hacmine oranıdır (Sacmi, 2002; Socc, 1982; Suvacı, 2020).

Bu poroziteler, tanelerin boyutları, řekli ve paketlenmesi, g vdeyi oluřturan malzemelerin kimyası ve  retim esnasında uygulanan teknolojik iřlemlerden etkilenmektedir (Sacmi, 2002; Socc, 1982; Suvacı, 2020).

B y k miktarlarda uygun tane boyutlu kum ve feldspat i eren kil bazlı g vde, kilin baskın olduęu g vdeye g re daha az poroz olacaktır. Bu morfolojik yapılar ek olarak, g vde yapısı ve tane boyut daęılımı fırınlama sırasında fiziksel ve kimyasal reaktivite de  nemli rol oynayacaktır. Sinterleme prosesi, feldspatların ergitici hareketinin ilk etkiledięi, tane temas noktalarında bařlar (Sacmi, 2002; Socc, 1982; Suvacı, 2020).

2.4.2. Elek Analizi

100 g kuru numune tartılır ve laboratuvar karıştırıcısında, tanelerin birbirinden ayrılmasını sağlayan, 1 g sodyum tripolifosfat veya sodyum poliakrilat eklenmiş 300 ml de iyonize su ile karıştırılır. Slip 1.000, 2.500 ve 10.000 mesh/cm² (180, 125, 60 µm elekler) eleklerden elenir. Farklı eleklerden elde edilen bakiyeler sabit bir ağırlığa gelene dek kurutulur ve tartılır, çıkan sonuçlar farklı boyutlardaki bakiye yüzdelerini verir (Sacmi, 2002; Socc, 1982;). Resim 2.1.'de Kaleseramik laboratuvarından elek cihazının resmi verilmiştir.



Resim 2.1. Elek Cihazı

2.4.3. Rutubet Tayini

Yaş numune tartılır (P_u), daha sonra sabit bir ağırlığa gelinceye kadar, etüvde 110 °C'de 24 saat, kurutulur. Kuru ağırlığı (P_s) ölçülür. İki ağırlık arasındaki fark yaş numune ağırlığına bölünüp 100 ile çarpıldığında numunenin nem içeriği ortaya çıkar (Emiliani, 1998; Sacmi, 2002; Socc, 1982). Denklem 2.2.'de Nem içeriğinin formülü verilmiştir.

$$U \% = \frac{(P_u - P_s)}{P_u} \times 100$$

Denklem 2.2. Nem içeriği (% olarak)

Resim 2.2.'de Kaleseramik pres bölümünde rutubet ölçme cihazının ölçüm anına ait bir resmi verilmiştir.



Resim 2.2. Rutubet Cihazı

2.4.4. Su Emme

Kaleseramik laboratuvarlarında vakum metodu ile su emme deneyi, TS EN ISO 10545-3 standardına göre şu şekilde yapılır.

1-Numuneler, sıcaklığı 110 ± 5 °C'a ayarlanmış etüvde sabit kütleye erişinceye kadar yani 24 saatlik sürede arka arkaya yapılan iki ölçüm arasındaki fark %0,1'den az oluncaya kadar kurutulur ve desikatörde soğutulur.

2-Numuneler gram cinsinden tartılır (m1) ağırlık değeri kurşun kalemle parçanın üzerine yazılır.

3-Karolar, vakum cihazının içine, dik durumda ve birbirine değmeyecek şekilde yerleştirilir.

4-Vakum cihazının kapağı kapatılarak cihazın arkasında bulunan su tahliye vanası kapatılır.

5-Cihazın üzerinde bulunan "ON" butonuna basılarak cihaz açılır, "RESET" butonu ile sayaçlar sıfırlanır ve yine "RESET" butonu ile cihaz çalışmaya başlar.

6-Kullanılan vakum cihazı TS EN ISO 10545-3 kapsamında yer alan 5.1.2. Vakum Metodu bölümünde yazan çalışma talimatına göre otomatik olarak işlem yapacak şekilde programlanmıştır. Buna göre basınç değeri 100 ± 1 kPa olacak şekilde 30 dakika boyunca bu değerde tutulur. Daha sonra cihaz tarafından otomatik olarak karoları 5 cm

yüksekliğinde kaplayacak şekilde su ilavesi olur. Vakum boşaltılır ve karolar su içinde 15 dakika bekletilir.

7-Cihaz alarm verdiğinde “OFF” butonu ile kapatılır. Cihazın arkasındaki su tahliye vanası açılır, cihazın kapağı açılır ve karolar tartım işlemi için çıkarılır.

8-Numunelerin yüzeyleri güderi ile kurulanır. Güderi (madde 3.7) ısıtılıp elle sıkılarak hazırlanır.

9- Tekrar tartım yapılır (m2)

Denklem 2.3.’de verilen formüle göre % su emme değerleri hesaplanır. Resim 2.3.’de Kaleseramik laboratuvarında su emme ölçümü yapılan vakumlu su emme cihazının resmi verilmiştir.

$$Su\ emme\ \% = \frac{100x(m2 - m1)}{m1}$$

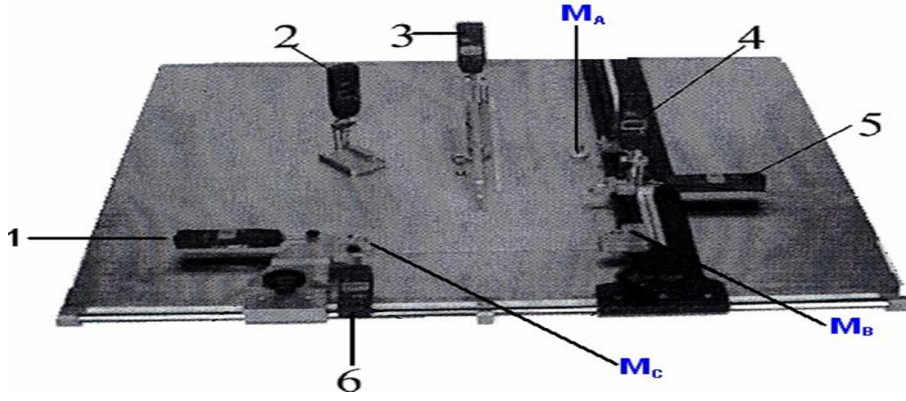
Denklem 2.3. Su Emme Tayini



Resim 2.3. Vakumlu Su Emme Cihazı

2.4.5. Kenar Düzgünlüğü, Gönyeden Sapma ve Yüzey Düzgünlüğü Ölçümü

Resim 2.4.’te Pulkometre cihazı ile; seramik karoların yüzey düzgünlüğü, kenar düzgünlüğü, gönyeden sapması ölçülür. Ölçüm TS EN ISO 10545-2 Standardına göre yapılır.



Resim 2.4. Pulkometre Cihaz Şeması (Tok, 2020)

1 Nolu komparatör: Ebat Farkını

2 Nolu komparatör: Köşe Eğriliği

3 Nolu komparatör: Orta Eğriliği

4 Nolu komparatör: Kenar Eğriliği

5 Nolu komparatör: Kenar Düzgünlüğü

6 Nolu komparatör: Gönyeden Sapmayı belirtmektedir.

Karolar, Resim 2.4.'te görülen M_A , M_B , M_C mesnetleri üzerine yerleştirildiğinde, tespit pimleri ölçülen kenarın her bir köşesinden 5'er mm mesafede olacak şekilde ayarlanır. Uygun kalibrasyon plakası cihaz üzerine doğru olarak yerleştirilir ve komparatörler sıfırlanır. Sonra ölçüm yapılacak karo cihaza konur, komparatörden okunan değerler deformasyon değerleridir. Resim 2.5.'te Kaleseramik laboratuvarında yer alan pulkometre cihazına ait resim verilmiştir.



Resim 2.5. Pulkometre Cihazı

Pulkometre cihazı ile paralelizm, ebat farkı, merkez ve kenar deformasyonu, karoda köşe eğilmesi, hilal eşiği (curve) ölçümleri yapılabilir.

2.4.6. Mukavemet Ölçümü

Mukavemet ölçümü yapılacak karo cihaza konur, mesnet aralığı karo boyutuna göre ayarlanıp, cihaz başlatılır. Kırılma anında makinanın verdiği değer ekrandan okunur. Formülasyon da yerine konarak; kırılma yükü, kırılma dayanımı eğilme dayanımı, hesaplanır. Resim 2.6.'da Mukavemet Cihazı resmi verilmiştir.



Resim 2.6. Mukavemet Cihazı

Tablo 2.1.'de Mukavemet ölçüm tablosu verilmiştir.

Tablo 2.1. Mukavemet Ölçüm Tablosu

Fırın ısı (°C)		Süre(dk)	Bar	Ebat						
1179		37,3	280	45X45						
X(mm)	g(m/s ²)	M(mm)	A(Kg)	D(mm)	Kırılma Yüğü (F) Newton	Kırılma Dayanımı (S) Newton	Eğilme Dayanımı (N/mm ²)	M1(g)	M2(g)	% Su Emme
450,0	9,8	430,0	106,8	6,8	1047,7	1001,1	32,47	749,7	769,6	2,66%
450,0	9,8	430,0	128,1	6,8	1256,7	1200,8	39,0	737,4	758,1	2,81%
450,0	9,8	430,0	116,2	6,8	1139,9	1089,3	35,3	743,3	763,5	2,73%
450,0	9,8	430,0	104,7	6,8	1027,1	981,5	31,8	740,1	759,4	2,61%
Fabrika çalışma kriteri ve TS EN 14411 Annex-H GL Group Blb Standartına göre					(Kalınlık $\geq 7,5$ mm ise; en az 1100 N olmalı)		Ort. min. 30N/mm ² ; Tek Karoda min. 27 N/mm ² olmalıdır.		Tek karoda Max: %3,3; ORT: <%0,5 E <%3,0	

Tablo 2.1.'de, Resim 2.6.'da ki mukavemet cihazında yer alan deney karosu için; fırın tepe sıcaklığı 1179 °C, fırın süresi 37,3 dakikada, pres basıncı 280 bar ve 45x5 karo

için mukavemet testi yapılmıştır. Kırılma yükü, kırılma dayanımı, eğilme dayanımı hesaplanmıştır.

X (mm): Karonun anma boyutu

g(m/s²): Yer çekim ivmesi

M(mm): Mesnet aralığı

A(kg): Karonun kırılma anında makinanın verdiği değeri ifade eder.

2.4.7. Presleme Sonrası Genleşme (%)

Preslenmiş numune karonun kenarı 0.01 mm hassasiyetle ölçülür, L2 değeri alınır. Bu değerden kalıp ölçüsü (L1) çıkartılır, 100 ile çarpılır daha sonra L1 değerine bölünür. Çıkan sonuç presleme sonrası genleşme değerini verir (Sacmi, 2002). Denklem 2.4.'de Presleme sonrası için genleşme (% E) denklemi verilmiştir.

$$\%E = \frac{L_2 - L_1}{L_1} \times 100$$

Denklem 2.4. Presleme sonrası genleşme (%)

2.4.8. Preslenmiş Karonun Eğilme Dayanım Mukavemeti (MOR)

Eğilme dayanım mukavemeti Denklem 2.5.'te kg/cm² veya tercihen N/mm² olarak ifade edilir (Emiliani, 1998; F. Kara, 2020; Sacmi, 2002).

$$BS = \frac{3xPxL}{2xh^2xb}$$

Denklem 2.5. Preslenmiş Karonun Eğilme Dayanım Mukavemeti

BS= Eğilme dayanım mukavemeti (N/mm²)

P = Skalada okunan değer (N): Makinanın verdiği değer x (9,8 m/s²)

H = Minimum numune kalınlığı (mm)

L = Numuneyi destekleyen iki destek arasındaki mesafe (mm) (45x45 karo için 430 mm)

b = Kırılma noktasındaki numune genişliği (45x5 karo için 450 mm)

2.4.9. Kurutma Boyut Değişimi (Genellikle Küçülme) (%)

0.01 mm hassasiyetle yeni şekillendirilmiş numune (L2) ve kurutulmuş numune (L3) ölçülür. Bu iki ölçüm arasındaki fark 100 ile çarpılır daha sonra preslenmiş numune

boyutuna (L_2) bölünerek kurutma küçülmesi bulunur. Pres ile kurutucu arası karo boyutu L_2 , kurutucudan sonrası boy L_3 dür (Emiliani, 1998; F. Kara, 2020; Sacmi, 2002; Socc, 1982). Denklem 2.6.'da Kurutma boyut değişimi (%Re) verilmiştir.

$$\% Re = \frac{L_3 - L_2}{L_2} \times 100$$

Denklem 2.6. Kurutma Boyut Değişimi (%)

2.4.10. Ateş Zayıatı (%)

Numune 1060 °C'de fırınlanır ve tartılır. Kurutulmuş karo ağırlığı (P_1) ve fırınlanmış karo ağırlığının (P_2) farkı 100 ile çarpılır ve (P_1) değerine bölünerek ateş zayıat değeri bulunur (Emiliani, 1998; Sacmi, 2002). Denklem 2.7.'de Ateş zayıatı (% PF) verilmiştir.

$$\% PF = \frac{P_1 - P_2}{P_1} \times 100$$

Denklem 2.7. Ateş Zayıatı (%)

2.4.11. Pişme Boyut Değişimi (Genellikle Küçülme) (%)

Fırınlanmış karonun bir kenarı 0.01 mm hassasiyetle ölçülür (L_4). Kalıp ölçüsü (L_1) ve fırınlanmış karo kenarı ölçüsünün (L_4) farkı alınır, L_1 değerine bölünür ve 100 ile Çarpılarak pişme boyut değişimi bulunur (Emiliani, 1998; Sacmi, 2002). Denklem 2.8.'de Pişme boyut değişimi (% R) verilmiştir.

$$\% R = \frac{L_4 - L_1}{L_1} \times 100$$

Denklem 2.8. Pişme Boyut Değişimi (%)

Bu testler haricinde ařağıdaki testlerde yapılmaktadır, tezin konusu olmadığından burada yer verilmemiřtir. (Tok, 2020)

- ISO 10545, Seramik karolar genel bařlık altında ařağıdaki bölümlerden oluřmaktadır. Örnekleme ve kabul için temel Kořullar.
- Boyutların ve Yüzey Kalitesinin Belirlenmesi (TS EN ISO 10545-2)
- Su Emme, Görünür Gözeneklilik, Görünür Bağıl Yoğunluk ve Kütle Yoğunluğunun Belirlenmesi (TS EN ISO 10545-3)
- Kopma Modülünün ve Kopma Mukavemetinin Belirlenmesi (10545-4)
- Restitüsyon Katsayısının Ölçülmesi ile Darbe Direncinin Belirlenmesi (10545-5)
- Sırsız Karolar İçin Derin Aşınma Direncinin Belirlenmesi (10545-6)
- Sırlı Karolar İçin Derin Aşınma Direncinin Belirlenmesi (10545-7)
- Doğrusal Termal Genleşmenin Belirlenmesi (Alfa α) (10545-8)
- Termal Şoka Direnç Tayini (10545-9)
- Nem Genleşmesinin Belirlenmesi (10545-10)
- Sırlı Karolar İçin Sürtünme Direncinin Belirlenmesi (10545-11)
- Donma Direncinin Belirlenmesi (10545-12)
- Kimyasal Direncin Belirlenmesi (10545-13)
- Lekelere Karşı Direncin Belirlenmesi (10545-14)
- Sırlı Çini Tarafından Verilen Kurşun ve Kadmiyumun Belirlenmesi (10545-15)
- Küçük Renk Farklılıklarının Belirlenmesi (10545-16)

3. YER VE DUVAR KAROSU ÜRETİM SÜREÇLERİ

Yer ve duvar karosu üretim tesisleri sıra ile; kırma eleme bölümü, masse hazırlık bölümü, şekillendirme bölümü, sırlama bölümü, pişirim bölümü, sır hazırlık bölümü ve ambalaj bölümlerinden oluşur. Kırma eleme prosesinde, gelen hammadde istenilen tane boyutuna uygun olarak kırılır ve elenir. Masse hazırlık bölümünde kırma tesisinden gelen kırılmış ve elenmiş hammaddeler değirmenlere manuel veya otomatik dolum ile reçeteye göre dolum yapılarak uygun sürelerde yaş öğütme yapılır. Masse hazırlık tesisinde ikinci aşama olan püskürtmeli kurutucu ile değirmenlerde öğütülen çamurlar sprey makinasında masse granülü haline getirilir. Masse de istenilen tane boyutu ve rutubet değerine (%7-%6) getirilen masse granülü şekillendirme bölümünde preslenerek ham karo olarak basılır, bir sonraki aşama olan kurutucularda yaklaşık bir saat kurutularak bisküvi denilen ham karonun yarı pişmiş hali elde edilir. Bisküviler sırlama bölümünde ürüne uygun engop ve sırdan geçirilir, dijital baskı ile istenilen baskı yapılır ve fırında pişirilerek karo halini alır. Burada bahsedilen üretim aşamaları detaylı olarak alt başlıklar halinde, başlık 3.1.'den başlayarak anlatılmıştır. Resim 3.1.'de Kaleseramik Yerköy Fabrikasında yapılan karo üretim aşamalarının görseli masse granülünden, nihai ürün karoya kadar verilmiştir.

Resim 3.1.'de, 1'nolu resim, değirmende yaş öğütülmüş ve sonrasında püskürtmeli kurutucuda kurutulmuş masse granülüdür. 2'nolu resim masse granülünün şekillendirmede preslenerek ham karo halinden sonra dikey kurutucuda pişirilerek elde edilen bisküvidir. 3'nolu resimde bisküvi üzerine engop uygulamasını göstermektedir. 4'nolu resim bisküvi üzerine engop uyguladıktan sonra engop üzeri sır uygulamasıdır ve bu uygulama taban diye tabir edilir.

Beşinci resimde en son bisküvi üzerine engop, engop üzerine sır uygulandıktan sonra dijital baskı ile karo üzerine baskı yapıp, fırında pişirildikten sonra nihai ürünün yani karonun son halini göstermektedir.

Ibanez, (Ibanez, 2002) Duvar karosu, yer karosu ve sırlı graniti şöyle tanımlamıştır. Su emme oranı en az %10 olan, tek ve çift hızlı pişirim tekniği ile üretilen poroz yapılara duvar karosu denir. Buna istinaden yer karoları ise su emme yüzdeleri %3 ün altında donmaya karşı dayanıklı, yapıların iç veya dış ortamında yer döşemesi olarak kullanılan ürünlerdir. Sırlanmış granit karolar ise, mekanik mukavemetleri yüksek, su emmeleri %0,5 in altında olan ürünlerdir, demiştir.

Resim 3.1. 'de Yer ve duvar karosu üretim süreci verilmiştir.



Resim 3.1. Yer ve Duvar Karosu Üretim Süreci

3.1. ÖĞÜTME VE ÇAMUR HAZIRLAMA

3.1.1. Öğütme Mekanizması

Öğütme katı hammaddelerin boyutlarını azaltmak için planlanan işler serisini içermektedir. Hammaddeleri daha küçük parçalar haline getirmek için kırmakla başlar ve çok ince toz oluşumu ile biter. Bu nedenle öğütme sadece basit bir başlangıç işi değildir. Spesifik bitmiş ürün için istenilen uygun tane boyutuna ve ortalama tane çapına üretmeyi amaçlayan karmaşık bir prosestir (Kara, 2020b; Sacmi, 2002). Resim 3.2’de Kaleseramik masse tesisinde yer alan çamur öğütme değirmeni resmi paylaşılmıştır. Bu değirmenler manuel dolum ile üretim yapmakta olup çapı 3100 mm’dir. İçi özel aşınmaya dayanıklı taş örgü ile kaplıdır.

Öğütmenin amacı;

- Ortalama partikül boyutunu azaltmak
- Safsızlıkları serbest hale getirmek
- Tane şeklini düzenlemek
- Tane boşluklarını azaltmak
- Partikül boyut dağılımını ayarlamak
- Aglomerleri (topaklaşma) dağıtmak
- Maksimum tane boyutunu azaltmak ve yüzey alanını arttırmak



Resim 3.2. Çamur Öğütme Değirmeni

Katı malzemeler, öğütme prosesinin etkinliğini değiştirecek bazı özelliklere sahiptir, bunlardan en önemlileri şunlardır.

a) Öğütülecek malzemelerin tanelerinin lineer boyutları

- Taneler küresel ise, çapı
- Taneler küp şeklinde vs. ise, kenar uzunlukları

b) Öğütülecek tanelerin dış yüzeylerinin boyutları

Tanelerin yüzeyi düzensiz formda olsa dahi, küresel veya küp şekilli yüzey alanlarının hesaplanması oldukça kolaydır. Taş ocaklarındaki kil parçacıkları genellikle yuvarlak veya tabakalı yapıdadır. Tabakalı yapıda olanlar genelde çok serttirler. Diğer malzemeler küresel, dikdörtgen veya kübik yapıdadırlar (örneğin kalsit, dolomit, feldspat ve silika) (Kara, 2020b; Kingery, 1975; Sacmi, 2002).

c) Sertlik

Sıkıştırma (baskı) direnci, sert malzemelerin kuru öğütülmelerinde önemlidir. Darbe direnci, killerin kuru öğütülmesinde ve sert malzemelerin yaş öğütülmesi esnasında önemli rol oynar. Aşınma direnci ise sert malzemelerin yaş öğütülmesinde önemlidir (Kara, 2020b; Kingery, 1975; Sacmi, 2002).

d) Malzeme yapısı

Hammaddeler kompakt veya heterojen olabilir. Seramik endüstrisi genellikle iyi belirlenmiş çatlaklı kırılmalara sahip şistli killeri kullanır. Sert malzemeler genellikle kompakttır (Kara, 2020b; Kingery, 1975; Sacmi, 2002).

e) Özgül ağırlık

Özgül ağırlık, kompakt katı malzemelerin öğütülmesinde özellikle önemli bir faktör değildir. Bununla birlikte, doğal karışımlarda ve farklı mineralojik tanelerin karışımında fabrika içinde taşınma esnasında segragasyon oluşumu ihtimali konusunda rol oynar (Kara, 2020b; Kingery, 1975; Sacmi, 2002).

Aşağıda bazı seramik malzemelerin özgül ağırlıkları verilmektedir:

Killer 2,5 – 2,8 g/cm³, Kuvars 2,65 g/ cm³, Feldspatlar 2,53 – 2,67 g/ cm³,

Kalsit 2,75 g/ cm³, Dolomit 2,95 g/ cm³ (Sacmi, 2002).

3.1.2. Yaş ve Kuru Öğütme

Seramik bünyelerde kullanılan hammaddeler kuru ve yaş öğütme teknolojisi kullanılarak öğütülebilirler. Kural olarak, yaş öğütmenin, karışım içerisinde tane boyutlarını daha iyi azalttığını ve daha iyi homojenlik sağladığı söylenebilir. Kuru öğütme

teknolojisi hammaddenin morfolojik ve sertlik açısından homojen olduğu hammaddeler için kullanılabilir. Yaş öğütme killeri ve sert malzemelerin doğal karışımları için kullanılır, bu heterojen karışımlar için en verimli yaş öğütmedir. Yaş öğütme teknolojisi kullanılarak hazırlanan bünyeler, farklı bileşenler, özgül ağırlık ve tane boyutlarından oluşmuşlardır (Kara, 2020b; Kingery, 1975; Sacmi, 2002).

Yaş öğütme ayrıca safsızlık içeren ve bu safsızlığın giderilmesi gerekli olan killerde de tercih edilir. Tercih edilen prosedür onları dağıtmak ve sonra çamuru uygun mesh değerinde elemektir. Yaş öğütme uzun fırınlama döngüleri kullanan üretimlerde tercih edilir. Bu durumlarda yaş öğütme kompozisyon düzeltmelerinde kolaylık sağlar ve püskürtmeli kurutulmuş tozlarda iyi akışkanlık sağlar. Akışkanlık, presleme esnasında kalıp boşluğunu iyi doldurma performansı açısından önemlidir (Kara, 2020b; Kingery, 1975; Sacmi, 2002).

3.1.3. Sürekli ve Süreksiz Yaş Öğütme Teknolojileri

Süreksiz veya sürekli bilyeli değirmenler, öğütücü malzemesi bilye veya taş olan değirmenlerdir. Genellikle öğütmenin son kademesinde kullanılır. Yaş ve kuru olarak çalıştırılabilir. Öğütücü malzemeler flint taşları, dökme çelik, alümina esaslı olabilir. Yaş öğütmenin amacı sadece hammaddelerin boyutlarına birkaç mikron boyutuna indirmek değil aynı zamanda farklı bileşenlerin karışım içerisinde mükemmel homojenleşmesini ve dağılmasını sağlamaktır. Düzgün öğütme ve iyi değirmen performansı temel kurallara uyulması ve bazı temel kavramların anlaşılmasına dayanmaktadır (Kara, 2020b; Kingery, 1975; Sacmi, 2002).

En önemlileri:

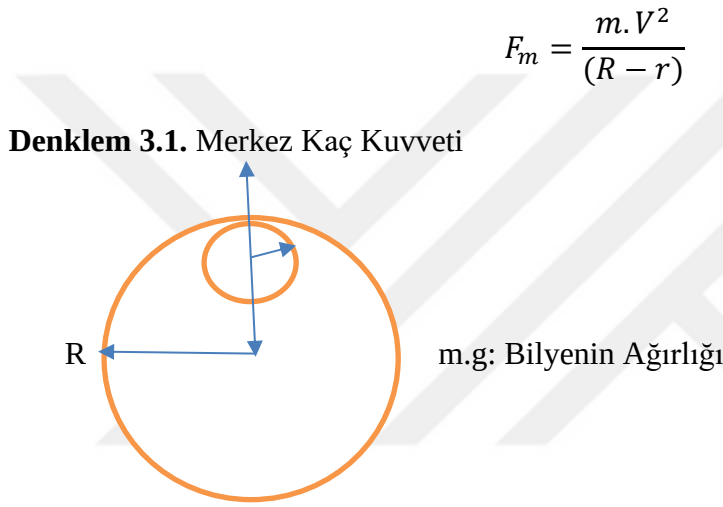
- a) Değirmen Hızı (Kritik Hız)
- b) Öğütücü Bilye veya Taşlar
- c) Öğütücü Bilye veya Taşların Yüklenmesi

3.1.3.1. Değirmen Kritik Hızı

Değirmenin açısal hızının değirmen içindeki öğütücüleri, merkez kaç kuvveti sayesinde değirmen gövdesine sabitleyen hızdır, şeklinde tanımlanabilir. Değirmen dönüş hızı değirmen işletmesindeki en önemli kavramlardan biridir. Kaskat hareketinin

sağlanmasındaki ana rolü değirmen dönüş hızı sağlamaktadır. Bununla birlikte, dönüş hızındaki kavramsal hatalar ise değirmen astar plakalarının tasarımı ile kısmen giderilebilir. Değirmen içerisindeki bir bilyenin hareketi pratikte çok karmaşık olup, dönüş esnasındaki yolu hesaplamak imkânsızdır (Kara, 2020b; Kingery, 1975; Sacmi, 2002).

Şekil 3.1.’de D çapında bir değirmenin; dakikada “n” devirde dönmesinin çevresel hızı etkisi ile, öğütme ortamındaki bilyeler üzerine santrifüj kuvveti uygulanır. Bu kuvvet “m” kütledeki bilyeleri “ α ” açısı ile dikey olarak yukarı kaldırır. Bu nokta yerçekimi gücü ile Denklem 3.1.’de verilen santrifüj gücünün eşit olduğu noktadır (Sacmi, 2002).



Şekil 3.1. Değirmen Kritik Hızı

$$m \cdot g = m \cdot \frac{V^2}{(R-r)} \quad (\text{Yerçekim gücü, santrifüj güce eşit})$$

Burada; V: Teğetsel hız, m: bilyenin kütlesi, R: değirmen yarı çapı, r: bilyenin yarı çapıdır.

Teğetsel hızın dönü hızı olarak ifadesi şöyle yazılır.

$$V = \frac{2 \cdot \pi \cdot (R - r) \cdot N}{60}$$

N: dönü hızı olmak üzere bu ifade yukarıdaki denklemde yerine yazılırsa;

$$N_k = \frac{420}{\sqrt{(D - d)}}$$

Olarak bulunur burada d, bilye çapı ihmal edilebilir, dolayısı ile kritik hız denklemi Denklem 3.2.’de ki gibi yazılabilir.

$$N_k = \frac{420}{\sqrt{D}}$$

Denklem 3.2. Değirmen Kritik Hızı

D: Değirmen çapı (cm), N: Kritik Hız (devir / dakika)

Değirmen hızı arttıkça ilk önce öğütme verimliliği artmaktadır; daha sonra santrifüj kuvveti devreye girer ve ilerideki artışlarda değirmen hızı öğütme verimliliğini düşürür. Öğütme zamanının minimize edildiği bir optimum değirmen hızı bulunmaktadır. Bununla birlikte optimum değirmen performansı minimum öğütme süresi ile uyumlu değildir fakat optimum değirmen performansı sürtünme ve darbe esnasındaki enerji kaybının minimize edildiği ve ürünü öğütmede harcanan enerjinin maksimize edildiği hızda gerçekleşir (Sacmi, 2002).

3.1.3.2. Öğütücü Bilye (Taşlar)

Değirmenin dönmesi sadece bilyelerin hareketini değil, aynı zamanda bilyelerin aralarında karşılıklı dönmesini de sağlar. Bu dönme hareketinde; öğütücüler küresel veya silindir şekilli bilyelerden oluştuğunda, öğütme verimliliği artar. Daha az verimli olanlar ise düzensiz şekillerinden dolayı silika taşlarıdır. Düzensiz şekiller değirmen dönüşünü, heterojen ve süreksiz hale getirirler. Öğütme ortamındaki en önemli konu öğütücü malzemelerin spesifik ağırlığıdır. Sınıflandırma aşağıdaki gibidir (Sacmi, 2002).

- a) Düşük yoğunluklu (Spesifik ağırlık: 2.4-2.7 g/cm³), standart porselen veya silika gibi.
- b) Orta yoğunluklu (Spesifik ağırlık: 2.7-3.0 g/cm³), yüksek alümina içerikli porselen gibi.
- c) Yüksek yoğunluklu (Spesifik ağırlık: 3.4-3.6 g/cm³), sinter alümina, gibi.

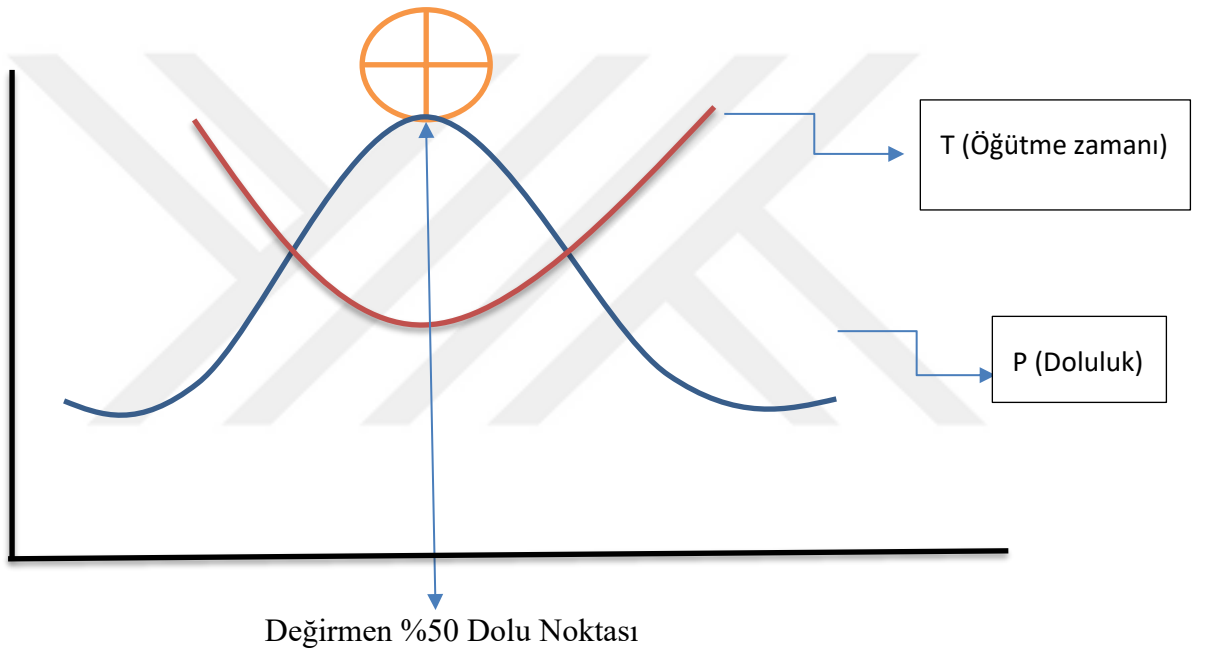
Dönme ve düşme esnasında daha yüksek spesifik ağırlığı olan daha yüksek kinetik enerjiye sahip olacağından öğütme işlemi daha verimli olur (Kara, 2020b; Kingery, 1975; Sacmi, 2002; Sam, 2020). Resim 3.3.'de Kaleseramik tesisinde yer alan değirmenlerde kullanılan alümina öğütme taşlarına ait resmi verilmiştir.



Resim 3.3. Alümina Öğütme Taşları

3.1.3.3. Öğütücü Malzemelerin Yüklenmesi

Değirmene yüklenen öğütme taşları ortalama miktarının, öğütme zamanı üzerinde güçlü bir etkisi vardır. Şekil 3.2.'ye göre eğer değirmendeki bilyelerin miktarı artırılırsa öğütme zamanı ilk önce azalır ve bilyeler değirmenin yarısını doldurduğunda minimuma ulaşır. Bu noktanın ötesinde öğütme zamanı tekrar artmaya başlar. Karşılıklı olarak, absorbe edilen enerji ilk önce yükselir ve öğütme ortamı değirmenin yarısını doldurduğunda doruğa ulaşır ve daha sonra düşer (Sacmi, 2002).



Şekil 3.2. Değirmen Doluluk Oranın Öğütme Zamanına Etkisi (Sacmi, 2002).

Şekil 3.2.'de Değirmen doluluk oranının öğütme zamanına etkisi verilmiştir. Değirmen %50 dolu iken öğütme zamanı minimum seviyededir. Bu noktadan sonra değirmen doluluk oranı düştükçe öğütme zamanı da artmaktadır.

Bilye boyutu ve karışımı aşağıdaki faktörler temel alınarak seçilmelidir.

Değirmen boyutu: Küçük hacimli değirmenler büyük hacimli değirmenlere göre daha küçük boyutlu karışımlarla yüklenmelidir. Genelde aşağıda belirtildiği gibi üç farklı bilye boyutundan oluşan karışım kullanılır: %45-50 küçük çaplı bilyeler, %25-30 orta çaplı bilyeler, %25-30 büyük çaplı bilyeler (Sacmi, 2002).

Öğütülecek ve öğütülmüş maddelerin tane boyut dağılımı: Öğütülecek malzeme iri taneler içeriyorsa büyük çaplı bilyeler kullanılmalıdır. Malzeme çok ince öğütülecekse bilyelerin temas noktalarını ve toplam yüzey alanlarını artırmak için daha küçük çaplı bilyeler gereklidir (Sacmi, 2002).

Öğütülecek malzemenin (yaş öğütme) spesifik ağırlığı: Yaş öğütmede, ürünün spesifik ağırlığı yüksekse (örneğin 2.5 g/cm^3 'ten fazla) yüksek yoğunluklu bilyeler kullanılmalıdır (Sacmi, 2002).

Ürün yüklemesi: Bilye yüklemeye olduğu gibi, kesin kuralları yoktur. Ürün (yaş veya kuru) bilyelerin etrafını tamamen kaplamalıdır. Yüklenen ürün bilyelerin etrafını kaplayamaz ise öğütme çok hızlı gerçekleşir ve aşırı ısınma meydana gelir. Ayrıca, bilyelerdeki ve astardaki aşınma yüksek olur (Sacmi, 2002).

3.1.4. Çamur Reolojisi ve Reolojik Katkı Maddeleri

Reoloji, cisimlerin gerilme altında zamana bağlı şekil değişimini (deformasyon) inceleyen bilim dalıdır. Genel olarak katıların deformasyon ve sıvıların akış özelliklerini inceler (Galassi e Pozzi, 1994; Sacmi, 2002; Socc1984).

Viskozite, sıvı molekülleri arasındaki sürtünme nedeniyle akışta meydana gelen direnç olarak tanımlanabilir (Galassi e Pozzi, 1994; Sacmi, 2002; Socc1984).

Reolojik davranışın diğer tipi, seramiklerde sık rastlanılan ve aşırı zorluklara neden olabilen tiksotropidir. Bazı süspansiyonlar, daha önce maruz kaldıkları akma geriliminin bir fonksiyonu olarak reolojik davranışlarını değiştirme eğilimindedir. Akışkan daha yüksek gerilimli ortamdan geliyorsa viskozite daha düşüktür (Galassi e Pozzi, 1994; Sacmi, 2002; Socc,1984).

3.1.5. Öğütme ve Çamur Hazırlama Süreç Kontrolleri ve Parametreleri

3.1.5.1. Tane Boyut Dağılımı (% Bakiye)

Bu parametre öğütme prosesinin etkinliğini gösterir ve temel öneme sahiptir. Tane boyut dağılımı, kuru madde miktarı bilinen çamur numunesinin elenmesi ve daha sonra elekler üzerindeki kuru bakiyelerin kümülatif ölçümü ile tespit edilir. Tane boyut dağılımı aşağıdaki parametreleri etkileyerek seramik bünyenin fırınlama esnasındaki davranışına etki eder (Hench, 1985; Sacmi, 2002).

- Spesifik yüzey alanı ve reaktivite
- % Küçülme- Sinterleme eğrisi
- Deformasyon
- % Su emme
- Black core (siyah çekirdek)
- Kirlenmeden kaynaklı hatalar

3.1.5.2. Yoğunluk ve Su İçeriği (%)

Yoğunluk ve su içeriğindeki değişimler şunları etkiler; (Hench, 1985; Sacmi, 2002)

- Değirmen verimliliği
- Viskozite
- Tane boyut dağılımı
- Çökme
- Püskürtmeli kurutucu enerji tüketimi.

Püskürtmeli kurutmada yoğunluğun verimliliğe etkisine bir örnek verecek olursak; yoğunluğu 1680 g/lt olan masse çamuru ile yoğunluğu 1700 g/lt olan masse çamurunu granül hale getirmek için gereken doğalgaz maliyetini çıkaralım.

Yoğunluğu 1680 g/lt olan, 1 ton masse çamurunu kuruttuğumuz zaman yaklaşık 307.4 lt su buharlaşır. 1 lt su buharlaştırmak için 840 kcal, 1 m³ doğal gaz da 8250 kcal ve doğalgaz da 2.5 ₺/Sm³ tür. (Botas.gov.tr, 2021) ton başına 112.3 ₺ /ton' luk doğalgaz tüketilir. Aynı hesaplama 1700 g/lt yoğunluğundaki masse çamuru için (294.8 lt su buharlaşır) ton başına 106 ₺ /ton' luk doğalgaz tüketilir. (Özdemir,2020; Sam, 2020). Denklem 3.3.'te veriler yerine koyarak hesaplama yapılmıştır.

$$Katı Madde Miktarı = \frac{\rho}{(\rho - 1)} \times (L_A - 1000)$$

Denklem 3.3. Litredeki Katı Madde Miktarı

LA: 1680 g/lt için denklemi çözelim;

$$= 2.6 / (2.6 - 1) \times (1680 - 1000) = 1105$$

$$\%Katı = (1105 / 1680) \times 100 = 65.8 \text{ olarak hesaplanır.}$$

% Sıvı = 34.2 olarak hesaplanır.

1 Ton çamurun 658 kg katı, 342 kg sıvıdır, 1 ton masse çamurunu kuruttuğumuz zaman yaklaşık 307.4 lt su buharlaştığına göre; 342-307.4 = kalan sıvı 34.6 kg dir.

Reaksiyon sonunda 692.6 kg çamur kalır. 692.6 kg çamurda 307.4 kg sıvı buharlaşırsa 1000 kg çamurda (1 ton granül) 443.8 lt su buharlaşır.

$(443.8 \text{ lt su} / 1\text{Ton granül}) \times (840 \text{ kcal} / 1 \text{ lt su}) \times (1\text{m}^3 \text{ gaz} / 8250\text{kcal}) \times (2.5\text{₺} / 1\text{m}^3\text{gaz}) = 112.3 \text{ ₺/ton}$ (Özdemir,2020; Sam, 2020).

Denklem 3.3. ile 1700 g/lt yoğunluk için de 106 ₺/ton' luk doğalgaz tüketildiği hesaplanabilir.

3.1.5.3. Viskozite (ve Tiksotropi)

Viskozite, sıvı molekülleri arasındaki sürtünme nedeniyle akışta meydana gelen direnç olarak tanımlanabilir (Hench, 1985; Sacmi, 2002). Viskozite eşitliği denklem 3.4.'te verilmiştir.

$$\frac{F}{S} = \eta \frac{(V_{max} - V_{min})}{X}$$

Denklem 3.4. Viskozite Eşitliği

F= Sıvıya uygulanan güç (N)

S= Uygulama yüzey alanı (m²)

V_{max}-V_{min} = Hızdaki değişim (m/s)

X = Sıvının kalınlığı (m)

η= Kesin viskozite (N.s/ m²= Pa s)

1 centiPoise (cP) = 1 milliPascal saniye (mPa s)

Sıcaklık arttıkça viskozite azalır. Ø 4 mm çıkış deliği bulunan Ford cup ile 100 cc çamurun akış zamanı bulunarak ölçüm yapılır. Genellikle sırlar ve engoplar için kullanılır (Hench, 1985; Sacmi, 2002).

Eğer viskozite çok düşük olursa aşağıdaki durumlara sebep olabilir;

- Çamurun çökmesi
- Aşırı miktarda su
- Çok ince püskürtmeli kurutulmuş tozlar.

Çok yüksek viskozitede aşağıdaki durumlara sebep olabilir;

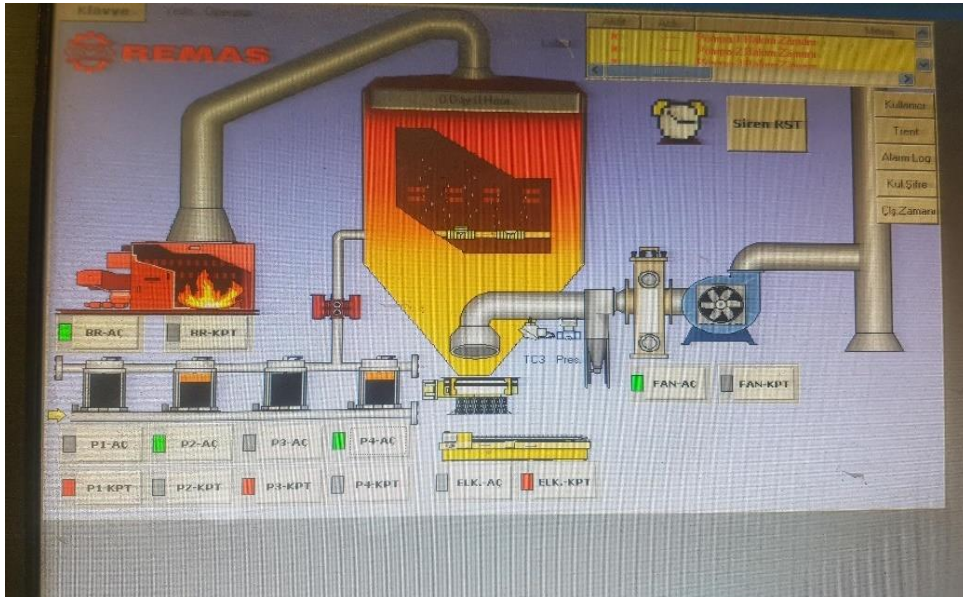
- Uzun öğütme zamanları
- Değirmen boşaltma zorlukları
- Eleme zorlukları
- Çok iri püskürtmeli kurutulmuş tozlar.

3.2. PÜSKÜRTMELİ KURUTMA

3.2.1. Temel çalışma prensipleri

Püskürtmeli kurutma ile granül içindeki su içeriği %4 ile %7 oranlarına düşer. Çamur, silindirin ortasına monte edilmiş halkanın üzerinde bulunan farklı boyutlardaki nozullardan aşağıdan yukarıya doğru püskürtülür. Bu nozullar yüksek basınç pompaları (25-30 bar) ile beslenirler. Aynı anda, sıcak hava silindirin tepesinden aşağıya doğru hareket eder ve teğet olarak yayılır, çamur ile ters yönde akışı ısı değişimi ile sonuçlanır. Püskürtmeli kurutma, çamur içine sistematik olarak karışan kirli yıkama suyu, sulu çamur ve tozlar için son ayırıcı olarak düşünülebilir (Kara, 2020c; Sacmi, 2002; Tozzi, 1992).

Resim 3.4.'de Kaleseramik Yerköy Fabrika masse tesisindeki püskürtmeli kurutucu makine paneli ve Resim 3.5.'te püskürtmeli kurutucu masse çıkış nozul resimleri verilmiştir.

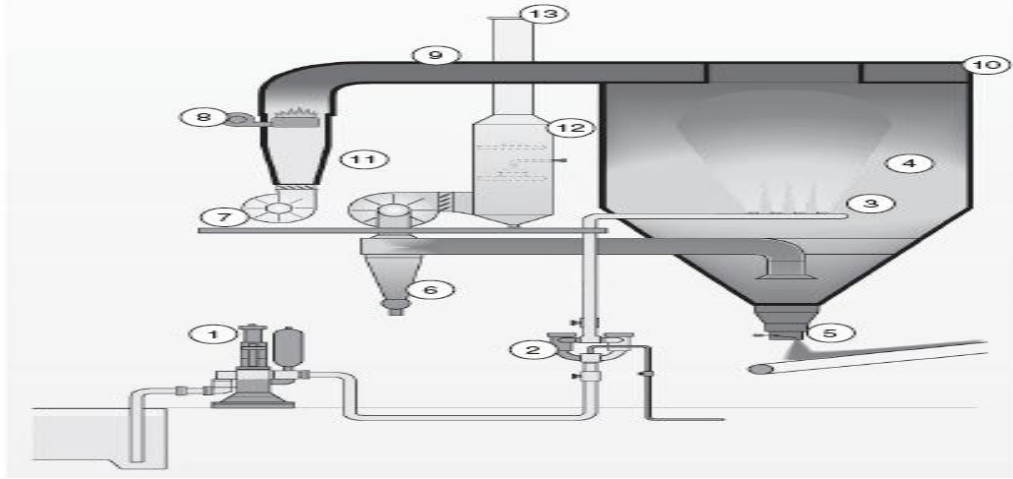


Resim 3.4. Püskürtmeli Kurutucu Makine Paneli



Resim 3.5. Püskürtmeli Kurutucu Masse Çıkış Nozulu

Seramik üretim tesisleri genellikle çözeltiyi atomize etmek için basınçlı santrifüj püskürtücü meme (nozül) sistemini kullanmaktadır. Burada basınçlı akış, nozulların içinde bulunan sarmal şeklindeki dönen hareketli parçalar yardımıyla sağlanır. Püskürtmeli kurutucu Şekil 3.3.'de gösterildiği gibi temel olarak şekli ve hacmi, püskürtülen çamur ve sıcak hava yanma gazı ile ısı alışverişini sağlayacak şekilde tasarlanmış bir hazneden oluşmaktadır. Kurutucunun ana bünyesi silindirikdir. Sıcak hava hazne içine yukarıdan girer ve teğet olarak dağılır. Alt kısımda haznesinin çevresi boyunca monte edilmiş halka üzerinde bulunan püskürtücü memeler (nozül) yardımıyla yukarı püskürtülen atomize çamurla karşı akımla sıcak hava ile ilk defa bu bölgede karşılaşır ve ısı alışverişi olur (Kara, 2020c; Sacmi, 2002; Tozzi, 1992).



Şekil 3.3. Püskürtmeli Kurutma Sisteminin Ana Parçalarının ve Cihazlarının Gösterimi (Sacmi, 2002).

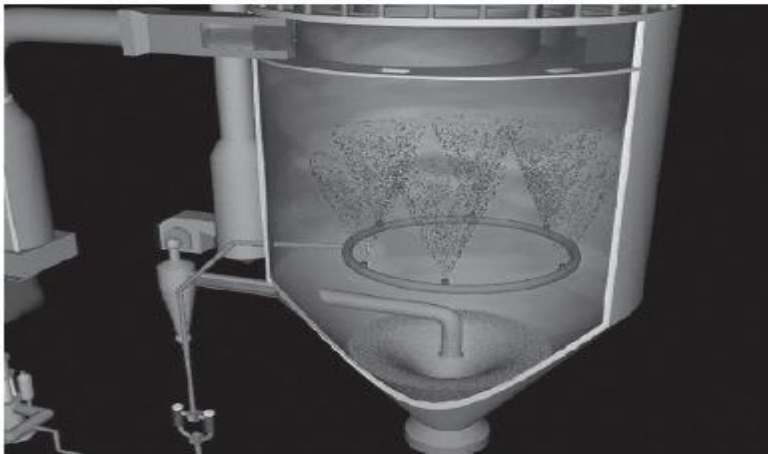
Tozlar momentlerini kaybedip tekrar aşağıya doğru düştüklerinde, haznenin konik kısmında aynı yönlü akışın olduğu son kurutma evresi başlar. Kinetik enerji nozul çıkış hızını yaklaşık 30 m/sn olacak şekilde veren çift pistonlu pompa (20-30 bar çalışan) ile sağlanır. Bu düşük viskoziteli çamurların üstesinden gelecek kadar yeterlidir ve çamuru

damlacıklar haline getirir ve yukarı doğru püskürtür (Kara, 2020c; Sacmi, 2002; Tozzi, 1992).

Püskürtmeli kurutma sisteminin 13 adet ana parçaları şunlardır.

1. Çamur besleme pompaları
2. Filtreler
3. Nozul tutucu halka
4. Kurutma kulesi
5. Toz çıkış valfi
6. Seperatör siklonları
7. Basınçlandırma
8. Yanıcı
9. Sıcak hava borusu
10. Halka biçiminde sıcak hava dağıtıcısı
11. Santrifüjlü vantilatör
12. Yaş toz seperatörü
13. Baca

Şekil 3.4.'te Püskürtmeli kurutma sisteminin kesit görünümü verilmiştir. Değirmenden 20 °C ile 70 °C arasında çıkan çamur, 20 ile 30 bar basınç aralığında püskürtmeli kurutucuya pompalanır. Kurutma kulesindeki P1 basıncı yaklaşık 0.5 ile 1.5 milibar civarındadır. Sıcak havanın giriş sıcaklığı 550 °C ile 650 °C aralığındadır. Püskürtmeli kurutulmuş tozların sıcaklığı genellikle 40 °C ile 70 °C aralığındadır (Sacmi 2002).



Şekil 3.4. Püskürtmeli Kurutma Sisteminin Kesit Görünümü (Sacmi, 2002)

3.2.2. Granül Oluşum Mekanizması ve Formülasyon Dinamikleri

Granül oluşum mekanizması; kompleks bir fenomenden tipik oyuklu küresel şekil türetmektir.

Testler göstermiştir ki, kurutma prosesi başladığında tanecik yörüngesine dönüş yapmadan ilerlemektedir. Bundan dolayı taneciğin bir tarafı her zaman ön tarafta olacak şekilde hava içinde hareket etmektedir. Isı değişimi de bu tarafta gerçekleşmektedir. İlk önce şiddetli yüzeysel buharlaşma olmakta daha sonra ise tanecik üzerinde oluşan dış film tabakası sertleşmektedir, aynı anda damlacığın içinde bulunan katı parçaların yaklaşmasıyla damlacık küçülmektedir. Bu noktada son şekli belirleyen parametre iki faz arasındaki ısı alışverişi süresidir. Eğer bu zaman çok kısa olursa damlacık içinde su buharı oluşur, sertleşen film içinden çıkamaz, taneyi bozar, bölünmüş tabakalı kalın yumurta kabuğuna benzer görüntü oluşturur. Eğer ısı alışverişi daha uzun sürerse, içeride oluşan su buharı damlacığın daha soğuk olan arka kısmından çıkar. Bu nedenle arka duvar içeri doğru çöker ve tane karakteristik boşluklu küresel görünümünü alır, bir miktar nem içeriğine de sahiptir. İşte bu boşluklu içinde nem olan küresel yapıya, granül denir. En iyi porozite değerleri püskürtmeli kurutulmuş tozlarda elde edilmiştir, daha sonra granüle edilmiş ve en son kuru öğütülmüş tozlarda elde edilir (Emiliani, 1998; Sacmi, 2002).

Çamur atomizasyonu tam olarak damlacıklara dönüştüğünde, yukarı doğru yönlendirilir, aşağıya doğru akan sıcak hava türbülansına yakalanır ve çarpışmalar, topaklanmalar, yeni bölünmeler ve kule duvarlarına çarpmaları içeren bir yörünge içinde harekete zorlanır. Tüm ara yüzey fenomenleri gibi, kütle (hacim) ve yüzey alanı arasındaki ilişkiler çok önemlidir. Burada buharlaşma fenomeni direkt olarak değişim için uygun damlacık yüzey alanı ve sıcaklık, yüzey gerilimi ve diğer parametrelerle orantılıdır (Emiliani, 1998; Sacmi, 2002).

Seramik endüstrisinde damlacıkların boyutu genellikle klasik istatistiksel dağılımla ortalama yaklaşık 300-400 mikron civarındadır ve boyutlar birkaç mikron ile 900-1000 mikron aralığında değişmektedir. Damlacıkların boyutlarına bağlı olarak oluşturulan granül tipleri aşağıdaki gibi sınıflandırılabilir.

a) Damlacık çapı 70 mikrona kadar olanlarda kurutma tam olur ve toz halindeki en ince tanecikler çıkış hava akımıyla daha sonra da toz yakalama cihazlarıyla yakalanırlar.

En küçük tanecikler öğütme bakiye taneciklerini içermektedirler (Emiliani, 1998; Sacmi, 2002).

b) Damlacık çapı 70 ile 400 mikron aralığında olanlarda ortalama nem içeriği değerlerine uygun şekilde olur ve granüller oluşur. Granüller küresel biçimdedir ve değişen boyutlarda boşluklar içerir, püskürtmeli kurutucunun konik soğutma ve toplama bölgesine düşerler (Emiliani, 1998; Sacmi, 2002).

c) 400 mikronun üzerinde, ortalama nem içeriğinden daha yüksek neme sahip granüller elde edilir. Bunun nedeni hacmine bağlı olarak kurutma haznesinde daha az zaman geçirmesidir. Bu büyük granül neredeyse her zaman yukarıda anlatılan klasik şekle sahiptir ve yüksek nem içeriğinden dolayı topaklanmaya ve tanelerin birleşmesine net bir eğilimi vardır (Emiliani, 1998; Sacmi, 2002).

Küresel kısım düzenlilik, ortalama kompozisyon ve iyi akış performansı açısından en iyi sonuçları vermektedir. Püskürtmeli kurutulmuş tanelerin tane boyut dağılımı yaş püskürtülen damlacıkların yaklaşık üçte biri kadardır. Litre ağırlığı 1.6 kg ile 1.7 kg olan bir çamurla başlandığında, suyun toplam buharlaşması granüller içindeki ve aralarındaki boşluklarda dikkate alındığında katının görünür ağırlığı 1 kg/l olmaktadır (Emiliani, 1998; Sacmi, 2002).

Resim 3.6.'te Kaleseramik Yerköy Fabrika' da üretilmiş masse granülün resmi verilmiştir.



Resim 3.6. Masse Granülü Büyültülmüş Resmi

3.2.3. Tanenin Morfolojisi ve Tozların Tane Boyut Dağılımı

Püskürtmeli kurutulmuş tozlar, farklı boyutlarda küresel tanelerden, oluşmaktadır. Bu taneler, farklı tane boşluklarına ve presleme için gerekli neme sahiptir ve bu nem genellikle boşluğun içerisinde bulunur. (Hench, 1985; Sacmi, 2002).

3.2.3.1. Tane Boyutu

Püskürtmeli kurutulmuş tanelerin çapı genellikle 100 ile 600 mikron aralığındadır. İstatistiksel dağılımda genellikle 180 ile 300 mikron aralığında bulunmaktadırlar. Maksimum tane konsantrasyonu genellikle 250 ile 300 mikron aralığındadır. Kalıp doldurmada ve akış karakteristiklerini tanımlamakta önemli rol oynayan üç faktör şunlardır (Hench, 1985; Sacmi, 2002).

- Tane morfolojisi
- Nem içeriği
- Tane boyut dağılımı

Farklı bünyelerden (Vitrifiye tek pişirim, poroz tek pişirim ve porselen karo bünyeleri gibi) türetilmiş masse granülü bünyenin kompozisyonundan çok çamurun fiziksel karakteristiklerine yani viskozite ve yoğunluğuna bağlı olarak, genelde benzer tane boyut dağılımına sahiptirler (Hench, 1985; Kara, 2020c; Sacmi, 2002).

3.2.3.2. Toz Akışkanlığı

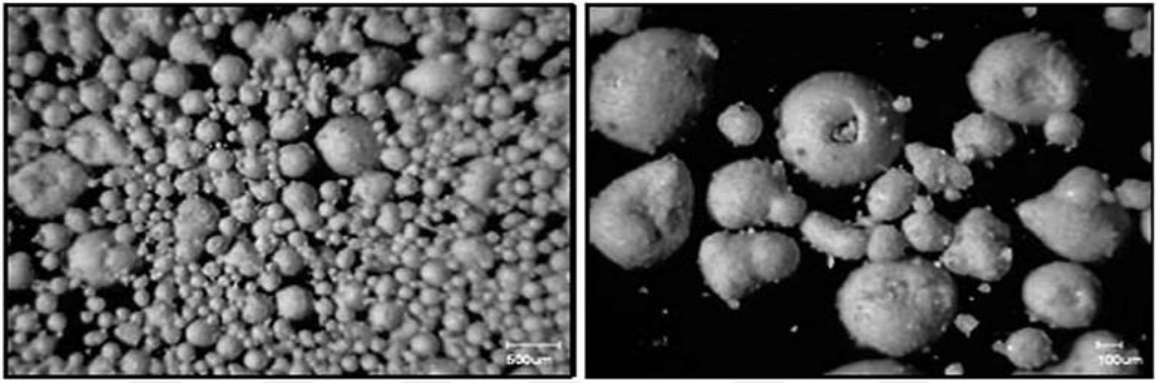
Püskürtmeli kurutulmuş tozun akış karakteristikleri pres kalıplarını etkin doldurmada ve sonrasında karo kalitesinde temel öneme sahiptir. Kavramsal olarak, toz akışkanlığının ölçülmesi değişken faktörleri içerir, bunlar tane boyut dağılımı, spesifik ağırlık, şekil, karşılıklı yapışmalar ve paketleme derecesidir. Pratikte akışkanlık huni şeklindeki kaptan akan tozun süresi ölçülerek hesaplanmaktadır (Hench, 1985; Kara, 2020c; Sacmi, 2002).

Bu ölçüm kullanıcıya aşağıdaki bilgileri sağlamaktadır.

- Hacimle orantılı akışkanlık (cm^3/sn), hacmi, boşalma süresine bölerek elde edilir.
- Görünür yoğunluk (g / cm^3), tozun ağırlığını, kapladığı hacme bölerek elde edilir.
- Düşme açısı (derece), huniden dökülen tozların oluşturduğu koninin açısı ölçülerek elde edilir.

Toz akışkanlığına etki eden en önemli faktörün püskürtmeli kurutulmuş tozun nem içeriği olduğu gözlemlenmiştir. Nem içeriği arttıkça akışkanlık değerinin azaldığı görülmüştür. Çoğunluğu orta boyutlu tanelerden oluşmuş karışımların, iri veya küçük tanelere olanlara daha iyi akışkanlık özelliği gösterdiği yapılan çalışmalarda tespit edilmiştir. Yüksek basınç kullanmak ile daha küçük tane boyut dağılımı elde edilir. Yani daha büyük çamur basıncı, daha küçük tane boyut dağılımı demektir. Yüksek viskozite ile daha büyük tane boyut dağılımı elde edilebilir (Hench, 1985; Kara, 2020c; Sacmi, 2002).

Resim 3.7.'de Elektron mikroskobunda granül görüntüleri verilmiştir.



Resim 3.7. Elektron Mikroskobunda Granül Görüntüleri (Turan, 2020)

3.3. PRESLEME (ŞEKİLENDİRME) TEKNOLOJİSİ

Tozların sıkıştırılması ve yoğunlaştırılması sadece maksimum presleme gücünden değil aynı zamanda bünyenin plastikliği, nem içeriği ve tane boyut dağılımından etkilenmektedir. Bir önceki bölümde anlatılan granülün nem oranı, tane boyut dağılımı, bünyesinde yani hammadde kaynaklı plastikliği şekil almasında önemli rol oynar.

3.3.1. Hidrolik Presler

Hidrolik pres, bir akışkanın bir silindir içerisinde oluşturduğu basınç yoluyla çalışır. Çalışma prensibi, dar sütunda oluşan basıncın akışkanın daha geniş kesit alanlı piston silindrine geçmesiyle elde edilen basınç artışıdır. İki silindir alanları arasındaki fark ne kadar büyük olursa büyük alanın küçük alana oranla toplam gücü o kadar fazla olur (Kara, 2020; Sacmi, 2002; Singer, 1975). Resim 3.8.'de Kaleseramik tesisine ait hidrolik pres resmi verilmiştir.



Resim 3.8. Hidrolik Pres

Özel viskozite karakteristiklerine sahip yağlar kullanan modern presler, yağ basıncı altında tutan hidrolik kontrol ünitelerine sahiptir. Yağ devre içine girdiğinde akümülatör ve çoğaltıcının sıkıştırma basıncını silindir boyunca uygular. Bu ünite iki bağımsız devreden oluşur; presleme mekanizmasını besleyen yüksek basınç devresi ve yardımcı ünitelere servis yapan düşük basınç devresi. Presin üst kısmına tek veya çift hareketli silindir ünitesi yerleştirilmiştir, bu krişi istenildiği kadar dikey olarak hareket ettirir ve kalıp üzerine doğru yüksek basınç uygular. Özetleyecek olursak presleme hareketi hidrolik basıncın şekillendirme gücüne dönüştürülmesinden oluşur, bu olay aşağıdaki formüle göre olur (Kara, 2020; Sacmi, 2002; Singer, 1975).

$$F = S \times P$$

$$F = \text{Deformasyon kuvveti (Kg)}$$

$$S = \text{Yüzey Alanı (cm}^2\text{)}$$

$$P = \text{Yağ Basıncı (Kg/cm}^2\text{)}$$

$$P_0 (\text{yağ basıncı Kg/cm}^2) = S_t (\text{punch yüzeyi cm}^2) \times P_s (\text{spesifik Basınc Kg/cm}^2) /$$

$$S_p (\text{Piston Yüzeyi cm}^2)$$

$$P_s (\text{spesifik Basınc Kg/cm}^2) = P_0 (\text{yağ basıncı Kg/cm}^2) \times P_0 (\text{yağ basıncı Kg/cm}^2) /$$

$$S_t (\text{punch yüzeyi cm}^2)$$

3.3.2. Presleme Zinciri

Genel olarak presleme; doldurma, presleme ve çeşitli kalıplar yolu ile parçanın dışarı çıkarılması basamaklarını takip eder. Presleme döngüsü daha önce şekillendirilmiş olan karonun dışarı çıkarılması ile başlar. Çıkarma işlemi karonun alt kısmından alt kalıplar vasıtasıyla karonun yukarı çıkarılmasından oluşur. Bu işlem kalıp gözü yüzeyinin

alt forma yüzeyi ile aynı seviyeye gelmesine kadar devam eder (Kara, 2020; Sacmi, 2002; Singer, 1975).

Bu hareketleri takiben dolum yapan sürgü öne doğru hareket ederek şekillendirilmiş olan karoyu öne doğru iter. Daha sonra alt kalıplar aşağı düşer (birinci düşüş) ve boşluk toz ile doldurulur. Bu sırada dolum sürgüsü başlangıç konumuna geri döner. Daha sonra alt kalıplar bir alçalma (ikinci düşüş) daha gösterir ve hareketli üst forma aşağı doğru harekete geçer. İlk önce malzemenin birinci sıkışma hareketi meydana gelir. Bu sıkıştırma şiddetli değildir, bu aşamada toz partiküller arasında hava uzaklaştırılır. İkinci sıkıştırmada karoya nihai şekli kazandırılır ve malzeme ihtiyaç duyulan sıkışma derecesine getirilir. Bu hareketi takiben karo dışarı çıkartılır ve kalıp boşluğu yeniden doldurulur (Kara, 2020; Sacmi, 2002; Singer, 1975).

3.3.3. Preslemede Kullanılan Seramik Tozların Karakteristikleri

Seramik tozu kalıba düzgün yayılmaz ise presleme sonrası karoda ebat farkına, deformasyona, hilal eşiğine veya hava tabakalarının kalmasına neden olabilir. Karoda yaşanan bu hatalar; granürün yoğunluğuna, tane boyut dağılımındaki orana, çamur viskozitesine aynı zamanda pres performansındaki değişkenlere bağlıdır.

Preslemeye etki eden temel faktörler şunlardır: (Kara, 2020; Sacmi, 2002; Singer, 1975).

a) Preslenecek tozların karakteristikleri

b) Presleme döngüsünün karakteristikleri

- Hacim yoğunluğu; Tozun birim hacim başına ağırlığıdır. Katı faz, tek tanelerin porozitesini ve tek tanecikler arası havayı içerir
- Tek tane hacim yoğunluğu; Birim hacim başına ağırlığı tanımlayan parametredir, katı faz ve tek tanedeki iç boşlukları içerir
- Sıkıştırılmış yoğunluk; Şekillendirmeden sonra tozların hacim yoğunluğu

Hausner İndeksi; Tozun sıkıştırılmış yoğunluğu ve hacim yoğunluğu arasındaki orandır. Kolay akmayan ve akış hızları kesin ölçülemeyen tozlar için, akışkanlığın en iyi göstergesi; Denklem 3.5.'te verilen eşitlik Hausner indeksidir (Sacmi, 2002).

$$H. I. = \frac{D_v}{D_a}$$

Denklem 3.5. Hausner İndeksi

D_v = Sıkıştırılmış yoğunluk (g/cm^3)

D_a = Tozun hacim yoğunluğu (g/cm^3)

Hacim Yoğunluğu; Kütle ve görünür hacim (M ve V) arasındaki orandır (Sacmi, 2002).

$$\text{Hacim Yoğunluğu} = \frac{M}{V_{\text{porlar}} + V_{\text{katı}}}$$

Denklem 3.6. Hacim Yoğunluğu

Toplam Porozite; Gözenek hacmi ve toplam hacim arasındaki orandır (Sacmi, 2002).

$$\text{Porozite} = \frac{V_{\text{Por}}}{V_{\text{Toplam}}}$$

Denklem 3.7. Toplam Porozite

Açık porozite; açık gözeneklerin kapladığı hacim ile toplam hacim arasındaki orandır. Kapalı porozite; kapalı gözeneklerin kapladığı hacim ile toplam hacim arasındaki orandır.

Preslenmiş karonun mikroyapı ve karakteristiği şunlara bağlıdır (Kara, 2020; Sacmi, 2002, Turan 2020).

- Partiküllerin şekli
- Partikül boyutu
- Aglomeraların karakteristiği
- Presleme katkıları

Bu faktörler de kısaca şunlara bağlıdır.

- Hacim yoğunluğu
- Akışkanlık
- Sıkıştırma oranı
- Tozların sürtünme açısı

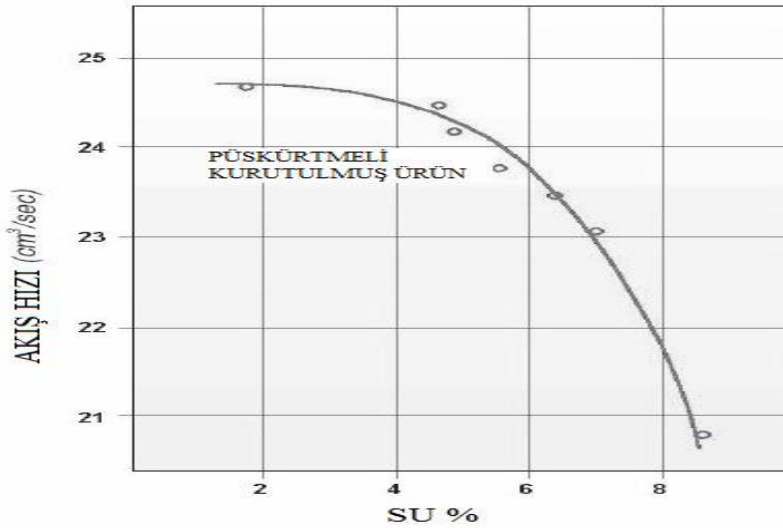
Sadece iyi akışkanlık yeterli değildir, tozun uygun hacim ağırlığında olması gerekir. Aşırı düşük hacim yoğunluğu presleme esnasında büyük oranda hava çıkışı olmasına veya daha kalın toz doldurma tabakası kullanılmasına neden olur. Her ikisi de presleme döngüsünde zorluklara neden olur (Kara, 2020; Sacmi, 2002, Turan 2020).

3.3.4. Toz Akışkanlığı ve Tane Boyut Dağılımı

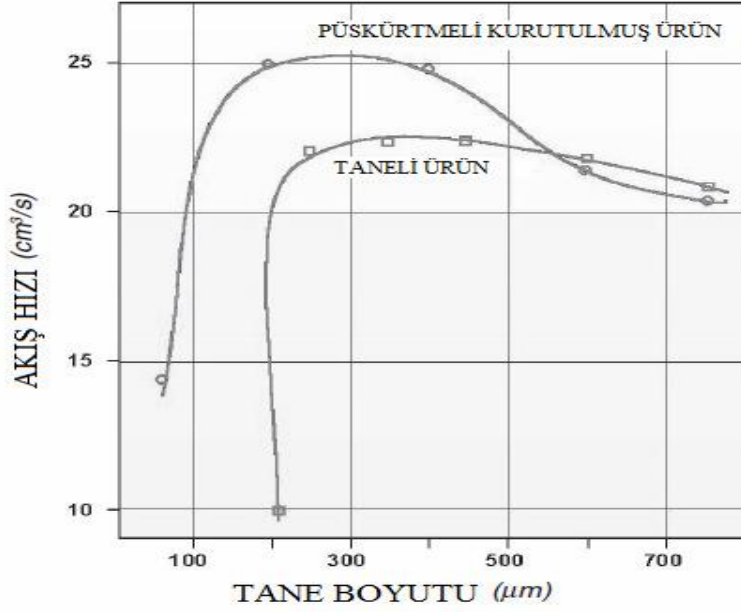
Toz akışkanlığı iki parametreye bağlıdır.

- **Akış hızı;** kalibreli bir deliği bulunan huni şeklindeki kaptan akan belirli hacimdeki toz için geçen süre olarak tanımlanır ve $\text{cm}^3 / \text{saniye}$ olarak ifade edilir.
- **Hausner indeksi;** taneler arası akışkanlık ne kadar yüksek olursa, sıkıştırılmış yoğunluk ve Hausner indeksi o kadar yüksek olur

Nem içeriği arttıkça doğal olarak toz akışkanlığı da azaldığı şekil 3.5'te görülmektedir. Püskürtmeli kurutma ve granülasyon ile hazırlanmış tozlar için spesifik çapın etkilerini de şekil 3.6'da gösterilmektedir. Her iki durumda da küçük tane boyutları düşük akışkanlık vermektedir. Çapı 200 mikrondan küçük kuru öğütülmüş granül tanecikleri akış hızını neredeyse sıfıra kadar düşürmektedir. 200 ve 500 mikron arasında olanlar optimum akış hızları sağlamaktadır. Püskürtmeli kurutulmuş tozlarda 125-400 mikron aralığında yüksek akışkanlık seviyeleri görülmektedir. Püskürtmeli kurutulmuş taneler ve granüllerin her ikisi de düşük oranlarda küçük tanelerin varlığından etkilenmektedirler (Sacmi, 2002).



Sekil 3.5. Püskürtmeli Kurutulmuş Tozun Akış Hızının Nem İçeriğine Karşı Değişimleri (Sacmi 2002).



Sekil 3.6. Spesifik Çaptaki Püskürtmeli Kurutulmuş ve Granüle Edilmiş Tozların Akışkanlığındaki Değişimler. (Sacmi, 2002).

3.3.5. Toz Parametrelerindeki Değişimlerin Fonksiyonu Olarak Hacimsel Yoğunluk, Sıkıştırılmış Yoğunluk ve Hausner İndeksi

Şekil 3.7' de Nem içeriği değişikçe püskürtmeli kurutulmuş toz için aşağıdaki değişimleri göstermektedir.

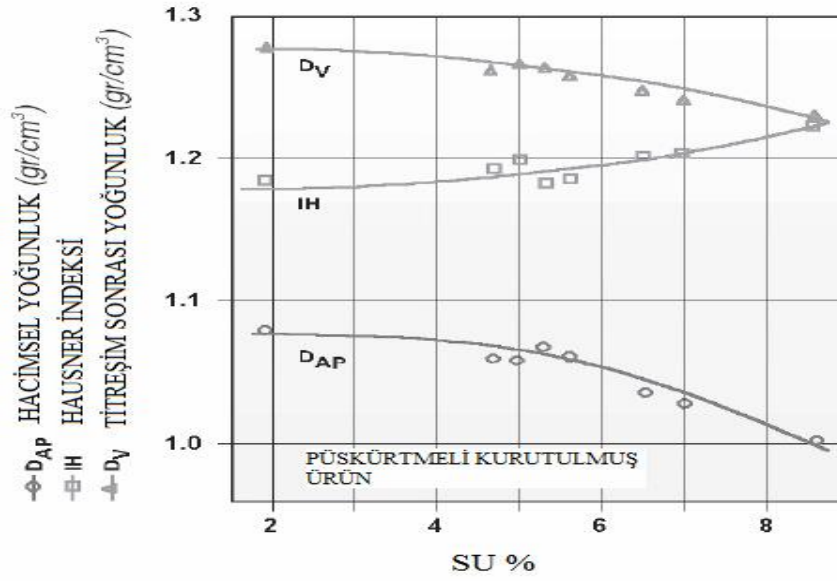
- Hacimsel yoğunluk
- Sıkıştırılmış yoğunluk
- Hausner indeksi

Nem içeriğindeki artış, hacimsel ve sıkıştırılmış yoğunlukta azalmaya neden olmaktadır. Hacimsel yoğunluk en çok etkilenendir, Hausner indeks nem arttıkça artar (Sacmi, 2002).

Nem içeriği arttığında porların hacmi arttığından, hacimsel yoğunluk azalacaktır. Sıkıştırılmış yoğunluk ise nem oranı arttığından hacim artışı için düşecektir. Dolayısı ile Hausner indeksi de buna bağlı olarak artacaktır.

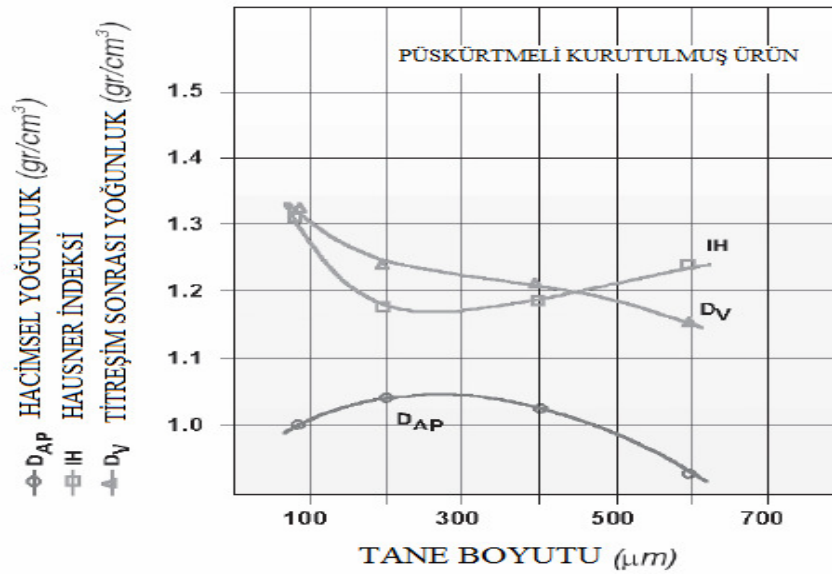
$$\text{Hacim Yoğunluğu} = \frac{M}{V_{\text{porlar}} + V_{\text{katı}}} , \quad H.I. = \frac{D_v}{D_a}$$

D_v = Sıkıştırılmış yoğunluk (g/cm³)



Sekil 3.7. Püskürtmeli Kurutulmuş Tozlar İçin Nem İçeriğinin Fonksiyonu Olarak Hacimsel Yoğunluk, Sıkıştırılmış ve Hausner İndeksi Değişimleri (Sacmi, 2002).

Şekil 3.8, Püskürtmeli kurutulmuş tozun tane boyutu, Hausner indeksini nasıl etkilendiğini göstermektedir. Hausner yoğunluk eğrisi akış hızı eğrisi ile benzerdir, 200 ile 500 mikron tane boyutu aralığında benzer değerlere sahiptir. 125 ile 400 mikron aralığı dışındaki taneler en düşük hacimsel yoğunluk değerlerini verirler. İçinde olanlar ise daha yüksek yoğunluğa ve en iyi paketlenme karakteristiklerine sahiptirler (Sacmi, 2002).

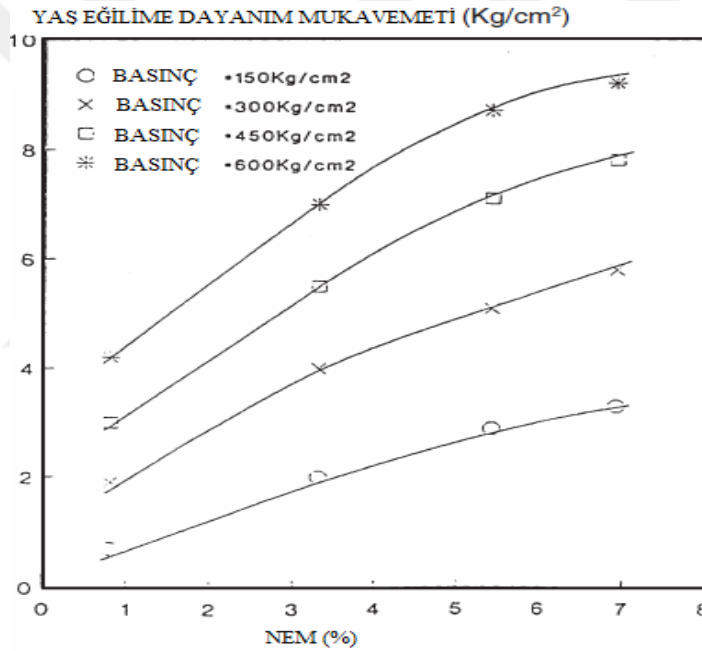


Sekil 3.8. Püskürtmeli Kurutulmuş Tozdaki Tane Boyutundaki Değişimlerin Hacimsel Yoğunluk, Sıkıştırılmış Yoğunluk ve Akışkanlığa Etkileri (Sacmi, 2002).

3.3.6. Preslenmiş Malzemenin Hacimsel Yoğunluğu ve Yaş Eğilime Dayanım Mukavemeti Arasındaki ilişkiler

Farklı şekillendirme basınçları ve nem içeriklerinde preslenmiş karoların kırılma modülleri Şekil 3.9.'da gösterilmektedir. Presleme basıncı ve nem içeriğinin preslenmiş malzemelerin hacimsel yoğunluklarını nasıl etkilediğini göstermektedir (Sacmi, 2002).

Aynı basınç değeri için nem miktarı arttıkça yaş eğilme mukavemeti atmaktadır. Aynı nem miktarı için ise basınç arttıkça yine yaş eğilme mukavemeti artmaktadır. Şekil 3.9'da %3 nem oranında, 150 bar pres basıncında yaş eğilme dayanımı 2 Kg /cm², aynı nem değerinde 300 barda yaş eğilme dayanımı yaklaşık 3,8 Kg /cm², 450 barda 5 Kg /cm², 600 barda 7 Kg /cm²'dir.



Şekil 3.9. Nem İçeriği ve Yaş Kırılma Yükü Arasındaki İlişki (Sacmi, 2002).

Bu davranış taneciklerin daha yakın şekilde bir araya gelmesi böylece taneciklerin arasındaki boşlukların, hacimlerinin azalması şeklinde açıklanabilir (Sacmi, 2002).

3.3.7. Seramik Tozların Fırınlama Performansında Şekillendirme Basıncının Etkileri

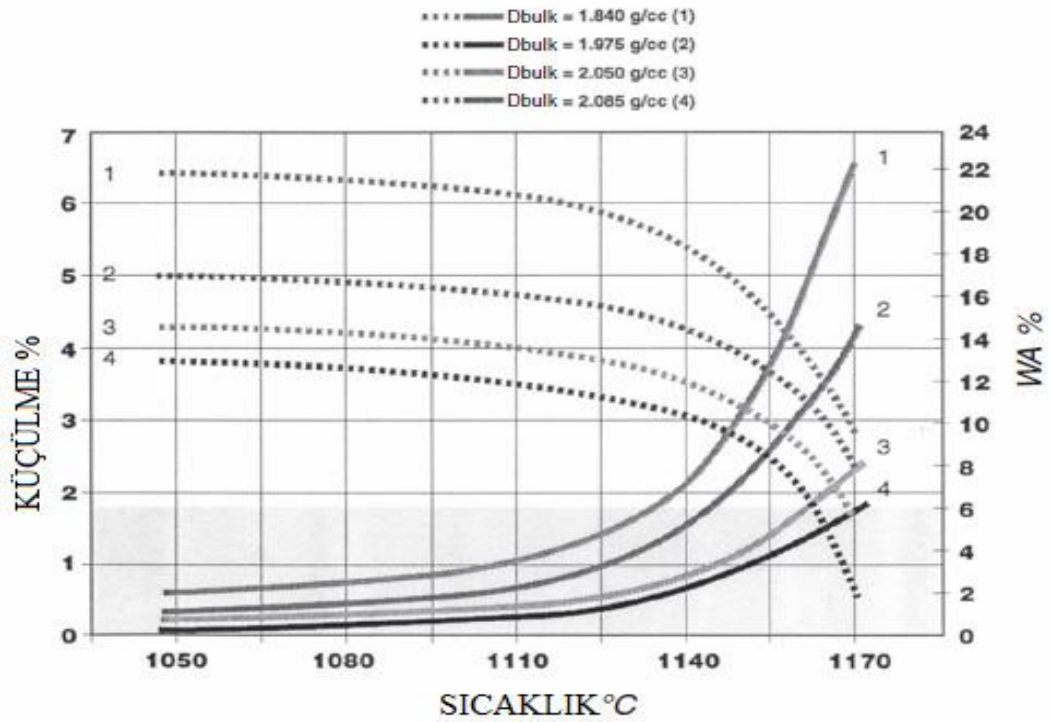
Herhangi bir fırınlama sıcaklığında daha yüksek hacimsel yoğunlukları, daha düşük küçülme ve su emme değerlerini sağlamaktadır (Sacmi, 2002).

Şekil 3.10'da 1170 °C'de 1.840 yoğunluğundaki granül için; Küçülme: %6, Porozite (WA %): %20 iken, aynı sıcaklıkla 2.065 yoğunluktaki granül için; Küçülme:

%1,5, Porozite ise %6'dır. Görüldüğü üzere yoğunluk artıkça; küçülme, porozite ve su emme değerleri düşmektedir.

$$\text{Hacim Yoğunluğu} = \frac{M}{V_{\text{porlar}} + V_{\text{kati}}}; \text{Hacimsel Yoğunluk, } V_{\text{porlar}} \text{ fonksiyonudur.}$$

Hacimsel yoğunluğun artması demek, bünyede olan V_{porlar} hacminin küçülmesi demektir. Formülden de anlaşılacağı üzere porların hacmi ile hacimsel yoğunluk ters orantılıdır. Porlar hacminin küçülmesi demek, bünyede olan gözenek sayısı ve hacminin küçülmesi, dolayısıyla bünyede su ile dolacak boşluğunda azalması demektir. Aynı şekilde porlar hacmi küçülmesi ile sinterleme sonrası bünye sıkı bir paket haline geleceğinden küçülmede azalmaktadır.



Şekil 3.10. Farklı Hacimsel Yoğunluklara Sahip Vitriye Olabilen Bünyeler İçin Vitrifikasyon Eğrileri (Sacmi, 2002).

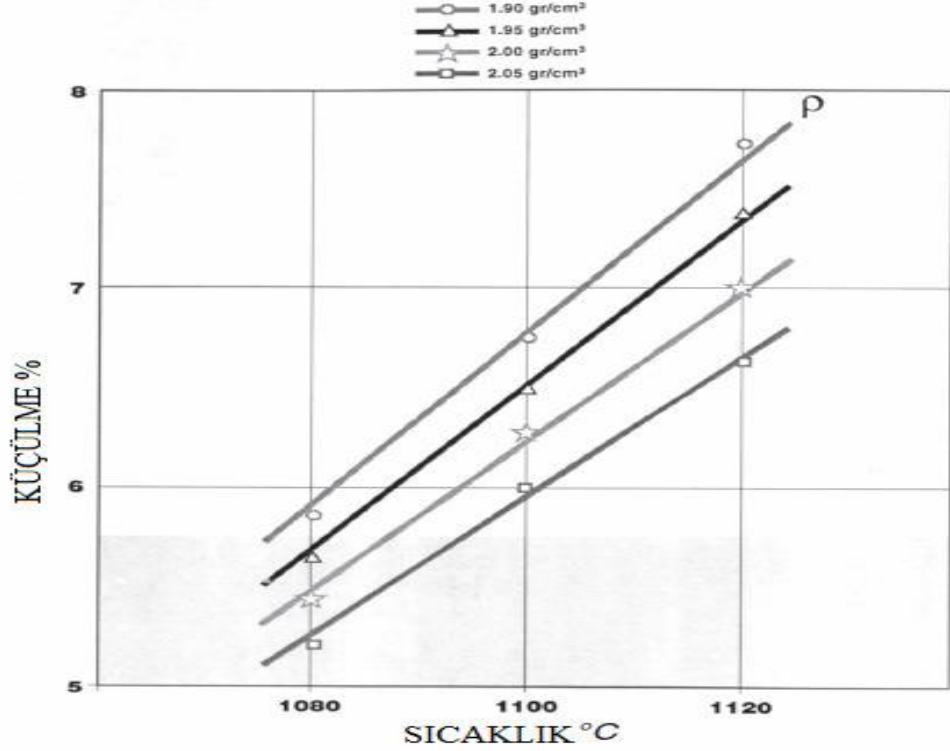
Diğer gözlemler:

a) Daha yüksek hacimsel yoğunluğa sahip numunelerde görülen düşük küçülme, fırınlanmamış malzemedeki yüzdelerdeki düşük gözeneklere, düşük porlara bağlıdır.

Hacimsel yoğunluk ile V_{porlar} hacmi ters orantılıdır. (Hacimsel Yoğunluk $\propto \frac{1}{V_{\text{por}}}$)

b) Vitrifikasyon sıcaklıklarına yakın sıcaklıklarda, düşük küçülme ve düşük porozite daha büyük ürün istikrarı sağlar. Üründe deformasyonu, deliği, yüzey pürüzlülüğü, oyugu önler.

Şekil 3.11’de fırınlanmamış karo yoğunluğu ve çizgisel küçülme arasındaki ilişkiyi daha açık göstermektedir. 1100 °C fırın sıcaklığı için 2.05 yoğunluğa %6 küçülme karşılık gelirken, 1.90 yoğunluğa yaklaşık %6.8 küçülme karşılık gelmektedir.



Şekil 3.11. Fırınlanmamış hacimsel yoğunluk ve çizgisel küçülme arasındaki ilişki (Sacmi, 2002).

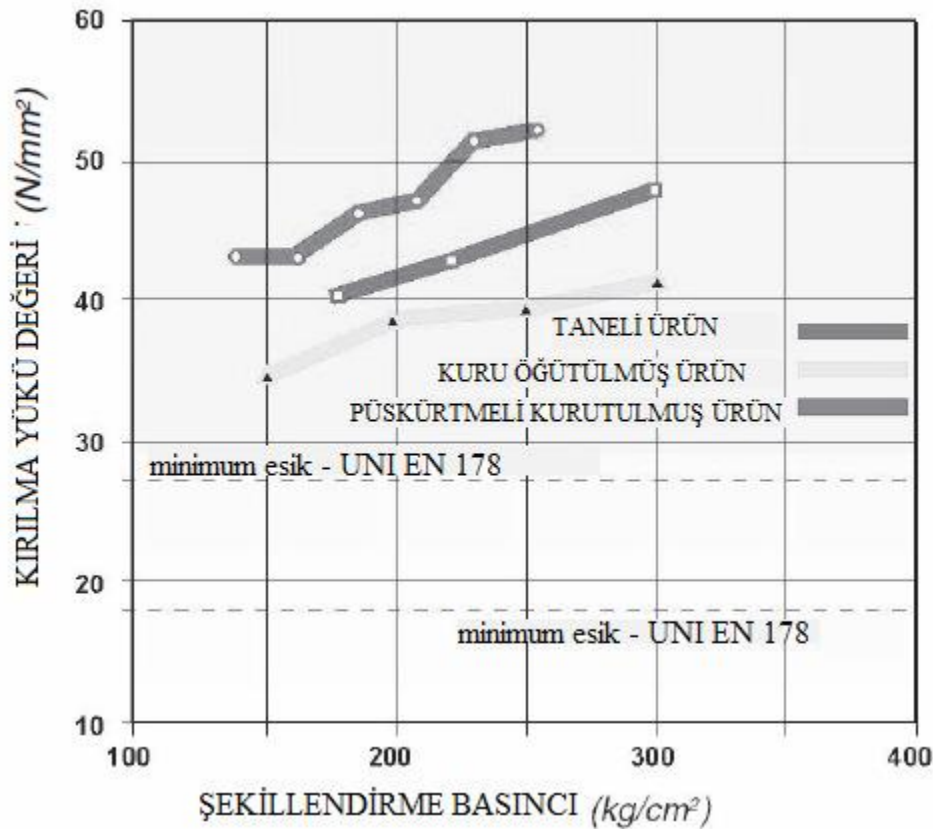
Yoğunluktaki değişimler yalnızca presleme gücüne bağlı değildir. Nem içeriğindeki %1.5 oranında bir değişim kuru hacimsel yoğunluğunda %0.03 g/cm³’lük bir değişime eşittir (Sacmi, 2002).

Preslenmiş karo hacimsel yoğunluğundaki değişimlerinin bir başka sebebi de presleme hızıdır. Aynı karo üzerinde farklı bölgelerdeki farklı hacimsel yoğunluklar (düzgün olmayan doldurma veya daha önce bahsedilen diğer faktörler nedeniyle) aynı karoda düzensiz küçülmelere ve bu durumda boyutsal hatalara neden olur (Sacmi, 2002). Örneğin deformasyon, ebat farklılıkları, biçimsizleştirme, hilal eşiği gibi hatalara neden olabilir.

3.3.8. Porozite ve Fırınlanmış Karonun Eğilime Dayanım Mukavemeti

Kuru öğütme prosesi, hammaddelerin kuru öğütülmesini ve daha sonra onları uygun makinelerle nemlendirilmesini içerir. Yaş öğütme prosesi, hammaddelerin su içerisinde öğütülmesini ve elde edilen çamurun püskürtmeli kurutulmasını içermektedir (Sacmi, 2002).

En iyi porozite değerleri püskürtmeli kurutulmuş (Spreyle elde edilmiş) tozlarda elde edilmiştir, daha sonra granüle edilmiş ve en son kuru öğütülmüş tozlarda elde edilir. Sadece çok yüksek şekillendirme basınçlarında (250 Kg/cm^2 üzeri), kuru öğütülmüş tozlardan yapılan karolar granüle edilmiş olanlarla benzer porozite özelliği gösterir. Eğilime dayanım mukavemeti de benzer davranışlar gözlenir. En iyi sonuçlar püskürtmeli kurutulmuş tozlarla, daha sonra granüle edilen tozlarla ve en son kuru öğütülmüş tozlarla elde edilir (Sacmi, 2002). Şekil 3.12.'de Üç malzeme tipi için şekillendirme basıncının fonksiyonu olarak fırınlanmış karoların kırılma yükleri verilmiştir.



Şekil 3.12. Üç Malzeme Tipi İçin Şekillendirme Basıncının Fonksiyonu Olarak Fırınlanmış Karoların Kırılma Yükleri (Sacmi, 2002).

3.3.9. Şekillendirme Üretim Parametreleri

Şekillendirme seramik üretimde çok önemli bir yere sahiptir. Şekillendirme karonun; su emme değerini, mukavemetini, deformasyonunu, bünyedeki porozitenin hacmini etkilemektedir. Deneyler bölümünde pres basıncının; su emmeyi, deformasyonu nasıl etkilediği anlatılmıştır. Presleme bölümünde birçok parametre kontrol ve takip edilmektedir. Bunlar Tablo 3.1’de gösterildiği gibi; pres basıncı, pres stroğu, karo kalınlığı, ham karo gramajı, granül rutubeti, kurutma rutubeti, ham mukavemet, kurutma mukavemeti ve kurutma çıkışı karo sıcaklığı preste takip edilen üretim parametreleridir. Bunların her biri üretimi ayrı ayrı etkilemektedir. Tablo 3.1.’de Kaleseramik tesisinin şekillendirme prosesine ait, yirmi dört saatlik üretim parametreleri verilmiştir.

Tablo 3.1. Şekillendirme 24 Saatlik Üretim Parametreleri

VARDİYA	PRES	Ebat	Fırın	D-Y	M-P	Basınç(bar)	Strok (ad/dk)	Kalınlık(mm)	Ham gram(g)	Masse Rutubet	Kurutma Rutubet	H.Mukavemet	K. Mukavemet	Karo Sıcaklığı (C)
V16-24	1	60x60	SİTİ	Y	P	310	7,0	9,0	7.061	6,8	0,5	6,3	19,6	123
	2	60x60	ÜST	Y	M	340	6,5	9,0	7.060	6,8	0,5	6,3	19,9	123
	4	45X45	ÜST	Y	M	340	6,5	9,0	7.047	6,8	0,5	6,4	19,3	126
	5	45X45	ALT	Y	M	335	8,2	8,2	3.698	6,8	0,5	5,2	16,1	90
V24-8	1	60x60	SİTİ	Y	P	310	7,0	9,0	7.056	6,6	0,6	6,9	19,6	125
	2	60x60	ÜST	Y	M	340	6,5	9,0	7.042	6,6	0,6	6,7	19,8	125
	4	45X45	ÜST	Y	M	340	6,5	9,0	7.031	6,6	0,6	6,8	19,7	126
	5	45X45	ALT	Y	M	335	8,2	8,4	3.756	6,6	0,6	6,0	16,3	96
V8-16	1	60x60	SİTİ	Y	P	310	7,0	9,0	7.042	6,2	0,6	6,8	19,7	122
	2	60x60	ÜST	Y	M	340	6,5	9,0	7.031	6,2	0,6	6,8	20,0	125
	4	45X45	ÜST	Y	M	340	6,5	9,0	3.756	6,2	0,6	6,5	19,9	126
	5	45X45	ALT	Y	M	335	8,2	8,4	3.785	6,2	0,5	5,6	15,6	97

3.4. KURUTMA

Kurutma katı içerisindeki suyun buharlaşma yolu ile uzaklaştırılması prosesidir (sıvının gaz hale dönüşümü). Sıvının gaz hale gelme eğilimi kimyasal ve fiziksel özelliklerine bağlıdır. Kinetik enerji, buhar molekülleri yoğunlaşırken moleküllerin sıvıyı terk etmesine sebep olur (Kara, 2020a; Sacmi, 2002).

Sıvıdaki moleküllerin sayısı sıcaklığa bağlıdır. Enerji soğurulurken bütün sıvılar gibi su gaz haline gelme eğilimine sahiptir. Bu dönüşüm sonsuza dek devam etmez. Buhar doyma noktasına vardığı zaman dönüşüm sonlanacaktır. (Buhara dönen su moleküllerinin sayısı ve sıvı içine yoğunlaşan buhar moleküllerinin sayısı arasındaki dengeye varıldığı zaman). Bu denge sıcaklık ile artan doymuş buhar basıncı olarak bilinen belirli bir basınca karşılık gelir (Sacmi, 2002).

3.4.1. Seramik İçin Konvansiyonel Sıcak Hava Kurutucuları

Kurutma hızı karo içerisindeki suyun kapiler difüzyonu ile belirlenir. Kurutma başladığı zaman kurutucu girişinde preslenmiş karo sıcaklığı düşüktür ve difüzyon çok yavaştır. Buharlaşma hızı yüzey tabakasının sıkışmasını engellemek için kontrol altına alınması gerekir. Preslenmiş karo yüzeyine kadar ısıtma konveksiyon ile olur, preslenmiş karo içerisinde ısıtma iletim yolu ile oluşur (preslenmiş karo genel olarak çok düşük termal iletkenliğe sahiptir). Isıtma hızı genel olarak hava sıcaklığı ve akış hızının modifiye edilmesiyle ayarlanır (Sacmi, 2002).

Poroziteli malzeme için, uygun difüzyon kinetiği ile sonuçlanan sabit ısıtma sıcaklıkları elde etmek için gerekli zaman, karo kalınlığına bağlıdır (Sacmi, 2002).

Kurutma döngüsü sadece kalınlıktan değil ayrıca rutubet içeriğinden de etkilenir. Vakumlanmış ve döküm ürünler, yüksek nem içerikleri göz önüne alındığında, azalan kuruma küçülmesi ve sıfır kuruma küçülmesi fazlarından sırasıyla geçer. Preslenmiş karonun kuruması ikinci fazın fraksiyonunu ve tam olarak üçüncü fazı içerir. Preslenmiş karonun toplam küçülmesi çok küçüktür ve heterojen küçülmenin sebep olduğu gerilim riski nispeten düşüktür. Bu gibi düşük nem miktarlarına ve daha az küçülme hassasiyetine sahip ürünlerin üretimi, son yıllarda daha yüksek kurutma hızlarına çıkabilen makinelerin gelişmesine yol açmıştır. Bu yaklaşımın amacı yoğun bir şekilde ısıtıldığı zaman zıt eğilimli malzeme ile doğal küçülmeyi önlemektir. Karo son derece hızlı kurutma döngüsünün kullanıma izin veren dinamik bir dengede tutulur. (Sacmi, 2002).

3.4.2. Teknolojik Hususlar

Dikkat edilecek hususlar:

- Ara yüzeye doğru difüzyon bir rutubet gradyanı gerektirir.
- Difüzyon hızı gradyanla artar, preslenmiş karo yüzeyde azalan ve böylece taşınma kinetiğine yardımcı olan homojen rutubet içeriğine sahiptir (Sacmi, 2002).
- Difüzyon hızı bünyenin fiziko-kimyasal özelliklerine (kompozisyon, tane boyut dağılımı, miktar ve plastik olmayan sert malzemelerin boyut dağılımı), şekillendirme prosesine ve çalışma parametrelerine bağlı olan ham geçirgenlikle orantılıdır (Sacmi, 2002).
- Su akış hızı kat edilen mesafe arttıkça azalır, çok kalın karolar daha yavaş kuruma hızlarına sahiptir (Sacmi, 2002).
- Suyun viskozitesi akışa karşı direncin artışı vasıtasıyla taşıma kinetiklerini engeller. Viskoziteyi düşürmek ve difüzyona yardımcı olmak için su ısıtılır, ısıtma karonun tamamını kapsar (Sacmi, 2002).
- Birim zamanda buharlaşan suyun miktarı (buharlaşma) ve preslenmiş karonun içinden kapiler kuvvetlerle suyun yüzeye çıkma miktarı (difüzyon) dengesini sağlayan kinetik prosesler birbirine yakın olduğu zaman kaliteli kurutma sağlanır (buharlaşma hızı= difüzyon hızı). Standart proses şartları altında bu iki prosesin en yavaş olanı iç difüzyondur. Verilen herhangi bir malzeme için (geometri, geçirgenlik ve rutubet özellikleri üzerine) ayarlanabilen tek difüzyon parametresi ısıtma ile su viskozitesidir (Sacmi, 2002).
- *Kurutma hızı*; Preslenmiş karo birim yüzey alanındaki suyun akışı ($\text{kg/m}^2\text{h}$) (Sacmi, 2002).
- *Yüzey buharlaşması*; Termodinamik denge şartları altında oluşur. Preslenmiş karonun iç kısmından yüzeye taşınan su miktarı ile buharlaşan su miktarı eşit olduğu denge durumudur (Sacmi, 2002).

3.4.3. Kurutma Temel Kavramlar

Seramik Araştırma Merkezi [SAM], 2020 kaynaklarına göre temel kavramlar;

1. Havalandırma: Homojen ısıtma/soğutma ve buharın karolardan verimli şekilde uzaklaştırılması için hava akımı mümkün olduğu kadar karo yüzeylerine paralel olmalıdır.

2. Kurutma havası sıcaklığı: Buharlaşma hızında anahtar rol oynar.

3. Suyun buharlaşma hızı: Dikey kurutucuya göre havanın rölatif nemi ve hızından daha az etkilenir.

4-Rölatif (bağıl) nem: Bir ortamda bulunan ortalama nemin bu ortamda bulunabilecek en çok (azami) nem miktarına oranı (başka bir deyişle, havanın belirli bir sıcaklıkta taşıyabileceği nem miktarının yüzde kaçını taşıdığını belirtir. Bağıl nemin %100 olması, havanın artık suyla doyurulmuş olması demektir).

5-Mutlak Nem: Kuru havanın kilogram başına düşen su miktarıdır.

6-% Nem: Bir Kg havadaki su buharının miktarıdır. Eğer tam olarak doymuşsa 1 kg kuru hava içeren su buharı miktarıdır.

7-Buhar Basıncı: Sıvı basıncı ile dengedeki buhar basıncıdır.

8-Yüzey Gerilimi: Sıvının yüzeyine etki eden kuvvet yani sıvının yüzey alanını minimize etme eğilimi gösterir.

9-Yaş Hazne Sıcaklığı: Su içerisine haznenin daldırılması ile elde edilen sıcaklıktır.

10-Buharlaşma Isısı: Sabit basınç ve sıcaklıkta bir sıvıyı buharlaştırmak için gerekli ısı enerjisi miktarıdır.

11-Spesifik Isı: Bir malzemenin sıcaklığını bir santigrat derece (°C) artırmak için gerekli olan ısı miktarıdır.

12-Psikrometrik Tablo: Grafikteki her nokta sıcaklık (yatay skala) ve mutlak neme (dikey skala) dair spesifik gaz-buhar (hava ve su basıncı gibi) hallerini göstermektedir. Tablodaki çizgiler bağıl nem, ıslak hazne sıcaklığı ve gizli ısı buharlaşması gibi sistemin diğer özelliklerini göstermektedir.

Kurutma, karo içindeki suyun difüzyon hızı ve buharlaşma hızı ile tanımlanır. Difüzyon hızı ve buharlaşma hızının bağlı olduğu parametreler ise şöyle sıralanabilir.

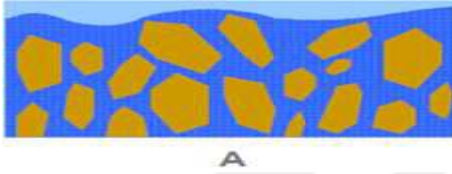
Difüzyon hızı aşağıdaki parametrelere bağlıdır (Sacmi, 2002).

- Malzemenin mineralojik karakteristiği, doğrudan olarak suyun oryantasyonunu ve dolayısıyla taşınma kabiliyetini etkiler.
- Tane boyutu ve şekli, suyun difüze olduğu kapillerlerin genişliğini ve şeklini etkiler.
- Ürünün nem miktarı, su miktarı azaldıkça katı taneler birleşir. Bu birleşme boş kapillerleri yakınlaştırır ve bazılarını ise kapanmasına neden olur.
- Preslenmiş karo sıcaklığı

- Küçülme miktarı ve hızı, buharlaşmanın bir fonksiyonudur.
- Buharlaştırılacak sıvının yüzey gerilimi ve atmosferin buhar basıncı, higrometrik durum, rölatif nem arasındaki ilişki difüzyon hızını etkiler.
- Son olarak difüzyon yalnızca ürünün yüzeyinde buharlaşma varsa devam eder. Buharlaşma sisteme uygulanan atmosferik buhar basıncı ve sıvının yüzey gerilimi arasındaki orana bağlıdır.

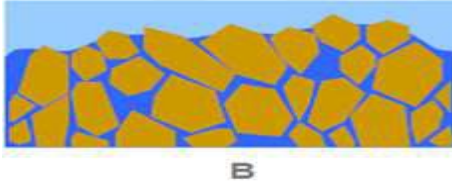
Buharlaşma hızı aşağıdaki parametrelere bağlıdır (Sacmi, 2002).

- Hava sıcaklığı, hava sıcaklığı arttıkça süspansiyonda tutabilecek su miktarı artar.
- Kurutma havasının hızına bağlıdır.
- Havanın higrometrik hali, belirlenen bir sıcaklıkta malzemeden çıkabilecek su miktarını belirler.



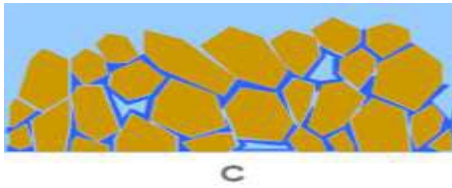
Kurutma süreci başlamadan önce taneler ince bir su tabakası ile birbirlerinden ayrılmışlardır.

Resim 3.9. Kurutma Başlamadan Önce (Kara, 2020a)



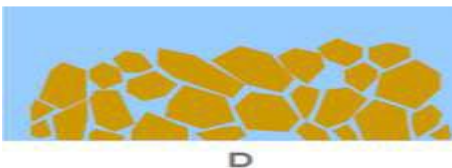
Yüzey suyu buharlaştıktan hemen sonra iç kısımdan kapiler yolla su hareket eder, taneler hareket etmeye başlar ve duruma birbirleri ile temas edebilirler.

Resim 3.10. Yüzey Suyu Buharlaştıktan Sonra (Kara, 2020a)



İkinci kuruma aşamasından sonra bile taneler arasındaki gözeneklerde hala su kalmaktadır.

Resim 3.11. İkinci Kuruma Aşamasından Sonra (Kara, 2020a)



Kurutmanın son aşamasında herhangi bir kalıntı olmaması için sıcaklık kaynama noktasını aşmalıdır. Bu noktada taneler birbirleri ile temas ederler.

Resim 3.12. Kurutma Son Aşama (Kara, 2020a)

3.4.4. Bünye Reçetelerinde Dikkate Alınması Gereken Başlıca Parametreler

- a) Plastik hammaddelerin yüzdesi, ürünün kuru mukavemetini artırır, fakat aynı zamanda kuru küçülmeyi de artırır.
- b) Plastik olmayan hammaddelerin yüzdesi, bu tür hammaddeler ürünün kuru mukavemetini olumsuz yönde etkiler, diğer yandan kuruma küçülmesine olumlu yönde yardımcı olurlar (özellikle tane boyut dağılımları çok ince olduğunda).
- c) Nem içeriği, plastikliği ve küçülmeyi artırır. Tane inceliği bünyenin higroskopik değerleri ile orantılıdır.
- d) Presleme basıncı, kurutma davranışını etkiler, yüksek basınçlar da geçirgenliği ve su difüzyonunu azaltır.
- e) Ürün geometrisi, kurutma yüksek yüzey alanı / hacim oranlarında daha hızlı olur, ince karolar daha hızlı kurur (Sacmi, 2002).

3.4.5. Kil, Kuvars ve Feldspatın Kurutmaya Etkisi

Kil taneleri genelde ince plakalar şeklindedir, bu onlara özel bir yüzey ve su emme kapasitesi sağlamaktadır. Killer higroskopiktir. Kompozisyondaki kil minerallerin tipi bünyenin kurutma sırasındaki davranışlarını etkiler. Plastikliği yüksek killerin, yüksek nem toplama kapasiteleri nedeniyle kurumaları daha uzun süre alır (Sacmi, 2002).

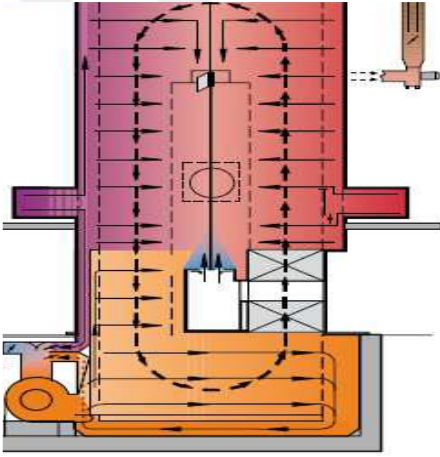
Daha yüksek tane boyutları kurumayı kolaylaştırır, çünkü gözenekler daha büyüktür ve su buharının geçişini kolaylaştırır. Plastik olmayan tanelerin (kuvars, feldspat, vb.) miktarı ve boyutu ürünün kuruma hızını etkiler. Daha büyük miktarlarda plastik olmayan partiküllerin bulunması, bünyenin kurumasını kolaylaştırır. Plastik olmayan partiküllerin boyutu ne kadar büyükse, kurutma süreci o kadar hızlıdır (Sacmi, 2002).

3.4.6. Dikey Kurutucular

Yüksek performanslı hızlı dikey kurutucular seri karo üretimleri için idealdir. Optimum teknolojik verimlilik sağlamak için tasarlanmışlardır. Resim 3.13.'de Kaleseramik tesisine ait dikey kurutucu resmi, Resim 3.14'te ise akış şeması verilmiştir.



Resim 3.13. Dikey Kurutucu



Resim 3.14. Dikey Kurutucu Dönüş Şeması (Sacmi, 2002).

İlk bölgede (malzemenin kurutucuya girdiği ve yükseldiği yer) karolar, karo yüzeyine paralel olan fan ve brülörlerin oluşturduğu hava akışına maruz kalır. Giriş ve çıkış ağzı, havayı dağıtmak ve farklı sepet seviyelerine iletmek için kullanılır. Hava rafları geçtikten sonra, iç kanallar tarafından tekrar emilir, büyük kısmı fan yardımıyla tekrar sirküle ettirilir ve küçük bir kısmı çıkış fanı tarafından atmosfere gönderilir (Emiliani, 1998; Sacmi, 2002; Singer, 1975).

İkinci (mor) bölgedeki sirkülasyon birinci bölgedekine benzerdir. İkinci bölgedeki dolaşım (karoların inişe geçtiği yer) ilk bölgeden bağımsızdır, fakat ilk bölgeye benzer, kendi fanına, brülörüne ve dış hava giriş kapağına sahiptir ikinci bölgede daha düşük sıcaklıklar ayarlanır. Bu stabilizasyon verimliliğini maksimize eder ve yüksek eğilime dayanım mukavemeti sağlar (Emiliani, 1998; Sacmi, 2002; Singer, 1975).

Stabilizasyon bölgesinde (turuncu) kararlılığı sağlamak için karolar, harici soğuk havanın ikinci bölgeden çıkan hava ile karıştırılması ile elde edilen sabit sıcaklıktaki havanın yönlendirilmiş akışına maruz bırakılmalıdır. Bu stabilizasyon prosesi, sonraki üretim prosesleri için istenilen karo özelliklerini kontrol eder (sırlama, çözünür tuzların uygulanması, kuru parlatma, vs.). Kurutma döngüsünde karolar hızlı şekilde yüksek sıcaklıklara maruz kalırlar (Emiliani, 1998; Sacmi, 2002; Singer, 1975).

3.4.7. Kurutma Döngüsü ve Karo Kalınlığı ve Boyutu Arasındaki İlişki

Kurutucu boyutu ve kurutma süresi büyük oranda karonun boyutlarına bağlıdır. Denklem 3.8.'de Karo kalınlığı, karo boyutu ve kurutucu kurutma zamanı arasındaki ilişki verilmiştir (Sacmi, 2002).

$$Teo = [(S)^{3/2} + (0.02 \times Lm)^{1.3}] \times Ko$$

Denklem 3.8. Karo Kalınlığı/Boyutu Arasındaki İlişki

Teo: Kurutma zamanı (dakika)

S: Toplam kalınlık (mm)

Lm: En uzun kenar (mm)

Ko: Malzeme katsayısı olup, aşağıda kullanılacak değerleri verilmiştir

0.40 Beyaz ve kırmızı tek pişirim

0.45 Beyaz ve kırmızı monoporoz

0.55 Porselen karo (çözünür tuzlar)

Bu katsayılar Denklem 3.8.'de yerine koyulup karo kalınlığı ve boyutuna bağlı olarak kurutma zamanı hesaplanabilir.

3.5. SIRLAMA

3.5.1. Frit ve Sır Hazırlama

Genel anlamda; suda çözünen hammaddelerden gelecek oksitleri kaybetmemek için kaolin, kuvars, feldspat, kalsit, manyezit ve dolomit gibi başlangıç maddelerinden oluşan harmanın ergitilip, eriyiğin ani şoklanmasıyla elde edilen camsı partiküllere frit adı verilmektedir. Daha önceden bir camlaşma sürecinden geçildiği için frit, ham karışıma göre herhangi bir kabarıklık sorunu yaşanmadan nispeten düşük sıcaklıklarda hızlı bir biçimde ince camsı tabakanın eldesinde büyük avantaj sağlar ve 1200 °C'in altındaki pişirimlerde yüksek oranlarda kullanılır (Arcasoy, 2020; Galassi e Pozzi, 1994; Karasu, 2020; Parmelee, 1978; Taçyıldız, 2018).

Resim 3.15.'de Kaleseramik sır hazırlama bölümünden alınmış frit malzemesine ait resim verilmiştir.



Resim 3.15. Frit

Uygun bileşimli inorganik hammaddelerin öğütme ve karıştırma işlemlerinden sonra homojen harmanlarından hareketle elde edilen, seramik bünye üzerinde pişirme neticesinde yaklaşık 100 mikrometre kalınlığında oluşan camsı tabakaya sır adı verilmektedir (Arcasoy vd., 2020).

Sır;

- Uygulandığı bünyeye parlaklık ve düzgün yüzey sağlar.
- Üzerine çekildiği ürünü geçirimsiz kılarak gazlardan ve sıvılardan yalıtır.
- Asitlere ve bazlara karşı dayanım verir.
- Çarpma ve darbelere karşı mukavemet kazandırır.

- Hijyenik olarak mikro organizmaların oluşumunu önler ve bu organizmaların hareketlerini sınırlandırır.
- Kirlenmeleri önler, temizlenme kolaylığı sağlar.
- Pişme rengi gösteren bünyenin üzerinde örtücü bir tabaka oluşturur.
- Seramik ürünlere renk ve doku özellikleri kazandırarak ürünün estetik değerini artırır, sır altına uygulanan dekorasyonu koruyup dış etkilere karşı etkilerden yalıtır.

(Arcasoy vd., 2020).

3.5.2. Frit ve Sır Öğütme

Frit, cam eriyiğın direkt soğuk suya dökülerek şoklanması ya da su soğutmalı merdaneler arasından geçirilmesiyle elde edilir. Sır bileşeni olarak kullanılabilmesi için tane boyutunun düşürülmesi gerekmektedir. Bu amaçla geleneksel ve yaygın olarak bilyeli değirmenler kullanılmaktadır (Arcasoy vd., 2020).

Öğütme performansı; kullanılan öğütücü bilyelerin türüne, çapına, yoğunluğuna, şekline, dolum oranına, değirmenin dönüş hızına, sıcaklığına ve öğütme süresine bağlıdır. Öğütme; kendi eksenini etrafında dönme, kayarak yuvarlanma ya da serbest düşme şeklinde gerçekleşebilir. Bu üç hareketten birinin diğerine oranla azlığı veya çokluğu öğütme olayını etkiler (Arcasoy vd., 2020).

Sır hazırlama sürecinde her ne kadar son dönemde kuru sır üzerinde duruluyor olsa da genellikle sulu öğütme ve karıştırma sistemleriyle çalışılmaktadır. Fritli ve ham sır şeklinde iki kategoriden bahsedilebilir. Her iki durumda da sır harmanının ilgili yüzeye uygulanabilir bir tane boyut dağılımına getirilmesi gereklidir. Katı taneciklerin sır çamurunda askıda kalması, topaklanmaması (Sır Toplanması) ve çökmemesi istenir. Sıra, sıranın temel hammaddelelerinin yanı sıra çamur reolojisini düzenleyecek elektrolitlerin de ilavesi yapılır. Öğünme performansı açısından öğütücü bilye, su ve sır harmanı oranının optimize edilmesi önemlidir (Arcasoy vd., 2020).

3.5.3. Reolojik İlaveler

3.5.3.1. Askıda (Süspansiyonda) Tutma Elemanları

Sır reçetelerindeki kolloidal maddeler (özellikle kil gibi) diğer plastik olmayan malzemeleri süspansiyonda destekler. Kil benzeri veya tamamen organik bu malzemeler süspansiyondaki ortalama tane boyutundan büyük tanelerin yüzmesine katkı sağlar (Arcasoy vd., 2020).

3.5.3.2. Bentonit

Çökmeyi engellemek için kullanılır. Etkili kullanım için sır reçetelerinde %1-0.5 aralığında olmalıdır. Şayet %1.5-2 gibi daha yüksek miktarlarda bulunursa bentonitler Tiksotropi etkiler oluştururlar. Kil, su içinde katyon çeşidine göre (Ca^{+2} , Mg^{+2} , Na^{+} , vb.) yüzey şarjı meydana getirir. Kil minerali kalsiyum ve magnezyum iyonları içeriyorsa süspansiyon topaklanmaya, sodyum iyonu içeriyorsa askıda kalmaya meyilli olacaktır (Arcasoy vd., 2020).

3.5.3.3. Islatma Elemanları

Özellikle sır altı dekorasyon uygulamalarında yağ esaslı sır altı dekorasyon mürekkeplerinin üzerine kaplanan sırnın boya üzerinde damlacık oluşturmamasını engelleyerek sır yayılımını artırmayı desteklemektedir (Arcasoy vd., 2020).

3.5.3.4. Köpük Kontrol Elemanları

Köpük oluşumunu önleyen bu katkılar %0.1-0.2 aralığında kullanılabilir. Fosfat iyonları etkin köpük kontrol elemanlarıdır (Arcasoy vd., 2020).

3.5.3.5. Sır Sabitleyiciler

Pişirimi yapılmamış sır yüzeyine, el ile veya doğrudan ya da başka bir cihaz yardımıyla mekanik olarak dekorasyon boyalarının uygulanması için kullanılırlar (Arcasoy vd., 2020).

3.5.4. Sır Reolojisi ve Ölçüm Yöntemleri

Reoloji, sıvıların akış özelliğini inceleyen bilim dalıdır. Viskozimetre (Ford cup-ağdalık ölçer) basit bir akış kabı olup, bilinen hacimdeki bir sıvının ağdalığının ölçümünde kullanılır. Ortam sıcaklığı viskozite ölçümünü dolayısıyla akma miktarını önemli ölçüde etkiler. Viskozimetreler sadece tek akış koşulu altında ölçüm yapmaktadırlar. Reometre ise akma koşullarının değişkenlik gösterdiği durumlarda akışkanlığı ölçen cihazdır (Arcasoy vd., 2020).

Seramik dünyasında sırnın spesifik gravitesi çok önemlidir. Sır içinde taneciklerin durumunun ve yoğunluğunun göstergesidir. Dolayısıyla, sır kalınlığının belirlenmesinde de gayet etkindir. Değer çok düşükse sırdaki fazla suyun uzaklaştırılması lazımdır. Aksi durumda ise su ilavesi gerekecektir (Arcasoy vd., 2020).

Resim 3.16.'da Kaleseramik sırlama bantlarında viskozimetre ile ölçüm yaparken çekilen resim verilmiştir.



Resim 3.16. Viskozimetre (Ford cup-ağdalık ölçer)

Zeta potansiyel, taneler arasındaki itme veya çekme değerinin ölçümüdür. Zeta potansiyel ölçümü dağılma mekanizmaları ile ilgili ayrıntılı bilgi verir ve elektrostatik dağılma kontrolünün anahtarıdır. Belli bir yükteki tane, süspansiyon içerisindeki karşı yükteki iyonları çeker, sonuç olarak, yüklü tanenin yüzeyinde güçlü bir bağ yüzeyi oluşur ve daha sonra, yüklü tanenin yüzeyinden dışa doğru yayılmış bir yüzey meydana gelir. Yayılmış bu yüzey içerisinde "kayma yüzeyi" diye adlandırılan bir sınır bulunur. Yüklü tane ve onun etrafındaki iyonların kayma yüzey sınırına kadar olan kısım tek bir parça halinde hareket eder. Bu kayma yüzeyindeki potansiyel, Zeta potansiyeli olarak isimlendirilir ve hem tanenin yüzey yapısından hem de içinde bulunduğu sıvının içeriğinden etkilenir. Tanelerin polar sıvılar içerisindeki davranışlarını yüzeylerindeki elektrik yükü değil, Zeta potansiyel değerleri belirler (Arcasoy vd., 2020).

3.5.5. Sır Uygulama Yöntemleri

3.5.5.1. Daldırma

Bisküvi veya kuru yarı bünyenin sulu sır içine daldırılarak çıkartılması sonucu yüzeyde bir film tabası şeklinde kalınlık oluşturmaktadır. Et kalınlığı az olan (ince) ürünlerin sırlanması, bisküvi pişirimi sonrası daldırma yöntemi ile et kalınlığı fazla olanların ise kurutma sonrası daldırma yöntemi ile yapılabilir (Arcasoy vd., 2020).

Bünyenin sır içinde kalma süresi ve sırnın yoğunluğu, ürünün kalın veya ince sırlanmasını doğrudan etkiler. Sırnın yoğunluğu, Boumetre ile ölçüldüğünde, 45–50 bome;

litre ağırlığı ile ölçüldüğünde 1450-1500 g/l arasında olmalıdır. Bisküvinin sır içinde kalma süresi, sırnın yoğunluğuna bağlı olarak 5 ile 15 saniye arasında değişir. Bu yöntem genellikle bütün bir yüzeyin sırlanması söz konusu olduğunda tercih edilir (Arcasoy vd., 2020).

3.5.5.2. Akıtma

Diskle diğer adı kampana ile sırlama yönteminde düzgün bir sır yüzeyi elde etmek için sırnın litre ağırlığı ~1500 ile 1550 g/l, kampana ile sırlamada da ~1700 ile 1750 g/l olmalıdır. Kurutma işlemi biten karo estetik bir görünüm ve mukavemet amaçlı olarak desen baskı ve sırlama işlemine tabi tutulur. Sırlama, baskı mukavemeti ve yüzeysel iyileştirme açısından çok önemlidir. Kurutma ve sırlama işlemi gerçekleşen karo pişirilmek üzere uzun fırınlara alınıp toplamda yaklaşık olarak 50 dakikada (maksimum) pişirilerek fırının diğer ucundan alınır (Arcasoy vd., 2020).

Resim 3.17.'da Kaleseramik sırlama bantlarında kampana ile sır ve engop akıtma örneği verilmiştir.



Resim 3.17. Kampanada Sır Akıtma ve Sırlama

3.5.5.3. Püskürtme

Daldırma ve akıtma tekniklerinin kolayca uygulanamadığı sanatsal seramiklerin sofrta ürünlerinin ve özellikle hacimli, tek pişirim uygulanacak seramiklerin sırlanmasında (sağlık gereçleri gibi) bu yöntem kullanılır. Düşük su içeriğine ve 1.8 gibi yüksek spesifik yoğunluğa sahip sırlarla çalışılmaktadır (Arcasoy vd., 2020).

Sır çamurunun reolojisi; kalite, etkinlik ve üretim açısından gayet önemlidir. Püskürtücünün nozul açıklığı, püskürtme basıncı, katı tanecik yoğunluğu, sır çamuru ağdalığı ve püskürtme kalınlığı diğer kritik ve dikkate alınması gereken parametrelerdir. Püskürtme işlemi sırasında kayda değer oranda sır havaya karışacağından bunun solunmamasına ve ortamdan havalandırma sistemiyle uzaklaştırılmasına dikkat edilmesi gerekmektedir (Arcasoy vd., 2020). Resim 3.18.'de Püskürtme yöntemi ile klozet sırlama yöntemi verilmiştir.



Resim 3.18. Püskürtme Yöntemi (Karasu, 2020)

3.5.6. Sır-Bünye Uyumu

Sırda çatlama ve kavlama hataları sır ile bünye uyumsuzluğundan kaynaklanır. Sırın ısısal genleşme katsayısı bünyeninkinden yüksekse çatlama, tersi durumda da kavlama ortaya çıkar. Böylesi sorunları gidermede en iyi çözüm sır ve bünye arasına ısısal genleşme uyumunu sağlayacak bir astarın uygulanmasıdır. Ayrıca, ısısal genleşme uyumsuzluğuna yol açan diğer unsurlar; yetersiz, çok hızlı ya da aşırı pişirimdir (Arcasoy vd., 2020). Resim 3.19.'da sır bünye uyumsuzluğundan kaynaklanan sır çatlağı resmi verilmiştir.



Resim 3.19. Sır Çatlağı (Karasu, 2020)

3.5.7. Sır Çatlağına Karşı Alınabilecek Önlemler

Sır çatlağı ile ilgili bünye ve sırda alınabilecek önlemler aşağıda maddeler halinde sıralanmıştır.

1-Bünyede uygulanabilecek önlemler

- 1.a) Plastik karakterli hammaddeler azaltılıp kuvars miktarı arttırılmalıdır.
- 1.b) Feldspat oranı azaltılmalıdır.
- 1.c) Kuvars daha ince öğütülmelidir.
- 1.d) Pişme sıcaklığı bir miktar daha arttırılabilir.
- 1.e) CaO miktarı arttırılarak sır ile bünye arasında daha iyi bir ara tabaka oluşumu sağlanabilir.

2-Sırda alınabilecek önlemler

- 2.a) Kuvars miktarı arttırılmalıdır.
- 2.b) Borik asit arttırılabilir.
- 2.c) Ergime derecesine ulaşıldığında buradaki bekleme süresi daha uzun tutulabilir. (Arcasoy vd., 2020).

3.5.8. Sır Kavlamasına Karşı Alınabilecek Önlemler

Sır kavlamasına karşı bünyede ve sırda alınabilecek önlemler şöyle sıralanabilir

1-Bünyede uygulanabilecek önlemler:

- 1.a) Kuvars miktarı azaltılmalıdır.
- 1.b) Kuvars daha kaba öğütülmelidir.

1.c) Özlü kil yerine özsüz kaolin ilave edilebilir.

1.d) Feldspat oranı arttırılabilir.

1.e) Pişme ısısı azaltılmalıdır.

2-Sırda yapılabilecek önlemler:

2.a) Kuvars içeriği azaltılmalıdır

2.b) Borik asit miktarı düşürülmelidir. (Arcasoy vd., 2020).

3.5.9. Sır Toplanması

Sır toplanmasına karşı alınabilecek Sır kalınlığı azaltılmalıdır, sıranın yüzey gerilimi kontrol edilerek, Seger formülünde toplanmayı engelleyecek şekilde oksitlerde değişiklik yapılmalıdır (Arcasoy vd., 2020).

3.5.10. Sırlama Üretim Parametreleri

Sırlama üretimi aşamasında en önemli iki parametre sır ve engop reolojisidir. Sır ve engobun bünye ile uyumu çok önemlidir. Bu aşamada ilk önce engop uygulaması ile karo yüzeyindeki hatalar örtülür, yüzey pürüzsüz hale getirilerek sırlama aşamasına gönderilir. Her iki uygulamada da sır engop gramajlarına, viskozitelerine, yoğunluklarına bakılır. Tablo 3.2’de Kaleseramik Yerköy tesislerinde sırlama aşamasında yirmi dört saatlik ölçülen üretim parametreleri verilmiştir. Vardiyalarda sıranın ve engobun; gramajı, yoğunluğu, viskozitesi ile su gramajı, karo altı engop yoğunluğu ölçülmektedir.

Tablo 3.2. Sırlama 24 Saatlik Üretim Parametreleri

VARDİ YA	BANT	Ebat	Fırın	D-Y	Su (g)	Engop kodu	Engop (g)	Engop Vis. (sn)	Engop Yoğ.	Sır Kodu	Sır(g)	Sır Vis.	Sır Yoğunlu k	Karo Altı Yoğ.
V16-24	1	60x60	SİTİ	Y	16,3	1000	30	34	1.840	130	40	33	1833	1290
	2	45X45	ÜST	Y	16,2	1000				130	43	35	1840	1285
	2	45X45	ÜST	Y	16,2	1000				130	43	35	1840	1285
	3	45X45	ALT	Y	17,1	1000				130	50	36	1835	1295
V24-8	1	60x60	SİTİ	Y	16,4	1000	30	33	1842	130	40	34	1835	1288
	1	60X60	SİTİ	Y	16,3	1000	35	33	1842	130	40	34	1835	288
	2	45X45	ÜST	Y	16,0	1000				130	43	35	1840	1.285
	3	45X45	ÜST	P	17,4	1000				130	50	36	1834	1280
V8-16	1	60X60	SİTİ	Y	16,3	1000	35	31	1842	130	40	32	1832	1285
	2	45X45	ÜST	Y	16,0	1000				130	43	34	1843	1282
	3	45X45	ÜST	P	17,4	1000				130	50	33	1831	1284

3.6. PİŞİRİM TEKNOLOJİSİ

Piştirim bütün üretim prosesinin en önemli aşamasıdır. Bünyedeki hammaddelerin yeni kristal ve camsı kompozisyonlara dönüştürülmesiyle seramik malzeme oluşur. Şekil, eğme mukavemeti, porozite veya geçirimsizliği muhafaza etmek için katılık ve çözünmezlik yanı sıra kimyasallara karşı direnç, piştirim sonrası elde edilir (Handle, 1992; Sacmi, 2002).

Piştirim, karo bünyesiyle sıkı şekilde bağlı olan camsı kaplamanın ergimesine ve kalıcı bir tabaka oluşumuna sebep olur. Böylece gerekli fiziksel, kimyasal ve estetik özellikler sağlanır (Handle, 1992; Sacmi, 2002).

Piştirim; preslenmiş, kurutulmuş karoya enerji transferinden oluşur. Böylece fiziksel ve kimyasal dönüşümler sonucu bünye ve sır gerekli nihai ürün özelliklerine ulaşır. Geçmişte hedef sıcaklık, piştirim zamanı ve piştirim metotları tecrübe ile elde edilirdi. Şimdilerde aynı parametreler; kimyasal bilgilerle, ilgili hammaddelerin teknik davranışlarının incelenmesiyle ve özellikle termal analizler yardımıyla elde edilmektedir (Handle, 1992; Sacmi, 2002).

3.6.1. Piştirim Esnasında Meydana Gelen Dönüşümler

Piştirim, ısının seramik ürüne nüfuz etmesiyle gerçekleşir. Isıtma, malzemedeki atomların titreşim şiddetini artırır, bu durum malzemenin genleşmesine sebep olur. Bu genleşmenin büyüklüğü malzemenin kimyasal doğasına, kristal ya da camsı yapısına, malzemenin miktarına ve ısıtma esnasında meydana gelen dönüşümlere bağlıdır (Handle, 1992; Sacmi, 2002).

Kristal kompozisyonlarının camsı yapılarda, kompakt (sıkı) yapıların ise poroz (gözenekli) yapılardan daha fazla genleştiği tespit edilmiştir. Piştirim ilerledikçe malzemedeki belirli bileşenler kaybolur ve yenileri ortaya çıkar. Bu değişimler genleşme ya da küçülmeyi gösterir (Handle, 1992; Sacmi, 2002).

Genleşme veya küçülme, bünyenin başlangıç kompozisyonuna ve fırın sıcaklığında oluşan dönüşümlere bağlıdır. Maksimum sıcaklık aynı olsa dahi bünyelerin birinci ve ikinci piştirim esnasında neden farklı davrandığını açıklar. İlk piştirim esnasında oluşan termal genleşme tersinmezdir. (Handle, 1992; Sacmi, 2002).

Piřirim esnasında meydana gelen dięer fiziksel dönüşüm bünye ve sır kompozisyonlarındaki ergiticilerin ergimesidir. Seramik endüstrisinde ötektik karışımlar tek tek malzemeleri eritmek için gerekli olan sıcaklıklardan daha düşük sıcaklıklarda sıvı fazın oluşumuna yardımcı olurlar. Hammaddelerden gelen oksitler arasındaki çok sayıda ve karmaşık ötektik oluşumları kompozisyonların daha kolay ergimesini sağlar (Handle, 1992; Sacmi, 2002).

Ergime meydana geldięi zaman genişleme azalır ve seri halde birbiri ile bağlantılı dönüşümler meydana gelir, bu dönüşümler; (Handle, 1992; Sacmi, 2002).

- Azalan porozite, artan yoğunluk
- Katı-katı ve katı-sıvı reaksiyonları
- Artan teknolojik özellikler

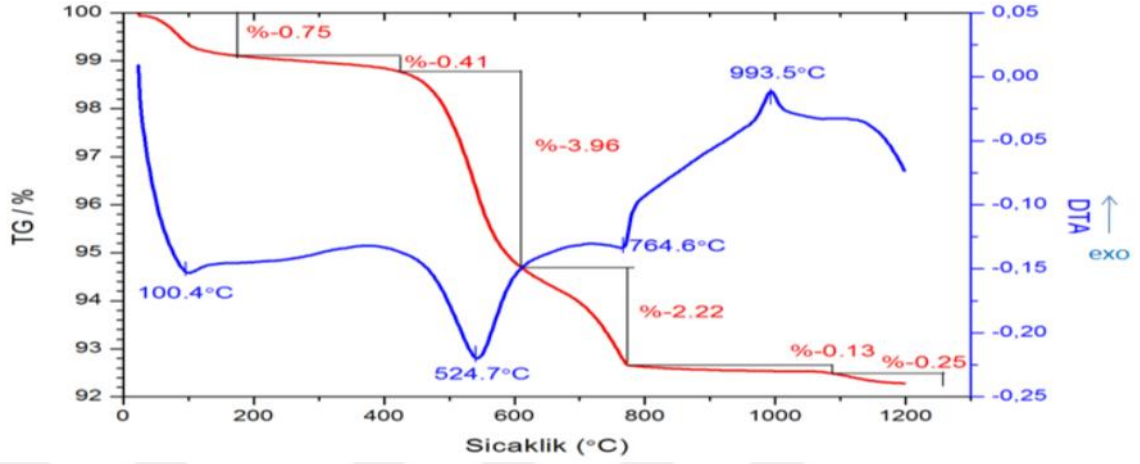
Sıcaklık artarken ergimiş malzemelerin miktarı artar ve aynı anda sistem viskozitesinde azalma meydana gelir. Karonun yumuşaması ve sıvı faz oluşumu ile meydana gelen olaylar řu aşamaları takip eder; kütle içerisindeki boşluklara sıvının infiltrasyonu (içeri sızma, süzülmesi), granüllerin çözünmesi, sıvı fazın kalanı ile çözünen malzemenin difüzyonu sürecini takip eder (Handle, 1992; Sacmi, 2002).

Aynı zamanda parçanın azalan viskozitesinin neden olduęu reaksiyonlarda artış olur, malzemenin vitrifikasyon eğrisini (sıcaklığın fonksiyonu olarak küçülme ve su emme) kontrol etmek daha zordur ve rulolar üzerinde hareket eden karoların düzgün olmayan seviye hareketlerinden kaynaklanan eğilme hatalarına neden olabilir (Handle, 1992; Sacmi, 2002).

Sır kompozisyonları ergitici olarak daha zengindir ve tüm malzemeler belirli bir viskoziteye sahip sıvı faza dönüşür. Sır opaklığı gibi belirli efektler oluşturmak amacıyla ilave edilen bazı maddeler ya da renklendirme için kullanılan pigmentler çözünmeden kalabilirler (Handle, 1992; Sacmi, 2002).

İnfiltrasyon, çözülme, difüzyon ve kristalizasyon, sır ile bünye temas bölgesinde oluşur ve bu reaksiyonlarla sıvı bünyeye bağlayan bir ara tabaka oluşur. Bu tabakanın derinliği bünyenin refrakterliğine ve geçirgenliğine bağlıdır (Handle, 1992; Sacmi, 2002). Piřirim devam ederken ve fırın sıcaklığı artarken; seramik karolar, fırın içinde meydana gelen kimyasal reaksiyonların oluştuęu kritik termal bölgelerden geçer. Şekil 3.13'te bu

bölgeler gösterilmiştir (Handle, 1992; Sacmi, 2002, Suvacı, 2020). (TG %: Ağırlık kaybı, DTA: Genleşme)



Şekil 3.13. Sinterleme Esnasında Oluşan Dönüşümler ve Reaksiyonlar (Suvacı, 2020)

Suvacı 'ya göre porselen karo bünyelerin sinterleme davranışı üç aşamada karakterize edilebilir (Suvacı, 2020).

- 1. Aşama, Başlangıç aşaması: Yaklaşık olarak 1050-1100 °C sıcaklıklara kadar devam eden aşamada belirgin bir boyutsal çekme görülmemektedir.
- 2. Aşama, Ara aşama: Kompozisyona da bağlı olarak 1100-1200 °C sıcaklık aralığında yüksek oranda yoğunlaşmanın gözlemlendiği aşamadır.
- 3. Aşama, Son aşama: Kapalı ve izole porların oluşumu ile çekmenin durduğu ve kapalı porların büyümeye başladığı aşama olarak tarif edilebilir.

Pişirim esnasında oluşan kimyasal reaksiyonları detaylı olarak aşağıdaki şekilde ifade edebiliriz: (Sacmi, 2002).

- 100 °C'ye kadar: Higroskopik su uzaklaştırılır. Bu çevreden ya da sırlama esnasında absorbe olan su ya da uygun olmayan kurutmadan sonra kalan rutubet içeriğidir.
- 200 °C'ye kadar: Zeolit ya da kristal suyu uzaklaştırılır.
- 350 ile 850 °C arası: Kükürt oksitin serbest hale gelmesiyle sülfür mineralinin oksidatif çözünmesi ve killerdeki organik maddelerin yanması
- 450 ile 650 °C arası: Yapısal suyun uzaklaşması ve killi kristalin latisin (kafes, örgü) bozulması

- 573 °C ‘de: Alfa (α) kuvarsın Beta (β) kuvarsa dönüşümü, bu dönüşüm hacimce artışa sebep olur.
- 800 ile 950 °C arası: Karbondioksitin (CO_2) serbest hale gelmesiyle kireçtaşı ve dolomitin parçalanması
- 900 °C’nin yukarısında: SiO_2 , silikat ve silika alüminadan oluşan kompleks yeni kristalin fazların oluşumu
- 900 °C’nin yukarısında: Sülfat ve florit gibi diğer tuzların termal çözünmesi
- Sıcaklık 1000 °C’yi geçerse alkali oksitler, kurşun oksit, çinko oksit ve borik oksit gibi bünye ve sır bileşenleri buharlaşabilir.

Soğuma esnasında ergitici malzemeler bünye ve sırn kenetlenerek katı ve kompakt bir hal almasını sağlar. Bu pekişme (birleşme) camsı ve/veya kristalin yapıların oluşumuna yol açabilir. Ergimiş malzemelerin pek çok bileşenden oluştuğu seramiklerde yukarıdaki iki durum bir aradadır. Sıcaklıktaki düşüşün sebep olduğu çözünürlük kaybından dolayı ergimiş malzemelerin iyonları kristalin yapıların geometrisine göre düzenlenir. Sıvının geri kalanı camsı faz oluşturmak için katılaşır, soğutma zamanı tam kristalizasyon için yeterli uzunlukta değildir. Sırlarla ergimiş cam daha viskoz hale gelir (Handle, 1992; Sacmi, 2002).

Karo yüzeyindeki porlar sır eriyiği tarafından doldurulur, bu esnada yoğun bir ara tabaka oluşur bu da karo ve sırn birbirine kenetlenmesini sağlar. İlk olarak sır küçülür. Karo ve sır arasında gelişen gerilimlere karşı koyabilmek için sır yüksek viskoziteye sahip olmalıdır. Sır camlaşma noktasını geçtiği zaman çatlama ya da pul-pul dökülme gibi hatalar oluşturabilir. Böyle gerilimler bazen gizli kalırlar ve daha sonra açığa çıkabilirler (Handle, 1992; Sacmi, 2002).

Sıcaklık artışının sebep olduğu diğer fiziksel durum alfa kuvarsın beta kuvarsa, daha yüksek sıcaklıklarda tridimit ve kristobalite dönüştüğü tersinir polimorf dönüşümdür. Bu dönüşümler ısıtma esnasında genişlemeye, soğutma esnasında da büzülmeye neden olan yapısal düzenlenmeleri gerektirir (Handle, 1992; Sacmi, 2002).

Isıtma esnasında karonun bütün yapısı çok aşırı zorlanmaksızın genişlemeyi absorbe edebilmek için yeterince elastik ve gevşek olmalıdır. Soğutma esnasında alfa kuvarsın beta kuvarsa dönüşümü ile oluşan küçülme rijit ve yeni kırılğan fazlarca zengin olan karoda

meydana gelir. Soğutma çevriminin özellikle bu sıcaklıklar arasında dikkatlice planlanması gerekir. Aynı durum yüksek vitrifikasyon derecesinde ve sonra ikinci kez pişirilen malzemelere uygulanır. Bu durumda benzer önlemler ön ısıtma esnasında alınması gerekir (Handle, 1992; Sacmi, 2002).

Hammaddelere ısıtmanın uygulanması onları dekompoze (ayrışmasına) olmasına sebep olur. Bu reaksiyonlardan meydana gelen bileşenler nihai seramik ürünü oluşturan minerallerin oluşumundan sorumlu olan maddeler haline gelir. Bu değişimler onları tetiklemek için gerekli olan enerjinin fonksiyonu olarak farklı sıcaklıklarda oluşur. Böyle reaksiyonlar taneler arasındaki boşluklar vasıtasıyla kaçma eğilimine sahip olan gaz halindeki bileşenlerin oluşumuna yol açabilir (Handle, 1992; Sacmi, 2002).

Uygun karo sıkıştırma derecesi sadece sinterlemeyi optimize etmek için değil ayrıca piroliz ve oksidasyon gazlarının atılması için gerekli geçirgenliği sağlar (Handle, 1992; Sacmi, 2002).

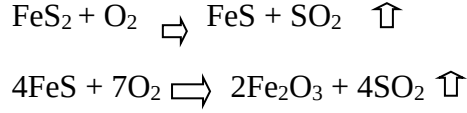
Fırın atmosferindeki gazlar bünye, sır ve aynı reaksiyon ürünlü malzemelerle reaksiyona girebilir. Reaksiyonların istenen yönde seyretmesi için genelde hava yönlendirilir. Gaz oluşturan ya da oksijen gerektiren bu dönüşümler için havanın akışı gazın oksijence fakir bir atmosfer gerektiğinde ya da oksitlerin seviyesi düşürülmek gerektiğinde hava sirkülasyonu azaltılabilir ve/veya CO ve H₂O gibi azalan gazlar oluşturan maddeler pişirim atmosferine ilave edilir (Handle, 1992; Sacmi, 2002).

Bu brülörlerin ikincil hava borularının düzenlenmesi, hava akışının değiştirilmesi ya da farklı fırın bölgelerindeki gaz basınç ayarlarının modifiye edilmesi ile yapılabilir. Örneğin organik maddeler 300-850 °C arasında karbondioksit ve su buharı oluşturarak yanar; eğer ısıtma kademeli ve hava sirkülasyonu iyiye yüzey vitrifikasyonu meydana gelmez ve yanma 800 °C civarında tamamlanır (Handle, 1992; Sacmi, 2002).

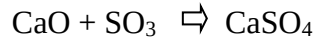
Aksine ısıtma çok hızlı ise organik maddeler karbon ve diğer reaksiyon ürünlerinin oluşturduğu distilasyona (*Damıtma ya da distilasyona, iki veya daha fazla bileşen içeren bir karışımın ısıtılıp, buhar ve sıvı faz oluşturmak suretiyle daha uçucu bileşene zengin karışımların elde edilmesini sağlayan ayırma işlemidir.*) maruz kalabilir. Bu olay karbon ve diğer indirgeyici maddelerde siyah leke (black core) adını verdiğimiz hataya yol açar (Sacmi, 2002).

Yüksek sıcaklıklarda karbon etrafındaki oksitlerle reaksiyona girer. Bu reaksiyonlar karbon monoksit oluşturur ve gri veya siyaha benzer bir renk değişimine neden olur.

Ayrıca lokal hacim artışları ve aşırı pişirimler meydana gelir. Aynı sıcaklık aralığı içinde (350-500 °C) piritin oksidasyonu başlar, daha yüksek sıcaklıklarda tamamlanır (Sacmi, 2002).



Atmosfer oksitleyici ise kükürt dioksit bünye ve sırn ana oksitleriyle (CaO) reaksiyona girerek SO₃'e dönüşür ve sülfatı oluşturabilir (Sacmi, 2002).



Pişmiş karoda kalsiyum sülfatın varlığı istenmez çünkü kalsiyum sülfat bünyedeki su içinde çözünmeden kalır ve çözünür tuzların hataya yol açan etkisini ortaya çıkarır. Bu ön pişirim yapılmış bisküvinin yüzeyinde ortaya çıkar ve sırn çözülmesi, kopmasına sebep olabilir (Sacmi, 2002).

Karbondioksitin salınımını ve metal oksitlerin oluşumunu içeren alkali toprak karbonatların dekompozisyonu 650-950 °C arasında oluşur, ilk ayrışan magnezyum karbonatlardır. (Kusurlu ve kristalize olmamış yapılar ilk önce, sonra kristalize olanlar ayrışır) (Sacmi, 2002).



Bu reaksiyon tersinir olduğu zaman, fırın atmosferinden ürünün uzaklaştırılması dekompozisyona yardımcı olur, iyi hava sirkülasyonu ve kalsiyum oksitle reaksiyona giren killi malzemelerin varlığı (silikat ve kalsiyum silikat oluşur) ergitme etkisinin tamamlanması ile karbonatın çözünmesine yardım eder (Sacmi, 2002).

İnce tane boyut dağılımı da ayrışmaya yardımcı olur, iri kireçtaşı partikülleri sadece yüzeysel olarak ayrışır ya da kalsiyum oksitin diğer oksitlerle tam olarak reaksiyona girmesine izin vermez (Sacmi, 2002).

Yüksek sıcaklıkta silikat ve kalsiyum silika-alümina gibi kristalin kompozelerine oluşumu bünyenin genleşmesine ve killi malzemelerin kristal latislerinin bozulması esnasında oluşan küçülmenin giderilmesine sebep olabilir (Sacmi, 2002)

Hacimdeki bu artış soğutmadan sonra kalır ve bu durum bünyenin neden boyutça küçülmediğini tersine genleştiğini açıklar. Alkali elementlerce zengin feldspatların

sayesinde yüksek sıcaklıklarda oluşan sıvı faz çok viskozdur ve bu ürünün şeklini muhafaza etmesini sağlar. Sıcaklık arttıkça viskozite düşer. (Viskozitedeki bu değişim potasyumlu bünyelerden ziyade sodyumlu bünyelerde daha hızlı oluşur) Feldspatlar düşük poroziteli ürünü karakterize eden vitrifikasyon aracıdır, sıcaklık arttıkça sıvı faz porları doldurur ve kil mineralleri oksitleri daha fazla emer, bu da küçülmeye ve kütle içindeki yoğunluğun artmasına sebep olur (Sacmi, 2002).

Sıvının doyma noktasına varıldığı zaman, yüksek eğme mukavemetli bir yapı oluşturmak için camsı bünye içinde birbiriyle bağlanarak iğnemi mullit kristal hale gelir ve alüminyum silikat ayrışır. Bu mullit türü (ikincil mullit) yüksek alümina içerikli bünye tipidir. Sıvı yeterli akışkanlığa sahip olduğu müddetçe kristalizasyon devam eder (Sacmi, 2002).

Çoğunlukla fritlerden oluşan kompozisyonlar fritleşme esnasında oluşan herhangi kimyasal reaksiyonları içermez. Daha yüksek hammadde içerikli sır kompozisyonları malzemenin kimyasal doğasına bağlı olan bir reaktiviteye sahiptir, bazen ötektik karışımların oluşumu ergimeye sebep olurken diğer durumda malzemenin çözünmesi kimyasal dönüşüme maruz kalmaksızın meydana gelir (frit zirkonyum silikat ve kuvars gibi bileşenlerin eklenmesi). En önemli kimyasal reaksiyonlar camsı kütle içinde kristalize olan (camı opak ya da yüzeyi mat yapan) yeni bileşenlerin oluşumu veya belirli dekoratif etkilerin ya da renklerin oluşumuna sebep olan bileşenlerdir (Sacmi, 2002).

3.6.2. Pişirim Çevrimi

Pişirim sürerken ürün değişen sürelerde farklı sıcaklıklara maruz bırakılır, bu sıcaklık zaman sıralaması pişirim çevrimini oluşturur.

Sacmi' ye göre; seramik üretiminde pişirim çevrimi üç aşamaya ayrılır (Sacmi, 2002).

a) Gerekli seramik ürünün özelliklerini optimize eden maksimum sıcaklığa kadar ısıtma; sıcaklık artış hızı malzemenin içindeki parametreler ve fırın performansına göre ayarlanır.

b) Maksimum sıcaklıkta bekletme süresi hem ürünün hem de fırının boyutuna bağlıdır; daha büyük karo durumunda, gerekli fiziksel ve kimyasal dönüşümlerin meydana gelmesini sağlamak için sıcaklığın daha iyi homojen edilmesi gerekir.

c) Ortam sıcaklığına soğutma: karonun ısı değişimlere hassasiyetini göz önüne alan bir hızda oluşur.

Reaksiyonların ekzotermik ya da endotermik olup olmasına bağlı olarak, pişirimin tetiklediği fiziksel ve kimyasal reaksiyonlar bünye içinde sıcaklık değişimlerine sebep olur. Genel olarak dekompozisyon (parçalanma) ve dehidrasyon (su kaybı) reaksiyonları ve daha fazla ya da daha az yoğun hale yol açan olgu (füzyon veya buharlaşma) endotermiktir. Oksidasyonlar, yanmalar ve düzensiz halden düzenli hale geçiş (kristalizasyon) ekzotermik dönüşümlerdir (Sacmi, 2002).

Belirli sıcaklık aralıklarında gerilimler ürün içinde oluşabilir ve burada sıcaklık artış veya azalış hızı yavaşlatılmalıdır ve diğer aralıklar çok daha hızlı sıcaklık değişim hızına izin verebilir. Uygun pişirme eğrisinin (sıcaklık-zaman eğrisi) elde edilmesi pişirim teknolojisinin anlaşılmasına ve bu eğrinin tetiklendiği sıcaklığa bağlıdır (Sacmi, 2002).

Isıtma gradyenleri ve bekleme zamanı sadece malzeme ile ilgili faktörlere bağlı değil ayrıca karonun boyutuna (farklı boyutlu karolar için farklı çevrimler), yükleme parametreleri (yük yoğunluğu daha düşük ise ısı daha verimli olarak yayılır) ve malzemenin yüzey alanına verilen ısıнын difüzyon hızına bağlıdır (Sacmi, 2002).

Hızlı pişirimdeki çalışmalar ısıtma hızlarının fiziksel ve kimyasal dönüşümleri arttırsa dahi ürün ve fırın sıcaklığı arasında oluşan gradyenlerden dolayı geciktirdiğini göstermiştir (Sacmi, 2002).

Bu olay seri üretimde ısıнын homojen olarak yayılmasının zaman alması ile açıklanır. Bu tür sıcaklık farklarının malzeme içinde artan ısı iletim katsayısı ile azaltılabildiğini göstermiştir. (Sacmi, 2002).

Hızlı pişirim fırının yüklenmesinde, fırın yapısında ve hem bünye hem de sırn formülasyonun da radikal değişimlere yol açmıştır. Hızlı pişirime maruz kalan karolar, ısı ile karşı karşıya kalan yüzey alanını arttıracak bir şekilde fırına girer (Sacmi, 2002).

3.6.3. Sinterlemenin Üretimdeki Rolü ve Önemi

Sinterleme bir partikül ya da yüksek yüzey alanına sahip bir kütlenin mukavemet artışı, yüzey alanında azalma ve genellikle de yoğunlaşma ile sonuçlanan ısı işlem olarak tanımlanır. Temelde poroz bir malzemedan porların uzaklaştırılması ve aynı zamanda partiküller arasında güçlü katı bir bağın oluşmasıdır. Sinterleme İstenilen mikroyapı

özelliklerine sahip ürün elde etmek için yaş ürünler fırında bir ısıtma işlemine tabi tutulurlar bu prosese sinterleme denir (Suvacı, 2020).

Sinterleme;

- Bir ısıtma işlemi prosedir
- Kontrollü mikro yapıya ve gözenekli yapıya sahip malzemeler üretmek için bir işlem adıdır.
- Malzeme taşınımını içerir. (Örnek: difüzyon)
- Yapıdaki gözeneklerin azalması ve mekanik dayanımın artması ile sonuçlanır.

3.6.4. Tane Boyut Değişiminin Yoğunlaşma Üzerine Etkisi

Tane boyut değişiminin yoğunlaşma üzerine etkisi aşağıdaki Denklem 3.9. ile verilir.

$$\frac{\Delta V}{V_0} = \frac{9\gamma t}{4\eta r}$$

Denklem 3.9. Tane Boyutu ve Yoğunlaşma ilişkisi

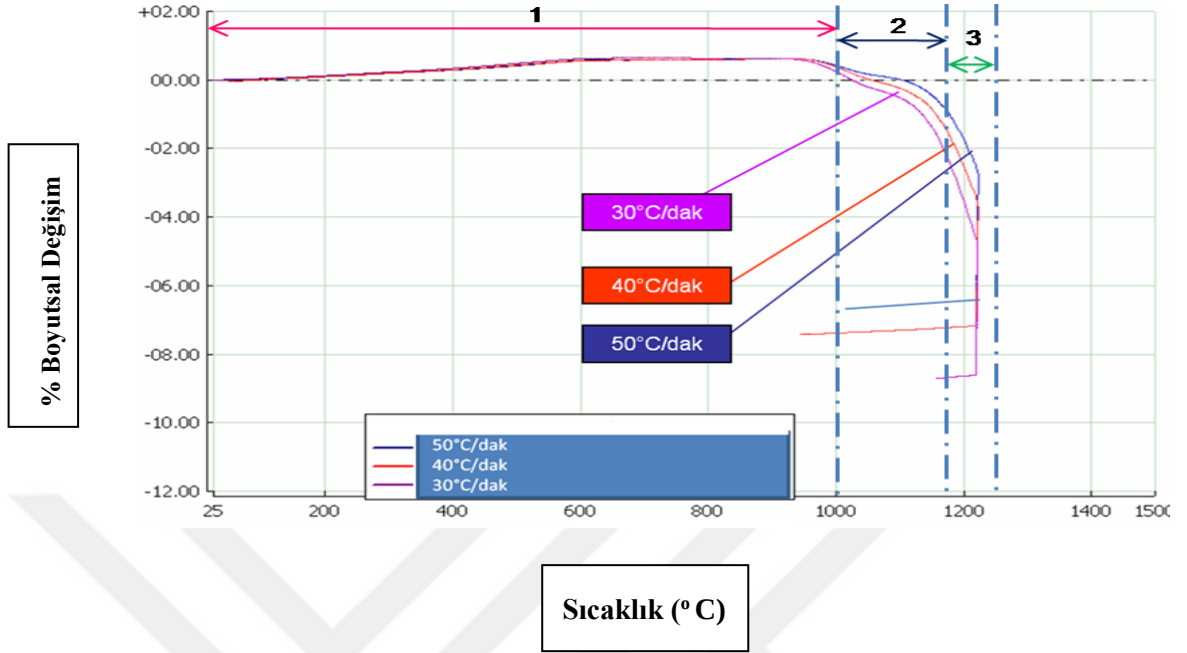
Burada γ ; yüzey gerilimini, t ; süreyi, η ; viskoziteyi, r ; partikül yarıçapını ifade eder. Dolayısıyla bünyelerin küçülme değerleri yüzey gerilimi ile doğru orantılı, viskozite ve tane boyutu ile de ters orantılıdır. Tane boyutunun düşürülmesiyle daha fazla bir yoğunlaşma sağlanacağı teorik olarak formülasyon da belirtilmektedir. (M.N. Rahaman)

3.6.5. Sinterleme Parametrelerinin Değiştirilmesi ve Bu Parametrelerin Leke Dayanımına Etkisinin İncelenmesi

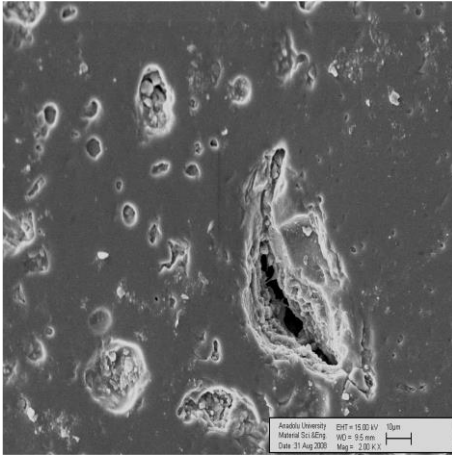
Karolarda bünyeden uzaklaşmayan kapalı porların parlatma etkisiyle açılmasından dolayı lekelenme dayanımı olumsuz yönde etkilenmektedir. Kompozisyonda yer alan camsı fazın viskozitesi ve kapiler etkiyle bu porları doldurabilmesi porselen karoların lekelenme problemini çözmek açısından yol gösterici olacaktır (Tamsü, 2020).

Lekelenme direnci bünyede kalan kapalı porların boyutları, şekilleri ve aspekt oranı ile yakından ilgili olduğu düşünülürse, porselen karolarda sinterleme davranışının kontrolü oldukça büyük bir önem taşımaktadır. Bununla birlikte, sıcaklıkla birlikte değişen camsı faz viskozitesinin standart kompozisyon için belirlenmesi sağlanacaktır (Tamsü, 2020).

Tamsü (Tamsü, 2020) yaptığı deneyde 30 °C/dk., 40 °C/dk., ve 50 °C/dk. ısıtma hızları için porozite dağılımını incelemiştir. Şekil 3.14'te bu hızlara karşılık gelen boyutsal değişimler verilmiştir.

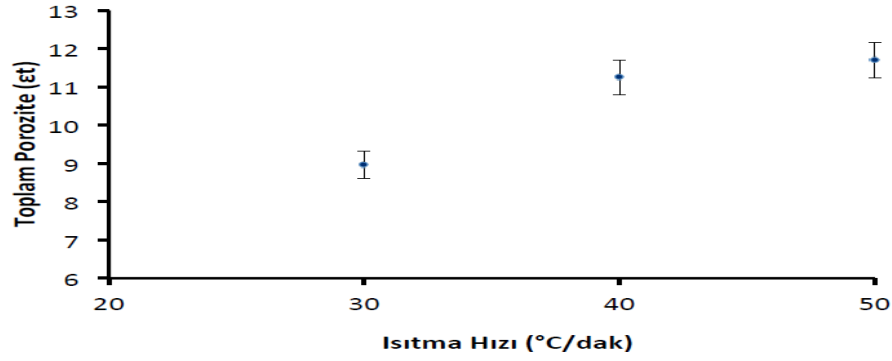


Şekil 3.14. Isıtma Hızının ve Fırın Atmosferinin Değiştirilmesi (Tamsü, 2020)



Resim 3.20. Isıtma Hızı 50 °C / dakika da ki Porozite Görüntüleri (Turan, 2020)

Resim 3.20.'de de Isıtma hızı 50 °C/ dakika da ki porozite görüntüleri verilmiştir. Şekil 3.14'te görüldüğü üzere 50 °C/dakika ısıtma hızlarında 1000 °C dereceye karo 20 dakikada, 30 °C/dakika ısıtma hızında ise 1000 °C dereceye 33 dakikada gelmektedir. Isıtma hızının artışıyla bünyede kalan toplam porozite miktarında artış gözlenmiştir. Yani Şekil 3.15'te de görüleceği üzere 50 °C/dk. ısıtma hızında toplam porozite %12 iken, 30 °C/dk. ise %9 civarındadır. (Tamsü, 2020). Özetle hızlı pişirim poroziteyi artırmaktadır.

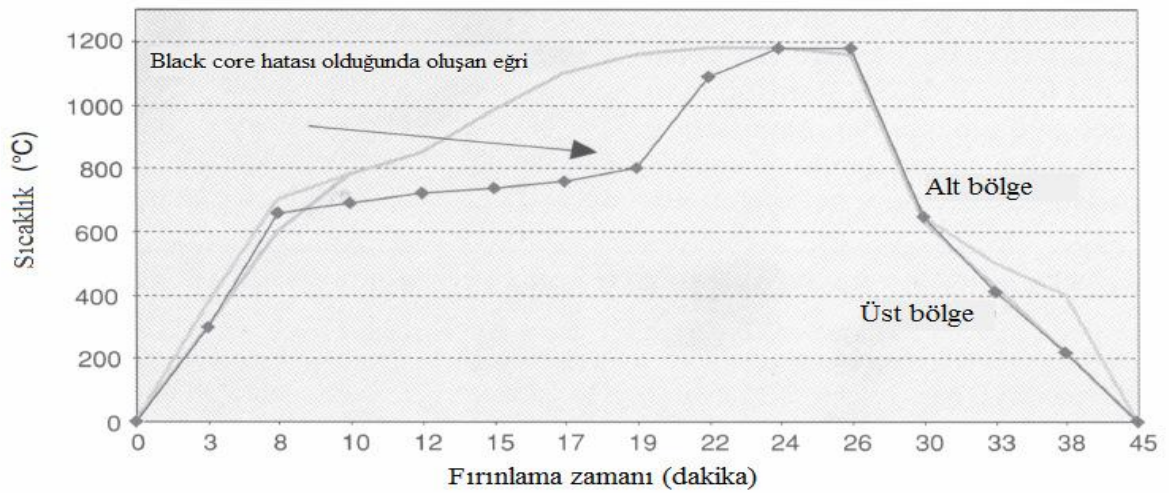


Şekil 3.15. Isıtma Hızı ve Toplam Porozite Arasındaki İlişki (Tamsü, 2020)

3.6.6. Tek Pişirim Fırın sistemi

Tek pişirim prosesi üreticiye istenilen bünye ve sır özelliklerini aynı anda sağlar. Bünye, fırınlanmamış kuru halde şekillendirme, presleme, sırlama ve dekorlama esnasındaki gerilimlere dayanacak yeterlilikte katı ve güçlü bir kompozisyon gerektirmektedir. Fırınlama sırasında sır tamamen ergimiş hale gelmeden önce minimum miktarda gaz çıkışı olmalıdır, bu baloncuk ve delik hatalarını önlemek için gereklidir.

Bünyenin aynı zamanda yaklaşık 800-850 °C'ye kadar açık gözeneklere sahip olması gereklidir. Bu fırın içerisindeki gaz değişimine izin vermesi ve böylece siyah çekirdek (black core) problemlerinin önlenmesi açısından önemlidir (Sacmi, 2002). Şekil 3.16.'da Vitrifiye olan malzemenin fırınlama eğrisine bakıldığında tepe sıcaklığına kadar tırmanış olduğu ve tepe sıcaklığında ise bekleme süresinin olduğu görülmektedir.



Şekil 3.16. Vitrifiye Olan Malzemenin Fırınlama Eğrisi (Tek Pişirim) (Sacmi, 2002).

Son olarak bünye, dekorasyonun çarpıtılmasına neden olacak küçülmeleri minimize edecek şekilde formüle sahip olmalıdır. Sır, bünyeye son özelliklerini veren sıcaklıkla aynı sıcaklıkta olgunlaşmalıdır, bünyenin gaz oluşumu bittikten sonra ergimelidir ve karoyu düzgün kaplayacak şekilde yayılmalıdır. Bunun yanı sıra fırının içindeki gaz ve buhardan etkilenmemelidir ve bünyeyle reaksiyona girip ara tabakayı oluşturacak kadar agresif olmalıdır (Sacmi, 2002).

3.6.6.1. Fırınlama Öncesi

Fırınlama öncesi, kurutma prosesinden sonra, sırlama sırasında gelen veya sonrasında uygun olmayan stoklama nedeniyle kalan artık higroskopik suyu elimine etmek için tasarlanmış olan fırın girişidir. İzin verilen maksimum su içeriği ağırlıkça %2'dir. Burada aynı zamanda kil içindeki Zeolit suyunun elime edilmesi de başlar. Fırınlama öncesi sıcaklıklar 200-500 °C arası değişir, fakat döngünün hızı ve malzemedeki buharlaşmanın endotermik özelliğinden dolayı sıcaklıklar sadece 50-200 °C'ye kadar ulaşır (Sacmi, 2002).

3.6.6.2. Isıtma Öncesi

Burada, anahtar olay seramik bünyeden gaz çıkışıdır, kabarma, baloncuk ve krater oluşumunu ve renk değişikliklerini önlemek için zorunludur. İlgili sıcaklık aralığı fırınlanacak ürünün tipine ve daha önemlisi sırnın tipine bağlıdır. Isıtma öncesinin bittiği yer sırnın ergimeye başladığı noktadır ve karonun yüzey gözenekliliği azalır, bu gaz geçirgenliğinde ani bir düşüşe neden olur. Isıtma öncesi sıcaklık aralığı 500-700 °C civarında olabilir veya eğer sır iyi kalitede ise 500-1000 °C civarındadır. İstisnai olarak, yüksek ergiyebilir bünyeler ve sırlar için 1100 °C'ye kadar çıkabilir. Isıtma öncesi ayrıca alfa kuvarsın beta kuvarsa allotropik dönüşümünü de içermektedir. Bu seramik bünyede ani hacim artışlarının oluşturduğu gerilimler oluşturulmadan tamamlanmalıdır, bu kırılmalara neden olur, kısaca ısıtma öncesi etkili ve karonun karakteristiklerine uyumlu olmalıdır (Sacmi, 2002).

3.6.6.3. Fırınlama

Fırınlama, sıcaklığın 1000 °C eşiğini aştığı ve maksimum değerine ulaştığı yerlerdir. Karonun son boyutu, düzgünlüğü, vitrifikasyonu ve sır karakteristikleri fırınlama bölgesinde oluşur. Bundan dolayı iyi sıcaklık kontrolü ve çok iyi düz rulo seviyesi

temeldir. Soğutma bölgesi ile birleşme yerinin etkisi de önemlidir, bu fırınlama bölgesi sonuna iki bariyer yerleştirilerek yapılır (Sacmi, 2002).

3.6.6.4. Hızlı Soğutma

Bu faz maksimum fırınlama sıcaklığı ve yaklaşık 600 °C'lik aralığı kapsar. Proses karoları mümkün olduğu kadar hızlı soğutmak için tasarlanmıştır, fakat kuvarsın alotropi dönüşümünün olduğu noktaya (573 °C) kadar devam etmemelidir. Bu aşamada sıcaklıkta hızlı bir düşme olduğundan ve sıvı ve bünne katı hale geri döndüğünden, tüm fırınlama prosesi içindeki en kritik aşamalardan biridir. Hızlı soğutma, ruloların altında ve üstünde duvarlarda bulunan üfleme borularıyla sağlanır. Hava borulardan çıkar ve fırına bir seri delikten girer. Bu delikler karo üzerine hava dağılımını sağlar ve genellikle östenitik çelikten veya çok yüksek sıcaklıklarda silisyum karbürden oluşmaktadır (Sacmi, 2002).

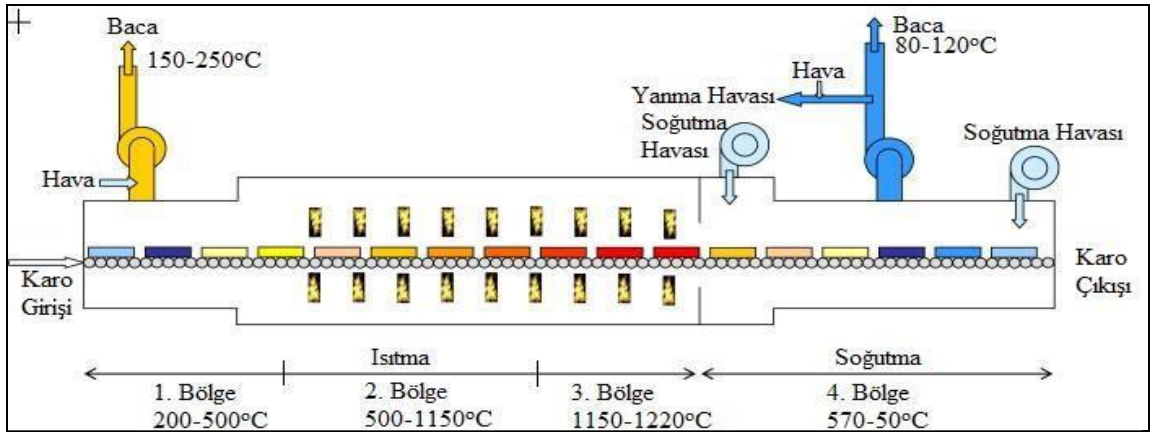
3.6.6.5. Yavaş soğutma

Bu kuvarsın alotropi dönüşümünün olduğu aşamadır, seramik bünyenin hacminde keskin bir düşme yaşanır. Başlıktan da anlaşılacağı gibi, soğutma yavaş ve aşamalı olarak gerçekleşir, böylece dönüşüm karonun baştan başa her yerinde yavaş gerçekleşir. Aksi takdirde seramik karoda oluşan gerilimler kolayca karakteristik çatlağı oluşturur, orta-yüksek vitrifikasyon da kırılma düzgün, parlak ve keskin köşelidir. 700-500 °C karo sıcaklıklarına uyumlu olarak, bu bölgede sıcaklık 600-450 °C civarındadır (Sacmi, 2002).

3.6.6.6. Son Soğutma

Bu noktada karo kritik kuvars dönüşüm noktasını geçmiştir. Son soğutma ürünün sıcaklığını mümkün olduğu kadar düşürmek için tasarlanmıştır. Soğuk hava karoların altına ve üstüne, delikli üç tüpten oluşan üfleme setleri ile verilir. Bu setlerdeki akış oranları, hava besleme sistemindeki giriş valfi ile ayarlanır (Sacmi, 2002).

Resim 3.20'de Sinterlemenin gerçekleştiği tünel fırının şematik gösterimi ve sıcaklık bölgeleri ile verilmiştir.



Resim 3.21. Sinterlemenin Gerçekleştiği Tünel Fırının Şematik Gösterimi (Ferrer vd., 2019: 1004; Tığ 2021)

Tablo 3.3.'de Kaleseramik Tesisi, pişirim prosesinin yirmi dört saatlik üretim parametreleri verilmiştir. Tablo 3.3'te Pişirim parametreleri olarak; fırın süresi yani pişirim süresi tabloda verilmiştir. Pişirim süresi ürünün mat veya parlak olmasına, masse yapısına, sır ve engop reolojisine bağlı olarak değişir. Fırın tepe sıcaklığı da aynı şekilde üretimin duvar veya yer karosu olması durumuna göre belirlenir.

Tablo 3.3. Pişirim 24 Saatlik Üretim Parametreleri

VARDİYA	Ebat	Fırın	D-Y	M-P	Fırın Devri (dk)	Tepe Noktası Isısı	Fırın Besleme adet	Ağırlık (g)	20 Sıra Giriş Süresi	Dk. Giren Karo (ad)	Kapasite(m ² /vardiya)
V16-24	60x60	SİTİ	Y	P	43.0	1178	3	6658	286	12.59	2173
	45X45	ÜST	Y	M	38.3	1176	4	3439	234	20.51	1993
	45X45	ALT	Y	P	37.3	1173	4	3455	230	20.87	2028
V24-8	60x60	SİTİ	Y	P	43.0	1178	3	6658	286	12.59	2173
	60x60	SİTİ	Y	P	43.0	1178	3	6658	286	12.59	2173
	45X45	ÜST	Y	M	38.3	1176	4	3439	234	20.51	1993
	45X45	ALT	Y	P	37.3	1173	4	3455	230	20.87	2028
V8-16	60x60	SİTİ	Y	P	43.0	1178	3	6580	286	12.59	2173
	45X45	ÜST	Y	M	38.3	1176	4	3418	234	20.51	1993
	45X45	ALT	Y	P	37.3	1173	4	3425	230	20.87	2028

4. YER VE DUVAR KAROSU ÜRETİM HATALARI

Yer ve duvar karosu üretim sürecinde yaşanan; hammadde kaynaklı, üretim proses kaynaklı, makine ekipman kaynaklı birçok üretim hataları vardır. Bu çalışmanın konusu olan deformasyon ve su emme kaynaklı üretim hataları bir sonraki bölüm olan deneysel çalışmalar bölümünde detaylı olarak araştırılmıştır. (Bkz. 5. Deneysel Çalışmalar) Bu bölümde ise genelde fırın kaynaklı deformasyon hataları ile hammadde kaynaklı üretim hataları için kaynak bilgileri verilmiştir.

4.1. DEFORMASYON HATALARI (DÜZLEMSEL HATALAR)

Düzlemsellik problemlerinin tam teşhisinin konması için hataların derinlemesine incelenmesi gerekir. Düzlemsel hatalara, bozuk ya da doğru ayarlanmamış fırınlar sebep olabilir. Sır, bünye ve engop arasındaki zayıf termal genleşme eşleşmesi yaygın bir sebeptir. Bunlar haricinde heterojen karo yoğunluğu, çok ince ya da özel şekilli ürünlerin düşük yapısal mukavemetleri ile de alakalı olabilir (Sacmi, 2002).

Karonun pişirim esnasında düzlemselliğinin kontrol edilebilmesi için, karonun lineer küçülme değerlerini bilmek gerekir. Bir karonun kesit alanını ele aldığımızda eğer karonun ön tarafı arka tarafından daha fazla sıcaklığa maruz bırakılırsa bu durum karonun eğilmesine ve konkav hale gelmesine sebep olacaktır. Buna karşın alt tarafı daha fazla ısıya maruz bırakılırsa, karonun arka tarafı daha fazla büzülür ve karoyu konveks hale getirir (Sacmi, 2002).

Konveks veya konkav bir karonun küçük bir alanı rulolar üzerine dayanır. Bünye yumuşama noktasına vardığı zaman karonun desteklenmemiş kısmı kendi ağırlığı altında yığılma eğilimi gösterir. Bu ikincil deformasyon yani ağırlık kaynaklı deformasyon, sıcaklık farkının sebep olduğu birincil deformasyona zıt yönde çalışır. Çünkü karonun yumuşaması ve düzlemden sapması söz konusudur (Sacmi, 2002).

Karonun kenarları, ortasından daha fazla ısı aldığı zaman, son pişirim aşaması esnasındaki önemli sıcaklık farkı nedeni ile köşelerdeki konkavlık ve konveksliği etkiler. Düzlemsellik hataları, karo önünün ve arkasının homojen olmayan soğumasından da kaynaklanabilir. Bu durum hem sırn bünyeye bağlanmasını hem de sır ve termal bünye genleşmeleri arasındaki ilişkiyi etkiler (Sacmi, 2002).

4.1.1. Karo Köşelerinin Aşağı Düşmesi

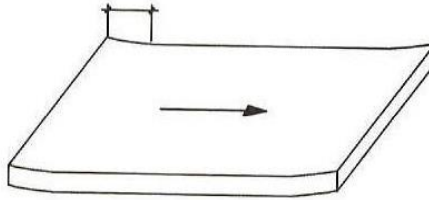
Karonun dört köşesi Şekil 4.1.'de olduğu gibi en dıştan 3 cm aşağı doğru düşer. Yüzeyin geri kalanı düzdür ve hafif konvektir, bu duruma kulak düşmesi de denir. Bu kusur yük boyunca dağılır ve sabittir, deformasyon yüklü karoların sonunda hafifçe azalır. Çözüm olarak; son pişirim bölgesinde, rulo üstü sıcaklığının artırılması ve rulo altı sıcaklığın da düşürülmesi gerekir (Sacmi, 2002).



Şekil 4.1. Karo Köşesinin Aşağı Deformasyonu (Sacmi, 2002).

4.1.2. Karo Köşelerinin Yukarı Kalkması

Bütün karo köşeleri Şekil 4.2.'de verildiği gibi en dıştan 3 cm yukarı doğru kalkar. Yüzeyin geri kalanı düzdür ve hafifçe konkavdır. Çözüm olarak; son pişirim bölgesinde, rulo üstü sıcaklığın azaltılması ve rulo altı sıcaklığın da artırılması gerekir (Sacmi, 2002).

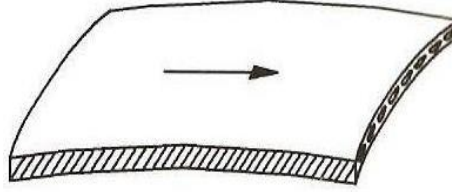


Şekil 4.2. Karo Köşelerinin Yukarı Deformasyonu (Sacmi, 2002).

4.1.3. Konvekslik (Dış bükey)

Konvekslik, karonun dört kenarı benzer bir profili ile homojen şekilde, Şekil 4.3.'de ki gibi aşağı doğru eğilmesidir. Kusur olarak en sık ve en zor düzlemsellik hatalarından biridir. Genellikle sır ile bünye genişleme uyumsuzluğundan kaynaklanır. Engop, sır ve bünye kalınlığı, karo yoğunluğu, karo boyutu, vitrifikasyon derecesi gibi faktörler bu problemi etkiler. Sıcaklık eğrisi nadiren dış bükeyliğe sebep olur, daha yüksek

rulo altı sıcaklığı ile karakterize edilen merkezi son pişirim bölgesi bunu yapabilir (Sacmi, 2002).



Şekil 4.3. Konvekslik (Dış bükey) (Sacmi, 2002).

4.1.3.1. Konvekslik (Dış bükey) Hatasını Hızlı Soğutma Bölgesinde Ayarlama

Dış bükeyliği fırının hızlı soğutma ilk bölgesinde ayarlamak için ruloların altından hava üfleme miktarı artırılır. Üflenene hava özellikle rulolara paralel kenarlar üzerinde dış bükeyliği azaltır. Soğutmayla; bünye, sırla kenetlenmeden önce daha erken büzülür. Rulolara paralel kenarlar arasındaki bu fark, onların farklı soğutma prosesine maruz kalması ile açıklanabilir (Sacmi, 2002).

Rulo seviyesinin altında hava üfleyen fanların konsantrasyonu iyi olmalıdır. Özellikle ilk bölümde her fanın belirli bir çıkış hızı vardır, diğer bir çözüm rulo seviyesinin üstündeki fanları kısmak olabilir (Sacmi, 2002).

Ek olarak daha fazla sıcak hava soğutma bölgesinden çekilebilir. Bu hava rulo üstünde yoğunlaşır ve sıcak sırtın bünyeye yapışmasını daha uzun süreye yayabilir. Hızlı soğutmada karoların aşırı yoğun paketlenmesinden kaçınılmalıdır. Benzer sonuçlar sırsız porselen karo ile de elde edilir. Önemli sıcaklık farkları (ruloların üstündeki sıcak karolar ve altındaki soğuk hava) rulo deformasyonuna sebep olabilir. Bu durum asimetriklik yaratır ve karoların üst üste binmesine neden olur. Bundan kurtulmanın tek yolu özel olarak tasarlanmış yüksek ısı iletim katsayılı ruloları kullanmaktır (Sacmi, 2002).

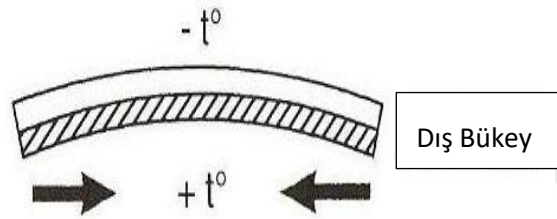
4.1.3.2. Konvekslik (Dış bükey) Hatasını Pişme Bölgesinde Ayarlama

Bu durum ilk bölümde daha yüksek rulo altı sıcaklıkları vermek için yapılandırılmış pişme eğrisinin şeklini verir ve genelde 1050 °C den pik sıcaklığının ötesine kadar devam eder. Bu fark genelde 20-30 °C'dir fakat 50-60 °C'lik pikler

gerekebilir. Dış bükeyliğin görülmesi rulolara paralel olan kenarlardan ziyade dik açıdaki kenarlarda daha belirgindir (Sacmi, 2002).

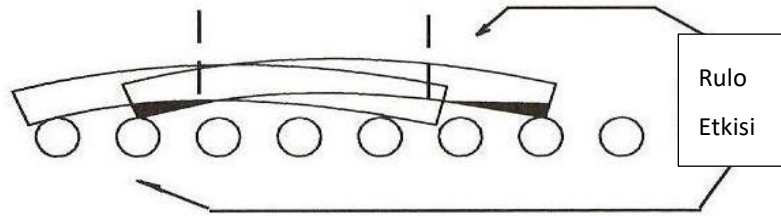
Pişme bölgesinde dış bükeyliğin ayarlanması aşağıdaki gibi 3 aşamada gerçekleşir.

1. Aşama: Rulo altı sıcaklığının, rulo üstü sıcaklığından yüksek olması, karonun altının üstünden daha hızlı küçülmesine sebep olur ki karo böylece dışbükey hale gelir (Şekil 4.4.). Karo küçülürken yumuşamaya başlar.



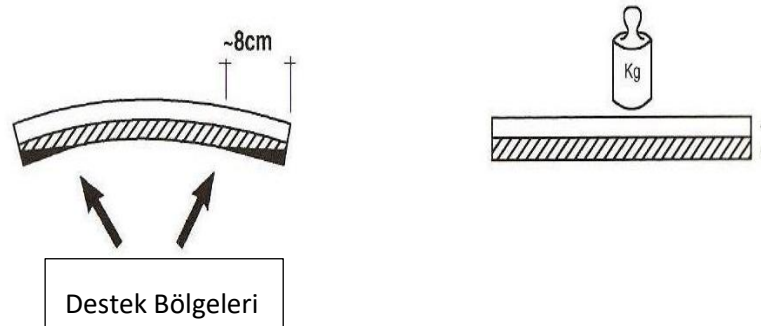
Şekil 4.4. Konveks Karoda Karo Altı ve Üstü Sıcaklık Farkı (Sacmi, 2002).

2. Aşama: Şekil 4.5.' deki dışbükey karo, bir rulodan diğerine giderken ön kenarını ve arka kenarını ruloya yaslar, orta kısmı askıda kalır.



Şekil 4.5. Konveks Karo Kenarının Ruloya Yaslaması (Sacmi, 2002).

Karo ilerledikçe ağırlığın hepsi temas noktasına yaslanır, Şekil 4.6' da görüldüğü gibi yerçekiminin de etkisi ile karonun esnemesine sebep olur.



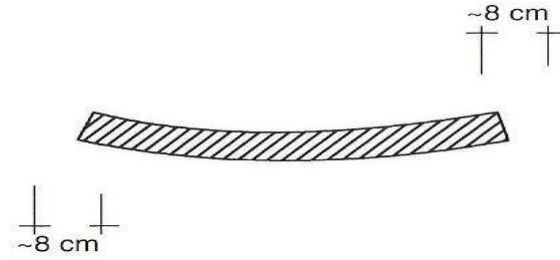
Şekil 4.6. Konveks Karonun Yer Çekimi Etkisi ile Düzilmesi (Sacmi, 2002).

3. Aşama: Pişme devam eder, karonun üstü sıcaklıklara ve küçülmelere maruz kalır ve böylece karo Şekil 4.7.'de ki gibi iç bükey hale gelir (Rulolara paralel kenarlar daha üniform olarak desteklenir.



Şekil 4.7. Pişmeye Sonrası Konveks Karo, İç Bükey Hale Gelmesi (Sacmi, 2002).

Pişirim bölgesinde aşırı ayarlama Şekil 4.8.'de olduğu gibi karo uçlarındaki ön ve arka bölgelerin 8 cm uzunluğunda yukarı kalkmasına neden olabilir.

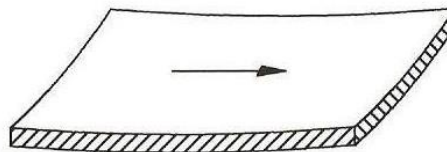


Şekil 4.8. Aşırı Pişme Sonrası Kulak Oluşması (Sacmi, 2002).

Son pişirim ve/veya maksimum sıcaklık bölgesindeki daha yüksek rulo üstü sıcaklıklar, rulo altındaki brülörlerin kapatılmasını içeren bir dizi ayarlama iyi olabilir. Bu durumda aşırı ayarlama 'priest hat' etkisi yaratabilir ve yukarı kalkmış kulaklar oluşturabilir (Sacmi, 2002).

4.1.4. Konkavlık (İç bükey)

Konkavlık, Şekil 4.9.'da ki gibi karonun dört kenarının ve köşelerinin, benzer ve homojen şekilde yukarı doğru kalkmasıdır.



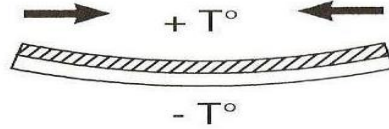
Şekil 4.9. Konkav Karo (Sacmi, 2002).

Ender görülen bir kusurdur. Buna hatalı bünye ile sır genleşme eşleşmesi sebep olursa, sır gerilecek ve çatlama ile sonuçlanacaktır. Konkav deformasyon genelde geçicidir. Buna kaza ile fırın enerjisinin kesilmesi ya da pişme eğrisindeki büyük hatalar sebep olabilir (Sacmi, 2002).

4.1.4.1. Konkavlık (İç bükey) Pişme Bölgesinin Başında Ayarlama

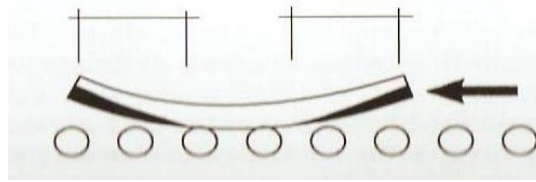
Bu duruma yüksek rulo üstü sıcaklıkları sebep olur ve genelde 1050 °C' den pik sıcaklığının ötesine kadar devam eder. Bu fark genelde 50-60 °C'ye kadar yüksek olabilir. Konkavlığı ayarlamak için gerekenler konveksliğe benzerdir, aşamalar aşağıda verilmiştir (Sacmi, 2002).

1. Aşama: Rulo düzlemi üstündeki daha yüksek sıcaklıklar karonun ön yüzünün arka yüzünden daha çabuk küçülmesine sebep olur, ürün böylece Şekil 4.10.'da ki gibi konkav hale gelir.



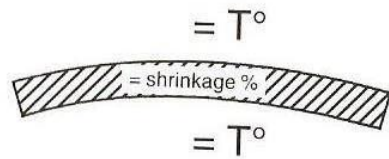
Şekil 4.10. Konkav Karo Oluşması (Sacmi, 2002).

2. Aşama: Konkav karo bir rulodan diğerine geçerken karonun ortası rulolara yaslanır, kalan alanlar Şekil 4.11.'de ki gibi askıda kalır. Yer çekimi etkisi ile askıda kalan alanlar aşağı düşer.



Şekil 4.11. Konkav Karo Ruloya Yaslanma Durumu (Sacmi, 2002).

3. Aşama: Pişirim esnasında karonun arkasına ve ön yüzüne benzer sıcaklıklar verilince, yüzeyler aynı küçülmelere maruz kalır ve bu durum konveksliğe sebep olur.



Şekil 4.12. Konkav Karonun Konveks Hale Gelmesi (Sacmi, 2002).

4.1.4.2. Konkavlık (İç bükey) Pişme Bölgesinin Sonunda Ayarlama

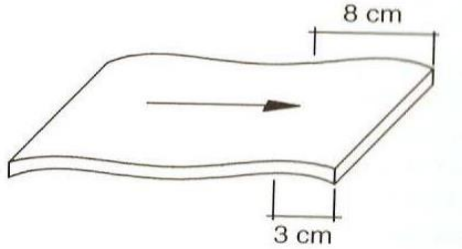
Son pişirim ve maksimum sıcaklık aralığında, daha yüksek rulo altı sıcaklıklar yararlı olur, bu rulo üstündeki brülörlerin kapatılmasını da içerebilir (Sacmi, 2002).

4.1.4.3. Konkavlık (İç bükey) Hızlı Soğutma Bölgesinde Ayarlama

Hızlı soğutma bölgesinin girişinde rulolar üstündeki üflenlen havanın yoğunlaşması yararlıdır. Maksimum verimlilik hava fanlarının sadece karolara üflenmesi ile değil ayrıca fırın tavanına üflenmesi ve hızlı soğutma bölgesinde azalan rulo hızı ile karolar birbirine yakın olarak dizilmesi ile sağlanır. Bu sırn sertleşmesini ve bünyeye yapışmasını hızlandırır (Sacmi, 2002).

4.1.5. Rulo Etkisi

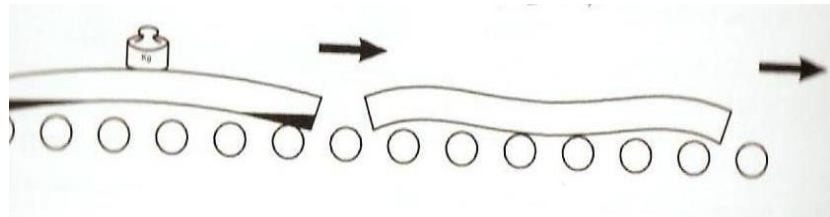
Bu klasik bir tek pişirim hatasıdır, Şekil 4.13.'te gösterilmektedir. Bu hata, sadece rulolara dik açıdaki karo kenarlarını kapsar, rulolara paralel iki kenar düzdür ya da hafifçe konvektir. Düz ya da hafifçe konkav olan merkezi ile ön ve arka kenarları arasında 8 cm genişliğinde yükselen bir kıvrım vardır, bu kıvrımın son 3 cm'i aşağı doğru kıvrılır (Sacmi, 2002).



Şekil 4.13. Rulo Etkisi Deformasyonu 1 (Sacmi, 2002).

Rulo etkisi ile deformasyonunun üç sebebi vardır.

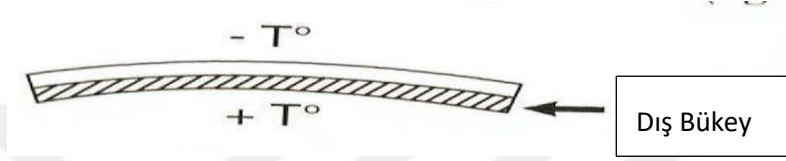
1-Pişme bölgesinde rulo altı ısınması fazladır. Karonun alt tarafının daha yoğun küçülmesinden dolayı konveks hale gelir. Şekil 4.14.'de ki gibi karo ilerlerken sadece ön ve arka kenarları rulolarla desteklenir (Sacmi, 2002).



Şekil 4.14. Rulo Etkisi Deformasyon 2 (Sacmi, 2002).

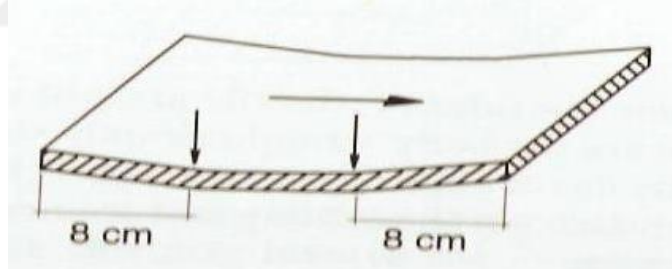
Yumuşamış, rijitliğini kaybetmiş ürün kendi ağırlığını taşıyamaz ve karonun merkezi aşağı doğru çöker. Deformasyonun düzeltilmesi için rulo üstü sıcaklığın artırılması ve rulo altı sıcaklığın da azalması gerekir. Ayarlama pişme bölgesinin sonunda yapılmalıdır (Sacmi, 2002).

2- Pişme bölgesinin başında rulo altı sıcaklığının yüksek olması, karonun altının daha çok küçülmesine sebep olur ve bu durum, Şekil 4.15.'de ki gibi karoyu konveks hale getirir.



Şekil 4.15. Pişme Bölgesinde Rulo Altı Sıcaklığının Yüksek Olması (Sacmi, 2002).

Küçülmeye yumuşama eşlik eder, karonun sadece ön ve arka kenarları ruloya yaslanır ve ürün deforme olur. Fırın çıkışında karonun ön ve arka kenarlarının 8cm'lik daha yukarı kalkması ile konkav hale gelir (Şekil 4.16.)



Şekil 4.16. Rulo Etkisi Kulak Yapması (Sacmi, 2002).

Şekil 4.16.'daki deformasyon şöyle çözülebilir (Sacmi, 2002).

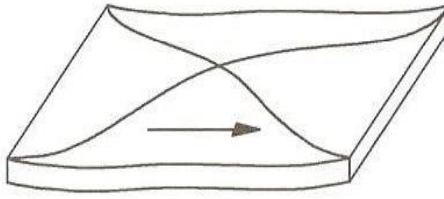
- Pişme bölgesinin sonunda rulo üstü sıcaklığının artması ve rulo altı sıcaklığın düşürülmesi ile
- Pişme bölgesinin başında rulo üstü sıcaklığının artırılması ve rulo altı sıcaklığın düşürülmesi ile

3- Çok yüksek sıcaklıklarda pişirilen ürünlerle nadiren üçüncü bir senaryo vardır. Rulo etkisi olarak bilinir, oldukça bellidir fakat hafif kavisliğe sahiptir. Bu tür problemin çözülmesi farklı bir yaklaşım türünü gerektirir. Rulo altı sıcaklıklarının artırılması ve rulo

üstü sıcaklıklarının azaltılması gerekir. Bu son pişirimin başından yapılmalıdır (Sacmi, 2002).

4.1.6. Priest Hat

Bu hata, genelde sır ve bünye genişleme katsayılarının oldukça farklı olduğu durumlarda gözlenir. Karonun geometrik merkezindeki bir pik ile merkezi bir konveks alan oluşur. Rulolara dik açılı kenarlar Şekil 4.17.'de ki gibi 3-4 cm yukarı kalkmış uçlarla karakterize edilir (Sacmi, 2002).



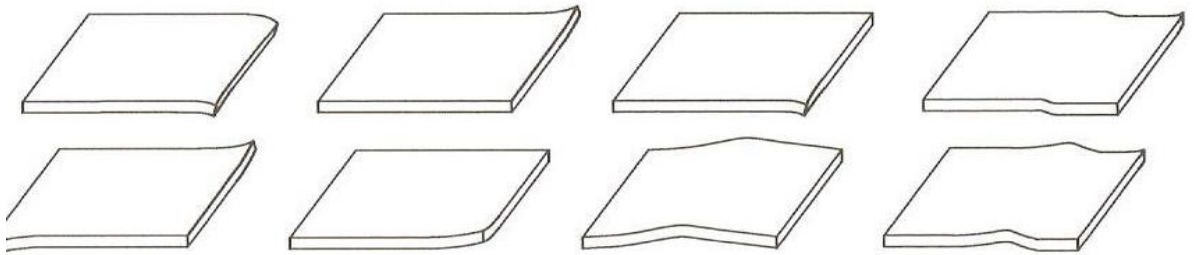
Şekil 4.17. Priest Hat (Sacmi, 2002).

Bu kusura, konveksliği çözmek için yapılan bir müdahale sebep olabilir (pişme bölgesinin orta kısmı ya da sonundaki rulo üstü sıcaklıkların artırılması). Bu durumda sıcaklık farklarının daha kabul edilebilir sınırlar içine getirilmesi gerekir ki daha uygun anti konveksliğin uygulanması yeterli olacaktır. Ayrıca ilk pişirim bölgesindeki rulo altı aşırı sıcaklıklarda buna sebep olabilir, bu duruma iki olası yaklaşım vardır (Sacmi, 2002).

- Sıcaklık farklarını daha kabul edilebilir sınırlar içine getirmek
- Artan sıcaklık farklarını var olan ayarlara geri getirmek

4.1.7. Asimetrik Deformasyon

Düzensiz deformasyon durumu genelde rulolara dik açıldaki kenarlarda oluşur ve yük üzerindeki spesifik pozisyonlara karşılık gelir.



Şekil 4.18. Asimetrik Deformasyon (Sacmi, 2002).

Şekil 4.18’de Gösterildiği gibi asimetrik deformasyon varsa bu durum ruloların çapak sardığını gösterir ve ruloların temizlenmesi gerekir, İki olası sebebi vardır (Sacmi, 2002).

1) Sıcaklığa bağlı karo deformasyonu; karoların devrilmesine, merkezi etrafında dönmesine neden olur ve karolar fırın içinde ilerleyemez. Bu durum karoların birbirine çarpmasına ve üst üste binmesine sebep olur. En iyi yaklaşım sıcaklık eğrisini ayarlamak ve karo deformasyonuna sebep olan farkları ortadan kaldırmaktır (Sacmi, 2002).

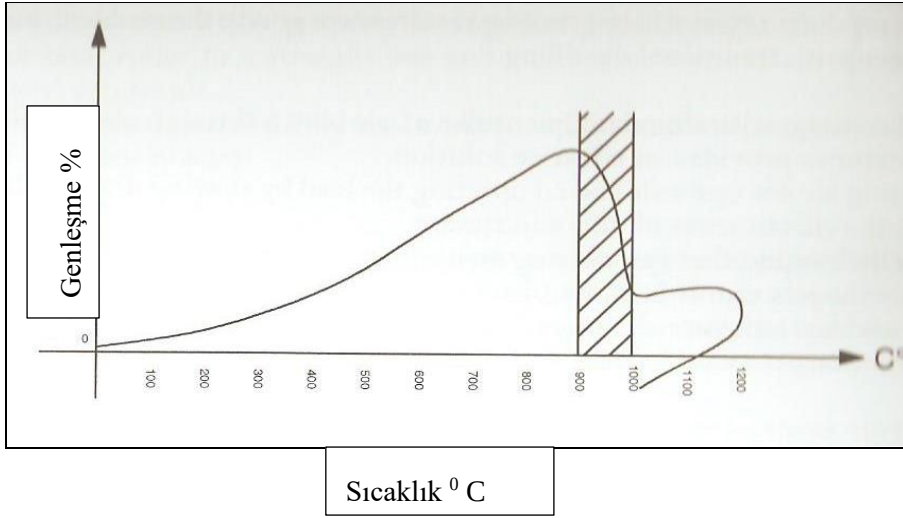
2) Pişme bölgesindeki ruloların kalitesi ve karakteristiği; seramik rulolar belirli boyutsal gereksinimleri (rulolar arası boşluk, sıcaklık aralığı, yükleme kapasitesi) karşılamalıdır ve belirli özelliklere (yüksek sıcaklık eğilme mukavemetine, elastiklik modülüne) sahip olmalıdır (Sacmi, 2002).

Karolar esnemiş ya da eğilmiş rulolar üzerinde hareket ederlerse bu durum asimetrik deformasyonlara sebep olabilir. Sebebi; aşınmış, kirlenmiş rulolardan olabilir, aynı kalitede rulo kullanmamaktan olabilir, çözüm önerileri aşağıda sıralanmıştır (Sacmi, 2002).

- Sıralar arası boşluk azaltılmalı karo besleme yoğunluğu ayarlanmalıdır.
- Ön ısıtmada konkavlığı engelleyen sıcaklık artırımları yapılmalıdır.
- Ortada daha kalın olan özel şekilli ruloları kullanılmalıdır.
- Pişme bölgesindeki rulolar daha kaliteli, daha ısıya dayanıklı olmalıdır.

4.1.8. Konveks Düzlemsellik (Tek Pişirim)

Konveks düzlemsellik soğutmada oluşur. 573 °C civarında allotropik $\beta - \alpha$ (beta-alfa) kuvars dönüşümü esnasında bu durum görülür. Deformasyonun boyutu; bünye, sır ve engobun farklı genleşme katsayılarının oluşturduğu gerilimlere, kalınlıklarına, preslenmiş karo yoğunluğuna, çevrenin rutubetine ve karonun ömrüne bağlıdır. Şekil 4.19’ da genleşmenin pişirim aralığında nasıl değiştiğini göstermektedir. (Sacmi, 2002). 900 °C’de genleşmede ciddi düşüş vardır. Bu düşüş 1000 °C’ye kadar devam eder. 1000 °C’den sonra stabil bir durum söz konudur.



Şekil 4.19. Genleşmenin Pişirim Eğrisine Göre Değişimi (Sacmi, 2002).

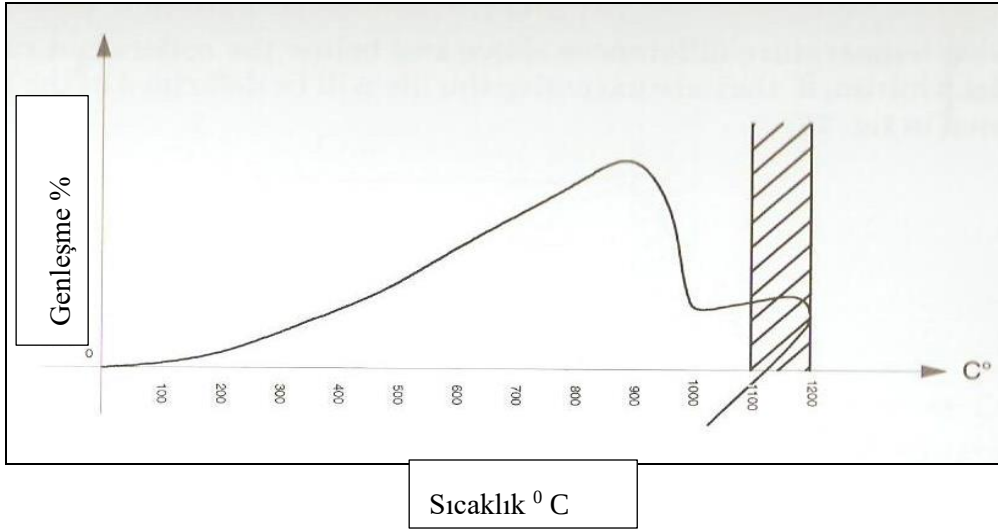
Karo tasarım hatası, makul sınırlar içinde kaldıkça fırın ayarları ile onu engellemenin pek çok yolu vardır. Bünyenin poroz doğası, atmosferik nemin absorpsiyonu ve sonucunda rutubet genleşmesine yol açar. Eğer genleşme sınır gerilimini artırırsa ortaya çıkan sonuç karo çatlamasıdır. Makul hata soğutmada karo bünyesinin sırdan daha fazla büzülmesi anlamına gelir (Sacmi, 2002).

4.1.8.1. Konveks Düzlemsellik Ön Isıtmada Ayarlama

Ön ısıtma terimi genelde; ergime, küçülme ve düzlem kontrolünün meydana geldiği yüksek sıcaklık bölgelerine zıt olarak düşük sıcaklık bölgelerine işaret eder. Monoporoz pişirmede 920 °C ve 1020 °C arasında kalsiyum karbonat parçalanır ve ciddi CO₂ çıkışı oluşur, aynı zamanda bütün pişirim prosesinin en önemli genleşmesini meydana gelir. Anti konvekslik tedbirleri genelde rulo altı sıcaklığının rulo üstü sıcaklığından daha yüksek olmasını gerektirir. Benzer tedbirler daha düşük ön ısıtma sıcaklıklarında da alınır. Rulolara paralel kenarlardaki düzlemsel farklılıklar minimumdur. (Sacmi, 2002).

4.1.8.2. Konveks Düzlemsellik Pişme Bölgesinde Ayarlama

Anti konvekslik etkisi rulo üstünde daha yüksek sıcaklıkların uygulanmasını içerir ki bu önlem 1100 °C 'den sonra verimli hale gelir. Şekil 4.20.'de Pişme bölgesinde genleşme eğrisi verilmiştir (Sacmi, 2002). 1100 °C ve 1200 °C arasında genleşme stabildir.



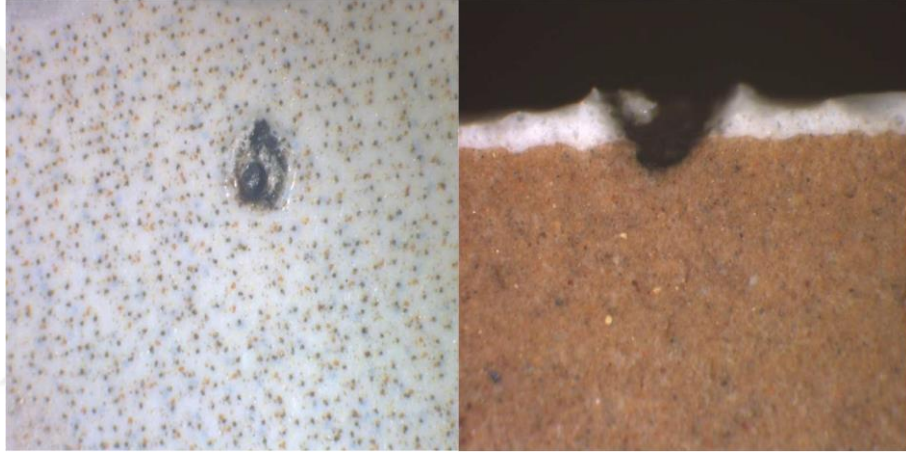
Şekil 4.20. Pişme Bölgesinde Genleşme Eğrisi (Sacmi, 2002).

4.1.8.3. Konveks Düzlemsellik Pişme Bölgesinin Sonunda Ayarlama

Pişme bölgesinin sonu mükemmel konvekslik ayarlama fırsatı sağlar, sonuçlar genelde gerekli sınırlar içinde homojendir. Ayarlama genelde rulo altındaki brülör çiftlerinin kısılmasını ve daha fazla hacimli hava beslenmesini ($40-50 \text{ m}^3/\text{h}$) içerir. Alttan hava basıldıkça konvekslik giderilir. Sıcaklık farkı eşittir küçülme farkı mantığından hareket edersek, bu ayarlama nispeten daha düşük sır genleşmesi üzerindeki bünyenin genleşme etkisini azaltır ve böylece sırn bünyeye yapışma anını geciktirir. Bünye yüzde genleşme eğrisi olarak büzülmeye başlar ve ergimiş sır herhangi bir direnç göstermeksizin onu izler. Ayarlama sır soğumaya ve kendi genleşme eğrisini izlemeye başladığı zaman sonlanır (Sacmi, 2002).

4.2. HAMMADDELERLE BAĞLANTILI HATALAR

Monoporoz ürünlerde kalsit ve/veya dolomitin iri taneler olarak varlığı kraterlere ve deliklere neden olabilir. Taneler büyüdükçe bu hataların büyüklüğü de artar. Tek pişirim karolarda, hata sadece bu tanelerin varlığını ve boyutuna bağlı değildir, aynı zamanda sırn ergime derecesine de bağlıdır. Düşük ergime noktaları hatayı artırma eğilimindedir (Sacmi, 2002; Taçyıldız, 2018). Resim 4.1.'de Kaleseramik Yerköy Tesisinde üretim esnasında yaşanan; iri tanelerden kaynaklı yüzey hatası ve fırınlama sırasında gaz çıkışı verilmiştir.



Resim 4.1. İri Tanelerden Kaynaklı Yüzey Hatası, Fırınlama Sırasında Gaz Çıkışı

4.2.1. Kalsit Kaynaklı Delik

Kalsit gibi minerallerin fırınlama sırasındaki bozulması aşağıdaki reaksiyonda gösterildiği gibidir (Sacmi vd., 2002).



Bu reaksiyon yaklaşık 800 °C ile 900 °C'de oluşur, tane boyutuna bağlıdır taneler küçük olduğunda, bozunma tamdır. Eğer taneler iri olursa, karbonat bozulması tam olmayabilir veya kalsiyumun silika ve alümina ile reaksiyonu tamamlanmadan kalabilir. Fırınlama sonrası serbest kalsiyum oksidin varlığı, malzeme su ile temas ettiğinde genişlemeye yol açabilir, genişleme CaO ile reaksiyona girmiş bünye bileşenlerinden kaynaklanmaktadır. $\text{CaO} + \text{H}_2\text{O} \longrightarrow \text{Ca}(\text{OH})_2$ bu olay, konsantre ve lokalize olan yerlerde, çok farklı şekilli delik oluşturabilir (Sacmi, 2002; Taçyıldız, 2018).

4.2.2. Organik Madde

Killi malzemeler %5 veya daha fazla farklı oranlarda organik madde içerebilirler. Yüksek yüzdelerde sahip organik madde içeren seramik karolar fırınlandığında, karo bünyesinde “black core” (“siyak çekirdek”) hatasına neden olabilir.

Black core hataları genellikle organik maddenin 300 °C ile 800 °C sıcaklık aralığında termal bozulmasından kalan karbon bakiyelerin varlığından kaynaklanmaktadır. Bazı araştırmacılar bu hatanın karo merkezindeki gri ve siyah bölgelerdeki indirgenmiş demirin varlığı olduğunu belirtmektedirler. Bundan başka, black core hatasına neden olan bileşiklerin indirgenmiş karbon ve demir oksit (FeO ve Fe₃O₄) elementleri olduğu sonucuna varmışlardır. Birincisi organik maddenin piroliz, ikincisi ise başlangıçtaki kil kompozisyonlarındaki Fe₂O₃’ten, karbon indirgenmesinden oluşur. Black core hatasını elimine etmek için en uygun fırınlama aralığı 880 °C ile 960 °C aralığındadır. İyi kalite sırların yumuşama noktası 980 °C ile 1000 °C aralığında olduğundan, düşük ergiyebilir sırlar sadece 680 °C ile 700 °C’de gözenekler oluşturur, bu sırlar kullanıldığında fırınlama döngüsü oldukça yavaşlatılmalıdır (Sacmi, 2002; Taçyıldız, 2018).

4.2.3. Aşırı Serbest Kuvars

Bünye formülasyonun da ki serbest kuvars yüzdesindeki artış genleşme katsayısını, 573 °C’deki alfa-beta dönüşümlerini ve ilgili mekanik gerilimi artırır. Dilatometre analizler kuvars dönüşümlerini tanımlarlar. Eğer fırınlama sırasında kuvars reaksiyona girmezse ve silikata dönüşürse, soğutma kaynaklı “sürünme” oluşabilir (Sacmi, 2002; Taçyıldız, 2018).

4.2.4. Sır Küçülmesi

Seramik bünye ve sır arasındaki gerilimler sır üzerinde küçük çatlamalara neden olabilir. Sonuç olarak, ergiyen sırın çok yüksek viskoz olduğu yerlerde, bu çatlaklar oluşur. Yüksek zirkonyum silikat içerikli sırlarda bu tipiktir, kurşun içeren sırlarda bu probleme daha az sıklıkta rastlanır (Sacmi, 2002; Taçyıldız, 2018).

Bünye ve sır genleşme katsayıları arasındaki uyumsuzluk ciddi hatalara yol açabilir. Soğutma sırasında ergimiş sır bünye ile etkileşir; eğer bünye ve sırın termal genleşme katsayıları uyumsuz ise önemli gerilimler ortaya çıkabilir, sertleşmiş olan sırda çatlaklara neden olabilir. Eğer sırın termal genleşme katsayısı bünyeninkinden yüksek ise, dönüşüm noktasının altına soğutulduğunda, bünye göreceli olarak daha büyük oranda küçülür ve dolayısıyla sır gerilir. Oluşan gerilim, sırın elastiklik modülünden daha yüksek

ise, kırılmalar oluşur. Çatlama olarak adlandırılan bu hatada, saç teli şeklinde kırıklar olarak ortaya çıkar. Tam tersi durumda (soğuma sırasında, bünyenin termal genleşme katsayısı sırdan daha yüksek olursa); sır daha fazla küçüleceğinden, sır sıkıştırılır, bünye ise daha fazla genişler. Bu ise, karo üzerinde kırılma çizgileri ile birbirinden ayrılan kırılma tabakalarına neden olur, bundan dolayı bu terime “kabuklanma” denir (Parmelee, 1978; Sacmi, 2002; Taçyıldız, 2018). Resim 4.2.’de Kaleseramik sırlama bantlarında sır ve bünye termal genleşme farkından kaynaklanan çatlak problemi resmi verilmiştir.



Resim 4.2. Sır ve Bünye Termal Genleşme Farkı Kaynaklı Çatlak Problemi

4.2.5. Sır Üzerindeki İğne Delikleri

Sır delikleri çözülmesi en zor problemlerden biridir. Fırınlama sonrası yüzey üzerine saçılmış faklı konsantrasyonlarda delikler, oyuklar veya kraterler ile karakterize edilir. Delikler fırınlama sırasında gaz baloncukların ergimiş sırn yüzey gerilimi nedeniyle gaz baloncuklarının geç patlamasıyla oluşur. Belirli şartlar altında, eğer ergimiş sır otomatik olarak çukura geri akarsa ve düzenli olarak kapatırsa, bu olay daha fazla süren bir etkiye sahip olmaz. Burada; gaz çıkışı faktörleri, viskozite ve yüzey gerilimleri önemlidir (Parmelee, 1978; Sacmi, 2002; Taçyıldız, 2018).

Olgunlaşma sıcaklığında sır viskozitesi önemli bir karakteristiktir. Çünkü sırn viskozitesi bünye üzerinde yayılma ve düzgün bir tabaka oluşturma kapasitesini belirler. Daha akışkan sırlar; gazların, camsı faz içinden çıkışını daha hızlı olmasını sağlarlar.

Fırınlama şartları eşit olduğunda, yüksek viskoziteli sırlar, büyük boyutlu iğne deliklerinden daha fazla etkilenirler (Sacmi, 2002; Taçyıldız, 2018).

4.2.6. Tuzlar

Özellikle çözünebilir tuzlar, sülfatlar ve karbonatlardır. Bünyeden, öğütme suyundan, pigmentlerden, katkılardan ve sırn kendisinden kaynaklanabilir ve iğne deliği hatasına neden olabilir (Taçyıldız, 2018).

4.2.7. Çöküntüler (gamzeler)

Parlak sırlar, özellikle zirkonyum beyazları, genellikle gamzeli yüzey görünüşüne sahiptirler. Yüzeyde dairesel oyuklar olarak görünürler, hata nadiren 5-6 mm çapından büyüktür. Bu hataların kökeni büyük tane boyutlu frit taneleridir, genellikle hatalı elemanın sonucudur. Ergime sırasında bu taneler geri kalan camsı kütleden farklı olarak davranırlar. Çift pişirim karolarda çöküntüler bünyenin su emmesindeki önemli değişikliklerden kaynaklanabilir (Sacmi, 2002; Taçyıldız, 2018).

4.2.8. Kükürt Kaynaklı Hatalar

Hammaddelerde öğütme suyunda buluna sülfanatlar ve fırın içi dumandaki sülfür bileşiklerinin zararlı etkisi, üründe hatalara neden olur. En yaygın olanları; mat yüzey haleleri, iğne delikleri, baloncuklar, devitrifikasyon ve kenarlarda kırışıklıktır. Yanma dumanında bulunan sülfürik asit miktarı fırınlama şartlarına bağlı olarak değişmektedir. Oksidan atmosferler, özellikle fırınlamanın ilk aşamaları sırasında, sülfürik asit üretimine eğimlidir. Yüksek miktarlarda su buharının varlığıyla beraber karolardan ve hidratların bozulmasından çıkan su, sülfürik asit oluşturabilir (Sacmi, 2002; Taçyıldız, 2018).

4.2.9. Gaz Çıkışı

Tüm seramik bünyeler fırınlama sırasında önemli miktarda ağırlık kaybederler. Başlıca karodaki fazla su ve killerdeki suyun kaybı vardır. Geri kalanı organik maddelerin yanmasıyla, özellikle karbonatların ve sülfür bileşiklerinin bozulmasıyla üretilen gazlar ve buharlardır. Gaz oluşumu ısıtma öncesinde oluşur, ilk camsı fazların oluşumu ile biten aşamadır. Bu genellikle tek pişirimde 980 °C ile 1000 °C'de ve porselen karolarda 1100 °C civarında oluşur. (Sacmi, 2002; Taçyıldız, 2018).

5. DENEYSEL ÇALIŞMALAR

Deneysel çalışmaların analizleri, Kaleseramik Çanakkale Fabrikaları ARGE laboratuvarlarında yapılmıştır. Deneyler ise Kaleseramik Yerköy Fabrikasında yapılmış olup; tablo, şekil ve resimler de deneyler aşamasındaki verilerin sonuçlarıdır.

5.1. DEFORMASYON DENEYLERİ

Deformasyon konusu, Bölüm 4.1.'de Deformasyon Hataları (Düzlemsel Hatalar) adı altında detaylı olarak anlatılmıştır. (Bkz. Bölüm 4.1.)

Deformasyon genel olarak karonun boyutlarındaki istenmeyen değişimlerdir. Örneğin; karonun köşesinin aşağı veya yukarı eğilmesi (Üretimde ‘‘Kulak’’ diye tabir edilir.), merkezinin konveks (Dış bükey) veya konkav (İç bükey) hale gelmesi (Üretimde ‘‘Göbek Deformasyonu’’ diye tabir edilir.) ya da diğer tabirle kambur hale gelmesi, karonun kenarı boyunca aşağı eğilmesi veya yukarı eğilmesi veya her ikisi birden eğilmesi durumudur ki buna üretimde ‘es’ yapma denir.

Deformasyon hatası olan bir karo yere veya duvara döşendiğinde simetrik olarak karolar yerine oturmayacak, ölçüler tutmayacaktır. Buda istenmeyen bir durumdur.

Üretime girilmeden önce deneme karolar verilir eğer değerler Tablo 5.1 ve Tablo 5.2'deki kriterlere uygunsa üretime devam edilir değilse sebepleri araştırılır. Deformasyon ölçümleri pulkometre cihazı ile yapılır. Ölçümlerin nasıl yapıldığı 2. Bölüm olan, Üretim Analizleri bölümünde fiziksel analizler kısmında 2.4.5 de anlatılmıştır. (Bkz. 2.4.5. Kenar Düzgünlüğü, Gönyeden Sapma ve Yüzey Düzgünlüğü Ölçümü)

Ar-Ge'nin belirlediği reçeteler ve parametreler doğrultusunda üretim yapılmaktadır. İlk üretim girişinde ve devamında istenilen deformasyon kriterleri içinde çalışılırken sonradan reçetenin ve imalat parametrelerinin istenilen sonuçları vermemeye başladığı görülmüştür. Bunun üzerine çalışma yapılmıştır. Farklılığın nedenleri araştırılarak sorun çözülmüştür.

Bu çalışmada altı farklı faktörün karo deformasyonuna etkileri deneysel olarak araştırılmıştır.

1. Deneyde (5.1.1.); Masse, sır ve engobun deformasyona etkisi araştırılmıştır.

2. Deneyde (5.1.2.); Fritin alfa termal genleşmesi ölçülmüştür ve fritin deformasyona etkisi araştırılmıştır.

3. Deneyde (5.1.3.); Sır ve engop hammaddelerinin kimyasal analizleri yapılmış, elek bakiyeleri ölçülmüştür. Sır ve engop hammaddelerinin deformasyona etkisi araştırılmıştır.

4. Deneyde (5.1.4.); Sır ve engop reçetelerine bakılmış, alfa termal genleşme eğilimleri ölçülmüştür. Sır ve engop reçetelerinin deformasyona etkisi araştırılmıştır.

5. Deneyde (5.1.5.); Hammaddelerin kimyasal analizleri yapılmış, reolojik davranışlar incelenmiş, renk ölçümleri yapılmış ve hammaddelerin deformasyon etkisi araştırılmıştır.

6. Deneyde (5.1.6.); Massenin analizi yapılmış, massenin deformasyona etkisi araştırılmıştır. Son olarak 5.1.7’de de genel sonuçlar verilmiştir.

5.1.1. Masse (Granül), Sır ve Engobun Deformasyona Etkisinin İncelenmesi

Deformasyonun pek çok sebebi vardır; masse hammadde girdileri kaynaklı olabilir, sır engop hammaddeleri kaynaklı olabilir. Bunun yanında şekillendirme kaynaklı, pişirim kaynaklı da olabilir. Bu araştırmanın 4.1. bölümünde Sacmi kaynaklarında düzlemsel hataları (Sacmi, 2002) bozuk ya da doğru ayarlanmamış fırınların sebep olabileceğini, sır, bünye ve engop arasındaki zayıf termal genleşme eşleşmesi yaygın bir sebep olabileceğini alternatif olarak problem heterojen karo yoğunluğu ya da şekilsiz, çok ince ya da özel şekilli ürünlerin düşük yapısal mukavemetleri ile alakalı olabileceğini belirtmişlerdir.

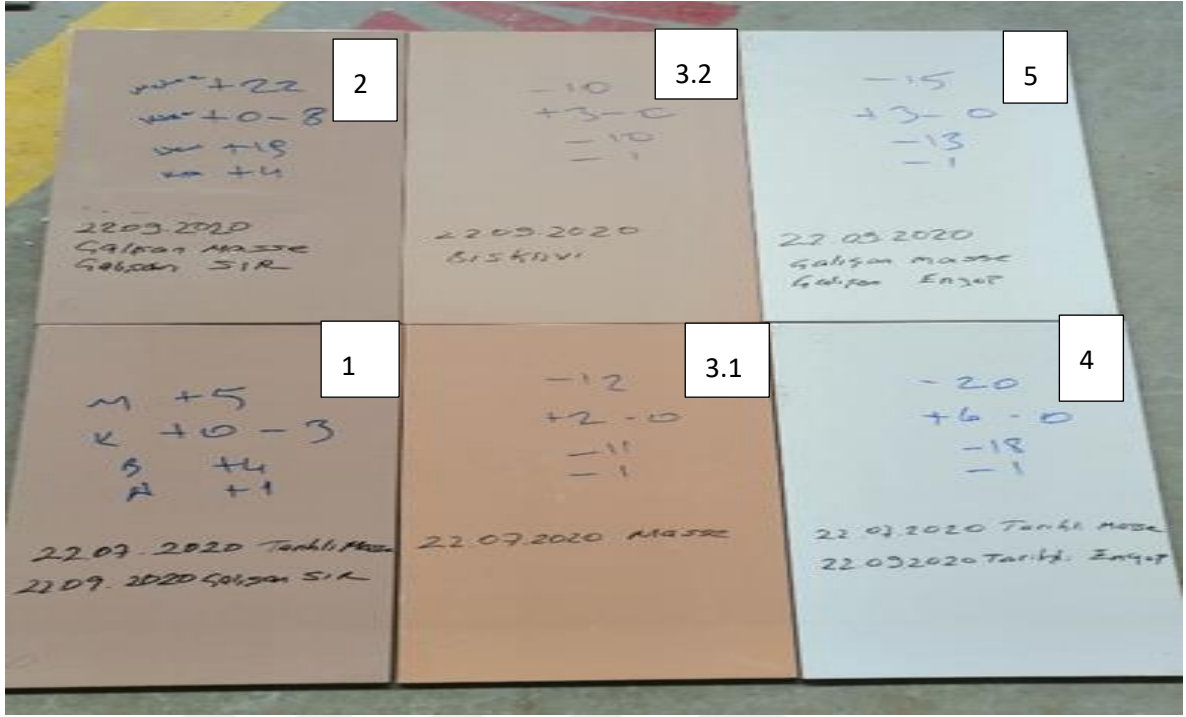
Bu çalışmada yapılan deneyler sonucunda; sır, bünye ve engop arasındaki termal genleşme uyumsuzluğunun, deformasyona sebep olduğu tespit edilmiştir. Deneylerde tespit edilen durumlar detaylı olarak araştırılmış ve sonuçları da tezde verilmiştir.

Bünye (masse) üzerine sadece sır uygulandığı zaman sonuçları araştırılmıştır. Bünye üzerine sadece engop uygulandığı zaman sonuçlar araştırılmıştır. Bünyenin kendi başına sadece bisküvi (salt bünye) durumu incelenmiştir. Araştırma sonuçları aşağıda sıra ile verilmiştir.

22.07.2020 Tarihli 1’nolu karo üretimi ile 22.09.2020 tarihli 2’nolu üretimde farklı deformasyon sonuçları Resim 5.1’de verilmiştir.

Deneye başlamak için yapılan ön hazırlıklar şunlardır. Pres basıncı, sır ve engop gramajları, fırınlama süresi ve fırınlama eğrileri ve incelenmeyecek tüm üretim şartları sabitlenmiştir. Oluşan deformasyon farkı araştırılmaya başlanmıştır.

1’Nolu 22.07.2020 tarihli ayrılan masse ile karo basılmış, 2’nolu 22.09.2020 tarihli üretim ile bisküvi denemeleri, 22.09.2020 tarihli engop ile bisküvi, 22.09.2020 tarihli sır ile deneyleri yapılmıştır.



Resim 5.1. Bisküvi (Sadece Bünye), Engop ve Sır Uygulamalı Deney Verileri

Tablo 5.1. 300x600 Duvar Karosu Çalışma Kriterleri, TSE 10545 ile uyumlu Kaleseramik standartları.

Anma Boyutu (cm)	Çalışma Boyutu (mm) (W)	Min.(mm)	Max. (mm)	Kalınlık (mm)			Kenarların Çalışma Boyutundan Farkı (Diferansiyel) mm	
				Min.	Hedef	Max.	Kısa Kenar	Uzun Kenar
30x60 cm	Kısa Kenar	299.4	300.6	7,5	8	8.5	± 0.60	±1.20
	Uzun Kenar	598.8	601.2					
8-9 mm	Hedef Ebat	300,0	600.0	8,5	9	9.5		

Tablo 5.2. 300x600 Duvar Karosu için Çalışma Kriterleri TSE 10545 ile uyumlu Kaleseramik standartları

Gönyeden Sapma // Dört Kenar Farkı (Paralelizm) mm		Kenar Düzgünlüğü (Curve) mm		Yüzey Düzgünlüğü (Deformasyon) mm			
				Kenar Eğriligi		Merkez Eğriligi	Köşe Eğriligi
Kısa Kenar	Uzun Kenar	Kısa Kenar	Uzun Kenar	Kısa Kenar	Uzun Kenar		
± 0.8	± 1.00	± 0.50	± 0.70	+ 0.5	+1.2	+1.4	+0.6
				- 0.2	-0.2	0.0	-0.5

Çalışma kriterleri TSE 10545 ile uyumlu Kaleseramik standartları Tablo 5.1. ve 5.2’de verilmiştir. Bu tablodaki çalışma kriterlerine göre Resim 5.1.’de yapılmış deneylerin sonuçları aşağıda verilmiştir.

Bisküvi (Sade bünye), Sırlı Bünye ve Engoplu Bünye Deney Numunelerinin incelenmesi

1. Durum; 22.07.2020 Tarihli 1’nolu masse(granül) kullanılarak, bu massenin üzerine 22.09.2020 tarihli yine 1’nolu çalışan sır ile deneme yapıldığında Resim 5.1.’de de görüldüğü üzere merkez deformasyonu +0.5 mm, köşe eğriliği (kulak) 0 mm, -0.3 mm, uzun kenar eğriliği +0.4 mm, kısa kenar eğriliği de +0.1 mm olarak ölçülmüştür. Buradan sır, merkez deformasyonunu + 0.5 mm etkilemiştir diyebiliriz ve Tablo 5.1. ve 5.2’ye göre ölçümler kriter içindedir yani karo standartlara uygundur.

2. Durum; 22.09.2020 Tarihli 2’nolu masse ile 22.09.2020 tarihli yine 2’nolu çalışan sır uygulaması yapıldığında ise Resim 5.1.’ de görüldüğü üzere karonun merkez deformasyonu +2.2 mm, (standart en fazla izin verilen değer: + 1.4 mm’dir.) köşe eğriliği 0 mm ve -0.8 mm, (max +0.6 mm, min.-0.5 mm) uzun kenardaki eğilme ise +1.9 mm, (max+1.2 mm) kısa kenar eğriliği 0.4 mm (max +0.5 mm) olarak ölçülmüştür ve kriter dışıdır. Karoda ciddi göbek (merkez) deformasyonu ve kenarda eğilme vardır ve karo standart dışıdır. Bir önceki uygulama olan 1. Durumda kullanılan sır ile bu yapılan denemede kullanılan sır aynıdır farklı olan masse (bünye)’dir. Sacmi yaptığı çalışmada (Sacmi, 2002); Konveks karoyu tanımlarken, dört kenarı üzerinde benzer deformasyon profili ile bütün kenarlarının homojen şekilde aşağı doğru eğilmesidir. Kusur olarak en sık ve zor düzlemsellik hatalarından biridir. Sır ve bünye genleşme uyumsuzluğundan kaynaklanmaktadır demiştir. Burada yaptığımız deneyde sır, bünye arası uyumsuzluktan +2.2 mm gibi bir merkez deformasyonu meydana gelerek literatür ile uyumludur. Çünkü 1.Durumda sır ile bünye uyumlu olduğundan merkez deformasyonu +0.5 mm gelerek, Tablo 5.2’ye göre merkez deformasyon sınırı olan +1.4 mm sınır değer içindedir. Bu veri, deney ile literatür çalışmasının uyumlu olduğunu göstermektedir.

3. Durum; Masse karşılaştırılması yapılmıştır. 22.07.2020 Tarihli 3.1’nolu karo ile sadece bisküvi olarak (Üzerinde sır, engop uygulaması yok) pişirildiğinde merkez deformasyon -1.2 mm, köşe eğriliği +0.2 mm, 0 mm, uzun kenar eğriliği -1.1 mm, kısa kenar eğriliği -0.1 mm olarak ölçülmüştür. 22.09.2021 Tarihli 3.2’nolu masse bisküvi olarak pişirildiğinde ise merkez deformasyon -1.0 mm, köşe eğrilikleri +0.3 mm ile 0 mm,

uzun kenar -1.0 mm, kısa kenar -0.1 mm olarak ölçülmüştür. Burada merkez deformasyonlarını karşılaştırdığımızda çok ciddi bir fark görünmemektedir. Ayrıca sadece masse pişirildiğinden deformasyon etkisi görülememiştir.

Bu durumun nedeni şu şekilde açıklanabilir;

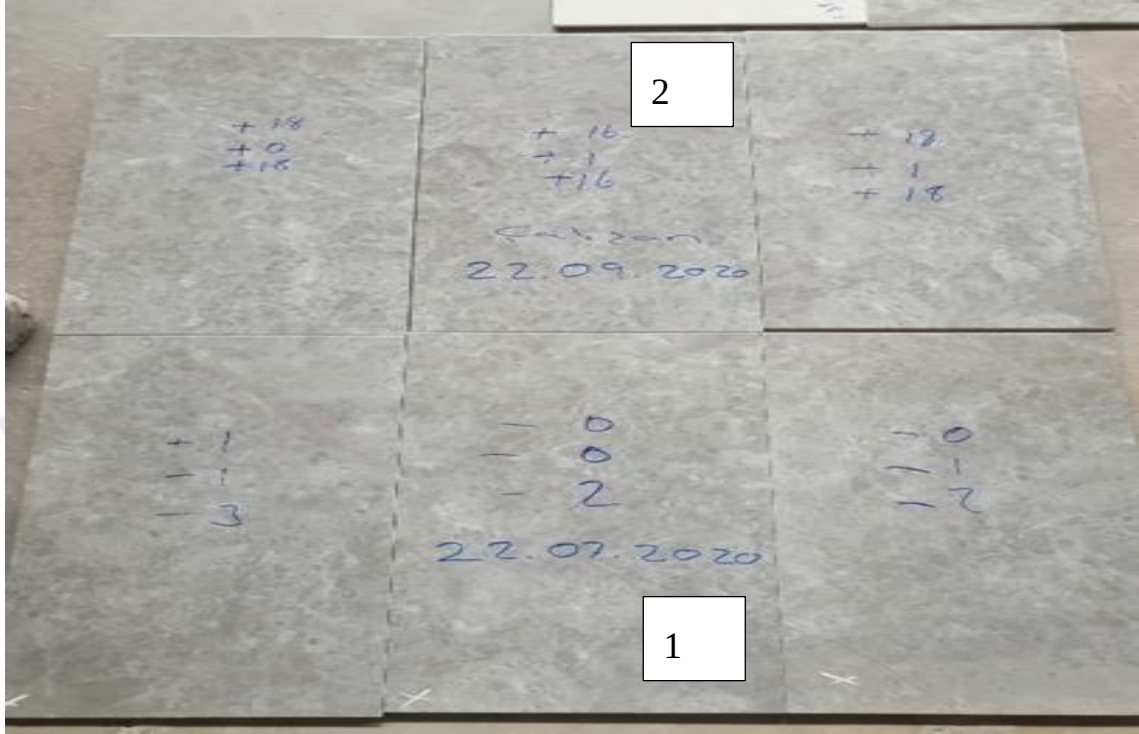
Sacmi kaynaklarında (Sacmi, 2002) ve Karasu'da (Karasu, 2020) Deformasyonun; Engop kalınlığına, engop ile bünye genleşme uyumuna, sır ile bünye genleşme uyumuna, sır kalınlığına, karo yoğunluğuna, karo boyutuna ve vitrifikasyon derecesine bağlı olarak bu problemi etkilediğini, ancak sıcaklık eğrisi nadiren dış bükeyliğe sebep olduğunu belirtmişlerdir. Bizim yaptığımız deneyde de görüldüğü üzere masse üzerine sır, engop gibi uygulama yapılmadığından, sadece farklı tarihli masse ile aynı pres basıncında basıldığından aynı yoğunlukta olduğu, aynı fırın eğrisi ile piştiğinden, herhangi bir bünye ile sır, bünye ile engop uyumsuzluğundan söz edilemez. Sonuç olarak burada sıcaklık eğrisi iki farklı masseyi hemen hemen aynı oranda etkilemiştir, değişen bir deformasyon yoktur. Dolayısı ile yapılan deneyler sonucunda, deneysel veriler ile literatür verilerinin uyumlu olduğunu göstermektedir.

4. Durum; 22.07.2020 Tarihli 4'nolu masse ile, 22.09.2020 tarihli 4'nolu engop uygulamasına bakıldığında ciddi bir bünye engop uyumsuzluğu söz konudur. Merkez deformasyon -2.0 mm, (kriter dışı) köşe eğriliği +0.6 mm, uzun kenar eğriliği -1.8 mm, kısa kenarda -0.1 mm deformasyon ile kriter dışıdır. Burada bünye (masse) ile engop uygulaması arasında uyumsuzluk vardır. Bünye ile Engop genleşme farkından olabilir, engop kalınlığından olabilir, vitrifikasyon derecesinden kaynaklanabilir, sebepleri analiz sonuçlarına bakılarak değerlendirilecektir.

5. Durum; 22.09.2020 Tarihli 5'nolu çalışan masse ve 22.09.2020 tarihli 5'nolu çalışan engop uygulaması yapılmıştır. Yapılan ölçümlerde; merkez deformasyon -1.5 mm, (kriter dışı) uzun kenar deformasyonu -1.3 mm, (kriter dışı) kısa kenar -0.1 mm, köşe eğriliği +0.3 mm olarak kriter dışı ölçülmüştür. Masse ile engop uyumsuzluğu vardır.

Yapılan deneyde her bir ölçüm için en az 20' şer adet numune karoya bakılmıştır. Deney numunelerinde; massede, sırda ve engopta hangi parametrelerin değiştiğine, hammadde kimyasal analizlerine; masse, sır ve engobun reolojilerine (viskozite, yoğunluk, renk vs.), kimyasal analizlere, fiziksel analizlere, fritlere, termal genleşme oranlarına, bakılarak deformasyonu neyin etkilediği konusunda araştırmalar yapılmıştır. Alt başlıklar

halinde deneyler ve sonuçları 5.1.2'den 5.1.7'ye kadar verilmiştir. Resim 5.2.'de Nihai ürün için deformasyon değerleri verilmiştir.



Resim 5.2. 22.07.2020 Tarihli 1’Nolu Karonun Deformasyonu ile 22.09.2021 Tarihli 2’Nolu Karonun Deformasyon Farkı

Resim 5.2’de Görüldüğü üzere 22.07.2020 tarihli 1’nolu nihai karoda merkez deformasyonu: 0 mm, kulak deformasyonu: 0 mm, kenar eğriliği ise uzun kenar için -0.2 mm olup kriter içindedir. 22.09.2020 Tarihli 2’nolu karoda merkez deformasyonu: +1.6 mm, kulak deformasyonu +0.1 mm, kenar eğriliği ise +1.6 mm ile kriter dışı olduğu görülmüştür, burada nihai ürün olan engop üzeri sır uygulaması yapılmıştır. Engop üzeri sır uygulamasında karonun +1.6 mm merkez eğriliği ile konveks (dış bükey) hale geldiği görülmektedir. Karo standart dışıdır (standart en fazla + 1.4 mm) sebebi araştırılacaktır.

5.1.2. Frit Analizleri ve Deformasyona Etkisinin İncelenmesi

Sır ve engop reçetelerinde frit önemli bir yere sahiptir. Dolayısı ile fritin alfa termal genişleme katsayısına ki değişim önemli bir parametredir. Frit içeriğinde hammadde olarak; feldspat, kaolin ve kuvars barındırmaktadır. Bu elementlerin ayrı ayrı küçülmeleri, büyümeleri, tane boyutları, termal genişlemeye verdiği tepkiler, pişirim esnasındaki

davranışları, su emmeleri ve diğer etmenler sır ve engobun verdiği tepkimeleri etkileyecektir.

Yozgat duvar karosu üretiminde kullanılan fritler, sır ve engop reçetelerinde sıran parlak veya mat olması durumuna bağlı olarak değişik oranlarda reçetelerde bulunmaktadır. Sır kodları olan 30800 ve 11300 ile engop kodu olan 79500 hazırlamalarında kullanılan fritlerin standart ve fiili lineer genleşme değerleri deneysel olarak ölçülmüştür. Ölçümler Kaleseramik ARGE laboratuvarlarında yapılmıştır. Sır ve Engopta kullanılan 7 farklı frit malzemesinin genleşme katsayılarının sıcaklıkla değişimi deneysel olarak belirlenmiştir. Frit malzemelerinin 300 °C, 400 °C ve 500 °C sıcaklıktaki genleşme katsayıları parti numarasına göre Tablo 5.3. 'de standartları ile verilmiştir.

Tablo 5.3. Farklı Frit Malzemelerinin Fiili ve Standart Termal Genleşme Değerleri

Frit	STD-FİİLİ	$\alpha_{300^{\circ}\text{C}}$	$\alpha_{400^{\circ}\text{C}}$	$\alpha_{500^{\circ}\text{C}}$
FRİT 111	Standart	56,16	57,58	58,52
	Parti 23	56,51	57,51	58,25
	FARK	-0,35	0,07	0,27
FRİT 9050	Standart	58,95	59,44	60,05
	Parti 28	57,95	58,68	59,66
	FARK	1,00	0,76	0,39
FRİT 9134	Standart	63,54	65,48	67,11
	Parti 26	62,93	64,78	66,43
	FARK	0,61	0,70	0,68
FRİT 9381	Standart	59,80	62,36	64,57
	Parti 28	59,52	61,98	64,24
	FARK	0,28	0,38	0,33
FRİT 9356	Standart	76,30	80,04	83,99
	Parti 15	76,02	79,69	83,67
	Standart	0,28	0,35	0,32
FRİT 9357	STD	60,10	60,98	61,46
	Parti 17	59,96	60,66	61,06
	FARK	0,14	0,32	0,40
FRİT 9491	Standart	95,44	99,11	101,77
	Parti 9	95,74	99,20	101,78
	FARK	-0,30	-0,09	-0,01

Tablo 5.3.' de ve bundan sonradaki tablolarda da bahsi geçecek olan alfa termal genleşme katsayısını bir örnekle açıklayalım. Sam'da, (SAM, 2020) ve diğer literatürlerde Alfa Termal Genleşmeyi şöyle tanımlamışlardır; Belirli sıcaklık aralığında, ihmal edilebilir yük altında, malzemenin genleşme veya büzölmeye olan eğiliminin ölçümüdür denilmiştir.

$$\alpha_{T_1-T_2} = \frac{\Delta L}{L_0 \Delta T}$$

Bu; $\alpha_{T_1-T_2}$ denklemi ‘Termal Genleşme’ oranını vermektedir.

T1 ve T2 sıcaklık aralıklarını,

‘ α ’ (Alfa) lineer genleşme katsayısını,

Lo numunenin başlangıç uzunluğunu,

ΔL ise LT1 ve LT2 arasındaki farkı ifade etmektedir.

Tablo 5.4.’te bir örnekle alfa termal genleşmeyi açıklayalım.

Tablo 5.4. Lineer Genleşme Örneği

	C	D	E	F	G		
Alfa	L1	L2	%	T1(C)	T2(C)	Formül	α (alfa)
α_1	10	20	100	350	600	$(D19-C19)/(C19*(G19-F19))$	4,00E-03
α_2	20	25	25	350	600	$(D20-C20)/(C20*(G20-F20))$	1,00E-03

Tablo 5.4 ‘de iki farklı deney numunesi olduğunu varsayarak aynı sıcaklık farkı altında ancak farklı boyutsal değişim oranları verilerek alfa lineer değişim katsayılarının nasıl değiştiği anlatılmıştır. Birinci deney numunesi %100 boyut değişime karşın alfa değeri 4×10^{-3} iken, ikinci deney numunesinin boyut değişimi %25 olduğunda alfa değeri 1×10^{-3} olarak ölçülmüştür. Özetle boyut olarak çok yüksek oranda değişim gösteren birinci deney numunesinin alfa değeri daha büyüktür.

Frit Analizleri ve Deformasyona Etkisi Deney Sonuçları

- Standart ile sevk edilen fritlerin genleşme değerleri (α 300°C, α 400°C, α 500°C) fabrika çalışma kriterlerinin içindedir, farklılık görülmemiştir.
- Arcasoy vd.,’leri (Arcasoy, 2020; Karasu, 2020; Seramik Araştırma Merkezi [SAM], 2020; Taçyıldız, 2018). Friti tanımlarken; kaolin, kuvars, feldspat, kalsit, manyezit ve dolomit gibi başlangıç maddelerinden oluşan bir harmanın ergitilip, eriyiğin ani şoklanmasıyla elde edilir, demişlerdir. Fritlerin içinde feldspat, kaolin ve kuvars olduğundan bu elementlerin termal genleşme katsayısı frit reçetesinde önem arz etmektedir. Yani Sır ve engobun içinde frit var, frit içinde de bu sayılan hammaddeler vardır.

- Fritin içerdği feldspat, kaolin, kalsit, manyezit ve kuvarsın kimyasal analizlerinde bir değişim görülmemiştir. (Bkz. Tablo 5.5.-5.8 Bölümü Kimyasal Analiz Sonuçları) Alfa termal genleşme değerlerinde standartlara uygundur, sonuç olarak yapılan deney çalışması literatür (Arcasoy vd.,'leri) ile uyumludur.

5.1.3. Sır ve Engop Hammaddelerinin Deformasyona Etkisinin İncelenmesi

Sır ve engop üretimlerinde; Kaolin, MT500 Kıl, Wollastonit, Nefelin (siyenit), Zirkon MgO, Kuvars, Çinko Oksit ve Alümina kullanılmaktadır. Wollastonit doğal kalsiyum metali silikat olarak tanımlanır. Birleştirici rolü seramik üretiminde geniş uygulama alanı yaratmıştır. Ürün mukavemetini artırması, tek pişirim karolarda pişme süresinde önemli oranda azalmasına imkân vermesi önemli bir etmendir. Bileşimi %48,3 CaO ve %51,7 SiO₂ 'den oluşur. SiO₂ +CaCO₃ = CaSiO₃ + CO₂, kuvars ve kalsit düşük sıcaklıklarda (450-600 °C) Wollastonit oluştururlar. %4 Ateş kaybı vardır, nem oranı en fazla %4'tür. Seramik malzemeler üretiminde feldspat, kalsit, kuvars, talk gibi hammaddeler yerine veya seramik mamulün belirli özelliklerinin düzenlemesinde kullanılır. (www.mta.gov.tr, 2021)

Fritlerde olduğu gibi sır engop hammaddelerin kimyasal analiz sonuçlarına, kızdırma kaybına, elek bakiyelerine, yoğunluklarına, renk değerlerine, parlaklıklarına bakılmıştır Tablo 5.5'te sonuçlar verilmiştir.

Tablo 5.5. Kaolin Kimyasal Analiz Sonuçları 1

Kntr.prt.	Yrt.trh.	Tanım	Kullanım Kararı	Kızdırma kaybı	SiO2	Al2O3	TiO2	Fe2O3	CaO	MgO	Na2O	K2O	D (v 0.5)	D (v 0.9)	<45 mic	<63 mic	10 mic	2 mic
10000015247	4.06.2020	GROLLEG KAOLEN	Uygun	11,95	48,29	36,25	0,24	0,76	0,06	0,26	0,08	1,880	5,89	16,00	0,28	0,10	78,00	9,06
10000016159	17.06.2020	GROLLEG KAOLEN	Uygun	12,11	48,22	36,24	0,10	0,84	0,05	0,3	0,06	1,980	5,75	15,00	0,00	0,00	76,74	9,51
10000016664	24.06.2020	GROLLEG KAOLEN	Uygun	12,11	48,22	36,24	0,04	0,84	0,05	0,3	0,06	1,980	5,76	15,00	0,00	0,00	76,74	9,51
10000017334	3.07.2020	GROLLEG KAOLEN	Uygun	11,94	48,55	35,94	0,15	0,88	0,06	0,25	0,07	1,990	5,93	16,93	0,15	0,00	73,63	9,30
10000018350	17.07.2020	GROLLEG KAOLEN	Uygun	12,06	48,47	35,95	0,27	0,75	0,06	0,26	0,07	1,940	6,03	17,10	0,16	0,00	73,20	7,58
10000019433	29.07.2020	GROLLEG KAOLEN	Uygun	12,04	48,50	35,75	0,36	0,75	0,07	0,28	0,07	1,950	6,3	19,20	1,37	0,45	70,41	9,37
10000019439	4.08.2020	GROLLEG KAOLEN	Uygun	11,53	48,53	36,68	0,38	0,66	0	0,25	0,00	1,980	6,12	16,53	0,10	0,00	73,74	7,50
10000020196	14.08.2020	GROLLEG KAOLEN	Uygun	12,25	48,08	36,15	0,29	0,76	0,05	0,31	0,05	1,890	6,16	16,50	0,08	0,00	73,00	7,71
10000020503	17.08.2020	GROLLEG KAOLEN	Uygun	12,06	48,47	35,95	0,27	0,79	0,06	0,26	0,07	1,970	6,45	17,07	0,00	0,00	71,07	7,07
10000020825	21.08.2020	GROLLEG KAOLEN	Uygun	12,09	48,21	36,22	0,11	0,81	0,06	0,36	0,05	1,900	6,1	16,60	0,23	0,00	73,27	9,43
10000022125	1.09.2020	GROLLEG KAOLEN	Uygun	12,12	48,28	36,14	0,17	0,78	0,05	0,32	0,06	1,920	6,2	16,30	0,08	0,00	73,50	6,57
10000022568	7.09.2020	GROLLEG KAOLEN	Uygun	12,28	47,98	36,15	0,30	0,77	0,05	0,34	0,06	1,850	5,88	15,60	0,01	0,00	75,53	7,74

Kaolin kimyasal analizlerinde, elek bakiyelerinde, kızdırma kaybında standart dışı bir değer görülmemiştir.

Tablo 5.6. Kaolin Kimyasal Analiz Sonuçları 2

Kntr.prt.	Yrt.trh.	Tanım	Kullanım Kararı	Kızdırma kaybı	SiO2	Al2O3	TiO2	Fe2O3	CaO	MgO	Na2O	K2O	D (v 0.5)	D (v 0.9)	< 45 mic	< 63 mic
10000014804	20.05.2020	AK PRIME KAOLEN	Uygun	13,71	46,64	37,85	0,86	0,24	0,12	0,07	0,01	0,39	6,67	23,5	0,9	0,04
10000014805	20.05.2020	AK PRIME KAOLEN	Uygun	13,48	46,68	37,98	0,84	0,25	0,09	0,08	0,05	0,43	5,88	24,7	0,86	0,02
10000014922	27.05.2020	AK PRIME KAOLEN	Uygun	13,40	46,63	38,21	0,77	0,25	0,09	0,08	0,03	0,4	6,8	23,7	0,23	0
10000015056	1.06.2020	AK PRIME KAOLEN	Uygun	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
10000015057	1.06.2020	AK PRIME KAOLEN	Uygun	13,49	46,66	38,04	0,9	0,22	0,09	0,05	0,05	0,35	5,75	23,1	1,84	0,1
10000015058	1.06.2020	AK PRIME KAOLEN	Uygun	13,47	46,62	38,13	0,93	0,22	0,08	0,07	0,01	0,37	5,65	23,2	0,75	0,45
10000015504	8.06.2020	AK PRIME KAOLEN	Uygun	14,47	45,96	37,63	0,95	0,24	0,1	0,08	0,01	0,41	6,14	25,8	0,64	-
10000015712	10.06.2020	AK PRIME KAOLEN	Uygun	13,48	48,2	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
10000016069	16.06.2020	AK PRIME KAOLEN	Uygun	13,42	46,58	37,88	1,06	0,25	0,09	0,09	0,02	0,49	6,66	22,7	0,45	0
10000016070	16.06.2020	AK PRIME KAOLEN	Uygun	13,27	46,66	37,99	1	0,26	0,09	0,1	0,03	0,49	6,5	22,4	0,72	0
10000016291	19.06.2020	AK PRIME KAOLEN	Uygun	13,80	46,44	37,73	0,97	0,27	0,09	0,08	0,02	0,47	7,18	24,4	1,71	-
10000016663	24.06.2020	AK PRIME KAOLEN	Uygun	13,33	46,98	37,7	0,86	0,33	0,1	0,07	0,02	0,44	6,86	24,9	1,07	0
10000016869	26.06.2020	AK PRIME KAOLEN	Uygun	13,28	47,08	37,76	0,84	0,32	0,09	0,08	0,01	0,44	5,83	22,5	0,85	0
10000017210	30.06.2020	AK PRIME KAOLEN	Uygun	13,34	46,9	37,79	0,87	0,29	0,1	0,07	0,01	0,43	5,65	22,4	0,84	0

İkinci parti kaolin sonuçları da standart içindedir.

Tablo 5.5 ve 5.6’da Kimyasal analizlerde geçen D (0,5) Ak prime kaolinin %50’si 6.67 mikron demektir. D (0.9) ise ak prime kaolinin %90’ı 23.5 mikrondur. Kimyasal analizlerde %50 ve %90 % oranlarına bakılır. Analizin daha detaylı olması için ise 10 mikron, 45 mikron ve 63 mikrondaki elek üzerindeki kalan yüzde miktarlara bakılır. Bu tabloda 45 mikron üstü %0.9’ dur, 63 mikron üstü %0.04’tür.

Tablo 5.7. Kil Kimyasal Analiz Sonuçları

Kntr.prt.	Yrt.trh.	Malzeme kısa metni	Kullanım Kararı	SiO2	Al2O3	TiO2	Fe2O3	CaO	MgO	Na2O	K2O	D (v 0.5)	D (v 0.9)	< 45 mic	< 63 mic	10 mic	2 mic
10000015339	4.06.2020	MT 500 KİL / RC 399 KİL	Uygun	63,18	23,86	2,01	0,98	0,15	0,41	0,12	1,71	3,86	14,2	0,7	0,05	83,48	26,64
10000015915	11.06.2020	MT 500 KİL / RC 399 KİL	Uygun	63,75	23,45	1,8	1,06	0,15	0,4	0,1	1,69	3,69	13,3	-	-	-	-
10000017344	3.07.2020	MT 500 KİL / RC 399 KİL	Uygun	65,62	22,3	1,8	1,18	0,14	0,37	0,11	1,64	4,47	23,8	3,05	0,85	74,5	27,6
10000018351	17.07.2020	MT 500 KİL / RC 399 KİL	Uygun	65,44	22,41	1,67	1,03	0,13	0,37	0,11	1,6	-	-	-	-	-	-
10000019019	23.07.2020	MT 500 KİL / RC 399 KİL	Uygun	65,26	22,57	1,8	0,97	0,15	0,41	0,1	1,81	4,79	25,3	4,93	3,04	72,91	24,77
10000020279	14.08.2020	MT 500 KİL / RC 399 KİL	Uygun	64,79	22,75	1,69	1,01	0,14	0,42	0,11	1,9	4,97	23,2	3,3	1,75	73,03	19,37
10000022767	8.09.2020	MT 500 KİL / RC 399 KİL	Uygun	63,55	23,5	1,86	0,96	0,15	0,47	0,12	2,07	4,44	17,8	1,01	0,06	78,63	21,93
10000024138	22.09.2020	MT 500 KİL / RC 399 KİL	Uygun	62,17	24,46	1,88	0,98	0,15	0,44	0,12	1,92	4,16	16	0,24	0	80,96	22,07

MT 500 Kilin kimyasal analiz sonuçları, elek bakiyeleri standart içindedir.

Tablo 5.8. Wollastonit (CaSiO_3) Kimyasal Analiz Sonuçları

Kntr.prt.	Yrt.trh.	Malzeme kısa metni	Kullanım Karan	SiO ₂	Al ₂ O ₃	TiO ₂	Fe ₂ O ₃	CaO	MgO	Na ₂ O	K ₂ O	D (v 0.5)	D (v 0.9)	<45 mic	<63 mic	10 mic	2 mic
10000022268	2.09.2020	WOLLASTONİT 325	Uygun		53,41	0,16	0,12	0,23	43,24	1,46	0,00	0,01	21,10	18,20	2,05		
10000022883	9.09.2020	WOLLASTONİT 325	Uygun		52,97	0,14	0,32	0,22	43,27	1,46	0,00	0,01	20,30	17,83	2,26		
10000023018	10.09.2020	WOLLASTONİT 325	Uygun		53,61	0,15	0,50	0,21	42,84	1,42	0,00	0,01	20,00	16,54	2,30		
10000023019	10.09.2020	WOLLASTONİT 325	Uygun		53,61	0,15	0,50	0,21	42,84	1,42	0,00	0,01	20,00	16,54	2,30		
10000023147	11.09.2020	WOLLASTONİT 325	Uygun		53,61	0,15	0,50	0,21	42,84	1,42	0,00	0,01	20,00	16,54	2,30		
10000023148	11.09.2020	WOLLASTONİT 325	Uygun		53,36	0,24	0,31	0,21	42,97	1,43	0,00	0,01	19,80	15,83	2,22		
10000023877	18.09.2020	WOLLASTONİT 325	Uygun		53,10	0,14	0,13	0,24	43,44	1,50	0,00	0,01	20,10	16,45	2,09		
10000023878	18.09.2020	WOLLASTONİT 325	Uygun		53,10	0,14	0,13	0,23	43,44	1,50	0,01	0,01	20,11	16,45	2,04		
10000023928	21.09.2020	WOLLASTONİT 325	Uygun		53,15	0,24	0,11	0,23	43,24	1,43	0,00	0,01	21,00	18,07	2,01		
10000023929	21.09.2020	WOLLASTONİT 325	Uygun		53,15	0,24	0,11	0,23	43,24	1,43	0,00	0,01	21,00	18,37	2,01		
10000024265	24.09.2020	WOLLASTONİT 325	Uygun		53,04	0,10	0,11	0,16	43,12	1,18	0,00	0,01	19,10	14,48	2,57		

Wollastonit değerleri standart içindedir.

Sır ve Engop Hammaddelerinin Deformasyona Etkisi Deney Sonuçları

- Tablo 5.5, 5.6, 5.7, 5.8’ de Analiz sonuçlarına bakıldığında sır hammadde malzemelerinde belirgin bir değişiklik yoktur. Sacmi vd. ’lerinin yaptığı çalışmada (Sacmi vd., 2002) Seramik bünye malzemelerinde sekiz ana oksit bulunmaktadır. Bunlar; silisyum dioksit (SiO_2), alüminyum oksit (Al_2O_3), titanyum dioksit (TiO_2), ferrik oksit (Fe_2O_3), kalsiyum oksit (CaO), magnezyum oksit (MgO), sodyum monoksit (Na_2O) ve potasyum oksit (K_2O)’dir. Oksitler 1000 °C’ de buharlaşırlar (Su ile karbondioksit veya karbon monoksit, kükürt oksitler SO_2 ve SO_3 gibi) ve bu durum kızdırma kaybı (K.K.) şeklinde tanımlanmıştır. Kimyasal analiz tablolarında bakıldığında kızdırma kaybı değerleri görülmektedir ve bu oksitler fırınlama sıcaklığı sinterlemeye en yakın bölgede buharlaşarak küçülme ve sonuçta kızdırma kaybı yaşanmıştır.

5.1.4. Sır ve Engop Reçetelerinin Deformasyona Etkisinin İncelenmesi

Bu deneyde sır ve engop reçete değişimi sonrası ve yeni hammadde geldikten sonrası kimyasal analizine ve termal genleşmelere bakılarak; bünye ile sır, bünye ile engop arasında uyum olup olmadığı araştırılmıştır.

Duvar karosu üretiminde parlak üretimler için SIR 11300 ve mat üretimler için SIR 30800 kullanılmaktadır. SIR 11300 frit içeriği %88 iken, SIR 30800’de frit oranı %48-%52 şeklindedir. Duvar karosu üretimin başlangıcında parlak üretimlerde kullanılan Engop 79500 ve Sır 11300 de herhangi bir değişiklik yapılmamıştır. Ancak mat üretimlerde engop

üzeri sır uygulamasına geçmek için mevcut 79500 engop reçetesinde değişiklik yapılmış ve 79500 m-2 adı altında reçetesi yeni oluşturulmuştur.

Mat üretimlerdeki orijinal 30800 reçetesi üzerinde de değişiklik yapılarak 30800 m-2 reçetesi oluşturulmuştur. Mat sır reçetesinin karşılaştırması Tablo 5.9.'da ki gibidir.

Tablo 5.9. Sır Reçetesi İçindeki Frit ve Çinko Oksit Karşılaştırması

	30800	30800 m-2	Değişim
Çinko Oksit	4,25	5,25	↑
Frit 111	13,00	16,00	↑
Frit 9134	Aynı	Aynı	
Frit 9381	15,00	13,00	↓
Frit 9491	9,00	6,00	↓

1-Frit 9491'in mevcut reçetede içindeki oranı %9 iken, yeni reçetede bu oran %6'dır. Toplam reçete oranına bakarsak fritin reçete içerisindeki oranı yüzde olarak 3 puan azalmıştır. 9491 Fritin termal genleşme değeri çok yüksektir (α $400 > 95 \times 10^{-7}$) dolayısı ile yeni sır reçetesinde bulunan frit oranı azaldığından teorik olarak %3'lük bir genleşmede düşme, sırnın genleşmesinde $2,17 \times 10^{-7}$ azalma meydana getirebilir diyebiliriz. Sonuç olarak sır reçetesi içinde bulunan frit oransal olarak azaldığından yeni reçetede (30800 m-2) sırnın termal genleşme değeri düşmüştür. Yeni reçeteli sır olan 30800 m-2 daha az genleşme eğilimindedir. Özetle yapılan müdahale artı göbek deformasyonunu aşağı çekmek için yapılan müdahaledir.

2-Frit 9381 yüksek oranda CaO ve ZnO içerir. Bu frit bünyesindeki Ca, Zn ve Si oranlarından dolayı cam fazın içinde kristal oluşturmaya meyillidir. Sinterleme sıcaklığı 800 °C'ye geldiğinde bu faz oluşmaya başlar. Bu fazın oluşması ile çekme artar. 1000 °C'ye gelindiğinde kristal faz ile cam hamurun içinde gözeneklerde oluşmaya başlar. Burada yapılan işlem özetle; camlaşmayı yavaşlatılarak aslında 800 °C' de camlaşırken oranını azaltarak 1000 °C' de bile camlaşması ötelenmiştir. Bünye üzerindeki sır engop ergimeden gaz çıkışı sağlanmıştır. Buda deformasyona olumlu yönde katkı sağlamıştır.

Çalışkan (Çalışkan, 2020) SiO₂ oranı yüksek ise serbest kuvarsın varlığını gösterdiğini CaO ve MgO toplamı ile K₂O ve Na₂O toplamı ayrı ayrı %1 olmalıdır. Bunların yüksek olması ateş zayıyatını artırır demiştir. Yaptığımız deneyde gözeneklerin oluşmaya başlaması ateş zayıyatının artırdığını doğrulamaktadır. Bu literatür bilgisi ile

deney sonuçları uyumludur. Ayrıca literatür bilgisinde serbest kuvars varlığını gösterdiğini belirtmiştir. Yapılan deneyde de kuvars varlığından dolayı frit içindeki Ca, Zn ve Si kristal yapıyı oluşturmuşlardır.

3- Yeni reçetede çinko oksit oranı arttığından kompozisyon içindeki çinko oksit yine ortamdaki feldspat mineralleri ile 650 °C'ye kadar ve Ca kaynağı Wollastonit ile faz oluşturma meyillindedir. Sonuç olarak kararlı yapı oluşması beklenir. Fritlerden kaybedilen ergiticiliği gaz çıkışı tamamlandıktan sonra bünye içerisine katılan Zn tekrar cam fazı oluşturmak için kullanılmaktadır.

Sır ve Engop Reçetelerinin Deformasyona Etkisi Deney Sonuçları

- Sır 30800'ün belirli bir oranda cam fazın içine kristal barındırması beklenir. Sıcaklık ve hazırlama koşullarına bağlı olarak por oluşumu gözlenebilir
- 11300 Sırı 'ı %88 frit içeriklidir. Fritlerin öğütülmesine ve pişirim koşullarına bağlı olarak α_{400} değerinde değişim gözlenebilir (Minimum 57, Maksimum 62×10^{-7}). Bu sorun ile bağlantılı olmamakla birlikte yaşanan oyuk, delik ve yüzeyde portakallaşma gözlemlendiğinde elek bakiyesi ve boyut dağılımı kontrol edilmelidir.
- 11300 Sır ve 79500 Engop arasındaki genleşme farkı fazladır, deformasyonu tetiklememesi için kontrol edilmelidir.
- Üretim için hazırlanan sırların ölçülen lineer termal genleşme, kimyasal analiz ve tane boyu dağılım sonuçları Tablo 5.10. ve bu tablonun devamı olan Tablo 5.11.'de verilmiştir. Bu tablolarda 11300 ve 30800 sırlarının α_{300} , α_{400} , α_{500} , α_{600} 'deki son bir aylık termal genleşme değerlerine bakıldığında genleşme eğilimi olarak ciddi bir farklılık görülmemiştir.
- Tane boyut dağılımı olarak bakıldığında tane boyut dağılımı stabildir, standart içindedir. Kimyasal analiz olarak; kızdırma kayıpları standartlar içindedir. Oksit dağılımına bakıldığında silisyum dioksit (SiO_2), alüminyum oksit (Al_2O_3), titanyum dioksit (TiO_2), ferrik oksit (Fe_2O_3), kalsiyum oksit (CaO), magnezyum oksit (MgO), sodyum monoksit (Na_2O) ve potasyum oksit (K_2O), çinko oksit (ZnO), berilyum oksit (B_2O_3), zirkonyum oksit (ZrO_3) değerlerinin dağılımı stabildir ve standart dağılımdadır.

Tablo 5.10. Sırların Ölçülen Lineer Termal Genleşme, Kimyasal Analiz ve Tane Boyu

TARİH	LAB.KYT	Malzeme Adı	DLM (x10-7)				500 -600 FARK	Tane Boyu Dağılımı						
			α 300	α 400	α 500	α 600		d ₁₀	d ₅₀	d ₉₀	> 63μ	> 45 μ	< 10μ	< 2μm
28.08.2020	9048	11300 SIR	58,65	59,18	59,53	59,89	0,36							
7.09.2020	9596	11300 SIR	56,61	57,47	58,19	58,88	0,69	2,70	13,00	43,40	2,58	9,01	42,12	5,60
15.09.2020	10003	11300 SIR	56,18	57,56	58,45	59,06	0,61							
23.09.2020	10430	11300 SIR	55,91	57,24	58,13	59,11	0,98	2,98	14,60	45,40	3,32	10,25	38,23	4,46
23.09.2020	10431	11300 - 16.9.2020					0,00	2,78	15,00	47,60	4,24	11,49	38,09	5,60
28.08.2020	9049	30800 SIR	61,47	63,3	64,65	65,91	1,26							
7.09.2020	9597	30800 SIR	59,13	61,21	62,95	65,05	2,10	1,89	7,89	27,90	0,08	1,87	58,11	10,90
11.09.2020	9776	30800 SIR	59,29	61,66	63,51	65,35	1,84							
15.09.2020	10002	30800 SIR	60,39	62,48	64,34	66,16	1,82							
23.09.2020	10427	30800 SIR	58,96	61,38	63,34	65,09	1,75	1,98	8,34	26,60	0,00	0,99	56,26	10,16
23.09.2020	10428	30800 SIR	58,80	61,17	63,07	64,71	1,64	2,23	8,12	26,6	0,09	1,67	57,87	8,14
28.08.2020	9051	79500 ENGOP - PARLAK	69,48	73,2	76,91	84,01	7,10							
7.09.2020	9595	79500 ENGOP - PARLAK	68,40	71,76	74,98	80,66	5,68	1,75	7,67	24,7	0	0,35	59,27	12,19
11.09.2020		79500 ENGOP - PARLAK	67,66	71,66	75,52	82,29	6,77							
15.09.2020	10000	79500 ENGOP - PARLAK	72,69	75,95	79,36	86,63	7,27							
23.09.2020	10429	79500 PARLAK	74,3	76,75	79,72	86,53	6,81	2,24	9,41	27,70	0,00	1,32	52,30	8,15
23.09.2020	10432	79500 PARLAK	70,97	74,54	78,11	85,31	7,20	2,22	10,40	32,20	0,88	3,67	48,61	8,46
28.08.2020	9050	79500 ENGOP - MAT	69,4	73,01	76,47	82,68	6,21							
7.09.2020	9594	79500 ENGOP - MAT	68,63	72,14	75,58	81,91	6,33	1,85	8,88	26,3	0	0,59	54,18	11,19
11.09.2020	9774	79500 ENGOP - MAT	67,96	71,46	74,73	80,51	5,78							
15.09.2020	10001	79500 ENGOP - MAT	71,26	74,22	77,32	83,60	6,28							
23.09.2020	10426	79500 ENGOP	73,31	75,57	78,19	83,96	5,77	2,33	10,50	30,20	0,00	1,75	48,38	7,69
23.09.2020	10433	79500 - 16.09.2020	69,64	72,86	76,18	82,68	6,50	2,18	9,6	27,6	0,03	1,43	51,56	8,66

Tablo 5.11. Sırların Ölçülen Lineer Termal Genleşme, Kimyasal Analiz ve Tane Boyu (Devam)

KİMYASAL ANALİZ												
K.K.	SiO ₂	Al ₂ O ₃	TiO ₂	Fe ₂ O ₃	CaO	MgO	Na ₂ O	K ₂ O	ZnO	B ₂ O ₃	ZrO ₂	BaO
1,82	57,97	9,00	0,3	0,08	10,56	1,35	2,56	2,31	7,19	4,7	1,67	
2,12	58,81	9,00	0,28	0,07	10,62	1,46	2,57	2,30	7,26	3,48	1,71	
2,81	58,37	8,94	0,25	0,06	10,42	1,47	2,61	2,36	7,48	3,48	1,45	
2,06	43,57	17,14	0,38	0,14	7,36	2,12	4,23	1,25	8,77	4,35	8,36	
2,06	45,80	16,51	0,37	0,15	7,01	1,97	5,07	1,28	8,59	2,96	7,86	
2,21	44,98	16,01	0,31	0,13	7,30	2,18	4,86	1,27	7,50	4,35	8,56	
2,26	44,90	16,07	0,20	0,13	7,27	2,18	5,02	1,30	8,19	3,65	8,52	
2,34	60,92	17,87	2,14	0,18	5,12	0,72	4,16	0,95	0,43	1,22	3,67	
2,42	61,14	17,49	2,00	0,17	5,03	0,71	4,20	0,98		1,04	4,30	
2,67	60,18	17,93	2,06	0,16	4,97	0,71	4,26	0,98		1,74	3,96	
2,42	60,91	17,89	2,01	0,16	4,98	0,70	4,25	0,99		1,40	3,91	
2,59	59,49	18,44	2,55	0,18	5,43	0,70	4,17	1,04		1,39	3,69	
2,30	60,00	17,66	2,35	0,18	5,28	0,70	4,23	1,04		1,04	4,46	0,33
2,89	59,73	18,16	2,24	0,18	5,31	0,70	4,10	1,00		1,39	3,78	
2,21	60,05	18,50	2,55	0,17	5,30	0,66	4,17	1,05		1,04	3,84	

Kimyasal analiz olarak; kızdırma kayıpları standartlar içindedir. Oksit dağılımına bakıldığında bu değerlerde standart içindedir. Herhangi farklılık gözlenmemiştir.

5.1.5. Hammadde Değişimlerinin Deformasyona Etkisinin İncelenmesi

Tablo 5.12’de Hammaddelerin ayrı ayrı kimyasal analizlerine, reolojik özelliklerine, fiziksel özelliklerine, su emme, pişme küçülmesi ve renk oranlarına bakılmıştır.

Tablo 5.12. Kaleseramik Hammadde Analiz Takip Formu

HAMMADDE / MALZEME TAKİP FORMU								
NUMUNE ADI		ŞAHİT NUMUNELER						
GELDİĞİ TARİH		17.08.2020						
AÇIKLAMA_NOT		YOZGATTAN GELEN						
NUMUNE ADI-BİLGİSİ		Birim	SALMANFAKIL I	ELMAHACILI	KİL 274	KİL 225	KONYA KİLİ EC 104	
Hammadde Rutubeti		%	1,80	3,40	9,5	12,6	7,80	
KİMYASAL ANALİZ	K.Z.	%	1,41	5,28	38,75	7,82	3,59	
	SiO ₂		76,62	62,83	17,28	61,3	75,65	
	Al ₂ O ₃		13,26	21,74	5,19	24,16	14,58	
	TiO ₂		0,16	0,67	0,28	1,32	1,2	
	Fe ₂ O ₃		0,95	5,22	1,04	2,22	1,38	
	CaO		0,18	1,12	1,58	0,15	0,15	
	MgO		0,14	0,20	34,91	0,58	0,52	
	Na ₂ O		2,03	0,41	0,20	0,12	0,15	
	K ₂ O		5,19	2,10	0,54	2,20	2,61	
	ORGANİK VE Σ C		99,94	99,57	99,77	99,87	99,83	
	SO ₄		ESER	0,52	0,08	ESER	ESER	
REOLOJİK ÖZELLİK.	Çamur Litre Ağırlığı	g/lt.	1672	1671	1490	1591	1626	
	Viskozite/ T °C	Sn.	47	36	YOK	YOK	41	
	Elek Bakiye	%	2,31	2,13	2,21	1,98	2,27	
	Öğünme Süresi 300 g	%	23	14	9	9	9	
KIRILMA YÜKÜ		(F) Newton				44,1	16,5	
KIRILMA DAYANIM		(S) Newton				71,7	26,7	
EĞİLİME DAYANIM		(R)(N/mm ²)				3,87	1,37	
Granül/Toz Rutubeti		%	6	6	6	6	6	
Sıkıştırma Basıncı		Kg/cm ²	325	325	325	325	325	
DUVAR KAROSU 1440 °C / 49'	Bisküvi Boyu	mm.	49,58	48,32	46,66	48,08	50,18	
	Pişme Küçülmesi	%	1,33	3,84	7,14	4,32	0,14	
	Su Emme	%	15,81	6,68	23,65	10,04	14,69	
	RENK	L	-	71,81	57,34	91,25	80,14	78,9
		a	-	11,33	6,09	0,63	3,58	4,65
		b	-	21,62	11,99	9,93	19,8	19,22

Reolojik özellik olarak; çamur yoğunluklarına, viskozitelerine, elek bakiyelerine, öğünme sürelerine bakılmıştır. Fiziksel testler olan; kırılma yükü, kırılma dayanımı, eğilme dayanımlarına bakılmıştır.

Bisküvilerin 1440 °C fırın tepe sıcaklığında ve 49 dakika çevrim süresinde; pişme küçülmeleri, su emme değerlerine bakılmıştır. Renk değeri olarak L, a, b değerlerine bakılmıştır. ‘‘L’’ Beyazlık göstergesidir, sıfıra doğru yaklaşım siyaha doğru kaymayı, 100 ise tam beyaz demektir. ‘‘a’’ Kırmızılık göstergesidir, artıya gidiş kırmızı, eksiye gidişler mavi gösterir. ‘‘b’’ ise Sarılık göstergesidir, artıya giderse sarı, eksiye giderse yeşile doğru renk kaymaktadır.

Tığ ‘in yapmış olduğu çalışmada (Tığ, 2021); Beyaz renkli porselen karoların L değeri 80-90 olarak ölçüldüğünü ve alümina ve zirkon gibi beyazlatıcı hammaddelerin sentetik olarak elde edilmesinden dolayı üretim maliyetleri de oldukça yüksek olduğunu söylemiştir. Biffi vd.,’leri (Biffi, 1999; Worrall 1982; Vari 2000; Sanchez vd., 2001) Porselen karo bünyelerinin pişme renginin bej veya beyaza yakın olması genellikle hammaddelerde bulunan Fe_2O_3 ve TiO_2 oranına bağlıdır. Kullanılan hammaddelerden özellikle killerden gelen Fe_2O_3 ve TiO_2 miktarlarının fazla olması ürünün pişme renginin koyu olmasına neden olmaktadır demişlerdir.

Tablo 5.12.’de 17.08.2020 Tarihli hammadde analizleri ile ilk üretime girişindeki (Tablo 5.13. 7.ay) şahit numuneler karşılaştırılmıştır. Ayrıca dokuzuncu ay da yaşanan deformasyon probleminden dolayı, dokuzuncu aya ait hammadde analizleri de yapılmıştır.

1-Kil 225 ‘te renk değişimi vardır bu hammadde karışımdan kaynaklıdır. Kil 225 diğer bir kil olan kil 235 ile katkılı olarak kullanılmıştır, dolayı ile renk değişimi normaldir.

2-Elmahacılı kaolininin SiO_2 değeri ve CaO değeri üretime geçerken alınan numuneye göre yüksektir.

Çalışkan yaptığı çalışmada (Çalışkan, 2020) SiO_2 oranı yüksek ise serbest kuvarsın varlığını gösterdiğini ve bunların yüksek olması ateş zayıtını artırır demiştir. Kuvars pişme küçülmesini azaltır, plastikliğini düzenlemeye yardımcı olur ve pişme esnasında deformasyon olmaksızın gaz çıkışına izin verdiğini Arcasoy belirtmiştir. (Arcasoy, 2020)

Bir sonraki Tablo 5.13.'de kil 274 ün kimyasal analiz sonuçları verilmiştir.

Tablo 5.12.'ye göre; (17.08.2020)

Kil 274 ün su emme değeri %23.65

Kızdırma Kaybı %38.75

Silisyum Oksit değeri %17.28

Magnezyum Oksit %34.91 olarak ölçülmüştür.

Tablo 5.13'te ise; Kil 274 ün (7. Ay Değerleri)

Su emme Değeri %18.08

Kızdırma Kaybı %44.86

Silisyum Oksit değeri %7.27

Magnezyum Oksit %41.95 olarak ölçülmüştür

Tablo 5.13. Kil Hammadde Analizi (7.Ay Değerleri)

Pişme Özellikleri	Hammadde Adı		Kil 274	Kil 225	Elmahacılı	Salmanfakılı	Konya kili	Miner Mermer
	L	%	93,97	52,65	56,9	73,25	75,2	-
	a	%	0,12	14,17	10,22	9,53	5,9	-
	b	%	8,2	25,07	14,81	15,76	22,87	-
	Tablet Bisküvi Boyu	mm	38,74	46,34	48,96	49,16	49,66	-
	Küçülme	%	22,82	7,67	2,45	2,05	1,05	-
	Su Emme Vakumlu	%	18,08	4,32	8,27	15,28	11,31	-
Diğer Test Sonuçları								
Dilatometre	α300	α	112,88	66,26	49,22	68,85	75,17	-
	α400		117,98	68,49	51,92	71,75	78,63	-
	α500		121,13	71,3	54,87	75,51	83,25	-
	α600		122,65	79,34	62,51	89,21	100,78	-
	Rutubet Genleşmesi		-	-	-	-	-	-
Kimyasal	K.K	α	44,86	8,57	4,44	0,91	3,31	43,12
	SiO ₂		7,27	59,08	67,77	75,99	77,71	0,4
	Al ₂ O ₃		1,47	21,59	20,26	13,64	13,16	0,18
	TiO ₂		0,14	1,1	0,86	0,42	1,13	0,21
	Fe ₂ O ₃		0,47	5,66	4,15	0,62	1,46	ESER
	CaO		1,45	0,76	0,13	0,31	0,15	55,6
	MgO		41,95	0,71	0,11	0,1	0,46	0,57
	Na ₂ O		0,05	0,3	0,2	2,87	0,09	ESER
	K ₂ O		0,15	2,07	1,23	5,17	2,39	0,02
	SO ₃		1,1	-	0,31	-	-	-
	SrO		1,04	-	-	-	-	-
	BaO		-	-	0,22	-	-	-
	P ₂ O ₅		-	-	0,2	-	-	-
	Toplam		97,81	99,84	99,15	100,03	99,86	100,1

Tablo 5.12 ve 5.13 karşılaştırıldığında Kil 274 farklı partilerde farklı kimyasal analiz sonuçları, farklı pişme değerleri vermiştir ve KİL 274 hammadde stabil değildir. Farklılıklar vardır, Tablo 5.14, 5.15, 5.16 ‘da farklı tarihli hammadde analiz sonuçları verilmiş, sonuçlar kısmın da ise veriler yorumlanmıştır.

Tablo 5.14. 28.08.2020 Tarihli Hammadde Analizi

HAMMADDE / MALZEME TAKİP FORMU												
NUMUNE TANIMI		: YOZGAT HAMMADDELERİ										
GELDİĞİ TARİH		: 28.08.20										
												
NUMUNE ADI-BİLGİSİ	Birim	E.HACILI ŞAHİT	ELMAHACILI	S.FAKILI ŞAHİT	SALMAN FAKILI	KİL 225 ŞAHİT	KİL 225	KONYA KİLİ ŞAHİT	KONYA KİLİ	KİL 274 ŞAHİT	KİL 274	
Hammadde Rutubeti	%	1,4	1,6	1,2	1,4	9,4	10,2	4,6	4,9	4,3	4,6	
KİMYASAL ANALİZ	K.Z.	5,66	4,99	1,50	1,58	7,93	7,52	3,55	3,87	35,04	42,83	
	SiO ₂	63,17	64,25	76,56	76,18	62,91	63,20	77,57	75,26	22,8	11,69	
	Al ₂ O ₃	21,22	20,90	13,07	13,51	22,85	22,69	13,23	14,48	6,67	3,1	
	TiO ₂	0,74	0,77	0,29	0,32	1,15	1,32	0,96	1,33	0,38	0,24	
	Fe ₂ O ₃	5,06	5,22	0,91	1,02	2,22	2,06	1,38	1,46	1,36	0,71	
	CaO	1,03	0,53	0,18	0,21	0,16	0,19	0,15	0,16	1,67	1,67	
	MgO	0,22	0,35	0,15	0,17	0,54	0,58	0,48	0,53	30,59	38,75	
	Na ₂ O	0,43	0,37	1,98	2,03	0,09	0,2	0,15	0,14	0,26	0,17	
	K ₂ O	2,04	2,20	5,05	4,9	2,03	2,1	2,36	2,54	0,71	0,33	
	Toplam	99,57	99,58	99,69	99,92	99,88	99,86	99,83	99,77	99,48	99,49	
	%C							0,11	0,15			
	SO ₃									0,27	0,21	
	SrO									0,10	0,1	
	P ₂ O ₅	0,23	0,20									
ELEKTROLİT	Na ₂ SiO ₃	%	0,50	0,50	0,50	0,50	1,00	1,00	1,00	1,00	1,00	
	NaTPP		0,20	0,20	0,20	0,20	0,20	0,20	0,20	0,20	0,20	
REOLOJİK ÖZELLİK.	Çamur Litre Ağırlığı	gr/lt.	1565	1560	1672	1670	1575	1566	1610	1455	1460	
	Viskozite/ T °C	sn	YOK	YOK	52	48	YOK	YOK	28	33	YOK	
	Kaba Kum (63 µ)	%	2,11	2,03	2,02	1,96	1,91	1,98	2,01	1,94	1,77	
	Öğünme Süresi 300gr	%	18	17	28	28	9	10	14	14	9	
	Granül/Toz Rutubeti	%	6	6	6	6	6	6	6	6	6	
	Sıkıştırma Basıncı	Kg/cm ²	325	325	325	325	325	325	325	325	325	
DK PİŞME 1130 C° / 49'	Bisküvi Boyu	mm	49,02	48,62	50,22	49,64	48,14	48,52	50,04	49,94	46,82	
	Pişme Küçülmesi	%	2,45	3,24	0,06	1,21	4,20	3,44	0,42	0,62	6,83	
	Su Emme	%	7,94	7,05	16,04	13,91	9,57	9,95	12,40	13,45	36,19	
	RENK	L	-	59,79	56,29	73,66	68,20	79,20	78,35	77,87	77,41	91,56
		a	-	7,24	10,34	9,37	12,70	4,60	2,81	5,04	5,13	0,58
		b	-	14,84	16,66	19,38	24,01	23,15	21,01	20,76	19,62	9,73



Tablo 5.15. 14.09.2020 Tarihli Hammadde Analizi

HAMMADDE / MALZEME TAKİP FORMU												
NUMUNE TANIMI		: YOZGAT HAMMADELERİ										
GELDİĞİ TARİH		: 14.09.20										
Kale												
NUMUNE ADI-BİLGİSİ	Birim	E.HACILI ŞAHİT	ELMAHACILI	S.FAKILI ŞAHİT	SALMAN FAKILI	KİL 225 ŞAHİT	KİL 225	KONYA KİLİ ŞAHİT	KONYA KİLİ	KİL 274 ŞAHİT	KİL 274	
Hammadde Rutubeti	%	1,4	4,7	1,2	1,9	11,9	10,2	4,6	7,6	4,3	10,9	
ELEKTROLİT	Na2SiO3	%	0,50	0,50	0,50	0,50	1,00	1,00	1,00	1,00	1,00	
	NaTPP		0,20	0,20	0,20	0,20	0,20	0,20	0,20	0,20	0,20	
REOLOJİK ÖZELLİK.	Çamur Litre Ağırlığı	gr/lt.	1565	1565	1672	1682	1572	1566	1610	1645	1455	
	Viskozite/ T ⁰ C	sn	YOK	YOK	52	49	YOK	YOK	28	35	YOK	
	Kaba Kum (63 µ)	%	2,11	2,02	2,02	1,98	1,94	1,98	2,01	1,96	1,77	
	Öğünme Süresi 300 gr	%	18	17	28	28	9	10	14	14	9	
Granül/Toz Rutubeti	%	6	6	6	6	6	6	6	6	6	6	
Sıkıştırma Basıncı	Kg/cm ²	325	325	325	325	325	325	325	325	325	325	
DK PIŞME 1130 C° / 49'	Bisküvi Boyu	mm	48,92	48,34	50,00	49,54	48,14	49,96	49,94	50,00	46,32	
	Pişme Küçülmesi	%	2,65	3,80	0,50	1,41	4,20	0,58	0,62	0,50	7,82	
	Su Emme	%	7,94	8,43	16,81	14,92	9,57	9,95	14,21	13,51	35,20	
	RENK	L	-	62,40	59,30	72,81	73,22	79,20	77,14	77,86	77,41	91,70
		a	-	6,84	9,55	3,62	9,37	4,60	4,86	5,06	4,75	0,55
		b	-	11,11	15,8	19,04	18,82	23,15	14,22	20,65	20,87	9,7

Tablo 5.16. 16.09.2020 Tarihli Hammadde Analizi

HAMMADDE / MALZEME TAKİP FORMU													
NUMUNE TANIMI : YOZGAT HAMMADELERİ													
GELDİĞİ TARİH 16.09.20													
													
NUMUNE ADI-BİLGİSİ		Birim	E.HACILI ŞAHİT	ELMAHACILI	S.FAKILU ŞAHİT	SALMAN FAKILU	KİL 225 ŞAHİT	KİL 225	KONYA KİLİ ŞAHİT	KONYA KİLİ	KİL 274 ŞAHİT	KİL 274	
Hammadde Rutubeti		%	1,4	4,7	4,9	1,7	11,9	12,5	4,6	7,3	4,3	10,8	
ELEKTROLİT	Na2SiO3	%	0,50	0,50	0,50	0,50	1,00	1,00	1,00	1,00	1,00	1,00	
	NaTPP		0,20	0,20	0,20	0,20	0,20	0,20	0,20	0,20	0,20	0,20	
REOLOJİK ÖZELLİK.	Çamur Litre Ağırlığı	gr/lt.	1565	1545	1545	1667	1572	1575	1610	1632	1455	1475	
	Viskozite/ T ⁰ C	sn	YOK	YOK	52	46	YOK	YOK	28	35	YOK	YOK	
	Kaba Kum (63 µ)	%	2,11	2,04	2,02	1,96	1,94	1,94	2,01	1,98	1,77	1,70	
	Öğünme Süresi 300gr	%	18	17	28	28	9	10	14	14	9	10	
Granül/Toz Rutubeti		%	6	6	6	6	6	6	6	6	6	6	
Sıkıştırma Basıncı		Kg/cm ²	325	325	325	325	325	325	325	325	325	325	
DK PİŞME 1130 C° / 49'	Bisküvi Boyu	mm	49,04	48,58	50,08	49,68	48,14	47,98	50,06	49,56	46,52	44,08	
	Pişme Küçülmesi	%	2,41	3,32	0,34	1,13	4,20	4,52	0,38	1,37	7,42	12,28	
	Su Emme	%	7,62	8,37	17,06	14,78	10,05	8,70	13,07	11,37	37,34	32,78	
	RENK	L	-	61,45	56,54	73,49	69,51	80,04	77,74	78,03	75,91	91,65	92,84
		a	-	7,40	9,54	9,33	12,00	4,52	4,63	5,00	5,68	0,64	0,18
		b	-	11,52	18,27	18,80	22,86	20,79	21,43	20,59	22,56	10,00	9,55



Hammadde Değişimlerinin Deformasyona Etkisi Deney Sonuçları

- Tablo 5.14, 5.15, 5.16’da ki salmanfakılı numunelerinde pişme özellikleri değişkendir. Küçülme, renk, yüzde su emme değerleri şahit numuneye göre ve açıklanan kabul kriterlerine göre de değişkenlik göstermektedir. Standartta göre L değeri maksimum 4 puan koyudur. Pişme küçülmelerindeki dalgalanma bunu kanıtlar yöndedir.
- Konya kiline değişim kabul edilebilir boyuttadır.
- Kil 225 ve kil 274 homojen değildir. Küçülme ve renk değerleri bunu kanıtlamaktadır.
- Gönderilen numunelerin homojen alımında ya da yığını temsil etmesi ile ilgili problem yoksa, parti kendi içinde stabil değildir.
- 28.08.2020 Tarihli Tablo 5.14’e göre; Şahit ve üretimdeki kaolin ve kil örneklerin pişme küçülmesi ve su emme değerleri uyuşmamaktadır. Özellikle Kil 274 ciddi farklılıklar vardır.

Tablo 5.14’teki Pişme küçülmesi ve su emme değerlerini alarak, Tablo 5.17’de özetledik.

Tablo 5.17. Kaolin, Feldspat ve Killerin Küçülme ve Su Emme Değerleri

	E.H. Kaolin Şahit	E.H. Kaolin	Salman F Feldspat Şahit	S.F. Feldspat	Kil 225 Şahit	Kil 225	Kil 274 Şahit	Kil 274
Pişme Küçülmesi	2,45	3,24	0,06	1,21	4,20	3,44	6,83	12,28
Su emme	7,94	7,05	16,04	13,91	9,57	9,95	36,19	33,41

- Tablo 5.15.’de ki 14.09.2020 Tarihli analiz sonuçları aşağıda tekrar verilmiştir. Kil 274 için pişme küçülmesi şahit numuneye göre ciddi fark vardır. Pişme küçülmesi şahitte %7.82 iken, numunede %13’tür. Numuneler şahit ile aynı değildir.

	Kil 274 Şahit	Kil 274
Pişme Küçülmesi	7,82	13
Su emme	35,2	31,87

- Tablo 5.16. 16.09.2020 Tarihli analizde de Kil 274 de ki farklılıklar aşağıda verilmiştir. Su emmeler ve küçülmeler şahit ile aynı değildir. Buradan Kil 274’ün homojen sonuçlar vermediği görülmektedir. Farklı tarihlerde gelen iki parti hammadde içinde kil stabil değildir.

	Kil 274 Şahit	Kil 274
Pişme Küçülmesi	7.42	12.28
Su emme	37.34	32.78

Tablo 5.18.'de Tablo 5.14-5.15-5.16' da ki veriler birleştirilerek tek tabloda aşağıda verilmiştir.

Tablo 5.18. Kaolin, Feldspat ve Killerin Küçülme Değerleri

Tablo/Tarih	Hammadde	Pişme Küçülme Şahit	Pişme Küçülme Üretim	Trent
Tablo 5.14.	Feldspat	0,06	1,21	↑
28.08.2020	Kil 225	4,20	3,44	↑
	Kil 274	6,83	12,28	
Tablo 5.15.	Feldspat	0,50	1,41	↑
14.09.2020	Kil 225	4,20	0,58	↑
	Kil 274	7,82	13,00	
Tablo 5.16.	Feldspat	0,34	1,13	↑
16.09.2020	Kil 225	4,20	4,52	↑
	Kil 274	7,42	12,28	

- Tablo 5.18'de Görüldüğü gibi feldspat ve kil 274'ün tüm analizlerinde şahit numuneye göre pişme küçülmelerinde artış görülmüştür. Özellikle kil 274'te ciddi bir pişme küçülmesinde büyüme vardır.

Arcasoy vd.,'leri (Arcasoy,2020; Çalışkan, 2000; Güven 1998; Özdemir,2020) Feldspatlar; seramik bünyelerde eritici olarak kullanıldığını ve seramik karolarda feldspat ilavesi bünyenin termal genleşme katsayısını düşürdüğünü ifade etmişlerdir. Yani feldspatlar termal genleşmeyi etkilediğinden boyutsal olarak deformeyi de etkilediği söylenebilir. Tablo 5.18'de Salmanfakılı feldspatın pişme küçülmelerin farklı olması bu hammaddenin farklı küçülmeler sergilediğini göstermektedir. Farklı pişme küçülmeleri farklı boyutsal davranışlar demektir bundan dolayı deformeyi etkilediği görülmektedir. Bu sonuç Arcasoy 'un literatür çalışmalarını destekler yöndedir yani literatür verileri ile sonuç uyumludur.

Sacmi vd.,'leri (Sacmi 2002). Plastik hammaddelerin yüzdesi arttıkça ürünün kuru mukavemetini arttırdığını, aynı zamanda küçülmeyi de artırdığını aktarmışlardır. Bu deney

sonucunda Tablo 5.18’de görüldüğü gibi kilin küçülmeyi arttırdığı yönünde olup, literatür ile deney sonuçları uyushmaktadır. Ancak bu deney sonucunda Kil 274’teki homojen olmayan küçülme sonuçlarından dolayı deformasyonu etkilediği söylenebilir.

Sacmi’de (Sacmi 2002) Plastik olmayan yani kuvars ve feldspat hammaddelerin yüzdesi, bu tür hammaddeler ürünün kuru mukavemetini olumsuz yönde etkiler, diğer yandan kuruma küçülmesine olumlu yönde yardımcı olurlar derken küçülmeyi nasıl etkileyeceği yönünde bilgi vermektedir.

Homojen olan küçülme aslında seramik üretimde istenilen bir durum olup mukavemet açısından ve enerji kullanımı açısından istenilen bir durumdur. Özetle Plastik olmayan hammaddelerin reçete içindeki yüzdesi artırılarak daha az enerji kullanmak suretiyle pişme küçülmesi daha hızlı sağlanabilir.

5.1.6. Masse Değişimlerinin Deformasyona Etkisinin İncelenmesi

Massenin deformasyona etkisini görmek için, önce tablet denemesi yapılmıştır. Deneylerde üretim girişi ve sonrasını kapsayan tarih aralığına bakılmıştır. Tabletlerin boyları, küçülme değerleri, su emme değerleri, renk değişimleri detaylı olarak incelenmiş ve sonuçlar Tablo 5.20’ de verilmiştir. Masse çalışma kriterlerinden; termal genleşme oranı standart değerleri, rutubet genleşmesi standart değerleri ve XRD testleri sonucu kriterleri Tablo 5.19.’da verilmiştir. (Bkz. 2.2. Mineralojik Testler bölümü, 2.2.1. XRD Testi)

Tablo 5.19. Masse Kriterleri

Masse Genleşme	α_{300}	$\times 10^{-7} K^{-1}$	62	64
	α_{400}		65	67
	α_{500}		68	70
	α_{600}		77	80
Rutubet Genleşmesi			<0,025	
XRD	Kuvars	%	27	30
	Anortit		30	35
	K. Feldspat		Max. 10	
	Diopsit		2	4
	Gehlenit		Max.5	
	Mullit		Max. 3	
	Hematit		<1,00	
	Cam faz		19	25

Anortit demek duvar karosu bünyesi demektir ve porozlu bünyedir. Porozlu bünyenin amacı hafif olması ve ısı transferi içindir. Mullit ise yoğun bünyedir, porozite azdır, bünye daha mukavimdir. Resim 5.3.'te tablet deneme resimleri verilmiştir.



Resim 5.3. Tablet Denemeleri

Tablet deneylerini farklı yerlerden alınan numuneler ile yapmak gereklidir. Homojenliğini test etmek için; çalışan masseden tablet denemeleri, spreay ağzından alınan masse tablet denemeleri, silodan alınan masse tablet denemeleri, çamur şahit havuzundan alınan tablet denemeleri ve havuz numunelerinin tablet sonuçları ayrı ayrı yapılmıştır. Resim 5.3.'te görselleri verilmiştir. Tablo 5.20'de ise tüm değerler bir tablo halinde verilmiştir. Resim 5.3. ve Tablo 5.20. incelendiğinde çamur şahit ve fırın deneme tabletlerinde renk; L, a ve b değerlerinin değişmediği, standartlar içinde olduğu görülmüştür.

Tablo 5.20. Tablet Denemeleri Tablosu

	TARİH	16.09.2020	17.09.2020	18.09.2020	19.09.2020	20.09.2020	21.09.2020	22.09.2020
FIRIN DENEME	Boy	49,89	49,87	49,87	49,87	49,85	49,85	49,87
	Küçülme	0,26	0,3	0,3	0,3	0,34	0,34	0,3
	Su Emme							
	L	64,8	64,86	65,19	64,44	64,59	64,86	64,26
	a	11	10,92	11,11	11,11	10,9	10,95	10,75
	b	21,55	21,18	21,95	21,62	21,3	21,55	20,86
SPRAY ÇALIŞAN	Boy	49,94	49,94	49,96	49,9	49,9	49,91	49,9
	Küçülme	0,16	0,16	0,12	0,24	0,24	0,22	0,24
	Su Emme							
	L	70,37	69,96	70,28	68,34	68,83	69,14	67,7
	a	7,37	7,54	7,28	7,74	7,34	7,5	7,83
	b	17,13	17,91	16,96	17,9	17,28	17,03	17,31
SİLO 2	Boy	49,94	49,92					
	Küçülme	0,16	0,2					
	Su Emme							
	L	70,81	70,37					
	a	7,56	7,53					
	b	18,03	17,99					
SİLO 3	Boy	49,95	49,95	49,96	49,94	49,92	49,93	49,94
	Küçülme	0,14	0,14	0,12	0,16	0,2	0,18	0,16
	Su Emme							
	L	70,76	70,32	70,27	69,99	68,37	68,64	68,76
	a	7,41	7,67	7,48	7,53	7,63	7,73	7,61
	b	17,35	18,31	17,89	17,72	17,68	17,59	17,04
SİLO 4	Boy	49,95	49,95	49,96	49,94	49,91	49,92	49,93
	Küçülme	0,14	0,14	0,12	0,16	0,22	0,2	0,18
	Su Emme							
	L	70,06	70,2	70,99	70,18	69,34	69,02	68,29
	a	7,42	7,25	7,16	7,38	7,44	7,81	7,7
	b	17,38	16,58	16,81	17,4	17,22	17,59	17,11
ÇAMUR ŞAHİT	Boy	50,05	50,05	50,04	50,0	50,05	50,05	50,02
	Küçülme	-0,06	-0,06	-0,04	0,04	-0,06	-0,06	0
	Su Emme							
	L	71,87	72,81	72,05	71,71	71,77	71,96	71,66
	a	6,27	6,08	6,2	6,28	6,08	6,07	6,3
	b	15,71	15,29	15,54	15,68	15,01	15,51	15,79
HAVUZ 1	Boy		50,04	50,01	50	50,03	50,07	50,03
	Küçülme		-0,04	0,02	0,04	-0,02	-0,1	-0,02
	Su Emme							
	L		69,17	70,41	69,39	69,41	67,75	68,07
	a		8,15	6,85	7,19	7,16	7,63	7,8
	b		18,71	16,22	16,32	16,17	17,18	16,78
HAVUZ 4	Boy	50,08	50,05	50,04	50,03	50,04	50,05	50,04
	Küçülme	-0,02	-0,06	-0,04	-0,02	-0,04	-0,06	-0,06
	Su Emme							
	L	71,13	71,1	69,7	69,31	68,71	68,6	67,89
	a	7,19	6,97	7,29	7,4	7,46	7,46	7,86
	b	17,35	16,34	16,7	16,32	16,81	16,86	16,94
HAVUZ 5	Boy	50,05	50,05	50,05				
	Küçülme	-0,06	-0,06	-0,06				
	Su Emme							
	L	71,18	70,31	71,65				
	a	7,1	7,25	6,94				
	b	16,84	16,78	16,38				

Tablo 5.21. Masse Kimyasal Analizleri, Elek Analiz ve Pişme Özellikleri

YOZGAT DUVAR KAROSU EYLÜL 2020 AYLIK GİRDİ KONTROL									
GRANÜLÜN GELDİĞİ TARİH			31.08.20	07.09.20	09.09.20	14.09.20	16.09.20	16.09.2020(2)	23.09.20
KİMYASAL ANALİZ	K.Z.	%	9,78		9,73	9,75	10,92	9,75	9,64
	SiO ₂		58,92		59,23	59,25	57,82	59,1	59,15
	Al ₂ O ₃		18,21		17,57	17,48	17,73	18,19	18,22
	TiO ₂		0,79		0,82	0,84	0,85	0,83	0,74
	Fe ₂ O ₃		2,63		3,21	2,98	2,61	2,58	2,69
	CaO		6,17		5,77	5,94	6,63	5,92	5,9
	MgO		0,5		0,54	0,58	0,52	0,52	0,53
	Na ₂ O		0,66		0,6	0,61	0,54	0,62	0,65
	K ₂ O		2,21		2,31	2,37	2,33	2,3	2,32
	TOPLAM		99,87		99,78	99,8	99,95	99,81	99,84
	SO ₄ ⁼ (Max.)								
ELEK ANALİZİ	Granül Rutubeti	%	7,6	5,4	4,7	4,5	5,2	5,7	5,0
	+ 500µm		14,57	19,33	14,64	10,31	18,89	7,79	24,18
	+ 250 µm		67,33	61,25	62,69	62,12	61,47	65,90	60,56
	+ 150 µm		13,71	13,96	16,17	19,56	14,53	19,64	11,11
	+ 75µm		4,01	4,60	5,44	7,17	4,58	6,14	3,58
	- 75 µm		0,38	0,86	1,06	0,84	0,53	0,53	0,57
Dökme yoğunluk			0,959	0,947	0,959	0,987	0,953	0,984	0,947
Sarsma yoğunluk			1,026	1,021	1,034	1,056	1,023	1,050	1,009
PIŞME ÖZELLİKLERİ	Fırın Max. Sıcaklık	C°	1130	1135	1135	1140	1140	1135	1140
	Pişme Süresi	dk	49	49	49	49	49	49	49
	Tablet Boyu	mm	49,98	49,98	49,98	49,96	50,04	50,00	50,00
	Küçülme	%	0,54	0,54	0,54	0,58	0,42	0,50	0,50
	Su Emme	%	16,14	16,21	16,41	16,73	16,07	16,71	16,63
	Renk L		69,52	69,16	69,71	69,42	69,34	70,00	69,71
	Renk a		6,55	6,71	6,43	6,13	6,37	6,41	6,36
Renk b		16,57	16,86	16,71	17,21	16,80	17,16	16,91	

Tabloda CaO değerinin değişkenliği dikkat çekmektedir. Bu değişim tabletlerin küçülmesinde de görülmektedir. Su emme stabildir, küçülme stabil değildir.

Tablo 5.22.'de Massenin lineer termal genleşme ve rutubet genleşme değerleri verilmiştir

Tablo 5.22. Üretim Lineer Termal Genleşme ve Rutubet Genleşmesi Değerleri

TARİH	Malzeme Adı	Dilatometre (x10 ⁻⁷)				Rutubet Genleşmesi
		α 300	α 400	α 500	α 600	
28.08.2020	DK YOZGAT GRANUL	62,68	65,06	68,07	76,77	0,025
22.08.2020	DK YOZGAT 22.08.2020	61,44	63,86	66,7	74,55	0,018
24.08.2020	DK YOZGAT 24.08.2020	64,68	66,86	69,81	79,07	0,032
7.09.2020	DK MASSE	65,27	67,6	70,65	79,88	0,026
11.09.2020	DK MASSE	64,93	67,18	70,4	80	0,02
15.09.2020	DK MASSE	64,47	67,19	70,29	79,39	0,032
16.09.2020	YZG MASSE	64,23	66,37	69,35	78,55	0,025
22.07.2020	DK MASSE	62,21	64,05	66,48	73,43	0,014
22.09.2020	DK MASSE	66,11	68,65	71,96	81,42	0,026

Tablo 5.22'deki sonuçlara bakıldığında alfa termal genleşme değerleri 300 °C'den, 600 °C'ye gelene kadar ciddi farklar olduğu tespit edilmiştir. Alfa değeri 400 °C'de 64.05' ten 68.65'e çıkmıştır bu standart dışıdır +2%, -2% değerinden fazladır. + 4% olarak yukarı gitmiştir bundan dolayı da göbek deformasyonu artıya çıkmıştır. Reçetelerdeki masse hammaddelerindeki silis oranlarının artıp, alümina değerlerinin düşüp, MgO değerinin artması anortit yapısını bozmuş bu da termal genleşme değerini yükseltmiştir. Fabrika tecrübeleri derki masse reçetelerindeki alfanın bir puan aşağı veya yukarı oynaması göbek deformasyonunun 0.6 mm aşağı veya yukarı oynamasına sebebiyet verir.

Rutubet genleşmeleri de çok farklıdır. Farklı tarihli masselerin termal genleşme değerleri ve rutubet değerleri farklı çıkmıştır, bu da istenmeyen bir durumdur.

Masse Değişimlerinin Deformasyona Etkisi Deney Sonuçları

- Masse kimyasal analizleri, elek analizleri ve pışme özellikleri Kaleseramik ARGE Laboratuvarları'nda yapılmıştır. Tablo 5.22'deki alfa termal genleşme oranlarına baktığımızda 22.07.2020 tarihli masse ile 22.09.2020 tarihli massenin termal genleşme eğilimlerinin aynı olmadığını görmekteyiz. Buradan şu sonuca varabiliriz; farklı termal genleşme eğilimi deformasyonu tetiklemiştir, bu sonucu Sacmi ve Taçyıldız'ın yaptığı çalışmalar da desteklemektedir.
- Sacmi ve Taçyıldız bu konu ile ilgili (Sacmi, 2002; Taçyıldız, 2018). Eğer sırn termal genleşme katsayısı bünyeninkinden (masseden) yüksek ise, dönüşüm noktasının altına soğutulduğunda, bünye göreceli olarak daha büyük oranda küçülür ve dolayısıyla sır gerilir. Karo dış bükey hale gelerek deformasyona uğrar. Eğer, oluşan gerilim sırn elastiklik modülünden daha yüksek ise, kırılmalar oluşur. Çatlama olarak adlandırılır, bu hatada saç teli şeklinde kırıklar olarak ortaya çıkar. Tam tersi durumda (soğuma sırasında, bünyenin termal genleşme katsayısı sırdan daha yüksek olursa); sır daha fazla küçüleceğinden, sır sıkıştırılır, bünye ise daha fazla genişler. Karo iç bükey hale gelerek deforme olur. Bu ise, karo üzerinde kırılma çizgileri ile birbirinden ayrılan kırılma tabakalarına neden olur, bundan dolayı bu terime “kabuklanma” denir, demişlerdir. Bu olay konvekslik veya konkavlık olarak dördüncü bölümde detaylı anlatılmıştır (Bkz. Bölüm 4.1. Deformasyon Hatları)

- Tablo 5.22’de Rutubet genleşmelerine bakıldığında 22.07.2020 tarihi ile 22.09.2020 tarihi arasında nerede ise iki katı fark vardır. 22.09.2020 tarihli masse rutubet genleşmesi daha yüksektir. Sacmi kaynaklarında (Sacmi 2002). Bünyenin poroz doğası atmosferik nemin emilmesine ve sonucunda rutubet genleşmesine yol açar. Eğer genleşme sınır gerilimini artırırorsa ortaya çıkan sonuç çatlama olur. Makul hata soğutmada karo bünyesinin(massenin) sırdan daha fazla büzülmesi anlamına gelir diyerek deformasyon olayının bir sebebinin de rutubet genleşmesi kaynaklı deformasyon olduğunu anlatmışlardır.
- Yaptığımız deney verilerinde 22.09.2020 tarihli rutubet genleşmesi %0.026, 22.07.2020 tarihli rutubet genleşmesi %0.014 olarak ölçülmüştür. Buradan 22.09.2020 tarihindeki ölçülen karo merkez deformasyonun +2.2 mm olarak deformasyona uğramasının bir nedeni de bu tarihteki massenin rutubet genleşmesinin yüksek olmasındandır. Bu sonuç Sacmi literatür verileri ile uyumludur.
- Tablo 5.21’deki 16.09.2020 Tarihli küçülme değeri %0.42’dir diğer girdilerle uyumlu değildir. Yani küçülme değeri daha azdır, bu da deformasyonu etkileyen başka bir etmendir.

5.1.7. Deformasyon Deney Çalışmalarının Genel Sonuçları

- Standart ile sevk edilen fritlerin genleşme değerleri fabrika çalışma kriterlerinin içindedir.
- Yozgat sırlarında kullanılan hammaddelerin değerleri kriter içinde olup belirgin bir değişiklik yoktur.
- Hazırlanan sırların, termal genleşmeleri arasındaki fark ± 1 ’ile kriter içindedir.
- Engopların termal genleşmeleri arasında farklar görülmektedir. Hem parlak üretimlerde hem mat üretimler için hazırlanan engopların tane boyları kontrol edilmelidir. Tane boyutu araştırılması bu tezin konusu olmadığına burada verilmemiştir. Başka bir çalışmada ayrıca incelenmelidir.
- Masse hammaddeleri kendi içinde stabil değildir. Renk, küçülme, kimyasal analizler arasında farklar söz konusudur.

5.2. SU EMME DENEYLERİ

Yer ve duvar karolarında, karo bünyesinin yüzdesel olarak su emme oranının yüksek olması istenmeyen bir durumdur. Su emen karonun rengi değişmekte, mukavemeti düşmekte ayrıca kış mevsimlerinde su emen karonun yüzeyinde donmadan dolayı çatlaklar meydana gelerek karonun yüzeyi bozulmaktadır.

Karo üretimlerinde parlak ve mat ürünlerde, bir karonun yüzdesel olarak en fazla ne kadar su emmesine izin verildiği TS EN 14411 standartlarında verilmiştir. Bu oran parlak karolarda en fazla %3.3 iken, mat karolarda izin verilen en fazla su emme değeri %0.6'dır.

TS EN 14411 Annex-G GL Group Bla Standartta göre;

Mat üründe: Tek karoda maksimum %0.6' dır.

Parlak üründe: Tek karoda maksimum %3.3' tür.

Bu çalışmada, 4 farklı üretim faktörünün su emme miktarına etkileri deneysel olarak araştırılmıştır.

1. Deneyde (5.2.1.); Sabit pres basıncı altında, sabit fırın sıcaklığında, 3 farklı fırın süresi için deney yapılmıştır. 38 dakika, 40 dakika ve 42 dakika için su emme değerleri ölçülmüş, sonuçları deney kısmında değerlendirilmiştir.

2. Deneyde (5.2.2.); Fırın sıcaklığı ve fırın süresi sabit tutularak 7 farklı pres basıncı olan 280 bar, 290 bar, 300 bar, 310 bar, 320 bar, 325 bar ve 330 bar pres basınçlarının su emmeyi nasıl etkilediği araştırılmış, sonuçları deney kısmında verilmiştir.

3. Deneyde (5.2.3.); Yer karosu parlak üretiminde iki farklı masse reçetesinin su emmeyi nasıl etkilediğini görmek için deneyler yapılmıştır. Bu iki farklı masse reçetesinin, farklı fırın sıcaklıklarında ve farklı pres basıncında su emmeyi nasıl etkilediği araştırılmıştır.

4. Deneyde (5.2.4.); Alternatif bir yöntem olan feldspat zenginleştirme sonucu elde edilen Flote 637 hammaddesinin su emme performans değerlerini görmek için bu hammaddenin fırın rejimlerindeki ve pres basınçlarındaki değişimleri araştırılmıştır.

5.2.1. Fırın Süre Değişimlerinin Su Emmeye Etkisinin İncelenmesi

Fırın tepe sıcaklığı 1162 °C'ye ve pres basıncı da 290 bara sabitlenerek, bu parametrelerin değişkenliğinin su emmeye etkisi ortadan kaldırılmıştır. Farklı fırınlama süreleri olan; 38 dakika, 40 dakika ve 42 dakika için su emme değerleri ölçülmüştür.

1. Denemede: Tablo 5.23'te; 1162 °C'de, 290 bar pres basıncında, fırın süresi 38 dakika iken su emme değeri, 4 deney karosunun ortalaması alınarak %4.33 olarak ölçüldü.

2. Denemede: Tablo 5.24'te; 1162 °C, 290 barda, fırın süresi 40 dakika iken su emme değeri, 4 deney karosunun ortalaması alınarak %3.99 olarak ölçüldü.

3. Denemede: Tablo 5.25'te; 1162 °C, 290 barda, fırın süresi 42 dakika iken su emme değeri, 4 deney karosunun ortalaması alınarak %3.68 olarak ölçüldü.

Tablo 5.23. 38 Dakika Fırın Süresi için Su emme Değerleri

Fırın 1162 °C, 38 Dk. 290 Bar					Boyut Ort.	%Su Emme
Karo No	1.kenar	2.kenar	3.kenar	4.kenar	mm.	%
1	450,3	450,1	449,9	450,2	450,12	4,31
2	450,0	449,9	449,9	450,1	449,97	4,23
3	449,9	450,1	450,1	450,0	450,02	4,26
4	449,9	450,0	449,9	450,2	450,00	4,29
Ort.					450,03	4,33

Tablo 5.24. 40 Dakika Fırın Süresi için Su emme Değerleri

Fırın 1162 °C, 40 dk. 290 Bar					Boyut Ort.	%Su Emme
Karo No	1.kenar	2.kenar	3.kenar	4.kenar	mm.	%
1	449,9	449,8	449,7	449,7	449,77	4,06
2	449,6	449,8	449,6	449,7	449,67	3,95
3	449,9	449,7	449,6	449,6	449,70	3,93
4	449,6	449,6	449,5	449,7	449,60	4,02
Ort.					449,68	3,99

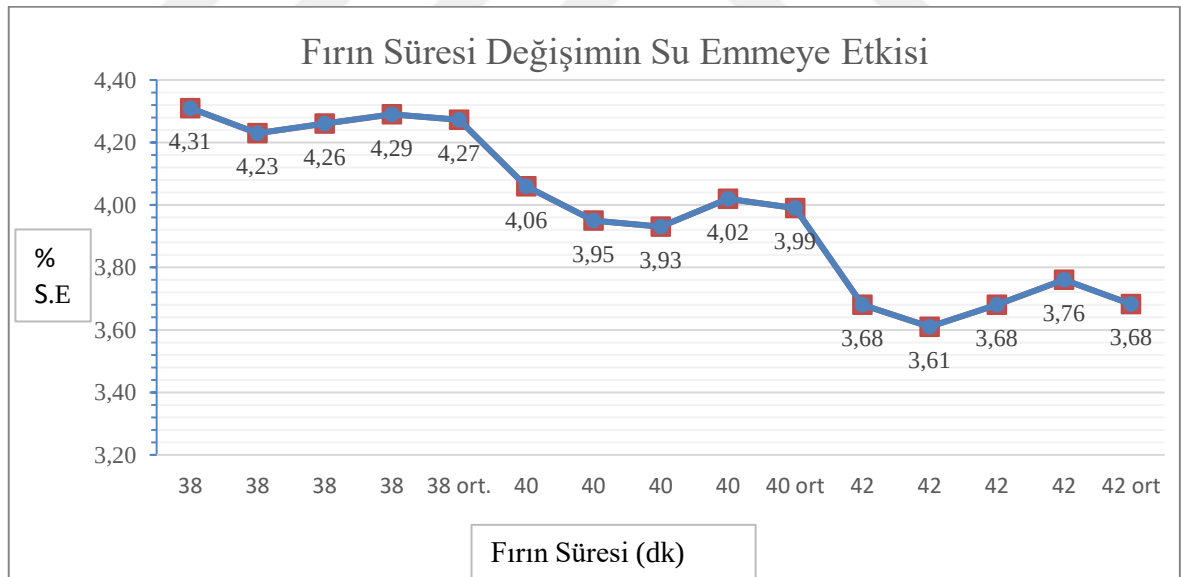
Tablo 5.25. 42 Dakika Fırın Süresi için Su emme Değerleri

Fırın 1162 °C, 42 dk. 290 Bar					Boyut Ort.	%Su Emme
Karo No	1.kenar	2.kenar	3.kenar	4.kenar	mm.	
1	449,3	449,2	449,2	449,1	449,20	3,68
2	449,4	449,3	449,4	449,2	449,32	3,61
3	449,6	449,2	449,3	449,2	449,32	3,68
4	449,4	449,6	449,3	449,2	449,37	3,76
Ort.					449,31	3,68

Tüm deney sonuçları tek bir tabloda, Tablo5.26’da ve Şekil 5.1.’de verilmiştir.

Tablo 5.26. 38,40 ve 42 Dakika Fırın Süreleri İçin Su Emme Değerleri Tablosu

Süre (dk.)	38	38	38	38	38 Ort.	40	40	40	40	40 Ort.	42	42	42	42	42 Ort.
Su emme (%)	4,31	4,23	4,26	4,29	4,27	4,06	3,95	3,93	4,02	3,99	3,68	3,61	3,68	3,76	3,68



Şekil 5.1. 38, 40 ve 42 Dakika Fırın Süreleri İçin Su Emme Değerleri

Fırın Süre Değişimlerinin Su Emmeye Etkisinin İncelenmesi, Deney Sonuçları

- Bu 3 deney sonucunda; fırın süresi arttıkça, su emmenin düştüğü Tablo 5.23, Tablo 5.24 ve Tablo 5.25’te görülmektedir. Ayrıca tüm fırın süre değerleri toplu halde Tablo 5.26’da verilmiştir. Şekil 5.1’de ise; Fırın süresi 38 dakikadan, 42 dakikaya

geldiğinde su emme değerinin %4.31'den %3.68'e düştüğü grafikten okunmaktadır.

- Sinterleme, yani ısı ile taneciklerin katı olarak birbirleriyle kaynaşma işlemi sonucu burada daha net görülmektedir. Porlar (granül taneleri arası boşluklar) arası mesafe pişirim süresi arttıkça azalmaktadır yani gözeneklilik azalmakta ve su emme değeri düşmektedir.
- Suvacı (Suvacı, 2020) sinterlemeyi tanımlarken, Temel de poroz bir malzemeden porların uzaklaştırılması yani boşlukların azalması ve aynı zamanda partiküller arasında güçlü katı bir bağın oluşmasıdır. Sinterleme İstenilen mikroyapı özelliklerine sahip ürün için yaş ürünler fırında bir ısıtma işlemi tabi tutulurlar bu prosese sinterleme denir, demiştir.
- Suvacı (Suvacı, 2020) ve Sam kaynaklarında (Sam, 2020) karo bünyesinde olan boşlukların yani porların ısıtma işlemi ile azaldığını ifade etmişlerdir. Deney sonuçları göstermektedir ki karo bünyesinde boşluk azaldıkça, karonun su emecek yeri azalacağından su emme de doğal olarak azalacaktır. Deney sonucu, literatür bilgisi ile uyumludur.
- Tamsü 'nün (Tamsü, 2020) yapmış olduğu doktora çalışmasında 3. bölümde verilen Şekil 3.15'te de görüleceği üzere 50 °C / dakika ısıtma hızında toplam porozite %12,5 civarında olup daha fazla poroz alan içermektedir. Yani hızlı pişirim de toplam porozite daha fazladır. Daha yavaş pişirim süresi olan 30 °C /dakika ısıtma hızında ise porozite %9'lardadır. Tamsü 'nün bulmuş olduğu sonuç, yapılan deney çalışması sonuçlarını desteklemektedir.
- Gültekin makalesinde (Gültekin, 2019) Su emme ile açık gözenekliliği etkileyen tüm faktörlerin etkileri benzerdir diyerek çalışmanın sonuçlarında da su emmeyi etkileyen ısıtma hızı ve sinterleme sıcaklığı ana faktörleri ile etkileşim faktörünün açık gözenekliliği de etkilediği tespit edilmiştir.
- Uluçay tezinde yapmış olduğu deneyde (Uluçay, 2021); Porozitesi en düşük olan deney numunesinin aynı zamanda ağırlıkça en az su emen numune olduğunu göstermiştir.
- Hafizoğlu doktora tezinde (Hafizoğlu, 2021), artan sinterleme sıcaklığı ve süresiyle birlikte küçülme değerlerinin arttığı, buna bağlı olarak su emme ve gözeneklilik

değerlerinin azaldığı; su emme ve gözeneklilik değerlerine bağlı olarak deneysel yoğunluk ve bağıl yoğunluk değerlerinin ise arttığını tezinde ifade etmiştir.

5.2.2. Pres Basınç Değişimlerinin; Kırılma Yüküne, Kırılma Dayanımına, Eğilme Dayanımına ve Su Emmeye Etkisinin İncelenmesi

Bu deneyde pres basıncındaki değişimin su emmeye etkisini incelerken aynı zamanda; basınç değişimi ile kırılma yükü, kırılma dayanımı, eğilme dayanımının da nasıl değiştiği incelenmiştir. Bu terimlerin nasıl ölçüldüğü aşağıda anlatılmıştır.

- **Kırılma Yükü:** Basınç göstergesinden okunan, deney numunesinin kırılması için gereken kuvvet. (Newton)
- **Kırılma Dayanımı:** Mesnet çubukları ara mesafesinin numune genişliğine oranı ile kırılma yükü çarpılarak elde edilen ve Newton olarak belirlenen kuvvet. (Newton)
- **Eğilme Dayanımı:** Hesaplanan kırılma dayanımının, kırılan kenar boyunca en küçük kalınlık değerinin karesine bölünmesi ile elde olunan ve milimetrekaire başına Newton olarak belirtilen miktardır. (N/mm²)

Bu ölçüm yöntemlerinin detaylı açıklaması ve formülleri 2. Bölümde Fiziksel Analizler bölümünde verilmiştir. (Bkz. 2.4. Fiziksel Analizler)

Tablo 5.27.'de bulunan terimlerin açıklaması şu şekildedir.

- Karo Anma Boyutu: X(mm)
- Yerçekimi İvmesi: g(m/s²)
- Kırılma Anında Makinadan Okunan Değeri: A(kg)
- Karo Kırılma Kalınlığı: D(mm)
- Karonun Su Emmeden Önceki Ağırlığı: M1(g)
- Su Emdikten Sonraki Ağırlığı: M2(g)

TS EN 14411 Annex-H GL Group Blb Standardına göre;

Kırılma Yükü ve Dayanımı: Kalınlık $\geq 7,5$ mm ise; en az 1100 N olmalıdır.

Eğilme Dayanımı: Ortalama min. 30 N/mm²; Tek Karoda min. 27 N/mm² olmalıdır.

Su emme ise: Tek karoda Maksimum: %3.3 olmalıdır.

Fırın tepe sıcaklığını 1179 °C'ye fırın süresi 37,3 dakika olarak sabitlenip, bu parametrelerin değişkenliğinin etkisi ortadan kaldırılmıştır. Pres makinası; 280, 290, 300, 310, 320, 325, 330 bar basınçlarına getirilerek; kırılma yükünü, kırılma dayanımı, eğilme

dayanımı ve fırın çıkışı nihai ürün için su emme değerlerinin pres basıncı ile nasıl değiştiği ölçülmüş ve sonuçlar değerlendirilmiştir.

Tablo 5.27. 280 Bar için; Kırılma Yüğü, Kırılma Dayanımı, Eğilme Dayanımı ve Su Emme Değerleri Tablosu

Fırın ısı (°C)		Saniye	Bar	Ebat						
1179		37,3	280	45X45						
				D(mm)	Kırılma Yükü (F) Newton	Kırılma Dayanımı (S) Newton	Eğilme Dayanımı (N/mm²)	M1(g)	M2(g)	% Su Emme
X(mm)	g(m/s²)	M(mm)	A(Kg)							
450,0	9,8	430,0	106,8	6,8	1047,7	1001,1	32,5	749,7	769,6	2,66%
450,0	9,8	430,0	128,1	6,8	1256,7	1200,8	39,0	737,4	758,1	2,81%
450,0	9,8	430,0	116,2	6,8	1139,9	1089,3	35,3	743,3	763,5	2,73%
450,0	9,8	430,0	104,7	6,8	1027,1	981,5	31,8	740,1	759,4	2,61%
TS EN 14411 Annex-H GL Group Blb Standartına göre					(Kalınlık ≥ 7,5 mm ise; en az 1100 N olmalı)		Ort. min. 30N/mm²; Tek Karoda min. 27 N/mm² olmalıdır.		Tek karoda Max: %3,3; ORT: <%0,5 E <%3,0	

Tablo 5.27.'de dört farklı karonun 280 bar pres basıncında; Kırılma yüğü, Kırılma dayanımı, Eğilme dayanımı ve Su emme değerleri tablodaki gibidir. Birinci karonun kırılma yüğü 1047.7 N, kırılma dayanımı 1001.1 N, eğilme dayanımı 32.5 N/mm², % su emme değeri %2.66 olarak ölçülmüştür. Dördüncü karoda su emme değeri ise %2.61 olarak ölçülmüştür. Tablo altında TS EN 14411'e göre standart değerler verilmiştir.

Tablo 5.28. 290 Bar için; Kırılma Yüğü, Kırılma Dayanımı, Eğilme Dayanımı ve Su Emme Değerleri Tablosu

Fırın ısı (°C)		Sn.	Bar	Ebat						
1179		37,3	290	45X45						
				D(mm)	Kırılma Yüğü (F) Newton	Kırılma Dayanımı (S) Newton	Eğilme Dayanımı (N/mm ²)	M1(g)	M2(g)	% Su Emme
X(mm)	g(m/s ²)	M(mm)	A(Kg)							
450,0	9,8	430,0	116,4	6,9	1141,9	1091,1	34,4	743,7	763,7	2,69%
450,0	9,8	430,0	122,0	6,9	1196,8	1143,6	36,0	743,6	763,2	2,64%
450,0	9,8	430,0	112,3	6,9	1101,7	1052,7	33,2	751,0	769,7	2,49%
450,0	9,8	430,0	114,8	6,9	1126,2	1076,1	33,9	744,4	765,0	2,78%

Tablo 5.28.'de Birinci karonun kırılma yükü 1141.9 N, kırılma dayanımı 1091.1 N, eğilme dayanımı 34.4 N/mm², su emme değeri %2.69 olarak ölçülmüştür. Dördüncü karoda su emme değeri ise %2.78 olarak ölçülmüştür.

Tablo 5.29. 300 Bar için; Kırılma Yüğü, Kırılma Dayanımı, Eğilme Dayanımı ve Su Emme Değerleri Tablosu

Fırın ısı (°C)	Sn.	Bar	Ebat							
1179	37,3	300	45X45							
X(mm)	g(m/s ²)	M(mm)	A(Kg)	D(mm)	Kırılma Yüğü (F) Newton	Kırılma Dayanımı (S) Newton	Eğilme Dayanımı (N/mm ²)	M1(g)	M2(g)	% Su Emme
450,0	9,8	430,0	104,5	6,9	1025,1	979,6	30,9	739,9	759,2	2,61%
450,0	9,8	430,0	116,7	6,9	1144,8	1093,9	34,5	733,7	749,6	2,16%
450,0	9,8	430,0	103,4	6,9	1014,4	969,3	30,5	737,0	756,7	2,68%
450,0	9,8	430,0	116,0	6,9	1138,0	1087,4	34,3	755,1	775,4	2,69%

Tablo 5.29.'da Birinci karonun kırılma yükü 1025.1 N, kırılma dayanımı 979.6 N, eğilme dayanımı 30.9 N/mm², su emme değeri %2.61 olarak ölçülmüştür. Dördüncü karoda su emme değeri ise %2.69 olarak ölçülmüştür.

Tablo 5.30. 310 Bar için; Kırılma Yüğü, Kırılma Dayanımı, Eğilme Dayanımı ve Su Emme Değerleri Tablosu

Fırın ısı (°C)	Sn.	Bar	Ebat							
1179	37,3	310	45X45							
X(mm)	g(m/s ²)	M(mm)	A(Kg)	D(mm)	Kırılma Yüğü (F) Newton	Kırılma Dayanımı (S) Newton	Eğilme Dayanımı (N/mm ²)	M1(g)	M2(g)	% Su Emme
450,0	9,8	430,0	142,9	7,7	1401,8	1339,5	33,9	727,7	747,2	2,68%
450,0	9,8	430,0	145,1	7,7	1423,4	1360,2	34,4	723,0	743,4	2,83%
450,0	9,8	430,0	142,7	7,7	1399,9	1337,7	33,8	756,5	778,2	2,87%
450,0	9,8	430,0	142,8	7,7	1400,9	1338,6	33,9	722,1	741,7	2,72%

Tablo 5.30.'da Birinci karonun kırılma yükü 1401.8 N, kırılma dayanımı 1339.5 N, eğilme dayanımı 33.9 N/mm², su emme değeri %2.68 olarak ölçülmüştür. Dördüncü karoda su emme değeri ise %2.72 olarak ölçülmüştür. Bu deneyde diğer deneylerden farklı olarak Karo Kırılma Kalınlığı: D(mm): 7.7 mm olarak ölçülmüştür. Bu durum preste

masse dolum kaynaklı olup, mukavemete çok ciddi etkisi olduğu tablodan okunmaktadır. Kalınlığın mukavemete etkisi tezin konusu olmadığından detaylı incelenmeyecektir, ancak başka bir çalışmada ele alınabilir.

Tablo 5.31. 320 Bar için; Kırılma Yüğü, Kırılma Dayanımı, Eğilme Dayanımı ve Su Emme Değerleri Tablosu

Fırın ısı (°C)	Sn.	Bar	Ebat							
1179	37,3	320	45X45							
X(mm)	g(m/s ²)	M(mm)	A(Kg)	D(mm)	Kırılma Yüğü (F) Newton	Kırılma Dayanımı (S) Newton	Eğilme Dayanımı (N/mm ²)	M1(g)	M2(g)	% Su Emme
450,0	9,8	430,0	115,8	6,9	1136,0	1085,5	34,2	742,7	760,1	2,34%
450,0	9,8	430,0	131,5	6,9	1290,0	1232,7	38,8	733,7	749,4	2,14%
450,0	9,8	430,0	121,1	6,9	1188,0	1135,2	35,8	741,0	754,5	1,83%
450,0	9,8	430,0	115,8	6,9	1136,0	1085,5	34,2	748,5	767,8	2,57%

Tablo 5.31.'de Birinci karonun kırılma yüğü 1136 N, kırılma dayanımı 1085.5 N, eğilme dayanımı 34.2 N/mm², su emme değeri %2.34 olarak ölçülmüştür. Dördüncü karoda su emme değeri ise %2.57 olarak ölçülmüştür.

Tablo 5.32. 325 Bar için; Kırılma Yüğü, Kırılma Dayanımı, Eğilme Dayanımı ve Su Emme Değerleri Tablosu

Fırın ısı (°C)	Sn.	Bar	Ebat							
1179	37,3	325	45X45							
X(mm)	g(m/s ²)	M(mm)	A(Kg)	D(mm)	Kırılma Yüğü (F) Newton	Kırılma Dayanımı (S) Newton	Eğilme Dayanımı (N/mm ²)	M1(g)	M2(g)	% Su Emme
450,0	9,8	430,0	123,1	6,8	1207,6	1153,9	37,4	739,1	755,3	2,19%
450,0	9,8	430,0	123,2	6,8	1208,6	1154,9	37,5	746,9	762,5	2,08%
450,0	9,8	430,0	121,6	6,8	1192,9	1139,9	37,0	746,0	760,3	1,93%
450,0	9,8	430,0	121,3	6,8	1190,0	1137,1	36,9	746,4	765,3	2,54%

Tablo 5.32.'de Birinci karonun kırılma yüğü 1207.6 N, kırılma dayanımı 1153.9 N, eğilme dayanımı 37.4 N/mm², su emme değeri %2.19 olarak ölçülmüştür. Dördüncü karoda % su emme değeri ise %2.54 olarak ölçülmüştür.

Tablolarda görüldüğü üzere basınç değerinin yükselmesi ile; Kırılma Yüğü değeri artıyor, Kırılma Dayanımı artıyor, Eğilme Dayanımı artıyor, Su Emme ise yüzdesel olarak düşmektedir.

Tablo 5.27’den Tablo 5.32’ye kadar olan tüm verilerin analizini tek bir tabloda yapabilmek için ortalama değerlerini alıp, Tablo 5.33’te ortalama değerler gösterilmiştir.

Tablo 5.33. Farklı Pres Basınçları için; Kırılma Yüğü (N), Kırılma Dayanımı (N), Eğilme Dayanımı (N/mm²), % Su Emme Ortalama Değer Tablosu

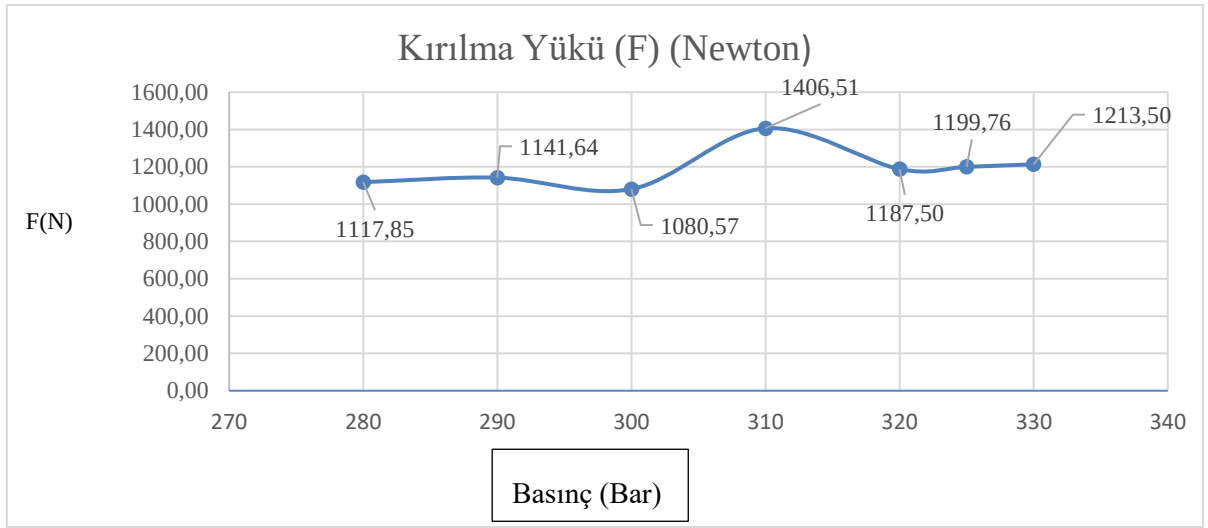
Bar	Ortalama Değerler			
	Kırılma Yüğü(F)	Kırılma Dayanımı (S) N	Eğilme Dayanımı (N/mm ²)	%Su Emme
280	1117,85	1068,17	34,65	2,70%
290	1141,64	1090,90	34,37	2,65%
300	1080,57	1134,72	32,53	2,53%
310	1406,51	1344,00	34,00	2,77%
320	1187,50	1134,72	35,75	2,22%
325	1199,76	1146,44	37,19	2,18%
330	1213,50	1159,56	38,75	2,25%

Tablo 5.33’te Her basınç değeri için 4’er tane olan; Kırılma Yüğü’nün, Kırılma Dayanımının, Eğilme Dayanımının ve Su emmenin ortalama değerleri verilmiştir.

280 Barda 1117.85 Newton olan kırılma yüğü, 330 barda 1213.50 N. değerine, kırılma dayanımı 1068.17 N’dan 1159.56 N’a, eğilme dayanımı 34.65 N/mm²’den 38.75 N/mm²’ye, su emme değeri ise %2.70 ten %2.25 değerine kadar gelmiştir.

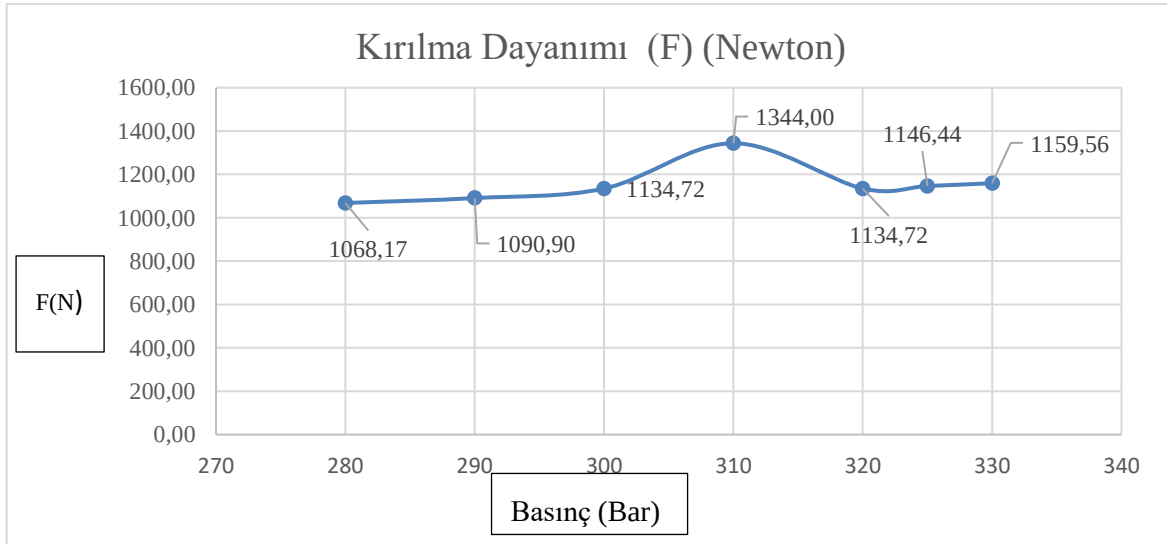
Pres basıncı arttıkça yoğunluğun artması beklenen bir değerdir. Bunun sonucunda da mukavemet artışı doğaldır. Su emmenin düşmesi de artan yoğunluk sonrası bünye içinde porların yani gözeneklerin azalmasından kaynaklıdır. Yapılan akademik çalışmalar da bu verileri destekler yöndedir. Bu bölümün sonuçlar kısmında akademik çalışmalar verilmiştir.

Ortalama değerlerin olduğu Tablo 5.33.’de ki verilerin, basınç değişimi karşısındaki davranışını daha net görmek için bu verilerin ayrı ayrı grafiklerine bakılacaktır.



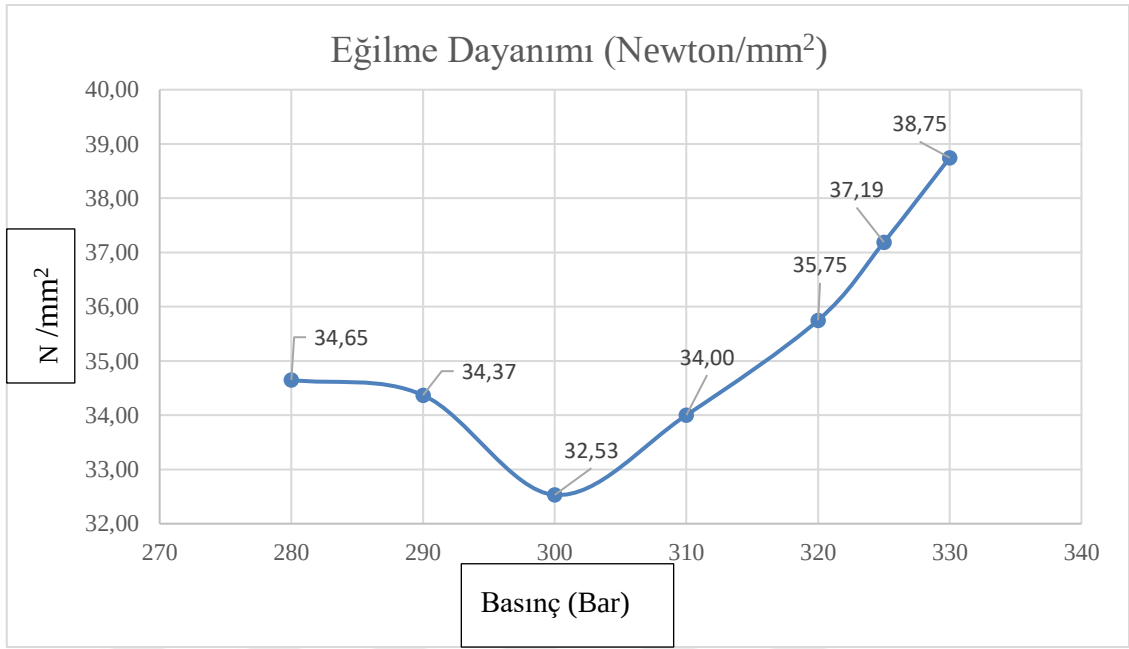
Şekil 5.2. Kırılma Yüğü'nün Basınca Göre Değişimi

Şekil 5.2.'de 310 Bar'da bir pik vardır bunun nedeni deney numunesi olarak kullanılan karonun (7.7mm) diğer numunelere göre daha kalın olmasındandır. Basınç değeri arttıkça kırılma yükü artmaktadır, yani karo daha mukavemetlidir ve zor kırılmaktadır. 280 Bar'da kırılma yükü 1117.85 Newton iken, 330 Bar'da bu değer 1213.50 Newton gibi bir değere çıkmıştır. Bu sonuç basınç artışının kırılma yüküne nasıl etki ettiğini net göstermektedir.



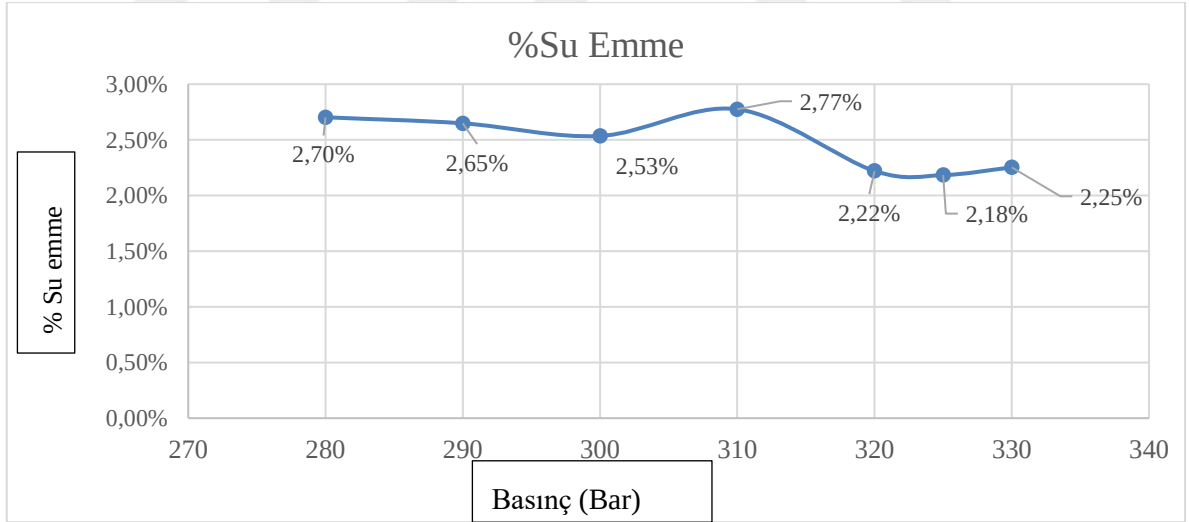
Şekil 5.3. Kırılma Dayanımının Basınca Göre Değişimi

Şekil 5.3.'de Bir önceki durumla benzerlikler vardır, basınç yükselmesi kırılma dayanımını artırmıştır.



Şekil 5.4. Eğilme Dayanımının Basınca Göre Değişimi

Şekil 5.4.'te Karonun eğilmeye dayanımı basınç arttıkça artmaktadır. Yani karonun eğilme sonucu kırılmaya karşı koyduğu direnç, basınç artması ile artmaktadır.



Şekil 5.5. Su Emmenin Basınca Göre Değişimi

Şekil 5.5.'te Su emme değeri basınç artması ile ters orantılı olarak azalma eğilimi göstermektedir. 280 barda %2.70 iken, 330 barda %2.25'e düşmüştür.

Pres Basınç Değişimlerinin; Kırılma Yüküne, Kırılma Dayanımına, Eğilme Dayanımına ve Su Emme Etkisinin İncelenmesi, Deney Sonuçları

- Basınç değeri artıkça bünye yoğunluğu artmaktadır. Bünye daha sıkı paket haline gelmektedir, porlar arası uzaklık azalmakta ve gözenek boyutu da düşmektedir. Gözenek boyutunun küçülmesi basınç artışı ile sağlanmıştır. Porlar (taneler arası boşluklar) arası mesafe azalmış ve bünyede su emecek gözeneklerde küçüldüğünden su emme değeri düşmüştür.
- Sacmi (Sacmi, 2002). Herhangi bir fırınlama sıcaklığında daha yüksek hacimsel yoğunluklar, daha düşük küçülme ve su emme değerlerini sağladığını örnek bir deneyle anlatmıştır. 1170 °C ‘de 1840 yoğunluğundaki granül için; Küçülme: %6, Porozite (WA %): %20 iken, aynı sıcaklıkla 2065 yoğunluktaki granül için; Küçülme: %1,5, Porozite: %6’dır. (Bkz. 3.3.7. Seramik Tozların Fırınlama Performansında Şekillendirme Basıncının Etkileri) (Bkz. Şekil 3.10. Farklı Hacimsel Yoğunluklara Sahip Vitrikiye Olabilen Bünyeler İçin Vitrifikasyon Eğrileri)
- Hacimsel yoğunluğun artması demek, bünyede olan V_{porlar} hacminin küçülmesi demektir. Porların hacmi ile hacimsel yoğunluk ters orantılıdır. Porlar hacminin küçülmesi demek, bünyede olan gözenek sayısı ve hacminin küçülmesi, dolayısı ile bünyede su ile dolacak boşluğunda azalması demektir. Aynı şekilde porlar hacmi küçülmesi ile sinterleme sonrası bünye sıkı bir paket haline geleceğinden yüzde küçülmede azalmaktadır. Deney sonucu ile literatür bilgileri uyuşmaktadır.
$$Hacim\ Yoğunluğu = \frac{M}{V_{porlar} + V_{katı}} \quad ; \quad Hacimsel\ Yoğunluk\ V\ porların\ fonksiyonudur.$$
- Kayacı doktora tezinde (Kayacı, 2007); Sıkıştırma sırasında uygulanan basınç, granülleri oluşturan partiküllerin birbiri üzerinde kaymasını, yeniden düzenlenmesini veya kırılmasını sağlar. Granül deformasyonu olarak adlandırılan bu süreç sonucunda granüllerin şekli değişir ve por boyut dağılımı düzenlenerek daha yoğun bir paketlenme olur. Bu sayede porozite azalarak partiküller arası temas artar (Kayacı, 2007; Reed, 1998), demiştir.

5.2.3. Masse Hammadde ve Reçetelerinin Su Emmeye Etkisinin İncelenmesi

Yer ve duvar karosu üretimlerinde masse reçetelerinde ana malzeme olarak belli oranlarda kil, kaolin, feldspat ve kuvars kullanılmaktadır. Hammadde doğadan saf halde gelmektedir. Kil, kaolin, feldspat ve kuvars grubu hammaddelerin kırma eleme tesisinde istenilen tane boyutuna getirildikten sonra reçete oranlarına göre değirmenlere doldurulurlar. Hammaddenin adı aynı olsa da kimyasal analiz sonucu elde edilen kimyasal oksitler, reolojik davranışları, fiziksel analiz sonuçları, aynı olmadığından farklı sonuçlar verebilmektedir. Özetle aynı reçete uygulaması her zaman aynı sonucu vermemektedir.

Her gelen yeni hammadde için hammadde kimyasal analizi, fiziksel analizler, reolojik analizler ve tablet testleri yapılmaktadır. Bu deneyde tablet testlerinde su emmenin yüksek olduğu görülmüş ve sebepleri araştırılmıştır.

Yer karosu parlak üretiminde iki farklı masse reçetesinin su emmeyi nasıl etkilediğini görmek için deneyler yapılmıştır. Bu iki farklı masse reçetesinin, farklı fırın sıcaklıklarında ve farklı pres basıncında su emmeyi nasıl etkilediği araştırılmıştır.

Su Emmenin Yüksek Olduğu Durumun İncelenmesi;

Üretime girişinde alınan numune karoların su emme değerleri Tablo 5.34.'te görüldüğü üzere %3.36 olarak kriter dışına çıkmıştır. Yapılan deneyde su emmenin neden yüksek çıktığını araştırmak için; masse reçete oranlarına, reçete hammaddelerin kimyasal analizine, gelen hammaddelerin kimyasal analizlerine ve çalışma şartları olan pres basıncı ve fırın sıcaklıklarına bakılmıştır.

Tablo 5.34.'te Su emme değeri yüksek durumu için veriler şu şekildedir; fırın tepe sıcaklığı 1160 °C, pres basıncı 270 bar, parlak rejim ve 45x45 ebat çalışılmaktadır. İlk etapta masse granül yapımında kullanılan hammaddelerin kimyasal analize bakılacaktır. Daha sonra reçete kimyasal analizine, hammaddelerin seger oranlarına, tablet su emme ve küçülme değerlerine bakılacaktır. Her iki durum içinde aynı analizler ve deney çalışmaları yapılacak sonuçlar değerlendirilecektir.

Tablo 5.34.'te Yapılan ölçümlerde su emme değeri %3.36 çıkmıştır, sonuç standart dışındadır. Parlak üretimlerde TS EN 14411 Annex-H GL Group Blb Standardına göre; su emme tek karoda en fazla: %3.3 olmalıdır.

Tablo 5.34. Su Emme Değeri Yüksek Durumu

Su emme	3.36	%
Sıcaklık	1160	°C
Pres Basıncı	270	Bar
Ebat	45x45	Cm x Cm
Rejim	Parlak	

Tablo 5.35.'te Su emme yüksek durumu için hammaddelerin kimyasal analiz sonuçları verilmiştir.

Tablo 5.35. Hammadde Kimyasal Analizleri (Su Emme Yüksek Durumu)

HAMMADDE		HAMMADDELERİNİN KİMYASAL ANALİZİ (Su Emme Yüksek)									
		K.Z.	SiO ₂	Al ₂ O ₃	TiO ₂	Fe ₂ O ₃	CaO	MgO	Na ₂ O	K ₂ O	TOP.
1	Kil 225	8,07	61,32	21,81	1,24	4,32	0,24	0,71	0,12	2,00	99,83
2	Elmahacılı	5,02	65,26	21,81	0,78	4,25	0,3	0,11	0,39	1,71	99,63
3	Salmanfakılı	1,67	75,31	13,68	0,25	1,19	0,5	0,25	2,12	5,03	100,00
4	Kaman Syenit	2,23	64,4	19,66	0,25	1,59	0,84	0,32	4,19	6,45	99,93
5	Kil 274	42,44	11,55	2,54	0,21	0,63	1,46	38,37	0,08	0,34	97,62

Tablo 5.36.'da Su emme yüksek durumu için masse reçetelerinin kimyasal analiz sonuçları verilmiştir.

Tablo 5.36. Masse Reçeteleri Kimyasal Analizi (Su Emme Yüksek Durumu)

HAMMADDE		%									
		K.Z.	SiO ₂	Al ₂ O ₃	TiO ₂	Fe ₂ O ₃	CaO	MgO	Na ₂ O	K ₂ O	
1	Kil 225	3,23	24,53	8,72	0,5	1,73	0,1	0,28	0,05	0,8	
2	Elmahacılı	1,07	13,9	4,65	0,17	0,91	0,06	0,02	0,08	0,36	
3	Salmanfakılı	0,22	9,79	1,78	0,03	0,15	0,07	0,03	0,28	0,65	
4	Kaman Syenit	0,56	16,1	4,92	0,06	0,4	0,21	0,08	1,05	1,61	
5	Kil 274	0,3	0,08	0,02	0	0	0,01	0,27	0	0	
	Toplam	5,38	64,4	20,09	0,76	3,19	0,45	0,68	1,46	3,42	

Tablo 5.37. ‘de Seger kimyasal analizinde masse reçetelerindeki oksitlerin oranları araştırılmıştır.

Tablo 5.37. Seger Kimyasal Analiz Sonuçları (Su Emme Yüksek Durumu)

ELEMENT	%	ELEMENT	SEGER BÖLÜM
Na ₂ O+K ₂ O	4.89	SiO ₂ / Al ₂ O ₃	5.442
Na ₂ O+K ₂ O+Fe ₂ O ₃	8.09	Na ₂ O / K ₂ O	0.644
CaO+MgO	1.13	CaO / MgO	0.465

Tablo 5.36’da Na₂O ve K₂O oranlarının yüzdesel toplamı 1.46+3.42= %4.89 olarak hesaplanmıştır, diğer değerlerde aynı hesapla bulunabilir.

Parlak 45x45 üretim için su emme yüksek çıktığı bu durumda fırında 1160 °C ve tek ateş bölgesi ile pişirim yapılmıştır.

Su Emmenin Düşük Olduğu Durumun İncelenmesi;

Tablo 5.38.’de Su emme değeri düşük durumu için veriler şu şekildedir; fırın tepe sıcaklığı 1168 °C, pres basıncı 310 bar, parlak rejim ve 45x45 ebat çalışılmaktadır. Su emme değeri %2.62 ile standart içindedir.

Tablo 5.38. Su Emme Değeri Düşük Durumu

Su emme	2.62	%
Sıcaklık	1168	°C
Pres Basıncı	310	Bar
Ebat	45x45	CmxCm
Rejim	Parlak	

Tablo 5.39.’da Su emme düşük durumu için hammaddelerin kimyasal analiz sonuçları verilmiştir.

Tablo 5.39. Hammadde Kimyasal Analizleri (Su Emme Düşük Durumu)

HAMMADDE		HAMMADDELERİNİN KİMYASAL ANALİZİ (Su Emme Düşük)									
		K.Z.	SiO ₂	Al ₂ O ₃	TiO ₂	Fe ₂ O ₃	CaO	MgO	Na ₂ O	K ₂ O	TOP.
1	Kil 225	7,66	60,81	20,53	1,18	5,56	0,67	0,74	0,24	2,11	99,50
2	Elmahacılı	5,16	64,73	22,56	0,72	3,85	0,27	0,11	0,44	1,75	99,59
3	Salmanfakılı	1,4	76,09	13,54	0,33	0,93	0,42	0,24	2,23	4,81	99,99
4	Kaman Syenit	1,49	64,86	19,26	0,17	1,38	0,89	0,27	4,99	6,48	99,79
5	Kil 274	43,67	9,33	1,91	0,1	0,58	1,62	41,08	0,1	0,28	98,67

Tablo 5.40.'ta Su emme düşük durumu için masse reçetelerinin kimyasal analiz sonuçları verilmiştir.

Tablo 5.40. Masse Reçeteleri Kimyasal Analizi (Su Emme Düşük Durumu)

HAMMADDE		%								
		K.Z.	SiO ₂	Al ₂ O ₃	TiO ₂	Fe ₂ O ₃	CaO	MgO	Na ₂ O	K ₂ O
1	Kil 225	3,22	25,54	8,62	0,5	2,34	0,28	0,31	0,1	0,89
2	Elmahacılı	1,08	13,59	4,74	0,15	0,81	0,06	0,02	0,09	0,37
3	Salmanfakılı	0,15	8,37	1,49	0,04	0,1	0,05	0,03	0,25	0,53
4	Kaman Siyenit	0,37	16,22	4,82	0,04	0,35	0,22	0,07	1,25	1,62
5	Kil 274	0,44	0,09	0,02	0	0,01	0,02	0,41	0	0
	Toplam	5,26	63,81	19,68	0,73	3,6	0,62	0,84	1,69	3,41

Tablo 5.41.'de yine seger kimyasal analiz sonuçları verilmiştir.

Tablo 5.41. Seger Kimyasal Analiz Sonuçları (Su Emme Düşük Durumu)

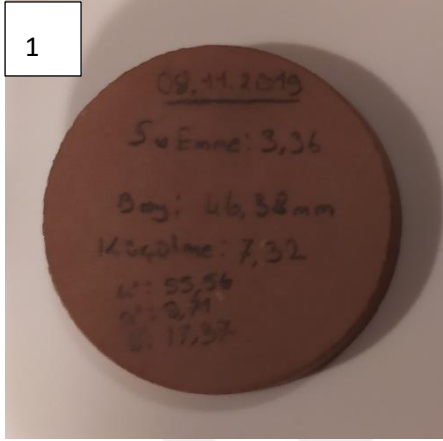
ELEMENT	%	ELEMENT	SEGER BÖLÜM
Na ₂ O+K ₂ O	5.09	SiO ₂ / Al ₂ O ₃	5.501
Na ₂ O+K ₂ O+Fe ₂ O ₃	8.69	Na ₂ O / K ₂ O	0.753
CaO+MgO	1.46	CaO / MgO	0.534

Tablet Çalışmaları;

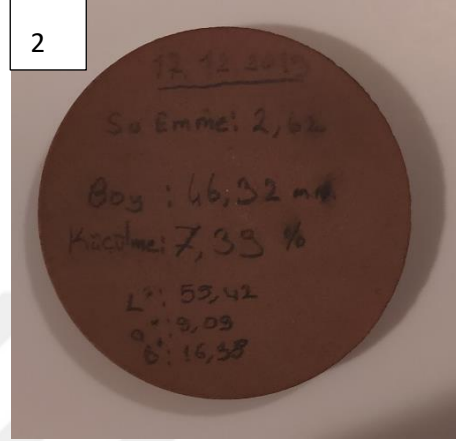
Tablet çalışması üretime girmeden önce üretim şartlarını belirlemek ve hammaddenin küçülme, su emme ve renk değerlerini görmek için yapılır. Hammadde kimyasal analizi, reçete kimyasal analizi, seger analizi yapıldıktan sonra su emmesi yüksek gelen reçeteden ve su emmesi düşük gelen reçeteden aynı işletme şartlarında en az 5'er tablet basılarak ortalama değerleri alınmaktadır. Bu tablet değerlerindeki verilere bakılarak üretime giriş için diğer şartlar olan pres basıncı ve fırın rejimi ayarlanmaktadır. Tabletler istenilen sonucu verdikten sonra gerçek karo ebadında karolar basılarak üretim için bir kez daha ön denemeler verilmekte, çıkan sonuçlar analiz edilip üretime girilmektedir.

08.11.2019 Tarihindeki 1'nolu tablet ve 17.12.2019 tarihindeki 2'nolu tablet sonuçları Resim 5.4 ve Resim 5.5'te verilmektedir. Tabletlerin küçülme su emme ve renk değişimleri ölçülebilmesi için; aynı kaba kumda, rutubet değeri %6 olan granüllerden

deneme tabletler basılmıştır. Deney 50 mm dairesel preste, 36 bar basınçta, 4 saniye basılarak 45x45 cm hattın çalıştığı fırının aynı bölgesinde aynı kaset üzerinde pişirilmişlerdir. Sonuçlar Resim 5.4. ve Resim 5.5.'de ki gibidir.



Resim 5.4. Tablet 8.11.2019



Resim 5.5. Tablet 17.12.2019

Su emme Yüksek (%3.36)

Su Emme Düşük (%2.62)

Tabletlerde ölçülen değerler, Tablo 5.42'de tarih sırasına göre verilmiştir.

Tablo 5.42. Tablet Analizi

TEST		8.11.2019 (1 Nolu Tablet)	17.12.2019 (2 Nolu Tablet)
Boyut	mm.	46.38	46.32
Küçülme	%	7.32	7.39
Su Emme	%	3.36	2.62
Renk 1	L*	55.56	55.42
Renk 2	a*	9.71	9.09
Renk 3	b*	17.37	16.38

Tablo 5.42.'de görüldüğü üzere, 8.11.2019 Tarihli 1'nolu tabletin su emmesi %3.36 iken, 17.12.2019 tarihli 2'nolu tabletin su emme değeri %2.62 olarak ölçülmüştür. Boyutlar birbirine yakındır. İki nolu karo daha fazla küçülmüştür. Renk ölçümleri hemen hemen aynıdır.

Yapılan bu çalışmada;

İki farklı tarih arasındaki değişkenler göz önüne alınarak

- 1- Reçeteler karşılaştırılmıştır.
- 2- Pres basınçları karşılaştırılmıştır.
- 3- Engop ve sır reçete bileşimlerine bakılmıştır.
- 4- Fırın rejimindeki değişiklikler tespit edilmiştir.
- 5- Hammadde kimyasal analiz sonuçları karşılaştırılmış Seger analiz sonucu bileşikler (Na_2O , K_2O , Fe_2O_3 , CaO , MgO) arası oranların değişimleri incelenmiştir.
- 6- İki farklı masse reçetelerden tabletler basılmış, aynı kaset üzerinde aynı fırın şartlarında pişirilmişlerdir.

Masse Hammadde ve Reçetelerinin Su Emmeye Etkisinin İncelenmesi Deney sonuçları

Su emme değerinin neden %3.36 (standart dışı) çıktığını tespit etmek için analizler yapıldı. Her iki durum içinde reçetelere, hammaddelerin kimyasal analiz sonuçlarına, seger analizlerine, pişirim şartlarına, pres basınçlarına bakıldı. Tespit edilen değişkenler aşağıda maddeler halinde verilmiştir.

1-Tespit: Reçetede ki değişkenlerin neler olduğuna bakılmıştır. Salmanfakılı feldspatın reçetede ki oranı %2 düşürüldüğü, Kil 225 ise %2 artırıldığı görüldü. Kil oranı su emmenin düşük olduğu 17.12.2019 tarihli reçetede daha yüksektir. Feldspat oranı ise 17.12.2019 tarihli su emmenin düşük olduğu reçetede %2 düşürülerek daha da azaltılmıştır. Özetle su emmenin düşük olduğu reçetede feldspat düşürülmüş, kil oranı ise azaltılmıştır. Aslında burada beklenen değer kil oranı arttığından su emmenin yükselmesi gerektiği yönünde olduğundan kil ve feldspatın içinde yer alan oksitlerin oranı incelenmiştir.

Kil ve feldspatın kimyasal analizlerine bakılmış, su emmeyi etkileyen oksit oranları dikkatlice incelenmiş ve aşağıdaki sonuçlar bulunmuştur.

Su Emme Düşük Durumunda; Tablo 5.39’da Kil 225’in Fe_2O_3 %5.56 iken

Su Emme Yüksek Durumunda; Tablo 5.35’te Salmanfakılı (feldspat) K_2O %5.03 olarak ölçülmüştür.

Fe_2O_3 (ferrik oksit) bileşiğinin düşük sıcaklıklarda ergiticiliğinin Salmanfakılının sahip olduğu %5.03 K_2O 'ya göre daha yüksek olduğu bilinmektedir. Yani kil oranı arttığından kilin içindeki ferrik oksit (Fe_2O_3) te artacağından bu oksitin ergiticiliği daha iyi olup porlar arasına daha iyi nüfuz etmekte ve bünyedeki gözenek sayısı ve boyutu azalarak su emmeyi düşürdüğü sonucu elde edilmiştir.

2. Tespit: Reçetede ki diğ er bir değ işken Kil 274(Manyezit)'in oranı %0.7 den %1'e çıkartılmış tır. Manyezit bilindiğ i üzere ergime noktası düşürücü olarak görev yaptığından bu hammaddenin %42.9 oranında arttırılması su emme değ erini %3.36 dan %2.62'ye düşürmüştür, dolayısıyla ile manyezit su emmeyi azaltıcı yönünde rol almıştır.

3. Tespit: Pres basınçlarındaki değ işiklere bakılarak: 08.11.2019 tarihinde parlak rejimde 270 bar olduğ u; 17.12.2019 tarihinde 310 bar olduğ u tespit edilmiştir. Aynı ebatta(45cmx45cm) 40 barlık bir değ işimin su emme değ erinde ciddi etkisi olduğ u bir önceki deneylerde detaylı olarak anlatılmış tır. (Bakınız. Deney: 5.2.2.)

4. Tespit: Fırın rejimlerinin benzer olmasının yanında 08.11.2019 tarihinde tepe sıcaklık noktasının 1160 °C, 17.12.2019 tarihinde 1168 °C olduğ u saptanmıştır. Her iki tarihte de tek ateş bölgesi çalışan fırında tepe noktaları arasında 8 °C ergimenin gerçekleştiğ i yüksek sıcaklıklarda oldukça etkilidir. Fırın süreleri ise 08.11.2019'da 37.5 dakika, 17.12.2019 tarihinde 37 dakika olduğ u görölmektedir.

Jazayeri, (Jazayeri, 2007) Artan sıcaklıkla hammaddeler reaksiyona girmekte ve yeni kristal fazlar oluşmaktadır. Hammaddelerin ergime süreci, artan sıcaklıkla birlikte viskozitesi düş en ve gözeneklere girerek onları ortadan kaldıran camsı fazın oluşumunu içermektedir. Sinterleme sıcaklığ ı arttıkça toplam gözeneklilik oluş an sıvı faz nedeniyle azalmaktadır demiştir.

5. Tespit: Hammaddelerin kimyasal analizlerine bakıldığında Kaman Siyenitin Na_2O bileşiğinin Tablo 5.35 (su emme yüksek durumu tablosu) %4.19'dan, Tablo 5.39'da (Su emme düşük durumu tablosu) %4.99'a çıktığı görölmektedir.

Feldspat olarak bilinen Kaman Siyenit sahip olduğ u Na_2O bileşiğinin büyük bölümünün albit mineralinden geldiğ i bilinmektedir. Ergitici camsı faz oluşturu cu albit su emme değ erinde düş üş yaşanmasının sebebi olarak nitelendirilebilir. Yani Na_2O 'nun yüzdesel olarak artması su emmeyi düşürmüştür. 1.Tespitte de belirtildiğ i gibi Kil 225 bileşiminin arttırılması bunun yanında Kil 225'in kimyasal analiz sonucunun yeni gelen

partide demir oksit bileşiğinin %4.32'den %5.56 ya çıkmıştır. Bu sonuç daha ergitici bir yapının oluştuğuna göstermektedir. Ergitici yapı arttığında su emme düşmektedir.

Çelik ve Tığ'ın yapmış olduğu çalışmalarda (Çelik ve Tığ, 2019; Tığ, 2021); Porselen karo bünyeleri genel olarak %30-40 arası kil ve kaolin karışımı, %40-50 arası alkali feldspatlar ve %10-15 arası kuvarstan oluştuğunu (Menezaggo ve Paschoal 2002: 213), kompozisyondaki yüksek alkali feldspat sayesinde porselen karolar çok düşük su emme değeri, yüksek aşınma ve çizilme dayanımı ile endüstriyel seramik üretimi açısından katma değer yaratan ürünler olduğunu göstermişlerdir.

6. Tespit: Masselerin kimyasal analizleri detaylı incelendiğinde Fe_2O_3 , CaO , MgO , Na_2O yüzdelерinin hepsinde 17.12.2019 tarihinde artışları göze çarpmaktadır. Bunun yanında K_2O yüzdesi sadece 0.02 azalma gösterir. Sonuç olarak ergitici ve ergimeye yardımcı bileşiklerde artış vardır, bu da su emmeyi düşürmektedir.

7.Tespit: Seger kimyasalları olan; Na_2O+K_2O , $Na_2O+K_2O+Fe_2O_3$, $CaO+MgO$ yüzdelерinin massede ki artışları dikkate değerdir. Bunun yanında Na_2O / K_2O segerli hesaplama sonucu bölümünde 0.644'ten 0.753'e çıkmıştır. Daha düşük sıcaklıkta ergime sağlayan Sodyum feldspat artmıştır. Sodyum feldspat oranı arttıkça su emme düşmektedir bu da beklenen bir sonuçtur.

5.2.4. Zenginleştirmiş Feldspatın Su Emmeye Etkisinin İncelenmesi

Su emmenin standart değerlere çekilmesi için yapılan bir diğer çalışmada feldspatın zenginleştirilerek reçetelerde kullanılmasıdır. Bu zenginleştirme işlemine flotasyon işlemi denilmektedir. Feldspatın ergiticiliği artırılarak, akışkanlığını kolaylaştırılması işlemidir. Bu işlem, pahalı bir işlem olduğundan üretim maliyetlerini artırmaktadır. Özellikle ihracat üretimlerde, bazı müşteriler TSE'nin de standardının altında su emme istediklerinde başvuru bir yöntemdir.

Çalışan reçeteye %2 flote 637 ilave edilerek deney yapılacaktır. Reçeteye %2'lik bir ilavenin su emmeyi nasıl etkilediği ölçülecektir. %2'lik ilavenin değişen fırın sıcaklığına ve değişen pres basıncına nasıl tepki verdiği ayrıca ölçülecektir. Bulunan değerleri flote 637 olmayan reçete ile karşılaştırılacaktır.

Tablo 5.43.'te Standart reçetede Flote 637 oranı % sıfırdır. Yeni reçetede bu oran %2'dir, burada %2'lik bir oranın su emmeyi nasıl etkilediği incelenecektir.

Tablo 5.43. 637 Hammadde İlavesi

YOZGAT FLOTE 637'li REÇETE			
Tarih 11.02.2020		1	2
		Standart	Yeni
	HAMMADDE	%	%
1.	Kil 1		
2.	Siyenit		
3.	Kaolin		
4.	Feldspat		
5.	Kil 2		
8.	Flote 637	0	2
	TOPLAM (%)	100	100

Tablo 5.44.'te Flote 637'li reçete çalışması yapılmış olup, fırın ve pres tablodaki değerlere ayarlanmıştır. Numune olarak 20 adet karo basılmış ve pişirilmiştir.

Tablo 5.44. Flote 637'nin 1166 °C Fırın Sıcaklığı ve 300 Bar Pres Basıncı Denemesi

DENEME FLOTE 637Lİ REÇETE						
Parametreler	T	Süre	Basıncı	Ebat		
Değerler	1166 °C	37,30 dk.	300 bar	45x45		
EBAT					SU EMME	
	1.KENAR	2.KENAR	3.KENAR	4.KENAR	ORT.	
1	449,00	448,80	448,70	448,30	448,70	1,51
2	448,90	449,00	449,00	449,00	449,00	1,60
3	448,70	449,10	448,80	448,80	448,90	1,41
4	448,50	448,40	448,70	448,70	448,60	1,46
					448,80	1,50

Tablo 5.44.'ü incelediğimize 637'li reçete için; fırın tepe sıcaklığı 1166 °C, fırın süresi 37,3 dakika, pres 300 barda test edilmiştir, sonuç %1,5 su emmedir.

Tablo 5.44'te ki %1,5'luk su emme standart içindedir. Aynı reçete Tablo 5.45.'de ki fırın sıcaklığı (1173 °C) ve pres basıncına (335 bar) getirilerek su emme değeri tekrar ölçülmüştür.

Tablo 5.45. Flote 637'nin 1173 °C Fırın Sıcaklığı ve 335 Bar Pres Basıncı Denemesi

DENEME FLOTE 637Lİ REÇETE						
Parametreler	T	Süre	Basınc	Ebat		
Değerler	1173 °C	37,30 dk.	335 bar	45x45		
	EBAT					SU EMME
	1.KENAR	2.KENAR	3.KENAR	4.KENAR	ORT.	
1	447,4	447,9	447,6	447,6	447,6	0,42
2	447,7	447,7	447,7	447,4	447,6	0,49
3	447,7	448	447,5	447,6	447,7	0,44
4	447,8	447,9	447,8	447,8	447,8	0,53
					447,7	0,47

Tablo 5.45.'de görüldüğü üzere flote 637'li reçete için sıcaklık 1166 °C'den, 1173 °C'ye, basınç ise 300 bardan 335 bara getirilmiştir. Bu deney sonucunda su emme %1.5'ten %0.47'ye düştüğü ölçülmüştür.

Das, (Das, 2003), sinterleme sıcaklığının arttırılmasıyla oluşan sıvı fazın gözenekleri doldurmasına bağlı olarak su emme (%) miktarının düşmesi beklenen bir durumdur, demiştir.

Acar'ın (Acar, 2021) yaptığı deneyde ise; katkısız porselen numunesinin 1050 °C, 1100 °C ve 1150 °C sıcaklıklarında 1, 3 ve 5 saat pişirilmesi sonucunda boyca küçülme değeri için en düşük değerler 1150 °C sıcaklıkta 1 saat pişirmede elde edilmiş olup, su emme değerleri ise sıcaklığın ve pişirim süresinin artışı ile orantılı olarak azalmış ve ideal değer 1150 °C sıcaklığında her 3 sürede de aynı olarak elde edildiğini tespit etmiştir.

Bu tez çalışmasında yapılan deneyler, Acar'ın yaptığı deney çalışması ile uyumlu sonuçlar vermiştir.

Flote 637 ile yapılan yukarıdaki iki deneyin şartlarını bozmadan, aynı pres ve fırın şartlarında, reçetesinde flote 637 olmayan durumlar için deneyler tekrarlandı, sonuçlar Tablo 5.46. ve Tablo 5.47.' de ki gibidir.

Tablo 5.46.'da Çalışan üretimin (reçetesinde flote 637 yok) 1166 °C deki ve 300 bardaki su emme sonucu %2.38 çıkmıştır. Aynı şartlarda flote 637'nin sonuçları ise %1.5'tir. Burada 637'nin farkı açıkça görülmektedir.

Tablo 5.46. Çalışan Üretim 1166 °C Fırın Sıcaklığı ve 300 Bar Pres Basıncı Denemesi

ÇALIŞAN HATLAR 1. Durum						
Parametreler		T	Süre	Basınç	Ebat	
Değerler		1166 °C	37,30 dk.	300 bar	45x45	
EBAT						SU EMME
	1.KENAR	2.KENAR	3.KENAR	4.KENAR	ORT.	
1	448,4	448,5	448,5	448,6	448,5	2,32
2	448	448	448,3	448,6	448,2	2,25
3	448,5	448,3	448,6	448,5	448,5	2,42
4	448,6	448,4	448,6	448,3	448,5	2,51
					448,4	2.38

Tablo 5.47.'de Çalışan üretim için 1173 °C deki ve 335 bardaki su emme sonucu %0.82 çıkmıştır. Aynı şartlarda flote 637'nin sonuçları ise %0.47'tir. Burada da aynı şekilde 637'nin farkı daha net görülmektedir.

Tablo 5.47. Çalışan Üretim 1173 °C Fırın Sıcaklığı ve 335 Bar Pres Basıncı Denemesi

ÇALIŞAN HATLAR 2. Durum						
Parametreler	T		Süre	Basınç	Ebat	
Değerler	1173 °C		37,30 dk.	335 bar	45x45	
EBAT						SU EMME
	1.KENAR	2.KENAR	3.KENAR	4.KENAR	ORT.	
1	447,7	447,7	447,4	447,5	447,6	0,78
2	447,6	447,7	447,5	447,3	447,5	0,87
3	447,5	447,6	447,7	447,4	447,6	0,78
4	447,4	447,5	447,3	447,5	447,4	0,86
					447,5	0.82

Zenginleştirmiş Feldspatın Su Emmeye Etkisinin İncelenmesi Deney Sonuçları

637 Hammaddesinin reçeteye ilavesi fırın süresi ve ebat sabitlenerek, fırın sıcaklığı ve pres basınç değişiminin mevcut durumdan farkı gözlemlenmiştir.

1-Mevcut 1. durumda; çalışan üretimde fırın tepe sıcaklığı 1166 °C, 300 bar pres basıncı, 37.30 dakika fırın süresi, 45x45 ebat için su emme değeri %2.38 olarak ölçülmüştür.

Aynı şartlarda; reçetede 637 değişimi ile fırın tepe sıcaklığı 1166 °C, 300 bar pres basıncı, 37.30 fırın süresi, 45x45 ebat için su emme değeri %1.5 e düşmüştür, yani 637'nin reçeteye %2 ilavesi su emmeyi %2.38'den %1.5'a düşürmüştür.

2- Mevcut çalışan üretimde 2. Durum olan; fırın tepe sıcaklığı 1173 °C' ye, pres basıncı da 335 bara çıkartılıp, fırın süresi aynı 37.30 dakika ve 45x45 ebat için su emme değeri %0.82 olarak ölçülmüştür. Yani burada aynı reçetede tepe sıcaklığını artırmanın ve basıncı artırmanın su emmeyi düşürme yönünde katkısı vardır. Su emmeyi daha düşebilir miyiz cevabı olarak aynı çalışan üretimin 2. Durum şartlarında sadece reçeteye 637 ilavesi ile denediğimiz de ise sonuç su emme değeri %0.47 olarak ölçülmüştür. Her iki durumda da 637'nin su emmeyi düşürücü yönünde katkısı vardır.

3- Isparlı, tezinde (Isparlı, 2021); Su emme oranının düşük olması numunenin iyi sinterlenmiş olmasına bir işarettir. Buna karşın fazla por ihtiva eden bir numune iyi sinterlenmemiş demektir. Prensip olarak sıcaklık artışına bağlı olarak su emme oranı düşüş gösterir, demiştir.

Yapılan deney çalışması ile Isparlı'nın tezinde de bahsi geçen konu vitrifikasyon prosesidir. Yani Flote 637 mevcut reçeteye göre vitrifikasyonu daha iyidir. Deneyin başında; zenginleştirme işlemine flotasyon işlemi denildiği, feldspatın ergiticiliği artırılarak, akışkanlığını kolaylaştırılması işlemi olduğu söylenmiştir. Flote 637'li reçetede akışkanlık kolay olduğundan su emme değeri eski reçeteye göre daha iyidir.

Vitrifikasyon, porlar arasındaki boşlukların erimiş malzemelerle dolmasından ibarettir, daha doğrusu vitrifikasyon bu boşlukların sıvı faz ile doldurulma prosesidir.

5.2.5. Su emme Deneyleri Genel Sonular

Su emme karonun bnyesindeki gzeneklerin okluęu, boyutu ile ilgilidir. Karo bnyesindeki gzenekler ne kadar azaltılır ve boyutu ne kadar dřrlrse su emme de o oranda dřecektir. Bu alıřmada; yaptığımız deneylerde karoyu daha uzun piřirerek karonun boyutunun daha fazla klmesini saęladık. Dolayısı ile klen bnyede gzenekler birbirine daha yakın hale geldięinden su emme azaldı. Pres basıncını artırarak karo bnyesini daha yoęun hale getirerek bnyedeki gzeneklerin arasının azalmasını saęladık, sonuta su emme deęerinin dřtęn grdk. Hammadde de genel mantık ise ergime noktası zerine idi, bazı hammaddeler ergimesi daha iyi olduęundan bořlukları daha iyi doldurduęunu grld. Karo bnyesindeki bořluklar, gzenekler arası mesafeler ne kadar azalırsa su emmeye bir o kadar faydası vardır.

Tapik yapmıř olduęu deneysel alıřmada (Tapik, 2019); 1050 C de piřmiř karo numunelerindeki ortalama su emme %11.95, porozite %23.85 ve yoęunluk 2.00 g/cm³ iken, 1150 C de piřmiř karo numunelerindeki ortalama su emme %8.09, porozite %17.25 ve yoęunluk 2.13 g/cm³ olarak lmřtr. 1050 C de piřmiř karo numunelerindeki ortalama kırılma mukavemeti 9.66 MPa iken 1150 C de piřmiř karo numunelerindeki ortalama kırılma mukavemeti 24.59 MPa olarak deneysel verilerle ortaya koymuřtur.

Bu tezde yapılan su emme deneylerinden elde edilen genel sonu; sıcaklık artıřı ile porozite azalmıř, yoęunluk artmıřtır. Sonuta su emme dřmř ve karo daha mukavim hale gelmiřtir. Bu tezde yapılan su emme deneylerin sayısal sonuları Tapik 'in yapmıř olduęu deneysel alıřma ile uyumludur.

6. SONUÇLAR

Bu çalışmada yer ve duvar karosu üretimde iki önemli sorun olan deformasyon ve su emme problemlerinin kök nedenleri detaylı olarak incelenmiştir. Deneylerde altı farklı faktörün deformasyona etkisi ile dört farklı faktörün su emmeye etkisi araştırılmıştır.

Deformasyon deneylerinde; masse, sır ve engobun deformasyona etkisi incelenirken reçetede var olan tüm hammaddelerin kimyasal analizleri, reolojik analizleri incelenmiştir.

Hammaddelerden özellikle feldspatın ergimesinin önemli olduğu, kilin plastikliği, artırıcı etkisi deneylerde görülmüştür. Feldspat ilavesi bünyenin termal genleşme katsayısını düşürdüğü tespit edilmiştir. Feldspatlar termal genleşmeyi etkilediğinden boyutsal olarak deformeyi de etkilediği deney çalışmalarında gösterilmiştir. Yerel hammadde kaynaklarından Salmanfakılı köyünden çıkarılan feldspat üretim için önemli bir yere sahiptir. Aynı şekilde Elmahacılı köyünden çıkarılan kaolinde önemlidir. Kilin homojen olmayan yapısı deformasyonu etkilediği tespit edilmiştir.

Deformasyonda önemli bir etkenin alfa termal genleşme oranı olduğu tespit edilmiştir. Masse, sır ve engobun birbirileri ile etkileşimlerinde termal genleşme oranlarının uyumlu olması gerektiği eğer termal genleşme oranları uyumlu değilse bileşenler farklı düzlemlerde hareket edeceğinden bu durumun deformasyona sebep olduğu tespit edilmiştir.

Yaptığımız deneylerde deformasyon artırıcı bir etken olarak ayrıca rutubet genleşmesi de tespit edilmiştir. 22.09.2020 tarihli rutubet genleşmesi %0.026, 22.07.2020 tarihli rutubet genleşmesi %0.014 olarak ölçülmüştür. 22.09.2020 tarihindeki ölçülen karo merkez deformasyonun +2.2 mm'dir. 22.07.2021 tarihli deformasyon +0.5mm'dir. Rutubetteki %85'lik bir artış, %340'lık bir deformasyon artışına neden olduğu tespit edilmiştir. Massenin rutubet genleşmesinin yüksek olması deformasyonu artırmıştır. Bünyede rutubetin yüzdesel olarak fazla olması hem presleme aşamasında hem de fırınlama aşamasında büyük problem yaratmaktadır. Rutubetli karoda hava boşluğu kaldığından presleme esnasında havalı karo basılmakta zorlanmakta bu da deformeyi olumsuz yönde etkilemektedir. Fırınlama esnasında aşırı rutubet, aşırı gaz çıkışı demektir. Bundan dolayı da rutubetli karoda aşırı gaz çıkışları, karonun geometrisini bozmakta bu da deformasyona neden olmaktadır.

Kimyasal analizlerde; Al_2O_3 , SiO_2 , MgO , Na_2O , K_2O oranlarına özellikle bakılır. SiO_2 'in değeri bünye içinde artarsa karo ebadı büyümeye başlar su emme değeri artar. Merkez deformasyonu ise artıya doğru gider. Al_2O_3 'in artırılıp, SiO_2 'in aynı kaldığı, Na_2O ve K_2O 'ün arttığı durumlarda boy küçülür, su emme düşer, deformasyon eksiye doğru gider. Tek başına Al_2O_3 'in arttığında ise boy küçülür su emmeyi artar, merkez deformasyonu eksiye doğru gider.

Fabrika üretim tecrübelerine göre masse reçetelerindeki alfanın bir puan aşağı veya yukarı oynaması göbek deformasyonunun yaklaşık 0,6 mm aşağı veya yukarı oynamasına sebebiyet verir.

Kilde en önemli parametre Al_2O_3 ve SiO_2 'dir bunlar mullit fazını oluşturmak için gereklidir. Kil bünye içerisindeki plastikliği ve mukavemeti özellikle bu iki kimyasal değer sağlar.

Fritin önemli bir bileşen olduğu görülmüştür. Sır ve engop reçetelerinde yer alan fritin davranışları direk olarak engop ve sır davranışlarını etkilemekte dolayısı ile deformasyonu da etkilemektedir.

Su emme problemi karoda ciddi sorunlara neden olmaktadır. Karo bünyesi, müsaade edilen sınırın üzerinde su emdiği zaman karo da çatlamalar, kırılmalar ve renk değişimleri olmaktadır.

Özellikle kış mevsiminde don olayının yoğun yaşandığı doğu bölgelerimizde karonun bünyesinin su emmesi kışın don çatlağına neden olmaktadır, bu da ciddi bir sorundur.

Genel itibari ile su emme olayı karo bünyesinde sinterleme sonrasında kalan porlardan meydana gelmektedir. Karo bünyesi ne kadar yoğun ve ne kadar sıkı bir paket halini alırsa karo o oranda daha az su emecektir.

Fırınlama süresi arttıkça sinterleme (yani ısı ile taneciklerin katı olarak birbirleriyle kaynaşma işlemi) daha fazla olacağından Porlar (granül taneleri arası boşluklar) arası mesafe pişirim süresi arttıkça azalmaktadır. Özetle; gözenekler azalmakta ve su emme değeri düşmektedir. Fırın süresi 38 dakikadan, 42 dakikaya geldiğinde su emme değerinin %4.31'den, %3.68'e düştüğü deney sonucunda ölçülmüştür. 4 dakikalık ağırlaşma, %0.63 su emme oranını düşürmüştür.

Pres basıncının artması ile karo bünyesi daha yoğun hale geleceğinden ve taneler arası mesafe azalacağından su emme düşmektedir. Yapılan deneysel çalışmalarda hacimsel yoğunluğun artması ile porların hacminin küçüldüğü gösterilmiştir.

Pres basıncının artması karo deformasyonunun azalmasına ve su emmenin düşmesine faydası da vardır. 280 Bardan 330 bara çıkıldığında yani 50 barlık bir pres basıncı artışı sonucunda; 1117.85 Newton olan kırılma yükü, 1213.50 N. değerine, kırılma dayanımı 1068.17 N'dan, 1159.56 N'a, eğilme dayanımı 34.65 N/mm²'den, 38.75 N/mm² 'ye, su emme değeri ise %2.70 ten %2.25 değerine gelmiştir. Sonuç olarak 50 barlık yükselme; %0.45 su emme oranını düşürmüştür.

Manyezit bilindiği üzere ergime noktasını düşürücü olarak görev yaptığından bu hammaddenin %42.9 oranında arttırılması su emme değerini %3.36 dan %2.62'ye düşürmüştür. Dolayısıyla ile manyezitin %42.9 artırılması, su emmeyi %0.74 azaltıcı yönünde rol almıştır.

Na₂O / K₂O segerli hesaplama sonucu bölümünde 0.644'ten 0.753'e çıkmıştır. Daha düşük sıcaklıkta ergime sağlayan Sodyum feldspat artmıştır. Sodyum feldspat oranı arttıkça su emme düşmektedir.

Fırın tepe sıcaklığı 1166 °C, 300 bar pres basıncı, 37.30 dakika fırın süresi, 45x45 ebat için; Flote 637 olmayan reçete su emme değeri %2.38 olarak ölçülmüştür, Flote 637 reçeteye %2'lik ilavesi ile su emme değeri %1.5 e düşmüştür.

Sonuç olarak; Flote 637'nin %2'lik ilavesi, %0.80 oranında su emmeye düşürdüğü tespit edilmiştir.

Deformasyonun diğer sebepleri pres kaynaklı ve pişirim kaynaklı olmaktadır. Bu konu bölüm 4.1.'de (Bkz. Deformasyon Hataları) kaynak bilgisi olarak verilmiştir ancak, tezin konusu olmadığından incelenmemiştir. Bundan sonra yapılacak çalışmalarda; rutubet, porozite, fırın pişirim ve pres dolum kaynaklı deformasyon hataları araştırılabilir.

7. KAYNAKLAR

Acar, T.K. (Temmuz, 2021). *Porselen ve Vitrikiye Bünyesine Wollastonit, Pirofillit, Talk, Uçucu Kül İlavelerinin Etkilerinin Araştırılması*, (Yüksek Lisans Tezi), 143,144,176, Sivas Cumhuriyet Üniversitesi, Sivas.

Açıkgöz, E, Alkan, K. (2017). *Presler El kitabı*, (1. Basım), 30-122, Çanakkale: Kaleseramik Kalebodur Seramik Sanayi A.Ş. Yayını.

Arcasoy, A., Başkıran, H., (2020). *Seramik Teknolojisi*, (1. Basım), 37-56, 69-129, İstanbul: Literatür Yayıncılık.

Biffi, G. (1999), Porcelain stoneware, production manual and methods of use, 32 Gruppo Editoriale Faenza Editrice S.p.A., Faenza

Caillere, (1993). S. Henin. *Minéralogie des argiles*, (E. Oyman, İ. Özkan, Çev.), 185-199, Italy: Mason & Cie.

Çalışkan, F. (2000) *Seramik Hammaddeleri*, 45-70, Eskişehir: www.sacmi.it

Çelik, A. & Tığ, M. (2019). Dijital Baskı ile Üretilen Sırlı Porselen Karo Yüzeylerinde Camsı Tabaka Oluşturan Sır Kompozisyonlarının Geliştirilmesi. *Afyon Kocatepe Üniversitesi Fen ve Mühendislik Bilimleri Dergisi*, Cilt 19 (Özel sayı), 212-218.

Das, S.K., Dana, K. (2003), “Differences in Densification Behaviour of K- and Na-feldspar-containing Porcelain Bodies”, *Thermochim. Acta*, 406, 199-206.

Emiliani, (1998). *Tecnologia Ceramica*, (E. Oyman, İ. Özkan, Çev.), 1-14, voll 2, Italy: Gruppo Editoriale Faenza Editrice.

Ferrer, S., Mezquita, A., Aguilera, V.M., & Monfort, E. (2019). Beyond the energy balance: exergy analysis of an industrial roller kiln firing porcelain tiles, *Applied Thermal Engineering*, Vol. 150, pp. 1002-1015.

Fiori, Fabbri, Ravaglioli, (1989). *Materie prime ceramiche 3 voll*, (E. Oyman, İ. Özkan, Çev.), 16-55, 85-105, Bologna, Italy: Gruppo Editoriale Faenza Editrice.

Galassi e Pozzi, (1994). *La Reologia dei Materiali Ceramici Tradizionali*, (E. Oyman, İ. Özkan, Çev.), 185-195, voll 1, Italy: Gruppo Editoriale Faenza Editrice.

Grimshaw, (1981). *The Chemistry and Physics of Clays and Other Related Materials*, (E. Oyman, İ. Özkan, Çev.), 34-76, voll 1, Italy: Benn Ltd.

Gültekin, E.E. (2019). Porselen Karoların Su Emme, Açık ve Toplam Gözenek Miktarlarına Sinterleme Sıcaklığı ve Isıtma Hızının Etkilerinin Deney Tasarımı Yöntemiyle İncelenmesi. *Ömer Halisdemir Üniversitesi Mühendislik Bilimleri Dergisi*, Cilt 8, Sayı 1, (2019), 538-548

Güven, C. (1998). *İstanbul Şile Yöresi Killerin Seramik Endüstrisine Uygun Hale Getirilmesi Olanaklarının Araştırılması*, (Lisans Tezi), 115-130, İstanbul Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul.

Hafizoğlu, M.A. (Eylül, 2021). *Mullit Katkılı Farklı Oksitlerle Stabilize Edilmiş Zirkonya Seramiklerinin Üretimi, Karakterizasyonu ve Aşınma Özelliklerinin İncelenmesi*, (Doktora Tezi), 132-142, Sivas Cumhuriyet Üniversitesi, Sivas.

Handle, (1992). *Brick and Tile Making*, (E. Oyman, İ. Özkan, Çev.), 202-226, voll 3, Italy: Bouverlag.

Hench, (1985). *Characterization of Ceramics*, (E. Oyman, İ. Özkan, Çev.), 16-30, 130-165, voll 1, Bologna, Italy: Dekker Publ. Materie prime per frittee smalti, Centro Ceramico.

H.H. Tanışan, H.H., Mete, Z. (1988). *Seramik Teknolojisi ve Uygulaması*, 190-200, İstanbul: Birlik Matbaası.

Ibanez, A., & Sandoval, F. (2002). Addition of quartz to fast-fired wollastonitebased wall tile. *American Ceramic Society Bulletin*, 81(6), 53-55.

Ispalarlı, M. (Temmuz, 2021). *Seramik Yer Karosu Üretiminde Yerli Killerin İthal Killere Alternatif Olarak Reçete Bazında Değerlendirilmesi*, (Yüksek Lisans Tezi), 23, Kütahya Dumlupınar Üniversitesi, Kütahya.

Jazayeri, S.H., Salem, A., Tınellı, G., Rastellı, E., “A Kinetic Study on the Development of Porosity in Porcelain Stoneware Tile Sintering”, Bol. Soc. Esp. Ceram., 46(1), 1-6, 2007.

Jouenne, (1975). *Trait  de C ramiques et Mat riaux Min raux*, (E. Oyman,  .  zkan,  ev.), 34-47, 95-129 voll 1, France: Editions Septima.

Kara, A., Saęlam, O.E. (2020a,  ubat). *Seramik Karo  r nlerin Kurutma S reci*: Eski ehir Teknik  niversitesi Malzeme Bilimi ve M hendislięi, Seramik Ara tırma Merkezi, (SAM), Seramik Eęitim Semineri, Eski ehir.

Kara, A., Saęlam, O.E. (2020b,  ubat). *Seramik Karo  retiminde  ę tme ve  amur Hazırlama*: Eski ehir Teknik  niversitesi Malzeme Bilimi ve M hendislięi, Seramik Ara tırma Merkezi, (SAM), Seramik Eęitim Semineri, Eski ehir.

Kara, A., Saęlam, O.E. (2020c,  ubat). *P sk rtmeli Kurutma ve Gran l  zellikleri*: Eski ehir Teknik  niversitesi Malzeme Bilimi ve M hendislięi, Seramik Ara tırma Merkezi, (SAM), Seramik Eęitim Semineri, Eski ehir.

Kara, F. (2020,  ubat). *Seramik Karo  r nlerin Presleme Y netimi ile  ekillendirilmesi*: Eski ehir Teknik  niversitesi Malzeme Bilimi ve M hendislięi, Seramik Ara tırma Merkezi, (SAM), Seramik Eęitim Semineri, Eski ehir.

Karasu, B. (2020,  ubat). *Sırlama Teknikleri*: Eski ehir Teknik  niversitesi Malzeme Bilimi ve M hendislięi, Seramik Ara tırma Merkezi, (SAM), Seramik Eęitim Semineri, Eski ehir.

Karasu B., Karabulut D., Bi er A., Varol U. C., Oyta  Z. E. (2019) Seramik sekt r nde ink-jet dekorasyon uygulamaları, El-Cezer  Bilim ve M hendislik Dergisi (EJCSE), 2019, Vol. 6, No: 3, 691–711.

Kayacı, K. (Kasım, 2007). *Karak y (Bilecik) Y resi Mikrogranitinin Jeolojisi ve Seramik B nyelerde Kullanım Olanaklarının Ara tırılması*, (Doktora Tezi), 32, İstanbul Teknik  niversitesi, İstanbul.

Kingery, Bowen, Uhlmann, (1975). *Introduction to Ceramics*, (E. Oyman, İ. Özkan, Çev.), 1-14, voll 2 Bologna Italy: Wiley-Interscience.

M.N. Rahaman, “Ceramic Processing and Sintering”, Second Addition, Hanbook of Metallurgical Process Design, edited by George E Totten.

Menezaggo, A. P. M. & Paschoal J. O. A. (2002). Evaluation of The Technical Properties of Porcelain Tile And Granite, *Qualicer*, 211-230.

Millî Eğitim Bakanlığı. (2007). *Seramik ve Cam Teknolojisi, Sırlama ve Pişirim*, 123-123, Ankara: MEGEP, Yayınları.

Özdemir, H. (2020, Şubat). *Hammadde ve Hammadde Hazırlama Teknikleri: Eskişehir Teknik Üniversitesi Malzeme Bilimi ve Mühendisliği, Seramik Araştırma Merkezi, (SAM), Seramik Eğitim Semineri, Eskişehir.*

Özkan, İ. (2004). *Endüstriyel Cam ve Seramik Üretimi*, (1. Basım), Eskişehir: www.sacmi.it

Parmelee, (1978). *Ceramic Glazes*, (E. Oyman, İ. Özkan, Çev.), 148-165, 217-223, voll 1, Italy: Cahners Book.

Peco, (1991). *I Prodotti Ceramicci*, 2 voll, (E. Oyman, İ. Özkan, Çev.), 308-330, voll 2, Italy: Marzorati.

Reed, J.S., 1998. *Introduction to the Principles of Ceramic Processing*, Newyork State Collage of Ceramics, Alfred University, Newyork.

Sacmi İ. (2002). *Uygulamalı Seramik Teknolojisi Cilt 1*, 16-30, 48-88, 169-199, 24-50, 60-85, ve *Uygulamalı Seramik Teknolojisi Cilt 2*, 111-130, 144-165, 168-178, 202-217, R. E. Oyman ve İ. Özkan (Ed.), İstanbul: www.sacmi.it

SAM, Seramik Araştırma Merkezi (2020) Eskişehir Teknik Üniversitesi Malzeme Bilimi ve Mühendisliği, *Seramik Eğitim Semineri*, Eskişehir.

Sanchez, E., Orts, M. J., Garcia-Ten, K. & Cantavella, V. (2001), Porcelain tile composition effect on phase formation and end product, Am. Ceram. Soc. Bull. 80 (6), 43-49.

Singer, Singer, (1975). *Industrial Ceramics*, (E. Oyman, İ. Özkan, Çev.), 239-285, voll 1, Bologna, Italy: Chapman & Hall.

Sigg, (1991). *Les Produits de Terre Cuite*, (E. Oyman, İ. Özkan, Çev.), 216-234, voll 3, La France: Editions Septima.

Socc. (1984). *Ceramica Italiana- Reologia Ceramica Applicata*, (E. Oyman, İ. Özkan, Çev.), 201-223, voll 1, Italy: Distr. da Faenza Ed.

Socc. (1982). *Ceramica Italiana- Il reparto Controllo e Sviluppo*, (E. Oyman, İ. Özkan, Çev.), 334-416, voll 2, Italy: Distr. da Faenza Ed.

Suvacı, E. (2020, Şubat). *Seramiklerin Sinterlenmesi ve Karolarda Gözlenen Yapı Hataları*: Eskişehir Teknik Üniversitesi Malzeme Bilimi ve Mühendisliği, Seramik Araştırma Merkezi, (SAM), Seramik Eğitim Semineri, Eskişehir.

Taçıyıldız, E. (2018). *Seramik Sırrının Sırrı*, (1. Basım), 17-28, 37-42, 165-176, İstanbul: Hayalperest Yayınevi.

Tamsü Selli, N. (2020) *Parlatılmış Porselen Karonun Sinterleme Şartlarını Optimize Ederek Lekelenme Direncinin Arttırılması* (Doktora Tezi), Eskişehir Teknik Üniversitesi Malzeme Bilimi ve Mühendisliği, Eskişehir.

Tapık, Ş. (Şubat, 2019). *Sivas-Yıldızeli Yöresi Vermikülit Hammaddesinin Seramik Sektöründe Kullanımının Araştırılması*, (Yüksek Lisans tezi), 92,104, Sivas Cumhuriyet Üniversitesi, Sivas.

Taylor J. R., Bull A. C. (1986) *Ceramic Glaze Technology*. Pergamon Press, Oxford England, Vol.17.

Tıg, M. (2021). *Sırlı Porselen Karo Yüzeylerine Uygulanabilir Transparan Sır Kompozisyonlarının Geliştirilmesi*, (Yüksek Lisans Tezi),1-9, Bilecik Şeyh Edebali Üniversitesi, Bilecik.

Tok, G. (2020, Şubat). *Seramik Karo Ürünlerin Teknolojik Özellikleri*: Eskişehir Teknik Üniversitesi Malzeme Bilimi ve Mühendisliği, Seramik Araştırma Merkezi, (SAM), Seramik Eğitim Semineri, Eskişehir.

Tozzi, (1992). *Smalti Ceramicci*, (E. Oyman, İ. Özkan, Çev.), 130-165, voll 1, Bologna, Italy: Gruppo Editoriale Faenza Editrice.

Turan, S. (2020, Şubat). *Malzeme Karakterizasyon Tekniklerine Genel Bakış*: Eskişehir Teknik Üniversitesi Malzeme Bilimi ve Mühendisliği, Seramik Araştırma Merkezi, (SAM), Seramik Eğitim Semineri, Eskişehir.

Uluçay, B. (Eylül, 2021). *Karabiga (Çanakkale) Kuzeyindeki Kayaçların Petrografik-Jeokimyasal Özelliklerinin Belirlenmesi ve Yapıtaşı Olarak Kullanılabilirliğinin İncelenmesi*, (Yüksek Lisans Tezi), 55-62, İstanbul Teknik Üniversitesi, İstanbul.

Vari, A. (2000). *Raw material preparation and forming of ceramic tiles*. 11, S.A.L.A., Modena, Italy.

Worrall, W.E. (1982). *Ceramic raw materials*, 71, Elsevier Science & Technology,

Ceramic Glaze Technology, (t.b.). <http://www.turkchem.net/seramik-malzemelerin-uretiminde-kullanilan-kimyasallar.html>

Ceramic Machine, (t.b.). <https://www.ceramicmachine.com/product/auto-spray-glazing-line-for-tableware/>.

Ceramicin dustry, (t.b.). <https://www.ceramicindustry.com/articles/89399-eight-steps-to-stop-crazing>

Ceramic testing equipment, (t.b.). <https://www.ceramictestingequipment.co.uk/product.php?product>

glaze+peeling, (t.b.) <https://www.google.com/search?q=glaze+peeling&source=lnms&tbm=isch&sa=X&ved=0ahUKEwiv->

Norsker H., Danisch J., Glazes for the self-reliant potter, A Publication of the Deutsches Zentrum Entwicklungs technologien-GATE in: Deutsche Gesellschaft

TechnischeZusammenarbeit,(t.b.).https://digitalfire.com/4sight/glossary/glossary_spray_glazing.html

Seramik malzemeleri, (t.b.). <http://www.turkchem.net/seramik-malzemelerin-uretiminde-kullanilan-kimyasallar.html>

Wollastonit, (2021). <https://www.mta.gov.tr/v3.0/bilgi-merkezi/wollastonit>



EKLER

T.C.

YOZGAT BOZOK ÜNİVERSİTESİ

LİSANSÜSTÜ EĞİTİM ENSTİTÜSÜ MÜDÜRLÜĞÜ' ne

9 Şubat 2022

Kaleseramik Çanakkale Kalebodur Seramik Sanayi Ticaret A.Ş. Yozgat / Yerköy Fabrikamız Üretim ve Bakım Yöneticisi Fevzi Han'ın hazırladığı “**YER VE DUVAR KARASU ÜRETİMİNDE DEFORMASYON VE SU EMME KRİTERLERİNE ETKİ EDEN PARAMETRELERİN İNCELENMESİ**” başlıklı tezi ile ilgili yapmış olduğu deneysel çalışmalar fabrikamızda yapılmıştır. Bu tezde sunulan bilgi ve belgeler bilginiz ve onayınız dahilinde sunulmuştur.

Saygılarımızla.

Gürsel OLGAÇ

Yozgat Kaleseramik Fabrika Müdürü