

**T.C.
ONDOKUZ MAYIS ÜNİVERSİTESİ
LİSANSÜSTÜ EĞİTİM ENSTİTÜSÜ
MALZEME BİLİMİ VE MÜHENDİSLİĞİ ANA BİLİM DALI**

**ATIK DÖKÜM KUMU VE YSZ TOZU KULLANILARAK
SERAMİK MALZEME ÜRETİLMESİ**

Yüksek Lisans Tezi

Hayrettin YÜKSELECEK

Danışman
Dr. Öğr. Üyesi Sinem ÇEVİK

SAMSUN
2020

TEZ ONAYI

Hayrettin YÜKSELECEK tarafından hazırlanan “Atık Döküm kumu ve YSZ Tozu Kullanılarak Seramik Malzeme Üretimi” adlı tez çalışması 05/08/2020 tarihinde aşağıdaki jüri tarafından Ondokuz Mayıs Üniversitesi Lisansüstü Eğitim Enstitüsü Malzeme Bilimi ve Mühendisliği Anabilim Dalı’nda **Yüksek Lisans Tezi** olarak kabul edilmiştir.

Danışman Dr. Öğretim Üyesi Sinem ÇEVİK
Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Anabilim Dalı

Jüri Üyeleri

Başkan Dr. Öğretim Üyesi Sinem ÇEVİK
Ondokuz Mayıs Üniversitesi
Metalürji ve Malzeme Mühendisliği Anabilim Dalı

Üye Prof. Dr. Güray KAYA
Dumlupınar Üniversitesi
Metalürji ve Malzeme Mühendisliği Anabilim Dalı

Üye Doç. Dr. Mevlüt GÜRBÜZ
Ondokuz Mayıs Üniversitesi
Makine Mühendisliği Anabilim Dalı

Yukarıdaki sonucu onaylarım....../.../ 2020

.....

Prof. Dr. Ali BOLAT

Enstitü Müdürü

BİLİMSEL ETİĞE UYGUNLUK BEYANI

Hazırladığım yüksek lisans/doktora/sanatta yeterlik tezinin bütün aşamalarında bilimsel etiğe ve akademik kurallara riayet ettiğimi, çalışmada doğrudan veya dolaylı olarak kullandığım her alıntıya kaynak gösterdiğimi ve yararlandığım eserlerin Kaynaklar'da gösterilenlerden oluştuğunu, her unsurun enstitü yazım kılavuzuna uygun yazıldığını ve TÜBİTAK Araştırma ve Yayın Etiği Kurulu Yönetmeliği'nin 3. bölüm 9. maddesinde belirtilen durumlara aykırı davranılmadığını taahhüt ve beyan ederim.

05.08.2020

Hayrettin YÜKSELECEK

ÖZET

ATIK DÖKÜM KUMU VE YSZ TOZU KULLANILARAK SERAMİK MALZEME ÜRETİMİ

Hayrettin YÜKSELECEK

Ondokuz Mayıs Üniversitesi

Lisansüstü Eğitim Enstitüsü

Malzeme Bilimi ve Mühendisliği Anabilim Dalı, Ağustos / 2020

Danışman: Dr. Öğr. Üyesi Sinem ÇEVİK

Atık döküm kumu (ADK) tüm çeşitleriyle birlikte demir-çelik, otomotiv, havacılık, metalürji vb. gibi sektörlerde ve endüstrinin büyük bir alanında birçok parçayı üretmek için kalıp kumunun kullanılması sonucu ortaya çıkan maddedir. Döküm prosesinde belli bir çevrim sonucu kumun yapısı bozulduğundan kalıp kumu atık malzeme olarak kabul edilmektedir. Atık döküm kumu ile alternatif hammadde üretimi mümkündür. Ekonomik olarak ek maliyetler oluşturan ve hacim olarak büyük miktarlarda ortaya çıkan atık döküm kumları, ikincil malzemeler kullanılarak yeni ürünlere örneğin seramik malzemesine dönüştürülebilir. Bu amaçla atık döküm kumu ve YSZ katkısı ile yeni bir malzeme üretilmiş ve üretilen malzemenin karakterizasyonu yapılmış, numuneler incelemeye tabi tutulmuştur. Organik bir bağlayıcı olan PVA, 50 gr atık döküm kumuna %3, %5, %7 ve %10 oranlarında YSZ katkısı olacak şekilde bir araya getirilip eksenel bilyeli değirmende öğütülmüştür. Öğütülen toz karışımı tek eksenli hidrolik preste 1x1x1 cm boyutlarında şekillendirilip 1200 °C’de 5 saat sinterlenmiştir. Üretilen numunelerin SEM, XRD, optik mikroskop görüntüleri incelenmiştir. Basma testi ve yoğunluk ölçümleri yapılan numunelerde %10 YSZ katkılı numunelerde ortalama 116,70 MPa basma dayanımı ile en yüksek değer olarak ölçülmüştür. Arşimed yoğunluk ölçümlerinde ise %3 ve %10 YSZ katkılı atık döküm kumu numunelerinde su emme değerleri sırasıyla en düşük ve yüksek değerler %15,10079 ve %11,54957, görünür katı yoğunluğunda ise yine sırasıyla 2,45298 ve 2,55968 olarak ölçülmüştür. YSZ katkısının atık döküm kumu içerisinde oranının artmasıyla birlikte daha yoğun bir malzeme ortaya çıkmıştır. YSZ oranının artmasıyla birlikte basma dayanımının da arttığı görülmüştür. Görüntüleme sonucu elde edilen görüntülerde de daha düzgün ve yoğun yapının oluşumu görülmüştür.

Anahtar Kelimeler: Atık döküm kumu, YSZ tozu, seramik malzemeler, polivinil alkol, sinterleme

ABSTRACT

PRODUCTION OF CERAMIC MATERIALS FROM YSZ ADDITIVE AND WASTE FOUNDRY SAND

Hayrettin YÜKSELECEK

Ondokuz Mayıs University

Institute of Graduate Studies

Department of Material Science and Engineering, August / 2020

Supervisor: Dr. Faculty Member Sinem ÇEVİK

Waste foundry sand (WFS), together with all its varieties, is the result of using mold sand to produce many parts in industries such as iron-steel, automotive, aerospace, metallurgy and in a large area of the industry. Molding sand is considered as waste material as the structure of the sand deteriorates as a result of a certain cycle in the casting process. Alternative raw material production is possible with waste casting sand. Waste foundry sands, which create additional costs economically and occur in large volumes in volume, can be converted into new products such as ceramic material using secondary materials. For this purpose, a new material has been produced with the waste sand and YSZ additive, the characterization of the produced material has been made and the samples have been examined. PVA, which is an organic binder, was brought together in 50 g of waste casting sand with a YSZ contribution of 3%, 5%, 7% and 10% and milled in an axial ball mill. Grinded powder mixture is shaped in 1x1x1 cm dimensions in uniaxial hydraulic press and sintered at 1200 ° C for 5 hours. SEM, XRD and optical microscope images of the produced samples were examined. It was measured as the highest value with an average compression strength of 116.70 MPa in samples with compression test and density measurements. In Archimedes density measurements, the water absorption values in the waste sand samples with 3% and 10% YSZ additive were measured as 15,10079% and 11,54957% respectively, and 2,45298 and 2,55968 in the apparent solid density. With the increase of YSZ additive in the waste sand, a more dense material emerged. It was observed that the compressive strength increased with the increase of YSZ ratio. In the images obtained as a result of the imaging, the formation of a more smooth and dense structure was observed.

Keywords: Waste casting sand, YSZ powder, ceramic materials, polyvinyl alcohol, sintering

ÖNSÖZ VE TEŞEKKÜR

Yüksek lisans tez çalışmam boyunca desteklerini hiçbir zaman esirgemeyen, bilgi ve deneyimleriyle bana yardımcı olan danışman hocam Sayın Dr. Öğr. Üyesi Sinem ÇEVİK'e, yine tez çalışmamın başından sonuna kadar her konuda desteklerini gördüğüm, teorik ve deneysel uygulama aşamalarında yardımlarını esirgemeyen Arş. Gör. Suna AVCIOĞLU'na şahsım adına teşekkürü borç bilirim.

Bugünlere gelmemde hiçbir fedakârlıktan kaçınmayan, her daim yanımda olan ve beni yetiştiren aileme teşekkürü borç bilirim.

Yüksek lisans tez çalışmam boyunca tecrübelerinden yaralandığım, şu an doktora çalışmalarına devam değerli arkadaşım Berke KOVANCI'ya, lisans öğrenimlerine devam etmekte olan Aleyna ÖZBAŞARAN ve Emine Tuğçe ÖZER'e teşekkürlerimi sunarım.

Bilgi ve destekleriyle her zaman yanımda olan değerli arkadaşlarım Buse ZARALIOĞLU, Gökce MORAL ve Umut Ahmet ŞİMŞEK'e ayrı ayrı teşekkürlerimi sunarım.

Ağustos 2020, Samsun

Hayrettin YÜKSELECEK

İÇİNDEKİLER DİZİNİ

ÖZET.....	i
ABSTRACT.....	ii
ÖNSÖZ VE TEŞEKKÜR	iii
İÇİNDEKİLER DİZİNİ	iv
SİMGELER VE KISALTMALAR	vi
ŞEKİLLER LİSTESİ.....	vii
ÇİZELGELER LİSTESİ	ix
1. GİRİŞ.....	1
2. DÖKÜM HAKKINDA GENEL BİLGİLER VE ATIK DÖKÜM KUMU	4
2.1. Türkiye’de ve Dünyada Döküm Sektörü.....	6
2.2. Atık Döküm Kumu (ADK), Yapısı ve Geri Dönüşümü	8
2.3. Atık Döküm Kumu ile İlgili Çalışmalar	10
3. SERAMİK MALZEMELER VE ÜRETİM SÜREÇLERİ	12
3.1. Kuru Presleme	13
3.2. İzostatik Presleme	14
3.3. Slip Döküm Yöntemi	15
3.4. Ekstrüzyon ve Enjeksiyon Yöntemi	16
4. YSZ (YITRIA STABILIZED ZIRCONIA) VE ÖZELLİKLERİ	18
4.1. Zirkonya	18
4.1.1. Zirkonya’nın kristal yapısı	19
4.1.2. Zirkonya’nın stabilizasyonu	20
4.2. Yitria Stabilized Zirkonya.....	21
5. SERAMİK MALZEME ÜRETİMİNDE BAĞLAYICI MADDELER VE SINTERLEME SÜRECİ	22
5.1. Seramik Malzeme Üretiminde Kullanılan Bağlayıcı Maddeler.....	22
5.1.1. Polivinil Alkol (PVA)	24
5.2. Sinterleme Süreci	25
5.2.1. Katı hal sinterlemesi.....	27
5.2.2. Sıvı hal sinterlemesi	28
6. DENEYSEL ÇALIŞMALAR.....	31
6.1. Giriş.....	31
6.2. Malzemeler.....	33
6.2.1. Atık döküm kumu (ADK)	33
6.2.2. Polivinil Alkol (PVA)	34
6.2.3. Yitria Stabilize Zirkonya (YSZ)	35
6.3. Seramik Tozların Üretim Süreci	35
6.3.1. Eksenel bilyalı değirmende(Gezegen tipi değirmen) karıştırma ve üretim süreci.....	35
6.4. Şekillendirme	39
6.5. Sinterleme	41
6.5.1. Eksenel bilyeli değirmende üretim öncesi ve sonrası	42
6.6. Karakterizasyon.....	44
6.6.1. Optik Mikroskop	44
6.6.2. SEM	44
6.6.3. XRD	45
6.6.4. Basma Testi	46
6.6.4. Arşimed Yoğunluk Ölçüm Testi	46
7. SONUÇLAR, TARTIŞMA VE YORUM	48

7.1. XRD (X Işınları Difraktometresi) Sonuçları	48
7.2. Yoğunluk Ölçümü Sonuçları	51
7.3. Basma Testi Sonuçları	52
7.4. Optik Mikroskop Analiz Sonuçları	54
7.4. Taramalı Elektron Mikroskobu(SEM) Sonuçları	55
8. GENEL SONUÇLAR,YORUMLAR VE ÖNERİLER	59
9. KAYNAKÇA	62
ÖZGEÇMİŞ	68



SİMGELER VE KISALTMALAR

SİMGELER

μm	Mikrometre
$^{\circ}\text{C}$	Derece
cm^3	Santimetreküp
dk	Dakika
gr	Gram
rpm	Dakika Devir Sayısı
mm	Milimetre
MPa	Megapaskal

KISALTMALAR

ADK	Atık Döküm Kumu
EDS	Enerji Dağıtıcı X-ışını Spektroskopisi
PVA	Polivinil Alkol
SEM	Taramalı Elektron Mikroskobu
XRD	X-Ray Difraktometrisi
YSZ	Yitria Stabilize Zirkonya

ŞEKİLLER LİSTESİ

Şekil 2.1. Döküme hazır kum kalıbın kesiti	6
Şekil 3.1. Kuru presleme işleminin şematik diyagramı	14
Şekil 3.2. İzostatik presleme işleminin şematik diyagramı	14
Şekil 3.3. Slip döküm işleminin şematik bir diyagramı. (a) Slip kalıba doldurulur, (b) Slip kalıp duvarı boyunca emilir, (c) fazla slip boşaltılır ve (d) kalıpta kuruyan döküm ürünü çıkartılır	15
Şekil 3.4. Ekstrüzyon işleminin şematik görüntüsü A) Pistonlu sistem, B)Vidalı sistem	16
Şekil 3.5. Enjeksiyon yöntemini şematik olarak gösterimi	17
Şekil 4.1. Zirkonyanın sıcaklığa bağlı olarak kafes yapısı dönüşümü ve kafes yapıları a) Monoklinik, b) tetragonal, c) Kübik	20
Şekil 4.2. YSZ sisteminin oluşumu	21
Şekil 5.1. Polivinil alkol PVA'nın moleküler yapısı	25
Şekil 5.2. Sinterlemede tane yapısı değişimi (a) Sıkıştırılmış toz partikülleri, (b) sinterleme işlemi sırasında, (c) gözeneklerin yüzey alanının (ve dolayısıyla enerjinin) azaltılması (son yapı genellikle küçük, neredeyse küresel gözenekler içerir.)	26
Şekil 5.3. Katı hal sinterleme aşamaları a) Yapışma, b) Başlangıç safhası, c) Ara aşama, d) Son aşama	28
Şekil 5.4. Sıvı hal sinterleme aşamaları	30
Şekil 6.1. Deney Akış Şeması	32
Şekil 6.2. Ünal Marka HO-1000 halkalı öğütücü cihazı	33
Şekil 6.3. Elek analizi cihazı	34
Şekil 6.4. PVA tozu	35
Şekil 6.5. Eksenel bilyalı değirmen ve öğütücü bilyeler	36
Şekil 6.6. Radwag AS 220 R2 marka hassas terazinin bir görüntüsü	37
Şekil 6.7. Öğütülme sonrası ortaya çıkan karışım	37
Şekil 6.8. Şimşek Laborteknik ST-055 Marka Etüvün görüntüsü	38
Şekil 6.9. Sulu kıvamlı karışım ve etüvden çıkan kurutulmuş numune	38

Şekil 6.10. Kalıp düzeneği parçaları	40
Şekil 6.11. Hidrolik pres cihazı ve işlem tatbik edilirken görüntüler	40
Şekil 6.12. Sinterleme cihazının görüntüsü.....	41
Şekil 6.13. Sinterleme işlemine ait grafik	41
Şekil 6.14. Mshot MD50-T optik mikroskop	44
Şekil 6.15. JEOL JSM-7001 F model SEM	45
Şekil 6.16. Rigaku SmartLab XRD cihazı.....	45
Şekil 6.17. Çekme-Basma Test Cihazı	46
Şekil 6.18. Arşimed Test Düzeneği	47
Şekil 7.1. Atık döküm kumu XRD sonuçları	48
Şekil 7.2. YSZ(Yitria Stabilize Zirkonya) XRD sonuçları	49
Şekil 7.3. %3 YSZ katkılı atık döküm kumu XRD sonuçları	49
Şekil 7.4. %10 YSZ katkılı atık döküm kumu XRD sonuçları	50
Şekil 7.5. %3 YSZ katkılı atık döküm kumu basma testi grafiği.....	53
Şekil 7.6. %5 YSZ katkılı atık döküm kumu basma testi grafiği.....	53
Şekil 7.7. %7 YSZ katkılı atık döküm kumu basma testi grafiği.....	54
Şekil 7.8. %10 YSZ katkılı atık döküm kumu basma testi grafiği.....	54
Şekil 7.9. 100x optik büyütmede (a)%3 YSZ katkılı ve (b)%5 YSZ katkılı numuneler	55
Şekil 7.10. %3 YSZ katkılı numune SEM görüntüleri (a)500x (b)1000x (c)3500x...	55
Şekil 7.11. %5 YSZ katkılı numune SEM görüntüleri (a)500x (b)1000x (c)3500x...	56
Şekil 7.12. %7 YSZ katkılı numune SEM görüntüleri (a)1000x (b)3500x (c)5000x...	56
Şekil 7.13. %10 YSZ katkılı numune SEM görüntüleri (a)500x (b)1000x (c)3500x...	56
Şekil 7.14. %3 YSZ katkılı atık döküm kumu EDS sonucu	57
Şekil 7.15. %5 YSZ katkılı atık döküm kumu EDS sonucu	57
Şekil 7.16. %7 YSZ katkılı atık döküm kumu EDS sonucu	58
Şekil 7.17. %10 YSZ katkılı atık döküm kumu EDS sonucu	58

ÇİZELGELER LİSTESİ

Çizelge 2.1.	Döküm Yöntemleri	5
Çizelge 2.2.	Dökümde kullanılan kalıp yöntemleri.....	5
Çizelge 2.3.	Avrupa Toplam Metal Döküm Üretimi	7
Çizelge 2.4.	Dünya Toplam Metal Döküm Üretimi.....	7
Çizelge 2.5.	Tipik Atık Döküm Kumu (ADK) Kimyasal Yapısı.....	9
Çizelge 5.1.	Organik ve inorganik bağlayıcılar.....	24
Çizelge 6.1.	Numune Değerleri	39
Çizelge 6.2.	Eksenel bilyeli değirmende öğütülen numunelerin sinterleme öncesi ve sonrası görüntüleri.....	43
Çizelge 7.1.	Yoğunluk Ölçüm Sonuçları	51
Çizelge 7.2.	Basma Testi Sonuçları.....	52

1.GİRİŞ

Dünyada sanayii devrimi ile başlayan süreçle birlikte üretim ve ekonomik büyüme hızlanmış, nüfus artmış ve buna paralel olarak üretimdeki artışla birlikte tüketim de artmıştır. Sonuç olarak insan faaliyetlerinin çevre üzerine etkilerinde değişim yaşanmıştır. Üretimdeki artış; kaynakların kullanımına, kullanılan kaynakların hızlıca tüketimine ve zararlı boyutlara ulaşacak miktarlarda atık maddenin ortaya çıkmasına sebep olmuştur. Buna istinaden günümüz dünyasında doğa ve insan sağlığı için oluşan atık maddelerin uzun yıllardır geri dönüşüm süreçleri için çalışılmıştır ve halen daha çalışılmaktadır.

Atık yönetimi adını verebileceğimiz bu süreçte amaç çeşitli yöntemler geliştirerek atık malzemelerin insanlığa vereceği zararın önüne geçmektir. Son 50 yıl içerisinde AB ülkeleri başta olmak üzere birçok devlet ve kuruluş çeşitli yönetmelikler çerçevesinde atık malzemelerin bertarafı için çalışmakta ve atık malzemeleri geri dönüşüm süreçleriyle kazanabilmektedir. Döküm sektörü gibi üretim faaliyetleri içerisinde başı çeken bir sektör de bünyesinde tonlarca atık malzemeyi oluşturmakta ve geri dönüşüm süreçlerinden nasibini almaktadır.

Döküm sektörü, yüksek nitelikli iş gücü sağlaması ve ülke kalkınmasına olan katkısı sebebiyle ekonomide ve sanayileşmede öncü sektör kabul edilebilir. Geniş bir alanda yüksek katma değerli ürünlerin üretildiği sektörün önemi tüm endüstri sahasına ürün vermesinden dolayıdır. Sanayi devrimiyle paralel bir şekilde ilerleme gösteren sektör, tasarım, prototip, testler ve ürünlerin oluşumuna kadar geçen sürede teknik birikimi ve tesisleri ile başta savunma ve otomotiv sanayi olmak üzere tüm sanayi dallarında üretim taleplerini karşılayabilecek büyüklüktedir (Gürkan,2014).

Doğal kaynakların ve hammaddelerin sürekli olarak tüketilmesinin önüne geçmek ve atık maddelerin geri dönüşüm yoluyla kazanılmasının sağlanması için çeşitli süreçlerin işletilmesi gerekmektedir. Kalkınmanın ve gelişimin oluşumu, aynı zamanda devamlılığı için ülke öz kaynaklarının verimli ve bilinçli kullanılması zaruridir. Bu nedenledir ki Türkiye için mühim bir sektör olan döküm sektörü ve sektörün atık ürünü olarak ortaya çıkan atık döküm kumları (ADK)'nın çeşitli biçimlerle geri dönüşümünün sağlanması bahsedilen öz kaynak kullanımının verimliliği açısından büyük önem arz etmektedir.

Döküm sektöründe atık döküm kumu (ADK)'nın bir kısmı kalıp sürecine dahil edilerek tekrar tekrar kullanılmaktadır. Kalan kısım ise bertaraf işlemi için depolamak suretiyle ayrılmaktadır. Atıkların bertaraf edilmeden kullanımı esas meselemizi teşkil etmektedir. Geri dönüştürülerek çeşitli katma değerli ürünlere dönüştürülen ADK; geri kazanımı, üretim maliyetlerinin düşmesini, yeni ürünlerin ortaya çıkmasını, ekonomik olarak girdi vb. gibi olumlu neticeleri beraberinde getirmektedir.

ADK birçok uluslararası uygulamalarda kullanılmış ve atık malzeme olan kumun geri dönüştürülebileceği kesin olarak gözlenmiştir. İnşaat sektöründe geçirimsiz perde yapımı, yol dolgu malzemesi, imalat ürünü olarak çimentoda, harç yapımında tuğla ve parke taşı gibi malzemelerin yapımında hatta tarımda dahi kullanılmıştır.

Bu çalışmada atık döküm kumunun içerisine katkı malzemesi ilave edilerek mukavemet ve yapısal birtakım değerlerinin değişimi araştırılmış ve ortaya yeni bir ürün ortaya çıkarılması amaçlanmıştır. Katkı malzemesi olarak YSZ malzemesi tercih edilmiştir. Çeşitli uygulamalarda kullanılan ve ileri teknoloji için revaçta bir malzeme olan YSZ, ADK içerisine çeşitli miktarlarda ilave edilerek üretim ve karakterizasyon işlemlerine tabi tutulmuştur.

Dökümcülükte kumun esas vazifesi herhangi bir sebeple bozulmadan döküm ürününün kalıp içerisindeki mevcut şeklini korumaktır. Kalıp kumu, kalıp açıldıktan sonra bozulup tekrar kullanılma özelliğine sahiptir. Bozulan kalıp kumunda eleme işlemi yapılır ve topaklanan büyük parçalar ayrılır, eksilen kumun yerine yenisi eklenir. Fakat bu işlem belirli bir çevrim süresince geçerli olmaktadır. Tekrar tekrar kullanılan kalıp kumları bir süreden sonra mevcut bağlayıcı yapısını ve fiziksel özelliğini kaybetmektedir. Yapısı bozulan kum dolayısıyla atık maddeye dönüşmektedir. Atık madde olarak nitelendirilen bozulmuş kum atık döküm kumu ya da kısaca ADK olarak belirtilmektedir. Döküm işlemlerinde ürüne göre döküm sıcaklığı değişmekle birlikte yerine göre kum 1500 °C sıcaklığa maruz kalabilmektedir. Bentonit adı verilen maddeyi ihtiva eden döküm kumu sıcaklık yüzünden bu maddeyi kaybeder ve bağlayıcı özelliği kaybolur. Ayrıca kum tanelerinin tane yapısının bozulması da ADK'nın ortaya çıkmasında etkindir. ADK'lar işletmelerde yüksek miktarlarda oluşmakta ve depolama tesislerinde bertaraf edilmek suretiyle uzaklaştırılmaktadır.

Ülkemizde ve dünyada çeşitli süreçlerde değerlendirilmeye tabii tutulan ADK, katma değer sağlayacak yeni ürünlere dönüştürülmeye çalışılmıştır ve çalışılmaktadır. Ekonomiye katkı sağlaması, farklı sektörler için katma değeri yüksek yeni ürünlere dönüştürülmesi, hammadde sarfiyatının azaltılması, ADK'nın hem geri dönüşümüne katkı sağlayacaktır hem de ülkemiz ve dünya için yeni fırsatlar doğuracaktır.

Temel ürün olarak baz alınan ADK, içeriğine ilave edilecek olan YSZ tozuyla yeni bir malzemeye dönüşecek ve yeni bir ürün ortaya çıkacaktır. Yeni bir ürüne dönüşecek olan ADK değeri artan bir konuma gelecek ve kullanım sahası olarak sektöre yeni bir boyut kazandıracak ayrıca en önemlisi geri dönüşüm sürecine büyük katkı sağlayacaktır.



2. DÖKÜM HAKKINDA GENEL BİLGİLER VE ATIK DÖKÜM KUMU

Dökümcülük insanlık tarihinin en eski mesleklerinden biridir. Dökümcülük; insan yaşamı için gerekli olan çeşitli nesnelerin üretilme yöntemlerinden biridir. Ham metal külçeler veya hurda metaller ergitme ocaklarında eritilir. Alaşım için ilave yapıldıktan sonra elde edilen ergimiş metal kum, seramik veya metalden oluşturulmuş kalıplara sıvı olarak dökülür ve içine döküldüğü kalıpların şekline uygun olarak katılaşır (Anonim, 2019). Ayrıca döküm sektörü, ergimiş metalin içerisinde boşluk ihtiva eden bir kalıba döküldükten sonra katılaştırılmasıyla istenilen şekildeki ürünün elde edilmesi olarak da ifade edilebilir (Sylvia, 1972). Üretim çeşitliliği, üretim boyutu ve kalitesi, üretim yapılan sektör çeşitliliği açısından döküm sektörü, günümüz imalat sanayisinin temel kollarından biridir (Anonim, 2019).

Çeşitli pik demir, çelik hurda ve demir alaşımların indüksiyon, ark ya da kupol ocaklarında ergitilerek kalıplarda şekillendirilmesiyle, sektörün ihtiyacı olan çelik, sfero, pik ve temper döküm ürünleri ham şekilde veya işlenmiş olarak döküm sanayi sektöründe üretilir. 4D döküm sektörü (difficult, dirty, dusty, dangerous) olarak da bilinen zor, kirli, tozlu ve tehlikeli bir sektördür (Kepez, 2007). Tüm bu zorluklara rağmen, istihdam ve ülke ekonomisine katkısı sebebiyle dünya genelinde vazgeçilmeyecek bir sektördür (Başar ve Aksoy, 2012). Otomotiv sanayisi başta olmak üzere bir çok sektörde özellikle demir-çelik döküm sanayinde, alüminyum ve bakır içerikli alaşımların üretiminde büyük miktarlarda döküm kumu kullanılmaktadır (Gedikli, 2019).

Döküm yönteminin M.Ö. 4000 yıllarında başlayan bir geçmişi olduğu arkeolojik bulgularla desteklenmektedir. M.Ö. 1500 yılından başlayarak döküm tekniğinin özellikle Çin ve Mezopotamya’da geliştiği ve Çinlilerin karmaşık parçaları çok parçalı kalıplarla üretebildiği bilinmektedir. Rönesans’tan sonra sanat ve ticaretin canlanması münasebetiyle döküm sanayisinin de bu canlanmadan payını aldığı, bu dönemden sonra daha da gelişmeye başladığı söylenebilir (Aran, 2007).

Metallere şekil vermenin çeşitli yolları mevcuttur. İşleme, presleme, kaynak gibi yöntemlerin yanında bir de esas mevzumuzu teşkil eden döküm işlemi vardır. Metal döküm yöntemleri metal türleri açısından farklılık göstermekte olup üç başlık altında incelenebilir (HAWAMAN, 2009). Tablo 2.1.’de üç ana grup altında döküm yöntemleri gösterilmektedir.

Çizelge 2.1. Döküm Yöntemleri (HAWAMAN, 2009)

DEMİR DÖKÜM	ÇELİK DÖKÜM	DEMİR DIŞI DÖKÜM
-Küresel grafitli dökme demir -Lamel grafitli dökme demir -Temper dökme demir	-Karbon çelikleri ve az alaşımlı çelikler -Yüksek alaşımlı çelikler	-Al esaslı alaşımlar -Cu esaslı alaşımlar -Mg esaslı alaşımlar -Zn esaslı alaşımlar -Ni esaslı alaşımlar -Diğer alaşımlar (Pb, Sn ve Co esaslı)

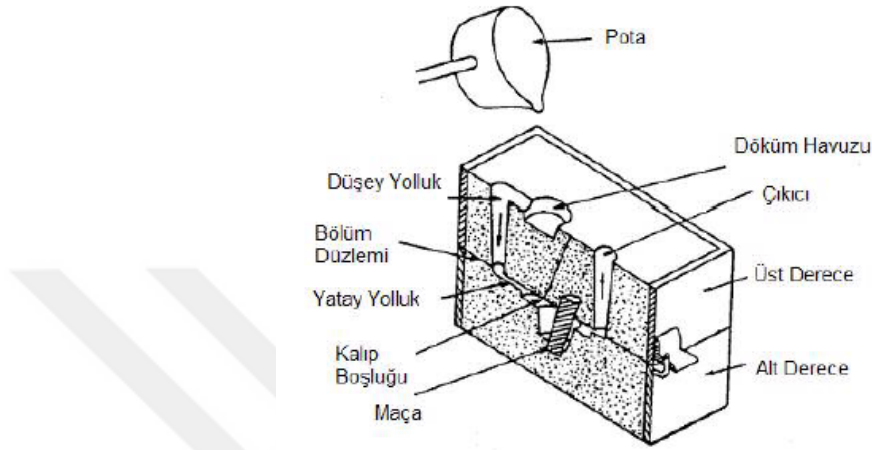
Kalıpların kullanım biçimlerine göre döküm yöntemleri ikiye ayrılmaktadır. Bunlar harcanan kalıp kullanan döküm yöntemleri ve kalıcı kalıp kullanan döküm yöntemleridir (HAWAMAN, 2012). Tablo 2.2.'de dökümde bu yöntemler gösterilmektedir.

Çizelge 2.2. Dökümde kullanılan kalıp yöntemleri

Harcanan Kalıp Kullanan Döküm Yöntemleri	Kalıcı Kalıp Kullanan Döküm Yöntemleri
-Kum kalıba döküm -Kabuk kalıba döküm -Seramik kalıba döküm -Alçı kalıba döküm -Hassas döküm	-Metal kalıba döküm -Basıncılı döküm (Sıcak/soğuk hazneli) -Savurma döküm -Sürekli döküm

Harcanan kalıp yöntemlerinde kalıplar dökülen her parça sonrasında bozulup döküm ürünü olan malzeme çıkarılmaktadır. Diğer yöntem olan kalıcı kalıp kullanan döküm yönteminde kalıplarda bozulma olmadan yalnızca açılarak dökülen parça çıkarılmaktadır (Uçar, 2016). Kalıcı kalıplarda kalıp açılarak ürün alınır ve kalıp sürekli kullanılır, harcanan kalıp yönteminde ise metal katılaşınca kalıp bozulur ve ürün o şekilde alınır. Döküm işlemleri büyük oranda kumdan kalıplar oluşturularak yapılır ve kum, kalıpcılık malzemesi olarak yaygın bir şekilde kullanılmaktadır. Dökülen metalin cinsine, ürün boyutuna ve kalıp tekniğine göre değişmekle birlikte 1 ton döküm için yaklaşık 4-5 ton kum kullanılmaktadır (Zanetti ve Fiore, 2002).

Demir esaslı ve demir dışı malzemelerin dökümünde, ucuz ve refrakter özelliğe sahip kum kalıplar yaygın olarak tercih edilmektedir. Genellikle alt ve üst parça (alt ve üst derece) olarak iki parça olan kalıpta diğer kalıp elemanları da bulunur. İç boşluklar için maçalardan da yararlanılır (Aran, 2007). Şekil 2.1. kum kalıbın kesitini göstermektedir.



Şekil 2.1. Döküme hazır kum kalıbın kesiti (Aran,2007)

Kumun esas vazifesi herhangi bir sebeple bozulmadan döküm ürününün kalıp içerisindeki mevcut şeklini korumaktır. Kalıp kumu, kalıp açıldıktan sonra bozulup tekrar kullanılma özelliğine sahiptir.

2.1. Türkiye’de ve Dünyada Döküm Sektörü

Döküm endüstrisi çoğunlukla metal döküm üretmektedir. Dünya üzerinde, başta otomotiv endüstrisi olmak üzere 80 milyon tondan fazla döküm ürünü üretildiği tahmin edilmektedir. Otomotiv endüstrisinin yanı sıra, çimento, tarım, sağlık, denizcilik, beyaz eşya, savunma, demir-çelik endüstrisi gibi çeşitli endüstrilerde döküm üretimleri kullanılmaktadır (Gedik, 2008).

Döküm sektörü, artan üretim hacmi ile her geçen sene daha büyüyüp gelişmektedir. Ülkemiz ise döküm sektörü piyasasında pazar payını giderek arttırmaktadır.

2018 Aralık ayında açıklanan 52. Dünya döküm istatistikleri raporuna göre Türkiye, demir-çelik üretiminde Dünya’da 10’uncu Avrupa’da 2’inci; demir dışı dökümlerde ise Dünya’da 10’uncu Avrupa’da ise 3’üncüdür. Toplam üretimde ise Dünya 11’incisi ve Avrupa 3’üncüsüdür. Çizelge 2.1. ve Çizelge 2.2.’de döküm metal üretimindeki sıralamalar ve üretim miktarları görülmektedir.

Çizelge 2.3. Avrupa Toplam Metal Döküm Üretimi (AFS, 2017)

Sıralama	Ülkeler	ÜretimHacmi(Ton)	Sıralama	Ülkeler	ÜretimHacmi(Ton)
1	Almanya	5 481 570	6	İspanya	1 295 397
2	İtalya	2 243 096	7	Polonya	1 036 500
3	Türkiye	2 155 000	8	İngiltere	533 390
4	Fransa	1 722 796	9	Çek Cum.	417 000
5	Ukrayna	1 560 000	10	Avusturya	304 887

Çizelge 2.4. Dünya Toplam Metal Döküm Üretimi (AFS, 2017)

Sıralama	Ülkeler	ÜretimHacmi(Ton)	Sıralama	Ülkeler	ÜretimHacmi(Ton)
1	Çin	49 400 000	9	İtalya	2 243 096
2	Hindistan	12 055 100	10	Brezilya	2 215 727
3	A.B.D.	9 668 066	11	Türkiye	2 155 000
4	Almanya	5 481 570	12	Fransa	1 722 796
5	Japonya	5 443 613	13	Ukrayna	1 560 000
6	Rusya	4 225 000	14	İspanya	1 295 397
7	Meksika	2 909 461	15	Tayvan	1 278 679
8	Kore	2 536 200			

2.2. Atık Döküm Kumu (ADK), Yapısı ve Geri Dönüşümü

Metal dökümler için kalıplar ve kalıpların içinde bulunan maçalar, normalde kimyasal veya kil bağlayıcılar ve diğer katkı maddeleri olan kumlardır. Döküm tamamlandıktan sonra kum ayrıştırılır ve yeniden kullanım için uygun olup olmadığına karar verilir. Bununla birlikte, belirli bir kullanımdan sonra kum artık uygun olmaktan çıkar. Kullanılmayan kumlar süreçten ayrıldıktan sonra atık malzeme olarak depolanır ve atık döküm kumu (ADK) olarak isimlendirilir (Javed ve Lovell, 1994).

Döküm kumlarının sınıflandırılması ise, metal dökümde kullanılan bağlayıcı sistemlerinin tipine bağlıdır. Döküm kumlarını temel olarak iki sınıfa ayırmak mümkündür. Genellikle iki tip bağlayıcı sistemi kullanılır ve bu döküm kumu bazında kil bağlı kum (yeşil kum) ve kimyasal olarak bağlı kum olarak sınıflandırılır. Döküm endüstrisinde kullanılan en yaygın döküm işlemi kum kalıplar kullanılarak yapılır. Demir dökümler için kullanılan tüm kum döküm kalıpları hemen hemen yeşil kum tipindedir (Siddique vd, 2010).

Yeşil kum dört ana malzemeden oluşur. Kum, yeşil kum karışımının% 85-95'ini oluşturur. Çoğu zaman kum inert silikadır, ancak olivin ve zirkon kumu da kullanılır. Karışımın yaklaşık % 4 ila 10'u bentonit ve şamot gibi bir çeşit kilden yapılır. Kil, yeşil kum için bir bağlayıcı görevi görür ve güç ve esneklik sağlar. Deniz kömürü, tahıl, akaryakıt ve odununu gibi yanıcı katkı maddeleri tipik olarak yeşil kum karışımının% 2 ila 10'unu oluşturur. Yeşil kumun son katkısı genellikle küçük yüzdelere halinde (ağırlıkça% 2 ila 5) eklenen sudur (Javed ve Lovell, 1994). Kimyasal olarak bağlı kum% 93-99 silika ve % 1-3 kimyasal bağlayıcıdan oluşur. Kimyasal olarak bağlı kumlar genellikle kil bağlı kumlardan daha açık renk ve yapıdadır (Siddique vd. 2010). Kimyasal olarak bağlı kumlar, hem erimiş metalin ısısına dayanmak için yüksek mukavemetlerin gerekli olduğu çekirdek yapımında hem de kalıp yapımında kullanılır (Ali vd, 2017). Bağlayıcı olarak fenolik ürethan gibi kimyasal bağlayıcılar ve ayrıca sodyum silikat, furan reçine, ürethan gibi kimyasal bağlayıcılar da kullanılmaktadır (Güney vd, 2010; Başar, 2012). Ani sertleşme, yüksek tutuş mukavemeti ve hassas boyut gibi değişkenlerin gerekli olduğu ve soğuk kutu adı verilen işlemler için bu bağlayıcı yöntem kullanılır (Javed ve Lovell, 1994).

Döküm kumları belli bir kullanım çevriminden sonra tekrar kalıp yapımında kullanılamamakta ve atık döküm kumu olarak tesiste ayrılmaktadırlar. Nedenleri ise kumun döküm işlemi esnasında işlemin sıcaklığına göre neredeyse 1500 °C'yi bulan sıcaklıkta ergimiş metale maruz kalarak fiziksel ve kimyasal olarak bozulması, tanelerin bir nevi birbirine yapışmasını sağlayan bağlayıcı doğal malzeme bentonitin bağlayıcılık özelliğini yitirmesi ve mekanik aşınma sonucu kum tanelerinin direncinin kaybolmasıdır (Anonim, 2019).

Atık döküm kumu (ADK)'nın kimyasal bileşimi yapılan döküm işlemine, bağlayıcı türüne vb. bağlı olmakla birlikte elbette ki kimyasal yapısı döküm performansını etkileyecektir. Tipik ADK'nın yapısı Tablo 2.3.'te gösterilmiştir. (Siddique vd. 2010).

Çizelge 2.5. Tipik Atık Döküm Kumu (ADK) Kimyasal Yapısı (Siddique vd, 2010)

Bileşen	%
SiO ₂	87.91
Al ₂ O ₃	4.70
Fe ₂ O ₃	0.94
CaO	0.14
MgO	0.30
Na ₂ O	0.19
SO ₃	0.09
K ₂ O	0.25
TiO ₂	0.15
Mn ₂ O ₃	0.02
SrO	0.03

Döküm üretiminde yaklaşık 1 tonda 0,6 ila 0,8 ton arası atık ortaya çıkmakta, bunun yaklaşık 0,4 ila 0,6 tonunu kullanılmış kum oluşturmaktadır (Başar, 2012). 2017 verilerine göre Türkiye yaklaşık 2 155 000 ton metal döküm üretimi yaptığını düşünülürse ~775 800 ton ADK ortaya çıktığı hesaplanabilir.

2.3. Atık Döküm Kumu ile İlgili Çalışmalar

Gelişmiş ülkelerde, atık döküm kumunun atık olarak bertaraf edilmemesi için çevre dostu yöntemler kullanılmak suretiyle ekonomik fayda oluşturacak yeni ürünlere dönüştürme çalışmaları sıkça yürütülmektedir. Ülkemizde ise bunun aksi bir durum söz konusu olmakla, çalışmaların yetersiz kaldığı görülmekte ve atık döküm kumu depolandıktan sonra bertaraf edilmektedir (TÜDOKSAD, 2013).

Döküm işleminde kalıp kumu geri dönüştürülür ve belirli bir çevrimle yeniden kullanılır. Sonunda, geri dönüştürülmüş kum, döküm işleminde artık tekrar kullanılamayacağı noktaya kadar ayrışır. Bu noktada, eski kum bir yan ürün olarak döngüden çıkarılır, yeni temel kum eklenir ve döngü yeniden başlar. Atık döküm kumu sürekli olarak bertaraf edilirse, döküm sisteminin sonlu depolama biriminde depolanamayan büyük miktarlarda döküm kumu ortaya çıkar. Döküm kumu temelde ince bir agrega olduğundan, doğal veya üretilmiş kumlarla aynı şekilde kullanılabilir (Yücel vd, 2010).

ADK'nın birçok alanda hammadde olarak kullanılabilirliği, uluslararası uygulamalarla denenmiştir. Çeşitli bilim insanları birçok şekilde ADK ile ilgili çalışmalar yapmıştır. Bent, yapısal ve akışkan dolgu, geçirimsiz perde yapımı gibi geoteknik uygulamalarda, asfalt betonu, harç, portland çimentosu, parke taşı üretimi, tuğla gibi imalat ürünlerinde, yol malzemesi ve asfalt karışımı gibi karayolu uygulamalarında ve üretim toprağı, toprak iyileştirici, yüzey örtüsü gibi zirai uygulamalarda kullanılabilirliğini ortaya koymuşlardır (TÜDOKSAD, 2019).

Bakış vd, 2009, asfalt betonunda atık döküm kumu kullanımını araştırdı. Asfalt beton karışımları % 0,% 4,% 7,% 10,% 14,% 17 ve % 20 oranında ince agrega atık döküm kumu ile değiştirilmiştir. Atık döküm kumunun tane büyüklüğü 0.8 ile 30 mm arasında değişmektedir. Akış değeri kum Marshall Stabilesi ölçümleri için testler yapılmıştır. Sonuçlar; %10'luk agregaların atık döküm kumu ile değiştirilmesinin asfalt beton karışımları için en uygun değer olduğunu ve atık döküm kumu çevresindeki çevreyi önemli ölçüde etkilememiş olması görülmüştür.

Kovancı 2019, atık döküm kumlarını uygun bir kimyasal bağlayıcı (PVA) madde ile bir araya getirilerek kompozit malzemeler için seramik bir matriks malzemesi üretmeye çalışmıştır. Elde edilen numunelerin basma dayanımı, yoğunluk, su emme değerlerini incelemiştir.

Hazırlanan karışımları tek eksenli pres makinesi ile 1x1x1 cm boyutlarında olacak şekilde şekillendirilip oluşan yaş haldeki numuneler 1200 °C’de 5 saat süreyle sinterlemiştir. Karakterizasyon çalışmaları kapsamında bilyalı değirmende hazırlanan numunelerin en yüksek 145 MPa basma dayanımına ve en düşük %8.1 su emme değerine ulaştığını tespit etmiştir.

Gedik 2008, karayolu yapımı malzemesi olarak kullanılmak üzere atık döküm kumunun kullanılabilirliğini araştırmıştır. Malzemeyi çeşitli sıkıştırma yöntemleri kullanarak sıkıştırmıştır. Stabilizasyonun malzeme özelliklerini iyileştireceğini düşündüğünden, atık döküm kumunu ağırlıkça %2, %4, %8 ve %10 oranında çimento ve kireçle ayrı ayrı stabilize etmiştir. Stabilize edilen numuneler 7-gün, 14 gün, 28-gün, 3-ay ve 6-ay süre boyunca nem odasında kür edip, numunelere stabilizasyonun etkisini araştırmak için 3 farklı deney (Ultrasyon Dalga Hızı Testi, Serbest Basınç Mukavemet deneyi ve Kaliforniya Taşıma Oranı deneyi) yapmıştır. Deney sonuçlarının ışığında atık döküm kumlarının klasik yol malzemeleriyle ekonomik karşılaştırılması yapıp ve amaca uygunluğu irdelemiştir.

Fiore ve Zannetti 2007, atık döküm kumunun geri dönüşüm ve yeniden kullanımını inceleyip, döküm kumunun boyutlarını araştırmıştır. Sonuçlara göre boyutları 0,1 mm boyutunun altında, 0,1 ve 0,6 mm arasında ve 0,6 mm'nin üstünde olarak üç bölüme ayırmışlardır. 0.6 mm'nin üzerindeki ayrışanların, özellikle demir olduğunu ve fırınlarda yeniden kullanılabilirdiğini, ayrılan üç kısımdaki boyutta olan atık kumların rejenerasyon ile çevrime tekrar dahil olabileceği, 0.1 mm ile 0.025 mm arasındaki kumların beton endüstrisi için hammadde olarak geri dönüştürülebileceği ve 0.025 mm altındaki kumların ise yeşil kum olarak işlemlerde tekrar kullanılabilir olduğunu göstermişlerdir. Dolayısıyla ekonomik bir çözüm oluşturmuşlardır.

Bu çalışmada ise atık döküm kumuna PVA bağlayıcı olarak kullanılarak uygun basınçta şekillendirilip sinterlenmiştir. Yüksek kalitede %3 mol YSZ tozu belirli oranlarda yapıya dahil edilmiş, oranlara göre yapının çeşitli yapısal değerlerinin değişimi gözlenmiştir.

3. SERAMİK MALZEMELER VE ÜRETİM SÜREÇLERİ

Seramiğin ateş ile ilişkisi önem arz ettiğinden dolayı seramik malzemeler ateşin icadından sonra yapılmaya başlanmış ve ortaya çıkmıştır. Tarihi M.Ö. 8000 yıllarına kadar uzandığı düşünülen seramik maddesine Türkistan'da, Anadolu'nun çeşitli höyüklerinde, Filistin'de ve Mezopotamya'da birçok örneğine rastlanmıştır. Başlangıçta balçık adı verilen çamur ile hazırlanan seramik zamanla içerisine eklenen çeşitli kum ve toprak ile birlikte pişirilerek gelişimini sürdürmüştür. Seramik kelimesinin kökeni Yunancadan gelmektedir. Boynuz sözcüğünün karşılığı olan "keramos" kelimesi seramik kelimesinin kökenini oluşturmaktadır. İçecek içmek için boynuz yerine zamanla seramik kaplar, bardaklar vb. kullanılması seramiğin bu şekilde anılmasına sebep olmuştur (Arcasoy,1983).

Seramik geleneksel olarak organik olmayan malzemelerden oluşan bileşimlerin, çeşitli bir biçime getirildikten sonra sırlanarak ya da sırlanmayarak dayanıklılık kazanılması için fırında pişirildikten sonra ortaya çıkan sertleşmiş ve gevrekleşmiş malzeme olarak tanımlanabilir. Gerçek ve bilimsel anlamda seramik; metal ve alaşımları dışında kalan, polimer olmayan, inorganik sayılan mühendislik malzemeleri ve bunların ürünlerini kapsayan malzemeler olarak belirtilebilir (Arcasoy,1983)

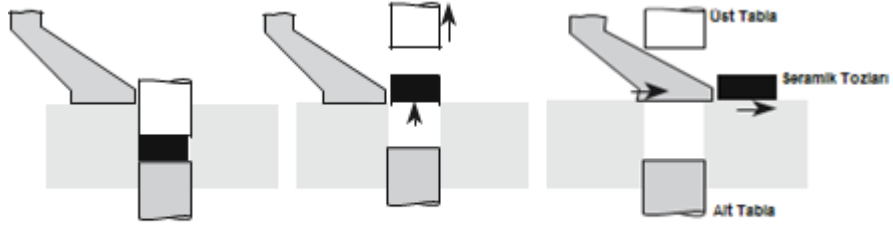
Seramikler metal ve metal dışı elementlerin dışında kalan bileşiklerdir. Seramik malzemelerin büyük kısmını karbürler, oksitler ve nitrürler oluşturur. Alümina (Al_2O_3), silika (SiO_2), silisyum karbür (SiC), silisyum nitrürün (Si_3N_4) yanında kilden oluşan porselen gibi malzemeler endüstride yaygın olarak bilinen ve kullanılan seramik malzemelerdir. Mekanik özellikleri açısından yüksek dayanım ve rijitliğe sahiptir, aynı zamanda fevkalade gevreklerdir. Bundan dolayıdır ki gelişen teknolojiyle birlikte nitelikleri iyileştirilen seramik malzemeler, ısı ve dayanım gibi ortamların zorlayıcılığına karşı daha mukavemetli hale gelmiştir (Callister ve Rethwisch, 2014). Polimer matrisli kompozit gibi malzemeler hidrokarbon yapısı nedeniyle yüksek sıcaklıklarda kullanılamazken, seramikler yüksek yoğunluğa sahip metallere bile tercih edilebilmektedir. Düşük yoğunlukları, hafiflikleri ayrıca oksitlenmeye karşı yüksek dirençleri nedeniyle seramik malzemeler yüksek sıcaklıklarda kullanılmaya uygun malzemelerdir. Kompozit malzemelerin üretiminde de kullanılan seramiklerin kullanım alanı genişlemektedir (Kalemtaş, 2015).

Ancak en heyecan verici olanı, son 20 yılda bir dizi yüksek performanslı mühendislik seramiklerinin geliştirilmesidir. Çok zorlu uygulamalarda metallerin yerini alabilir ve büyük ölçüde iyileştirebilirler. Sialon (SiAlON) veya yoğun alüminadan (Al_2O_3) yapılmış kesme aletleri, en iyi metal aletlerden daha hızlı ve daha uzun ömürlü olmaktadır. Mühendislik seramikleri aşınmaya karşı oldukça dayanıklıdır: örneğin tarımsal aletlerden olan tırmık gibi makinelerin ömrünü 10 kat arttırabilir. İnert ve biyolojik olarak uyumludurlar, bu nedenle yapay eklemler (aşınmanın büyük bir sorun olduğu yerlerde) ve diğer implantları yapmak için iyidirler (Asbhy ve Johns, 1998).

Geleneksel ve ileri teknoloji seramiklerin çoğunda seramik malzemeyi oluşturacak tozlar bir araya getirilir, sıkıştırılır ve şekillendirme işleminin ardından sinterleme sonucu üretilirler. Seramiklerin üretim aşaması kısaca; toz hazırlama, şekillendirme işlemi veya döküm, kurutma ve en son sinterleme süreçlerinden meydana gelir (Uçar, 2008). Ayrıca hazırlanan tozlara mekanik ve fiziksel özelliklerin iyileşmesi veya imal sürecindeki hataları önlemek amacıyla katkı maddeleri de eklenebilmektedir. Belli başlı seramik üretim yöntemleri aşağıda açıklanmıştır.

3.1. Kuru Presleme

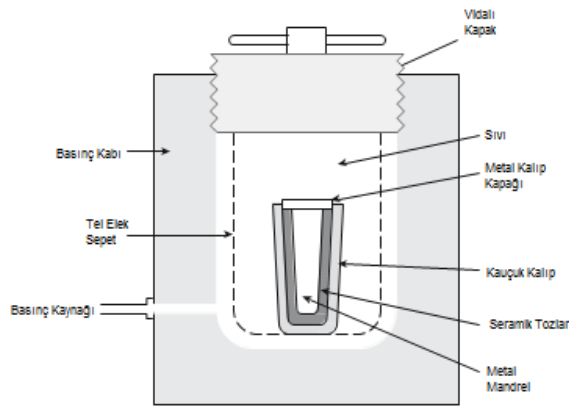
Kuru presleme, basit katı şekillerin oluşumu için idealdir ve üç temel adımdan oluşur: kalıbın doldurulması, içindekilerin sıkıştırılması ve preslenmiş katının çıkarılmasıdır. Preste hem üst hem de alt tablalar hareketli olabilir ya da alt tabla sabit üst tabla hareketli de olabilir. Alt tabla düşük konumda olduğunda kalıpta bir boşluk oluşur ve bu boşluk serbest akışlı toz ile doldurulur. Kuru preslemede toz karışımı ağırlıkça % 0 ila % 5 arasında bir bağlayıcı içerebilir. İki tabla arası boşluk doldurulduktan sonra pres istenilen hacim veya basınca tozu sıkıştırır. İyi netice alabilmek için 20 ila 200 μm arası olacak şekilde partikül boyutu ayarlanmalıdır. Basınç 300 MPa değerine kadar yüksek olabilir. Şekil 3.1. kuru presleme işleminin şematik bir diyagramını göstermektedir (Carter ve Norton,2007).



Şekil 3.1. Kuru presleme işleminin şematik diyagramı (Carter ve Norton,2007)

3.2. İzostatik Presleme

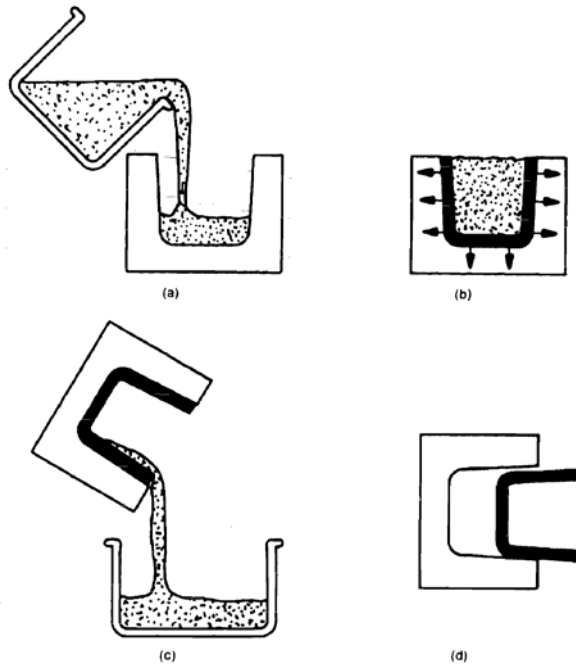
İzostatik presleme, tekdüze bir yoğunluk dağılımı ile sonuçlanan çok yönlü basınç kullanır. Bu teknik oda sıcaklığında (Soğuk İzostatik Presleme-Cold Isostatic Pressing-CIP) veya yüksek sıcaklıklarda (Sıcak İzostatik Presleme-Hot Isostatic Pressing-HIP) yapılabilir (Topçu,2007). Deforme olabilen bir kalıp ve torba seramik toz ile doldurulur, kalıbın etrafını saran ortam su veya yağ içerisine bırakılır ve bu ortama 30 ile 700 MPa arasında değişen basınç uygulanır. Burada kullanılan kalıp malzemesi oldukça elastik bir yapıya sahip olmalıdır, presleme sırasında deformasyona karşı dirençli olmalıdır (Pekdemir,2019). Şekil 3.2. izostatik presleme işleminin şematik bir diyagramını göstermektedir.



Şekil 3.2. İzostatik presleme işleminin şematik diyagramı (Carter ve Norton,2007)

3.3. Slip Döküm Yöntemi

Slip döküm yöntemi de seramik üretim yöntemlerinden biri olup, tarihi eskilere dayanmaktadır. Şekillendirme sürecinde, seramik tozları % 25-30 veya daha fazla su veya başka bir çözücü ile bilyalı değirmende karıştırılıp çamur haline getirilir. Hazırlanan çamur (slip), alçı kalıplara dökülür. Çamur, gözenekli alçı kalıp tarafından emildikten bir müddet sonra fazla gelen slip boşaltılır ve akabinde şekillenmiş olan malzeme kalıptan çıkarılır. Slip hazırlanırken seramik tozların tane boyutu ve iyi biçimde birbirine karışmış olmasına özen gösterilmelidir. Homojenliği sağlamak ve iyi bir süspansiyon eldesi için ultrasonik kontrol yöntemleri kullanılmalı ve elektrolit ilavesi gereklidir (Çalışkan,2016). Şekil 3.3. Slip döküm işleminin şematik bir diyagramını göstermektedir.

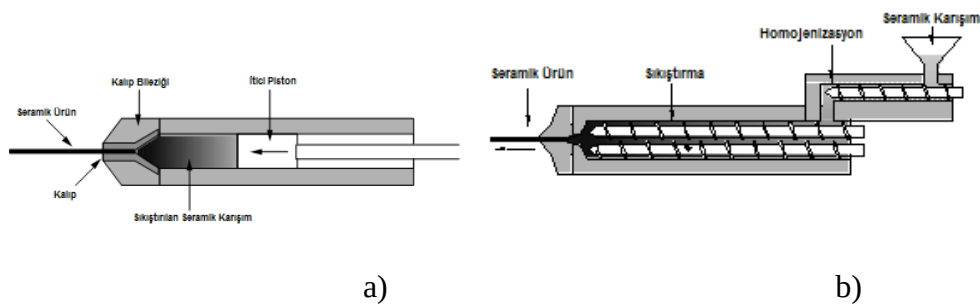


Şekil 3.3. Slip döküm işleminin şematik bir diyagramı. (a) Slip kalıba doldurulur, (b) Slip kalıp duvarı boyunca emilir, (c) fazla slip boşaltılır ve (d) kalıpta kuruyan döküm ürünü çıkartılır (Richerson,1992).

3.4. Ekstrüzyon ve Enjeksiyon Yöntemi

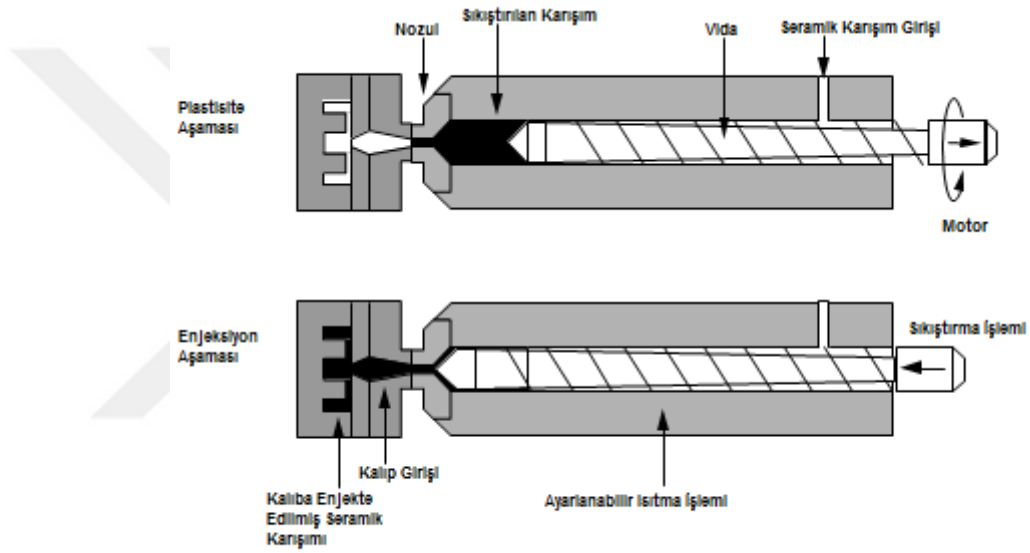
Ekstrüzyon ve enjeksiyon kalıplama teknikleri plastik şekillendirme prosesleridir. Ekstrüzyon ve enjeksiyon kalıplama, en son işleme ve yüzey bitirme işlemi gerektiren karmaşık şekillere ve dar boyutlu toleranslara sahip parçaların tekrarlanabilir bir şekilde ve yüksek bir çıktı oranında üretilmesine izin verir (Boch ve Niepce,2007).

Ekstrüzyon yönteminde hazırlanan seramik karışım bir kalıp içerisinden geçirilerek istenilen kesite sahip yeşil seramiğin (ürün) elde edildiği bir süreçtir. Enjeksiyon kalıplamadan en büyük farkı ekstrüzyonda içi doldurulan bir kalıp bulunmaz, seramik karışım geçtiği kalıbın şeklini alır ve istenilen uzunlukta ürün elde edilebilir. Tuğla, kiremit ve elektrik porselenleri gibi bir takım klasik seramikler bu yöntem ile üretilir. Bu yöntem ile üretilen teknik seramikler refrakter fırın tüpleri, emisyon kontrol ekipmanlarında kullanılan katalitik konvertörler ve ısı değiştiricilerde kullanılan katalizör taşıyıcısı bal peteği seramik ürünler, lambalarda kullanılan saydam alümina tüpler, çok küçük elektrik ve elektronik parçaların yanı sıra ağırlığı 1 tona yaklaşan grafit elektrotlardır. Pistonlu ve vida itkili olmak üzere iki çeşit ekstrüzyon makinası bulunur. Kısaca işlemler, seramik tozunun hazırlanması, hazırlanan karışımın havası alınana dek yoğrulması, karışımın ekstrüzyon edilerek kalıptan istenilen şekilde çıkarılması ve istenilen uzunlukta kesilmesi olarak sıralanabilir. Ayrıca tipik bir ekstrüzyon işleminde PVA, poliakrilamid ve polisakkarit gibi bağlayıcılar seramik tozuna katkı olarak eklenen bazı maddelerdir (Pekdemir,2019). Şekil 3.4’te ekstrüzyon işlemi şematik olarak görülmektedir.



Şekil 3.4. Ekstrüzyon işleminin şematik görüntüsü A) Pistonlu sistem, B) Vidalı sistem (Boch ve Niepce, 2007)

Enjeksiyon ile üretim özellikle karmaşık şekilli ve toleransları keskin olan seramik malzemelerin üretiminde kullanılır. Bazı nozullar, türbin pervaneleri, elektronik bazı parçalar en önemli örnekler olarak verilebilir. Tıpkı ekstrüzyondaki gibi burada da belirli bir sıkıştırma işlemi olmakla beraber seramik tozu karışımı bir kalıbın içine basılarak şekil alması sağlanır. Kısaca bu yöntemde ilk olarak seramik tozlar uygun katkıları ilave edilerek enjeksiyona uygun reoloji ve plastisite sağlanır. Hazırlanan karışım piston veya vida ile sıkıştırılarak kalıba basılır. Kalıptan çıkan ürün sinterlemeye gönderilir ve nihai şeklini alır (Pekdemir,2019). Şekil 3.5. enjeksiyon yöntemini şematik olarak göstermektedir.



Şekil 3.5. Enjeksiyon yöntemini şematik olarak gösterimi (Boch ve Niepce,2007)

4. YSZ (YITRIA STABILIZED ZIRCONIA) VE ÖZELLİKLERİ

Zirkonya esaslı seramik malzemeler kendine has mikroyapısal ve mekanik özellikler göstermesi sebebiyle; korozyon ve aşınmaya karşı dayanıklı olması, ergime sıcaklığının yüksek olması, termal şoka mukavemetli olması, kırılma indisinin yüksek olması gibi özellikler gösterirler. Bu özellikler zirkonyanın yüksek sıcaklık uygulamalarında refrakter malzeme olarak, termal bariyer kaplama, yakıt pili ayrıca biyoyumlu olarak biyomalzemeler gibi birçok alanda kullanılmasını imkan sağlar. Özellikle son dönemlerde zirkonya esaslı seramiklerin dönüşüm toklaşma mekanizması gibi özelliklerinin geliştirilmesi ile zirkonya esaslı seramiklerin mühendislik uygulamalarında kullanımı artmıştır (Köroğlu,2013).

Zirkonya'nın tek başına çeşitli sıcaklıklarda üç faz halinde bulunması ve sıcaklık değişimlerinde yapısı gereği faz dönüşümlerine uğrayarak hacimsel değişimlere sebep olması, yüksek sıcaklıklarda kullanıma uygun olmamasına sebebiyet vermektedir (Döleker, 2018). Zirkonya'nın özelliklerinin çeşitli bileşiklerle katkılanarak geliştirilebilirliği ise, son dönemlerde stabilize zirkonya yapısı üzerine yapılan çalışmalarda artış sağlamıştır (Yılmaz,2011). Buna istinaden yitria ile stabilize zirkonya, üstün mekanik özellik göstermesi sebebiyle yüksek kırılma mukavemeti ve tokluk gerektiren uygulamalarda tercih edilen bir malzeme olmuştur (Sönmez, 2009).

4.1. Zirkonya

Zirkonyum sembolü “Zr” olan, periyodik cetvelde 4B grubunda bulunan elementlerdendir. Zirkonya kelimesinin manası Arapça altın rengi anlamındaki zargondan gelmektedir. Alman kimyager Martin Heinrich Klaproth 1789 senesinde zirkon taşını ısıtmak suretiyle elde etmiştir. Erime derecesi 1800°C ve kaynama dereceside 4300°C'dir (Çıtak, 2014).

Doğada saf halde bulunmayan zirkonyumun bilinen en yaygın mineralleri zirkon ($ZrSiO_4$) ve baddeleyit (ZrO_2) mineralleridir. Baddelleyit aynı zamanda 'Zirkonya' ve 'Zirkonyum Oksit' olarak bilinir. Zirkonyum, ağırlıkça yaklaşık %0,02 oranında yer kabuğunda bulunur. Dünyada ZrO_2 genel olarak Brezilya'da; $ZrSiO_4$ ise Avusturya ve Hindistan'da bulunmaktadır (Kaplan, 2017).

ZrO₂ birçok özelliklere sahip bir malzemedir. ZrO₂, yüksek sıcaklıklarda yüksek iyonik iletkenlik, katalitik-optik-ısı ve mekanik özelliklerde üstün performans sağlayan hem asidik, hem de bazik merkezler taşıyan tek geçici metal oksididir. Bu yüzden, katalitik membran reaktörleri, yakıt hücresi anotları, nem ve oksijen sensörleri gibi elektrik malzemelerle birlikte, fonksiyonel seramikler alanında da büyük ölçekte kullanılmaktadır (Yang vd, 2008).

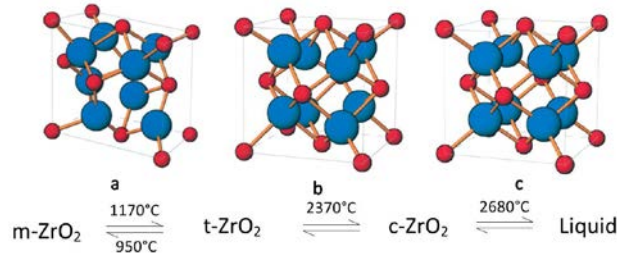
Özellikle 1975 yılından itibaren dönüşüm toklaşmasının keşfedilmesiyle birlikte teknolojide yoğun olarak kullanılmaya başlanan zirkonyanın üstün özellikleri; termal genleşme katsayısının düşük olması, ergime sıcaklığının yüksek olması, termal şok direncinin yüksek olması, asidik kimyasal maddelere direnç, korozyon ve aşınmaya karşı yüksek direnç, yüksek sıcaklıkta iyonik iletkenlik, yüksek kırılma tokluğu olarak sıralanabilir. Bu özellikler zirkonyayı ısıtıcı eleman olarak, refrakter malzeme olarak, izolasyon malzemesi üretiminde, aşındırıcı olarak ve kesici aletlerde, ekstrüzyon kalıplarında ve aşınmaya dirençli makina parçaları üretiminde, oksitlenme ve termal bariyer amacıyla yapılan seramik kaplama olarak dizel motorlarda, türbin kanatlarında vb. gibi uygulamalarda kullanılmasına yol açmıştır (Geçkinli, 1992).

4.1.1. Zirkonya'nın kristal yapısı

Saf ZrO₂ farklı sıcaklıklarda 3 farklı kimyasal yapıda bulunur. ZrO₂ oda sıcaklığından 1170°C'ye kadar tabi hali olan monoklinik yapıda, 1170 - 2370°C arasında tetragonal, 2370°C yukarısında ise kübik kristal kafes yapısına sahiptir ve 2680°C'de ergime gerçekleşir. Sıcaklığın artışına bağlı olarak kristal kafes yapısında %3 ila %5 oranında hacim genişlemesi gerçekleşir (Ramazanoğlu,2002).

Monoklinik kafes yapısından, tetragonal yapıya geçiş sırasında (t→m faz dönüşümü) yaklaşık %4.5'luk hacim artışı olmaktadır. Bu sebepten yapıda gerilmelerin ve çatlakların oluşumuna ayrıca ısı çevrim boyunca yapıda parçalanma ve/veya bulunduğu yüzeyden ayrılma (spallation) gerçekleşmektedir. Bunun nedeni olarak hacim artışına ilaveten monoklinik faz, tetragonal faz ve kübik fazlar arasındaki termal genleşme katsayısı farkı da etkili olmaktadır. Kafes yapısında oluşacak değişimin önüne geçmek açısından zirkonyum dengeleyicilerle (MgO, CaO, Y₂O₃(Yitria) gibi toprak alkali ve nadir elementlerin oksitleri) birleştirilerek bir nevi kafes yapısı güçlendirilir ve kullanılır.

(Çiftiyürek,2009). Şekil 4.1. zirkonyanın sıcaklığa bağlı olarak kafes yapısı dönüşümünü ve kafes yapılarını göstermektedir.

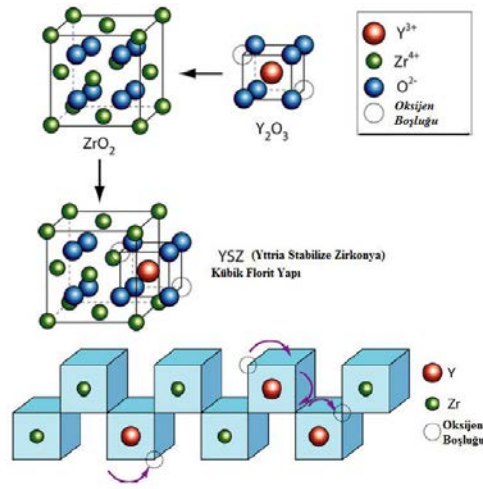


Şekil 4.1. Zirkonyanın sıcaklığa bağlı olarak kafes yapısı dönüşümü ve kafes yapıları
a) Monoklinik, b) Tetragonal, c) Kübik (Hannick vd.2000)

4.1.2. Zirkonya'nın stabilizasyonu

Zirkonyanın tetragonal–monoklinik faz değişimi esnasında yaşanan %3-5'lik hacimsel hacimsel değişiklik, saf zirkonya seramiğinde kırılma sınırlarını aşır, bünyede çatlaklara neden olmaktadır. Bu durum saf zirkonyanın endüstriyel uygulamalarını bir hayli kısıtlamaktadır. Tetragonal-monoklinik dönüşümü sayesinde hem sertlik hem de tokluk özelliklerinin arttırılabileceği üzerine yapılan çalışmalar, zirkonya seramiklerin fabrikasyonu açısından çok önemli bir yer taşımaktadır. Bu sebeple CaO, MgO, Y₂O₃ veya CeO₂ gibi stabilize edici oksitlerin katkı maddesi olarak kullanılması ile, zirkonya ana fazlı seramiklerde istenilen kristal yapıyı oda sıcaklığında tutmak mümkündür. Dolayısıyla bu stabilize işlemi, strese bağlı t-m faz dönüşümünü kontrol etmeye ve çatlak yayılımını durdurmayı sağlar (Uz,2018).

Bu katkılar içerisinde Y₂O₃ etkili ve çokça kullanılabilen stabilize malzemesidir. Y⁺³ düşük değerlikli katyon katkılar zirkonya kafesine girdiğinde, Zr⁺⁴ atomuyla yer değiştirir ve elektriksel nötralizasyon için, oksijen alt kafeslerinde hareketli oksijen boşlukları oluşturur. Zr atomları etrafındaki dağılmış olan boşluklar, O-O bağlarının itme kuvveti azaltır ve sıcaklık değişimleri boyunca oluşan büzülme ve genleşmeyi dengeleyici rol oynar. Şekil 4.2. ZrO₂ kafesi Y₂O₃ ile katkılanırıldığında sistemde iki oksijen boşluğu oluşurken, ortaya çıkan üç oksijen boşluğunu göstermektedir. Bu sayede stabilize edilen c-ZrO₂ istenilen özelliklere kavuşmuş olmaktadır (Yılmaz,2011).



Şekil 4.2. YSZ sisteminin oluşumu (Sönmez, 2009)

4.2. Yttria Stabilize Zirkonya

Günümüzde stabilizatör amaçlı yaygın olarak Y_2O_3 kullanılmaktadır. Saf zirkonya yapısının içine çeşitli oranlarda Y_2O_3 ilavesi ile çeşitli şekillerde YSZ elde edilmektedir (Bultan vd, 2010). Çeşitli oranlarda Y_2O_3 ilavesi ve oksit metal ilavesi neticesinde ZrO_2 , kısmi stabilize zirkonya (PSZ), tamamen stabilize zirkonya (FSZ) ve tetragonal zirkonyum polikristalleri (TZP) olarak üç farklı fazda stabilize hali sergilemektedir (Uz,2018).

%3 mol yttria stabilize tetragonal zirkonya (t- ZrO_2), parçacık boyutu çok ince olmakla birlikte, bu şekilde üretimi yapıldığında aşınma direnci yüksek olmakta ve kesici uçlarda kullanılabilir. Üstün dayanımı, yarı şeffaflığı ve diş rengine benzer renkte olması dental uygulamalarda sık kullanılan bir malzeme olmasına imkan vermiştir. % 8 mol yttria stabilize zirkonya (c- ZrO_2), alternatiflerine oranla yüksek sıcaklıklarda oksit iyon iletkenliği ve düşük maliyeti nedeniyle katı oksit yakıt hücrelerinde kullanılabilir (Yang vd, 2008)

5. SERAMİK MALZEME ÜRETİMİNDE BAĞLAYICI MADDELER VE SİNERLEME SÜRECİ

Seramik malzeme üretiminde kalıplanan tozları bir arada tutmak ve sinterleme esnasında numunenin yapısının bozulmamasını sağlamak ve numunenin yapısının mukavemetli olması için toz karışımlara bağlayıcılar eklenmektedir. Bağlayıcılar sürecin sıkıntısız ilerlemesi için önemli bir etkiye sahiptir.

Üretilen seramik tozunun tam bir akışkan duruma getirilmesi, tanelerin arasındaki açıklık ve gözeneklerde azalma meydana gelmesi için bağlayıcılar kullanılmalıdır. Uygun bağlayıcı ile seramik tozda plastikleşme artar parçacıkların birbirine tutunması kolaylaşır (Pekdemir, 2019)

Karışımın hazırlanmasından sonraki aşamalardan en önemlilerinden birisi sinterleme işlemidir. İleri teknolojik seramiklerin üretiminde kullanılan sinterleme yöntemi sonucunda nihai mikroyapıya doğrudan etki edecek değerlerin iyi bilinmesi gereklidir. Numune tozları arasındaki mesafe pres yöntemiyle azaltılarak bir araya getirilir. Taneler arası iyi bir pekişme olması için gerekli şartlar altında sinterleme işlemi yapılmalıdır. Sinterleme prosesi öncesi numunenin uygun bağlayıcı, şekillendirme ve tane boyutu gibi parametrelere dikkat edilip özenle hazırlanması gerekir (Geçkinli, 1992).

5.1.Seramik Malzeme Üretiminde Kullanılan Bağlayıcı Maddeler

Seramik tozuna bir bağlayıcı eklemek genellikle ihtiyaç duyulur. Bağlayıcının iki işlevi vardır; ekstrüzyon gibi bazı şekillendirme yöntemlerinde, bağlayıcı şekillendirme için gerekli plastisiteyi sağlar ve bağlayıcı ayrıca kuru toz yapısının, şekillendirme ve sinterleme arasındaki geçişin oluşmasında gereklidir (Carter ve Norton, 2007).

Şekillendirme işlemine bağlı olarak bağlayıcı maddeler oluşum için gereklidir. Tozların işlenmesi ve mukavemeti için bağlayıcılar eklenir. Bağlayıcı ve seramik tozunun uyumu, üretim aşamasında işleme kolaylığı bakımından ve sertleşme aşaması açısından önemlidir. Örneğin; sakız, balmumu, termoplastik reçineler ve ısıyla sertleşen reçineler suda çözünür değildir ve slip döküm için bir fayda sağlamaz, ancak enjeksiyon kalıplama yönteminde toz hazırlamak için kullanılan sıcak

kariřtırma iin mkemmeldir (Richerson, 1992).

Katkı maddeleri bileřimde organik veya inorganiktir. Sentetik veya doęal kkenli olabilen organik katkı maddeleri, sinterleme ařamasından nce neredeyse tamamen (rneęin piroliz yoluyla) ıkarılabildikleri iin ileri seramiklerin oluřturulmasında daha fazla kullanım alanı bulurlar. Bu nedenle, nihai rnn mikro yapısını bozabilecek kalıntıların varlıęı byk lde ortadan kaldırılmaktadır (Rahaman,2003). Baęlayıcı, seramik partikllerini kaplar, presleme sırasında yaęlama ve preslemeden sonra geici bir baę saęlarlar. Presleme iin gereken organik baęlayıcı miktarı olduka dřktr, tipik olarak aęırlıka% 0.5 ila % 5 arasındadır. Organik baęlayıcılar normalde yksek sıcaklıkta yoęunlařtırma ařaması sırasında ayrıřtırılır ve gazlar halinde evrilir. Bazı baęlayıcılar, zellikle indirgeyici kořullar altında ateřlenirse bir karbon kalıntısı bırakır. Ayrıca inorganik baęlayıcılar da mevcuttur. Kaolinit gibi kil mineralleri iyi bir rnektir. Kaolinit tabakalı bir yapıya sahiptir ve esnek, plastik bir kariřım elde etmek iin su ile etkileřime girer. Bununla birlikte, iřlem adımlarında yapıyı ve mukavemeti sınırlandıracak byk kusurlar olmaması iin preslemeden nce kk yaęlayıcı ve nem ilaveleri gerek olmaktadır (Richerson, 1992).

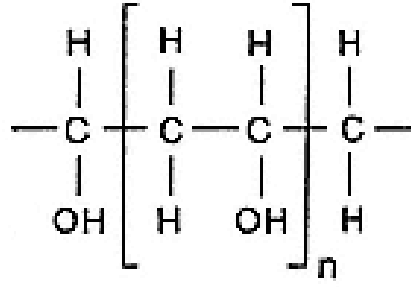
Organik katkı maddeleri ayrıca ok eřitli bileřimlerle sentezlenebilir, bylece zel uygulamalar iin ok sayıda kimyasal saęlarlar. İnorganik katkı maddeleri genellikle oluřturma ařamasından sonra yapıdan ıkarılamaz ve uygulamalarda, zellikle kalıntıların nihai rnn zellikleri zerinde olumsuz bir etkiye sahip olmadığı geleneksel seramik endstirisinde kullanılır. Baęlayıcılar tipik olarak, paracıklar arasında kprler oluřturarak seramik toz kariřımına g saęlama iřlevine hizmet eden uzun zincirli polimerlerdir. Bazı řekillendirme yntemlerinde (rn., Enjeksiyon kalıplama), řekillendirme iřlemine yardımcı olmak iin besleme malzemesine plastiklik de saęlarlar. Bazıları suda znrken dięerleri organik sıvılarda znr olan ok sayıda organik madde baęlayıcı olarak kullanılabilir (Rahaman, 2003). izelge 5.1.'de organik ve inorganik baęlayıcılar gsterilmiřtir.

Çizelge 5.1. Organik ve inorganik bağlayıcılar (Richerson, 1992)

Organik bağlayıcılar	İnorganik Bağlayıcılar
Polivinil alkol	Kil
Balmumu	Bentonit
Selüloz	Mg-Al silikatlar
Dextrin	Çözünen silikatlar
Termoplastik reçine	Organik silikatlar
Termoset reçine	Koloidal silika
Klorlanmış Hidrokarbonlar	Koloidal alümina
Alginat	Alüminatlar
Lignin	Fosfatlar
Lastik	Borofosfatlar
Sakız	
Nişasta	
Un	
Kazein	
Jelatin	
Albümin Protein	
Bitüm	
Akrilik	

5.1.1. Polivinil Alkol (PVA)

Seramik endüstrisinde kuru presleme işleminde en çok kullanılan bağlayıcılar lignosülfatlar, dekstrin, nişasta, selülozlar ve PVA'dır (Pekdemir,2019). Polivinil alkol (PVA), hidroksil gruplarıyla birlikte basit bir kimyasal yapıya sahiptir. PVA, vinil asetatın, polivinil asetata (PVA_c) polimerleşmesi ve sonra da PVA_c'nin hidrolizi sonucunda üretilir. PVA, hafif kokulu, beyaz granüller halde, suda çözünebilir yapıdadır. Sulu çözeltisi nötral veya hafif asidik karakterdedir. PVA'nın genelde uygulama alanları; kağıt sanayi, tekstil, gıda ambalajı, buharlaştırma ve tuz arıtım membranları olarak gösterilebilir (Kılıç, 2015). Şekil 5.1'de çok yaygın bir bağlayıcı, polivinil alkol PVA'nın moleküler yapısı gösterilmektedir. Parantez içindeki temel tekrarlayan yapısal birim mer olarak adlandırılır. n numaralı alt simge tarafından belirtilen molekül içindeki mer sayısı polimerizasyon derecesidir (Reed, 1995).



Şekil 5.1. Polivinil alkol PVA'nın moleküler yapısı (Reed, 1995)

5.2. Sinterleme Süreci

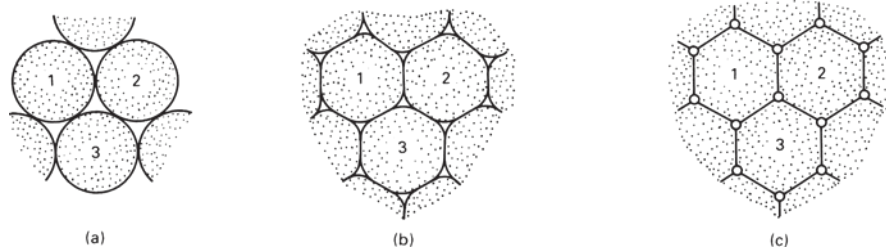
Seramik üretim sürecinin üç ana aşama sonunda (tozlar → şekillendirme → ısıt işlemler) gerçekleştiği kabul edilebilir. Sinterleme seramik üretim sürecinin temel aşamalarından biridir. Bununla birlikte, sinterleme işleminden sonra daha fazlası da vardır: Bu üç aşamadan sonra çeşitli bitirme işlemleri ile (rektifiye, dekorasyon, yüzey kaplama vb.) genellikle seramiği mükemmelleştiren işlemler yapılır (Boch ve Leriche, 2007). Sinterleme, toz kompozisyonları termal enerji kullanarak birleştirme tekniğidir. Bu teknik, çanak çömleklerin pişirilmesiyle tarih öncesi çağdan kaynaklanan en eski teknolojilerinden biridir. Günümüzde sinterleme, dökme seramik bileşenleri ve toz metalürjik parçaları üretmek için yaygın olarak kullanılmaktadır. Bir toz kompozisyonu termal enerji uygulandığında, tozlar yoğunlaştırılır ve ortalama tane büyüklüğü artar. Bu işlem sırasında sinterleme adı verilen temel olay yoğunlaşma ve tane büyümesidir (Milos, 2017).

Seramik malzemeler genellikle kristal yapılı olan seramik tozlarının karıştırılıp sıkıştırılması ve yüksek sıcaklıkta pişirilmesiyle üretilir. Sıkıştırılan tozların yüksek sıcaklık etkisiyle pişirilmesi “sinterleme” olayıdır (Gençkan, 2009). Sinterlemedeki amaç; basınç, difüzyon ve sıcaklık tesiriyle, numune bünyesindeki gözeneklerin ya da boşlukların ortadan kaldırılması durumudur. Sinterlenen malzemede iyi nitelikler elde edebilmek için, bünyesindeki boşlukların, mümkün olduğunca az olması gerekmektedir (Orlovskaya, 2003). Çeşitli sıkıştırma yöntemleriyle biraraya getirilen seramik tozları sinterleme işleminden sonra birbirlerine bağlanarak kuvvetli bir yapı oluştururlar (German, 1996).

Sinterlemede önemli hususlardan biri de mikroyapıdır. Hammadde özellikleri, işlem koşulları ve numune kompozisyonu sinterleme işleminin sonuçlarını doğrudan etkilemektedir. Seramik tozlar, ısı enerjisini kullanarak yoğunluğu kontrol edilebilen parçaların üretimi için sinterlenirler. Sinterleme toplam ara yüzey enerjisi azalmasıyla oluşur. Seramikler yüksek sıcaklıkta ergidikleri, kırılğan oldukları ve plastik deformasyona pek uğrayamadıkları için sinterleme tekniği ile üretilirler (Açıkbaş, 2017).

Seramik tozları sıkıştırıldığında, difüzyonun çok hızlı olduğu bir sıcaklığa genellikle ergime sıcaklığının $2/3$ 'ü kadar ($2/3 T_m$) ısıtıldığında, parçacıklar sinterlenir, yani daha sonra büyüyen ve daha sonra da yüzey alanını azaltan küçük boyunlar oluşturmak için birbirine bağlanırlar, ve tozun yoğunlaşmasına neden olurlar. En nihayetinde oluşan gözeneklilik de, mekanik mukavemet üzerinde sadece küçük bir etkiye sahip olan küçük, yuvarlak delikler şeklinde oluşur (Asbhy ve Johns, 1998).

İlk baştaki yapısında gözenekler bulunduran malzeme yüksek sıcaklığa maruz bırakıldığında bünyesinde çeşitli değişimler gözlenir. Bu değişimler morfoloji değişimi, boşluk boyutunun değişimi, tane yapısının değişimi olarak belirtilebilir. Şekil 5.2.'de meydana gelen değişim gösterilmiştir.



Şekil 5.2. Sinterlemede tane yapısı değişimi (a) Sıkıştırılmış toz partikülleri, (b) sinterleme işlemi sırasında, (c) gözeneklerin yüzey alanının (ve dolayısıyla enerjinin) azaltılması (son yapı genellikle küçük, neredeyse küresel gözenekler içerir.) (Asbhy ve Johns, 1998)

Sinterleme sıvı bir fazın varlığında veya yokluğunda meydana gelebilir. İçinde işlem sırasında bir miktar sıvı oluşacak şekilde seçilirse sıvı-faz sinterleme gerçekleşir. Bu süreç çok önemlidir ve teknolojik olarak seçim sürecidir. Sıvı bir fazın olmaması durumunda, işleme katı hal sinterleme denir (Barsoum, 1992).

5.2.1. Katı hal sinterlemesi

Katı hal sinterlemesi; katı toz taneciklerinin hiç bir ikinci sıvı faz olmadan yoğunlaşmasıdır. Katı hal sinterlemesinin aşamaları,

A) Yapışma: Tozların arasında bağ oluşması,

B) Başlangıç: Boyun büyümesi,

C) Ara: Gözeneklerin yuvarlaklaşması,

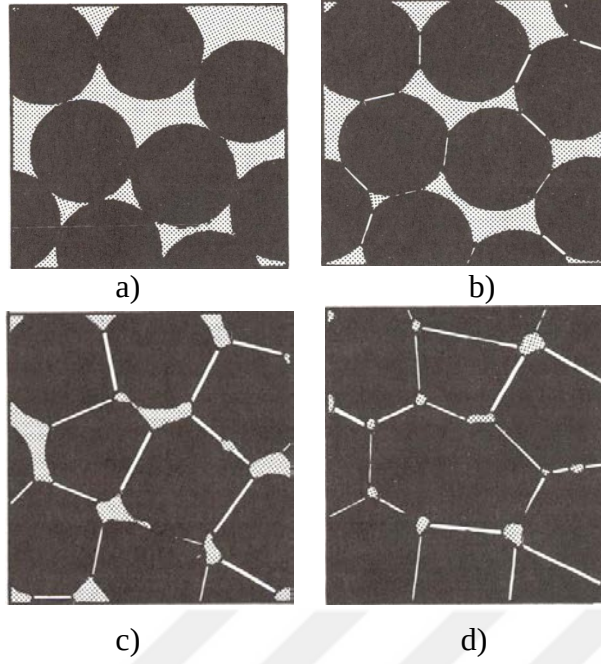
D) Son: Gözeneklerin küçülmesi ve yoğunlaşmasıdır (Palacı, 2000).

Katı hal sinterlemesinde, malzeme taşınması olayı yayınma ile gerçekleşir. Taşınımı kolaylaştırmak amacıyla süreç yüksek sıcaklıkta tatbik edilir. Bu süreçte gereken itici güç, serbest enerji farkından dolayı meydana gelir ve tane yüzeyiyle boyun bölgesi arasında gerçekleşir. Sinterleme süresi boyunca yapıda sıvı faz oluşumu görülmez ve yoğunluk artışı, difüzyon vb. gibi gerçekleşen durumlar katı halde oluşur (Haglund ve Argen, 1998).

Bağ oluşumu, atomların yayınması ve bunu takip eden tane sınırlarının oluşumu ile gerçekleşir. Bağ oluşturma işleminin büyük bir kısmı sinterleme sıcaklığına kadar geçen ısıtma ve sabit sinterleme sıcaklığının ilk kısmında oluşur.

Boyun büyümesi sinterlenen kütle içerisinde malzeme taşınımını gerektirir fakat gözenekler azalmaz. Yani kütlede büzülme olmaz ve gözeneklerin devamlılığını etkilemez. Gözenek kanallarının yuvarlaklaşması ve uzamasında gözenek yüzeylerinden boyun kısmına malzeme(kütle) taşınımıyla gözenekler daha yuvarlaklaşır ve kanallara doğru uzar. Gözenek kapanması ve yoğunlaşmasında gözenekler tamamen kapanır ve daha sonra gözenek küçülmesinin en önemli göstergesi olan sinterlenen parçanın hacimce küçülmesi meydana gelir. Bu olay katı malzemenin gözeneklere doğru, gözeneklerdeki gazların da dış yüzeye doğru hareketini içermektedir.

Sinterlemede parçaların atomik hareketleri genelde yayınma ağırlıklı oluşmaktadır. Pişirme sırasında bir çok kütle taşınım olayı gerçekleşmesine rağmen en önemli ve belirgin olan, yüzey ve hacimsel taşınım olmaktadır. Yüzey taşınım, buharlaşma-yoğunlaşması, yüzeysel yayınma ve yayınma taşınmasıdır. Hacim taşınım ise latis yayınması, tane sınırı yayınması ve plastik akıştır (German, 1996). Hacimsel taşınım yoğunlaşmayı yani büzülmeyi gerçekleştirirken yüzeysel taşınım kaynaşmayı sağlar ve tozlar arasındaki bağları kuvvetlendirir (Palacı, 2000). Şekil 5.3.'de katı hal sinterlemesinin aşamaları gösterilmiştir.



Şekil 5.3. Katı hal sinterleme aşamaları a) Yapışma, b) Başlangıç safhası, c) Ara aşama, d) Son aşama (German, 1996).

5.2.2. Sıvı hal sinterlemesi

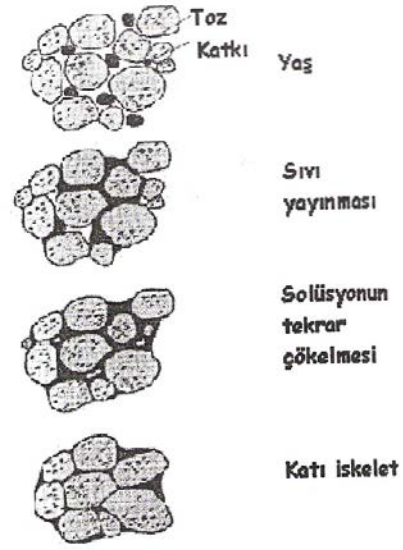
Sıvı faz sinterlemesi; sinterleme sıcaklığında bir ya da daha fazla yapının sıvı fazda bulunması durumudur. Proseste bazı koşullar sıvı faz sinterlemesi için oluşmalıdır. Sıvı ve katı faz sinterleme sıcaklığında uzun müddet bulunmalı, katı fazın sıvı faz arasındaki çözünürlüğünün bir sınırı olmalı, sıvı faz gereken yoğunluğu sağlayacak kadar olmalı, soğuma için katı faz taneleri mümkün olduğunca küçük olmalı ve katı faz sıvı faz ile tamamen çevrilmelidir (Palacı, 2000).

Bir seramik toz karışımının ısıtılması sırasında bir sıvı faz oluşurken, katı partiküller arasındaki ince ve kaba kanallar arasındaki kılcal basınç farkı nedeniyle sıvı faz, ince kılcal damarlara akar. Katı parçacıklar bu sıvı akışı ile yeniden dağıtılabilir ve sıvı faz sinterleme modellerinde bu duruma "parçacık yeniden düzenlemesi" denir. Sıvı akışı ile parçacık yeniden düzenleme olasılığı, sadece sıvı hacim kısmı değil, aynı zamanda sıvı oluşumu anındaki sinterleme derecesi ve parçacık boyutu da dahil olmak üzere çeşitli faktörlere dayanır. Sinterleme ilerledikçe, gözeneklerin ortadan kaldırılması ve tanelerin büyümesi aynı anda bir sıvı matriste meydana gelir (Kang, 2005).

Birçok seramik sisteminde, sinterleme ve mikro-yapısal evrime yardımcı olmak için yaygın olarak bir sıvı fazın oluşumu kullanılır. Genellikle sıvı faz sinterlemesinin amacı yoğunlaşma oranlarını arttırmak, hızlandırılmış tane büyümesi sağlamak veya spesifik tane sınırı özellikleri üretmektir. Sıvı fazın ve yoğunlaştırma sonrasında elde edilen katılaşmış fazların dağılımı, sinterlenmiş malzemenin gerekli özelliklerinin elde edilmesi için kritik önem taşımaktadır. Genellikle, sinterleme sırasında oluşan sıvı miktarı küçüktür, tipik olarak sıvı hacminin kesin kontrolünü zorlaştırabilecek hacimce yüzde bir kaçtan (hacimce %) daha azdır. Al_2O_3 gibi bazı sistemlerde, sıvı faz miktarı çok küçük olabilir ve katı hal sinterlemesi içerdiğine inanılan birçok çalışmanın, daha sonra dikkatli yüksek çözünürlüklü geçirimli elektron mikroskopisi ile ortaya çıkardığı gibi aslında sıvı silikat fazları içerdiğini tespit etmek çok zor olabilir (Rahaman, 2003).

Düşük sıcaklık uygulamalarında kullanılan seramik ürünlerin önemli bir kısmı, tane sınırlarında dağılmış az miktarda camsı faz içeren ağırlıklı olarak kristal malzemelerdir. Örnek olarak bir kalsiyum magnezyum alüminosilikat cam fazı içeren buji izolatörleri, titanatlar ve hacimce %2 kurşun silikat cam içeren sert ferritler verilebilir. Sıvı her bir taneyi kapladığında, malzeme genellikle daha düşük bir sıcaklıkta daha yüksek bir yoğunluğa sinterlenebilir ve daha az abartılı tane büyümesi eğilimi ortaya çıkabilir. Ayrıca, camsı faz, basılı kalın bir filmin veya bir sıranın yapışmasını geliştirmek için gerekli olabilir. Bununla birlikte, camsı fazın homojen olmayan bir şekilde dağıldığı sistemlerde, farklı yoğunlaştırma ve tane büyümesi oranları homojen olmayan bir mikro yapı ve daha düşük bir ortalama yoğunluk üretebilir (Reed, 1995).

Sıvı hal sinterleme işleminde üç aşama vardır. Birinci aşamada düzenlenme aşaması olup sıvı faz içine taneler hareket durumundadır. Sıvı faz boşuklara akar ve tanelerin taşınımını sağlar. İkinci aşama çözünme ve tekrar çökelme aşamasıdır. Katı faz sıvı fazda çözünebilirse bu aşama olur. Yoğunlaşma birinci duruma göre daha fazladır ve sıvı içindeki katı çözünürlüğü artar. Üçüncü aşama faz bağlantısı aşamasıdır. Katı hal sinterlenmesi oluşur ve yapı ortaya çıkar. Şekil 5.4.'te sıvı hal sinterleme olayı görülmektedir (Soyhan, 2007).



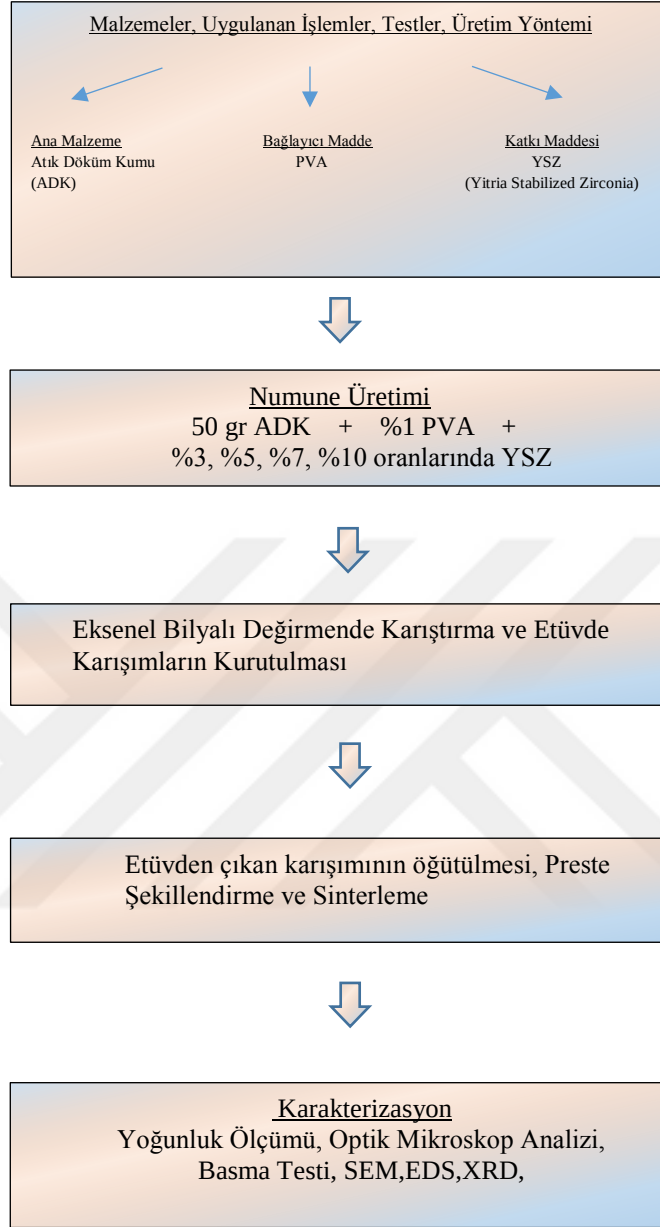
Şekil 5.4. Sıvı hal sinterleme aşamaları (German, 1994)

6. DENEYSEL ÇALIŞMALAR

6.1. Giriş

Bu tez çalışmasında, bertaraf edilmek üzere işletmeden ayrılan atık döküm kumlarına bağlayıcı olarak PVA ve dört farklı oranda YSZ eklenerek numuneler üretilmiştir. Bu üretilen numuneler sinterlenmiştir. Üretilen tozlar XRD analizine tabi tutulmuştur. Atık döküm kumu elek analizi cihazında elenerek 100 µm boyutuna erişen tozlar kullanılmıştır. Üretilen tozlara, %1 PVA ve %3, %5, %7 ve %10 oranlarında YSZ katkısı eklenmiş ve dört farklı toz karışımı üretilmiştir. Oluşan toz karışımı 3 saat boyunca bilyalı değirmende 300 rpm devirde öğütülerek tane yapısı küçültülmek istenmiştir. Bulk numuneler yalnızca bilyalı değirmen kullanılarak üretilmiştir. Hazırlanan toz karışımları tek eksenli manuel hidrolik pres vasıtasıyla 8 ton basınç altında 1x1x1 boyutlarında olacak şekilde şekillendirilmiştir. Şekillenen numuneler 1 °C/dk. sinterleme hızıyla sinterlenerek bağlayıcı olan PVA uzaklaştırılmıştır. Asıl sinterleme işlemi 1200 °C sıcaklıkta 5 saat boyunca tatbik edilmiştir. Sinterlenen numunelere karakterizasyon kapsamında bulk yoğunluk ölçümleri, mekanik testler(basma testi), optik mikroskopta inceleme, SEM, EDS, XRD analizleri yapılmıştır. Şekil 6.1.'de deneysel süreç şeması gösterilmiştir.

DENEYSEL SÜREÇ ŞEMASI



Şekil 6.1. Deney Akış Şeması

6.2. Malzemeler

Bu başlık altında çalışmada kullanılan atık döküm kumu, polivinil alkol ve yitria stabilize zirkonya malzemelerinin özellikleri ve kullanım şekilleri anlatılmıştır.

6.2.1. Atık Döküm Kumu (ADK)

Çalışmada kullanılan atık döküm kumu Samsun’da bulunan bir döküm fabrikasından temin edilmiştir. Toz numunenin ilk boyutları 500 µm civarında olup içerisinde bulunduğu ambalaj ve oda şartlarından ötürü büyük parçalı ve topaklanmış vaziyette bulunan kısımları mevcuttu. Tozların bu kusurlarının giderilmesi maksadıyla öncelikle halkalı öğütücüde öğütülmüş ve boyutları azaltılmıştır. Şekil 6.2’de görülen Ünal Marka HO-1000 halkalı öğütücü cihazı, bu maksatla kullanılmış ve 3 dk. boyunca öğütme işlemi yapılmıştır. (Halkalı öğütücü içerisinde ADK numunelerinden biri bulunmaktadır.)



Şekil 6.2. Ünal Marka HO-1000 halkalı öğütücü cihazı

Öğütme işleminden sonra öğütülen tozların aynı boyutlara indirgenmesi maksadıyla elek analizi cihazına ihtiyaç duyulmuştur. Fritsch marka elek analizi cihazı kullanılarak eleme yapılmıştır. 500 μm boyutundaki elekten başlamak suretiyle en son kademeli olarak 100 μm boyutuna kadar eleme yapabilmektedir. Halkalı öğütücüde öğütülen tozların %80'den fazlası elenmiş ve yalnızca bu tozlar kullanılmıştır. Şekil 6.3'te elek analizi cihazı görülmektedir.



Şekil 6.3. Elek analizi cihazı

6.2.2. Polivinil Alkol (PVA)

Polivinil Alkol beyaz renkli, kokusuz ve suda çözünebilen organik bir bileşiktir. Seramik malzemelerin üretiminde sıkça kullanılan ve kolay ulaşılabilen katkı maddesidir. Bu tez çalışmasında da bağlayıcı olarak kullanılmıştır. Bağlayıcılar görevi olan bağlama vazifesini yaptıktan sonra içinde bulunduğu sıkıştırılmış seramik tozundan uzaklaştırmalıdır. Sinterleme işlemi ile birlikte PVA sıcaklıkla birlikte bozunarak bünyeden uzaklaşmış bulunmaktadır. Şekil 6.4'te PVA tozu görülmektedir.



Şekil 6.4. PVA tozu

6.2.3. Yitria Stabilize Zirkonya (YSZ)

Ergime sıcaklığının yüksek olması, asidik ve kimyasal ortamlara dayanıklılığı, korozyona ve aşınmaya dayanıklı olması vb. özellikleri nedeniyle yitria stabilize zirkonya sıkça kullanılan bir materyal olup ileri teknoloji seramiklerin özelliklerinin geliştirmesini sağlamıştır. Zirkonyanın kafes yapısının sıcaklığa bağlı nedenlerden ötürü dönüşümünü engellemek için yitria ile stabil hale getirilmiştir. Bu sebeple gerilmeden oluşan çatlaklar, ısıya bağlı zamanla yapının parçalanması ve bulunduğu yüzeyden ayrılma gibi olumsuzluklar engellenmiştir. Bu çalışmada da %1 PVA ile bağlanmış atık döküm kumuna sırasıyla %3, %5, %7 ve %10 YSZ takviyesi ile mevcut yapısının güçlendirilmesi amaçlanmıştır.

6.3. Seramik Tozların Üretim Süreci

6.3.1. Eksenel bilyalı değirmende (Gezegen tipi değirmen) karıştırma ve üretim süreci

Seramik tozları oluşturulurken kullanılan kompozisyonlar belirli aşamalardan geçerek bir araya getirilmiştir. Bu çalışmada esas karıştırma yöntemi eksenel bilyalı değirmende gerçekleştirilmiştir. Bilyalı değirmen toz boyutlarını küçülten, aynı zamanda karışmada etkili bir şekilde dağılım sağlayan, seramik malzemelerin üretilmesinde sıkça kullanılan bir cihazdır.

Çalışma prensibi, içerisinde bulunan bilyelerle sağlanır. İçinde çeşitli boyutlarda bilye bulunan hazne öğütücü olarak vazife yapar. Bilyelerin boyutu 1-10 mm arasında değişmektedir. Hazne içerisine öğütülecek olan seramik tozlarıyla birlikte bir miktar su veya alkol gibi öğütme için ortam hazırlayan madde eklenir. Tamamlanan karışımın kapağı kapatılır, hazne cihaza bağlanır. Cihaz çalıştırıldıktan sonra hazne kendi eksenini etrafında dönerken cihaz tarafından da haznenin bulunduğu kısım da döndürülür. Bu çalışma sırasında hazne içerisindeki bilyeler toz karışımı öğütürerek karıştırma sağlanır. Cihazımız OptoSense marka 4 öğütücü hazneli (kavanozlu) bir cihazdır Şekil 6.5’te görülmektedir.



Şekil 6.5. Eksenel bilyalı değirmen ve öğütücü bilyeler

Çalışmada 4 farklı numune tozu hazırlanmıştır. 50 gr atık döküm kumu içerisine % 1 oranında PVA bağlayıcı olarak eklenmiştir. %3, %5, %7 ve %10 YSZ ise katkı olarak eklenerek tozlar hazırlanmıştır. Hesaplanan tüm oranlar Şekil 6.6’ da görülen Radwag AS 220 R2 marka hassas terazide tartılmıştır.



Şekil 6.6. Radwag AS 220 R2 marka hassas terazinin bir görüntüsü

50 gr atık döküm kumu halkalı öğütücüden ve elekten geçirildikten sonra ayrılmıştır. PVA manyetik karıştırıcıda 100 ml saf su içerisinde 90 °C sıcaklıkta 1 saat karıştırılarak çözülmüştür. Hesaplanan YSZ tozlarıyla birlikte tüm bileşim haznelerde ayrı ayrı birleştirilmiş ve eksenel öğütücüde 300 rpm devirde 3 saat boyunca öğütülmeye tabi tutulmuştur. Şekil 6.7’de öğütülme sonrası ortaya çıkan karışım görülmektedir.



Şekil 6.7. Öğütülme sonrası ortaya çıkan karışım

Karışımlar değirmende karıştıktan sonra içerisinde bulunan suyu uçurmak, atık döküm kumu, bağlayıcı ve katkıyı ortaya çıkarmak gerekmektedir. Hazneden alınan karışım behere aktarılmış ve 90 °C sıcaklıkta 1 gün boyunca Şekil 6.8’de gösterilen Şimşek Laborteknik ST-055 Marka Etüvün içerisinde kurutulmaya bırakılmıştır.



Şekil 6.8. Şimşek Laborteknik ST-055 Marka Etüvün görüntüsü

Sulu kıvamlı karışım ve etüvden çıkan kurutulmuş numune ise Şekil 6.9’da gösterilmiştir. Kuruyan karışım büyük parçalı, gözenekli ve sertleşmiş biçimde ortaya çıktığından bu yapı halkalı öğütücüde 3 dk. boyunca öğütülerek tekrar toz haline getirilmiştir.



Şekil 6.9. Sulu kıvamlı karışım ve etüvden çıkan kurutulmuş numune

Toz karışımları oluştururken bilyeli öğütme kullanılarak üretim yapılmıştır. 50 gr atık döküm kumu için bağlayıcı olarak %1 PVA ve %3, %5, %7 ve %10 YSZ katkısı kullanılmıştır. Hazırlanan numuneler hesaplanan değerleri ve numune kod adıyla birlikte Çizelge 6.1’de gösterilmiştir.

Çizelge 6.1. Numune Değerleri

Üretim Yöntemi	Atık Döküm Kumu(gr)	PVA Miktarı (%)	PVA Miktarı (gr)	YSZ Miktarı (%)	YSZ Miktarı (gr)	Numune Kod Adı
Eksenel Bilyalı Değirmen	50	1	0,5	3	1,5	ADK50-Y3
Eksenel Bilyalı Değirmen	50	1	0,5	5	2,5	ADK50-Y5
Eksenel Bilyalı Değirmen	50	1	0,5	7	3,5	ADK50-Y7
Eksenel Bilyalı Değirmen	50	1	0,5	10	5	ADK50-Y10

6.4. Şekillendirme

Bu süreçte seramik üretim yöntemlerinde bahsedilen kuru presleme yöntemi kullanılmıştır. Bu yöntemle bir kalıp içerisine alınan seramik toz karışımına tek eksenli kuvvet uygulanarak kalıp içerisinde sıkıştırılmıştır. Çalışmamızda 8 ton basınç uygulanarak 1x1x1 boyutlarında olacak şekilde numuneler basılmıştır. Şekil 6.10’da kalıp düzeneği parçaları görülmektedir.



Şekil 6.10. Kalıp düzeneği parçaları

Kullanılan pres makinesi ise MSE Marka LP_M2S10 Serisi tek eksenli 12 tonluk hidrolik pres makinesidir. Hidrolik pres manuel kullanımlı olup 8 tonluk basınç kullanılarak presleme yapılmıştır. Şekil 6.11' hidrolik pres cihazı ve işlem tatbik edilirken görüntüler bulunmaktadır. Şunu da ifade etmek gerekir ki presleme işlemleri sırasında kalıp parçalarının bozulmaması için yağlayıcıdan faydalanmak gerekmektedir. Sürtünmeyi azaltmak ve parçalarının işlem boyunca birbirinden kolay ayrılmasını sağlamak için WD-40 marka yağlayıcı kullanılmıştır.



Şekil 6.11. Hidrolik pres cihazı ve işlem tatbik edilirken görüntüler

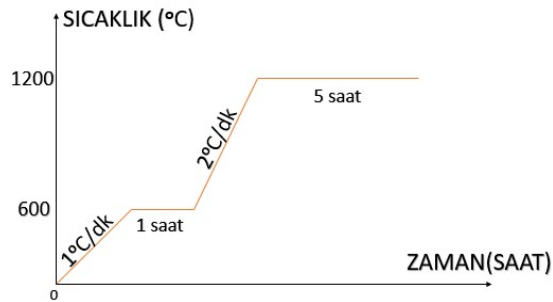
6.5. Sinterleme

Sıkıştırılan tozlara ısıtıl işlem uygulanarak daha mukavemetli bir yapı oluşması arzulanır. Preslenen tüm numuneler Protherm Marka PLF 130/12 marka sinterleme cihazında sinterlenmiştir. Şekil 6.12 sinterleme cihazını göstermektedir.



Şekil 6.12. Sinterleme cihazının görüntüsü

Yüksek sıcaklıklarda yapısı gereği sinterlenebilen seramik tozlarının bu çalışmadaki sinterleme grafiği Şekil 6.13’de görülmektedir. Sinterlemede görüldüğü üzere birdenbire artış olmamaktadır. Bunun sebebi ani gelişebilecek çatlama, çarpılma, yapısal boşluk oluşumu vb. olarak gösterilebilir. İşlemde grafikte görülen birinci artış hızı ile 600 °C ‘de 1 saat ısıtma yapılmıştır. 1200 °C’de ise esas sinterleme işlemi yapıp süreç tamamlanmıştır.



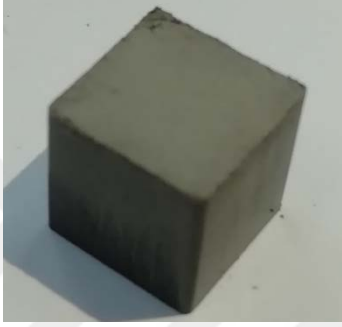
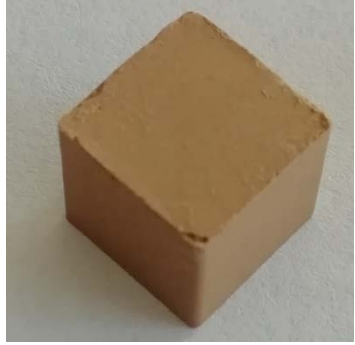
Şekil 6.13. Sinterleme işlemine ait grafik

6.5.1. Eksenel bilyeli değirmende üretim öncesi ve sonrası

Sabit bağlayıcı oranında değişken YSZ katkılı numuneler eksenel bilyeli değirmende öğütülerek hazırlanmıştır. Çizelge 6.1’de hesaplanan değerleri ile birlikte kod adı da verilen numunelerin sinterleme öncesi ve sonrası görüntüleri Çizelge 6.2’da gösterilmiştir.



Çizelge 6.2. Eksenel Bilyeli Değirmende öğütülen numunelerin sinterleme öncesi ve sonrası görüntüleri

Kod Adı	Preslenmiş Numune	Sinterlenmiş Numune
ADK50-Y3		
ADK50-Y5		
ADK50-Y7		
ADK50-Y10		

6.6. Karakterizasyon

Üretilen numunelerin incelenmesi maksadıyla çeşitli karakterizasyon işlemleri tatbik edilmiştir. Bu işlemler sırasıyla aşağıda açıklanmaktadır.

6.6.1. Optik mikroskop

Sinterlemeden sonra elde edilen numunelerin yüzey yapılarının incelenmesi için optik mikroskop kullanılmıştır. Olumlu ya da olumsuz yüzey yapıları incelenmeye çalışılmıştır. İnceleme Şekil 6.14'te görülen Mshot MD50-T model optik mikroskop ile yapılmıştır.



Şekil 6.14. Mshot MD50-T optik mikroskop

6.6.2. SEM

Numunelerin mikroyapı incelemeleri için taramalı elektron mikroskobu kullanılmıştır. Şekil 6.15'te JEOL JSM-7001 F model SEM (Taramalı elektron mikroskobu) görülmektedir. Ayrıca EDS analizleri de bu cihazda yapılmıştır.



Şekil 6.15. JEOL JSM-7001 F model SEM

6.6.3. XRD

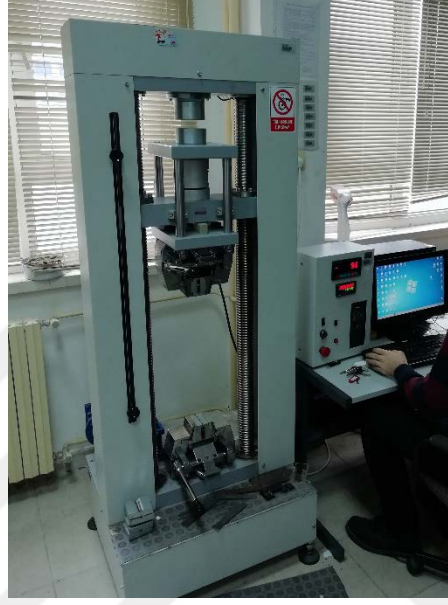
Faz belirleme işlemi için X ışınları difraktometri cihazı yani XRD'den faydalanılmıştır. Şekil 6.16'da görülen Rigaku SmartLab XRD cihazında X-ışını kırınımı (XRD) incelemeleri yapılmıştır. Ölçümler 40 kV, 30 mA şartlarında Cu_K-beta radyasyon ile $2\theta = 10-80^\circ$ aralık ve $0,01^\circ$ adım ile $2^\circ/\text{dk.}$ hızda yapılmıştır.



Şekil 6.16. Rigaku SmartLab XRD cihazı

6.6.4. Basma testi

Üretilen numuneler sinterlendikten sonra basma testine tabi tutulmuştur. Testler Şekil 6.17’de görülen 10 tonluk Testler Universal MARES Çekme-Basma Test Cihazı’nda gerçekleştirilmiştir. Her üretilen numune kodundan 3’er adet numune alınarak 1mm/dk. basma süresi ile test icra edilmiştir.



Şekil 6.17. Çekme-Basma Test Cihazı

6.6.4. Arşimed yoğunluk ölçüm testi

Malzemelerin su emme, bulk ve görünen yoğunlukları Arşimed yöntemi kullanılarak hesaplanmıştır. Şekil 6.18’de görülen Arşimed Test Düzeneği kullanılarak test yapılmıştır. Su emme, bulk yoğunluk, görünür katı yoğunluğu ve görünür porozite değerleri aşağıda gösterilen eşitlikler yardımıyla hesaplanmıştır.

W_K = Kuru numunenin havadaki ağırlığı (g)

W_A = Su ya da sıvı emdirilmiş numunenin su içindeki asılı ağırlığı (g)

W_D = Su ya da sıvı emdirilmiş (doymuş) numunenin havadaki ağırlığı (g)

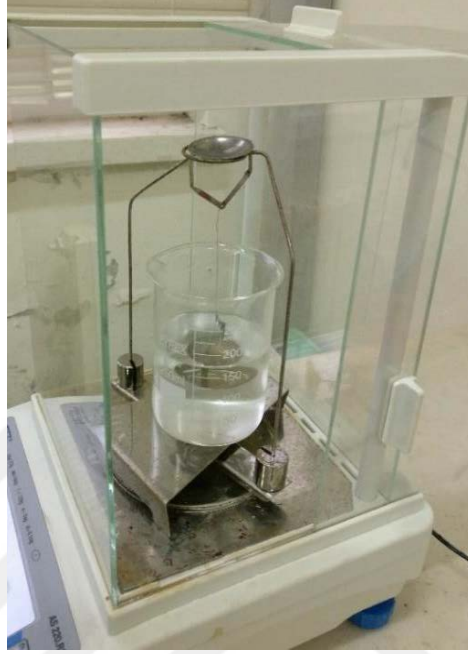
$\rho_{sıvı}$ = Kullanılan sıvının (su) yoğunluğu

Su emme (%) = $(W_D - W_K) / W_K \times 100$

Yığinsal(bulk) yoğunluk: numune kütlesi/yığinsal hacim = $[W_K / (W_D - W_A)] \times \rho_{sıvı}$

Görünür katı yoğunluğu: numune kütlesi/görünen katı hacmi= $[W_K / (W_K - W_A)] \times \rho_{siv}$

% Görünür porozite: (açık porların hacmi/bulk hacmi) $\times 100 = [(W_D - W_K) / (W_D - W_A)] \times 100$ (Kovancı,2019).

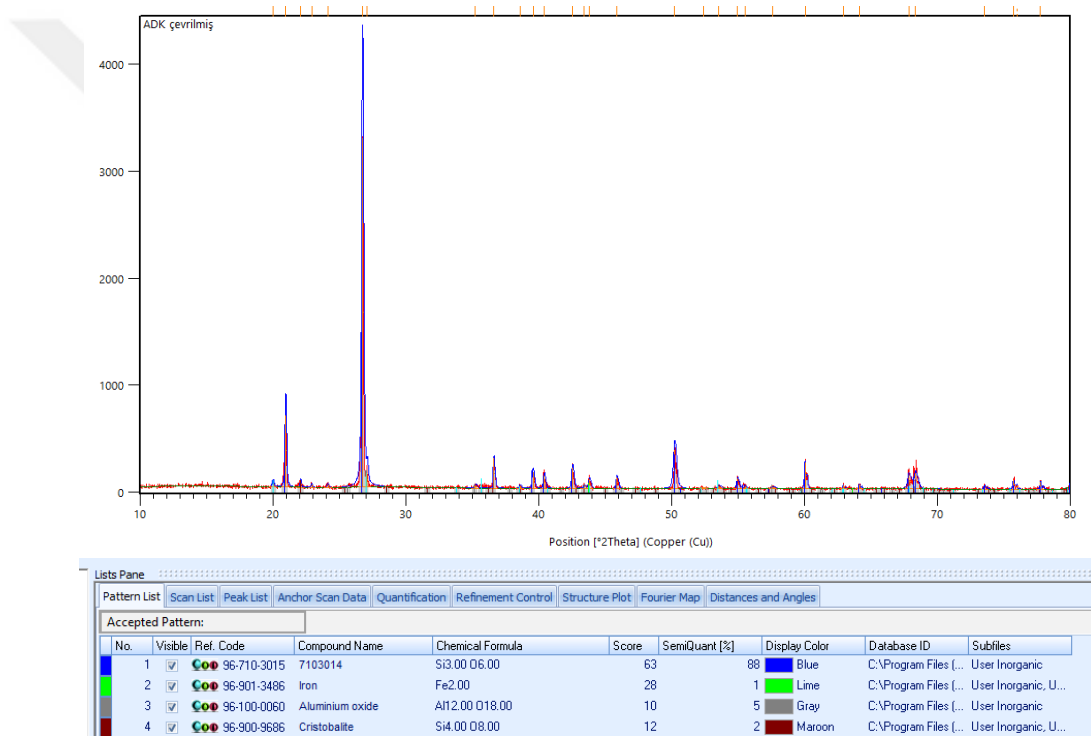


Şekil 6.18. Arşimed Test Düzeneği

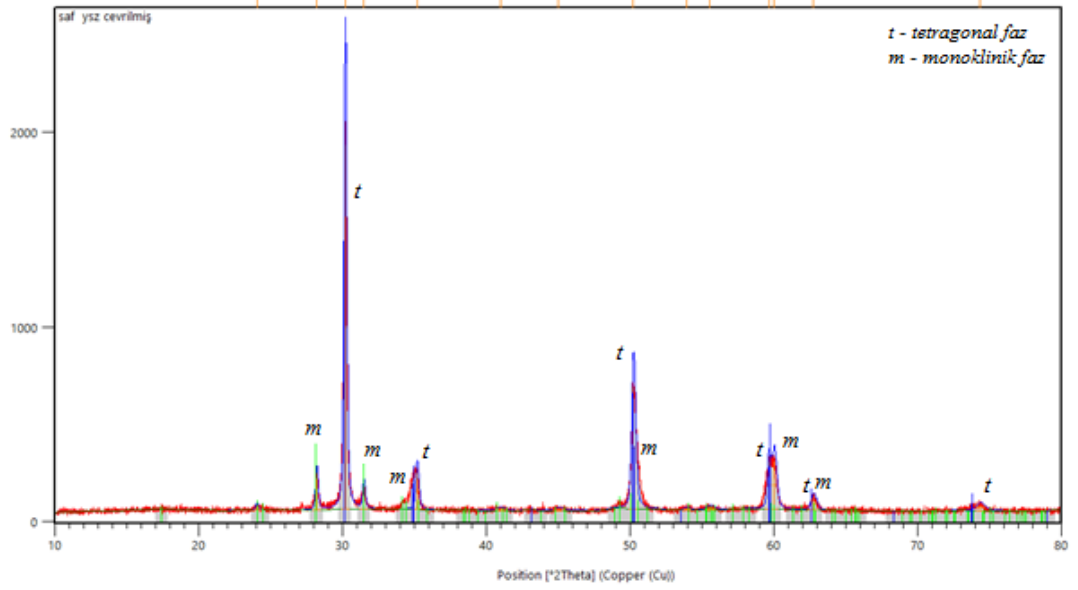
7. SONUÇLAR, TARTIŞMA VE YORUM

7.1. XRD (X Işınları Difraktometresi) Sonuçları

Başlangıçta kullanılan atık döküm kumu, katkı olarak kullanılan YSZ ve sırasıyla %3, %5, %7 ve %10 YSZ katkılı olarak üretilen numunelerin XRD sonuçları oluşturulmuştur. XRD sonuçları oluşturulurken grafiklerin analizi için HighScore Plus programı kullanılmıştır. Atık döküm kumu birçok element içermektedir ve analizlerde ortaya çıkan sonuçlarda en çok oranlara sahip bileşikler görülmektedir. Şekil 7.1, şekil 7.2., şekil 7.3. ve şekil 7.4. XRD sonuçlarını göstermektedir.



Şekil 7.1. Atık döküm kumu XRD sonuçları



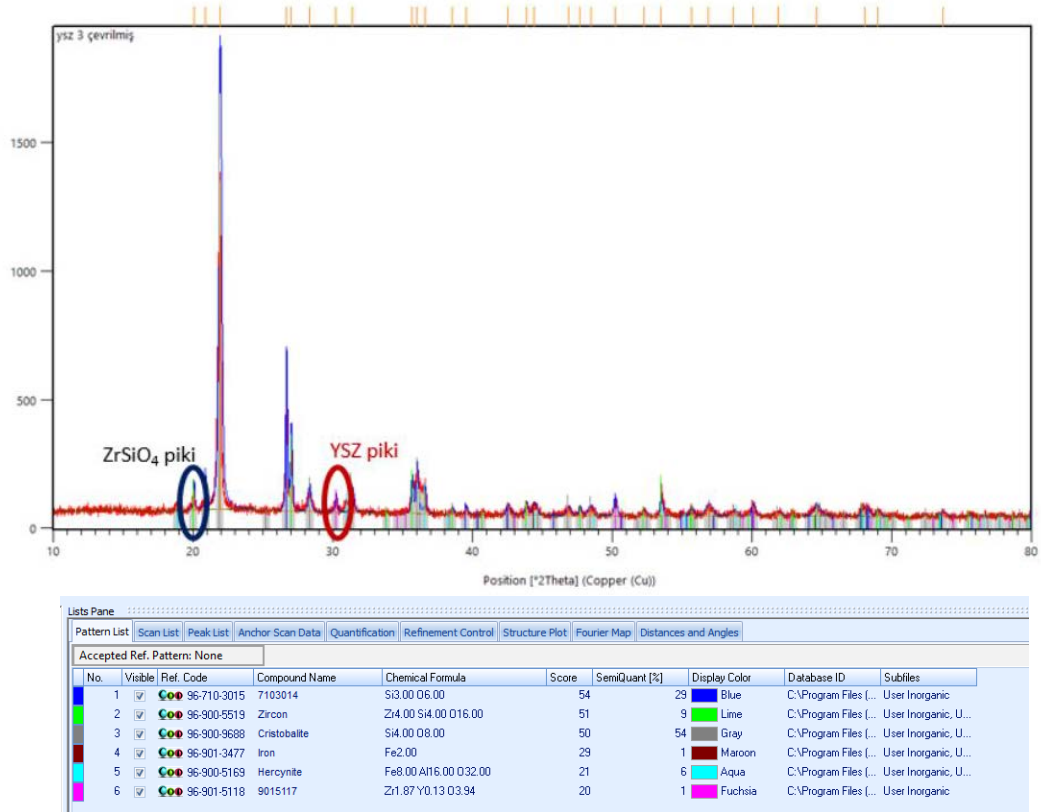
Lists Pane

Pattern List Scan List Peak List Anchor Scan Data Quantification Refinement Control Structure Plot Fourier Map Distances and Angles

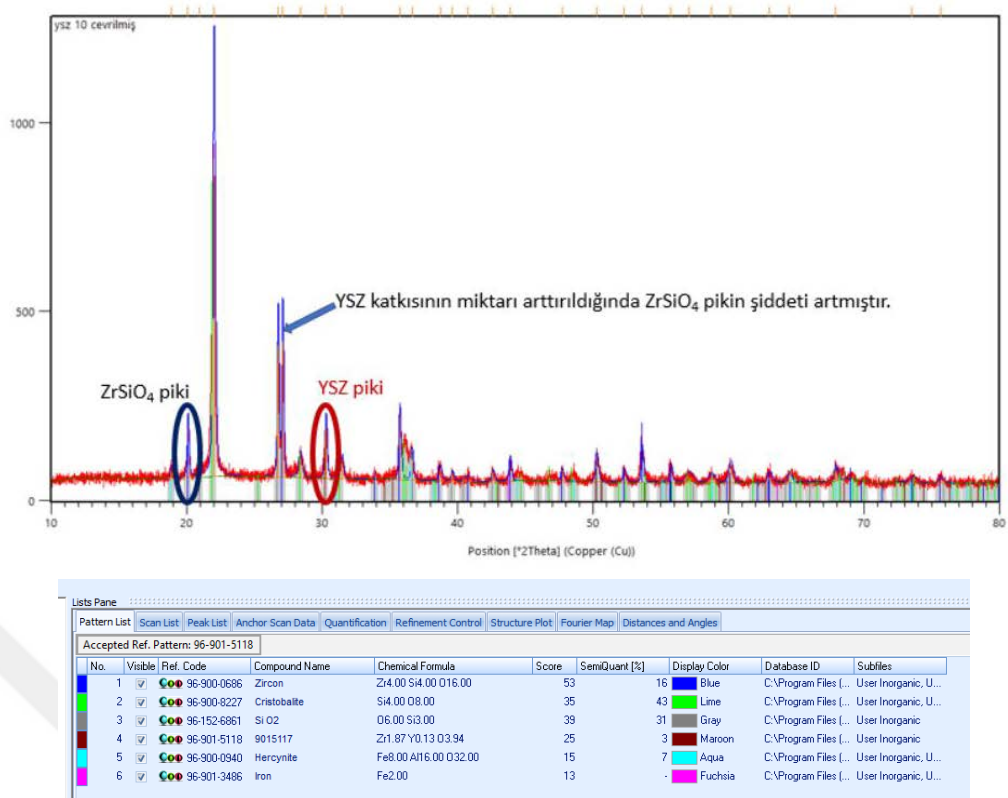
Accepted Pattern:

No.	Visible	Ref. Code	Compound Name	Chemical Formula	Score	SemiQuant [%]	Display Color	Date
1	☒	96-152-1477	((Zr O2)0.89 (Y2 O3)0.1...	Zr1.60 Y0.40 O3.80	65	68	Blue	C:\F
2	☒	96-901-6715	Baddeleyite	Zr4.00 O8.00	28	32	Lime	C:\F

Şekil 7.2. YSZ(Yitria Stabilize Zirkonya) XRD sonuçları



Şekil 7.3. %3 YSZ katkılı atık döküm kumu XRD sonuçları



Şekil 7.4. %10 YSZ katkılı atık döküm kumu XRD sonuçları

Yapılan analizler Highscore Plus programı ile irdelenmiş ve sonuçlara ulaşılmaya çalışılmıştır. Atık döküm kumu XRD grafiği Şekil 7.1’de görülmektedir. Sonuçlarda atık döküm kumunun temel bileşen olan SiO_2 ’den oluştuğu oluşan piklerde yüksek oranda belirmektedir. Bir çok mineral içeren bir karışım olan atık döküm kumunun XRD grafiğinde, içerikte bulunan Al_2O_3 , FeO_2 gibi oksitli bileşiklerin oluşturduğu karışık pikler görülmektedir. YSZ tozuna yapılan XRD analizi grafiği Şekil 7.2.’de gösterilmektedir. Analiz sonucunda YSZ tozunun %3 mol yitria ile kararlı hale getirilmiş zirkonya (t+m faz) grafiği olduğu anlaşılmıştır. Faz yapısı tetragonal yapıda zirkonyum yitriyum oksit($\text{ZrO}_2(\text{Y}_2\text{O}_3)$) ve monoklinik yapıda baddeleyit(ZrO_2) bileşiklerini içermektedir (Zirkonyum yitriyum oksit içeriği ise %89 ZrO_2 ve %11 Y_2O_3 olarak görülmektedir.). Çalışmada dört farklı oranda YSZ katkılı numuneler üretilmiştir. Sinterlenen numunelerin tozlarının hepsi XRD analizine tabi tutulmuştur. Şekil 7.3. ve Şekil 7.4 ise yalnızca %3 ve %10 YSZ katkılı atık döküm kumu XRD sonucu görülmektedir. Sebebi ise içeriğinde bulunan bileşiklerin aynı olmasından ve sadece oranlarda değişiklik olmasından ötürüdür. YSZ miktarı arttıkça sonuçların oranında değişiklik olmuştur.

%3 ve %10 katkılı YSZ katkılı numunelerin sonucuna bakıldığında YSZ nedeniyle sinterleme sonucunda atık döküm kumu bileşenleri ve YSZ arasında yeni bir bileşik oluştuğu ve Zirkon ($ZrSiO_4$) oluşumu görülmüştür. Atık döküm kumunda bulunan çoğunluk SiO_2 fazları ve diğer bileşikler grafikte YSZ pikleri ile birlikte görülmektedir. Grafikte sinterleme esnasında monoklinik baddeleyit fazının değişime uğradığı görülmüştür.

7.2. Yoğunluk Ölçüm Sonuçları

Sinterlenen numunelerin yoğunluk ölçümleri Arşimed yoğunluk ölçüm hesaplamaları ile hesaplanmıştır. Numuneler elektrikli ısıtıcı yardımıyla 2 saat boyunca kaynatılmıştır. Hesaplanan değerler Çizelge 7. 'de gösterilmektedir.

Çizelge 7.1. Yoğunluk Ölçüm Sonuçları

Numune Kodu	Kuru Ağırlık Wk (gr)	Yaş Ağırlık Wd (gr)	Askıda Ağırlık Wa (gr)	Su Emme (%)	Bulk Yoğunluk	Görünür Katı Yoğ.	Görünür Porozite (%)	Teorik Yoğunluk (p)
ADK50-Y3	1,6668	1,9185	0,9873	15,10079	1,78994	2,45298	27,02968	1,75262
ADK50-Y5	1,7717	2,0065	1,0615	13,25280	1,87481	2,49464	24,84656	1,77001
ADK50-Y7	1,7755	2,0066	1,0708	13,01605	1,89730	2,51951	24,69544	1,91189
ADK50-Y10	1,7992	2,007	1,0963	11,54957	1,97562	2,55968	22,81761	1,94571

Her bir numune kompozisyonunda eşit oranlarda %1 PVA bağlayıcı olarak kullanıldığından, burada değerlerin değişimine değişik oranlarda katkı olarak ilave edilen YSZ neden olmaktadır. Elde edilen veriler göstermektedir ki atık döküm kumu numunelerinin YSZ katkısı ile birlikte yoğunlaşma kabiliyeti artmıştır. Katkı artışı ile birlikte porozite değerleri düşmüş, bulk yoğunluk değerleri %10 kadar artmıştır. Sonuç olarak YSZ katkısının aşamalı olarak %3'ten %10'a artırılması, yoğunluk artmasına neden olmakla birlikte porozitede %16 oranı kadar düşüş, su emme değerlerinde %14 oranı kadar azalmaya neden olmuştur.

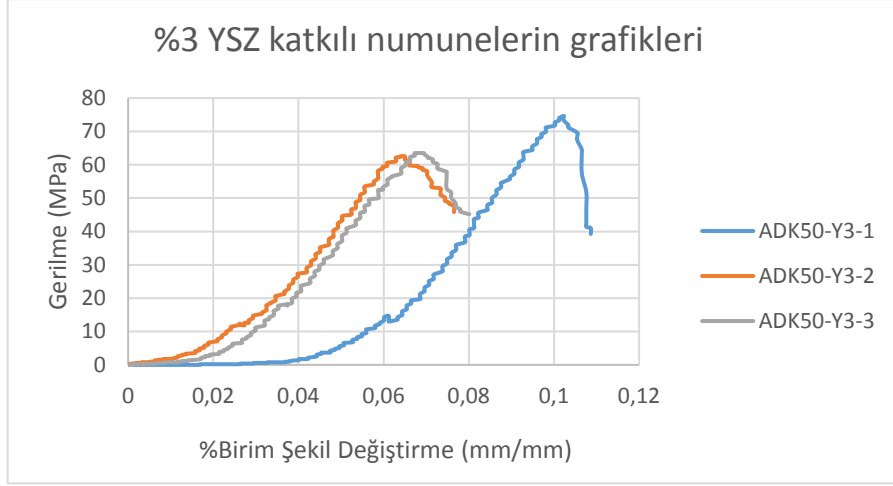
7.3. Basma Testi Sonuçları

1200 °C’de sinterlenen numunelerin her kompozisyonundan 3’er örnek alınarak basma testi işlemi gerçekleştirilmiştir. Test sonuçları Çizelge 7.2. ‘de gösterilmektedir.

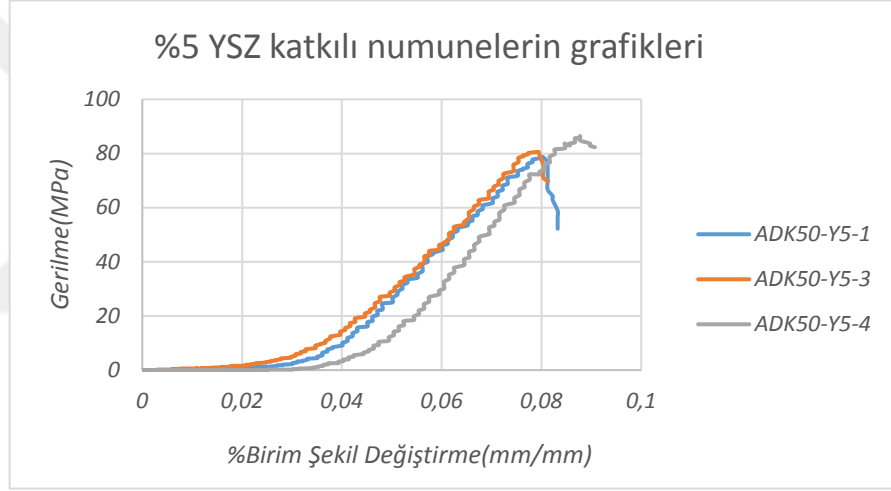
Çizelge 7.2. Basma Testi Sonuçları

Numune Kodu	Test Sonucu (MPa)	Numune Kodu	Test Sonucu (MPa)	Numune Kodu	Test Sonucu (MPa)	Numune Kodu	Test Sonucu (MPa)
ADK50-Y3-1	74,66	ADK50-Y5-1	78,80	ADK50-Y7-1	112,12	ADK50-Y10-1	131,27
ADK50-Y3-2	62,55	ADK50-Y5-3	80,58	ADK50-Y7-2	96,50	ADK50-Y10-2	127,83
ADK50-Y3-3	63,50	ADK50-Y5-4	86,44	ADK50-Y7-5	113,74	ADK50-Y10-3	91,01

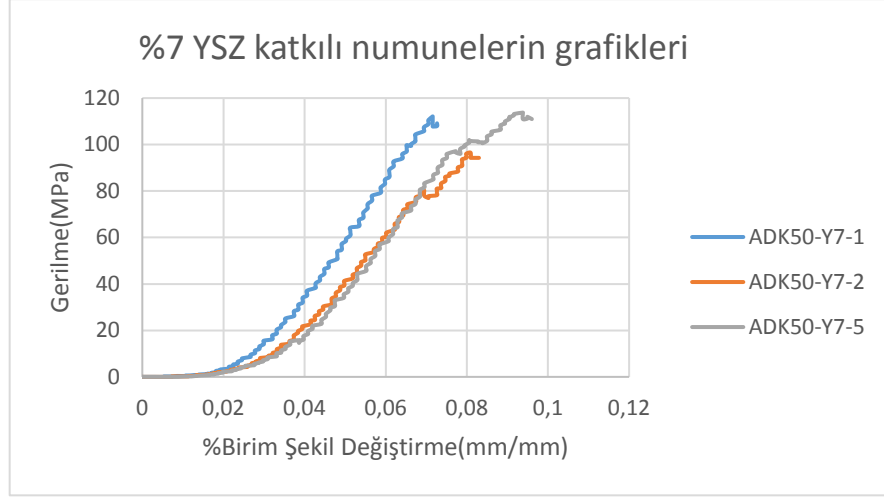
Tez çalışmasının ana unsuru, atık döküm kumuna eklenen YSZ miktarlarının numunelere ne şekilde etki edeceğini araştırmaktır. %1 PVA bağlayıcı miktarı sabit olduğundan ve tüm numune tozları aynı şekilde öğütölme işlemine tabi tutulduğundan burada yapının özelliklerinin değişmesine YSZ sebebiyet vermiştir. Sinterleme aşamasında sıvıda çözülürölerek yapıya katılmış olan PVA’nın uçtuđu düşünölürse YSZ katkısı boşlukları kapatarak daha yoğun bir madde oluşmasını sağlamıştır. Burada Arşimed yoğunluk ölçümlerinde ortaya çıkan sonuçlarda YSZ miktarı arttıkça yoğunluğun arttığı tespit edilmiştir. Sıkı bir yapı oluşturan yapının mukavemetinin buna bağılı olarak arttığı gözlenmiştir. Yoğunluk sonuçlarının iyileşmesi ve basma değerlerinin YSZ oranıyla artması birbirini destekleyen unsurlar olmuştur. Şekil 7.5., şekil 7.6., şekil 7.7. ve şekil 7.8’de ölçülen tüm değerlerin grafikleştirilmiş hali verilmiştir.



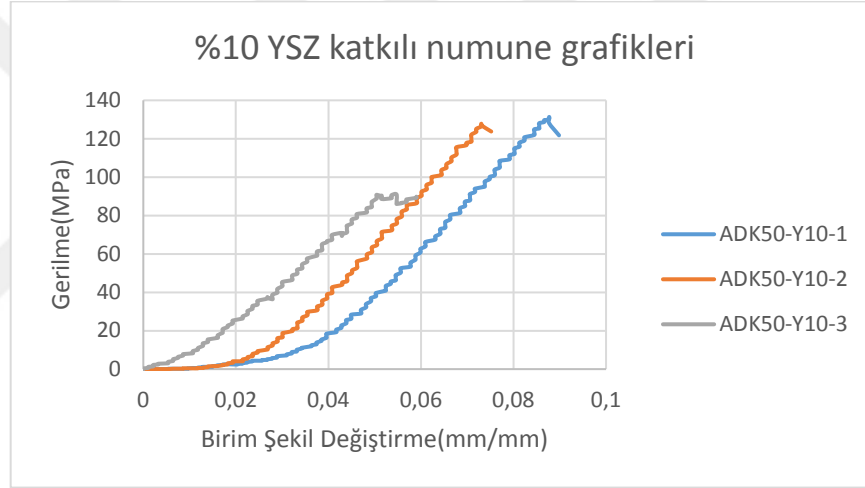
Şekil 7.5. %3 YSZ katkılı atık döküm kumu basma testi grafiği



Şekil 7.6. %5 YSZ katkılı atık döküm kumu basma testi grafiği



Şekil 7.7. %7 YSZ katkılı atık döküm kumu basma testi grafiği

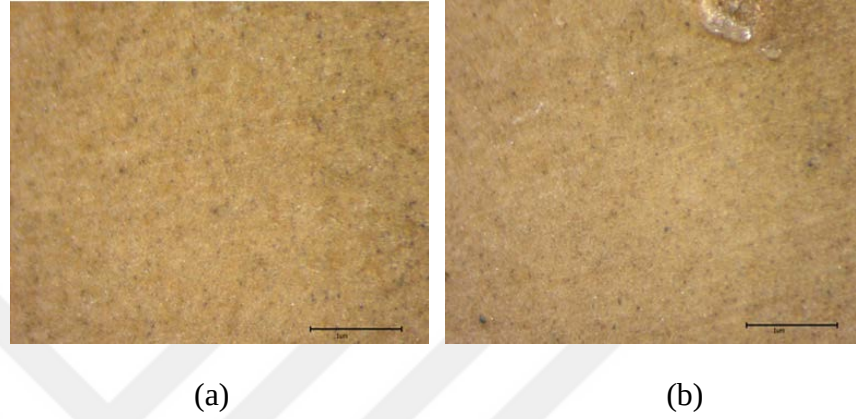


Şekil 7.8. %10 YSZ katkılı atık döküm kumu basma testi grafiği

7.4. Optik Mikroskop Analiz Sonuçları

Sinterlenen numunelerin 100x büyütmede elde edilen optik mikroskop görüntüleri Şekil 7.9.'da gösterilmektedir. Teknik nedenlerden dolayı %7 ve %10 YSZ katkılı numunelerin görüntüleri alınamamış olup yalnızca %3 ve %5 YSZ katkılı numunelerin görüntüleri verilmiştir. Genel olarak yüzey görüntüleri incelendiğinde ekseriyetle toz karışımının homojen dağıldığı ve düzgün yüzeylerin oluştuğu görülmektedir.

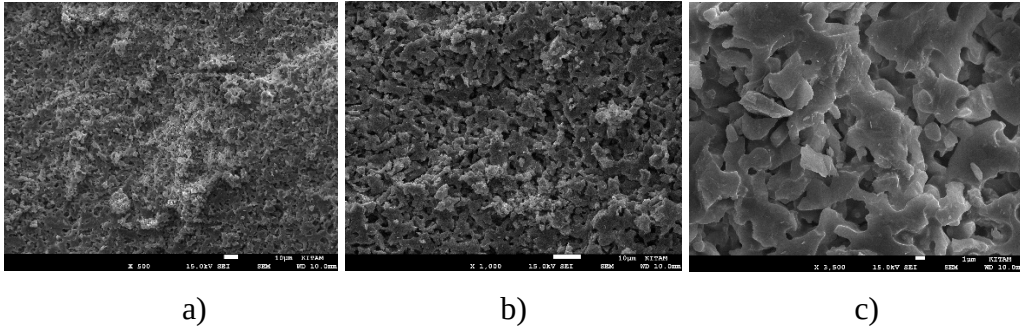
Numunelerin bazılarının yüzeyinde ise Şekil 7.9. (b) görüntüsünde görüldüğü gibi bazı poroziteler oluştuğu görülmüş olup sebebinin ise kalıptan çıkan numunelerin üzerindeki kalıntıların sinterleme ile sertleşmesi sonucu olduğu söylenebilir. PVA'nın uzaklaşması sebebiyle veya başka bir nedenler yüzeyde hava kabarcığı vs. oluşumuna sebebiyet vermemiştir.



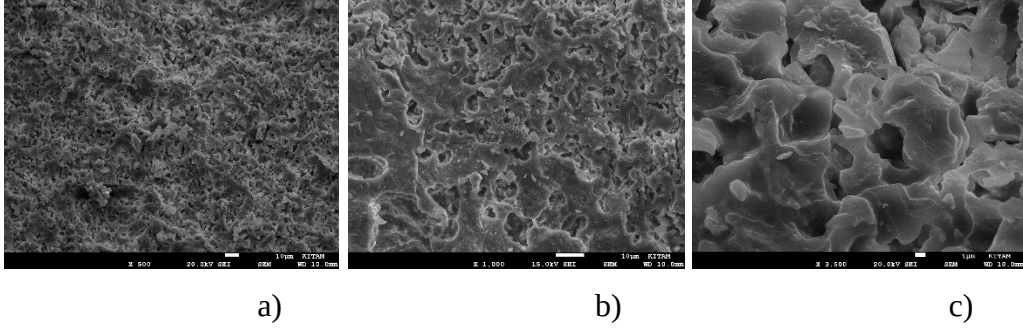
Şekil 7.9. 100x optik büyütmede (a) %3 YSZ katkılı ve (b) %5 YSZ katkılı numuneler

7.4. Taramalı Elektron Mikroskobu(SEM) Sonuçları

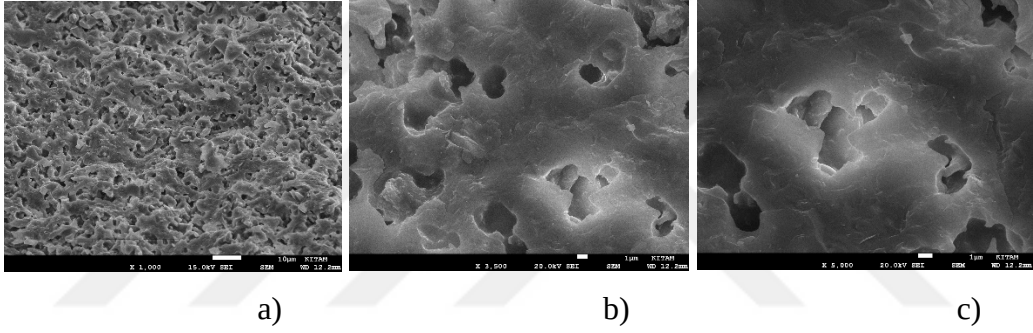
Mikroyapıların daha iyi gözlemlenmesi ve incelenmesi maksadıyla SEM cihazı kullanılmıştır. Şekil 7.10., şekil 7.11., şekil 7.12. ve şekil 7.13'de üretilen numunelerin çeşitli büyütme oranlarında çekilmiş görüntüleri mevcuttur. Görüntüler arasındaki değişimler görülerek ortaya çıkan yapılar incelenmiştir.



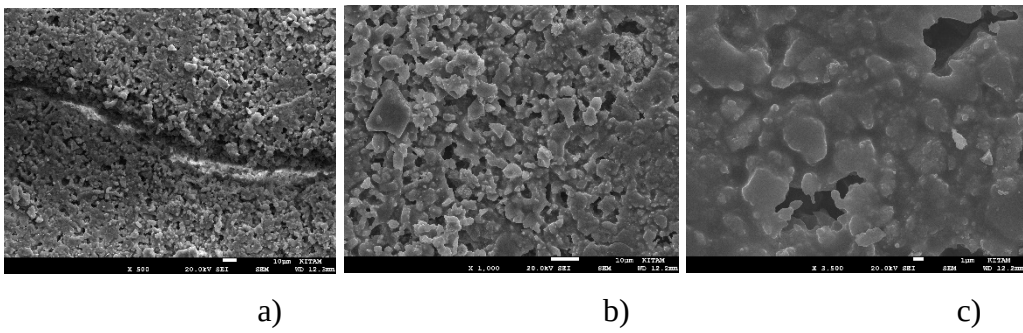
Şekil 7.10. %3 YSZ katkılı numune SEM görüntüleri a) 500x b) 1000x c) 3500x



Şekil 7.11. %5 YSZ katkılı numune SEM görüntüleri a) 500x b) 1000x c) 3500x

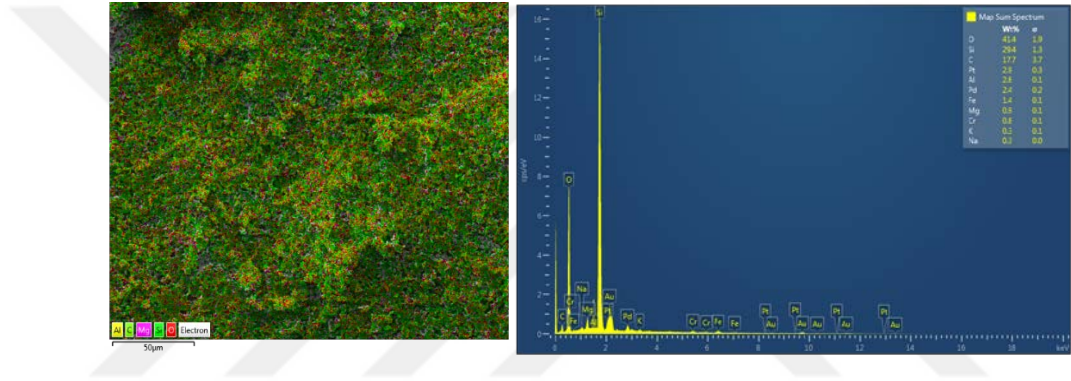


Şekil 7.12. %7 YSZ katkılı numune SEM görüntüleri a) 1000x b) 3500x c) 5000x

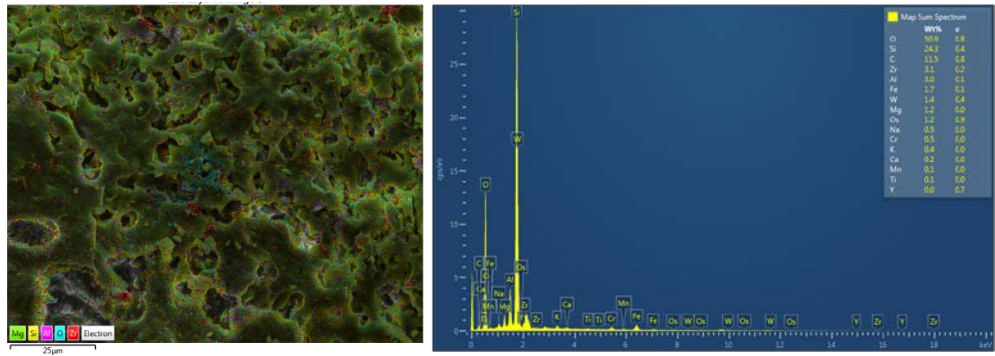


Şekil 7.13. %10 YSZ katkılı numune SEM görüntüleri a) 500x b) 1000x c) 3500x

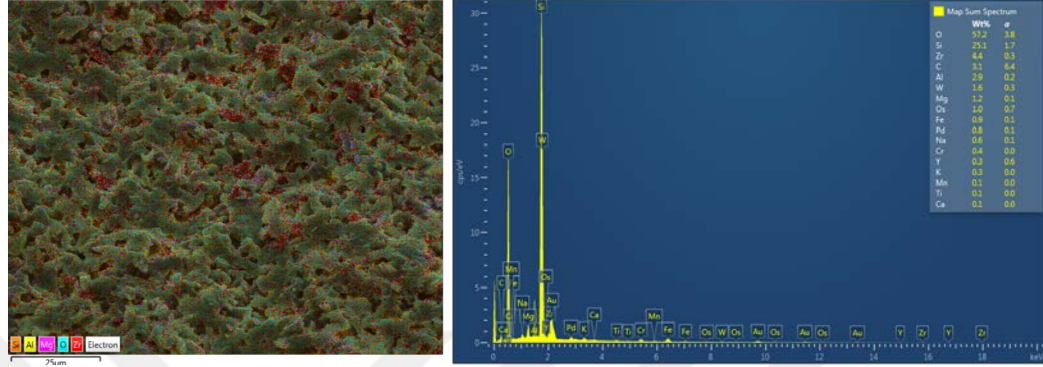
Görüntüler incelendiğinde %3 YSZ katkılı numunelerin süngerimsi bir yapıda olduğu, yüzeyde bir miktar poroz yapıların olduğu ve taneler arası yoğun hava boşlukları gözlemlenmiştir. %3 YSZ oranından %10 YSZ oranına doğru gidildikçe daha yoğun ve daha az poroz bir yapı görmek mümkündür. YSZ oranına bağlı olarak mikroyapıda büyüme yönünde değişimler tespit edilmiştir. Yapılan EDS analizlerinde YSZ katkısı ile birlikte Zr elementinin gözenekli yapının boşluklarında biriktiği belirmektedir. Bu sebeple yapılan yoğunluk ölçümlerindeki değişimlerin ve basma testindeki iyileşmelerin YSZ katkısıyla olduğu desteklenmektedir. Şekil 7.14'ten şekil 7.17'ye kadar yapılan EDS analizleri görülmektedir. Şekilde verilen grafiklerde ise EDS analizi sonucu görülen elementler gösterilmiştir.



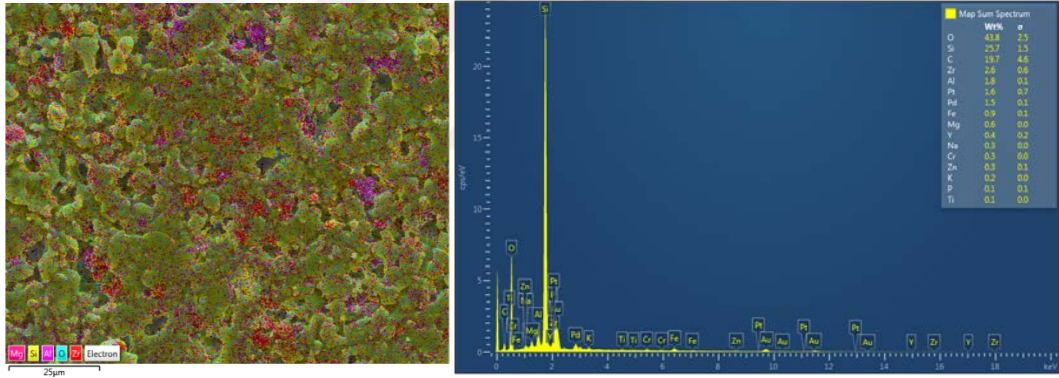
Şekil 7.14. %3 YSZ katkılı atık döküm kumu EDS sonucu



Şekil 7.15. %5 YSZ katkılı atık döküm kumu EDS sonucu



Şekil 7.16. %7 YSZ katkılı atık döküm kumu EDS sonucu



Şekil 7.17. %10 YSZ katkılı atık döküm kumu EDS sonucu

EDS sonuçlarında %3 YSZ katkılı atık döküm kumunda YSZ oranı az olduğundan ve analiz görüntüsü alınan bölgenin sınırlı olmasından ötürü YSZ içeriği gözlemlenememiştir. %5, %7 ve %10 YSZ katkılı numunelerin EDS analizlerine bakıldığında YSZ katkısı ile Zr elementinin gözeneklerin olduğu kısımlarda birikerek boşlukları bir miktar kapattığı görülmektedir. İlaveten YSZ katkısı arttıkça yüzeyde iyileşmeler görülmüştür.

8. GENEL SONUÇLAR, YORUMLAR VE ÖNERİLER

Çalışmada metal döküm sektöründe kullanılan kalıp kumunun belirli bir çevrim sonrasında bertaraf edilmek üzere 'atık döküm kumu' olarak atılmasına bir çözüm olarak yeni seramik bir malzeme olarak üretilmesi üzerine çalışılmıştır. SiO₂ ağırlıklı bir karışım olan atık döküm kumuna YSZ katılarak değeri daha yüksek endüstriyel bir ürün elde edilmiştir. Atık döküm kumu bağlayıcı özelliğini kaybettiğinden dolayı toz karışım oluşturmak için PVA organik bağlayıcı maddesi kullanılmıştır. Sık kullanılan ve bağlayıcı özelliği güçlü olan PVA maddesi üretilen her numune karışımına %1 olacak şekilde eklenmiştir. Laboratuvar cihazının imkanları ile oluşturulan sinterleme şartları %1 PVA oranında en iyi numuneleri vermiştir. Bu tezde gösterilen sinterleme grafiğinde 1 °C/dk. olan sıcaklık artışı daha da aşağı çekilerek (örneğin 0,5 °C/dk. ve daha aşağısı) daha yüksek PVA oranında daha iyi bağlanmış numuneler verebilecektir. Bununla birlikte daha küçük çaplı tane yapısına sahip toz karışımı oluşturmak için eksenel bilyeli değirmen kullanılmıştır.

Numuneler %3, %5, %7 ve %10 oranlarında YSZ eklenerek preste şekillendirilmiştir. 1200 °C'de sinterlenerek oluşturulan seramik malzemelerin özellikleri incelenerek YSZ katkısının ne yönde etki ettiği deneylerle kontrol edilmiştir ve buna istinaden testler yapılmıştır.

Karışımı oluşturan atık döküm kumu tozları, YSZ tozları ve sinterlenen numunelerden alınan örnekler XRD cihazıyla kontrol edilmiştir. Bu sonuçlara göre atık döküm kumunun %88 oranda SiO₂ bileşiğinden oluştuğu tespit edilmiştir. Bununla birlikte çeşitli oksitli minerallerin de karışımında düşük oranlarda olduğu piklerde gözlemlenmiştir. YSZ tozlarının ise yüksek kalitede %3 mol yitria stabilize zirkonya olduğu tespit edilmiş ve yapıda teragonal zirkonyum yitrium oksit ve monoklinik baddeleyit olduğu görülmüştür. Sinterleme sonrası numune tozlarına yapılan XRD analizinde ise YSZ dolayısıyla yapıda zirkon bileşiğinin oluştuğu ve kristobalit mineralinin arttığı görülmüştür. YSZ tozlarının faz yapısının değişime uğradığı grafik analizinde görülmüştür. Sinterleme sonrası YSZ'nin tamamı reaksiyona girmemiş ve bir kısmının yapıda YSZ olarak kalmıştır. YSZ miktarı arttıkça 30 derecede görülen YSZ pikin şiddeti artmıştır. Bunun yanı sıra yaklaşık 20 derecede görülen ZrSiO₄(zirkon) pik şiddetinin de artmış olması YSZ nin bir kısmının bozunarak silisyum ile reaksiyona girdiğinin işaretidir.

Ayrıca SiO_2 bileşiğinin kristobalite dönüşümü de gözlenmiştir. SiO_2 ve ZrO_2 faz diyagramı incelendiğinde sinterlemenin en fazla olduğu $1200\text{ }^\circ\text{C}$ 'de ise metal oksit ve minerallerin yüksek aktivasyon enerjisi oluşturması sonucu Si ve O atomlarının yeniden düzenlenmesi sebebiyle kristobalit oluşumu açıklanabilir. XRD analizlerinde sinterleme sonrası hersinit oluşmuş, yapıda müllit oluştuğuna dair bir pike rastlanmamıştır çünkü sinterlemede en fazla $1200\text{ }^\circ\text{C}$ 'ye ulaşılmıştır.

Yoğunluk ölçümü deneylerinde %3 YSZ katkılı numunelerde en yüksek su emme değerleri ve en düşük yoğunluk ölçülmüş olup %10 YSZ katkılı numunelerde en düşük su emme ve en yüksek yoğunluk ölçülmüştür. Numune tozlarında YSZ oranı arttıkça yoğunluğun arttığı ve su emme değerlerinin düştüğü dolayısıyla daha az gözenekli yapı oluştuğu belirmektedir.

Basma testi uygulamalarında ise %3 YSZ katkılı numunelerde ortalama 66,90 MPa, %5 YSZ katkılı numunelerde ortalama 81,94 MPa, %7 YSZ katkılı numunelerde ortalama 107,45 MPa, %10 YSZ katkılı numunelerde ortalama 116,70 MPa değerleri ölçülmüş olup YSZ katkısı attıkça basma testi sonuçlarında da iyileşmeler olduğu tespit edilmiştir. XRD sonuçlarında ortaya çıkan bileşikler ve SEM cihazında görülen yapısal düzelmeler bunu açıklar niteliktedir.

Taramalı elektron mikroskobu görüntülemelerinde ise %3 YSZ katkılı atık döküm kumu numunelerinde gözenekli, poroz ve keskin köşeli yapılar göze çarpmaktadır. YSZ oranı arttıkça YSZ katkılı numunelerde yapılarda düzleşmeler ve camsı bir yapının oluştuğu görülmüştür. EDS analizlerinde Zr elementinin tane sınırlarının olduğu gözenekli kesimlerde yoğunlaştığı görülmektedir. Bu durum şöyle açıklanabilir; SiO_2 ve ZrO_2 arasındaki tepkimeyle zirkon oluşması yeni ve bütün bir yapının oluştuğu gözeneklerin bir miktar kapandığı ve mekanik dayanıma olumlu etki oluşturduğu görülmektedir. Ayrıca kristobalit oluşmuş ve tüm sistemde olumlu yönde etki etmiştir. Bileşikler tepkimeyle birleşerek yeni yapı ve tanelerin oluşmasına ve yoğunluğun artmasına sebep olmuşlardır.

Çalışmada numunelerin sinterleme sıcaklığı en fazla $1200\text{ }^\circ\text{C}$ 'de gerçekleşmiştir. Bu sıcaklık değerinin üstünde sinterleme gerçekleşmesi SiO_2 ve diğer oksit fazların ergime durumu ve ilaveten YSZ'nin faz yapısının değişime uğraması düşünüldüğünde daha mukavemetli bir yapı elde etmek mümkün gözükmemektedir.

Sektörde tuğla, briket, çimento katkısı, asfalt altlık malzemesi vb. gibi kullanım alanına sahip olan atık döküm kumunun bu çalışmadaki gibi yöntemlerle geliştirilmesi endüstriyel manada katma değer sağlayıp daha nitelikli ürünlerin ortaya çıkmasına vesile olacaktır. Çalışmanın geliştirilerek ileri seviyede teknolojik seramik malzeme üretilmesi mümkündür. Refrakter olarak, yüksek sıcaklık gerektiren prosesler, kimyasal uygulamalar, elektronik sanayisi vb. gibi çeşitli sahalarda geliştirilmesi ve kullanılması mümkün gözükmektedir.



9. KAYNAKÇA

- Açıkbaş, N.Ç. SiAlON Seramiklerinin Sinterleme Davranışı ve Mikroyapı Gelişimini Etkileyen Parametreler. Dumlupınar Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi, 39, 31-42.
- Aktaş, B., Tekeli S., Küpeli G., Bozkurt Y., Gülsoy Ö. ve Salman S. 2009. NiO/YSZ Seramiklerin Kırılma Tokluğuna Mikroyapının Etkisi. Afyon Kocatepe Üniversitesi Fen ve Mühendislik Bilimi Dergisi, 9(3), 61-67.
- Ali, S., Saxena R., Yadav S., Bhati S. ve Kumar N. 2017. A Review Study on Utilization of Waste Foundry Sand. International Research Journal of Engineering and Technology, 4 (4), 749-752.
- Anonim, 2013. Türkiye Döküm Sanayi-2013 Yılına Girerken Mevcut Durum. Türkiye Döküm Sanayicileri Derneği, İstanbul.
- Anonim, 2017. 52nd Census of World Casting Production. The American Foundry Society, Illinois.
- Anonim, 2019. Kullanılmış Döküm Kumunun Değerlendirilmesi ve Geri Kazanımı. Türkiye Döküm Sanayicileri Derneği, İstanbul.
- Aran, A. 2007. Döküm Teknolojisi İmal Usulleri Ders Notları. İTÜ Makine Fakültesi, 109, İstanbul.
- Arcasoy, A. 1984. Seramik Teknolojisi. Marmara Üniversitesi Yayınları, 277, İstanbul
- Asbhy, M.F. ve Jones. D.R. 1998. Engineering Materials 2-An Introduction to Microstructures, Processing and Design. Butterworth-Heinemann, 381, Oxford.
- Atalay, N. 2014. Alümina-YSZ Dental Malzemelerin Mekanik Özellikleri Üzerine Yaşlandırmanın Etkilerinin İncelenmesi. Yüksek Lisans Tezi. Afyon Kocatepe Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, 158, Afyon.
- Barsoum, M.W. 2002. Fundamentals of Ceramics. CRC Press, 624, London.
- Beeley, P. 2001. Foundry Technology. Butterworth-Heinemann, 719, Oxford.
- Bakış, R., Koyuncu H. ve Demirbaş A. 2006. An Investigation of Waste Foundry Sand in Asphalt Concrete Mixtures. Waste Management Resources, 24, 269-274.
- Başar, H.M. ve Aksoy N.D. 2012. Recovery Applications of Waste Foundry Sand. Sigma Mühendislik ve Fen Bilimleri Dergisi, 30, 205-224.
- Başar, H.M. 2012. Dökümhanelerden Kaynaklanan Atıkların Uygun Geri Kazanım/Tekrar Kullanım ve Bertaraf Yöntemlerinin İncelenmesi. Doktora Tezi, İTÜ Fen Bilimleri Enstitüsü, 220, İstanbul

- Boch, N. ve Niepce, J.C.(Editörler). 2007. Ceramic Materials Process, Properties and Applications. ISTE Ltd, 567, London.
- Bultan, Ö., Öngül D. ve Türkoğlu P. 2010. Zirkonyanın Mikroyapılarına Göre ve Üretim Şekillerine Göre Sınıflandırılması. İstanbul Üniversitesi Dişhekimliği Fakültesi Dergisi, 30:2, 197-204.
- Callister, W.D. ve Rethwisch, D.D. 2014. Malzeme Bilimi ve Mühendisliği.(Çev. R. Artır, K. Genel, M. Bakkal, M. Demirkol, A. Parasız, C. Bindal). Nobel Akademik Yayıncılık (Orijinal eserin yayın tarihi 2011), 992, Ankara.
- Carter, C.B. ve Norton, M.G. 2007. Ceramic Materials: Science and Engineering. Springer, 716, New York.
- Çalışkan, F. 2016. Seramik Malzemelerin Şekillendirilmesi. <https://docplayer.biz.tr/48508720-Doc-dr-fatih-caliskan-sakarya-universitesi-teknoloji-fakultesi-metalurji-ve-malzeme-muhendisligi-2016.html> (Erişim Tarihi: 31.01.2020)
- Çıtak, E. 2014. Alüminyum Titanat-YSZ Dental Seramiklerin Üretilmesi ve Karakterizasyonu. Yüksek Lisans Tezi, Cumhuriyet Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, 96, Sivas.
- Çiftyürek, E. 2009. %8 YSZ(Yitria Stabilize Edilmiş ZrO₂) Termal Bariyer Kaplamaların(TBK) Üretilmesi ve Proses Parametreleri Optimizasyonu. Yüksek Lisans Tezi, İTÜ Fen Bilimleri Enstitüsü, 119, İstanbul.
- Döleker, K.M. 2018. YSZ, Gd₂Zr₂O₇ VE YSZ/Gd₂Zr₂O₇ İçerikli Termal Bariyer Kaplama Sistemlerinin İzotermal Oksidasyon ve Termal Çevrim Davranışlarının İncelenmesi. Doktora Tezi. Karabük Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, 208, Karabük.
- Geçkinli, A. 1992. İleri Teknoloji Malzemeleri. İTÜ Matbaası, 288, İstanbul.
- Gedik, A. 2008. Utilization of Waste Foundry Sand as Highway Material. Yüksek Lisans Tezi, İTÜ Fen Bilimleri Enstitüsü, 147, İstanbul
- Gedikli, M. 2019. Dökümhanelerde Oluşan Atık Döküm Kumunun Geri Kullanım Yöntemlerinin İncelenmesi. Yüksek Lisans Tezi, Sakarya Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, 45, Sakarya.
- Gençkan H.D. 2009. Reaktif Spark Plazma Sinerleme Yöntemi ile B₄C/SiC Kompoziti Eldesi. Yüksek Lisans Tezi, İTÜ Fen Bilimleri Enstitüsü, 68, İstanbul.
- Güney, Y., Sarı Y.D., Yalçın M., Tuncan A. ve Dönmez S. 2010. Re-usage of Waste Foundry Sand in High-Strength Concrete. Waste Manegment Resources, 30. 1705–1713, doi:10.1016/j.wasman.2010.02.018

- German, R.M. 1994. Powder metallurgy Science 2nd edition. Metal Powder Industries Federation, 472, New Jersey.
- German, R.M. 1996. Sintering Theory and Practice. John Wiley and Sons Inc., 568, New York.
- Gürkan, E.H. 2014. Dökümhane Kumlarının Yönetimi ve Kullanılabilirliğinin Araştırılması. Doktora Tezi, OMÜ Fen Bilimleri Enstitüsü, 208, Samsun.
- Gürkan, E.H. ve Çoruh S. 2017. Atık Döküm Kumu ile Katyonik Boyarmaddelerin Adsorpsiyon Çalışmaları, CBÜ Fen Bil. Dergisi, 13(2), 515-521.
DOI: 10.18466/cbayarfbe.319947
- Hannick, H.J.R., Kelly M.P. ve Muddle B.C. 2000. Transformation Toughening in Zirconia-Containing Ceramics. Journal of American Ceramic Society, 83:3, 461-487.
- Haglund, S., ve Argen J., 1998. Solid State of Sintering of Cemented Carbides; an Experimental Study. Zeitschrift fur Metallkunde, 89, 316-322.
- HAWAMAN, 2012. Sektörel Atık Kılavuzları-Döküm Sektörü. Döküm Sektörü Rehber Döküman, LIFE HAWAMAN Projesi, LIFE06 TCY/TR/292, Çevre ve Orman Bakanlığı, Ankara.
- HAWAMAN, 2012. Türkiye'de Sanayiden Kaynaklanan Tehlikeli Atıkların Yönetiminin İyileştirilmesi. Döküm Sektörü Rehber Döküman, LIFE HAWAMAN Projesi, LIFE06 TCY/TR/292, Çevre ve Orman Bakanlığı, Ankara.
- Javed, S.ve C.W. Lovell. 1994. Use of Wast Foundry Sand in Highway Construction Final Report, Joint Highway Research Project, JHRP-94/2 3, Purdue University, Indiana.
- Kalemtaş, A. 2015. Seramik Matrisli Kompozit Malzemeler (Nisan-Mayıs-Haziran 2015). Putech&Composites, Bursa.
- Kang, S.J.L. 2005. Sintering. Elsevier Butterworth-Heinemann, 265, Oxford.
- Kaplan, M. 2017. Production and Characterization of Yttria Stabilized Zirconia Ceramic Blocks for Dental Application. Yüksek Lisans Tezi, The Graduate School of Natural and Applied Sciences of Middle East Technical University, 77, Ankara.
- Kepez, Ü. 2007. Türkiye’de Döküm Sektörü-Demir Döküm. TÜBİTAK Metal Teknoloji Platformu Oluşturma Çalıştayı, 23-24 Şubat, Gebze.
- Kılıç, A. 2011. Düşük Sıcaklıkta Beraber Sinterlenen Seramikler (LTCC) Uygulamalarında Kullanılan Çok Katmanlı Seramiklerin Üretimi ve Özelliklerinin Araştırılması. Doktora Tezi, İTÜ Fen Bilimleri Enstitüsü, 296, İstanbul.

- Kılıç, E.C. 2015. PVA/Sol-Jel Bazlı Biyosilika Jel Kompozit Filmlerin Hazırlanması. Yüksek Lisans Tezi, Yıldız Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, 73, İstanbul
- Kılıç, MY. ve Tüylü M. 2019. Bursa'daki Atık Döküm Kumlarının Endüstriyel Simbiyoz ile Hazır Beton Üretiminde Hammadde Olarak Kullanımı. Uludağ Üniversitesi Mühendislik Fakültesi Dergisi, 24(1), 99-110. DOI: 10.17482/uumfd.463234
- Kovancı, B. 2019. Atık Döküm Kumundan Ayrılan Tozların Kompozitler için Matriks Olarak Üretilmesi. Yüksek Lisans Tezi, OMÜ Fen Bilimleri Enstitüsü, 83, Samsun.
- Köroğlu, V. 2013. Refrakter Üretimine Yönelik Olarak Zirkonya Stabilizasyon Çalışmaları. Yüksek Lisans Tezi, İTÜ Fen Bilimleri Enstitüsü, 99, İstanbul.
- Mavroulidou, M. ve Lawrence D. 2019. Can waste foundry sand fully replace structural concrete sand. Journal of Material Cycles and Waste Management, 21, 594-605. doi.org/10.1007/s10163-018-00821-1
- Milos, T.C.H. 2017. Ceramic Sintering. https://www.academia.edu/30822872/Ceramic_Sintering (Erişim Tarihi: 04.05.2020)
- Nilüfer, İ.B. 2014. Atık Zirkonya Tozlarının Değerlendirilmesi. Doktora Tezi. İTÜ Fen Bilimleri Enstitüsü, 139, İstanbul.
- Orlovskaya, N., Adams J., Sankar J., Yarmolenko S., Lugovy M., Subbotin V., Rachenko O., Chheda M., Shih J. 2003. Design and Manufacturing B₄C-SiC Layered Ceramics For Armor Application. Ceramic Armor and Armor Systems Ceramic Transactions, 151, 60-80.
- Pekdemir, A.D. 2019. Teknik Seramikler. DOI: 10.13140/RG.2.2.14159.33442
- Palacı, Y. 2000. Alüminanın Özelliklerine, Şekillendirme Yönteminin, Katkıların ve Sinterleme Sıcaklığının Etkisi. Doktora Tezi, İTÜ Fen Bilimleri Enstitüsü, 158, İstanbul.
- Parabaş, A. 2011. Fe İyonu Katkılandırılmış Tek Kristal Yitria-Stabilized Zirkonia (YSZ)(100) Alttaşıının Manyetik Özelliklerinin Araştırılması. Yüksek Lisans Tezi, GYTE Fen Bilimleri Enstitüsü, 57, Gebze.
- Rahaman, M.N. 2003. Ceramic Processing and Sintering. CRC Press, 875, New York.
- Ramazanoğlu, Ş. 2002. Zirkonyum ve Zirkon. Sakarya Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi, 6:2, 185-189.
- Reed, J.S. 1995. Principles of Ceramic Sintering. John Wiley and Sons Inc., 658, New York.

- Richerson, D.W. 1992. Modern Ceramic Engineering: Properties, Processing, and Use in Design. CRC Press, 880, New York.
- Sağlam, O.R. 2005. Farklı Oranlarda SiO₂ Katkılı Kübik Zirkonyada (8YSCZ) Sinterlenebilirlik ve Statik Tane Büyümesinin İncelenmesi. Yüksek Lisans Tezi, Gazi Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, 87, Ankara.
- Siddique, R., Kaur G. ve Rajor A. 2010. Waste foundry sand and its leachate characteristics. Conservation and Recycling Resources, 54, 1027-1036. doi:10.1016/j.resconrec.2010.04.006
- Siddique, R., Aggarwal Y. ve Rajor A. 2014. Microstructure and properties of concrete using bottom ash and wastefoundry sand as partial replacement of fine aggregates. Construction and Building Materials, 54, 210-223. doi:10.1016/j.conbuildmat.2013.12.051
- Solmaz, P. 2008. Atık Döküm Kumunun Geçirimsiz Perde Yapılarak Tekrar Kullanımı. Yüksek Lisans Tezi, İTÜ Fen Bilimleri Enstitüsü, 111, İstanbul.
- Soyhan, H. 2007. Seramiklerin Sinterleme Prosesi Süresince Şekil Değişikliklerinin İncelenmesi. Yüksek Lisans Tezi, İstanbul Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, 78, İstanbul.
- Sönmez, T. 2009. Characterization Studies on Zirconia Partially Stabilized with Y₂O₃ Developed Via High Energy Milling. Yüksek Lisans Tezi, İTÜ Fen Bilimleri Enstitüsü, 133, İstanbul.
- Sylvia, J.G. 1972. Cast Metals Technology. Addison-Wesley Educational Publishers Inc, 338, San Diego
- Topçu, İ. 2007. Detemination of Mechanical Properties of Ceramic Reinforced Al Matrix Composites Under Dynamic Loading Conditions. Yüksek Lisans Tezi, Marmara Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, 62, İstanbul.
- Uçar, A. 2016. Döküm Esasları ve Yöntemleri. Uçar Yayıncılık, 41, İstanbul.
- Uçar, T. 2008. Sanatsal Seramiklerin Yapımında Kullanılan Çamura Fiber Katkısı Sonucu Ürün Özelliklerinin İncelenmesi. Yüksek Lisans Tezi, İTÜ Fen Bilimleri Enstitüsü, 150, İstanbul
- Uz, M.M. 2018. Dental Uygulamara Yönelik İtriya Katkılı Zirkonya Seramik Tozlarının Sentezi ve Kalıplanabilirlik Özelliklerinin İncelenmesi. Yüksek Lisans Tezi. Yıldız Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, 84, İstanbul.
- Yang, H., Ouyang, J., Zhang, X., Wang, N. ve Chunfang, D. 2008. Synthesis and Optical Properties of Ytria-doped ZrO₂ nanopowders, Journal of Alloys and Compounds, 458, 474-478.

- Yılmaz, D. 2011. Yüksek Enerjili Öğütme Sistemleri ile YSZ Tozlarının Sentezi ve Polimer/YSZ Sistemlerinin Piroliz Sonrası Davranışlarının İncelenmesi. Yüksek Lisans Tezi, İTÜ Fen Bilimleri Enstitüsü, 78, İstanbul.
- Zannetti, C.M. ve Fiore, S. 2002. Foundry Processes: The Recovery of Green Moulding Sands for Core Operations. Resources, Conservation and Recycling, 38, 243-254.
- Zannetti, C.M. ve Fiore, S. 2007. Foundry Wastes Reuse and Recycling in Concrete Production. American Journal of Environmental Sciences, 3, 135-142. ISSN 1553-345X.



ÖZGEÇMİŞ

Adı ve Soyadı : Hayrettin YÜKSELECEK
Doğum Yeri : KADIKÖY
Doğum Tarihi : 10.02.1993
Yabancı Dili : İngilizce

Eğitim Durumu

Lise : Mehmet Akif Ersoy Lisesi (2011)

Lisans : Ondokuz Mayıs Üniversitesi Makine Mühendisliği
(2016)

Yüksek Lisans : Ondokuz Mayıs Üniversitesi Lisansüstü Eğitim Enstitüsü
Malzeme Bilimi ve Mühendisliği Anabilim Dalı (09.
2017 – 05.08.2020)

Yayınlar

Yükselecek, H., Avcıoğlu, S., Çevik, S. 2019.YSZ Katkılı Atık Döküm Kumu Kullanılarak Seramik Malzeme Üretilmesi. 2. Uluslararası 19 Mayıs Yenilikçi Bilimsel Yaklaşımlar Kongresi, 27-29 Aralık, Tam Metin Kitabı Uygulamalı Bilimler, 1204-1210, Samsun.