

**KURU ÖĞÜTME SİSTEMİ KULLANILARAK  
DUVAR KAROSU BÜNYESİ GELİŞTİRİLMESİ**

Şefik Baran TARHAN  
Yüksek Lisans Tezi

Seramik Mühendisliği Anabilim Dalı  
Ağustos - 2007

## JÜRİ VE ENSTİTÜ ONAYI

**Şefik Baran TARHAN**'ın “**Kuru Öğütme Sistemi Kullanılarak Duvar Karosu Bünyesi Geliştirilmesi** ” başlıklı **Seramik Mühendisliği** Anabilim Dalındaki, Yüksek Lisans tezi 24 / 07/ 2007 tarihinde, aşağıdaki jüri tarafından Anadolu Üniversitesi Lisansüstü Eğitim-Öğretim ve Sınav Yönetmeliğinin ilgili maddeleri uyarınca değerlendirilerek kabul edilmiştir.

	<b>Adı-Soyadı</b>	<b>İmza</b>
<b>Üye (Tez Danışmanı) :</b>	<b>Prof. Dr. NURAN AY</b>	.....
<b>Üye</b>	<b>: Doç. Dr. ALPAGUT KARA</b>	.....
<b>Üye</b>	<b>: Yard. Doç. Dr. MÜNEVVER ÇAKI</b>	.....

**Anadolu Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Yönetim Kurulunun**  
.....**tarih ve .....sayılı kararıyla onaylanmıştır.**

**Enstitü Müdürü**

## ÖZET

**Yüksek Lisans Tezi**

### **KURU ÖĞÜTME SİSTEMİ KULLANILARAK DUVAR KAROSU BÜNYESİ GELİŞTİRİLMESİ**

**Şefik Baran TARHAN**

**Anadolu Üniversitesi  
Fen Bilimleri Enstitüsü  
Seramik Mühendisliği Anabilim Dalı**

**Danışman: Prof. Dr. Nuran AY  
2007, 90 sayfa**

Bu çalışmada, kuru öğütme sistemi kullanılarak daha az maliyetli hızlı çift pişirim duvar karosu kompozisyonu geliştirilmesi amaçlanmıştır. Bunun için, 3 adet kil, Na-Feldispat ve sıcaklığın nihai karonun özelliklerine etkisi faktöriyel deney tasarımı ile incelenmiştir. Deneyde  $2^4 3^1$  genel faktörlü deney tasarımı yapılmış, 5 ana faktör etkisi ve bunların birbirleriyle olan etkileşimi incelenmiştir. Hipotezlerin anlamlılık testleri  $\alpha=0,05$  anlam seviyesine göre yapılmıştır. Hazırlanan reçetelerden üretilen numuneler üzerinde küçülme, su emme, yoğunluk, gözenek miktarı, mukavemet deneyleri yapılmış olup örneklerin SEM ve XRD ile mineralojik ve faz analizleri yapılmıştır. Deneyler sonunda elde edilen veriler, MINITAB 14 paket programıyla analiz edilerek elde edilen sonuçlar irdelenmiştir.

**Anahtar Kelimeler:** Kuru Öğütme, Duvar Karosu, Deney Tasarımı, Kırmızı Pişen Bünye, Mikroyapı

## **ABSTRACT**

**Master of Science Thesis**

### **DEVELOPMENT OF RED WALL TILE COMPOSITION BY DRY GRINDING PROCESS**

**Şefik Baran TARHAN**

**Anadolu University  
Graduate School of Sciences  
Ceramic Engineering Program**

**Supervisor: Prof. Dr. Nuran AY  
2007, 90 pages**

The dry milling of ceramic raw materials offers advantages in comparison with the wet milling process. The dry grinding process is an energy saving process. The dry process strongly diminishes the thermal consumption because of the spray dryers were not used in this process. In this study, the effects of dry grinding on wall tile composition are investigated with experimental design method. Experiments were designed as  $2^43^1$  multi-level factorial design, individual effects of main five factors (temperature, clay 1, clay 2, clay 3 and feldspar) and their interactions were determined. 24 formulations are prepared with territorial clays (Turgutlu/Manisa/Turkiye region) and feldspar. The samples were characterized before and after firing by using XRD, TG, DTA, EDX and SEM. The physical properties (linear shrinkage, flexural strength and water absorption) were measured. Results were analyzed by MINITAB 14 statistical software program.

**Keywords:** Dry Grinding, Wall Tile, Experiment Design, Red Firing Body, Microstructure

## TEŐEKKÜR

Tez alıőmamda hi bir zaman desteęini ve emeęini esirgemeyen Prof. Dr. Nuran Ay'a ok teőekkür ederim.

Beni hi bir zaman yalnız bırakmayan eőime, anneme, babama, ablama ve ikizime, alıőmalarında bana destek veren Elif Eren'e, Yapıncak Gönü'ye, Gülfem Binal'a, Müge Tuna'ya, A.Samet Küüker'e, Neslihan Tamsü'ye, ‚Pervin Daę'a ve bütün EDP arkadaşlarıma, alıőmalarım esnasında bana destek veren Seramiksan A.Ő'den Celal Yıldız'a, Engin Akgün'e teőekkür ederim.

Ő.Baran TARHAN

Aęustos - 2007

## İÇİNDEKİLER

	<u>Sayfa</u>
<b>ÖZET</b> .....	i
<b>ABSTRACT</b> .....	ii
<b>TEŞEKKÜR</b> .....	iii
<b>İÇİNDEKİLER</b> .....	iv
<b>ŞEKİLLER DİZİNİ</b> .....	x
<b>ÇİZELGELER DİZİNİ</b> .....	xii
<b>1. GİRİŞ</b> .....	1
<b>2. DUVAR KAROSU</b> .....	2
2.1. Seramik Hammaddeler .....	2
2.1.1. Özlü Hammaddeler .....	2
2.1.2. Özsüz Hammaddeler .....	6
2.2. Duvar Karosu Üretimi.....	9
2.2.1. Hammaddelerin Hazırlanması.....	10
2.2.1.1. Enerji Tane Boyut Arasındaki İlişki .....	10
2.2.2. Geleneksel Yaş Öğütme Prosesi .....	12
2.2.2.1. Granülasyon .....	13
2.2.3. Kuru Öğütme Prosesi .....	13
2.2.3.1 Sarkaçlı Değirmen.....	15
2.2.3.2 Dikey Silindir Değirmen .....	17
2.2.3.3 Çekiçli Kırıcı .....	18
2.2.3.4 Çivili Değirmen.....	19
2.2.3.5 Kuru Öğütme Değirmenlerinin Değerlendirilmesi .....	19
2.2.3.6 Eleme.....	20
2.2.3.7.Granülasyon .....	21
2.2.4. Yaş ve Kuru Öğütme Arasındaki Maliyet Farklar .....	22

2.2.5. Şekillendirme .....	23
2.2.6. Kurutma .....	24
2.2.7. Sırlama .....	25
2.2.8. Pişirim .....	26
2.3. Deney Tasarımı .....	27
2.3.1 Deneyleme stratejisi .....	28
2.3.2 Deney tasarımı için dikkat edilmesi gerekenler .....	30
2.3.2.1. Problemin durumu ve fark edilmesi .....	31
2.3.2.2 Faktörlerin, düzeyleri ve aralıkların seçilmesi .....	31
2.3.2.3 Yanıt değişkeninin seçilmesi .....	32
2.3.2.4 Deney tasarımının seçilmesi .....	32
2.3.2.5 Deneilerin yapılması .....	32
2.3.2.6 Verilerin istatistiksel analizi .....	33
2.3.2.7 Sonuçlar ve öneriler .....	33
2.3.3. Faktör etkilerinin hesaplanması .....	33
2.3.4. Deney tasarımının seramiklerde kullanılması .....	34
<b>3. DENEYSEL ÇALIŞMALAR.....</b>	<b>36</b>
3.1. Deney Tasarımı .....	36
3.2. Kullanılan Hammaddeler .....	38
3.3. Kullanılan Cihazlar .....	41
3.4. Numunelerin Hazırlanması .....	42
3.5. Yapılan Testler .....	42
3.5.1. Boyut değişiminin ölçülmesi .....	42
3.5.2. Su emme .....	43
3.5.3. Yoğunluk ve % görünür porozite ölçümü .....	43
3.5.4. Mukavemet ölçümleri .....	44
3.5.5. X-ışınları difraktometresi ile karakterizasyon .....	44
3.5.6. Mikroyapı analizi .....	45

<b>4. DENEY SONUÇLARI VE TARTIŞMALAR.....</b>	<b>46</b>
4.1. Deney Reçetelerinin Tane Boyut Dağılımı.....	54
4.2. Kuru Mukavemet için Deney Sonuçları.....	56
4.3. Pişme Küçülmesi için Deney Sonuçları.....	59
4.4. Pişmiş Mukavemet için Deney Sonuçları.....	63
4.5. Yığinsal Yoğunluk için Deney Sonuçları.....	67
4.6. % Su Emme İçin Deney Sonuçları.....	72
4.7. % Görünen Porozite İçin Deney Sonuçları.....	76
4.8. Görünen Yoğunluk için Deney Sonuçları.....	80
4.9. Mikroyapı Analizleri.....	83
<b>5. GENEL SONUÇLAR.....</b>	<b>89</b>
<b>KAYNAKLAR.....</b>	<b>91</b>



## ŞEKİLLER DİZİNİ

	<u>Sayfa</u>
2.1. Öğütücü ortam ve tane arasındaki kuvvet dağılımı.....	10
2.2. Kuru öğütme şematik gösterimi.....	14
2.3. Sarkaçlı değirmen şematik gösterimi.....	16
2.4. Dikey silindirik değirmen şematik gösterimi.....	17
2.5. Çekiçli değirmen.....	19
2.6. Proses ya da sistemin genel modeli.....	29
3.1. Turgutlu kili XRD analizi.....	39
3.2. Kumlu kil XRD analizi.....	40
3.3. Na-Feldispat XRD analizi.....	40
3.4. İstanbul kili XRD analizi.....	41
4.1. Kuru mukavemet için ana etkiler grafiği.....	57
4.2. Kuru mukavemet için etkileşim grafiği.....	57
4.3. Kuru mukavemet için pasta grafiği.....	58
4.4. Sıcaklık*Kumlu Kil etkileşim grafiği.....	60
4.5. Sıcaklık*İstanbul Kili etkileşim grafiği.....	61
4.6. Pişme küçülmesi için ana etkiler grafiği.....	61
4.7. Pişme küçülmesi için ana pasta grafiği.....	62
4.8. Pişmiş mukavemet için etkileşim grafiği.....	64
4.9. Pişmiş mukavemet için ana etkiler grafiği.....	65
4.10. Pişmiş mukavemet için pasta grafiği.....	65
4.11. Yığinsal yoğunluk için etkileşim grafiği.....	69
4.12. Yığinsal yoğunluk için ana etkiler grafiği.....	69
4.13. Yığinsal yoğunluk için pasta grafiği.....	70
4.14. Su emme için etkileşim grafiği.....	73
4.15. Su emme için ana etkiler grafiği.....	74
4.16. Su emme için pasta grafiği.....	74
4.17. % Görünen porozite için etkileşim grafiği.....	77
4.18. % Görünen porozite için ana etkiler grafiği.....	78
4.19. % Görünen porozite için pasta grafiği.....	78
4.20. Görünen katı yoğunluğu için etkileşim grafiği.....	81
4.21. Görünen katı yoğunluğu için ana etkiler grafiği.....	82

4.22. Görünen katı yoğunluğu için pasta grafiđi.....	82
4.23. 2112 nolu 1135°C'pişirilmiş duvar karosu 250 büyütmede ikincil elektron görüntüsü .....	84
4.24. 2112 nolu 1135°C'pişirilmiş duvar karosu 250 büyütmede geri yansmalı elektron görüntüsü .....	85
4.25. 1 nolu noktanın EDX analizi.....	86
4.26. 2 nolu noktanın EDX analizi.....	86
4.27. 2112 nolu 1135°C'pişirilmiş dađlanmış duvar karosu 19000 büyütmede ikincil elektron görüntüsü.....	87
4.28. Şekil 4.27'deki belirtilen bölgenin EDX analizi.....	88
4.29. 2112 nolu reçetenin 1135°C'deki XRD analizi .....	88

## ÇİZELGELER DİZİNİ

	<b><u>Sayfa</u></b>
2.1. Kil minerallerinin tabakalarına göre sınıflandırılması .....	3
2.2. Kil minerallerinin kimyasal bileşimi.....	5
2.3. Duvar karosu kırmızı bünye kompozisyonları.....	6
2.4. Feldispatların kimyasal formülleri,özgül ağırlıkları ve sertlikleri .....	8
2.5. Geleneksel yaş yöntemle, kuru sistemin karşılaştırılması.....	23
2.6. Pişme esnasında meydana gelen reaksiyonlar.....	26
2.7. 2 faktörlü deney için Anova Tablosu .....	30
3.1. İncelenen faktörler ve seviyeleri .....	36
3.2. Reçete oranları .....	38
3.3. Deneylerde kullanılan hammaddeler ve kimyasal analizleri .....	39
4.1. Deney sonuçları.....	47
4.2. Kuru mukavemet deney sonuçları.....	53
4.3. Kümülatif elek altı ( $\mu\text{m}$ ) tablosu .....	55
4.4. Kuru mukavemet için Anova tablosu.....	56
4.5. Pişme Küçülmesi için Anova tablosu .....	60
4.6. Pişmiş mukavemet için Anova tablosu .....	63
4.7. Yığmsal yoğunluk için Anova tablosu.....	68
4.8. % Su emme için Anova Tablosu.....	72
4.9. % Görünen porozite için Anova tablosu .....	77
4.10. Görünen katı yoğunluğu için Anova tablosu .....	80

## 1. GİRİŞ

Seramik karo üretiminde en yaygın olan hammadde hazırlama yöntemi yaş yöntemidir. Son zamanlarda maliyetlerin düşürülmesi için yaş yönteme alternatif olarak kuru hazırlama sistemleri gündemdedir. Kuru hazırlama sistemleri ile harcanan ısı ve elektrik enerjisinden tasarruf sağlanarak maliyetler düşürülebilmektedir.

Seramik üretimi, hammaddelere ve kullanılan araçlara bağlı olarak üretim sürecinde pek çok değişkene sahiptir. Son ürünün verimli, kontrollü ve ekonomik olarak minimum kayıpla gerçekleştirilebilmesi ancak her aşamada yapılacak uygun düzenlemelerle mümkündür. Fakat herhangi bir değişken, değiştirilmeye ihtiyaç duyulduğunda istatistiksel olmayan metotlara ve bireysel tecrübeye dayanan teknikler sıklıkla kullanılır. Faktöriyel tasarım, faktörler arasındaki etkileşimlerin tahminine izin verdiği için bir ya da daha fazla faktörün, bir ya da daha fazla özelliğe olan etkisini değerlendirmede çok işe yarayan bir araçtır. Diğer bir deyişle faktöriyel tasarım, rutin olarak kullanılan, aynı özellikleri gösteren bileşimlere benzemeyen ve aynı zamanda üretim süresini ya da maliyetlerini düşüren faktörlerin bileşimlerinin keşfedilmesine izin verir. Tekniğin uygulanması, tepki değişkenlerinin çalışma aralığında mutlak olarak doğrusal olmasını gerektirir. Aynı zamanda faktörler başlangıçta belirlenen değerlerde sabit kalmalıdır.

Bu çalışmada, hızlı çift pişirim duvar karosu üretimi için reçete çalışması yapılmıştır. Seramiksan AŞ'den temin edilen hammaddeler ile duvar karosunun reçeteleri hazırlanarak nihai özelliklerini etkileyen parametreler incelenmiştir. Duvar karosu reçeteleri, Turgutlu kili, kumlu kil, İstanbul kili ve Na-feldispat ile hazırlanmıştır ve ana faktör olarak kabul edilmiştir. Şekillendirilen karoların pişme sıcaklığı da ana faktör olarak ilave edilmiştir. Deneysel,  $2^4 3^1$  çok faktörlü deney tasarımı olarak tasarlanmış olup, analiz sonucunda ana faktörlerin ve etkileşimlerinin etkisi belirlenmiştir. Numuneler üzerinde pişme boyutu, su emme, yoğunluk, mukavemet ve gözenek ölçümleri yapılmıştır.

## 2. DUVAR KAROSU

Duvar karosu; kil, kaolen, feldspat, mermer, kuvars gibi inorganik hammaddelerin öğütülüp belirli oranlarda karıştırılıp plaka halinde şekillendirildikten sonra, sırlı veya sırsız, desenli veya desensiz olarak, bir veya birden fazla 1050-1190 °C aralığında pişirilerek sertleştirilmesi suretiyle elde edilen, İnşaat sektöründe kullanılan seramik malzemedir [1].

TS-EN 14411 BIII (159 BIII, TS 202) standardına göre duvar karosunun; su emme değeri %10 ile 20 arasında, mukavemeti 7,5 mm'den kalın karolar için 12 N/mm<sup>2</sup>, ince karolar için, 15 N/mm<sup>2</sup> olmalıdır [3].

### 2.1. Seramik Hammaddeler

Seramik sanayinde kullanılan hammaddeler ürün kalitesini ve maliyetini doğrudan etkilerler. Hammadde özelliklerindeki olumsuz bir değişim nihai ürün özelliklerini de olumsuz yönde değiştirir [4].

Seramik hammaddeleri özlü ve özsüz hammaddeler olmak üzere iki gruba ayrılır.

#### 2.1.1. Özlü hammaddeler

Bu gruba plastik hammaddeler diye de adlandırılan kil ve kaolen grubu girer. Kil ve kaolenler oluşum bakımından birbirlerine benzerler. Daha çok birincil yataklar olarak kaolenler, ikincil yataklar olarak da killer olarak birbirlerinde ayrılırlar.

Kil, doğal olarak oluşmuş, ince taneli minerallerden meydana gelen, yeterli miktarda su katılınca plastikleşen ve kuruma veya pişmeyle sertleşebilen malzemeler denir [5].

En yaygın kil minerali kaolinittir.  $[\text{Si}_2\text{O}_5]^{-2}$  ve  $[\text{Al}_2(\text{OH})_4]^{+2}$  tabakalarından oluşmuştur. Kaolinitin teorik formülü  $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  şeklindedir. Mineralojik ve kimyasal yönden plastik kil ve kaolen arasındaki fark çok azdır. Doğada ikisi

de kaolinit yapıdadır. İçerdikleri safsızlıklar en büyük oranda kuvars, en düşük oranda demir ve titanyumdur. Tabakalı silikat yapısı killeri diğer seramik hammaddelerinden ayırır. Tabakalı yapı benzer tane boyutundaki diğer tozlarla karşılaştırıldığında, yüksek yüzey alanına sahiptir (yaklaşık 40 m<sup>2</sup>/g). Yüksek yüzey alanının plastikliğin artmasına katkıda bulunur[6,7].

Kil ve kaolen feldispatik kayaçların doğal yollarla kimyasal ve fiziksel etkilerle bozunmasıyla oluşur [8].

Kil ve kaolen içinde daima bozunmamış feldispat ve bozunma sonucu oluşan bir miktar kuvars bulunur [9].

Kil mineralleri birbirinden farklı iki temel yapı taşından oluşmuştur. Birinci yapıtaşının geometrik şekli düzgün sekizyüzlü oktahedral olup merkezde alüminyum, demir ve Mg atomlarından biri köşede ise hidroksil iyonları bulunmaktadır. İkinci yapıtaşının geometrik şekli düzgün dörtyüzlü tetrahedral olup merkezde silisyum atomu ve köşelerde ise merkez atomdan eşit uzaklıkta oksijen ve hidroksil iyonları yer almaktadır Çizelge 2.1’de kil minerallerinin sınıflandırmaları görülmektedir [9].

Çizelge 2.1. Kil minerallerinin tabakalarına göre sınıflandırılması [9]

<b>Yapı</b>	<b>Grup</b>	<b>Cins</b>
2 Tabakalı olanlar	Kaolinit Grubu	Kaolinit
	a- Eş boyutlu olanlar	Dikit
	b- Bir yönde uzamış olanlar	Halloysit
3 Tabakalı olanlar	Smektit Grubu	Montmorillonit
	İllit Grubu	Bedielit
	Vermikülit Grubu	İllit
		Vermikülit
4 Tabakalı olanlar	Klorit Grubu	Klorit
Zincir Yapısı olanlar	Sepiyolit Grubu	Sepiyolit
		Atapulgit
		Paligorskit

Kaolinit yaprakları tam elastik olamamakla beraber bükülebilir özellik gösterirler. Mineral olarak parlak olmayıp mat ve topraksıdırlar. Mohs’a göre sertlikleri 2–3 dolayındadır. Boyları 1000–5000 Å°, kalınlıkları 200 Å° kadardır[9].

Yüksek miktardaki alüminyum oksit ve su ve nerede ise hiç alkali olmayışı ile karakterize edilebilir. Bu özelliği kaoliniti çok refrakter ve plastik bir mineral yapar[9].

Kil minerallerinin kimyasal yapısı çizelge 2.2’de yer almaktadır.

Kaolinit grubu killer; kaolen, dikit, nakrit, anaksit, halloysit ve endellit olarak ayrılırlar [10].

Montmorillonit grubu içinde birçok mineral yer alır ancak, montmorillonit terimi düşük miktarda yer değiştirmeye sahip sulu alümina-silikat minerallerini anlatmaktadır. Montmorillonitin sertliği 1’ dir [9].

Montmorillonit grubu minerallerin tümü pyrophyllite veya talk genel yapısına dayanmaktadır. En önemli fark ise; montmorillonitlerde birim tabaka elektriksel olarak nötr değildir [9].

Montmorillonitler katyonları adsorplama ve onları sıkıca tutma özelliğine sahiptir. Net negatif yük kafes yapısındaki iyonik yer değiştirmeden kaynaklanmaktadır. Yani, oktahedrada  $Al^{3+}$  ;  $Mg^{2+}$  yer değiştirmesi sonucu bir yük eksikliği oluşur. Montmorillonit mineralinde magnezyum atomu 1’e 6 oranında alüminyum atomu ile yer değiştirebilir ve saponit adını alır. Saponit[ $2MgO.3SiO_2.nH_2O$ ] diğer montmorillonit grubu mineraller de ise  $Al^{3+}$  yerine  $Fe^{3+}$  ve tetrahedradaki  $Si^{4+}$  yerine  $Al^{3+}$  iyonu gelebilir [9].

Kuru halde ki montmorillonit bünyesine su alarak ilk hacminin 16 katına kadar kristal iskeletini genişletebilir. Plastiklik ve su tutma özelliği kaolinit ve talka oranla çok yüksektir [9].

Kaolinitin iki tabakalı yapısına karşın monmorillonit kil minerallerinin özelliği, üç tabakalı mineral yapısında oluşmasıdır [9].

Montmorillonit; hidrotermal ayrışmayla oluşur. Çok küçük sulu alüminyum silikat tanecikleri kütleyi meydana getirir. Suyu alarak şişen montmorillonit tanecikleri bu nedenle çevresinde bulunan diğer elemanları bünyelerinde hapsederler [10].

İllit mineralinin yapı özellikleri mika mineralinin yapısına benzer. İllit mineralleri, muskovitin bozunması sonucu meydana gelirler. Ayrışma ile oluşmuş bir hidro-mikadır. Bu grup mineralleri montmorillonit grubu killerinden farklı olarak potasyum içerirler. Plastiklik özelliği ve uzun bir vitrifikasyon aralığına

sahip olmasının getirdiği olumlu pişme özelliği nedeniyle çeşitli oranlarda karo üretiminde kullanılabilir [8].

İllitler de montmorillonit grubunda olduğu gibidir. Tetraeder, oktaeder, tetraederden oluşan üç tabakalı kil minerali sınıfına girer. Mohs sertlik skalasına göre 2–3 arasındadır [9].

İllitin kristal latisi büyük oranda alkali oksitleri, özellikle potasyum oksit içerebilir. Bu nedenle illite kaolinite göre daha fazla ergime özelliğine sahip ve pişirme esnasında çok az su bileşiminden dolayı düşük çekme gösteren plastik bir mineraldir. Kristal suyunu düşük sıcaklıkta 100 °C dolayında kaybeder [9].

Çizelge 2.2 Kil minerallerinin kimyasal bileşimi [10]

<b>KAOLİNİT GRUBU</b>	<b>BİLEŞİM</b>
1- Kaolinit	$Al_2Si_2O_5(OH)_4$
2- Dikit	$Al_2Si_2O_5(OH)_4$
3- Nakrit	$Al_2Si_2O_5(OH)_4$
4- Anaksit	$Al_2Si_2O_5(OH)_4$
5- Halloysit	$Al_2Si_2O_5(OH)_4$
6- Endellit	$Al_2Si_2O_5(OH)_4 \cdot 2H_2O$
<b>SMEKTİT GRUBU</b>	
1- Montmorillonit	$Mg_2Al_10Si_4(OH)_{12}(Na,Ca)$
2- Nontronit	$FeSi_2Al_2O_6(OH)_{12}(Na_2)$
3- Saponit	$Mg_{18}Si_{22}Al_2O_{60}(OH)_{12}(Na_2)$
4- Beidellit	$Al_{13}Si_{19}Al_5O_{60}(OH)_{12}(Na)$
5- Hektorit	$Li_2(Al,Fe,Mg)(Si_2Al_2)O_5OH$
<b>İLLİT GRUBU</b>	
İllit	$(Al_4Fe_4Mg_6)O_{20}(OH)_4Ky(Si_{8-y}Al_y)$
Muskovit	$K_{20,3}Al_2O_3 \cdot 0,6SiO_2 \cdot 2H_2O$
Biyotit	$K(Mg,Fe)_3 \cdot (Al,Fe) \cdot Si_3O_{10}(OH)_2$
Flogopit	$H_2KMg_3Al(SiO_4)_3$
<b>KLORİT GRUBU</b>	
1- Atapulgit	$Mg_5Si_8O_{20}(OH)_2 \cdot 4H_2O$
2- Sepiyolit	$Mg_6Si_8O_{20}(OH)_4 \cdot n H_2O$
3- Allofan	$Al+SiO_2+H_2O$

Killerin plastiklik ve kaplayıcılık özelliği kristallerinin ince levhacıklar halinde olmasından ileri gelir. Tabakalar şeklinde olan kil mineralleri su ile karıştırıldığında su bu tabakalar arasına girerek bir gerilme uygulandığında tabakalar birbirlerinin üstünden kayarlar ve kile plastiklik özelliği kazandırır [9].



Pişen bünyenin kırmızı veya beyaz olmasının sebebi kullanılan kilin safsızlığı ile alakalıdır. Pişirim sonrası rengin kırmızı olmasının sebebi (çizelge 2.3) kilin (karbonitik kiler) içinde bulunan demir ve titanyum içeriğidir [11].

Kırmızı bünyede kullanılan hammaddeler;

Karbonitik killer: İllit-klorit tipindeki killerdir. Bu hammaddeler bünyeye plastiklik verirler. İçeriğindeki demir minerallerinden dolayı pişme sonrası bünyeye kırmızı renk verirler [11].

Vitrifiye killer: Bu grup killer de illit – klorit tipindeki killerdir. Karbonat miktarları çok azdır. Yarı mamülde, kuru ve pişmiş ürünlerde kırılma mukavemetini arttırır [11].

Çizelge 2.3 Duvar karosu kırmızı bünye kompozisyonları

	SiO <sub>2</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	TiO <sub>2</sub>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	CaO	MgO	K <sub>2</sub> O	Na <sub>2</sub> O	K.K *
Hızlı Çift Pişirim(Kırmızı)	60.31	13.40	0.57	1.95	9.35	0.31	1.17	0.25	12.82
Hızlı Çift Pişirim(Kırmızı)	61.29	11.45	0.68	2.85	5.92	2.61	2.39	2.03	10.76
Hızlı Çift Pişirim(Kırmızı)	59.37	11.58	0.63	4.56	5.78	3.13	2.49	2.04	10.44
Hızlı Çift Pişirim(Kırmızı)	63.12	12.68	0.52	4.51	6.06	0.79	2.71	0.42	8.51
Hızlı Çift Pişirim(Kırmızı)	65.80	13.77	0.89	1.56	5.82	0.60	1.41	1.86	8.29

\* KK: Kızdırma Kaybı

### 2.1.2. Özsüz hammaddeler

Su ile kolayca şekil verilemeyen, şekil verilse bile bir dış etken ile şeklini kaybedip dağılan hammaddelerdir. Genelde çamurun kuru mukavemet, kuru küçülme ve pişme küçülmesini azaltırlar. Pişmekte olan üründe önemli rol oynayan özsüz seramik hammaddeleri çamurun pişme özelliklerini ve pişme sıcaklık aralığını etkiler [5,12].

Kuvars yeryüzünün bilinen kısmının % 25 ini oluşturur. Kimyasal formülü SiO<sub>2</sub> olup mol ağırlığı 60 gr/mol'dür. Sertlik derecesi Mohs skalasına göre 7'dir. SiO<sub>2</sub>'in üç farklı kristal yapısı bulunmaktadır; kuvars, tridimit ve kristobalit. Bu üç kristalden yalnızca kuvars doğada bulunmaktadır [13].

Seramik endüstrisinde SiO<sub>2</sub>'nin en çok kuvars kumu ve kaya kuvarısı şeklinde olan türleri kullanılır. Doğada bol ve yaygın olarak kullanılan ince taneli

kumlar, demir ve diđer zararlı katkıları içermiyorlar ise, büyük kırma ve öğütme masraflarına gerek olmaksızın seramik endüstrisinde kullanılır [13].

SiO<sub>2</sub>'nin oda sıcaklığında deđişmez formu β kuvarstır. β kuvarsın 573°C ye kadar ısıtılması ile bu sıcaklıkta α-kuvars oluşur. Bu reaksiyon geri dönüşümlü olup, bu sırada kuvars hacimce büyüme gösterir. Isıtmanın yavaş sürdürülmesi ile α-kuvars bu kez 870 °C de α-tridimite ve 1470 °C de α-kristabolite dönüşür. Bu dönüşümler dizisi 1713 °C de erime ile son bulur [13].

Kuvarsın seramik bünyeye etkisi; bir seramik bünyede kil gibi plastik ve dolgu özelliđi olan maddelerin yanı sıra kuvars gibi plastik olmayan ve bünyeyi sıcaklıkta ayakta tutacak bir maddeye gereksinim vardır. Bu iskelet görevini bünyede kuvars üstlenir. Kuvars mineraller içinde en güçlü olanıdır, bu karbonun altında bulunan dördüncü grup elementi silisyumun periyodik cetveldeki yeri ile alakalıdır. Bunun anlamı silisyumun çok güçlü bağlar oluşturabileceđidir. Kuvars öğütülmesi en zor mineraldir. Karbon gibi silisyumda 4 bağ yapar, eşit güce sahip bağlardan oluşan üç boyutlu bir yapı oluşturur. Bünyenin kuruma ve pişme küçülmesini azaltır hatta katkı oranının çok artması ile birlikte küçülme yerine büyüme görülebilir. Plastikliđi düzenlemeye yardımcı olur. Pişme sırasında deformasyon olmaksızın gaz çıkışına izin verir. Yüksek sıcaklıklarda bozunduđu için kullanıldıđı malzemeye yüksek sıcaklık dayanımı verir. Bünyenin kimyasal maddelere karşı direncini arttırır [13].

Feldspat özgül bir hammadde olmasına karşın, çamurlarda belirli bir pişme sıcaklığına çıkıldıđı zaman, eriticilik özelli gösterir. Yapıyı birkaç metal oksitten oluşan karmaşık silikatlar oluşturur. İçerdiđi alkalilerden dolayı düşük erime noktasına sahiptir. Bu malzemeyi kullanmaktaki amaç sinterlenme sıcaklığını azaltıp, porlar arası camsı faz oluşturarak düşük poroziteli ürünler oluşturmaktır [5,12].

Seramik bünyeler için en çok kullanılan feldispat mineralleri çizelge 2.4'de görölmektedir.

Çizelge 2.4 Feldispatların kimyasal formülleri, özgül ağırlıkları ve sertlikleri

	Kimyasal Formülü	Özgül ağırlığı	Sertliği
K-Feldispat (Ortaklas)	$K_2O \cdot Al_2O_3 \cdot 6SiO_2$	2,56	6
Na-Feldispat (Albit)	$Na_2O \cdot Al_2O_3 \cdot 6SiO_2$	2,61	6,0–6,5
Ca-Feldispat (Anortit)	$CaO \cdot Al_2O_3 \cdot 2SiO_2$	2,70	6,0–6,5

Potasyum Feldispatlar ısıtıldığı zaman 1160 °C de bozunmaya başlar ve 1290°C de erimesi tamamlanır. Ortaklasta çok az albit miktarı ergimeyi düşürür. Yüksek viskoziteye sahip bir eriyik olup ürünün şekil bozulmalarına karşı dayanımını arttırdığı için K-feldispatlar grubundan olan ortaklasta seramik sektörü için çok önemlidir [13].

Sodyum Feldispatlar; Doğada albit, K-feldispat ile katı çözelti oluşturmayıp ancak bir miktar K- feldispat ile beraber bulunur. Albit 1120 °C de erir [13].

Feldispatlar doğada çok miktarda bulunmalarına rağmen çok az sayıda oluşum seramik sanayine uygun özellikte hammadde içermektedir. Bunun nedeni, feldispat özellikle K-feldispat oluşumlarının büyük bir çoğunluğunun ince, orta taneli kayaçların bileşeni olarak bulunması ya da demir içeren mineraller tarafından kirletilmiş olmasıdır [13].

Feldispat, kil ve kuvarı katı halde ıslatır ve gözenekler arasında dereceli olarak dağıldıkça, yüzey gerilimi ile taneleri birbirine çekerek bünyenin sinterlenmesini gerçekleştirir. Kullanılan feldispatın türü ve miktarı, pişme sırasında seramik bünyenin camlaşma derecesini kontrol eder ve ürünün fırında istenen çalışma derecesine çıkma sağlar [13].

Mermer, küçük kristalli kalsiyum karbonattır ( $CaCO_3$ ). Mermer saf feldispatla ısıtılacak olursa feldispatın 1280 °C olan erime noktasını düşürerek daha kolay eriyen bir cam meydana getirir. Bu özelliğinden dolayı sır üretiminde kullanılır. Çamur ile sır arasında ara tabakanın daha iyi oluşumunu sağlar [5].

Duvar karolarında mermerin tane boyutu belirli bir deęerin altında deęilse anortit oluřturmaz ve serbest kalsit olarak kalır. Bu nedenle ürün su ile temas halinde iken genleřir. Bu da yüksek miktarda boyutsal genleřmelere neden olur. Bu nedenle mermer çok iyi öğütülmelidir, camsı faz içerisinde çözünmüş CaO nem genleřmesi hatasına yol açmaz [5].

Manyezit ( $MgCO_3$ ) doğada sert parçalar şeklinde, kristal ve amorf olarak bulunur. Tek başına ısıtıldığında refrakterdir. Dięer maddelerle karıştırıldığında ergitici özellik gösterir. Manyezit, bünyenin piřme sırasında sinterleřmesini ve yoęunlařmasını saęlar [12,14].

Dolomit, kalsiyum karbonat ile magnezyum doğadaki karışımdır.  $CaCO_3.MgCO_3$  bileřimindeki dolomitte  $CaCO_3$  % 56,  $MgCO_3$  % 44 oranında yer alır [12].

Wollastonit, bileřimi kalsiyum silikattır ( $CaO.SiO_2$ ). Seramik çamur ve sırlarında kullanılan wollastonit, çamurda eritici özellik göstererek çamurun piřme sıcaklıęını düşürür. Piřirme sırasında gaz çıkartmadıęından tek piřirim çamurlarında düşük sıcaklıklarda kullanılır [12].

Talk, magnezyum hidrosilikat olup  $MgO_4.SiO_2.H_2O$  formülündedir. Su miktarı kaolenden daha az olduęu için piřme küçülmesi de kaolenden daha azdır. Bu nedenle çekmesi az olan duvar karosu bünyesinde kullanılır [5].

## **2.2. Duvar Karosu Üretimi**

Duvar karosu bünyesinde genelde kil, kuvars, kalsit ve feldispat kullanılır. Kilin görevi, yař gövdeye mukavemet saęlamak ve özelliklede sırlama esnasında bünyeye su tutma kabiliyeti vermektir. Feldispat camsı fazı oluřturarak sistemde sinterleřmeyi saęlar. Kuvars, yapının kuruma küçülmesini azaltır, plastiklięi düzenlemeye yardımcı olur ve piřme sırasında deformasyon olmadan gaz çıkışına izin verir. İskelet yapıcı dolgu malzemesi olarak da ilave edilir [3].

Geleneksel olarak seramik duvar karosu üretimi; çamur hazırlama, öğütme, püskürtmeli kurutucu ile granül eldesi, řekillendirme, sırlama ve piřirim kademelerini içermektedir [5].

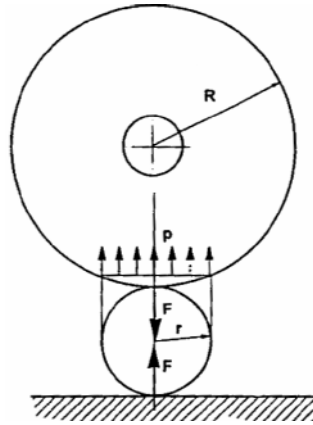
### 2.2.1. Hammaddelerin hazırlanması

Kırma ve öğütme bir malzemenin ortalama tane büyüklüğünü düşürmek, safsızlıkları uzaklaştırmak, tane boyut dağılımını istenilen düzeye getirmek, aglomereleri dağıtmak ve tane şeklini geliştirmek için kullanılan en yaygın yöntemdir [15].

Kırma ve öğütme işlemlerinin reolojiye, üretim davranışına, sinterleme davranışına, mikro yapının iyileşmesine önemli bir etkisi vardır. Bu yüzden sürecin en önemli aşamalarından biridir [14,15].

Öğütme iki şekilde olur;

- Taneler ve öğütücü ortam arasındaki çarpışmayla
- Tanelerin kendi aralarında çarpışmasıyla



Şekil 2.1. Öğütücü ortam ve öğütülen tane arasındaki kuvvet dağılımı [15]

#### 2.2.1.1. Enerji, tane boyut arasındaki ilişki

İlk yaklaşım Kick tarafından 1885 yılında geliştirilmiştir. Bu yaklaşım bir partikülün kırılması için gerekli enerji; partikülün spesifik enerjisiyle ( spesifik enerji: birim kütle için gerekli enerji) orantılıdır. Son zamanlarda yapılan araştırmalar bu teorinin büyük parçalar için geçerli olduğu belirtmiştir. Buna göre büyük partiküllerin elastik olarak deforme olmadan önce kırılması için gerekli yüzey enerjisinin Kick tarafından tahmin edilen kırılma enerjisine göre ihmal edilebilir olmasıdır. Buda neden spesifik enerjinin kırılma için pratikte sabit

olduğunu gösterir. Ancak küçük tane boyutları için malzeme kırılmadan önce elastik deformasyon için gerekli enerji kayda değerdir ve bir noktadan sonra kırılma için iç enerjiyi de geçer. Denklem (2.1) kullanılarak kırılma limiti hesaplanabilir. Küçük tanelerin yapılarında daha az hata olduğu için kırılmalar zordur (Griffith Hipotezi). Bu ilk yaklaşım tane boyut dağılımı ile ilgili değildir sadece kırılma için gerekli enerji ile ilgilidir [16].

$$Lr = \sqrt{\frac{E \sigma_s}{2 a}} \quad (2.1)$$

$Lr$  : Kırılma Limiti

$E$  : Young's modülü

$\sigma_s$  : Yüzey enerjisi( her malzemeye göre değişir)

$a$  : Süreksizliğin derinliği

İkinci yaklaşım ise Rittinger tarafından geliştirilmiştir. Bu yaklaşım ürünün boyut dağılımı için tüketilen enerji ile ilgilendir. Buna göre; kırılma için tüketilen enerji yeni oluşan yüzey alanı ile alakalıdır. Denklem (2.2) kullanılarak tüketilen enerji hesaplanabilir [17].

$$E = \left( \frac{6}{R \gamma} \right) M \left[ \left( \frac{1}{d} \right) - \left( \frac{1}{D} \right) \right] \quad (2.2)$$

$R$  : Rittinger sabiti

$\gamma$  : Öğütülen malzemenin özgül ağırlığı

$M$  : Öğütülmüş malzemenin kütlesi

$d$  : Öğütme sonrası ortalama tane boyutu

$D$  : Öğütme öncesi ortalama tane boyutu

Seramik kaplama malzemelerinin üretiminde iki farklı teknolojik yöntemle hazırlama işlemi gerçekleştirilmektedir; Yaş ve kuru öğütme. Bu iki yöntem arasında teknolojik ve sektörel olarak avantajlar ve dezavantajlar vardır [17].

### 2.2.2 Geleneksel yaş öğütme süreci

Öğütmede kullanılacak değirmenler; maliyet, kapasite, öğütme hızı, tane boyut dağılımı ve malzemenin özellikleri ile bir bütün halinde göz önünde bulundurulur ve seçilir [15].

Tanelerin kırılma olasılığı istatistiksel olarak çarpışma frekansının daha büyük olmasıyla artar. Birim hacimdeki çarpışma sayısı ortamın büyüklüğünün azalmasıyla, öğütme ortamının artmasıyla, hızlı bir şekilde artar. Bu özellikler atritor ve titreşimli değirmenlerde en üst düzeydedir. Bilyalı değirmenlerde darbelerin frekansı, değirmenin limit hızı, bilyaların şekli ayrıca değirmenin belirli bir oranda doldurulmasından dolayı sınırlıdır [15].

Sonuç olarak öğütülen ortamın kütlesi ve büyüklüğü, katı konsantrasyonunun yani litre ağırlığının kontrolü ve öğütmenin en az kirlenme ile en üst seviyeye çıkması açısından önemlidir. Titreşimli ve atritor değirmenler, bilyalı değirmenlere göre daha ince taneli, daha dar tane büyüklüğü dağılımlı öğütmeyi daha kısa zamanda sağlar. Bilyalı değirmenler ise daha fazla kapasiteli, daha geniş tane büyüklüğü dağılımlı ve aglomerelerin olmadığı öğütmeler için kullanılır [15].

Duvar ve yer karosu üretiminde reçeteye göre hammaddeler, % 36–40 su ve % 0,4–0,6 elektrolitler yardımıyla bilyalı değirmenlerde değişik öğütme sürelerinde yaş öğütme metoduna göre öğütürler. Öğütme 63 mikron elekte yaş sistemle % 5–8 bakiye verecek tane iriliğine kadar devam eder. Reçetede maddelere ek olarak % 0,3–0,6 oranında sodyum silikat kullanılmaktadır. Değirmenlerde öğütme için ton başına 4 kg. flint taşı, astar malzemesi olarak aynı miktarda sleks taşı verilir. Değirmenlerde bunlardan başka malzemeler de kullanılabilir. Örneğin kaplama malzemesi olarak yumuşak kauçuk levha ve öğütücü olarak alüminyum oksit bilya vb. kullanılır [18].

### 2.2.2.1. Granülasyon

Granüller, kontrollü aglomereler içeren yarı kuru olarak oluşturulmuş bir toz sistemidir. Granüller genel olarak püskürtmeli kurutucularda çamurun bir kurutma odası içine püskürtülmesiyle oluşur [19].

Çamur yüksek basınçla (25–30 bar) kurutma odası içine püskürtülür, burada 500-600 °C'deki hava ile temasa geçer. Türbülanslı hareket nedeniyle oluşan ısıl değişim katsayısı, damlacıkların yüksek spesifik yüzey alanı, çamur ve hava arasındaki yüksek sıcaklık farkı suyun buharlaşmasına yol açar. Sonuç olarak presleme için uygun nem miktarı ve tane boyut dağılımına sahip yuvarlak şekilli granüller kurutma odasının altında toplanır [19].

Granül büyüklüğü su yüzdesinin artması ile artarken sıcaklığın artmasıyla azalır. Püskürtmeli kurutucularla üretilen granüller yoğun ve yuvarlak granüllerdir. Püskürtmeli kurutuculara beslenen çamurun katı yüzdesinin fazla olması beklenir. Bunun teknik sebeplerinin yanında enerji verimini ve kurutma verimini arttırmak gibi sebepleri de vardır. Ayrıca çamurun hava kabarcıkları içermemesi gerekir, bunun sebebi ise hava kabarcıklarının hem çamurun hem de granüllerin yoğunluğunu düşürmesidir [15].

Kurutucu sıcaklığı; kurutucunun tasarımı, ürünün oluşma zamanı ve ürünün ısıl sınırlarıyla ilgilidir. Hızlı kurutma damlacık içerisindeki sıvıyı hızlı buharlaştırır bu da buhar kabarcıklarının oluşmasına ve aglomerelerin büyümesine yol açar [15].

Duvar karosu granül nem oranları her işletmeye göre farklı olmakla beraber genel olarak % 5,5–6,5 arasında değişir [5].

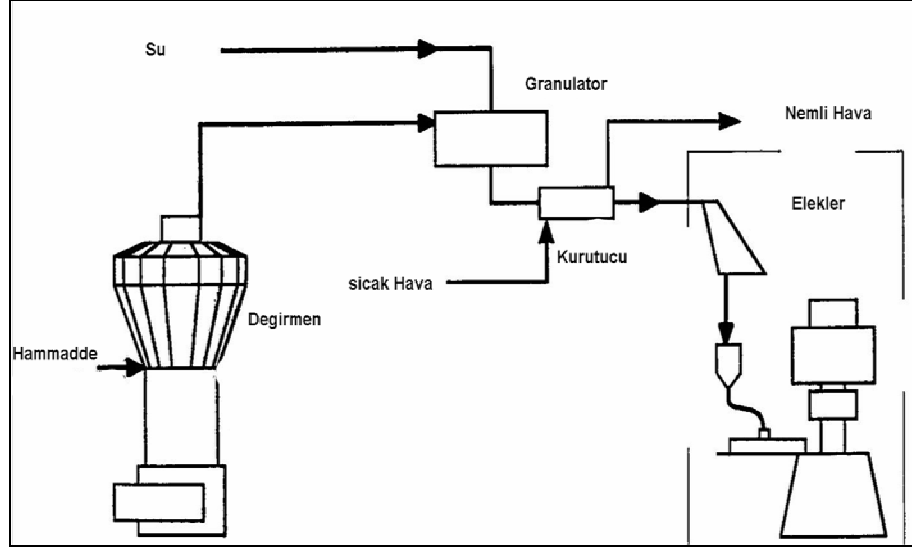
### 2.2.3. Kuru öğütme süreci

Ticari kuru öğütme prosesinde hammaddeler kuru olarak öğütülürler ( nem miktarı % 2'nin altında olması gerekmektedir) ve nemlendirme makinelerinde nemlendirilerek granül haline getirilir [19].

Kuru öğütme işleminde değirmene gelen hammaddeler ( daha az miktarda nem içeriğine sahip hammaddeler), az miktarda pişme sonrası özellikleri



geliştirecek bileşikler eklenir. Şekil 2.2’de şematik olarak kuru öğütme süreci görülmektedir [19].



Şekil 2.2. Kuru öğütme şematik gösterimi

Kuru öğütme sistemlerinin genel prensibi sıkıştırma ile kayma gerilmeleri temeline dayanır. Sürekli öğütme sistemlerinde öğütme süresinden bahsedilmesi anlamsızdır. Öğütme süresi için en önemli parametreler hammadde beslemesi ve hammadde giriş büyüklüğüdür [19].

Öğütülmüş malzeme yeterince küçükse (istenilen tane boyutuna ulaşmış ise) değirmenden çıkar yeterince küçük değil ise eleklerden tekrar değirmene dönerek öğütme işlemi devam eder. Bazı durumlarda (sert malzemelerin öğütülmesinde) tekrar dönen malzemelerden dolayı kompozisyonda değişiklikler meydana gelebilir [19].

Birçok değirmen yapısı olmakla birlikte, hemen hemen hepsinin temeli pan değirmen çalışma prensibine dayanır. Pan değirmen; bir çift öğütme tekerleği tam karşı karşıya gelecek şekilde yerleştirilir. Bu iki tekerlek dikey olarak yerleştirilmiş ve merkezlerinden geçen ve ortada birleşen merkez şafta tutturulmuş olarak bulunurlar. Merkez şaft kendi dikey ekseninde dönerken öğütme tekerlekleri de kendi eksenlerinde dönerler. Öğütücü tekerlekler alt tarafta

bulunan ana plaka üzerindedir. Öğütücü tekerler ve ana plaka veya öğütücü tekeler ve hammaddeler arasında sürtünme oluşturur ve öğütme gerçekleşir [19].

### 2.2.3.1. Sarkaçlı değirmen

Sarkaçlı değirmen, seramik endüstrisinde duvar karosu, tek pişim ve çift pişirim karolarda, çatı kiremitlerinde kullanılabilir [31].

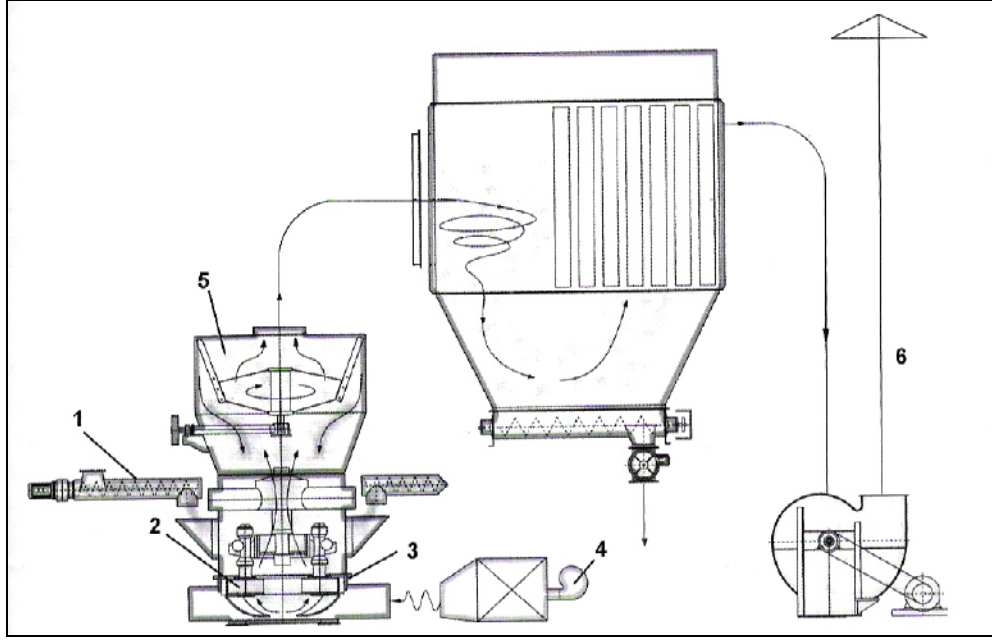
Öğütme işlemi silindirler ile gerçekleştirilmektedir. Bu silindirler kendi etraflarında dönerler ve merkezde bulunan ana şaft kendi eksenini etrafında döner. Merkez şaftın dönmesiyle santrifüj etkisi oluşur (2.3) ve bu etki, silindirlerin ana plak üzerinde dönmesine sebep olur [19].

$$F = m \cdot w^2 \cdot r \quad (2.3)$$

- F : Basma Kuvveti  
m : Silindirlerin kütlesi  
w : Merkez sarkaçın açısal hızı  
r : Silindir ekseninin değirmen eksenine olan uzaklığı

Yüksek basınç kuvveti elde etmek için büyük kütlede silindirlere gerek yoktur. Merkez sarkacın hızı modifiye edilerek uygulanan “F” basma kuvveti modifiye edilebilir [19].

Silindirler santrifüj etkisi ile kırılmamış bir parça ile karşılaşırlarsa parça merkeze doğru itilir. Bu hareketten dolayı parça radyal olarak hızlanır. Bu hızlanma parçaya uygulanan basma kuvvetini attırır ve öğütme işlemi gerçekleşir.



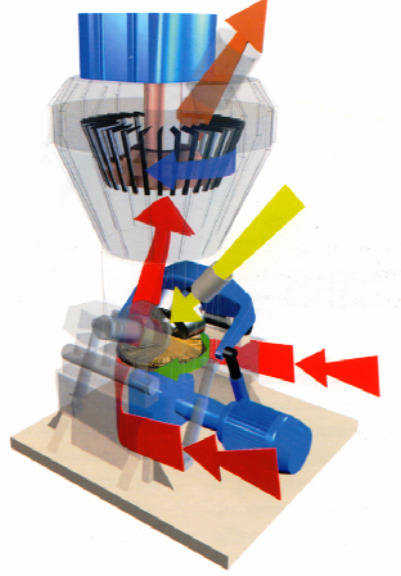
Şekil 2.3. Sarkaçlı değirmen şematik gösterimi (1) besleyici,(2) öğütme hücresi,(3)ana şaft, (4)fan,(5) dinamik ayırıcı,(6) baca

Sistemin çalışma prensibi hammaddeler sisteme bir besleyici yardımıyla beslenirler (1). Silindirlere ile basma kuvveti uygulanır (2). Öğütme ana plaka ile silindirlere arasında gerçekleşir. Basma kuvveti içindeki şaftın dönmesiyle santrifüj kuvveti ile olur(3). Öğütülmüş ürün fanlar yardımıyla yukarı çekilir (4),Öğütücü hücrenin üzerinde bir sınıflandırıcı ve ayırıcı bulunur (5). Bu ayırıcı ile yeterli öğütülmemiş parçalar tekrar öğütme hücresine düşerler. Öğünmüş malzeme toplanır ve temiz hava bacadan dışarı atılır [19].

Malzemenin öğütücü silindirlere ve öğütücü hücre duvarlarına yapışmasını önlemek için öğütme süresi boyunca kurutulması gerekmektedir. Bu işlem için hava ısıtıcısı bağlanarak hammaddeler sürekli sıcak hava ile beslenmektedir. Bu sistemin verimi hammaddelerin birçok parçaya ( yüzey alanının fazla olması sebebiyle) ayrılmasından ve öğütücü hücrede yüksek türbülans olmasından dolayı çok yüksektir. Sarkaçlı değirmen bütün bileşenlerin bir arada öğütülmesine imkan sağlar. Sıcak hava kullanılarak nem miktarı %10–12'ye kadar olan killer problemsizce öğütülebilir. Uygun ayırıcı yardımıyla tane boyut dağılımı elde edilebilir [19].

### 2.2.3.2. Dikey silindir değirmen

Sarkaçlı değirmende olduğu gibi; duvar karosu, tek pişim ve çift pişirim karolarda, çatı kiremitlerinde kullanılabilir.



Şekil 2.4. Dikey silindir değirmen şematik gösterimi

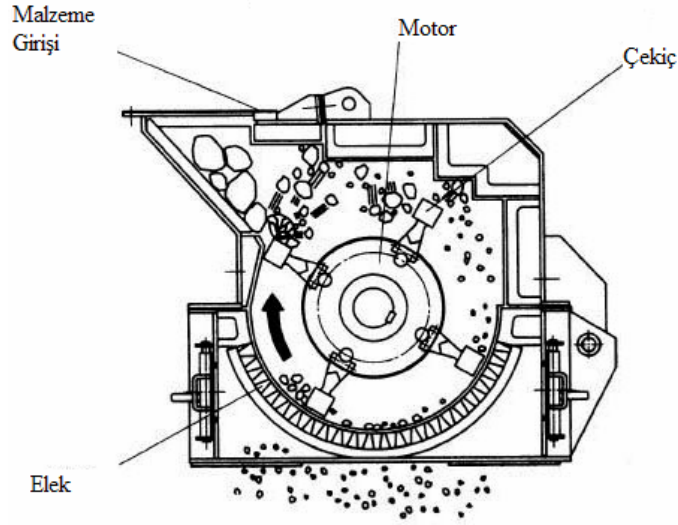
Öğütme hücresi iki adet geniş, ucu kesilmiş huni şeklinde silindirden oluşmuştur. Silindirler çatal şeklinde 2 şaft üzerine yerleştirilmiştir. Çatallar öğütme hücresinin dışındadır ve makinenin en altına menteşelenmiştir. Öğütme hücresinin içinde, silindirlerin hemen altında dönen yatay bir plaka vardır. Bu plaka direkt olarak ana motora bağlıdır. Silindir destekleyen çatalının sonunda hidrolikler ile öğütmenin doğru yapıldığı kontrol edilir. Böylece plakanın ve silindirlerin hızının sabit tutulması sağlanır. Uçları kesik huni şeklindeki silindirler kayma etkisini azaltır buda öğütücü silindirlerin aşınmasını minimize eder [19].

Sistemin şematik gösterimi Şekil 2.4’de gösterilmiştir. Hammaddeler tartılır ve sürekli olarak öğütme hücresine girerler. Hammaddeler içeri girdikten sonra plakanın üzerinde toplanırlar ve silindirlerin dönmesi ile öğütme işlemi gerçekleşir. Hiçbir zaman öğütücü silindir ile alt plaka birbirlerine temas etmezler. Böylece hem malzeme öğütülmüş olur hem de aşınma azaltılmış olur. Öğütülmüş ürün fan yardımıyla yukarı çekilir. Dönen dinamik ayıraç ile öğütülmüş

hammadelerin ağırlıkları sebebiyle boyutlarına göre ayrılır. Dinamik ayıraç ayrı bir elektrik motoru ile çalışmaktadır. Sarkaçlı değirmende olduğu gibi yapışma problemini engellemek için hammaddeler belirli bir kurutma işleminden geçtikten sonra sisteme girmektedir. Bunun için ısıtıcı bir fan değirmene bağlanmıştır. Öğütmenin doğal bir avantajı olarak; bu sistem bileşenin homojen olarak karışmasına izin verir. Çok küçük tane boyutlarına inildiği için kirlilik problemi de elimine edilebilmektedir. Nem miktarı %10'a kadar olan hammaddeler problemsizce öğütülebilir [19].

### **2.2.3.3. Çekiçli değirmen**

Öğütücü hücrenin içinde engebeli bir kabuk vardır ve içinde dönen bir shaft vardır. Bu shafta bağlı çekiçler ile öğütme işlemi gerçekleştirilmektedir. Sistemin iç çeperi vurmanın etkisini arttıracak biçimde dizayn edilmiştir. Sistemin en alt bölümünde elek vardır. Elek açıklıkları istenilen tane boyutuna göre değişir. Genellikle 1 mm elek açıklığına sahip eleklerle kullanılmaktadır. İstenilen tane boyutuna ulaşmış malzeme eleklerden geçer öğütülmemiş daha büyük taneler tekrar çekiçler yardımıyla öğütülmeye devam eder. Hammaddeler yerçekimi etkisiyle sisteme beslenirler. Sadece partiküller büyükse öğütme kayma stresi ile olur( malzeme duvar ve çekiçler arasında kalırsa) veya iç duvara çarpma etkisiyle olur. Partikül çekiç kafası ve iç duvar arasından daha küçük ise öğütme sadece çarpma şeklinde olur. Buradaki en önemli nokta dönen shaftın çevresel hızıdır. Gerçekte partikül dönen shaftın çevresel hızına eşit olan bir hızla teğetsel bir yönde fırlatılır hareket eder. Eğer tane boyutu daha küçük isteniyorsa dönme hızı arttırılır böylece meydana gelen çarpma sayısı artar ve öğütme süresi kısalmır [19].



Şekil 2.5. Çekiçli değirmen

#### 2.2.3.4. Çivili Değirmen

Çivili değirmenin iç çeperi girintili çıkıntılıdır. Sistem malzeme yükleme silosu, öğütme hücresi, boşaltım silosu ve iki adet iç rotordan oluşmaktadır. Dış kaplaması aynı zamanda öğütme hücresine sahiptir. İçerideki iki rotor ayrı yönlerde doğru hareket eder. Rotorlar sisteme adını veren aşınmaya karşı dirençli çivilerle desteklenmiştir. Hammaddeler yer çekimi yardımıyla iki rotor arasına düşer. Malzeme yeterince büyük iken öğütme iki rotor ve çiviler arasında kayma gerilmesi gerçekleşir. Çok az miktarda da, dönmenin etkisiyle malzemenin değirmen duvarlarına çarpmasından dolayı öğütme gerçekleşir. Bu değirmenin öğütme mekanizmasından dolayı çivilerde ve öğütme hücresinin duvarlarının aşınmaları yüksektir. Bu yüzden sert malzemelerden ve kolay değiştirilebilir, onarılabilir şekilde dizayn edilir [19].

#### 2.2.3.5. Kuru öğütme değirmenlerinin değerlendirilmesi

Temel olarak kuru öğütme değirmenleri; öğütme prensiplerine göre ve istenilen tane boyut dağılımına gelmiş malzemenin ayrılmasına göre iki gruba ayrılabilir. Bazı değirmenlerde öğütmeden sonraki ayırma işlemi yer çekimi ile gerçekleştirilirken ( çekiçli değirmen, çivili değirmen vs.) diğerleri ise hava akımı

kullanılarak ayırma işlemi gerçekleştirilmektedir (sarkaçlı değirmen, dikey silindirik değirmen) .

İlk kategorideki grupta öğütme çok ince olmamaktadır. Bunun için bir elek sistemi zorunludur. Böylece elekten geçen öğütülmüş malzeme tekrar sisteme girmeyecektir. Buna karşın hava ayırıcına sahip makinelerde daha ince öğütme gerçekleştirilebilmektedir. Çoğu zaman elek sistemi gerekli değildir [19].

İnce öğütmenin avantajı yüksek yüzey alanı ve malzemede bulunan kirliliklerin uzaklaştırılması ya da azaltılmasıdır. Dikey silindirik değirmende ve sarkaçlı değirmende heterojen olan malzemeler mükemmel derecede karıştırılabilir ve homojen bir karışım elde edilebilir [19].

Yer çekimi ayırımını kullanan makinelerde hammadde yüklemesi çok önemli değildir. Fakat hava ayırımı kullanan makinelerde buna özen gösterilmelidir. Çünkü öğütme hücresi düşük basınç altındadır ve izole olarak tutulmalıdır [19].

Bununla birlikte seramik üreticileri demir kirliliğine dikkat etmek zorundadır. Demir bünyede siyah nokta problemine sebep olmaktadır. Demir kirliliği öğütücü ortamın aşınmasından dolayı kirliliğe sebep olur. Özellikle beyaz pişen bünyelerde soruna neden olur [19].

#### **2.2.3.6. Eleme**

Titreşimli elekler eleme işlemi için kullanılırlar. Değirmen çıkışlarına konularak gerekli eleme işlemi gerçekleştirilir. Titreşimli elekler birçok çeşitte olabilirler;

- Yatay açıklığa sahip dairesel elekler
- Eğimli elekler elektromanyetik kafalar kullanılarak titreşim sağlanır. Bu sistemde eleğin özel noktalarında kafalar konularak titreşim sağlanır.
- Döner elekler.

Eleklerin üstünde kalan, yeterli öğütülmemiş malzeme, tekrar sisteme dönerek öğütme işlemine devam edilir [19].

Öğütme prosesi ile yaklaşık olarak % 2–3 nem ile sistemden çıkar (daha yüksek değerler suyun yoğunlaşmasına ve değirmenin verimini düşürür aynı zamanda öğütücü yüzeye zarar verir ve aşınmayı hızlandırır). Öğütmeden sonra toz belirli bir ölçüde nemlendirme makinelerinde nemlendirilir. Böylece presleme için gerekli nem değerine ulaşılır. Nemlendirme makineleri birçok şekilde olabilir; dikey, sinüzoidal vb. Her ne şekilde olursa olsun su, toz miktarına göre eşit dağılacak biçimde ayarlanmalıdır. Bundan sonra elde edilen ürün silolara taşınır Burada yaklaşık olarak iki gün duran granüllerin nem karakteristikleri eşit olarak dağılır[19].

#### **2.2.3.7. Granülasyonu**

Bu proses kuru öğütmeden sonra tozların granülasyonunu içerir. Granulatör diye adlandırılan makine kullanılır. Genelde sinüzoidal şekildedir. Sisteme su püskürtülerek tozların nemlendirilmesi sağlanır. Eğer nem miktarı fazla olursa buradan kurutmaya gönderilir [19].

Bu yöntemle elde edilen granüllerin morfolojisi sprey kurutucuda üretilen granüllere benzer fakat yoğunlukları daha fazladır. Bunun sebebi sprey kurutucuda üretilen granüller suyun buharlaştırılmasıyla oluşur. Buna karşın kuru öğütme prosesindeki granülleştirme işleminde granüller bir çekirdeğin çevresinde büyüyerek oluştukları için yoğunlukları daha fazladır [19].

Bu teknoloji ile hızlı pişirim çevrimleri için uygun tozlar üretilebilir. Bunun yanında daha düşük enerji ve işletim maliyeti ortaya çıkar. Bu farkın en büyük sebebi yaş yöntemle buharlaştırılacak su miktarının fazla olmasıdır. Dolayısıyla daha fazla enerji ihtiyacı vardır [19].

Granülasyon 4 ayrı bölümden oluşur.

1. Suyun eklenmesi: Gelen tozun nem miktarı %2–3 civarındadır. Yaklaşık olarak %12–14 nemlendirilir. Yaklaşık olarak %10 su uygun şekilli nozzlelar yardımıyla toza püskürtülür. Su, partiküllerinin dış yüzeyini bir zar gibi sarar.
2. Homojenizasyon: Granulatörün içinde oluşturulan türbülans ile hem tozun hem de dış yüzeye yapışan nemin homojen dağılması sağlanır.



3. Granülasyon: Nemlenmiş parçacıklar birleşerek daha büyük taneler oluşturma, aglomera olma eğilimindedir. Aglomerasyon temelde tanelerin yüzeyinde bulunan nemin bir biri ile yapışmasında dolayı tanelerin birleşmesi olarak açıklanabilir. Bu sebepten dolayı yüksek oranda homojenizasyon için en iyi yol hidrasyondur. Sistemde oluşturulan türbülans ile partiküllerin birbirlerine değme olasılıkları artar dolayısıyla da aglomerasyon artar. Partiküllerin yuvarlanma hareketleri ile granüller küre şekline dönüşürler [19].

Granulatörden çıkan granüllerin kalitesi gelen tozun tane boyut dağılımına, içerdiği su miktarına ( ana aglomerasyon elementinin) bağlayıcıların varlığına ve granulatördeki parçaların izlediği yol ve hızlarına bağlıdır. Çok ince tanelerin( 5–10 µm tanelerin fazla olması) olması son ürün özelliklerini etkileyecektir. Normalde küçük tanelerin varlığı daha fazla yüzey alanına sahip oldukları için pişme sırasında avantaj sağlamaktadır. Fakat küçük tanelerin varlığı presleme aşamasında problemlere yol açmaktadır. İlk preslemeden sonra hava atılmasında zorluklara sebep olmaktadır. Bazen ikinci presleme sonrasında da problemlere yol açabilmektedir [31].

Bu bakış açılarından granülasyon ile küçük tane boyutundan yaralanılırken (yüksek yüzey alanı, safsızlıklardan kaynaklanan yüzey hatalarının engellenmesi vb.) hem de preslemedeki hatalar da ( kalıp dolumu vb.) azaltılmış olur [19].

#### **2.2.4. Yaş ve kuru öğütmenin karşılaştırılması**

Kuru öğütme ile geleneksel yaş yöntemine göre % 80 yakıt ve %40 elektrik tüketimini azaltmaktadır. Bununla beraber hemen hemen sıfır su tüketimi vardır. Bu değer yaş yöntemde %32–45 arasında su kullanılırken, kuru sistemde bu değer %3'e düşmektedir. Çizelge 2.5'de geleneksel yaş yöntemle, kuru sistem arasında farklar karşılaştırılmıştır [20].

Çizelge 2.5. Geleneksel yaş yöntemle, kuru sistemin karşılaştırılması

Tüketim	Kuru Öğütme	Yaş Öğütme
Isı Enerjisi (m <sup>3</sup> /ton)	0 - 6	40
Elektrik Enerjisi (kWh/ton)	30	45
Su (litre/ton)	36	288
İlaveler(kg/ton)	0	~ 0
Personel( kişi)	2	3
Bakım Personeli	2	3
Yedek Parça(birim/ton)	1,5	2,5
<b>Toplam Maliyet(birim/ton)</b>	<b>7</b>	<b>21</b>

### 2.2.5. Şekillendirme

Genellikle malzemenin maruz bırakıldığı aşırı sıkıştırma karo yapısında güçlü sertleşmeye yol açar, bu çekmeyi sınırlar ve pişmiş ürünün porozitesini önemli bir şekilde düşürür. Preslenmiş karodaki tane sıkışması organik maddelerin oksidasyonuna ve pişirme sırasında oluşan gazların çıkışına izin verecek şekilde olmalıdır [7].

Kalıbın doldurulması en önemli presleme basamağıdır. Yüzey nemi tarafından meydana getirilen Van der Waals kuvvetleri ve adhezyon granüllerin yapışmasına yol açabilir [21].

Homojen yoğunluğa sahip karo elde etmek için kalıba granül beslemesi iyi bir şekilde kontrol edilmelidir. Homojen doldurma, besleme donanımının geometrisine ve granül akabilirliğine bağlıdır. En yaygın problem kalıp köşelerinde ve kenarlara yakın yerlerde doldurma yoğunluğunun düşük olmasıdır. Şekillendirme sırasında üç sıkıştırma şaması vardır [21].

Aşama 1- Granül akışı ve yeniden düzenlenme

Aşama 2- Granül deformasyonu

Aşama 3- Granül yoğunlaşması

Aşama 1 de düşük basınçta az miktarda granül kayması ve yeniden düzenlenme olur. Üst kalıp toz beslemeyle temas ettiğinde doldurma yoğunluğunun üzerinde zayıf yoğunlaşma oluşabilir [15].

Aşama 2 temas eden granüller arasındaki basınç granül içindeki tanelerin kaymasını sağlayacak kadar yeterli olduğu zaman başlar [21].

Aşama 3 Granüller tamamen deforme olurlar ve daha yoğun paketlenme gerçekleşir. İdeal olarak deforme olmuş granüller arasındaki geniş porlar yok olur ve granüller arası ara yüzeyler bulunmaz. Uygulanan yüksek basınç ve temaslardaki toplu gerilme bazı agregaların kırılmasına neden olur [15].

Elastik basma Aşama 2 de başlar sıkıştırmanın üçüncü aşamasında artar. Sıkıştırılmış malzemede biriken elastik enerji çıkarma sırasında preslenmiş parçanın boyutlarında geri esneme adı verilen artışa yol açar [15].

Geri esneme organik konsantrasyonu yüksek olduğunda ve presleme sıcaklığı bağlayıcı sisteminin cam geçiş sıcaklığının ( $T_g$ ) altında olduğunda yüksektir. Nem gibi bağlayıcı sisteminin plastikliğini arttıran katkıların varlığı geri esnemeyi azaltır [15].

Çıkarma için gereken kuvvet kalıbın yüzey durumuna ve konikliğine, bünye içindeki elastik gerilme miktarına, kalıp duvarlarının yağlanmasına bağlıdır [15].

Preslenmiş parçalar prestren çıktıklarında yeterli ( $2 \text{ N/mm}^2$ 'den büyük olması istenir) mukavemete sahip olmalıdır [15].

### **2.2.6. Kurutma**

Seramikte pişirme işleminden önce yapılacak en önemli işlem kurutmadır. Kurutma fiziksel bir süreçtir ve rutubetli bir malzemedeki suyun uzaklaştırılmasıdır [12].

Kurutmanın yapılabilmesi için ürünün içindeki suyun buhar şeklinde uzaklaştırılması gerekir. Buharlaşmanın miktarı kurutma havasının sıcaklığına, kurutma havasının hızına, kurutma süresine, ürünün kuruma yüzeyinin büyüklüğüne bağlıdır. Buharlaşma yüzeyde olur. Hava, kurutma için gerekli sıcaklığı ve kurutmadan oluşan su buharını taşıma görevini gerçekleştirir. Kurutma havasının belirli bir sıcaklıkta olması gerekir. Eğer böyle olmazsa, kurumayı gerçekleştirecek şekilde, ürünün içinden yüzeye doğru bir su hareketi de olmaz [12].

Kurutma sırasında; yüzey buharlaşması, suyun içeriden yüzeye doğru hareketi, gövde içerisinde iç buharlaşma ve kondansasyon (yoğuşma) oluşumu meydana gelir [5].

Yüzey buharlaşması aşamasında; su, normal su yüzeyinden olduğu gibi aynı yolla gözenegin serbest ucundan buharlaşır. Buharlaşma, su buharı tabakası oluştuğunda uzaklaştırılan ventilasyon tarafından hızlandırılır [5].

Suyun iç yüzeye doğru hareketi aşamasında; su yüzeyden buharlaştıkça, gözeneklerdeki su, kılcal etki nedeniyle dış kesimlere doğru hareket eder. Sonuç olarak, su karonun içinden dış yüzeye doğru hareket eder [5].

Gövde içerisinde buharlaşma aşamasında; su buharlaştıkça, su buharının spesifik hacmi, suyun spesifik hacminden yaklaşık 1000 kat daha büyük olduğundan, hacmi çok büyük ölçüde artar. Eğer buharlaşma kil gövdesinin içerisinde olursa; gözenekler çok küçük çapa sahip olduklarından ve sıvı geçişi için yüksek bir direnç gösterdiklerinden, buhar yeterince hızlı bir şekilde kaçamazlar. Dolayısıyla buhar kabarcığı içerisinde basınç meydana gelir ve patlama hatasına sebep olur [5].

### **2.2.7. Sırlama**

Seramikte “sır” olarak adlandırılan madde, seramik bünyeyi ince bir tabaka şeklinde kaplayan, onun üzerinde eriyen cam veya camsı bir oluşumdur. Seramik sırlarda aranan en büyük özellik, karonun üzerine uygulandığında çamur ile normal koşullarda fiziksel ve kimyasal bağlar kurmasıdır [12].

Sırlanarak kullanılan seramik ürünlerde sırnın çeşitli görevlerinden en önemlileri şunlardır: a) Üzerine uygulandığı karoyu sıvılardan ve gazlardan koruyup yalıtım, b) Karoya etki eden çeşitli mekanik güçlere çamurun karşı koyma gücünü arttırmak, c) Karo üzerinde parlak ve kaygan bir yüzey oluşturmak, d) Renkli pişme gösteren çamurların üzerinde örtücü bir tabaka oluşturmak, e) Seramik yüzeyine renk ve doku özellikleri getirerek estetik değerini arttırmak, f) Sır altına uygulanan dekorasyonu koruyup, dış etkilerden yalıtım [12].

### 2.2.8. Pişirme

Şekillendirilmiş ve kurutulmuş yarı ürünün, bir program içinde ısıtılması ve oluşan seramiğin yine bir program içinde soğutulması işlemidir. Pişme sırasında seramik, bazı geçici ve kalıcı değişiklikler gösterir. Geçici değişikliklerin başında hacimsel büyüme gelir. Kalıcı değişiklikleri en önemlileri; kristal, cam fazı oluşumdur. Bu olayların sonucunda seramik bünyenin sinterleşmesi gerçekleşir [12].

Çizelge 2.6. Pişme esnasında meydana gelen reaksiyonlar

Sıcaklık	Meydana gelen reaksiyonlar
< 200 °C	Kalan nemin buharlaşması
350–650 °C	Organik maddelerin yanması
350–550 °C	Piritlerin oksidasyonu
450–650 °C	Kristal yapının bozulması Kimyasal suyun uzaklaşması
500–600 °C	Kuvars dönüşümü
600–800 °C	Demir sülfat oksidasyonu
800–900 °C	Karbonatların kalsinasyonu
900–1000 °C	Silikatlar ve alümina arasındaki reaksiyonların başlaması Spinel oluşumları Cam oluşumunun başlaması
> 1000 °C	Ötektiklerin oluşumu Cam oluşumunun artması

Çok çeşitli fırın türleri olmasına karşın pişirmedeki ortak yönler her fırın için geçerlidir. Pişirmedeki ortak yönleri şu aşamalar içerir: fırının doldurulması, ön ısıtma, pişme ısıtması, soğutma, fırının boşaltılması [12].

Kurutma bölgesi fırının giriş kısmıdır. Bu bölümün sıcaklığı 200–400 °C arasındadır. Bu bölümün amacı malzemenin pişme öncesi tamamen kurutulmasıdır. Nem, sırlamadan veya stoklama safhasından kaynaklanabilir. Nem bu kısımda atılmaz ise ileride daha yüksek sıcaklıklarda çatlama ve patlama problemlerine neden olur [12].

Ön ısıtma bölgesi yaklaşık 900 °C'ye kadar devam eder. Seramik ürünün tipik problemlerinden büyük kısmı bu bölümde halledilir. Şöyle ki; bünye suyunun atılması, kuvarsin dönüşümü, organik bileşiklerin yakılması ve karbonatların bozunması ile sona erer. Pişirme bölgesinde sıcaklık ön ısınmanın bittiği 900°C'de başlayıp uygulanan maksimum sıcaklığa ulaşıncaya kadar sürer [5].

Ani soğutma bölgesinde pişirme sıcaklığından 600 °C civarına düşülür [3].

Kritik soğutma bölgesinde sıcaklık 650–600 °C'den 500–450 °C'ye düşürülür. Bu aralıkta kuvarsin dönüşümü söz konusu olduğundan işlem yavaş yapılmalıdır [5].

Son soğutma bölgesinde sıcaklık 500 °C civarından çıkış sıcaklığına kadar düşürülür [5].

Duvar karosu üretimi pişirilmelerine göre iki şekilde gerçekleşir; tek pişirim ve hızlı çift pişirim (genelde beyaz bünyeler tek pişirim, kırmızı bünyeler tek ya da hızlı çift pişirimle) pişirilirlir [11].

Tek ve çift pişirimde en büyük hammadde farkı hızlı çift pişirimde % 15–18 kadar çıkan kalsit ve/veya dolomit yüzdesidir. Yine hızlı çift pişirimde saflığı daha az olan hammaddeler kullanılabilir [11].

### **2.3. Deney Tasarımı**

Seramik üretiminde ürün kalitesi hammadde ve üretim sürecindeki değişkenlere bağlıdır. Ancak ilgili değişkenlerin fazla sayıda olması her bir değişkenin istenen sınırlar içinde tutulmasını güçleştirmektedir. Deney tasarımı ile ürün kalitesini en çok etkileyen faktörleri ve istenen çıktı düzeylerini elde edecek faktör seviyelerini tespit etmek mümkündür. Deney tasarımı yöntemleri seramik sektöründe son yıllarda kullanılmaya başlanmıştır. Bu çalışmada çok faktörlü deney tasarımı ile porselenin su emme özelliğine etki eden faktörler tespit edilmeye çalışılmıştır [22].

### 2.3.1. Deneyleme stratejisi

Deneyler bütün araştırma alanlarında araştırmacı kişilerce yapılırlar. Literatür anlamıyla, bir deney bir testtir. Daha şekilsel olarak deneyi süreç ya da sistemin girdi değişkenleri tarafından yapılan sonuç değişikliklerini kapsayan bir test ya da test sistemi olarak tanımlanabilir [23].

Mühendislikte deneyleme; yeni bir ürünün tasarımında, üretim sürecini geliştirmede, süreci iyileştirmede önemli bir rol oynar. Çoğu durumda sürecin sağlamlığını geliştirme, değişkenlik kaynaklarının etkisini minimuma indirme şeklindedir [23].

Deneye örnek olarak bir mühendisin alüminyum bileşiği üzerinde yağda suverme ve tuzlu suda suverme şeklinde iki farklı sertleştirme işleminin etkisiyle ilgilendiğini düşünelim. Burada deney yapan kişinin objektifi bu tip bileşiklere hangi tip suverme işleminin en büyük sertlik değerini sağladığını bulmaktır. Mühendis, bileşik numunelerinin sayısına ya da her suverme ortamında kaç tane test yapılacağına karar verir ve suverme işleminden sonra numunelerin sertliklerini ölçer. Her suverme çözeltisinde işleme tutulan numunelerin ortalaması, hangi çözeltinin en iyi olduğuna karar vermeyi sağlar [23].

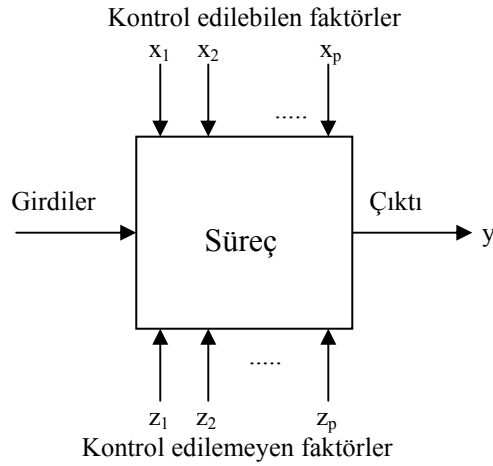
Bu basit deneyde, birçok soru akla gelebilir:

- 1- Bu iki çözeltiden başka suverme ortamı kullanılabilir mi?
- 2- Bu deneyde sertliği etkileyen araştırılması ya da kontrol edilmesi gereken başka faktörler var mı?
- 3- Her bir suverme çözeltisinde bileşiklerden kaç tane teste tabi tutulmalı?
- 4- Test numuneleri suverme çözeltisine nasıl daldırılmalı, veri hangi sırayla toplanmalı?
- 5- Hangi metot verileri analiz için kullanılmalı?
- 6- İki suverme ortamları arasında elde edilen sertliklerin ortalamaları arasındaki hangi fark önemli sayılacak?

Bütün bu sorular ve belki daha fazlası deney yapılmadan önce cevaplanmalıdır. Eğer mühendis bu iki suverme çözeltilerinde farklı iki sıcaklık kullandıysa, ortalama sertlik değerlerini kıyaslarsak mühendisin farkların ne kadarının suverme ortamının sonucu olarak, ne kadarının sıcaklıklar arası farktan

kaynaklandığını söylemesi mümkün değildir. Veri toplama metodu deney sonucunu etkilemektedir [23].

Deneyler genelde, sürecin ya da sistemin performansı üzerinde çalışmak için kullanılırlar. Proses/sistem Şekil 2.6' da gösterilmektedir. Bir süreci makine, metot, insan ve diğer girdi (sık sık malzeme) değişkenlerin kombinasyonunun bir ya da daha fazla fark edilir yanıtlar olarak çıktıya dönüşümü şeklinde düşünebiliriz [23].



Şekil 2.6. Proses ya da sistemin genel modeli [17]

Süreç değişkenlerinden bazıları ( $x_1, x_2, \dots, x_p$ ) kontrol edilirken, diğer değişkenler ( $z_1, z_2, \dots, z_p$ ) kontrol edilemez. Ancak kontrol edilemeyen değişkenler bir testin yanıtları için kontrol edici olabilirler.

Deney amaçları şunları da içerebilir;

- 1- Hangi değişkenin  $y$  yanıtı üzerinde daha etkili olduğunu belirleme
- 2-  $y$ 'nin neredeyse her zaman istenen nominal değere yakın olması için etkili  $x$ 'lerin değerlerinin belirlenmesi
- 3-  $y$ 'de küçük değişkenlikler için etkili  $x$ 'lerin değerlerinin belirlenmesi
- 4- Kontrol edilemeyen değişkenlerin ( $z_1, z_2, \dots, z_p$ ) etkisini minimize etmek amacıyla etkili  $x$ 'lerin değerlerinin belirlenmesi

Deneyler örnekten de anlaşıldığı şekilde birçok faktör içermektedir. Deneyi planlama ve ilerleme yaklaşımına deneyleme stratejisi denir. Faktörlü deneyleme stratejisinde faktörler birlikte değişim gösterirler.



Çoğu deneyler, iki ya da daha fazla faktörün etkisi üzerine çalışmayı içerir. Genelde bu tip deneyler için en etkili olan faktörlü tasarımıdır. Faktörlü tasarımıyla, deneyin bütün deneme ya da tekrarlarının her biri için incelenen faktörlerin bütün kombinasyonları araştırılır. Örneğin faktör A'nın a seviyesi ve faktör B'nin b seviyesi varsa, her bir tekrar ab durumunun kombinasyonlarını içerir. Faktörler, faktöriyel bir tasarımıyla düzenlendiğinde, buna çaprazlama denir [23].

Faktörlerin seviyelerindeki bir değişme ile yanıtta oluşan bir değişme faktörün etkisi olarak tanımlanır. Buna ana etki denir. Çünkü deneyde ilgilenilen esas faktörler kastedilmektedir. Test prosedürü Anova Çizelgesinde özetlenir. Çizelge 2.7'de 2 faktörlü deney için Anova Çizelgesi görülmektedir[23].

Çizelge 2.7. 2 faktörlü deney için Anova Çizelgesi [18]

Faktörler (Değişkenlik kaynakları)	Serbestlik derecesi (DF)	Hata kareler toplamı (Seq SS)	Hata kareler ortalaması (MS)	F <sub>0</sub> , F değeri
A	a-1	SS <sub>A</sub>	MS <sub>A</sub> =SS <sub>A</sub> /(a-1)	F <sub>0</sub> =MS <sub>A</sub> /MS <sub>E</sub>
B	b-1	SS <sub>B</sub>	MS <sub>B</sub> =SS <sub>B</sub> /(b-1)	F <sub>0</sub> =MS <sub>B</sub> /MS <sub>E</sub>
Etkileşim	(a-1)(b-1)	SS <sub>AB</sub>	MS <sub>AB</sub> =SS <sub>AB</sub> /[(a-1)(b-1)]	F <sub>0</sub> =MS <sub>AB</sub> /MS <sub>E</sub>
Hata	ab(n-1)	SS <sub>E</sub>	MS <sub>E</sub> =SS <sub>E</sub> /[ab(n-1)]	
Toplam	abn-1	SS <sub>T</sub>		

n: Tekrar Sayısı

a: A Faktörünün Seviyesi

b: B Faktörünün Seviyesi

### 2.3.2. Deney tasarımı için dikkat edilmesi gerekenler

Bir deney tasarımı ve analizinde istatistiksel yaklaşımı kullanmak için, deneyde yer alan herkes deneyde tam olarak ne çalışıldığı, sonuçların nasıl toplandığı hakkında net olarak fikir sahibi olmalı ve en azından sonuçların nasıl analiz edileceği konusunda nitel anlayışa sahip olmalıdır. Deney tasarımında izlenmesi gereken basamaklar şunlardır:

- 1- Problemin durumu ve fark edilmesi
- 2- Faktörlerin, düzeylerin ve aralıkların seçilmesi ve ön deneysel planlama

- 3- Yanıt deęiřkeninin seilmesi
- 4- Deney tasarımıının seilmesi
- 5- Deneilerin yapılması
- 6- Verilerin istatistiksel analizi
- 7- Sonular ve öneriler

İkinci ve üçüncü basamaklar genelde eř zamanlı yapılmaktadır ya da sıraları deęiřebilir [23].

### **2.3.2.1. Problemin durumu ve fark edilmesi**

Problem açık bir nokta olarak görülebilir, fakat pratikte deney oluşturmak için bir probleme ihtiyaç duyulduęunu fark etmek ya da bu problemin net ve kabul edilebilir bir durum olduęunu anlamak genellikle basit deęildir.

Deney hakkında bütün fikirleri geliřtirmek gereklidir. Genelde mühendislik, kalite güvence, üretim, pazarlama, yönetim, müşteri ve alıřan personel gibi bütün ilgili bölümlerden bilgi talep etmek önemlidir.

Deney için özel problemler ya da soruların listesini yapmak yararlı olur. Problemin açık bir şekilde ifade edilmesiyle alıřılacak konular ve problemin sonuç özümünün daha iyi anlaşılması sağlanabilir [23].

### **2.3.2.2. Faktörlerin, düzeylerin ve aralıkların seilmesi**

Bir proses ya da sistem performansını etkileyebilen faktörler hesaba katıldıęında, deneyi yapan kiři genellikle bu faktörleri potansiyel deney faktörleri ya da sıkıntı verici faktörler olarak sınıflandırabilir.

Bu faktörlerden potansiyel deney faktörleri, deney yapan kiřinin deneyde deęiřtirebileceęi faktörlerdir. Bazı sınıflandırmaları; tasarım faktörleri, sabit tutulan faktörler ve deęiřtirilebilir faktörler şeklindedir. Tasarım faktörleri, deneyde alıřmak için seilen faktörlerdir. Sabit tutulan faktörler; yanıt üzerinde biraz etkisi olan, fakat yapılacak deneyde ilgilenilmeyen, bu nedenle özel düzeyde tutulacak faktörlerdir (deęiřebilir faktörlere, deneysel birimler ya da malzemeleri örnek olarak örnek verilebilir) [23].

Sıkıntı verici faktörler, sayılamayacak düzeyde büyük etkiye sahip faktörlerdir. Biz onlarla yapılacak deney için henüz ilgilenmemiş olabiliriz. Sıkıntı verici faktörler; kontrol edilebilen, kontrol edilemeyen ya da gürültü faktörleridir. Kontrol edilebilen sıkıntı verici faktörler, düzeyleri deney yapan kişi tarafından ayarlanabilen faktörlerdir. Eğer sıkıntı verici faktör kontrol edilemiyorsa, fakat ölçülebiliyorsa bu faktörün etkisini göstermek için sıklıkla kullanılan analiz prosedürüne “Anova Çizelgesi” denir. Eğer süreçte, bir faktör doğal bir şekilde ve kontrolsüz olarak değiştiğinde, deneyin amaçları için kontrol edildiyse buna gürültü faktörü denir [23].

### **2.3.2.3. Yanıt değişkeninin seçilmesi**

Yanıt değişkeni seçiminde, deney yapan kişi bu değişkenin çalışma altındaki süreç hakkında gerçekten gerekli bilgi sağlayacağından emin olmalıdır. Çoğunlukla, ölçülebilen ortalama ya da karakteristiğın standart sapması (ya da her ikisi de) yanıt değişkeni olacaktır. Çoklu yanıtlar yaygın değildir [23].

### **2.3.2.4. Deney tasarımının seçilmesi**

Eğer ön deneysel planlama doğru yapılmışsa bu basamak göreceli olarak daha kolay tamamlanır. Tasarımın seçimi, örnek büyüklüğünü (tekrar sayısı), deneyde yapılacak deneylerin sırasının belirlenmesini, blok oluşturulup oluşturulmayacağını ya da deneyin rasgele yapılıp yapılmayacağı sınırlamalarını içerir [23].

### **2.3.2.5. Deneylerin yapılması**

Deney yapılırken her şeyin planlandığı gibi işlediğinden emin olmak için süreç dikkatli şekilde kontrol edilmelidir. Bu aşamada yapılacak hatalar deneyin geçerliliğine zarar verir. Ön planlama başarı için çok önemlidir [23].

### 2.3.2.6. Verilerin istatistiksel analizi

İstatistiksel metotlar verilerin sonuç ve yorumlarını objektif biçimde analiz etmek için kullanılır. Eğer deney düzgün tasarlanmış ve tasarıma uygun işlenmişse, istatistiksel metotların itina ile yapılmasına ihtiyaç yoktur. Veri analizini yapacak paket programlar bulunmaktadır. Bu basit grafiksel metotlar, veri analizinde ve yorumlanmasında önemli role sahiptir. Çünkü deney yapan kişinin birçok sorusu; hipotez testi, güven aralığını tahmin prosedürleri ve deney tasarımından elde edilen verilerin analizi ile cevaplanacaktır. Bunlar aynı zamanda yanıt ve önemli tasarım faktörleri arasındaki ilişkiyi verilerden elde edilen bir eşitlik şeklinde göstermeyi sağlar. Birçok deneyin sonuçlarını ifade etmemizi sağlayan bu eşitlik, deney modelidir [23].

### 2.3.2.7. Sonuçlar ve öneriler

Veriler analiz edildikten sonra deney yapan kişi pratik sonuçların altını çizmelidir. Grafiksel metotlar sık sık bu aşamada sonuçları kıyaslamak için kullanılırlar [23].

### 2.3.3. Faktör etkilerinin hesaplanması

A faktörünün ve B faktörlerinin her birinin 2 seviyeden oluştuğu  $2^2$  ( $2^1 \times 2^1$ ) faktörlü tasarımda; a, b ve ab sembolleri ile şimdi n tekrarın bütün kombinasyonlarındaki toplamı gösterilmektedir.

Şimdi A'nın, B'nin düşük seviyesinde etkisi  $[a-(1)]/n$  ve A'nın, B'nin yüksek seviyesinde etkisi  $[ab-b]/n$ 'dir. Bu iki değerlerin ortalaması A'nın ana etkisine eşittir.

$$\begin{aligned} A &= \{[ab-b]+[a-(1)]\} / 2n \\ &= [ab+a-b-[1]] / 2n \end{aligned} \quad (2.4)$$

B'nin ortalama ana etkisi; B'nin, A'nın düşük seviyesi için  $[b-[1]]/n$  ve A'nın yüksek seviyesi için  $[ab-a]/n$  etkileri ile bulunur.

$$\begin{aligned}
B &= \{[ab-a]-[b-(1)]\} / 2n \\
&= [ab+b-a-(1)] / 2n
\end{aligned}
\tag{2.4}$$

AB etkileşim etkisi; A'nın, B'nin yüksek seviyesinde ve A'nın, B'nin düşük seviyesinde ortalamaları farkı olarak tanımlanır.

$$\begin{aligned}
AB &= \{[ab-b]-[a-(1)]\} / 2n \\
&= [ab+(1)-a-b] / 2n
\end{aligned}
\tag{2.5}$$

Alternatif olarak AB'yi; B'nin, A'nın yüksek düzeyi ve B'nin, A'nın düşük düzeyi arasındaki ortalamaları farkı olarak da tanımlayabiliriz [23].

#### **2.3.4. Deney tasarımının seramiklerde kullanılması**

Seramik üretim sürecinde son yıllarda birçok istatistiksel teknik başarıyla uygulanmaktadır. Bu tekniklerden biri de faktörlü deney tasarımıdır. Zauberas ve Ark. çalışmasında, porselen karo üretimi için presleme basıncının, maksimum pişme sıcaklığının ve fırın rejiminin; pişme küçülmesi, su emme, kırılma tokluğu ve deformasyona olan etkisi,  $2^3$  faktörlü deney tasarımı ile araştırılmıştır. Faktöriyel tasarıma dayalı bu çalışma; presleme basıncı, pişme rejimi ve maksimum pişme sıcaklığındaki değişmelere maruz kalan reçetelerin davranışlarını, en az deneyle tespit etmek konusunda yeni bir bakış açısı sağlamıştır. Bilinen ve/veya istenilen hedefe ulaşmak için değiştirilecek en uygun faktör ve etkinin büyüklüğü belirlenmiştir [24].

Seramik sektöründe kullanılan bir başka istatistiksel yaklaşım olan karışım deney tasarımı, en iyi hammadde bileşimini belirlemek için yapılmaktadır. Bu prosedür, kimya endüstrisinde yaygın olarak kullanılmaktadır. Cam ve seramik alanlarında da gün geçtikçe kullanımı artmaktadır. Bütün durumlarda etkili ve güvenli sonuçlar elde edilmekte, malzeme ve insan kaynaklarında zaman kaybı azalmaktadır [20]. Ay ve ark. pomzanın şeffaf kiremit sırtı bileşiminde kullanılmasıyla ilgili karışım deney tasarımı yapmışlardır. Çalışmalarında, pişmiş numunelerden parlaklık, kırmızılık, sertlik değerleri ölçülmüş, sonuçlar Minitab 13.0 paket programıyla analiz edilmiştir [21]. Correia ve arkadaşları ise, karışım

deney tasarımıyla inceledikleri üçlü seramik bünyeler için pişme küçülmesi ve su emme için optimum değerleri belirlemiş, başka bir çalışmalarında da deneyde kullandıkları bünyelerin kuru mukavemetini modelleme için istatistiksel tekniklerin kullanımını araştırmışlardır [25,27].

### 3. DENEYSEL ÇALIŞMALAR

Bu çalışmada kullanılan hammaddeler Seramiksan A.Ş tarafından temin edilmiştir. Hammaddelerin hazırlanması, sinterlenmesi ve ilgili tüm testlerin yapılması Anadolu Üniversitesi Malzeme Bilimi ve Mühendisliği ve Tübitak Seramik Araştırma Merkezi laboratuvar şartlarında yapılmıştır.

#### 3.1. Deney Tasarımı

Deneyde kullanılan hammaddeler Turgutlu Kili (kil), Kumlu Kil (kil), İstanbul Kili (kil), Na-feldispat Seramiksan A.Ş tarafından fabrikada duvar karosu için kullanılan hammaddelerdir.

Deneyde  $2^4 3^1$  genel faktörlü deney tasarımı yapılmış, 5 ana faktör etkisi ve bunların birbirleriyle olan etkileşimi incelenmiştir. Çizelge 3.1' de incelenen faktörler ve seviyeleri görülmektedir. Faktörlerden, Kumlu Kil, İstanbul Kili, Na-feldispat ve sıcaklık 2 seviyeli Turgutlu Kili ise 3 seviyelidir.

Çizelge 3.1. İncelenen faktörler ve seviyeleri

Faktörler	Seviyeler		
	I	II	III
Turgutlu Kili	65	70	75
Na-Feldispat	20	25	-
Kumlu Kil	10	20	-
İstanbul Kili	0	5	-
Fırın Sıcaklığı (°C)	1100	1135	-

Deneyde incelenen ana faktörler;

A: Turgutlu Kili

B: Na-Feldispat

C: Kumlu Kil

D: İstanbul Kili

E: Fırın Sıcaklığı şeklinde kodlanmıştır.

Etkileşim faktörleri ana faktörler kullanılarak ifade edilmiştir.

AB	:	Turgutlu Kili*Na-Feldispat
AC	:	Turgutlu Kili*Kumlu Kil
AD	:	Turgutlu Kili*İstanbul Kili
AE	:	Turgutlu Kili*Sıcaklık
BC	:	Na-Feldispat*Kumlu Kil
BD	:	Na-Feldispat*İstanbul Kili
BE	:	Na-Feldispat*Sıcaklık
CD	:	Kumlu Kil*İstanbul Kili
CE	:	Kumlu Kil*Sıcaklık
DE	:	İstanbul Kili*Sıcaklık
ABC	:	Turgutlu Kili*Na-Feldispat*Kumlu Kil
ABD	:	Turgutlu Kili*Na-Feldispat*İstanbul Kili
ABE	:	Turgutlu Kili*Kumlu Kil*İstanbul Kili
ACD	:	Turgutlu Kili*Na-Feldispat*Sıcaklık
ACE	:	Turgutlu Kili*Kumlu Kil*Sıcaklık
ADE	:	Turgutlu Kili*İstanbul Kili*Sıcaklık
BCD	:	Na-Feldispat*Kumlu Kil*İstanbul Kili
BCE	:	Na-Feldispat*Kumlu Kil*Sıcaklık
BDE	:	Na-Feldispat*İstanbul Kili*Sıcaklık
CDE	:	Kumlu Kil*İstanbul Kili*Sıcaklık
ABCD	:	Turgutlu Kili*Na-Feldispat*Kumlu Kil*İstanbul Kili
ABCE	:	Turgutlu Kili*Na-Feldispat*Kumlu Kil*Sıcaklık
ABDE	:	Turgutlu Kili*Na-Feldispat*İstanbul Kili*Sıcaklık
ACDE	:	Turgutlu Kili*Kumlu Kil*İstanbul Kili*Sıcaklık
BCDE	:	Na-Feldispat*Kumlu Kil*İstanbul Kili*Sıcaklık
ABCDE	:	Turgutlu Kili*Na-Feldispat*Kumlu Kil*İstanbul Kili*Sıcaklık

Çizelge 3.1'deki Turgutlu Kili, Na-feldispat, Kumlu Kil ve İstanbul Kili seviyelerine göre reçete oranları belirlenmiştir. Belirlenen reçete oranları Çizelge 3.2' de gösterilmektedir.



Çizelge 3.2. Reçete oranları

REÇETE	Turgutlu Kili	Kumlu Kil	İstanbul Kili	Na-feldispat
1211	65	10	0	25
1111	65	10	0	20
1121	65	20	0	20
1221	65	20	0	25
2211	70	10	0	25
2111	70	10	0	20
2121	70	20	0	20
2221	70	20	0	25
3211	75	10	0	25
3111	75	10	0	20
3121	75	20	0	20
3221	75	20	0	25
1212	65	10	5	25
1112	65	10	5	20
1212	65	20	5	20
1222	65	20	5	25
2212	70	10	5	25
2112	70	10	5	20
2122	70	20	5	20
2222	70	20	5	25
3212	75	10	5	25
3112	75	10	5	20
3122	75	20	5	20
3222	75	20	5	25

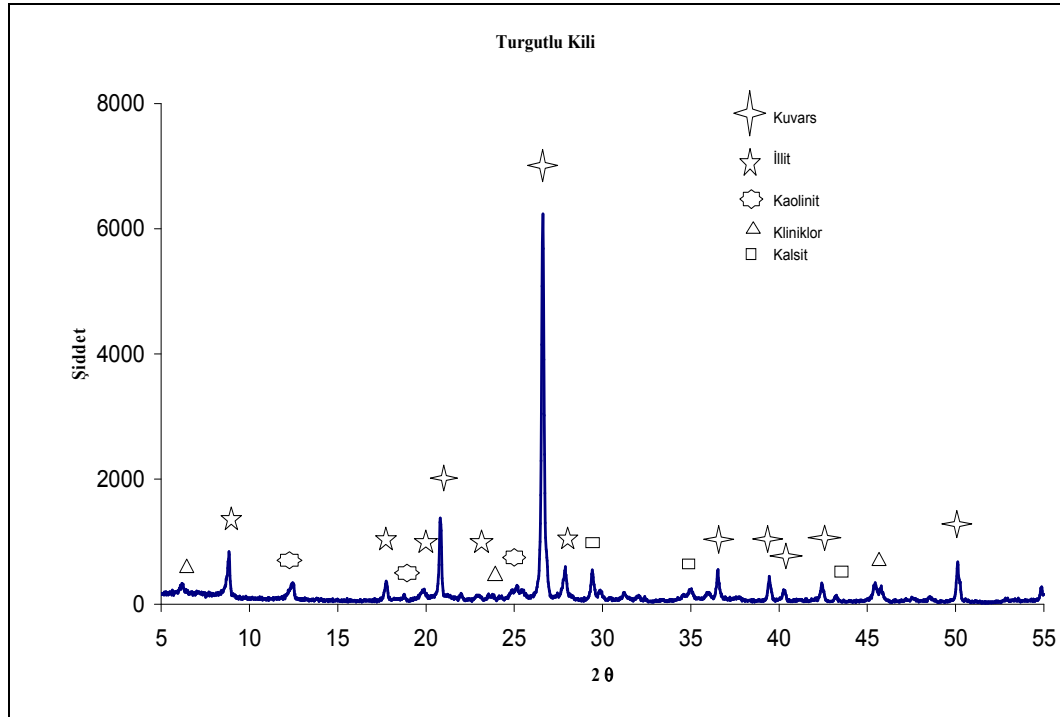
### 3.2. Kullanılan Hammaddeler

Hammaddelerin kimyasal analizleri Rigaku ZSX Primus marka ve model XRF cihazı ile yapılmıştır ve Çizelge 3.3'dedir. Hammaddelerin faz analizleri Rigaku Rint 2200 marka ve model cihazla yapılmıştır.

Çizelge 3.3. Deneylerde kullanılan hammaddelerin % ağırlıkça kimyasal analizleri

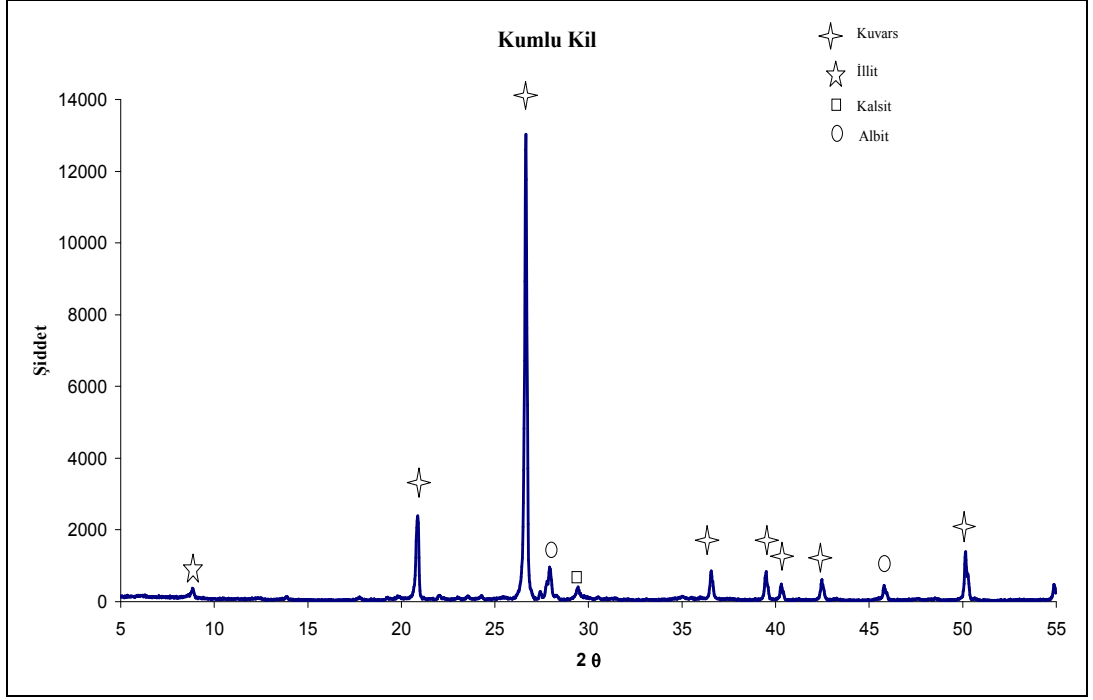
Hammadde	SiO <sub>2</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	TiO <sub>2</sub>	CaO	MgO	Na <sub>2</sub> O	K <sub>2</sub> O	K.K*
Turgutlu Kili	62,057	15,166	6,425	0,840	4,470	2,007	0,966	2,643	6,990
İstanbul Kili	62,368	21,246	4,334	1,123	0,504	0,602	0,237	2,240	7,160
Kumlu Kil	72,942	8,977	3,663	0,584	4,717	0,976	1,025	1,454	5,291
Na-Feldispat	73,928	14,161	0,303	0,595	0,893	0,485	8,187	0,359	0,281

\*KK: Kızdırma Kaybı



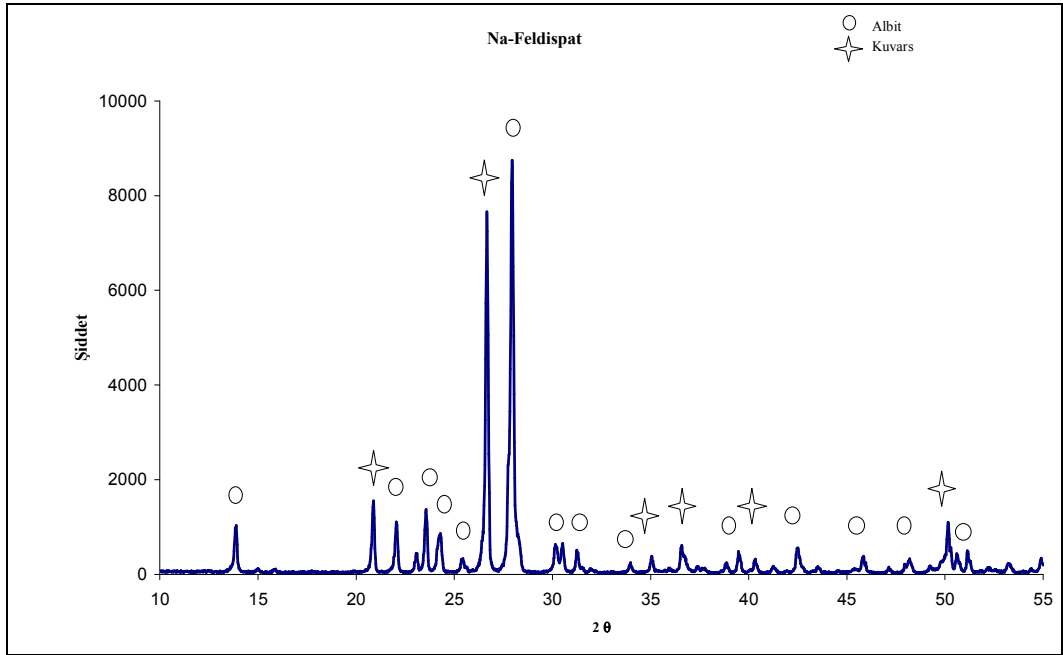
Şekil 3.1 Turgutlu Kili XRD analizi

XRD analizinde Turgutlu kilinde ana faz olarak kuvars ve illit fazı, az miktarda da kaolinit, klinkor ve kalsit gözlemlenmiştir.



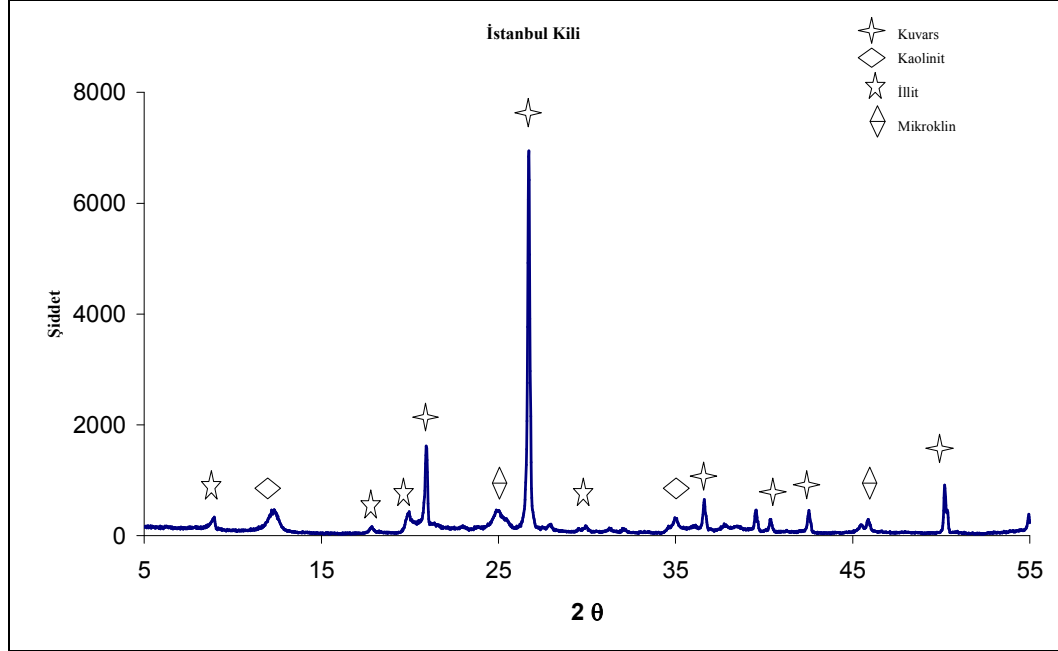
Şekil 3.2 Kumlu Kil XRD analizi

XRD analizinde Kumlu kilde ana faz olarak kuvars ve illit fazı, az miktarda da albit ve kalsit gözlemlenmiştir.



Şekil 3.3 Na-feldispat XRD analizi

XRD analizinde Na-feldispat'ta ana faz olarak kuvars ve albit fazı gözlemlenmiştir.



Şekil 3.4 İstanbul Kili XRD analizi

XRD analizinde İstanbul Kili'nde ana faz olarak kuvars ve İllit ve kaolinit ve az miktarda da mikroklin fazı gözlemlenmiştir.

### 3.3. Kullanılan Cihazlar

Deneylerde tartımlar Sartorius marka terazide, öğütme işlemleri 3 kafalı çekiçli( hammer) değirmende, tane boyut ölçümleri Malvern Mastersizer 2000 G marka lazerli tane boyut cihazında, Şekillendirilen numunelerin kurutma işlemleri Memmert marka etüvde, nem ölçümleri Sartorius marka nemölçer cihazında, şekillendirme işlemi Gabrielli ( 40 tonluk) marka tek yönlü kuru preste, sinterleme Nabertherm marka roller fırında, mukavemet ölçümleri Instron marka mukavemet cihazlarında, yoğunluklar Archimedes terazisinde, faz analizi Rigaku Rint 2200-H serisi x-ışınları difraktometresinde (XRD), Kimyasal analizler Rigaku ZSX Primus marka ve model XRF cihazında, mikroyapıların incelenmesi

ve EDX analizleri Zeiss marka taramalı elektron mikroskobunda (SEM) yapılmıştır.

### 3.4. Numunelerin Hazırlanması

Oranları deney tasarımıyla belirlenen reçetelerin tartımları, toplam reçete ağırlığı 1000 gr üzerinden hesaplanarak yapılmıştır. Hammaddelere etüvde kurutulmuştur. Hammaddelerin öğütme işlemleri çekiçli değirmende ayrı ayrı yapılmıştır. Öğütülen tozlar 150 mikronluk elekten geçirilmiş ve elek altları, deney tasarımı ile belirlenmiş oranlarda karıştırılmıştır. Tozlar homojen olarak karıştırıldıktan sonra % 5,5–6,5 oranında nemlendirilmiştir. Nem homojenliği için 1 gece bekletilen granüller, tek yönlü kuru preste 300 kg/cm<sup>2</sup> basınçla 50 mm x 100 mm boyutunda şekillendirilmiştir. Şekillendirilen karolar 1 gece boyunca 110 °C'lik etüvde kurutulmuştur. Deney tasarımıyla belirlenen her bir sıcaklık seviyesi için 8 adet numune hazırlanmış; bu numunelerden 2 tanesi kuru mukavemet için, diğer 6 tanesi ise sinterleme için kullanılmıştır. Şekillendirilen ürünler roller fırında Seramixan A.Ş çift pişirim duvar karosu fırın rejimine göre 27 dakikalık çevrim süresi ile 1100 ve 1135 °C'de pişirilmiştirlerdir.

### 3.5. Yapılan Testler

#### 3.5.1. Boyut değişiminin ölçülmesi

Hazırlanan 50 mm x 100 mm ebatlarındaki karoların ham, kuru ve pişmiş boyutları kumpas yardımıyla ölçülmüş denklem (3.1) ile her bir numunenin % pişme küçülmesi değeri hesaplanmıştır.

$$\% \text{ Pişme Küçülmesi} = \left( \frac{l_1 - l_2}{l_1} \right) \times 100 \quad (3.1)$$

$l_1$ : Kuru numune boyu (mm)

$l_2$ : Pişmiş numune boyu (mm)

### 3.5.2. Su emme

Sinterlenen karolardan kesilen numunelere su emme testi TS EN 1217 deney metodu B'ye göre; numunelerin cam bir behere saf su koyularak 4 saat kaynatılması ve 1 gece bekletilmesiyle yapılmış ve Eşitlik 3.2 ile su emme değerleri hesaplanmıştır [24].

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

D : Kuru Ağırlık

W : Su Emdirilmiş Ağırlık

### 3.5.3. Yoğunluk ve % görünür porozite ölçümü

Sinterlenen numunelerin Archimedes prensibine göre yığmsal ve görünen yoğunlukları ile % görünür gözenekleri denklem (3.3), (3.4), (3.5) ile hesaplanmıştır [41].

$$\text{Yığmsal yoğunluk} \quad B = \left( \frac{W_a}{W_c - W_b} \right) \times D_{H_2O} \quad (3.3)$$

$$\text{Görünür yoğunluk} \quad T = \left( \frac{W_a}{W_a - W_b} \right) \times D_{H_2O} \quad (3.4)$$

$$\% \text{ Görünür gözenek} \quad P = \left( \frac{W_c - W_a}{W_c - W_b} \right) \times 100 \quad (3.5)$$

D : Kuru Ağırlık

W : Su Emdirilmiş Ağırlık

S : Su İçindeki Ağırlık

Numune hacmi  $V=W-S$

### 3.5.4. Mukavemet ölçümleri

Kurutulan numunelerin kuru mukavemeti ve sinterlenen numunelerin pişmiş mukavemeti TS EN ISO 10545-4 standardına göre üç noktalı eğme cihazlarında ölçülmüştür. Cihazın destek ayakları üzerine yerleştirilen karoya giderek artan yüklerle kırılıncaya kadar basınç uygulanmış ve denklem (3.6) kullanılarak kuru mukavemet ve pişmiş mukavemet belirlenmiştir.

$$\sigma = \left( \frac{3xPxL}{2xbxd^2} \right) \text{ N/mm}^2 \quad (3.6)$$

- P : Kırılma Yüğü (N)  
L : Destekler Arası Uzaklık (mm)  
b : Numunenin Kırılan Yüzeyinin Eni (mm)  
d : Numunenin Kırılan Yüzeyindeki Yükseklik (mm)

### 3.5.5. X ışınları difraktometresi ile karakterizasyon

Kristal fazlar x ışınlarını Bragg kanununa göre kırarlar. Bu kanuna göre d latis mesafesi için  $\theta$  kırınım açısı,  $\lambda$  x ışınlarının dalga boyu ve n'de bir sabittir [42].

$$n\lambda = 2d \sin \theta \quad (3.7)$$

Numunelerde meydana gelen fazların analizleri X-ışınları difraktometresi kullanılarak tespit edilmiştir. Bu analizler, Rigaku Rint series X-ışınları difraktometre cihazı ile, Cu tüpüne 40kV gerilim ve 30mA akım uygulanarak elde edilen  $\text{Cu}_{K\alpha}$  ışınımı ( $\lambda=1,54046 \text{ \AA}$ ) kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Sinterlenen karolardan seçilen numunelerden kesilen parçalar  $2\theta$ ,  $5^\circ$ 'den  $55^\circ$ 'ye  $2^\circ/\text{dak}$  ile tarama yapılarak incelenmiştir.

### **3.5.7. Mikroyapı analizi**

Mikroyapısal analizler Zeiss marka taramalı elektron mikroskobu (SEM) kullanılarak yapılmıştır. Mikroyapı görüntülerini elde etmek için ikincil elektronlarla görüntüleme tekniği kullanılmıştır. Numunelerin parlatılmış ve kırık yüzeyleri incelenmiştir.

30 saniye süreyle % 5 HF solüsyonuna batırılarak dağlanan numunelerin yüzeyleri ve parlatılmış numunelerin yüzeyleri SEM'de iletkenlik sağlamak amacı ile vakum ortamı altında ince bir altın/paladyum tabakasıyla kaplanmıştır.



#### 4. DENEY SONUÇLARI VE TARTIŞMALAR

Deneyleler  $2^4 3^1$  çok faktörlü deney tasarımı ile oluşturulmuştur. 5 ana faktörün (Turgutlu kili, kumlu kil, İstanbul kili, Na-feldispat, sıcaklık) etkisi ve bunların birbirleriyle olan etkileşimi 3 tekrar yapılarak incelenmiştir. Numuneler 1100 °C ve 1135 °C'de pişirilmiştir. Deneyleler faktöriyel deney tasarımıyla belirlenen esaslara göre (yapılış sırası ve tekrar sayıları kurallara bağlıdır) yapılmıştır. Numunelerin, kuru ve pişme mukavemeti, % küçülme, yoğunluk, % görünür porozite, % su emme değerleri belirlenmiştir. Çizelge 4.2'de deney sonuçları görölmektedir.

Çizelge 4.1. Deney sonuçları

Turgutlu Kili	Na-Feldispat	Kumlu Kil	İstanbul Kili	Sıcaklık °C	% Pişme Küçülmesi	Pişme Mukavemeti (N/mm <sup>2</sup> )	Yığınsal Yoğunluk (g/cm <sup>3</sup> )	Görünen Katı Yoğunluğu (g/cm <sup>3</sup> )	% Görünen Porozite	% Su Emme
65	20	10	0	1100	-0,379	6,658	1,8464	2,5692	30,5658	16,5543
65	20	10	0	1135	0,309	11,250	1,9257	2,6274	26,7063	13,8681
65	20	10	5	1100	-0,189	6,082	1,8901	2,6589	28,9115	15,2960
65	20	10	5	1135	0,856	12,461	1,9542	2,6255	25,5699	13,0848
65	20	20	0	1100	-0,418	5,587	1,8212	2,6625	31,6008	17,3521
65	20	20	0	1135	0,319	9,850	1,9007	2,6317	27,7749	14,6128
65	20	20	5	1100	-0,408	5,486	1,8368	2,6692	31,1857	16,9783
65	20	20	5	1135	0,657	11,199	1,9018	2,6333	27,7795	14,6069
65	25	10	0	1100	-0,556	2,662	1,6835	2,6646	36,8187	21,8697
65	25	10	0	1135	0,536	6,118	1,7846	2,6425	32,4655	18,1921
65	25	10	5	1100	-0,438	7,084	1,8512	2,6647	30,5261	16,4896
65	25	10	5	1135	0,777	10,297	1,9038	2,6293	27,5908	14,4923
65	25	20	0	1100	-0,478	5,899	1,8657	2,6634	29,9515	16,0538
65	25	20	0	1135	0,349	9,939	1,8830	2,6282	28,3540	15,0579
65	25	20	5	1100	-0,438	4,837	1,8276	2,6664	31,4556	17,2110
65	25	20	5	1135	0,717	9,929	1,8951	2,6308	27,9650	14,7565
70	20	10	0	1100	-0,438	6,037	1,8618	2,6621	30,0611	16,1461
70	20	10	0	1135	0,558	11,071	1,8918	2,6252	27,9353	14,7663
70	20	10	5	1100	-0,318	6,212	1,8490	2,6607	30,5091	16,5008
70	20	10	5	1135	0,935	12,149	1,9144	2,6259	27,0951	14,1532
70	20	20	0	1100	-0,439	6,895	1,8728	2,6624	29,6558	15,8347
70	20	20	0	1135	0,479	12,690	1,9578	2,6262	25,4532	13,0012
70	20	20	5	1100	-0,328	6,517	1,8563	2,6630	30,2919	16,3185
70	20	20	5	1135	0,657	8,661	1,8877	2,6286	28,1859	14,9313
70	25	10	0	1100	-0,409	6,683	1,8687	2,6577	29,6862	15,8860
70	25	10	0	1135	0,538	12,816	1,9809	2,6265	24,5794	12,4080
70	25	10	5	1100	-0,328	5,418	1,8245	2,6431	30,5919	16,6758
70	25	10	5	1135	1,005	12,592	1,9384	2,6195	26,0021	13,4144

Çizelge 4.1.( Devam) Deneý sonuçları

Turgutlu Kili	Na-Feldispat	Kumlu Kil	İstanbul Kili	Sıcaklık °C	% Pişme Küçülmesi	Pişme Mukavemeti (N/mm <sup>2</sup> )	Yığınsal Yoğunluk (g/cm <sup>3</sup> )	Görünen Katı Yoğunluğu (g/cm <sup>3</sup> )	% Görünen Porozite	% Su Emme
70	25	20	0	1100	-0,478	5,791	1,8593	2,6661	30,2635	16,2772
70	25	20	0	1135	0,448	11,010	1,9432	2,6228	25,9104	13,3360
70	25	20	5	1100	-0,229	6,443	1,8630	2,6604	29,9743	16,0896
70	25	20	5	1135	1,025	12,011	1,9173	2,6632	26,9100	14,0352
75	20	10	0	1100	-0,498	5,194	1,8233	2,6649	31,5823	17,3217
75	20	10	0	1135	0,597	11,317	1,9154	2,6303	27,1292	14,1898
75	20	10	5	1100	-0,149	6,943	1,8369	2,6549	30,8123	16,7745
75	20	10	5	1135	1,075	8,923	1,9498	2,6214	25,6185	13,1389
75	20	20	0	1100	-0,378	6,003	1,9021	2,6653	28,6327	15,0529
75	20	20	0	1135	0,528	10,440	1,8724	2,6301	28,8080	15,3854
75	20	20	5	1100	-0,269	5,804	1,8381	2,6606	30,9147	16,8190
75	20	20	5	1135	0,707	10,535	1,8893	2,6320	28,2171	14,9352
75	25	10	0	1100	-0,488	4,677	1,7910	2,6627	32,7352	18,2772
75	25	10	0	1135	0,667	8,724	1,8538	2,6291	29,4919	15,9093
75	25	10	5	1100	-0,368	5,494	1,8547	2,6410	30,3809	16,3805
75	25	10	5	1135	1,025	11,795	1,9460	2,6225	25,8524	13,2850
75	25	20	0	1100	-0,378	5,999	1,8763	2,6599	29,4615	15,7020
75	25	20	0	1135	0,687	10,767	1,9206	2,6266	26,8010	13,9958
75	25	20	5	1100	0,269	5,570	1,8153	2,6584	31,7141	17,4701
75	25	20	5	1135	0,767	7,805	1,9140	2,6357	27,3807	14,3055
65	20	10	0	1100	-0,319	6,822	1,8483	2,6579	30,4602	16,4803
65	20	10	0	1135	0,558	11,389	1,9298	2,6206	26,3603	13,6597
65	20	10	5	1100	-0,229	5,900	1,7676	2,7804	36,4261	20,6078
65	20	10	5	1135	1,095	13,189	1,9628	2,6171	25,0017	12,7380
65	20	20	0	1100	-0,418	6,793	1,8774	2,6537	29,2542	15,5823
65	20	20	0	1135	0,578	12,000	1,9463	2,6242	25,8313	13,2717
65	20	20	5	1100	-0,289	6,328	1,8399	2,6610	30,8577	16,7714
65	20	20	5	1135	1,005	11,079	1,9247	2,6262	26,7137	13,8796

Çizelge 4.1.( Devam) Deney sonuçları

Turgutlu Kili	Na-Feldispat	Kumlu Kil	İstanbul Kili	Sıcaklık °C	% Pişme Küçülmesi	Pişme Mukavemeti (N/mm <sup>2</sup> )	Yığınsal Yoğunluk (g/cm <sup>3</sup> )	Görünen Katı Yoğunluğu (g/cm <sup>3</sup> )	% Görünen Porozite	% Su Emme
65	25	10	0	1100	-0,546	2,440	1,6890	2,6687	36,7089	21,7337
65	25	10	5	1100	-0,239	5,420	1,9159	2,6605	27,9871	14,6079
65	25	10	5	1135	1,195	12,831	1,9593	2,6198	25,2114	12,8676
65	25	20	0	1100	-0,369	6,460	1,9192	2,6614	27,8865	14,5303
65	25	20	0	1135	0,608	13,317	1,9858	2,6151	24,0668	12,1197
65	25	20	5	1100	-0,229	5,871	1,8514	2,6603	30,4049	16,4223
65	25	20	5	1135	0,846	11,699	1,9445	2,6204	25,7922	13,2640
70	20	10	0	1100	-0,359	7,159	1,8750	2,6587	2,4772	15,7214
70	20	10	0	1135	0,887	11,886	1,9282	2,6223	26,8495	13,9972
70	20	10	5	1100	-0,129	7,131	1,8455	2,6553	30,4974	16,5252
70	20	10	5	1135	1,423	13,981	1,9386	2,6134	25,8218	13,3201
70	20	20	0	1100	-0,379	5,780	1,8270	2,6540	31,1582	17,0539
70	20	20	0	1135	0,568	13,464	1,9583	2,6231	25,3453	12,9428
70	20	20	5	1100	-0,189	6,312	1,8171	2,6557	31,5774	17,3776
70	20	20	5	1135	0,866	9,335	1,9188	2,6217	26,8117	13,9735
70	25	10	0	1100	-0,369	6,461	1,8646	2,6514	29,6740	15,9144
70	25	10	0	1135	0,738	13,312	1,9749	2,6186	24,5805	12,4464
70	25	10	5	1100	-0,159	6,471	1,8469	2,6502	30,3116	16,4125
70	25	10	5	1135	1,234	13,754	1,9552	2,6177	25,3056	12,9424
70	25	20	0	1100	-0,418	5,845	1,8516	2,6638	30,4908	16,4676
70	25	20	0	1135	0,707	10,038	1,9243	2,6232	26,6451	13,8468
70	25	20	5	1100	-0,159	7,026	1,8701	2,6545	29,5504	15,8015
70	25	20	5	1135	1,293	13,040	1,9495	2,6182	25,5425	13,1023
75	20	10	0	1100	-0,319	5,759	1,8246	2,6557	31,2930	17,1403
75	20	10	0	1135	0,856	9,057	1,9213	2,6202	26,6713	13,8817
75	20	10	5	1100	-0,060	7,977	1,8964	2,6567	28,6304	15,0921
75	20	10	5	1135	1,304	13,933	1,9512	2,6165	25,4250	13,0201
75	20	20	0	1100	-0,368	5,836	1,8187	2,6630	31,7054	17,4328

Çizelge 4.1.( Devam) Deney sonuçları

Turgutlu Kili	Na-Feldispat	Kumlu Kil	İstanbul Kili	Sıcaklık °C	% Pişme Küçülmesi	Pişme Mukavemeti (N/mm <sup>2</sup> )	Yığınsal Yoğunluk (g/cm <sup>3</sup> )	Görünen Katı Yoğunluğu (g/cm <sup>3</sup> )	% Görünen Porozite	% Su Emme
75	20	20	0	1135	0,816	11,307	1,9255	2,6242	26,6263	13,8285
75	20	20	5	1100	-0,289	5,682	1,8172	2,6580	31,6303	17,4057
75	20	20	5	1135	0,916	8,276	1,8839	2,6314	28,4066	15,0768
75	25	10	0	1100	-0,289	6,212	1,8560	2,6595	30,2118	16,2780
75	25	10	0	1135	1,055	11,921	2,0328	2,8268	28,0890	13,8179
75	25	10	5	1100	-0,189	7,101	1,8229	2,6491	31,1898	17,1104
75	25	10	5	1135	1,304	13,754	1,9762	2,6121	24,4344	12,3188
75	25	20	0	1100	-0,349	6,248	1,8691	2,6621	29,7893	15,9379
75	25	20	0	1135	0,827	11,727	1,9272	2,6257	26,6009	13,8026
75	25	20	5	1100	-0,279	5,785	1,8185	2,6597	31,6279	17,3924
75	25	20	5	1135	0,996	12,172	1,9441	2,6271	25,9972	13,3721
65	20	10	0	1100	-0,418	6,727	1,8883	2,6609	20,0351	15,3765
65	20	10	0	1135	0,159	10,661	1,9215	2,6355	27,0928	14,1001
65	20	10	5	1100	-0,418	5,709	1,8473	2,6648	30,6780	16,6071
65	20	10	5	1135	0,757	11,456	1,8951	2,6295	27,9289	14,7373
65	20	20	0	1100	-0,508	5,029	1,8304	2,6609	31,2116	17,0517
65	20	20	0	1135	0,219	9,470	1,8958	2,6390	28,1631	14,8556
65	20	20	5	1100	-0,358	6,090	1,8318	2,6636	31,2307	17,0495
65	20	20	5	1135	0,780	9,778	1,8709	2,6309	28,8877	15,4405
65	25	10	0	1100	-0,437	2,837	1,7111	2,6651	35,7966	20,9205
65	25	10	0	1135	0,308	6,532	1,7503	2,6454	33,8364	19,3322
65	25	10	5	1100	-0,259	6,448	1,8770	2,6603	29,4434	15,6863
65	25	10	5	1135	0,836	11,298	1,9328	2,6306	26,5260	13,7239
65	25	20	0	1100	-0,419	6,031	1,8494	2,6536	30,3043	16,3858
65	25	20	0	1135	0,558	9,951	1,9036	2,6359	27,7838	14,5955
65	25	20	5	1100	-0,309	5,830	1,8557	2,6604	30,2473	16,2995
65	25	20	5	1135	0,796	10,663	1,9361	2,6384	26,3397	13,6045
70	20	10	0	1100	-0,438	6,379	1,8567	2,6522	30,0221	16,1699

Çizelge 4.1.( Devam) Deneý sonuçları

Turgutlu Kili	Na-Feldispat	Kumlu Kil	İstanbul Kili	Sıcaklık °C	% Pişme Küçülmesi	Pişme Mukavemeti (N/mm <sup>2</sup> )	Yığınsal Yoğunluk (g/cm <sup>3</sup> )	Görünen Katı Yoğunluğu (g/cm <sup>3</sup> )	% Görünen Porozite	% Su Emme
70	20	10	0	1135	0,438	12,559	1,9583	2,6284	25,4944	13,0188
70	20	10	5	1100	-0,199	6,328	1,8490	2,6518	30,2743	16,3733
70	20	10	5	1135	1,164	12,309	1,9574	2,6133	25,1848	12,8664
70	20	20	0	1100	-0,488	6,941	1,8826	2,6685	29,4506	15,6435
70	20	20	0	1135	0,339	11,095	1,9233	2,6297	26,8616	13,9663
70	20	20	5	1100	-0,229	6,956	1,8664	2,6540	29,6760	15,8999
70	20	20	5	1135	0,707	6,095	1,9038	2,6329	27,6910	14,5450
70	25	10	0	1100	-0,429	6,787	1,8876	2,6705	29,3148	15,5300
70	25	10	0	1135	0,738	10,781	1,9565	2,6325	25,6783	13,1244
70	25	10	5	1100	-0,149	6,556	1,8721	2,6561	29,5157	15,7658
70	25	10	5	1135	0,955	11,106	1,9246	2,6259	26,7080	13,8774
70	25	20	0	1100	-0,358	5,787	1,8482	2,6573	30,4476	16,4739
70	25	20	0	1135	0,398	10,468	1,8995	2,6263	27,6321	14,5678
70	25	20	5	1100	-0,099	6,481	1,8478	2,6564	30,4393	16,4732
70	25	20	5	1135	1,045	8,891	1,8923	2,6260	27,9418	14,7663
75	20	10	0	1100	-0,368	6,169	1,8454	2,6638	30,3483	16,3571
75	20	10	0	1135	0,717	7,655	1,9269	2,6303	26,7444	13,8798
75	20	10	5	1100	-0,169	6,794	1,8682	2,6612	29,7973	15,9496
75	20	10	5	1135	1,264	13,032	1,9479	2,6357	25,8148	13,2528
75	20	20	0	1100	-0,508	4,661	1,8216	2,6718	31,8209	17,4686
75	20	20	0	1135	0,548	6,182	1,8470	2,6314	29,8090	16,1393
75	20	20	5	1100	-0,448	5,733	1,8431	2,6582	30,6614	16,6355
75	20	20	5	1135	0,717	6,645	1,9132	2,6374	27,4605	14,3535
75	25	10	0	1100	-0,269	5,965	1,8463	2,6585	30,5494	16,5459
75	25	10	0	1135	0,856	9,617	1,8802	2,6260	28,4018	15,1059
75	25	10	5	1100	-0,199	6,115	1,8385	2,6484	30,5813	16,6337
75	25	10	5	1135	1,204	6,826	1,9190	2,6228	26,8348	13,9837
75	25	20	0	1100	-0,468	5,456	1,8415	2,6665	30,9156	16,7892

Çizelge 4.1.( Devam) Deney sonuçları

<b>Turgutlu Kili</b>	<b>Na-Feldispat</b>	<b>Kumlu Kil</b>	<b>İstanbul Kili</b>	<b>Sıcaklık °C</b>	<b>% Pişme Küçülmesi</b>	<b>Pişme Mukavemeti (N/mm<sup>2</sup>)</b>	<b>Yığınsal Yoğunluk (g/cm<sup>3</sup>)</b>	<b>Görünen Katı Yoğunluğu (g/cm<sup>3</sup>)</b>	<b>% Görünen Porozite</b>	<b>% Su Emme</b>
75	25	20	0	1135	0,578	10,127	1,9055	2,6688	27,5130	14,4384
75	25	20	5	1100	-0,448	5,139	1,8390	2,6666	31,0376	16,8778
75	25	20	5	1135	0,737	10,936	1,9402	2,6355	26,3796	13,5960

Çizelge 4.2. Kuru mukavemet deney sonuçları

Turgutlu Kili	Na-Feldispat	Kumlu Kil	İstanbul Kili	Kuru Mukavemet (N/mm <sup>2</sup> )
65	20	10	0	2,835
65	20	10	5	1,734
65	20	20	0	2,093
65	20	20	5	1,908
65	25	10	0	0,405
65	25	10	5	2,079
65	25	20	0	3,648
65	25	20	5	1,809
70	20	10	0	2,815
70	20	10	5	2,027
70	20	20	0	2,622
70	20	20	5	2,003
70	25	10	0	3,345
70	25	10	5	2,104
70	25	20	0	2,154
70	25	20	5	1,623
75	20	10	0	2,275
75	20	10	5	1,77
75	20	20	0	1,912
75	20	20	5	1,566
75	25	10	0	0,855
75	25	10	5	2,995
75	25	20	0	2,185
75	25	20	5	1,728
65	20	10	0	3,162
65	20	10	5	2,147
65	20	20	0	2,489
65	20	20	5	1,618
65	25	10	0	0,557
65	25	10	5	1,634
65	25	20	0	3,212
65	25	20	5	1,858
70	20	10	0	3,053
70	20	10	5	1,758
70	20	20	0	3,069
70	20	20	5	2,053
70	25	10	0	3,713
70	25	10	5	1,591
70	25	20	0	2,305
70	25	20	5	1,425
75	20	10	0	2,497
75	20	10	5	2,181
75	20	20	0	1,706
75	20	20	5	1,659
75	25	10	0	2,16
75	25	10	5	2,798
75	25	20	0	2,054
75	25	20	5	1,198



Faktöriyel deney tasarımında öncelikle bir hipotez tanımlanmalıdır. Tüm ana faktörler ve etkileşimlerinin seviyeleri arasında fark olup olmadığı hipotezi üzerine kurulmuştur.

$$H_0: \beta_1 = \beta_2 = \dots = \beta_k$$

$$H_a: \beta_1 \neq \beta_2 \neq \dots \neq \beta_k \quad (4.1)$$

1, 2, ... , k :Faktörlerin seviyeleri

$\beta_1, \beta_2, \dots, \beta_k$  : Faktör seviyelerinde incelenen özellik için deney sonuçlarının ortalamaları

Denklem 4.1'e göre mukavemet değeri için Na-feldispat miktarındaki değişimi örnek olarak ifade edersek;

$$H_0: \beta_{(20)} = \beta_{(25)}$$

$$H_a: \beta_{(20)} \neq \beta_{(25)}$$

$\beta_{(20)}$ : Na-feldispat miktarı 20 olduğunda mukavemet değerleri ortalaması

$\beta_{(25)}$ : Na-feldispat miktarı 25 olduğunda mukavemet değerleri ortalaması

$H_0$  hipotezi, Na-feldispat miktarı 20 olduğunda mukavemet değerleri ortalaması ile Na-feldispat miktarı 25 olduğunda mukavemet değerleri ortalaması arasında bir fark olmadığını,  $H_a$  hipotezi ise bu ortalamalar arasındaki farkın anlamlı olduğunu ifade etmektedir.

Anova çizelgesi incelenen çıktı değerine göre anlamlı derecede etkin olan faktörleri içermektedir. Etkisi anlamsız olan ana faktörler ve etkileşim faktörleri Anova çizelgesi hata terimine eklenmiştir. Hipotezlerin anlamlılık testleri,  $\alpha=0,05$  anlam seviyesine göre yapılmıştır.

#### 4.1. Deney Reçetelerinin Tane Boyut Dağılımı

Faktöriyel deney tasarımına göre hazırlanan reçetelerin tane boyut dağılımı Çizelge 4.1'de görülmektedir. Reçetelerin, ortalama tane boyutu ( $d_{50}$ ) incelendiğinde, bazı reçetelerin tane boyut dağılımları birbirlerine yakınken bazı reçetelerin ( $d_{50}$ ) değerleri birbirlerinden farklıdır. Bu farklılıklar sistemin sinterleme davranışlarını etkilemektedir. Aynı bileşime sahip reçetelerde tane boyut dağılımı büyükse camsı faz oranı daha az olması beklenirken tane boyut dağılımı daha küçük olan reçetelerde daha çok camsı faz olması beklenir.

Hazırlanan reçetelerde kullanılan hammaddelerin öğütmeden sonraki tane boyut dağılımları, karışımın tane boyut dağılımını etkilemektedir. Daha sert olan (kuvars, feldispat vb.) hammaddelerin yüzde fazlalığı tane boyut dağılımını büyütmektedir. Dolayısıyla, oluşan camsı faz ve kristal yapıları etkilemektedir.

Çizelge 4.3. Reçetelerin kümülatif elek altı değerleri

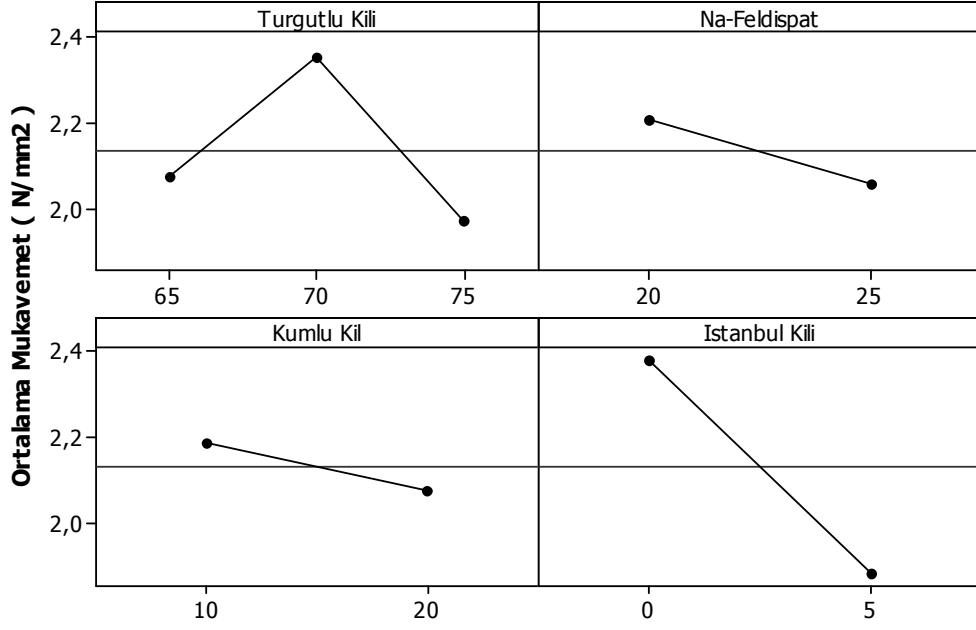
Kümülatif Elek Altı ( $\mu\text{m}$ )			
Numune Kodu	$d_{10}$	$d_{50}$	$d_{90}$
1211	4,876	27,342	113,543
1111	4,584	27,612	108,520
1121	4,722	29,297	115,440
1221	5,027	29,972	111,605
2211	5,350	29,928	106,438
2111	4,413	26,647	108,767
2121	4,949	29,222	108,366
2221	4,371	27,579	104,872
3211	4,201	27,093	109,737
3111	4,145	26,802	110,496
3121	4,159	27,832	113,856
3221	4,096	25,554	100,767
1212	3,796	25,929	111,363
1112	3,720	24,684	102,854
1212	3,705	24,655	102,897
1222	3,949	26,595	110,030
2212	3,825	25,686	112,438
2112	3,781	25,129	107,656
2122	3,929	25,901	111,524
2222	3,675	26,011	113,890
3212	3,854	25,427	105,949
3112	3,874	23,118	96,533
3122	3,262	21,143	81,820
3222	3,450	22,223	93,069

## 4.2. Kuru Mukavemet için Deney Sonuçları

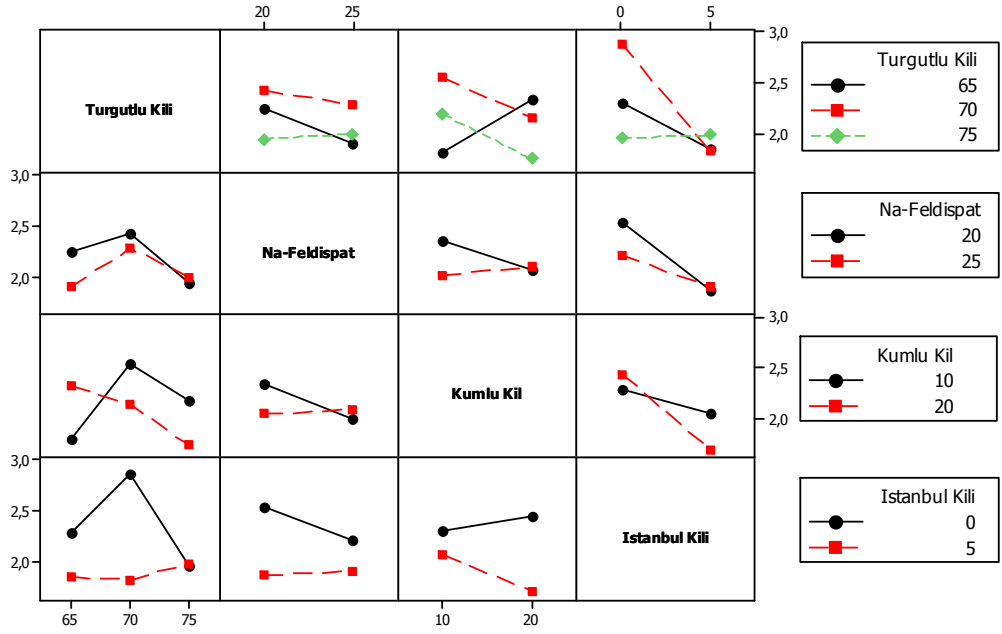
Çizelge 4.4’de kuru mukavemet için Anova çizelgesi görülmektedir.  $\alpha=0,05$  anlam seviyesine göre deneyler yapılmıştır, fakat Anova çizelgesine göre faktörlerin dörtlü etkileşimleri bulunduğu için  $\alpha=0,05$  değerlerinde büyük değerler Anova çizelgesinde bırakılmıştır.

Çizelge 4.4. Kuru mukavemet için Anova Çizelgesi

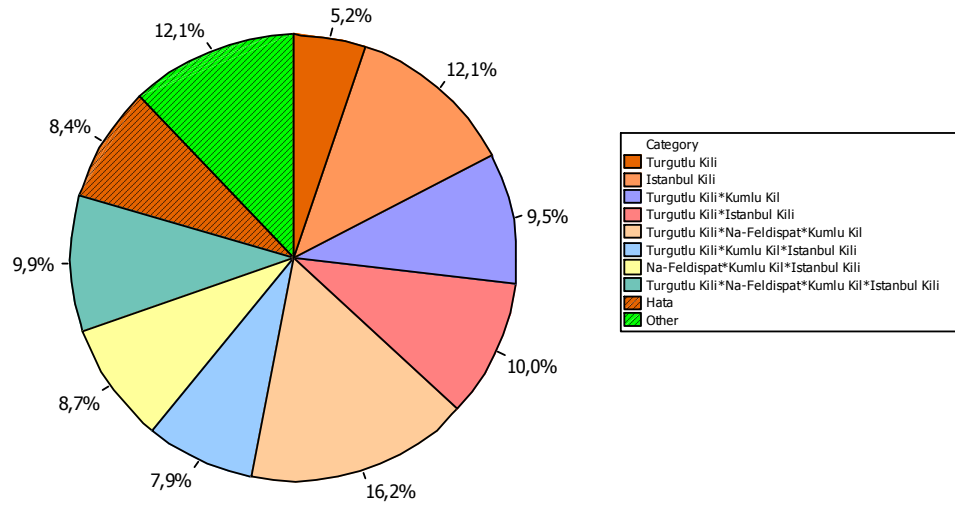
Faktorler	DF	Seq SS	MS	F	P
Turgutlu Kili	2	1,254	0,627	7,460	0,003
Na-Feldispat	1	0,258	0,258	3,070	0,093
Kumlu Kil	1	0,140	0,140	1,670	0,209
İstanbul Kili	1	2,928	2,928	34,850	0,000
Turgutlu Kili*Na-Feldispat	2	0,318	0,159	1,890	0,172
Turgutlu Kili*Kumlu Kil	2	2,298	1,149	13,670	0,000
Turgutlu Kili*İstanbul Kili	2	2,399	1,200	14,280	0,000
Na-Feldispat*Kumlu Kil	1	0,426	0,425	5,060	0,034
Na-Feldispat*İstanbul Kili	1	0,395	0,395	4,700	0,040
Kumlu Kil*İstanbul Kili	1	0,787	0,787	9,370	0,005
Turgutlu Kili*Na-Feldispat*Kumlu Kil	2	3,906	1,953	23,240	0,000
Turgutlu Kili*Na-Feldispat*İstanbul Kili	2	0,589	0,295	3,510	0,046
Turgutlu Kili*Kumlu Kil*İstanbul Kili	2	1,902	0,951	11,320	0,000
Na-Feldispat*Kumlu Kil*İstanbul Kili	1	2,091	2,091	24,890	0,000
Turgutlu Kili*Na-Feldispat*Kumlu Kil*İstanbul Kili	2	2,393	1,196	14,240	0,000
Hata	24	2,017	0,084		
Toplam	47	24,1008			



Şekil 4.1. Kuru mukavemet için ana etkiler grafiği



Şekil 4.2. Kuru mukavemet için etkileşim grafiği



Şekil 4.3. Kuru mukavemet için pasta grafiği

#### Turgutlu Kili – Na-Feldispat Etkileşimi

Turgutlu Kili ve Na-Feldispat arasında Anova çizelgesinde etkileşim gözükmemekle birlikte Na-Feldispat'ın düşük değeri için kuru mukavemet değeri yüksek gözlemlenmiştir.

#### Turgutlu Kili- Kumlu Kil Etkileşim

En yüksek kuru mukavemet değerine Turgutlu Kili'nin 70 olduğu durumda ve kumlu kilin düşük seviyesi için elde edilmiştir. Turgutlu Kili'nin 65'den 70'e yükselmesiyle kuru mukavemette anlamlı bir artış gözlemlenirken Turgutlu Kili'nin 70'den 75'e yükselmesiyle kuru mukavemette düşüş olmuştur. Kumlu Kil'in yüksek seviyesi için Turgutlu Kili miktarının artmasıyla kuru mukavemet değerinde düşüş belirlenmiştir.

#### Turgutlu Kili- İstanbul Kili Etkileşimi

İstanbul Kili'nin düşük miktarı için en yüksek kuru mukavemet değerine Turgutlu Kili 70 değerinde olduğunda elde edilmiştir. İstanbul Kili'nin 0 olduğu durumda Turgutlu Kili'nin 65'den 70'e yükselmesiyle kuru mukavemet değeri yükselirken 70'den 75'e yükselmesiyle mukavemet değerinde anlamlı bir düşüş

gözlemlenmiştir. İstanbul kilinin yüksek seviyesi için Turgutlu Kili'nin miktarının değişmesi kuru mukavemet değerini etkilememektedir. Turgutlu Kili'nin 75 olduğu durumda İstanbul Kili'nin düşük ya da yüksek seviyede olması mukavemeti etkilememektedir.

#### Na-Feldispat-Kumlu Kil Etkileşimi

Kumlu kilin düşük seviyesi için daha yüksek kuru mukavemet değeri elde edilmiştir. Kumlu kil miktarının yüksek seviyesi için Na-Feldispat miktarının değişmesi kuru mukavemet değerini etkilememektedir.

#### Na-Feldispat- İstanbul Kili Etkileşimi

İstanbul Kilinin düşük seviyesi için yüksek mukavemet değeri elde edilmiştir. İstanbul kili'nin 5 olduğu durumda Na-Feldispat miktarının değeri mukavemeti etkilememektedir.

#### Kumlu Kil İstanbul Kili Etkileşimi

İstanbul kilinin düşük seviyesi için kuru mukavemet değeri yüksek elde edilmiştir ve kumlu kil miktarının düşük ya da yüksek seviyede olması mukavemet üzerinde çok etkili değildir. İstanbul kilinin yüksek seviyesi için kumlu kilin 10'dan 20'ye yükselmesiyle mukavemette düşüş gözlemlenmiştir.

Kuru mukavemetin yüksek olmasını istediğimiz durumda duvar karosu reçetesi; Turgutlu Kili:70, Na-Feldispat:20, Kumlu Kil:10, İstanbul Kili:0 olarak oluşturulması uygun olacaktır.

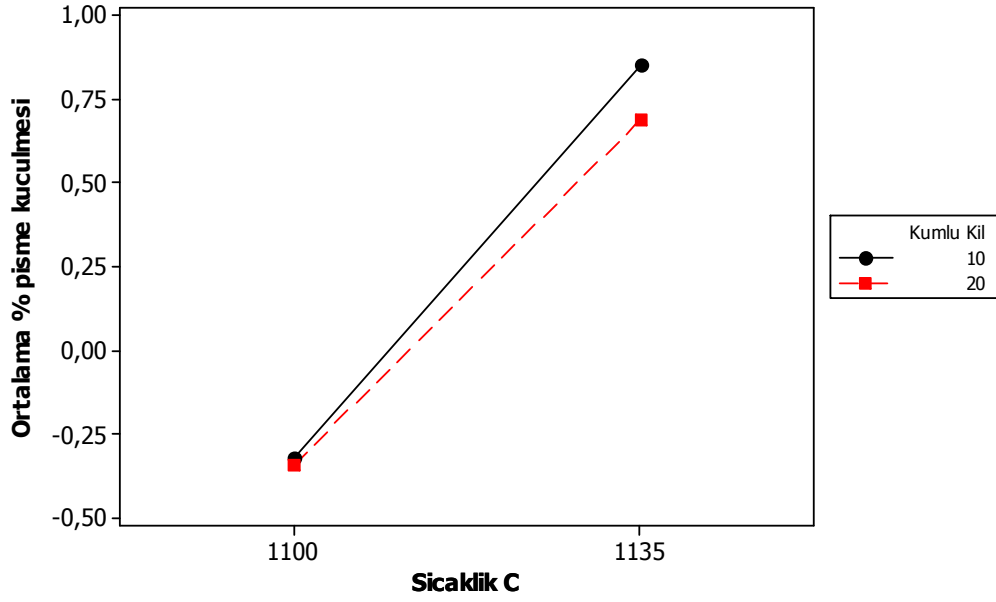
Pasta grafiğine bakıldığında; Turgutlu Kili\*Na-Feldispat\*Kumlu Kil etkisinin en fazla olduğu görülmektedir. İstanbul kili % 12,1, Turgutlu Kili ise %5,2 etkilemektedir.

### **4.3. Pişme Küçülmesi için Deney Sonuçları**

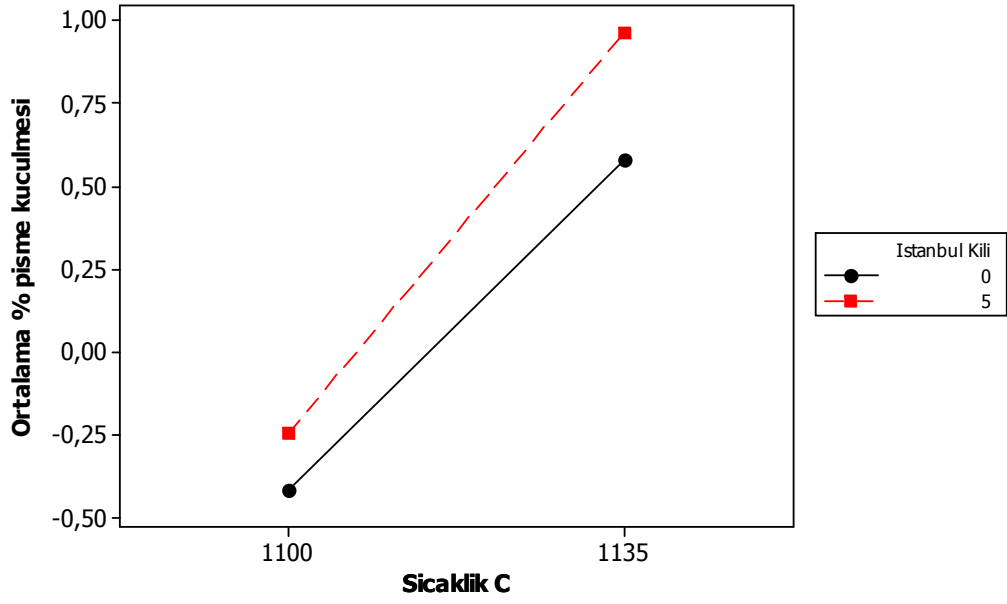
Pişme küçülmesi için deneyler güven seviyesi  $\alpha=0,05$  için yapılmıştır. Çizelge 4.5'de pişme küçülmesi için Anova çizelgesi görülmektedir. 4 ana faktör (Turgutlu kili, kumlu kil, İstanbul kili, sıcaklık) etkileşimdedir.

Çizelge 4.5 Pişme Küçülmesi için Anova çizelgesi

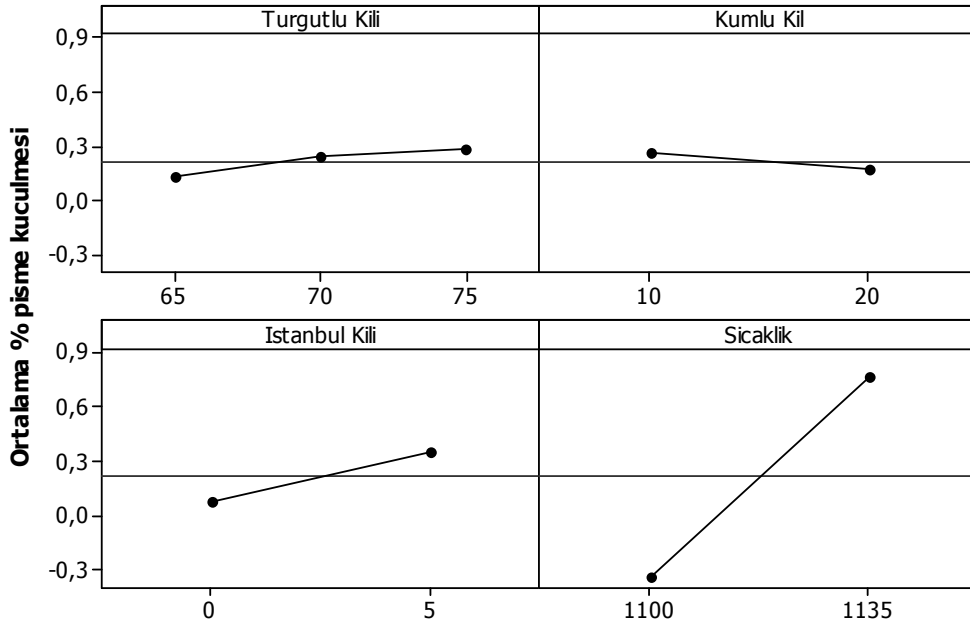
Faktörler	DF	Seq SS	MS	F	P
Turgutlu Kili	2	0,5345	0,2673	12,76	0,000
Na-Feldispat	1	0,0689	0,0689	3,29	0,072
Kumlu	1	0,3183	0,3183	15,20	0,000
İstanbul Kili	1	27,225	27,225	129,99	0,000
Sıcaklık	1	437,560	437,560	2089,25	0,000
Kumlu Kil*Sıcaklık	1	0,1812	0,1812	8,65	0,004
İstanbul Kili*Sıcaklık	1	0,4158	0,4158	19,85	0,000
Hata	135	28,274	0,0209		
Toplam	143	508,246			



Şekil 4.4. Sıcaklık\*Kumlu Kil etkileşim grafiği

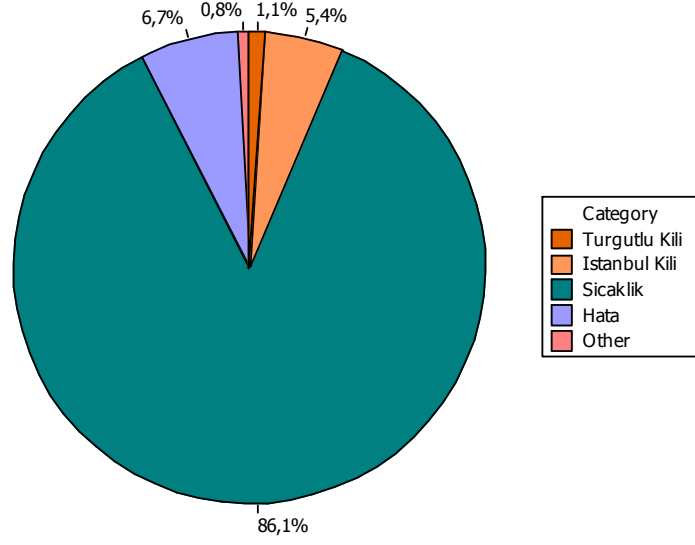


Şekil 4.5. Sıcaklık\*Istanbul Kili etkileşim grafiği



Şekil 4.6. Pişme küçülmesi için ana etkiler grafiği





Şekil 4.7. Pişme küçülmesi için pasta grafiği

#### Kumlu Kil- Sıcaklık Etkileşimi

Şekil 4.5 incelendiğinde; düşük sıcaklıkta kumlu kil miktarının 10 ya da 20 olması pişme küçülmesi üzerinde etkisi gözlenmemiştir. Sıcaklığın yükselmesiyle Kumlu kilin her iki seviyesi içinde pişme küçülmesinde artışa neden olmaktadır. Bu artış kumlu kilin düşük seviyesi için daha fazladır.

#### İstanbul Kili – Sıcaklık Etkileşimi

Şekil 4.6 incelendiğinde; sıcaklığın 1100 °C olduğu durumda pişme küçülmeleri kumlu kilin her iki seviyesi içinde birbirine yakındır. Sıcaklığın 1135 °C olduğu durumda İstanbul Kili'nin her iki seviyesi içinde pişme küçülmesinde anlamlı bir artış gözlenmiştir. İstanbul Kili'nin yüksek seviyesi için bu değer daha yüksektir.

Şekil 4.7'deki ana etkiler grafiği incelendiğinde; Turgutlu kili'nin üç seviyesi içinde pişme küçülme değerleri birbirine yakın olmakla beraber Turgutlu kili'nin artmasıyla pişme küçülmesi değeri de artmaktadır. Kumlu kilin seviyesi arttığında ise pişme küçülmesi azalmaktadır. İstanbul kili'nin artması durumunda pişme küçülmeleri de artmaktadır. Pişme küçülmesindeki en önemli faktör sıcaklıktır. Sıcaklığın 1100 °C'den 1135 °C'ye çıkmasıyla pişme küçülmesinde anlamlı bir artış gözlemlenmiştir.

Şekil 4.8'deki pasta grafiğine göre; % 86,1 oran ile en etkin bileşen sıcaklık olarak belirlenmiştir. İstanbul Kili % 5,4 ve Turgutlu Kili % 1,1 pişme küçülmesi üzerinde etkileri vardır.

#### 4.4. Pişme Mukavemeti için Deney Sonuçları

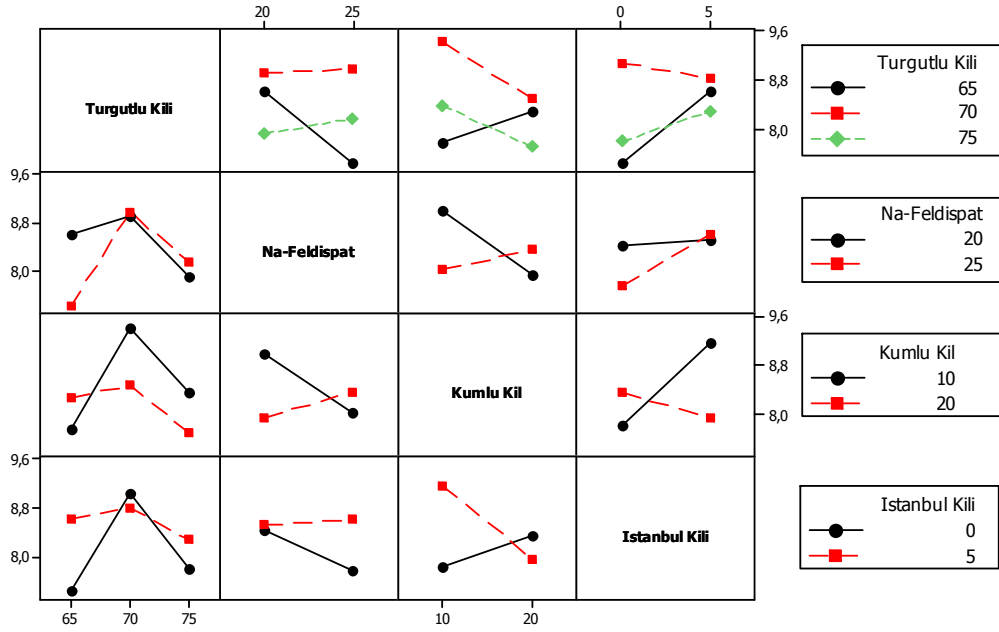
Çizelge 4.6'da pişmiş mukavemet için Anova Çizelgesi görülmektedir.  $\alpha=0,05$  anlam seviyesine göre deneyler yapılmıştır, fakat Anova çizelgesine göre faktörlerin dörtlü etkileşimleri bulunduğu için  $\alpha=0,05$  değerlerinde büyük değerler Anova çizelgesinde bırakılmıştır.

Çizelge 4.6 Pişme mukavemeti için Anova çizelgesi

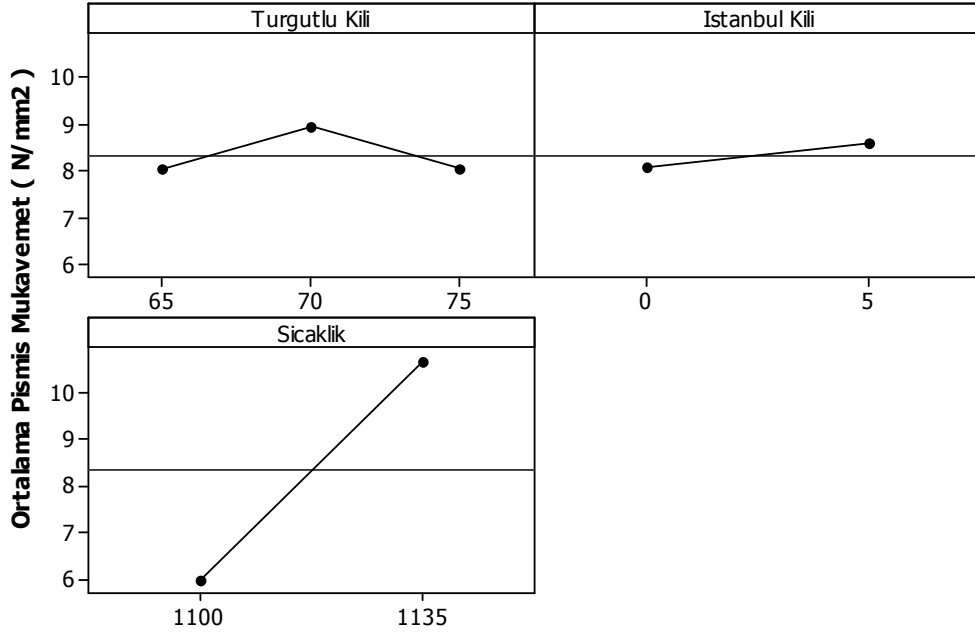
Faktörler	DF	Seq SS	MS	F	P
Turgutlu Kili	2	26,770	13,386	8,810	0,000
Na-Feld.	1	3,020	3,022	1,990	0,162
Kumlu Kil	1	4,580	4,580	3,010	0,086
İst. Kili	1	8,170	8,166	5,370	0,022
Sıcaklık	1	789,800	789,802	519,600	0,000
Turgutlu Kili*Na-Feld.	2	14,800	7,398	4,870	0,010
Turgutlu Kili*Kumlu Kil	2	14,670	7,335	4,830	0,010
Turgutlu Kili*İst. Kili	2	12,370	6,187	4,070	0,020
Turgutlu Kili*Sıcaklık	2	4,260	2,129	1,400	0,251
Na-Feld.*Kumlu Kil	1	17,200	17,200	11,320	0,001
Na-Feld.*İst. Kili	1	5,370	5,365	3,530	0,063
Na-Feld.*Sıcaklık	1	1,230	1,230	0,810	0,370
Kumlu Kil*İst. Kili	1	27,370	27,369	18,010	0,000
Kumlu Kil*Sıcaklık	1	3,340	3,337	2,200	0,141
İst. Kili*Sıcaklık	1	0,210	0,209	0,140	0,712
Turgutlu Kili*Na-Feld.*Kumlu Kil	2	9,120	4,557	3,000	0,054
Turgutlu Kili*Na-Feld.*İst. Kili	2	12,110	6,055	3,980	0,021
Turgutlu Kili*Kumlu Kil*İst. Kili	2	4,800	2,400	1,580	0,211
Turgutlu Kili*Na-Feld.*Sıcaklık	2	3,450	1,723	1,130	0,326
Turgutlu Kili*Kumlu Kil*Sıcaklık	2	5,850	2,923	1,920	0,151
Turgutlu Kili*İst. Kili*Sıcaklık	2	5,540	2,768	1,820	0,167
Na-Feld.*Kumlu Kil*İst. Kili	1	0,040	0,035	0,020	0,880

Çizelge 4.6 ( devam) Pişme mukavemeti için Anova çizelgesi

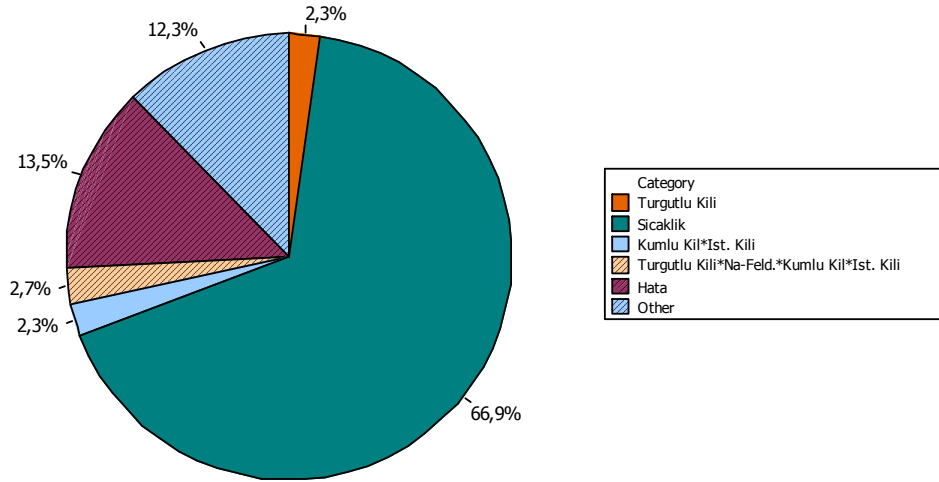
Na-Feld.*Kumlu Kil*Sıcaklık	1	3,780	3,783	2,490	0,118
Na-Feld.*İst. Kili*Sıcaklık	1	1,210	1,211	0,800	0,374
Kumlu Kil*İst. Kili*Sıcaklık	1	9,700	9,696	6,380	0,013
Turgutlu Kili*Na-Feld.*Kumlu Kil*İst. Kili	2	31,690	15,847	10,430	0,000
Hata	105	159,600	1,520		
Toplam	143	1180,020			



Şekil 4.8. Pişme mukavemeti için etkileşim grafiği



Şekil 4.9. Pişme mukavemeti için ana etkiler grafiği



Şekil 4.10. Pişme mukavemeti için pasta grafiği

Şekil 4.9 incelendiğinde;

#### Turgutlu Kili- Na-Feldispat etkileşimi

En yüksek mukavemet değeri Turgutlu Kili 70 olduğunda gözlemlenmiştir. Turgutlu Kili miktarı 65'den 70'e arttığında ve Na-Feldispat 20 olduğunda anlamlı bir artış yokken bu değer 25 olduğunda artış daha anlamlıdır. Turgutlu Kili miktarı 70'den 75 arttığında ise mukavemetteki değişim Na-feldispat miktarına bağlı değildir. Turgutlu Kili'nin 70 olması durumunda Na-feldispat miktarının 20 ya da 25 olmasının mukavemet üzerinde bir etkisi yoktur.

#### Turgutlu Kili – Kumlu Kil Etkileşimi

Turgutlu Kili'nin 65'den 70'e değişmesiyle mukavemette anlamlı bir artış gözlenirken, Kumlu Kil 20 olduğunda ise Turgutlu Kili'ndeki artışla mukavemetin çok fazla değişmediği gözlemlenmiştir. Turgutlu Kili miktarı 70 den 75'e yükseldiğinde ise Kumlu Kil miktarının 2 seviyesi içinde aynı oranda düşüş gözlemlenmiştir.

#### Turgutlu Kili-İstanbul Kili Etkileşimi

Turgutlu Kili miktarı 65'den 70'e değiştiğinde İstanbul Kili miktarı 0 olması durumundaki mukavemet artışı İstanbul Kili'nin 5 olması durumundaki mukavemet artışına göre daha fazladır. Turgutlu Kili miktarının 70'den 75'e değişmesi ile İstanbul Kili miktarının 5 olması ile gerçekleşen mukavemet düşüşü, İstanbul Kili miktarının 0 olduğu değere göre daha azdır.

#### Na-Feldispat – Kumlu Kil Etkileşimi

Na-feldispat miktarı 20'den 25'e değiştiğinde Kumlu Kil miktarı 10 için mukavemette anlamlı bir düşüş söz konusuysen Kumlu Kil miktarı 20 için mukavemette artış görülmektedir.

#### Na-Feldispat – İstanbul Kili Etkileşimi

Na-feldispat miktarı 20 olduğunda İstanbul Kili'nin sistemde bulunup bulunmaması mukavemeti etkilememektedir. İstanbul Kili miktarı 5 iken Na-feldispat miktarının 20 ya da 25 olmasının mukavemet üzerinde etkisi gözlenmemiştir. Sistemde İstanbul Kili'nin bulunmaması durumunda Na-Feldispat miktarının 20'den 25'e çıkması ile mukavemette anlamlı bir düşüş gözlemlenmiştir.

#### İstanbul Kili – Kumlu Kil Etkileşimi

Kumlu Kil miktarının 10'dan 20'ye değişmesi ile İstanbul Kili miktarının 5 olduğu durumda mukavemette anlamlı bir azalma görülürken İstanbul Kili'nin olmamasında ise mukavemet artmaktadır.

Şekil 4.10 incelendiğinde, ana etkiler bazında pişmiş mukavemet değeri sıcaklığın 1100 °C'den 1150 °C'ye artmasıyla artmaktadır. Yine Turgutlu Kili'nin 70 olduğu değerlerde en yüksek mukavemet değeri elde edilmiştir. Ana etki olarak Kumlu Kilin 10 olduğu durumda mukavemet değeri daha yüksektir. İstanbul Kili'nin 0 olduğunda ise mukavemet değeri 5 olduğu duruma göre daha yüksektir. Na-Feldispat tek başına ana etkiler grafiğinde bulunmamasına rağmen dörtlü etkileşimde bulunduğu için Anova çizelgesinde bırakılmıştır.

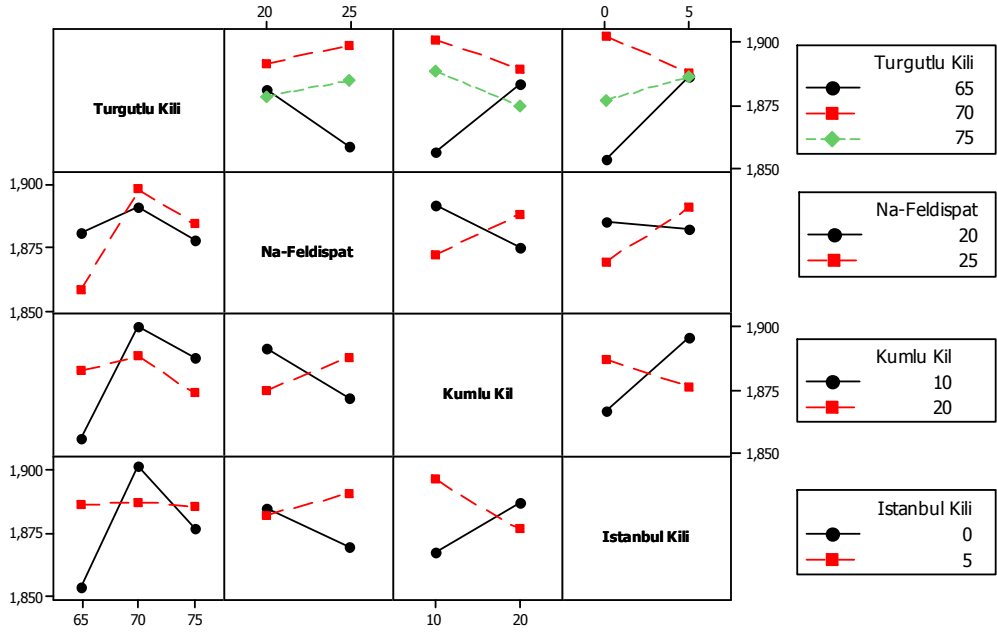
Şekil 4.11'deki pasta grafiğinde % 66,9 ile en önemli faktör sıcaklıktır. % 2,7 ile dörtlü etkileşim ve % 2,3 ile Turgutlu Kili mukavemeti etkileyen en önemli faktörlerdir. Hata oranı % 13,5'dir. Bu hata oranı pişirme sırasında fırının sağ, sol ve orta kısmında sıcaklık farklarında kaynaklanmış olabilir. Fırının yüklenmesi sırasında fırın rejiminin oturmamasından dolayı ilk giren ve sonlarda çıkan karolarda pişme farkları olmuş olabilir.

#### 4.5. Yığınsal Yoğunluk için Deney Sonuçları

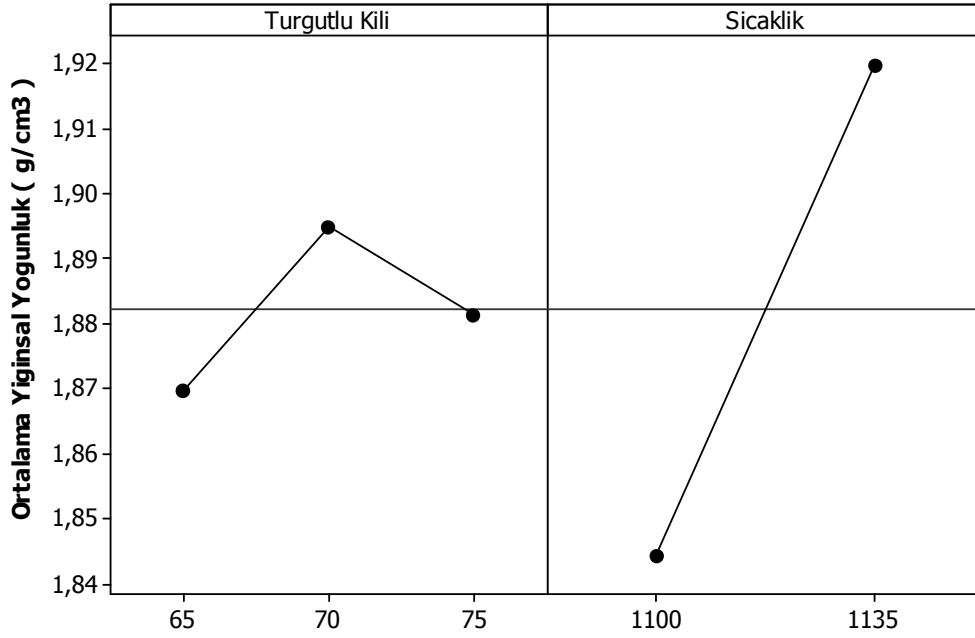
Çizelge 4.7'de yığınsal yoğunluk için Anova çizelgesi görülmektedir.  $\alpha=0,05$  anlam seviyesine göre deneyler yapılmıştır, fakat Anova çizelgesine göre faktörlerin dörtlü etkileşimleri bulunduğu için  $\alpha=0,05$  değerlerinde büyük değerler Anova çizelgesinde bırakılmıştır.

Çizelge 4.7.Yığınsal yoğunluk için Anova çizelgesi

Faktörler	DF	Seq SS	MS	F	P
Turgutlu Kili	2	0,015	0,008	8,980	0,000
Na-Feld.	1	0,000	0,000	0,490	0,485
Kumlu Kil	1	0,000	0,000	0,000	0,970
İst.Kili	1	0,003	0,003	3,640	0,059
Sıcaklık	1	0,205	0,205	242,860	0,000
Turgutlu Kili*Na-Feld.	2	0,007	0,004	4,180	0,018
Turgutlu Kili*Kumlu Kil	2	0,013	0,006	7,420	0,001
Turgutlu Kili*İst.Kili	2	0,014	0,007	8,020	0,001
Turgutlu Kili*Sıcaklık	2	0,000	0,000	0,230	0,795
Na-Feld.*Kumlu Kil	1	0,010	0,010	11,630	0,001
Na-Feld.*İst.Kili	1	0,005	0,005	6,370	0,013
Na-Feld.*Sıcaklık	1	0,000	0,000	0,540	0,465
Kumlu Kil*İst.Kili	1	0,015	0,015	17,250	0,000
Kumlu Kil*Sıcaklık	1	0,003	0,003	3,830	0,053
İst.Kili*Sıcaklık	1	0,001	0,001	0,700	0,405
Turgutlu Kili*Na-Feld.*Kumlu Kil	2	0,015	0,008	9,110	0,000
Turgutlu Kili*Na-Feld.*İst.Kili	2	0,017	0,008	9,760	0,000
Turgutlu Kili*Na-Feld.*Sıcaklık	2	0,002	0,001	0,900	0,410
Turgutlu Kili*Kumlu Kil*İst.Kili	2	0,014	0,007	8,420	0,000
Turgutlu Kili*Kumlu Kil*Sıcaklık	2	0,000	0,000	0,230	0,794
Turgutlu Kili*İst.Kili*Sıcaklık	2	0,001	0,001	0,660	0,518
Na-Feld.*Kumlu Kil*İst.Kili	1	0,003	0,003	4,070	0,046
Na-Feld.*Kumlu Kil*Sıcaklık	1	0,000	0,000	0,000	0,961
Na-Feld.*İst.Kili*Sıcaklık	1	0,000	0,000	0,000	0,998
Kumlu Kil*İst.Kili*Sıcaklık	1	0,000	0,000	0,120	0,730
Turgutlu Kili*Na-Feld.*Kumlu Kil*İst.Kili	2	0,023	0,011	13,570	0,000
Hata	105	0,089	0,001		
Toplam	143	0,456			

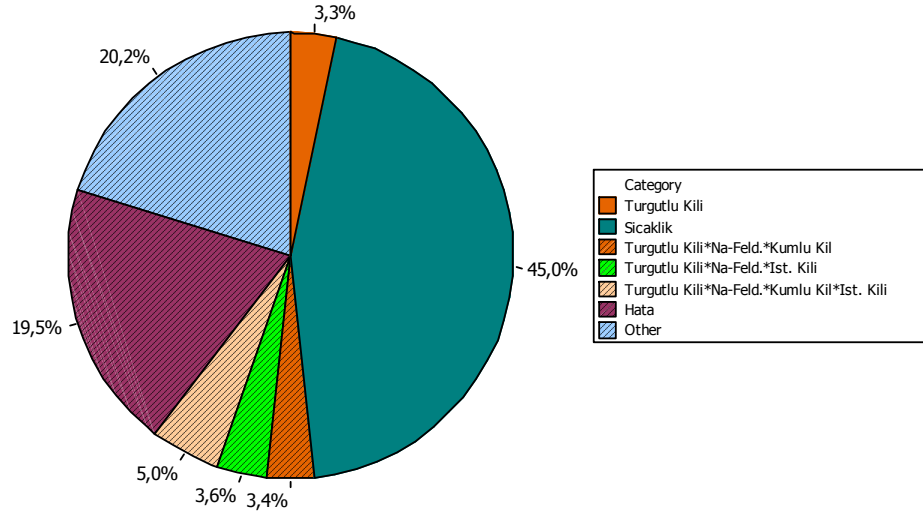


Şekil 4.11. Yığmsal yoğunluk için etkileşim grafiği



Şekil 4.12. Yığmsal yoğunluk için ana etkiler grafiği





Şekil 4.13. Yığınsal yoğunluk için pasta grafiği

Şekil 4.15 incelendiğinde;

#### Turgutlu Kili – Na-feldispat Etkileşimi

En yüksek yığınsal yoğunluk değerine Turgutlu Kili miktarı 70, Na-feldispat miktarının 25 olduğu durumda elde edilmiştir. Fakat Na-feldispat miktarının 20 ya da 25 olması durumunda değerler birbirine yakındır. Na-feldispat miktarı 25 olduğu durumda Turgutlu Kili'nin 65'den 70'e yükselmesiyle anlamlı bir yükselme gözlemlenmiştir. 70'den den 75'e yükselmesiyle Na-feldispat miktarı 20 ya da 25 olması durumunda yığınsal yoğunluktaki düşüş aynı orandadır. Na-Feldispat miktarı 20 olduğu durumda Turgutlu Kili'nin 65'den 70 çıkmasıyla incelenen özellikte artış olurken Turgutlu Kili'nin 70'den 75'e yükselmesiyle düşüş gözlemlenmiştir.

#### Turgutlu Kili- Kumlu Kil Etkileşim

Turgutlu Kili miktarı 70 olduğu durumda ve Kumlu Kil miktarının düşük seviyesi için en yüksek yığınsal yoğunluk değeri elde edilmiştir. Kumlu Kil'in düşük seviyesi için Turgutlu Kili'nin 65'den 70'e yükselmesiyle incelenen özellikte anlamlı bir artış olmuştur. 65'den 70 'e yükselmesiyle yığınsal yoğunlukta düşüş gözlemlenmiştir. Kumlu Kilin yüksek seviyesi için Turgutlu Kili'nin 65'den 70'e

yükselmesiyle değerler artarken 70'den 75'e yükselmesiyle düşüş gözlemlenmiştir.

#### Turgutlu Kili- İstanbul Kili Etkileşimi

İstanbul Kili'nin düşük miktarı için Turgutlu Kili'nin 70 olduğu durumda en yüksek yığınsal yoğunluk elde edilmiştir. İstanbul Kili 0 olduğu durumda Turgutlu Kili'nin 65'den 70'e yükselmesiyle anlamlı bir atış gözlemlenmiştir. Turgutlu Kili'nin 70 den 75'e çıktığı durumda ise incelenen özellikte anlamlı bir düşüş gözlemlenmiştir. İstanbul Kili'nin yüksek miktarı için Turgutlu Kili miktarının yığınsal yoğunluğa etkisi çok azdır.

#### Na-Feldispat-Kumlu Kil Etkileşimi

Na-feldispat ve Kumlu Kilin düşük seviyesi için yığınsal yoğunluk değerinin yüksek olduğu gözlemlenmiştir. Kumlu Kilin düşük seviyesi için Na-feldispat miktarının 20'den 25'e yükselmesiyle incelenen özellikte anlamlı bir düşüş gözlemlenmiştir. Kumlu Kilin yüksek seviyesi için Na-feldispat değerinin 20'den 25'e yükselmesiyle yoğunluk değerinde bir atış gözlemlenmiştir. Yığınsal yoğunluğun yüksek istendiği durumda her iki bileşeninde ya düşük seviyeleri ya da yüksek seviyelerinin kullanılması gerektiği gözlemlenmiştir.

#### Na-Feldispat- İstanbul Kili Etkileşimi

Na-feldispat miktarının düşük olduğu durumda İstanbul Kili miktarının düşük ya da yüksek olmasının yığınsal yoğunluk üzerine bir etkisi yoktur. Na-feldispat miktarının 20'den 25'e çıkmasıyla İstanbul Kili'nin düşük seviyesinde bir düşüş gözlenirken İstanbul Kili'nin yüksek seviyesi için Na-feldispat'ın 20'den 25'e yükselmesiyle incelenen özellik üzerinde bir artış gözlemlenmiştir.

#### Kumlu Kil -İstanbul Kili Etkileşimi

İstanbul Kili'nin düşük seviyesi için Kumlu Kil miktarı 10'dan 20'ye çıkmasıyla yığınsal yoğunlukta anlamlı bir atış gözlemlenmiştir. İstanbul Kili'nin 5 olduğu durumda ise Kumlu Kilin 10'dan 20'ye yükselmesiyle düşüş meydana gelmiştir.

Şekil 4.16'daki ana etkiler grafiği incelendiğinde; Na-feldispat, Kumlu Kil ve İstanbul Kili'nin etkisinin olmadığı görülmüştür. En yüksek yığınsal yoğunluk değerine Turgutlu Kili 65 iken ulaşılmıştır. Sıcaklığın 1100 °C'den 1135 °C'e yükselmesiyle yığınsal yoğunlukta anlamlı bir yükseliş gözlemlenmiştir.

Pasta grafiğinde ise; %45'lik oran ile en etkin bileşen sıcaklıktır. % 5 ile Turgutlu Kili\*Na-Feldispat\*Kumlu Kil\*İstanbul Kili etkileşimi gelmektedir.

Yığınsal yoğunluğun yüksek olmasını istediğimiz durumda duvar karosu reçetesi; Turgutlu Kili:70, Na-Feldispat:20, Kumlu Kil:10, İstanbul Kili:5 olarak oluşturulmasının uygun olacağı gözlemlenmiştir.

#### 4.6. Su Emme için Deney Sonuçları

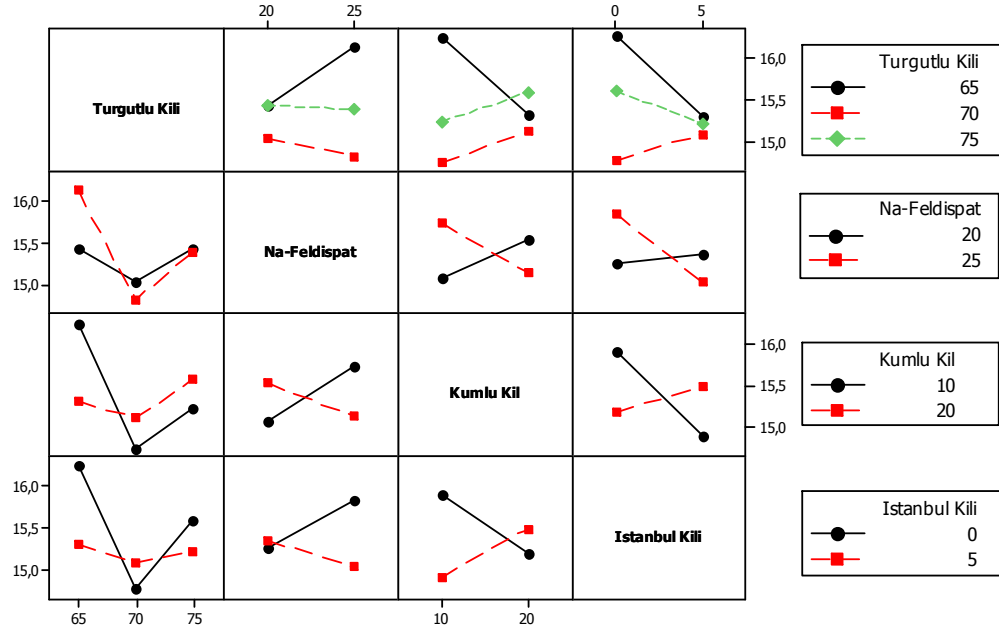
Çizelge 4.8'de Su emme için Anova çizelgesi görülmektedir.  $\alpha=0,05$  anlam seviyesine göre deneyler yapılmıştır, fakat Anova çizelgesine göre faktörlerin dörtlü etkileşimleri bulunduğu için  $\alpha=0,05$  değerlerinde büyük değerler Anova çizelgesinde bırakılmıştır.

Çizelge 4.8. Su emme için Anova çizelgesi

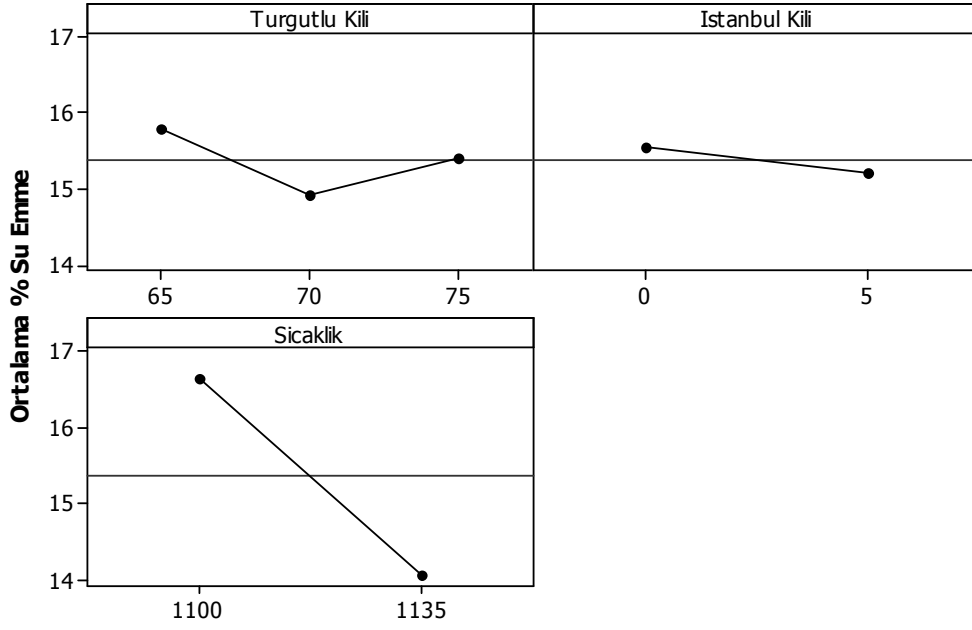
Faktörler	DF	Seq SS	MS	F	P
Turgutlu Kili	2	17,701	8,850	12,800	0,000
Na-Feld.	1	0,702	0,702	1,010	0,316
Kumlu Kil	1	0,170	0,170	0,250	0,621
İst. Kili	1	4,426	4,426	6,400	0,013
Sıcaklık	1	239,881	239,881	346,980	0,000
Turgutlu Kili*Na-Feld.	2	5,727	2,864	4,140	0,019
Turgutlu Kili*Kumlu Kil	2	13,309	6,655	9,630	0,000
Turgutlu Kili*İst. Kili	2	10,014	5,007	7,240	0,001
Turgutlu Kili*Sıcaklık	2	0,000	0,000	0,000	1,000
Na-Feld.*Kumlu Kil	1	10,327	10,327	14,940	0,000
Na-Feld.*İst. Kili	1	7,611	7,611	11,010	0,001
Na-Feld.*Sıcaklık	1	0,073	0,073	0,110	0,745
Kumlu Kil*İst. Kili	1	15,479	15,479	22,390	0,000
Kumlu Kil*Sıcaklık	1	2,178	2,178	3,150	0,079
İst. Kili*Sıcaklık	1	1,031	1,031	1,490	0,225
Turgutlu Kili*Na-Feld.*Kumlu Kil	2	13,415	6,708	9,700	0,000
Turgutlu Kili*Na-Feld.*İst. Kili	2	15,753	7,877	11,390	0,000
Turgutlu Kili*Na-Feld.*Sıcaklık	2	0,816	0,408	0,590	0,556
Turgutlu Kili*Kumlu Kil*İst. Kili	2	11,280	5,640	8,160	0,001

Çizelge 4.8. ( Devam) Su emme için Anova çizelgesi

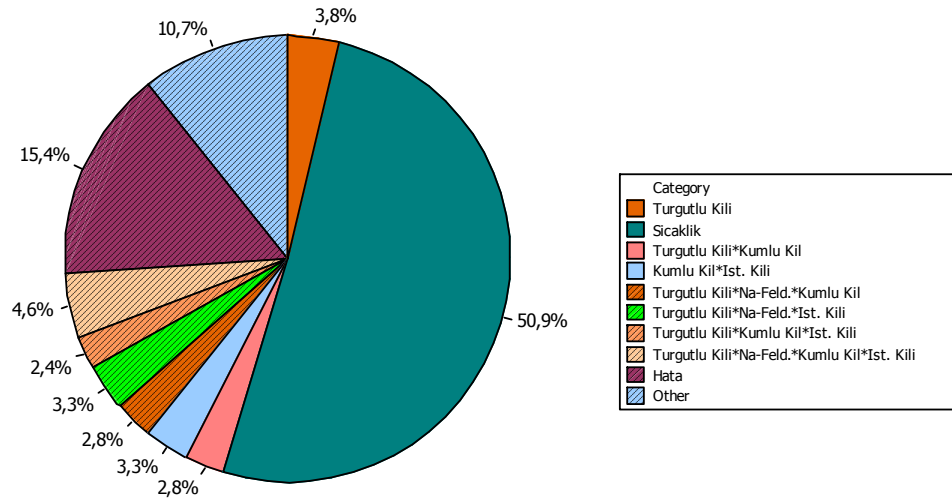
Turgutlu Kili*Kumlu Kil*Sıcaklık	2	0,056	0,028	0,040	0,960
Turgutlu Kili*İst. Kili*Sıcaklık	2	1,356	0,678	0,980	0,378
Na-Feld.*Kumlu Kil*İst. Kili	1	5,835	5,835	8,440	0,004
Na-Feld.*Kumlu Kil*Sıcaklık	1	0,171	0,171	0,250	0,620
Na-Feld.*İst. Kili*Sıcaklık	1	0,006	0,006	0,010	0,926
Kumlu Kil*İst. Kili*Sıcaklık	1	0,012	0,012	0,020	0,894
Turgutlu Kili*Na-Feld.*Kumlu Kil*İst. Kili	2	21,698	10,849	15,690	0,000
Hata	105	72,590	0,691		
Toplam	143	471,618			



Şekil 4.14. Su emme için etkileşim grafiği



Şekil 4.15. Su emme için ana etkiler grafiği



Şekil 4.16. Su emme için pasta grafiği

### Turgutlu Kili – Na-Feldispat Etkileşimi

En düşük su emme değerine Turgutlu Kili 70 olduğunda elde edilmiştir. Na-feldispat miktarı 25 olduğu durumda daha düşük değerler elde edilmiş olmasına rağmen Na-feldispat miktarı 20 olduğun da ise birbirine çok yakındır. Turgutlu Kili 65 olduğu durumda ve Na-feldispat miktarı 25 olduğunda su emme değeri yüksek gözlenirken Turgutlu Kili'nin 65'den 70'e yükselmesiyle incelenen özellikte anlamlı bir düşüş gözlemlenmiştir. Turgutlu Kili'nin 75 olduğu durumda Na-feldispat miktarı su emme değerini etkilememektedir. Na-feldispat'ın düşük seviyesi için Turgutlu Kili'nin 65'den 70'e çıktığında değerler düşüş göstermekte, 75'e yükseldiğinde ise değerler yükselmektedir.

### Turgutlu Kili- Kumlu Kil Etkileşim

Turgutlu Kili miktarı 70 olduğu durumda ve Kumlu Kil miktarının düşük seviyesi için en düşük su emme değeri elde edilmiştir. Kumlu Kil'in düşük seviyesi için Turgutlu Kili'nin 65'den 70'e yükselmesiyle anlamlı bir düşüş gözlemlenmiştir ve 75'e yükselmesiyle su emme değeri artmıştır. Kumlu kilin yüksek seviyesi için Turgutlu Kili'nin 65'den 70'e yükselmesiyle incelenen özellik üzerinde çok büyük bir değişim gözlemlenmezken 70'den 75'e yükselmesiyle su emme değeri artmıştır.

### Turgutlu Kili- İstanbul Kili Etkileşimi

Turgutlu Kili'nin 70 değeri için ve İstanbul kili'nin düşük seviyesi için en düşük su emme değeri elde edilmiştir. Turgutlu Kili'nin 65'den 70'e yükselmesiyle su emme değerinde anlamlı bir düşüş gözlemlenmiştir. 70'den 75'e yükseldiğinde ise su emme değerinde anlamlı bir yükseliş gözlemlenmiştir. İstanbul Kili'nin yüksek seviyesi için Turgutlu Kili miktarının değişmesi su emme değerini çok etkilemediği gözlemlenmiştir.

### Na-Feldispat-Kumlu Kil Etkileşimi

Na-feldispat ve Kumlu Kilin düşük seviyesi için su emme değerinin düşük olduğu gözlemlenmiştir. Kumlu Kilin düşük seviyesi için Na-feldispat miktarının 20'den 25'e yükselmesiyle anlamlı bir yükselme gözlemlenmiştir. Kumlu Kilin yüksek seviyesi için Na-feldispat değerinin 20'den 25'e yükselmesiyle ise düşüş gözlemlenmiştir.

#### Na-Feldispat- İstanbul Kili Etkileşimi

Na-feldispat miktarının düşük olduğu durumda İstanbul Kili miktarının düşük ya da yüksek olmasının su emme üzerine bir etkisi çok azdır. Na-feldispat miktarının 20'den 25'e çıkmasıyla İstanbul Kili'nin düşük seviyesi için bir yükseliş gözlenirken İstanbul Kili'nin yüksek seviyesi için Na-feldispat'ın 20'den 25'e yükselmesiyle incelenen özellikte bir düşüş gözlemlenmiştir.

#### Kumlu Kil İstanbul Kili Etkileşimi

İstanbul Kili'nin düşük seviyesi için Kumlu Kil miktarı 10'dan 20'ye çıkmasıyla su emme değerinde anlamlı bir düşüş gözlemlenmiştir. İstanbul Kili'nin 5 olduğu durumda ise Kumlu Kilin 10'dan 20'ye yükselmesiyle de yükseliş meydana gelmiştir.

Ana etkiler grafiğine bakıldığında; Na-feldispat'ın ve Kumlu Kil'in etkisinin olmadığı görülmüştür. En düşük su emme değerine Turgutlu Kili 70 iken ulaşılmıştır. Sıcaklığın 1100 °C'den 1135 °C'e yükselmesiyle anlamlı bir düşüş gözlemlenmiştir. İstanbul Kili'nin düşük seviyesinde yüksek seviyesine göre daha yüksek su emme değeri elde edilmiştir.

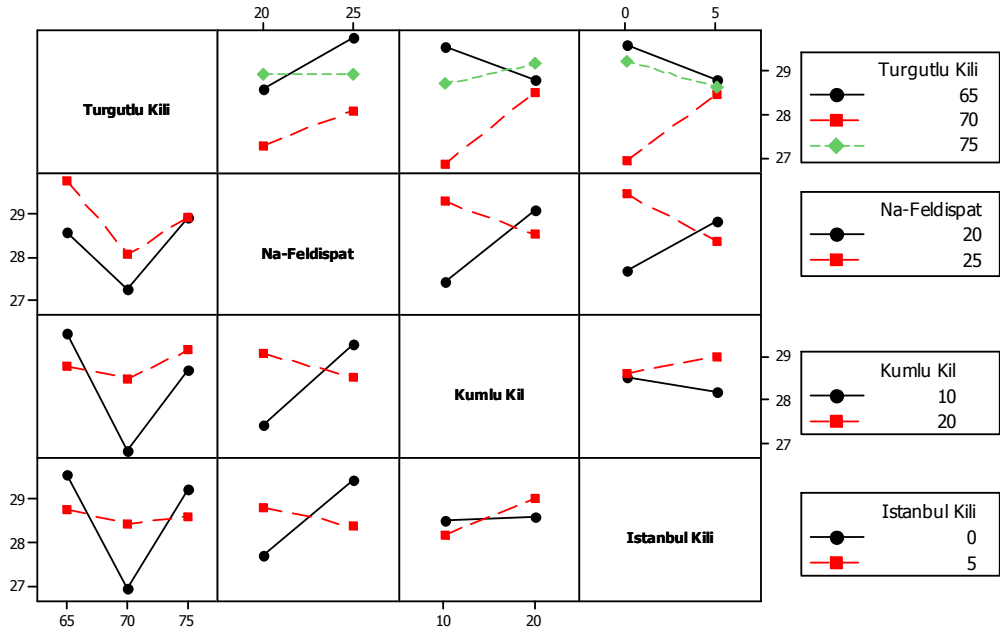
Pasta grafiğinde ise; % 50,9'luk oran ile en etkin bileşen sıcaklıktır. % 4,6 ile Turgutlu Kili\*Na-Feldispat\*Kumlu Kil\*İstanbul Kili etkileşimi gelmektedir. Turgutlu Kili miktarı su emme değerini % 3,8 oranında etkilemektedir.

#### **4.7. % Görünen Porozite için Deney Sonuçları**

Çizelge 4.9 de % görünen porozite için Anova çizelgesi görülmektedir.  $\alpha=0,05$  anlam seviyesine göre deneyler yapılmıştır, fakat Anova çizelgesine göre faktörlerin dörtlü etkileşimleri bulunduğu için  $\alpha=0,05$  değerlerinde büyük değerler Anova çizelgesinde bırakılmıştır.

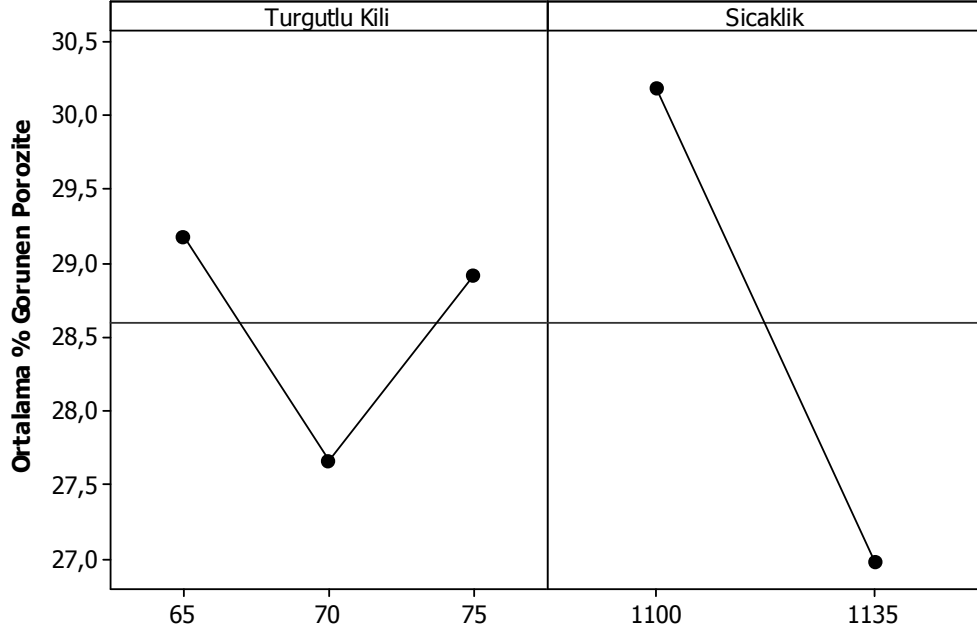
Çizelge 4.9. % Görünen porozite için Anova çizelgesi

Faktörler	DF	Seq SS	MS	F	P
Turgutlu Kili	2	63,030	31,513	3,840	0,024
Na-Feldispat	1	15,320	15,317	1,870	0,174
Kumlu Kil	1	7,300	7,299	0,890	0,347
İstanbul Kili	1	0,040	0,041	0,010	0,944
Sıcaklık	1	368,850	368,850	45,000	0,000
Na-Feldispat*Kumlu Kil	1	52,100	52,097	6,360	0,013
Na-Feldispat*İstanbul Kili	1	44,370	44,367	5,410	0,021
Hata	135	1106,66	8,197		
Toplam	143	1657,65			

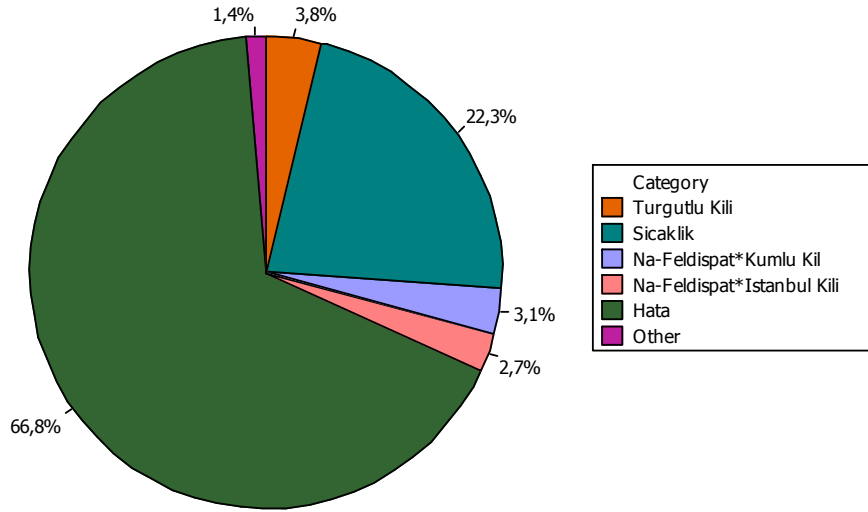


Şekil 4.17. % Görünen porozite için etkileşim grafiği





Şekil 4.18. % Görünen porozite için ana etkiler grafiği



Şekil 4.19. % Görünen porozite için pasta grafiği

#### Turgutlu Kili – Na-Feldispat Etkileşimi

En yüksek görünen porozite değerine Na-feldispat miktarının yüksek değeri için Turgutlu Kili'nin düşük seviyesi için elde edilmiştir. Na-feldispat'ın yüksek seviyesi için Turgutlu Kili'nin 65'den 70'e yükselmesiyle anlamlı bir düşüş gözlemlenmiştir. 70'den 75'e yükselmesiyle porozite artmıştır. Turgutlu Kili'nin 75 olduğu durumda Na-feldispat'ın seviyesi önemli değildir. Na-feldispat'ın düşük seviyesi için Turgutlu Kili'nin 65'den 70'e yükselmesiyle de anlamlı bir düşüş gözlemlenmiştir. 70'den 75'e yükselmesiyle de artmıştır.

#### Turgutlu Kili- Kumlu Kil Etkileşim

En yüksek görünen porozite değerine Turgutlu Kili miktarının 65 olduğu durumda, kumlu kilin düşük seviyesi için elde edilmiştir. Kumlu Kilin düşük seviyesi için Turgutlu Kili'nin 65'den 70'e yükselmesiyle incelenen özellik değerinde anlamlı bir düşüş gözlemlenmiştir. 70'den 75'e yükselmesiyle porozite değerinde anlamlı bir yükseliş gözlemlenmiştir. Kumlu Kil'in yüksek seviyesi için Turgutlu Kili'nin seviyesi görünen porozite üzerinde çok etkili olmadığı gözlemlenmiştir.

#### Turgutlu Kili- İstanbul Kili Etkileşimi

İstanbul Kili'nin yüksek seviyesi için Turgutlu Kili miktarının değişmesiyle görünen porozite de bir değişme gözlemlenmemiştir. İstanbul Kili'nin düşük seviyesi için Turgutlu Kili'nin 65'den 70'e yükselmesiyle görünen porozite değerinde anlamlı bir düşüş gözlemlenmiştir. 70'den 75'e yükselmesiyle porozite değerinde anlamlı bir yükseliş gözlemlenmiştir.

#### Na-Feldispat-Kumlu Kil Etkileşimi

Kumlu kilin düşük seviyesi için Na-feldispat miktarının 20'den 25'e yükselmesiyle görünen porozite değerinde anlamlı bir yükseliş gözlemlenmiştir. Kumlu kilin yüksek seviyesi içinse için Na-feldispat miktarının 20'den 25'e yükselmesiyle de bir düşüş olmuştur.

#### Na-Feldispat- İstanbul Kili Etkileşimi

Na-feldispat miktarının düşük olduğu durumda İstanbul Kili miktarının artmasıyla yükselme gözlemlenmiştir. İstanbul Kili'nin yüksek seviyesi için Na-feldispat değerinin 20'den 25'e yükselmesiyle görünen porozite değeri çok etkilenmemektedir.

#### Kumlu Kil İstanbul Kili Etkileşimi

İstanbul Kili'nin düşük seviyesi için Kumlu Kil miktarı 10'dan 20'ye çıkmasıyla görünen porozite değerinde bir değişme gözlemlenmemiştir. İstanbul Kili'nin 5 olduğu durumda ise Kumlu Kili'nin 10'dan 20'ye yükselmesiyle görünen porozite değerinde yükseliş meydana gelmiştir.

Ana etkiler grafiğine bakıldığında; sadece Turgutlu Kili'nin ve sıcaklığın görünen porozite üzerine etkisi olduğu belirlenmiştir. Turgutlu Kili'nin 70 olduğu durumda en düşük değerine ulaşılmıştır. Sıcaklığın 1100 °C'den 1135 °C'ye yükselmesiyle görünen porozite de anlamlı bir düşüş meydana gelmiştir.

Pasta grafiğinde ise; % 66,8'lik hata çıkmasının sebebi, kontrol edilemeyen faktörlerdir. Karonun belirli bir yerinden küçük bir parça kesilerek ölçümler yapılmıştır. Bu küçük parça kesilirken gözenekler kapatılmış ya da yeni kırık yüzeyler oluşturulmuş olabilir. Sıcaklık ise % 22,5 ile ikinci sırada yer almaktadır.

#### 4.8. Görünen Katı Yoğunluğu için Deney Sonuçları

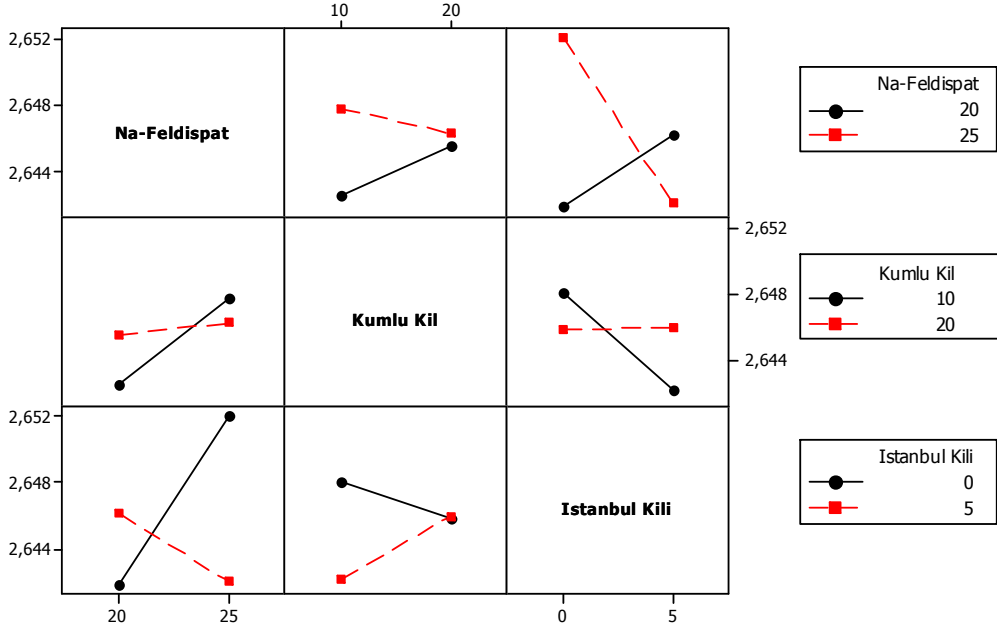
Çizelge 4.10'da görünen katı yoğunluğu için Anova çizelgesi görülmektedir.  $\alpha=0,05$  anlam seviyesine göre deneyler yapılmıştır, fakat Anova çizelgesine göre faktörlerin dörtlü etkileşimleri bulunduğu için  $\alpha=0,05$  değerlerinde büyük değerler Anova çizelgesinde bırakılmıştır.

Çizelge 4.10. Görünen katı yoğunluğu için Anova çizelgesi

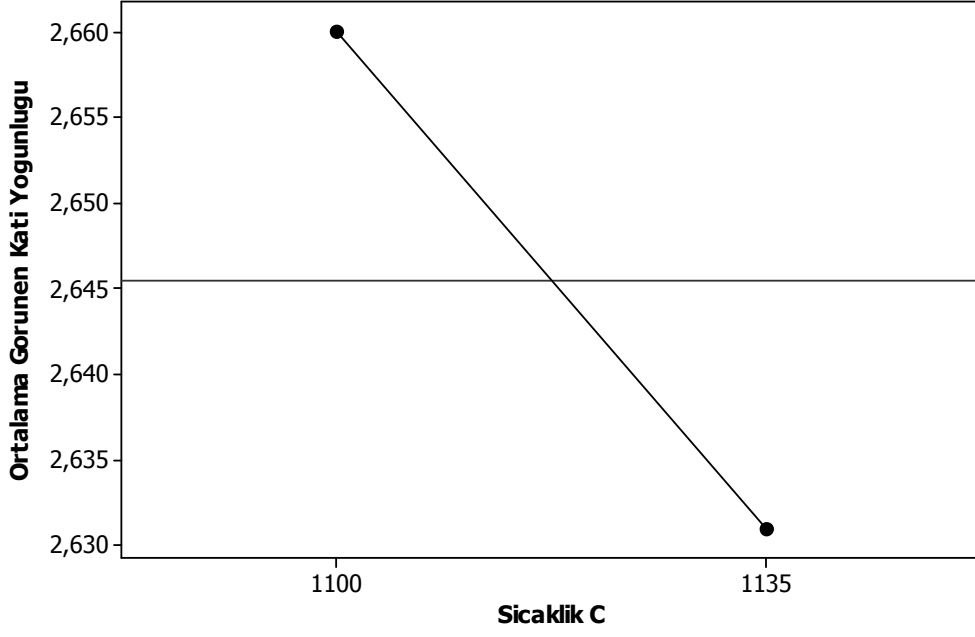
Faktörler	DF	Seq SS	Ms	F	P
Turgutlu Kili	2	0,001194	0,0005972	1,250	0,289
Na-Feldispat	1	0,000329	0,0003291	0,690	0,407
Kumlu Kil	1	0,000021	0,0000212	0,040	0,833
İstanbul Kili	1	0,000301	0,0003013	0,630	0,428
Sıcaklık	1	0,030506	0,0305055	64,050	0,000
Turgutlu Kili*Na-Feldispat	2	0,000335	0,0001676	0,350	0,704
Turgutlu Kili*Kumlu Kil	2	0,000329	0,0001646	0,350	0,709
Turgutlu Kili*İstanbul Kili	2	0,002547	0,0012734	2,670	0,073
Turgutlu Kili* Sıcaklık	2	0,000926	0,0004628	0,970	0,381
Na-Feldispat*Kumlu Kil	1	0,000192	0,0001921	0,400	0,527

Çizelge 4.10.( Devam) Görünen katı yoğunluğu için Anova çizelgesi

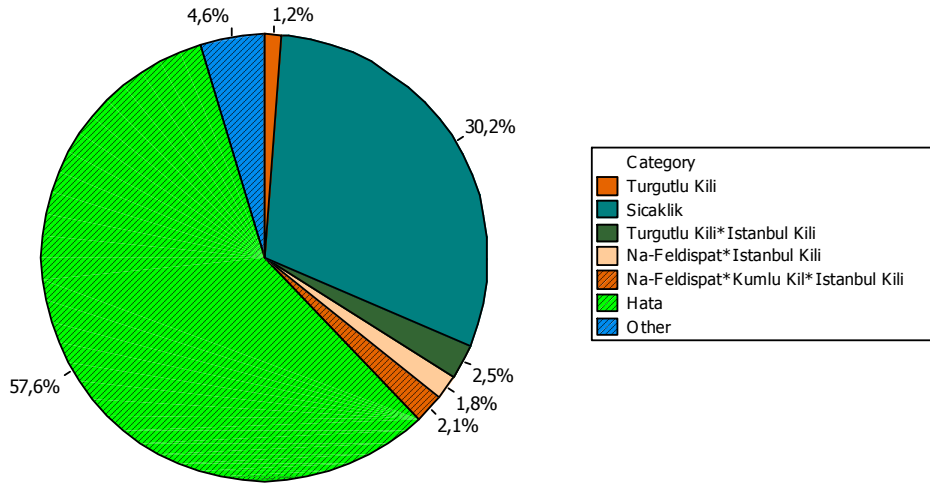
Na-Feldispat*Istanbul Kili	1	0,001843	0,0018426	3,870	0,051
Na-Feldispat*Sıcaklık	1	0,000851	0,0008512	1,790	0,184
Kumlu Kil*Istanbul Kili	1	0,000348	0,0003475	0,730	0,395
Kumlu Kil*Sıcaklık	1	0,000077	0,0000773	0,160	0,688
İstanbul Kili*Sıcaklık	1	0,000985	0,0009854	2,070	0,153
Na-Feldispat*Kumlu Kil*Istanbul Kili	1	0,002074	0,002074	4,350	0,039
Hata	122	0,05811	0,0004763		
Toplam	143	0,100969			



Şekil 4.20. Görünen katı yoğunluğu için etkileşim grafiği



Şekil 4.21. Görünen kati yoğunluğu için ana etkileşim grafiği



Şekil 4.22. Görünen kati yoğunluğu için pasta grafiği

Şekil 4.24 incelendiğinde;

Etkileşim grafiğinde Turgutlu Kili'nin diğer bileşenlerle etkileşimi olmadığından yorumlanmamıştır.

**Na-Feldispat-Kumlu Kil Etkileşimi**

Kumlu kilin düşük seviyesi için Na-feldispat miktarının 20'den 25'e yükselmesiyle görünen katı yoğunluğunda anlamlı bir yükseliş gözlemlenmiştir. Kumlu kilin yüksek seviyesi içinse için Na-feldispat miktarının 20'den 25'e yükselmesiyle görünen katı yoğunluğunda çok fazla bir değişme gözlemlenmemiştir.

**Na-Feldispat- İstanbul Kili Etkileşimi**

İstanbul Kili'nin düşük seviyesi için Na-feldispat miktarının 20'den 25'e yükselmesiyle görünen katı yoğunluğunda anlamlı bir yükselme gözlemlenmiştir ve en yüksek değere ulaşmıştır.

**Kumlu Kil -İstanbul Kili Etkileşimi**

İstanbul Kili'nin düşük seviyesi için Kumlu Kil miktarı 10'dan 20'ye çıkmasıyla Görünen katı yoğunluğunda düşüş gözlemlenmiştir. İstanbul Kili'nin yüksek seviyesi Kumlu Kilin 10'dan 20'ye yükselmesiyle Görünen katı yoğunluğunda bir yükselme gözlemlenmiştir.

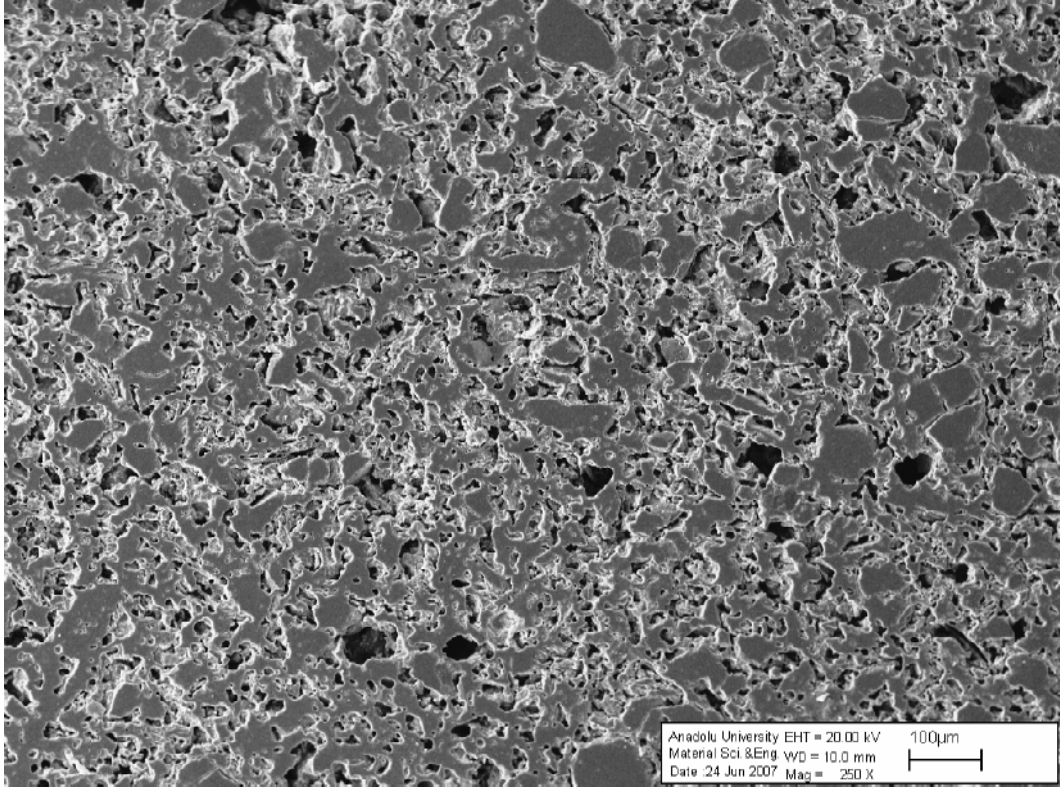
Ana etkiler grafiğine bakıldığında; sadece sıcaklığın görünen katı yoğunluğuna etkisi olduğu belirlenmiştir Sıcaklığın 1100 °C'den 1135 °C'ye yükselmesiyle görünen katı yoğunluğunda anlamlı bir artış meydana gelmiştir.

Pasta grafiğinde ise; % 57,6'lık hata çıkmasının sebebi, kontrol edilemeyen faktörlerdir. Karoların görünen katı yoğunluğu deneyleri yapılırken karonun belirli bir yerinden küçük pir parça kesilerek ölçümler yapılmıştır. Bu sebepten dolayı hata oranı yüksek çıkmış olabilir. Sıcaklık ise % 30,2 ile ikinci en etkin parametredir.

#### **4.10. Mikroyapı Analizleri**

Mukavemet değeri en yüksek çıkan 2112 nolu reçete için mikroyapı ve EDX analizleri yapılmıştır. Yapılan çalışmada genellikle mukavemet değerleri düşük

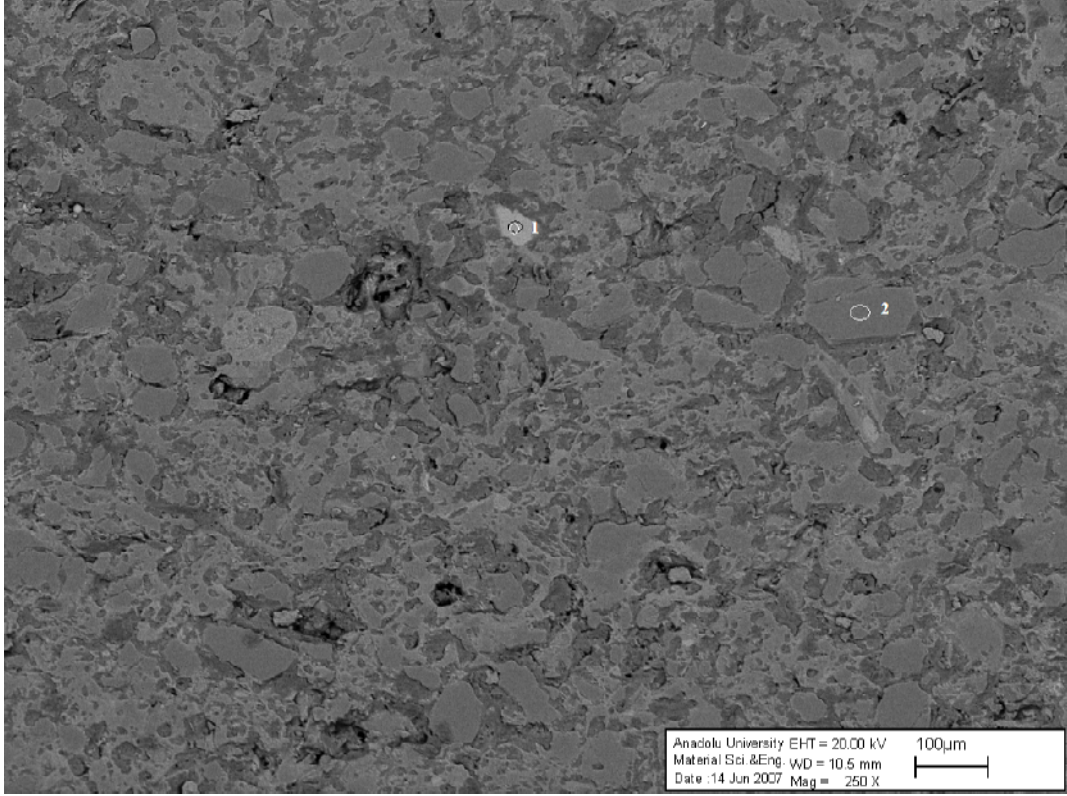
çıkıştır. Bu yüzden mukavemet değeri yüksek çıkan kompozisyonların parlatılmış yüzeyleri ve dağlanmış kırık yüzeyleri incelenmiştir.



Şekil 4.27. 2112 nolu 1135<sup>0</sup>C pişmiş duvar karosunun 250X büyütmede ikincil elektron görüntüsü

Şekil 4.27’de 2112 nolu reçeteye ait numunenin parlatılmış yüzeyi gözükmektedir. Yapıda gözenekler (siyah), kuvars taneleri ve camsı faz (gri bölgeler) gözükmektedir. Kalsitin bozulmaya başlamasından sonra gaz çıkışı durur ve sistem sinterlenmeye başladığında gözenekler küremsi bir şekil almaya başlar. Gözeneklerin şekli sistemin daha tam olarak sinterlenmediğini göstermektedir. Küçük kanallar halinde porların bulunması ve camsı faz miktarının az olması (gri bölgelerin az hacimce az olmasından bu sonuca varılmıştır) mukavemetin düşük olmasının sebebi olabilir. Sisteme yük uygulandığında gözenekler birleşerek karonun kırılmasını hızlandırır. Sistemde 20–30 µm boyutunda büyük poların olması sistemin kalıp dolununun iyi olmamasından kaynaklanmaktadır. Bileşimler tam olarak

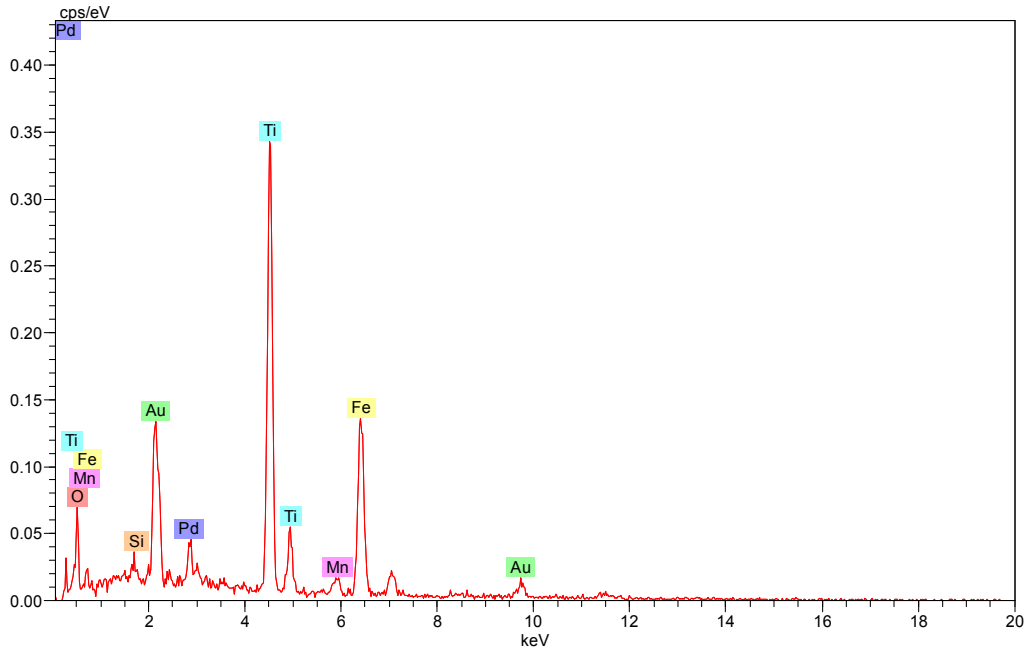
granülleştirilemediğinden dolayı kalıp dolm özellikleri kötü olmuş olabilir. Açık gözenekler istenilen su emme değerini ( % 10–20) vermektedir.



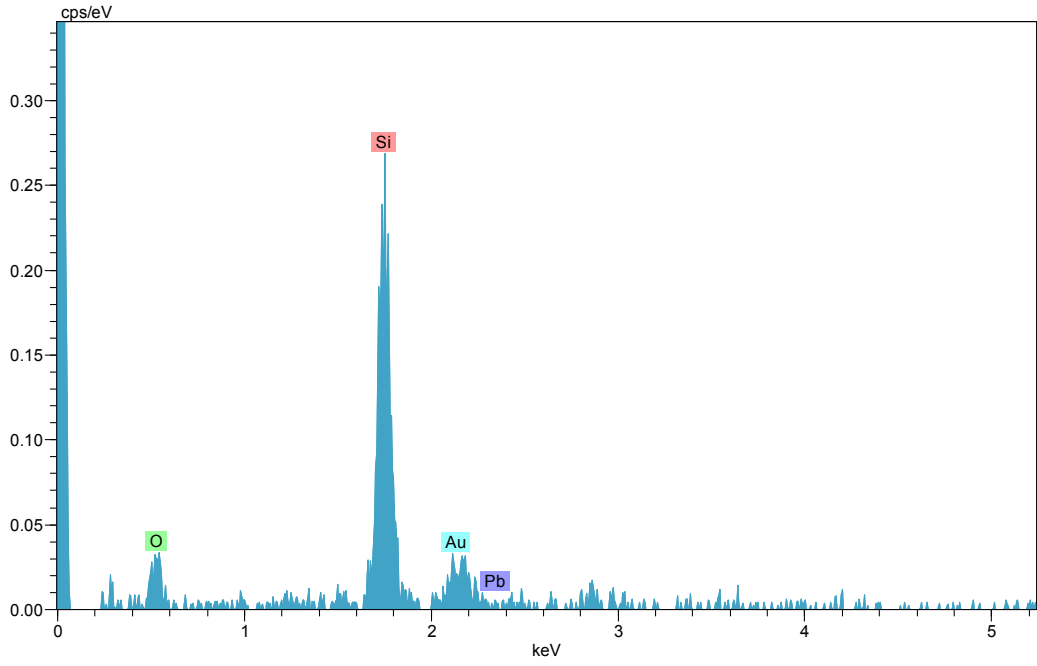
Şekil 4.28. 2112 nolu 1135 °C pişmiş duvar karosunun 250X büyütmede geri yansmalı elektron mikroskobu görüntüsü

Şekil 4.28’de geri yansmalı elektron görüntüsünde 1 ve 2 diye adlandırılmış noktalara EDX analizi yapılmıştır. 1’ nolu noktanın EDX analizinde 1 nolu noktanın titanyum ve demir bileşiği olduğu belirlenmiştir. Bu titanyum ve demir bileşiği Turgutlu ve kumlu kilden gelmektedir. Sisteme koyu kırmızı rengi veren demir ve titanyum bileşikleridir. Bu bölgede % 53 titanyum, % 42 demir bileşiği ve az miktarda mangan ve silisyum vardır. 2 nolu nokta ise bir kuvars tanesidir ve % 100 silisyum dioksitten oluşmaktadır.

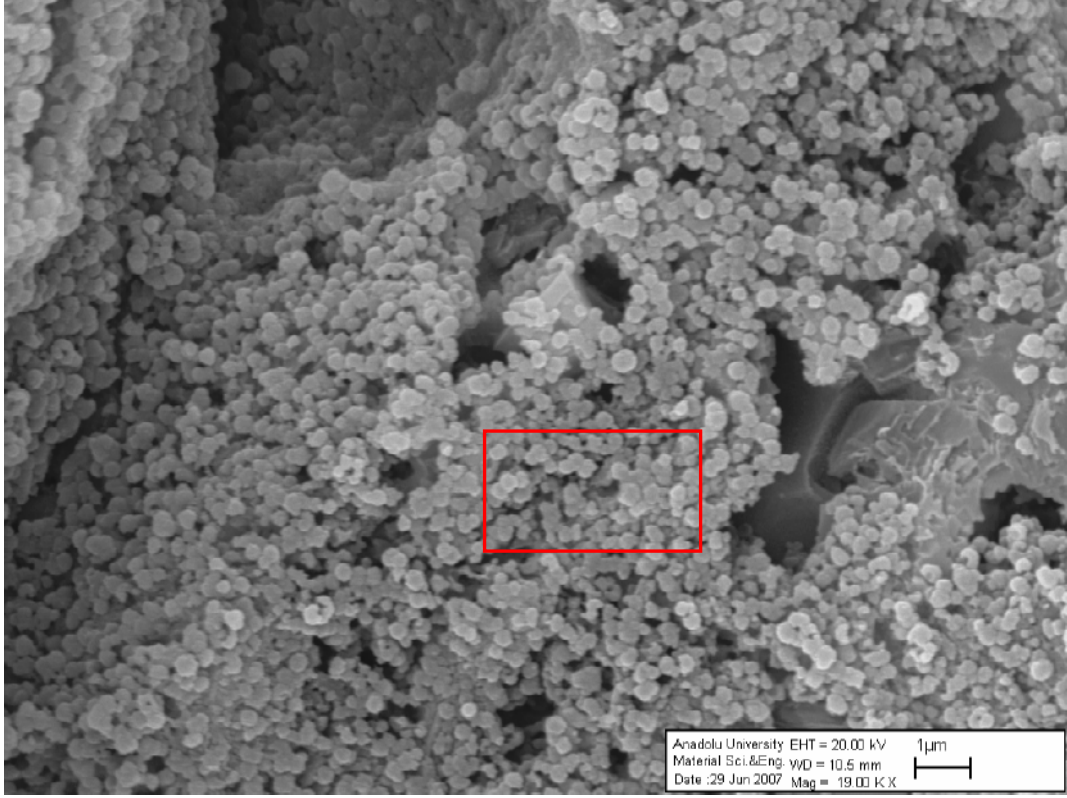




Şekil 4.29. 1'olu noktanın EDX analizi

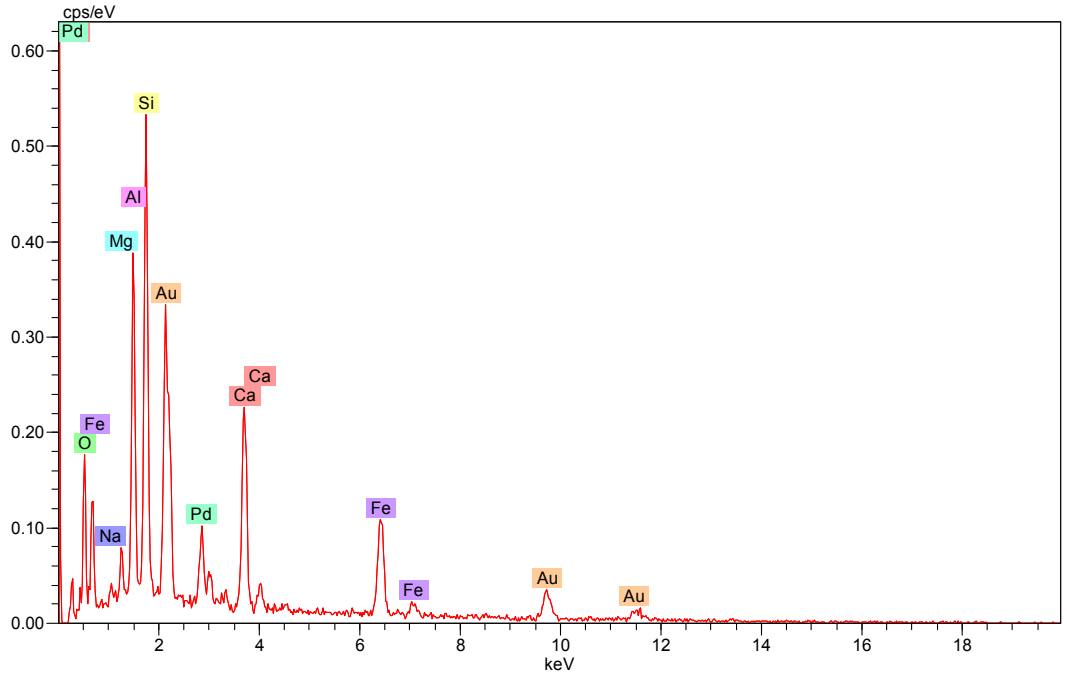


Şekil 4.30. 2'olu noktanın EDX analizi

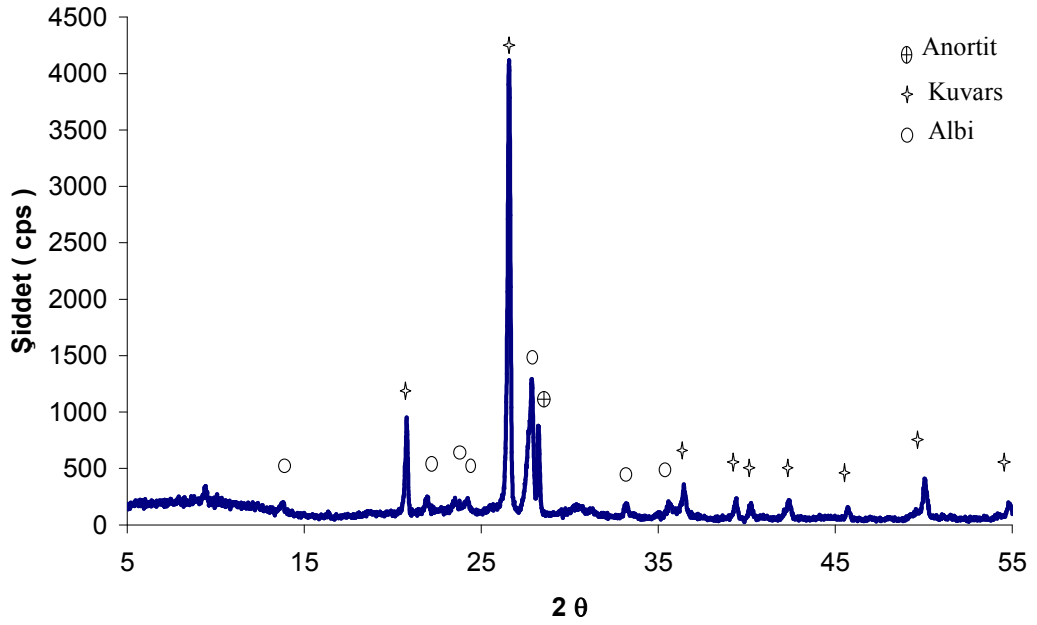


Şekil 4.31. 2112 nolu 1135 °C pişmiş duvar karosunun dağlanmış 19000X büyütmede ikincil elektron görüntüsü

Şekil 4.31’de 19000 büyütmede dağlanmış pişmiş duvar karosu görülmektedir. Alınan görüntüde küremsi anortit taneleri görülmektedir. Sistemde anortit olması yani kristalin bir yapı olması mukavemeti arttırmaktadır. Alınan görüntüde kırmızı kare ile belirlenmiş bölüme EDX analizi yapılmıştır. Çıkan sonuç Şekil 4.32’de görülmektedir. EDX analizinde % 26 SiO<sub>2</sub>, % 15 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, % 12 CaO, % 16 Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ve az miktarda MgO ve Na<sub>2</sub>O belirlenmiştir. Sistemde silisyum alüminyum ve kalsiyum oksitlerin varlığı anortitin kanıtıdır. Sistemdeki yüksek demir miktarının 2 türlü açıklaması olabilir. Birincisi; demirin camı faza geçmiş olmasıdır. EDX analizi yapılırken anortit küreleriyle birlikte bir miktar camı fazın bileşenleri de EDX sonuçlarına yansımış olabilir. Yani camı fazdaki demir miktarı belirlenmiş olabilir. Diğer bir açıklamada; demir atomunun anortit yapısına girmiş olabileceğidir. Anortit yapısındaki Al atomları ile Fe atomları yer değiştirmiş olabilir böylece demir oranı yüksek çıkmış olabilir.



Şekil 4.32. şekil 4.31’de belirtilen bölgenin EDX analizi



Şekil 4.33. 2112 nolu reçetenin XRD analizi

Şekil 4.33’de mukavemeti en yüksek çıkan 2112 nolu numuneye XRD analizi yapılmıştır. Anortit ve kuvars fazları belirlenmiştir. Bu sonuçlar Şekil 4.31’deki sonucu da doğrulamaktadır.

## 5. GENEL SONUÇLAR

Bu çalışmada, kuru öğütme sistemi kullanılarak daha az maliyetli hızlı çift pişirim duvar karosu kompozisyonu geliştirilmesi amaçlanmıştır. Bunun için, 3 adet kil, Na-feldispat ve sıcaklığın nihai karonun özelliklerine etkisi faktöriyel deney tasarımı ile incelenmiştir. Deneyde  $2^4 3^1$  genel faktörlü deney tasarımı yapılmış, 5 ana faktör etkisi ve bunların birbirleriyle olan etkileşimi incelenmiştir. Hipotezlerin anlamlılık testleri  $\alpha=0,05$  anlam seviyesine göre yapılmıştır. Sonuçlar Minitab 14 paket programıyla analiz edilmiştir.

Deney tasarımı, faktörlerin ana etkilerini ve birbirleriyle oluşturdukları etkileşim etkilerini analiz etmeyi sağlamıştır. Faktör sınırları çerçevesinde deneyi değerlendirmeye imkan vermiştir.

Pişme küçülmesi için en etkin parametre % 86,1 ile sıcaklık olduğu tespit edilmiştir. İstanbul Kili'nin etkisi % 5,4, Turgutlu Kili ise % 1,1'dir. En düşük pişme küçülmesini elde etmek için sıcaklığın 1100 °C seçilmelidir.

Kuru mukavemet için en etkin ana parametrelerin etkileri düşük olmakla beraber İstanbul kili % 12,1, Turgutlu Kili'de % 5,2 etkindir. Kuru mukavemetin yüksek olmasını istediğimiz durumda, Turgutlu Kili 70, Na-feldispat 20, Kumlu Kil 10 ve İstanbul Kili'nin 0 seçilmesi uygun olacaktır.

Pişmiş mukavemet için en etkin parametre %66,9 ise sıcaklıktır. Sıcaklık arttıkça pişme mukavemeti artmaktadır. İkinci ana parametre ise % 2,3 ile Turgutlu Kili'dir. Yapılan deneylerde pişme mukavemeti değerleri standardın(TS EN 159 B III ) altında çıkmıştır. Bunun sebebi olarak, kuru öğütme ile tam olarak granüller elde edilemediği için kalıp dolumu düzgün olmamış olabilir. Bu da karonun mukavemetini düşürmüş olabilir. Diğer bir sebepte, pres basıncı az gelmiş olmasından dolayı preslenen karoların yeterli kompaktlığa ulaşamaması olabilir. Karolar pişim sırasında fırın rejimi oturmadığı için pişme homojen olmamış olabilir. Yine çift pişirim duvar karosu için karolar sırsız olduğu için mukavemetler standart değerlerin altında olmuş olabilir.

Pişme mukavemetin yüksek olmasını istediğimiz durumda reçete şu şekilde oluşmalıdır. Turgutlu Kili: 70, Na-feldispat:20, Kumlu Kil:20 ve İstanbul Kili:5. Pişmiş mukavemet değerleri TS EN ISO 10545–4 standardına göre düşük

çıkılmaktadır. Fakat bu değerler sırlı son ürün için geçerlidir. Ölçümü yapılan numuneler çift pişirim duvar karosu bisküvileridir. Dolayısıyla, karolar sırlanıp tekrar pişirildiklerinde mukavemet değerleri yükselecektir.(Pratikte bu değer 54-N/mm<sup>2</sup> artmaktadır).

Yığınsal yoğunluğa en çok etki eden parametre % 45 ile sıcaklıktır. İkinci ana parametre % 3,3 ile Turgutlu kilidir. Yığınsal yoğunluğun yüksek olmasını istediğimiz durumda duvar karosu reçetesi; Turgutlu Kili:70, Na-Feldispat:20, Kumlu Kil:10, İstanbul Kili:5 olarak oluşturulmasının uygun olacaktır.

Su emme değerini etkileyen en önemli ana parametre sıcaklık % 50,9 ve % 3,8 ile Turgutlu kilidir. Su emme değerleri standartlar(TS EN 159 B III ) içindedir.

Sonuç olarak faktöriyel deney tasarımı ile faktörlerin ve etkileşimlerinin, özellikler üzerindeki etkileri detaylı bir şekilde analiz edilmiş ve yapılan karakterizasyonlarla da analiz sonuçları desteklenmiştir.

## KAYNAKLAR

- [1] Kafalı, M.A., *Türkiye Kalkınma Bankası A.Ş. Sektörel Araştırmalar Yer ve Duvar Kaplamaları*, Ankara, 2005.
- [2] TS EN ISO 10545-3, Seramik Karolar Bölüm 3: Su Emme, Görünür Gözeneklilik, Görülür Bağlı Yoğunluk ve Hacim Kütlesinin Tayini.
- [3] TS EN ISO 10545-4, Seramik Karolar Bölüm 4: Eğilme ve Kırılma Dayanımı Tayini.
- [4] Abalı, S. ve Şahin, B., *Termik Santral Atıklarının Yer Karosu İmalatında Kullanım Olanaklarının Araştırılması*, TMMOB Metalurji Mühendisleri Odası Metalurji Dergisi, No: 144, S.N: 21-25, 2006.
- [5] Tomsuk, F., *Yer Karosu Üretiminde Alternatif Ergitici Olarak Pomzanın Kullanım İmkânının Araştırılması*, Yüksek Lisans Tezi, Anadolu Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Eskişehir, 2001.
- [6] Carty, W.M. ve Senapati, U., Porcelain Raw Materials Processing, Phase Evolution and Mechanical Behaviour, *J. Am. Ceram. Soc.* , 81, 3-20, 1998.
- [7] Sacmi, Fine Porcelainized Tiles, 2004, <http://www.Sacmi.com>
- [8] Tanışan, H.H., Mete Z., *Seramik Teknolojisi ve Uygulaması*, Birlik Matbaası, 1988.
- [9] Karakaya. Ç.M., *Kil Minerallerinin Özellikler ve Tanımlama Yöntemleri*, Bizim Büro Basımevi, 2006.
- [10] Y.Önen, *Sanayi Madenleri*, 2. baskı Ankara 2000.
- [11] Sacmi, *Applied Ceramic Technology*, 2005.
- [12] Arcasoy, A., *Seramik Teknolojisi*, M.Ü. Yayınları Güzel Sanatlar Fakültesi Seramik Ana Sanat Dalı No:2.
- [13] Kibici. Y., *Seramik Hammaddeleri ve Teknolojik Özellikleri*, Afyon, 2002.
- [14] Bor, F.Y., *Ekstraktif Metalurji Prensipleri Kısım: 1*, İ.T.Ü. Kütüphanesi Matbaa Teknisyenleri Basımevi, 1997.
- [15] Reed, J.S., *Principles of Ceramic Processing*, 2<sup>nd</sup> Edition, John Wiley & Sons, Inc., 1995.
- [16] Tavares, L.M., King, R.P. Simple-particle fracture under impact loading. *International Journal of Mineral Processing*, **54** (1), 1–28, 1998.

- [17] Stamboliadis, E.Th. The Energy Distribution Theory of Comminution Specific Surface Energy, Efficiency and Distribution Mode. *Minerals Engineering*, **20**,140–145,(2007).
- [18] Sanayi Müdürlüğü, Grup: 3610, *Seramik Yer Karosu ve Duvar Karosu*, (B.Y.K. Kararı 1985/10)  
<http://www.tobb.org.tr/organizasyon/sanayi/sanayi/grup3610.php>.
- [19] Varı, A., *Raw Material Preperation and forming of Ceramic Tiles*, SALA.
- [20] Schianchi.S.,The dry grinding process for ceramic products, *Ceramic World Review*, **64**,122-126, 2005.
- [21] Reed, J.E., From Batch to Pressed Tile: Mechanics and System Microstructural Changes, *Qualicer*, 2000.
- [22] N.Ay, N.Erginel, E.Eren, Deney Tasarım Yöntemlerinin Seramik Malzemelerde Uygulaması, *13. Uluslararası Metalurji ve Malzeme Kongresi özet Kitabı*, 196, 2005.
- [23] Montgomery, D.C., *Design and Analysis of Experiments*, John Wiley & Sons, New York, 1-19, 2001.
- [24] Zauberas, R.T. Ve Boschi, A.O., 2<sup>k</sup> Factorial design applied to porcelain stoneware tile processing , *General Conference Papers Posters Panels Debate, Qualicer, Spain*, **3**, 217-20, 2004.
- [25] Correia, S.L., Hotza, D. Ve Segadaes, A.M., Simultaneous optimization of linear firing shrinkage and water absorption of ceramic bodies using experiments design, *Ceramics International*, **30**, 917-22, 2004.
- [26] Poyraz, H.B., Erginel, N. Ve Ay, N., The use of pumice in transparent roof tile glaze composition, *Journal of the European Ceramic Society*, **26**, 741-46, 2005.
- [27] Correia, S.L., Curto, K.A.S., Hotza, D. ve Segadaes, Using statistical techniques to model the flexural strength of dried triaxial ceramic bodies, *Journal of the European Ceramic Society*, **24**, 2813-18, 2004.