

**YER KAROSU SÜREÇ PARAMETRELERİNİN
FAKTÖRİYEL TASARIM İLE İNCELENMESİ**

Gülfem BİNAL
Yüksek Lisans Tezi

Seramik Mühendisliği Anabilim Dalı
Ağustos -2007

JÜRİ VE ENSTİTÜ ONAYI

Gülfem BİNAL'ın “**Yer Karosu Süreç Parametrelerinin Faktöriyel Tasarım İle İncelenmesi**” başlıklı **Seramik Mühendisliği** Ana Bilim Dalındaki, Yüksek Lisans Tezi 24.07.2007 tarihinde, aşağıdaki jüri tarafından Anadolu Üniversitesi Lisans Üstü Eğitim-Öğretim ve Sınav Yönetmeliğinin ilgili maddeleri uyarınca değerlendirilerek kabul edilmiştir.

	Adı-Soyadı	İmza
Üye (Tez Danışmanı):	Prof. Dr. NURAN AY
Üye	: Prof. Dr. BEKİR KARASU
Üye	: Yard. Doç. Dr. MÜNEVVER ÇAKI

Anadolu Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Yönetim Kurulu'nun

..... tarih ve sayılı kararıyla onaylanmıştır.

Enstitü Müdürü

ÖZET

Yüksek Lisans Tezi

YER KAROSU SÜREÇ PARAMETRELERİNİN FAKTÖRİYEL TASARIM İLE İNCELENMESİ

Gülfem BİNAL

Anadolu Üniversitesi

Fen Bilimleri Enstitüsü

Seramik Mühendisliği Anabilim Dalı

Danışman: Prof. Dr. Nuran AY

2007, 86 sayfa

Seramik üretiminde ürün kalitesi hammadde ve üretim sürecindeki değişkenlere bağlıdır. Ancak ilgili değişkenlerin fazla sayıda olması her bir değişkenin istenen sınırlar içinde tutulmasını güçleştirmektedir. Bu çalışmada, şekillendirme basıncı, pişirme sıcaklığı, en yüksek sıcaklıkta bekleme süresi ve ısıtma hızının yer karosu nihai özellikleri üzerine etkisi araştırılmıştır. Deneyler, 2^33^1 çok faktörlü deney tasarımı olarak tasarlanmış olup, analiz sonucunda ana faktörlerin ve etkileşimlerinin etkisi belirlenmiştir. Numuneler üzerinde küçülme, renk, su emme, yoğunluk, gözenek, mukavemet ölçümleri yapılmıştır. Örneklerin minerolojik ve faz analizleri X-ışınları difraktometresi (XRD), mikroyapı incelemesi taramalı elektron mikroskobu (SEM) ile yapılmıştır. Sonuçlar MINITAB 13.20 istatistiksel paket programı ile analiz edilmiştir. Nihai özellikler üzerinde etkili olan faktörlerin ana faktörler olduğu, etkileşim faktörlerinin etkili olmadığı tespit edilmiştir.

Anahtar Kelimeler: Deney Tasarımı, Yer Karosu, Mukavemet, Su Emme.

ABSTRACT

Master of Science Thesis

INVESTIGATION OF FLOOR TILE PROCESSING PARAMETERS WITH FACTORIAL DESIGN

Gülfem BİNAL

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

Supervisor: Prof. Dr. Nuran AY

2007, 86 pages

In ceramic production the product quality is associated with raw materials and process parameters during production. However, the large number of related variables makes the controlling the each parameter in a specific limit difficult. In this study, the influence of compaction pressure, firing temperature, duration at maximum firing temperature and heating rate on the floor tile properties were investigated. Experiments were designed as 2^33^1 multi-level factorial design and individual effects of main factors and their interactions were determined. Shrinkage, colour, water absorption, density, porosity, strength measurements of the specimens were determined. Mineralogical and phase analysis of the representative samples were analysed by X-ray diffraction (XRD), microstructure analysis were analysed by Scanning electron microscope (SEM). Results were analysed with MINITAB 13.20 statistical software program. It has been found that main factors affect final properties of floor tile rather than interaction factors.

Keywords: Experimental Design, Floor Tile, Strength, Water Absorption.

TEŐEKKÜR

Tez alıŐmalarım boyunca beni ynlendiren, hi bir zaman desteęini ve emeęini esirgemeyen danıŐman hocam Sayın Prof. Dr. Nuran Ay'a, alıŐmamın baŐından sonuna kadar yardımlarını esirgemeyen Sayın Yard. Do. Dr. Nihal Erginel'e, yardımlarından dolayı AraŐ. Gr. Boęa Poyraza, bu alıŐmanın yapılmasındaki katkılarında dolayısı Hitit Seramik A.Ő. yetkililerine, manevi desteklerinden tr annem Őenay Binal'a, babam Adil Murat Binal'a, ablam Alanur Binal'a, arkadaŐlarım Elif Eren ve Mine Taykurt'a sonsuz teŐekkrlerimi sunarım.

Glfem BİNAL

Aęustos - 2007

İÇİNDEKİLER

Sayfa

ÖZET	i
ABSTRACT	ii
TEŞEKKÜR	iii
İÇİNDEKİLER	iv
ŞEKİLLER DİZİNİ	vii
ÇİZELGELER DİZİNİ	x
1. GİRİŞ	1
2. HAMMADELER	2
2.1. Özlü Hammaddeler.....	2
2.2. Özsüz Hammaddeler	2
3. YER KAROSU ÜRETİMİ	4
3.1. Hammaddelerin Hazırlanması	4
3.2. Granül Eldesi	5
3.3. Şekillendirme.....	6
3.4. Kurutma	8
3.5. Sırlama.....	9
3.5.1. Sır Bileşimine Giren Oksitlerin Özellikleri.....	10
3.5.2. Fritler	11
3.5.3. Sır Hazırlama.....	12
3.6. Pişirme	13
4. DENEY TASARIMI	15
4.1. Deney Tasarımı İçin Dikkat Edilmesi Gerekenler.....	15
4.1.1. Problemin durumu ve fark edilmesi	16
4.1.2. Faktörlerin, düzeylerin ve aralıkların seçilmesi	16

4.1.3. Yanıt deęişkeninin seçilmesi.....	17
4.1.4. Deney tasarımının seçilmesi.....	17
4.1.5. Deneylerin yapılması.....	18
4.1.6. Verilerin istatistiksel analizi.....	18
4.1.7. Sonuçlar ve Öneriler.....	18
4.2. Hipotez Testleri	19
4.3. Faktöriyel Dizayn	19
4.3.1. Faktör etkilerinin hesaplanması.....	20
4.3.2. Faktöriyel düzenin fayda ve zararları	22
4.3.3. Deney tasarımının seramiklerde kullanımı.....	23
5. DENEYSEL ÇALIŞMALAR	25
5.1. Deney Tasarımı.....	25
5.2.Kullanılan Hammaddeler.....	26
5.3. Kullanılan Cihazlar	26
5.4. Numunelerin Hazırlanması.....	27
5.5. Numunelere Yapılan Testler.....	27
5.5.1. % Küçülme deęerinin belirlenmesi	27
5.5.2. Renk ölçümü.....	28
5.5.3. Su emme	29
5.5.4. Yoęunluk ve % görünür gözenek ölçümü.....	29
5.5.5. Mukavemet ölçümleri.....	29
5.5.6. Faz Analizi	30
5.5.7. Mikroyapı Analizi	30
6.DENEY SONUÇLARI VE TARTIŞMALAR	32
6.1. Kuru Mukavemet.....	37
6.2. Boyut Ölçüm Sonuçları	37
6.2.1. % Kuru küçülme.....	37
6.2.2. %Pişme küçülmesi	40
6.2.3. % Toplam küçülme	43
6.3. Renk Ölçüm Sonuçları	46

6.3.1. L* Deęeri	46
6.3.2. a* Deęeri	48
6.3.3. b* Deęeri	51
6.4. Pişme Mukavemeti	54
6.5. Yoęunluk ve Gözenek Ölçümü Sonuçları.....	57
6.5.1. Yıęınsal Yoęunluk.....	57
6.5.2. Görünür Yoęunluk.....	59
6.5.3. % Görünür Gözenek	62
6.6.% Su Emme	66
6.7. Örneklerin Karakterizasyonu.....	69
6.7.1. XRD analizleri.....	72
6.7.2. Mikroyapı analiz sonuçları	79
7. GENEL SONUÇLAR	82
KAYNAKLAR.....	84

ŞEKİLLER DİZİNİ

Sayfa

4.1. 2 ² Tasarım kombinasyonları.....	20
5.1. Granüllerin tane boyut dağılımı	26
6.1. % Kuru küçülme için normal olasılık grafiği	39
6.2. % Kuru küçülme için artık değer-gözlem sırası grafiği	39
6.3. % Kuru küçülme için artık değerler-uydurulan değerler grafiği	39
6.4. %Pişme küçülmesi için normal olasılık grafiği.....	40
6.5. % Pişme küçülmesi için artık değer-gözlem sırası grafiği	40
6.6. % Pişme küçülmesi için artık değerler-uydurulan değerler grafiği.....	41
6.7. % Pişme küçülmesi için basınç*sıcaklık etkileşim grafiği	42
6.8. % Pişme küçülmesi için ana etkiler grafiği	42
6.9. % Pişme küçülmesi için pasta grafiği.....	43
6.10. % Toplam küçülme için normal olasılık grafiği.....	43
6.11. % Toplam küçülme için artık değer-gözlem sırası grafiği	44
6.12. % Toplam küçülme için artık değerler-uydurulan değerler grafiği.....	44
6.13. % Toplam küçülme için basınç*sıcaklık etkileşim grafiği.....	45
6.14. % Toplam küçülme için ana etkiler grafiği	45
6.15. % Toplam küçülme için pasta grafiği.....	46
6.16. L* değeri için normal olasılık grafiği.....	46
6.17. L* değeri için artık değer-gözlem sırası grafiği.....	47
6.18. L* değeri için artık değerler-uydurulan değerler grafiği.....	47
6.19. L* değeri için ana etkiler grafiği	48
6.20. L* değeri için pasta grafiği	48
6.21. a* değeri için normal olasılık grafiği	49
6.22. a* değeri için artık değer-gözlem sırası grafiği	49
6.23. a* değeri için artık değerler-uydurulan değerler grafiği	49
6.24. a* değeri için ana etkiler grafiği	50
6.25. a* değeri için pasta grafiği	51
6.26. b* değeri için normal olasılık grafiği	51
6.27. b* değeri için artık değer-gözlem sırası grafiği	52

6.28. b * değeri için artık değerler-uydurulan değerler grafiği	52
6.29. b * değeri için sıcaklık*süre etkileşim grafiği	53
6.30. b * değeri için ana etkiler grafiği	53
6.31. b * değeri için pasta grafiği.....	53
6.32. Pişme mukavemeti için normal olasılık grafiği.....	54
6.33. Pişme mukavemeti için artık değer-gözlem sırası grafiği	54
6.34. Pişme mukavemeti için artık değerler-uydurulan değerler grafiği.....	54
6.35. Pişme mukavemeti için basınç*sıcaklık etkileşim grafiği.....	56
6.36. Pişme mukavemeti için ana etkiler grafiği	56
6.37. Pişme mukavemeti için pasta grafiği.....	56
6.38. Yığınasal yoğunluk için normal olasılık grafiği.....	57
6.39. Yığınasal yoğunluk için artık değer-gözlem sırası grafiği	57
6.40. Yığınasal yoğunluk için artık değerler-uydurulan değerler grafiği.....	58
6.41. Yığınasal yoğunluk için ana etkiler grafiği.....	59
6.42. Yığınasal yoğunluk için pasta grafiği	59
6.43. Görünür yoğunluk için normal olasılık grafiği.....	60
6.44. Görünür yoğunluk için artık değer-gözlem sırası grafiği	60
6.45. Görünür yoğunluk için artık değerler-uydurulan değerler grafiği.....	60
6.46. Görünür yoğunluk için sıcaklık*süre etkileşim grafiği	61
6.47. Görünür yoğunluk için ana etkiler grafiği	62
6.48. Görünür yoğunluk için pasta grafiği.....	62
6.49. % Görünür gözenek için normal olasılık grafiği	63
6.50. % Görünür gözenek için artık değer-gözlem sırası grafiği	63
6.51. % Görünür gözenek için artık değerler-uydurulan değerler grafiği	63
6.52. % Görünür gözenek için sıcaklık*süre etkileşim grafiği	65
6.53. % Görünür gözenek için ana etkiler grafiği	65
6.54. % Görünür gözenek için pasta grafiği.....	65
6.55. % Su emme için normal olasılık grafiği.....	66
6.56. % Su emme için artık değer-gözlem sırası grafiği	66
6.57. % Su emme için artık değerler-uydurulan değerler grafiği.....	67
6.58. % Su emme için sıcaklık* süre etkileşim grafiği	68
6.59. % Su emme için ana etkiler grafiği	68

6.60. % Su emme için pasta grafiđi.....	69
6.61. G10, G5, G20 kodlu numunelerin XRD analizleri.....	72
6.62. (a) G5 kodlu numunenin XRD analizi	73
6.62. (b) G10 kodlu numunenin XRD analizi	73
6.62. (c) G20 kodlu numunenin XRD analizi	74
6.63. G16, G24 kodlu numunelerin XRD analizi.....	75
6.64. (a) G16 kodlu numunenin XRD analizi	75
6.64. (b) G24 kodlu numunenin XRD analizi	76
6.65. G19 kodlu numunenin XRD analizi	76
6.66. G19 kodlu numunenin XRD analizi	77
6.67. G11 kodlu numunenin XRD analizi	77
6.68. G11 kodlu numunenin XRD analizi	78
6.69. G20 numunesinden alınan SEM görüntüsü.....	80
6.70. G20 numunesinden alınan EDX spekturumu	80
6.71. G5 numunesinden alınan SEM görüntüsü.....	81
6.72. G19 numunesinden alınan SEM görüntüsü.....	81
6.73. G19 numunesinden alınan EDX spekturumu	81

ÇİZELGELER DİZİNİ

Sayfa

3.1. Tek pişirim karonun sinterlenmesi esnasında meydana gelen kimyasal ve fiziksel olaylar	14
4.1. 2 faktörlü deney için Anova Çizelgesi	21
5.1. İncelenen faktörler ve seviyeleri	25
5.2. Yer karosu granüllerinin kimyasal analizi.....	26
5.3. Numune kodlarına göre faktör seviyeleri.....	28
6.1. Deney sonuçları	33
6.2. Kuru mukavemet sonuçları	37
6.3. % Kuru küçülmesi için Anova Çizelgesi	40
6.4. % Pişme küçülmesi için Anova Çizelgesi.....	42
6.5. % Toplam küçülme için Anova Çizelgesi.....	45
6.6. L* değeri için Anova Çizelgesi.....	48
6.7. a* değeri için Anova Çizelgesi	50
6.8. b* değeri için Anova Çizelgesi	53
6.9. Pişme mukavemeti için Anova Çizelgesi	55
6.10. Yığınsal yoğunluk için Anova Çizelgesi.....	59
6.11. Görünür yoğunluk için Anova Çizelgesi.....	61
6.12. % Görünür gözenek için Anova Çizelgesi	64
6.13. % Su emme için Anova Çizelgesi	68
6.14. Numunelerin ortalama değerleri.....	70
6.15. Pik şiddetti oranları	78

1. GİRİŞ

Seramik yer ve duvar kaplamaları (karo, fayans, granit seramik vb.), kil, kaolen, feldspat, mermer, kuvars gibi inorganik hammaddelerin belirli oranlarda karıştırılıp plaka halinde şekillendirildikten sonra, sırlı veya sırsız, desenli veya desensiz olarak, bir veya birden çok pişirilmesi ile elde edilen, inşaat sektöründe kullanılan seramik malzemelerdir.

Seramik yer karosu üretim süreci, çok sayıda faktörün yer aldığı bir süreçtir. Süreçte, bazıları kontrol edilebilen ve diğerleri üreticinin kontrolü dışında olan faktörler vardır. Faktörlerin ürün performansı üzerine etkisi, istatistiksel deney tasarımı teknikleri kullanılarak etkili bir şekilde tanımlanabilir. Deneylerin istatistiksel tasarımı, birçok özelliğe dayanan süreçlerin ve ürünlerin hızlı, ekonomik ve yanlışsız gelişimine izin veren bir yöntemdir. Tasarlanan deneyler, değişkenlerin belli bir yöntemle uygun olarak düzenlendiği önceden belirlenmiş testlerdir. İyi tasarlanmış bir deney, minimum maliyette anlamlı sonuçların elde edilmesini sağlar. Zayıf tasarlanmış bir deney ise değerli zamanı ve kaynakları boşa harcar.

Faktöriyel deney çalışmaları sıcaklık, basınç, zaman, karıştırma hızı gibi süreç değişkenleri ile hammadde değişimleri, miktarları vb., oluşan iki ya da daha fazla faktörün seviyelerini eş zamanlı değiştirmeyi sağladığı gibi, diğer faktörlerin seviyelerini sabit tutarak her bir faktörün seviyesindeki değişimin yanıtta etkisini belirlemeyi sağlamaktadır. Bunun sonucunda faktörlerin ana etkileri belirlenebildiği gibi faktörler arasındaki etkileşimler de tespit edilebilmektedir.

Bu çalışmada, süreç parametrelerinden şekillendirme basıncı, pişirme sıcaklığı, en yüksek sıcaklıkta bekleme süresi ve ısıtma hızının yer karosu nihai özellikleri üzerine etkisi araştırılmıştır. Deneyler, $2^3 3^1$ çok faktörlü deney tasarımı olarak tasarlanmış, analiz sonucunda ana faktörlerin ve etkileşimlerinin etkisi belirlenmiştir. Numuneler üzerinde boyut, renk değişimi (L^* , a^* , b^*), su emme, yoğunluk, mukavemet, gözenek ölçümleri yapılmıştır.

2. HAMMADDELER

Seramik sanayinde kullanılan hammaddelerin fiyatı ve kalitesi, ürün kalitesini ve maliyetini doğrudan etkiler. Hammadde özelliklerindeki olumsuz bir değişim nihai ürün özelliklerini de olumsuz yönde değiştirir [1].

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

2.1. Özlü Hammaddeler

Kil ve kaolenler özlü (plastik) olan seramik hammaddelerdir. Su ile yoğrulabilen, dağılmadan kolaylıkla şekillendirilebilen, kurdukları zaman verilen şekli koruyabilen hammaddelerdir [2].

Kil ve kaolenler, granit, feldspat, vb kayaçların tabiat şartlarında kimyasal ve fiziksel tesirlerin etkisi ile bozunmasından meydana gelmişlerdir. Kaolende kristaller tam şekillidir, killeri de ise köşelerden kırılmalar olmuştur ve boyları daha küçüktür. Kaolenlerin yapısında yabancı maddeler az olduğundan pişme renkleri beyazdır. Kaolen kristalleri kil kristallerinden daha büyüktür. Bu nedenle killeri daha plastiktirler ve kuru mukavemetleri daha fazladır. Kaolenlerin kristal büyüklüğü ve saflığı ateşe dayanım kabiliyetini artırır, pişme küçülmeleri killere göre daha azdır [3].

2.2. Özsüz Hammaddeler

Çok ince öğütölseler bile su ile kolayca şekil verilemeyen, şekil verilse bile bir dış etken ile şeklini kaybedip dağılan hammaddelerdir. Genelde çamurun kuru mukavemet, kuru küçölme ve pişme küçölmesini azaltırlar. Özsüzleştirilmiş bir çamur, özlü bir çamura oranla daha kısa sürede ve daha az kuruma hatası göstererek kurur. Pişmekte olan üründe önemli rol oynayan özsüz seramik hammaddeleri çamurun pişme özelliklerini ve pişme sıcaklık aralığını etkiler [4].

Kuvars yer kabuğunda en çok bulunan minerallerdendir. Seramik yapıyı yüksek sıcaklıklarda ayakta tutar. Ergime esnasında sistemin genleşme katsayısını

düşürür. Tam olarak ergimemesi durumunda sistemin genleşme katsayısını artırır. Ateşe dayanımları yüksektir. Kuvars, yapının kuruma ve pişme küçülmesini azaltır, aside dayanımı artırır, plastikliği düzenlemeye yardımcı olur ve pişme sırasında deformasyon olmaksızın gaz çıkışına izin verir [4].

Feldspat özgül bir hammadde olmasına karşın, çamurlarda belirli bir pişme sıcaklığına çıkıldığı zaman, çamurları pekiştirecek, eriticilik özelliği gösterir. Seramik bünyenin pişmesi sürecinde, kuvars ile birlikte cam fazı oluşturarak bünyenin mukavemet gücünü artırır. Feldspat seramikte sinterleşmeyi sağlamak amacıyla kullanılır. Pişme sırasında eriyerek erimeyen maddeler arasındaki boşlukları doldurur. Mermerle karıştırıldığında erime aralığı daha da düştüğünden sır üretiminde kullanılır [3,5].

Mermer, küçük kristalli ve basınç altında sağlamlaşmış kalsiyum karbonat (CaCO_3). Seramikte kullanılacak mermerde demir ve renk verici yabancı maddelerin bulunmaması gerekir. Mermer saf feldspatla ısıtılacak olursa feldspatın 1280°C olan ergime 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. Duvar karosunda mukavemeti arttırmak için kullanılır [3].

Manyezit (MgCO_3) doğada sert parçalar şeklinde, kristal ve amorf olarak bulunur. Tek başına ısıtıldığında refrakterdir. Diğer maddelerle karıştırıldığında eritken vazifesi görür. Manyezit, bünyenin pişme sırasında sinterleşmesini ve sağlamlaşmasını sağlar [4,6].

Dolomit, kalsiyum karbonat ile magnezyum karbonattan oluşmuştur. $\text{CaCO}_3.\text{MgCO}_3$ bileşiminde CaCO_3 % 56, MgCO_3 % 44 oranında yer alır. Seramik çamur ve sırlarında CaO ve MgO ihtiyacının birlikte olduğu hallerde kullanılır [2,4].

Vollastonit, lifli bir kalsiyum silikattır. Bileşimi $\text{CaO}.\text{SiO}_2$ 'dir. Seramik çamur ve sırlarında kullanılan vollastonit, çamurda eritici özellik göstererek çamurun pişme sıcaklığını düşürür. Pişirme sırasında gaz çıkartmadığından tek pişirim çamurlarında düşük sıcaklıklarda kullanılır [4].

3. YER KAROSU ÜRETİMİ

Yer karosu seramik üretimi genel olarak öğütme, çamur hazırlama, püskürtmeli kurutucu ile granül eldesi, şekillendirme, sırlama ve pişirim kademelerini içermektedir .

3.1. Hammaddelerin Hazırlanması

Kırma ve öğütme bir malzemenin ortalama tane büyüklüğünü düşürmek, safsızlıkları uzaklaştırmak, tanelerin gözenegini düşürmek, tane boyut dağılımını arttırmak, aglomereleri dağıtmak, koloid içeriğini arttırmak ve tane şeklini geliştirmek için kullanılan en yaygın yöntemdir [7].

Kırma ve öğütme işlemlerinin reolojiye, üretim davranışına, sinterleme davranışına, mikro yapının iyileşmesine önemli bir etkisi vardır. Bu yüzden sürecin en önemli aşamalarından sayılır[6,7].

Öğütmede kullanılacak değirmenler; maliyet, kapasite, öğütme döngüsünün hızı, tane boyut dağılımı ve malzemenin özellikleri bir bütün halinde göz önünde bulundurularak seçilir [7].

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. Bilyeli değirmenlerde darbelerin frekansı, değirmenin limit hızı, bilyelerin şekli ayrıca değirmenin belirli bir oranda doldurulmasından dolayı sınırlıdır [7].

Silindirik şekle sahip bilye kullanımının küresel bilye kullanımı üzerine tane darbe frekansı açısından belirli avantajlarının olduğu, silindirik bilyelerin çarpışma esnasında daha fazla yakalayıp öğütmeyi arttırabildikleri belirtilmektedir [7].

Darbeler öğütücü ortam yüzeyindeki tane konsantrasyonu ile ve tanelerin tek biçimli olmalarıyla artar. Aglomerasyonun artmasıyla darbe frekansı azalır. Ayrıca ıslak öğütme için, viskozitenin tane hareketini engelliyecek ve taneleri darbe bölgesinde tutacak kadar çok olması gerekir [7].

Titreşimli ve atritör değirmenler, bilyeli değirmenlere göre daha ince taneli, daha dar tane büyüklüğü dağılımlı öğütmeyi daha kısa zamanda sağlar. Bilyeli değirmenler ise daha fazla kapasiteli, daha geniş tane büyüklüğü dağılımlı ve aglomerelerin olmadığı öğütmeler için kullanılır [7].

Yer karosu üretiminde reçeteye göre hammaddeler % 36-40 su ve % 0,4-0,6 elektrolitler yardımıyla bilyeli değirmenlerde değişik öğütme sürelerinde yaş öğütme metoduna göre öğütürler. Öğütme 63 mikron elekte yaş sistemle elenerek % 5-8 bakiye verecek tane iriliğine kadar devam eder. Harman hazırlamada kuru yöntem de kullanılabilir. Reçetede ki maddelere ek olarak % 0,34 oranında sodyum silikat ile % 0,17 oranında sodyum karbonat kullanılmaktadır. Bu iki maddeden başka katkı maddeleri de kullanılabilir. Değirmenlerde seramik hammaddelerini öğütmek için ton başına 4 kg flint taşı, astar malzemesi olarak aynı miktarda sleks taşı kullanılmaktadır. Değirmenlerde bunlardan başka malzemelerden de faydalanılmaktadır. Örneğin kaplama malzemesi olarak yumuşak kauçuk levha ve öğütücü olarak alüminyum oksit bilye gibi [8].

3.2. Granül Eldesi

Granüller, kontrollü aglomereler içeren yarı kuru besleme malzemesi olarak oluşturulmuş bir toz sistemidir. Granüller genel olarak püskürtmeli kurutucularda çamurun bir kurutma odası içine püskürtülmesiyle oluşur [7].

Çamur yüksek basınçla (25-30 bar) kurutma odası içine püskürtülür, burada 500-600⁰C'deki hava ile temasa geçer. Türbülanslı hareket nedeniyle oluşan ısı değişim katsayısı, damlacıkların yüksek spesifik yüzey alanı, çamur ve hava arasındaki yüksek sıcaklık farkı suyun neredeyse anında buharlaşmasına yol açar. Sonuç olarak presleme için uygun nem miktarı ve tane boyut dağılımına sahip yuvarlak şekilli granüller kurutma odasının altında toplanır [9].

Damlacığın boyutu ve buharlaşan su miktarı arasında bir ilişki vardır. Damlacık büyüdükçe içerdiği su miktarı artar. Damlacık ağır olduğundan püskürtmeli kurutucunun dibine daha çabuk ulaşır, su daha az buharlaştığından granül fazla nemli kalır [9].

Granül büyüklüğü sıvı yüzdesinin artması ile artarken kurutma sıcaklığının 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 [7].

Kurutucu sıcaklığı; kurutucunun tasarımı, ürünün oluşma zamanı ve ürünün ısı sınırlarıyla ilgilidir. Hızlı kurutma damlacık içerisindeki sıvıyı hızlı buharlaştırır bu da buhar kabarcıklarının oluşmasına ve aglomerelerin büyümesine yol açar [7]. Damlacık fazla nemliken püskürtmeli kurutucunun duvarlarıyla temas ederse duvara yapışır ve kabuk oluşturur. Zamanla kalınlaşan kabuk püskürtmeli kurutucunun verimini düşürür [9]. Yer karosu masse nem oranları her işletmeye göre farklı olmakla beraber genel olarak % 5,5-6,5 arasında değişir.

3.3. Şekillendirme

Genellikle malzemenin maruz bırakıldığı aşırı sıkıştırma karo yapısında güçlü sertleşmeye yol açar, bu çekmeyi sınırlar ve pişmiş ürünün gözeneğini önemli bir şekilde düşürür. Preslenmiş karodaki tane sıkışması organik maddelerin oksidasyonuna ve pişirme sırasında oluşan gazların çıkışına izin verecek şekilde olmalıdır [10].

Kalıbın doldurulması en önemli presleme basamağıdır. Yüzey nemi tarafından meydana getirilen Van der Waals kuvvetleri ve adhezyon granüllerin yapışmasına yol açabilir. Pürüzsüz yapışmayan yüzey ile büyük, küresel, yoğun granüller en iyi akabilirliğe sahiptir [11].

Homojen yoğunluğa sahip karo elde etmek için kalıba granülün beslemesi hassas bir şekilde yapılmasını gerektirmektedir. Homojen doldurma besleme donanımının geometrisine ve granül akabilirliğine bağlıdır. En yaygın problem kalıp köşelerinde ve kenarlara yakın yerlerde doldurma yoğunluğunun düşük olmasıdır [11].

Kuru preslemede hareketli punçlar tarafından oluşturulan basınç granülleştirilmiş tozu belli şekil ve mikroyapıya sahip birleştirici kısım içine

sıkıştırır. Yoğunlaşma oranı başlangıçta yüksektir fakat yaklaşık 5 – 10 MPa basıncın üzeri için hızla düşer. Başlangıç basıncı granüller arasındaki temas vasıtasıyla iletilir. Granül deformasyonu bağlayıcı sistemiyle kaplı tanelerin kayması ve yeniden düzenlenmesiyle meydana gelir. Granül deformasyonu taneler arası gözeneyi düşürür, taneler arası temas alanı ve sayısını artırır [7].

Üç sıkıştırma aşaması vardır:

Aşama 1- Granül akışı ve yeniden düzenlenme

Aşama 2- Granül deformasyonu baskındır

Aşama 3- Granül yoğunlaşması baskındır.

Aşama 1 de düşük basınçta az miktarda granül kayması ve yeniden düzenlenme olur. Punch toz beslemeyle temas ettiğinde doldurma yoğunluğunun üzerinde zayıf yoğunlaşma oluşabilir [7].

Aşama 2 temas eden granüller arasındaki basınç granül içindeki tanelerin kaymasını sağlayacak kadar yeterli olduğu zaman başlar ve granüller komşu aralıkların içine doğru ara yer porlarının hacmini düşürecek şekilde deforme olur [11].

Aşama 3 biraz daha yoğun paketleme konfigürasyonu içinde tanelerin yeniden düzenlenmesi ve kaymasıyla yoğunlaşma oluştuğunda yüksek basınçlarda başlar. İdeal olarak deforme olmuş granüller arasındaki geniş gözenekler yok olur ve granüller arası ara yüzeyler bulunmaz. Uygulanan yüksek basınç ve temaslardaki toplu gerilme bazı agregaların kırılmasına neden olur [7].

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 [7].

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 [7].

Çıkarma için kuvvet kalıbın yüzey durumuna ve konikliğine, kompakt içindeki elastik gerilime, kalıp duvarlarının yağlanmasına ve çıkarma oranına bağlıdır [7].

Preslenmiş parçalar darbe gerilimini emmelidir ve presten çıktıklarında yeterli mukavemete sahip olmalıdır [7].

3.4. Kurutma

Seramikte pişirme işleminden önce yapılacak en önemli işlem kurutmadır. Kurutma fiziksel bir süreçtir ve rutubetli bir malzemede şekillendirme suyunun uzaklaştırılıp kurutulması işlemidir [4].

Kurutmanın yapılabilmesi için ürünün içindeki suyun buhar şeklinde uzaklaştırılması gerekir. Buharlaştırmanın miktarı kurutma havasının sıcaklığına, kurutma havasının hızına, kurutma süresine, ürünün kuruma yüzeyinin büyüklüğüne bağlıdır. Buharlaştırma yüzeyde olur. Hava, kurutma için gerekli sıcaklığı ve kurutmadan oluşan su buharını taşıyıcı görev alır. Kurutma havasının sıcak olması gerekir. Eğer böyle olmazsa, kurumayı gerçekleştirecek şekilde, ürünün içinden yüzeye doğru bir su hareketi de olmaz [4].

Bir seramik çamurunun içinde yoğurulma suyu üç tip durumda bulunur [4]:

- 1) Yüzey suyu – Kil taneciklerinin yüzeylerini film şeklinde saran sudur.
- 2) Por suyu – Bu tanımlamadan, taneciklerin arasında bulunan su anlaşılır. Çamurdaki suyun büyük bir kısmını oluşturur.
- 3) Emme suyu – Kil taneciklerinin yüzeyinden içine emilme yolu ile giren sudur. Kurutma sırasında çamurdan en güç ayrılan sudur.

Şekillendirme sırasında çamura verilen su, kuruma sırasında tersine bir yol izleyerek çamurdan uzaklaşır. İlk kuruma yüzeyde başlar, porlardan gelen su yüzeyden buharlaşarak uzaklaşır. Bu sırada kurutma sıcaklığının artması sakıncalı olabilir. Bu sakınca yüzeyin çok önce kuruyup, içeriden gelen suyun geçmesine engel olacak kadar küçülmesidir. Bu durumda oluşan gerilimler, kuruma çatlaklarına ve deformasyona yol açar. Çamurdaki gözeneklerden su uzaklaştıkça küçülme sürer. Küçülmenin nedeni, taneciklerin birbirlerine yaklaşmasıdır. Gözeneklerden suyun uzaklaşmasını yüzey ve emme suyunun uzaklaşması izler [4].

Genellikle kurutma sırasında kurutulacak madde belirli bir neme kadar kurur. Maddenin tuttuğu bu su miktarına denge nemi denir. Seramik hammaddelerinde denge nemi sifira yakındır [3].

Kurutulacak maddeler genellikle tabaka veya kütle halinde bulunur ve içerdikleri suyun dışarı atılması oldukça karışıktır. Bu olayın esasının birbirini izleyen bir buharlaşma ve birde difüzyon olayına dayandığı kabul edilir. İki yüzeyi de kurutmaya tabi tutulan tabaka halinde bir madde havaya bırakılır bırakılmaz yüzeylerinde bir buharlaşma başlar ve buralardaki su konsantrasyonu düşer. Buharlaşmanın kısmen kuruttuğu yüzey ile henüz ıslak bulunan iç kısımlar arasında bir konsantrasyon farkı belirir. Bu fark nedeniyle iç taraftan yüzeye doğru difüzyon yoluyla bir miktar su sürüklenir. Suyun, difüzyona uğraması denge durumuna kadar devam eder [3].

3.5. Sırlama

Seramikte “sır” olarak adlandırılan madde, seramik bünyeyi ince bir tabaka şeklinde kaplayarak onun üzerinde eriyen cam veya camsı bir oluşumdur. Seramik sırlarda aranan en büyük özellik, üzerine uygulandığı bünye ile normal koşullarda fiziksel ve kimyasal bağlar kurmasıdır[4].

Sırlanarak kullanılan seramik ürünlerde sırn çeşitli görevlerinden en önemlileri şunlardır: a) Bünyeyi sıvılardan ve gazlardan koruyup yalıtım, b) Bünyeye etki eden çeşitli mekanik güçlere karşı koyma gücünü arttırmak, c) Bünye üzerinde parlak ve kaygan bir yüzey oluşturmak, d) Renkli pişme gösteren bünye üzerinde örtücü bir tabaka oluşturmak, e) Yüzeye renk ve doku özellikleri getirerek estetik değerini arttırmak, f) Sır altına uygulanan dekorasyonu koruyup, dış etkilerden yalıtım [4].

3.5.1. Sır bileşimine giren oksitlerin özellikleri

Temel özellikleri ile birlikte seramik sırlarında genel olarak kullanılan oksitler [12];

Silika (SiO₂): Ana cam yapıcı oksit olarak her zaman ve genellikle yüksek yüzdelerde kullanılır. Yüksek silika içeriğine sahip bir cam yapı asitlere karşı oldukça dayanıklıdır ve yüksek ergime noktasına sahiptir.

Alümina (Al₂O₃): Ana cam dengeleyici olarak her zaman yapıda bulunur ve hem alkali oksitler hem de silika ile birleşebilir. Camın kimyasal direnç ve mekanik mukavemetini artırır, genleşme kat sayısını düşürür. Matlaştırıcı katkı olarak davranır.

Bor oksit (B₂O₃): Genelde silika ile birlikte ana cam yapıcı olarak bulunur. Silika camlarında akışkanlaştırıcı olarak davranır ve renkleri iyi dağıtma yeteneğine sahiptir. Yüksek yüzdelerde kullanıldığında cama bulanık bir görüntü verir.

Alkali oksitler (Li₂O, Na₂O, K₂O): Camın ergime sıcaklığını ve viskozitesini düşürdüğü için hemen her zaman kompozisyonda bulunur. Çözünbildikleri ve camın kimyasal direncini düşürme eğiliminde oldukları, aynı zamanda camın genleşme katsayısını arttırdığı için hiçbir zaman yüksek yüzdelerde kullanılmazlar. Çözünürlük ve akışkanlaştırma etkisi en yüksek lityum oksitte, en düşük potasyum oksittedir.

Toprak alkali oksitler (CaO, MgO, SrO): Alkali oksitlerin çözünürlüğünü azaltabilen ve genleşme katsayısını azaltan modifiye edici ve dengeleyici oksitlerdir. Kalsiyum oksit yüksek yüzdelerde matlaştırma etkisine sahiptir.

Baryum ve kurşun oksitler (BaO, PbO): Modifiye ediciler camın ergime noktasını düşürmek ve parlaklığını arttırmak için kullanılırlar. Özellikle kurşun oksit bazı pigmentlerin renklendirme etkisini sağlar. Yüksek yüzdelerde kullanıldığında çok düşük ergime noktalı cam oluşumunu sağlar ve üçüncü pişirim veya dekorasyon için uygundur. Bununla beraber yüksek yüzdede kurşun içeren cam asitlere karşı düşük dirence sahiptir. Yüksek yüzdelerde, baryum oksit çekirdekleşme ve matlaşmaya neden olur.

Titanyum oksit (TiO₂): Camın kimyasal direnç ve mekaniksel mukavemetini geliştirebilen bir dengeleyicidir. Düşük yüzdelerde bile matlaştırma özelliğine sahiptir. Cama fildişi sarısı bir renk verir.

Zirkonyum oksit (ZrO₂): Mat sırlarda hemen her zaman bulunur. Matlaştırma etkisi ile birlikte, camın esnekliğini de artırır ve camı çatlamaya karşı daha dirençli hale getirir.

Çinko oksit (ZnO): Yüksek alümina içeriği ile cam modifiye edicidir. Düşük yüzdelerde bazı renklerin parlaklığını artırır, bor oksidin olmadığı veya düşük kalsiyum içerikli camlarda yüksek yüzdelerde matlaştırıcı olarak davranır. Yüksek yüzdelerde kristalleşmeye neden olur ve karakteristik mat bir yüzey oluşturur.

Kalay oksit (SnO₂): Matlaştırıcı katkı olarak kullanılan bir modifiye edicidir. Camın genleşme katsayısını azaltır kimyasal direnci artırır.

Camı oluşturan bütün bu oksitler cam yapısına firit veya mineral hammaddeler kullanılarak girer.

3.5.2. Firitler

Firitler; camın özel olarak üretilmiş olanıdır. Sırın ana bileşenini oluşturur. Çeşitli hammaddelerin toz halde karıştırılması ve özel firit fırınlarında ayrıştırılıp viskoz sıvı haline dönüştürülmesi ile üretilirler. Bu işlemde sonra su veya hava yardımıyla hızla soğutulan firit, granül veya ince parçalar halini alır [13].

Firit kullanımının en önemli nedeni sır için gerekli olan bazı bileşenlerin suda çözünebilir olmasıdır. Bu suda çözünebilir bileşenler çözünmez hale getirilmelidir [14].

Firit kullanımının ikinci önemli nedeni ergime oranıdır. Ham sır malzemeleri firitleştirildiğinde aralarındaki reaksiyonların çoğu tamamlanmış olur. Böylece, sır kaplamasını pişirirken daha az ısı gerekir. Sonuç olarak, yüksek firitli sırların yüzeyi aynı kompozisyona sahip ham sırlardan daha üstündür [14].

3.5.3. Sır hazırlama

Sır hazırlama, reçetede yer alan bileşenlerin arzu edilen oranlarda tartılmasıyla başlar. Tartılan hammaddeler su ve yardımcı katkılarla birlikte bilyeli öğütücülere doldurulur. Pişirme sıcaklığına bağlı olarak bileşim sadece hammaddelerden (ham sırlar) veya firit ve hammadde karışımından (firitli sırlar) veya tamamen firitten (firit sırları) oluşturulur. Bir sırnın erime davranışları bileşimin ve pişme sıcaklığının yanı sıra önemli oranda tane büyüklüğü dağılımına bağlıdır. Tane büyüklüğü dağılımı hem yüzey oluşumunu hem de mikro yapıyı ve kabarcık dağılımını doğrudan etkiler. Öğütmeyle tane büyüklüğü genelde 50µm'nin altına düşürülür. Tane büyüklüğünün 10µm'nin altına düşürülmesi durumunda reolojik özellikler önemli oranda olumsuz etkilenir. Sırnın akışkanlığı kötüleşir, kuruma çatlakları oluşur ve bu durum pişme esnasında sır toplanmasına neden olur. Sonuçta iri taneli sırda, çok ince taneli sırda bir takım olumsuzluklara sebep olmaktadır. Dikkat edilmesi gereken başka bir hususta öğünme esnasında sıra kirlilik girmesidir. Firit ağırlıklı bir sırnın içine gaz çıkışı yapabilecek örneğin kalsit, dolomit gibi hammaddelerin çok az miktarlarda da olsa girmesi kabarcık ve pinhol oluşumuna sebep olur. Verimli bir öğütme yapılabilmesi için bilyeli öğütücülerin uygun şekilde çalıştırılması gerekir. Bu öğütücüler silindir şeklinde olup, iç tarafları sileks, porselen, alümina, steatit veya kauçuk kaplı; dış kısımları metal bir mantodan oluşur. Değirmen kapak kısmı üst tarafa gelecek şekilde durdurularak doldurulur ve kapatılır. Öğütme bittikten sonra kapak açılır ve yerine elekli bir kapak takılır, ağız aşağıya gelecek şekilde çevrilir. Başka bir bağlantıyla içeriye hava verilerek boşaltma işlemi hızlandırılır. Devir sayısı, bilye büyüklüğü, büyüklük dağılımı ve miktarı ile süspansiyon miktarı öğünmeyi etkileyen başlıca parametrelerdir [15].

Çalışma yapılırken öğütücü hacminin yaklaşık olarak % 55'i kadar bilye ile doldurulur. Bilyeler küçük orta ve iri olmak üzere üç farklı boyutta seçilir. Genel olarak bilye toplamının % 50'sini büyükler, % 30'unu ortalar ve % 20'sini küçükler oluşturur. Bilyeler sileks, albit veya porselen olabilir. Değirmen hacminin bilyeler arasındaki boşluklar dahil % 25'i süspansiyon ile doldurulur. Çalışma esnasında hacmin % 30'u boş kalır. Süspansiyonun katkı madde miktarı

yüksek ama diğer taraftan akışkanlığı iyi olmalıdır. Yüksek su miktarı öğütmeyi verimsiz kılar, düşük su miktarı bilye ve değirmen astarının aşınmasını hızlandırır. Öğünmenin yeterli derecede olup olmadığı 63µm elek bakiyesi kontrolü yapılarak tespit edilir. Hedeflenen elek bakiyesi % 0,4-0,3 dolaylarındadır. Yeteri kadar öğündüğüne karar verilen sır değirmenden bir elekten ve magnetten geçirilerek sır tanklarına aktarılır ve çökmeyi engellemek amacıyla sürekli karıştırılır [15].

Sırlanacak mamulün durumuna ve sırlama tekniğine bağlı olarak sırnın litre ağırlığı ve akışkanlığı ayarlanır. Hatasız bir sırlama yapabilmenin ön koşullarından biride iyi bir akışkanlıktır. Bunun için gerektiğinde elektrolit ilavesi yapılır. İlave edilen elektrolit miktarının en iyi akışkanlığı sağlayan optimal miktarı geçmemesine dikkat edilmesi gerekir, aksi takdirde akışkanlık kötüleşir. Litre ağırlığı arttıkça akışkanlık azalır. Sır yüzeyini etkileyen bir başka faktörde belirli bir yüzeye atılan sır miktarıdır. Tartım yapılarak her zaman aynı büyüklükteki yüzeye aynı miktarda sır atılması kontrol altında tutulur. Diğer taraftan sırlanacak yüzeyin temizlenmiş bilhassa tozdan arındırılmış olması ve bünyenin kurutmadan çıkıp hemen sırlamaya verilmesi durumunda sıcaklığın çok yüksek olmaması gerekir [15].

3.6. Pişirme

Şekillendirilmiş ve kurutulmuş ürünün, bir program içinde ısıtılması ve soğutulması işlemidir. Pişme sırasında seramik, bazı geçici ve kalıcı değişiklikler gösterir. Geçici değişikliklerin başında hacimsel büyüme gelir. Kalıcı değişikliklerin en önemlileri; kristal, cam fazı oluşumu, yer değişimi reaksiyonlarıdır. Bu olayların sonucunda seramik bünyenin pekişmesi gerçekleşir [4].

Çizelge 3.1. tek pişirim karonun sinterlenmesi esnasında meydana gelen kimyasal ve fiziksel olayları göstermektedir. [12].

Çizelge 3.1. Tek pişirim karonun sinterlenmesi esnasında meydana gelen kimyasal ve fiziksel olaylar [12]

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	Kuars 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

Seramik çamurunu oluşturan minerallerinin türüne, mineralin konsantrasyonuna ve bunlara etki eden sıcaklığa göre, farklı kristal değişimleri ortaya çıkar. Kaolinit içeren kil 500-600°C'de metakaolinite dönüşür. Oluşan metakaolinit, reaksiyonlara karşı ilgili bir bileşik olduğundan, 830°C'nin üzerinde kuvvetli bir ekzotermik reaksiyon sonucu müllit ve kristobalite dönüşür. Müllit aracılığı ile seramik bünyenin mukavemet artışı ortaya çıkar. Müllit kristalleri sert olup iğne şeklindedir [4].

Silikatlardan oluşan erimeler camsı oluşumlara dönüşürler. Cam faz adı verilen bu oluşumlar, seramik bünyede erimemiş mineralleri birbirine bağlayarak pekişmeyi sağlar. Cam fazı oluşumunun artması ile orantılı olarak, porların azalması ve pekişme hızlanır [4]

4. DENEY TASARIMI

Herhangi bir deneyde arařtırmacının amacı kesin ıkarsamalarda bulunmak ya da zerinde alıřılan konuya iliřkin bazı hipotezler hakkında karar vermektir. Herhangi bir kararda kiři, kararı az sayıda veriye dayandıėında, kararın yanlış olabileceėi riskini gze almalıdır. İstatistiksel yntemler deney yapımında kullanıldıėında, kiři belirli bir karar verirken, gze alınacak riskin byklėn belirleyebilir [16].

Karar verme, istatistiksel yntemlerin kullanımına dayandıėında her zaman veri toplamayı gerektirir. Bir deneyin dzenlenmesi, basit olarak deneyde izlenecek sıra (yol, dzen) olarak tanımlanır. Deneysel dzenler veri toplamadaki deneysel hatayı azaltmaya yardım ederler [16].

Deney zlecek problemin tanımını ierir. zerinde alıřılacak baėımlı deėiřken ya da deėiřkenlerin seimi de yapılmalıdır. Baėımlı ya da yanıt deėiřkenine etki edecek baėımsız deėiřkenlerin ya da etkenlerin tanımlanması gereklidir [16].

Deneyde izlenecek sıranın rasgele olması nemlidir. Test iin rasgele sıra, zaman iindeki deėiřimin etkisini kaldırmayı amalamaktadır. Rasgeleleřtirme aynı zamanda arařtırmacıya lm hataları baėımsızmiř gibi dřnme olanaėı saėlar. Deney zerinde ve rasgeleleřtirme sreci zerinde karara varıldıktan sonra deneyi tanımlayan bir matematiksel model kurulabilir [16].

Son adım olan zmlleme, veri toplama iřlemine, deneyin eřitli durumları hakkında karar vermede kullanılacak test istatistiklerinin hesaplanmasını ve matematiksel model hakkındaki hipotezleri test etmek iin bunlara karřılık gelen karar kurallarını ierir [16].

4.1. Deney Tasarımı İin Dikkat Edilmesi Gerekenler

Bir deney tasarımı ve analizinde istatistiksel yaklařımı kullanmak iin, deneyde yer alan herkes deneyde tam olarak ne alıřıldıėı, sonuların nasıl toplandıėı hakkında net olarak fikir sahibi olmalı ve en azından sonuların 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
 - 3- Yanıt değişkeninin seçilmesi
 - 4- Deney tasarımının seçilmesi
 - 5- Deneilerin yapılması
 - 6- Verilerin istatistiksel analizi
 - 7- Sonuçlar ve öneriler
- Ön deneysel planlama

İkinci ve üçüncü basamaklar genelde eş zamanlı yapılmaktadır ya da sıraları değişebilir [17].

4.1.1. Problemin durumu ve fark edilmesi

Problem açık olarak görülebilir, fakat problemin net ve kabul edilebilir bir durum olduğunu anlamak genellikle basit değildir. Problemin çözümü için deney hakkında bütün fikirleri olgunlaştırmak gereklidir. Genelde bütün ilgili bölümlerden bilgi talep etmek önemlidir [17].

Deney için özel problemler ya da soruların listesini yapmak yararlı olur. Problemin açık bir şekilde ifade edilmesiyle çalışılacak konular ve problemin sonuç çözümlerinin daha iyi anlaşılması sağlanabilir [17].

4.1.2. Faktörlerin, düzeylerin ve aralıkların seçilmesi

Bir proses ya da sistem performansını etkileyebilen faktörler hesaba katıldığında, deneyi yapan kişi genellikle bu faktörleri potansiyel deney faktörleri ya da sıkıntı verici faktörler olarak sınıflandırabilir [17].

Bu faktörlerden potansiyel deney faktörleri, deney yapan kişinin deneyde değiştirebileceği faktörlerdir. Bazı sınıflandırmaları; tasarım faktörleri, sabit tutulan faktörler ve değiştirilebilir faktörler şeklindedir. Tasarım faktörleri, deneyde çalışmak için seçilen faktörlerdir. Sabit tutulan faktörler; yanıt üzerinde

biraz etkisi olan, fakat yapılacak deneyde ilgilenilmeyen, bu nedenle özel düzeyde tutulacak faktörlerdir [17].

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 [17].

4.1.3. 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 karakteristiğin standart sapması (ya da her ikisi de) yanıt değişkeni olacaktır. Çoklu yanıtlar yaygın değildir [17].

Yanıt değişkeninin hem doğru, hem duyarlı olarak ölçülebilmesi, ayrıca veri çözümleme modelinin varsayımlarına uygunluk gösteren bir dağılıma sahip olması gerekir [18].

4.1.4. 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 [17].

4.1.5. Deneylerin yapılması

Deneyin gerçekleştirilmesi, gerçek veri derleme sürecidir; bu süreçte deneyin tasarlanan biçimiyle gerçekleştirilmesine çalışılmalıdır. Deneyin gerçekleştirilmesi aşamasında özellikle rassallaştırma, ölçüm doğruluğu ve olabildiğince değişmez deney koşullarının sağlanmasına özen gösterilmelidir [18].

4.1.6. 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 bir çok 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. Bir çok deneyin sonuçlarını ifade etmemizi sağlayan bu eşitlik, deney modelidir [17].

4.1.7. Sonuçlar ve öneriler

Veriler analiz edildikten sonra sonuçlara ilişkin çıkarsamada bulunulabilir. Deneysel verinin istatistiksel çözümlemesi sonucu elde edilen bulgulara ilişkin önerilerde bulunulmalıdır. Grafiksel metotlar sık sık bu aşamada sonuçları kıyaslamak için kullanılırlar [17].

4.2. Hipotez Testleri

İstatistiksel hipotez örneklenen kitle hakkında bir varsayımdır. Bir hipotezin testi, basit olarak hipotezin kabul ya da reddedilmesine ilişkin bir karardır. Böyle bir karar genellikle, hipotezi test etmek için kullanıldığında test istatistiği adını alan örneklem istatistiklerine dayanır [16].

Hipotez testleri, n tane gözlemden hesaplanan örneklem istatistiklerine dayandığından karar, her zaman bazı hatalar içerir. Hipotez gerçekten doğru ise ve örnek sonuçları ile reddediliyorsa I. tür hata ortaya çıkar. I. tür hata olasılığı α ile gösterilir. Hipotez doğru olmadığı kabul edilirse, yani seçenек hipotez doğru ise II. tür hata söz konusudur ve bunun olasılığı da β ile gösterilir. Bu α ve β hata olasılıkları genellikle yanlış karar verme riskleri olarak adlandırılır ve hipotez testlerinin amaçlarından biri de α ve β risklerinin her ikisinin küçük olduğu testler düzenlemektir. Bunun gibi bir çok test işlemlerinde α önceden belirlenen bir düzeyde tutulur ve karar kuralı, diğer yanılığ β 'yi en küçük yapacak şekilde oluşturulur [16].

Hipotez testinde adımlar:

- 1- Hipotez ve seçeneği kurulur.
- 2- Testin önemlilik düzeyi α belirlenir.
- 3- H_0 'ı test etmek için bir test istatistiği seçilir.
- 4- H_0 doğru olduğunda test istatistiğinin örneklem dağılımı belirlenir.
- 5- Bu test istatistiği ile H_0 doğru olduğunda örneklemelerin α kadarının reddedileceği bir kritik bölge oluşturulur.
- 6- n gözlemlili rasgele bir örneklem çekip test istatistiği hesaplanır ve H_0 üzerinde bir karara varılır.

4.3. Faktöriyel Dizayn

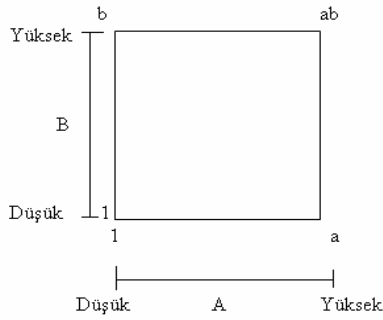
Çoğu deneyler, iki ya da daha fazla faktörün etkisi üzerine çalışmayı içerir. Genelde bu tip deneyler için en etkili olan faktörlü tasarımıdır. Faktörlü tasarımıyla, deneyin bütün deneme ya da tekrarlarının her biri için incelenen faktörlerin bütün kombinasyonları araştırılır. Örneğin faktör A'nın a seviyesi ve faktör B'nin b

seviyesi varsa, her bir tekrar ab durumunun kombinasyonlarını içerir. Faktörler, faktöriyel bir tasarımla düzenlendiğinde, buna çaprazlama denir [17].

Çok faktörlü deney, verilen bir faktörün her seviyesinin geri kalan bütün faktörlerin her seviyesi ile denendiği bir deneydir. Bir faktördeki değişiklik, diğer faktörün bir seviyesindeki yanıt değişkeninin değerinde, aynı faktörün diğer seviyesine göre farklı bir değişim oluşturuyorsa bu iki faktör arasında bir etkileşim vardır [16].

4.3.1. Faktör etkilerinin hesaplanması

A ve B faktörlerinin her birinin 2 seviyeden oluştuğu 2^2 ($2^1 \times 2^1$) faktörlü tasarımda; a, b ve ab sembolleri ile n tekrarın bütün kombinasyonlarındaki toplamı gösterilmektedir. Şekil 4.1’de 2^2 faktörlü tasarım kombinasyonları görülmektedir [17].



Şekil 4.1. 2^2 Tasarım kombinasyonları [17]

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 değer in ortalaması A'nın ana etkisine eşittir.

$$\begin{aligned}
 A &= \frac{[ab-b] + [a-(1)]}{2n} \\
 &= \frac{ab + a - b - (1)}{2n} \tag{3.1}
 \end{aligned}$$

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.

$$B = \frac{[ab - a] - [b - (1)]}{2n}$$

$$= \frac{ab + b - a - (1)}{2n} \quad (3.2)$$

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

$$AB = \frac{[ab - b] - [a - (1)]}{2n}$$

$$= \frac{ab + (1) - a - b}{2n} \quad (3.3)$$

Alternatif olarak AB'yi; B'nin, A'nın yüksek düzeyi ve B'nin, A'nın düşük düzeyi arasındaki ortalamaları farkı olarak da tanımlayabiliriz [17].

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 4.1'de 2 faktörlü deney için ANOVA Çizelgesi görülmektedir.

Çizelge 4.1. 2 faktörlü deney için ANOVA Çizelgesi [17]

Faktörler (Değişkenlik kaynakları)	Serbestlik derecesi (DF)	Hata kareler toplamı (Seq SS)	Hata kareler ortalaması (MS)	F ₀ , F değeri
A	a-1	SS _A	$MS_A = \frac{SS_A}{a-1}$	$F_0 = \frac{MS_A}{MS_E}$
B	b-1	SS _B	$MS_B = \frac{SS_B}{b-1}$	$F_0 = \frac{MS_B}{MS_E}$
Etkileşim	(a-1)(b-1)	SS _{AB}	$MS_{AB} = \frac{SS_{AB}}{(a-1)(b-1)}$	$F_0 = \frac{MS_{AB}}{MS_E}$
Hata	ab(n-1)	SS _E	$MS_E = \frac{SS_E}{ab(n-1)}$	
Toplam	abn-1	SS _T		

n: Tekrar sayısı

a: A faktörünün seviyesi

b: B faktörünün seviyesi

ANOVA (Varyans Analizi) çeşitli popülasyonların ortalamaları arasındaki farkları tanımlamak için kullanılan istatistiksel metottür. Değişik davranışları temsil eden popülasyonların ortalamaları arasındaki farkları belirlemek için tasarlanmıştır. Çeşitli sayıda popülasyonun ortalamalarının eşitliği eş zamanlı olarak ya da birlikte test edilir. ANOVA çeşitli sayıda popülasyonun ortalamalarının eşit olup olmadığını popülasyon varyansının iki tahmincisine bakarak test eder [19].

4.3.2. Faktöriyel düzenin fayda ve zararları

Tek faktörün göz önünde tutulduğu deneyler sadece yetersiz olmakla kalmayıp, yanlış bazı tahminlerde bulunulmasına yol açmaktadır [20].

Araştırma konusu bir faktörün tek başına ele alınması halinde ortaya çıkan belirli bir yöndeki etkisi ikinci bir faktörün varlığıyla yok olabilir veya yön değiştirebilir. Faktörler arasındaki söz konusu etki, uygun bir faktöriyel tasarımla yürütülecek deney sonucunda açıklığa kavuşturulabilir. Halbuki tek faktörün esas alındığı bir deney tasarımıyla ulaşılabilecek sonuç yanıltıcı veya fayda sağlamaktan uzak olabilir [20].

Diğer taraftan bir faktöriyel deney hem istatistik, hem maddi bakımdan genellikle ekonomik olmaktadır; 2 x 2 x 2 şeklindeki bir faktöriyel tasarımda 3 tekrar sağlandığında, mesela A faktörünün esas etkisi bu faktörü içeren 12 gözlem ile içermeyen 12 gözlem arasındaki farka dayandırılmaktadır. Böylelikle 24 gözlemden her birinin söz konusu etkinin değerlendirilmesinde payı olmaktadır [20].

Faktöriyel tasarımın yukarıda açıklanan faydaları yanında bazı sakıncaları da vardır. Bir tek deneyde çok fazla faktörün göz önünde bulundurulması, denemenin çok geniş tutulmasını gerektirecektir. Çok sayıdaki faktörler arası etkinin yorumlanması genellikle zor olmaktadır [20].

4.3.3. Deney tasarımının seramiklerde kullanımı

Seramik üretim sürecinde son yıllarda istatistiksel teknikler başarıyla uygulanmaktadır. Bu tekniklerin en iyilerinden biri 2^k faktörlü deney tasarımıdır. Zauberas ve Boschi'nin çalışmasında, porselen karo üretimi için presleme basıncının, maksimum pişme sıcaklığının ve fırın rejiminin 2^3 faktörlü deney tasarımı ile pişme küçülmesi, su emme, kırılma tokluğu ve deformasyona olan etkisi, araştırılmıştır. Pratik durumlarda, bilinen ve istenilen hedefe ulaşmak için değiştirilecek en uygun faktör ve etkinin büyüklüğü belirlenmiştir [21]. Bondioli ve arkadaşlarının çalışmasında porselen karo üretimi için presleme basıncının, maksimum pişme sıcaklığının ve fırın rejimi süresinin pişme küçülmesi üzerindeki etkisi başarıyla onaylanan matematiksel model temellerinde belirlenmiştir. Pişme küçülmesini etkileyen faktörlerin modellenmesinde iki seviyeli çok faktörlü deney tasarımı kullanılmıştır. Sonuçlar sınırlı sayıdaki testler ile pişme küçülmesine değişik faktörlerin etkisini tanımlamanın mümkün olduğunu göstermiştir. Aynı deneysel sonuçları kullanarak matematiksel model elde edilmiştir. Sonuçta iki seviyeli çok faktörlü deney tasarımının porselen karo gibi seramik sistemlerin çalışılmasında etkin bir yöntem olduğu görülmüştür [22]. Rocak ve arkadaşlarının çalışmasında, organik fazların (bağlayıcı ve iki plastikleştirici) ZnO çamur viskozitesi ve yaş şerit özellikleri üzerindeki etkisi 2^3 faktörlü deney tasarımı kullanılarak araştırılmıştır. Analizler sonucunda bağlayıcı (PVB) ve plastikleştiricilerin (PEG ve DEHP) çamur viskozitesi ve yaş şerit yoğunluğuna önemli bir etkisi olmadığı görülmüştür. Bağlayıcı PVB ve plastikleştirici PEG' in ikili etkileşiminin şerit yapışması üzerinde etkisi olduğunu tespit etmişlerdir. Şerit taşıyıcısından yaş şeridin kolay ayrılmasını sağlamak için PEG konsantrasyonunun bağlayıcı miktarının minimum ve maksimumu kullanılmasıyla optimize edilmesi gerekmektedir [23].

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 [24]. Ay ve çalışma grubu, Isparta pomzasının şeffaf kiremit sırtı bileşiminde kullanılmasıyla ilgili karışım deney tasarımı yapmışlardır. Çalışmalarında, pişmiş numunelerden parlaklık, kırmızılık, sertlik değerleri ölçülmüş, analiz edilen sonuçlara göre incelenen özelliklerin hepsi için kuadratik modelin uygun olduğu belirlenmiştir [25]. Göncü ve çalışma grubu ise Nevşehir pomzasının yer karosu şeffaf ve mat sırlarında alternatif ergitici olarak kullanılabilirliğini araştırmışlardır. Deneyler, karışım deneyleri olarak tasarlanmıştır. Nevşehir pomzasının yarı şeffaf ve mat sırlara etkisinin incelenmesi için standart reçetede firit yerine %20, %40, %60, %80 ve %100 oranlarında pomza ilave edilmiştir. 1185°C'de pişirilen karoların parlaklık, renk ve sertlik değerleri ölçülmüştür. Yarı şeffaf sırlarda parlaklığın %42 pomza ilavesine kadar yarı şeffaf özelliğini koruduğu, mat sırların parlaklığına pomzanın etkisinin dikkate alınmayacak ölçüde küçük olduğu, pomzada bulunan Fe_2O_3 'ün yarı şeffaf ve mat sırlarda beyazlık değerini (L^*) olumsuz yönde etkilediği, yarı şeffaf sırlarda pomza artışının sertliği arttırdığı, mat sırlarda ise pomzanın sertliğe önemli bir etkisinin olmadığı belirlenmiştir [26]. Correia ve arkadaşları karışım deney tasarımıyla inceledikleri üçlü seramik bünyelerde pişme küçülmesi ve su emme için optimum değerleri belirlemişlerdir [24].

5. DENEYSEL ÇALIŞMALAR

5.1. Deney Tasarımı

Bu çalışmada çok faktörlü deney tasarımı ile dört ana faktör etkisi (şekillendirme basıncı, pişirme sıcaklığı, en yüksek sıcaklıkta bekleme süresi, ısıtma hızı) ve bunların birbiriyle olan etkileşimi dört tekrar yapılarak incelenmiştir. Çizelge 5.1.' de incelenen faktörler ve seviyeleri görülmektedir.

Çizelge 5.1. İncelenen faktörler ve seviyeleri

Faktörler	Seviyeler		
	I	II	III
Basınç (bar)	145	165	225
Sıcaklık (°C)	1180	1210	-
Süre (dk)	3	6	-
Hız (°C/dk)	30	40	-

Deneyde incelenen ana faktörler;

A: Basınç

B: Sıcaklık

C: Süre

D: Hız

Etkileşim faktörleri ana faktörler kullanılarak ifade edilmiştir.

AB: Basınç*Sıcaklık

AC: Basınç*Süre

AD: Basınç*Hız

BC: Sıcaklık*Süre

BD: Sıcaklık*Hız

CD: Süre*Hız

ABC: Basınç*Sıcaklık*Süre

ABD: Basınç*Sıcaklık*Hız

ACD: Basınç*Süre*Hız

BCD: Sıcaklık*Süre*Hız

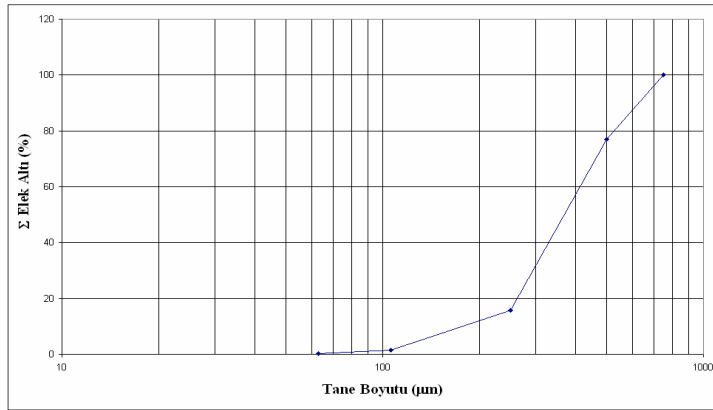
ABCD: Basınç*Sıcaklık*Süre*Hız

5.2. Kullanılan Hammaddeler

Yapılan deneylerde Hitit Seramik A.Ş.'den temin edilen yer karosu granülleri kullanılmıştır. Granüllerin XRF ile yapılan kimyasal analizi Çizelge 5.2'de görülmektedir. Granüllerin tane boyut dağılımı Şekil 5.1'de verilmiştir.

Çizelge 5.2. Yer karosu granüllerinin kimyasal analizi

Oksit	w %	Oksit	w %
SiO ₂	68,5327	TiO ₂	0,5876
Al ₂ O ₃	17,8528	Fe ₂ O ₃	1,6173
Na ₂ O	4,7963	SO ₃	0,0481
K ₂ O	1,1802	ZrO ₂	0,0243
MgO	0,6712	ZnO	0,0093
CaO	0,7814	SrO	0,0179
P ₂ O ₅	0,0869	A.Z.	3,778



Şekil 5.1. Granüllerin tane boyut dağılımı

5.3. Kullanılan Cihazlar

Deneylerde nem ölçümleri Sartorius marka nemölçer cihazında, şekillendirme işlemi Gabrielli marka tek yönlü kuru preste, sinterleme laboratuvar tipi Nabertherm LS12/13 hızlı pişirim fırınında, mukavemet ölçümleri Gabrielli

Crometro mukavemet cihazlarında yapılmıştır. Yoğunluk ölçümlerinde Archimed prensibi kullanılmıştır. Pişirilen numunelerin kromatik koordinatları (L^* , a^* , b^*) Minolta CM-3600d renk ölçüm cihazı ile, faz analizi Rigaku Rint 2200-H serisi x-ışınları difraktometresinde (XRD), mikroyapıların incelenmesi Zeiss marka taramalı elektron mikroskopunda (SEM), kimyasal analizler XRF ve EDX ile yapılmıştır.

5.4. Numunelerin Hazırlanması

Yer karosu granüllerinin nem değerleri ölçülmüştür. Şekillendirme için kullanılan granüllerin nem oranı %4,5-5'dir. Granüller tek yönlü kuru preste 145, 165 ve 225 bar basınçla 100mm x 200mm boyutunda şekillendirilmiştir. Şekillendirilen karolar etüvde kurutulmuştur. Her basınç seviyesinde deney tasarımına göre pişirmek için 32'şer adet ve kuru mukavemet için üçer adet karo basılmıştır. Şekillendirilen ürünler 1180°C ve 1210°C' de sinterlenmiştir. Bu sıcaklıklara 30 ve 40°C/dk hız ile çıkmıştır. En yüksek sıcaklıkta bekleme süreleri ise 3 ve 6 dakikadır. Deney tasarımında kullanılan faktörler ve seviyeleri numune kodlarına göre Çizelge 5.3.'de verilmiştir.

5.5. Numunelere Yapılan Testler

5.5.1. % Küçülme değerinin belirlenmesi

Hazırlanan 100mm x 200mm ebatlarındaki karoların ham, kuru ve pişmiş boyutları kumpas yardımıyla ölçülmüş ve her bir numunenin % kuru küçülmesi, % pişme küçülmesi ve % toplam küçülme değerleri Eşitlik (5.1), (5.2) ve (5.3) kullanılarak hesaplanmıştır.

$$\% \text{ Kuru Küçülme} = \left(\frac{l_0 - l_1}{l_0} \right) \times 100 \quad (5.1)$$

$$\% \text{ Pişme Küçülmesi} = \left(\frac{l_1 - l_2}{l_1} \right) \times 100 \quad (5.2)$$

$$\% \text{ Toplam K   lme} = \left(\frac{l_0 - l_2}{l_0} \right) \times 100 \quad (5.3)$$

l_0 : Yaş numune boyu (mm)

l_1 : Kuru numune boyu (mm)

l_2 : Pişmiş numune boyu (mm)

Çizelge 5.3. Numune kodlarına göre fakt r seviyeleri

Kodlar	Basınç	Sıcaklık	S�re	Hız
G1	2	2	2	2
G2	1	2	2	2
G3	2	1	2	2
G4	2	2	1	2
G5	2	2	2	1
G6	2	2	1	1
G7	2	1	1	2
G8	1	1	2	2
G9	1	2	1	2
G10	1	2	2	1
G11	2	1	2	1
G12	1	1	1	2
G13	2	1	1	1
G14	1	2	1	1
G15	1	1	2	1
G16	1	1	1	1
G17	3	2	2	2
G18	3	1	2	2
G19	3	2	1	2
G20	3	2	2	1
G21	3	2	1	1
G22	3	1	1	2
G23	3	1	2	1
G24	3	1	1	1

5.5.2. Renk  lçümü

Pişmiş numunelerin kromatik koordinatlarının L^* , a^* , b^* deęerleri  lç lm şt r.

5.5.3. Su emme

Sinterlenen karolardan kesilen numuneler TS EN ISO 10545-3 standardına göre, kuru ağırlıkları tartıldıktan sonra saf su içerisinde 2 saat kaynatılmıştır. Su soğuduktan sonra karolar su içerisinde teker teker alınıp bir bez yardımıyla hafifçe kurularak yaş tartımları yapılmıştır. Su emme oranları Eşitlik (5.4) ile hesaplanmıştır.

$$\% \text{ Su emme} = \left(\frac{W_c - W_a}{W_a} \right) \times 100 \quad (5.4)$$

W_a : Kuru numunenin havadaki ağırlığı

W_c : Su ile sızdırılmış numunenin havadaki ağırlığı

5.5.4. Yoğunluk ve % görünür gözenek ölçümü

Sinterlenen numunelerin Archimed prensibine göre yığınsal ve görünen yoğunlukları ile % görünür gözenekleri Eşitlik (5.5), (5.6) ve (5.7) kullanılarak hesaplanmıştır.

$$\text{Yığınsal yoğunluk } B = \left(\frac{W_a}{W_c - W_b} \right) \times D_{H_2O} \quad (5.5)$$

$$\text{Görünür yoğunluk } T = \left(\frac{W_a}{W_a - W_b} \right) \times D_{H_2O} \quad (5.6)$$

$$\% \text{ Görünür gözenek } P = \left(\frac{W_c - W_a}{W_c - W_b} \right) \times 100 \quad (5.7)$$

W_a : Kuru numunenin havadaki ağırlığı

W_b : Su ile sızdırılmış numunenin asılı haldeki ağırlığı

W_c : Su ile sızdırılmış numunenin havadaki ağırlığı

5.5.5. 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

yükle kırılıncaya kadar basınç uygulanmış ve Eşitlik (5.8) kullanılarak kuru mukavemet ve pişmiş mukavemet belirlenmiştir.

$$\sigma = \left(\frac{3xPxL}{2xbxd^2} \right) \quad \text{N/mm}^2 \quad (5.8)$$

P: kırılma mukavemeti (N)

L: destekler arası uzaklık (mm)

b: numunenin kırılan yüzeyinin eni (mm)

d: numunenin kırılan yüzeyindeki yükseklik (mm)

5.5.6. Faz analizi

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 2θ , 5° 'den 60° 'ye $2^\circ/\text{dk}$ ile tarama yapılarak incelenmiştir.

5.5.7. Mikroyapı analizi

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

30 saniye süreyle %5 HF solüsyonuna batırılarak dağlanan numunelerin yüzeyleri SEM'de iletkenlik sağlamak amacı ile vakum ortamı altında çok ince bir altın/paladyum tabakasıyla kaplanmıştır. Numunelerde oluşan kristallerin kimyasal analizi EDX ile yapılmıştır.

6. DENEY SONUÇLARI VE TARTIŞMALAR

Deneyde $2^3 3^1$ çok faktörlü deney tasarımı ile dört ana faktör etkisi ve bunların birbirleriyle olan etkileşimi dört tekrar yapılarak incelenmiştir. Hazırlanan numunelerin küçülme, renk, mukavemet, yoğunluk, gözenek ve su emme değerleri ölçülmüştür. Faktöriyel deney tasarımıyla belirlenen esaslara göre deneyler rassal sırada yapılmış ve elde edilen sonuçlar, Çizelge 6.1.'de verilmiştir. Numuneler numune kodu ve tekrar sayısı ile gösterilmiştir, örneğin G1 kodlu numuneye ait tekrar G1T0, G1T1, G1T2, G1T3' tür.

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

$$H_a: \beta_1 \neq \beta_2 \neq \dots \neq \beta_k \quad (6.1)$$

1, 2, ... , k : Faktörlerin seviyeleri

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

Eşitlik 6.1'e göre pişirme mukavemeti için pişirme sıcaklığındaki değişimi örnek olarak ifade edersek;

$$H_0: \beta_{(1180)} = \beta_{(1210)}$$

$$H_a: \beta_{(1180)} \neq \beta_{(1210)}$$

$\beta_{(1180)}$: Pişirme sıcaklığı 1180 °C olduğunda pişirme mukavemetleri ortalaması

$\beta_{(1210)}$: Pişirme sıcaklığı 1210 °C olduğunda pişirme mukavemetleri ortalaması

H_0 hipotezi, pişirme sıcaklığı 1180°C olduğunda pişirme mukavemetleri ortalaması ile pişirme sıcaklığı 1210°C olduğunda pişirme mukavemetleri ortalaması arasında bir fark olmadığını, H_a hipotezi ise bu ortalamalar arasındaki farkın anlamlı olduğunu ifade etmektedir. Bu hipotezler, tüm ana faktörler ve etkileşimlerinin seviyeleri arasında fark olup olmadığı hipotezi üzerine kurulmuştur.

Çizelge 6.1. Deney sonuçları

Numune	%Kuru Kütüleme	%Pişme Kütülemesi	% Toplam Kütüleme	L*	a*	b*	Pişme Mukavemeti (N/mm ²)	Yığımsal Yoğunluk (gr/cm ³)	Görünür Yoğunluk (gr/cm ³)	%Görünür Gözenek	%Su Emme
G16T0	0,0347	5,7008	5,7335	67,73	7,28	21,22	26,513	2,1902	2,5129	12,8395	5,8620
G12T0	0,0347	5,4927	5,5255	67,80	7,16	21,03	25,894	2,1909	2,5114	12,7593	5,8236
G15T0	0,0248	6,0417	6,0650	64,54	6,03	19,36	29,231	2,2495	2,4498	8,1767	3,6348
G8T0	0,0248	6,0999	6,1232	65,34	6,11	19,28	29,452	2,2558	2,4281	7,0956	3,1454
G14T0	0,0347	6,5793	6,6118	62,70	5,44	17,95	30,479	2,2855	2,4160	5,3999	2,3625
G9T0	0,0297	6,5489	6,5767	63,10	5,39	17,91	31,488	2,3012	2,4160	4,7492	2,0637
G10T0	0,0794	7,2485	7,3221	58,88	3,91	14,97	32,528	2,2339	2,3761	5,9849	2,6791
G2T0	0,0496	7,0155	7,0617	59,09	4,09	15,22	33,375	2,3268	2,3656	1,6412	0,7053
G13T0	0,0397	5,4277	5,4652	67,22	7,23	21,44	27,467	2,2071	2,4971	11,6132	5,2615
G7T0	0,0149	5,5340	5,5500	67,30	6,90	20,73	26,744	2,2289	2,4774	10,0304	4,5000
G11T0	0,0397	6,0905	6,1278	64,41	6,12	19,59	31,310	2,2635	2,4346	7,0290	3,1053
G3T0	0,0347	5,8114	5,8441	65,05	6,33	19,75	28,744	2,2462	2,4497	8,3066	3,6979
G6T0	0,0149	6,5787	6,5926	61,55	5,35	17,95	32,539	2,3000	2,4211	5,0007	2,1741
G4T0	0,0645	6,3322	6,3926	62,24	5,23	17,30	32,467	2,2786	2,4020	5,1399	2,2557
G5T0	0,0198	7,3300	7,3484	57,76	3,61	14,24	36,509	2,3463	2,3672	0,8804	0,3752
G1T0	0,0149	7,2318	7,2456	58,48	3,99	14,91	35,911	2,3373	2,3787	1,7428	0,7456
G24T0	0,0298	5,6052	5,6332	66,62	7,00	20,78	32,656	2,2493	2,4622	8,6440	3,8428
G22T0	0,0248	5,1882	5,2117	66,71	7,00	20,82	33,634	2,2564	2,4528	8,0069	3,5484
G23T0	0,0297	6,0501	6,0780	63,70	5,79	18,68	37,288	2,3003	2,4147	4,7394	2,0603
G18T0	0,0347	5,9445	5,9772	62,76	5,64	18,55	36,906	2,3070	2,4080	4,1946	1,8181
G21T0	0,0496	6,3275	6,3740	60,03	4,52	16,09	38,370	2,3381	2,3901	2,1768	0,9309
G19T0	0,0298	6,2515	6,2794	61,05	4,95	16,92	37,845	2,3408	2,4162	3,1203	1,3329
G20T0	0,0347	6,6485	6,6809	57,67	3,71	14,37	43,304	2,3516	2,3619	0,4389	0,1866
G17T0	0,0347	6,7289	6,7553	58,01	3,69	14,45	44,664	2,3538	2,3660	0,5150	0,2188

Çizelge 6.1. (Devam) Deney sonuçları

Numune	%Kuru Küçülme	%Pişme Küçülmesi	% Toplam Küçülme	L*	a*	b*	Pişme Mukavemeti (N/mm ²)	Yığımsal Yoğunluk (gr/cm ³)	Görünür Yoğunluk (gr/cm ³)	%Görünür Gözenek	%Su Emme
G16T1	0,0397	5,6421	5,6796	66,94	6,97	21,26	25,867	2,2268	2,4785	10,156	4,5609
G12T1	0,0496	5,5561	5,6029	68,07	7,16	21,03	27,315	2,2028	2,4778	11,096	5,0373
G15T1	0,0496	6,3741	6,4206	63,34	5,73	18,72	30,804	2,2793	2,4217	5,8806	2,5799
G8T1	0,0198	6,4226	6,4412	63,73	5,90	19,17	29,506	2,2715	2,4319	6,5939	2,9028
G14T1	0,0347	6,8024	6,8348	61,58	5,02	17,22	31,975	2,2900	2,3805	3,8018	1,6601
G9T1	0,0446	6,4222	6,4639	63,22	5,57	18,20	31,823	2,2659	2,4177	6,2803	2,7716
G10T1	0,0496	7,3969	7,4428	58,16	3,54	14,15	35,932	2,3312	2,3615	1,2815	0,5496
G2T1	0,0495	7,3383	7,3842	57,83	3,67	14,35	37,194	2,3450	2,3630	0,7601	0,3241
G13T1	0,0397	5,6357	5,6732	67,28	6,98	20,72	28,945	2,2379	2,4767	9,6406	4,3077
G7T1	0,0347	5,4475	5,4803	68,14	7,23	21,59	27,366	2,1959	2,5103	12,521	5,7021
G11T1	0,0198	6,2767	6,2953	63,35	5,66	18,69	31,554	2,2768	2,4004	5,1500	2,2619
G3T1	0,0595	6,0937	6,1496	65,01	6,21	19,67	29,058	2,2727	2,4277	6,3852	2,8094
G6T1	0,0099	6,7431	6,7523	60,98	4,94	16,84	32,359	2,3132	2,3969	3,4927	1,5098
G4T1	0,0248	6,6581	6,6812	61,27	4,93	16,78	31,801	2,2913	2,4155	5,1429	2,2445
G5T1	0,0397	7,0235	7,0603	58,21	3,94	15,08	37,052	2,3454	2,3719	1,1176	0,4764
G1T1	0,0149	7,2318	7,2456	58,59	3,79	14,59	32,980	2,3399	2,3774	1,5800	0,6752
G24T1	0,0099	5,1942	5,2036	67,41	7,25	21,17	32,653	2,2337	2,4807	9,9549	4,4565
G22T1	0,0198	5,5556	5,5743	67,56	7,32	21,28	31,598	2,2396	2,4771	9,5862	4,2802
G23T1	0,0347	5,7277	5,7605	64,42	6,24	19,42	34,969	2,2829	2,4115	5,3315	2,3353
G18T1	0,0194	6,1259	6,1446	62,56	5,74	18,42	36,291	2,2979	2,4014	4,3075	1,8745
G21T1	0,0397	6,3012	6,3383	61,80	5,20	17,41	38,932	2,3124	2,3988	3,6040	1,5585
G19T1	0,0248	6,0486	6,0719	62,44	5,60	18,08	37,316	2,3047	2,4008	4,0030	1,7368

Çizelge 6.1. (Devam) Deney sonuçları

Numune	%Kuru Kütüleme	%Pişme Kütülemesi	% Toplam Kütüleme	L *	a*	b*	Pişme Mukavemeti (N/mm ²)	Yığımsal Yoğunluk (gr/cm ³)	Görünür Yoğunluk (gr/cm ³)	%Görünür Gözenek	%Su Emme
G20T1	0,0347	6,5307	6,5632	58,67	4,06	15,12	41,393	2,3432	2,3666	0,9883	0,4217
G17T1	0,0248	6,6386	6,6617	58,85	4,09	15,09	41,317	2,3480	2,3713	0,9812	0,4178
G16T2	0,0645	5,6770	5,7378	66,62	6,92	20,74	26,62	2,2207	2,4772	10,3520	4,6615
G12T2	0,0149	5,6052	5,6193	68,11	7,07	21,18	26,26	2,2125	2,4779	10,7110	4,8413
G15T2	0,0099	5,9953	6,0047	65,26	6,15	19,40	31,81	2,2470	2,4512	8,3322	3,7081
G8T2	0,0347	6,0090	6,0438	65,67	6,48	20,15	30,33	2,2391	2,4650	9,1673	4,0941
G14T2	0,0149	6,5935	6,6074	62,26	5,30	17,77	33,45	2,2779	2,3979	5,0036	2,1964
G9T2	0,0248	6,7666	6,7897	62,98	5,43	17,90	31,07	2,2716	2,3965	5,2107	2,2938
G10T2	0,0298	7,3364	7,3640	58,71	3,84	14,74	35,81	2,3231	2,3653	1,7852	0,7684
G2T2	0,0397	7,2226	7,2595	59,10	4,15	15,35	34,63	2,3350	2,3838	2,0451	0,8758
G13T2	0,0347	5,7457	5,7805	67,23	7,00	21,11	29,76	2,2128	2,4689	10,3700	4,6864
G7T2	0,0496	5,4784	5,5252	68,61	7,35	21,56	27,23	2,1908	2,5130	12,8200	5,8519
G11T2	0,0198	6,1123	6,1322	64,39	6,15	19,63	31,78	2,2655	2,4427	7,2560	3,2027
G3T2	0,0496	6,0230	6,0510	64,93	6,06	19,36	30,85	2,2798	2,4092	5,3701	2,3554
G6T2	0,0248	6,9479	6,9709	60,52	4,84	16,78	31,72	2,3032	2,3851	3,4309	1,4895
G4T2	0,0198	6,5863	6,6048	63,20	5,60	18,33	31,11	2,2832	2,4295	6,0241	2,6384
G5T2	0,0149	7,0103	7,0242	58,77	4,02	15,04	34,03	2,3322	2,3836	2,1563	0,9245
G1T2	0,0347	7,3449	7,3771	57,73	3,77	14,35	34,45	2,3321	2,3731	1,7281	0,7410
G24T2	0,0248	5,6809	5,7044	65,56	6,89	20,41	33,77	2,2572	2,4555	8,0789	3,5791
G22T2	0,0248	5,1091	5,1339	67,87	7,57	21,85	32,30	2,2319	2,4843	10,1600	4,5523
G23T2	0,0347	6,0145	6,0471	63,26	5,80	18,59	36,12	2,2994	2,4054	4,4052	1,9157

Çizelge 6.1. (Devam) Deney sonuçları

Numune	%Kuru Kütüleme	%Pişme Kütülemesi	% Toplam Kütüleme	L*	a*	b*	Pişme Mukavemeti (N/mm ²)	Yiğinsal Yoğunluk (gr/cm ³)	Görünür Yoğunluk (gr/cm ³)	%Görünür Gözenek	%Su Emme
G16T3	0,0447	5,3970	5,4392	68,34	7,28	21,53	27,159	2,1939	2,5050	12,4200	5,6612
G12T3	0,0149	5,4847	5,4987	68,26	7,45	21,81	26,295	2,1830	2,5171	13,2710	6,0790
G15T3	0,0447	5,7854	5,8324	64,29	5,84	19,00	29,664	2,2705	2,3993	5,3697	2,3649
G8T3	0,0496	6,2577	6,3043	63,96	6,01	19,23	29,938	2,2709	2,4345	6,7176	2,9580
G14T3	0,0794	6,7637	6,8377	61,41	4,81	16,87	32,267	2,3026	2,3866	3,5189	1,5282
G9T3	0,0248	6,4734	6,4966	63,31	5,69	18,38	30,399	2,2692	2,4209	6,2664	2,7615
G10T3	0,0446	7,4754	7,5167	58,15	3,55	14,20	36,987	2,3332	2,3552	0,9308	0,3989
G2T3	0,0546	7,3357	7,3863	57,68	3,65	14,35	35,553	2,3376	2,3589	0,9040	0,3867
G13T3	0,0297	5,5407	5,5688	67,98	7,15	21,35	27,115	2,2075	2,4841	11,1320	5,0426
G7T3	0,0397	5,0444	5,0821	68,54	7,41	21,65	27,869	2,1820	2,5225	13,4992	6,1864
G11T3	0,0347	6,3200	6,3625	63,05	5,72	18,72	30,654	2,2832	2,4070	5,1405	2,2513
G3T3	0,0595	5,9302	5,9862	64,50	6,12	19,61	29,594	2,2432	2,4323	7,7742	3,4655
G6T3	0,0446	6,2407	6,2825	61,71	5,17	17,51	31,776	2,2724	2,3980	5,2367	2,3044
G4T3	0,0545	6,3511	6,4022	62,91	5,68	18,41	29,765	2,2820	2,4088	5,2655	2,3073
G5T3	0,0397	7,1804	7,2173	58,15	3,69	14,42	37,559	2,3472	2,3660	0,7973	0,3396
G1T3	0,0595	7,1152	7,1705	58,40	3,91	14,68	33,730	2,3368	2,3787	1,7615	0,7537
G24T3	0,0496	5,3819	5,4289	67,69	7,41	21,59	30,866	2,2241	2,4885	10,6247	4,7769
G22T3	0,0198	5,2901	5,3089	67,79	7,40	21,35	31,252	2,2303	2,4817	10,1299	4,5418
G23T3	0,0446	5,6796	5,7216	64,71	6,42	19,88	32,467	2,2862	2,4195	5,5079	2,4091
G18T3	0,0297	5,7044	5,7324	65,63	6,66	20,12	34,671	2,2610	2,4439	7,4804	3,3083
G21T3	0,0347	6,0997	6,1323	61,88	5,25	17,56	37,800	2,3632	2,4003	1,5431	0,6529

Çizelge 6.1. (Devam) Deney sonuçları

Numune	%Kuru Küçülme	%Pişme Küçülmesi	% Toplam Küçülme	L*	a*	b*	Pişme Mukavemeti (N/mm ²)	Yığmsal Yoğunluk (gr/cm ³)	Görünür Yoğunluk (gr/cm ³)	%Görünür Gözenek	%Su Emme
G19T3	0,0198	6,1957	6,2144	62,74	5,52	17,85	38,041	2,3026	2,4025	4,1588	1,8060
G20T3	0,0347	6,6716	6,7040	58,84	4,06	15,01	41,315	2,3492	2,3732	1,0098	0,4298
G17T3	0,0347	6,5539	6,5863	58,80	4,10	15,00	41,693	2,3491	2,3716	0,9505	0,4046

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, $\alpha=0,01$ anlam seviyesine göre yapılmıştır. H_0 red bölgesinin oranı P değeri ile belirtilmektedir. Faktör ana etki ve etkileşimlerinin P değeri 0,01'den büyük ise bu etkileşim ve etkiler hata terimine eklenir. P değeri 0,01'den küçük olan faktör ana etki ve etkileşimlerinden F değeri en büyük olan en etkindir.

6.1. Kuru Mukavemet

Çizelge 6.2.'de üç farklı basınçta şekillendirilen numunelerin kuru mukavemetleri görülmektedir. Kuru mukavemet değerlerinden şekillendirme basıncının artmasının kuru mukavemeti arttırdığı ortaya çıkmaktadır.

Çizelge 6.2. Kuru mukavemet sonuçları

Basınç (bar)	Numune	σ_{kuru} (N/mm ²)	σ_{ort} (N/mm ²)	$\pm \Delta\sigma$
145	1	2,500	2,558	0,0618
	2	2,623		
	3	2,550		
165	1	2,844	2,772	0,1402
	2	2,861		
	3	2,610		
225	1	3,225	3,191	0,0375
	2	3,151		
	3	3,199		

6.2. Boyut Ölçüm Sonuçları

6.2.1 % Kuru küçülme

% Kuru küçülme sonuçları pişme işlemine ait faktörleri içermediğinden sadece şekillendirme parametresi olan basınç faktörü göz önüne alınarak irdelenmiştir. Basıncın etkisi tek faktör üç seviye deney tasarımı ile dört tekrar

yapılarak incelenmiştir. Genellikle hata teriminin, tüm denemeler yada düzeyler için aynı varyanslı, sıfır ortalamalı normal ve bağımsız dağıldığı düşünülür. Kullanılan istatistiksel modelin uygunluğunu kontrol etmek için; normal dağılım, bağımsızlık, sabit varyans (Homojenlik varsayımı) varsayımları incelenmiştir. ANOVA Çizelgesinde gerçekleştirdiğimiz F testi, hata teriminin normal dağılım varsayımını ihlal etmesine hassas değildir. Yani, normal dağılım varsayımı yaklaşık olarak doğru ise ANOVA yaklaşımını kullanabiliriz. Normal dağılım varsayımını kontrol etmek için normal olasılık grafiğine bakarız. Eğer grafikteki artık değerler yaklaşık olarak aynı doğru üzerinde iseler normal dağılım varsayımı doğrulanmış kabul edilir. Artık değerler istatistik modelin sağladığı tahmini değer ile ölçülen değer arasındaki farktır. Normalden sapan gözlemlerin olması uygun olmayan bir modelin kullanıldığını veya varyansın homojen olmadığını ifade eder. Şekil 6.1’de % kuru küçülme için normal olasılık grafiği görülmektedir. Grafikteki artık değerler yaklaşık olarak aynı doğru üzerinde olduğundan normal dağılım varsayımı doğrulanmıştır.

İstatistiksel Modeldeki 2. varsayım, hataların birbirinden bağımsız olduklarıdır (Bağımsızlık varsayımı). Bu varsayımı kontrol etmek için artık değerlerin gözlem sırasına göre grafiğini incelemek gerekir. Bu grafik artık değerler arasındaki ilişkinin saptanmasına yardımcı olur. Deneyi yapan kişi deney süresince aynı beceriyi gösteremeye bilir, deney düzensiz hale gelir. Bu durum hata varyansında değişime neden olur. Sabit olmayan varyans ciddi bir problemdir. Artık değerlerin gözlem sırasına göre grafiğinde ard arda 6-8’den fazla sıfırın altında yada üstünde artık değer olursa bağımsızlık varsayımı ihlal edilmiş olabilir. Şekil 6.2’de % kuru küçülme için artık değerler gözlem sırası grafiği verilmektedir. Grafikte ardı ardına 6-8’den fazla sıfırın altında artık değer olduğundan bağımsızlık varsayımı ihlal edilmiş olabilir.

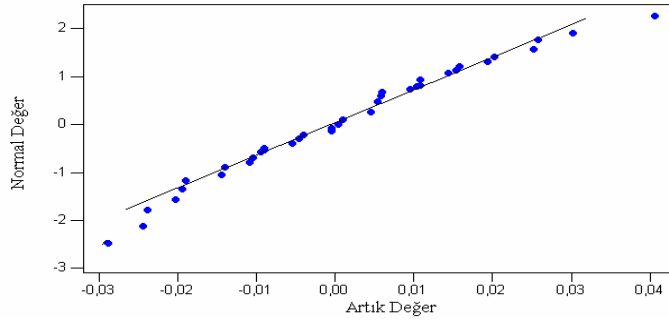
Modeldeki 3. varsayım, hataların varyansının sabit olduğudur. Bunu kontrol etmek için uydurulan değerler-artık değerler grafiğine bakarız. Eğer grafikte artık değerler rasgele dağılmış ise sabit varyans varsayımı kabul edilir. Bu grafikteki bir hata varyansın sabit olmadığını gösterir, uygun olmayan bir modelin kullanıldığını ifade eder. Şekil 6.3’de % kuru küçülme için artık değerler

uydurulan değerler grafiği verilmektedir. Grafikte görülen megafona benzer şekil varyansların eşit olmadığını belirtmektedir.

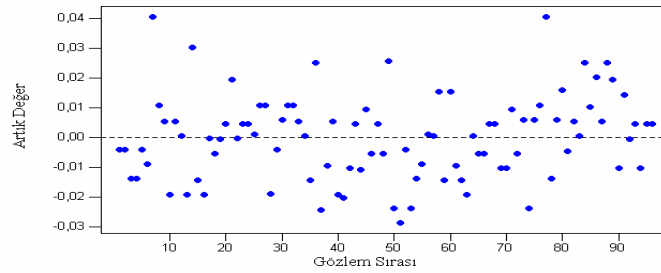
% Kuru küçülme için ANOVA Çizelgesi Çizelge 6.3'dedir. Çizelgeden de görüldüğü gibi P değeri 0,01'den büyük olduğu için basınç değerinin 145, 165 ya da 225 bar olmasının % kuru küçülme'ye etkisi yoktur .

% Kuru küçülmeyi etkileyen faktörlerin modellenmesinde deneysel lineer regresyon kullanılmıştır. Elde edilen matematiksel model Eşitlik (6.1)'de verilmiştir.

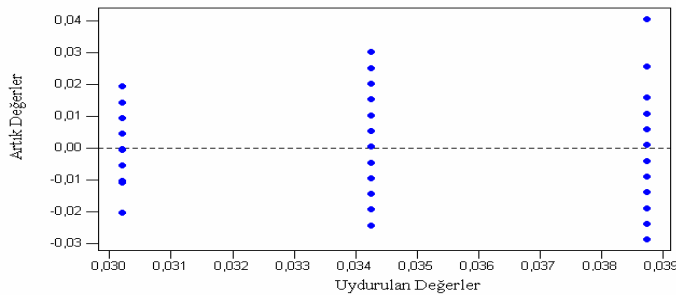
$$\% \text{ Kuru Küçülme} = 0,0344 - 0,00428 \text{ basınç} \quad (6.1)$$



Şekil 6.1. % Kuru küçülme için normal olasılık grafiği



Şekil 6.2. % Kuru küçülme için artık değer-gözlem sırası grafiği



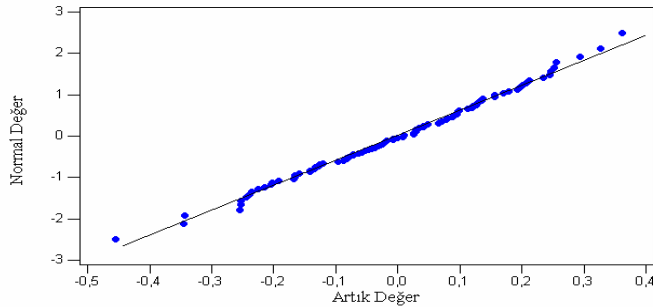
Şekil 6.3. % Kuru küçülme için artık değerler-uydurulan değerler grafiği

Çizelge 6.3. % Kuru küçülme için ANOVA Çizelgesi

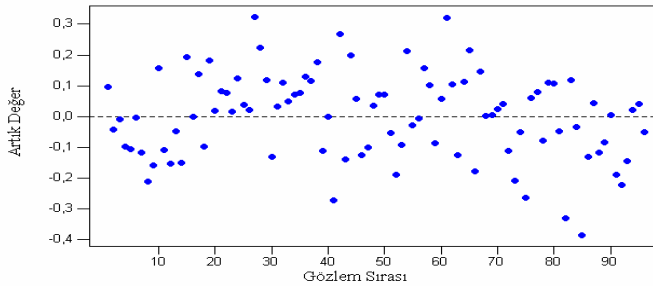
Faktörler	DF	SS	MS	F	P
Basınç	2	0,001172	0,000586	2,860	0,062
Hata	93	0,019068	0,000205		
Toplam	95	0,020240			

6.2.2. % Pişme küçülmesi

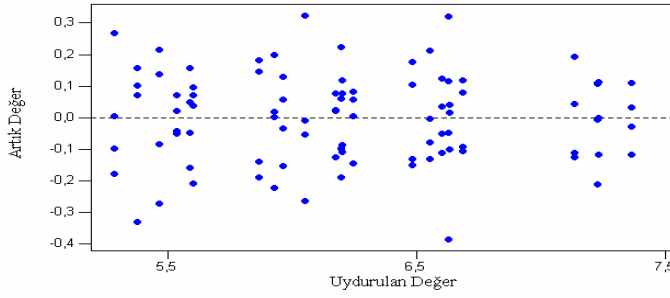
% Pişme küçülmesi için normal olasılık grafiği Şekil 6.4’de görülmektedir. Grafikteki artık değerler yaklaşık olarak aynı doğru üzerinde olduğundan normal dağılım varsayımı doğrulanmıştır. Şekil 6.5’de % pişme küçülmesi için artık değer gözlem sırası grafiği verilmektedir. Grafikte ardı ardına 6-8’den fazla sıfırın altında yada üstünde artık değer olmadığından bağımsızlık varsayımı doğrulanmıştır. Şekil 6.6’da % pişme küçülmesi için artık değerler uydurulan değerler grafiği verilmektedir. Grafik incelendiğinde artık değerlerin rasgele dağıldığı görülmektedir bu varyansların eşit olduğunu göstermektedir.



Şekil 6.4. %Pişme küçülmesi için normal olasılık grafiği



Şekil 6.5. % Pişme küçülmesi için artık değer-gözlem sırası grafiği



Şekil 6.6. % Pişme küçülmesi için artık değerler-uydurulan değerler grafiği

% Pişme küçülmesi için ANOVA Çizelgesi Çizelge 6.4’de verilmektedir. Son ANOVA Çizelgesinden görüldüğü gibi % pişme küçülmesi üzerinde etkin olan faktörler sırasıyla sıcaklık, süre, basınç ve basınç*sıcaklık etkileşimidir. Basınç*sıcaklık etkileşimi (Şekil 6.7) incelendiğinde üç basınç seviyesinde de sıcaklık arttıkça pişme küçülmesinde artış gözlenmiştir. İki sıcaklık seviyesinde de basıncın artması pişme küçülmesinin azalmasına yol açmıştır. Ana etkiler bazında sıcaklık % 64,0 oranıyla (Şekil 6.8 ve Şekil 6.9) en önemli faktördür. Sıcaklık 1180°C’ den 1210°C’ ye yükseldiğinde pişme küçülmesi artmaktadır. Yılmaz ve Çalışkan [27] tarafından yapılan çalışmada % pişme küçülmesi artan pişme sıcaklığıyla birlikte artmıştır. Diğer önemli faktör ise % 20,8 oranıyla en yüksek sıcaklıkta bekleme süresidir. Süre 3 dakikadan 6 dakikaya yükseldiğinde pişme küçülmesi artmıştır. Basıncın pişme küçülmesine etkisi % 6,9’dur. Basıncın 145 bardan 165 bara yükselmesi pişme küçülmesini fazla etkilemese de 225 bara yükselmesi küçülmeyi azaltmıştır.

% Pişme küçülmesini etkileyen faktörlerin modellenmesinde deneysel lineer regresyon kullanılmıştır. Deney parametrelerine ait sonuçlardan bulunan veriler kullanılarak elde edilen matematiksel model Eşitlik (6.2)’de verilmiştir.

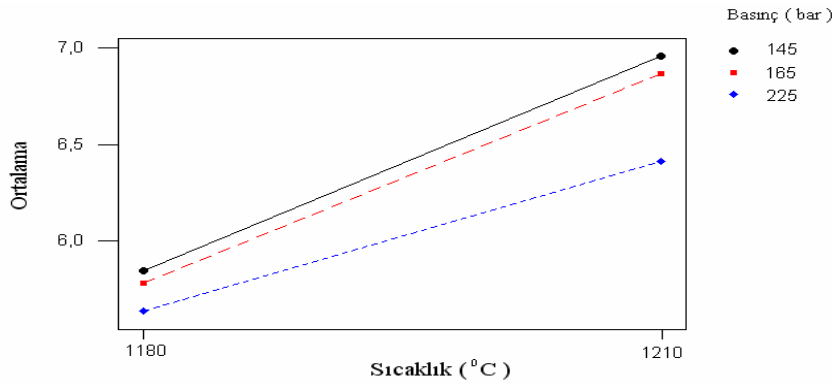
$$\begin{aligned} \% \text{ Pişme Küçülmesi} = & 6,25 - 0,189 \text{ basınç} + 0,496 \text{ sıcaklık} + 0,282 \text{ süre} \\ & - 0,0836 \text{ basınç*sıcaklık} \end{aligned} \quad (6.2)$$

Pişirme sıcaklığı artışı ile ürünün % pişme küçülmesi miktarı artmaktadır. Bu durum sıcaklık artışına paralel olarak sistemde oluşan sıvı fazın bünyede bulunan gözenekleri kapaması ile açıklanabilir.

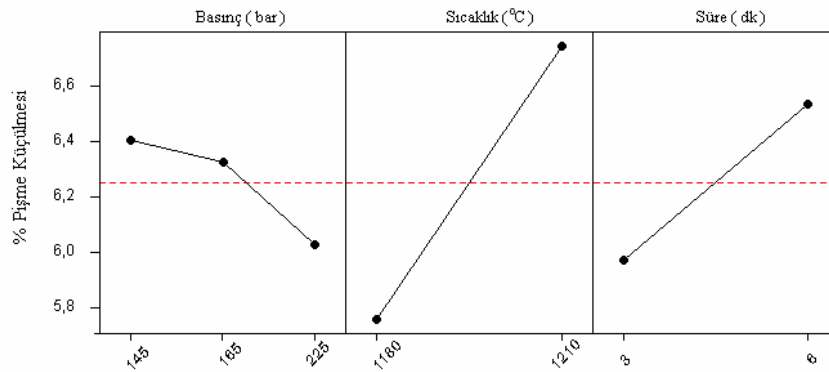
Pişme sonunda karoların boyutlarında sapma olmaması istenir ve bu yüzden pişme küçülmesi minimum ya da kararlı olmalıdır. Genelde kullanılan hammaddelerde değişiklikler olduğundan ve bunlarında çekme davranışları farklı olduğundan pişme küçülmesi kararlı değildir. Bu nedenle pişme küçülmesi minimum olmalıdır. Yer karolarında pişme sonrası küçülme genelde % 6-7 civarında olması kabul edilmektedir.

Çizelge 6.4. % Pişme küçülmesi için ANOVA Çizelgesi

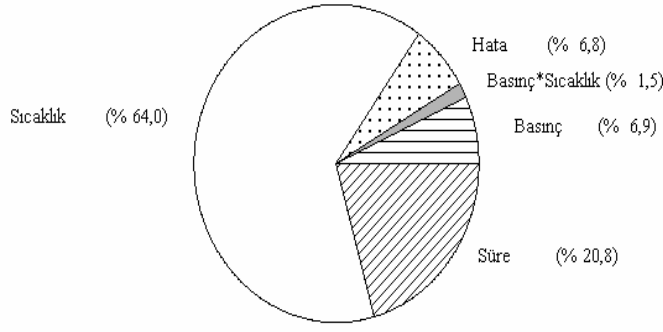
Faktörler	DF	SS	MS	F	P
Basınç	2	2,5448	1,2724	45,44	0,000
Sıcaklık	1	23,6028	23,6028	842,92	0,000
Süre	1	7,6601	7,6601	273,56	0,000
Basınç*Sıcaklık	2	0,5564	0,2782	9,93	0,000
Hata	89	2,4921	0,0280		
Toplam	95	36,8562			



Şekil 6.7. % Pişme küçülmesi için basınç*sıcaklık etkileşim grafiği



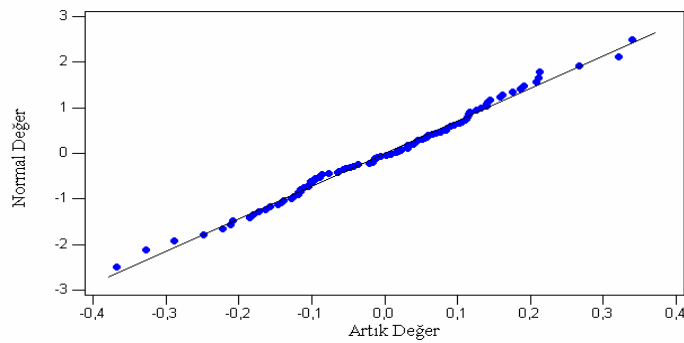
Şekil 6.8. % Pişme küçülmesi için ana etkiler grafiği



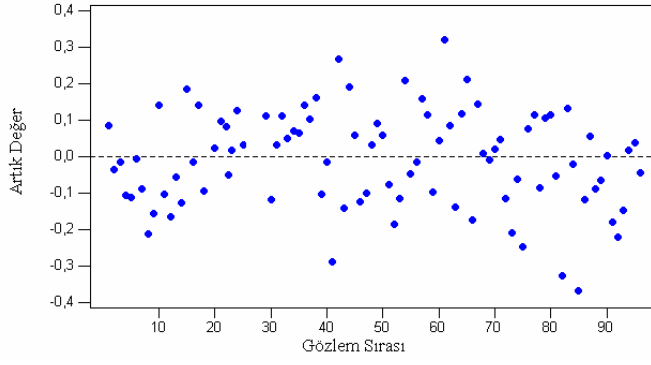
Şekil 6.9. % Pişme küçülmesi için pasta grafiği (Hata: Kontrol edilemeyen faktörler ile etkisi anlamsız olan ana faktörler ve etkileşim faktörleri)

6.2.3. % Toplam küçülme

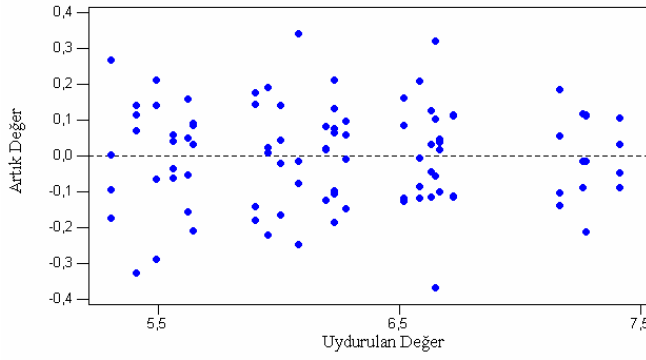
% Toplam küçülme için normal olasılık grafiği Şekil 6.10’de görülmektedir. Grafikteki artık değerler yaklaşık olarak aynı doğru üzerinde olduğundan normal dağılım varsayımı doğrulanmıştır. Şekil 6.11’de % toplu küçülme için artık değer gözlem sırası grafiği verilmektedir. Grafikte ardı ardına 6-8’den fazla sıfırın altında yada üstünde artık değer olmadığından bağımsızlık varsayımı doğrulanmıştır. Şekil 6.12’de % toplam küçülme için artık değerler uydurulan değerler grafiği verilmektedir. Grafik incelendiğinde artık değerlerin rasgele dağıldığı görülmektedir bu varyansların eşit olduğunu göstermektedir.



Şekil 6.10. %Toplam küçülme için normal olasılık grafiği



Şekil 6.11. % Toplam küçülme için artık değer-gözlem sırası grafiği



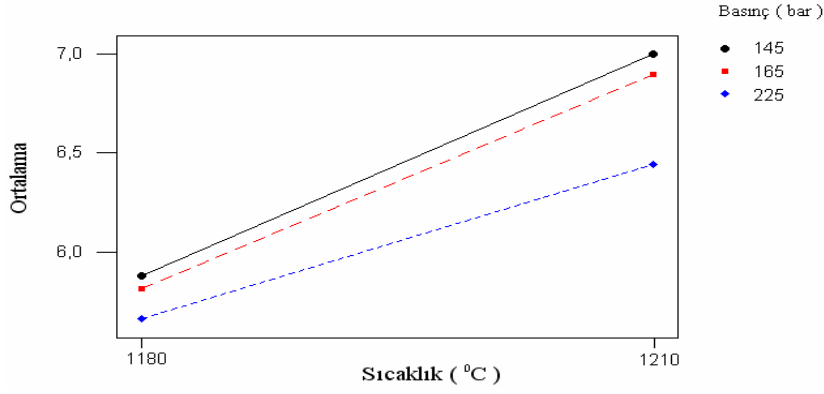
Şekil 6.12. %Toplam küçülme için artık değerler-uydurulan değerler grafiği

% Toplam küçülme için ANOVA Çizelgesi Çizelge 6.5'dedir. ANOVA Çizelgesinden (Çizelge 6.5) görüldüğü gibi % toplam küçülme üzerinde etkin olan faktörler sırasıyla sıcaklık, süre, basınç ve basınç*sıcaklık etkileşimidir. Basınç*sıcaklık etkileşimi (Şekil 6.13) incelendiğinde üç basınç seviyesinde de sıcaklık arttıkça toplam küçülmede artış gözlenmiştir. İki sıcaklık seviyesinde de basıncın artması toplam küçülmenin azalmasına yol açmıştır. Ana etkiler bazında sıcaklık % 63,8 oranıyla (Şekil 6.14 ve Şekil 6.15) en önemli faktördür. Sıcaklık 1180°C' den 1210°C' ye yükseldiğinde toplam küçülme artmaktadır. Diğer önemli faktör ise % 20,9 oranıyla en yüksek sıcaklıkta bekleme süresidir. Süre 3 dakikadan 6 dakikaya yükseldiğinde toplam küçülme artmıştır. Basıncın toplam küçülmeye etkisi % 7,1'dur. Basıncın 145 bardan 165 bara yükselmesi toplam küçülmeyi fazla etkilemese de 225 bara yükselmesi küçülmeyi azaltmıştır. % Toplam küçülmeyi etkileyen faktörlerin modellenmesinde deneysel lineer regresyon kullanılmıştır. Deney parametrelerine ait sonuçlardan bulunan veriler kullanılarak elde edilen matematiksel model Eşitlik (6.3)'de verilmiştir.

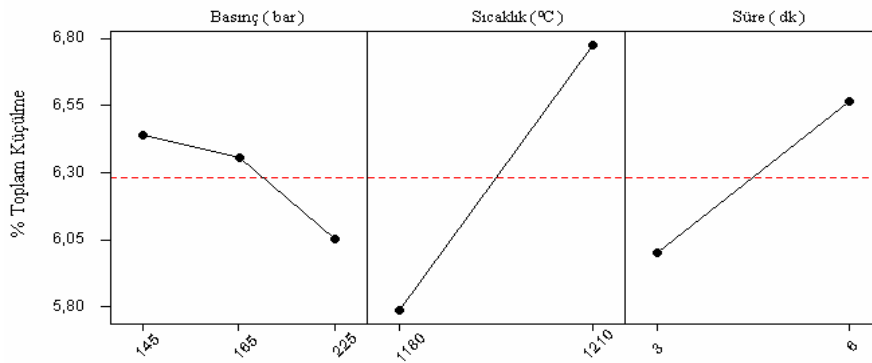
$$\begin{aligned} \% \text{ Toplam K c lme} &= 6,28 - 0,193 \text{ basın } + 0,496 \text{ sıcaklık} + 0,284 \text{ s re} \\ &- 0,0849 \text{ basın *sıcaklık} \end{aligned} \quad (6.3)$$

 izelge 6.5. % Toplam k c lme i in ANOVA  izelgesi

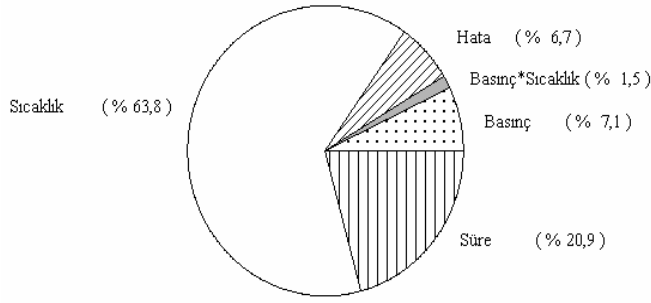
Fakt�rler	DF	SS	MS	F	P
Basın�	2	2,6436	1,3218	47,75	0,000
Sıcaklık	1	23,6303	23,6303	853,69	0,000
S�re	1	7,7379	7,7379	279,55	0,000
Basın�*Sıcaklık	2	0,5555	0,2778	10,03	0,000
Hata	89	2,4635	0,0277		
Toplam	95	37,0308			



 ekil 6.13. % Toplam k c lme i in basın *sıcaklık etkileşim grafiđi



 ekil 6.14. % Toplam k c lme i in ana etkiler grafiđi

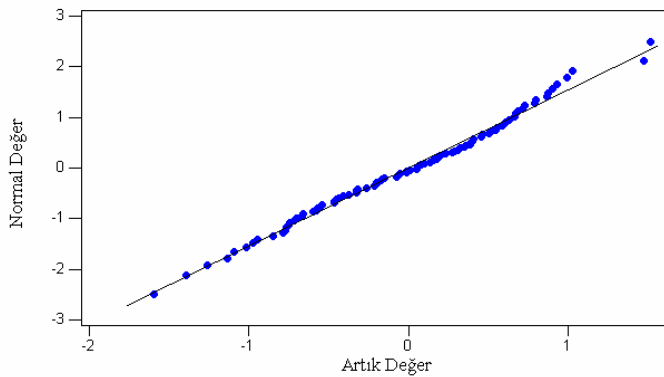


Şekil 6.15. % Toplam küçülme için pasta grafiği

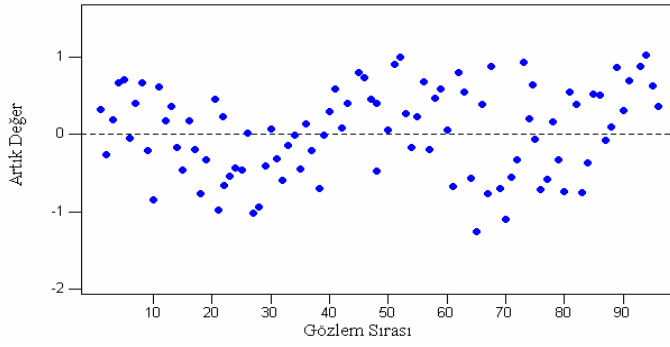
6.3. Renk Ölçüm Sonuçları

6.3.1. L^* değeri

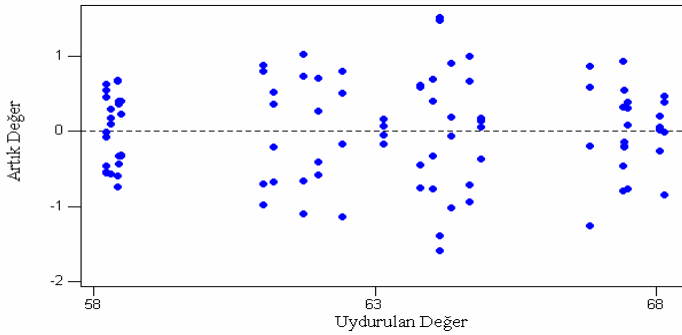
L^* değeri için normal olasılık grafiği Şekil 6.16'de görülmektedir. Grafikteki artık değerler yaklaşık olarak aynı doğru üzerinde olduğundan normal dağılım varsayımı doğrulanmıştır. Grafiğin sağ tarafında bulunan çizgiden uzaklaşmış değerler çok önemli olmayan bir problem olabileceğini göstermektedir. Şekil 6.17'de L^* değeri için artık değer gözlem sırası grafiği verilmektedir. Grafikte ardı ardına 6-8'den fazla sıfırın altında yada üstünde artık değer bulunmadığından bağımsızlık varsayımı doğrulanmıştır. Şekil 6.18'de L^* değeri için artık değerler uydurulan değerler grafiği verilmektedir. Grafikte artık değerlerin rasgele dağılması varyansların eşit olduğunu göstermektedir.



Şekil 6.16. L^* değeri için normal olasılık grafiği



Şekil 6.17. L^* değeri için artık değer-gözlem sırası grafiği



Şekil 6.18. L^* değeri için artık değerler-uydurulan değerler grafiği

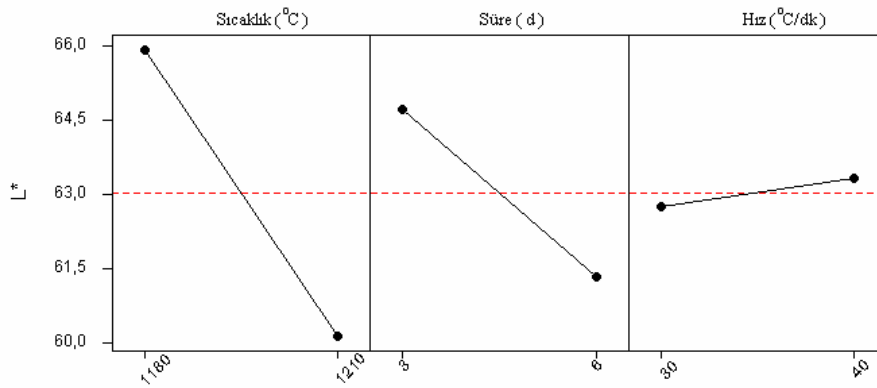
Çizelge 6.6'da L^* değeri için ANOVA Çizelgesi görülmektedir. Çizelgeden görüldüğü gibi L^* değeri üzerinde etkin olan faktörler sırasıyla sıcaklık, süre ve hızdır. Sıcaklık % 70,5 oranıyla (Şekil 6.19 ve 6.20) en önemli faktördür. Sıcaklık 1180°C 'den 1210°C 'ye yükseldiğinde L^* değerinde anlamlı bir düşüş gözlenmiştir. Bu düşüş bünye renginin koyulaşmasına yol açmıştır. Yılmaz ve Çalışkan [27] tarafından yapılan çalışmada farklı bileşim ve pişirme sıcaklıklarında hazırlanan numunelerin renk analizleri sonucu artan pişirme sıcaklığı ile L^* değerinin azalması sonucunda bünye renginin beyazdan kahverengi tonlarına doğru değiştiği görülmüştür. İkinci önemli faktör ise % 24,2 oranıyla en yüksek sıcaklıkta bekleme süresidir. Süre 3 dakikadan 6 dakikaya yükseldiğinde L^* değerinde anlamlı bir düşüş gözlenmiştir. L^* değerine hızın etkisi (Şekil 6.20) % 0,7'dur. Hızın $30^{\circ}\text{C}/\text{dk}$ 'den $40^{\circ}\text{C}/\text{dk}$ 'ya yükselmesi bünye renginin açılmasına yol açmıştır. Yavaş pişirim esnasında bünyedeki demir açığa çıkmakta ve bünyenin rengini koyultmaktadır.

L^* değerini etkileyen faktörlerin modellenmesinde deneysel lineer regresyon kullanılmıştır. Elde edilen matematiksel model Eşitlik (6.4)'dedir.

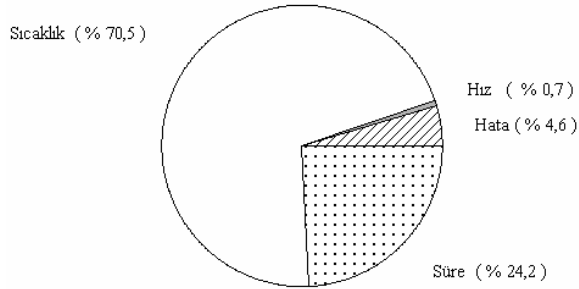
$$L^* = 63,0 - 2,90 \text{ sıcaklık} - 1,70 \text{ süre} + 0,288 \text{ hız} \quad (6.4)$$

Çizelge 6.6. L^* değeri için ANOVA Çizelgesi

Faktörler	DF	SS	MS	F	P
Sıcaklık	1	809,68	809,68	1415,44	0,000
Süre	1	277,92	277,92	485,84	0,000
Hız	1	7,96	7,96	13,91	0,000
Hata	92	52,63	0,57		
Toplam	95	1148,19			



Şekil 6.19. L^* değeri için ana etkiler grafiği

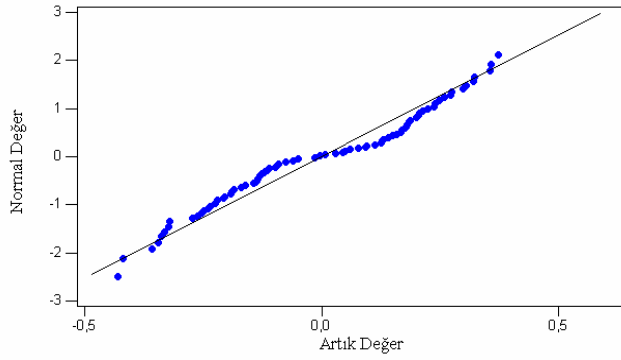


Şekil 6.20. L^* değeri için pasta grafiği

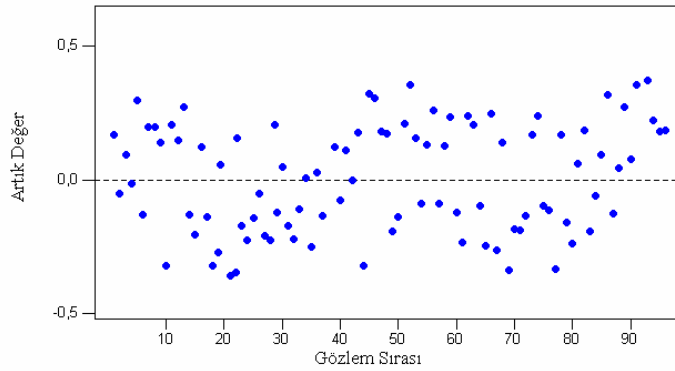
6.3.2. a^* değeri

a^* değeri için normal olasılık grafiği Şekil 6.21'de görülmektedir. Grafikteki artık değerler yaklaşık olarak aynı doğru üzerinde olduğundan normal dağılım varsayımı doğrulanmıştır. İstatistik modelin sağladığı tahmini değer ile gözlenen

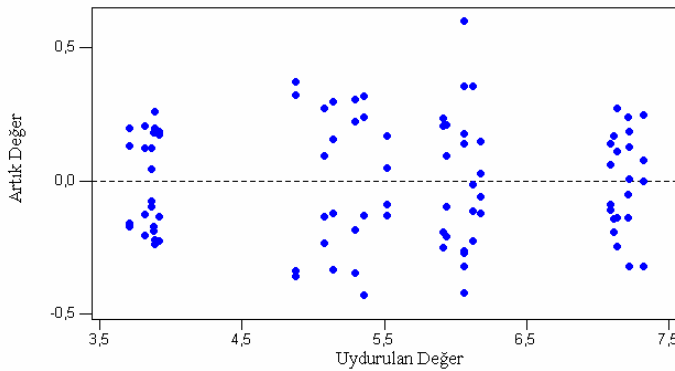
değer arasındaki fark değişkenlik göstermektedir. Bu bir problemin göstergesi olabilir. Şekil 6.22’de a^* değeri için artık değer gözlem sırası grafiği verilmektedir. Grafikte ardı ardına 6-8’den fazla sıfırın altında artık değer olduğundan bağımsızlık varsayımı ihlal edilmiş olabilir. Şekil 6.23’de a^* değeri için artık değerler uydurulan değerler grafiği verilmektedir. Grafik incelendiğinde artık değerlerin rasgele dağıldığı görülmektedir bu varyansların eşit olduğunu göstermektedir.



Şekil 6.21. a^* değeri için normal olasılık grafiği



Şekil 6.22. a^* değeri için artık değer-gözlem sırası grafiği



Şekil 6.23. a^* değeri için artık değerler-uydurulan değerler grafiği

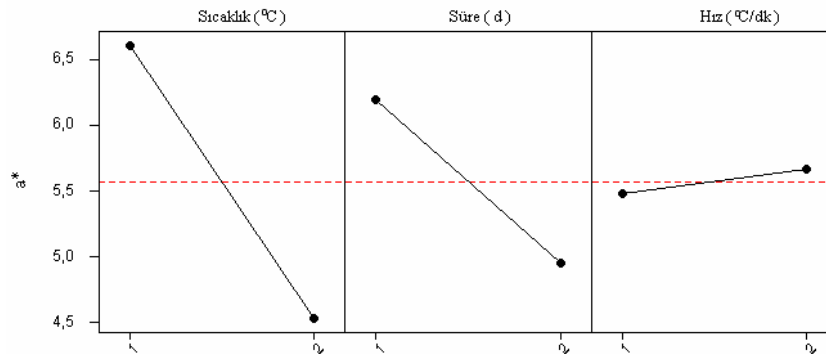
Çizelge 6.7’de a^* değeri için ANOVA Çizelgesi görülmektedir. Çizelgeden görüldüğü gibi a^* değeri üzerinde etkin olan faktörler sırasıyla sıcaklık, süre ve hızdır. Ana etkiler bazında en önemli değişken % 70,4 oranıyla sıcaklıktır (Şekil 6.24 ve 6.25). Sıcaklığın 1180°C’den 1210°C’ye yükselmesi a^* değerinde anlamlı bir azalışa neden olmaktadır. İkinci en önemli ana faktör % 25,3 ile en yüksek sıcaklıkta bekleme süresidir. Sürenin 3 dakikadan 6 dakikaya çıkması her iki sıcaklıkta da a^* değerini azaltmıştır. a^* değeri yükseldikçe bünnye daha yeşilimsi bir renk almaktadır. Yılmaz ve Çalışkan [27] tarafından yapılan çalışmada farklı pişirme sıcaklıklarında hazırlanan numunelerin renk analizleri sonucu artan pişirme sıcaklığı ile a^* değerinin azaldığı belirtilmektedir. Hızın a^* değerine etkisi (Şekil 6.25) % 0,6 dır. Hızın 30°C/dk’dan 40°C/dk’ya yükselmesi a^* değerinde küçük bir artışa yol açmaktadır.

a^* değerini etkileyen faktörlerin modellenmesinde deneysel lineer regresyon kullanılmıştır. Elde edilen matematiksel model Eşitlik (6.5)’dedir.

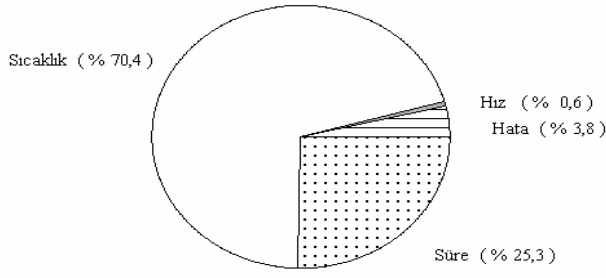
$$a^* = 5,57 - 1,04 \text{ sıcaklık} - 0,626 \text{ süre} + 0,0922 \text{ hız} \quad (6.5)$$

Çizelge 6.7. a^* değeri için ANOVA Çizelgesi

Faktörler	DF	SS	MS	F	P
Sıcaklık	1	104,396	104,396	1721,56	0,000
Süre	1	37,563	37,563	619,43	0,000
Hız	1	0,816	0,816	13,45	0,000
Hata	92	5,579	0,061		
Toplam	95	158,354			



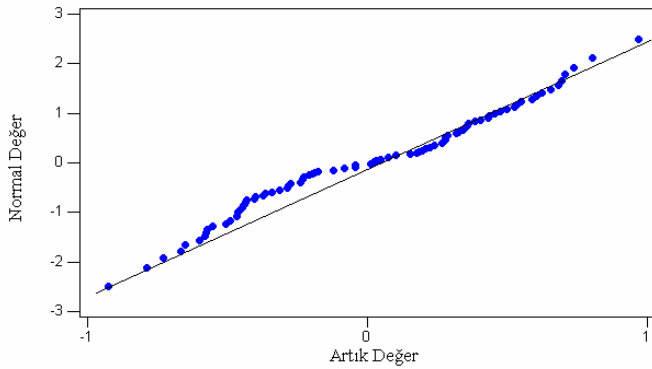
Şekil 6.24. a^* değeri için ana etkiler grafiği



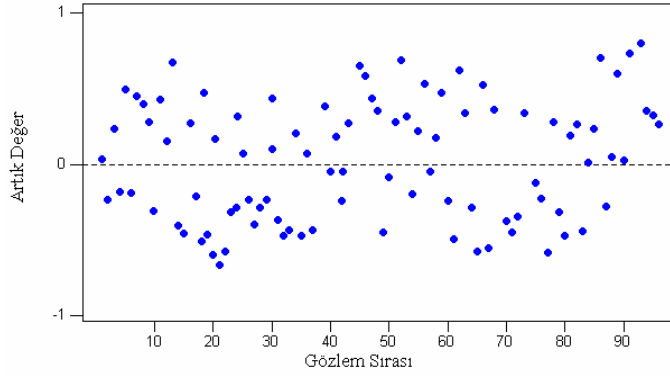
Şekil 6.25. a* değeri için pasta grafiği

6.3.3. b* değeri

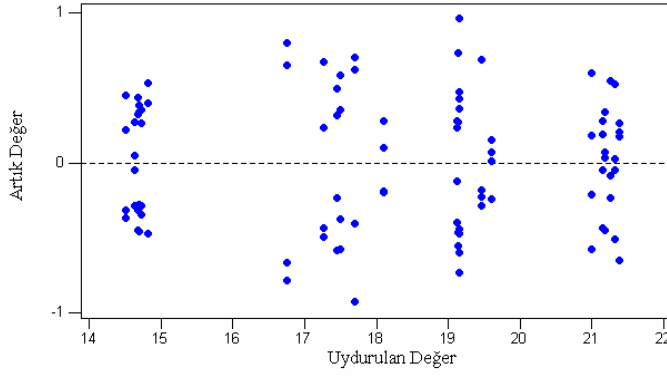
b* değeri için normal olasılık grafiği Şekil 6.26'da görülmektedir. Grafikteki artık değerler yaklaşık olarak aynı doğru üzerinde olduğundan normal dağılım varsayımı doğrulanmıştır. Şekil 6.27'de b* değeri için artık değer gözlem sırası grafiği verilmektedir. Grafikte ardı ardına 6-8'den fazla sıfırın altında yada üstünde artık değer olmadığından bağımsızlık varsayımı doğrulanmıştır. Şekil 6.28'de b* değeri için artık değerler uydurulan değerler grafiği verilmektedir. Grafik incelendiğinde artık değerlerin rasgele dağıldığı görülmektedir bu varyansların eşit olduğunu göstermektedir.



Şekil 6.26. b* değeri için normal olasılık grafiği



Şekil 6.27. b^* değeri için artık değer-gözlem sırası grafiği



Şekil 6.28. b^* değeri için artık değerler-uydurulan değerler grafiği

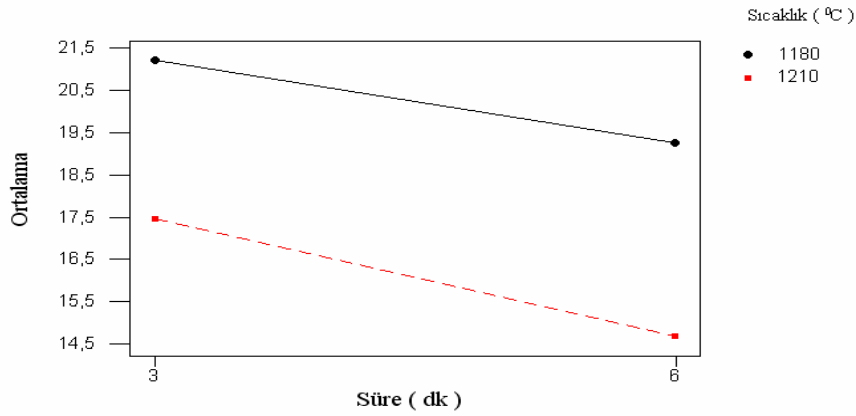
Çizelge 6.8’de b^* değeri için ANOVA Çizelgesi görülmektedir. b^* değeri üzerinde etkin olan faktörler sırasıyla sıcaklık, süre, sıcaklık*süre etkileşimidir. Şekil 6.29’da görüldüğü gibi sıcaklık*süre etkileşiminde sıcaklığın 1210^0C olması b^* değerinde anlamlı bir azalışa neden olmaktadır. Sürenin 3 dakikadan 6 dakikaya çıkması 1180^0C ’de daha az olmakla birlikte her iki sıcaklıkta da b^* değerini azaltmıştır. Yılmaz ve Çalışkan [27] tarafından yapılan çalışmada farklı pişirme sıcaklıklarında hazırlanan numunelerin renk analizleri sonucu artan pişme sıcaklığı ile b^* değerinin azaldığı belirtilmektedir. b^* değeri yükseldikçe bünye daha sarımsı bir renk almaktadır. Ana etkiler bazında en önemli değişken % 72,1 oranıyla sıcaklıktır (Şekil 6.30 ve 6.31). İkinci en önemli ana faktör % 23,2 ile en yüksek sıcaklıkta bekleme süresidir.

b^* değerini etkileyen faktörlerin modellenmesinde deneysel lineer regresyon kullanılmıştır. Elde edilen matematiksel model Eşitlik (6.6)’dedir.

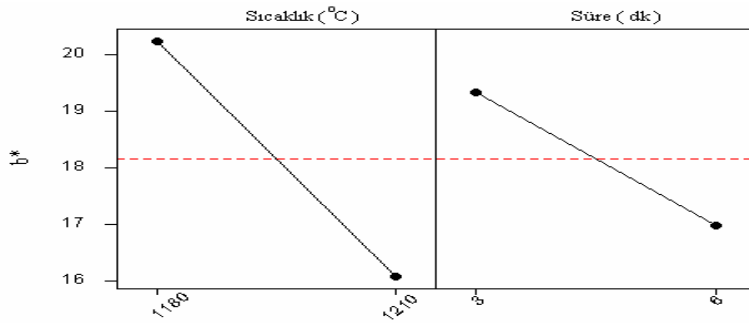
$$b^* = 18,2 - 2,09 \text{ sıcaklık} - 1,18 \text{ süre} - 0,209 \text{ sıcaklık*süre} \quad (6.6)$$

Çizelge 6.8. b^* değeri için ANOVA Çizelgesi

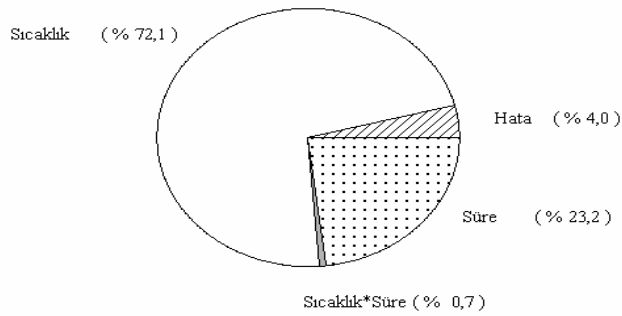
Faktörler	DF	SS	MS	F	P
Sıcaklık	1	417,88	417,88	1798,43	0,000
Süre	1	134,17	134,17	577,42	0,000
Sıcaklık*Süre	1	4,20	4,20	18,09	0,000
Hata	92	21,14	0,23		
Toplam	95	579,46			



Şekil 6.29. b^* değeri için sıcaklık*süre etkileşim grafiği



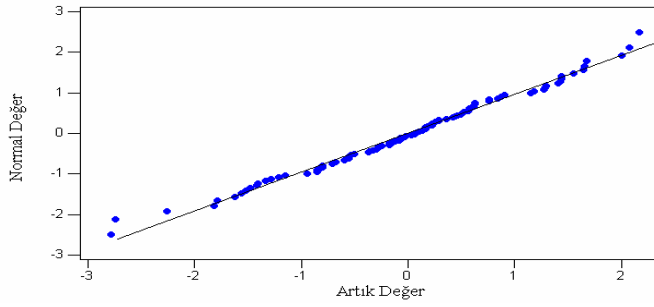
Şekil 6.30. b^* değeri için ana etkiler grafiği



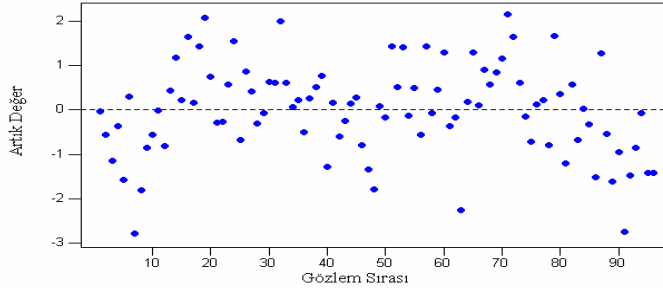
Şekil 6.31. b^* değeri için pasta grafiği

6.4. Pişme Mukavemeti

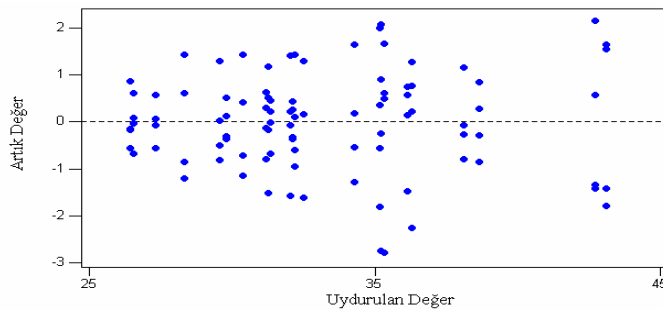
Pişme mukavemeti için normal olasılık grafiği Şekil 6.32’de görülmektedir. Grafikteki artık değerler yaklaşık olarak aynı doğru üzerinde olduğundan normal dağılım varsayımı doğrulanmıştır. Şekil 6.33’de pişme mukavemeti için artık değer gözlem sırası grafiği verilmektedir. Grafikte ardı ardına 6-8’den fazla sıfırın altında yada üstünde artık değer bulunmadığından bağımsızlık varsayımı doğrulanmıştır. Şekil 6.34’de pişme mukavemeti için artık değerler uydurulan değerler grafiği verilmektedir. Grafik incelendiğinde artık değerlerin rasgele dağıldığı görülmektedir bu varyansların eşit olduğunu göstermektedir.



Şekil 6.32. Pişme mukavemeti için normal olasılık grafiği



Şekil 6.33. Pişme mukavemeti için artık değer-gözlem sırası grafiği



Şekil 6.34. Pişme mukavemeti için artık değerler-uydurulan değerler grafiği

Pişme mukavemeti için ANOVA Çizelgesi Çizelge 6.9'da görülmektedir. Çizelgeden görüldüğü gibi pişme mukavemeti üzerinde etkin olan faktörler sırasıyla basınç, sıcaklık, süre ve basınç*sıcaklık etkileşimidir. Basınç*sıcaklık etkileşiminde (Şekil 6.35) sıcaklığın 1180°C'den 1210°C'ye yükselmesi basıncın her üç seviyesinde de pişme mukavemetini arttırmaktadır. Basıncın 145 ya da 165 bar olması pişme mukavemetini fazla etkilememektedir. Ancak basıncın 225 bara yükselmesi pişme mukavemetinde anlamlı bir artışa yol açmıştır. Ana etkiler bazında pişme mukavemeti üzerinde en etkili olan faktör % 42,0 oranıyla basınçtır (Şekil 6.36 ve 6.37). İkinci önemli ana faktör % 35,0 oranıyla sıcaklıktır. % 28,9 oranıyla en yüksek sıcaklıkta bekleme süresi üçüncü önemli faktördür. Sürenin 3 dakikadan 6 dakikaya yükselmesi pişme mukavemetinde artışa yol açmaktadır. Mukavemetin yüksek olması için basıncın 225 bar, sıcaklığın 1210°C, en yüksek sıcaklıkta bekleme süresinin 6 dakika seçilmesi önerilebilir.

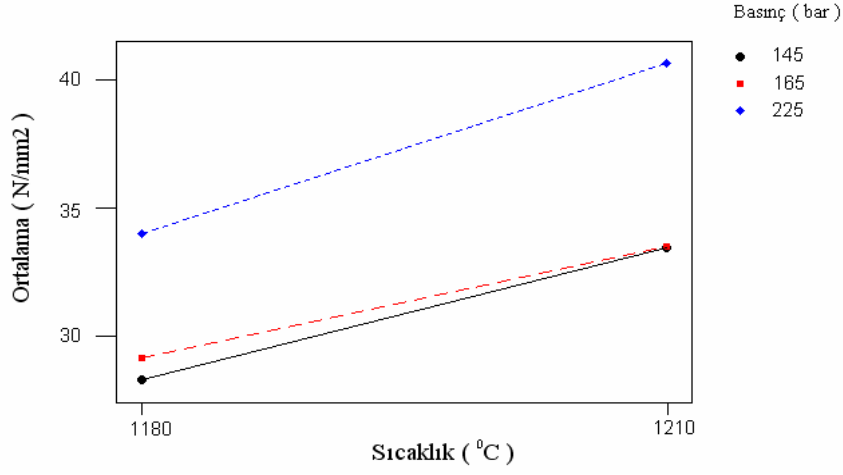
ISO 10545 Part 4 testine göre yer karolarının göstermesi gereken dayanım en az 27 N/mm² olmalıdır. G16T0, G12T0, G7T0, G16T1, G16T2, G12T2, G12T3 kodlu numuneler hariç diğerlerinin mukavemeti standardı sağlamaktadır.

Pişme mukavemetini etkileyen faktörlerin modellenmesinde deneysel lineer regresyon kullanılmıştır. Elde edilen matematiksel model Eşitlik (6.7)'de verilmiştir.

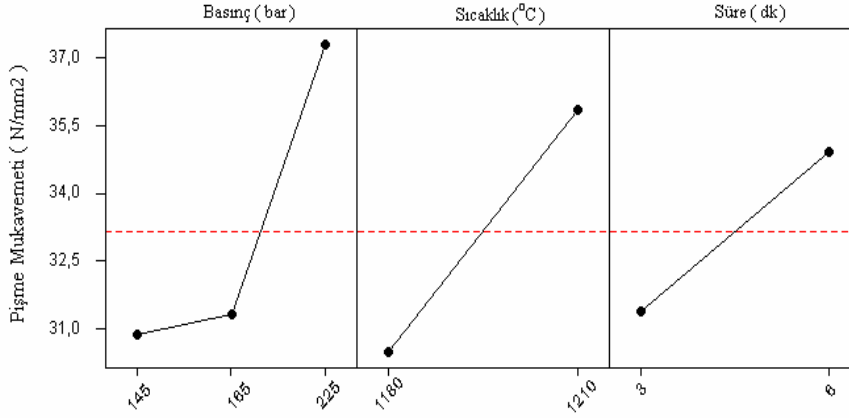
$$\text{Pişme Mukavemeti} = 33,2 + 3,23 \text{ basınç} + 2,69 \text{ sıcaklık} + 1,78 \text{ süre} + 0,374 \text{ basınç*sıcaklık} \quad (6.7)$$

Çizelge 6.9. Pişme mukavemet için ANOVA Çizelgesi

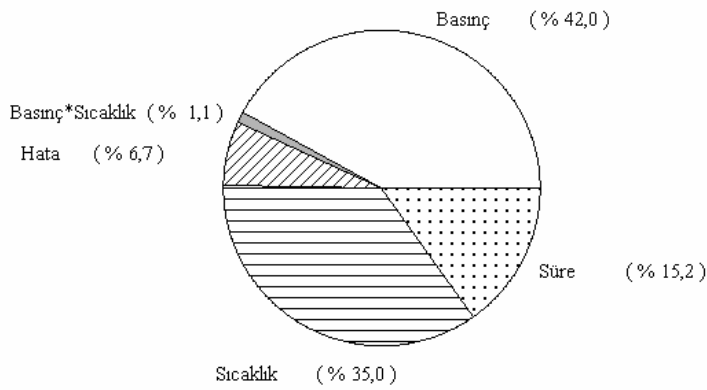
Faktörler	DF	SS	MS	F	P
Basınç	2	835,13	417,56	280,06	0,000
Sıcaklık	1	694,73	694,73	465,96	0,000
Süre	1	303,01	303,01	203,23	0,000
Basınç*Sıcaklık	2	21,52	10,76	7,22	0,001
Hata	89	132,7	1,49		
Toplam	95	1987,09			



Şekil 6.35. Pişme mukavemeti için basınç*sıcaklık etkileşim grafiği



Şekil 6.36. Pişme mukavemeti için ana etkiler grafiği

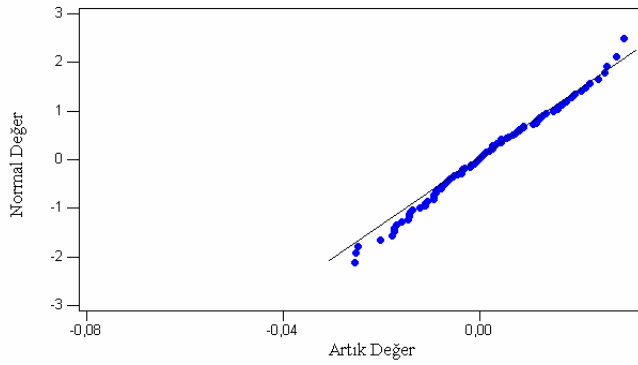


Şekil 6.37. Pişme mukavemeti için pasta grafiği

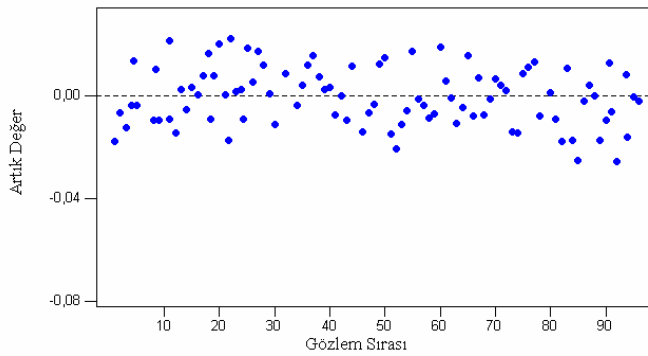
6.5. Yoğunluk ve Gözenek Ölçümü Sonuçları

6.5.1. Yığınsal yoğunluk

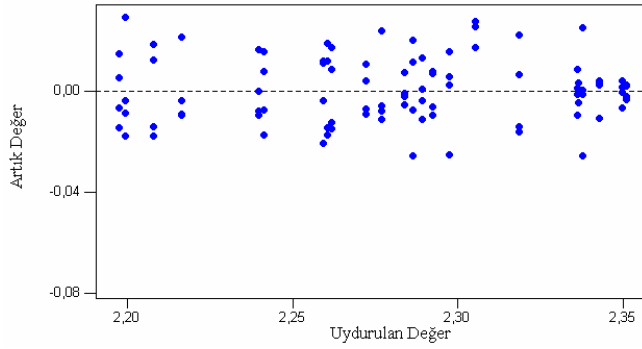
Yığınsal yoğunluk için normal olasılık grafiği Şekil 6.38’de görülmektedir. Grafikteki artık değerler yaklaşık olarak aynı doğru üzerinde olduğundan normal dağılım varsayımı doğrulanmıştır. Şekil 6.39’da yığınsal yoğunluk için artık değer gözlem sırası grafiği verilmektedir. Grafikte ardı ardına 6-8’den fazla sıfırın altında yada üstünde artık değer olmadığından bağımsızlık varsayımı doğrulanmıştır. Şekil 6.40’da yığınsal yoğunluk için artık değerler uydurulan değerler grafiği verilmektedir. Grafik incelendiğinde artık değerlerin rasgele dağıldığı görülmektedir bu varyansların eşit olduğunu göstermektedir.



Şekil 6.38. Yığınsal yoğunluk için normal olasılık grafiği



Şekil 6.39. Yığınsal yoğunluk için artık değer-gözlem sırası grafiği



Şekil 6.40. Yığımsal yoğunluk için artık değerler-uydurulan değerler grafiği

Yığımsal yoğunluk için ANOVA Çizelgesi Çizelge 6.10'da verilmektedir. Çizelgeden görüldüğü gibi yığımsal yoğunluk üzerinde etkin olan faktörler sırasıyla sıcaklık, süre ve basınçtır. Ana etkiler bazında yığımsal yoğunluk üzerinde en etkili olan faktör % 56,8 oranıyla sıcaklıktır (Şekil 6.41 ve 6.42). Sıcaklığın 1180°C'den 1210°C'ye yükselmesi yığımsal yoğunlukta anlamlı bir artışa neden olmaktadır. İkinci önemli ana faktör % 21,6 oranıyla en yüksek sıcaklıkta bekleme süresidir. Sürenin 3 dakikadan 6 dakikaya yükselmesi yığımsal yoğunlukta artışa yol açmaktadır. Yığımsal yoğunluğa basıncın etkisi % 9,2'dir (Şekil 6.42). Basıncın 145 bar'dan 165 bar'a çıkması yığımsal yoğunlukta azda olsa bir artışa sebep olmaktadır. Basınç 225 bara çıktığında ise yığımsal yoğunlukta artış anlamlı hale gelmektedir. Salem ve arkadaşları [28] tarafından yapılan çalışmada fırında kalma süresi arttıkça yığımsal yoğunluk artmakta, görünür ve gerçek yoğunluk ise azalmaktadır.

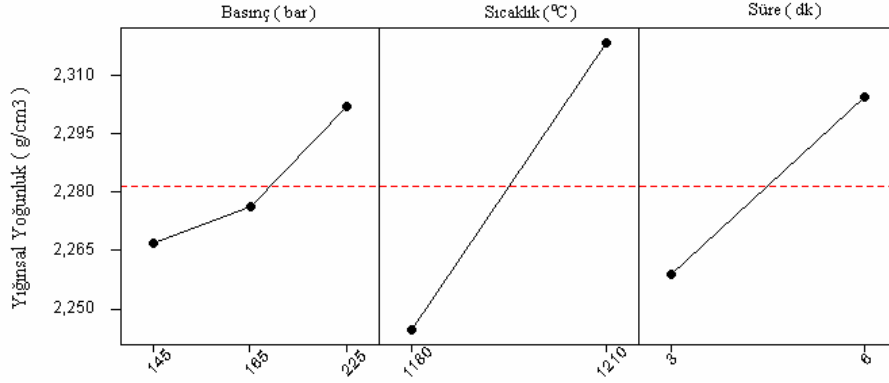
Yığımsal yoğunluğu etkileyen faktörlerin modellenmesinde deneysel lineer regresyon kullanılmıştır. Elde edilen matematiksel model Eşitlik (6.8)'de verilmiştir.

$$\text{Yığımsal Yoğunluk} = 2,28 + 0,0176 \text{ basınç} + 0,0371 \text{ sıcaklık} + 0,0229 \text{ süre} \quad (6.8)$$

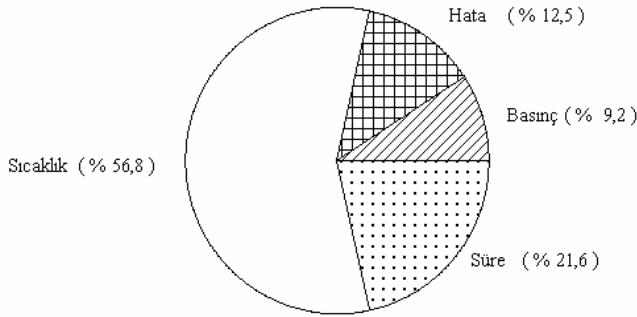
Hemen hemen tüm seramik sistemlerde ve özellikle yüksek mukavemet ya da yüksek sıcaklık uygulamalarında malzemelerin yoğunluğu büyük öneme sahiptir. Gözenek, bir malzemenin mekanik özelliklerini (mukavemet ve elastisite), ısı özelliklerini (özellikle ısı transferini) ve ortam içinde bulunan malzemelerden dolayı korozyon ve mekanik aşınma davranışlarını etkiler.

Çizelge 6.10. Yıgımsal yoğunluk için ANOVA Çizelgesi

Faktörler	DF	SS	MS	F	P
Basınç	2	0,021327	0,010663	35,64	0,000
Sıcaklık	1	0,132137	0,132137	441,61	0,000
Süre	1	0,050218	0,050218	167,83	0,000
Hata	91	0,026929	0,000299		
Toplam	95	0,232704			



Şekil 6.41. Yıgımsal yoğunluk için ana etkiler grafiği

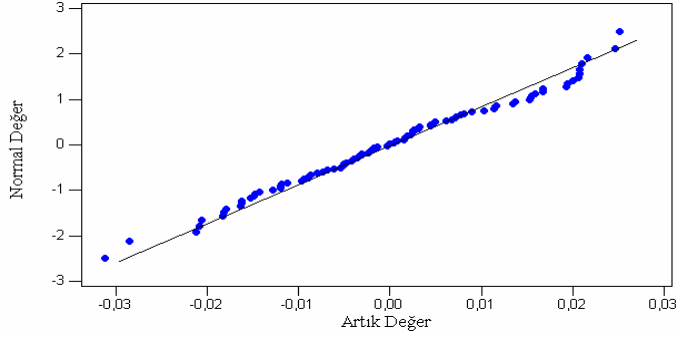


Şekil 6.42. Yıgımsal yoğunluk için pasta grafiği

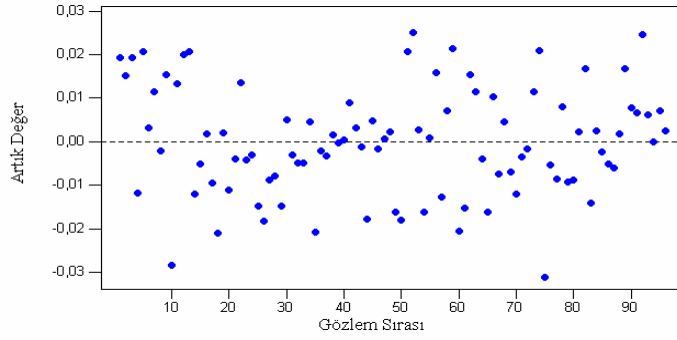
6.5.2. Görünür Yoğunluk

Şekil 6.43’de görünür yoğunluk için normal olasılık grafiği görülmektedir. Grafikteki artık değerler yaklaşık olarak aynı doğru üzerinde olduğundan normal dağılım varsayımı doğrulanmıştır. Şekil 6.44’de görünür yoğunluk için artık değer gözlem sırası grafiği verilmektedir. Grafikte ardı ardına 6-8’den fazla sıfırın altında yada üstünde artık değer bulunmadığından bağımsızlık varsayımı doğrulanmıştır. Şekil 6.45’de görünür yoğunluk için artık değerler uydurulan

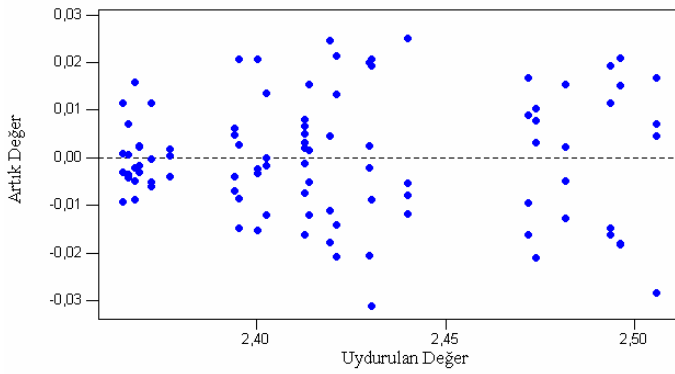
değerler grafiği verilmektedir. Grafik incelendiğinde artık değerlerin rasgele dağıldığı görülmektedir bu varyansların eşit olduğunu göstermektedir.



Şekil 6.43. Görünür yoğunluk için normal olasılık grafiği



Şekil 6.44. Görünür yoğunluk için artık değer-gözlem sırası grafiği



Şekil 6.45. Görünür yoğunluk için artık değerler-uydurulan değerler grafiği

Görünür yoğunluk için ANOVA Çizelgesi Çizelge 6.11'de verilmektedir. Çizelgeden görüldüğü gibi görünür yoğunluk üzerinde etkin olan faktörler

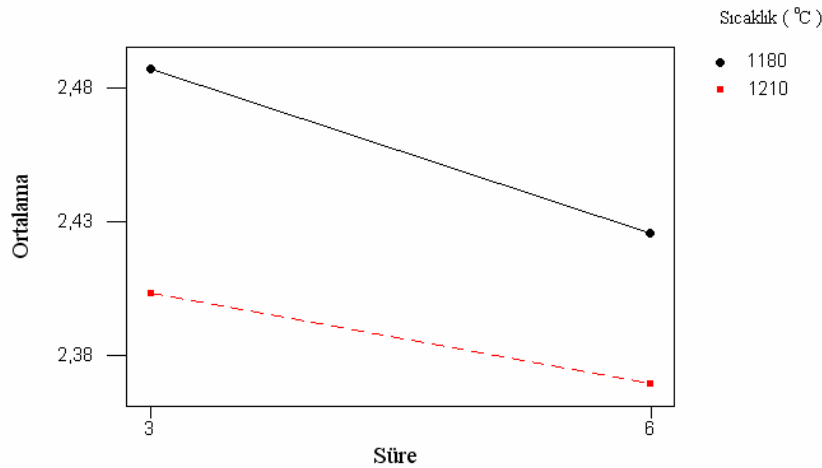
sırasıyla sıcaklık, süre ve sıcaklık*süre etkileşimidir. Sıcaklık*süre etkileşiminde (Şekil 6.46) sıcaklık 1180°C olduğunda en yüksek sıcaklıkta bekleme süresinin 3 dakikadan 6 dakikaya çıkması görünür yoğunlukta anlamlı bir azalmaya yol açmıştır. Sıcaklık 1210°C olduğunda ise en yüksek sıcaklıkta bekleme süresinin 3 dakikadan 6 dakikaya çıkması görünür yoğunlukta azalmayı çok fazla etkilememiştir. Ana etkiler bazında görünür yoğunluğu en çok etkileyen faktör pişme sıcaklığıdır (Şekil 6.47). Şekil 6.48’den görüldüğü gibi % 59,1 oranında bir etkiye sahip olan sıcaklığın 1180°C’den 1210°C’ye değişmesi görünür yoğunlukta azalmaya neden olmaktadır. İkinci en önemli faktör % 27,4 oranıyla en yüksek sıcaklıkta bekleme süresidir. Sürenin 3 dakikadan 6 dakikaya yükselmesi görünür yoğunlukta azalmaya neden olmaktadır.

Görünür yoğunluğu etkileyen faktörlerin modellenmesinde deneysel lineer regresyon kullanılmıştır. Elde edilen matematiksel model Eşitlik (6.9)’da verilmiştir.

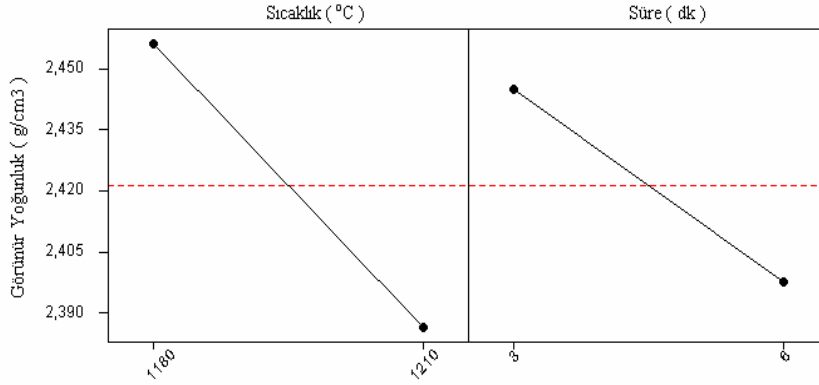
$$\text{Görünür Yoğunluk} = 2,42 - 0,0350 \text{ sıcaklık} - 0,0238 \text{ süre} + 0,00696 \text{ sıcaklık*süre} \quad (6.9)$$

Çizelge 6.11. Görünür yoğunluk için ANOVA Çizelgesi

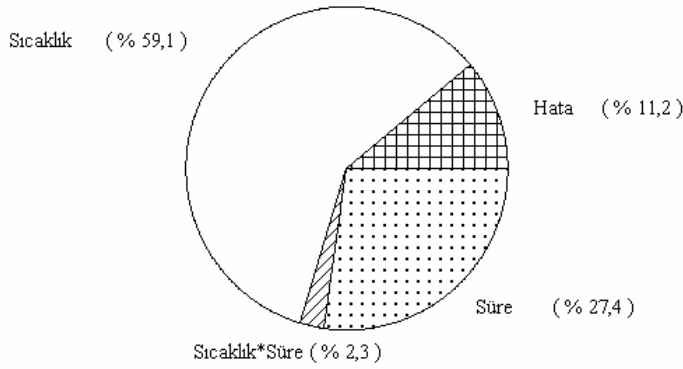
Faktörler	DF	SS	MS	F	P
Sıcaklık	1	0,1177	0,1177	595,40	0,000
Süre	1	0,0544	0,0544	275,39	0,000
Sıcaklık*Süre	1	0,0046	0,0046	23,56	0,000
Hata	92	0,0221	0,0002		
Toplam	95	0,1990			



Şekil 6.46. Görünür yoğunluk için sıcaklık*süre etkileşim grafiği



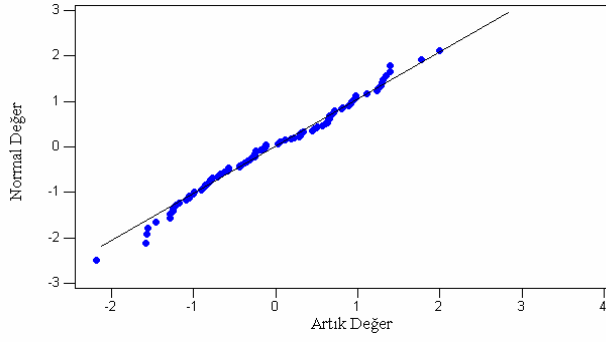
Şekil 6.47. Görünür yoğunluk için ana etkiler grafiği



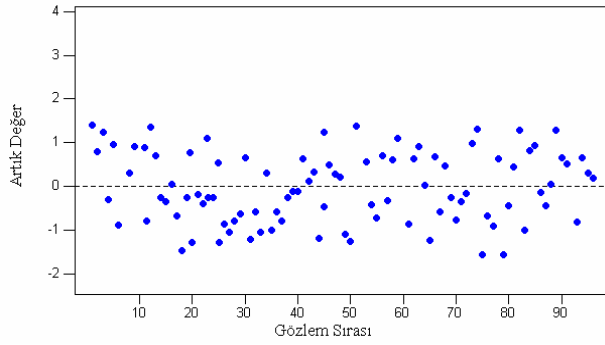
Şekil 6.48. Görünür yoğunluk için pasta grafiği

6.5.3. % Görünür Gözenek

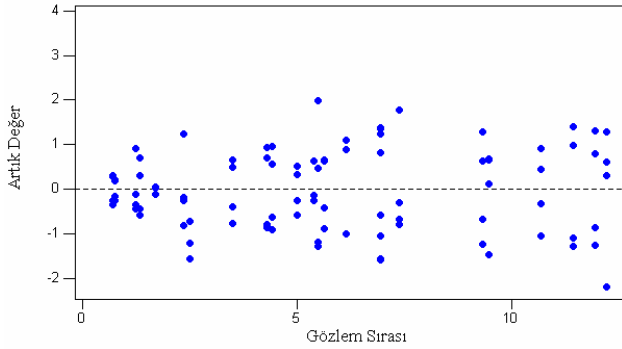
Şekil 6.49'de % görünür gözenek için normal olasılık grafiği görülmektedir. Grafikteki artık değerler yaklaşık olarak aynı doğru üzerinde olduğundan normal dağılım varsayımı doğrulanmıştır. Şekil 6.50'de % görünür gözenek için artık değer gözlem sırası grafiği verilmektedir. Grafikte ardı ardına 6-8'den fazla sıfırın altında yada üstünde artık değer olmadığından bağımsızlık varsayımı doğrulanmıştır. Şekil 6.51'de % görünür gözenek için artık değerler uydurulan değerler grafiği verilmektedir. Grafik incelendiğinde artık değerlerin rasgele dağıldığı görülmektedir bu varyansların eşit olduğunu göstermektedir.



Şekil 6.49. %Görünür gözenek için normal olasılık grafiği



Şekil 6.50. %Görünür gözenek için artık değer-gözlem sırası grafiği



Şekil 6.51. %Görünür gözenek için artık değerler-uydurulan değerler grafiği

% Görünür gözenek için ANOVA Çizelgesi Çizelge 6.12’de verilmektedir. Çizelgeden görüldüğü gibi görünür gözenek üzerinde etkin olan faktörler sırasıyla sıcaklık, süre, basınç, sıcaklık*süre etkileşimidir. Sıcaklık*süre etkileşiminde (Şekil 6.52) sıcaklık 1180°C olduğunda en yüksek sıcaklıkta bekleme süresinin 3 dakikadan 6 dakikaya çıkması % görünür gözenek de anlamlı bir azalmaya yol açmıştır. Sıcaklık 1210°C olduğunda ise en yüksek sıcaklıkta bekleme süresinin 3

dakikadan 6 dakikaya çıkması % görünür gözenek deki azalmayı 1180⁰C'ye kıyasla daha az etkilemiştir. Ana etkiler bazında % görünür gözeneği en çok etkileyen faktör pişirme sıcaklığıdır (Şekil 6.53). Şekil 6.54'den görüldüğü gibi % 60,5 oranında bir etkiye sahip olan sıcaklığın 1180⁰C'den 1210⁰C' ye değişmesi % görünür gözenek de azalmaya neden olmaktadır. İkinci en önemli faktör % 25,1 oranıyla en yüksek sıcaklıkta bekleme süresidir. Sürenin 3 dakikadan 6 dakikaya yükselmesi % görünür gözenek de azalmaya neden olmaktadır. Basıncın % görünür gözeneğe etkisi % 4,8'dir. Basıncın yükselmesi % görünür gözeneği azaltmaktadır.

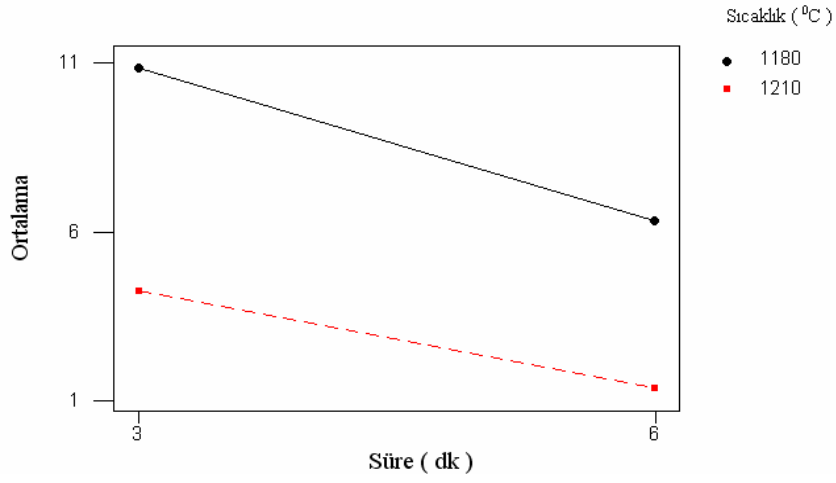
% Görünür gözeneği etkileyen faktörlerin modellenmesinde deneysel lineer regresyon kullanılmıştır. Deney parametrelerine ait sonuçlardan bulunan veriler kullanılarak elde edilen matematiksel model Eşitlik (6.10)'de verilmiştir.

$$\begin{aligned} \% \text{Görünür Gözenek} = & 5,70 - 0,939 \text{ basınç} - 2,88 \text{ sıcaklık} - 1,86 \text{ süre} \\ & + 0,409 \text{ sıcaklık} * \text{süre} \end{aligned} \quad (6.10)$$

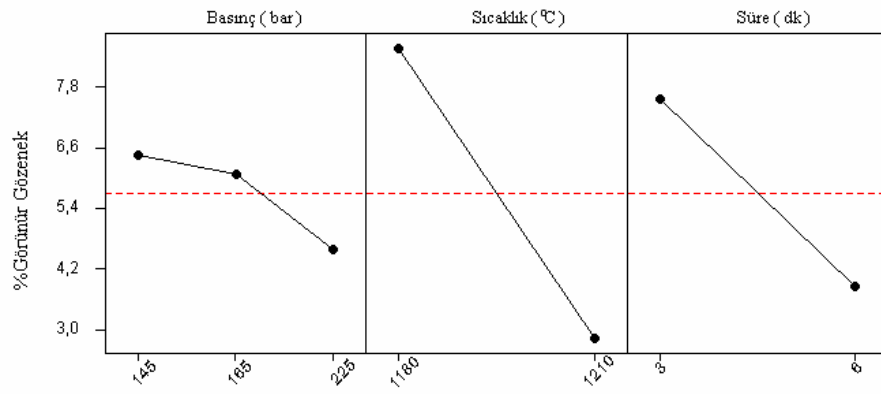
Salem ve arkadaşları [28] tarafından yapılan çalışmada artan fırında kalma süresi ile görünür ve toplam gözenek azalmakta, kapalı porlar artmaktadır. Sinterleme sırasında oluşan sıvı faz fırında kalma süresinin bir fonksiyonu olarak minimum değere ulaşılan kadar görünür ve toplam gözeneği azaltır. Minimum toplam gözenek değerine ulaşmak için düşük pişirme sıcaklıklarında fırında kalma süresinin fazla olması gerekir. Ancak toplam gözenek pişirme sıcaklığına bağlı değildir. Fırında kalma süresi arttıkça kapalı porlardaki gaz basıncı por boyutunun ve toplam gözeneğin artmasına yol açabilir.

Çizelge 6.12. % Görünür gözenek için ANOVA Çizelgesi

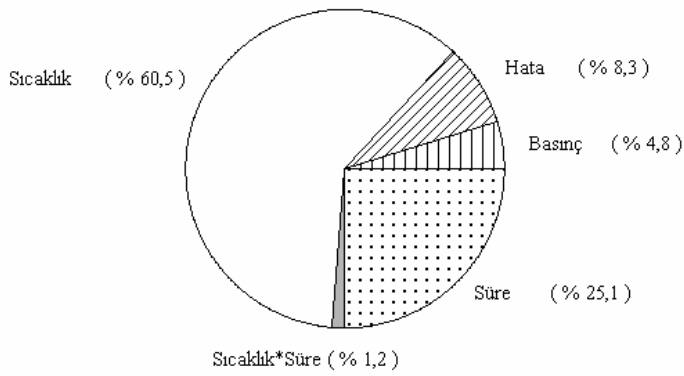
Faktörler	DF	SS	MS	F	P
Basınç	2	63,23	31,62	25,90	0,000
Sıcaklık	1	797,71	797,71	653,43	0,000
Süre	1	330,89	330,89	271,04	0,000
Sıcaklık*Süre	1	16,07	16,07	13,16	0,000
Hata	90	109,87	1,22		



Şekil 6.52. % Görünür gözenek için sıcaklık*süre etkileşim grafiği



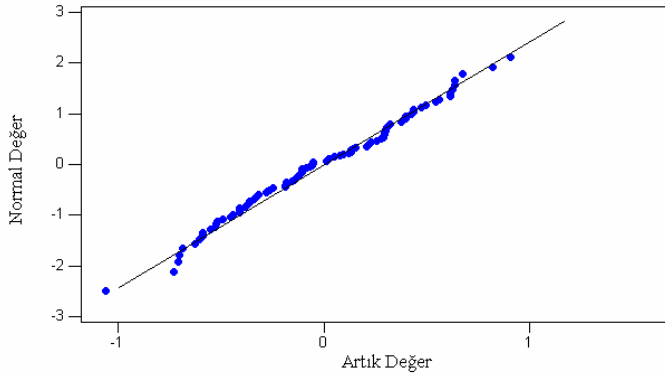
Şekil 6.53. % Görünür gözenek için ana etkiler grafiği



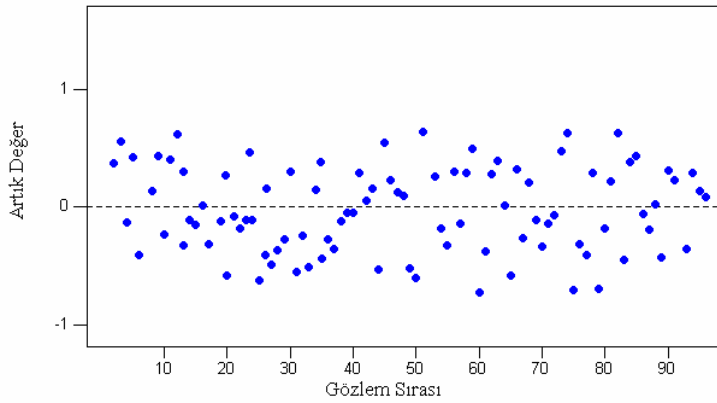
Şekil 6.54. % Görünür gözenek için pasta grafiği

6.6. % Su Emme

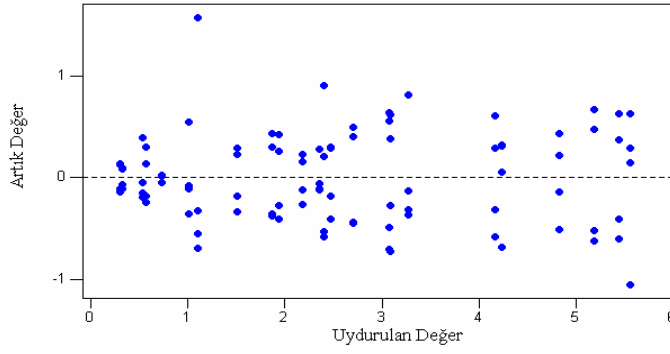
Şekil 6.55’de % su emme için normal olasılık grafiği görülmektedir. Grafikteki artık değerler yaklaşık olarak aynı doğru üzerinde olduğundan normal dağılım varsayımı doğrulanmıştır. Şekil 6.56’da % su emme için artık değer gözlem sırası grafiği verilmektedir. Grafikte ardı ardına 6-8’den fazla sıfırın altında yada üstünde artık değer olmadığından bağımsızlık varsayımı doğrulanmıştır. Şekil 6.57’de % su emme için artık değerler uydurulan değerler grafiği verilmektedir. Grafik incelendiğinde artık değerlerin rasgele dağıldığı görülmektedir bu varyansların eşit olduğunu göstermektedir.



Şekil 6.55. %Su emme için normal olasılık grafiği



Şekil 6.56. %Su emme için artık değer-gözlem sırası grafiği



Şekil 6.57. %Su emme için artık değerler-uydurulan değerler grafiği

% Su emme için ANOVA Çizelgesi Çizelge 6.13'te verilmektedir. Çizelgeden görüldüğü gibi su emme üzerinde etkin olan faktörler sırasıyla sıcaklık, süre, basınç, sıcaklık*süre etkileşimidir. Sıcaklık*süre etkileşiminde (Şekil 6.58) sıcaklık 1180°C olduğunda en yüksek sıcaklıkta bekleme süresinin 3 dakikadan 6 dakikaya çıkması % su emmede anlamlı bir azalmaya yol açmıştır. Sıcaklık 1210°C olduğunda ise en yüksek sıcaklıkta bekleme süresinin 3 dakikadan 6 dakikaya çıkması % su emmedeki azalmayı 1180°C'ye kıyasla daha az etkilemiştir. Ana etkiler bazında % su emmeyi en çok etkileyen faktör pişirme sıcaklığıdır (Şekil 6.59). Şekil 6.60'dan görüldüğü gibi % 59,9 oranında bir etkiye sahip olan sıcaklığın 1180°C'den 1210°C'ye değişmesi % su emmede azalmaya neden olmaktadır. Yılmaz ve Çalışkan [27] da çalışmalarında farklı pişirme sıcaklıklarında hazırlanan numunelerin % su emme miktarının pişirme sıcaklığı artışı ile azaldığını belirtmişlerdir. İkinci en önemli faktör % 25,0 oranıyla en yüksek sıcaklıkta bekleme süresidir. Sürenin 3 dakikadan 6 dakikaya yükselmesi % su emmede azalmaya neden olmaktadır. Basıncın % su emmeye etkisi % 4,9'dur. Basıncın yükselmesi % su emmeyi azaltmaktadır.

Tüm faktörlerin etkileri, % görünür gözenek ile benzerdir.

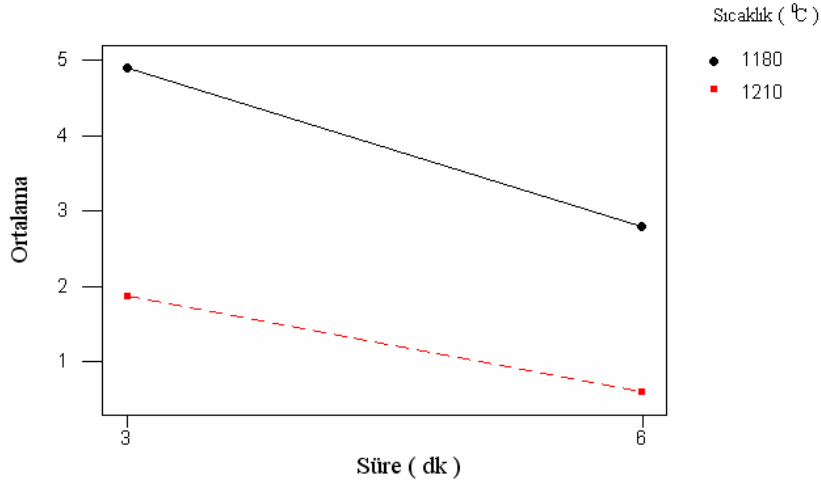
% Su emmeyi etkileyen faktörlerin modellenmesinde deneysel lineer regresyon kullanılmıştır. Deneysel parametrelerine ait sonuçlardan bulunan veriler kullanılarak elde edilen matematiksel model Eşitlik (6.11)'de verilmiştir.

$$\begin{aligned} \% \text{Su Emme} = & 2,54 - 0,433 \text{ basınç} - 1,31 \text{ sıcaklık} - 0,846 \text{ süre} + 0,129 \text{ hız} \\ & + 0,212 \text{ sıcaklık*süre} \end{aligned} \quad (6.11)$$

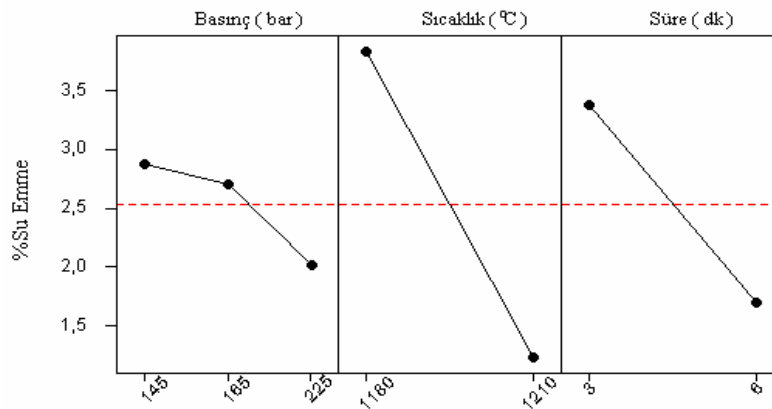
Yer karolarında % su emme testi ISO 10545 Part 3 testine göre yapılır. Su emme %3'den az olmalıdır.

Çizelge 6.13. % Su emme için ANOVA Çizelgesi

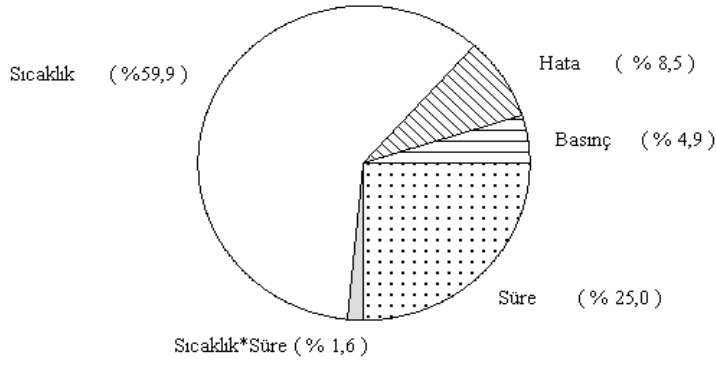
Faktörler	DF	SS	MS	F	P
Basınç	2	13,449	6,724	25,81	0,000
Sıcaklık	1	164,455	164,455	631,25	0,000
Süre	1	68,722	68,722	263,78	0,000
Sıcaklık*Süre	1	4,300	4,300	16,50	0,000
Hata	90	23,447	0,261		
Toplam	95	274,372			



Şekil 6.58. % Su emme için sıcaklık* süre etkileşim grafiği



Şekil 6.59. % Su emme için ana etkiler grafiği



Şekil 6.60. %Su emme için pasta grafiği

6.7. Örneklerin Karakterizasyonu

Deney tasarımı ile elde edilen veriler analiz edildikten sonra tüm deney sonuçlarının ortalamaları Çizelge 6.14'te gösterilmiştir. Çizelge 6.14'e göre en yüksek ortalama pişme mukavemeti G20 ($42,72\text{N/mm}^2$), en düşük ortalama pişme mukavemeti G16 ($25,53\text{N/mm}^2$) kodlu numunelerden elde edilmiştir. Bu nedenle karakterizasyon G20 ve G16 kodlu numunelere yapılmıştır. Diğer karakterizasyon numuneleri ise $30\text{-}38\text{N/mm}^2$ arasında ortalama pişme mukavemeti gösteren G5, G10, G11, G19, G24 kodlu numunelerden seçilmiştir.

Çizelge 6.14. Numunelerin ortalama değerleri

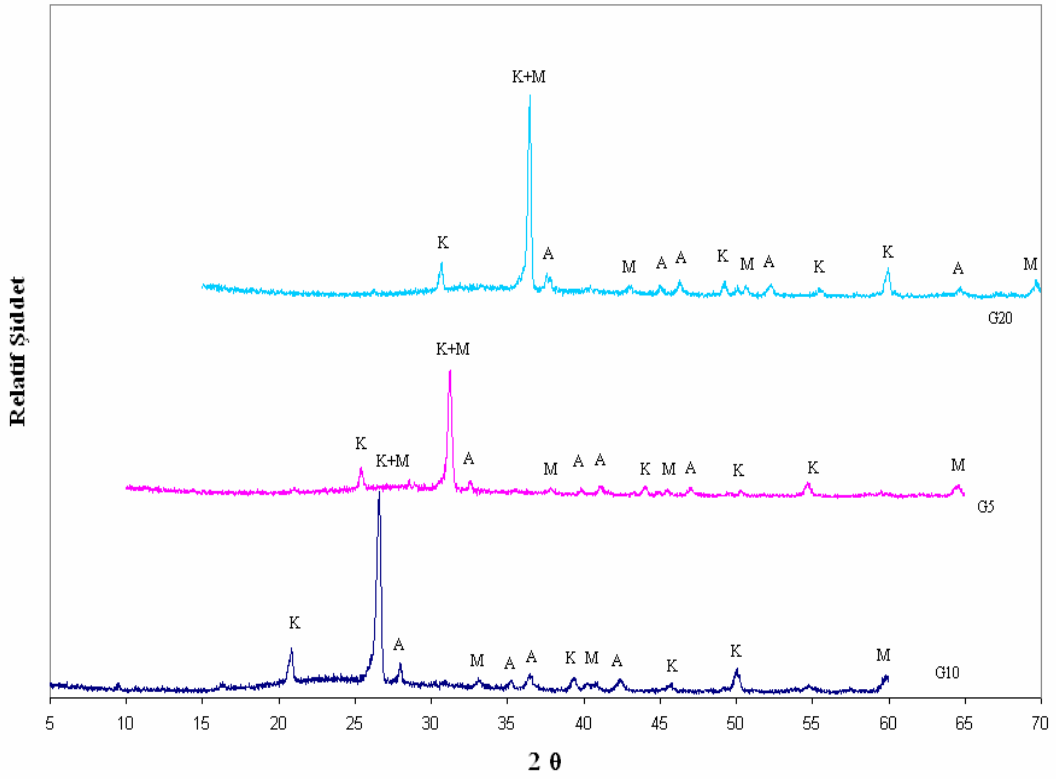
Numune	% Kuru Küçülme	% Pişme Küçülmesi	% Toplu Küçülme	L*	a*	b*	Pişme Mukavemeti (N/mm ²)	Yığımsal Yoğunluk (g/cm ³)	Görünür Yoğunluk (g/cm ³)	% Görünür Gözenek	% Su Emme
G1	0,0396	7,1768	7,2137	58,45	3,89	14,71	34,26	2,3365	2,3770	1,7031	0,7289
G2	7,1768	6,9270	6,9685	59,91	4,45	15,95	35,18	2,3361	2,3678	1,3376	0,5729
G3	6,9270	6,0947	6,1448	64,17	5,90	18,98	29,56	2,2605	2,4297	6,9590	3,0820
G4	6,0947	6,7313	6,7591	61,28	4,95	16,94	31,28	2,2838	2,4140	5,3931	2,3615
G5	6,7313	6,9482	6,9736	59,17	4,25	15,62	36,28	2,3428	2,3722	1,2379	0,5289
G6	6,9482	6,3664	6,3889	62,62	5,46	17,96	32,10	2,2972	2,4003	4,2902	1,8695
G7	6,3664	5,5175	5,5527	67,65	7,02	21,02	27,30	2,1994	2,5058	12,2180	5,5601
G8	5,5175	6,3095	6,3415	64,11	5,94	19,11	29,80	2,2593	2,4398	7,3936	3,2751
G9	6,3095	6,7276	6,7680	62,09	5,15	17,36	31,19	2,2770	2,4128	5,6266	2,4726
G10	6,7276	7,0748	7,1128	59,85	4,26	15,67	35,31	2,3054	2,3645	2,4956	1,0990
G11	7,0748	6,0504	6,0788	64,64	6,17	19,51	31,32	2,2723	2,4212	6,1438	2,7053
G12	6,0504	5,5184	5,5465	67,91	7,22	21,36	26,44	2,1973	2,4960	11,9596	5,4453
G13	5,5184	5,8753	5,9085	66,29	6,64	20,28	28,32	2,2164	2,4817	10,6891	4,8245
G14	5,8753	6,5503	6,5862	62,44	5,29	17,80	32,04	2,2890	2,3953	4,4310	1,9368
G15	6,5503	5,9639	5,9978	65,15	6,25	19,58	30,37	2,2616	2,4305	6,9398	3,0719
G16	5,9639	5,8612	5,9029	64,97	6,21	19,49	25,53	2,2079	2,4934	11,4422	5,1864

Çizelge 6.14. (Devam) Numunelerin ortalama değerleri

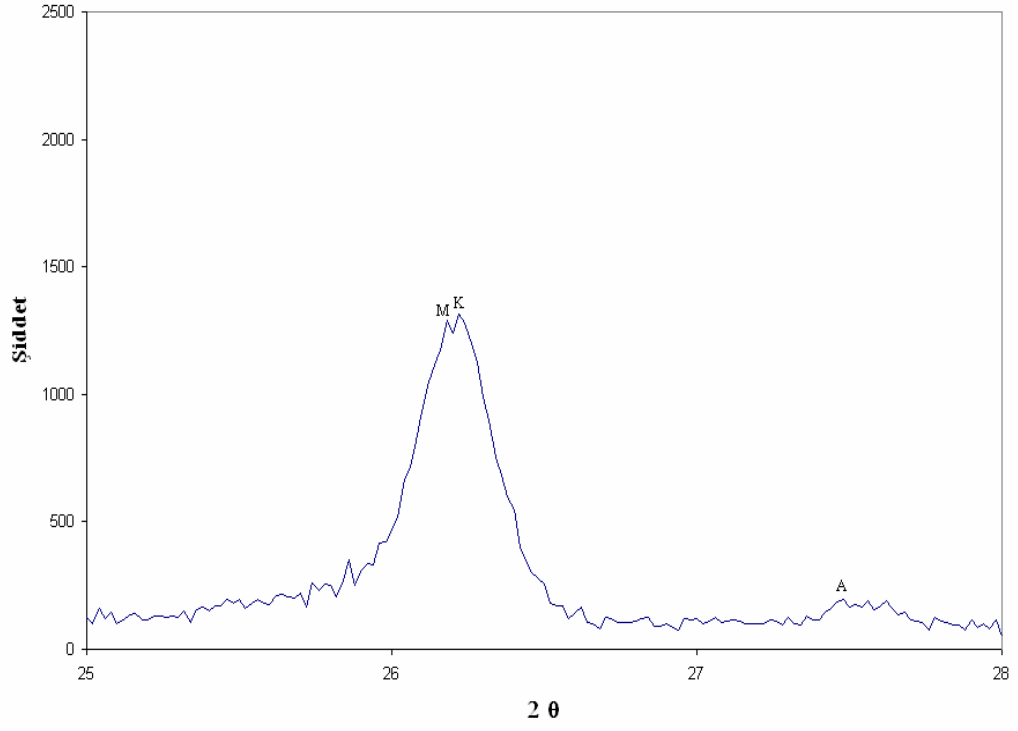
Numune	% Kuru Küçülme	% Pişme Küçülmesi	% Toplu Küçülme	L*	a*	b*	Pişme Mukavemeti (N/mm ²)	Yığınsal Yoğunluk (g/cm ³)	Görünür Yoğunluk (g/cm ³)	% Görünür Gözenek	% Su Emme
G17	5,8612	6,4071	6,4349	59,63	4,40	15,75	41,10	2,3510	2,3691	0,7619	0,3241
G18	6,4071	6,0027	6,0295	63,72	5,88	18,74	36,14	2,2863	2,4192	5,4855	2,4039
G19	6,0027	6,2729	6,2961	60,86	4,98	16,85	38,11	2,3183	2,4025	3,5035	1,5127
G20	6,2729	6,5507	6,5878	58,80	4,08	15,11	42,72	2,3495	2,3661	0,6995	0,2979
G21	6,5507	5,9597	5,9877	62,67	5,49	17,94	38,64	2,3376	2,3941	2,3603	1,0121
G22	5,9597	5,5012	5,5237	66,73	7,02	20,79	32,19	2,2396	2,4740	9,4708	4,2307
G23	5,5012	5,7567	5,7906	64,75	6,36	19,66	35,21	2,2922	2,4128	4,9960	2,1801
G24	5,7567	5,4190	5,4456	66,88	7,18	21,05	32,48	2,2411	2,4717	9,3256	4,1638

6.7.1. XRD analizleri

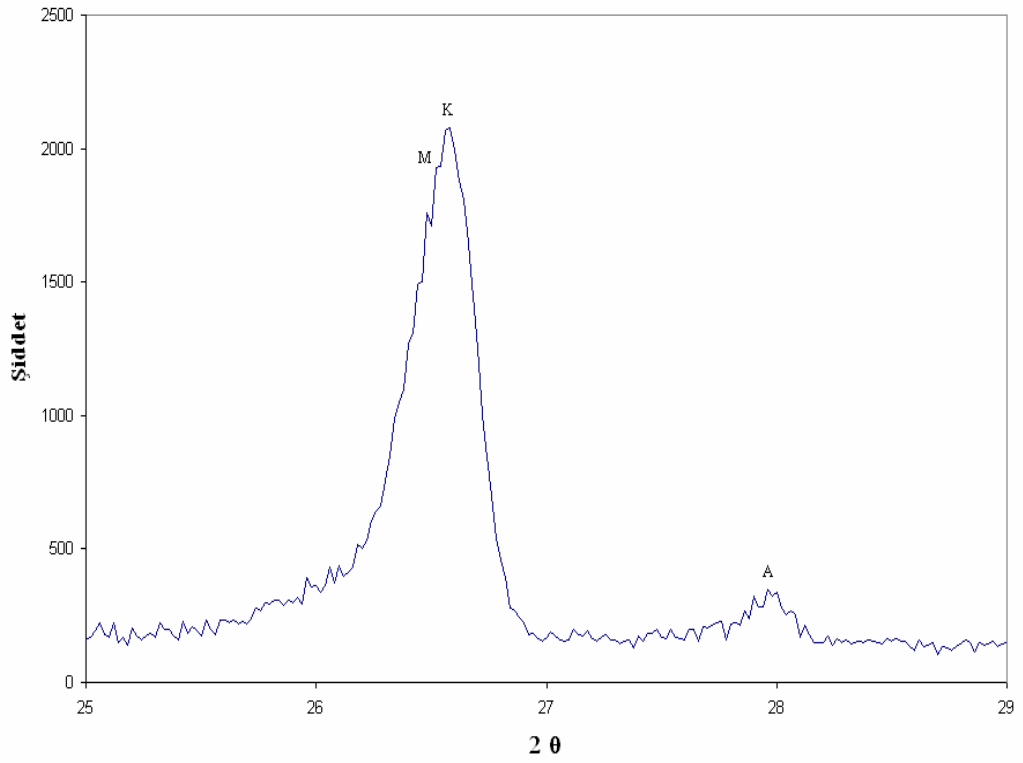
Piştirme sıcaklıkları 1210°C, en yüksek sıcaklıkta bekleme süreleri 6 dakika ısıtma hızları 30°C/dk, şekillendirme basınçları sırası ile 145 bar, 165 bar ve 225 bar olan G10, G5, G20 kodlu numunelere ait XRD grafiği Şekil 6.61’de verilmektedir. Grafikte kuvars, müllit ve albit pikleri görülmektedir. Kuvars piki şiddeti en fazla olan numune G20, en az olan numune G5 dir. Kuvars ve müllit pikleri çakıştığı için grafiğin bu kısmı büyütülüp G10, G5, G20 kodlu numuneler için Şekil 6.62. (a), (b) ve (c)’de ayrı ayrı gösterilmiştir. Pik şiddetleri oranlanmış ve elde edilen sonuçlar Çizelge 6.15’de verilmiştir.



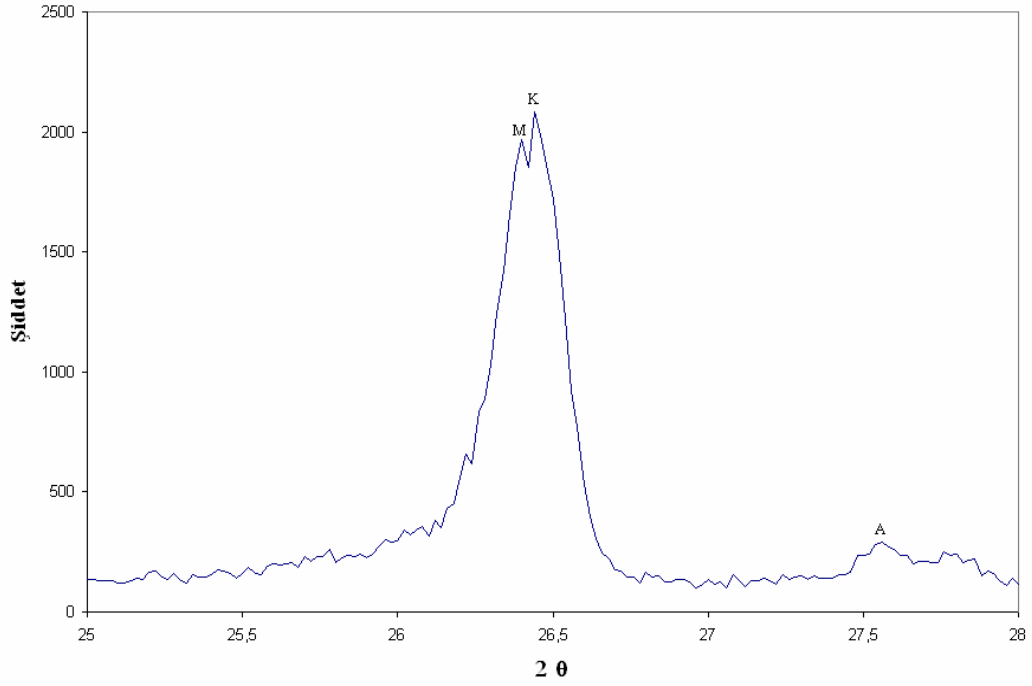
Şekil 6.61. G10, G5, G20 kodlu numunelerin XRD analizleri
(K: Kuvars, M: Müllit, A: Albit)



Şekil 6.62. (a) G5 kodlu numunenin XRD analizi

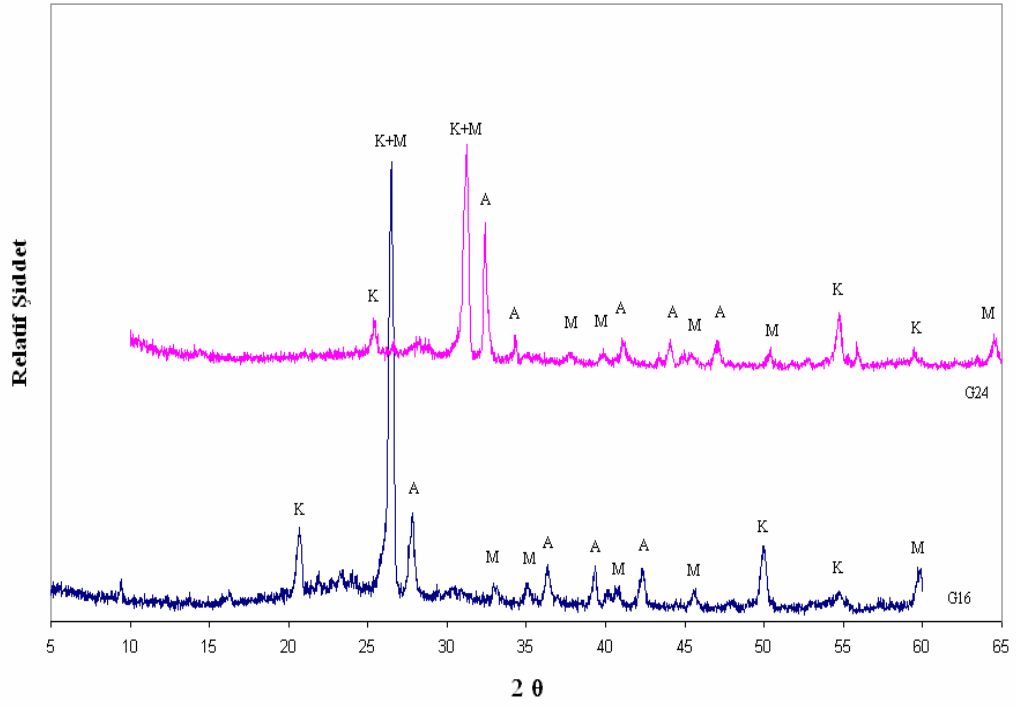


Şekil 6.62. (b) G10 kodlu numunenin XRD analizi

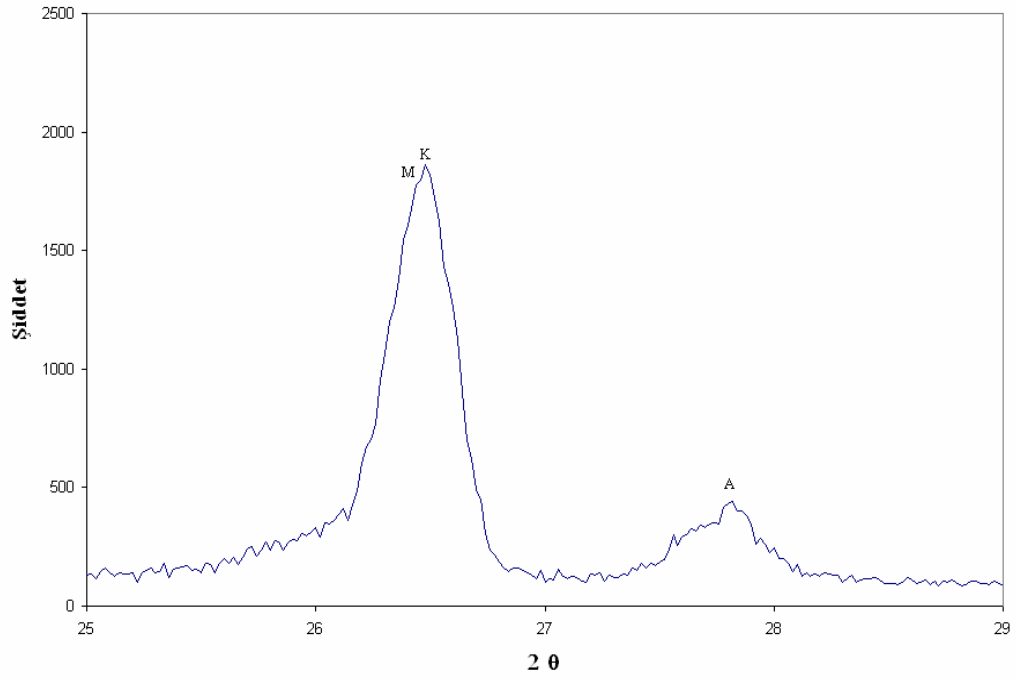


Şekil 6.62. (c) G20 kodlu numunenin XRD analizi

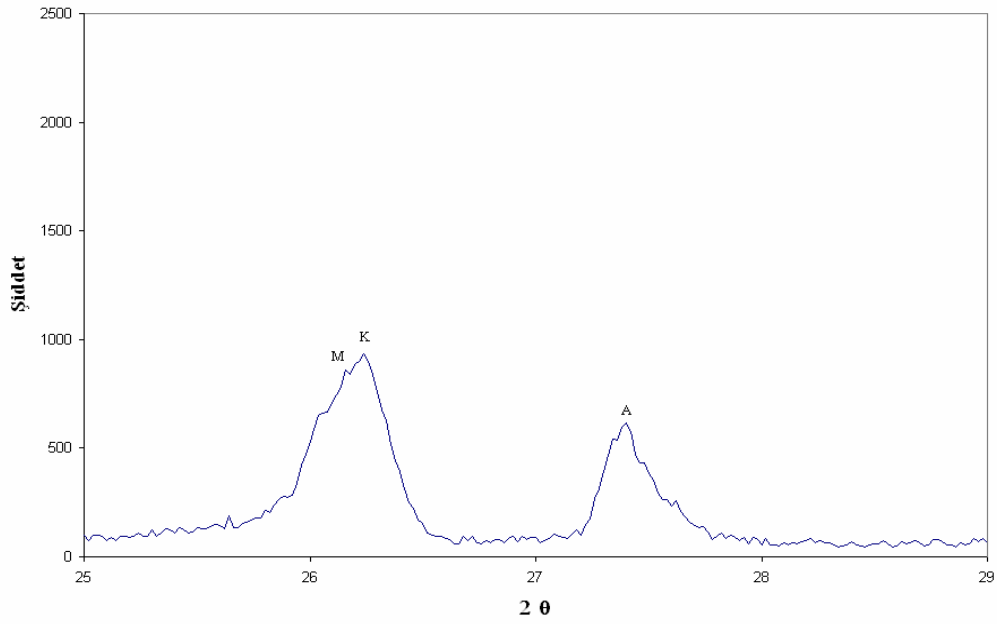
Pişirme sıcaklıkları 1180°C, en yüksek sıcaklıkta bekleme süreleri 3 dakika ısıtma hızları 30°C/dk, şekillendirme basınçları sırası ile 165 bar ve 225 bar olan G16, G24 kodlu numunelere ait XRD grafiği Şekil 6.63’de verilmektedir. G16 kodlu numunede kuvars piki şiddeti fazla, albit piki şiddeti düşüktür. G24 kodlu numunede kuvars piki şiddeti düşük albit piki şiddeti fazladır. 1210⁰C’de pişen numunelerin XRD grafikleriyle kıyaslandığında G16 ve G24 kodlu numunelerin albit piki şiddeti daha fazladır. Kuvars ve müllit pikleri çakıştığı için grafiğin bu kısmı büyütülüp G16, G24 kodlu numuneler için Şekil 6.64. (a) ve (b)’de ayrı ayrı gösterilmiştir. Pik şiddetleri oranlanmış ve elde edilen sonuçlar Çizelge 6.15’de verilmiştir.



Şekil 6.63. G16, G24 kodlu numunelerin XRD analizi (K: Kuvars, M: Müllit, A: Albit)

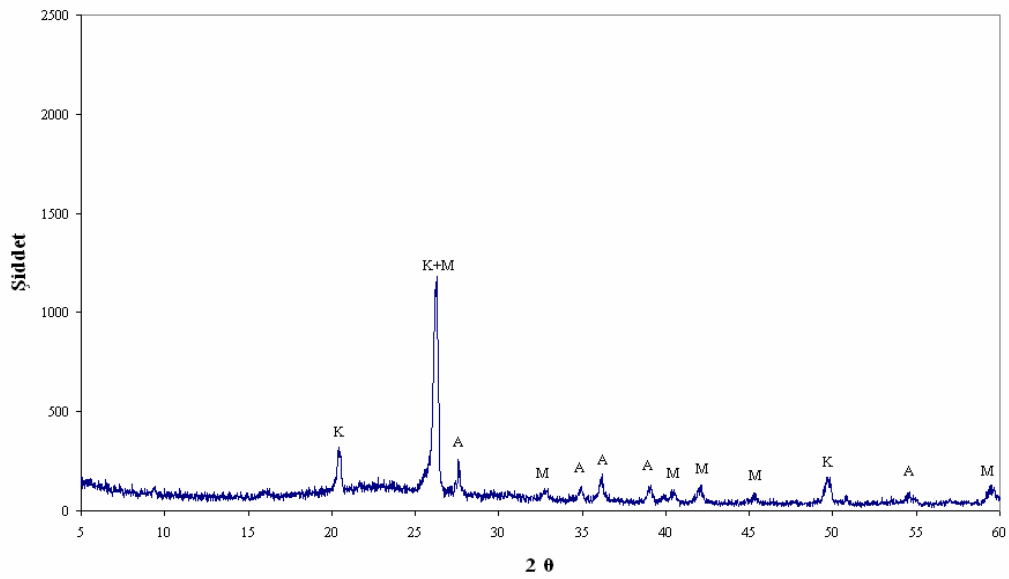


Şekil 6.64. (a) G16 kodlu numunenin XRD analizi

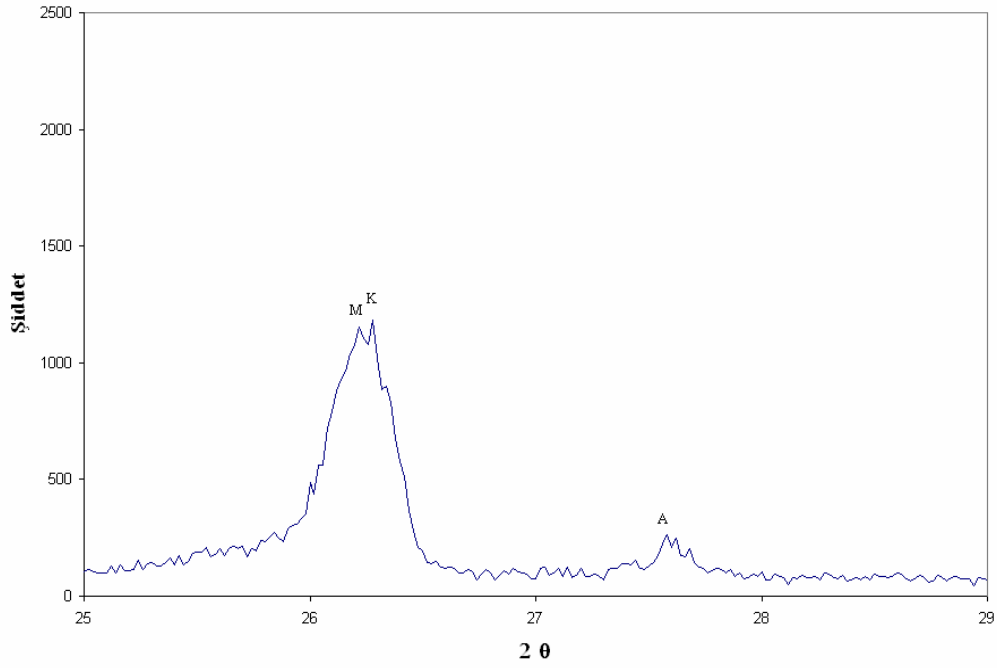


Şekil 6.64. (b) G24 kodlu numunenin XRD analizi

Pişirme sıcaklığı 1210°C, en yüksek sıcaklıkta bekleme süresi 3 dakika, ısıtma hızı 40°C/dk, şekillendirme basıncı 225 bar olan G19 kodlu numuneye ait XRD grafiği Şekil 6.65’de verilmektedir. Kuvars ve müllit pikleri çakıştığı için grafiğin bu kısmı büyütülüp Şekil 6.66’da gösterilmiştir. Pik şiddetleri oranlanmış ve elde edilen sonuçlar Çizelge 6.15’de verilmiştir.

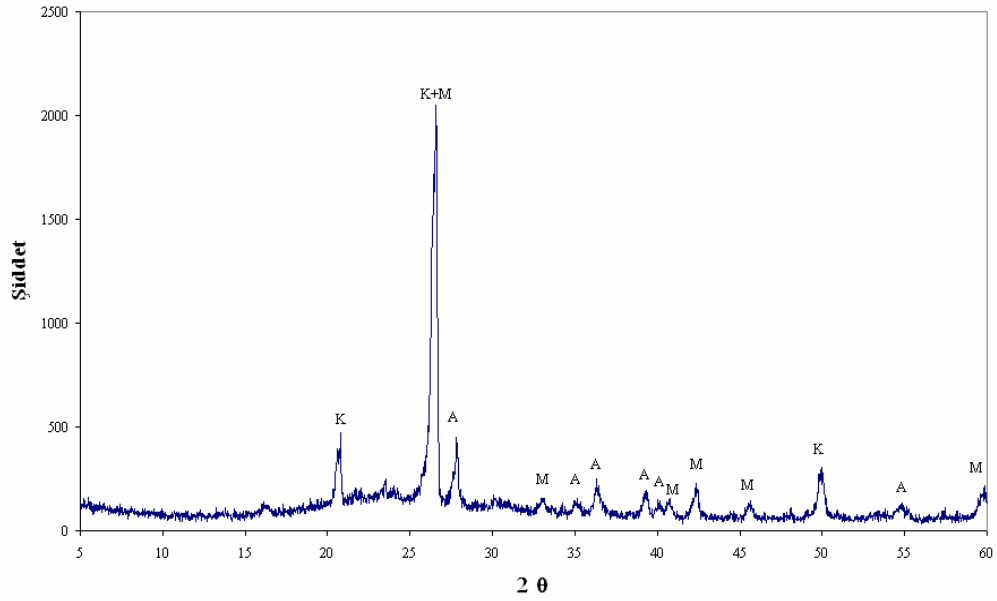


Şekil 6.65. G19 kodlu numunenin XRD analizi (K: Kuvars, M: Müllit, A: Albit)

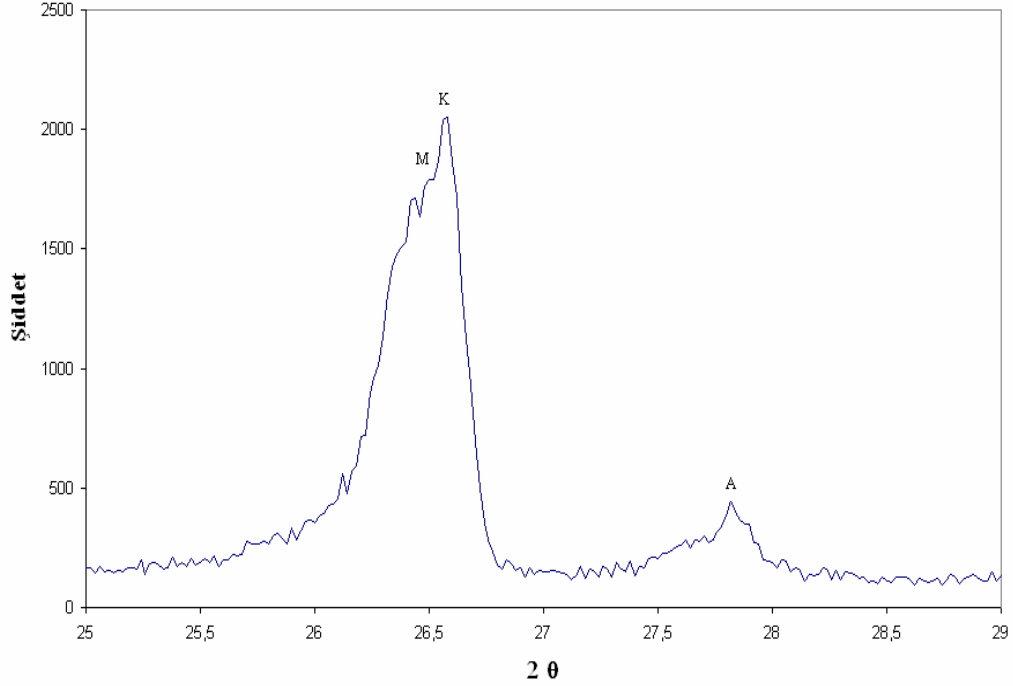


Şekil 6.66. G19 kodlu numunenin XRD analizi

Pişirme sıcaklığı 1180°C, en yüksek sıcaklıkta bekleme süresi 6 dakika, ısıtma hızı 30°C/dk, şekillendirme basıncı 165 bar olan G11 kodlu numuneye ait XRD grafiği Şekil 6.67’de verilmektedir. Kuvars ve müllit pikleri çakıştığı için grafiğin bu kısmı büyütülüp Şekil 6.68’de gösterilmiştir. Pik şiddetleri oranlanmış ve elde edilen sonuçlar Çizelge 6.15’de verilmiştir.



Şekil 6.67. G11 kodlu numunenin XRD analizi (K: Kuvars, M: Müllit, A: Albit)



Şekil 6.68. G11 kodlu numunenin XRD analizi

Çizelge 6.15. Pik şiddetti oranları

Numune	Basınç (bar)	Sıcaklık (°C)	Süre (d)	Hız (°C/d)	K/M	K/A	M/A	Mukavemet (N/mm ²)	% Gözenek
G10	145	1210	6	30	1,08	6,17	5,72	35,810	1,7852
G5	165	1210	6	30	1,02	6,98	6,86	37,559	0,7973
G20	225	1210	6	30	1,06	7,67	7,24	44,889	0,3610
G16	145	1180	3	30	1,05	4,21	4,02	25,867	10,156
G24	225	1180	3	30	1,08	1,52	1,4	30,866	10,6247
G19	225	1210	3	40	1,03	4,52	4,4	37,845	3,1203
G11	165	1180	6	30	1,15	4,54	3,96	31,310	5,1500

Çizelge 6.15’de her numune için pik şiddetti oranları K/M (Kuars/Müllit), K/A (Kuars/Albit), M/A (Müllit/Albit) verilmektedir. K/M oranı önemli bir değişiklik göstermemektedir. K/A ve M/A oranları değişim göstermektedir. K/A, M/A oranlarının yüksek olduğu numunelerde mukavemet fazla, gözenek miktarı azdır. K/A, M/A oranı azaldıkça numunelerin mukavemetleri azalmakta, gözenek miktarları artmaktadır. K/A ve M/A oranlarının düşük çıkmasının nedeni sistemdeki albitin yeterince erimemiş olduğu düşünülmektedir. Albit erimediğinde sistemde oluşan camsı faz az olacak, gözenekler camsı faz tarafından

kapatılmadığından gözenek miktarı fazla ve mukavemet düşük olabilecektir. Pişirme sıcaklığı ve en yüksek sıcaklıkta bekleme süresi artırıldığında sistemde oluşan camsı fazın çoğalması beklenilir ve bunlar mukavemetin artmasına yol açar.

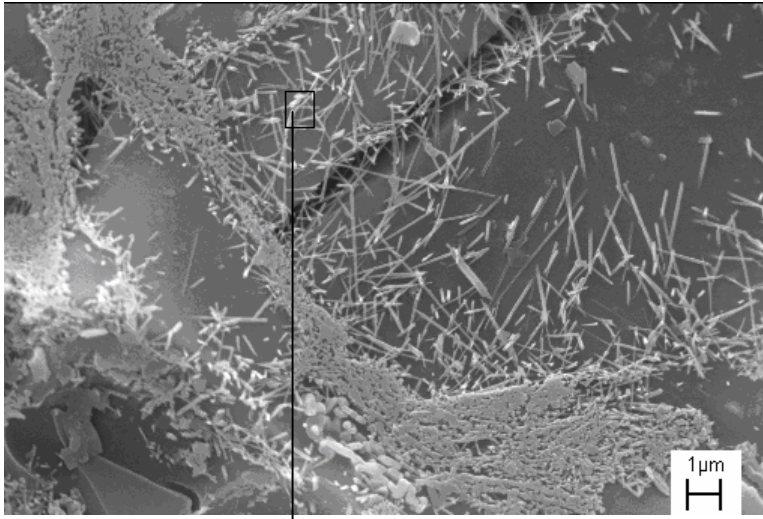
6.7.2. Mikroyapı analiz sonuçları

Yer karosunun genel mikroyapısı kaba kuvars taneleri, camsı faz, birincil ve ikincil müllit tanelerinden oluşmaktadır. İğnemsî ince müllit taneleri birbirlerine kilitlenerek yapının mukavemetini arttırlar. Yüksek sıcaklıklarda müllit iğneleri kalınlaşırlar ve az sayıda kalın iğnemsî taneler oluştururlar. Bunlar birbirlerine çok iyi kilitlenemedikleri için mukavemet düşüşüne neden olurlar [29]. İstenilen mukavemete ulaşabilmek için uygun boyutta ve sayıda müllit oluşturmak ve pişirme sıcaklığını ayarlamak gerekir. Sahip oldukları morfoloji dolayısıyla ve daha küçük iğne çaplarıyla ikincil müllitler birincil müllitlere göre mukavemeti daha çok arttırlar. Dağılım güçlendirmesi teorisine göre kalıntı kuvars miktarının artması camsı fazın içinde daha çok partikül dağılmasından ötürü mukavemeti arttırmaktadır [30].

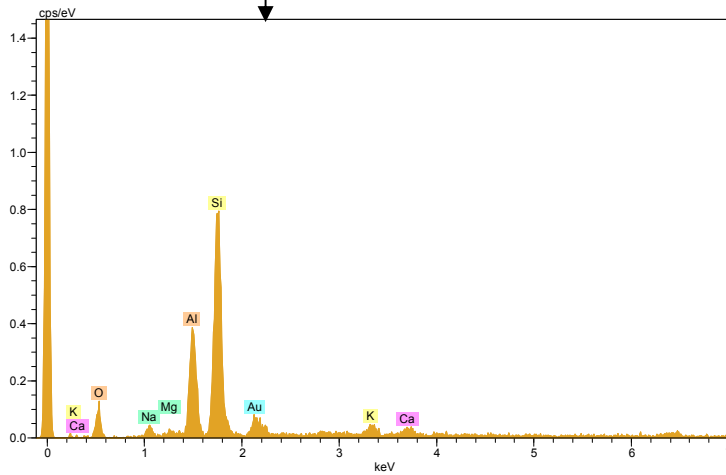
Pişirme sıcaklığı 1210°C, en yüksek sıcaklıkta bekleme süresi 6 dakika ısıtma hızı 30°C/dk ve şekillendirme basıncı 225 bar olan G20 kodlu numuneye ait SEM görüntüsü Şekil 6.69'de verilmektedir. Şekilde birincil müllit, ikincil müllit ve kuvars taneleri görülmektedir. İğnemsî tanelerin müllit olduğu Şekil 6.70'da görülen EDX analizi ile desteklenmektedir. En yüksek mukavemete sahip numune (44,889N/mm²) G20 kodlu numunedir. Daha küçük iğne çaplarıyla ikincil müllitlerin mukavemeti arttırdığı düşünülmektedir.

Pişirme sıcaklığı 1210°C, en yüksek sıcaklıkta bekleme süresi 6 dakika ısıtma hızı 30°C/dk, şekillendirme basıncı 165 bar olan G5 kodlu numuneye ait SEM görüntüsü Şekil 6.71'de verilmektedir. Şekilde kuvars, birincil müllit ve az miktarda ikincil müllit taneleri görülmektedir. Kuvars tanelerinin keskin köşelerinin yuvarlaklaştığı izlenmektedir. Bu yüzey gerilim kuvvetleri ve pişirim boyunca tanelerin camsı matriste kısmi erimelerinden kaynaklanmaktadır.

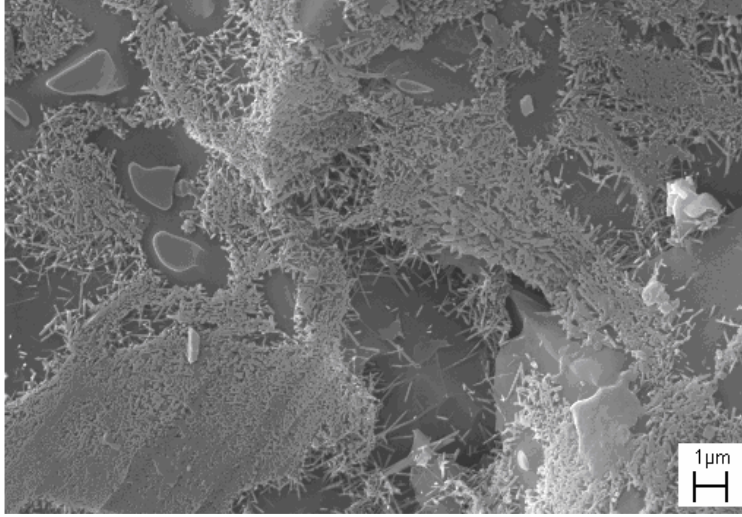
Piřirme sıcaklıęı 1210°C, en yüksek sıcaklıkta bekleme süresi 3 dakika, ısıtma hızı 40°C/dk, řekillendirme basıncı 225 bar olan G19 kodlu numuneye ait SEM görüntüsü Şekil 6.72’de verilmektedir. Şekilde kuvars, birincil müllit ve az miktarda ikincil müllit taneleri ayrıca küçük kare řekilli taneler görölmektedir. Bu tanelere ait EDX spektrumu Şekil 6.73’de verilmektedir. EDX spektrumu bu tanelerin müllit olduęunu göstermektedir.



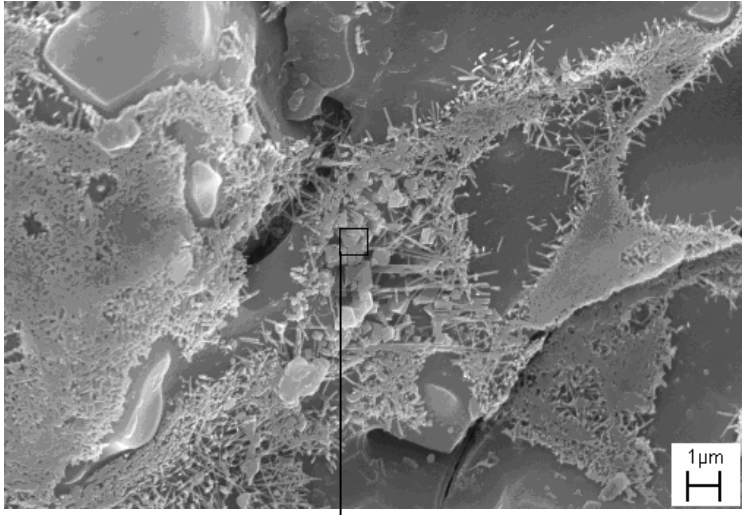
Şekil 6.69. G20 numunesinden alınan SEM görüntüsü (x20000 büyütme)



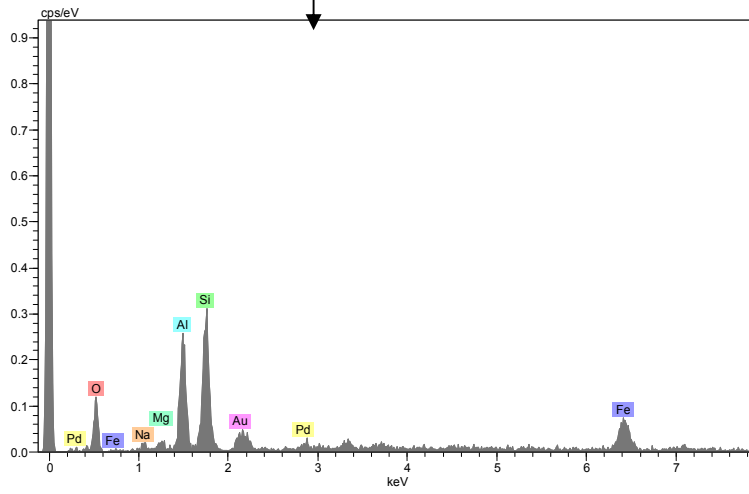
Şekil 6.70. G20 numunesinden alınan EDX spektrumu



Şekil 6.71. G5 numunesinden alınan SEM görüntüsü (x20000 büyütme)



Şekil 6.72. G19 numunesinden alınan SEM görüntüsü (x20000 büyütme)



Şekil 6.73. G19 numunesinden alınan EDX spekturumu

7. GENEL SONUÇLAR

Bu çalışmada, faktöriyel deney tasarımıyla süreç parametreleri incelenmiştir. 2^33^1 çok faktörlü deney tasarımı ile 4 ana faktör etkisi ve bunların birbirleriyle olan etkileşimi incelenmiştir. Hipotezlerin anlamlılık testleri % 99 güven seviyesine göre yapılmıştır. Deney sonucunda elde edilen veriler Minitab 13.20 paket programıyla analiz edilmiştir.

% Pişme küçülmesi ve % toplam küçülme üzerinde en etkili faktörler pişme sıcaklığı ve en yüksek sıcaklıkta bekleme süresidir. Sıcaklık ve süre arttığında küçülme miktarı daha fazla olmaktadır.

L^* , a^* ve b^* değerleri üzerinde etkili faktörler pişme sıcaklığı ve en yüksek sıcaklıkta bekleme süresidir. Sıcaklık ve süre arttırıldığında L^* , a^* ve b^* değerleri düşmüştür, bu bünye renginin koyulaşmasına yol açmıştır. Yavaş pişirim esnasında bünyedeki demir açığa çıkmakta ve bünyenin rengini koyultmaktadır.

Pişme mukavemeti üzerinde basınç % 42,0 ile en etkin faktördür. Pişme sıcaklığının etkisi % 35,0'dır. Basınç arttıkça taneler birbirine yaklaşmakta ve aralarındaki gözenekler yok olmaktadır. Sıcaklık artışına bağlı olarak yoğunlaşma artmakta, müllit fazı oluşmakta ve bunun sonucu olarak da pişme mukavemetinde artış gözlenmektedir. En yüksek sıcaklıkta bekleme süresinin pişme mukavemetine etkisi % 28,9'dur.

Yığınsal yoğunluk üzerinde en etkili olan faktör pişme sıcaklığıdır. İkinci önemli ana faktör en yüksek sıcaklıkta bekleme süresidir. Sıcaklık ve bekleme süresi arttıkça oluşan sıvı faz gözenekleri kapatmakta buda bünyenin yoğunlaşmasına yol açmaktadır.

% Görünür gözenek ve % su emme için en etkin faktörler pişme sıcaklığı ve en yüksek sıcaklıkta bekleme süresidir. Pişirme sıcaklığı artışı ile ürünün % görünür gözenek ve % su emme miktarı azalmaktadır. Bu durum sıcaklık artışına paralel olarak sistemde oluşan sıvı fazın bünyede bulunan gözenekleri kapaması ile açıklanabilir. Yer karosunun su emmesi %5'den az olmalıdır.

XRD grafiklerinden pik şiddetleri oranlanmıştır. K/M oranı önemli bir değişiklik göstermemektedir. K/A, M/A oranlarının yüksek olduğu numunelerde

mukavemet fazla, gözenek miktarı azdır. K/A, M/A oranı azaldıkça numunelerin mukavemetleri azalmakta, gözenek miktarları artmaktadır.

Taramalı elektron mikroskobu görüntülerinde kuvars, birincil ve ikincil müllit taneleri ve camsı faz görülmektedir.

KAYNAKLAR

- [1] 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
- [2] Güner, Y., *Seramik*, Gençlik Kitabevi A.Ş., İstanbul, 1987
- [3] Tanışan, H.H. ve Mete, Z., *Seramik Teknolojisi ve Uygulaması*, Birlik Matbaası, Söğüt, 1998
- [4] Arcasoy, A., *Seramik Teknolojisi*, M.Ü. Yayınları Güzel Sanatlar Fakültesi Seramik Ana Sanat Dalı No:2, İstanbul, 1983
- [5] Kibici, Y., *Seramik Hammaddeleri ve Teknolojik Özellikleri*, Afyon Kocatepe Üniversitesi Yayınları, Afyon, 2002
- [6] Bor, F.Y., *Ekstraktif Metalurji Prensipleri Kısım: 1*, İ.T.Ü. Kütüphanesi Matbaa Teknisyenleri Basımevi, İstanbul, 1997
- [7] Reed, J.S., *Principles of Ceramic Processing*, 2nd Edition, John Wiley & Sons, Inc., New York, 1995
- [8] 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>
- [9] Vari, A., *Raw Material Preperation and forming of Ceramic Tiles*, SALA, Modena, Italia, 2003
- [10] Sacmi, *Fine Porcelainized Tiles*, 2004, <http://www.Sacmi.com>
- [11] Reed, J.E., *From Batch to Pressed Tile: Mechanics and System Microstructural Changes*, General Conference Papers Posters Panel Databaze, Qualicer, Spain, 23-42, 2000
- [12] Kara Kilerci, D., *Aşınma Direnci Yüksek Yer Karosu Sırlarının Üretim İmkanının Araştırılması*, Yüksek Lisans Tezi, Anadolu Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Eskişehir, 2002
- [13] Manfredini, T., *Ceramic Tile Glazes: Design, Trends and Applications*, 7th Conference of European Ceramic Society, Trans. Tech. Publications, Switzerland, 2031-2034, 2002

- [14] Eppler, R.R. ve Eppler, D.R., *Glazes and Glass Coatings*, The American Ceramic Society Westerville, Ohio, USA, 2000
- [15] Kartal, A., *Sır ve Sırlama Tekniđi*, Çizgi Matbaacılık Ltd. Şti., Uşak, 1998
- [16] Hicks, C.R., *Deney Düzenlemede İstatistiksel Yöntemler*, (Çevirenler: Muluk, Z., Kurt, S., Toktamış, Ö. Ve Karaağaođlu, E.) Ege Üniversitesi Basımevi, Bornova-İzmir, 1994
- [17] Montgomery, D.C., *Design and Analysis of Experiments*, John Wiley & Sons, New York, USA, 2001
- [18] Çömlekçi, N., *Deney Tasarımı İlke ve Teknikleri*, Alfa Yayınları, İstanbul, 2003
- [19] Aczel, A.D. ve Sounderpandian, J., *Complete Business Statistics 5th Edition*, McGraw – Hill / Irwin, 2002
- [20] Çömlekçi, N., *Deney Planlamasına Giriş*, Eskişehir İktisadi ve Ticari İlimler Akademisi Yayını, Eskişehir, 1978
- [21] Zaubers, R.T. ve Boschi, A.O., *2^k Factorial Design Applied to Porcelain Stoneware Tile Processing*, General Conference Papers Posters Panel Database, Qualicer, Spain, **3**, 217-220, 2004
- [22] Bondioli, F., Ferrari, A.M. and Romagnoli, M., *The Effect of Sintering Conditions on Linear Shrinkage in Porcelainized Stoneware tiles as Studied in a Two-Level Full Factorial Experimental Design*, Tile & Brick International Manual, 18-21, 2006
- [23] Rocak, D., Kosec, M. ve Degen, A., *Ceramic Suspension Optimization Using Factorial Design of Experiments*, Journal of the European Ceramic Society, **22**, 391-395, 2002
- [24] 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.
- [25] POYRAZ, H.B., ERGİNEL, N. ve AY, N., *The use of pumice in transparent roof tile glaze composition*, Journal of the European Ceramic Society, **26**, 741-46, 2005.

- [26] Göncü, Y., Erginel, N. ve Ay, N., *Yer Karosu Sırlarında Nevşehir Pomzasının Kullanımı*, Seres IV. Uluslararası Katılımlı Seramik, Cam, Emaye, Sır ve Boya Semineri, Eskişehir, 2005.
- [27] Yılmaz, R. ve Çalışkan, N., *Farklı Pişirim Sıcaklık ve Sürelerinin Karoların Fiziksel Özelliklerine Etkisi*, III. Uluslar arası Katılımlı Seramik, Cam, Emaye, Sır ve Boya Semineri, Eskişehir, 2005
- [28] Salem, A., Jazeyeri, H., Tucci, A. ve Timelling, G., *Influence of Firing Temperature and Soaking Time on Sintering of Porcelain Stoneware Tiles*, Ceramic Forum International, **80 (9)**, 66-70, 2003
- [29] CARTY, W.M., ve SENEPATI, U., *Porcelain-raw materials, processing, phase evolution, and mechanical behavior*, J. Am. Ceram. Soc., 81, 3-20 1998
- [30] Correia, S.L., Oliveira, A.P.N., Hotza, D. ve Segadaes, A.M., *Properties of Triaxial Porcelain Bodies: Interpretation of Statistical Modeling*, J. Am. Soc., **89**, 3356-3365, 2006