

ALÜMİNANIN EKSTRÜZYONLA
ŞEKİLLENDİRİLMESİ

YÜKSEK LİSANS TEZİ

Mustafa KIRAN

Danışman
Prof. Dr. Ömer Faruk EMRULLAHOĞLU

SERAMİK MÜHENDİSLİĞİ ANABİLİM DALI

Haziran 2006

T.C.
AFYON KOCATEPE ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

ALÜMİNANIN EKSTRÜZYONLA
ŞEKİLLENDİRİLMESİ

Mustafa KIRAN

YÜKSEK LİSANS TEZİ
Seramik Mühendisliği Anabilim Dalı
Danışman
Prof. Dr. Ömer Faruk EMRULLAHOĞLU

AFYON
2006

.....'nın yüksek lisans / doktora tezi olarak hazırladığı “.....” başlıklı bu çalışma, lisansüstü yönetmeliğinin ilgili maddeleri uyarınca değerlendirilerek oy birliği/oy çokluğu ile kabul edilmiştir.

... / ... /

Jüri Üyesi :
(Başkan)

Jüri Üyesi :
(Danışman)

Jüri Üyesi :

Jüri Üyesi :

Jüri Üyesi :

Fen Bilimleri Enstitüsü Yönetim Kurulu'nunGün
vesayılı kararıyla onaylanmıştır.

Enstitü Müdürü

ÖZET

Yüksek Lisans Tezi

Alüminanın Ekstrüzyonla Şekillendirilmesi

Mustafa KIRAN

Afyon Kocatepe Üniversitesi

Fen Bilimleri Enstitüsü

Seramik Mühendisliği Anabilim Dalı

Danışman: Prof. Dr. Ö. Faruk EMRULLAHOĞLU

Ekstrüzyon geleneksel seramik ve refrakter alanında uzun bir geçmişi olan en eski bir şekil verme prosesi olup uzun boyutlu seramik ürünlerin üretiminde gerekli ve ekonomik açıdan düşük maliyetli bir teknik olarak kendini ispatlamıştır, Ekstrüzyon tekniği ile fırın tüpleri, tuğlalar, izolatörler, katalitik ve elektronik altlıklar, termokapl koruyucu tüpleri, ve son zamanlarda ısı değişim tüp ve bal peteği şekilli altlıklar üretilmektedir.

Geleneksel seramikler, kaolinit gibi kil mineralleri ihtiva ederler ve su ile karıştırıldığında yüksek plastik özellik kazanırlar(5). Al_2O_3 , ZrO_2 , SiO_2 , gibi kil içermeyen modern seramik kompozisyonların ekstrüzyon prosesi için uygun şartlarda plastik özelliğe sahip karışımların hazırlanması için organik katkılara ihtiyaç vardır.

Bu çalışmada Alcoa CT 3000 SG, orijinal ve yıkanmış-kalsine edilmiş Seydişehir alumina tozlarından ekstrüzyon yöntemi ile seramik üretiminde çeşitli bağlayıcı sistemleri ile ekstrüzyon parametreleri incelenmiş ve en uygun ekstrüzyon şartları belirlenmiştir. Üretilen boru ve çubuk şeklindeki ekstrüze parçalar, bağlayıcı giderme ve (1450, 1500, 1550, 1600 ve 1650 °C’lerde) sinterleme işleminden sonra çeşitli karakterizasyon testlerine tabi tutulmuştur. Numunelerin su emme ve basma dayanım değerleri ölçülmüştür

Tüm numunelerde sinterleme sıcaklığı artışına paralel olarak dayanımlar artmıştır. En yüksek dayanımlar Alcoa alüminasından üretilmiş ürünlerden alınmıştır. Yıkanarak soda azaltılmış ve sonra 1200 °C’de kalsine edilmiş Seydişehir alumina tozundan üretilmiş ürünler orijinal Seydişehir alüminasına göre daha yüksek dayanım göstermiştir.

2006, 80 sayfa

Anahtar Kelimeler: Alümina, Ekstrüzyon, Organik katkılar, Seydişehir alüminası, Cr_2O_3 katkısı, Na - CMC

ABSTRACT

Ms.Sc

The forming of alumina by extrusion

Afyon Kocatepe University

Graduate School of Natural and Applied Sciences

Department of Ceramic Engineering

Mustafa KIRAN

Supervisor: Prof. Dr. Ö. Faruk EMRULLAHOĞLU

Extrusion is very old forming process which has a background on classical ceramic and refractory scopes and proved itself as an essential and economic technique at production of long dimensioned ceramic products. Furnace tubes, bricks, insulators, catalytic and electronic mounts, thermocouple protective tubes, and recently heat exchangers and honeycomb formed mounts are manufactured with extrusion technique.

Classical ceramics contains clay minerals like coalinit and they would have highly plastic property with mixing with water. For modern ceramic compositions which don't contain clay like Al_2O_3 , ZrO_2 , SiO_2 , extrusion process needs organic additives at proper conditions to prepare plastic characterized mixtures.

This study, the optimum conditions was determined for extrusion of Alcoa CT 3000 SG, original Seydişehir alumina powder and washed-calsined Seydişehir alumina powder with various binders. After binder removing and sintering (at 1450, 1500, 1550, 1600 and 1650 °C) process, various characterization tests were applied to tube and rod type extrusion parts. The absorption and compressive strength values for the specimens were measured and determined.

For all specimens strengths increased parallel to the sintering temperature. The highest strengths were taken from the products produced from Alcoa alumina. The products which produced from Seydişehir alumina powder which was washed and sodium oxide removed and then calsined at 1200°C showed higher strength than original Seydişehir alumina.

2006, 80 pages

Key Words: Alumina, Extrusion, Organic additive, Seydişehir alumina, Cr_2O_3 additive, Na – CMC

İÇİNDEKİLER

	Sayfa
ÖZET	iv
SUMMARY	v
ŞEKİLLER DİZİNİ	x
ÇİZELGELER DİZİNİ	xiii
1. GİRİŞ	1
2. GENEL BİLGİLER	3
2.1. Dünyada ve Türkiye’ de seramik endüstrisi	3
2.2. ALÜMİNA	4
2.2.1. Dünya’da ve Türkiye ‘ de Alümina Üretimi	5
2.2.2. Alüminanın Özellikleri	7
2.2.3. Alüminanın Fazları	8
2.2.4. Alümina Üretimi	10
2.2.5. Alümina Üretim Metotları	11
2.2.5.1.Yaş Asit Prosesleri	11
2.2.5.2.Sol-Jel Metodu	11
2.2.5.3.Alkali Fırın Prosesleri	12
2.2.5.4.Karbotermik Proses	12
2.2.5.5.Elektrolitik Proses	13
2.2.5.6.Yaş Alkali Prosesi (Bayer prosesi)	13
2.2.6. Dönüşüm Alüminaları	14
2.2.7. Alüminanın Yapısı ve Mineralojik Özellikleri	15
2.2.8. Alüminanın Mekanik Özellikleri	16
2.2.9. Özellikli Alümina Ürünleri	18
2.2.9.1.Aktifleştirilmiş Alümina ($Al_2O_3.nH_2O$)	18

2.2.9.2.Kalsine Edilmiş α -Alümina	19
2.2.9.3.Kesme (Tabular) Alümina	19
2.2.9.4.Erimiş (Fused) Alümina	19
2.2.9.5.Kalsine Edilmiş β - Alümina	19
2.3. EKSTRÜZYON	20
2.3.1. Ekstrüzyon Parçaları	21
2.3.2. Ekstrüzyon İçin Bağlayıcı ve Katkılar	22
2.3.3. Ekstrüzyon Basamakları	25
2.3.4. Genel Extrüzyon Hataları	27
2.3.5. Ekstrüzyon Uygulamaları	30
2.4. KATKILAR	31
2.4.1. Flokülantlar, Bağlayıcılar ve Yapıştırıcılar	31
2.4.1.1.Bağlayıcıların Kullanımı	32
2.4.1.2.Bağlayıcı Çeşitleri	33
2.4.1.2.1. Selüloz Bağlayıcılar	35
2.4.1.2.2. CMC	37
2.4.1.3.Bağlayıcıların Genel Etkileri	39
2.4.1.3.1. Flokülasyon	39
2.4.1.3.2. Kalınlaştırma, Askıda Tutma ve Rheolojik (akış) Kontrol	40
2.4.1.3.3. Sıvı Gereksinimi, Elastiklik ve Sıvı Retansiyonu	40
2.4.2. Plastikleştiriciler, Köpük Ve Anti Köpükleştiricileri, Yağlayıcılar Ve Koruyucular	42
2.4.2.1.Plastikleştiriciler	42
2.4.2.2. Yağlayıcılar	47
2.4.3. Cr_2O_3	48
3. MATERYAL ve METOD	49
3.1.Deney Programı	49

3.2.Deneyde Kullanılan Malzemeler	49
3.2.1. Seydişehir Alüminası	49
3.2.2. Alcoa Alüminası	50
3.2.3. Tankrom	50
3.2.4. Sodyum Karboksimetil Selüloz (Na – CMC).....	50
3.2.5. Gliserin	51
3.2.6. Oleik Asit	51
3.3.Deney Numunelerinin Hazırlanması	51
3.3.1. Seydişehir Alüminasının Na ₂ O İçeriğinin Düşürülmesi ve Kalsine Edilmesi	51
3.3.2. Karışımın Hazırlanması	52
3.3.3. Ekstrüzyonla Şekillendirme	54
3.3.4. Kurutma	55
3.3.5. Cr ₂ O ₃ Katkısının İlavesi	55
3.3.6. Sinterleme İşlemi	55
3.3.6.1. I. Pişirim	55
3.3.6.2. II. Pişirim	56
3.3.7. Numunelere Uygulanan Testler	57
3.3.7.1. Su emme, Porozite, Birim hacim ağırlık ve Yoğunluk	57
3.3.7.2. Sertlik Deneyi	58
3.3.7.3. Basma Dayanımı Deneyi	59
4. BULGULAR	60
4.1. Su Emme Deneyi	60
4.2.Porozite Deneyi	62
4.3. Bulk Yoğunluğu Deneyi	65
4.4. Sertlik Deneyi	67

4.5. Basma Dayanımı Deneyi	67
5. TARTIŞMA ve SONUÇ	70
KAYNAKLAR	71
EKLER	
Ek – 1 Su emme, porozite ve bulk yoğunluğu hesabında kullanılan numunelere ait bilgiler	73
Ek – 2 Numunelere ait basma dayanımı değerleri	80

ŞEKİLLER DİZİNİ

<u>Şekil</u>	<u>sayfa</u>
1.1 Fazların Kararlılık Sınırları	15
1.2 Alüminanın Tane Yapısı	16
1.3 Alüminanın Hegzogonal Kristal Yapısı ve Kayma Düzlemleri	16
1.4 Auger tipi ekstrüzyon aletinin şematik görünümü	21
1.5 Piston tipi bir ekstrüzyon aletinin şematik görünümü	22
1.6 Plastik akış davranışları için seçenekler	26
1.7 Kesit alanları verilen ekstrüze edilmiş parçalardaki laminasyonlar	28
1.8 Ekstrüze edilmiş parçadaki yırtılmalar	29
1.9 Çoğunlukla ekstrüze edilen şekil tiplerine örnekler	29
1.10 Ekstrüzyonla üretilmiş seramik parça türleri	29
1.11 Otomotiv emisyon kontrolünde kataliz destekleyicisi olarak kullanılan ekstrüze edilmiş bal peteği şeklindeki kordierit' in kesit alanı	30
1.12 Ekstrüzyonla üretilmiş farklı malzemeler	31
1.13 Selülozun mikro yapısı, anhidroglikoz ünitesi üzerinde R ₁ , R ₂ ve R ₃ gruplarının pozisyonları ve DS=2 olan metil selülozun mikro yapısı	36
1.14 DS=1.5 ve MS=2 iken Hidroksietil selüloz merinin moleküler yapısı	36
1.15 Parçacık yüzeyinde tutunan tren, devre ve kuyruk şeklindeki bağlayıcı molekülü	41
1.16 Solüsyon düşük viskozitedeyken ve aralık boyutu arttıkça paketlenmiş parçacıklardaki yüzeye tutunmayan bağlayıcı solüsyonun gözenekler içine kayması artar	41
1.17 Artan sıcaklıkta ve değişik viskoelastik özellik bölgelerinde polistrenin serbest elastik modül değişimi	43
1.18 Kısmen ve tamamen hidrolize edilmiş polivinil alkolün higroskopik özelliği ve tamamen hidrolize edilmiş malzemede T _g =20 °C sıcaklıkta rölatif nem üretimi	44
1.19a Yüzeye tutunmayan nem	46
1.19b Yüzeye tutunan nem için gliserol plastizer içeriği üzerinde tam hidrolize	

olmuş polivinil alkolün T_g 'sinin değişimi	46
2.1 Ekstrüzyon yöntemi ile alümina seramik üretiminde izlenen akım şeması	48
2.2 Na_2O İçeriğinin Deiyonize Su İle Azaltılması İşlemini Gösteren Şema	52
2.3 I. Pişirim pişirme sıcaklığı zaman grafiği	56
2.4 Nabertherm marka 1750 °C'lık yüksek sıcaklık fırını	56
2.5 SHIMADZU HMV-2 Model sertlik cihazı	58
2.6 Tek Eksenli Basınç Presi	59
3.1 Seydişehir Alüminası su emme değerleri	60
3.2 Yıkılmış Kalsine Edilmiş Seydişehir Alüminası su emme değerleri	61
3.3 ALCOA Alüminası su emme değerleri	61
3.4 1500°C 'de Sinterlenmiş Krom Katkılı Seydişehir Alüminası (1) ve YKE Seydişehir Alüminası (2) su emme değerleri	61
3.5 Seydişehir Alüminası porozite değerleri	62
3.6 Yıkılmış Kalsine Edilmiş Seydişehir Alüminası porozite değerleri	63
3.7 ALCOA Alüminası porozite değerleri	63
3.8 1550°C de sinterlenen Krom Katkılı Seydişehir(1) ve YKE Seydişehir Alüminasının porozite değerleri	64
3.9 Seydişehir Alüminası Bulk Yoğunluğu değerleri	65
3.10 YKE Seydişehir Alüminası Bulk Yoğunluğu değerleri	65
3.11 ALCOA Alüminası Bulk Yoğunluğu değerleri	66
3.12 1550°C de sinterlenen Krom Katkılı Seydişehir(1) ve YKE Seydişehir Alüminasının bulk yoğunluğu değerleri	66
3.13 Seydişehir Alüminası Basma Dayanımı Değerleri	67
3.14 YKE Seydişehir Alüminası Basma Dayanımı Değerleri	68
3.15 ALCOA Alüminası Basma Dayanımı Değerleri	68
3.16 1550 ° C ' de Sinterlenen Seyişehir Ve Yıkılmış Kalsine Edilmiş Seydişehir Alüminalarının Ve Cr_2O_3 Katkılı Numunelerin Basma Dayanımı Değerleri ...	68

ÇİZELGELER DİZİNİ

<u>Çizelge</u>	<u>sayfa</u>
1.1 Çeşitli Tip Alüminaların Fiziksel Özellikleri	5
1.2 Dünya Boksit Rezervi ve Alüminyum Üretimi Değerlerinin Kıtalaraya Göre Dağılımı	6
1.3 Bazı Alüminyum Oksit ve Hidroksitlerin Mineralojik Özellikleri	9
1.4 Çeşitli Alüminyum Mineralleri	10
1.5 Bazı Mineral ve Mikro bileşenlerin Sertlikleri	18
1.6 Titan Miktarı ve Alüminanın Sertliğine Olan Etkisi	18
1.7 Suda çözünebilen bağlayıcı örnekleri ve bunların viskozite değerleri	24
1.8 Kil ihtiva etmeyen kompozisyonların ekstrüzyon örnekleri	24
1.9 Ekstrüzyonla şekillendirilmiş bünyelerin kompozisyonlarına örnekler	25
1.10 Kil ihtiva etmeyen ekstrüzyonla şekillendirilmiş bünyelerde kullanılan katkıları	25
1.11 Bağlayıcı Malzemeler	34
1.12 Selüloz Bağlayıcılarda Yer Değiştirme Grupları	37
1.13 Polivinil Alkol Bağlayıcı Film Özellikleri üzerine nem miktarının etkisi	44
1.14 % 50 RH ve 25°C sıcaklıkta bağlayıcı Filmlerin Tipik Özellikleri	45
1.15 Yaygın Olarak Kullanılan Plastizerler	45
1.16 Hidroksietil Selüloz(HEC) Filmlerinin Darbe (Impact) Mukavemeti	47
2.1 Seydişehir Alüminasının Kimyasal Analiz Sonuçları	50
2.2 Alcoa Alüminasının Kimyasal Bileşimi ve Bazı Özellikleri	50
2.3 Çalışmada Hazırlanan Karışımların Yüzde Ağırlıkları	54
3.1 SA, YKESA, KKSA, YKEKSA ve Alcoa alüminasının su emme değerleri	60
3.2 Seydişehir Alüminası porozite değerleri	62

3.3	Yıkanmış-Kalsine Edilmiş Seydişehir Alüminası porozite değerleri	63
3.4	ALCOA Alüminası porozite değerleri	63
3.5	1550 °C de sinterlenen Krom Katkılı Seydişehir(1) ve YKE Seydişehir Alüminasının porozite değerleri	64
3.6	SA, YKESA, KKSA, YKEKKSA ve Alcoa alüminasının bulk yoğunluğu değerleri	65
3.7	SA, YKESA, KKSA, YKEKKSA ve Alcoa alüminasının basma dayanımı değerleri	67

1. GİRİŞ

Son 20 yılda teknolojiadaki hızlı gelişimler, değişik alanlarda kullanılan malzemelerden beklenen özelliklerin artışına neden olmuştur. Silisyum karbür, silisyum nitrür, sialon, alümina, titanat, niobat, germanat, ferrit ve bunlar gibi bileşimlerden üretilen yeni seramikler ileri mühendislik seramikleri olarak adlandırılır. İleri mühendislik seramiklerinin üretiminde kullanılan başlangıç malzemelerinin mikron altı boyutta, saf reaktif ve daha düşük sıcaklıklarda sinterlenebilir olması istenmektedir. Bu nedenle yeni üretim yöntemleri geliştirilmiştir. Bunlardan bazıları; CVD (Kimyasal buhar çöktürme), sol-jel, polimer pirolizi yöntemleridir.

Bugün dünyada büyük bir kullanım alanına sahip olan ileri mühendislik seramik malzemelerin başında mekanik, ısı, optik, elektrik, kimyasal ve nükleer özelliklerinden dolayı alümina ve alümina bazlı seramik malzemeler gelmektedir. Seramik malzemeler farklı bileşimde kristal ve cam yapılı fazları ve genellikle porozite içermektedir. Bu farklı yapı bileşenlerinin miktarı ve dağılımları seramik malzemelerin özelliklerini önemli ölçüde etkilemektedir [SEVİNÇTAV S. Tarar, 1993].

Seramik, büyük oranda inorganik, metal olmayan malzemelerden oluşan katı parçaların yapım sanatı ve bilimi olarak tarif edilmektedir. Bu tarife çanak, çömlek, porselen, refrakter, yapı malzemeleri, aşındırıcılar, emaye, çimento ve camın yanı sıra metal olmayan manyetik malzemeler, piezoelektrik malzemeler ve son yıllarda geliştirilen mühendislik seramikleri de girer.

Seramik kelimesi, Yunanca, pişirilmiş eşya anlamına gelen “keramos” kelimesinden gelmektedir. Önceleri toprak eşya anlamında kullanılmakta iken bugün üretim yöntemlerinin ve hammaddelerinin geliştirilmesi sonucu yukarıdaki malzemeler de kapsayan daha geniş bir anlam kazanmıştır [KINIKOĞLU S., 1992].

Günümüzde seramik malzemelere ilginin artmasının başlıca nedenleri aşağıda belirtilmiştir.

- Yüksek sıcaklıklara dayanıklılık,
- Kimyasal kararlılığın yüksek oluşu,
- Çok sert olmaları,
- Metallerden hafif olmaları (%40 mertebesine varan),
- Hammadde olarak bol miktarda bulunması ve genellikle metallere kıyasla ucuz olmaları,
- Pahalı ve stratejik metallere ihtiyaç göstermemesi,
- Erozyon ve aşınmaya karşı dayanıklı olmaları,
- Oksitlenmeye karşı dirençlerinin yüksek olması,
- Sürtünme katsayısının düşük olması,
- Basma mukavemetinin yüksek olması.

Bütün bu üstün özelliklere nazaran seramik malzemelerin en önemli istenmeyen özelliği kırılgan karakterde olmalarıdır [BAYKARA, T, TEKİN,A. , 1992].

2. GENEL BİLGİLER

2.1. Dünyada ve Türkiye’ de seramik endüstrisi

Teknoloji devriminin temel unsuru malzemedir. Teknolojik ilerlemenin bir çoğunun malzeme biliminde yapılacak gelişmeler ile mümkün olduğu aşîkârdır. Bu bağlamda yüksek sıcaklığa, aşınmaya, oksidasyona ve kararlılık gibi birçok üstün özellikleri nedeni ile tercih edilen ve metalik malzemelerin yerini almaya başlayan seramik malzemelerin önemi ve kullanım sahası her geçen gün artmaktadır. Gelişmiş ülkeler özellikle iletişim, elektronik, bilgisayar, uzay ve savunma sanayiinde ve daha birçok alanda anahtar rolü üstlenen seramik malzemelerin önemini ve ülke teknolojisi ile bağlantılı olarak ekonomilerini öncelikli konuma geçirici rolünü kavramakta gecikmeyerek, hem ilgili eğitim—öğretim programlarını açmışlar, hem de ilgili AR—GE çalışmalarını desteklemişlerdir. ABD, Japonya, Almanya, Fransa gibi devletler seramik araştırmalarına büyük meblağlar ayırmaktadırlar.

1980’li yılların başında Türkiye’de artan nüfusa paralel olarak gelişen inşaat sektörü ve beraberinde ortaya çıkan geleneksel seramik ürün (fayans, karo. .vb) ihtiyacında ve yatırımında bir patlamaya yol açmıştır. İnşaat çeliğine olan talep miktarının artması demir — çelik sektörüne de hareketlilik getirmiştir. Çelik üretimindeki ve yatırımlarındaki artış firma ve potalarda kullanılan refrakter ihtiyacı da artmıştır. Seramik Derneği Dünyada ilk defa 1898 yılında Amerika Seramik Derneğinin kurulması ile olmuştur. Daha sonra 1901 yılında İngiliz Seramik Derneği kurulmuştur. Bizde ise Türk Seramik Derneğinin kurulması ancak 1900 yılında gerçekleşebilmiştir. Türkiye de Anadolu, Afyon Kocatepe ve Dumlupınar üniversitelerinde seramik mühendisliği bölümleri bulunmaktadır. Seramik sektörünün, önde gelen seramik üreticilerinin önderliğinde yapılan çalışmalar sonucunda Mart 1998 de Seramik Araştırma Merkezi (SAM) kurulmuş ve çalışmalarına başlamıştır. SAM, TÜBİTAK’ın Üniversite — Sanayi ortak araştırma merkezi programı (USAMP) çerçevesinde kurulmuş ilk merkezlerden biridir. SAM in öncelikli amaçları, üniversite destekli sanayi Ar-ge projeleri,

sektörün uluslar arası rekabet gücünü arttırmak, sektörün kalifiye personel gereksinimlerini karşılamak, sektörel laboratuvar doğrulama hizmetleri sağlamaktır [KALEMTAŞ, A., 1998].

2.2. ALÜMİNA

Alümina 'nın bilimsel keşfi geçen yüzyıla rastlamaktadır. Fakat ticari olarak kullanımı, 1907 yılında yüksek alümina seramik üretimine ait bir patentle başlamıştır. Geniş çapta ticari üretimi ve kullanımı 1920 'lerin sonu ile 1930 'ların başına rastlar.

Alümina 'nın ilk kullanım alanı, buji ve laboratuvar malzemeleridir. Üretimindeki imkânların gelişmesi ve araştırılmasından dolayı elde edilen bilgi birikimi sayesinde günümüzde alüminanın kullanım alanı önemli miktarda artmıştır. Bugün alümina özellikle yüksek sıcaklık fırınlarında geniş çaplı kullanılmaktadır. Bunun yanı sıra; kesici takım, yatak malzemesi, tekstil endüstrisinde iplik kılavuzu olarak, elektronik endüstrisinde, zırh yapımında, tıpta implant ve protezlerde kullanılmaktadır [GEFFAKEN W., BERGER E., 1936].

Alüminyum 'un en önemli oksidi Al_2O_3 formülü ile gösterilen alüminadır. AlO ve Al_2O bileşikleri ancak gaz halinde ve yüksek sıcaklıklarda bulunabilmektedir.

Alüminyum yer kabuğunda yaygın olarak rastlanan bir element olup, yer kabuğunun yaklaşık olarak % 7,45 'ini oluşturmaktadır. Alüminyum daha çok alümina silikat olarak bulunur [GEÇKİNLİ A.E., 1991].

Bayer prosesine göre üretilen alüminalar tane boyut dağılımına göre unumsu (floury) ve kumumsu (sandy) olarak ikiye ayrılır. Avrupa ülkelerinde unumsu alümina üretilirken, Kuzey Amerika ülkelerinde kumumsu alümina üretilir.

Yurdumuzda primer alüminyum üreticisi olan Etibank Seydişehir Alüminyum İşletmesi Müessesesi Müdürlüğüne bağlı alümina fabrikasında hidrat üretimi ince ebada uygun olarak projelendirilmiştir. Fabrikada elde edilen alümina, tane boyutu unumsu ve kumumsu alümina arasındadır. Bu sebeple tesislerde elde

edilen alümina “Intermediate” tip alüminadır. Çeşitli tip alüminaların fiziksel özellikleri tablo 1.1.’de gösterilmiştir [BAŞPINAR S., 1996].

Çizelge 1.1. Çeşitli Tip Alüminaların Fiziksel Özellikleri

Fiziksel Özellikler	Unumsu Alümina	Intermediate Alümina	Kumumsu Alümina
Kızdırma Kaybı	% 0,3	% 1	% 0,9 - 1,2
Özgül Yüzey Alanı	5 - 10 m ² /g	40 - 80 m ² /g	50 - 80 m ² /g
α — Alümina	% 60 - 70	% 25 - 35	% 10 - 20
Yığılma Yoğunluğu	0,8 - 1 lt/m ³	1 - 1,1 lt/m ³	0,9 - 1 lt/m ³
Yığılma Açısı	40 - 45	32 - 36	28 - 32
> 149 μ	% 0,1	% 3 - 5	% 2 - 8
< 44 μ	% 45 - 55	% 20 - 30	% 5 - 10

2.2.1. Dünya’da ve Türkiye ‘de Alümina Üretimi

1887’de Dr. Karl J. Bayer’in alüminat çözeltilerinin dekompozisyonunu ve 1892’de de boksitlerin alümina içeriğinin sodyum hidroksit çözeltisi ile yüksek ısı ve basınçta çözünürleştirilmesini gerçekleştirmesinden buyana, Dünya üzerinde alümina üretiminin % 95 kadarı bu metotla sağlanmaktadır. Bu prosesin uygulandığı ilk fabrika 1908 yılında Almanya ‘da kurulmuş ve çok hızla yaygınlaşmıştır.

Dünya boksit cevheri ve alüminyum üreticisi ülkeler incelendiğinde oldukça ilginç bir durumla karşılaşmaktadır. Alüminyum üretiminde önde gelen ülkelerin çoğu boksit rezervi bakımından son sıralarda yer almaktadır. Çizelge 1.2.’de verilen dünya rezervleri ve alüminyum üretimi değerlerinin kıtalara göre dağılımı bu konudaki çelişkiyi açıkça göstermektedir [GİRGİN İ., 1984].

Ülkemizde alümina üretiminin tarihçesi çok yenidir. Türkiye’de alüminyum üretimi Etibank’a ait Seydişehir Alüminyum Tesisleri’nde yapılmaktadır.

200.000 ton/yıl üretim kapasiteli Seydişehir Alümina Fabrikası 1973'te işletmeye alınmış, 1974'ten itibaren alümina üretimine geçilmiştir.

Çizelge 1.2. Dünya Boksit Rezervi ve Alüminyum Üretimi Değerlerinin Kıtalaraya Göre Dağılımı [GİRGİN İ., 1984]

KITA	BOKSİT REZERVİ	ALÜMİNYUM ÜRETİMİ
	%	%
Afrika	33	2,6
Okyanusya	33	2,9
Orta ve Güney Amerika	20	2,3
Avrupa	6	39,1
Asya	5	16,0
Kuzey Amerika	3	37,1

Seydişehir alüminyum tesislerinde alüminyum hidroksit, alüminyum sülfat, alümina ve alüminyum metali üretilmektedir (Etibank, 1988). Bu üretim üniteleri dışında anot kekini üreten ve kriyoliti rejenere eden ünitelerde bulunmaktadır. Alümina fabrikasında yılda 460.000 ton boksitten 200.000 ton alümina üretilmektedir. Alümina tesisi öncesinde geçiş ürünü olarak üretilen alüminyum hidroksitin bir bölümü; su arındırma, kâğıt ve tekstil endüstrisinde kullanılan alüminyum sülfat üretiminde (45.000 ton/yıl) kullanılmakta ve doğrudan boya ve kimya endüstrilerinde kullanılmak üzere satılmaktadır. Alüminanın ise 120.000 tonu; yılda 60.000 ton alüminyum üretmek amacı ile elektroliz ünitesine gönderilmekte, geri kalanı ise alümina olarak pazarlanmaktadır. Anot keki ünitesinde bir ton alüminyum için gerekli olan 540 kg anot keki üretilmektedir. Kriyolit in ise bir kısmı yeniden kazanılmakta, 750 - 800 ton/yıl luk miktar kriyolit ünitesinden, 2500 ton/yıl'lık miktar ise dış alım ile sağlanmaktadır.

Günümüzde Türk Alüminyum Sektörü, Avrupa Topluluğu ve Ortadoğu ülkelerine yaptığı dış satım ile önemini ve gelişmesini gün geçtikçe artırmaktadır.

Ülkemizde alüminyum kullanımı kişi başına 2 kg olup, bu miktar gelişmiş ülkelerin ortalamasına göre 5 - 6 kez daha küçüktür[ATAK.S, BULUT. G, 1993].

2.2.2. Alüminanın Özellikleri

Ergime noktası 2000 ± 30 °C olan alüminyum oksit yüksek sıcaklıklarda kimyasal maddelere ve mekanik yüklere karşı en dayanıklı refrakter malzemelerden birisidir. Kullanımındaki sınırlama nispeten düşük ergime noktasından kaynaklanmaktadır. Alümina, suda ve şayet iyi kalsine edilmişse hem mineral asitlerinde hem de bazlarda çözünmez. Alümina, HF' ye karşı da dayanıklıdır. Sodyum karbonat, kostik soda ve sodyum peroksit, saf alümina potalarda çok az tahribatla eritebilir. $1700 - 1800$ °C gibi yüksek sıcaklıklarda, flor gazı dışında bütün gazlara karşı direnç gösterir. Alümina, oksitleyici ve redükleyici atmosferde 1900 °C ye kadar kullanılabilir.

Doğal korundum halinde fakat feldspat ve killerde olduğu gibi genellikle silikatlarla birlikte bulunur. Alümina aynı zamanda, boksit, diaspor, kriyolit, silimanit, kyanit, nefelit ve diğer birçok mineralin bileşiminde yer almaktadır.

Saf alümina, düşük sıcaklıkta bir kaç formda bulunur. Fakat bütün bu formlar zaman, kristal boyutu ve atmosfere bağlı olarak $750 - 1200$ °C arasında α alüminaya dönüşür. 1600 °C 'nin üzerinde yapılan ısıtma bu dönüşümü hızlandırır. Alüminanın, α -fazına dönüşümü tersinir değildir.

Alüminadan poroz ve yoğun ürünler yapılır. Poroz ürünler genelde ergimiş alüminadan yapılır ve bunlar 1900 °C 'ye kadar çıkan yüksek sıcaklık fırınlarının astarı olarak kullanılır. Ergimiş alümina % 99,8 Al_2O_3 ihtiva eder. Saflık yükseldikçe sıcak mukavemet, elektrik ve aşınma direncinde artış kaydedilir. Diğer taraftan, saf alümina tamamen saydam olarak bazı cihazlarda kullanılmaktadır.

Yeniden kristalleşmiş, poroz olmayan alümina, ergimiş alüminadan daha saftır. Yüksek sertliği ve aşınmaya karşı direnci nedeniyle iplik mekiklerinde, sprey

nozullarında ayrıca, öğütme bilyesi ve laboratuvar malzemesi olarak kullanılmaktadır.

Alümina ürünler slip dökümle, ekstrüzyon, enjeksiyon kalıbı, soğuk ve sıcak presle şekillendirilmektedir. Şekillendirmede un, polivinil alkol, mum, lastik lâteks, doğal reçine gibi organik bağlayıcılar ve yağlayıcılar kullanılmaktadır. Alümina, ısıtılmış termoplastik reçineyle karıştırılarak enjeksiyon ile şekillendirildiğinde yüzeyi çok düzgün, hassas ölçülerde parçalar üretmek mümkündür. Şekillendirmede, $Al(OH)_n$ gibi inorganik bağlayıcılarda kullanılmaktadır.

Alümina, asit veya baz ilavesi ile defloküle sulu süspansiyon halinde slip dökümle şekillendirilebilir. Ergimiş alümina, öncelikle öğütülerek 0,5 – 1,0 μm toz boyutuna getirilir. Daha sonra enpüritelere temizlenir ve gerekiyorsa HCl, NOH veya $(OH)_3NOH$ ile defloküle edilir. Asidik çamur oldukça sabit döküm özellikleri gösterir, fakat alçı kalıbı tahrip eder [GEÇKİNLİ A.E., 1991].

2.2.3. Alüminanın Fazları

Alümina yer kabuğunun önemli bir miktarını teşkil eder. Birincil ve püskürük kayalar ve bu kayaların parçalanmış ürünleri ve ayrıca ikincil birikintiler alümina içerir. Serbest alümina ise diğer mineraller gibi kolay bulunmayan bir cevherdir. Bu mineraller özellikle alüminyum hidratlardan oluşur. Örneğin; Gibbsite ($Al_2O_3 \cdot 3H_2O$) ve Diaspor ($Al_2O_3 \cdot H_2O$). Çoğu durumda bu mineraller cevher içinde beraberce bulunabilir. Cevherler Fe_2O_3 , SiO_2 , TiO_2 gibi safsızlıklar içerebilirler.

X-ışınları difraksiyonu yaygın kullanılan analitik bir işlem olduktan sonra, Bohm bu yeni difraksiyon yöntemi ile alüminyum sülfattan 100 °C 'de çökelen farklı bir alüminyum hidroksit tespit edilmiştir. Aynı faz, Fransız boksit cevherinde de içinde % 15 bağlı su bulunan ($Al_2O_3 \cdot H_2O$) difraksiyonu şeklinde görülmüştür. Bu faza ise “böhmit” adı verilmiştir.

Korund, emery, safir ve ruby (yakut) alüminanın doğada bulunan saf halidir. Hepsini temel olarak Al_2O_3 'ün α allotromorfundan oluşur. Korund mineralinin içerisinde Fe_2O_3 , SiO_2 , TiO_2 ve Cr_2O_3 gibi safsızlıklar bulunur. En yaygın olan örnek içerisinde az miktarda demir oksit ve silika emery (zımpara) ve doğal olarak kullanılan aşındırıcıların başında gelir. Beyaz, sarı, mavi safir ve kırmızı ruby olarak adlandırılan değerli taşlar nadir olarak bulunan çok saf Korund 'dur. Ruby içerisinde katı halde çözünmüş Cr_2O_3 bulunduran alüminadır. Mavi safir içerisinde TiO_2 vardır. Sarı safir ise içerisinde magnezyum ve nikel oksitler içerir. Beyaz safir ise saf Korund 'dur. Çizelge 1.3.'de alüminyum oksit ve hidroksitlerinin bazı mineralojik özellikleri verilmiştir.

Yukarıda anılan fazların dışında kalsinasyon sonucunda dönüşüm fazları (polimorfları) meydana gelir. Bu fazlar Kappa, Eta, Chi, Delta, Theta gibi isimler alır. Kalsinasyon başlangıcındaki fazın şekline göre dönüşüm fazları da değişik olur.

Beta alümina, içerisinde önemli miktarda toprak alkaliler bulunduran bir alümina çeşididir. Na_2O , K_2O , MgO , CaO , SrO , BaO ile bileşik halde bulunan alüminalara verilen genel isimdir.

Zeta alümina ise $Li_2O \cdot 5H_2O$ olarak adlandırılan bir diğer fazdır [BAŞPINAR S., 1996].

Çizelge 1.3. Bazı Alüminyum Oksit ve Hidroksitlerin Mineralojik Özellikleri

ALCOA GÖSTERİMİ	MİNEROLOJİK İSMİ	KRİSTAL SİSTEM	YOĞUNLUK	BOKSİTTE BULUNABİLİRLİĞİ
Trihidrat	Gibsite	Monocl.	2,42	Sıkça
Trihidrat	Bayrite	Monocl	2,53	Bulunmamış
Monohidrat	Böhmit	Ortho.	3,01	Sıkça
Monohidrat	Diaspore	Ortho.	3,44	Nadir
Alümina	Korund	Hegz.	3,98	Çok Nadir

Alümina en yaygın olarak boksitten hareketle elde edilir. Bu yolun yaygın olarak kullanılmasının esas nedeni boksitin ekonomikliğı ve bulunabilirliğıdir.

2.2.4. Alümina Üretimi

Alüminyum yerkabuğunun yaklaşık olarak % 7,45'ini oluşturmaktadır. Yerkabuğunda 250 çeşit alüminyum minerali mevcuttur. Belli başlı alüminyum minerallerinin kimyasal yapıları ve fiziksel özellikleri Çizelge 1.4.'de görülmektedir [BAŞPINAR S., 1996].

Alüminyum minerallerinin içinde alüminyum üretimi için en uygun olan cevher boksittir. Boksit ilk olarak 1821 yılında bir Fransız Profesör'ü olan Pierne Berhier tarafından Les Beauxen Broverce civarında bulunmuş ve adını bu Fransız kasabasından almıştır. Boksitin genel formülü $Al_2 \cdot nH_2O$ şeklindedir [AKYIL H., ALTINOK V., 1983].

Çizelge 1.4.Çeşitli Alüminyum Mineralleri [BAŞPINAR S., 1996]

MİNERAL	KİMYASAL FORMÜL	% AL	SERTLİK	ÖZGÜL AĞIRLIK
Boksit	$Al_2O_3 \cdot 3H_2O$	34,9	1 - 3	2,6
Böhmit	$AlOOH$	45,6	2 - 3	2,5
Jipsit	$Al(OH)_3$	34,6	2 - 3,5	2,4
Diaspor	$Al(OH)_3 \cdot H_2O$	47,0	6,5 - 7,0	3,4
Zımpara	Al_2O_3	52,9	9	3,9 - 4,4
Alunit	$K_2SO_4 \cdot Al_2(SO_4)_3 \cdot 4Al(OH)_2$	19,6	3,8	2,7
Kriyolit	Na_3AlF_6	13,0	2,5	3,0
Kil ve kaolen	$H_4Al_2Si_2O_9$	20,0	2 - 2,5	2,6
Disten	Al_2SiO_2	33,3	4 - 7	3,6

2.2.5. Alümina Üretim Metotları

Saf alüminanın en yaygın kullanım alanı metalik alüminyum üretimidir. Metalürjik kalitedeki bayer alüminası yüksek saflıktaki alüminanın en ucuz kaynağıdır.

Bayer prosesinin dışında önerilen işlemlerin en önemli teşvik unsuru boksitten daha kolay bulunan ve ucuz olan hammaddelerin (Killer, alunit, andolusit) kullanılmasıdır. Alüminanın genel üretim yöntemleri şunlardır;

- 1-Yaş asit prosesleri
- 2-Sol-jel metodu
- 3-Alkali fırın prosesleri
- 4-Karbotermik proses
- 5-Elektrolitik proses
- 6-Yaş alkali prosesi

2.2.5.1. Yaş Asit Prosesleri

Yaş asit prosesleri ekonomik olarak, alkali proseslere yaklaşamamıştır. Sistemin aside dayanıksızlığı, asidin tekrar kullanılmasındaki azlık ve nihai üründe yüksek miktarda demir ve diğer safsızlıkların bulunması prosesin önemli dezavantajlarından. Bu prosesin uygulandığı mineraller düşük demir içerikli killer, Bayer prosesi ile silikasızlaştırılması zor olan düşük verimli yüksek silika içerikli boksit cevherleridir.

2.2.5.2. Sol-Jel Metodu

Diğer proseslerin dezavantajları kimyasal metotlar uygulanarak üretim yapılmasını gündeme getirmiştir. Çünkü bu yolla mikron altından başlayıp milimetre seviyesine kadar ulaşan tane büyüklüklerinde alümina üretilmektedir. Bu yöntemlerin en çok üretim alanı bulanı ise sol-jel metodudur.

Sol-jel metodunda çıkış hammadresi olarak alüminyum mono hidrat diğer adıyla böhmit kullanılır. Çökelmenin olmayacağı düşük pH'lı karışımlar hazırlanarak uzun sürede ve belirli sıcaklıklar altında yapılan karıştırma sonucunda sol hazırlanır. Kristalizasyonu başlatmak amacı ile yapılan aşılama sonra jelleştirme işlemi yapılır. Daha sonra jeller kurutulur ve nihai α -Alümina fazının sağlanması amacı ile kalsinasyon yapılır. Bu klasikleşen yöntemle üretim alanında yeni bir sayfa açılmıştır. Çünkü bu sayede normal α -alüminadan daha mukavemetli yapıların üretimi mümkün olmuştur.

Sert seramik matriste daha yumuşak metalik ikinci fazın disperse edilmesi düşüncesi doğrultusunda sol-jel işleminin aşılama kısmında sol'e değişik maddeler eklenerek daha yüksek mukavemete sahip kompozit malzeme üretim teknikleri geliştirilmiştir. Bu işlemlerde kullanılan malzemeler çok ince taneli α -alümina, zirkon asetat, magnezyum nitrat, yitria, iki değerlikli metaller, nadir toprak alkalilileridir.

Sol-jel yöntemi kolay ve diğer ergitme yöntemlerine göre kompleks üretim kademeleri içermemesine rağmen yinede mal ergitme yolu ile üretilen bitmiş ürün maliyeti 0,2 - 0,3 \$/Ib 20 \$/Ib dir. Sistemde üretim esnasında kullanılan sıvıların ve solüsyonların korozyif olmaları üretim esnasında problemler çıkarmaktadır [BAŞPINAR S., 1996].

2.2.5.3. Alkali Fırın Prosesleri

Alkali fırın prosesleri, üretim tonajı bakımından bayer prosesine en çok yaklaşan üretim metodu olmuştur. Cevher önce alkali veya toprak alkali karbonatlarla ergitilir ve istenen alüminat fazları elde edilir. Daha sonra bayer prosesinin benzeri yöntemle saflaştırma tamamlanmış olur.

2.2.5.4. Karbotermik Proses

Karbotermik proseste, cevher, karbon ile temas edecek şekilde ergitilir ve safsızlıklar eriyik halde alüminadan ayrılır. Bu sayede çok yüksek saflıkta

alümina elde edilir. Aşındırıcı sektöründe kullanılan alüminaların temel üretim tekniğidir. Ferrosilisyum işleminin yan ürünü olarak değerlendirmeye başlandıktan sonra ekonomik olarak daha verimli bir proses olmuştur.

2.2.5.5. Elektrolitik Proses

Elektrolitik proses kısaca alüminat solüsyonlarının elektrolitik metotlarla alüminaya çevrilmesidir. Kalsine edilmiş alümina silikatlar sülfirik asit içerisinde çözülür ve filtreden geçirilen saflaştırılmış solüsyon elektroliz hücrelerine beslenir.

2.2.5.6. Yaş Alkali Prosesi (Bayer prosesi)

Sol-jel prosesi bayer prosesi düşük silika içerikli, gibsit ve böhmit içeren boksitler için en ideal yöntemdir. En kolay işlenen boksitler, içerisinde daha çok gibsit bulunanlardır. Öğütülmüş boksit cevheri, içerisinde sodyum hidroksit ve kalsiyum karbonat solüsyon karışımı bulunan otoklavlarda çözündürülür. Filtre yardımcı malzeme olarak nişasta (flokülant) ve kireç sisteme eklenir. Otoklav şartları yani sıcaklık ve basınç boksit cevherinin içindeki bileşenlere göre değişir. Örnek olarak gibsitik boksit cevheri için işlem şartları 145 °C ve 45 - 50 psi 'dir. NaOH altında bütün gibsit fazı çözünür ve doymuş kararlı sodyum alüminat çözeltisi elde edilir.

Gibsitik Amerikan boksitlerinde durum bu iken böhmitik Avrupa boksitleri için daha zor çözünme şartları gerekir. 285 °C ve 280 - 700 psi basınç değeri otoklavda uygulanır. NaOH sarfiyatı 300 gr/lt seviyesine çıkar. Seydişehir Alümina Tesislerinde ise durum Avrupa'daki şartlara benzemektedir. 230 – 240 °C ve 200 - 260 gr/lt NaOH sarfiyat değerleri otoklavlarda uygulanmaktadır.

Tamamen çözünme sağlandıktan sonra, çözelti eşanjörlerde soğutulur. Bu sırada çözünmeyen katı kısımlar çöker. Bu çökelen kısma kırmızı çamur adı verilir. Kırmızı çamur daha sonra çöktürme ve filtrasyon yolu ile ayrılır. Kırmızı çamur temel olarak Fe_2O_3 , SiO_2 , $CaCO_3$ ve TiO_2 'den oluşur.

Çökeltileri alınmış temiz alüminat çözeltisi soğutulmaya başlanır. Bu sırada kristallenmeyi başlatmak amacı ile aşılama olarak çok ince alümina trihidrat çözeltiye katılır ve kristalizasyon başlar. Gibsit normal çökelen fazdır ve bayer trihidrat olarak da adlandırılır. Fakat aşılama malzemesi ve soğutma derecesine göre diğer fazlarında çökelebileceği bilinmektedir. Çökelen trihidrat çözeltiden ayrılır, yıkanır ve seramik amaçlı uygulamalarda kullanılmak üzere kalsine edilir. Ortaya çıkan NaOH ise tekrar sisteme döndürülür.

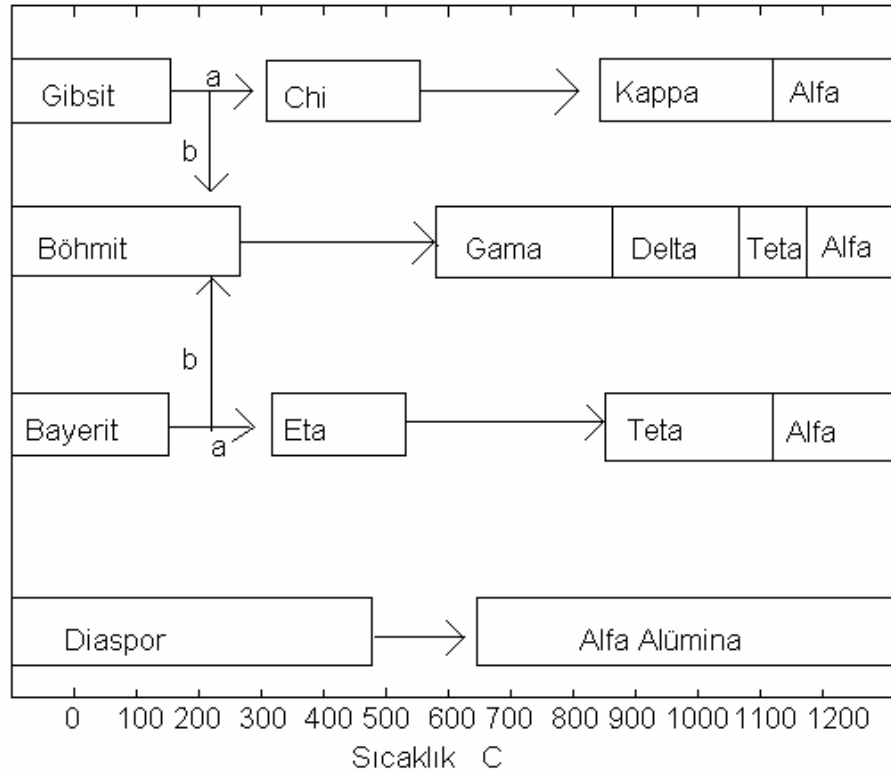
Aşılama, sıcaklık, karıştırma ve zaman değişkenleri çöktürme anında kontrol edilebilir ve en kolay trihidrat ayırma şartları, ayrıca diğer işlemler için uygun olan tane boyut dağılımı elde edilir. Ürün birçok operasyondan geçecek olsa da trihidrat çökmesinde saflığı ve yapıyı etkileyecek bütün faktörler, nihai üründe özelliklerini etkilemiş olur [BAŞPINAR S., 1996].

2.2.6. Dönüşüm Alüminaları

Dönüşüm fazları denildiğinde böhmit ile korund arasındaki fazlar ifade edilmek istenir. İlk başlarda bu gruba doğada bulunmayan gama alümina adı verilmiştir. X-ışınlarının yaygın olarak kullanılmasından sonra gerçek fazlar belirlenmiştir. Bu fazların çoğu alüminyum hidroksitlerin termal çevirimleri ile veya alüminyum metalinin oksidasyonu ile elde edilir. Oluşan ürünlere oksit denmesine rağmen bazıları hala hidroksit halindedir ve katalist, adsorbant, kaplama malzemesi ve yumuşak aşındırıcı olarak kullanılırlar.

Araştırmalar göstermiştir ki fazların dönüşüm sırası ve cinsi başlangıç malzemesinin fazına, dönüşüm sıcaklığı ise atmosferdeki havanın nem miktarına ve malzeme içerisindeki safsızlıklara bağlıdır.

Bayer Trihidrat'ı kolayca böhmit, chi, gama, kappa ve alfa alüminaya geçer. Bayerit ise böhmit, eta, teta ve alfa alüminaya dönüşür. Hidrotermal böhmit önce gama, teta ve alfa alüminaya çevrilir. Bu isimlendirmeler ise x-ışınları difraksiyonunda elde edilen değişik spektrumlara göre Şekil 1.1.'de gösterilmiştir [BAŞPINAR S., 1996].



Şekil 1.1. Fazların Kararlılık Sınırları [HELVACI A., 1996]

a yolu → küçük tane boyutunda (10 μ)

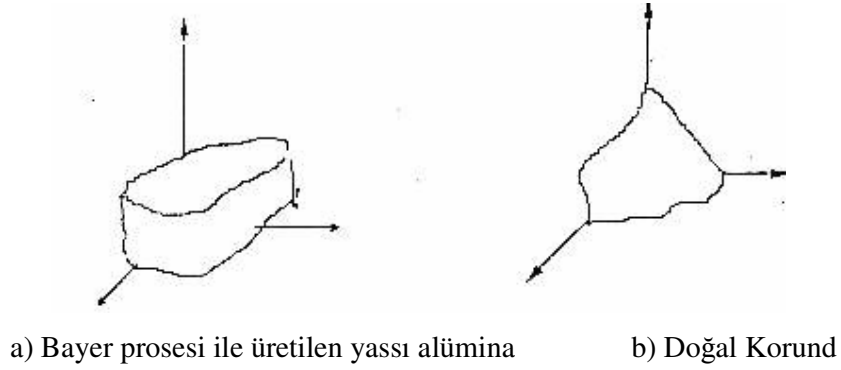
b yolu → nemlilik, alkalilik ve iri tane boyutu (100 μ)

2.2.7. Alüminanın Yapısı ve Mineralojik Özellikleri

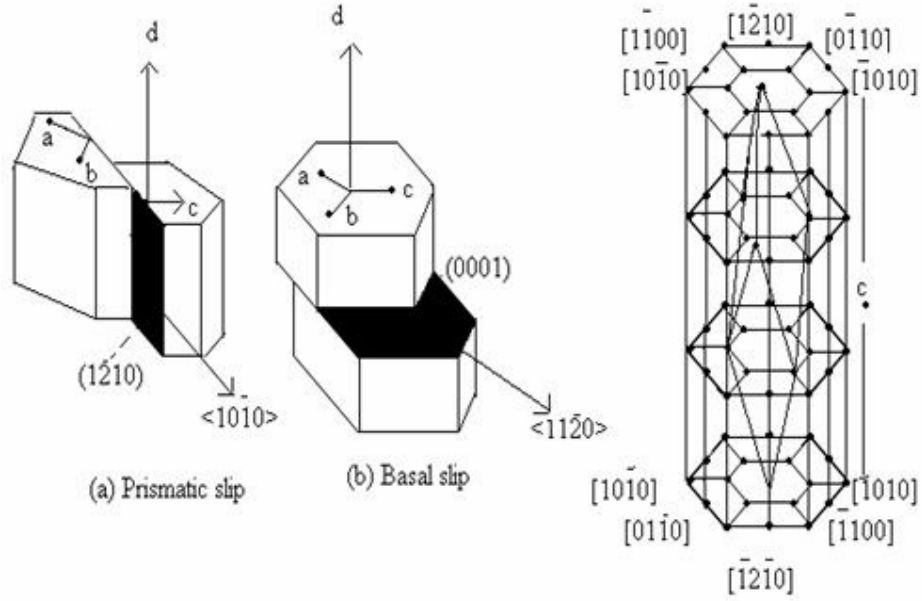
Alüminaların özellikleri doğrudan kristal yapılarıyla ilgilidir. Bayer prosesi ile elde edilen alfa alüminaların kristal yapıları ince hegzagonal plakalar ve nadir olarak üç köşeli plakalar halindedir. Plakaların kalınlığı değiştikçe habit düzlemlerinde de değişiklikler olur. Kristallerin habit düzlemleri başlıca kalsinasyon sıcaklığı ve mineralizatörlerden etkilenir.

Klasik bayer işlemi ile üretilmiş alüminaların tane şekilleri Şekil 1.2.a.'da görüldüğü gibi plaka halinde olurken, doğada saf halde bulunan korund mineralinin tane şekli Şekil 1.2.b. 'deki gibi tek kristalli blok halinde bulunmaktadır. Bu özellik ise aşındırıcı olarak yıllardan beri önemli kullanım alanı bulmasının ana sebeplerinden birisidir. Alfa alüminanın en genel yapısı hegzagonal sıkı paket yapı olarak adlandırılabilir. Alüminyum atomları,

hegzagonal yapının köşelerinde yer alırken, oksijen atomları ara yer atomları olarak kenarlara yerleşir. Alüminanın yüksek mukavemet değerleri hegzagonal yapıya bağlanabilir. Deformasyonun gerçekleşeceği sınırlı sayıda kayma düzlemi vardır. Deformasyonlar başlıca kayma ve ikizlenme yolu ile olur. Basal ve prizmatik olarak iki ayrı kayma sistemi vardır [ATAK.S, BULUT. G, 1993].



Şekil 1.2. Alüminanın Tane Yapısı



Şekil 1.3. Alüminanın Hegzogonal Kristal Yapısı ve Kayma Düzlemleri

2.2.8. Alüminanın Mekanik Özellikleri

Alfa alümina geleneksel porselen ve diğer tek oksitli seramik malzemelere (BeO, CaO, MgO, TiO₂, ZrO₂ v.b.) göre gerek tek kristalli gerekse sinterlenmiş

polikristal halde daha üstün mekanik özelliklere sahiptir. Alüminalarda en önemli mekanik özellik sertlik olarak karşımıza çıkar. Çizelge 1.5.'de gösterildiği gibi alüminanın sertliği de diğer mekanik özellikleri gibi diğer çoğu malzemeden yüksektir. Bu nedenle alümina aşındırıcı sektöründe geniş kullanım alanı bulur.

Aşındırma işlemi sırasında yüksek sıcaklıklar meydana gelebilir. Fakat alfa alümina yüksek sıcaklıklarda da sertlik özelliklerini muhafaza eder. Bu nedenle özellikle metal işleme sektöründe kullanılan aşındırıcı taşların temel hammaddesi durumundadır. Özellikle taşlamada ortaya çıkan aşırı ısınma problemleri korund bazı aşındırıcı taşlarla çözülür.

Ergitme yolu ile üretilen α - alüminaların kafes yapıları gevşektir ve birim kristal boyutları daha büyüktür. Bu sayede kristal yapıya daha fazla titanın girmesini sağlamış oluruz bu ise tanenin sertliğinde düşmeye tokluğunda ise artmaya sebep olur. Titanın miktarı ile knoop sertliği arasındaki ilişki tablo 1.6.'da verilmiştir.

İçerisinde katı halde çözünmüş olarak % 3 oranında Cr_2O_3 bulunduran korundun sertliği saf safirden daha fazladır. Fakat Cr_2O_3 miktarı bu değeri aştıktan sonra sertlik değeri düşmeye başlar [ATAK.S, BULUT. G, 1993].

Çizelge 1.5. Bazı Mineral ve Mikro bileşenlerin Sertlikleri

MİNERAL	KNOOP SERTLİĞİ	VİCKERS SERTLİĞİ
Talk	20	-
Grafit	35	-
Gypsum	40	36
Kalsit	130	140
Apatit	335	540
Cam	455	500
Feldspat	550	600 - 700
Magnetik	575	-
Ortoklaz	620	-
Flint	820	950
Kuvars	840	900 - 1280
Topaz	1330	1430
Garnet	1360	-
Emery	1400	-
Korund (α - Alümina)	2020	1800
SiC	2585	2600
Elmas	7575	10000

Çizelge 1.6. Titan Miktarı ve Alüminanın Sertliğine Olan Etkisi

TiO ₂ MİKATRI	KNOOP SERTLİĞİ
% 0,5	2100
% 2,0	1950

2.2.9. Özellikli Alümina Ürünleri

2.2.9.1. Aktifleştirilmiş Alümina (Al₂O₃.nH₂O)

Termal işlemin sıcaklığına bağlı olarak bünyesinde çeşitli miktarlarda (0<n<0.6)(15) kimyasal bileşim halinde su içeren bu ürün, toz ince taneler(granül) veya sert yuvarlak gözenekli bilyalar şeklinde kullanıma sürülür.

Kimyasal aktivitesi düşük olan bu ürün, çok olan su alma kapasitesine sahiptir. Bu özelliği etkileyen etmenler ise; ürünün kristal yapısı, gözenek şekli ve yüzey alanıdır.

2.2.9.2. Kalsine Edilmiş α -Alümina

Isısal işlemin son kademesinde oluşan ürün alfa-alümina olup romboedrik yapılı beyaz kristal görünümündedir. Yoğunluğu 4.0g/cm³ ,Mohs sertliği 9 ,ergime noktası 2055 C ,kaynama noktası 2980 C ,olup son derece üstün özelliklere sahip bir malzemedir.Bu ürünün kalite kriterlerini kristal boyutu,kalsinasyon sıcaklığı ve Na₂O içeriği belirlemektedir

2.2.9.3. Kesme (Tabular) Alümina

Kalsine edilmiş α – alüminadan elde edilen bu ürünün tamamı α - Al₂O₃ şeklinde olup, çok sert, iyi bir ısı geçirici, yüksek sıcaklıklara dayanıklı yüksek sıcaklıklarda dielektrik gücüne sahip bir maddedir. Görünüşte geniş, hegzogonal, uzunlamasına oluşan tablet biçimindeki α - Al₂O₃ kristallerinin ortalama tane boyutu 40-200 μ m 'dir.

2.2.9.4. Erimiş (Fused) Alümina

Diğer bir adı da sentetik korundum olan bu alüminanın, hareket edilen hammaddeye göre, birkaç ayrı renkte olan şekilleri vardır. Genellikle kahverengi, pembe (yakut kırmızısı veya sentetik yakut) ve beyaz renklerde piyasaya sürülmüş alüminanın en önemli özelliği aşındırıcı olmasıdır.

2.2.9.5. Kalsine Edilmiş β – Alümina

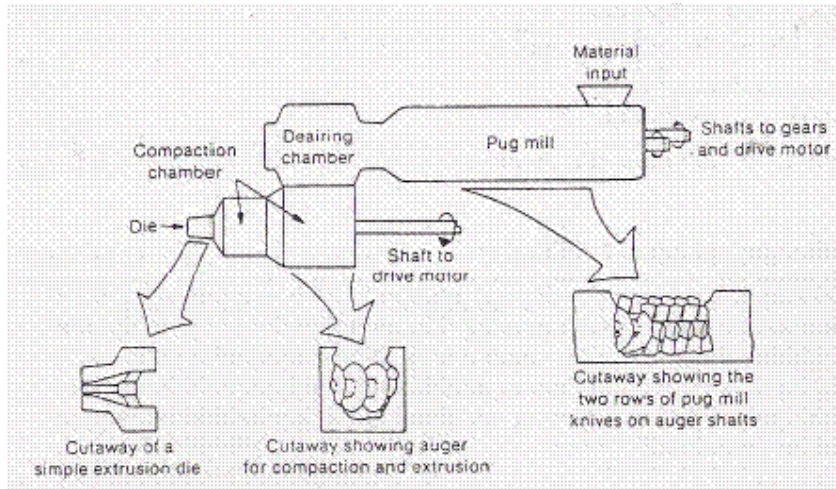
Bu tip alüminanın yapısında çeşitli oksitler (Na₂, K₂O, CaO, SrO, BaO) yer alabilmekteyse de günümüzde yalnız kalsine edilmiş sodyum β – Alüminanın ticari değeri bulunmaktadır [GITZEN H. W. , 1970].

2.3. EKSTRÜZYON

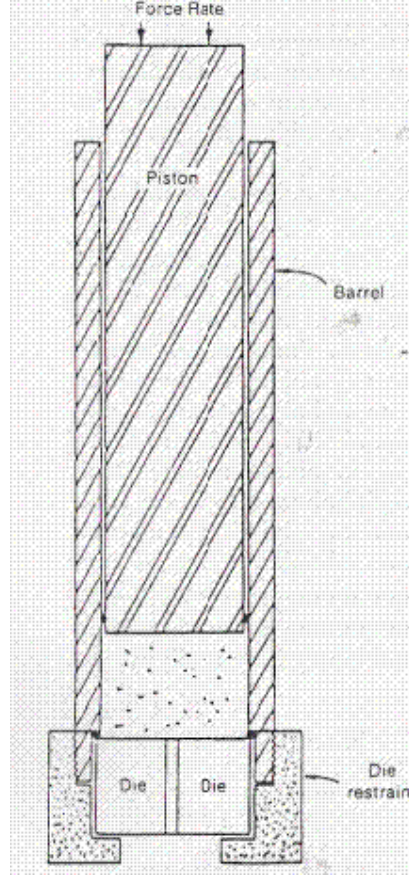
Ekstrüzyon geleneksel seramik ve refrakter alanında uzun bir geçmişi olan en eski bir seramik şekil verme prosesi olup uzun boyutlu seramik ürünlerin üretiminde gerekli ve ekonomik açıdan düşük maliyetli bir teknik olarak kendini ispatlamıştır. Ekstrüzyon tekniği ile fırın tüpleri, tuğlalar, izolatörler, katalitik ve elektronik altlıklar, termokupl koruyucu tüpler ve son zamanlarda ısı değişim tüp ve bal peteği şekilli altlıklar üretilmektedir. Ekstrüzyon bir plastik şekil verme metodu olup ekstrüze edilen çamur toz ve sıvı faz ihtiva eden iki bileşimli sistem olarak düşünülebilir. Belirli bir plastikliğe sahip ekstrüzyona uygun özellikte bir karışım elde edebilmek için seramik tozuna, katkı maddeleri gerekmektedir. Geleneksel seramikler, kaolinit gibi kil mineralleri ihtiva ederler ve su ile karıştırıldığında yüksek plastik özelliği kazanırlar. Al_2O_3 , ZrO_2 , SiO_2 gibi kil ihtiva etmeyen modern seramik kompozisyonların ekstrüzyon prosesi için uygun şartlarda plastik özelliğe sahip karışımları hazırlanması için organik katkılara ihtiyaçları vardır. Kil ihtiva etmeyen oksit tozlar polimer bir çözelti ile karıştırıldığında aynı kil- su sistemde olduğu gibi plastik dispersiyon olarak davranış gösterirler. Ekstrüzyon prosesinde birçok değişken rol oynamaktadır, bu etkenlerin içerisindeki en önemli faktör ekstrüze edilen massenin akış özelliği, yani reolojik davranışdır. Sıvı faz, oksit taneleri yağlayarak kolay işler hale getirmeli ve yeterli ve homojen viskozite kıvamı temin etmelidir. Karışımdaki sürekli olan sıvı fazın seçimi, prosesin başarısı için en kritik husustur. Al_2O_3 'in plastik şekil verilmesinde bağlayıcı olarak, organik katkılar kullanılarak araştırma yapılmıştır. Çalışmada Al_2O_3 'nın plastik olarak şekillendirilerek ekstrüze edilmesi için değişik oranlarda organik bağlayıcı ve plastikleştirici kullanılarak, plastik dispersif masse üretimi üzerine çalışma yapılmıştır. Bağlayıcı miktarı %2 – 10 gibi az bir oranda tutularak, ekstrüzyona uygun plastik masse üretilmiş olup silindirik şekilde ekstrüze edilen tüpler kontrollü kurutma işleminden sonra sinterlenmeye tabi tutulmuş ve hasarsız ürünler elde edilmiştir [Yüksel PALACI, Murat DEMİRCİ, Ali Aydın GÖKTAŞ, 1995].

2.3.1. Ekstrüzyon Parçaları

En çok kullanılan iki tip ekstrüzyon Şekil 1.4 ve Şekil 1.5 da gösterilmiştir. Bir tanesi, burgulu ekstrüzyon olarak adlandırılır ve burgunun dönmesi ile plastik çamur, şekilli kalıp içinden geçirilir. İkinci tip ekstrüzyonda burgu yerine piston kullanılır. Burgulu ekstrüzyonda aşınma ile daha az kirlilik oluşur. Burgulu ekstrüzyonun pek çok parçası vardır. İlk kısım “pug mill” denen kısımdır. Pug mill, şaftın üzerine monte edilen iki dizi bıçağı içerir. Şaftlar ters yönde dönerek bıçaklar arasında sıkılan malzemenin high – shear karışım aksiyonunu sağlar. Yoğun çamur (seramik toz, katlayıcılar, bağlayıcılar, plastikleştiriciler, dispersantlar, flokulantlar, yağlayıcılar surfektantlar) pug mill’in içine beslenir. Pug mill bu çamuru maksimum plastiklik, homojenlik elde etmek için yoğurur ve fazla hava dışarı atılır. Karışım daha sonra hava giderme bölümüne geçer. Uygulanan vakum ile burgu hareketi mümkün olduğu kadar çok havanın dışarı atılmasını sağlar. Son olarak çamur sıkıştırma kısmına gelir. Burada burgu hareketi veya piston basıncıyla mümkün olduğunca az boşluk kalacak şekilde sıkıştırılır. Plastik çamur yüksek basınç altında şekilli kalıp boyunca dışarıya itilir. Tablalarda desteklenen, uzun ve şerit halindeki sabit kesit alanlı kompakt seramik bünye kuruma ve pişirme öncesi istenilen uzunlukta kesilir.



Şekil 1.4. Auger tipi ekstrüzyon aletinin şematik görünümü



Şekil 1.5. Piston tipi bir ekstrüzyon aletinin şematik görünümü

2.3.2. Ekstrüzyon İçin Bağlayıcı Ve Katkılar

Seramik toza, ekstrüzyon için uygun karakteristikleri sağlayacak karışım eldesi için gerekli miktarda katkılar ilave edilir. Kullanılan katkıların doğası bağlayıcı ve sıvı karışımının oda sıcaklığındaki ekstrüzyonu veya yüksek sıcaklıkta termoset bağlayıcılarla gerçekleştirilen ekstrüzyon işlemine göre değişir. Dikkat edilmesi gereken bazı noktalar şöyledir:

- 1) Basınç altında istenilen kesit alana doğru akması için çamur, yeterli ölçüde plastik olmalıdır. Maruz kalabileceği deformasyona karşı da rijit (katı) olmalıdır.
- 2) Çamur, kalıba yapışmamalı fakat ekstrüzyondan sonra düzgün, pürüzsüz yüzey eldesi için de esnek olmalıdır.

- 3) Basınç uygulandığı zaman seramik toz ve sıvı birbirinden ayrılmamalıdır.
- 4) Karışım gözenek üretebilmelidir ki kuruma ve pişme anındaki küçülmeler önceden tahmin edilebilsin.
- 5) Organikler, düşük kül içeriğine sahip olmalı ve yanma esnasında en az seviyede kalıntı bırakacak yapıda olmalıdır.

Çamurun reolojik davranışı, akış karakteri çok önemli noktalardır. Slip döküm için katkılar ve katkıların hacim kesirleri; akma karakteristiklerini kontrol etmede önemlidir. Ekstrüzyon genelde oda sıcaklığında yapıldığı için oda sıcaklığında akışkanlığı sağlayacak katkılar üzerinde çalışmaların yapılması gerekmektedir. Seçilen katkıların özellikleri kullanılan seramik toza ve sıvıya uygun olmalıdır. Kil içermeyen kompozisyonlar, belli oranda organik katkılar, su veya çözücüler içerir. Kaolinit gibi kil mineralleri içeren bileşimler suyla kolayca plastikleşirler ve organiklere ihtiyaç duymazlar. Kil tabakaları arasında suyu absorbe ederek doğal bir plastikliğe kavuşur.

Al_2O_3 , ZrO_2 , $BaTiO_3$ gibi kil içermeyen modern seramik kompozisyonlarında organik katkılar mutlaka bulunmalıdır. En önemli katkılar bağlayıcılardır. Her seramik taneciği üzerinde bir kaplama oluşturarak ekstrüzyon esnasında akışı; ekstrüzyondan sonra ham mukavemeti sağlarlar. Farklı viskozite değerlerine sahip bağlayıcılar bulunabilir. Suda çözünebilen bağlayıcı örnekleri ve bunların viskozite değerleri Çizelge 1.7 'de verilmiştir. Temel olarak viskozite molekül ağırlığa ve organik molekül bağlarının dayanımına bağlıdır. Başarıyla ekstrüze edilmiş sistem örnekleri Çizelge 1.8 ve Çizelge 1.9 'de gösterilmiştir.

Yağlayıcılar, sürfektantlar, dispersantlar, plastikleştiriciler, aljitler, köpük giderici gibi katkılar vardır. Plastikleştiriciler, bağlayıcının reolojisini modifiye ederler; böylece ekstrüzyon sıcaklığında plastik bir davranış elde edilir. Yağlayıcılar tane-tane ve kalıp yüzey sürtünmesini azaltırlar. Yapışmayı önleyerek istenilen düzeyde yüzey bitişinin elde edilmesini sağlarlar. Sürfektantlar, bağlayıcının seramik parçalar üzerindeki ıslatma eğilimini artırır. Dispersantlar ve flokulantlar parçacıkların dispersiyon ve agglomerasyon derecelerini kontrol eder. Bazı tane boyut dağılımları için dispersiyon tercih edilir. Diğerleri için yüksek dereceli flokülasyon tercih edilerek koagulantlar eklenir.

Ekstrüzyon karakteristikleri, dispersiyon derecesini değiştirerek farklılaştırabilir. Sliplerle dispersiyon karakteristikleri pH kontrolü ve sterik engel veya elektrostatik yüzey yükleri sağlayan katkılarla kontrol edilebilir.

Çizelge 1.7. Suda çözünebilen bağlayıcı örnekleri ve bunların viskozite değerleri

Binder	Viscosity grade				
	Very low	Low	Medium	High	Very high
Gum arabic	•				
Lignosulfonates	•				
Lignin liquor	•				
Molasses	•				
Dextrins	—				
Poly(vinylpyrrolidone)	—				
Poly(vinyl alcohol)	—				
Polyethylene oxide	—				
Starch	—				
Acrylics	—				
Polyethylenimine PEI	—				
Methylcellulose	—				
Sodium carboxymethylcellulose	—				
Hydroxypropylmethylcellulose	—				
Hydroxyethylcellulose	—				
Sodium alginate	—				
Ammonium alginate	—				
Polyacrylamide	—				
Scleroglucan	—				
Irish moss	—				
Xanthan gum	—				
Cationic galactomannan	—				
Gum tragacanth	—				
Locust bean gum	—				
Gum karaya	—				
Guar gum	—				

Çizelge 1.8. Kil ihtiva etmeyen kompozisyonların ekstrüzyon örnekleri

Composition	Additives	Conditions	Shape
Graphite	50–60 parts phenol formaldehyde emulsion	—	1.6- and 2.54-cm (5/8- and 1-in.) rods
Petroleum coke	Coal-tar pitch plus heavy oil	90–110°C (195–230°F)	—
Al ₂ O ₃ -5% Cr ₂ O ₃	Gum ghatti plus mogul starch	—	Round, square, and triangular tubes
30% Si-70% SiC	4% guar gum, 20% water, 3% silicone	—	—
BeO	10–18% mogul starch, 15–18% water-glyceryl mixture	—	Rods, tubes, thin-walled multicell tubes
MgO	30–40% flour paste	—	Vacuum-tube parts

Çizelge 1.9. Ekstrüzyonla şekillendirilmiş bünyelerin kompozisyonlarına örnekler

Composition (vol %)					
Refractory alumina		High alumina		Electrical porcelain	
Alumina (<20 μm)	50	Alumina (<20 μm)	46	Quartz (<44 μm)	16
Hydroxyethyl cellulose	6	Ball clay	4	Feldspar (<44 μm)	16
Water	44	Methylcellulose	2	Kaolin	16
AlCl_3	<1	Water	48	Ball clay	16
(pH >8.5)		MgCl_2	<1	Water	36
				CaCl_2	<1

Çizelge 1.10. Kil ihtiva etmeyen ekstrüzyonla şekillendirilmiş bünyelerde kullanılan katkıları

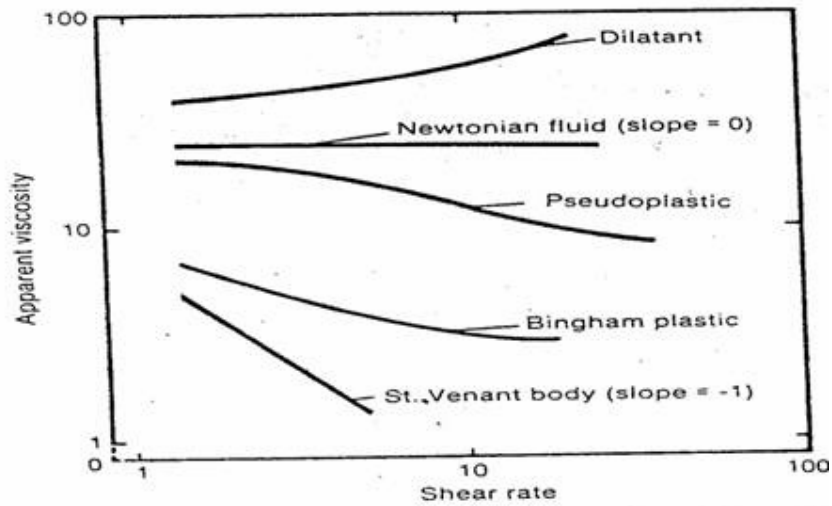
Flocculant/binder	Coagulant	Lubricant
Methylcellulose	CaCl_2	Various stearates
Hydroxyethyl cellulose	MgCl_2	Silicones
Polyvinyl alcohol	MgSO_4	Petroleum oil
Polyacrylimides	AlCl_3	Colloidal talc
Polysaccharides	CaCO_3	Colloidal graphite

2.3.3. Ekstrüzyon Basamakları

Ekstrüzyon basamakları diğer seramik üretim proses basamaklarıyla benzer özellikler gösterir. Tozun tane boyutu, yığın formülasyonu, karıştırma, ekstrüzyon, kurutma, yoğunlaştırma ve kalite kontrol basamakları mevcuttur. Tane boyutu, şekli ve agglomerasyon dereceleri son derece önemlidir. 1 mikrondan daha küçük ince taneler ekstrüzyon için en kolay tanelerdir. Karıştırma prosesi de ekstrüzyon için kritik bir basamaktır. Bütün taneciklerin uniform olarak bağlayıcı-sıvı solüsyonuyla kaplanması gerekir. Uniformluğu elde etmek hayli zordur. Çünkü son ekstrüzyonda işlem görmüş karışım serttir. Örneğin bal içine unu döküp karıştırmak oldukça zordur. Yüksek şiddette bir karışım olmadan bağlayıcılar ve toz birbirleriyle tam karışmadan bünye içerisinde kalır, uniform olmayan bir ekstrüzyona sebep olur ve son bitmiş nihai üründe mukavemeti çok

düşüren hataların oluşmasına sebep olur. Birçok farklı karıştırma tekniği, başarıyla uygulanmaktadır.

Tekniklerden bir tanesi olan “brute force” tekniğinde gerekli maddeler tartılarak direk karıştırılır; pug mill kullanılır. İkinci teknikte ıslatmayı arttırmak için fazla miktarda su ilave edilir. Karışımdan sonra ise kurutmaya gidilir. Başka bir teknikte ise önce düşük viskoziteli bir karışım oluşturmak için su ve toz birlikte karıştırılır; ekstrüzyon için uygun seviyedeki viskoziteye gelinceye kadar bağlayıcı ilave edilir. Başarılı bir ekstrüzyon için sadece viskozite yeterli değildir. Bir güç uygulandığı zaman çamur, düzgün ve yeterli akış karakteristiklerini göstermelidir. Şekil 1.6 'da plastik akış davranışları için seçenekler gösterilmiştir. “Bingham” “Shear thinning” akış davranışı tercih edilen bir örnektir. Sıralama, hizaya getirme ve kalıp dizaynı da çok önemli parametrelerdir. Kalıbın amacı, seramik karışımın son sıkışarak yığın haline getirilmesi ve istenilen kesit alanının oluşturulmasıdır. Kesit alan, düz içi boş boru veya silindir gibi çok basit şekillerde olabileceği gibi ince duvarlı pal peteği gibi çok kompleks yapıda da olabilir. Bu kesit alanlarını çok düzgün şekilde oluşturabilmek için seramik karışımın zar boyunca uniform halde akması gerekir. Bir yerde kesilirse veya uniform olmayan şekilde akma gösterirse ekstrüzyon işlemi görmüş kompakt yapı; kalıbı terk ederken bir deformasyona uğrayacaktır.



Şekil 1.6. Plastik akış davranışları için seçenekler

Uniform akışı sağlayacak kalıp dizayn etmek ve sıkı toleranslara karşı bunu hizalamak büyük güç ister. Ekstrüze olmuş malzeme, önemli bir miktarda sıvı içerir. Slip döküm seramiklerinde olduğu gibi kontrollü yöntemlerle su buharlaştırılarak uzaklaştırılır. Sıvıyı ilave olarak; ekstrüzyondan çıkmış kompakt yapılı bünye, dökümle oluşturulan kompakt yapılı bünyeye göre daha fazla oranda bağlayıcı içerir. Kompakt yapılı bünyede yoğunlaşmadan önce bağlayıcının uzaklaştırılması gerekir.

Ekstrüzyon için kullanılan bağlayıcıların çoğu, 300–1000 °C arasında oksitleyici atmosferde yanarlar. Dekompozisyon esnasında yapının gözeneklerinden gazların çıkıp uzaklaşması için bu işlem oldukça yavaş ve dikkatli şekilde yapılmalıdır. Çok hızlı şekilde yakma yapıda çatlamalara sebebiyet verir. Her bağlayıcının yanma için kendine özgü bir sıcaklığı vardır. Tane boyut dağılımları, tane paketlenme derecesi ve yapının kalınlığı yanma oranını etkileyen parametrelerdir. Oksitleyici olmayan atmosferde, organik bağlayıcıların çoğu düzgün şekilde yanmaz. Onun yerine dekompoze olarak karbon artık bırakırlar. Akrilik bağlayıcılar bunun için bir istisnadır. Oksitleyici atmosferde olduğu gibi indirgeyici atmosferde de temiz bir şekilde yanarlar.

2.3.4. Genel Ekstrüzyon Hataları

Ekstrüzyon, bilimden daha ziyade bir sanat gibidir. Oluşan hataların dikkatli şekilde tespit edilmesiyle kalite kontrol sağlanır. Ekstrüzyonda oluşabilecek hatalar; çarpılma, bükülme, porozite, yarıma, segregasyon, distorsiyon vb. dir.

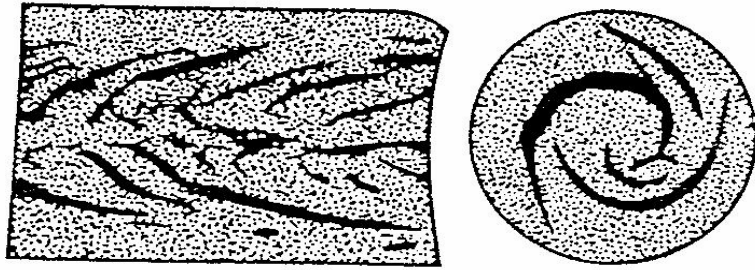
Çarpılma, bükülme gibi hatalar kuruma veya pişme esnasında yoğunluk varyasyonlarına bağlı olarak veya ekstrüzyon sırasında düzgün olmayan kalıp dizaynından veya kalıbın düzgün olmayan hizalanmasından dolayı meydana gelebilir. Kalıbın dengesi yerinde değilse; kalıbın tek bir tarafında büyük bir basınç oluşur. Bu durum, bu kısımda daha fazla malzemenin ekstrüzyona uğramasına ve böylece de numunede bir çarpılma, büzülme görülmesine sebep olur.

Laminasyonlar, bir düzende giden veya bir yol izleyen çatlaklara denir. Şekil 1.7 'de örnekler gösterilmiştir. Temel sebeplerden biri plastik karışım burgu ile kesildiği zaman tamamlanmamış reknit dir. Örümcek (spider) şeklinde tanımlanan kısım kalıbın bir kısmıdır ve içeride şekilli kanalları destekler. Örneğin daire biçiminde bir tüpün ekstrüzyonla eldesi için tüpün iç çapındaki katı çubuk kalıbın merkezinde desteklenmelidir. Genelde birbirleriyle 120^0 açı yapan 3 çatal vardır. Bunlar kalıbın içine tutturulmuştur. Kalıp uzunluğuna paralel olarak çalışırlar. Ekstrüzyonda malzeme, bu çatalların çevresinde ezilir, kalıptan ayrılmadan önce içi boş oyuk silindirin içine doğru sıkıştırılır. Malzeme tamamen reknit olmuyorsa laminasyonlar oluşur.

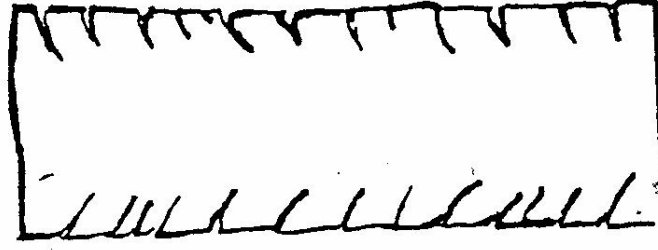
Yırtılmalar ise malzemenin ekstrüzyon çıkışında oluşan yüzey çatlaklarının bir bileşimidir. Şekil 1.8 'de bu durum gösterilmiştir. Yüzeyden içeriye doğru yayılan çatlakların sebebi sürtünme ve gerilimdir. Çok kuru bir karışım, yeterli kohezyon olmadığı için çabuk yırtılır. Kalıpta hafif bir sivrilik, konilik gibi ufak bir değişim yırtılmayı önleyebilir.

Laminasyonlar ve yırtılma farklı çatlak türleridir. Diğer çatlak tipleri; homojen karıştırmamadan, çekmelerden, veya daha önceki ekstrüzyon işleminden kalan kurumuş debriz parçalarından oluşur.

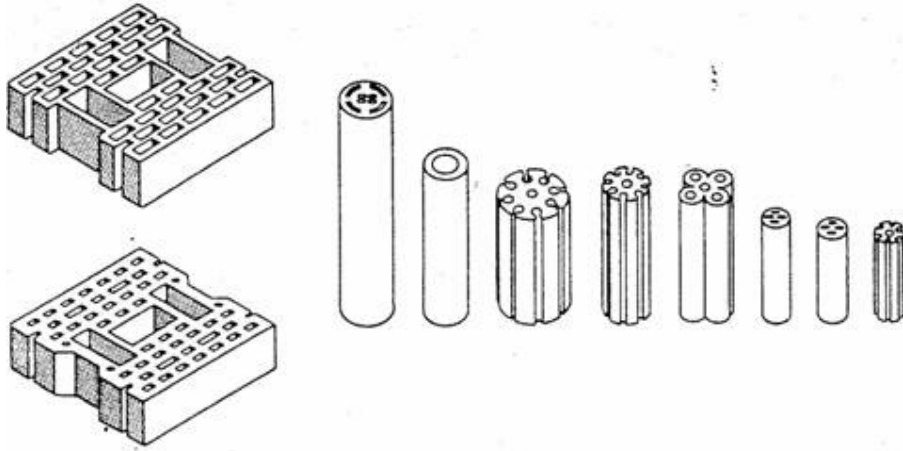
Segregasyon, ekstrüzyon esnasında katı ve sıvı kısmın ayrılması demektir. Bunun sonucunda da kuruma veya pişirim esnasında çatlamlar, bükülmeler veya eğilmeler oluşabilir.



Şekil 1.7. Kesit alanları verilen ekstrüze edilmiş parçalardaki laminasyonlar



Şekil 1. 8. Ekstrüze edilmiş parçadaki yırtılmalar



Şekil 1.9. Çoğunlukla ekstrüze edilen şekil tiplerine örnekler

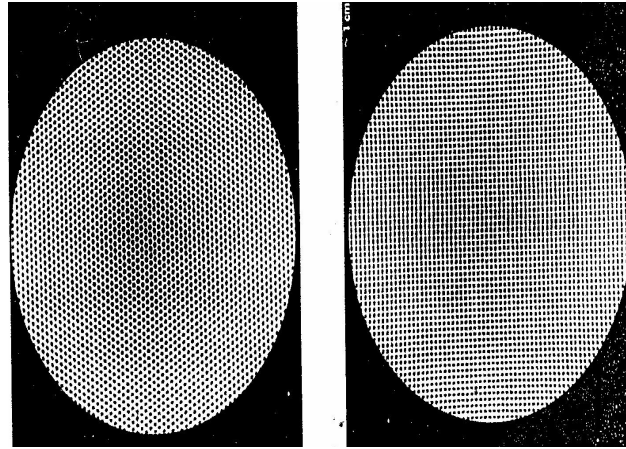


Şekil 1.10. Ekstrüzyonla üretilmiş seramik parça türleri

Buraya kadar bahsedilen hatalar, makro hata olarak adlandırılır. Gözle görülebilir veya radyografiyle incelenebilir türdendir. Gözenek ve inklüzyonlar gibi mikro hatalar da oluşabilir. Toz agglomeratlardan, bağlayıcılardan veya pişirim esnasında organik maddelerin yanıp bünyeden uzaklaşması sonucu gözenekler oluşur. Başlangıç tozundaki veya bağlayıcıdaki yabancı maddeler karıştırma veya ekstrüzyon esnasındaki kirlenmeden dolayı inklüzyonlar oluşur. Eğer bağlayıcı solüsyonları kirlilik içeriyorsa veya çözünmemiş bağlayıcı içeriyorsa; kullanımdan önce mümkünse bunlar filtre edilmelidir. Aşınma sonucu bıçaklarda veya burgularda metal kalıntıları oluşabilir. Bunların da temizlenmesi veya gerekli görüldüğünde değiştirilmesi gerekir.

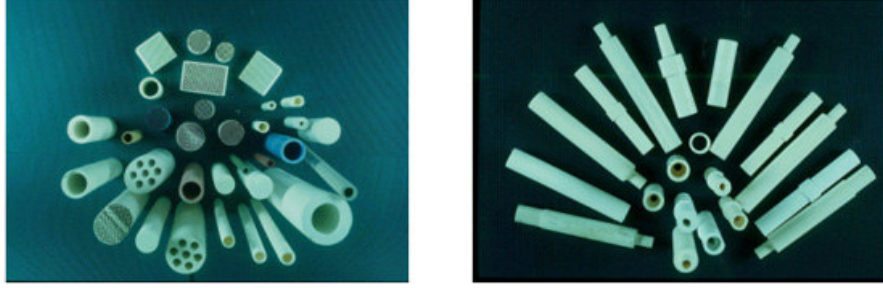
2.3.5. Ekstrüzyon Uygulamaları

Ekstrüzyon, büyük miktardaki ürün üretimi için maliyeti düşük bir prosestir. Yıllardır tuğla, fırın tüpleri yardımcı elemanları, termokupl koruyucu tüpler, elektronik altlıklar, karo, borular, refrakterler, mıknatıslar ve beyaz eşya üretiminde kullanılmaktadır. Son yıllarda ısı değişim tüpleri, kovan şeklindeki katalizör destekleyicilerinin üretilmesinde kullanılmaktadır. Kataliz destekleyiciler Şekil 1.11 ' de görüldüğü gibi kısmen kompleks bir yapıya sahiptirler.



Şekil 1.11. Otomotiv emisyon kontrolünde kataliz destekleyicisi olarak kullanılan ekstrüze edilmiş bal peteği şeklindeki kordierit' in kesit alanı

Bunlar, cm^2 başına yüzlerce açık hücre içerir. Duvar kalınlığı 100 mikronun altındadır. Kompleks kesit alanının ekstrüzyonu için tek bir prosedür geliştirilmiştir. Seramik toz, hidrolik poliüretan reçine ile karıştırılmıştır. Poliüretan kürü için karışım su banyosuna belli bir oranda püskürtülmüştür. Poliüretan kürünün oranına eşdeğer bir orandadır. Bu oran yaklaşık 2mm/sn dir [RİCHERSON D.W. , 1992].



Şekil 1.12 Ekstrüzyonla üretilmiş farklı malzemeler

2.4. KATKILAR

2.4.1. Flokülantlar, Bağlayıcılar ve Yapıştırıcılar

Yüzeye tutunan polimer molekülleri ile katılan koloidal parçacıklar ve seramik parçacıkları arasındaki köprü, parçacıklar arası flokülasyon ve bir bağlayıcı hareketi meydana getirir. Bununla beraber, bu katkı maddeleri seramik işlemede birçok ilave uygulama fonksiyonu oluşturur. Sıklıkla bir özel flokülasyon katkısı kullanarak çalışan bir sistem sağlanır, fakat bazı durumlarda iki ya da daha fazla değişik tip ya da moleküler ağırlık kullanılır. Seramik işlemede kullanılan bu katkılar flokülant yerine daha çok bağlayıcı olarak adlandırılır. Bağlayıcı terimi burada bu katkılar için genel olarak kullanılmıştır.

Organik malzemeler ve doğal sakız ve balmumu içeren kil bağlayıcılar yüzyıllarca bağlayıcı olarak kullanılmıştır. Vinil, selüloz ve polietilen glikol ailelerindeki sentetik yüksek polimer bağlayıcılar da geniş kullanım alanı bulmuşlardır. Reçineler (genellikle plastik olarak adlandırılır) , jeller, düşük sıcaklık reaksiyon

yapıştırıcıları ve hidrolik çimentolar diğer bağlayıcı tipleridir. Balmumu ya da reçine filmleri ya da bir jel içinde polimerize olan bir katkı maddesi de parçacıkları bir arada tutabilir. Seramik parçacıkları ile reaksiyona girerek polimerize ya da kristalize olan katkılara reaktif yapıştırıcılar denir. Hidrolik çimento, suyla reaksiyona girerek parçacıkları kaplayan iğneye benzer ve bağlanmış bir örüt oluşturan hidratlanmış kalsiyum silikat ya da kalsiyum alüminat mineralleri meydana getiren inorganik yapıştırıcılardır.

Bu bölümde hem organik hem de inorganik bağlayıcı malzemelerin bileşimlerini ve yapılarını inceledik. Bağlayıcıları karakterize eden parametreleri belirledik. Bağlayıcıların çözülmesi ve viskozite üzerine etkileri de incelendi.

2.4.1.1. Bağlayıcıların Kullanımı

Bağlayıcılar, seramik işlemede birçok fonksiyona sahiptir ve özel bir fonksiyon üstlendiğinde bazen özel isimlerle adlandırılır:

3. **Islatma Etkeni.** Yüzeye tutunan bağlayıcı parçacıklarının ıslanmasını artırır.
4. **Kalınlaştırıcı.** Bağlayıcı, proses sisteminin görünür viskozitesini genellikle artırır.
5. **Süspansiyon Etkeni.** Bağlayıcı ilavesi ile parçacıkların bir süspansiyonda ya da çamurda toplanması azalır.
6. **Rheolojik (Akış ile ilgili) Etken.** Bir pasta ya da çamurun akış özelliklerini kontrol etmek için bağlayıcı tipi ve konsantrasyonu seçilebilir.
7. **Gövde Plastizeri.** Sistemin içerdiği kırılabilir parçacıkların plastik deformasyon davranışını preslenmiş toz, ekstrüzyon veya kaplama içindeki yapıştırıcı matris gelişebilir.
8. **Sıvı Retansiyon Etkeni.** Genellikle Sistemdeki sıvı hareket hızını azaltan yapıştırıcı matrisidir.

9. **Koyulaştırıcı. Bağlayıcı.** bir akış oluşturabilmek için gerekli sıvı miktarını ayarlar.

10. **Bağlayıcı.** Bağlayıcının en önemli işlevi, ürün ateşle yoğunlaştırılmadan önce ön şekillendirilmiş ürünün taşınması için mukavemetinin (yeşil mukavemet) artırılmasıdır.

2.4.1.2. Bağlayıcı Çeşitleri

İlk çağlarda seramiklerin işlenişinde bağlayıcı olarak kil mineralleri, bazen de hayvan gübresi kullanılırdı. Günümüzde hala, alümine ve silikanın önemli miktarda bileşiminde yer aldığı gelişmiş seramik sistemlerde ve yaygın olarak ticari seramiklerde kil bağlayıcılar kullanılmaktadır. Kil bağlayıcılara örnek olarak, ince kaolin, top kil ve bentonit verilebilir. (Çizelge 1.10). Kil bağlayıcılar ve bentonit kıvam sağlamak için rafine edilen kolloidal parçacık tipte bağlayıcıdır. Mikro kristal selüloz, organik kolloidal parçacık bağlayıcıdır. Yüksek saflıkta selüloz hamurundan üretilirler ve mikron altı gözenekler isteniyorsa veya problem değilse kullanılabilirler.

Moleküler bağlayıcılar bileşim olarak çok çeşitlilik gösteriler ve doğal veya sentetik maddeler olabilirler (Çizelge 1.11.) Rafine edilmiş doğal malzemeler kil bağlayıcılardan çok daha pahalıdır, fakat rafine edilmiş ve sentetik polimerlerden daha ucuzdur. En bilinen organik moleküler bağlayıcılar molekül boyutuna göre değişen çeşitlerde temin edilir, ve moleküler bağlayıcılar akış ile ilgili davranışın değişmesinde büyük esneklik sağlar. Oksitleyici şartlar altında ayrıştırıldıklarında sentetik organik bağlayıcılar kısmen az inorganik safsızlık ortaya çıkarırlar. İnorganik moleküler bağlayıcılar inorganik bileşen kompozisyonuna uygun olduğunda kullanılırlar, çünkü yanma sonucu kalan artık fazladır. Alümina ve silika seramik kompozisyonunda mevcut iken moleküler organik bağlayıcılar, sıklıkla rafine edilmiş kil bağlayıcılarla kullanılırlar. Top kil, hem kil minerallerini hem de özelliklerini etkileyen moleküler yapısı ve koloidalliği ile doğal organik maddeleri içerir.

Çizelge 1.11. Bağlayıcı Malzemeler

Kolloidal Parçacık Tipi			
Organik		İnorganik	
Mikro kristal Selüloz		Kaolin	
		Top Kil	
		Bentonit	
Moleküler Tipi			
Organik	Örnekler	İnorganik	Örnek
Doğal Sakızlar	Xanthan sakızı, Arap sakızı	Çözünebilen Silikatlar	Sodyum Silikat
Polisakkaritler	Rafine edilmiş Kola, Dekstrin	Organik Silikatlar	Etil Silikat
Lignin (Odun Özü)	Kâğıt atık likörü	Çözünebilen fosfatlar	Alkali fosfatlar
Rafine Edilmiş Alginat	Na, NH ₄ , alginat	Çözünebilen alüminatlar	Sodyum alüminatlar
Selüloz Eterler	Metil Selüloz, Hidroksietil selüloz, sodyum karboksimetil selüloz		
	Polimerize alkol		
Polimerize edilmiş alkoller	Polimeril bütrol		
Polimerize edilmiş bütrol	Polimetil metakrilat		
Akralik reçineler	Polietilen Glikol		
Glikol	Parafin, balmumu		
Balmumları	emisy onları, mikro kristal balmumu		

2.4.1.2.1. Selüloz Bağlayıcılar

Selüloz, anhidroglükoz ünitelerinin temel tekrar eden yapısını içeren doğal bir karbonhidrattır. (Şekil 1.13 üst). Selüloz eterleri, selülozun polimerik yapısını oluşturan ikinci önemli bağlayıcı ailesidir, fakat modifikasyona uğrayan yan

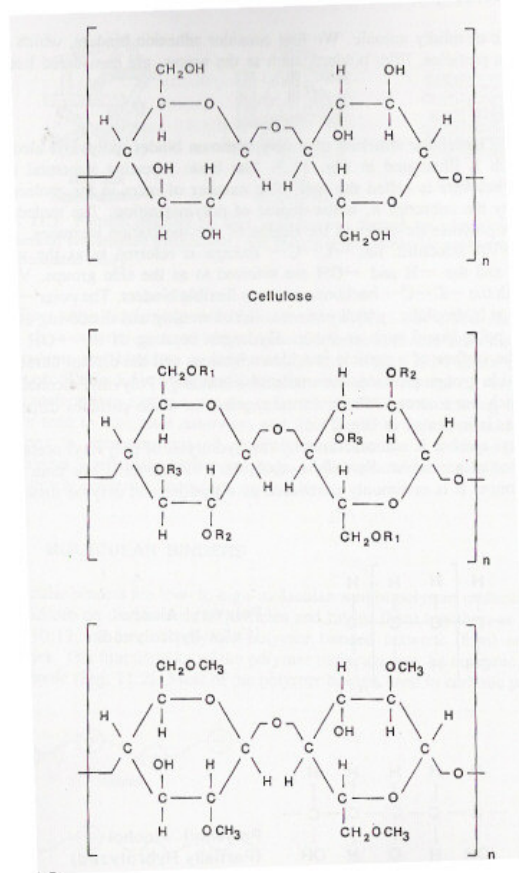
gruplar şekil 1.13 'de (orta) –R ile gösterilmiştir. Selülozun yapısı vinilin yapısına göre çok daha esnektir. Metil selüloz, selülozun kostik solüsyonla işlenmesi sonucu üretilir. Daha sonra metil klorür ile işlenerek selülozun metil eteri elde edilir. Şekil 1.13 'de (alt) belirtildiği gibi bu işlem yan gruplarındaki –OH ve –H 'ın daha büyük olan –CH₂-CH₂OH (Şekil 1.13) ile değiştiren etilen oksidin selülozla reaksiyonu sonucu üretilir. Selülozik eterin diğer formları diğer moleküler grupların değiştirilmesi ile elde edilir.

Yer değiştirme reaksiyonunun olduğu olay iki parametre ile tanımlanabilir: değişikliğin derecesi DS ve molar değişiklik MS. DS parametresi, reaksiyona giren anhidroglükoz ünitesi üzerindeki OH pozisyonlarının ortalama sayısına eşittir. DS 'nin aralığı 0-3'tür. Metil selüloz için 1.6-2.0 lık bir DS suda çözünürlüğü sağlar ve seramik işlemede kullanılan ticari olarak rafine edilmiş selüloz bağlayıcılar buna tipik bir örnektir. Hidroksietil selülozda DS 'nin 1 olduğu noktada optimum suda çözünürlük elde edilir.

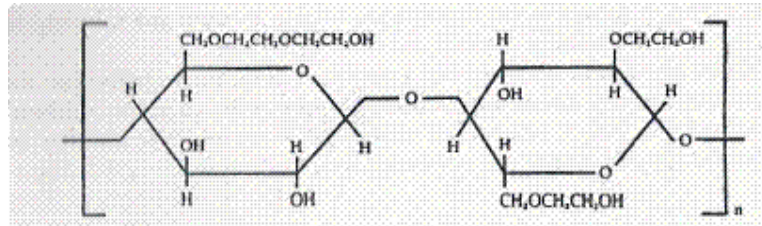
HEC bağlayıcılarda MS değeri her bir anhidroglükoz birimi ile reaksiyona giren etilen oksit molekülerinin – CH₂CH₂O- ortalama sayısını gösterir. İki değişik tipteki gruplar yer değiştirdiğinde, MS değeri ikinci grubun ortalama molar fraksiyonudur. Örneğin, hidroksipropil metil selülozda MS değeri yer değiştiren hidroksipropilin molar fraksiyonudur. Yan grupların MS ve DS değeri ile tipi solüsyonda ya da seramik parçacıklarında yüzeye tutunduğunda farklı özellik göstermesini sağlar.

Bazı bağlayıcılar, iyonize olabilen sodyum alginat ve sodyum karboksimetil selüloz gibi yan gruplar içerebilir (Çizelge 1.12). İyonize olan grup yüzeye tutunma özelliğini ve flokülasyonu değiştirebilir. Yüklenmiş bir molekül daha az bükülmüştür ve etkisi daha uzun sürer. Sodyum karboksimetil selüloz çamur döküm için kullanılan çamurlarda ve sırlamada kullanılan bir anyonik bağlayıcıdır ve nispeten biyolojik olarak aktiftir. Isıtıldığında ve karıştırıldığında kırılmaya maruz kalır. Polisakarit olarak adlandırılan rafine edilmiş kola daha kolay çözünür ve daha kontrollüdür ve püskürtme ile kurutulmuş kil gövdelerde bağlayıcı olarak kullanılır.

Doğal sakızlar bitkilerden üretilen nispeten rafine olmayan maddelerdir. Birçok çeşide sahip olup, gıda ürünlerinde kalınlaştırıcı olarak kullanılır. Bunlar çok karmaşık dallanmış polimerlerdir. Çoğu doğal sakız doğada iyonik olarak bulunur. Lignosülfanatlar sülfitleme işleminde kullanılarak kağıt işlemeden ortaya çıkan kompleks polimerik yan ürünlerdir. Yaklaşık 1000–20.000 g/mol 'lük bir moleküler ağırlık aralığındaki sodyum ve kalsiyum tuzlarından hazırlanarak pahalı olmayan dispersant olarak kullanılırlar ve kurutma sırasında bağlayıcı olarak görev yaparlar. [REED S. J. , 1994]



Şekil 1.13. Selülozun mikro yapısı, anhidroglikoz ünitesi üzerinde R₁, R₂ ve R₃ gruplarının pozisyonları ve DS=2 olan metil selülozun mikro yapısı



Şekil 1.14. DS=1.5 ve MS=2 iken Hidroksietil selüloz merinin moleküler yapısı

Çizelge 1.12. Selüloz Bağlayıcılarda Yer Değiştirme Grupları (-R)

Tip	Grup	Fonksiyon
Suda Çözünür		
Hidroksietil	$\text{CH}_2\text{CH}_2\text{OH}$	Noniyonik
Metil	CH_3	Noniyonik
Sodyumkarboksi metil	$\text{CH}_2\text{OCH}_2\text{COONa}$	Aniyonik
Hidroksipropil metil	$\text{CH}_2\text{CHOHCH}_3$	Noniyonik
	CH_3	
Sodyum Alganit	COONa	Aniyonik
Kola, dekstrin	CH_2OH	Noniyonik
Nonpolar sıvılarda Çözünür		
Etil Selüloz	$\text{CH}_2\text{OCH}_2\text{CH}_3$	Noniyonik

2.4.1.2.2. CMC

Literatürde selüloz glukolat olarak adı geçen “Sodium Carboxy Methyl Cellulose” günümüzde genellikle *CMC* olarak tanınmakta ve bu terim, ticari değeri çok az olan serbest asit “Carboxy Methyl Cellulose” yerine onun “Sodium” tuzu anlamında kullanılmaktadır.

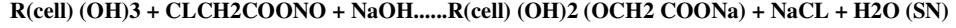
CMC suda çözülebilen selüloz türevleri içerisinde en çok kullanılanıdır. Bu selüloz etkisi ilk defa I.Dünya Savaşı sonlarında Almanya’da, JANSEN tarafından yapılmıştır. *CMC*’nin deterjanlarda temizleme gücünü artırdığının anlaşılması ve II. Dünya Savaşında yağ asitlerinin yetersizliği, *CMC* üretiminin giderek artmasına ve yaygınlaşmasına neden olmuştur.

Selüloz lineer yapıda yüksek bir polimer olup “Cellobios” ünitelerinin yan yana birleşmesinden meydana gelir. Her “Cellobios” ünitesi ise iki “anhidroglukoz” ünitesinden oluşur. Tekrarlanan anhidroglukoz üniteleri B-1.4 glikosid bağı ile bağlıdır.

Selüloz molekülünün yapısındaki (n) birbirine oxygen bağı ile bağlı anhidro glukoz ünitelerinin sayısıdır. Bu sayı cellulose'nin Polimerizasyon Derecesine eşdeğerdir. Polimerizasyon Derecesi elde edilecek CMC'nin viskozitesinin oluşumunda en önemli etkidir.

Anhidroglukoz ünitesinde 3 hidroksil grubu olup, selüloz bu tip kimyasal aktivitesini bu hidroksil grupları ile kazanır. (Ancak 2, 3 ve 6 konumundaki hidroksil gruplarının reaktivite bakımından 2: 1: 2,5 oranında oldukları anlaşılmıştır.)

Na OH (sodyum hidroksit) ile alkali halen gelen selülozun MCA (Mono Klor Asetik Asit) veya SMCA (Sodyum Mono Klor Asetat) ile kontrollü bir reaksiyonda eterlenmesi ile CMC elde edilir. Hidroksil grubunun reaksiyona girme dereceleri, polymer zincirinin uzunluğu gibi faktörlerle değişik tipte CMC ler elde edilebilir.



CMC üretiminde NaOH'ın (sodyum hidroksit) bir kısmı MCA ile reaksiyona göre bir yan uzun olan sodyum glukolat oluşturur.



Çeşitli değişik teknikler kullanılmasına rağmen CMC üretimi için prensip olan eterleme reaksiyonu, ilk CMC yapımından günümüze önemli bir değişikliğe uğramamıştır. [A. A. KAVİTSKAYA, T. V. KNYAZKOVA*, A. A. MAYNAROVİCH, 2000]

2.4.1.3. Bağlayıcıların Genel Etkileri

2.4.1.3.1. Flokülasyon

Parçacık süspansiyonuna noniyonik polimer eklerken, konsantrasyonla yüzeye tutunma modunda değişim görülür. Öncelikle polimer her bir parçacığın ayrı ayrı yüzeyine tutunur ve süspansiyonu sabitleştirmeye çalışır. Fakat polimerin konsantrasyonu arttıkça, parçacıklar arasında yüzeye tutunma artar ve köprü flokülasyon oluşur. Devam eden karıştırma ile konsantrasyon arttıkça, köprü flokülasyon azalır ve polimer tekrar dispersiyonu sabitleştirir.

Belli koşullarda iyonik bağlayıcılar parçacıkların flokülasyonuna neden olur. pH değeri 4'den büyükken sıvı akıcı bir süspansiyon içindeki negatif kuartz parçacıkları çeşitli yüksek moleküler ağırlık katyonik bağlayıcılar ile flokülasyona uğrar. Yüzeye tutunan bağlayıcı konsantrasyonu arttıkça algomeratların zeta potansiyeli pozitifte döner, ve bağlayıcı koruyucu kolloidal olarak görev yapar. Eğer zeta potansiyeli azaltan Ca^{2+} gibi aktive olan katyonlarla desteklenirse, negatif kuartz parçacıklarının süspansiyonunda daha yüksek olduğu düşük pH değerlerinde oluşur. Ca^{2+} iyonlarının konsantrasyonu sabit olduğunda, polimerin anyonik karakteri artarken flokülasyon için ayarlanan pH değeri düşer. Yüksek oranda yüklenmiş katyonlar anyonik polielektrolitleri katılaştırır ve görünür biçimde, negatif yüklü parçacıklar ile negatif polimer zincir arasındaki itmeyi azaltır. Mineral karışımları süspansiyonunda, bazen sadece bir mineral tipinin spesifik yüzeye tutunması ve flokülasyon gerçekleşir.

Oksit parçacıklarının çoğu, hidrojen yapışması ya da hidratlanmış yüzey ve polimer zincirindeki polar gruplar arasındaki etkileşim sebebiyle çeşitli noniyonik polimerler ile flokülasyona uğrar. Bununla beraber, bağlayıcının solvent için yakınlığı yüzey için yakınlığından daha büyük olduğunda, bağlayıcının yüzeye tutunması oluşmayabilir. Sıvı akıcı süspansiyonda birçok oksitte yüzeye tutunma için polivinil alkol gözlemlenir. Suda Alümina parçacıklarına yüzeye tutunmaması için ve kaolin ve talk parçacıklarına tutunabilmesi için metil selüloz ve polietilen glikol gözlemlenir. Daha kalın parçacıklarda kolloidal parçacıkların heterepolar pıhtılaşması sistemin kolloidal parçacıkların yüzeye tutunma özelliğini taklit

edecek şekilde çalışmasına neden olacaktır. Polimer ya da kolloidal parçacıkların köprü şeklinde yüzeye tutunması ile oluşan çökeltiler basit iyonlar ile pıhtılaştığından güçlü olabilir.

2.4.1.3.2. Kalınlaştırma, Askıda Tutma ve Rheolojik (akış) Kontrol

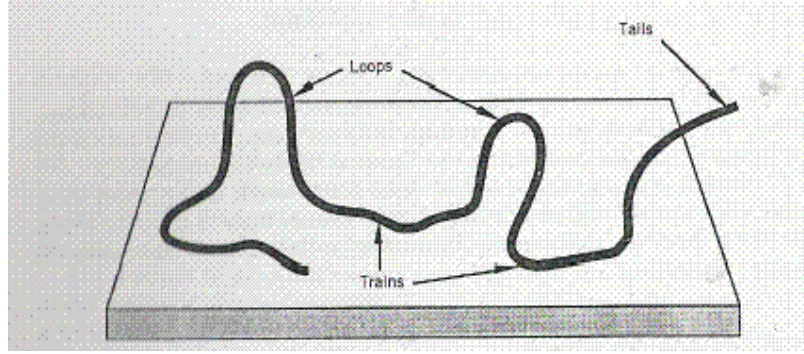
Basit bir sıvı için viskoz bağlayıcı solüsyonunun yer değiştirmesi viskoziteyi artırır ve sistemi etkin olarak kalınlaştırır. Daha yoğun bir süspansiyonda, flokülasyon pasta kıvamında bir süspansiyon meydana getirebilir. Daha yüksek viskozite sıvısında çökme hızı azalır ve viskozite ya da akma noktası yeterince yükseldiğinde sıfıra kadar iner. Parçacıklar arasındaki bağlayıcı solüsyon ya da jelin varlığı sistemin akış özelliklerini büyük şekilde değiştirebilir. Akış kontrolü başlığının önemi ileriki birçok bölümde anlatılmıştır.

2.4.1.3.3. Sıvı Gereksinimi, Elastiklik ve Sıvı Retansiyonu

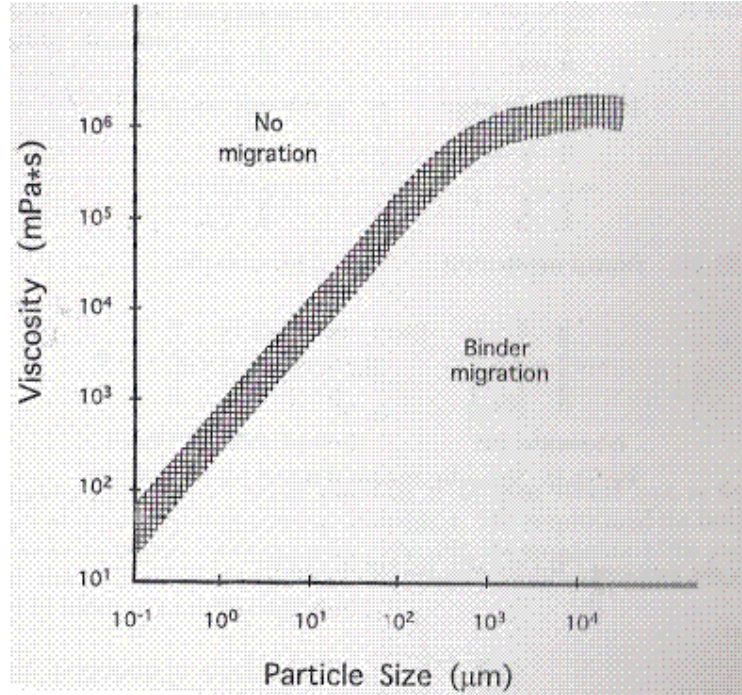
Parçacıklar arasındaki kolloidal ya da moleküler köprülerle oluşturulan sterik engel parçacık paketlenme yoğunluğunu azaltır ve gövdeyi doyurmak için gerekli sıvı artar. Yüzeye tutan polimer moleküller ile oluşan sterik engel molekül ağırlığını artırır. Noniyonik bağlayıcılar, trenler, devreler ve kuyruklar (Şekil 1.15) parçacıkların yüzeyine tutunur. Yüklü polimerler yüzeye tutunduklarında yüzeyde daha düz durmaya eğilimlidirler. Solvent için daha güçlü bir yakınlığı olan yüzeye tutunmuş bir bağlayıcı daha uzun devrelere ve kuyruklara sahip olmaya eğilimlidir.

Düşük basınçlarda parçacıklar arasındaki yüzeye tutunan flaküle olmuş kolloidlerle ya da polimer molekülleri ile elastikiyet elde edilebilir. Selüloz bağlayıcılar vinillerden, glikollerden ve balmumlarından daha az elastiktir.

Parçacıklar arasındaki polimer moleküller ya da kolloidal parçacıklar matrisi sıvı kayma hızlarının oldukça azaltır. Kapiler etkiler nedeniyle oluşan bağlayıcı kayması ya da uygulanan basınç Şekil 1.16 'de gösterildiği üzere daha yüksek moleküler ağırlıktaki bağlayıcılar için düşüktür ve bağlayıcı jelleştiğinde oldukça düşük hale gelir.



Şekil 1.15 Parçacık yüzeyinde tutunan tren, devre ve kuyruk şeklindeki bağlayıcı molekülü



Şekil 1.16. Solüsyon düşük viskozitedeyken ve aralık boyutu arttıkça paketlenmiş parçacıklardaki yüzeye tutunmayan bağlayıcı solüsyonun gözenekler içine kayması artar.

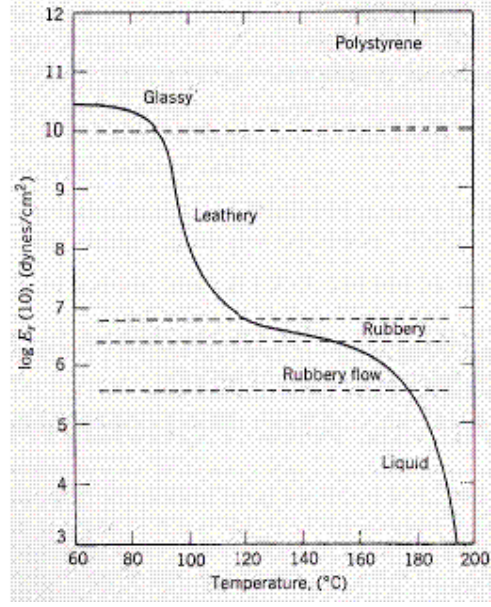
(Gözenek boyutuna bağlı olarak 0.5 x parçacık boyutu, ısıtma ve kapiler emme; kayma = kayma > 0.1 mm 1 dak. İçinde)

2.4.2. Plastikleştiriciler, Köpük Ve Anti Köpükleştiricileri, Yağlayıcılar Ve Koruyucular:

Uygun bir proses sistemi oluşturmak için proses mühendisi genellikle deflokülanlar, koagülanlar ve bağlayıcılara ek olarak diğer katkı maddelerinden de küçük miktarlarda kullanır. Parçacıklar üzerindeki yoğunlaştırılmış bağlayıcı fazın viskoelastik özelliğini sağlamak için bir plastizer eklenir. Çamur içindeki baloncuklaşma eğiliminin sürmesi küçük miktarda anti-köpük etkeninin eklenmesi ile azaltılabilir. Köpük etkeni gaz baloncuklarının stabilizesini arttırabilir. Yağlayıcı güçlü şekilde yüzeye tutulan ve genellikle seramik parça ve metal kalıp yüzeylerindeki sürtünme katsayısını azaltan bir yüzey etkenidir. Koruyucu ise bağlayıcının enzimatik degradasyonu kontrol edildiğinde kullanılabilir.

2.4.2.1. Plastikleştiriciler

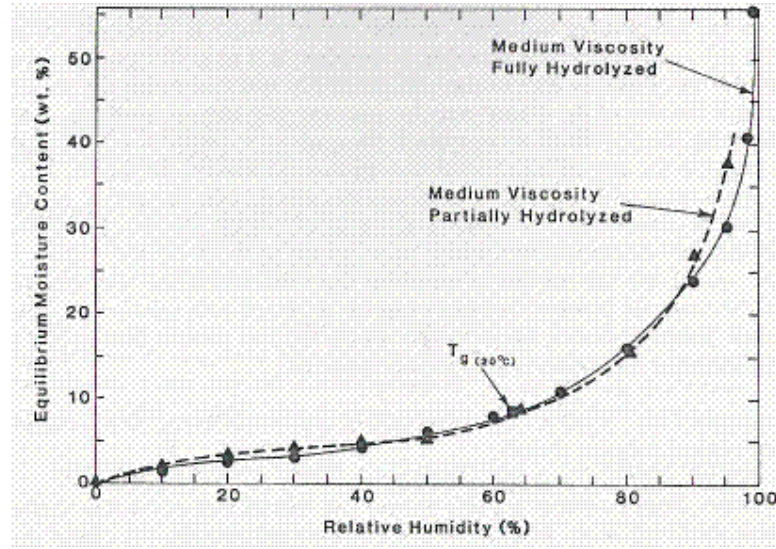
Bir bağlayıcının kalıplanabilirliği sıcaklığa oldukça bağlıdır. 20°C sıcaklıkta polivinil alkol elastik ve kırılmandır, bir araya preslendiğinde iki ayrı film çok güçsüz olarak yapışır; moleküllerin hareketi sınırlanmıştır, ve kırılman bağlayıcının cam durumunda olduğu söylenebilir. Yaklaşık 90°C sıcaklıkta, molekül segmentlerin akması ve bastırıldığında tekrar düzenlenerek filmler arasında yapışma meydana gelmesi için termal enerji yeterlidir. Bu duruma plastik durum denir. Bu iki durum arasındaki deformasyonun elastik özellikten (gerilimindeki kırık yaklaşık %5 'den büyük) zamana bağlı viskoelastik deformasyona (%100 gerilimdeki kırık yok) değiştiği sıcaklık cam geçiş sıcaklığı (T_g) olarak adlandırılır. (Şekil 1.17). Polimer filmlerin mekanik deformasyon, termal genleşme ve cam geçiş sıcaklığındaki spesifik ısıya direncinde değişim görülür, ve mekanik deformasyon, dilatometre ve kalorimetre bağlayıcı malzemenin T_g 'sinin belirlenmesi için kullanılabilir. Plastik durumun üzerindeki bir sıcaklığa ısıtırken, kalıplama viskoz akış özelliğini ortaya çıkarır.



Şekil 1.17. Artan sıcaklıkta ve değişik viskoelastik özellik bölgelerinde polistrenin serbest elastik modül değişimi

Bağlayıcı içeren seramik sistemleri genellikle bağlayıcının cam geçiş sıcaklığının üzerinde kaplanır. Daha büyük polimer molekülleri arasında dağılan küçük moleküller polimerlerin daha az yoğun şekilde birleşmesine ve polimer moleküllerini bir arada tutan Van der Waals bağlarının zayıflamasına neden olur. Küçük “plastize edici” moleküllerin varlığı bağlayıcının esnekliğini artırır ve ayrıca mukavemetini de düşürür. Plastizer etkin şekilde polimerin T_g 'sini düşürür.

Yaygın olarak kullanılan suda çözünür bağlayıcılar Şekil 1.18 'de polivinil alkol için görüldüğü şekilde higroskopiktir. Yüzeye tutunan su bir plastizer gibi hareket eder ve daha az %50 rölatif nemde depolandığında, yaklaşık %12 asetat grupları içeren ve daha az yoğun paketli kısmen hidrolize polivinil alkol daha düşük mukavemete ve elastiklik modülüne sahiptir. Her bir nem içeriğinde, kısmen hidrolize malzeme için T_g 3-10 $^{\circ}\text{C}$ daha düşüktür. Bağlayıcı zincirin hareketini direnç gösteren sıkı yan gruplara sahip bağlayıcılar için ve bir araya daha kuvvetli bağlanan daha polar yan gruplara sahip bağlayıcılar için cam geçiş sıcaklığı daha yüksektir. Cam geçiş sıcaklığı ayrıca genel olarak daha büyük moleküler ağırlığa sahip ve moleküller arasında çapraz bağların miktarının büyük olduğu bağlayıcılar için yüksektir.



Şekil 1.18. Kısmen ve tamamen hidrolize edilmiş polivinil alkolün higroskopik özelliği ve tamamen hidrolize edilmiş malzemede $T_g = 20^\circ\text{C}$ sıcaklıkta rölatif nem üretimi

Kalıplama sıcaklığında düşük buhar basınçlı bir sıvı, plastizer olarak seçilir ve su ya da akıcı olmayan bir sıvı ile birlikte kullanılabilir. Birçok plastizer ayrıca belli bir bağlayıcı nem miktarıyla yüzeye tutunan nemin yoğunluğunun artmasına neden olacak şekilde bağlayıcı sistemin higroskopitesini artırır. Organik bir plastizer rölatif neme karşı plastize olma hareketinin hassasiyetini azaltabilir.

Çizelge 1.13. Polivinil Alkol Bağlayıcı Film Özellikleri üzerine nem miktarın etkisi *

Özellik	% 40 RH	% 60 RH	% 80 RH
Çekme Mukavemeti (MPa)	67	44	35
Kopma Uzaması (%)	7	195	240
Young Modülü (MPa)	435	175	88

^a : % 88 hidrolize edilmiş ortalama viskozite değeri

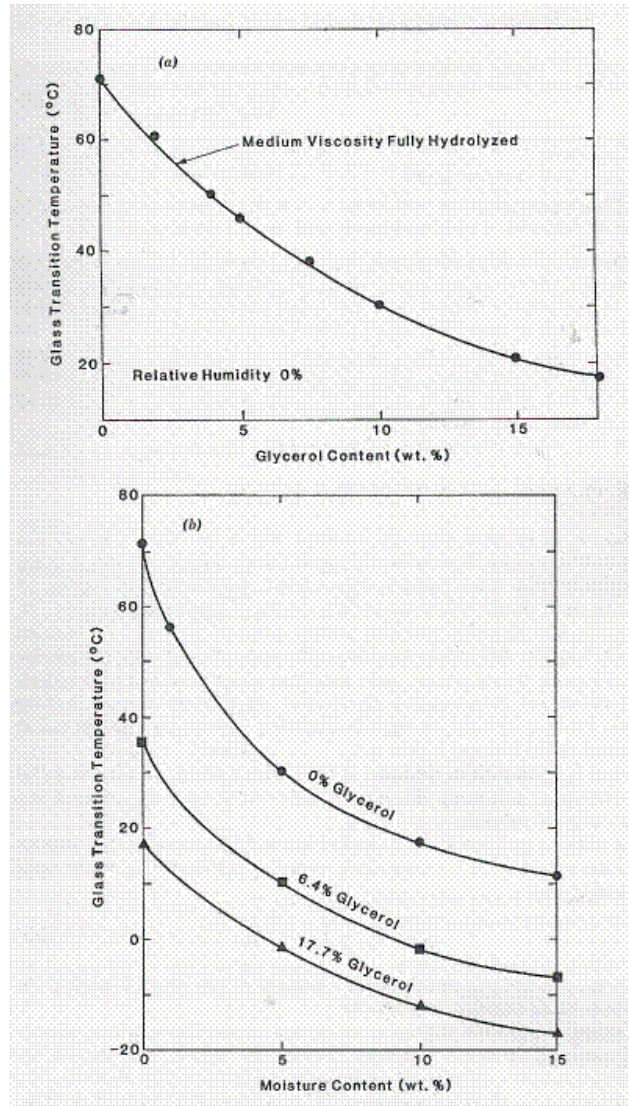
Çizelge 1.14. % 50 RH ve 25°C sıcaklıkta bağlayıcı Filmlerin Tipik Özellikleri

Özellik	Polivinil Alkol (Tam Hidrolizli)	Polivinil Alkol (Kısmen Hidrolizli)	Metil Selüloz
Yoğunluk (Mg/m ³)		1.2-1.3	1.39
Çekme Mukavemeti (MPa)	60-85	50-60	60-80
Uzama (%)	150-190	140-190	10-15
Cam Geçiş Sıcaklığı (°C)	31	23	
Young Modülü (MPa)	430-500	270-370	
Termal Genleşme Katsayısı		1 x 10 ⁻⁴	

Yaygın olarak kullanılan bağlayıcıları plastize etmekte kullanılan sıvılar Çizelge 1.15 'de verilmiştir. Etilen glikol, cam geçiş sıcaklığının azaltılmasında çok etkilidir ve nispeten ucuzdur. Etilen glikolün moleküler ağırlığı arttıkça plastize olma hareketi azalır. Polimerize edilmiş etilen glikol ya da gliserol gibi nispeten yüksek kanama noktasına sahip bir plastizer, sistem püskürtme boyama gibi proseslerde yüksek sıcaklıklara çıktıkça önem kazanır. Gliserol ve plastize olan polivinil alkol için yüzeye tutunan suyun etkisi şekil 1.19 'de gösterilmiştir.

Çizelge 1.15. Yaygın Olarak Kullanılan Plastizerler

Plastizerler	Ergime Noktası (°C)	Kaynama Noktası (°C)	MW (g/mol)
Su	0	100	18
Etilen gliserol	- 13	197	62
Dietilen gliserol	- 8	245	106
Trietilen gliserol	- 7	288	150
Tetraetilen gliserol	- 5	327	194
Polietilen gliserol	- 10	> 330	300
Gliserol	18	290	92



Şekil 1.19. a) Yüzeye tutunmayan nem b) Yüzeye tutunan nem için gliserol plastizer içeriği üzerinde tam hidrolize olmuş polivinil alkolün T_g 'sinin değişimi

Plastize olmuş viskoelastik bağlayıcı filmlerin düşük bir çekme mukavemeti vardır, fakat Çizelge 1.16 'de gösterildiği üzere hidroksietilen selüloz için daha büyük bir darbe mukavemeti vardır. Zamanla bağlayıcı filmin özelliklerinin stabilizesi çoğunlukla plastizerin retansiyonuna bağlı olarak değişir. Gerilim üreten deformasyon kaldırıldığında viskoelastik bağlayıcı film elastik olarak hareket eder. Bununla beraber, kalıplama sıcaklığı cam geçiş sıcaklığının

oldukça üzerindeyken, bağlayıcı aslen hiç elastik olmamak üzere viskoz hareket yapar.

Çizelge 1.16. Hidroksietil Selüloz(HEC) Filmlerinin Darbe (Impact) Mukavemeti (20°C)

Bileşim	% 10 RH	% 50 RH
	Darbe Dayanımı (10^3 J/m^2)	
HEC (düşük MW)	15	27
%80 HEC, %20 dietilen glikol	46	99

Polietilen ve polistren gibi termoplastikler için plastizerler kalıplama sıcaklığında eriyen yağlar ve balmumları içerir. Solvent tipi plastizer daha fazla yerinde durur ve deformasyon sırasında genişlemeye karşı koyar. Stearik ve oleik asit gibi katkı maddeleri balmumları için plastizerlerdir.

Plastizerlerin birçok genel etkisi molekül bağlayıcıları gibi kolloidal parçacık bağlayıcılarına uygulanabilir. Kıl gövdelerini plastize etmek ve sistemdeki suyun donma noktasının altında plastik özelliği devam ettirebilmek için gliserin ve etken glikol ilave edilebilir.

2.4.2.2. Yağlayıcılar

Kesilmeye karşı direnci azalan yüzeysel faz etkili bağlayıcılardır. Sıvı yağlama, su ya da yağ gibi kalın düşük viskozite sıvı tabakası ile sağlanır, fakat bir basma gerilmesi altında içeriye doğru nüfuz edebilir. Sınır yağlaması, yüzey düzgünlüğünü arttıran ve yüzeyler arasında yapışmayı en aza indiren yüksek yağlama özelliği ile sağlanır.

Bir plastize bağlayıcı film seramik parçaları arasında bir sınır yağlayıcı gibi hareket eder ve jelleşmiş bir bağlayıcı solüsyon ya da kolloidal parçacık süspansiyonu bir sıvı yağlayıcı gibi davranabilir. Etkin sınır yağlayıcının yüksek yapışma mukavemeti fakat düşük kesme mukavemeti olmalıdır. Stearik asitler $(\text{CH}_3)(\text{CH}_2)_{16}\text{COOH}$ ya da tuzları gibi yüzeyde kapiler aktif maddeler (surfaktant) özellikle yağlayıcı olarak etkindir, çünkü molekülün karboksil ucu

oksit bir yüzeye güçlü bir şekilde bağlanır ve başlangıçta ayarlanmış yüzeye tutunan tabaka ve başarılı tabakalar arasındaki kesme dayanımı azdır. Moleküller sınır yağlayıcılar plastizerlerden daha büyük moleküler ağırlığa sahiptir ve ergime noktası altında daha etkindir.

Katı yağlayıcılar laminar yapı ve düz yüzeyler ince parçacıklardır. Katı yağlayıcılar, düzgün olmayan yüzeylerde ve özellikle yüksek basınçta etkilidir. Katı yağlayıcılar, bazen yüksek sıcaklıklarda moleküler sınır yağlayıcıları ile karıştırılarak kullanılmalıdır [REED S. J. , 1994].

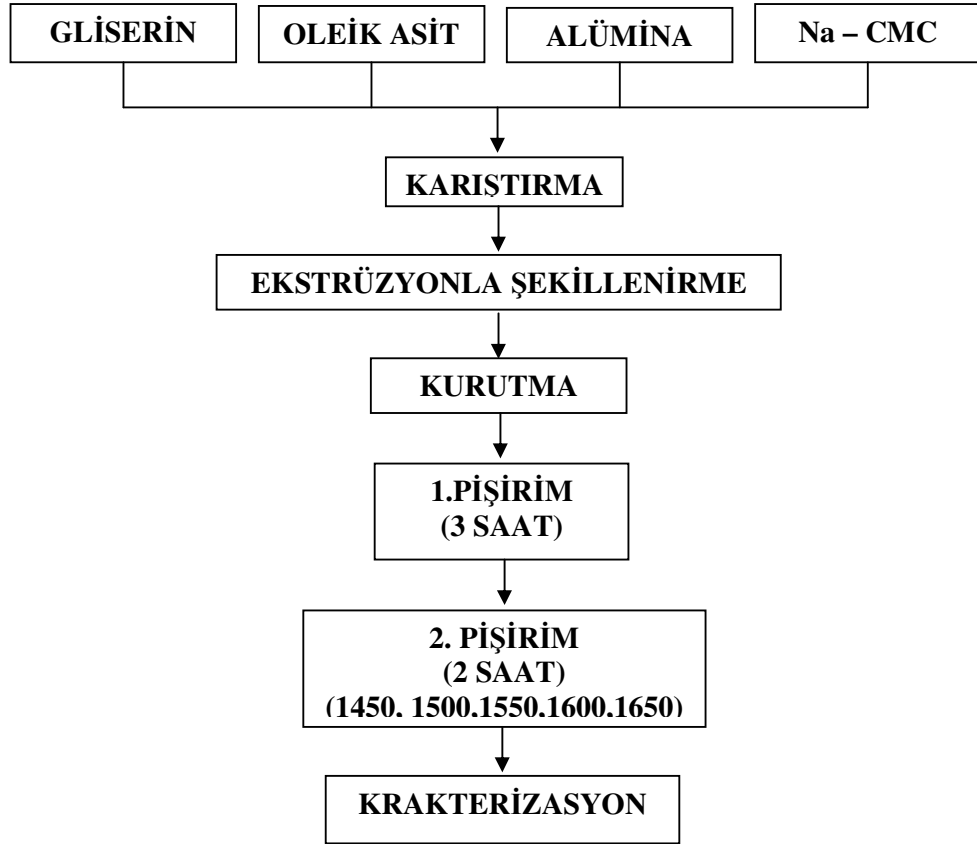
2.4.3. Cr₂O₃:

Alümina seramikler 50 'li yıllardan beri bilinmektedir. Tekstil makinelerinde iplik kılavuzu olarak kullanılan alümina seramikler, çelik, cam ve sırlanmış porselen ile aşınma ve erozyon direnci, dayanımı boyutsal dengesi, ipliğe verdiği zarar açısından kıyaslandığı zaman daha üstün özelliklere sahiptir. Bu malzemeler yüksek sıcaklık, düşük yoğunluk, ısısal kararlılık, korozyon dayanımı gibi üstün özellikleri nedeni ile teknolojinin gelişmesine paralel olarak yeni kullanım alanları bulmaktadır. Alümina seramiklerin en iyi bilinen askeri uygulaması ise hafif balistik panel yüzeylerinin balistik dayanımını arttırmak için alümina seramik plakalarla kaplanmasıdır. Alümina seramiklere çeşitli katkı maddelerinin ilave edilmesinin amacı sinterleme sırasında yoğunlaşmayı arttırmak veya geciktirmek ve mekanik özelliklerini geliştirmektir. Genellikle Cr₂O₃, NiO, MgO, TiO₂ ve MnO₂ gibi katkılar tek başına veya birkaçı bir arada olacak şekilde en yaygın kullanılan katkılardır [ACUN Ö., EMRULLAHOĞLU C.B., EMRULLAHOĞLU Ö.F., 2004].

3. MATERYAL ve METOD

3.1. DENEY PROGRAMI

Çalışmada izlenen yollar Şekil 2.1 'de verilmiştir.



Şekil 2.1. Ekstrüzyon yöntemi ile alümina seramik üretiminde izlenen akım şeması

3.2. DENEYDE KULLANILAN MALZEMELER

3.2.1. Seydişehir Alüminası

Çalışmalarda kullanılan alümina ETİ alüminyum tesislerinde üretilmiş metalürjik kalitede alüminadır. Alüminanın kimyasal analizi tablo 2.1 'de verilmiştir.

Çizelge 2.1. Seydişehir Alüminasının Kimyasal Analiz Sonuçları

BİLEŞİKLER	ETİ Alüminyum % Analizi
Fe ₂ O ₃	0,027
Na ₂ O	0,40
Al ₂ O ₃	99,573

3.2.2. Alcoa Alüminası

Bu çalışmada hammadde olarak : Alcoa CT 3000 SG alümina kullanılmıştır. Alcoa CT 3000 SG alüminasının kimyasal analizi ve bazı özellikleri çizelge 2.2 'de verilmiştir.

Çizelge 2.2. Alcoa Alüminasının Kimyasal Bileşimi ve Bazı Özellikleri

KİMYASAL BİLEŞİM	%	ÖZELLİK
Al ₂ O ₃	99,70	Yüzey alanı [m ² / g]
Na ₂ O	0,08	Primer kristal tane boyutu [µm]
CaO	0,02	Tane boyutu , Cilas D90 [µm] Tane boyutu , Cilas D50 [µm]
SiO ₂	0,03	Yaş yoğunluk [g /cm ³]
Fe ₂ O ₃	0,02	Pişmiş yoğunluk 1450 °C / 1 h [g /cm ³] Pişmiş yoğunluk 1670 °C / 1 h [g /cm ³]

3.2.3. Tankrom

Bu çalışmada Şişecam Mersin Soda Sanayi 'nin ürettiği tankrom tozu kullanılmıştır. Kullanılan tankrom tozu %25 Cr₂O₃ içermektedir.

3.2.4. Sodyum Karboksimetil Selüloz (Na – CMC)

Çalışmada kullanılan Na – CMC Yurtbay Seramik 'ten temin edilmiştir ve çalışmada bağlayıcı olarak kullanılmıştır.

3.2.5. Gliserin

Kullanılan gliserin plastikleştirici olarak kullanılmıştır.

3.2.6. Oleik Asit

Tozların dispersiyonunu sağlamak amacı ile Tariş Zeytinyağı Fabrikası 'ndan temin edilen oleik asit kullanılmıştır.

3.3. DENEY NUMUNELERİNİN HAZIRLANMASI

3.3.1. Seydişehir Alüminasının Na_2O İçeriğinin Düşürülmesi ve Kalsine Edilmesi

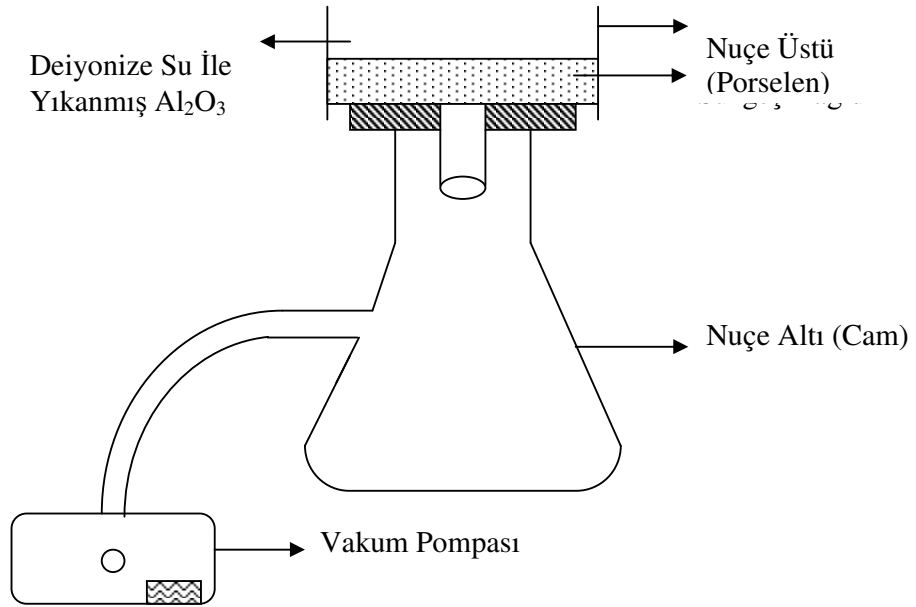
Yapılan uygulamalı çalışmalarda ETİ alüminyum işletmesinde döner fırın sonrası ara ürün olarak elde edilen metalürjik kalitede alümina kullanılmıştır. Bu hammaddenin karşılaştırmalı kimyasal analiz sonuçları tablo 2.1 'de verilmiştir.

Seydişehir alüminasındaki toplam Na_2O miktarı %0,40 olarak tespit edilmiştir. Na_2O içeriğini düşürmeye en iyi etki eden etmen doğru katı- sıvı oranının deiyonize su ile yıkanması ile olur.

Deneylerde takip edilen Na_2O içeriğinin azaltılması işlemi için kullanılan set akım şeması Şekilde verilmiştir. Uygun yıkama için tespit edilen sıvı-katı oranı da 5:4 olarak saptanmıştır. Deney oda sıcaklığında gerçekleştirilmiştir.

Şekilde verilen deney şemasında takip edilen proste çalışan katı miktarı 30 gr olup kullanılan deiyonize su miktarı 38 gr.'dir. eldeki 30 gr katı madde 100 ml'lik bir beherin içine konur. 38 gr. deiyonize su da topaklanmanın önlenmesi için yavaş yavaş alümina tozunun üzerine ilave edilir. Bu karışım karıştırıcıda 120 devir/dak. hızla 10 dk. süreyle karıştırılır. Daha sonra şekilde verilen düzenekte olduğu gibi mavi bant süzgeç kağıdı hava almayacak şekilde yırtmadan nuçe üstü porselene yerleştirilir. 1.10^{-4} milibar emiş gücü kapasitesindeki vakum

pompası çalıştırılır. Karıştırılmış olan alümina toz ve deiyonize su çözeltisi süzgeç kağıdının üzerine yavaşça dökülür. Ardından vakumla beraber suyun süzgeçten geçmesi beklenir. Su geçtikten sonra nuçe üzerindeki toza 5 defa deiyonize su dökülür yıkama işlemine nuçe altından berrak su akıncaya kadar devam edilir ve vakum kapatılır. Nuçe üzerinde biriken alümina toz temiz bir behere alınır. Daha sonra behere alınan yıkanmış toz bir tepsiye yayılır ve etüvde 105 °C 'de kurumaya bırakılır.



Şekil 2.2. Na_2O İçeriğinin Deiyonize Su İle Azaltılması İşlemini Gösteren Şema

Kurutulan alümina tozlar A.K.Ü. Seramik Mühendisliği Uygulama Atölyesinde bulunan kuyu fırında 1200 °C sıcaklıkta 4 saat süre ile kalsine edilmiştir.

3.3.2. Karışımın Hazırlanması :

Değişik bağlayıcı sistemleri uygulanarak Al_2O_3 'dan ekstrüzyona uygun çamur hazırlama çalışmaları yapılmıştır. Çalışmada Seydişehir ve Alcoa Al_2O_3 tozu kullanılmıştır. Ayrıca Seydişehir Al_2O_3 tozuna yıkama ve kalsine işlemleri uygulanarak ayrı bir grupta inceleme yapılmıştır. Sıvı faz olarak, su , sodyum karboksi metül selüloz (Na – CMC), gliserin ve oleik asit kullanılmıştır. Selüloz bağlayıcı olarak, gliserin plastikleştirici olarak, oleik asit ise bağlayıcının, seramik

partikül yüzeylerinin ıslatma özelliğini arttırmak amacı ile kullanılmıştır. Çizelge 2.3 'de çalışmada kullanılan bağlayıcı sistemlerin yüzde ağırlıkları verilmiştir.

Hazırlanan karışımların bağlayıcılık özelliklerine bakılmış ve en iyi karışım sisteminin Alcoa Alüminası için 2 numaralı karışım sistemi, Seydişehir Alüminası için 7 numaralı karışım sistemi ve YKE (yıkılmış kalsine edilmiş) Seydişehir Alüminası için ise 18 numaralı karışım sistemi olduğu sonucuna varılmıştır. Karışım hazırlanırken ilk önce su, gliserin ve oleik asit karıştırılmış ve daha sonra bunların üzerine Na – CMC yavaş yavaş ilave edilmiştir. Bunlar yapıldıktan sonra ise alümina tozu Na – CMC 'de olduğu şekilde yavaş yavaş ilave edilmiştir. Karışım hazırlandıktan sonra bu karışım nemin homojen dağılması için yuvarlak toplar haline getirilmiş ve kapalı bir naylon torba içinde 24 saat bekletilmiştir.

Çizelge 2.3. Çalışmada Hazırlanan Karışımların Yüzde Ağırlıkları

Karışım No	Alcoa	Seydişehir	YKE Seydişehir	Na CMC	Gliserin	Oleik Asit	Su
1	81	-	-	1	1,5	1,5	15
2	80	-	-	0,5	0,75	0,75	18
3	10	60	-	4	1,5	1,5	23
4	-	62,7	-	2,5	2	1,55	31,25
5	-	62,5	-	3,125	1,56	1,565	31,25
6	-	57,37	-	4,6	2	1,595	34,45
7	-	61	-	5	2,5	1,5	30
8	-	58,5	-	6	4	1,5	30
9	-	64	-	3	2	1	30
10	-	60	-	4	2	1	33
11	-	63,5	-	3,5	2	1	30
12	-	-	60	6	2,5	1,5	30
13	-	-	60	7	1,5	1,5	30
14	-	-	65	5,5	1	1,5	27
15	-	-	63	7	1,5	1,5	32
16	-	-	60	7	1,5	1,5	30
17	-	-	59	8	1,5	1,5	30
18	-	-	64	3	2	1	30
19	-	-	64	4	2	1	29
20	-	-	65	5	2	2	26
21	-	-	59	8	2	1	30

3.3.3. Ekstrüzyonla Şekillendirme:

24 saat naylon torba içinde bekletilen karışımlar Afyon Kocatepe Üniversitesi Afyon Mühendislik Fakültesi Uygulama Atölyesinde bulunan ekstrüzyon cihazı ile şekillendirilmiştir. Şekillendirme esnasında; karışımlar 5 – 6 defa makineden geçirilmiş ve daha sonra şekillendirme işlemine geçilmiştir. Bunun amacı çamuru homojen bir hale getirmektir. Hazırlanan çamurlardan ekstrüzyon cihazı yardımı krakterizasyonda kullanmak amacı ile içi dolu yaklaşık 4 cm uzunluğunda parçalar ve içi boş borular üretilmiştir.

3.3.4. Kurutma:

Ekstrüzyonla şekillendirilen parçalar kapalı bir ortamda üzerlerine naylon koyularak kurutmaya bırakılmıştır. Bu işlem yaklaşık 1 hafta sürmüştür. Parçaların kapalı ortamda kurutulma sebebi yavaş kontrollü bir kurutma yapılmasının istenmesidir. Çünkü hızlı yapılan kurutma parçalarda çatlamalara yol açmaktadır.

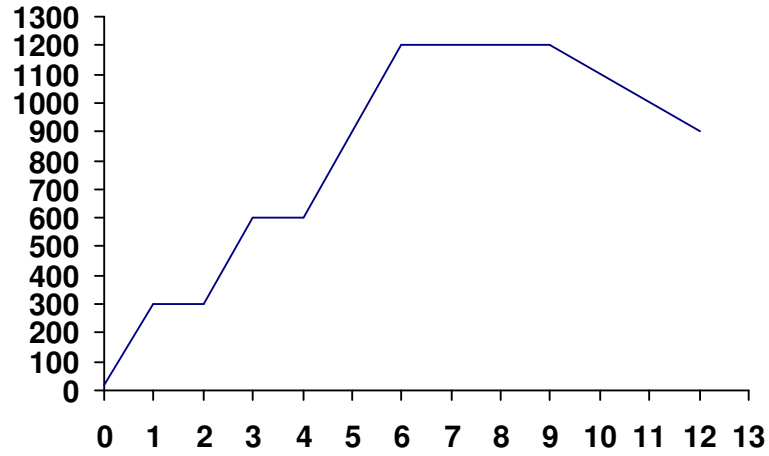
3.3.5. Cr₂O₃ Katkısının İlavesi:

Cr₂O₃, Seydişehir ve Yıkanmış Kalsine Edilmiş Seydişehir Alüminalarından üretilen parçalara kurutma sonrasında ilave edilmiştir. İlave için önce tankrom su içerisinde çözülmüş ve daha sonra parçalar tankrom çözeltisi içerisine konarak çözeltiyi emmesi sağlanmıştır. Bunun için önce parçaların hangi sürede ne kadar su emdiği gözlenmiş ve buna göre ağırlıkça yaklaşık %0,3 Cr₂O₃ bünyesine alacak şekilde emme işlemi yapılmıştır. Daha sonra parçalar etüvde sabit tartıma gelecek şekilde kurutulmuştur.

3.3.6. Sinterleme İşlemi:

3.3.6.1. 1. Pişirim:

1. pişirim Afyon Kocatepe Üniversitesi Afyon Mühendislik Fakültesi Seramik Mühendisliği Atölyesinde bulunmakta olan kuyu fırında 1200 °C 'ye kadar kademeli bir şekilde yapılmıştır. 1. pişirim sonrasında yarı mamullerin belirli bir mukavemete geldiği gözlenmiştir. Çalışılan pişirme sıcaklıkları ve zamanları aşağıdaki grafikte verilmiştir.



Şekil 2.3. I. Pişirim pişirme sıcaklığı zaman grafiği

3.3.6.2. II. Pişirim:

Alüminadan yapılmış içi boş ve dolu parçaların 2. pişirimleri 5°C /dak ısıtma hızı ile 1450, 1500, 1550, 1600 ve 1650 °C 'lerde 2 saat bekletme süresinde aşağıda resmi verilen Nabertherm marka 1750 °C 'lik yüksek sıcaklık fırınında gerçekleştirilmiştir.



Şekil 2.4. Nabertherm marka 1750 °C'lik yüksek sıcaklık fırını (solda)

3.3.7. Numunelere Uygulanan Testler:

Sinterlenmiş numunelerin kuru, su emmiş ve su içerisindeki ağırlıklarından hareketle su emme, görünür, kapalı ve toplam porozite ile birim hacim ağırlığı ve görünür yoğunluklar hesaplanmıştır. Numunelerin sertlikleri ölçülmek istenmiş fakat yüzeysel nedenlerden dolayı belirlenememiştir. Numunelerin ayrıca basma dayanımı testine tabi tutulmuştur.

3.3.7.1. Su emme, Porozite, Birim Hacim Ağırlık ve Yoğunluk:

Sinterlenmiş numunelere aşağıdaki işlemler sırasıyla uygulanarak numuneleri kuru, su emmiş ve su içerisindeki ağırlıklarından hareketle su emme, görünür, kapalı ve toplam porozite ile birim hacim ağırlığı ve görünür yoğunluklar hesaplanmıştır.

Bu işlemler;

- Numuneler 105 °C etüvde sabit tartıma gelinceye kadar kurutulmuştur.
- 0,0001 gr hassasiyetteki hassas terazide kuru ağırlıkları tartılmıştır.
- Daha sonra içi su dolu bir kaptaki su içindeki ağırlıkları alınmıştır.
- Numuneler 1 saat su içerisinde, 3 saat kaynar su içerisinde bekletilmiştir.
- Daha sonra 12 saat süre bekletilmeye bırakılmıştır.
- 12 saat sonunda alınan numunelerin yüzeyleri hafif nemli bir bezle kurulmuş ve hassas terazide su emmiş ağırlıkları tespit edilmiştir.

Bu tartımlar ve işlemler sonunda aşağıdaki bağıntılardan numunelerin su emme, görünür, kapalı ve toplam porozite ile birim hacim ağırlığı ve görünür yoğunluklar hesaplanmıştır.

- Kuru ağırlık : M_0
- Su içerisindeki ağırlık : M_1
- Su emmiş ağırlık : M_2
- True (gerçek) hacmi : $\frac{M_0}{d}$

- Görünür hacmi : $M_0 - M_2$
- Bulk hacim : $M_1 - M_2$
- Görünür porozite hacmi : $M_1 - M_0$
- Görünür porozite : $\frac{M_1 - M_0}{M_1 - M_2}$
- Görünür yoğunluk : $\frac{M_0}{M_0 - M_2}$
- Bulk yoğunluğu : $\frac{M_0}{M_1 - M_2}$
- Kapalı porozite : $\frac{(M_0 - M_2) \frac{M_0}{d}}{M_1 - M_2}$
- Toplam porozite : $\frac{M_1 - M_0}{M_1 - M_2} + \frac{(M_0 - M_2) \frac{M_0}{d}}{M_1 - M_2}$

3.3.7.2. Sertlik Deneyi:

Sinterlenen numunelerin sertlikleri Afyon Kocatepe Üniversitesi Teknoloji Uygulama ve Araştırma Merkezinde bulunan SHIMADZU HMV-2 Model sertlik cihazı kullanarak belirlenmek istenilmiş fakat numunelerin yüzeylerine bırakılan iz tam net olarak görülememiştir. Bu nedenle numunelerin sertlikleri belirlenememiştir.



Şekil 2.5. SHIMADZU HMV-2 Model sertlik cihazı

3.3.7.3. Basma Dayanımı Deneyi:

Sinterlenmiş numunelerin basma dayanımları Afyon Kocatepe Üniversitesi Teknoloji Uygulama ve Araştırma Merkezinde bulunan otomatik basınç presiyle belirlenmiştir. Basınç presi numunenin kırılmasıyla kendini durdurmakta ve belirlenen değeri bilgisayar yardımıyla otomatik olarak vermektedir.



Şekil 2.6. Tek Eksenli Basınç Presi

4. BULGULAR

4.1. Su Emme Deneyi:

Seydişehir alüminası (SA), yıkanmış, kalsine edilmiş Seydişehir alüminası (YKESA), Krom katkılı Seydişehir alüminası (KKSA), yıkanmış-kalsine edilmiş krom katkılı Seydişehir alüminası (YKEKKSA) 'nın sinterleme sıcaklığına bağlı olarak değişen su emme %'leri Çizelge 3.1, Şekil 3.1, 3.2, 3.3, ve 3.4 de sunulmuştur.

Çizelge 3.1. SA, YKESA, KKSA, YKEKKSA ve Alcoa alüminasının su emme değerleri (%)

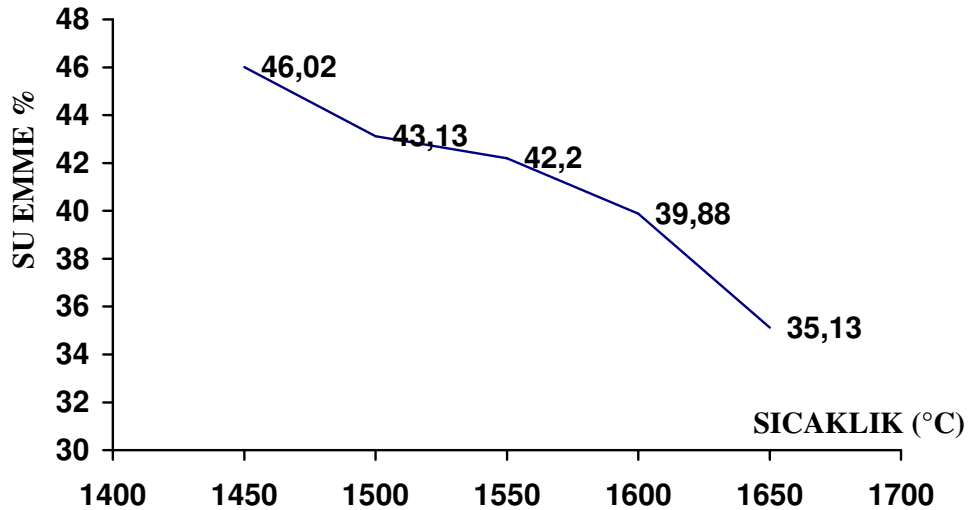
Sıcaklık (°C)	1450	1500	1550	1600	1650
SA	46,02	43,13	42,20	39,88	35,13
YKESA	39,07	36,13	33,51	30,85	28,47
KKSA			41,79		
YKEKKSA			34,43		
ALCOA alüminası	4,63	1,03	0,27	0,13	0,13

SA- Seydişehir alüminası

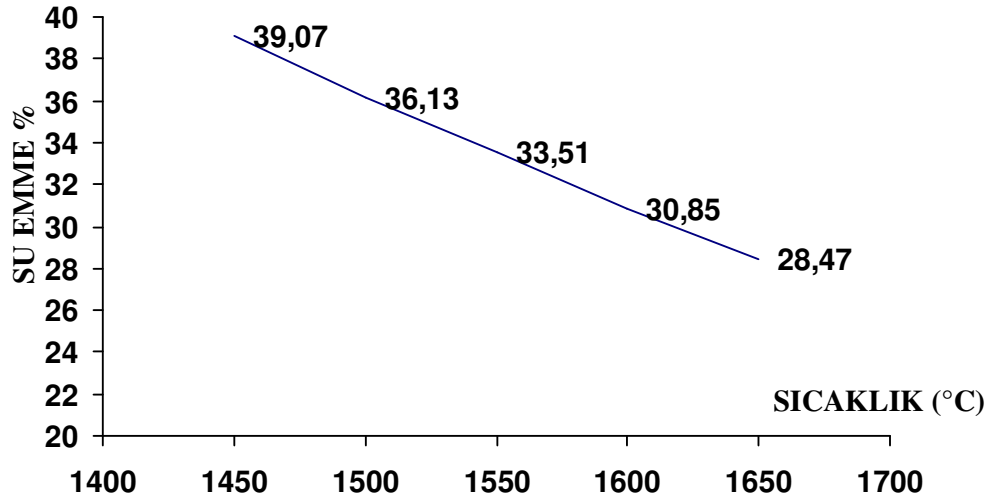
YKESA- yıkanmış, kalsine edilmiş Seydişehir alüminası

KKSA –Krom katkılı Seydişehir alüminası

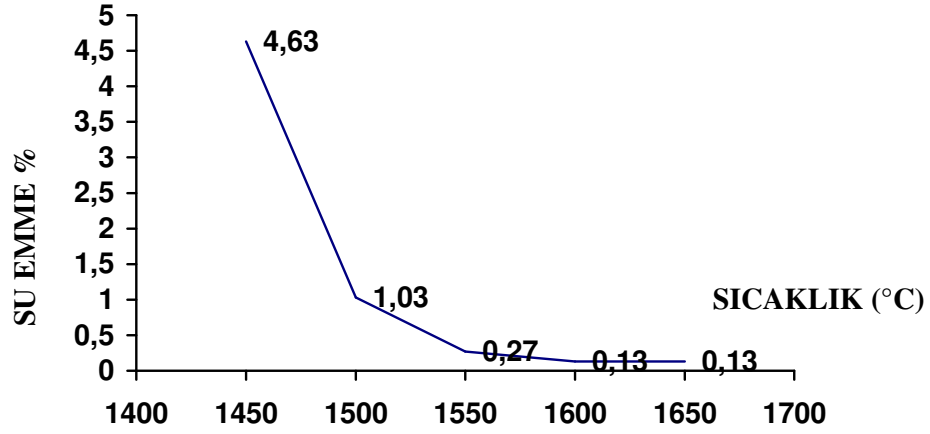
YKEKKSA- Yıkanmış, kalsine edilmiş krom katkılı Seydişehir alüminası



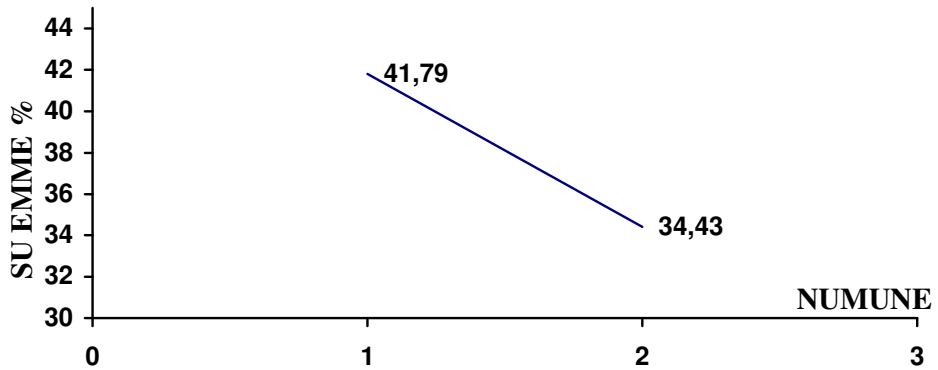
Şekil 3.1. Seydişehir Alüminası su emme değerleri (%)



Şekil 3.2. Yıkılmış Kalsine Edilmiş Seydişehir Alüminası su emme değerleri (%)



Şekil 3.3. ALCOA Alüminası su emme değerleri (%)



Şekil 3.4. 1500°C 'de Sinterlenmiş Krom Katkılı Seydişehir Alüminası (1) ve YKE Seydişehir Alüminası (2) su emme değerleri (%)

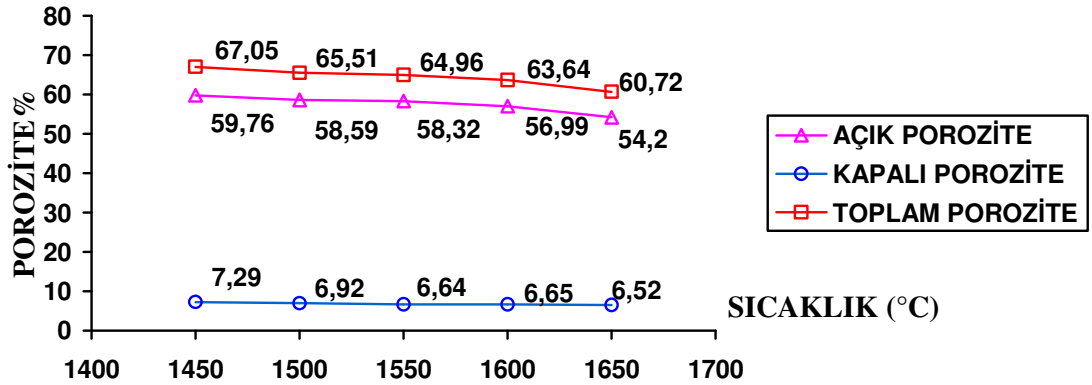
Sinterleme sıcaklığı artışı ile numunelerin su emme değerlerinde bir düşüş gözlenmiştir. ALCOA Alüminasının en düşük su emme değerine sahip olduğu görülmüştür. Seydişehir alüminasının, yıkanıp kalsine edildikten ve ayrıca krom ilave edildikten sonra su emme değerinin düştüğü görülmüştür. Fakat yıkanmış kalsine edilmiş Seydişehir alüminasına krom ilave edildikten sonra bir yükselme gözlenmiştir.

4.2. Porozite Deneyi:

Seydişehir alüminasının sinterleme sıcaklığına bağlı olarak değişen porozite %'leri Çizelge 3.2, Şekil 3.5 'de sunulmuştur.

Çizelge 3.2. Seydişehir Alüminası porozite değerleri (%)

Sıcaklık (°C)	1450	1500	1550	1600	1650
Açık Porozite (%)	59,76	58,59	58,32	56,99	54,20
Kapalı porozite (%)	7,29	6,92	6,64	6,65	6,52
Toplam Porozite (%)	67,05	65,51	64,96	63,64	60,72



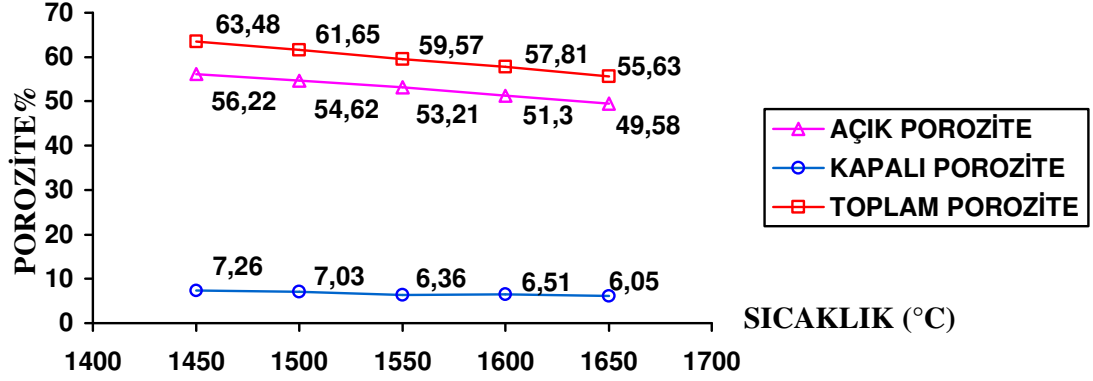
Şekil 3.5. Seydişehir Alüminası porozite değerleri (%)

Çizelge 3.2 ve Şekil 3.5 'de görüldüğü gibi sinterleme sıcaklığı arttıkça açık, kapalı ve toplam porozite değerlerinde lineer bir azalış görülmektedir.

Yıkanmış- kalsine edilmiş Seydişehir alüminasının sinterleme sıcaklığına bağlı olarak değişen porozite %'leri Çizelge 3.3, Şekil 3.6 'de sunulmuştur.

Çizelge 3.3. Yıkanmış-Kalsine Edilmiş Seydişehir Alüminası porozite değerleri

Sıcaklık (°C)	1450	1500	1550	1600	1650
Görünür gözenek (%)	56,22	54,62	53,21	51,30	49,58
Kapalı gözenek (%)	7,26	7,03	6,36	6,51	6,05
Toplam gözenek (%)	63,48	61,65	59,57	57,81	55,63



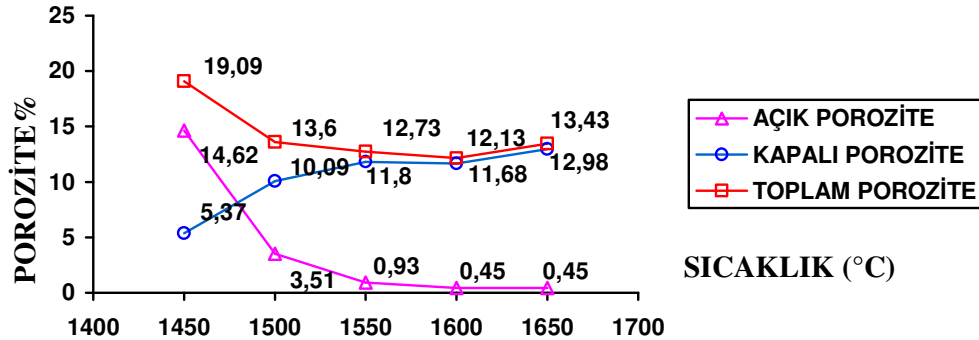
Şekil 3.6. Yıkanmış Kalsine Edilmiş Seydişehir Alüminası porozite değerleri (%)

Çizelge 3.3 ve Şekil 3.6 'de görüldüğü gibi sinterleme sıcaklığı arttıkça açık, kapalı ve toplam porozite değerlerinde lineer bir azalış görülmektedir.

Alcoa alüminasının sinterleme sıcaklığına bağlı olarak değişen porozite %'leri Çizelge 3.4 Şekil 3.7 'de sunulmuştur.

Çizelge 3.4. ALCOA Alüminası porozite değerleri (%)

Sıcaklık (°C)	1450	1500	1550	1600	1650
Açık Porozite (%)	14,62	3,51	0,93	0,45	0,45
Kapalı Porozite (%)	5,37	10,09	11,80	11,68	12,98
Toplam Porozite (%)	19,09	13,60	12,73	12,13	13,43



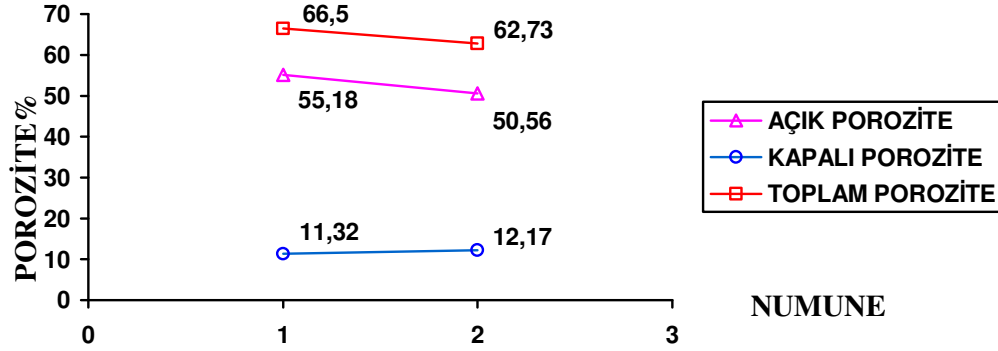
Şekil 3.7. ALCOA Alüminası porozite değerleri (%)

Çizelge 3.4 ve Şekil 3.7 'de görüldüğü gibi sinterleme sıcaklığı arttıkça açık ve toplam porozite değerlerinde azalma olurken kapalı porozite değerlerinde artış meydana gelmiştir.

1550°C de sinterlenen Krom Katkılı Seydişehir(1) ve YKE Seydişehir Alüminasının porozite değerleri Çizelge 3.5 Şekil 3.8 'de sunulmuştur.

Çizelge 3.5. 1550 °C de sinterlenen Krom Katkılı Seydişehir(1) ve YKE Seydişehir Alüminasının porozite değerleri (%)

Numune	SEY(1)	YKE SEY(2)
Açık Porozite (%)	55,18	50,26
Kapalı Porozite (%)	11,32	12,17
Toplam Porozite (%)	66,50	62,73



Şekil 3.8. 1550°C de sinterlenen Krom Katkılı Seydişehir(1) ve YKE Seydişehir Alüminasının porozite değerleri (%)

Seydişehir alüminasında açık, kapalı ve toplam gözenek %'leri sırası ile 58,32, 6.64 ve 65.51 iken krom katkılı Seydişehir alüminasında bu değerler sırası ile 55.18, 11.32 ve 66.50 olmuştur. Açık porozite azalırken kapalı porozite ve toplam porozitede artış meydana gelmiştir.

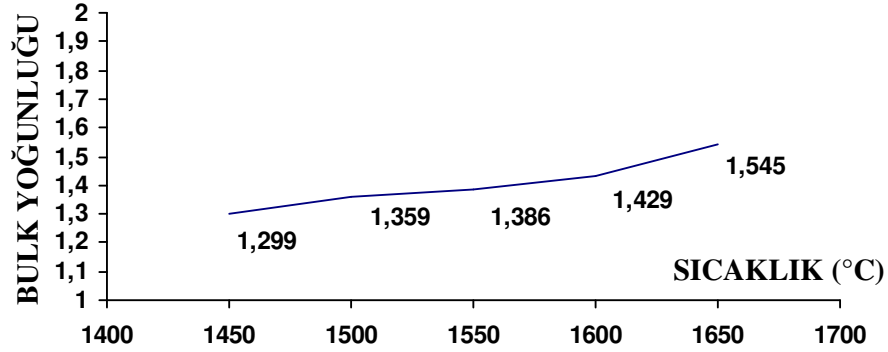
Yıkanmış-Kalsine edilmiş Seydişehir alüminasında açık, kapalı ve toplam gözenek %'leri sırası ile 53,21, 6.36 ve 59.57 iken krom katkılı yıkanmış-Kalsine edilmiş Seydişehir alüminasında bu değerler sırası ile 50.56, 12.17 ve 62.73 olmuştur. Açık porozite azalırken kapalı porozite ve toplam porozitede artış meydana gelmiştir.

4.3. Bulk Yoğunluğu:

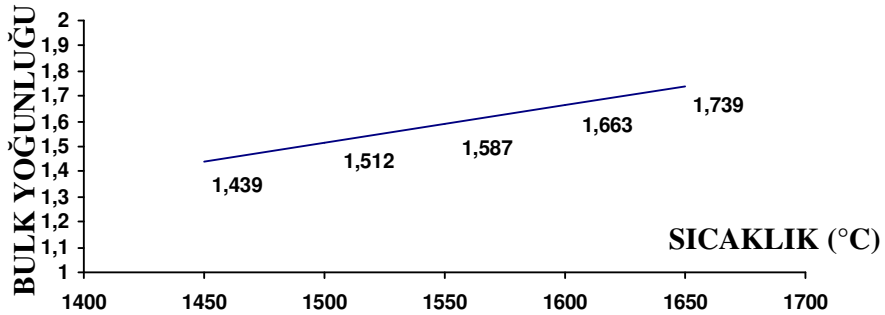
Seydişehir alüminası (SA), yıkanmış, kalsine edilmiş Seydişehir alüminası (YKESA), Krom katkılı Seydişehir alüminası (KKSA), yıkanmış, kalsine edilmiş krom katkılı Seydişehir alüminası (YKEKKSA) ‘nın sinterleme sıcaklığına bağlı olarak değişen bulk yoğunluğu değerleri Çizelge 3.6, Şekil 3.9, 3.10, 3.11, ve 3.12 de sunulmuştur.

Çizelge 3.6. SA, YKESA, KKSA, YKEKKSA ve Alcoa alüminasının bulk yoğunluğu değerleri (gr/cm³)

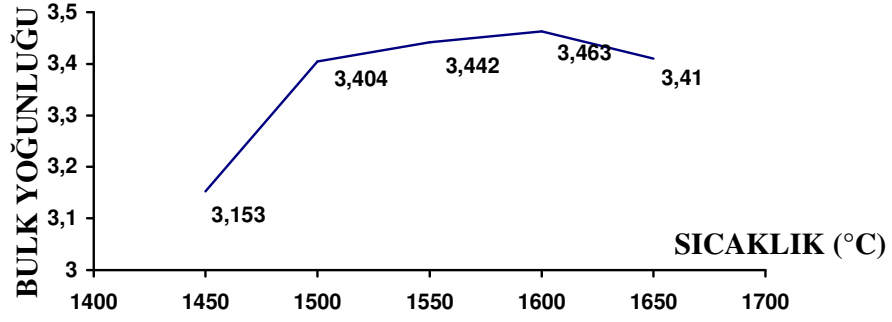
Sıcaklık (°C)	1450	1500	1550	1600	1650
SA	1,299	1,359	1,386	1,429	1,545
YKESA	1,439	1,512	1,587	1,663	1,739
KKSA			1,320		
YKEKKSA			1,469		
ALCOA alüminası	3,153	3,404	3,442	3,463	3,410



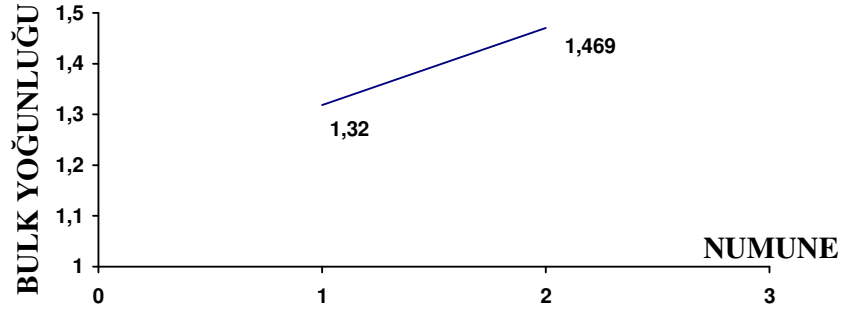
Şekil 3.9. Seydişehir Alüminası Bulk Yoğunluğu değerleri



Şekil 3.10. YKE Seydişehir Alüminası Bulk Yoğunluğu değerleri



Şekil 3.11. ALCOA Alüminası Bulk Yoğunluğu değerleri



Şekil 3.12. 1550°C de sinterlenen Krom Katkılı Seydişehir(1) ve YKE Seydişehir Alüminasının bulk yoğunluğu değerleri

Seydişehir (1), YKE Seydişehir alüminası ve bunlara krom katkısıyla yapıp sinterlenen numunelerin bulk yoğunluğu değerlerinde sıcaklığın arttırılmasıyla bulk yoğunluğu değerinde artış gözlenmiştir. ALCOA alüminası ile yapılan numunelerde ise 1600°C 'ye kadar bir artış daha 1650°C 'de ise bir düşüş gözlenmiştir. YKE Seydişehir alüminasının bulk yoğunluğu değerleri Seydişehir alüminası bulk yoğunluğu değerlerine göre daha yüksek olduğu gözlenmiştir. Krom katkısı ile bulk yoğunluğunun düştüğü görülmüştür.

Numunelere uygulanan su emme, porozite ve bulk yoğunluğu deneylerinde kullanılan numunelerin kuru, su içinde ve su emmiş ağırlıkları Ek – 1 'de verilmiştir.

4.4. Sertlik Deneyi:

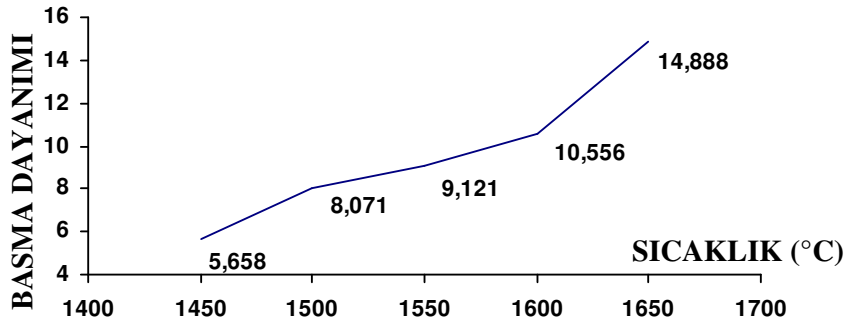
Sinterlenen numunelerin sertlikleri Afyon Kocatepe Üniversitesi Teknoloji Uygulama ve Araştırma Merkezinde bulunan SHIMADZU HMT-2 Model sertlik cihazı kullanarak belirlenmek istenilmiş fakat numunelerin yüzeylerine bırakılan iz tam net olarak görülememiştir. Bu nedenle numunelerin sertlikleri belirlenememiştir.

4.5. Basma Dayanımı Deneyi:

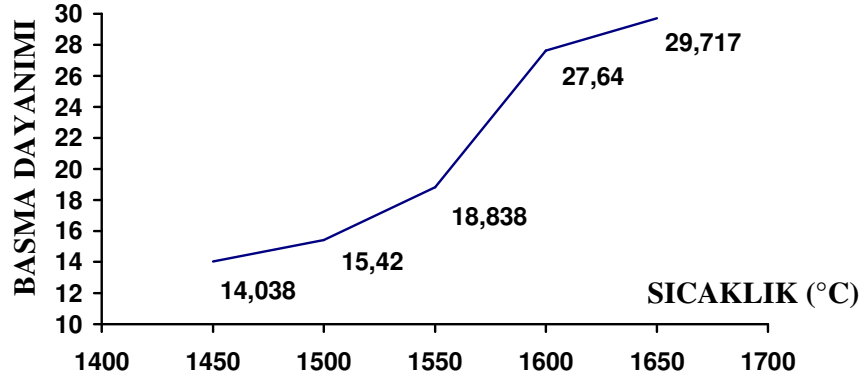
Seydişehir alüminası (SA), yıkanmış, kalsine edilmiş Seydişehir alüminası (YKESA), Krom katkılı Seydişehir alüminası (KKSA), yıkanmış, kalsine edilmiş krom katkılı Seydişehir alüminası (YKEKKA) 'nın sinterleme sıcaklığına bağlı olarak değişen namsa dayanımı değerleri Çizelge 3.7, Şekil 3.13, 3.14, 3.15 ve 3.16 de sunulmuştur.

Çizelge 3.7. SA, YKESA, KKSA, YKEKKA ve Alcoa alüminasının basma dayanımı değerleri (kg/cm²)

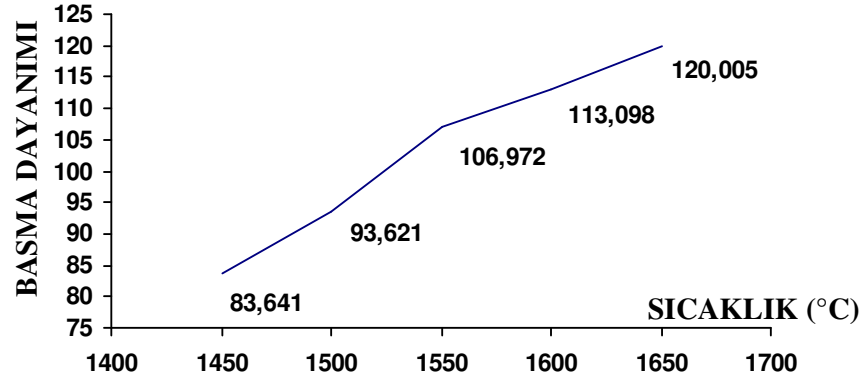
Sıcaklık (°C)	1450	1500	1550	1600	1650
SA	5,658	8,071	9,121	10,556	14,888
YKESA	14,038	15,42	18,838	27,64	29,717
KKSA			18,838		
YKEKKA			20,583		
ALCOA alüminası	83,641	93,621	106,972	113,098	120,005



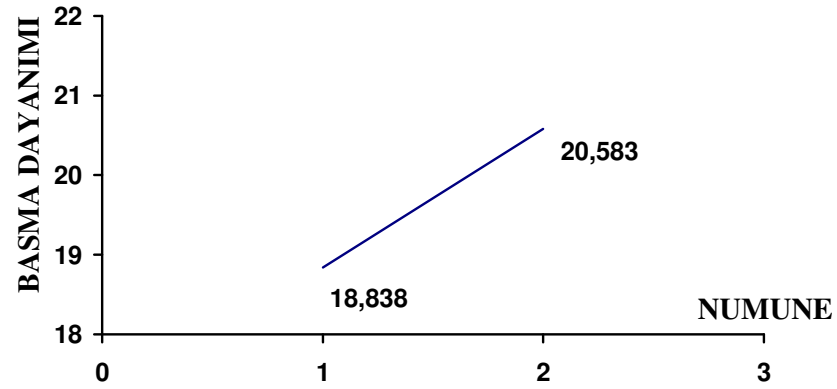
Şekil 3.13. Seydişehir Alüminası Basma Dayanımı Değerleri



Şekil 3.14. YKE Seydişehir Alüminası Basma Dayanımı Değerleri



Şekil 3.15. ALCOA Alüminası Basma Dayanımı Değerleri



Şekil 3.16. 1550 ° C ' de Sinterlenen Seydişehir Ve Yıkanmış Kalsine Edilmiş Seydişehir Alüminalarının ve Cr₂O₃ Katkılı Numunelerin Basma Dayanımı Değerleri

Sinterlenen numunelere uygulanan basma deneyi sonucunda numunelerin sıcaklıkla basma dayanımı değerlerinin arttığı gözlenmiştir. En yüksek basma dayanımı ALCOA alüminası ile yapılan 1650°C 'de sinterlenen numunelerde gözlenmiştir. Seydişehir alüminasının yıkanıp kalsine edilmesi basma dayanımı değerlerinde artışa neden olmuştur. Ayrıca numunelere krom ilavesi de basma dayanımı değerlerinde artışa neden olmuştur.

Basma dayanımı uygulanan numunelere ait sonuçlar Ek – 2 'de verilmiştir.

5. TARTIŞMA ve SONUÇLAR

- ALCOA, Seydişehir alüminalarından ve Seydişehir alüminasının yıkanma ve kalsine sonucu elde edilen alüminadan ekstrüzyon yöntemi ile şekillendirme yapılmıştır.
- Numunelere yavaş kurutma yapılmış ve kurutma sonucunda numunelerde herhangi bir çatlama gözlenmemiştir.
- ALCOA alüminasından yapılan numunelerde daha az miktarda bağlayıcı ve su kullanılmıştır.
- En yüksek basma dayanımı, en düşük su emme ve porozite ALCOA alüminasından yapılan numunelerde gözlenmiştir.
- Seydişehir alüminasının yıkanarak Na_2O miktarının düşürülmesi ve kalsine edilmesi ile özelliklerinin iyileştiği gözlenmiştir.
- Krom katkısı özelliklerin beklenenden az iyileştirme göstermiştir. Bunun nedeni krom katkısının numunelere tam nufus etmemesi ve yüzeyde kalmasıdır. Bu gözle gözlenebilmektedir.
- Seydişehir ve YKE Seydişehir alüminasından yapılan malzemelerin %55 – 65 oranında poröz olduğu görülmüştür.

KAYNAKLAR

- [1] SEVİNÇTAV S. Tarar, 1993, Yüksek Lisans Tezi, İ.T.Ü.Fen Bilimleri Enstitüsü
- [2] KINIKOĞLU S., 1992, “Müllit-Zirkonya Seramik Kompozitlerinin Reaksiyon Sinterlemesi Yolu ile Elde Edilmesi ve Stronsiyum Oksit Katkısının Eldesi”, Y.T.Ü., Doktora Tezi, İstanbul
- [3] BAYKARA, T, TEKİN A. , 1992, Uluslararası Seramik Kongresi Kitabı, Tübitak – MAM Malzeme Araştırma Bölümünde İleri Teknoloji Seramikleri Üzerine Bilimsel Ve Endüstriyel Çalışmalar
- [4] KALEMTAŞ, A., 1998, A.Ü. Müh-Mim. Fak, Seramik Bülteni, Yıl 1, Sayı 1
- [5] GEFFAKEN W., BERGER E., 1936, Deutsches Reichs Patent, 736411, Jenaer Glaswerk School
- [6] GEÇKİNLİ A.E., 1991, “İleri Teknoloji Seramikleri”, İ.T.Ü., Kimya-Metalürji Fakültesi, Metalürji Mühendisliği Bölümü
- [7] BAŞPINAR S., 1996, “Seydişehir alüminasının Metalografik Parlaticı Olarak Kullanım İmkanlarının Araştırılması”, A.K.Ü.Yüksek Lisans Tezi
- [8] GİRGİN İ., 1984, “Boksit Dışı Kaynaklardan Alümina Üretimi”, Madencilik Dergisi, Cilt 23, Sayı 3
- [9] ATAĞ.S, BULUT. G, ARSLAN F. , 1993, Alüminyumun Türkiye'deki Rezervleri ve Ürünleri, C.Ü Müh. Fak. Madencilik Bilim ve Teknoloji Dergisi C 1, S.1
- [10] AKYIL H., ALTINOK V., 1983, “Boksitlerden Alümina Üretimi”, Etibank Bülteni, Sayı 50
- [11] HELVACI A., 1996, “Sol-Jel Metodu ile Alümina Esaslı Seramik membranların Hazırlanması”, A.K.Ü.Yüksek Lisans Tezi
- [12] GITZEN H. W. , 1970, Alumina As A Ceramic Material, The American Society 735 Ceramic Place Westerville, Ohio,
- [13] Yüksel PALACI, Murat DEMİRCİ, Ali Aydın GÖKTAŞ, 1995, “Alumina seramiklerin ekstrüzyonu”, 8. Uluslararası Metalürji ve Malzeme Kongresi, TÜBİTAK – MAM Malzeme Araştırma Bölümü, Gebze KOCAELİ
- [14] RİCHERSON D.W. , 1992, Modern Ceramic Engineering, Adjunct Faculty, The University of Utah, Salt Lake City, Utah
- [15] REED S. J. , 1994, Principles of Ceramics Processing, New York State College of Ceramics, Alfred University Alfred, New York

- [16] A.A. KAVİTSKAYA, T.V. KNYAZKOVA*, A.A. MAYNAROVİCH, 2000, “Reverse osmosis of concentrated calcium sulphate solutions in the presence of iron (III) ions using composite membranes”, Proceedings of the Conference on Membranes in Drinking and Industrial Water Production, Volume 2, pages 543–548, Desalination Publications, L’Aquila, Italy
- [17] ACUN Ö., EMRULLAHOĞLU C.B., EMRULLAHOĞLU Ö.F., 2004, Tankrom katkılı alümina üretimi-enjeksiyon kalıplama, 6. Ulusal Kimya Mühendisliği Kongresi

Num No	Sıcaklık	Kuru Ağır. M ₀	Su Emmiş M ₁	Su İçinde M ₂	True Volume M ₀ / d	Appar. Volume M ₀ - M ₂	Bulk Volume M ₁ - M ₂	Appar. Por. Vol M ₁ - M ₀	App. Porozite 8	Appar. Density 9	Bulk Density 10	Closed Porozite 11	Toplam Porozite 8 + 11	Su Emme
		1	2	3	4	5	6	7	7 / 6	1 / 5	1 / 6	(5 - 4)/6		7 / 1
1	1450	31,68	46,07	21,94	8,04	9,74	24,13	14,39	59,63	3,25	1,312	7,04	66,67	45,42
2		36,48	53,26	25,11	9,26	11,37	28,15	16,78	59,61	3,21	1,296	7,49	67,10	46,00
3		33,49	48,37	23,22	8,5	10,27	25,15	14,88	59,17	3,26	1,332	7,04	66,21	44,43
4		31,43	46,28	21,65	7,98	9,78	24,63	14,85	60,29	3,21	1,276	7,30	67,59	47,25
5		33,96	49,60	23,43	8,62	10,53	26,17	15,64	59,76	3,22	1,298	7,30	67,06	46,05
6		31,17	45,81	21,39	7,91	9,78	24,42	14,64	59,95	3,19	1,276	7,66	67,61	46,97
7		32,43	47,06	22,47	8,23	9,96	24,59	14,63	59,49	3,26	1,319	7,03	66,52	45,11
8		32,08	47,14	22,12	8,14	9,96	25,02	15,06	60,19	3,22	1,282	7,27	67,46	46,95
ORT		32,84	47,95	22,66	8,33	10,17	25,28	15,11	59,76	3,23	1,299	7,27	67,03	46,02
1	1500	33,32	47,95	23,06	8,46	10,26	24,89	14,63	58,78	3,25	1,339	7,23	66,01	43,90
2		33,61	47,70	23,42	8,53	10,19	24,28	14,09	58,03	3,30	1,384	6,83	64,86	41,92
3		31,37	44,98	21,81	7,96	9,56	23,17	13,61	58,74	3,28	1,354	6,90	65,64	43,39
4		30,82	44,12	21,43	7,82	9,36	22,69	13,30	58,62	3,29	1,358	6,79	65,41	43,15
5		36,98	52,97	25,68	9,38	11,30	27,29	15,99	58,59	3,27	1,355	7,03	65,62	43,24
6		32,21	45,77	22,46	8,17	9,75	23,31	13,56	58,17	3,30	1,382	6,78	64,95	42,10
7		31,35	44,91	21,89	7,96	9,46	23,02	13,56	58,91	3,32	1,362	6,52	65,43	43,25
8		32,32	46,58	22,36	8,20	9,96	24,22	14,26	58,87	3,25	1,334	7,27	66,14	44,12
ORT		32,75	46,87	22,76	8,31	9,98	24,11	14,12	58,59	3,28	1,359	6,92	65,51	43,13
1	1550	30,19	42,97	21,05	7,66	9,14	21,92	12,78	58,30	3,30	1,377	6,75	65,05	42,33
2		27,67	39,52	19,25	7,02	8,42	20,27	11,85	58,46	3,29	1,365	6,90	65,36	42,83
3		31,89	45,11	22,29	8,09	9,60	22,82	13,22	57,93	3,32	1,397	6,62	64,55	41,45
4		32,87	46,76	22,97	8,34	9,90	23,79	13,89	58,39	3,32	1,382	6,56	64,95	42,26
5		32,55	46,55	22,69	8,26	9,86	23,86	14,00	58,68	3,30	1,364	6,70	65,38	43,01
6		31,90	45,01	22,47	8,10	9,43	22,54	13,11	58,16	3,38	1,415	5,90	64,06	41,10
7		31,94	45,29	22,87	8,11	9,07	22,42	13,35	59,55	3,52	1,425	4,28	63,83	41,80
8		32,02	45,72	22,24	8,13	9,78	23,48	13,70	58,35	3,27	1,364	7,02	65,37	42,79
ORT		31,38	44,62	21,98	7,96	9,40	22,62	13,24	58,32	3,31	1,386	6,64	64,82	42,20

Num No	Sıcaklık	Kuru Ağır. M ₀	Su Emmiş M ₁	Su İçinde M ₂	True Volume M ₀ / d	Appar. Volume M ₀ - M ₂	Bulk Volume M ₁ - M ₂	Appar. Por. Vol M ₁ - M ₀	App. Porozite 8	Appar. Density 9	Bulk Density 10	Closed Porozite 11	Toplam Porozite 8 + 11	Su Emme
		1	2	3	4	5	6	7	7 / 6	1 / 5	1 / 6	(5 - 4)/6		7 / 1
1	1600	29,78	41,71	20,87	7,56	8,91	20,84	11,93	57,25	3,34	1,429	6,48	63,73	40,06
2		32,03	44,52	22,46	8,13	9,57	22,06	12,49	56,62	3,35	1,452	6,53	63,15	38,99
3		35,45	49,23	24,76	9,00	10,69	24,47	13,78	56,31	3,32	1,449	6,90	63,21	38,87
4		32,09	45,00	22,53	8,14	9,56	22,47	12,91	57,45	3,36	1,428	6,32	63,77	40,23
5		33,36	46,64	23,33	8,47	10,03	23,31	13,28	56,97	3,33	1,431	6,69	63,66	39,81
6		34,70	48,64	24,24	8,81	10,46	24,40	13,94	57,13	3,32	1,422	6,76	63,89	40,17
7		31,40	44,26	21,90	7,97	9,50	22,36	12,86	57,51	3,30	1,404	6,84	64,35	40,95
8		35,47	49,64	24,66	9,00	10,81	24,98	14,17	56,73	3,28	1,420	7,24	63,97	39,95
ORT		33,03	46,20	23,09	8,38	9,94	23,11	13,17	56,99	3,325	1,429	6,65	63,64	39,88
1	1650	33,51	45,22	23,50	8,50	10,01	21,72	11,71	53,91	3,35	1,543	6,95	60,86	34,94
2		31,39	42,81	22,06	7,97	9,33	20,75	11,42	55,03	3,36	1,513	6,55	61,58	36,38
3		34,68	45,36	24,45	8,80	10,23	20,91	10,68	51,08	3,39	1,659	6,84	57,92	30,80
4		31,98	43,21	22,59	8,12	9,39	20,62	11,23	54,46	3,41	1,551	6,16	60,62	35,12
5		36,46	49,27	25,68	9,25	10,78	23,59	12,81	54,30	3,38	1,545	6,49	60,79	35,13
6		33,86	46,20	23,69	8,59	10,17	22,51	12,34	54,82	3,33	1,504	7,02	61,84	36,44
7		33,17	45,06	23,45	8,42	9,72	21,61	11,89	55,02	3,41	1,535	6,02	61,04	35,85
8		32,07	43,73	22,53	8,14	9,54	21,20	11,66	55,00	3,36	1,513	6,60	61,60	36,36
ORT		33,39	45,11	23,49	8,47	9,90	21,61	11,84	54,20	3,37	1,545	6,52	60,72	35,13

Tablo SEYDİŞEHİR ALÜMİNASI DENEY SONUÇLARI

Num No	Sıcaklık	Kuru Ağır. M_0	Su Emmiş M_1	Su İçinde M_2	True Volume M_0 / d	Appar. Volume $M_0 - M_2$	Bulk Volume $M_1 - M_2$	Appar. Por. Vol $M_1 - M_0$	App. Porozite 8	Appar. Density 9	Bulk Density 10	Closed Porozite 11	Toplam Porozite 8 + 11	Su Emme
		1	2	3	4	5	6	7	7 / 6	1 / 5	1 / 6	(5 - 4)/6		7 / 1
1	1450	34,83	48,4	24,24	8,84	10,59	24,16	13,57	56,17	3,29	1,443	7,24	63,41	38,96
2		32,95	46,00	22,87	8,36	10,08	23,13	13,05	56,42	3,27	1,425	7,44	63,86	39,60
3		34,74	48,68	24,14	8,82	10,60	24,54	13,94	56,81	3,28	1,416	7,25	64,06	40,12
4		33,12	45,94	23,08	8,41	10,04	22,86	12,82	56,08	3,30	1,449	7,13	63,21	38,71
5		34,70	48,43	24,19	8,81	10,51	24,24	13,73	56,64	3,30	1,432	7,01	63,65	39,57
6		36,94	51,06	25,61	9,37	11,33	25,45	14,12	55,48	3,26	1,451	7,70	63,18	38,22
7		32,92	45,71	22,93	8,35	9,99	22,78	12,79	56,15	3,29	1,445	7,20	63,35	38,85
8		35,79	49,58	24,96	9,08	10,83	24,62	13,79	56,01	3,30	1,454	7,11	63,12	38,53
ORT		34,25	47,97	24,00	8,69	10,25	23,97	13,72	56,22	3,29	1,439	7,26	63,48	39,07
1	1500	33,02	45,20	23,18	8,38	9,84	22,02	12,18	55,31	3,36	1,500	6,63	61,94	36,89
2		34,02	46,40	23,79	8,63	10,23	22,61	12,38	54,74	3,33	1,505	7,08	61,82	36,39
3		36,31	49,04	25,19	9,22	11,12	23,85	12,73	53,37	3,27	1,524	7,97	61,34	35,06
4		32,31	44,00	22,67	8,20	9,64	21,33	11,69	54,81	3,35	1,515	6,75	61,56	36,18
5		34,16	46,73	23,89	8,67	10,27	22,84	12,57	55,03	3,33	1,496	7,00	62,03	36,80
6		33,42	44,99	23,43	8,48	9,99	21,56	11,57	53,66	3,35	1,550	7,00	60,66	34,62
7		31,34	42,81	22,00	7,95	9,34	20,81	11,47	55,12	3,36	1,506	6,68	61,80	36,60
8		33,83	46,16	23,7	8,59	10,13	22,46	12,33	54,90	3,34	1,417	6,86	61,76	36,45
ORT		33,55	45,67	23,48	8,51	10,07	22,19	12,12	54,62	3,33	1,512	7,03	61,65	36,13
1	1550	34,86	46,41	24,61	8,85	10,25	21,80	11,55	52,98	3,40	1,599	6,42	59,40	33,13
2		31,28	41,65	22,11	7,94	9,17	19,54	10,37	53,07	3,41	1,601	6,29	59,36	33,15
3		35,76	47,83	25,33	9,08	10,43	22,50	12,07	53,64	3,43	1,589	6,00	59,64	33,75
4		29,83	39,91	21,05	7,57	8,78	18,86	10,08	53,45	3,40	1,582	6,41	59,86	33,79
5		30,55	40,56	21,55	7,75	9,00	19,01	10,01	52,66	3,39	1,607	6,57	59,23	32,76
6		32,69	43,74	23,09	8,30	9,60	20,65	11,05	53,51	3,41	1,583	6,29	59,80	33,80
7		35,83	47,82	25,26	9,09	10,57	22,56	11,99	53,15	3,39	1,588	6,56	59,71	33,46
8		33,93	45,98	24,08	8,61	9,85	21,90	12,05	55,02	3,44	1,549	5,53	60,55	35,51
ORT		33,09	44,24	23,39	8,40	9,70	20,85	11,15	53,21	3,41	1,587	6,36	59,57	33,51

Num No	Sıcaklık	Kuru Ağır. M ₀	Su Emmiş M ₁	Su İçinde M ₂	True Volume M ₀ / d	Appar. Volume M ₀ - M ₂	Bulk Volume M ₁ – M ₂	Appar. Por. Vol M ₁ – M ₀	App. Porozite 8	Appar. Density 9	Bulk Density 10	Closed Porozite 11	Toplam Porozite 8 + 11	Su Emme
		1	2	3	4	5	6	7	7 / 6	1 / 5	1 / 6	(5 - 4)/6		7 / 1
1	1600	35,64	46,00	24,91	9,04	10,73	21,09	10,36	49,12	3,32	1,690	8,01	57,13	29,06
2		33,07	42,90	23,26	8,39	9,81	19,64	9,83	50,05	3,37	1,684	7,23	57,28	29,72
3		35,14	43,29	23,39	8,92	11,75	19,90	8,15	40,95	2,99	1,766	14,22	55,17	23,19
4		30,98	43,38	23,40	7,86	7,58	19,98	12,40	62,06	4,08	1,550	0	62,06	40,02
5		34,18	45,92	24,75	8,68	9,43	21,17	11,74	55,45	3,62	1,615	3,54	58,99	34,35
6		34,80	46,23	24,88	8,83	9,92	21,35	11,43	53,54	3,51	1,630	5,10	58,64	32,84
7		33,03	40,66	22,00	8,38	11,03	18,66	7,63	40,89	2,99	1,770	14,20	55,09	23,10
8		32,86	44,50	24,14	8,34	8,72	20,36	11,64	57,17	3,77	1,614	1,86	59,03	35,42
ORT		33,71	44,11	23,84	8,55	9,87	20,27	10,40	51,30	3,42	1,663	6,51	57,81	30,85
1	1650	31,79	40,26	22,67	8,07	9,12	17,59	8,47	48,15	3,49	1,807	5,96	54,11	26,64
2		34,74	44,32	24,73	8,82	10,01	19,59	9,58	48,90	3,47	1,773	6,07	54,97	27,58
3		33,53	44,48	23,97	8,51	9,56	20,51	10,95	53,38	3,51	1,635	5,12	58,50	32,68
4		33,13	42,07	23,86	8,41	9,27	18,21	8,94	49,09	3,57	1,819	4,72	53,81	26,98
5		33,57	42,18	23,70	8,52	9,87	18,48	8,61	46,59	3,40	1,816	7,30	53,89	25,65
6		34,68	42,63	23,99	8,80	10,69	18,64	7,95	42,65	3,25	1,860	10,13	52,78	22,92
7		34,66	46,08	24,65	8,79	10,01	21,43	11,42	53,28	3,46	1,617	5,69	58,97	32,95
8		33,35	44,16	24,08	8,46	9,27	20,08	10,81	53,83	3,60	1,660	4,03	57,86	32,41
ORT		33,68	43,27	23,96	8,55	9,72	19,31	9,59	49,58	3,46	1,739	6,05	55,63	28,47

YIKANMIŞ KALSİNE EDİLMİŞ SEYDİŞEHİR ALÜMİNASININ SONUÇLARI

Num No	Sıcaklık	Kuru Ağır. M ₀	Su Emmiş M ₁	Su İçinde M ₂	True Volume M ₀ / d	Appar. Volume M ₀ - M ₂	Bulk Volume M ₁ - M ₂	Appar. Por. Vol M ₁ - M ₀	App. Porozite 8	Appar. Density 9	Bulk Density 10	Closed Porozite 11	Toplam Porozite 8 + 11	Su Emme
		1	2	3	4	5	6	7	7 / 6	1 / 5	1 / 6	(5 - 4)/6		7 / 1
1	1450	58,36	61,01	42,75	14,81	15,61	18,26	2,65	14,51	3,738	3,196	4,38	18,89	4,54
2		59,18	61,94	43,14	15,02	16,04	18,80	2,76	14,68	3,689	3,148	5,42	20,10	4,66
3		56,44	59,00	41,16	14,32	15,28	17,84	2,56	14,35	3,694	3,164	5,38	19,73	4,53
4		55,41	57,88	40,43	14,06	14,98	17,45	2,47	14,15	3,699	3,175	5,27	19,42	4,46
5		55,54	57,93	40,40	14,10	15,14	17,53	2,39	13,63	3,668	3,168	5,93	19,56	4,30
6		56,18	58,77	40,99	14,26	15,19	17,78	2,59	14,57	3,698	3,160	5,23	19,80	4,61
7		58,01	60,83	42,28	14,72	15,73	18,55	2,82	15,20	3,688	3,127	5,44	20,64	4,86
8		56,50	59,37	41,13	14,34	15,37	18,24	2,87	15,73	3,676	3,097	5,64	21,37	5,08
ORT		56,95	59,59	41,53	14,45	15,42	18,06	2,64	14,62	3,693	3,153	5,37	19,99	4,63
1	1500	56,09	56,73	40,55	14,24	15,54	16,18	0,64	3,95	3,609	3,466	8,03	11,98	1,14
2		53,14	53,75	38,21	13,49	14,93	15,54	0,61	3,92	3,559	3,419	9,27	13,19	1,15
3		54,27	54,97	39,02	13,77	15,25	15,95	0,70	4,39	3,559	3,402	9,28	13,67	1,29
4		53,86	54,43	38,69	13,67	15,17	15,74	0,57	3,62	3,550	3,422	9,53	13,13	1,06
5		51,81	52,23	36,95	13,15	14,86	15,28	0,42	2,75	3,486	3,390	11,19	13,94	0,81
6		57,08	57,76	40,77	14,49	16,31	16,99	0,68	4,00	3,500	3,359	10,71	14,71	1,19
7		54,05	54,37	38,45	13,72	15,60	15,92	0,32	2,01	3,465	3,395	11,81	13,82	0,59
8		54,04	54,60	38,59	13,71	15,45	16,01	0,56	3,50	3,498	3,375	10,87	14,37	1,04
ORT		54,29	54,85	38,90	13,78	15,39	15,95	0,56	3,51	3,528	3,404	10,09	13,60	1,03
1	1550	55,16	55,28	39,32	14,00	15,84	15,96	0,12	0,75	3,482	3,456	11,53	12,28	0,22
2		54,84	54,99	39,10	13,92	15,74	15,89	0,15	0,94	3,484	3,451	11,45	12,39	0,27
3		55,31	55,59	39,35	14,04	15,96	16,24	0,28	1,72	3,465	3,406	11,82	13,54	0,50
4		54,92	54,98	39,23	13,94	15,69	15,75	0,06	0,38	3,500	3,487	11,11	11,49	0,11
5		52,10	52,23	37,02	13,22	15,08	15,21	0,13	0,85	3,455	3,425	12,23	13,08	0,25
6		54,36	54,54	38,71	13,79	15,65	15,83	0,18	1,14	3,473	3,434	11,75	12,89	0,33
7		58,15	58,22	41,37	14,76	16,78	16,85	0,07	0,41	3,465	3,451	11,99	12,40	0,12
8		60,70	60,80	43,10	15,40	17,60	17,70	0,10	0,56	3,449	3,429	12,43	12,99	0,16
ORT		55,69	55,83	39,65	14,13	16,04	16,18	0,15	0,93	3,472	3,442	11,80	12,73	0,27

Num No	Sıcaklık	Kuru Ağır. M ₀	Su Emmiş M ₁	Su İçinde M ₂	True Volume M ₀ / d	Apar. Volume M ₀ - M ₂	Bulk Volume M ₁ - M ₂	Appar. Por. Vol M ₁ - M ₀	App. Porozite 8	Apar. Density 9	Bulk Density 10	Closed Porozite 11	Toplam Porozite 8 + 11	Su Emme
		1	2	3	4	5	6	7	7 / 6	1 / 5	1 / 6	(5 - 4)/6		7 / 1
1	1600	58,16	58,31	41,71	14,76	16,45	16,60	0,15	0,90	3,535	3,503	10,18	11,08	0,26
2		55,28	55,37	39,39	14,03	15,89	15,98	0,09	0,56	3,479	3,459	11,64	12,20	0,16
3		54,44	54,50	38,84	13,82	15,60	15,66	0,06	0,38	3,490	3,476	11,37	11,75	0,11
4		54,55	54,58	38,79	13,84	15,76	15,79	0,06	0,38	3,461	3,455	12,16	12,54	0,11
5		54,78	54,82	39,00	13,90	15,78	15,82	0,04	0,25	3,471	3,463	11,88	12,13	0,07
6		50,92	51,00	36,22	12,92	14,70	14,78	0,08	0,54	3,464	3,445	12,04	12,58	0,16
7		53,48	53,53	38,2	13,58	15,28	15,33	0,05	0,33	3,500	3,488	11,09	11,42	0,09
8		52,55	52,60	37,24	13,34	15,31	15,36	0,05	0,33	3,432	3,421	12,82	13,15	0,09
ORT		54,27	54,34	38,67	13,77	15,60	15,67	0,07	0,45	3,479	3,463	11,68	12,13	0,13
1	1650	54,89	54,94	39,01	13,93	15,88	15,93	0,05	0,31	3,457	3,446	12,24	12,55	0,09
2		52,96	53,02	37,52	13,44	15,44	15,50	0,06	0,39	3,430	3,417	12,90	13,29	0,11
3		53,59	53,68	37,94	13,60	15,65	15,74	0,09	0,57	3,424	3,405	13,02	13,59	0,17
4		49,71	49,81	35,14	12,62	14,57	14,67	0,10	0,68	3,412	3,388	13,29	13,97	0,20
5		53,72	53,77	37,97	13,63	15,75	15,80	0,05	0,32	3,411	3,400	13,42	13,74	0,09
6		53,33	53,39	37,75	13,53	15,58	15,64	0,06	0,38	3,490	3,410	13,11	13,49	0,11
7		52,28	52,35	37,02	13,27	15,26	15,33	0,07	0,46	3,426	3,410	12,98	13,44	0,13
8		54,04	54,15	38,18	13,71	15,86	15,97	0,09	0,56	3,407	3,384	13,46	14,02	0,17
ORT		53,06	53,13	37,57	13,47	15,49	15,56	0,07	0,45	3,425	3,410	12,98	13,43	0,13

ALCOA ALÜMİNASI DENEY SONUÇLARI

Num No	Katkı (1550)	Kuru Ağır. M_0	Su Emmiş M_1	Su İçinde M_2	True Volume M_0 / d	Appar. Volume $M_0 - M_2$	Bulk Volume $M_1 - M_2$	Appar. Por. Vol $M_1 - M_0$	App. Porozite 8	Appar. Density 9	Bulk Density 10	Closed Porozite 11	Toplam Porozite 8 + 11	Su Emme
		1	2	3	4	5	6	7	7 / 6	1 / 5	1 / 6	(5 - 4)/6		7 / 1
1	Sey.	27,67	39,45	18,15	7,02	9,52	21,30	11,78	55,30	2,906	1,299	11,74	67,04	42,57
2		31,36	44,64	20,72	7,96	10,64	23,92	13,28	55,52	2,947	1,311	11,20	66,72	42,35
3		29,34	41,80	19,43	7,45	9,91	22,37	12,46	55,70	2,961	1,311	10,99	66,69	42,47
4		32,78	46,27	21,63	8,32	11,15	24,64	13,49	54,75	2,940	1,330	11,48	66,23	41,15
5		32,77	46,31	21,66	8,32	11,11	24,65	13,54	54,93	2,949	1,329	11,32	66,25	41,32
6		32,70	45,99	21,76	8,30	10,94	24,23	13,29	54,85	2,989	1,349	10,89	65,74	40,64
7		32,43	46,21	21,32	8,23	11,11	24,89	13,78	55,36	2,919	1,303	11,57	66,93	42,49
8		33,85	47,92	22,34	8,59	11,51	25,58	14,07	55,00	2,941	1,323	11,41	66,41	41,56
ORT		31,61	44,82	20,88	8,02	10,73	23,94	13,21	55,18	2,946	1,320	11,32	66,50	41,79
1	Yık. Kal. Edilmiş Sey.	33,50	45,16	22,18	8,50	11,32	22,98	11,66	50,74	2,959	1,458	12,27	63,01	34,80
2		34,50	46,53	22,84	8,77	11,66	23,69	12,03	50,78	2,959	1,456	12,20	62,98	34,87
3		35,85	47,86	23,81	9,10	12,04	24,05	12,01	49,94	2,977	1,490	12,22	62,16	33,50
4		35,44	47,38	23,52	8,99	11,92	23,86	11,94	50,04	2,973	1,485	12,28	62,32	33,69
5		37,61	50,58	25,07	9,54	12,54	25,51	12,97	50,84	2,999	1,474	11,76	62,60	34,48
6		35,19	47,64	23,31	8,93	11,88	24,33	12,45	51,17	2,962	1,446	12,12	63,29	35,38
ORT		35,35	47,52	23,45	8,97	11,90	24,07	12,17	50,56	2,970	1,469	12,17	62,73	34,43

Cr₂O₃ KATKILI SEYDİŞEHİR ve YIKANMIŞ KALSİNE EDİLMİŞ SEYDİŞEHİR ALÜMİNASI DENEY SONUÇLARI

	SICAKLIK				
Numune No	1450 ° C	1500 ° C	1550 ° C	1600 ° C	1650 ° C
1	103,58	100,34	110,27	125,78	125,42
2	87,36	83,03	105,74	117,95	118,97
3	80,07	97,35	108,62	119,77	127,48
4	87,35	91,60	115,67	110,33	111,48
5	70,26	92,76	61,21	22,37	116,56
6	77,94	103,68	58,43	109,52	115,67
7	86,65	70,07	107,36	113,08	123,05
8	82,48	96,65	102,87	107,94	120,34
ORTALAMA	83,641	93,621	106,972	113,098	120,005

ALCOA ALÜMİNASI BASMA DAYANIMI DEĞERLERİ

	SICAKLIK				
Numune No	1450 ° C	1500 ° C	1550 ° C	1600 ° C	1650 ° C
1	6,12	11,40	9,63	10,15	15,32
2	5,07	8,12	9,91	9,68	12,07
3	5,62	7,69	8,93	4,24	16,80
4	5,69	7,85	6,93	11,94	14,97
5	6,95	8,27	8,43	10,39	14,25
6	5,55	14,51	9,59	11,31	4,73
7	5,34	8,45	9,28	10,88	15,26
8	5,63	8,05	8,87	10,93	14,64
ORTALAMA	5,658	8,071	9,121	10,556	14,888

SEYDİŞEHİR (S) ALÜMİNASI BASMA DAYANIMI DEĞERLERİ

	SICAKLIK				
Numune No	1450 ° C	1500 ° C	1550 ° C	1600 ° C	1650 ° C
1	17,14	15,97	19,46	29,20	16,45
2	14,30	7,60	12,19	26,68	30,15
3	15,79	15,76	26,63	27,79	29,81
4	10,33	16,91	16,96	27,41	30,51
5	13,28	14,27	18,58	13,67	28,74
6	14,15	15,83	20,94	7,02	29,42
7	13,76	0,55	17,84	26,45	32,45
8	12,95	15,27	19,25	28,32	29,67
ORTALAMA	14,038	15,42	18,838	27,64	29,717

YIKANMIŞ KALSİNE EDİLMİŞ SEYDİŞEHİR (YKES) ALÜMİNASI
BASMA DAYANIMI DEĞERLERİ

	HAMMADDE			
Numune No	SEY. AL.	S + Cr ₂ O ₃	YKES AL.	YKES + Cr ₂ O ₃
1	9,63	18,29	19,46	20,68
2	8,93	17,84	16,96	19,86
3	8,43	18,86	18,58	21,57
4	9,59	19,64	17,84	20,94
5	9,28	7,08	20,94	19,96
6	8,87	18,41	19,25	20,49
ORTALAMA	14,038	18,35	18,838	20,583

1550 ° C ‘ de SİNERLENEN SEYİŞEHİR ve YIKANMIŞ KALSİNE EDİLMİŞ
SEYDİŞEHİR ALÜMİNALARININ ve Cr₂O₃ KATKILI NUMUNELERİN
BASMA DAYANIMI DEĞERLERİ