

**PORSELEN SOFRA EŞYASI SEKTÖRÜNDE İZOSTATİK PRESLEME
BASINCININ ÜRÜN ÖZELLİKLERİNE ETKİSİ ve İSTATİSTİKSEL PROSES
KONTROL YÖNTEMLERİ İLE İNCELENMESİ**

YÜKSEK LİSANS TEZİ

Ebru TERZİ

Danışman

Doç. Dr. Betül EMRULLAHOĞLU ABİ

MALZEME BİLİMİ VE MÜHENDİSLİĞİ ANA BİLİM DALI

Şubat 2024

AFYON KOCATEPE ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

YÜKSEK LİSANS TEZİ

**PORSELEN SOFRA EŞYASI SEKTÖRÜNDE İZOSTATİK
PRESLEME BASINCININ ÜRÜN ÖZELLİKLERİNE ETKİSİ ve
İSTATİSTİKSEL PROSES KONTROL YÖNTEMLERİ İLE
İNCELENMESİ**

Ebru TERZİ

Danışman

Doç. Dr. C. Betül EMRULLAHOĞLU ABİ

MALZEME BİLİMİ VE MÜHENDİSLİĞİ ANA BİLİM DALI

Şubat, 2024

TEZ ONAY SAYFASI

Ebru TERZİ tarafından hazırlanan “Porselen Sofra Eşyası Sektöründe İzostatik Presleme Basıncının Ürün Özelliklerine Etkisi Ve İstatistiksel Proses Kontrol Yöntemleri İle İncelenmesi”adlı tez çalışması lisansüstü eğitim ve öğretim yönetmeliğinin ilgili maddeleri uyarınca 26 / 02 / 2024 tarihinde aşağıdaki jüri tarafından oy çokluğu ile Afyon Kocatepe Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Malzeme Bilimi ve Mühendisliği **Ana Bilim Dalı’nda Yüksek Lisans** Tezi olarak kabul edilmiştir.

Danışman	: C.Betül EMRULLAHOĞLU ABİ	
Başkan	: Prof. Dr. İskender IŞIK Kütahya Dumlupınar Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi	
Üye	: Prof. Dr. Atilla EVCİN AKÜ, Mühendislik Fakültesi	
Üye	: Doç.Dr. C.Betül EMRULLAHOĞLU ABİ AKÜ, Mühendislik Fakültesi	

Afyon Kocatepe Üniversitesi
Fen Bilimleri Enstitüsü Yönetim Kurulu’nun
..... /..... / tarih ve
..... sayılı kararıyla onaylanmıştır.

.....

Prof. Dr. Bekir YALÇIN
Enstitü Müdürü

BİLİMSEL ETİK BİLDİRİM SAYFASI
Afyon Kocatepe Üniversitesi

Fen Bilimleri Enstitüsü, tez yazım kurallarına uygun olarak hazırladığım bu tez çalışmada;

- Tez içindeki bütün bilgi ve belgeleri akademik kurallar çerçevesinde elde ettiğimi,
- Görsel, işitsel ve yazılı tüm bilgi ve sonuçları bilimsel ahlak kurallarına uygun olarak sunduğumu,
- Başkalarının eserlerinden yararlanılması durumunda ilgili eserlere bilimsel normlara uygun olarak atıfta bulunduğumu,
- Atıfta bulunduğum eserlerin tümünü kaynak olarak gösterdiğimi,
- Kullanılan verilerde herhangi bir tahrifat yapmadığımı,
- Ve bu tezin herhangi bir bölümünü bu üniversite veya başka bir üniversitede başka bir tez çalışması olarak sunmadığımı

beyan ederim.

26 / 02 / 2024

İmza

Ebru TERZİ

ÖZET

Yüksek Lisans Tezi

PORSELEN SOFRA EŞYASI SEKTÖRÜNDE İZOSTATİK PRESLEME BASINCININ ÜRÜN ÖZELLİKLERİNE ETKİSİ ve İSTATİSTİKSEL PROSES KONTROL YÖNTEMLERİ İLE İNCELENMESİ

Ebru TERZİ

Afyon Kocatepe Üniversitesi

Fen Bilimleri Enstitüsü

Malzeme Bilimi ve Mühendisliği Anabilim Dalı

Danışman: Doç. Dr. C. Betül EMRULLAHOĞLU ABI

İstatistiksel Proses Kontrol (İPK), ileri teknikler ile gelişmiş ülkelerde teknolojiyi aktif bir şekilde kullanarak üretimde aktif bir yer edinmiştir. Bu çalışmada, porselen sofa eşyası üretiminde farklı izostatik presleme basınçlarının, ürünlerin fiziksel ve mekanik özelliklerine etkileri çeşitli karakterizasyon teknikleri ile incelenmiştir. Çalışmalar Bonna Porselen A.Ş. üretim şartlarında üç aşamada gerçekleştirilmiştir. İlk aşamada, Dorst Technologies Presleme makinesiyle üretim şartlarında farklı izostatik basınç değerlerinde numuneler hazırlanmıştır. İkinci aşamada, eş zamanlı olarak üretim numuneleri mevcut proseslerde ilerlemeye devam ederken, aynı reçete ve standart granül yapısı ile AR-GE laboratuvarı şartlarında testler için numuneler hazırlanmıştır. Üçüncü aşamada, yarı mamul ve nihai kalite kontrol sonuçları, izostatik pres basıncına bağlı değişkenler yorumlanmıştır.

Bu çalışma sonunda elde edilen bilgiler, izostatik presleme basıncının porselen ürünlerin optimal izostatik pres basıncının belirlenmesi, ürün kalitesini artırmak için kritiktir ve bu çalışma, bu optimal basınç seviyesini belirlemenin önemini vurgulamaktadır. Ayrıca, izostatik basınç değişiminin sürekli olarak izlenmesi ve istatistiksel proses kontrol yöntemlerinin kullanılması, üretim sürecinin istikrarını sağlamak ve kalite standartlarını karşılamak için yüksek önem taşımaktadır.

2024, 02 + 80 sayfa

Anahtar Kelimeler: Porselen, Presleme basıncı, İstatistiksel analiz, Kontrol kartları.

ABSTRACT

M.Sc. Thesis

THE THE EFFECT OF ISOSTATIC PRESSING PRESSURE ON PRODUCT FEATURES IN THE PORCELAIN TABLEWARE INDUSTRY AND INVESTIGATION WITH STATISTICAL PROCESS CONTROL METHODS

Ebru TERZİ

Afyon Kocatepe University

Institute of Science and Technology

Department of Materials Science and Engineering

Supervisor: Assoc. Prof. C. Betül EMRULLAHOGLU ABI

Statistical Process Control (SPC) has gained an active place in production by actively using technology in developed countries with advanced techniques. In this study, the effects of different isostatic pressing pressures on the physical and mechanical properties of the products in the production of porcelain tableware were examined with various characterization techniques. Studies Bonna Porcelain It was carried out in three stages under A.Ş. production conditions. In the first stage, samples were prepared at different isostatic pressure values under production conditions with the Dorst Technologies Pressing machine. In the second stage, while the production samples continued to progress in the current processes, samples were prepared for tests under R&D laboratory conditions with the same recipe and standard granule structure. In the third stage, semi-finished and final quality control results and variables related to isostatic press pressure were interpreted.

The information obtained at the end of this study shows that determining the optimal isostatic pressing pressure of porcelain products is critical to improve product quality, and this study emphasizes the importance of determining this optimal pressure level. In addition, continuous monitoring of isostatic pressure change and the use of statistical process control methods are of high importance to ensure the stability of the production process and meet quality standards.

2024, 02 + 80 pages

Keywords: Porcelain, Pressing pressure, Statistical analysis, Control cards.

TEŞEKKÜR

Bu araştırmanın konusu, deneysel çalışmaların yönlendirilmesi, sonuçların değerlendirilmesi ve yazımı aşamasında yapmış olduğu büyük katkılarından dolayı tez danışmanım Sayın Doç.Dr. C. Betül EMRULLAHOĞLU ABİ'ye, araştırma ve yazım süresince yardımlarını esirgemeyen Bonna Premium Porselen bünyesindeki çalışma ve ekip arkadaşlarıma özellikle labaratuvar ve hammadde çalışmalarında tüm desteklerini gösteren BONNA PORSELEN bünyesinde Hammadde Hazırlama Şefi olarak görev yapan Sn. Musa AKMAN'a , BONNA PORSELEN Teknik İşler Yöneticisi Sn. Pelin AKIN'a, çok sevgili ev arkadaşım ve şimdi KALE SERAMİK SANAYİ A.Ş. bünyesinde Frit ve Sır Hazırlama Proses Uzmanı olarak görev yapan Dilek YAŞAR'a, her konuda öneri ve desteklerini gördüğüm yüksek lisans başlama konusunda bana olan inancını esirgemeyen Sn. Cem ÇAĞLAR'a ve bana olan inancını her daim hissettiğim Berkan ERAY'a teşekkürlerimi sunarım.

Bu araştırma boyunca her konuda maddi ve manevi desteklerinden dolayı anneme ve babama ayrıca sevgili kardeşime çok teşekkür ederim.

Ebru TERZİ

Afyonkarahisar 2024

İÇİNDEKİLER DİZİNİ

	Sayfa
ÖZET.....	i
ABSTRACT	ii
TEŞEKKÜR.....	iii
İÇİNDEKİLER DİZİNİ	iv
SİMGELER ve KISALTMALAR DİZİNİ.....	vii
ŞEKİLLER DİZİNİ.....	viii
ÇİZELGELER DİZİNİ	ix
RESİMLER DİZİNİ	x
1. GİRİŞ	1
2. LİTERATÜR BİLGİLERİ.....	3
2.1 Porselen Tanımı.....	3
2.2 Porselenlerin Sınıflandırılması	5
2.2.1 Sert Porselen.....	7
2.2.2 Yumuşak Porselen.....	8
2.3 Porselen Hammaddeleri.....	10
2.3.1. Killer	10
2.3.2 Kaolenler	12
2.3.3 Kuvars	12
2.3.4 Feldspat	14
2.3.5 Diğer feldspatik hammaddeler ve ergiticiler	14
2.4 SPC (İstatistiksel Proses Kontrol) Yöntemi.....	15
2.4.1 Veri Kullanımının Ana Alanları: Süreç Yeterlilik Analizi.....	17
2.4.2 Kontrol Şemalarının Genel Değerlendirmesi.....	18
3. PORSELEN ÜRETİM SÜRECİ	19
3.1 Hammadde Hazırlama	19
3.2 Şekillendirme.....	20
3.2.1 İzostatik Toz Presleme	20
3.2.1.1 Islak İşlem	22
3.2.1.2. Atomizasyon.....	22
3.2.1.3 Kurutulacak malzeme ile hava arasındaki temas.....	23

3.2.1.4 Kurutma	23
3.2.1.5 Katı Ayırma	24
3.2.2 Porselen Pres Sistemi	24
3.3 Bisküvi Fırın.....	29
3.4 Sırlama	31
3.5 Sırlı Gövde Pişirimi.....	33
4. MATERYAL VE METOD	37
4.1 Çalışmanın Amacı	37
4.2 Deney Programı.....	37
4.3 Kullanılan Başlangıç Hammaddeleri.....	38
4.3.1 Porselen Reçetesinin Kimyasal Analizi	38
4.3.2 Kullanılan Hammaddelerin X-Işını Difraktometre Analizi (XRD).....	38
4.4 Porselen Üretim Prosesi.....	41
4.4.1 Granül Numunesinin Alınması ve Nem Tayini (%).....	42
4.4.2 Deney Numunelerinin Şekillendirilmesi	42
4.4.3 Kurutma ve Sinterleme.....	43
4.5 Numunelere Uygulanan Testler	44
4.5.1 Su Emme (%)	44
4.5.2 Elek Analizi.....	44
4.5.3 Pişme Küçülmesi ve Toplam Küçülme (%).....	45
4.5.4 Porozite/ Yoğunluk Ölçümü	46
4.5.5 Nokta Eğme Testi/ Mukavemet Tayini.....	48
4.5.6 Gönyeden Ve Dairesellikten Sapma Tayini.....	50
4.5.7 CIE L*a*b* Renk Değerlerinin Ölçümü.....	50
4.5.8 XRD Faz Analizi	52
4.5.9 Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) Analizi	52
4.5.10 SPC (İstatistiksel Proses Kontrol)	53
5. BULGULAR.....	53

5.1. Su Emme (%) Testi Yarı Mamul ve Nihai Ürün Üzerine Etkisi	54
5.2. Elek Analizi Tayini	56
5.3. Pişme Küçülmesi ve Ağırlık Değişiminin (%) Ürün Üzerindeki Etkisi.....	57
5.4. Porozite Tayini.....	58
5.5. Mukavemet Tayinin Ürün Üzerindeki Etkisi	60
5.6. Gönyeden ve Dairesellikten Sapma Tayini Çap ve Yükseklik Değişimi	63
5.7. L*a*b Renk Ölçümü Sonuçları	64
5.8. X Işını Difraksiyon (XRD) Sonuçları	65
5.9. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) Analiz Sonuçları.....	66
5.10 İzostatik Basınç Değeri ile Ağırlık Değişim Aralığının X-R Gösterimi	68
5.11 SPC (İstatistiksel Proses Kontrol) Analizi.	69
6. SONUÇ	71
7.KAYNAKLAR	73
EKLER.....	77
ÖZGEÇMİŞ	79

SİMGELER ve KISALTMALAR DİZİNİ

Simgeler

Al_2O_3 : Alümina

$\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$: Kil

Fe_2O_3 : Demir oksit

$\text{K}_2\text{O} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 6\text{SiO}_2$: PotasyumFeldspat

$(\text{M}^{2+})(\text{M}^{3+})_4(\text{Si},\text{Al})_8\text{O}_{20} \cdot (\text{OH})_4 \cdot n\text{H}_2\text{O}$:Bentonit

$\text{Li}_2 \text{O} \cdot \text{Al}_2 \text{O}_3 \cdot 4\text{SiO}_2$: Spodümen Li_2

$\text{O} \cdot \text{Al}_2 \text{O}_3 \cdot 8\text{SiO}_2$: Petalit SiO_2 :

Kuvars

Fe_2O_3 : Demir oksit

TiO_2 : Titanyum dioksit

α kuvars : Alfa- kuvars

β kuvars : Beta- kuvars

OH- : Hidroksit

Kısaltmalar

AIPEA: Kil Araştırmaları Uluslararası Birliği

AR-GE: Araştırma ve Geliştirme

ISO: Uluslararası Alanda Kalite Sistemi Standardı

SPC-İPK: İstatistiksel Proses Kontrol

TSE: Türk Standartları Enstitüsü

XRD: X- Işını Difraksiyonu

ŞEKİLLER DİZİNİ

	Sayfa
Şekil 1. Kil-kuvars-feldspat diyagramı.....	6
Şekil 2. Kuvarstaki dönüşümler	13
Şekil 3. Ticari olarak püskürtülerek kurutulmuş tozlar.....	14
Şekil 4. Püskürtmeli Kurutucu Çalışma Sistemi Prensibi	22
Şekil 5. Sprey kurutucuda ayrılan granüllerin mikroskopik görünümü	24
Şekil 6.a.İzostatik Toz Kalıp Sistemi Gösterimi.....	25
Şekil 6.b.İzostatik Toz Kalıp Sistemi Gösterimi.....	26
Şekil 7. Porselen Makinaları	26
Şekil 8. Katı partiküller ve boşluklar arasını gösteren model	27
Şekil 9. Kapalı kalıp ve dolum pozisyonu.....	28
Şekil 10. Rötüş hattına giren ve zımparalanan ürün görseli (Bonna Porselen A.Ş.)	28
Şekil 11.a.Geleneksel porselen fiziko-kimyasal reaksiyon pişirim eğrisi.....	30
Şekil 12. Sırsız gövde pişiriminin endüstriyel ölçekte gösterimi.....	31
Şekil 13. Püskürtmeli sırlama işlemi (Bonna Porselen AŞ).....	32
Şekil 14. Farklı Pişirme Sıcaklıklarında Sırların Kimyasal Bileşimi	32
Şekil 15. İç yapıda meydana gelen değişim (katı faz sinterleme)	33
Şekil 16. Bonna Porselen A.Ş. endüstriyel tünel tipi bisküvi ve sırlı fırın.....	34
Şekil 17. Porselen Üretim Akış Şeması.....	36
Şekil 18. Q Kuvars paterni	39
Şekil 19. Korund XRD paterni	39
Şekil 20. Albit XRD paterni	40
Şekil 21. Reçetede Kullanılan Kaolenlere ait XRD paterni	40
Şekil 22. Deney Akış Şeması	41
Şekil 23.GABBRIELLI Teknoloji , Labaratuvartipi hidrolik pres.....	43
Şekil 24. GABBRIELLI Teknoloji, labaratuvartipi etüv	44

Şekil 25. Küçülme ve Deformasyon Plakaları	45
Şekil 26. Açık ve kapalı porlarla birlikte taneler arası boşluk örneği	46
Şekil 27. Mukavemet plakası (dikdörtgen prizma numune) dışarıdan kesit örneği	48
Şekil 28. Mukavemet tayini içi hazırlanan numune örnekleri	49
Şekil 29. Dairesellikten sapmanın belirleneceği ölçüm alınan noktalar.....	49
Şekil 30. % Bisküvi Su Emme değişimi (%ortalama su emme).....	53
Şekil 31. Triyaj kontrolü esnasında karşılaşılan çatlak örnekleri	54
Şekil 32. İzostatik pres basıncına bağlı ağırlık değişiminin çizgisel grafiği (gr)	55
Şekil 33. İzostatik basınca bağlı toplam ağırlık değişimi (%).....	56
Şekil 34. %Su emme- porozite ilişkisi	57
Şekil 35. İzostatik basınç değişimi ile ham numune kırılma modülü eğrisi (kg/cm ²).....	58
Şekil 36. İzostatik basınç değişimi ile bisküvi numune kırılma modülü eğrisi (kg/cm ²)	59
Şekil 37. İzostatik basınç değişimi ile pişmiş numune kırılma modülü eğrisi (kg/cm ²)	60
Şekil 38. İzostatik pres basıncına bağlı çapsal değişim eğrisi (mm).....	61
Şekil 39. İzostatik basınca bağlı kenar yükseklik değişimi (mm).....	62
Şekil 40. Farklı basınçlarda preslenen bisküvi numunelerinin XRD görüntüsü.....	63
Şekil 41. SEM-EDX yöntemi ile malzemede tespit edilen kuvars, korund ve müllit.....	64
Şekil 42. Standart bünyeye sabit basınç ve presleme basıncı en düşük olan porselen numuneye ait SEM numunesi.....	65
Şekil 43. İzostatik Basınç Değişimine Bağlı Günlük Dalgalanma.....	68
Şekil 44. İzostatik pres basıncına bağlı değişim aralığının grafiksel sonucu.....	71

ÇİZELGELER DİZİNİ

Sayfa

Çizelge 1. Sinterleme sıcaklıklarına göre porselen türleri.....	7
Çizelge 2. Porselen sektöründe kullanılan hammaddeler.....	10
Çizelge 3. Sıcaklığa göre sinterleme aralıkları ve dönüşümler.....	31
Çizelge 4. Deneylerde kullanılan porselen massenin kimyasal analizi.....	38
Çizelge 5. Yarı mamul fire sonuçları.....	56
Çizelge 6. Elek analizi tablosu.....	57
Çizelge 7. İzostatik pres basıncına bağlı olarak % toplam ağırlık değişimi.....	59
Çizelge 8. İzostatik basınca bağlı porozite sonuçları (%)	59
Çizelge 9. Ham mukavemet sonuçları	61
Çizelge 10. Bisküvi pişirim mukavemet sonuçları	62
Çizelge 11. Sırlı pişirim mukavemet sonuçları.....	63
Çizelge 12. İzostatik basınca bağlı % deformasyon değişim.....	64
Çizelge 13. L-a-b renk ölçüm değerleri	66
Çizelge 14. Basınca bağlı ağırlık değer- değişim tablosu (X-R gösterimi ile)	69
Çizelge 15. İzostatik pres basıncına bağlı değişim aralığı tablosu.....	71

1. GİRİŞ

Porselen sofa eşyaları, sert, gözeneksiz ve yarı-saydam bünye yapılarıyla seramik endüstrisinin bir parçasıdır. Türkiye’de porselen sofa eşyası üretimi en büyük sektörlerden biridir. Porselen sofa eşyası sektöründe ürün kalitesini ve verimliliği etkileyen birçok parametre bulunmaktadır. Seramik endüstrisinde büyük bir role sahip olan porselen sofa eşyaları kaliteli ürün çeşitliliği ve maliyetleri anlamından da ekonomik bir paya sahiptir (Özkan 2019).

Günümüzde teknik ve ekonomik alandaki gelişmelerin üretimden tüketime kadar her aşamada meydana getirdiği değişimler, ürün kalitesinin önemini daha da artırdığı gibi çok sayıda kalite sorununu da beraberinde getirmiştir. İnsanlar yıllar boyunca farkında olarak veya olmadan, kalite kavramının gelişmesine, günümüzdeki kalite anlayışının şekillenmesine katkıda bulunmuşlardır. Kalitenin muayeneye dayalı olarak sağlanmaya çalışılmasının zorluğundan dolayı kalite, üretimle ilgili bilimsel çalışmalar sonucunda özellikle Walter A. Shewart'ın kalite kontrol bir döneme geçiş yapmıştır (Türkmen ve Akyurt 2018). Kontrol grafikleri ve istatistiksel kalite kontrol grafikleri kullanımı sayesinde üretimle ilgili süreçlerin iyileştirilmesi ve kalitenin artırılması kolaylaştırılmıştır.

İstatistiksel Proses Kontrol (İPK), ileri teknikler ile gelişmiş ülkelerde teknolojiyi aktif bir şekilde kullanarak üretimde aktif bir yer edinmiştir. Seramik proseslerinde; hammadde-girdi ve çıktı bazında kontroller yapmak mümkündür. Üretim verilerinin seri olarak alınabildiği proseslerde kullanmak, zaman ve güvenilirliğin yanı sıra kaliteli ürün elde edilmesi için oldukça önemlidir.(Özkan 2019).

Kalite ve proses kontrolü, üretim aşamasındaki spesifikasyonlara uymayan ürünlerin ve bu ürünlerin ayrılması anlamına gelmektedir (Özkale 2004). Tek kalite karakteristiği için tek değişkenli kalite kontrol grafikleri oluşturmuş ve birden fazla kalite karakteristiği için de değişkenli kontrol grafikleri oluşturmuştur. İstatistiksel kalite kontrol tekniklerinden en çok kontrol grafikleri kullanılmaktadır (Özkale 2004).

Türkmen ve Akyurt (2018), kalite seviyelerini arttırmaya yönelik kalite araçlarından kontrol grafiklerinin kullanımını örneklemiştir. Çalışmanın uygulama kısmında, Kale Seramik'ten en çok üretilen seramik karolara ait ağırlık değerlerini içeren verileri almıştır. Alınan verinin kontrol altında olup olmadığını anlamak için $\bar{x}$ -S, Cusum ve Ewma kalite kontrol grafikleri oluşturulmuştur. Hedeflenen kalite düzeyini tespit etmek amacıyla oluşturulan $\bar{x}$ -S, Cusum ve Ewma kalite kontrol grafikleri aralarındaki farklılıkları sunmuştur. Aldıkları örnekler doğrultusunda seramik karonun üretim sürecindeki ağırlık değişimini gösteren kontrol grafikleri oluşturmuşlardır. Uygulamada gösterilen kontrol grafiği türleri genel kabul görmüş kullanım yöntemleri ile hesaplanmıştır. Türkmen ve Akyurt (2018), ele aldıkları süreç kapsamında Ewma kontrol grafiklerinin kullanılması maliyet ve pratik olma açısından daha uygun olacağı değerlendirilmiştir. Ewma kontrol grafiklerinin seçimi ile bahse konu işletme, uygun hata kontrol düzeyinde üretim sürecini daha iyi değerlendirebileceğini öngörmüşlerdir. Ölçüm değerlerinden hatalı olanların nedenlerinin araştırılması, hatalı mamul üreten operatör için gerekli düzenlemelerin yapılması hata düzeyinin düşürülmesini sağlayacaktır. İşletme, bu ölçüm yöntemi sayesinde hatalarının istenilen derecede kontrol altında olup olmadığını tespit edebilecektir (Türkmen ve Akyurt 2018).

Bu çalışmanın amacı, porselen sofa eşyası sektöründe izostatik toz presleme basıncının yarı mamul ve nihai ürün özelliklerine ve kalitesine etkisi kontrol şemaları, laboratuvar testleri ve analizlerinin proses yeterlilikleriyle incelenmesi öngörülmektedir. İzostatik toz presleme yöntemi, tüm gövde boyunca homojen bir yoğunluk dağılımına izin verir, bu da büyük parçada sinterleme sırasında eşit olmayan büzülmeden kaynaklanan çarpılma ve çatlamların önlenmesine yardımcı olur. Sağlıklı bir granül üretimi yapıldıktan sonra tüm proseslerdeki verimi etkileyen bir faktör olarak görülen şekillendirme ve buradaki bir parametre değişiminin genel ürün yapısı ile birlikte kalitesindeki sonuçlar verilerle birlikte analiz edilecektir.

2. LİTERATÜR BİLGİLERİ

2.1 Porselen Tanımı

Porselen sofa eşyaları; gözeneksiz, yarı-saydam ve sert bünye yapılarıyla seramik endüstrisinin önemli bir kısmı haline gelmiştir. Porselen sözcüğü Portekizce ‘‘Porcellena’’ kelimesinden gelmektedir. Porsellena Portekizcede, Afrika ve Asya’nın bazı bölgelerinde, geçmişte para olarak da kullanılmış olan beyaz ve küçük deniz salyangozu kabuğunun adından gelmektedir (Özkan ve Acartürk 2019).

Porselenin en önemli özellikleri arasında; yarı saydam olması, pişme renginin beyaz olması, mukavemeti ve sertliğinin yüksek olmasıdır. Porselenler kullanımlarına göre sofa eşyası, sağlık gereçleri, kimyasal, teknik ve elektrik porselenleri olarak sınıflandırılırlar (Özkan ve Acartürk 2019).

Porselenlerin tamamı kuvars, feldspat ve kaolen hammaddelerinden oluşmaktadır. Ayrıca kaolen, kuvars ve alkalice zengin fritten oluşan özel frit porselenleriyle, kaolen, petmatit ve kemik külünden oluşan kemik porseleni ifade edilmesi gereken porselen türleri arasındadır, yerlere göre bu özellikleri değişiklik göstermektedir (Özkan ve Acartürk 2019). Porselen, yüksek mukavemet ve üstün estetik güzelliğe sahiptir. Beyaz renkte olması, kibar ve estetik görünümüyle birlikte ışığı geçirmesi ile karakterize edilir. Porselen seramik alanının temelini oluşturmaktadır ve en karmaşık seramik malzemelerden biridir. Kil, kuvars ve feldspattan oluşan porselenler yapılarında cam ve kristal yapı bulundurulur. Porselenler, üretim işlemlerinin hemen tüm yönlerinde en karmaşık olanıdır. Bu üretim işlemleri hammadde yapısından, şekillendirme sistemlerindeki kinetik sınırlara, mikro yapı karmaşıklığına ve faz gelişimine kadar uzanır. Porselenin karmaşık yapısı, üzerinde yapılan araştırmalara sürekli yenilerinin eklenmesine olanak ve fırsat sağlamaktadır (Uzun 2006).

Porselenin ilk kez 9. ya da 10. yüzyıllarda Çin’de yapıldığı ve yüksek olasılıkla bir çeşit yumuşak porselen olduğu bilinmektedir. Sert porseleni de içerisine alan farklı tür porselenlerin, farklı zaman dilimlerinde Çin’in değişik bölgelerinde yapıldığı ve bu ürünlerin Haçlı seferleri boyunca ilk başta temas kurmak için gelen Avrupalılar tarafından

ithal edildiği bilinmektedir (Arcasoy 1983).

Porselen olarak tanımlanabilen ilk ürünlerin Çin’de M.S. 10. yy’ dan Sung devrinde yapıldığı tahmin edilmektedir. En son tahminlere göre porselenin yaklaşık 2600 yıl önce M.Ö. 1122-770 yılları arasında, Çin’de batı Chou kültürlerinde üretildiği tespit edilmiştir. Böylelikle Çin’de çok eskiden beri bilindiği şüphesiz kabul edilen porselenin yapısı, başlangıçta bir ince pekişmiş çini çamurunun bulunup geliştirilmesi ile üretilmiştir. Teknik açıdan porselen olarak tanımlanabilecek ilk ürün, Almanya’nın Meissen kentinde 1709 yılında Johann Friederich Böttger tarafından yapıldı. Saksonya’nın Aue kaolinini süzerek kullanan Böttger, “sert porselen” türünde bir porselen üretmiştir (Arcasoy 1983).

Almanya, porselenin Avrupa’da bilinmesi konusunda öncü olan ilk Avrupa ülkesi olmuştur. Bu konuda Marco Polo porselenin Avrupa’ya gelmesinde büyük katkıları olan isimlerdendir.

Meissen Kraliyet Porselen Fabrikası, Çin’in sanatındaki egemenliği ve porselen üretim yöntemlerini 1710 yılında Avrupa’ya taşımaya başlamıştır. Sert porselen tam olarak 1709 yılında Avrupa’da bilinmeye başlanmıştır (Eren 2006).

Bundan yüzyıllar boyunca Çin’de üretilmiş olan porselen, 15.yüzyıl ortalarında, Ming döneminde ise en mükemmel imal edildiği noktalara ulaşmıştır. Yeniçağın başlamış olmasıyla birlikte Avrupa’da popüler olma süreci başlamıştır (Eren 2006).

Silikatlar hakkında temel bilgiye sahip olan bir bilim adamı yoğun, beyaz bir seramik üretmek isterse, feldispatik toprak ürün (earthenware) seramikleri başlangıç noktası olarak işleyebilir. Pişme sıcaklığını ya da ergitici içeriğini artırarak, gözenekli toprak ürün seramik bünyesini vitrifiye yapabilir ve vitrifiye Çin porseleni elde edebilir. Bilim adamımız ürününün transparan olmasını isterse pişme sıcaklığını artırır ya da 16. yüzyılda Francesco de Medici’nin vitrifiye Çin porseleni taklidini üretme çalışmalarındaki gibi bir cam oluşturur. Şüphesiz o yıllarda Medici, indirgeyici atmosfer ya da hayvan kemiklerinin kalsine edilmesiyle oluşan fosfat içeren, dünyada bile bulunmayan ilginç bir malzemeyi kullanmayı çok zor düşünebilir. Seramik tarihindeki ilgi çekici durumlardan biri de üç tipten en kolayı olan vitrifiye Çin porselenin 19. yüzyıl ortalarına kadar ortaya

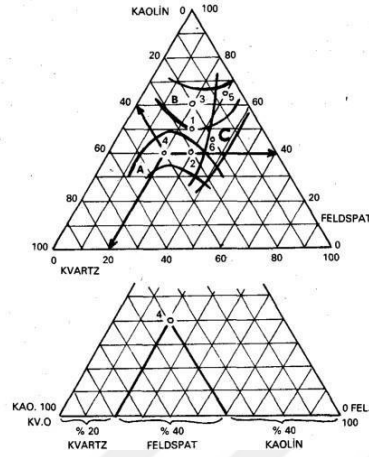
çıkarmasıdır. Vitrikiye Çin Porselenin üretilmesi Josian Spode tarafından ticari amaçla, kemik porselenden neredeyse 100 yıl sonra 1795'te Josian Spode-II tarafından gerçekleştirilmiştir. Sert porselenin bazı kısıtlayıcı üretim zorluklarının olmasından dolayı, indirgeyici atmosfer ortamı, bünye ile sırtı aynı sıcaklıkta olgunlaştırma güçlüğü ile birlikte yüksek sıcaklıklara kadar çıkma zorluklarından dolayı başlangıç noktası yüzyıllar öncesinde Çin olmasına karşılık, 1709 yılında J.F. Böttger aracılığıyla Avrupa'da tekrar üretilmeye başlanılmıştır. Cornwall'da kaolin hammaddesinin bulunmasıyla beraber İngiltere'de 1745 yıllarında Çin ve Meissen (Almanya tipi) porselen yapımı başlamıştır (Eren 2006). Türkiye'de ilk porselen girişimleri ise Osmanlı İmparatorluğu zamanında, 18.yüzyıl sonlarına doğru İstanbul- Haliç yöresinde özellikle Galata ve Balat bölgesindeki küçük atölyelerde başlamıştır. İlk porselen fabrikası olan Yıldız Porselen ve Çini Fabrikası, 1892 yılında Fransızların katkılarıyla kurulmuştur (Kadioğlu 2009).

II. Abdülhamit döneminde İstanbul Beşiktaş Yıldız Parkı içerisinde kurulmuş olan Yıldız Çini Fabrikası'nda üretime başlanılarak, Osmanlı sarayına porselen eşya yapımı için kurulan fabrika zaman zaman kapalı kalmış, zaman zaman üretime açık hale gelmiştir (Kadioğlu 2009).

2.2 Porselenlerin Sınıflandırılması

Porselenler pişme sıcaklıklarına göre iki büyük grup altında incelenir: sert porselen ve yumuşak porselen. İki iki grup porselen çeşidinin de genel yapısı kaolin-feldspat- kuvars üçlü sisteminin içerisinde yer alır (Kadioğlu 2009). Sert porselen, kaolince zengin ve feldspatça yumuşak porselene göre daha zayıf olup daha yüksek pişirim sıcaklıkları gerektirir.

Porselenler kullanım alanlarına göre ise sofraya eşyası, sağlık gereçleri, kimyasal, teknik ve elektrik porselenleri olarak sınıflandırılabilir. Kaolin, kuvars ve alkalice zengin firitten oluşan özel firit porselenleriyle, kaolen, pegmatit ve kemik külünden oluşan kemik porseleni ifade edilmesi gereken porselen türleri arasındadır (Eren 2006).



Şekil 1. Kil-kuvars- feldspat diyagramı

Kaolen-feldspat-kuvars üçlü sisteminde porseleni sınırlayan bölgeyi, porselenin özelliklerini ve çeşitlerini ilk kez 1928 yılında Gilchrest ve Klinefelter açıklama fırsatı bulmuşlardır. (Şekil 1’de kil-kuvars-feldspat diyagramı verilmiştir.) Aşağıdaki şekilde üçlü diyagramda, sınırları çizilmiş olan A, B ve C bölgeleri, pişmiş porselen çamurunda çamurun bileşimine bağlı olarak ortaya çıkan üç önemli özelliği göstermektedir. Bölgelere göre porselen özellikleri şöyle ifade edilebilir;

- A- Yüksek mekanik direnç,
- B- Sıcaklık değişikliklerine karşı yüksek direnç
- C- Yüksek elektrik direnci

Noktalara göre porselenin türleri ise şöyledir;

1. Sert porselen
2. Yumuşak porselen
3. Teknik porselen
4. Mekanik dirençli elektro porselen
5. Yalıtma güçlü elektro porselen
6. Sağlık gereçleri porseleni.

Bileşimlerine göre porselen türleri ve sinterlenme sıcaklıkları aşağıdaki tabloda verilmiştir.

Çizelge 1. Sinterleme sıcaklıklarına göre porselen türleri

Porselen Türü	% Kaolen	% Feldspat	% Kuvars	Sinterleme Sıc.(°C)
Sert Porselen	40-60	18-30	12-35	1400-1500
Yumuşak Porselen	30-40	25-40	30-40	1280-1350
Elektro Porselen	40-50	20-28	22-40	1300-1350
Steatit Porselen	10-20	75-85	5-10	1280-1350
Frit Porselen	30-50	25-35	25-35	1200-1300
Kemik Porselen	20-30	25-30	25-50	1220-1250
Sağlık Gereçleri	25-40	30-36	25-45	1230-1280
Laboratuvar Gereçleri	60-65	15-30	10-15	1450-1500
Diş Porseleni	20-30	50-60	10-20	1200-1280

2.2.1 Sert Porselen

Piştirme sıcaklığına bağlı olarak yapılan sınıflandırmada, porselen ürünler genellikle sert ve yumuşak porselen olmak üzere iki gruba ayrılır. Sert porselenler, 1380–1400 °C arasında pişirilirken, yumuşak porselenlerin piştirme sıcaklığı yaklaşık 1200–1250 °C civarındadır. Bu farklı piştirme sıcaklıkları, enerji maliyetinin düşük olması nedeniyle yumuşak porselenin üretim maliyetini sert porselenden daha ekonomik kılar. Bu durum, porselen üretiminde tercih edilen özelliklere ve kullanım amaçlarına bağlı olarak seçim yapmayı etkileyebilir. (Arcasoy 1983).

Piştirme sıcaklığına göre yapılan sınıflandırmada, porselen ürünleri genellikle iki ana gruba ayrılabilir. Bu gruplar sert ve yumuşak porselen olarak adlandırılabilir. Sert porselenler genellikle %50 kaolen, %25 feldspat ve %25 kuvars içerilir. Bu porselen türü 1380–1400 °C arasında pişirilir. Pişirilmiş sert porselenin özellikleri arasında ışık geçirgenliği, kendine özgü beyazlık, yüzey sertliği ve dayanıklılık yer alabilir. (Arcasoy, 1983) Sert porselen, sofr eşyaları arasında en çekici ve değerli olanlardan biridir. Genel olarak, sert porselen ürünleri, estetik değeri yüksek bir sofr deneyimi sunan, ancak aynı zamanda daha yüksek

maliyetli olan seçeneklerdir.

Bone china ve sert porselen ürünleri, her ikisi de beyaz renkte ve ışığı geçirebilen özelliklere sahip olmaları bakımından benzerlik gösterir. Ancak, bone china, mikroyapısında yüksek oranda kristal faz içerir ve bu, parçacık kopma direncini önemli ölçüde artırır. Bu sayede bone china ürünleri, özellikle dayanıklılık açısından avantajlı bir konumda bulunur. Diğer yandan, sert porselenlerde camsı fazın yüksek olması, kenar kısımlarının kolayca kopmasına neden olabilir. Fakat sert porselen ürünler, sırlarında bulunan daha fazla silika sayesinde yüksek aşınma direnci ve kimyasal kararlılık sunar. Bu özellikleriyle sert porselenler, özellikle çizilmeye karşı dayanıklı olmaları ve kimyasal etkilere karşı direnç göstermeleri açısından tercih edilebilir. Bone China'nın dayanıklılık açısından öne çıkan yapısı, sert porselenin ise kimyasal direnci ve aşınma direnciyle öne çıkan yönleri vurgulanmaktadır.

Sert porselen üretimi, 18. yüzyıldan itibaren Avrupa'nın birçok ülkesinde başlamıştır. Bu tür porselen, genellikle diğer seramiklerden ayrılır, zira ilk aşamada düşük sıcaklıklarda (900-1000 °C) pişirilir. Bu düşük sıcaklık, sert porselenin sıra daldırıldığında daha dayanıklı bir sertlik kazanabilmesine olanak tanır. Ardından, sırlı pişirim aşaması, indirgeyici atmosferde yüksek sıcaklıklarda (1350-1400 °C) gerçekleşir. Bu özel pişirme süreci, sert porselenin yüksek ısı şok direncini artırarak, fırından çıkan ürünlerin sofraya eşyaları için ideal kullanım sağlamasına katkıda bulunur. Ayrıca, sert porselen, yüksek aşınma direncine, esnek bünye bileşimlerine ve laboratuvar ürünleri için kritik öneme sahip yüksek kimyasal dayanıklılığa sahiptir. Pişirme aşamalarındaki sıcaklıkların ve atmosferin, sert porselenin belirgin özelliklerini oldukça etkilediği görülmektedir.

2.2.2 Yumuşak Porselen

Yumuşak porselenlerin genellikle kırılganlıklarıyla anılmasının temel sebebi, sert porselenle karşılaştırıldığında daha düşük bir pişirim sıcaklığına sahip olmalarıdır. Bu düşük sıcaklık, genellikle bünyedeki yüksek ergitici içeriği ile birleşerek elde edilir. Ancak, düşük pişirim sıcaklığı sadece kırılganlığı artırmakla kalmaz, aynı zamanda kil içeriğini azaltarak plastikliği düşürür ve bu da üretim sürecini zorlaştırır.

Bu durumun yanı sıra, beyazlık ve şeffaflığı garanti etmek için kullanılan kaolenlerin saflığının korunması kritiktir. Safsızlıklardan az içeren kaolenlerin tercih edilmesi gerekliliği, ancak bu tür kaolenlerin daha az plastik özellik gösterdiği gerçeğiyle birlikte gelir. Bu durum, ürünlerin mukavemeti ve şekil alabilme yeteneği açısından daha zorlu bir üretim sürecine yol açabilir.

Bünyesinde daha az kaolen (daha az alümina) içermesinden dolayı sert porselene göre daha düşük sıcaklıkta sinterlenir (Eren 2006). Ancak yumuşakla sert porselen arasındaki tek fark değişik harman yapıları değildir. Yumuşak porselenin sert porselene kıyasla oldukça düşük olan pişirim sıcaklığının sert porselenin mekanik sertliğine; sağlamlığına ve darbe dayanıklılığına ulaşmamasına yol açması doğaldır. Yumuşak porselen Batı Dünyasında özellikle İngiltere'de üretilmekte ve "Bone China " ticari adıyla piyasaya sürülmektedir (Özkan 2019). Sert porselene göre hamur reçetesi daha fazla feldspat ve daha az kaolinit içerdiğinde daha düşük derecelerde pişirilir. Genelde 900-1000 °C arasında bisküvi pişirimi denilen bir pişirmeye tabi tutulduktan sonra yüzeyine sır kaplanarak daha yüksek bir sıcaklıkta sinterlenirler (çoğu bisküvi pişiriminde tamamen camlaşır ve sır pişirimi daha düşük bir sıcaklıkta yapılır). (Özkan 2019).

Amaç düşük sıcaklıklarda sırların veya sır altı boya maddelerinin bozulmadan kalmasını sağlamaktır. Saydam ve incedirler. Kalınlıklarının artmasıyla mukavemet de artar. Kullanım yerleri genellikle mutfak porselenleridir (Özer 2009).

2.3 Porselen Hammaddeleri

Porselen türlerinin çoğu, genellikle üç temel bileşeni içerir. Bu bileşenler ergiticiler, kil ve kaolen grupları ile dolgu malzemeleridir. Porselen gövdeleri genellikle %50 oranında öğütülmüş kil içerir, ki bu genellikle kaolinden türetilir ($\text{Al}_2(\text{Si}_2\text{O}_5)(\text{OH})_4$); %25 oranında ergitici içerir, bu da genellikle feldspatı içerir; ve %25 oranında dolgu malzemesi içerir, bu da genellikle kuvarstır. Üç ana bileşen dışında, manyezit, şamot dolomit, vollastonit ve mermer gibi yardımcı hammaddeler de kullanılabilir. Bu malzemeler, porselenin özelliklerini ve kullanım alanlarını çeşitlendirebilir, dayanıklılığını artırabilir ve farklı estetik özellikler ekleyebilir. Çizelge 2’de kullanılan hammaddeler ve kimyasal formüllerinin tablo hali verilmiştir (Özen 2015).

Çizelge 2. Porselen sektöründe kullanılan hammaddeler

Hammadde Türü	Detaylı Kimyasal Bileşim	Ana Safsızlıklar
Kil	$\text{Al}_2\text{O}_3.2\text{SiO}_2.2\text{H}_2\text{O}$	Kuvars (SiO_2), Titanyum Dioksit (TiO_2)
Kaolen	$\text{Al}_2\text{O}_3.2\text{SiO}_2.2\text{H}_2\text{O}$	Montmorilonit, Kuvars (SiO_2)
Potasyum Felspat	$\text{K}_2\text{O}.\text{Al}_2\text{O}_3.6\text{SiO}_2$	Sodyum Oksit (Na_2O)
Alümina	Al_2O_3	Sodyum Oksit (Na_2O)
Kuvars	SiO_2	Titanyum Dioksit (TiO_2)
Bentonit	$(\text{M}_2^+)(\text{M}_3^+)_4(\text{Si},\text{Al})_8\text{O}_{20}(\text{OH})_4.n\text{H}_2\text{O}$	-

2.3.1 Killer

1546 yılında Agricola tarafından ilk kez formüle edilen kil tanımı, zaman içinde değişerek gelişmiştir. AIPEA (Association Internationale Pour L’étude Des Argiles; Uluslararası Killerin İncelenmesi Derneği) komitesi, kil minerallerini doğal olarak oluşmuş, ince taneli, uygun miktarda su ile karıştırıldığında plastik hale gelen ve kurduğunda veya

pişirildiğinde sertleşen mineraller olarak kategorize etmiştir. (Özen 2015).

Kil grupları için daha geniş bir genelleme yapılacak olunursa, tane boyutu 2 mikrondan daha ince tanelerin yüksek olduğu, birim kristal üniteleri silis tabaka veya zincirleri ile alümina tabaka veya zincirlerinden meydana gelir. Su ile karıştırıldığında plastik ve ham haldeki bünyede bulunan, yassı şekilli, diğer bileşenleri birbirine bağlamak üzere bağlayıcı gibi davranır. . (Özen 2015).

Kil mineralleri, su ile karıştırıldıklarında plastik hale gelme eğilimindedirler ve su miktarı arttıkça kolloidal özellikler kazanırlar. Bu özellikler, kilin şekillendirilme ve kalıcı form alma süreçlerinde kritik öneme sahiptir. . (Özen 2015).

Kil-su karışımlarında, su miktarının artmasıyla birlikte kilin davranışı farklılık gösterir. Plastisite, akışkanlık, kolloidal yapı ve tiksotropik özellikler gibi çeşitli özellikler bu süreçte belirleyicidir. Ayrıca, kil mineralleri çeşitli tabaka yapılarına sahiptirler; bazıları tek tabakalı iken diğerleri çift tabakalı, karışık tabakalı veya amorf yapıya sahiptirler.

Seramik sanayisinde uygun kil seçimi, mamulün plastikliğini ve dayanıklılığını sağlamak açısından hayati önem taşır. Özellikle kaolen ve bağlama kili, bu sektörde sıkça kullanılan iki ana türdür. Her ikisi de kaolinit yapısına sahiptir ve genellikle ana safsızlık olarak kuvars ile birlikte Fe_2O_3 ve TiO_2 gibi minör safsızlıklar içerirler. Kil minerallerinin tanecik boyutları genellikle diğer minerallerden daha incedir ve içerdikleri bileşenler arasında kuvars, feldspat, mika, piroksen, amfibol ve demir oksit gibi çeşitli mineraller bulunur. Genelde saf halde değildirler.(Özen 2015).

2.1.2 Kaolenler

Kaolenler bünyeye gerekli olan plastikliği ve çalışılabilirliği sağlamak için tıpkı killer gibi ilave edilirler. Bu özelliklerinin yanı sıra bünyenin beyazlığını geliştirirler, alümina oranını arttırmırlar ve böylece bünyenin yüksek sıcaklık deformasyonunu azaltırlar.

Kaolenler, feldispatik kayaların dehidratasyonu ile oluşurlar fakat taşınım mesafeleri killerden daha kısadır. Bu nedenle killerden daha saftırlar, tane boyutları daha kalındır ve

kristaliteleri killerden daha yüksektir (Kadıoğlu 2009). Kaolen hammaddesinin bileşimindeki minerallerin dengeli bir şekilde bulunması, seramik ürünlerin kalitesini ve dayanıklılığını belirleyen önemli bir faktördür. Kristobalit fazının kontrolsüz artışı, ısıtma işlem sürecinde istenmeyen sonuçlara yol açabilir. Bu nedenle, hammaddenin dengeli bir şekilde hazırlanması ve bileşenlerinin özenle seçilmesi, seramik ürünlerin istenen performansı göstermesi açısından kritiktir.

2.1.3 Kuvars

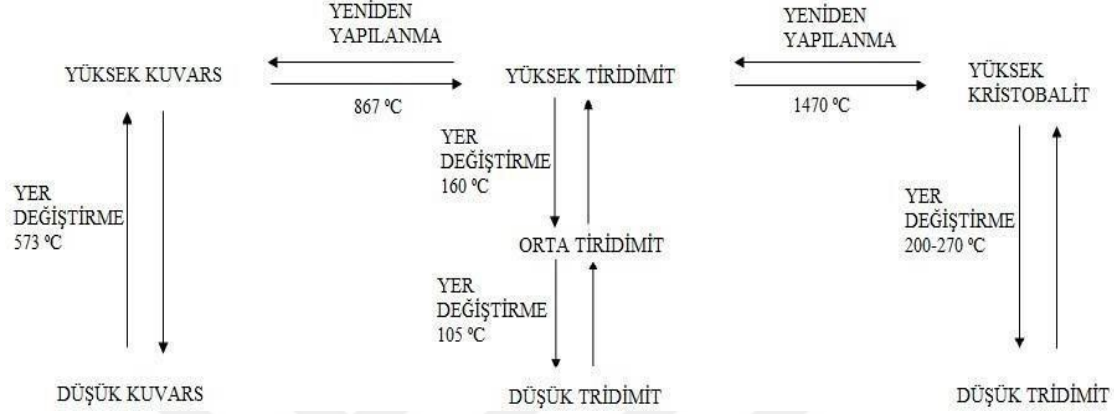
Saf kuvars; şeffaf, hekzagonal kristalli ve 20 °C sıcaklıkta 2.65gr/cm³ yoğunluğundadır. Kuvars, Dünya'nın kabuğunda yaygın olarak bulunan bir mineraldir ve % 25'lik önemli bir oranı kaplar. Kimyasal formülü SiO₂ olan kuvarsın mol ağırlığı 60 gr/mol'dür ve sertlik derecesi Mohs skalasına göre 7 olarak belirlenmiştir (Kadıoğlu, 2009).

Doğada bulunan kuvarsın stabilize formu olan β (beta) kuvars, oda sıcaklığında mevcuttur. Ancak, 573°C'de α (alfa) kuvarsa dönüşür. Bu dönüşüm, geri dönüşlü bir reaksiyondur ve bu süreçte kuvarsın hacmi artar. (Kadıoğlu, 2009).

Kuvarsın ısıtma dönüşümleri oldukça karmaşıktır. Alfa kuvars, yavaş bir ısıtma işlemi sırasında 870°C'de alfa tridimite ve 1470°C'de alfa kristobaliteye dönüşür. Son olarak, bu dönüşümler 1713°C'de erime ile sona erer. Doğadaki silika, kuvarsit kaya ve ganister olarak bulunur ve bu bileşenler genellikle kum veya kum taşı içerisinde kuvars içerir. Kuvarsın yüksek sıcaklık formları olan tridimit ve kristobalit, soğuma sırasında daha düşük sıcaklık formlarına dönüşür. Örneğin, 163°C'te alfa tridimit beta tridimite dönüşürken, 117°C'te beta tridimit γ (gama) tridimite dönüşür. Aynı şekilde, 230°C'te alfa kristobalit beta kristobaliteye dönüşür. (Eren,2006)

Tüm bu süreçlerde, yavaş ısıtma ve soğutma işlemleri, kuvarsın içerdiği yabancı maddeler ve silisyum dioksit türleri, kuvarsın dönüşüm sürecini etkileyen önemli faktörlerdir. (Eren 2006). Kuvarsın çeşitli fiziksel özellikleri ve ısıtma dönüşümleri, jeolojik oluşumu ve endüstriyel kullanımıyla ilgili önemli bilgiler sunar. Bu bilgiler, malzeme bilimi, jeoloji ve

endüstriyel işlemler gibi birçok alanda kullanılan kuvarsın özelliklerini anlamakta yardımcı olur. (Eren,2006) Bu dönüşümlerin meydana geldiği sıcaklık aralıkları ve hacim değişimleri, Şekil 2'de görsel olarak sunulmuştur.



Şekil 2. Kuvarstaki dönüşümler

Kuvars, porselen yapılarında dolgu malzemesi olarak kullanılır ve bu, final ürünlerin kırılma direncini ve mukavemetini artırır. Doğru parçacık boyutu ve dağılımı ile kullanıldığında, kuvarsın etkisiyle kırılma direnci ve dayanıklılık artar. (Eren, 2006).

Bu artış, mikro çatlakların oluşumu ve toklaştırma mekanizmasıyla ilişkilendirilir, çünkü mikro çatlaklar camsı matris ve kristalin kuvars taneleri arasındaki termal uyumsuzluktan kaynaklanır (Eren, 2006).

Porselenlerin fiziksel özelliklerini belirleyen faktörler arasında hammaddelerin tane boyut dağılımı önemlidir. Bu dağılım, ürünün mikroyapısını, mukavemetini ve su emme kapasitesini etkiler. Ürünlerin son boyutlarını, nihai ürün kalitesini ve müşteriye hizmet edecek olan tüm parametrelerin başlangıç noktası şekillendirmeden başlamaktadır. Şekillendirme parametreleri tüm prosesleri etkilemektedir. (Özel ve Tuncel 2011).

Özellikle, kuvarsın tane boyutu küçüldükçe, porselenin kırılma dayanıklılığı ve mukavemeti artar. Ancak, çok küçük tane boyutları belirli bir noktadan sonra bu etkinin azalmasına neden olabilir. (Özel ve Tuncel 2011).

2.1.4 Feldspatlar

Feldspat, seramik, porselen ve cam sektörlerinde geniş bir kullanım alanına sahip olan çok yönlü bir hammaddedir. Ayrıca, feldspat aynı zamanda kaynak elektrotu, kauçuk, plastik ve boya gibi farklı endüstrilerde de yaygın olarak kullanılmaktadır. Bu çeşitlilik, feldspatın endüstriyel önemini ve uygulama alanlarının genişliğini göstermektedir (Feldspat Raporu, 2009).

Feldspatik kayaçların %60'ı magmatik %30'u şist ve gnayslardan oluşan metamorfik kayaçlardan ve %10'u da sedimanter kayaçlardan oluşur. Feldspatlar ihtiva ettikleri minerallere göre çok değişik isimler alırlar (Eren 2006).

Feldspatik kayaçlar, tipik olarak magmatik, metamorfik ve sedimanter kayaçların bileşenlerindendir ve içerdikleri potasyum, sodyum, kalsiyum ve bazen baryum gibi elementlerle belirginleşir. Bu minerallerin kristal yapıları ve özellikleri, genellikle monoklinik ve triklinik sistemlerde kristalleşseler de, benzer özellikler taşırlar. Sertlik dereceleri 6 olan feldspatlar, özgül ağırlıkları ise 2,55 ila 2,76 gr/cm³ arasında değişir (Fortuna, 2000). Bu bilgiler, feldspatın endüstriyel ve jeolojik önemini daha derinlemesine anlamamızı sağlar, çünkü farklı endüstrilerdeki çeşitli kullanımlarını açıklar ve bu hammaddenin geniş uygulama potansiyelini gösterir.

2.1.5 Diğer Feldspatik Hammaddeler ve Ergiticiler

Lityum içeren mineraller, seramik üretiminde önemli bir rol oynarlar, özellikle de seramik pişirme gereçleri üretiminde kullanılan malzemeler arasında yer alırlar. Bu mineraller, yüksek ergitme güçlerine ve düşük genleşme özelliklerine sahiptirler. Örneğin, spodümen ($\text{Li}_2\text{O} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 4\text{SiO}_2$) ve petalit ($\text{Li}_2\text{O} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 8\text{SiO}_2$) gibi lityum içerikli feldspatlar, seramik endüstrisinde dikkate değer birer örnektir.

Seramik üretiminde, ergiticiler sinterleme sürecinde önemli bir rol oynarlar. Bu malzemeler, diğer bileşenlerle reaksiyona girerek tüm bileşenleri bir arada tutan bir sıvı faz oluştururlar. Sinterleme süreci genellikle kapılar aracılığıyla basınç altında gerçekleşir ve

sıvı faz difüzyonunu içerir. Feldispatların ergitici potansiyeli, özellikle alkali oranına bağlı olarak kimyasal kompozisyonlarına dayanır.

Lityum, elementler arasında en hafif olanıdır ve oldukça reaktif bir yapıya sahiptir. Bu özelliği nedeniyle atmosferde korunmadıkça serbest halde kalmaz. Ayrıca, lityumun ergitici potansiyeli, sodyumdan üç kat daha yüksektir ve seramik ve camların yüzey gerilimini artırıcı etkisi vardır (Bozcu 2022).

3.2 SPC (İstatistiksel Proses Kontrol) Yöntemi

Üretim süreçlerini izleyerek, kaliteyi ölçme ve kontrol etme yöntemlerinden birisi istatistiksel proses kontrol olarak bilinmektedir. Proses ölçümlerinden veya üretimdeki ürün üzerindeki kalite verilerinden okumalar yapılarak veriler toplanır. Veriler toplandıktan sonra, süreci değerlendirmek ve kontrol etmek amacıyla kullanılır. Üretimi ve kaliteyi iyileştirmek amacıyla etkili bir yöntemdir. Tüm süreçler ve operasyonlar izlenerek, tam verimlilik ve iyileştirme süreçleri etkili olur. İstatistiksel Kalite Kontrol (İKK), ürün kalitesini ölçmek, yorumlamak ve sonunda kontrol etmek için istatistiksel teknikleri kullanan bir yöntemdir. Bu yaklaşım, problemlerin ve olası risklerin kökenini önceden belirleyerek, kaliteyi ve üretimi geliştirmeyi hedefler. Hem kaliteyi artırmayı hem de üretimi iyileştirmeyi amaçlar. Tasarımın incelenmesi, hata türlerinin tespit edilmesi ve analizi noktasında kilit bir noktadadır. Zamanla tüm prosesler ve makineler değişime uğrayabilir ve tolerans dışına çıkabilir, istatistiksel olarak kontrol alınan bir proses her zaman daha kaliteli ürünleri verecektir.

Bu çalışma da istatistiksel bir yöntem olan X-R grafikleri oluşturularak izostatik basıncın farklı parametreler üzerindeki etkisi takip edilmiştir. Ürün üzerinden alınan belirli saat aralıklarıyla, ağırlık ve çap değişimleri kayıt altında tutulmuştur. Fiziksel tüm testlerin verileri grafiksel metotlarla işlenmiş ve bulgular yansıtılmıştır. Birbirini takip eden proseslerde, tüm fiziksel testler ve analizler yapılarak grafiklerle yorumlanmıştır. Üretim proseslerindeki yarı mamul ve nihai ürün fire oranlarıyla birlikte kalite kayıpları standartlar doğrultusunda incelenerek ürün performansları periyodik olarak kayıt altına alınmıştır.

Değişkenler için (X-R) Şeması:

- (X-R) şemaları, bir sürecin kontrol edilebilirliğini değerlendirmek için sıklıkla kullanılan istatistiksel araçlardan biridir. Bu şemalarda, süreçten elde edilen verilerin sayısal değerleri kullanılarak sürecin değişkenlikleri izlenir. "X" şeması, süreçten alınan numunelerin ortalamalarını gösterirken, "R" (aralık) şeması, aynı numunelerin aralıklarını (en büyük ve en küçük değer arasındaki farkı) gösterir. Bu sayede, süreçteki değişkenliklerin ne kadar olduğu ve sürecin istenen toleranslar içinde olup olmadığı hakkında bilgi edinilir. Bu bilgiler, süreçteki potansiyel sorunları önceden belirlemek ve sürecin kalitesini artırmak için kullanılır. Örnek olarak ; yer ve duvar karosu üretiminde mukavemet değerleri, yer karosu kalınlık değerleri, porselen ağırlık ve porozite değerleri ve renk- ısı geçirgenlik, hammadde analizleri ve değişimi gibi ilişkileri analizlerle yorumlayan şemalara verilen isimlerdir.
- **I-MR Grafikleri**
Her seferinde prosesten alınan örnek sayısı 1 ise kullanılır. Normal Dağılım özelliği gösteren veriler için uygundur.
- **XBar-R Grafikleri**
Her seferinde prosesten alınan örnek sayısı 2 – 9 arasında ise kullanılır. Normal Dağılım özelliği gösteren veriler için uygundur.
- **XBar-S Grafikleri**
Her seferinde prosesten alınan örnek sayısı 10 ve üzerinde ise kullanılır.
- **p Grafikleri**
Hatalı ürün oranını izlemek için kullanılır. Binom Dağılım özelliği gösteren veriler için uygundur.
- **u Grafikleri**
Ürün/birim üzerindeki hataları izlemek için kullanılır.

Proses kontrolünde, bir ürünün üretim sürecinde kabul edilebilir hata oranı %0.27 olarak belirlenmiştir, yani binde 2.7. Bu oran, normal dağılım eğrisindeki ± 3 standart sapma alanı dışında kalan bölgeyi temsil eder. İstatistiksel Proses Kontrol uygulamalarında, belirlenen spek limitlerine göre proses performansı değerlendirilir. Bu değerlendirme için CA, Cp ve

Cpk gibi ölçütler kullanılır. Bu değerler, sürecin ne kadar istikrarlı ve toleranslara ne kadar yakın olduğunu belirlemeye yardımcı olur.

CA: Proses ortalamasının spek orta değerine yakınlığını ölçer (ortalamadan kayma olup olmadığına bakar),

Cp: Proses değişkenliğini, spek toleransı ile kıyaslar (değişkenliğin yüksek olup olmadığına bakar),

Cpk: Hem ortalamadan kaymaya hem de değişkenliğe birlikte bakar.

CA değeri, 12.5 den az olmalıdır (25 den büyük olan değer kabul edilmez)

Cp değeri, 1.33 ten fazla olmalıdır (1 den küçük Cp değeri kabul edilmemelidir)

Cpk değeri, 1.33 ten fazla olmalıdır (1 den küçük Cpk değeri kabul edilmemelidir)

İstatistiksel Proses Kontrol uygulamalarında, verilen spek limitlerine göre makina performansının hesaplanmasıdır. Cm ve Cmk değerleri ile ölçülür.

Cmk: Makine ortalamasını ve değişkenliğini spek değerleri ile kıyaslar (Makinanın verilen spek değerlerini karşılayıp karşılamayacağını ölçer).

Cm değeri, 1.67 den fazla olmalıdır (1.33 ten küçük Cm değeri kabul edilmemelidir)

Cmk değeri, 1.67 ten fazla olmalıdır (1.33 ten küçük Cmk değeri kabul edilmemelidir)

2.2.1 Veri Kullanımının Ana Alanları: Süreç Yeterlilik Analizi

1- Sürecin beklenen değişkenliğinin boyutunu tahmin etmek ve gelecekte oluşabilecek riskleri önceden tespit ederek önlem almak, işletmelerin karar alma süreçlerinde büyük bir avantaj sağlar. Bu, sürecin istikrarlı bir şekilde ilerlemesini ve beklenmeyen sorunların minimize edilmesini sağlar.

2- En uygun toleransı sağlayacak süreçleri seçmek ve hata miktarını en aza indirmek, ürün kalitesinin artırılması için kritik bir adımdır. Bu, müşteri memnuniyetini artırırken atık oranlarını düşürmeye yardımcı olur.

3- Uyumlu bir sürecin iç ilişkilerini ve üretim proseslerini planlamak, işletmenin kaynaklarını etkin bir şekilde kullanmasına ve verimliliğini artırmasına yardımcı olur. Bu, işletmenin rekabetçiliğini artırarak piyasada daha güçlü bir konuma gelmesini sağlar.

4- İş ve ürün gereksinimlerine uygun makine seçimi yapmak, üretim verimliliğini artırır ve ürün kalitesini iyileştirir. Doğru ekipman seçimi, sürecin istikrarını ve güvenilirliğini sağlar.

5- Kalite gelişim programlarının hataların kökenlerini test etmek ve gerçekçi standartlar ve spesifikasyonlar belirlemek, sürekli iyileştirme sürecinin bir parçasıdır. Bu, sürekli olarak daha iyi ürünler ve hizmetler sunmaya odaklanarak müşteri memnuniyetini artırır.

6- Satın alınan makinelerin ve malzemelerin istenilen kalitede performans göstermesini sağlamak, işletmenin uzun vadeli başarısı için önemlidir. Kaliteli ekipmanlar ve malzemeler, sürecin istikrarını ve güvenilirliğini artırır. Süreç yeterlilik analizi, bir işletmenin tüm operasyonel süreçlerinde ve faaliyetlerinde kullanılabilir. Ürün ve süreç tasarımından başlayarak, tedarik zinciri yönetimine ve üretim sürecine kadar her aşamada etkili bir araçtır. Bu, işletmenin genel performansını değerlendirmesine ve iyileştirmesine yardımcı olur. (Marmara Üniversitesi Avesis, "Kalite İyileştirmede İstatistiksel Proses Kontrol Tekniklerinden Pareto Analizi ve Gıda Sektöründe Bir Uygulama", 15 Aralık 2023, <https://avesis.marmara.edu.tr/yonetilen-tez/fb320ebb-e78f-4ff1-9798-3c4313bc8a26/kalite-iyilestirmede-istatistiksel-proses-kontrol-tekniklerinden-pareto-analizi-ve-gida-sektorunde-bir-uygulama>)

2.2.2 Kontrol Şemalarının Genel Değerlendirmesi

Bir prosesteki yeterliliği ve herhangi bir parametre değişikliği söz konusu olduğunda erken uyarı sinyallerini almak amacıyla kontrol şemaları kullanılmaktadır. En önemli özelliği bu şemalar, bir sorunun varlığını göstermesi ve problemin çözülmesi için gerekli ipuçlarını vermesidir.

Bonna Porselen AŞ. bünyesinde gerçekleştirilen çalışmada 5 farklı pres basıncındaki numunelerin ham ağırlıkları düzenli aralıklarla veriler toplanarak kayıt altına alınmıştır. Minimum ve maksimum seviyelere çıkıldığında da olabilecek farklılıkları görebilmek adına ağırlık ölçümleri alınarak veri tablosu oluşturulmuştur. Bu istatistiksel sonuçlar, üretim hatlarının kontrolü ve sonraki prosesler için fikir elde etmek için önemlidir. Ağırlık değişiminin yanı sıra diğer tüm fiziksel test sonuçları da veriler halinde toplanarak toleranslar dahilinde değerlendirilmiştir.

3 PORSELEN ÜRETİM SÜRECİ

3.1 Hammadde Hazırlama

Porselen üretimi öncelikli olarak hammaddelerin hazırlanması ve reçete tartımlarının yapılması ile başlar. Yurtdışı veya yurt içinden farklı tedarikçilerden kaliteli ve yüksek maliyetli hammaddeler satın alınır. Üretim kapasitesine bağlı olarak ve şekillendirilecek olan ürüne göre belli oranlarda çamur elde edilerek, şekillendirme yöntemine göre ayrı işlemlere tabi tutulur (Özen 2015). Çeşitli kimyasalların yanı sıra kil, kaolen, kuvars ve K-feldspat gibi hammaddeler, seramik üretiminde kullanılmaktadır. Şekillendirme işlemleri ise farklı yöntemlere dayanır.

- İzostatik pres yöntemi, granül üretimi için spray dryer kullanılarak şekillendirme sağlar. Bu yöntem, seramik üretiminde parçaların homojen bir şekilde şekillendirilmesini sağlar, böylece ürünlerin istenilen kalınlık ve yoğunlukta olmasını sağlar.
- Plastik şekillendirme için hamur (sucuk) vakum presle işlenirken, döküm yöntemiyle şekillendirme için döküm çamuru tercih edilir. Plastik şekillendirme, esnek ve karmaşık şekillerin elde edilmesini sağlar, bu da seramik ürünlerin çeşitliliğini artırırken, döküm yöntemi daha büyük ve karmaşık parçaların üretimine olanak tanır.
- Sırlama işlemi için ise şeffaf, renkli veya reaktif sırlar hazırlanmaktadır. Bu sırlar, seramik parçalara estetik bir görünüm kazandırırken, aynı zamanda yüzeylerini korur ve dayanıklılıklarını artırır.

Bu adımlar, seramik üretimindeki önemli aşamaları temsil eder ve son ürünlerin kalitesini, görünümünü ve kullanılabilirliğini etkiler. Porselen sofrası üretimi, hassas ve hijyenik bir üretim sürecini gerektirir. Özellikle sır üretiminde şeffaf sır, reaktif ve mat sır çeşitleri gibi farklı sırlama yöntemleri geliştirilir. (Özen 2015).

Şeffaf sır kullanılacağı için bünyenin rengi ürüne yansıyacaktır. Bu yüzden hammaddelerin temiz olması oldukça önemlidir. Ürün ve renk çeşitliliği fazlaca olduğu için deformasyon, çatlak, yüzey kalitesi gibi hataların görülme ihtimalini düşürmek için hammadde seçimi önemli rol oynamaktadır (Özen 2015).

3.2 Şekillendirme

Şekillendirme yapılacak olan parçanın boyutuna, türüne ve üretim kapasitesine göre yöntemi belirlenir. İzostatik toz presleme, döküm ile şekillendirme ve plastik (torna/fincan) ile şekillendirme olarak temelde üç çeşit şekillendirme yöntemi bulunmaktadır (Özkan 2019).

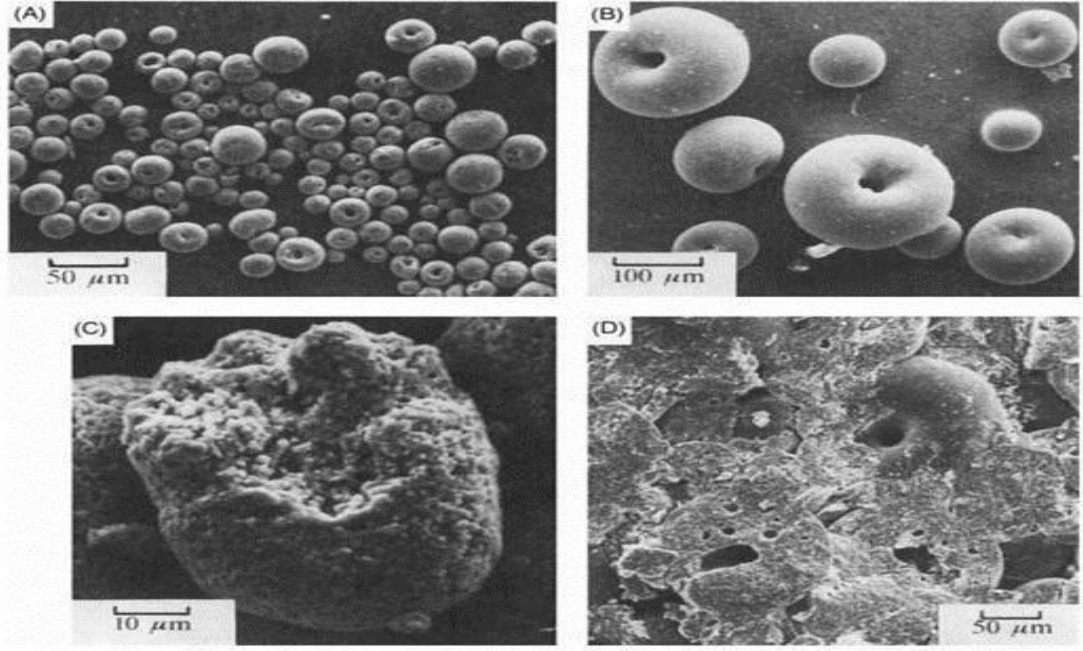
3.2.1 İzostatik Toz Presleme

Granül üretimi, izostatik toz presleme yönteminde kritik bir aşamadır çünkü granüller, nihai ürünün homojenliği ve dayanıklılığı için önemlidir. İlk olarak, sıvı çamur hazırlanır ve sonra bu çamur, bir püskürtme kurutucuya aktarılır.(Özen 2015).

Bu süreçte, çamurun nem içeriği azalır ve helezonik bir düşüşle granül formunu alır. Püskürtme kurutma sırasında, sıcak bir ortama maruz bırakılan akışkan bir besleme malzemesi, homojen bir kütle yoğunluğuna ve istenilen nem içeriğine sahip granüllere dönüşür. Bu süreç, son ürünün kalitesini artırırken, kullanım kolaylığı sağlar.(Özkan 2019).

Granül üretimi aynı zamanda ürünlerin daha iyi sıkıştırılmasına ve son şeklinin almasına yardımcı olur, bu da son ürünlerin dayanıklılığını ve estetiğini artırır. Düzgün yapıldığında, sürekli ve uygun maliyetli bir üretim işlemidir. Çamur karakteri, granüllerin yoğunluğunu kontrol eden ana faktördür; daha yüksek katılar porselen tozları yapılırken, besleme malzemesi genellikle çamur olarak adlandırılan su bazlı bir süspansiyondur ve kurutma ortamı ısıtılmış havadır. (Özkan 2019).

Çamur, kurutma odasında bulunan bir püskürtücüye pompalanır ve yüzey gerilimi etkilerinden dolayı hızla küresel bir şekil elde eden çok sayıda damlacığa bölünür. Damlacıkların geniş yüzey alanı-hacim oranı, hızlı su buharlaşmasına izin verir ve ortaya çıkan kuru toz, sıcak havadan ayrılır ve ileride kullanılmak üzere depolanır. Püskürtmeli kurutma düzgün bir şekilde yapıldığında, tekdüze ve tekrarlanabilir karakterde bir toz üretecek ekonomik ve sürekli bir işlemdir (Özkan 2019).



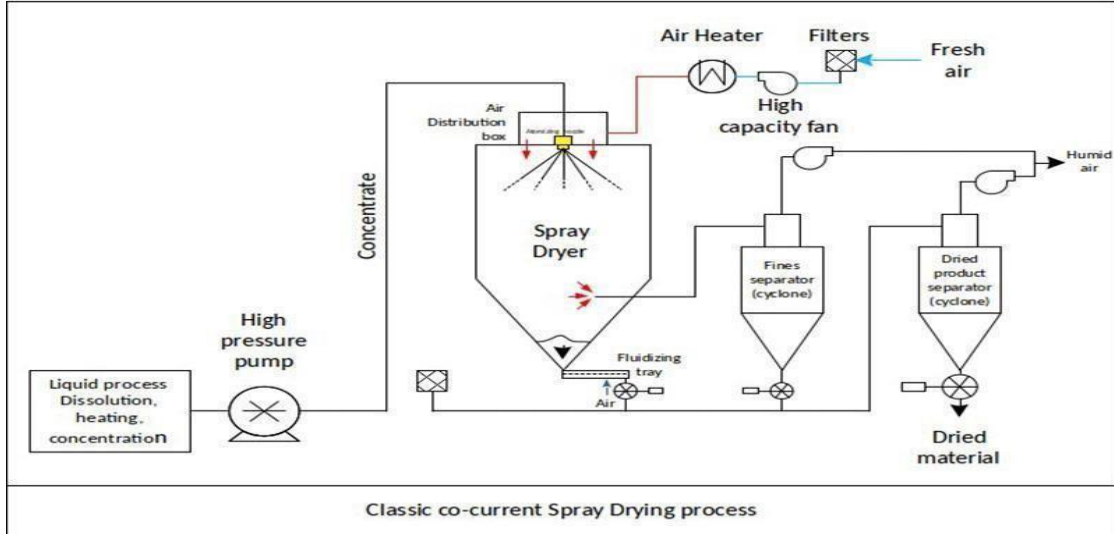
Şekil 3. Ticari olarak püskürtülerek kurutulmuş tozlar

Granül karakterizasyonu, üretim sürecindeki önemli bir adımdır ve granüllerin bulk yoğunluğu, akış özellikleri, tane boyut dağılımı ve nem içeriği gibi faktörler incelenir. Granülün bulk yoğunluğu, presleme sırasında elde edilen homojen bir yapıya sahip olup olmadığını belirlerken, akış özellikleri pres kalıplarının kolay şekillendirilmesine yardımcı olur. Aynı zamanda, tane boyut dağılımı, ürünün istenilen kalınlık ve boyuta ulaşmasında önemli bir rol oynar. (Uzun 2006).

Nem oranı ise granüllerin preslenme işlemi sırasında uygun kıvama gelmesini sağlar. Bu özelliklerin dikkatlice incelenmesi, üretim sürecinin verimliliğini ve son ürün kalitesini artırır. Granüllerin kırılmaması, paketleme kalitesini etkileyen en önemli parametrelerden biridir. Nem, sıcaklık, kalınlık ve boyutlardan oluşur. (Uzun 2006).

Aşağıdaki çizim, püskürtmeli kurutucu bölgesinde eş zamanlı hava / ürün akışı ve açık hava döngüsü ile ortak bir püskürtmeli kurutma işleminin basitleştirilmiş bir akış şemasıdır. Atomize edilmiş besleme materyalinden nemin uzaklaştırılması ve istenilen partikül boyutuna ulaşılması temeline dayanır.

Fabrikanın karmaşıklık derecesinden bağımsız olarak, püskürterek kurutma işlemi açıklanan 5 ana adımdan oluşur (Uzun 2006).



Şekil 4. Püskürtmeli Kurutucu Çalışma Sistemi Prensibi

3.2.1.1 Islak İşlem

Sprey kurutma öncesinde kurutulacak malzemeler sıvı haldedir. Püskürtmeli kurutucudan önceki süreç, malzemeleri püskürtmeli kurutmayı mümkün kılacak ve verimini optimize edecek şekilde şartlandırmayı amaçlar. Hattın bu bölümündeki tipik işlem adımları şunlardır:

- Çözünme / formülasyon: Hammadde doğrudan sıvı halde mevcut değilse
- Konsantrasyon / buharlaşma: toplam katının artırılması, püskürtmeli kurutucu için daha iyi bir verimle sonuçlanacaktır.
- Isıtma: Isıtma, konsantrasyon nedeniyle viskozite artışını dengelemeye yardımcı olabilir.
- Pompalama: Sulu çamur yüksek basınçta püskürtmeli kurutucuya pompalanır

3.2.1.2 Atomizasyon

Çok hızlı bir kuruma sağlamak için sıvı akışını çok küçük damlacıklar halinde atomize

etmek gerekir. Bu, nemin parçacıkları bırakabileceği değişim yüzeyini çok artırır.

Bu atomizasyon bir veya birkaç nozul sayesinde yapılır. Basınç nozulları, döner nozullar, 2 akışkan nozulları en iyi sonuçları vermek için malzemeye ve akış hızına göre farklı nozul tasarımları mevcuttur ve seçilmelidir.

3.2.1.3 Kurutulacak malzeme ile hava arasında temas

Kuru havanın püskürtülen damlacıklarla temas etmesi sayesinde kuruma gerçekleşir. Havanın nemi alma ve böylece parçacıkları kurutma yeteneği, havanın püskürtmeli kurutma odasına girmeden önce ısıtılmasıyla artırılır. Girişte düşük bağıl neme ve çıkışta yüksek bağıl neme, daha düşük sıcaklığa sahiptir.

Hava, kulinin tepesinden ürüne aynı anda veya alttan ters akımla üflenebilir. Birçok proses uygulamasında karşı akım tercih edilir, ancak püskürterek kurutma için ortak akımın önemli bir önemi vardır: daha yüksek sıcaklıktaki hava, partiküllerin aşırı ısınmaya karşı korunmasına yardımcı olan en yüksek neme sahip partiküllerle temas eder.

3.2.1.4. Kurutma

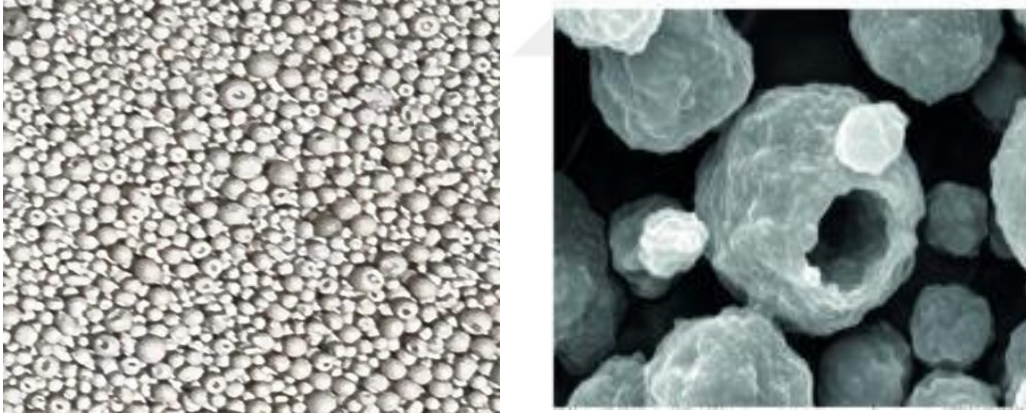
Kurutma, aslında içerideki katı parçacıkların ilerlemesini takiben püskürtmeli kurutma odası boyunca gerçekleşir. Parçacık ve hava arasındaki kütle ve ısı transferi sayesinde nem adım adım giderilir:

- Sabit kuruma hızı: Parçacık sıvıya doymuştur, özellikle parçacık yüzey alanına bağlı olarak kütle transferi mümkün olan en hızlı şekilde gerçekleşir.
- Düşme hızı: Parçacık yüzeyi artık sıvıya doymun olmadığında, kuruma, katı parçacık matrisinde hapsolan sıvının buharlaşmak üzere yüzeye kadar yayılma kapasitesine bağlı olacaktır. Difüzyon kontrollü bir süreçtir. Kurutma, istenilen partikül nemi ve partikül boyutu elde edilmesiyle birlikte tamamlanır. Homojen partikül boyutu dağılımına sahip toz ürün elde edilir. Proses parametrelerine göre istenilen ve üretim şartlarına uygun, küresel tozlar üretmek mümkündür.

- Kabarcık oluşumu: düşen hız periyodunda partikülün sıcaklığı artar. Sıvının kaynama noktasından daha yüksek bir sıcaklığa ulaşırsa, parçacık içinde buharlaşabilir ve bir kabarcık oluşturarak onu genişletebilir.

3.2.1.5. Katı ayırma

Parçacıklar kuruduktan sonra onları toplamak gerekir. Sıklıkla böyle bir ayırma, verimliliklerini artırmak için filtrelerle donatılabilen siklonlarda yapılır. Toz, sprej kurutucunun altında toplanır ve pnömatik olarak hava ile ayrıldığı bir siklona taşınır. Kurutma odasındaki hava ayrıca başka bir siklona gönderilir ve burada hava tarafından taşınmış olabilecek ince parçalar ayrıştırılır ve ana ürün akışına geri gönderilir. Şekil 5’de verildiği üzere sprejli kurutucuda ayrılan granüller ince parçalar halinde ayrışır, nemli hava genellikle reddedilir, ancak bazı durumlarda hala sıcak olduğu için, ayrıca diğer proses işlemleri için kullanılabilir.

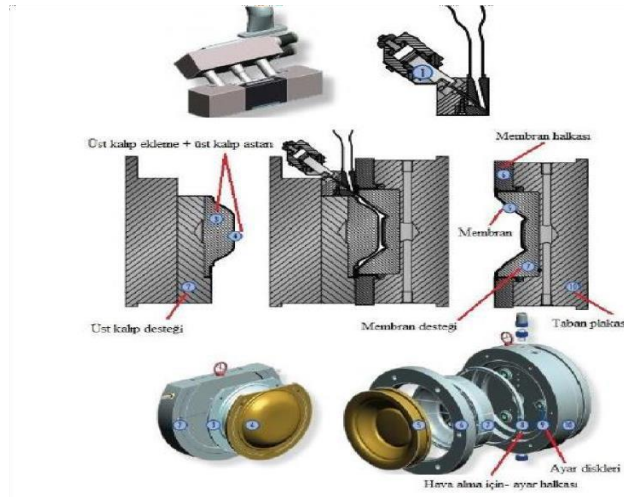


Şekil 5. Sprej kurutucuda ayrılan granüllerin mikroskopik görünümü

3.2.2 Porselen Pres Sistemi/İzostatik Şekillendirme

Porselen sofa takımı üretiminde çeşitli şekillendirme yöntemleri kullanılır. Ürünün özelliklerine ve tasarımına bağlı olarak izostatik toz presleme, plastik şekillendirme ve döküm yöntemleri tercih edilir. Farklı tekniklerin kullanılması, ürünlerin çeşitliliğini artırırken, aynı zamanda üretim sürecinin adaptasyon kabiliyetini gösterir. İzostatik toz presleme gibi yöntemler, özellikle karmaşık detayların hassasiyetle işlenmesine imkan tanırken, döküm şekillendirme büyük hacimli ürünlerin üretiminde etkilidir. Plastik

şekillendirme ise özelleştirilmiş tasarımlar için uygun bir seçenek sunar. Bu çeşitlilik, porselen endüstrisinde ürünlerin kalitesini ve çeşitliliğini artırmada kilit bir rol oynamaktadır. (Arcasoy, Seramik Teknolojisi, 1983) Üretim yöntemlerinin çeşitliliği, ürünün gereksinimlerine bağlı olarak değişir ve bu da esnek bir üretim sürecini gerektirir. Örneğin, döküm şekillendirme sistemi genellikle büyük hacimli ürünler için tercih edilirken, plastik şekillendirme daha özelleştirilmiş tasarımlar için idealdir. Diğer yandan, pres üretim sistemi, yüksek kaliteli ve standart ürünlerin seri üretiminde kullanılır. Bu yöntemlerin tercihi aynı zamanda üretim maliyetlerini de etkiler. Örneğin, sütlük, sosluk, sürahi gibi ürünler pres üretim sistemine uygun olmadığı için döküm şekillendirme sistemi kullanılırken, kupa, fincan gibi ürünler plastik şekillendirme sisteminde şekillendirilir. Bu çeşitlilik, porselen üretiminde hem teknik hem de ekonomik açıdan önemli bir rol oynar. (Özkan 2019). Presin içindeki parçalardan her biri kalıplar tek parça olarak işlenir. Dişi ve erkek kısmı pres kalıbı, poliüretan membranın kalıp içinde hareket etmesini sağlamak için poliüretan membran kaplamadan oluşur, hidrolik yağ kullanarak esneklik sağlar. Bu sayede granül çamur oluşan kalıba doldurulur (Vural 2021). Kalıp aşamasında dolum yapıldıktan sonra üretilen ürünler banda gelir ve plaka tiplerine göre istifleme yapılır. Her plaka, işçiler tarafından yapılan testlere göre istiflenir (Özkan 2019).



Şekil 6.a. İzostatik Toz Kalıp Sistemi Gösterimi



Şekil 6.b. İzostatik Toz Kalıp Sistemi Gösterimi

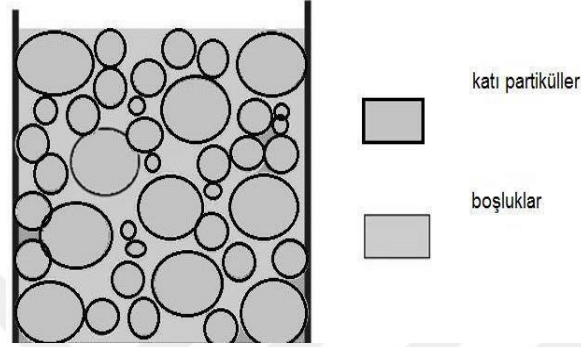


Şekil 7. Porselen Makinaları

Porselen ve seramik sektörü için en önemli parametrelerden bir tanesi kuru presleme yöntemidir. Genellikle %3,5- 4,5 aralığında neme sahip granüller şekillendirme şartları için uygundur. (Bonna Porselen A.Ş.). Şekil 6 ve 7 Bonna Porselen A.Ş bünyesindeki izostatik toz kalıp sistemini ve porselen kalıbına örnektir. Bu şekillendirme yöntemi granül parçacıklarının kalıp içerisine dolmasıyla gerçekleşir. Partikül paketlenme, endüstride yaygın olarak tercih edilen bir yöntem olmasına rağmen, içyapının homojen olmaması gibi bazı sorunlarla karşılaşabilir. Bu sorunlara rağmen, pres ile şekillendirme işlemi seri üretime uygun olduğundan sanayide sıkça tercih edilir.

Özellikle partiküllerin paketlenmesi, şekillendirme işleminde önemli bir parametre olup, bu direkt olarak tane boyut dağılımlarıyla kontrol edilir (Vural, 2021). Ancak, toz ile şekillendirme tek başına tane boyut dağılımının maksimum düzeyde sağladığı

paketlemeyi garanti etmez. (SAMA, 2019). Bu nedenle, tanecik paketleme modelleri, büyük hacimli tanecikler arasındaki boşlukları daha küçük hacimli partiküller ile doldurarak paketleme yoğunluğunu artırmayı amaçlar. (Özen 2015).

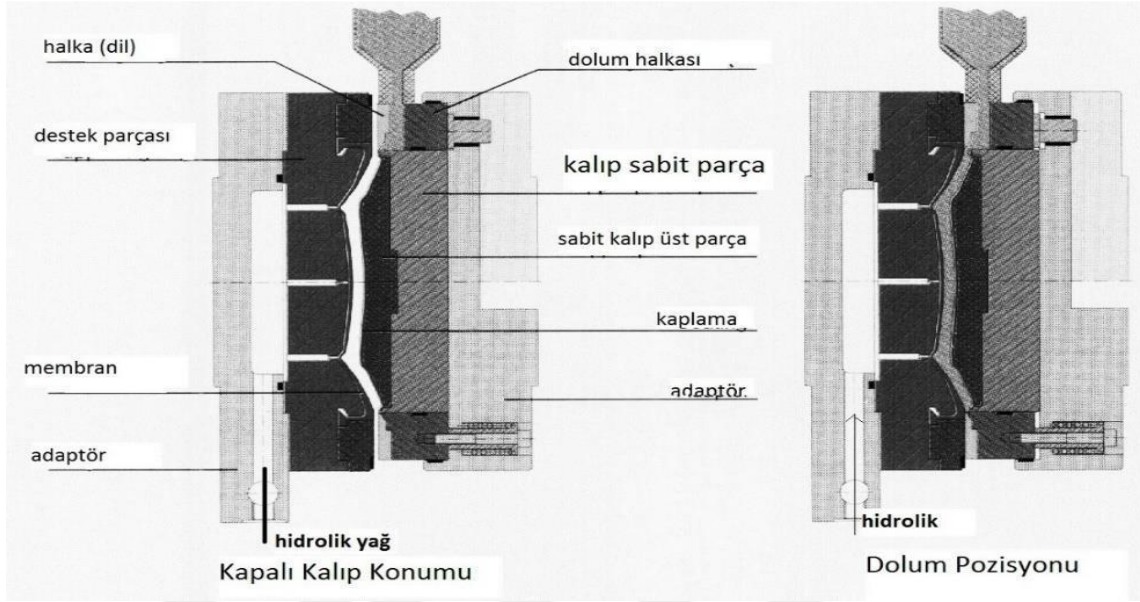


Şekil 8. Katı partiküller ve boşluklar arasındaki gösteren model

Furnas ve Andreasen eşitliği, partikül boyut dağılımını değerlendirmek için yaygın olarak kullanılan bir formüldür ve endüstriyel uygulamalarda önemli bir rol oynamaktadır. Bu denklemin geliştirilmesi, granül tane boyut dağılımının belirlenmesi ve kontrol edilmesi açısından üretim süreçlerinde büyük önem taşır. Dinger ve Funk tarafından önerilen denklem Şekil 8’de görüldüğü gibi katı partiküller ve boşluklar arasındaki model de, partikül boyutlarının minimum ve maksimum düzeylerini dikkate alarak daha kesin bir paketleme davranışı analizi sağlar.

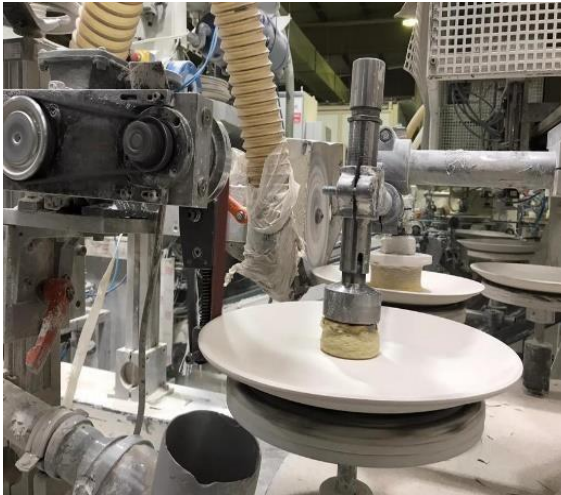
İzostatik presleme teknolojisinde kalıp tasarımı da büyük bir öneme sahiptir. Kalıp yapısı, presleme işlemi sırasında granülün istenilen şekli almasını sağlayan kritik bir unsurdur. Poliüretan membranlar, esnekliği sayesinde presleme işleminin verimliliğini artırırken, kalıp yapısının dayanıklılığını da sağlar. Bu şekilde, presleme işlemi hem etkili hem de verimli bir şekilde gerçekleştirilir, sonuç olarak da kaliteli ürünler elde edilir. Şekil 9’da görüldüğü gibi, kapalı kalıp ve dolum pozisyonu aynı zamanda membran- hareketini göstermektedir. İdeal paketleme davranışını araştıran Dinger ve Funk, en ince partiküllerin bir boyut sınırına sahip olduğunu fark etmiş ve bu düşünceyle;

$$CPFT/100\% = (D^n - D_s^n) / (D_L^n - D_s^n) \quad \text{formülünü önermişlerdir.}$$



Şekil 9. Kapalı kalıp ve dolum pozisyonu

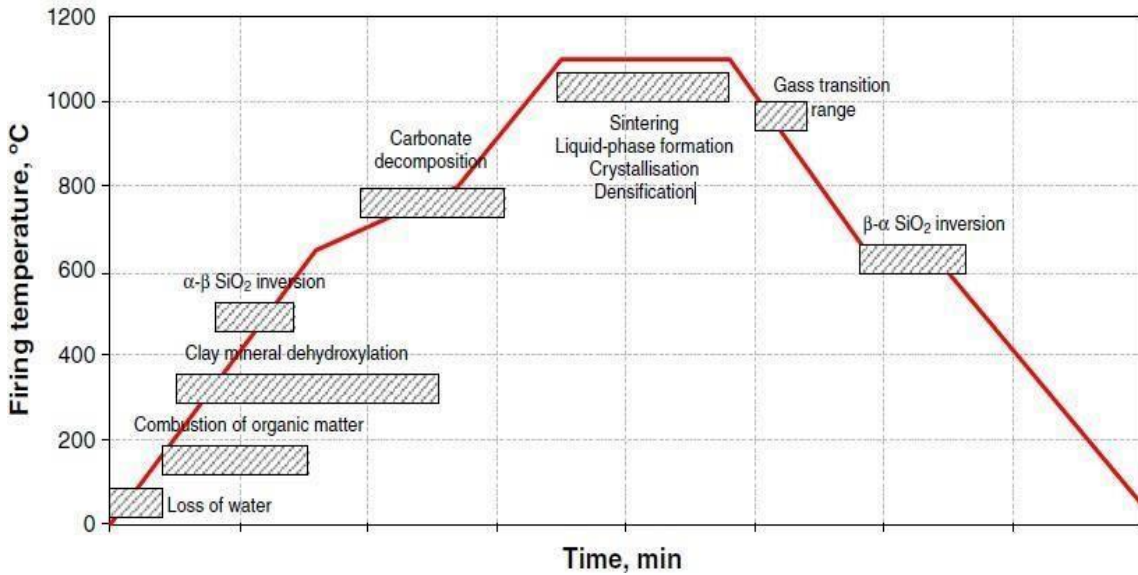
Dorst preste şekillendirilen ürünler, kalıptan düştükten sonra düşme bandına gelir. Düşme bandında kırılan ve çatlayan ürünler rötuş hattına girmeden ayrılır. Rötuşlama hattına geçen ürünler sırasıyla; kenar hatlarındaki çapaklar kırılır, zımpara hattına girer, sünger ile kenar hattı sıvanır ve son aşamada tam anlamıyla rötuş yapılmış olur (Bonna Porselen AŞ).



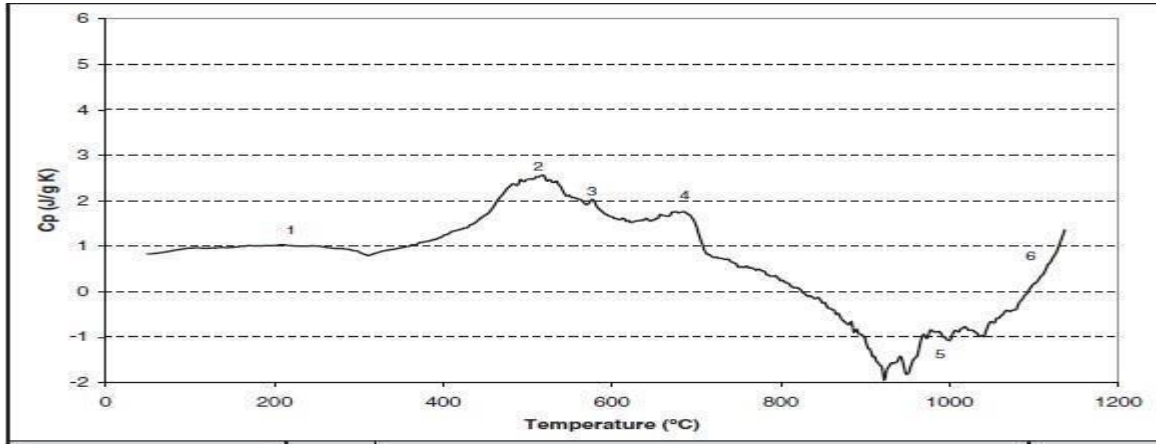
Şekil 10. Rötuş hattına giren ve zımparalanan ürün görseli (Dorst Technologies. "Isostatic Powder Presses", 17 Şubat 2024)

3.3 Bisküvi Fırını

Porselen üretimi, kompleks bir süreç olup, ürünlerin sırlama öncesinde hazırlanmasını içeren iki aşamalı bir pişirme işlemi gerektirir. İlk adım olan bisküvi pişirimi, genellikle 900-1000°C arasında gerçekleşir ve mamulü sırlama işlemine hazır hale getirir. Bu aşamada, ürünün içindeki organik maddeler oksijenle tepkimeye girer ve yanarak mamulü daha sağlam hale getirir. Gövde pişirimi sonrasında, mamul sırlanmaya hazır hale gelene kadar bir miktar su absorbe etmelidir. Bu, mamulün sırlama işlemi sırasında istenen özelliklere sahip olmasını sağlar. Özellikle, mamulün %20 ila %25 arasında su emme yeteneğine sahip olması, başarılı bir sırlama işlemi için önemlidir çünkü bu, sıvı sırların mamul tarafından etkili bir şekilde emilmesine ve istenen estetik ve dayanıklılık özelliklerinin kazanılmasına olanak tanır. (Uzun 2006). Endüstriyel ölçekte sırsız gövde pişirimi genellikle tünel fırınlarında gerçekleştirilir. Bu tünel fırınlar, büyük miktarlarda mamulü aynı anda işlemek için tasarlanmıştır. Mamul, fırının içinden bir konveyör bandı üzerinde geçirilir ve belirli bir sıcaklıkta belirli bir süre boyunca pişirilir. Bu süreçte mamul, bisküvi pişirimine hazırlanmak için gerekli olan nemin bir kısmını kaybeder ve organik maddelerin yanmasıyla daha sağlam bir yapıya kavuşur. Tünel fırınlar, porselen üretiminde büyük ölçekte ve verimli bir şekilde kullanılan önemli bir ekipmandır. (Uzun 2006).



Şekil 11.a. Geleneksel porselen bileşimlerinde gelişen fiziko-kimyasal reaksiyon pişirim eğrisi



Şekil 11.b. Geleneksel porselen bileşimlerinde gelişen fiziko-kimyasal reaksiyon pişirim eğrisi

Isıtma: Bu adımda, pişmemiş ürünler ortam sıcaklığından yaklaşık 985 °C'ye ısıtılır (hammadde bileşimine bağlı olarak). Bu, daha yüksek sıcaklıklarda şişme, kabarcıklar, iğne delikleri, sır, gözeneklilik ve renk farklılıkları gibi sorunları önlemek için porselen gövdenin gaz çıkışının gerçekleşmesi gereken adımdır.

Isıtma sırasında malzemede serbest suyun uzaklaştırılması, organik maddenin yanması, α -kuvarsın β -kuvarsa allotropik dönüşümü, killerde OH- gruplarının kaybı ve bileşim içerdiğinde karbonat ayrışması gibi çeşitli dönüşümler gerçekleşir. Tüm bu kimyasal reaksiyonlar, porselen üründe gaz salınımı, hacim değişiklikleri vb. nedeniyle bir dizi iç gerilime yol açar. Bu gerilimler henüz “pişirilmemiş” porselen ürünün mekanik dayanımını aşarsa, başarısızlık meydana gelir.

Pişirme: Şekil 11'de verildiği gibi gerçek pişirme adımı, yapılan ürüne bağlı olarak yaklaşık 985°C'den programlanan tepe sıcaklığına, tipik olarak 850 °C ile 1350 °C arasındadır. Ana fizikokimyasal dönüşümler bu adımda gerçekleşir. Bunlar porselen malzemenin gözenekliliğini azaltır. Düşük gözenekli ürünlerde (taş eşya ve porselen eşya) en önemli boyutsal değişikliklere (büzülme) ve gözenekli ürünlerde kararlı kristal fazların (Kalsiyum silikatlar) oluşumuna yol açarlar.

Soğutma: Bu, ısı girişi sona erdiğinde başlar. Soğutma adımı, ürün sıcaklığı tepe sıcaklığından çevre sıcaklığına yakın bir seviyeye düşer. Geleneksel porselende, soğuma hızı esasen 573 °C'de kuvars faz dönüşümü ile sınırlandırılır, çünkü bu, porselenin düşük

termal iletkenliđi nedeniyle sođutma malzeme boyunca tek tip olarak gerekleşmezseüründe atlamaya neden olabilecek bir hacim deđişikliğine neden olabilir. (Özen,2015)



Şekil 12. Sırsız gövde pişiriminin endüstriyel ölçekte gösterimi (Tünel Fırın,Bonna Porselen A.Ş)

Çizelge 3. Sıcaklık aralıklarına göre sinterleme ve dönüşümler

Sıcaklık (°C)	Açıklama
40-325	Nem kaybı, hidroksitlerin ve organik maddenin ayrışması
325-700	Kil minerali dehidrasyonu, kuvars α - β dönüşümü
900-1125	Kristalizasyon
1125-1190	Sinterleme Başlangıcı

3.4 Sırlama

Porselen ürünlerde, özellikle sofr ve süs porselen ürünlerinde transparanlık, ışık geçirgenliği ve beyazlık önemli konulardır. Bisküvi yapısının gözenekli özelliğini, örtücü özelliđi olan sır yapısı ile kapatarak, sert ve dayanıklı ürün elde edilir. Su geçirgenliği olmayan ve estetik görünüm sağlayan bir ürün ortaya çıkar. Bununla birlikte sır, kimyasal dış etkilere karşı da ürünü korur. (Özen 2015).Şekil 13’de Bonna Porselen A.Ş sırlama ünitesinde bulunan balerin (püskürtmeli sırlama) tekniđine ait görsel verilmiştir. Bonna Porselen A.Ş bünyesinde daldırmalı sırlama, püskürtmeli sırlama ve elde sırlama yöntemleri kullanılarak üretilecek olan formun yapısına ve boyutlarına göre sırlama yöntemi belirlenmektedir.Bu yöntemler ürünün yüzey kalitesini belirlemek de önemlidir.



Şekil 13. Püskürtmeli sırlama işlemi (Bonna Porselen AŞ)

Seğer formülü, sır reçetesi bileşenlerini ayrı tutmayı ve hammaddelerin özelliklerini erime davranışlarıyla ilişkilendirmeyi amaçlayan bir formülasyondur (Kadıoğlu, 2009; Arcasoy, 1983). Bu formülde metal oksitler, bazik (R_2O , RO), amfoter (R_2O_3) ve asidik (RO_2) oksitler olmak üzere üç kategoriye ayrılır ve bazik oksitlerin toplamı 1'e eşit bir oran oluşturacak şekilde dengelenir. Seğer formülü, seramik sır reçetelerinin bileşenlerini düzenlemek ve hammaddelerin davranışlarını anlamak için önemli bir araçtır. Metal oksitlerin belirli kategorilere ayrılması, sırların istenen özellikleri elde etmek için dengeli bir şekilde formüle edilmesine yardımcı olur. Bu sayede, seramik sanayinde ürün kalitesi ve tutarlılığı artırılabilir. Kimyasal bileşim oranları verilen farklı sıcaklık pişirim örneklerine ait sırlar için kimyasal bileşimleri Şekil 10'da verilmiştir.

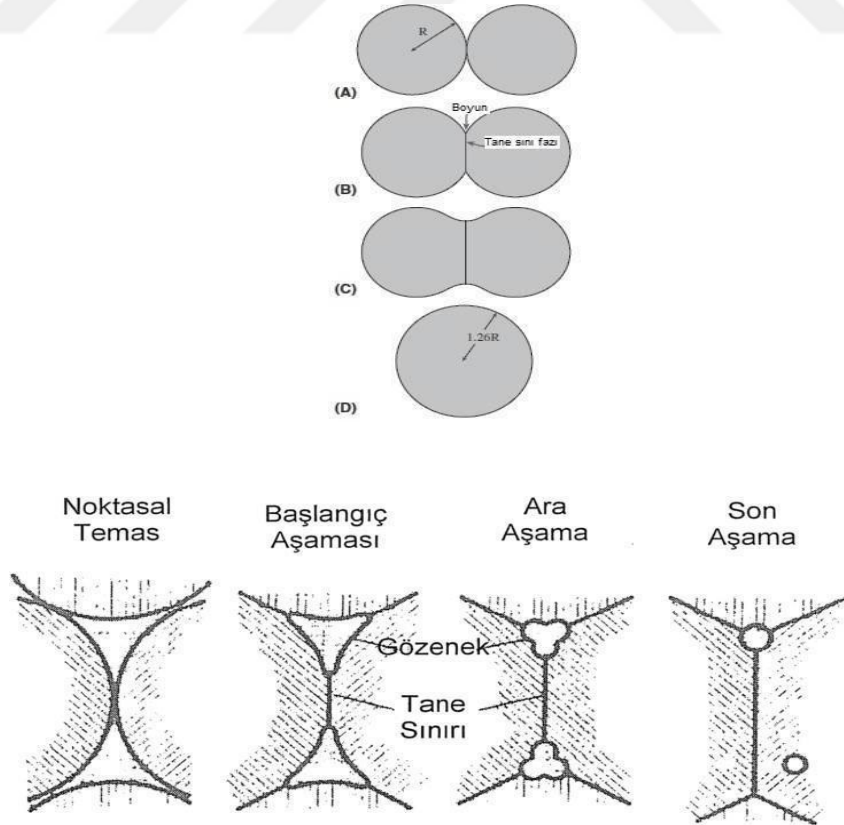
950 °C earthenware için			
0.2 K_2O	}	0.3 Al_2O_3	{ 2.1 SiO_2 0.5 B_2O_3
0.2 Na_2O			
0.3 CaO			
0.3 PbO			
1200 °C stoneware için			
0.3 K_2O	}	0.4 Al_2O_3	3.5 SiO_2
0.1 MgO			
0.5 CaO			
0.1 ZnO			
ve 1430 °C sert porselen için			
0.2 K_2O	}	1.1 Al_2O_3	10.0 SiO_2
0.2 MgO			
0.6 CaO			

Şekil 14. Farklı Pişirme Sıcaklıklarında Sırların Kimyasal Bileşimi

3.5 Sırlı Gvde Pişirimi

Sinterleme, yüksek sıcaklıklarda malzemelerin yoğunlaşmasını ve bir araya gelmesini sağlayarak seramik parçaların dayanıklılığını artıran kritik bir süreçtir. Seramik parçalardaki gözeneklerin azaltılması ve yapısal özelliklerin iyileştirilmesi için önemlidir. Bu süreç, genellikle %25 ila %60 arasında değişen gözenek miktarını azaltarak malzemenin dayanıklılığını artırır. Yüksek sıcaklıklara maruz bırakılarak gerçekleştirilen sinterleme, gözeneklerin kapanmasını sağlar ve daha sıkı bir yapı oluşturur. Sinterleme genellikle dört aşamada gerçekleşir:

1. İlk aşamada, partiküller arasında temas başlar.
2. Sonrasında, boyun büyümesiyle birlikte partiküller arasındaki bağ güçlenir.
3. Boyun büyümesinin ilerlemesi, daha büyük boyutlu yapıların oluşmasını hızlandırır.
4. Son aşamada, büyüyen yapılar birleşerek tek bir taneciğin oluşmasını sağlar.



Şekil 15. İç yapıda meydana gelen değişim (katı faz sinterleme)

Sinterleme, seramik malzemelerin şekillendirildikten sonra yüksek sıcaklıklarda yoğunlaşmasını sağlayan önemli bir işlemdir. Bu süreçte dikkate alınması gereken birçok faktör vardır ve bunlar sinterleme sürecinin başarıyla tamamlanması için önemlidir. Sıcaklık, süre ve hız gibi değişkenler, malzemenin istenilen özelliklerini kazanmasını sağlar. Özellikle yüksek sıcaklık altında, parçacıklar arasında atomik düzeyde birleşme gerçekleşir, bu da malzemenin yoğunlaşmasını sağlar. Başlangıç aşamasında, küçük tane sınırları oluşur ve parçacıklar arasındaki temas noktaları giderek büyür. Bu noktada, parçacıklar arasındaki temasın ve kaynaşmanın önemi ortaya çıkar. Sonraki aşamalarda, parçacıklar arasındaki küçük boşluklar doldurulur ve malzemenin poroziteleri azalır. Tane sınırlarındaki difüzyon süreci, malzemenin homojenliğini ve dayanıklılığını artırır. Bu süreç, seramik malzemelerin istenilen yapısal özelliklere kavuşmasını sağlayan kritik bir adımdır. Sinterlemenin son basamağında ise; küçük olan gözenekler gözükmeyecek şekilde yok olmaya başlamakta ve başarılı bir sinterleme sonrasında hepsi ortadan kalkmaktadır. Yüzey alanı azaldıkça, yüzey enerjisi daha azdır. Son aşamanın daha yavaş olması, sinterlemenin daha başarılı olmasına yardımcı olacaktır (Özkan 2009, Özen 2015).

Sıvı faz sinterlemesinde ise ; taneler arasındaki ince boşluklarda yüksek basınçlar oluşur. Sıvı olan faz, katı haldeki taneleri ıslatır. Sinterleme esnasında fazlardan birisi vizkoz halinde bulunur. Ergime noktalarının farklı olduğu malzeme gruplarında görülen bir sinterlemedir (Özen 2015).

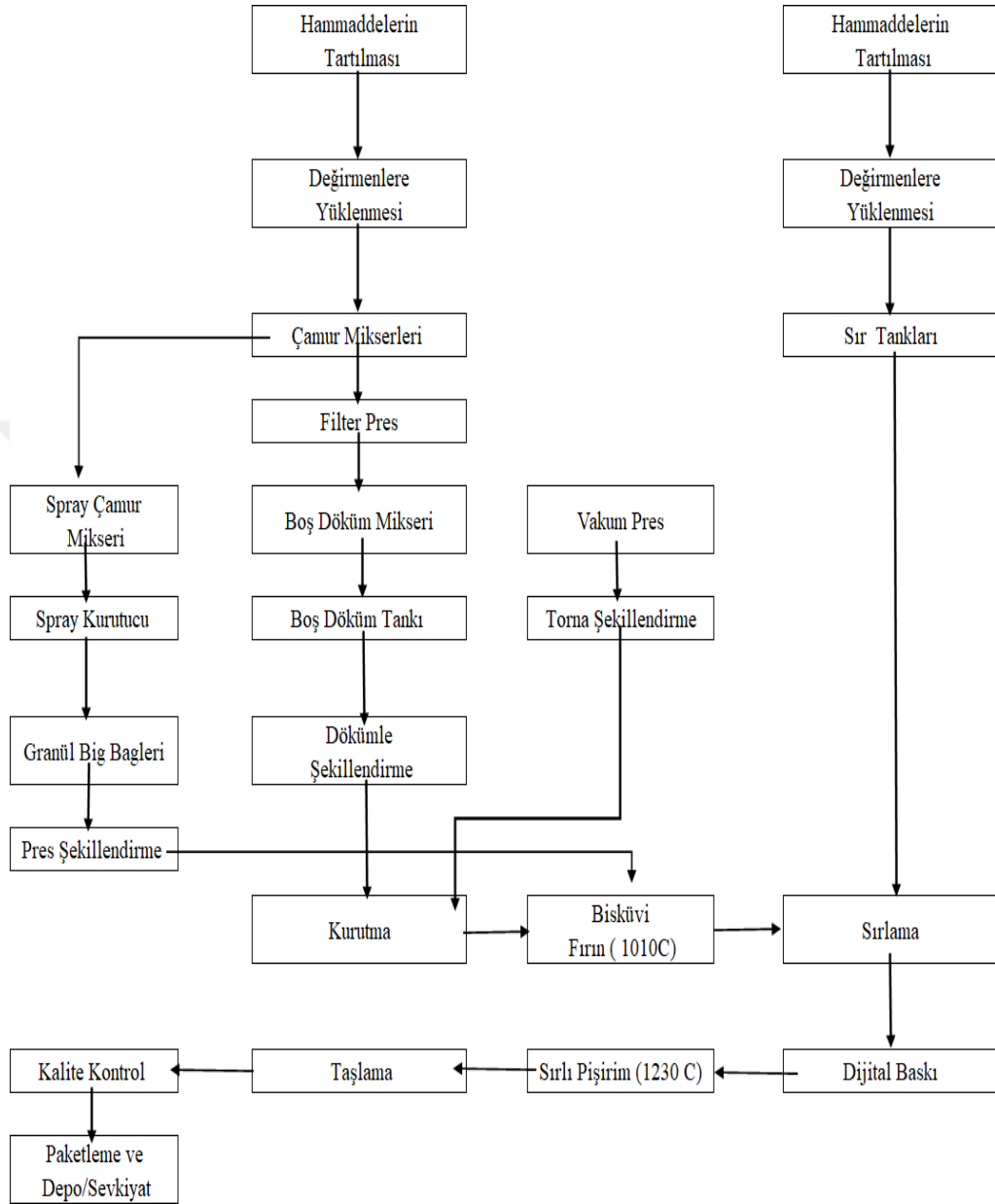


Şekil 16. Bonna Porselen A.Ş. endüstriyel tünel tipi bisküvi ve sırlı fırın (Forno Ceramica)

Porselen üretimi, sinterleme sıcaklığı yüksek olan ve camlaşmaya yakın noktalara kadar ısıtıldığı için dikkatle takip edilmesi gereken proseslerden oluşmaktadır. Pişirim esnasında çıkarılan yüksek ısı sırasında, sırlı pişirim sonrasında (camlaşma ile beraber) %12-20 arasında küçülmelere sebep olur. Bu durum fırın rejiminden, hammadde özelliklerine kadar kalıp ve form tasarımı noktasında dikkate alınması gereken bir parametredir. Son ürün boyutlarını belirleyen, tasarımı ve müşteri taleplerini karşılayacak şekilde üretim için küçülme farklılıkları göz önüne alınır.

Üretim proseslerinden sırlı pişirim (Şekil 16 Bonna Porselen A.Ş. endüstriyel tipi fırın), 1200-1240 °C 'de 7-8 saat sürecektir. Doğadaki hammaddelerden elde edilerek yapılan bir son ürün ortaya çıktığı gibi, doğadaki hammaddelerin içermiş olduğu bazı mineraller barındırır. Demir oksit bunlardan biridir. Fe_2O_3 sinterleme durumuna göre bünyesinde sarı- kahverengi bir renk açığa çıkarır. Oksidatif ortamda sinterleme bu yüzden tercih edilmez (Özen 2015)

Porselen üretimi, hammaddelerin hazırlanma aşamasından son ürün paketlenmesine kadar olan birçok proses adımını içermektedir. Şekil 17'de porselen üretim akım şeması görülmektedir.



Şekil 17. Porselen Üretim Akış Şeması

4 MATERYAL ve METOT

4.1. Amaç

Seramik sektöründe yaygın olarak pres ile şekillendirme kullanılmaktadır. Özellikle gelişen teknoloji ile İzostatik Pres Yöntemi çok ilgi kazanmıştır. Sanayide özellikle hidrolik preslerden, izostatik pres yöntemine geçiş yaşanmaktadır. İzostatik pres avantajlarını kısaca yüksek uygulama basıncı, ürünlerde düşük hata oranları, daha plastik karışımların kullanılabilmesi, şekillendirme sonrası kurutma kolaylığı, üretim maliyetlerinin % 25 oranında daha düşük olması v.b. sayılabilir.

Bu çalışmanın amacı, Bonna Porselen Fabrikası'nda izostatik toz pres teknolojisi kullanılarak farklı basınç değerlerinin ürünlerin presleme, pişirme, sinterleme ve kalite süreçlerine olan etkilerini araştırmaktır. Tüm proseslerdeki parametreler kayıt altına alınarak istatistiksel veriler ile sonuçlar çıkarılmıştır ve presleme esnasında değişen bir parametrenin diğer tüm proseslerdeki etkileri hakkında yorumlar yapılmıştır.

İzostatik preste deney numunelerinin şekillendirilmesi ve sinterleme işlemleri ve bazı testler Bonna Porselen Fabrikası teknolojik imkanları kullanılarak gerçekleştirilmiştir.

4.2. Deney Programı

Bonna Porselen Ar-Ge laboratuvarında hazırlanan numuneler, üretim şartları göz önünde bulundurularak testlere tabi tutulmuştur. İzostatik presleme yöntemi ile şekillendirilmek amacı ile çamur püskürtmeli kurutuculardan geçirilerek granül haline getirilmiştir. Granüller pres üstünde big bag adı verilen torbalarda, homojen nem oranının sağlanması için bekletilmiştir. Hazırlanan granül toz pres kalıplarında belirli basınçlarda basılarak şekillendirilmiştir. Farklı izostatik presleme basıncı uygulanan numuneler, normal üretim şartları dikkate alınarak ve sabit parametrelerde tutularak prosesler iletirilmiştir.

5 farklı izostatik basınç altında hazırlanan numuneler, bisküvi pişirimi sonrası su emme (%), porozite testi (%), sırlı su emme (%) ve pişme küçülmesi, toplu küçülme (%), renk

ölçümleri, mukavemet testleri ve diğer kimyasal analizlerin yapılması için laboratuvar şartlarında hazırlıklar yapılmıştır. Beş farklı izostatik pres basıncına tabi tutulan numuneler, sabit sinterleme sıcaklığı ve ortam koşullarında hazırlanmıştır.

Testler için hazırlanan numunelerin akış şeması Şekil 22’de detaylı olarak verilmiştir. Tüm testler aynı laboratuvar cihazları kullanılarak yapılmıştır. Bazı testler bisküvi pişirim sonrası yapılırken, diğer test sonuçları için sırlı pişirim sinterlemesi de yapıldıktan sonra testler devam etmiştir. (nihai mukavemet, nihai su emme, toplam küçülme %, mukavemet gibi)

4.3. Kullanılan Başlangıç Hammaddeleri

4.3.1 Porselen Reçetesinin Kimyasal Analizi

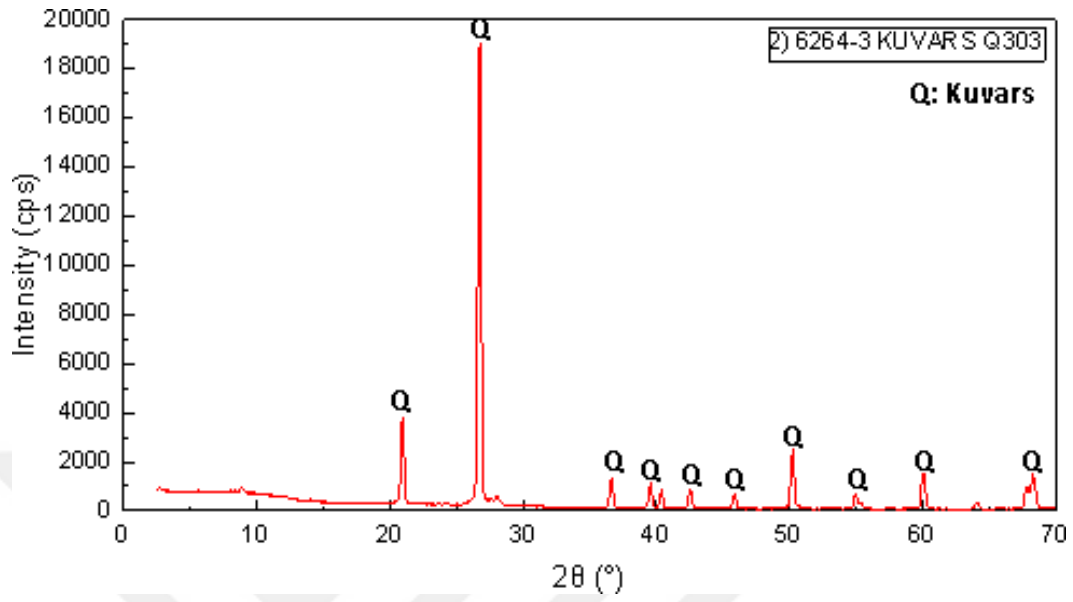
Yapılan bu çalışmada, Bilecik bölgesinde faaliyet gösteren Bonna Premium Porselen bünyesinden temin edilen porselen hammaddeleri ve üretimde kullanılan standart masse reçetesi esas alınmıştır.

Çizelge 4. Deneylerde kullanılan porselen massenin kimyasal analizi

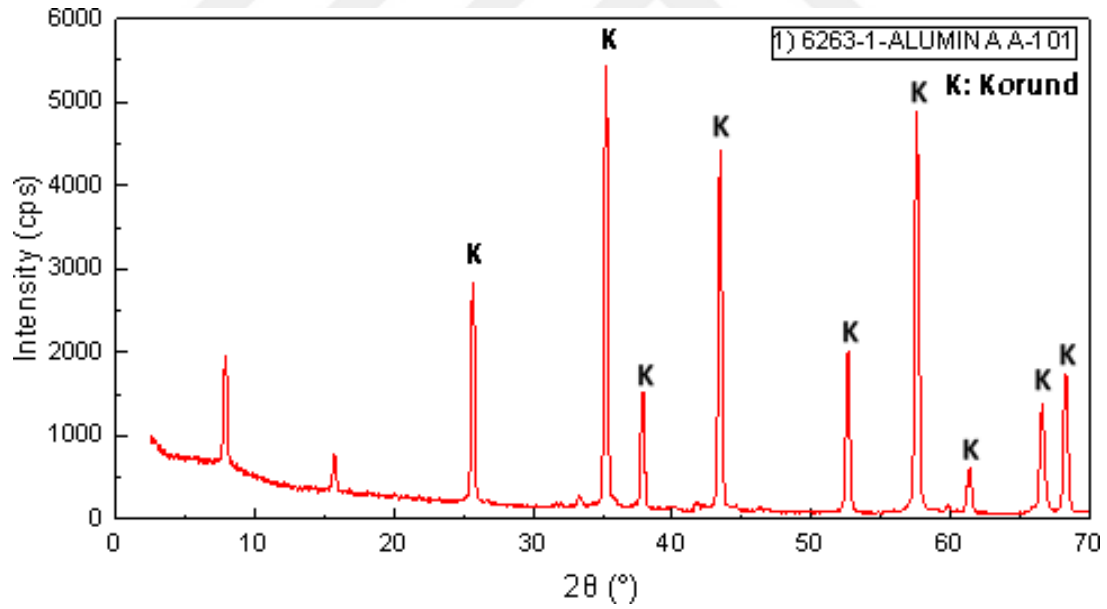
Bileşen	Sonuç (%)
Na ₂ O	4.144
MgO	0.08
Al ₂ O ₃	29.53
SiO ₂	59.59
P ₂ O ₅	0.07
K ₂ O	0.42
CaO	0.54
TiO ₂	0.109
Fe ₂ O ₃	0.245
A.Z.	5.248

4.3.2. Kullanılan Hammaddelerin XRD Analizi

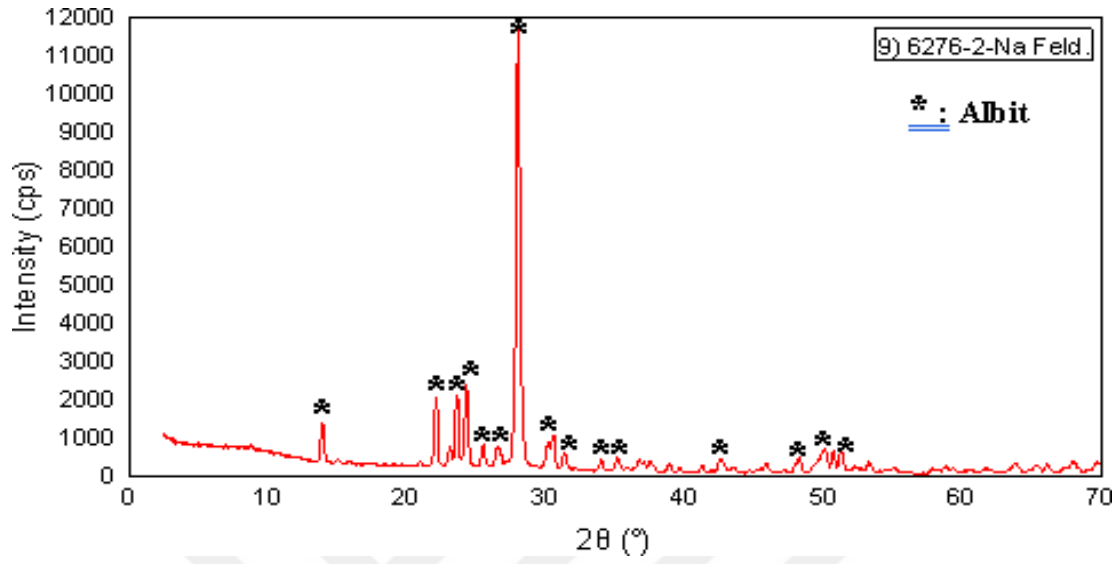
Reçeteyi oluşturan hammaddelerin mineralojik kompozisyonlarının belirlenmesi için X-ışını difraktometre (XRD) analizi yapılmıştır. XRD Patternleri Şekil 18, 19, 20 ve 21’de verilmiştir.



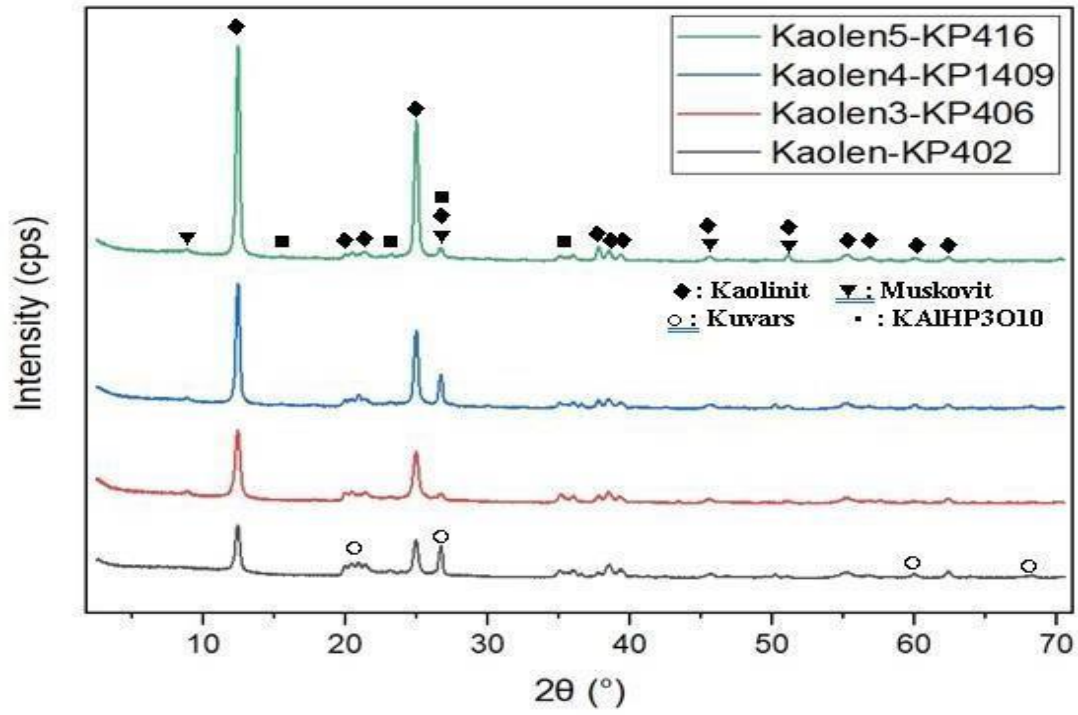
Şekil 18. Q Kuvars paterni



Şekil 19. Korund XRD paterni



Şekil 20. Albit XRD paterni



Şekil 21. Reçetede Kullanılan Kaolenlere ait XRD pater

4.4 Porselen Üretim Prosesi

Deneyisel çalışmada izlenen üretim prosesi akım şeması detaylı olarak açıklanmıştır ve Şekil 22’de gösterilmiştir.

4.4.1 Granül Numunesinin Alınması ve Nem Tayini (%)

Analizi yapılacak olan reçeteye ait granülün big bag çuvalından numuneler alınmıştır. Granül big bag çuvalının stok yığının farklı bölgelerinden numune alınarak temsili numune alma yöntemi ile tüm yığını temsil edecek malzeme numunesi alınmıştır. İlk tartım ve kurutma sonrası sabit tartım alınarak nem yüzdesi belirlenmiştir.

4.4.2 Deney Numunelerinin Şekillendirilmesi

Deney numunelerinin hazırlanması iki aşamada eş zamanlı olarak yürütülmüştür. Bonna Premium Porselen şekillendirme ünitesinde bulunan DORST Pres Teknolojisi ile izostatik üretim presinde deney numuneleri şekillendirilmiştir. (Bozok Aş, “Dorst Maschinen und Anlagenbau”,13Kasım 2023, <http://www.bozokas.com.tr/haber/mumessillikler/202/dorst-maschinen-und- anlagenbau.aspx>)

650 mm silindir çapına kadar ayarı yapılmış, şekillendirme basıncı ve boşaltma basınçlarının stabil kontrol edildiği, 300 bar’a kadar kapama ve izostatik basınca çıkarılabilecek şekilde kontroller yapılmıştır. Mevcut standart üretim prosesinde 270 bar izostatik basınç referans alınarak, sırasıyla 230,240,250,260,270 (bar/mm²) seviyelerine düşülmüştür. Her bir bar/ mm² değişikliğinde kalıptan mamul düştüğü andan itibaren; 1 adet çapak kırma, 2 adet şerit zımpara ve 3 adet sünger istasyonundan geçirilerek kontrolleri yapılmıştır ve ham boyut ölçümleri için numuneler ayrılmıştır. Presleme performansında olası bir değişiklik söz konusu olup olmayacağı gözlemlenmiştir. (paketleme performansı, sıkıştırma, toz atma, ham ürün firesi, strok/bomse değişimi, çapak kırma, rötuş kalitesi vs.) Üretim proseslerindeki gözlemler ve testler devam ederken, eş zamanlı olarak da Ar-Ge laboratuvarındamukavemet testinin yapılabilmesi için deney numuneleri hazırlanmıştır. Ar-Ge laboratuvarında bulunan hidrolik kuru pres yardımıyla aynı masse reçetesinden alınan %3-5 nemine sahip granül ile 270 bar’dan 230 bar’a kadar manuel olarak basınç ayarı yapılmıştır ve her basınçtan 5’er adet numune

hazırlanmıştır. Ham, bisküvi ve sırlı pişirim sonra mukavemet testi yapılacağından dolayı hidrolik preste 75 adet tablet numunesi şekillendirilmiştir.



Şekil 23. GABBRIELLI Teknoloji , Labaratuvar tipi hidrolik pres (Gabbrielli Technology S.r.l.
"Presses 80-225 Ton",12 Ocak 2024)

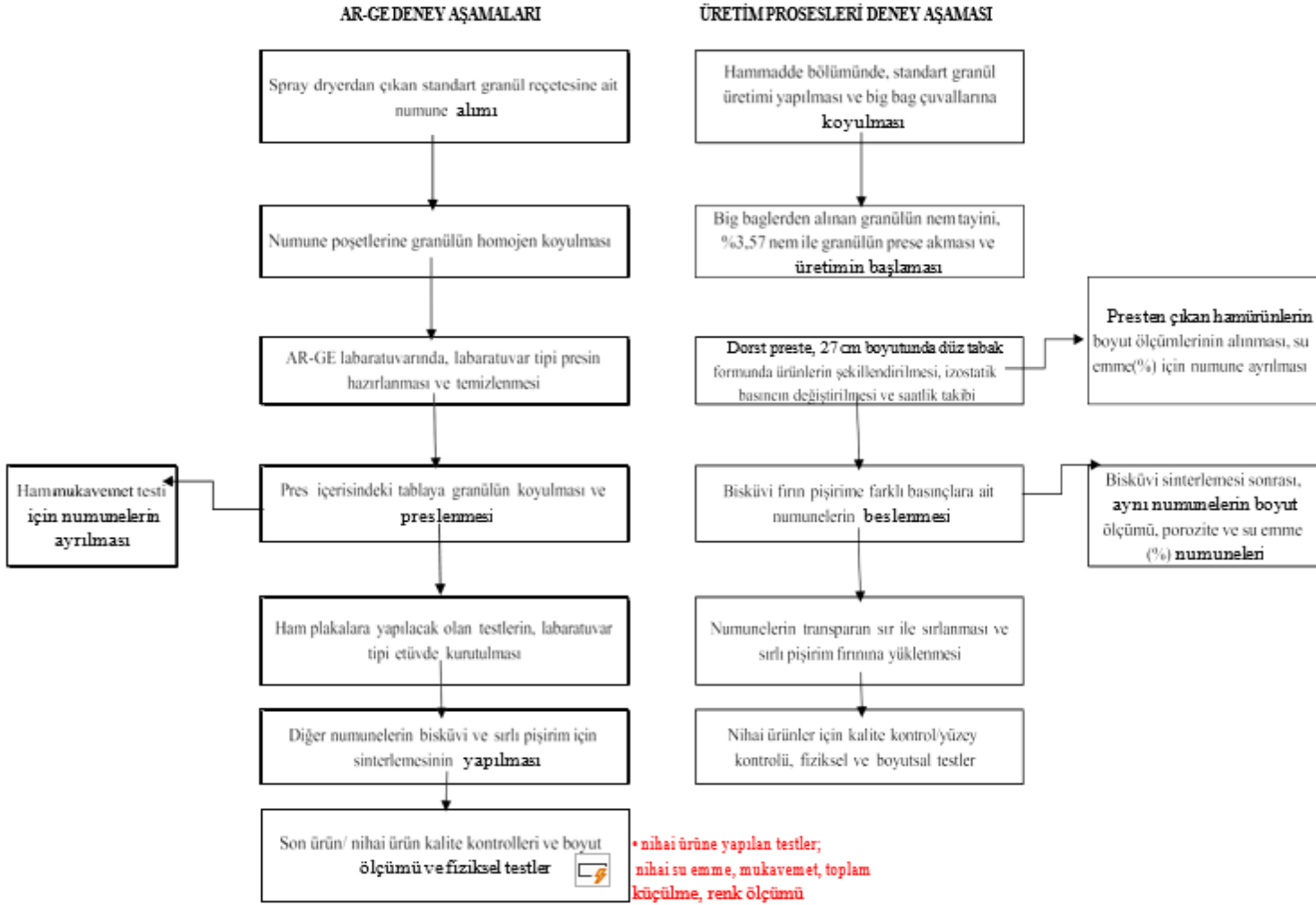
4.4.3 Kurutma ve Sinterleme

Ar-Ge laboratuvarında yapılacak olan mukavemet testi için, öncelikli olarak tıpkı işletme içerisindeki DORST izostatik presteki gibi Ar-Ge bünyesinde bulunan GABBRIELLI laboratuvar presi ile 270 bar'dan 230 bar'a kadar ham mukavemet, bisküvi ve nihai ürün mukavemet sonuçları için 5 farklı basınçta 5'er adet numune hazırlanmıştır.

GABBRIELLI laboratuvar presi numuneler üzerinde test yapmak için pnömatik-hidrolik manuel prestir. Temel olarak elle uygulanan baskı kuvvetine sahip bir pnömo-hidrolik silindirden oluşmaktadır ve Ar-Ge testleri için gereken tüm numuneler bu preste basılmıştır. Silindirden gelen maksimum kuvvet, operatör tarafından ayarlanmıştır. Bisküvi mukavemet ve nihai mukavemet için numuneler labaratuvar tipi seramik elyaf kaplı max. sıcaklığı 1250°C'ye çıkabilen etüvde 110°C'de 4 saat boyunca kurutulmuştur. Bisküvi fırın numuneleri 995°C-18 dakika, sırlı fırın numuneleri ise 1235 °C-15 dakika rejiminde Forni per Ceramica marka tünel fırınında sinterlenmiştir

4.4. Porselen Üretim Prosesi

Deneysel çalışmada izlenen üretim süreci akım şeması aşağıdaki gibidir.



Şekil 22. Deney Akış Şeması

4.5. Numunelere Uygulanan Testler

4.5.1. Su Emme (%)

Su emme testi için, öncelikle sabit bir granül reçetesi kullanılarak beş farklı izostatik basınç altında preslenmiş numuneler hazırlanır. Bu numuneler belirli bir sıcaklıkta normal pişirme şartlarında pişirilir ve ardından soğutulur. Soğutulmuş numunelerin kuru ağırlıkları ölçülür. Daha sonra, numuneler suya konarak 4 saat boyunca kaynatılır ve ardından 12 saat boyunca suda bekletilir. Numuneler suyun içinden çıkarıldıktan sonra kurutulur ve yaş tartımları yapılır, bu veriler kaydedilir. Yaş tartım ile kuru tartım arasındaki fark, numunelerin emdiği su miktarını gösterir. Şekil 24'de laboratuvar tipi numuneler için kullanılan etüv ve işletmede kullanılan tünel fırına ait görseller verilmiştir.

$$\% \text{Su Emme} : \frac{\text{Yaş Pişmiş Ağırlık(gr)} - \text{Kuru Pişmiş Ağırlık (gr)}}{\text{Kuru Pişmiş Ağırlık (gr)}}$$



Şekil 24. GABBRIELLI Teknoloji, laboratuvar tipi etüv ve Forni per Ceramica tünel fırın

4.5.2 Elek Analizi

Eleme, çeşitli endüstrilerde malzemenin tane boyutlarını belirlemede temel bir araç olarak kullanılan bir yöntemdir. Özellikle, elek analizi kırılmış veya öğütülmüş malzemenin tane boyut dağılımını belirlemek için önemlidir çünkü bu dağılımın doğru bir şekilde anlaşılması, üretim süreçlerinin verimliliğini artırmak ve ürün kalitesini iyileştirmek için hayati öneme sahiptir. Bu analiz, endüstrilerde üretim süreçlerinin optimize edilmesine katkıda bulunarak

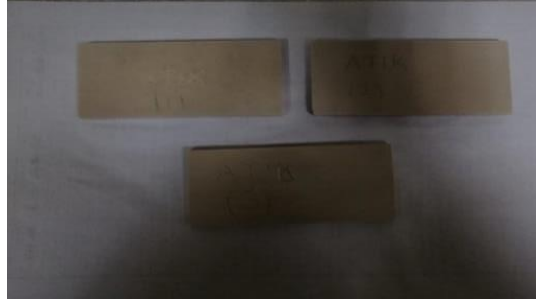
ekonomik ve kaliteli ürünlerin üretilmesine yardımcı olur. Bu metod, malzemenin işleme sürecindeki etkinliğini değerlendirmek için önemli bir araç sağlar. Özellikle, madencilik endüstrisinde, cevherlerin farklı tane boyutlarında mineral serbestleşme derecelerini belirlemek ve işleme süreçlerinin verimliliğini artırmak için kullanılır. Elek analizi, numunenin farklı büyüklükteki deliklere sahip eleklerden geçirilerek parçacık boyut dağılımının belirlenmesini sağlar. Bu yöntem, hem manuel hem de otomatik olarak gerçekleştirilebilir. Eleklerin büyüklük sırasına göre sıralandığı ve elek sarsma makinesiyle titreştirilerek eleme işleminin gerçekleştirildiği belirli bir süreç izlenir. Sonuçlar, elde edilen verilerin grafiksel olarak değerlendirilmesiyle parçacık boyut dağılımının analiz edilmesiyle elde edilir. Bu analizler, malzeme karakterizasyonunda ve üretim süreçlerinin kontrolünde önemli bir rol oynar.

4.5.3 Pişme Küçülmesi ve Toplam Küçülme (%)

Kurutma prosesinde gerçekleşen küçülme oranını tespit etmek için aynı numunelerin boyut ölçümleri tekrar alınır. Pişme sonrası küçülmeyi de hesaplayabilmek için numuneler standart pişirim sıcaklıklarında sinterlenir.

Kil ve kaolenlerin bünyesinde organik maddeler, kristal su, sülfatlar ve karbonatlar bulunmaktadır. Pişme sırasında organik maddeler yanar, gazlar uzaklaşır, kristal suyu ayrılır ve karışık kristal değişiklikleri olur. Pişme sıcaklığı arttıkça pişme küçülmesi artar. Dorst pres sisteminde, izostatik pres basıncı kontrollü bir şekilde barometre yardımıyla değiştirilerek beş farklı alternatif numuneler hazırlanmıştır. Preslenen ham numunelerden, deformasyon farklılığını ve pişme küçülmesini hesaplayabilmek için, ham olarak ve sinterleme sonrasındaki her aşamada boyut ölçümleri alınmıştır. Aşağıdaki formül kullanılarak pişme küçülmesi hesaplaması yapılmıştır. Laboratuvar presi ile basılan plakaların resimleri aşağıda verilmiştir.

$$\% \text{Pişme Küçülmesi: } \frac{\text{Kuru Uzunluk(mm)} - \text{Pişmiş Uzunluk (mm)}}{\text{Kuru Uzunluk (mm)}}$$



Şekil 25. Küçülme ve Deformasyon Plakaları

4.5.4 Porozite/ Yoğunluk Ölçümü

Porozite, bir malzemenin mekanik ve termal özellikleri için önemlidir. Seramik malzemelerde kullanıldığı yere göre önem taşır. (Yer ve duvar karosu, filtreler, kaplamalar) Korozyon ve mekanik aşınma davranışlarını oldukça etkilemektedir. Arşimet yöntemi, malzemenin su emme kapasitesini, yığınsal bulk özelliklerini ve açık porozite miktarını belirlemek için yaygın olarak kullanılan bir test yöntemidir. Bu yöntem, malzemenin fiziksel özelliklerini anlamak için önemli bir araçtır ve genellikle malzemenin performansını ve uygulama alanlarını değerlendirmede kullanılır. Su emme testi, malzemenin su emme yeteneğini ölçerken, yığınsal bulk ve görünen yoğunluk/açık porozite miktarları da belirlenir. Bu bilgiler, malzemenin kalitesini ve kullanımıyla ilgili çeşitli faktörleri anlamak için önemlidir. Arşimet yöntemi, malzemenin yapısal özelliklerini derinlemesine incelemek ve ürünün belirli gereksinimleri karşılayıp karşılamadığını değerlendirmek için etkili bir araçtır. Açık gözenek oranlarının bulunması daha kolay ve pratiktir. Numunedeki porların hacmi, onları dolduracak olan gerekli sıvının ağırlığından yola çıkarak hesaplanır.

- **Görünür Katı Yoğunluk:** Bir yoğunluk kavramı olup, numune ağırlığının görünür katı hacime oranı olarak hesaplanır. Yoğunluk birimi SI birimine göre yoğunluk birimi kg/m^3 , g/cm^3 cinsinden verilir. $1 \text{ kg/m}^3 = 0.001 \text{ g/cm}^3$ $1 \text{ g/cm}^3 = 1 \text{ kg/dm}^3 = 1000 \text{ kg/m}^3$;
- **Bulk (yığınsal) Yoğunluk:** Numune ağırlığının bulk hacime oranı olarak hesaplanır. Başka bir deyişle; tanelerden oluşan yığının, taneleri ve taneleri arasındaki boşlukları da dahil olmak üzere, birim hacminin kütlesidir.
- **Görünür Katı Yoğunluk:** Görünür hacim toz hacmi ve kapalı gözeneklerin hacmini içermektedir.

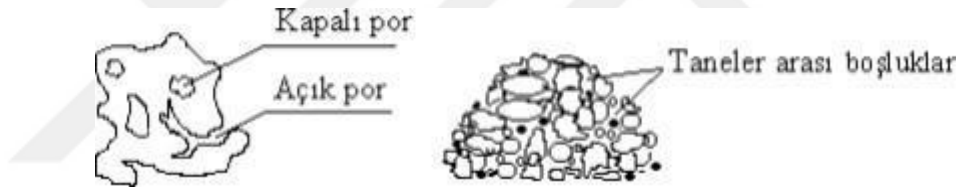
Numunedeki porların hacmi, onları dolduracak olan gerekli sıvının ağırlığından yola çıkarak hesaplanır.

- Görünür Katı Yoğunluk: Bir yoğunluk kavramı olup, numune ağırlığının görünür katı hacime oranı olarak hesaplanır.

Yoğunluk birimi SI birimine göre yoğunluk birimi kg/m^3 , g/cm^3 cinsinden verilir.

$$1 \text{ kg/ m}^3 = 0.001 \text{ g/cm}^3 \quad 1 \text{ g/cm}^3 = 1 \text{ kg/dm}^3 = 1000 \text{ kg/ m}^3$$

- Bulk (yığınsal) Yoğunluk: Numune ağırlığının bulk hacime oranı olarak hesaplanır. Başka bir deyişle; tanelerden oluşan yığının, taneleri ve taneleri arasındaki boşlukları da dahil olmak üzere, birim hacminin kütlesidir.
- Görünür Katı Yoğunluk: Görünür hacim toz hacmi ve kapalı gözeneklerin hacmini içermektedir.



Şekil 26. Açık ve kapalı porlarla birlikte taneler arası boşluk örneği

- Bulk (yığınsal) Yoğunluk: Numunenin toplam hacmine oranlanan ağırlıktır. Bu, numunenin içerdiği taneler ve bu taneler arasındaki boşluklarla birlikte birim hacminin kütlesi olarak ifade edilir. Bu parametre, malzemenin yoğunluğunu belirlemek için önemlidir ve malzemenin sıkıştırılabilirliğini ve dolayısıyla kullanım alanlarını etkileyebilir.
- Görünür Katı Yoğunluk: Bu, malzemenin toplam hacmi ile kapalı gözeneklerin hacmini içeren bir ölçümdür. Görünür hacim, tozun hacmini ve kapalı gözeneklerin hacmini kapsar. Bu, malzemenin içerdiği katı kütlenin birim hacmine karşılık gelir ve malzemenin yoğunluğunu belirlemek için önemli bir parametredir. Bu ölçüm, malzemenin yapısal yoğunluğunu ve dolayısıyla dayanıklılığını etkileyen faktörleri değerlendirmede kullanılır.
- Bir maddenin yoğunluğunun, referans bir maddenin yoğunluğuna oranı olan göreceli yoğunluk, birimsizdir. Su emme oranı hesaplanırken, kuru numunenin havadaki ağırlığı (WK), su ya da sıvı emdirilmiş numunenin su içindeki asılı ağırlığı (WA) ve su ya da sıvı

emdirilmiş (doymuş) numunenin havadaki ağırlığı (WD) kullanılır. Bu parametrelerden yola çıkarak su emme oranı formülü şu şekildedir:

$$\text{Su emme (\%)} = (\text{WD} - \text{WK}) / \text{WK} \times 100$$

Görünür katı hacmi, katı hacmi artı kapalı porların hacmini ifade ederken, yığinsal (bulk) yoğunluk, numune kütlesi ile yığinsal hacim arasındaki oranı gösterir. Görünür katı yoğunluğu ise numune kütlesi ile görünen katı hacim arasındaki oranı belirtir.

Ayrıca, % Görünür porozite hesabı için açık porların hacmi ile bulk hacminin oranı alınarak bu değer yüzde olarak ifade edilir. Toplam porozite hesaplamasında ise katının teorik yoğunluğundan faydalanılır ve % Toplam porozite, $(1 - \rho_{\text{bulk}} / \rho_{\text{teorik}}) \times 100$ formülüyle bulunur. Hazırlanan numuneler, hammadde ve Ar-GE laboratuvarları test cihazları ve yöntemleri kullanılarak, ağırlığı sabit kalıncaya kadar etüvde kurutulur ve hassas terazide numuneleri tartılır (WK). Numuneler 120C sıcaklığa çıkarılır ve kaynayan su içerisine atılır, 4 saat süresince kaynatma işlemi devam ettirilir, daha sonra oda sıcaklığına indirilir. Numuneler deney için özel hazırlanmış düzenekte su içerisinde asılı ağırlıkları tartılır (WA). Daha sonra numune sudan çıkarılır, yüzeyindeki su kâğıt havlu yardımıyla silinir ve hızlı bir şekilde terazide tartılır (WD). Bunun için hassas terazi, beher ve saf suyla birlikte maşa, beher yardımıyla hazırlanır.

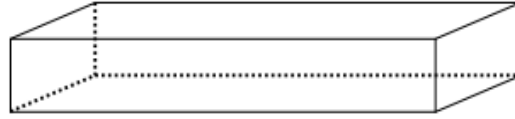
4.5.5 Üç Nokta Eğme Dayanımı Testi/ Mukavemet Tayini

Malzemenin mukavemeti hakkında ve mekanik özelliklerini tespit etmek amacıyla yapılan bir test yöntemidir. Ürünün tasarım özellikleri ve eğilme altındaki direnci hakkında bilgiler verir. Özellikle mukavemet tayinini 3 aşamada ölçümlemek de fayda vardır;

- **Ham Mukavemet:** Şekillendirilmiş ham (henüz kurumaya alınmamış) numunelerin kendi ağırlığı altında deformasyona uğramaması ve kurutucuya kadar deforme olmadan taşınabilmesi gerekmektedir. Ham mukavemet ölçümü için pres kalıbından hemen çıkarılan numunelerin mekanik dayanımı tespit edilir.
- **Kuru Mukavemet:** Kurutma sonrası (laboratuvar etüvünde kurutulan numuneler) numunelerin sahip olduğu mukavemete verilen isimdir. Bu işlemten sonra tek pişirim fırınına yükleme, sırlama, dekorlama gibi proseslere giren ürünler mekanik dış bazı etkenlere maruz kalır. Oldukça minimum seviyelerde hasar almalıdır.
- **Pişirme Sonrası Mukavemet (Nihai/Son Ürün):** Standartlar dahilinde sırlı pişirim

fırınından çıkan ürünlerin belli bir mukavemet değerine sahip olması gerekmektedir. Bonna Porselen fabrikasında bulunan laboratuvar presinde kuru presleme yöntemi ile en hatasız olacak şekilde mukavemet plakaları hazırlanır. 5 farklı izostatik pres basıncı işletme de denendiği gibi laboratuvar şartlarında da aynı basınçlarla 5'er numune her bar basıncı ile basılır. Standart granül reçetesi alınan granül %5 seviyelerinde nemlendirilerek, presleme için hazır hale getirilir. Şekillendirilen numuneler hemen mukavemet tayini için cihaza yerleştirilir.

Kuru mukavemet ölçümü için ham şekillendirmesi yapılan numuneler laboratuvar etüvünde minimum 4 saat kadar kurumaya bırakılır. Etüvden çıkarıldığı gibi teste tabi tutulur. Pişme sonrası mukavemet tayini için numuneler kurutulup sabit pişirim sıcaklığında pişirildikten sonra teste tabi tutulur. Ham, kurutulmuş, pişirilmiş haldeki numunelerin yükseklikleri (h) ve genişlikleri (b) ölçülerek kaydedilir. Sağlıklı test sonuçlarının alınması için 5'er mukavemet plakası her durum için basılmış olup, ortalama değerleri alınmıştır.

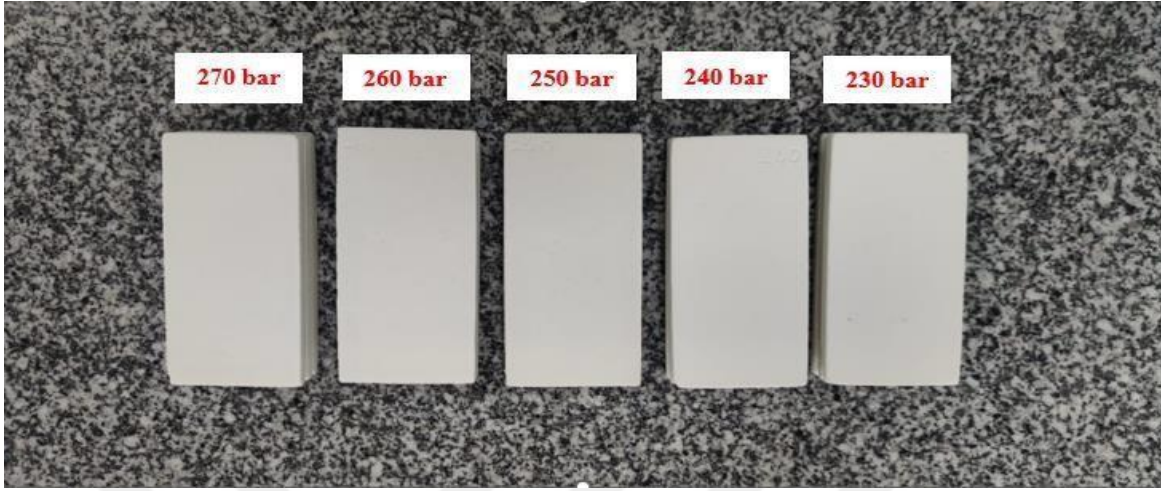


Şekil 27. Mukavemet plakası (dikdörtgen prizma numune) dışarıdan kesit örneği

Tüm numunelerde mukavemet tayini yapılırken düzgün bir şekilde cihaza yerleştirilir. Cihazda mesnetler arası mesafe ölçülür. (L) Giderek arttırılan bir kuvvet etki ettirilir. (F) Numune kırılışıya kadar F kuvveti arttırılmaya devam edilir. Böylelikle numunenin direnci ve kırılma dayanımı ölçülmüş olur. Numunenin kırıldığı andaki F kuvveti kayıt altına alınır ve formül ile mukavemet değeri hesaplanır.

Kırılma mukavemeti aşağıdaki formülle hesaplanır;

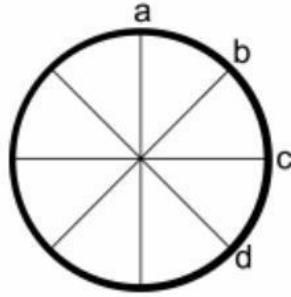
$$\sigma = \frac{3}{2} \frac{FxL}{bxh^2} \text{ (Kg/cm}^2\text{)}$$



Şekil 28. Mukavemet tayini içi hazırlanan numune örnekleri

4.5.6 Gönyeden ve Dairesellikten Sapma Tayini

Porselen kupa, fincan ve tabak formları dört farklı konumdan işaretlenerek ölçümlenir. Ölçümler arasındaki farklar kayıt altına alınarak sapmalar hesaplanır. Ağız çapları aşağıdaki görseldeki gibi işaretlenerek belirlenir ve kumpas yardımının yanı sıra gözle de muayene edilerek teyit edilir. (Gönyeden sapma)



Şekil 29. Dairesellikten sapmanın belirleneceği ölçüm alınan noktalar

4.5.7 CIE $L^*a^*b^*$ Renk Değerlerinin Ölçümü

Lab^* renk uzayı, renklerin objektif bir şekilde ölçülmesini ve tanımlanmasını sağlayan bir sistemdir. Bu sistem, renkleri üç boyutlu bir koordinat sistemi içinde tanımlar. Bu üç boyut, L^* , a^* ve b^* olarak adlandırılır.

L^* (Parlaklık): L^* , renk tonunun açıklığını ifade eder. 0 (siyah) ile 100 (beyaz) arasında

değer alır. 0 siyahı, 100 ise beyazı temsil eder. Dolayısıyla, daha açık renkler daha yüksek L^* değerlerine sahip olacaktır.

a* (Yeşil ve Kırmızı Tonları): a^* ekseninde, yeşil (negatif değerler) ve kırmızı (pozitif değerler) tonlar yer alır. 0, nötr griyi temsil eder. Pozitif değerler kırmızıya olan uzaklığı, negatif değerler ise yeşile olan uzaklığı ifade eder.

b* (Mavi ve Sarı Tonları): b^* ekseninde, mavi (negatif değerler) ve sarı (pozitif değerler) tonlar bulunur. 0 yine nötr griyi ifade eder. Pozitif değerler sarıya olan uzaklığı, negatif değerler ise maviye olan uzaklığı gösterir.

Lab* renk uzayı, renkler arasındaki farklılıkları belirlemek için kullanılır. Örneğin, iki renk arasındaki uzaklığı hesaplamak için kullanılabilir. Lab* değerleri, renkleri insan gözünün algılamasına göre daha doğru bir şekilde tanımlar ve bu nedenle renk eşleştirmesi, renk doğruluğu ve renk karşılaştırması gibi birçok uygulamada kullanılır.

"Gloss" ise bir yüzeyin parlaklığını veya matlığını ifade eder. Bir yüzeyin parlaklığı, yansıtılan ışığın miktarına bağlıdır. Parlak yüzeyler, yansıtılan ışığı yoğun bir şekilde yansıtırlarken, mat yüzeyler daha az ışık yansıtırlar. Gloss değerleri genellikle birimlerle ifade edilir ve yüzeyin parlaklığını ölçmek için kullanılır. Daha yüksek gloss değerleri, daha parlak yüzeylerle ilişkilendirilirken, düşük gloss değerleri daha mat yüzeyleri gösterir.

Seramik sektöründe Lab* ve gloss ölçümleri, ürünlerin kalitesini değerlendirmek, renk tutarlılığını kontrol etmek ve müşterilere istenen sonuçları sağlamak için önemli bir rol oynar.

Renk Tutarlılığı Kontrolü: Seramik üreticileri, ürettikleri karoların veya seramik yüzeylerin renklerinin tutarlılığını sağlamak için Lab* renk ölçümlerini kullanırlar. Üretim sürecindeki her parti veya ürün için standart bir renk aralığı belirlenir ve üretilen her ürün bu standartlara uygun olmalıdır. Lab* değerlerinin ölçülmesi, ürünler arasındaki renk farklılıklarını tespit etmek ve gerekirse düzeltme yapmak için kullanılır.

Renk Eşleştirme: Müşterilerin isteklerine uygun özel renkler üretmek veya mevcut bir renge yakın ürünler sağlamak için Lab* renk uzayı kullanılır. Müşterinin verdiği örnek bir rengi analiz ederek, üretici uygun renk formülasyonunu belirleyebilir ve istenen sonucu elde edebilir.

Parlaklık ve Matlık Kontrolü: Seramik yüzeylerin parlaklık veya matlık derecesi, gloss ölçümleriyle belirlenir. Bu ölçümler, ürünlerin estetik görünümünü belirlemek ve istenilen

yüzey etkisini sağlamak için kullanılır. Örneğin, banyo veya mutfakta kullanılacak karolar genellikle yüksek parlaklıkta olması tercih edilirken, zemin karolarında daha mat bir yüzey tercih edilebilir.

Kalite Kontrolü: Lab* ve gloss ölçümleri, seramik ürünlerin kalitesini değerlendirmek için önemli araçlardır. Üretim sürecinde her aşamada bu ölçümler yapılır ve ürünlerin kalitesini garanti altına almak için standartlar belirlenir. Herhangi bir ürünün belirlenen standartları karşılamaması durumunda, üretim sürecinde değişiklikler yapılır veya ürünler elenir.

Sonuç olarak, Lab* ve gloss ölçümleri, seramik sektöründe renk tutarlılığını sağlamak, özel renkler üretmek, estetik görünümü belirlemek ve ürün kalitesini kontrol etmek için önemli araçlardır. Bu ölçümler, müşteri memnuniyetini artırmak ve rekabet avantajı sağlamak için seramik üreticileri tarafından aktif olarak kullanılır.

4.5.8 XRD Faz Analizi

İki farklı basınç değerinde izostatik pres ile üretim şartlarında 230 bar ve 270 bar olacak şekilde şekillendirilen ve 985°C sıcaklıkta bisküvi fırın rejiminde sinterlenen bisküvi numuneleri hazırlanmıştır. Aynı zamanda reçetede kullanılan hammaddelerin XRD analizleri Afyon Kocatepe Üniversitesi Teknoloji Uygulama ve Araştırma Merkezi (TUAM) bünyesinde, Yüksek Sıcaklık Aparatlı X-Işınları Kırınımı (XRD) BRUKER marka D8 ADVANCE model cihazıyla gerçekleştirilmiştir.

4.5.9 Taramalı elektron mikroskobu (SEM) ile mikro yapı analizi

Numunelerin mikroyapı görüntülerinin alınabilmesi için numuneler, numune hazırlama işlemlerinden geçirilmiştir. Taramalı elektron mikroskobu için zımparalama ve parlatma işlemlerine tabi tutulduktan sonra kaplamaları sağlanmıştır. Taramalı Elektron Mikroskobu veya SEM (Scanning Electron Microscope) , yüksek enerjili elektronlarla yüzeyin taranması mantığı ile çalışır. SEM analizi, malzemelerin ısı işlem boyunca meydana gelen değişimlerini, çekirdeklenme ve kristal büyüme, kristal yapı hakkında ayrıntılı bilgiler vermektedir. Eskişehir Teknik Üniversitesi, Seramik Araştırma Merkezi (SAM) Zeiss Supra 50 VP (FEG Gun) marka elektron mikroskobu ile analizler gerçekleştirilmiştir.

4.5.10 SPC (İstatistiksel Proses Kontrol) Analizi

İstatistiksel analiz için gerekli tüm verilerin toplanması ve okunması eş zamanlı olarak gerçekleştirilmiştir. İzostatik preste 270,260,250,240 ve 230 bar ile şekillendirilen her 10 adet numune presten düştüğü andan itibaren ölçüm için ayrılmıştır ve bir kontrol kartı oluşturularak ham ağırlık, çap, yükseklik, kenar kalınlık gibi fiziksel ölçümleri değerlendirmek üzere kayıt altına alınmıştır. Aynı numuneler bisküvi fırını (985°C) ve sırlı fırın sinterlemesi (1235°C) sonrası ölçümlere tabi tutulmuştur.

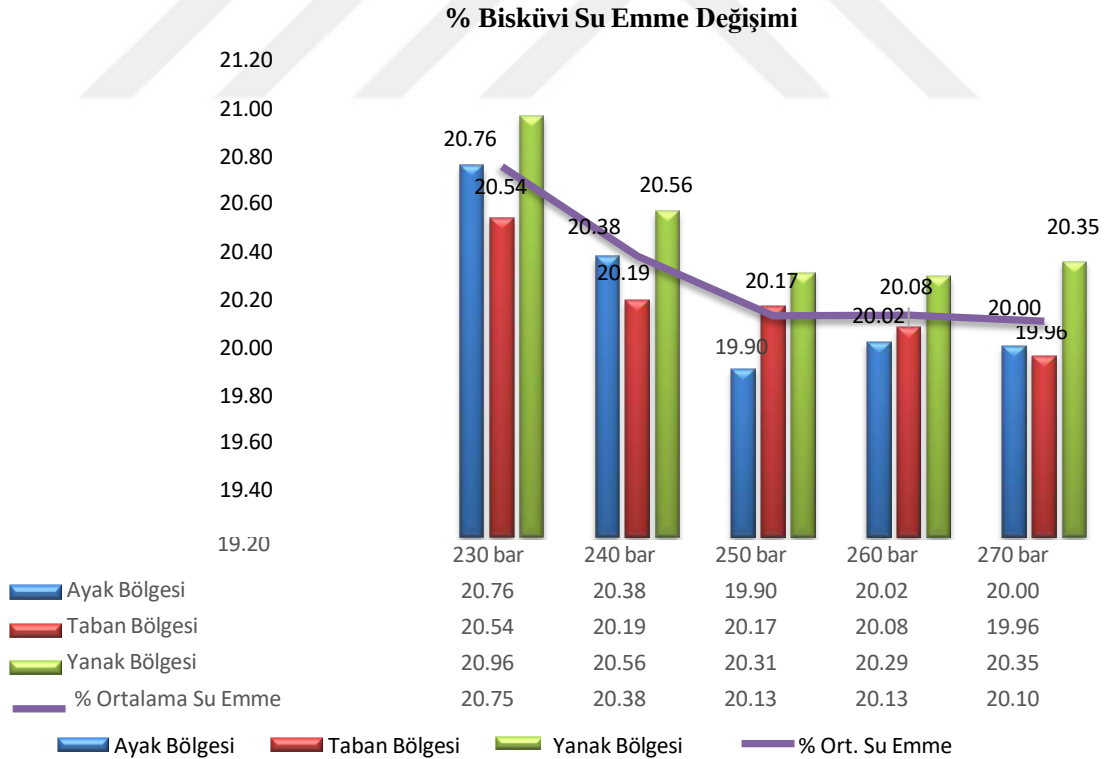
Prosesin değişkenliğini daha iyi gözlemleyebilmek ve yorumlayabilmek adına 3 gün boyunca sistematik şekilde değiştirilen izostatik basınç numunelerinin tüm fiziksel ölçümleri kayıt altına alınmıştır. İzostatik presin hızı/saatlik çıktı ve numune sayısının rahatlıkla artırabilmesinden dolayı, ham ürün ağırlığı, çap ve yükseklik gibi parametrelere ait verilerin kayıt altına alınması saatlik olarak takip edilmiştir.

Ham ürün kalite planında yer alan tolerans aralıklarına göre, ölçümü alınan her numunenin alt ve üst limitleri kontrol edilerek kayıt altına alınmıştır. Böylelikle izostatik basıncın ham ağırlık değişimine olan etkisi, belirli aralıklarla her basınçtan alınan ölçümlerin ortalamasından yola çıkarak X şemasını oluşturmuştur. Minimum basınç değerine ait numuneler ile maksimum basınç (standart üretim) numuneleri arasındaki en küçük ve en büyük değer R değerini oluşturmuştur.

5 BULGULAR

5.1. Su Emme (%) Testi Yarı Mamul ve Nihai Ürün Üzerine Etkisi

Porselen sofr a eşyalarının bisküvi ve sırlı pişirim su emme standartları ayrı ayrı değ erlendirilmektedir. Bu ürünler, yüksek kaliteli teknik özelliklere sahip olup su emme oranı oldukça düş üktür. Özellikle porselen karolar için gereken düş ük su emme değ eri, genellikle ISO 13006 standartlarına göre <%0,5'ten daha azdır. Bazı ürünlerde ise bu oran <%0,1'e kadar düş ebilir. Bu düş ük su emme oranı, ürünlerin suya karşı dayanıklılığını artırır ve uzun vadede performansını korumasına yardımcı olur. Tek pişirim sonrası alınan 5'er numune üzerinden yapılan su emme (%) değ erleri aş ağıdaki grafikte detaylı olarak verilmiştir. Bisküvi pişirim sonrasındaki su emme (%) değ eri, açık/kapalı porları etkilediğ inden, sır alma miktarıyla birlikte kaliteli bir sırlama yüzeyinin de ilk basamağı olarak kabul edilir.



Ş ekil 30. % Bisküvi Su Emme değ iş imi (%ortalama su emme)

Artan presleme basıncı ile sıkıştırmanın arttığı gibi, yüksek pres basıncında kapalı por

miktarı artacağından dolayı su emme değerinin düşmesi beklenir. Bisküvi ortalama %su emme değerlerinde, artan basıncın su emme değerinde kayıplara sebep olmadığı toleranslar dahilinde kaldığını ve ürün kalitesinde firelere sebep olmadığı görülmektedir. Yarı mamul fire detayları aşağıdaki tabloda gösterilmiştir.

Çizelge 5. Yarı mamul fire sonuçları (bisküvi kontrol)

Şekillendirme	Triaj	Görünür	Triaj	Dip	Triaj	Triaj	Toplam	Ayak
Basıncı	Kontrol	Çatlak	Ayak	Çatlak	Kenar	Dairesel	Çatlak	Kırık
	(Adet)	(%)	Çatlak(%)	(%)	Çatlak(%)	Çatlak(%)	Oranı(%)	(%)
230 BAR	75	1,3	2,7	0	0	0	4	2,7
240 BAR	78	0	0	0	0	0	0	20,5
250 BAR	72	1,4	2,8	0	0	0	4,2	18,1
260 BAR	74	0	0	0	0	0	0	0
270 BAR	82	0	0	0	0	0	0	3,7

Yarı mamul firelerinde yüksek presleme basıncı ayak kopuğu hatasının ön plana çıkmasına sebep olmuştur. Presleme esnasından sonra düşme bandına çarpma kaynaklı veya fırına yükleme esnasında taşıma kaynaklı bir problem olarak görülür. Artan pres basıncı kenar çatlak veya ayak çatlak oluşumunda durumu tetikleyen bir faktör olmadığı görülmektedir.



Şekil 31.Triyaj kontrolü esnasında karşılaşılan çatlak örnekleri

5.2 Elek Analizi Tayini

İkincil kırıcıda 2,5 mm'den daha küçük boyutlara öğütülen ve 300 gram ağırlığında olan numunenin elek analizi sonuçları, Çizelge 6'da verilmiştir. (Numune normal üretim şartlarında Bonna Porselen A.Ş spray dryer çıkışından alınarak titreşimli elekte test edilmiştir.)

Çizelge 6. Elek Analiz Tablosu

Tane Boyutu (mm)	Miktar		Toplam (Kümülatif)	
	Gram	%	Elek Üstü (%)	Elek Altı (%)
-2500 + 1,700	15,30	5,10	5,10	100,00
-1,700 + 1,200	60,02	20,01	25,11	94,90
-1,200 + 0,850	60,91	20,30	45,41	74,89
-0,850 + 0,600	43,83	14,61	60,02	54,59
-0,600 + 0,425	35,38	11,79	71,81	39,98
-0,425 + 0,300	24,92	8,31	80,12	28,19
-0,300 + 0,212	15,74	5,25	85,37	19,88
-0,212 + 0,150	13,17	4,39	89,76	14,63
-0,150	30,73	10,24	100,00	10,24
Toplam	300,00	100,00		

Elek altına geçen malzeme miktarı periyodik aralıklarla kontrol edilir. Kuru elemelerde eleme bitiş süresi, 1 dakikada elek elek altına geçen miktarın, başlangıçtaki malzeme miktarının %1'inden daha az olduğu zamandır. Eleme işlemi sonucunda elek seti sarsma makinasından alınarak, her elek üstünde kalan toz miktarı tartılıp tabloya kaydedilmiştir.

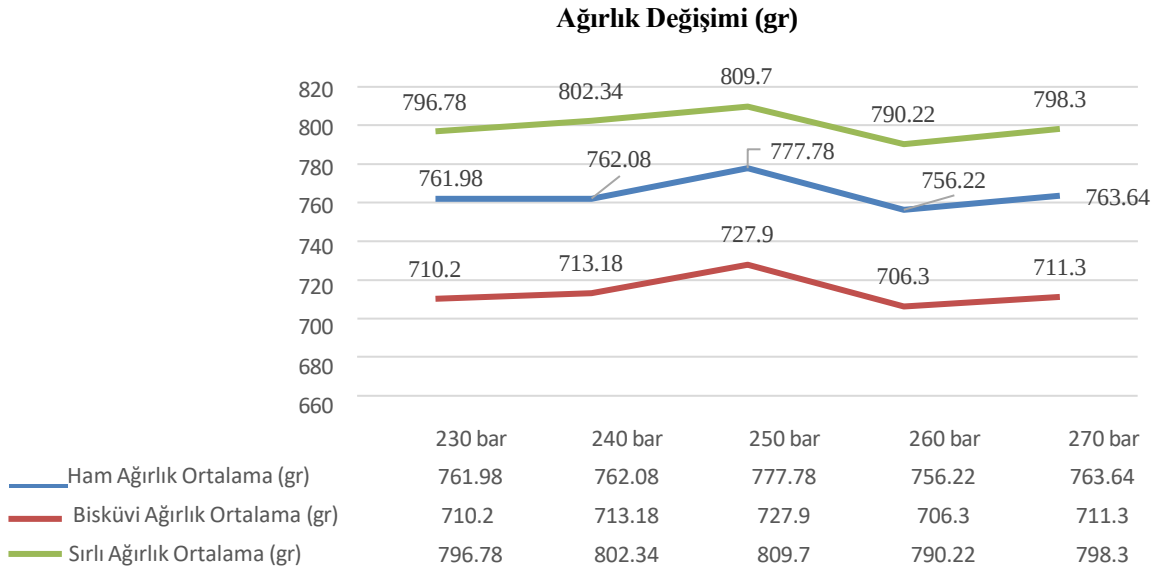
Elek analizinde kullanılan en iri elek açıklığı, elenecek numunedeki en iri tane boyutuna bağlı olarak seçilmiştir. Kullanılacak en iri elek açıklığı, numunedeki en iri tane boyutundan biraz küçük olmaktadır. Elemanın başlangıcından itibaren elek altına geçen miktar sürekli olarak Çizelge 6'da görüldüğü gibi toplam (kümülatif) olarak artmıştır. Bu nedenle eleme işleminin tamamlanacağı sürenin saptanması ve alınan granül numunesinin granülazasyon standartları oldukça önemlidir. Elek analizi sonuçları, presleme performansını ve toz atma miktarına bağlı olarak ürünlerin şekillendirme performansını etkileyen parametre olmuştur.

5.3 Pişme Küçülmesi ve Ağırlık Değişiminin (%) Ürün Üzerindeki Etkileri

Numuneler tüm proseslerde fiziksel ölçümlere tabi tutulur ve ağırlık, çap, kenar yükseklik ölçümleri tüm safhalarda kayıt altına alınır. Ham ve nihai ürün toleranslarına göre artan presleme basıncının ürünün fiziksel ölçüm değerlerine olan değişimi grafikler ile gösterilmiştir. Ham ürün toleranslarında çapa göre belirlenen değerlerde, anma ebatı ≤ 27 cm altında ise ağırlık ± 4 gr, çap $\pm 1,5$ mm ve kalınlık değeri ise $\pm 0,1$ mm olarak bilinir.

Numuneler tüm proseslerde fiziksel ölçümlere tabi tutulur ve ağırlık, çap, kenar yükseklik ölçümleri tüm safhalarda kayıt altına alınır. Ham ve nihai ürün toleranslarına göre artan presleme basıncının ürünün fiziksel ölçüm değerlerine olan değişimi grafikler ile gösterilmiştir.

Ham ürün toleranslarında çapa göre belirlenen değerlerde, anma ebatı ≤ 27 cm altında ise ağırlık ± 4 gr, çap $\pm 1,5$ mm ve kalınlık değeri ise $\pm 0,1$ mm olarak bilinir.

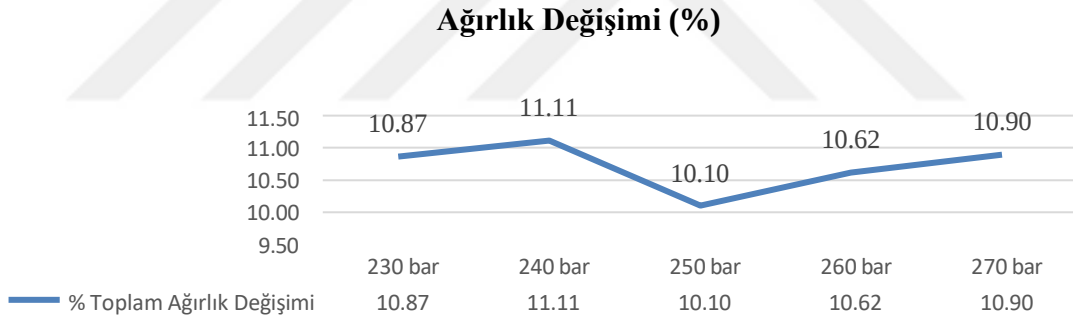


Şekil 32. İzostatik pres basıncına bağlı ağırlık değişiminin çizgisel grafiği (gr)

Çizelge 7. İzostatik pres basıncına bağlı olarak % toplam ağırlık değişimi

Kontrol Parametreleri	230 bar	240 bar	250 bar	260 bar	270 bar
Ham Ağırlık Ortalama (gr)	761,8	762,08	777,78	756,22	763,64
Bisküvi Ağırlık Ortalama(gr)	710,2	713,18	727,9	706,3	711,3
Sırlı Ağırlık Ortalama (gr)	796,8	802,34	809,7	790,22	798,3
% Toplam Ağırlık Değişimi	10,87	11,11	10,1	10,62	10,9

Artan pres basıncı, paketlenme performansını ve şekillendirme kalitesini rahatlattığı gibi ürünün ham ve nihai fiziksel ölçümlerinde maksimum ya da minimum seviyelerine düşmesine sebep olmamıştır. Paketlenme performansına ve homojen tane boyut dağılımına bağlı olan presleme esnasında alınan ölçümler tüm proseslerde ürünün ağırlığını koruduğunu göstermektedir. % ağırlık değişimi presleme basınçları arasında oldukça küçük bir değere sahip olmuştur.



Şekil 33. İzostatik basınca bağlı toplam ağırlık değişimi (%)

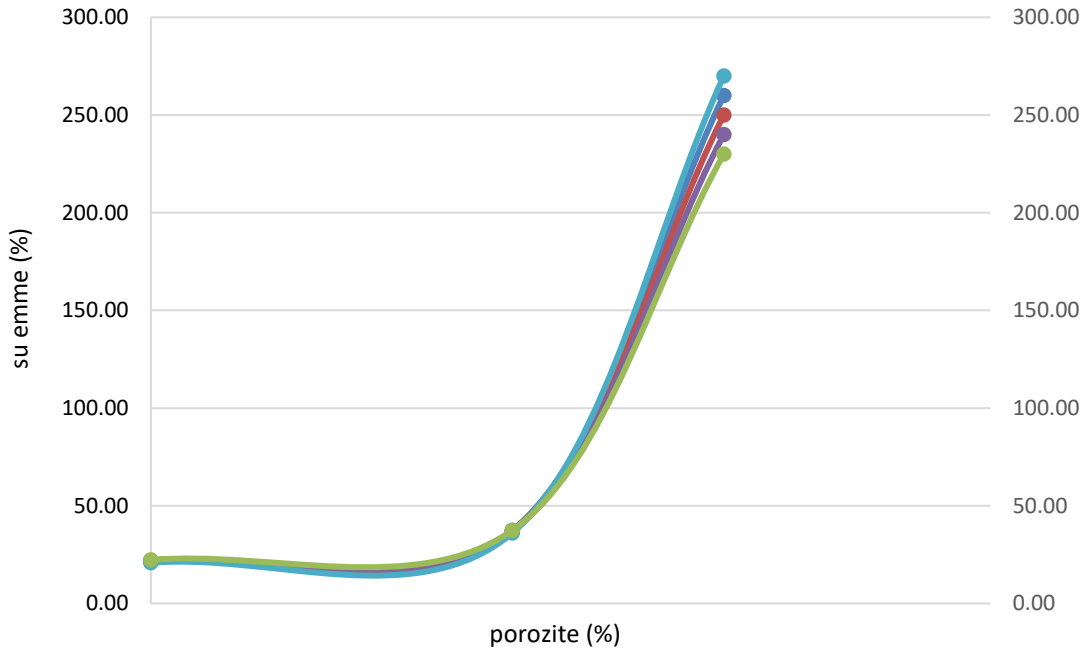
5.4 Porozite Tayini

Çizelge 8. İzostatik basınca bağlı porozite sonuçları (%)

POROZİTE (%)									
270 bar	36,11	260 bar	37,15	250 bar	37,15	240 bar	37,04	230 bar	37,21
270 bar	35,11	260 bar	36,87	250 bar	37,55	240 bar	32,47	230 bar	37,04
	35,6		37,0		37,4		34,8		37,1
Std. Porozite (%)	İzostatik Pres: 34-35 Otomatik Fincan Hattı : 35-36 Döküm ürünler : 37-38								

Porozite miktarı, su emilimini belirleyen önemli bir özelliktir. Sinterleme süreciyle birlikte, artan açık porozite miktarı azalmaya başlar ve bu noktada su emilimi de azalmaya başlar.

Etkin Porozite/ Gözeneklilik: Boşluk hacminin toplam hacme oranıdır. (%) Su emme ile gözenekliliği etkileyen faktörlerin etkileri çoğu zaman benzer. Isıtma hızı, sinterleme sıcaklığı ve süresi bunlardan ana etkili faktörlerdir.



Şekil 34. %su emme- porozite ilişkisi

Presleme basıncının kademeli olarak arttırılmasının sonucunda bisküvi su emme kapalı por miktarının artması ve sinterlemenin etkisiyle su emmenin değerin toleranslar dışına çıkmadığı tespit edilmiştir.

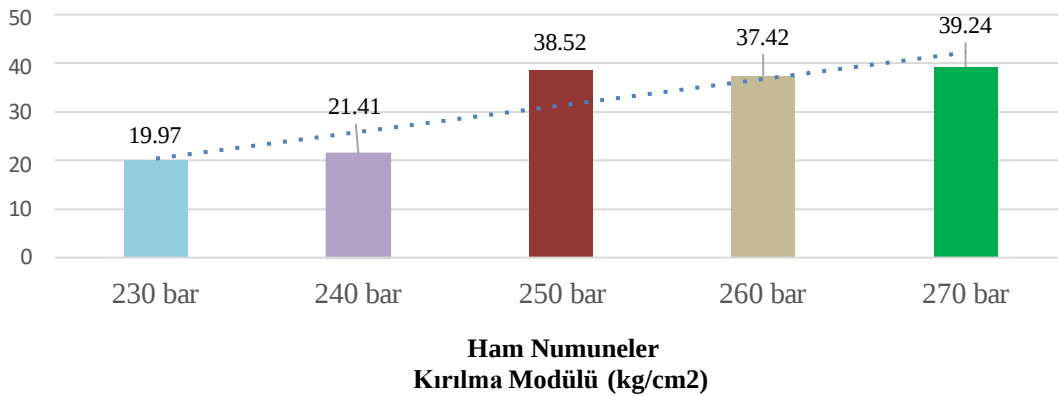
Açık porozite oranının azalması sinterleme sırasında gerçekleşen bir durumdur. İzostatik pres ürünlerinin porozite tayini aralıkları işletme şartlarına göre standart % 34-36 olarak belirlenmiştir. % su emme sonuçlarıyla, porozite değerleri birbirini doğrulamaktadır.

5.5 Mukavemet Tayinin Ürün Üzerindeki Etkisi

Çizelge 9. Ham mukavemet sonuçları

Numune Adı	Pişme Durumu	h(cm)	P(kg)	L(cm)	Kırılma Modülü Pişmiş Numuneler (kg/cm ²)	Kırılma Modülü Ham Numuneler (kg/cm ²)	Kırılma Kuvveti S (N)
230-1	HAM	0,659	0,05	10,1	19,9	20,2	56,5
230-2	HAM	0,658	0,05	10,1	20,6	20,9	58,3
230-3	HAM	0,66	0,05	10,1	18,6	18,9	53,0
					19,7	20,0	55,9
240-1	HAM	0,66	0,05	10,1	19,8	20,1	56,5
240-2	HAM	0,653	0,05	10,1	22,8	23,1	63,6
240-3	HAM	0,655	0,05	10,1	20,8	21,1	58,3
					21,1	21,4	59,5
250-1	HAM	0,613	0,05	10,1	37,4	37,7	91,8
250-2	HAM	0,603	0,05	10,1	37,1	37,5	88,3
250-3	HAM	0,603	0,05	10,1	40,1	40,4	95,4
					38,2	38,5	91,8
260-1	HAM	0,601	0,05	10,1	38,1	38,5	90,1
260-2	HAM	0,604	0,05	10,1	34,0	34,4	81,2
260-3	HAM	0,605	0,05	10,1	39,1	39,4	93,6
					37,1	37,4	88,3
270-1	HAM	0,671	0,05	10,1	18,6	39,9	54,7
270-2	HAM	0,695	0,05	10,1	24,0	39,3	75,9
270-3	HAM	0,687	0,05	10,1	22,3	38,6	68,9

Presleme basıncının artırılmasıyla birlikte ham mukavemet test sonuçlarında 240 bar sonrasında giderek artan bir kırılma modülü olduğunu ve kırılma modülü değerinin maksimum değerine ulaştığı görülmektedir. Seramik malzemelerin mukavemet ve ısıl şok dayanımı gibi özellikleri en çok müllit fazının içeriğine bağlıdır. Sabit reçete ile basılan numunelerde, presleme basıncına bağlı olarak artan sıkıştırma oranıyla ham mukavemetin de arttığı tespit edilmiştir.

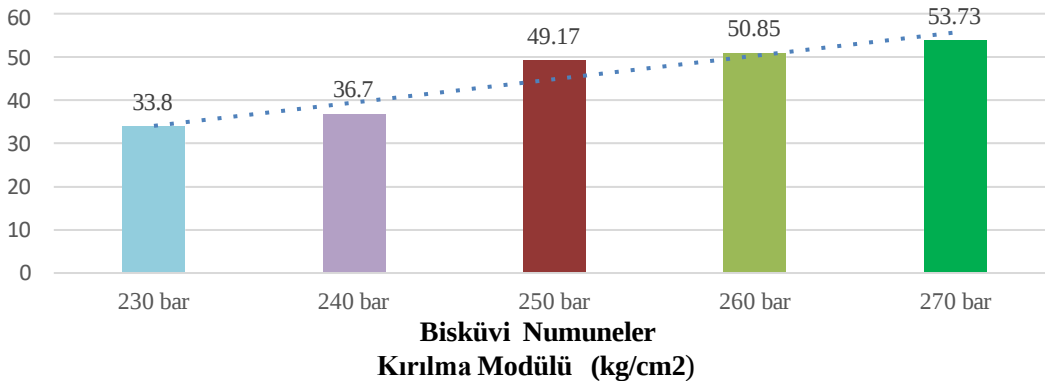


Şekil 35. İzostatik basınç değişimi ile ham numune kırılma modülü eğrisi (kg/cm²)

Çizelge 10. Bisküvi pişirim mukavemet sonuçları

Numune Adı	Pişme Durumu	h(cm)	P(kg)	L(cm)	Kırılma Modülü Pişmiş Numuneler (kg/cm ²)	Kırılma Modülü Ham Numuneler (kg/cm ²)	Kırılma Kuvveti S (N)
230-1	BİSKÜVİ	0,651	0,05	10	34,40	34,69	95,35
230-2	BİSKÜVİ	0,652	0,05	10	31,76	32,04	88,29
230-3	BİSKÜVİ	0,651	0,05	10	34,40	34,69	95,35
					33,52	33,81	93,00
240-1	BİSKÜVİ	0,644	0,05	10	38,41	38,70	104,18
240-2	BİSKÜVİ	0,652	0,05	10	34,93	35,22	97,12
240-3	BİSKÜVİ	0,649	0,05	10	35,90	36,19	98,88
					36,41	36,70	100,06
250-1	BİSKÜVİ	0,61	0,05	10	52,24	52,57	127,14
250-2	BİSKÜVİ	0,608	0,05	10	46,75	47,07	113,01
250-3	BİSKÜVİ	0,603	0,05	10	47,52	47,86	113,01
					48,84	49,17	117,72
260-1	BİSKÜVİ	0,607	0,05	10	50,56	50,89	121,84
260-2	BİSKÜVİ	0,601	0,05	10	50,83	51,17	120,07
260-3	BİSKÜVİ	0,605	0,05	10	50,16	50,49	120,07
					50,52	50,85	120,66
270-1	BİSKÜVİ	0,692	0,05	10	33,27	53,52	104,18
270-2	BİSKÜVİ	0,68	0,05	10	33,28	53,55	100,65
270-3	BİSKÜVİ	0,68	0,05	10	33,87	54,13	102,42

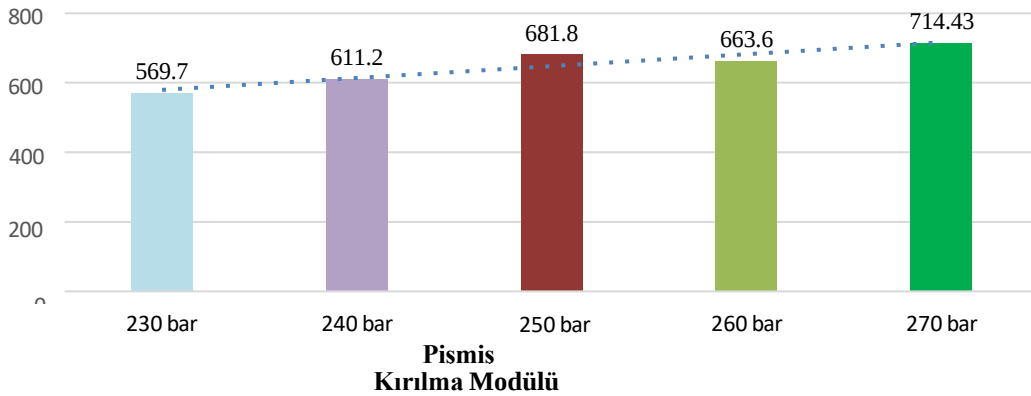
Ham mukavemetin artması 995°C sinterlemesi yapılan tek pişirim numunelerine de yansımıştır. Yarı mamul firelerin de çatlak oranın oldukça az olması mukavemet ile çatlak ilişkisini doğru orantılı olarak açıklamaktadır. Porselenin dayanıklılığını belirleyen ana faktörler arasında, fazların genleşme katsayıları, boyutu ve faz dönüşümleri yer almaktadır. Bu faktörler, ürünün sıcaklık değişimlerine karşı nasıl tepki vereceğini etkiler. Ayrıca, pişirme sıcaklığıyla birlikte reçetedeki fazların belirli sıcaklıklarda dönüşümünün kontrol edilmesi, ürünün son mukavemetini etkileyen bir diğer önemli unsurdur. Bu, pişirme sürecinin özenle yönetilmesi ve fırın rejimiyle ilişkilendirilmesi gerektiği anlamına gelir.



Şekil 36. İzostatik basınç değişimi ile bisküvi numune kırılma modülü eğrisi (kg/cm²)

Çizelge 11. Sırlı pişirim mukavemet sonuçları

Numune Adı	Pişme Durumu	h(cm)	P(kg)	L(cm)	Kırılma Modülü Pişmiş Numuneler (kg/cm ²)	Kırılma Modülü Ham Numuneler (kg/cm ²)	Kırılma Kuvveti S (N)
230-1	NİHAİ	0,573	0,05	9	525,5	525,9	1128,4
230-2	NİHAİ	0,577	0,05	9	597,5	597,9	1301,0
230-3	NİHAİ	0,572	0,05	9	586,0	586,4	1253,9
					569,7		1227,8
240-1	NİHAİ	0,572	0,05	9	595,0	595,3	1273,1
240-2	NİHAİ	0,581	0,05	9	641,5	641,8	1416,1
240-3	NİHAİ	0,578	0,05	9	597,1	597,4	1304,5
					611,2		1331,3
250-1	NİHAİ	0,542	0,05	9	675,4	675,8	1297,5
250-2	NİHAİ	0,539	0,05	9	683,8	684,2	1299,3
250-3	NİHAİ	0,537	0,05	9	686,2	686,6	1294,1
					681,8		1297,0
260-1	NİHAİ	0,541	0,05	9	692,5	692,9	1325,4
260-2	NİHAİ	0,533	0,05	9	679,6	680,0	1262,7
260-3	NİHAİ	0,541	0,05	9	618,7	619,1	1184,2
					663,6		1257,4
270-1	NİHAİ	0,598	0,05	9	794,3	594,7	1390,0
270-2	NİHAİ	0,611	0,05	9	630,7	631,1	1540,0
270-3	NİHAİ	0,607	0,05	9	718,2	518,5	1248,7

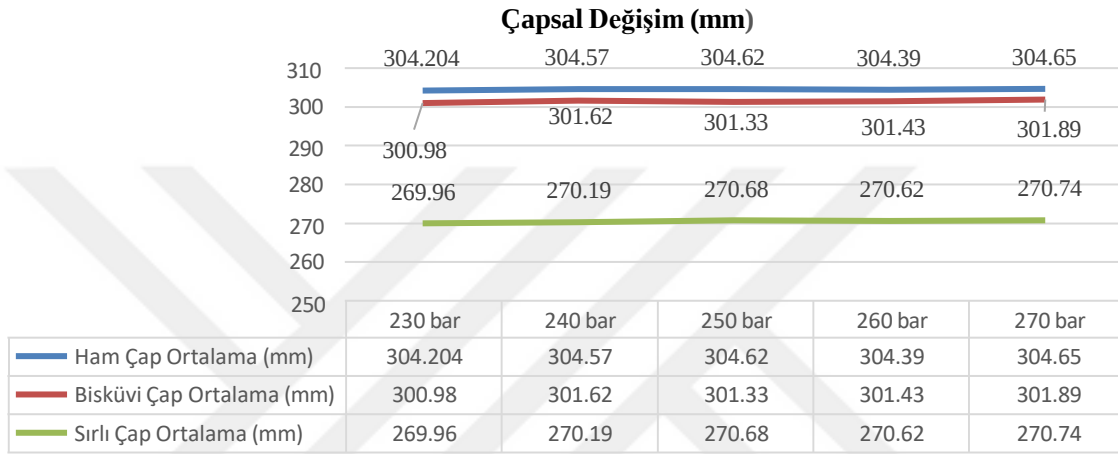


Şekil 37. İzostatik basınç değişimi ile pişmiş numune kırılma modülü eğrisi (kg/cm²)

Sırlı pişirim son ürün mukavemet tayinin de 714 kg/cm² ulaşan maksimum değer elde edilmiştir. Sinterleme sürecinde, kuvars tanelerinin boyutu, porselenlerin dayanıklılığını etkileyen temel bir faktördür. Kuvars tanelerinin boyutu, porselenlerin mukavemetini iki ana şekilde etkiler: Camsı fazda doğrudan basınç gerilmeleri oluşturarak; ikinci olarak dolaylı olarak mikroyapının gelişimine katkı sağlayarak. Bu nedenle, kuvars tanelerinin boyutu, porselen malzemenin son mukavemet özelliklerini belirlemede kritik bir rol oynar.

Sabit reçete ve artan presleme basıncıyla sıkıştırmanın artması mukavemet testlerine olumlu yönde etki etmiştir. Kalite toleranslarına uygun ve daha sağlıklı sonuçların alındığı görülmektedir.

5.6 Gönyeden ve Dairesellikten Sapma Tayini Çap ve Yükseklik Değişimi

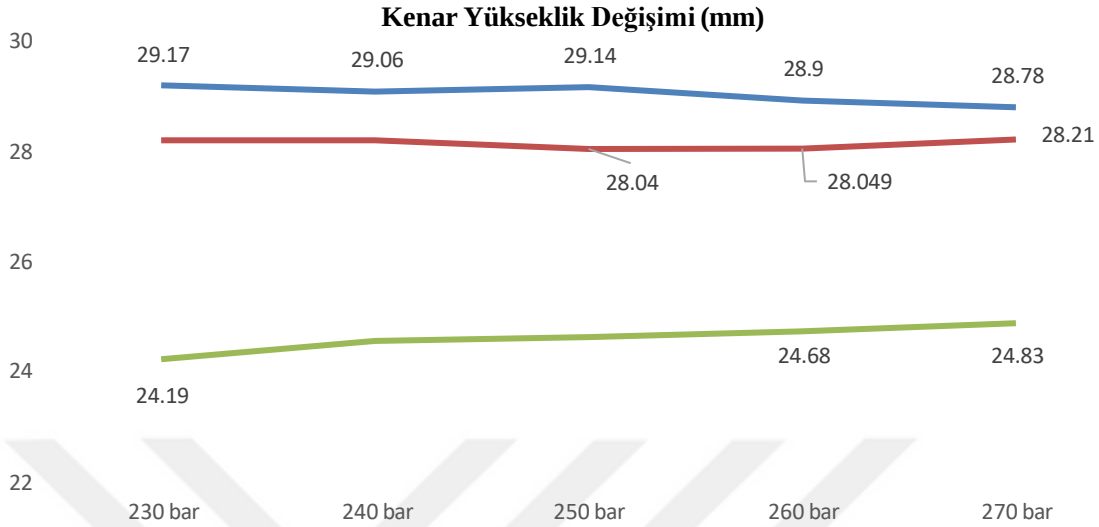


Şekil 38. İzostatik pres basıncına bağlı çapsal değişim eğrisi (mm)

Çizelge 11. İzostatik basınca bağlı % deformasyon değişim

Kontrol Parametreleri	230 bar	240 bar	250 bar	260 bar	270 bar
Ham Çap Ortalama (mm)	304,204	304,57	304,62	304,39	304,65
Bisküvi Çap Ortalama (mm)	300,98	301,62	301,33	301,43	301,89
Sırlı Çap Ortalama (mm)	269,96	270,19	270,68	270,62	270,74
%Deformasyon Değişimi	11,26	11,29	11,14	11,09	11,13

Deformasyon değişimi, porselen sektöründe nihai ürün kalitesini ve ürün görseelliğini etkileyen oldukça önemli bir parametredir. Deformasyonlar hammadde çeşidinden ve reçetesinden başlayarak, faz oluşumundan sinterleme süresine kadar etkilenir. Artan sıkıştırma basıncı numunelerin çaplarında boyutsal farklılıklara sebep olmazken, deformasyon değişimi de minimum seviyede kalmıştır.



Şekil 39. İzostatik basınca bağlı kenar yükseklik değişimi (mm)

5.7 L*a*b Renk Ölçümü Sonuçları

1235°C sinterleme sırlı pişirim redüktif ortamında pişirilen numunelerin L-a-b ölçümleri Çizelge 11’de yer almaktadır. Porselen ürünlerde özellikle son ürünlerde renk kontrolü oldukça önemlidir. Delta E seviyeleri, görüntülenen renk ile giriş içeriğinin orijinal renk standardı arasındaki farktır. Daha düşük Delta E rakamları daha yüksek doğruluğu gösterirken, yüksek Delta E seviyeleri önemli bir uyumsuzluğu gösterir. Müşterilerle net Delta E beklentileri oluşturmak son derece önemlidir.

Ürünün beyazlığı ve transparanlığı önemli bir kriterdir. Sinterleme, Fe₂O₃ bileşenin indirgenmesi ve beyaz rengi porselen bünyeye verebilmek için redüktif ortamda olmalıdır. CO oranına dikkat edilerek sinterleme yapılır. Çizelge 11, L değeri porselen bünyenin beyazlık- siyahlık arasındaki aydınlık derecesini gösterir. ‘a’ değeri ise kırmızı-yeşil, ‘b’ değeri ise sarı-maviyi ifade eder.

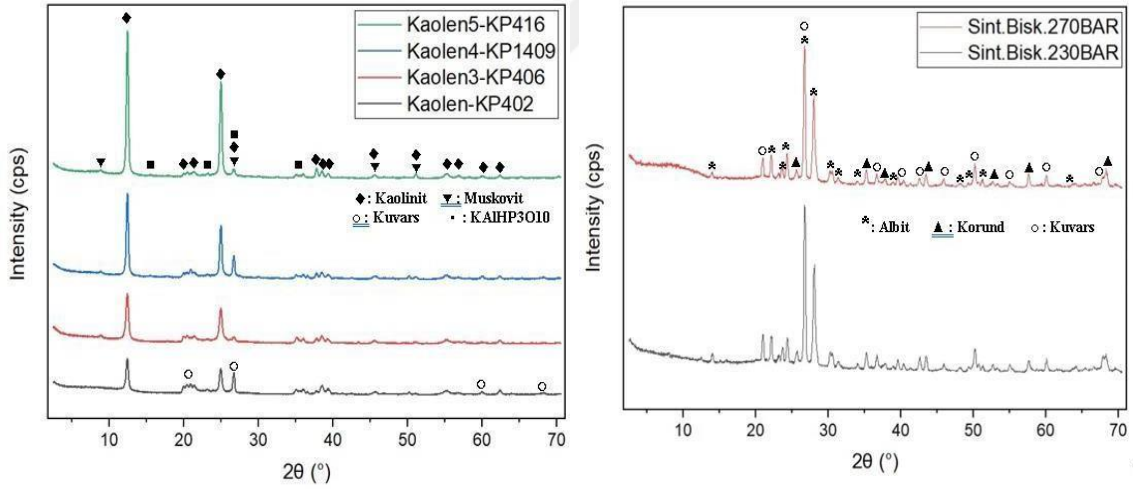
Pres basıncının artmasıyla su emme ve porozite değerlerinde değişiklik olmadığı gibi sinterleme esnasında son ürünün gloss değerinde sapmalara sebep olmamıştır. Porselen gövdenin transparanlığı koruması son ürün kalitesi için de olumlu bir gelişme olarak tespit edilmiştir.

Çizelge 12. L-a-b renk ölçüm değerleri

Nihai Sırlı Ürün Renk Ölçümü				
Pres Basıncı	L	a	b	Gloss
270 bar	90,33	-0,54	7,04	91,9
260 bar	90,15	-0,68	7,02	89,3
250 bar	89,93	-0,75	6,84	91,5
240 bar	89,75	-0,83	6,85	90
230 bar	90,53	-0,82	6,87	90,2

5.8 X Işını Difraksiyon (XRD) Sonuçları

Standart presleme basıncıyla hazırlanan ve pres basıncı minimum seviyeye düşürülen numuneler bisküvi pişirimi sonrası sinterlenmesiyle analizleri çıkarılmıştır. Aynı zamanda farklı kaolen çeşitlerini içeren bünye reçetesindeki hammaddeler de bu test yöntemi aracılığıyla aşağıda verilmiştir.



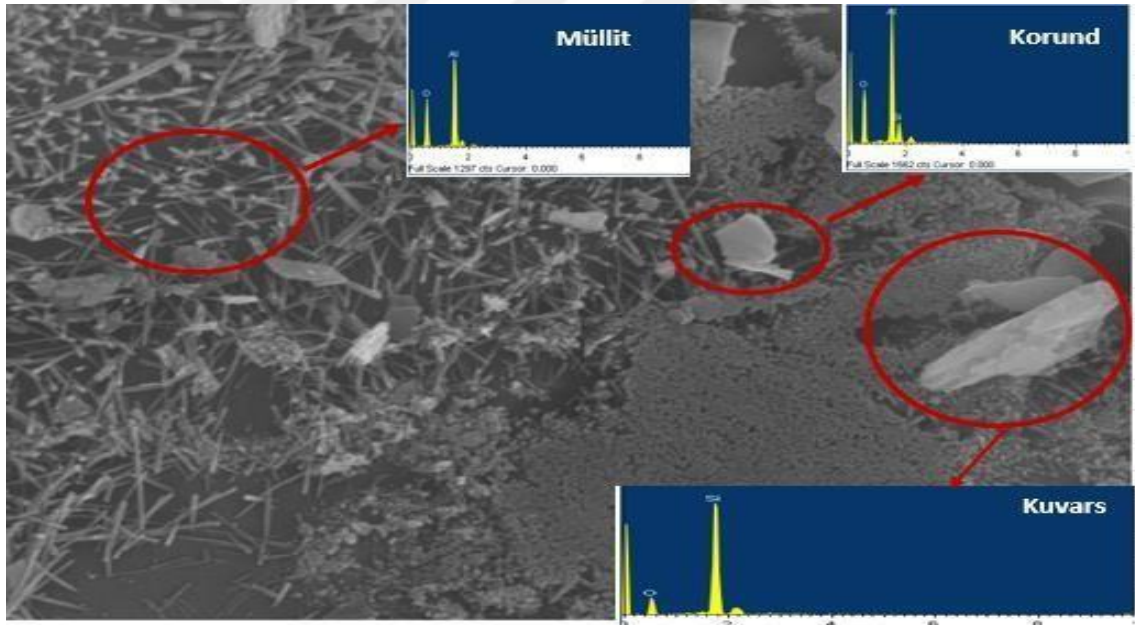
Şekil 40. Farklı basınçlarda preslenen bisküvi numunelerinin sinterleme sonrası XRD görüntüleri

Bünye reçetesindeki kaolinit miktarı faz analizinde yoğun bir şekilde görülmektedir, porselen bünyesinde pişme rengi ve viskozite özelliklerini koruması amacıyla bu tip kaolinler ön plana çıkar. Sinterlenmiş bisküvi numunelerinde ise kuvars fazının ön plana çıktığı, albit ile korund fazlarının daha az ve eşit miktarlarda ortaya çıktığı görülmektedir.

Albitler (sodyum feldspat) seramik karo ve porselen sofa eşyalarında kilit rol oynayan kaynaklardır. XRD’de kuvarstan sonra özellikle tespit edilen albit fazı olmuştur. Albit ergitici olarak kullanılır, piropplastik deformasyonu düzenleyicidir. Presleme basıncının azaltılması, sıkıştırmayla oluşacak gaz çıkışında ve gözeneklilik miktarının değişmesini etkileyeceği gibi sinterleme sonrası faz değişimine sebep olmamıştır. Oluşabilecek piropplastik deformasyonlar ya da olası riskler presleme basıncına bağlı sinterleme sonrası faz değişiminden değil, başka bir parametredeki değişiklikten olabileceği bu durumda ön görülür.

5.9 Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) Analiz Sonuçları

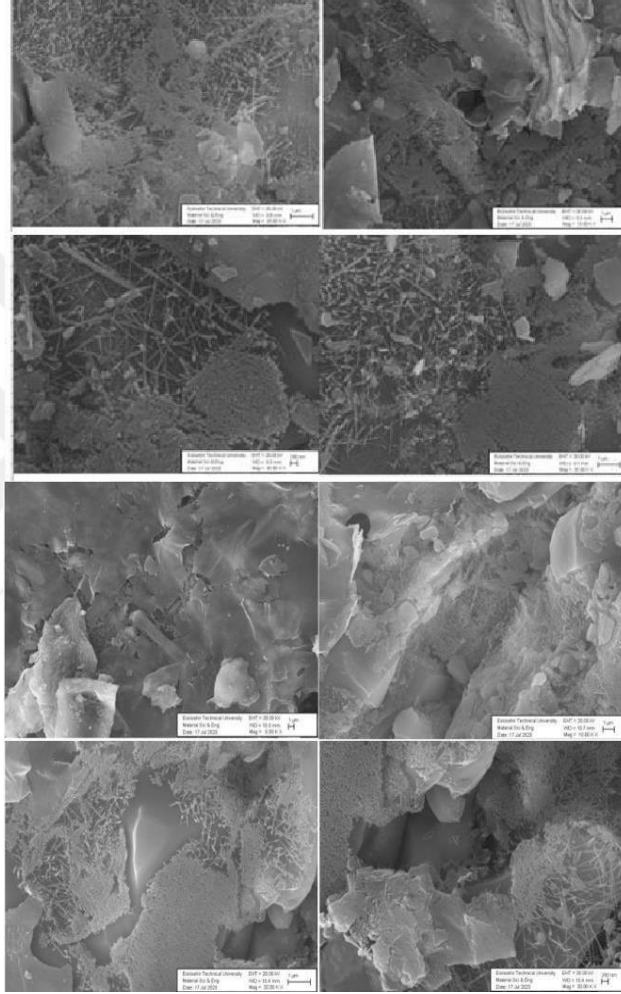
Standart bünyenin, standart presleme basıncı altında dağlanmış kırık yüzeylerden elde edilen ikinci elektron görüntüleri Şekil 41’de gösterilmiştir.



Şekil 41. Standart bünyeye ait SEM görüntüsü, SEM-EDX yöntemi ile malzemede tespit edilen kuvars, korund ve müllit taneleri.

Müllit kristalleri, düzensiz ve iğnemsî şekilli, düzensiz kalıntılar halinde bir faz olarak görülür. Müllit taneleri iğnemsî görüntüde olup sinterleme sürecinde kompozisyonlarda yer edinerek mevcut yapıdaki mukavemeti sağlar. Özellikle kil ve kaolen minerallerinden gelen müllit, mukavemet kazanımı ve korunması için yapıda bulunmalıdır.

Kuvars kristalleri, camsı porları içererek müllit tanelerine göre daha dağınık bir kalıntı olarak görülür. Sabit sinterleme ve sabit sıcaklıkta aynı zaman diliminde hazırlanan ve SEM görüntüleri alınan porselen numunelerde, müllit tanelerinin ağırlıklı olarak öne çıktığı Şekil 42’de görülmektedir.



Şekil 42. Standart bünyeye sabit basınç ve presleme basıncı en düşük olan porselen numuneye ait SEM görüntüsü.

Müllit tanelerinin mevcut durumunu koruması değişen sıkıştırma ve presleme basıncının etkisine rağmen varlığını koruması olumlu bir durumdur. Bünyedeki mukavemetin de korunduğunu nihai ve ham mukavemet test (kırılma modülü test sonuçları) değerleri doğrulamıştır. Kuvars kristalleri bünyede küçülme ve deformasyonu kontrol ettiği için, varlığını koruduğu görülür. Nihai bitmiş ürün üzerinden alınan ağırlık ve çapsal değişimlerle birlikte deformasyon kontrol sonuçlarında deformasyonu tetikleyici bir durum görülmemiştir.

5.10 İzostatik Basınç Değeri ile Ağırlık Değişim Aralığının X-R Gösterimi

Çizelge 13. Basınca bağlı ağırlık değer- değişim tablosu (X-R gösterimi ile)

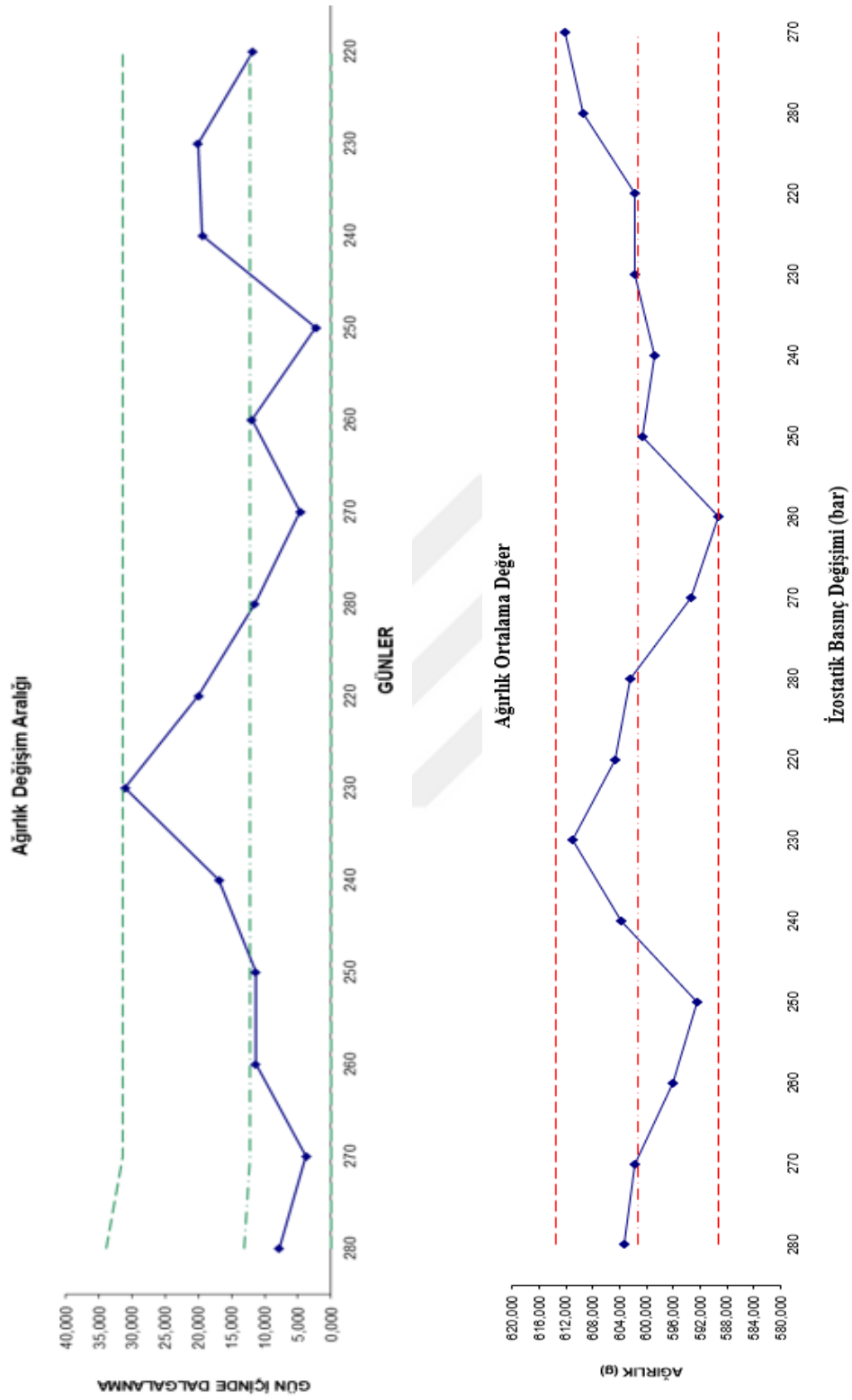
GÜNLER	280	270	260	250	240	230	220
X1	601,900	600,60	598,70	612,50	612,00	588,45	624,60
X2	603,700	601,00	599,30	612,50	595,10	589,70	604,59
X3	609,750	604,40	610,07	601,15	600,10	619,55	604,75
S X	1815,35	1806,0	1808,0	1826,1	1807,2	1797,7	1833,9
X -	605,117	602,00	602,69	608,71	602,40	599,23	611,31
R	7,850	3,800	11,370	11,350	16,900	31,100	20,010
X üds	616,506	615,09	615,09	615,09	615,09	615,09	615,09
X ort	603,049	602,60	602,60	602,60	602,60	602,60	602,60
X ads	589,592	590,10	590,10	590,10	590,10	590,10	590,10
R üds	33,872	31,449	31,449	31,449	31,449	31,449	31,449
R ort	13,154	12,213	12,213	12,213	12,213	12,213	12,213
R ads	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000

GÜNLER	280	270	260	250	240	230	220
X1	613,60	594,35	600,97	605,37	617,80	590,37	591,50
X2	613,60	599,00	607,20	607,70	612,70	606,10	587,20
X3	602,10	597,90	595,20	607,50	598,40	586,05	599,05
S X	1829,30	1791,25	1803,37	1820,57	1828,90	1782,52	1777,75
X -	609,77	597,08	601,12	606,86	609,63	594,17	592,58
R -	11,50	4,65	12,00	2,33	19,40	20,05	11,85
X üds	615,09	615,09	615,09	615,09	615,09	615,09	615,09
X ort	602,60	602,60	602,60	602,60	602,60	602,60	602,60
X ads	590,11	590,11	590,11	590,11	590,11	590,11	590,11
R üds	31,45	31,45	31,45	31,45	31,45	31,45	31,45
R ort	12,21	12,21	12,21	12,21	12,21	12,21	12,21
R ads	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00

TOPLAM	ORTALAMA	DEĞER
8442,69	603,049	DEĞİŞİM
184,16	13,154	

Çizelge 14. Basınca bağlı günlük dalgalanma ağırlık değer- değişim tablosu

TOPLAM	ORTALAMA													
8442,69	603,049	DEĞER												
184,16	13,154	DEĞİŞİM												
İzostatik Basınç Değeri ile Ağırlık Değişim Aralığı														
GÜNLER	280	270	260	250	240	230	280	270	260	250	240	230	280	270
X1	601,90	600,60	598,70	612,5	612,0	588,4	624,6	613,6	594,3	600,9	605,37	617,80	590,37	591,50
X2	603,70	601,00	599,30	612,5	595,1	589,7	604,5	613,6	599,0	607,2	607,70	612,70	606,10	587,20
X3	609,75	604,40	610,07	601,1	600,1	619,5	604,7	602,1	597,9	595,2	607,50	598,40	586,05	599,05
S X	1815,35	1806,00	1808,07	1826,1	1807,2	1797,7	1833	1829,3	1791,2	1803			1782,52	1777,75
X	605,12	602,00	602,69	608,7	602,4	599,2	611,3	609,7	597,08	601,1	606,86	609,63	594,17	592,58
R	7,85	3,80	11,37	11,35	16,90	31,10	20,01	11,50	4,65	12,00	2,330	19,400	20,05	11,85
X üds	616,51	615,09	615,09	615,0	615,0	615,09	615,0	615,0	615,0	615,0	615,09	615,09	615,0	615,0
X ort	603,05	602,60	602,60	602,6	602,6	602,60	602,6	602,6	602,6	602,6	602,60	602,60	602,6	602,6
X ads	589,59	590,11	590,11	590,1	590,1	590,11	590,1	590,1	590,1	590,1	590,11	590,11	590,1	590,11
R üds	33,87	31,45	31,45	31,45	31,45	31,45	31,45	31,45	31,45	31,45	31,45	31,45	31,45	31,45
R ort	13,15	12,21	12,21	12,21	12,21	12,21	12,21	12,21	12,21	12,21	12,21	12,21	12,21	12,21
R ads	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00



Şekil 43. İzostatik Basıncı Değişimine Bağlı Günlük Dalgalanma (Ağırlık Ortalama Değer gr)

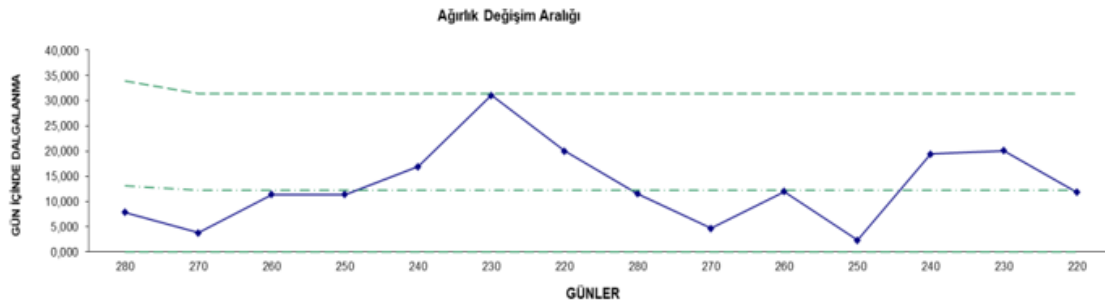
5.11 Ağırlık ve Çap Değişiminin İstatistiksel Analiz Sonuçları

Çizelge 5 ‘de verilen basınca bağlı ağırlık değer- değişim tablosu (X-R gösterimi ile), sahada gün boyunca belirli periyotlar ile alınan farklı izostatik basıncına ait ürünlerin ham çap ve ham ağırlıklarının kayıt altına alınmasıyla oluşturulmuştur. Verilerin toplandığı tabloda Xort diye kayıt altına alınan parametre, o gün alınan ölçümlerin ortalaması, R değeri ise o gün içerisinde yapılan en düşük ve en yüksek arasındaki farkı yani, ölçüm aralığıdır.

İzlemek istenilen ölçüm parametresi ağırlık için 615 ± 15 gr olup, çap için ise $\pm 1,5$ mm olarak belirlenir. Ürün izostatik kimlik kartı ile değişen pres basıncı sonrasında kimlik kartında yazan kontrol parametreleri kıyaslanarak kayıt altına alınır. Üst ve alt tolerans aralıkları da dikkate alınarak yorumlar yapılır.

Çizelge 15. İzostatik pres basıncına bağlı değişim aralığı tablosu

GÜNLER	280	270	260	250	240	230	220
XI	613.600	594.350	600.970	605.370	617.800	590.370	591.500
X2	613,600	599,000	607,200	607,700	612,700	606,100	587,200
X3	602.100	598	595.200	608	598.400	586	599.050
S X	1.829.300		1.803.370	1.820.570	1.828.900	1.783	1.777.750
X	610	597	601,12.3	607	610	594	592.583
R	11.500	4.650	12.000	2.330	19.400	20.050	11.850
X üds	615.094	615.094	615.094	615.094	615.094	615.094	615.094
X ort	602 600	602.600	602.600	602.600	602.600	602.600	603
X ads	590.106	590.106	590.106	590.106	590.106	590.106	590.106
R üds	31.449	31.449	31.44	31.449	31.449	31.449	31.449
R ort	12.213	12.213	12.213	12.213	12.213	12.213	12.213
R ads	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000



Şekil 44. İzostatik pres basıncına bağlı değişim aralığının grafiksel sonucu

X grafiğinde de görüldüğü gibi, prosesin üst ve alt kontrol limitlerinin dışında kaldığı zamanlar mevcut. Bu nedenle bu grafikleri yorumlamak ve önceden gerekli önlemleri alarak iyileştirmelerin yapılması oldukça önemlidir.

Dorst pres teknolojisi ile preslemesi yapılan porselen ham numunelerde izostatik basıncın kademeli olarak düşürülmesi ve aşağıya çekilmesi bazı günlerde kontrol limitlerin dışına çıkmasına neden olmuştur. Bunun sebebi, makine kaynaklı önleyici bir bakım çalışmasının ön görülmesi ve granül tane boyutunun paketlenmesine kadar değişen bir durum olabilir. Minimum ve maksimum ağırlık ölçümü arasında 31 gram ağırlık değişimi olup, maksimum tolerans kriterinin sınırında kalarak riskli bir durum haline gelmemiştir.

6 SONUÇ VE ÖNERİ

Yapılan üretim ve saha gözlemleriyle birlikte, laboratuvar şartlarında gerçekleştirilen tüm testlerin sonuçları ortaya koyulduğunda çeşitli veriler ortaya çıkmıştır. Tüm verilere genel olarak bakılacak olursa, ham ürünü presleme esnasında etkileyen birden fazla parametre olduğu gibi diğer tüm proseslerde de bisküvi pişirimi, sırlama ve sırlı fırın pişirimi bir bütün olarak düşünülmelidir. İzostatik presleme kalitesi ve şekillendirme esnasındaki tüm parametreler bir önceki proses olan granül üretimi ve granül saklanma koşulları, granül nem (%) oranı gibi birçok değişkenden etkilenir.

Ham, bisküvi ve nihai ürün mukavemetleri değerlendirildiğinde, doğru orantılı bir şekilde artan presleme basıncının etkisiyle tüm test sonuçlarında da mukavemetin kademeli olarak arttığı görülmektedir. Buna bağlı olarak yarı mamul ve nihai ürün kalitesinde fire oranları da oldukça düşüktür. Toplu küçülme ve pişme küçülmesi (%) hem laboratuvar ortamında preslenen hem de işletme şartlarında basılan numunelerin boyut ölçümlerine bakıldığında, ham çap $304 \pm 1,5$ mm tolerans aralığında; nihai çap ise $270 \pm 1,5$ mm aralığında kimlik kartı standartına göre basıncın artmasıyla birlikte nihai ürün çapları da artsa bile, bu durum maksimum çap değerinin üzerine çıkmamıştır. Toleranslar dahilinde kaldığı, üst limit ile sınırın korunduğu görülmüştür.

Fiziksel özelliklerden bulk yoğunluk-gözeneklilik grafiklerinde; kademeli olarak azaltılan izostatik pres basıncının, bisküvi su emme kapalı por miktarının artması ve sinterlemenin etkisiyle su emmenin değerinin toleranslar dışına çıkmadığı tespit edilmiştir.

Açık porozite oranının azalması sinterleme sırasında gerçekleşen bir durumdur. En yüksek izostatik basınç değeri 270 bar olan numunelerin ortalama porozitesi %35,6 iken, en düşük izostatik basınca sahip olan 230 bar ile hazırlanan numunelerde ortalama porozite %37,1 olarak sonuçlanmıştır.

Tüm bu bulgularla elde edilen test sonuçları ve fiziksel/kimyasal veriler, ürünü etkileyecek her bir parametrenin kontrollü olarak değiştirilmesi gerektiğini gösterir. Pres, fırın, granül yapısı ve reçetesi, sinterleme sıcaklığı, ortam koşulları vs gibi bir prosesi oluşturan tüm parametreler gözden geçirilmeli ve düzenli kayıtlar alınarak kontrol edilmelidir.

İstatiksel olarak grafiklerin ve tabloların ortaya çıkması, bir ürünün ortaya çıkması için verilerin doğru yorumlanması ve doğru noktada gerekli önlemlerin alınması için yapılmalıdır.

Sonuç olarak mevcut işletme şartları, laboratuvar ortamları ve test numunelerinin takibiyle ortaya çıkan bir çalışma ortaya çıkmıştır. Nihai ürün kalite standartlarını ve yüzey kalitesinde porselen sektöründe, sır deliği- sır açığı kaynaklı olarak adlandırılan kalite kayıplarının yaşandığı bir hatanın arka yüzeyinde neler olduğu ve ilgili parametrelerin doğurabileceği sebep- sonuç ilişkileri kurularak yorumlanmıştır.

6 KAYNAKLAR

- Acar Tuğçe Kübra (2021), Porselen Ve Vitrifiye Bünyesine Wollastonit, Pirofillit, Talk, Uçucu Kül İlavelerinin Etkilerinin Araştırılması, Cumhuriyet Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Temmuz
- Arcasoy, Ateş (1995), Seramik Teknolojisi, Güzel Sanatlar Fakültesi Seramik Ana Sanat Dalı Yayınları, İstanbul.
- Andersen, P.J., and Johansen, V., (1991), Particle Packing and Concrete Properties”, The American Ceramic Society, Inc., Westerville, Ohio 111-147
- Aygan Deniz (2023), Bir Üretim İşletmesinde Ölçüm Sistemleri Analizi Ve İstatiksel Proses Yeterliliği Üzerine Bir Uygulama, İstanbul Beykent Üniversitesi Lisansüstü Eğitim Enstitüsü Endüstri Mühendisliği Anabilim Dalı, Endüstri Mühendisliği Bilim Dalı, İstanbul.
- Bozcu , Hakan (2022), Sır Atığı Ve Farklı Ergiticilerin Yumuşak Porselen Massede Kullanımının Mekanik-Görsel Özelliklere Etkisinin İncelenmesi Ve Taguchi Yöntemi Kullanılarak Optimizasyonu, T.C. Bilecik Şeyh Edebali Üniversitesi Lisansüstü Eğitim Enstitüsü Metalurji Ve Malzeme Mühendisliği Ana Bilim Dalı Sır Atığı, Yüksek Lisans Tezi, Bilecik.
- Büyükkıdan, Bülent (2020), Yumuşak Porselen Üretiminde Eş Eksenli Pres Atıklarının Ve Bisküvi Atıklarının Geri Kazanımı, Kütahya Dumlupınar Üniversitesi, Lisansüstü Eğitim Enstitüsü, Fen-Edebiyat Edebiyat Fakültesi, Kimya Bölümü, Kütahya,2020.
- Eren, Elif (2006), Çinko Oksit İlavesinin Porselen Özelliklerine Etkilerinin İncelenmesi, Anadolu Üniversitesi, Yüksek Lisans Tezi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Seramik
- Güngör, Fazilet (2012), Daha az enerji ile yumuşak porselen üretiminin incelenmesi, Doktora Tezi, Anadolu Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Eskişehir

Özkan Gizem (2019), Porselen Sofra Eşyası Üretiminde Karşılaşılan Deformasyonlar ve Giderilme Önerileri, Sakarya Üniversitesi, Sosyal Bilimler Enstitüsü, Ağustos.

Özen Pınar (2015), Sert Porselen Gövdelerde Bor Atığı Kullanımı Ve Karakterizasyonu, Anadolu Üniversitesi, Bilecik Şeyh Edebali Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Kimya Mühendisliği Anabilim Dalı, Bilecik.

Özel Emel, TUNÇEL Derya Yeşim (2011) Sert Hammadde Tane Boyutunun Sağlık Gereçleri Porseleninin Fiziksel Özelliklerine Etkisi, Anadolu Üniversitesi, Mühendislik Mimarlık Fakültesi, Malzeme Bilimi ve Mühendisliği Bölümü, Gazi Üniv. Müh.Mim. Fak. Der. J. Fac. Eng. Arch. Gazi Univ. Cilt 26, No 2, 299-306, 2011

Özkale, Mahmude Revan (2004), İstatistiksel Kalite Kontrol Yöntemleri ve Uygulamalar, Uygulamalar, Çukurova Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, İstatistik Ana Bilim Dalı, Yüksek Lisans Tezi, Adana, 2004.

Tarhan, Müge (2019) , Sırlı Porselen Karo Üretimi için Alternatif Hammadde Olarak Eşme/ Uşak Feldspatı, Uşak Üniversitesi, Güzel Sanatlar Fakültesi, Seramik Bölümü, Afyon Kocatepe Üniversitesi Fen ve Mühendisik Bilimleri Dergisi, Uşak.

Vural Ahmet (2021), Porselen Karolarda Kalınlık İnceltilmesi Ve Uygulanabilirliğinin Araştırılması, Kütahya Dumlupınar Üniversitesi, Lisansüstü Eğitim Enstitüsü Malzeme Bilimi ve Mühendisliği Anabilim Dalı, Ocak.

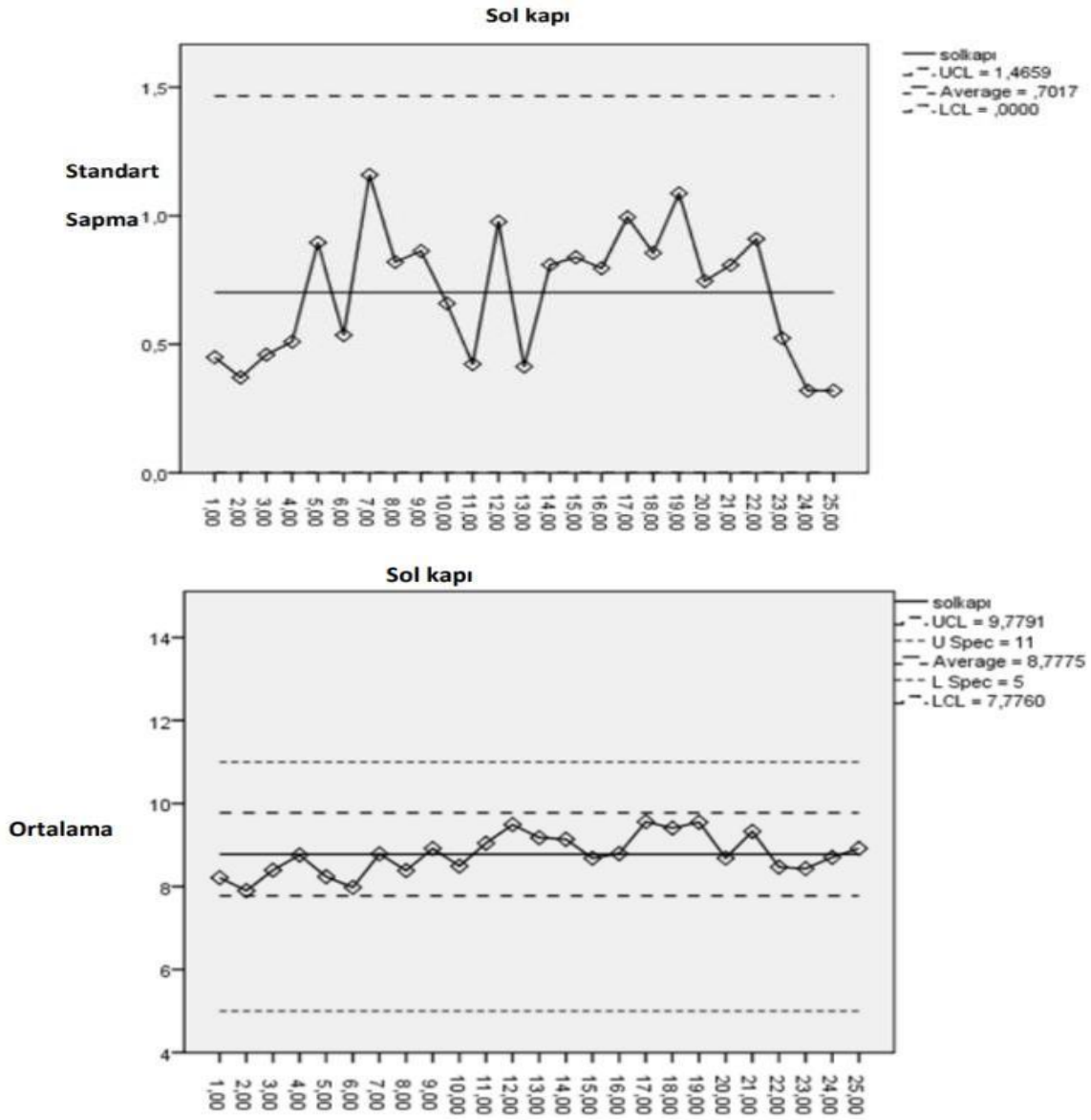
Türkmen, Betül Canan, Akyurt İbrahim Zeki (2018) Çanakkale Kale Seramik İşletmesi Karo Üretiminde X-S, Cusum ve Ewma Kalite Kontrol Grafiklerinin Uygulanması, Akademik Bakış Dergisi, Uluslararası Hakemli Sosyal Bilimler E -Dergisi, İktisat ve Girişimcilik Üniversitesi, Kırgız- Türk Sosyal Bilimler Enstitüsü

İnternet Kaynakları

- 1- Bozok AŞ, "Dorst Maschinen und Anlagenbau", 13 Kasım 2023, <http://www.bozokas.com.tr/haber/mumessillikler/202/dorst-maschinen-undanlagenbau.aspx>
- 2- Dorst Technologies. "Isostatic Powder Presses", 17 Şubat 2024, <https://www.dorst-technologies.com/en/products/isostatic-powder-presses>
- 3- DergiPark, Gıda Bilimi ve Teknolojisi Dergisi - Cilt: 4 Sayı: 2", 20 Ağustos 2023, <https://dergipark.org.tr/tr/pub/fudad/issue/47155/593732>
- 4- Gabbrielli Technology S.r.l. "Presses 80-225 Ton", 12 Ocak 2024, <https://www.gabbrielli.com/en/prodotto/presses-80-225-ton/>
- 5- Marmara Üniversitesi Avesis, "Kalite İyileştirmede İstatistiksel Proses Kontrol Tekniklerinden Pareto Analizi ve Gıda Sektöründe Bir Uygulama", 15 Aralık 2023, <https://avesis.marmara.edu.tr/yonetilen-tez/fb320ebb-e78f-4ff1-9798-3c4313bc8a26/kalite-iyilestirmede-istatistiksel6-proses-kontrol-tekniklerinden- pareto-analizi-ve-gida-sektorunde-bir-uygulama>
- 6- ResearchGate, "Üretim Sürecinde İstatistiksel Proses Kontrol (İpk) Uygulamaları Ve Elektronik Sektöründe Bir İnceleme", 3 Ocak 2024, https://www.researchgate.net/publication/307748428_uretim_surecinde_istatistiksel_proses_kontrol_ipk_uygulamaları_ve_elektronik_sektorunde_bir_inceleme

EK-1

Bursa ilinde otomotiv sektöründe yer alan bir fabrikada üretilen otomobillerin sağ ve sol ön kapı dinamik kapanma hız ölçümlerinin istatistiksel kontrol kartları.



Kapı Kapanma Hızlarına İlişkin Standart Sapma Kontrol Grafiği

EK-1

BONNA PREMIUM PORSELEN A.Ş.

1983'te küçük bir seramik atölyesi olarak başlayan Kar Porselen'in otel/restoran/kafe sektörüne yenilikçi çözümleri sunmak amacıyla 2014 yılında hayata geçirdiği HoReCa markası Bonna, günümüzde Kocaeli/ Türkiye ve Bilecik/Türkiye'deki 2 tesisiyle yıllık toplam 30 milyon parça ürünü Türkiye ve 6 kıtadaki 90 üzeri ülkede sektör profesyonelleriyle buluşturuyor.

Kalite, Çevre ve İş Sağlığı ve Güvenliği Sistemi standartlarının uygulanabilir gerekliliklerini karşılayacak kaynağı sağlayarak etkin olarak yöneten, tüm iş alanlarında ulusal ve uluslararası yönetmelik, yasal gereklilikler ve ilgili standartlar referans alınarak; teknolojik alt yapı ve sürekli iyileştirme ile ürün ve hizmet sağlamayı, inovasyon ve teknoloji yönetimiyle, yeni ürün/proses geliştirme çalışmaları yapmayı, Türk Standartları Enstitüsünün 10850 kalite standartlarını esas alan yerli bir porselen üreticisi firmadır.