

TÜRKİYE CUMHURİYETİ
ÇUKUROVA ÜNİVERSİTESİ
SOSYAL BİLİMLER ENSTİTÜSÜ
SANAT VE TASARIM ANASANAT DALI

SERAMİK BÜNYELERDE METALİK GÖRÜNÜMLÜ SIRLARIN
GELİŞTİRİLMESİ VE OPTİK ÖZELLİKLERİ

SİBEL ALHAN



YÜKSEK LİSANS TEZİ

ADANA / 2019

**TÜRKİYE CUMHURİYETİ
ÇUKUROVA ÜNİVERSİTESİ
SOSYAL BİLİMLER ENSTİTÜSÜ
SANAT VE TASARIM ANASANAT DALI**

**SERAMİK BÜNYELERDE METALİK GÖRÜNÜMLÜ SIRLARIN
GELİŞTİRİLMESİ VE OPTİK ÖZELLİKLERİ**

SİBEL ALHAN

Danışman: Dr. Öğr. Üyesi Nergis KILINÇ MİRDALI

Jüri Üyesi: Dr. Öğr. Üyesi Şerife YALÇIN YASTI

Jüri Üyesi: Dr. Öğr. Üyesi Yusuf Ziya HALEFOĞLU

YÜKSEK LİSANS TEZİ

ADANA / 2019

Çukurova Üniversitesi Sosyal Bilimler Enstitüsü Müdürlüğüne;

Bu çalışma, jürimiz tarafından Sanat ve Tasarım Ana Sanat Dalında YÜKSEK LİSANS TEZİ olarak kabul edilmiştir.

Başkan: Dr. Öğr. Üyesi Nergis KILINÇ MİRDALI

Üye: Dr. Öğr. Üyesi Şerife YALÇIN YASTI

Üye: Dr. Öğr. Üyesi Yusuf Ziya HALEFOĞLU

ONAY

Yukarıdaki imzaların, adı geçen öğretim elemanlarına ait olduklarını onaylarım.
.../.../2019

Prof. Dr. Serap ÇABUK
Enstitü Müdürü

NOT: Bu tezde kullanılan ve başka kaynaktan yapılan bildirişlerin, çizelge, şekil ve fotoğrafların kaynak gösterilmeden kullanımı, 5846 sayılı Fikir ve Sanat Eserleri Kanunu'ndaki hükümlere tabidir.

ETİK BEYANI

Çukurova Üniversitesi Sosyal Bilimler Enstitüsü Tez Yazım Kurallarına uygun olarak hazırladığım bu tez çalışmada;

- Tez içinde sunduğum verileri, bilgileri ve dokümanları akademik ve etik kurallar çerçevesinde elde ettiğimi,
- Tüm bilgi, belge, değerlendirme ve sonuçları bilimsel etik ve ahlak kurallarına uygun olarak sunduğumu,
- Tez çalışmada yararlandığım eserlerin tümüne uygun atıfta bulunarak kaynak gösterdiğimi,
- Kullanılan verilerde ve ortaya çıkan sonuçlarda herhangi bir değişiklik yapmadığımı,
- Bu tezde sunduğum çalışmanın özgün olduğunu,

bildirir, aksi bir durumda aleyhime doğabilecek tüm hak kayıplarını kabullendiğimi beyan ederim. / / 2019

İMZA

Sibel ALHAN

ÖZET

SERAMİK BÜNYELERDE METALİK GÖRÜNÜMLÜ SIRLARIN GELİŞTİRİLMESİ VE OPTİK ÖZELLİKLERİ

SİBEL ALHAN

Yüksek Lisans Tezi, Sanat ve Tasarım Ana Sanat Dalı

Danışman: Dr. Öğr. Üyesi Nergis KILINÇ MİRDALI

Ağustos 2019, 101 sayfa

Bu çalışmada alkalili, alkali-borlu, kurşunlu, kurşunlu-alkalili sır reçeteleri Seger Metoduna göre hazırlanmış, düşük sıcaklıkta (1000 °C) yükseltgen ve indirgen fırın atmosferinde metalik görünümlü sırların geliştirilmesi amaçlanmıştır. İndirgen ortamda metalik görünümlü sır elde etmek için, gümüş nitrat (AgNO_3), bakır sülfat (CuSO_4), bakır karbonat (CuCO_3), bizmut nitrat ($\text{Bi}(\text{NO}_3)_3$), demir sülfat (FeSO_4), kadmiyum nitrat $\text{Cd}(\text{NO}_3)_2$ ve kobalt klorür (CoCl_2) gibi metal bileşikleri sır kompozisyonlarına farklı oranlarda (%2-%5) ilave edilmiştir. 1000 °C’de fırınlanan sırlar, 750 °C’ye soğutulularak 20 dakika redüksiyona tabi tutulmuştur. Hem yükseltgen, hem de indirgen ortamda fırınlanan sırlı örnekler yüzey görüntüsü, renk tonu değişimi, mikromorfolojik ve mikroyapısal özellikler açısından Optik mikroskop (OM), Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM/EDS) ve UV-Vis. Spektrofotometresi ile karakterize edilmiş, sonuçlar değerlendirilmiştir.

Metalik görünümlü sırlar, fiziksel ve kimyasal kompozisyonları, pişirim atmosferi, renk ve reflektans özellikleri bakımından birbirinden farklı özellik göstermektedir. Bu sırların modern veya klasik mekânlarda çevre ile uyumlu dokular oluştururken mekân tasarımı iyi bir tamamlayıcı öge olabileceği saptanmıştır.

Anahtar Sözcükler: Metalik sır, Fırın atmosferi, Redüksiyon, Optik özellikler

ABSTRACT**DEVELOPMENT OF GLAZES WITH METALLIC APPEARANCE ON
CERAMIC BODIES AND THEIR OPTICAL PROPERTIES****SİBEL ALHAN****Master Thesis, Department of Art and Desing****Supervisor: Dr. Nergis KILINÇ MİRDALI****August 2019, 101 pages**

In this study, alkaline, alkali-boron, leaded and leaded-alkaline glaze recipes were prepared according to Seger Method and it was aimed to develop metallic appearance glaze in low temperature (1000 °C) oxidizing and reducing firing atmosphere. Metal compounds such as silver nitrate (AgNO_3), copper sulphate (CuSO_4), copper carbonate (CuCO_3), bismuth nitrate ($\text{Bi}(\text{NO}_3)_3$), iron sulfate (FeSO_4), cadmium nitrate $\text{Cd}(\text{NO}_3)_2$ and cobalt chloride (CoCl_2) were added to the glaze compositions in different proportions (2%-5%). The glazes fired at 1000 °C were cooled to 750 °C and reduced for 20 minutes. Glazed samples fired in both oxidizing and reducing atmosphere and some of them characterized by optical microscope (OM), Scanning Electron Microscope (SEM / EDS) and UV-Vis. Spectrophotometer in terms of surface appearance, color tone change, micromorphological and microstructural properties.

Metallic glazes have different properties in terms of their physical and chemical composition, firing atmosphere, color and reflectance properties. While these secrets create textures that are compatible with the environment in modern or classic spaces, they can be a good complementary element in space design.

Key Words: Metallic glaze, Firing atmosphere, Reduction, Optical properties

ÖNSÖZ

Çalışmalarım sırasında başta tez danışmanlığımı yapan, tezimin hazırlanması sırasında beni yönlendiren, özveri ve sabrıyla desteğini esirgemeyen hocam Sn.Dr. Öğr. Üyesi Nergis KILINÇ MİRDALI'ya ve derslerle katkı ve yardım sağlayan tüm hocalarıma,

Sanatsal çalışmalarına yön veren Sn.Prof. Birnur ERALDEMİR'e ve Sn Prof. Suat KARAASLAN'a, kalbi teşekkürlerimi sunarım.

Ayrıca eğitimim süresince desteklerini esirgemeyen aileme sonsuz teşekkürlerimi sunarım.

Bu çalışma Çukurova Üniversitesi Bilimsel Araştırma Fonu tarafından desteklenmiştir. (Proje No: SYL 2015-4347)

Sibel ALHAN

Adana /2019

KISALTMALAR

İA	İndirgen Ortam Alkalili sıvı
İK	İndirgen Ortam Kurşunlu sıvı
YA	Yükseltgen Ortam Alkalili Sıvı
YK	Yükseltgen Ortam Kurşunlu sıvı
DRS	Diffuse Reflectance Spectroscopy
XRD	X-Ray Diffraction
EDXRS	Energy-Dispersive X-Ray Spectroscopy
EDXRF	Energy-Dispersive X-Ray Fluorescence
SEM	Scanning Electron Microscopy
EDS	Energy Dispersive Spectrometry
TEM	Taramalı Elektron Mikroskobu
PIGE	Proton Induced Gamma-Ray Emission
PIXE	Proton Induced X-Ray Emission
CLSM	Cofocal Laser Scanning Microscopy
AFM	Atomic Force Microscopy
ITN	Instituto Tecnológico e Nuclear
UV-Vis.	Ultraviolet-Visible Spectrophotometry
STEM	Scanning Transmission Electron Microscopy
EELS	Electron Energy-Loss Spectroscopy
WDXRF	Wavelength Dispersive X-Ray Fluorescence
XPS	X-Ray Photoelectron Spectroscopy
HRTEM	High-Resolution Transmission Electron

DTA	Diferansiyel Termal Analiz
nm	Nanometre
RBS	Rutherford Backscattering Spectroscopy
FESEM	Field Emission Scanning Electron Microscopy
FT-IR	Fourier Transformed-Infrared
OM	Optik Mikroskop
R	Reflektans



İÇİNDEKİLER

	Sayfa
ÖZET.....	v
ABSTACT.....	vii
ÖNSÖZ.....	viii
KISALTMALAR.....	ix
TABLolar LİSTESİ.....	xvii
ŞEKİLLER LİSTESİ.....	xx

BÖLÜM I

GİRİŞ

1. Giriş	1
----------------	---

BÖLÜM II

KURAMSAL BİLGİLER ve İLGİLİ AÇIKLAMALAR

2.1. Kuramsal açıklamalar.....	2
2.1.1. Sırın tanımı.....	2
2.1.2. Sır oluşumu.....	2
2.1.3. Sır çeşitleri.....	3
2.1.3.1. Aventürin sırları.....	3
2.1.3.2. Çin kırmızısı sırlar	3
2.1.3.3. Krakle sırlar	4

2.1.3.4. Kristal sırlar	4
2.1.3.5. Krom kırmızısı sırlar	4
2.1.3.6. Bitkisel kül sırlar	5
2.1.3.7. Lüsterli sırlar.....	5
2.1.3.8. Mat sırlar.....	5
2.1.3.9. Metalik sırlar	6
2.1.3.10. Raku sırları	6
2.1.3.11. Seladon sırları	6
2.1.3.12 Toplanmalı sırlar	7
2.1.3.13 Tuz sırları	7
2.2. Metalik sırların tanımı	8
2.3. Metalik sırların tarihçesi	8
2.4. Seramik fırınları	9
2.4.1. Seramik fırın çeşitleri	9
2.4.2. Fırın atmosferi	10
2.4.2.1. İndirgen/redüksiyonlu fırın atmosferi	10
2.4.2.2. Yükseltgen fırın atmosferi	10
2.4.3. Özel sırların pişirim teknikleri.....	11
2.4.3.1. Çukurda pişirim.....	11
2.4.3.2. Raku pişirimi.....	11
2.4.3.3. Sagar pişirimi.....	12
2.4.3.4. Salku Pişirimi.....	12
2.4.3.5. Tuz sırları pişirimi.....	12

2.4.3.6. Soda pişirimi.....	13
2.4.3.7. Odun pişirimi.....	13
2.4.3.8. Açık ateşli pişirim.....	13
2.5. İlgili çalışmalar.....	13

BÖLÜM III

MATERYAL VE METOD

3.1. Materyal.....	24
3.1.1. Bakır karbonat.....	25
3.1.2. Bakır oksit.....	24
3.1.3. Bakır sülfat.....	24
3.1.4. Baryum klorür.....	25
3.1.5. Bizmut nitrat.....	25
3.1.6. Boraks.....	25
3.1.7. Borik asit.....	25
3.1.8. Çinko Oksit.....	26
3.1.9. Demir oksit.....	26
3.1.10. Demir Sülfat.....	26
3.1.11. Gümüş Nitrat.....	26
3.1.12. Kadmiyum nitrat.....	27
3.1.13. Kalay oksit.....	27
3.1.14. Kaolen.....	27
3.1.15. Kobalt klorür.....	27

3.1.16. Kobalt oksit.....	27
3.1.17. Kolemanit.....	28
3.1.18. Krom oksit.....	28
3.1.19. Kuvars.....	28
3.1.20. Lityum karbonat.....	28
3.1.21. Lityum Oksit.....	28
3.1.22. Magnezit.....	29
3.1.23. Magnezyum oksit.....	29
3.1.24. Mangan dioksit.....	29
3.1.25. Mermer.....	29
3.1.26. Nikel oksit.....	29
3.1.27. Potasyum karbonat.....	30
3.1.28. Sodyum feldspat.....	30
3.1.29. Sodyum karbonat.....	30
3.1.30. Sülyen.....	30
3.1.31. Titanyum dioksit.....	31
3.1.32. Zirkonyum oksit.....	31
3.2. Kullanılan hammaddelerdeki metallerin indirgen ortam davranışı.....	31
3.3. Metod.....	32
3.3.1. Hammadde Hazırlama ve Kalıplama	32
3.3.2. Bisküvi pişirimi.....	33
3.3.3. Hammadde seçimi ve hazırlanması.....	33
3.3.4. Sır pişirimi.....	33

3.2.5. Kullanılan cihazlar.....	34
---------------------------------	----

BÖLÜM IV

ARAŞTIRMA BULGULARI

4.1. Sırların reçete kompozisyonları.....	35
---	----

BÖLÜM V

TARTIŞMA ve YORUM

5.1. Örneklerin Karakterizasyonu.....	44
5.2. Alkalili ve İndirgen Ortamda Fırınlanmış Sırlı Örnekler.....	44
5.2.1. IA1Kodlu Örneğin Analiz Sonuçları	45
5.2.2. IA2 Kodlu Örneğin Analiz Sonuçları	49
5.2.3. IA3 Kodlu Örneğin Analiz Sonuçları	52
5.2.4. IA6 Kodlu Örneğin Analiz Sonuçları	54
5.2.5. IA7 Kodlu Örneğin Analiz Sonuçları	57
5.2.6. IA8 Kodlu Örneğin Analiz Sonuçları.....	59
5.2.7. IA9 Kodlu Örneğin Analiz Sonuçları.....	62
5.2.8. IA10 Kodlu Örneğin Analiz Sonuçları	65
5.2.9. IA15 Kodlu Örneğin Analiz Sonuçları	68
5.2.10. IA16 Kodlu örneğin Analiz Sonuçları	71
5.2.11. IA17 Kodlu Örneğin Analiz Sonuçları	74
5.3. Kurşunlu ve İndirgen Ortamda Fırınlanmış Sırlı Örnekler	
5.3.1. IK1 Kodlu Örneğin Analiz Sonuçları.....	78

5.3.2. IK3 Kodlu Örneğin Analiz Sonuçları	81
5.3.3. IK4 Kodlu Örneğin Analiz Sonuçları	85
5.4. Uygulama.....	88

BÖLÜM VI

SONUÇLAR ve ÖNERİLER

6.1. Sonuç ve öneriler.....	93
6.2. Öneriler.....	94
KAYNAKÇA.....	95
ÖZGEÇMİŞ.....	100

TABLOLAR LİSTESİ

Tablo 1. Yükseltgen fırın atmosferinde pişirilen alkalili sır örnekleri.....	35
Tablo 2. Yükseltgen fırın atmosferinde pişirilen kurşunlu sır örnekleri.....	37
Tablo 3. İndirgen fırın atmosferinde pişirilen alkalili sır örnekleri.....	39
Tablo 4. İndirgen fırın atmosferinde pişirilen kurşunlu sır örnekleri.....	42
Tablo 5. IA1 kodlu örneğinin sır seger formülü.....	45
Tablo 6. IA1Kodlu örneğin EDS değerleri	47
Tablo 7. IA2 kodlu örneğinin sır seger formülü	49
Tablo 8. IA2 Kodlu Örneğin EDS değerleri	51
Tablo 9. IA3 kodlu örneğinin sır seger formülü	52
Tablo 10. IA3 Kodlu Örneğin EDS değerleri	53
Tablo 11. IA6 kodlu örneğinin sır seger formülü	55
Tablo 12. IA6 kodlu örneğin EDS değerleri	56
Tablo 13. IA7 kodlu örneğinin sır seger formülü	58
Tablo 14. IA8 kodlu örneğin seger formülü.....	59
Tablo 15. IA8 kodlu örneğin EDS değerleri	61
Tablo 16. IA9 kodlu örneğin seger formülü.....	62
Tablo 17. IA9 kodlu örneğin EDS değerleri	64
Tablo 18. IA10 kodlu örneğin seger formülü	65
Tablo 19. IA10 kodlu örneğin EDS değerleri	67
Tablo 20. IA15 kodlu örneğin sır seger formülü	68
Tablo 21. IA15 kodlu örneğin EDS değerleri	70

Tablo 22. IA16 kodlu örneğin sır seger formülü	71
Tablo 23. IA16 kodlu örneğin EDS değerleri	73
Tablo 24. IA17 kodlu örneğin sır seger formülü	74
Tablo 25. IA17 kodlu örneğin EDS değerleri	76
Tablo 26. IK1 kodlu örneğinin sır seger formülü	78
Tablo 27. IK1 kodlu örneğin EDS değerleri	80
Tablo 28. IK3 kodlu örneğinin sır seger formülü	81
Tablo 29. IK3 kodlu örneğin EDS değerleri	83
Tablo 30. IK4 kodlu örneğinin sır seger formülü.....	85
Tablo 31. IK4 kodlu örneğin EDS değerleri	87

ŞEKİLLER LİSTESİ

Şekil 1. Sır araştırmalarında kullanılan kalıp ve deney tableti.....	32
Şekil 2. Porselen çamuru ile döküm yapılarak hazırlanmış formlar.....	32
Şekil 3. Sırlı örneklerin pişirimi ve redüksiyon işlemi	34
Şekil 4. IA1 kodlu örneğin dijital fotoğrafı	45
Şekil 5. IA1 kodlu örneğe ait optik mikroskop yüzey ve kenar görüntüleri.....	46
Şekil 6. IA1 kodlu örneğin SEM görüntüsü	46
Şekil 7. IA1 kodlu örneğin EDS grafikleri	47
Şekil 8. IA1 kodlu örneğin UV-Vis. Spektrumu	48
Şekil 9. IA2 kodlu örneğin dijital fotoğrafı.....	49
Şekil 10. IA2 kodlu örneğin OM yüzey ve kenar görüntüleri.....	49
Şekil 11. IA2 kodlu örneğin SEM görüntüsü.....	50
Şekil 12. IA2 kodlu örneğin EDS grafikleri	50
Şekil 13. IA2 kodlu örneğin UV-Vis. spektrumu	51
Şekil 14. IA3 kodlu örneğin dijital fotoğrafı	52
Şekil 15. IA3 kodlu örneğe ait optik mikroskop yüzey ve kenar görüntüleri	52
Şekil 16. IA3 kodlu örneğin SEM görüntüsü.....	53
Şekil 17. IA3 kodlu örneğin EDS grafikleri	53
Şekil 18. IA3 kodlu örneğin UV-Vis. Spektrumu	54
Şekil 19. IA6 kodlu örneğin dijital fotoğrafı	54
Şekil 20. IA6 kodlu örneğe ait optik mikroskop yüzey ve kenar görüntüleri	55
Şekil 21. IA6 kodlu örneğin SEM görüntüsü.....	55
Şekil 22. IA6 kodlu örneğin EDS grafikleri	56

Şekil 23. IA6 kodlu örneğin UV-Vis. Spektrumu	57
Şekil 24. IA7 kodlu örneğin dijital fotoğrafı	57
Şekil 25. IA7 kodlu örneğe ait optik mikroskop yüzey ve kenar görüntüleri	58
Şekil 26. IA7 kodlu örneğin UV-Vis. Spektrumu	58
Şekil 27. IA8 kodlu örneğin dijital fotoğrafı	59
Şekil 28. IA8 kodlu örneğe ait optik mikroskop yüzey ve kenar görüntüleri	59
Şekil 29. IA8 kodlu örneğin SEM görüntüsü.....	60
Şekil 30. IA8 kodlu örneğin EDS grafikleri	60
Şekil 31. IA8 kodlu örneğin UV-Vis. Spektrumu	61
Şekil 32. IA9 kodlu örneğin dijital fotoğrafı	62
Şekil 33. IA9 kodlu örneğe ait optik mikroskop yüzey ve kenar görüntüleri	62
Şekil 34. IA9 kodlu örneğin SEM görüntüsü.....	63
Şekil 35. IA9 kodlu örneğin EDS grafikleri	63
Şekil 36. IA9 kodlu örneğin UV-Vis. Spektrumu	64
Şekil 37. IA10 kodlu örneğin dijital fotoğrafı	65
Şekil 38. IA10 kodlu örneğe ait optik mikroskop yüzey ve kenar görüntüleri	65
Şekil 39. IA10 kodlu örneğin SEM görüntüsü.....	66
Şekil 40. IA10 kodlu örneğin EDS grafikleri	67
Şekil 41. IA10 kodlu örneğin UV-Vis. Spektrumu	67
Şekil 42. IA15 kodlu örneğin dijital fotoğrafı	68
Şekil 43. IA15 kodlu örneğe ait optik mikroskop yüzey ve kenar görüntüleri	68
Şekil 44. IA15 kodlu örneğin SEM görüntüsü.....	69
Şekil 45. IA15 kodlu örneğin EDS grafikleri	70

Şekil 46. IA15 kodlu örneğin UV-Vis. Spektrumu	70
Şekil 47. IA16 kodlu örneğin dijital fotoğrafı	71
Şekil 48. IA16 kodlu örneğe ait optik mikroskop yüzey ve kenar görüntüleri	72
Şekil 49. IA16 kodlu örneğin SEM görüntüsü.....	72
Şekil 50. IA16 kodlu örneğin EDS grafikleri	73
Şekil 51. IA16 kodlu örneğin UV-Vis. Spektrumu	73
Şekil 52. IA17 kodlu örneğin dijital fotoğrafı	74
Şekil 53. IA17 kodlu örneğe ait optik mikroskop yüzey ve kenar görüntüleri	75
Şekil 54. IA17 kodlu örneğin SEM görüntüsü.....	75
Şekil 55. IA17 kodlu örneğin EDS grafikleri	76
Şekil 56. IA17 kodlu örneğin UV-Vis. Spektrumu	76
Şekil 57. IK1 kodlu örneğin dijital fotoğrafı	78
Şekil 58. IK1 kodlu örneğe ait optik mikroskop yüzey ve kenar görüntüleri	79
Şekil 59. IK1 kodlu örneğin SEM görüntüsü.....	79
Şekil 60. IK1 kodlu örneğin EDS grafikleri	80
Şekil 61. IK1 kodlu örneğin UV-Vis. Spektrumu	80
Şekil 62. IK3 kodlu örneğin dijital fotoğrafı	81
Şekil 63. IK3 kodlu örneğe ait optik mikroskop yüzey ve kenar görüntüleri	82
Şekil 64. IK3 kodlu örneğin SEM görüntüsü.....	82
Şekil 65. IK3 kodlu örneğin EDS grafikleri	83
Şekil 66. IK3 kodlu örneğin UV-Vis. Spektrumu	84
Şekil 67. IK4 kodlu örneğin dijital fotoğrafı	84
Şekil 68. IK4 kodlu örneğe ait optik mikroskop yüzey ve kenar görüntüleri	85

Şekil 69. IK4 kodlu örneğin SEM görüntüsü.....	86
Şekil 70. IK4 kodlu örneğin EDS grafikleri	86
Şekil 71. IK4 kodlu örneğin UV-Vis. Spektrumu	87
Şekil 72. Bünye (a) ve Bünye üzeri IK1 ve 1A7 kodlu sır uygulaması (b).....	88
Şekil 73. Bünye (a) ve bünye üzeri IA5 ve IA11 kodlu sır uygulaması (b).....	88
Şekil 74. IA2 kodlu sır uygulamaları.....	89
Şekil 75. IA2 kodlu sır uygulaması	89
Şekil 76. IK3 kodlu sır uygulaması	90
Şekil 77. IK3 kodlu sır uygulaması	90
Şekil 78. YA2 kodlu sır uygulaması	91
Şekil 79. Karışık uygulama YK7 ve YK9 kodlu sır uygulaması	91
Şekil 80. Karışık uygulama YA5 ve YK9 kodlu sır uygulaması	92
Şekil 81. YA5 kodlu sır uygulaması	92

BÖLÜM I

GİRİŞ

Kullanım amaçlarına uygun olarak şekillendirilmiş seramik objelerin ergonomikliğinin yanı sıra sanatsal değerini arttırmak, form ile yüzey arasındaki bağlantıyı kurabilmek için özel sırlar tercih edilir. Bu özel sırlardan birisi olan metalik sırlar, sır yüzeyinde ve ya içerisinde gömülü bir durumdaki metal oluşumlarının hareket devinimi ile ışığı çeşitli yönlere yansıtması sonucu, yüzeyde oluşan çeşitli renk ve şiddette yanardöner, pırıltı saçan sırlar olarak tanımlanabilirler.

Araştırmalar, metal bileşikleriyle oluşturulmuş olan metalik sırların, bir cam matris içine gömülü olan metal kristalleri tarafından oluşturulan nano yapıda ince bir tabakaya karşılık geldiğini göstermektedir. Parlaklık ve oluşum mekanizmaları, bu metallerin oluşturduğu kristallerin parçacık boyut ve dağılımına göre oluşmaktadır (Rouge J. ve arkadaşları 2005 s.568-575), (Rouge J. ve arkadaşları 2006 s.3813-3824).

Bu çalışmada sırların renklendirilmesi ve metalik görüntülerin elde edilmesi amacıyla viskozitesi düşük sırlar içerisine metal oksitler ve metal bileşikleri ilave edilmiştir. Viskoziteyi düşürmek için ise hazırlanan Seger formüllerinde Na_2O , K_2O , B_2O_3 , PbO gibi eritici oksitlerden yararlanılmıştır. Fırın atmosferine bağlı olarak sır kompozisyonları içindeki metal oksitler ve/veya bileşenlerin etkisi farklılık göstermiştir.

İndirgen fırın ortamında az miktarda bile kullanılan renk verici metal oksit ve metal tuzları geniş ve parlak renk yelpazesinin oluşumunu sağlar (Arcasoy A., 1883, s 101), (Başkiran H., 2012, s 91-94).

Bu çalışmada, ticari porselen çamur ile hazırlanarak bisküvi pişirimi yapılmış deney tabletleri üzerinde metalik görünümlü sır elde etmek için, sır kompozisyonlarına metal oksit ve metal tuzları ilave edilmiş olup, indirgen ve yükseltgen fırın atmosferinde pişirim yöntemleri uygulanmıştır.

Çalışma sonucunda metal bileşikleri kullanarak düşük sıcaklıkta metalik görünümlü sırlar elde edilmiş ve bu sırların optik özellikleri incelenerek yansıma ve renk özelliklerinin çevre ile uyumlu mekânlar yaratmada sunduğu seçenek zenginliği ortaya konmuştur. Ergonomik seramik formlara bu sırların aynı zamanda sanatsal bir çekicilik kazandırdığı gözlemlenmiştir. Form, yüzey ve mekân arasındaki ilişkiyi sağlamak ve güçlendirmek için bu sırlar tercih edilebilir.

BÖLÜM II

KURAMSAL AÇIKLAMALAR VE İLGİLİ ARAŞTIRMALAR

2.1. Kuramsal Açıklamalar

Bu bölümde metalik görünümlü sırlar, tarihçe ve metalik sırlara dair optik ve kompozisyon analizleri ile ilişkili araştırmalara yer verilmiştir.

2.1.1. Sırın Tanımı

Sır pişmiş toprak, eşya ya da yapı malzemesi üzerine sürülerek fırınlanan ve bu ürünleri ince bir tabaka şeklinde kaplayarak onun üzerinde eriyen camsı bir oluşumdur. Bir seramikçi gözüyle birkaç şekilde tanımlanabilir.

Sır belirli bir silikat karışımının belirli bir sıcaklık ve basınç altında eritilmesi ve teknolojisinin gerektirdiği şekilde soğutulmasıyla elde edilen camsı tabakadır.

Seramik ürünlerinin kimi zaman estetik, kimi zaman teknik, kimi zaman da hijyenik amaçlarla üzerlerine kaplanan sert parlak veya mat camsı ince tabakadır.

Seramik bünyeleri daldırma, akıtma, püskürtme ve benzeri yöntemlerle uygulanan, uygulandığı altlığa ekstra mekanik mukavemet, kimyasal dayanım, çizilme dayanımı, ısısal şok gibi özellikler kazandıran, 100 ile 150 mikron kalınlığında ince bir camsı film tabakasıdır (Anonim).

2.1.2. Sır Oluşumu

Sır, belirli bir silikat karışımının, bu karışımın gerektirdiği sıcaklıkta eritilmesi sonucu elde edilir. Pişme sırasında sıran erimesi tek noktada olmayıp, sıırı oluşturan silikat karışımının sinterleşmesine bağlı olarak, kimyasal bir reaksiyon boyunca yavaş yavaş olur. Artan sıcaklık ile birlikte sinterleşme giderek cama dönüşür ve bunun sonucunda sır artık akışkan olur (Arcasoy, A., 1983 s 162).

Yapılması planlanan sıran çeşidine göre olgunlaşma ve soğuma evrelerinden sonra sır elde edilir.

2.1.3. Sır Çeşitleri

Metalik sırlar günümüzde çoklu endüstriyel ürünlerde de kullanılsa da artistik sırlar içerisinde yerini bulur.

Artistik Sırlar¹:

1. Aventürin Sırlar
2. Çin Kırmızısı Sırlar
3. Krakle Sırlar
4. Kristal Sırlar
5. Krom Kırmızısı Sırlar
6. Kül sırları
7. Lüsterli Sırlar
8. Mat Sırlar
9. Metalik sırlar
10. Raku Sırları
11. Seladon Sırları
12. Toplanmalı Sırlar
13. Tuz Sırları

Metalik Sırlar, Artistik sırların (başta Lüster sırları, Aventürin sırları, Raku Sırları olmak üzere) içinde alt başlık olarak da yer alır.

2.1.3.1. Aventürin Sırlar

Yıldıztaşı anlamına gelen Aventürin, alkalili, borlu, kurşunlu, borlu alüminası az olan sır bünyelerinin metale doyurulması ile elde edilirler. Aventürin sırlarında yaygın olarak demir oksit, bakır oksit ve krom oksit kullanılır. Aventürin sırları, kullanılan metale göre isimlendirilirler (bakır aventürini, demir aventürini gibi) (Genç P., 1994 s.5).

2.1.3.2. Çin Kırmızısı Sırlar

İlk kez Çinliler tarafından uygulandığı için bu adı alan sırlar, indirgen atmosfer sırlarındandır. Kırmızı renk, redüksiyon sırasında Bakır oksidin (CuO) bir kısmının

¹ Kaynaklar artistik sırlar ile tanımlarında verilmiştir.

bakır oksidul (Cu_2O) formuna dönüşmesi ve bir kısım bakırın koloidal biçimde dağılması ile oluşur.

Bu sırlarda kompozisyonundaki bakır oranı arttıkça kırmızı renk açılarak yeşile döner. En olumlu sonuç % 0,3-1,0 CuO katkısı ile alınır (Arcasoy, A., 1983 s 237).

2.1.3.3. Krakle Sırlar

Krakle sırlar, Yüzeyi belirgin bir çatlak ağı ile kaplı sırlar olarak tanımlanırlar (Arcasoy, A., 1983 s 230).

Sırda çatlamayı arttırmak için, sır uygulanan bünye ile sır kompozisyonunda bilinçli değişim yapılması gerekmektedir. Öncelikle bünyeden kalsiyum (CaO) ve SiO_2 uzaklaştırılır. Uygulanacak sırda kullanılacak alkali oranının yükseltilmesinin yanısıra SiO_2 miktarının azaltılması ile genleşme katsayısı yükseltilir. Pişirim sırasında bünye ve sır arasındaki genleşme farklılıklarından dolayı krakle oluşumu gözlemlenir. Krakle sırlarda sırn çatlamaya yatkınlığı, sır uygulamasının kalın olması ile doğru orantılıdır.

Sırda krakle miktarı termal şok ile arttırılabilir. Bölgesel ısılatma ile krakle deseni farklılaştırılabilir. Pişirim sonrası oksit, boya ve mürekkep gibi renk verici malzemelerle silinerek çatlaklar belirginleştirilebilir (Arcasoy, A., 1983 s 231).

2.1.3.4. Kristal Sırlar

Kristal sırlar olarak adlandırılan bu sırlarda camda donmuş su buharı görüntüsünde olup, nüve adı verilen bu kristaller pişirme işleminin tamamlanıp, soğuma sırasında sır yüzeyinde ve camsı matriste görülürler (Erdem B.C., 2010, s 2) .

Kristallerin büyümeleri sonucun başarısı fırın çevriminin doğasıyla yakından kontrol edilir (Erdem B.C., 2010, s 28,29).

Sırlarda kristalleşmenin ortaya çıkmasında çeşitli faktörler rol oynar. Sırın akışkanlığının yüksek olması, kristalleşme hızı ve kristalizasyon hızının en fazla olduğu sıcaklık en önemli faktörlerdir.

Her maddenin kristalleri farklı oluşum ve büyüme eğrileri gösterir, renk ve şekil bakımından ayırt edici özelliğe sahiptir. Örneğin çinko çubuk şeklinde demetler şeklinde, molibden kristalleri camda oluşan buz kristalleri gibi çiçek görünümünde, vanadyum gökkuşağı, krom oksit buz kristalleri şeklinde kristaller oluştururlar (Arcasoy A, 1983 s 234).

2.1.3.5. Krom Kırmızısı Sırlar

Krom kırmızısı sırlar, Cr_2O_3 , bol kurşunlu, düşük silisli sırlarda, kırmızının çeşitli tonlarının elde edildiği sırlardır. Kırmızı rengi sırnın birleşimindeki krom oksit oranına göre yüzeylerinde, krom kristalleri oluşturur. Kristaller sırnın içindeki krom oksit oranına ve soğutmanın yavaş veya hızlı olmasına göre küçük ve büyük olabilirler.

Krom oksit ile kırmızı renk elde etmek fırın atmosferine bağlı bir olaydır. Kırmızı renk ancak nötr ve oksitleyici atmosferlerde başarılı olur. Bu tür sırlar dış dekorasyonlarda kullanılmazlar. Dış etkenlerden ve hava koşullarından kısa sürede etkilenirler. Aynı zamanda zayıf asitlere ve bazlara karşı son derece duyarlıdırlar. Gıda malzemesi saklamak amacı ile kullanılmazlar (Arcasoy A., 1983 s.192-193).

2.1.3.6. Bitkisel Kül Sırları

Eski çağlarda Çin çömlekçi fırınlarında keşfedilen, Yüksek sıcaklıkta ters alevli fırınlarda, fırındaki sıcak havanın dolaşımının etkisiyle, ateş bölgesinden gelen bileşiminde yüksek miktarda soda ve potas gibi alkaliler ile düşük oranda silisyum ve alüminyum içeren odun küllerinin, pişirilen ürünler üzerinde yapışarak/kümeleşerek, yüksek ısıda ürün üzerinde ergimesiyle oluşan sır çeşididir.

Önceleri doğaçlama olarak gelişen bu süreç, bu tekniğin geliştirilmesiyle, bilinçli olarak bitki küllerinin ürün üzerine serpilmesi, ya da kil ve feldspat ile belli yüzdelerde karıştırılarak ürün üzerine uygulanması sonucunda günümüzde kalıcı kül sırları yapılmaktadır (Ayta T., 1976 s.80-81).

2.1.3.7. Lüsterli Sırlar

Lüster kelimesi, pırıltı ışıltı anlamına gelmektedir. Lüsterli sırlar yanardöner, metalik bir ışıltıyla, uygulana ürüne çekiciliğin yanısıra hareket boyutu da katarlar (Çizer S., 1995 s.11).

Lüsterli sırlar, viskozitesi düşük uygun bir sır kompozisyonuna, renk veren metal tuzlarının ilavesi ile pişirilmesi ve soğuma sırasında uygun sıcaklıkta redüksiyon işlemi yapılması sonucu elde edilirler.

Redüksiyon işlemi için duman çıkaran odun, şeker, naftalin gibi maddeler kullanılır. Yoğun duman sır içerisindeki metali indirgeyerek sır yüzeyinde metalik bir tabakanın oluşmasını sağlar (Şölenay E., 1995 s.5).

2.1.3.8. Mat Sırlar

Mat sırlar, seramik bünye ne renkte pişerse pişsin, yüzeyin kusurlarını örten, bu özelliğiyle ürüne çekicilik kazandıran sırlardır.

Mat sırlar, en basit şekliyle şeffaf bir sır kompozisyonuna matlık sağlayacak katkı maddeleri ilavesi ve seger formülünde $Al_2O_3 / SiO_2 = 1/2$ oranını yakalamakla oluşturulurlar. Matlık sağlayan katkı malzemeleri şunlardır: ZnO, CaCO₃, TiO₂, SnO₂, ZrO₂, BaCO₃, SrCO₃, Talk, Kuvars (Arcasoy A.,1983 s.226).

2.1.3.9. Metalik Sırlar

Metalik ışıltılar sağan bu sırların reçeteleri sır içi lüsterleri içinde görülürler. En basit metalik sır elde etme yöntemi sır kompozisyonuna yüksek oranda metal oksit ilavesi ile oluşur.

Sırın pişirimi sonrası soğuma sürecinde, metal tanecikleri sır yüzeyine doğru hareket ederek, yüzeye ışıltılı bir görüntü kazandırır (Çizer S., 1995 s 153).

Şeffaf basit sır kompozisyonlarına renklendirici metal tuzu ilavesi ve indirgen ortam pişirimi ile çok çarpıcı renk ve desenlerde metalik sır elde edilebilir.

2.1.3.10. Raku Sırları

Geleneksel Japon seramik tekniği olan Raku, Japon çay törenlerinde tercih edilen, hızlı bir pişirilen kaplara ve yönetime verilen isimdir.

Bu yöntemde bünyesinde yüksek oranda kum ve şamot içeren ürün bisküvi pişiriminden sonra, kurşunlu ve erime sıcaklıkları düşük bir sırla sırlanır ve pişirilir. Geleneksel raku yapımında, soğuma evresinde fırın içerisinde oksijensiz bir ortam yaratılır ve bu aşamada 10-15 dakika beklenir. 750-950 °C civarında fırından maşa ile çıkartılarak açık havada soğumaya bırakılır.

Günümüzde soğuma evresinde 750 °C civarında maşa yardımıyla fırında çıkarılarak talaş ya da su içerisine atılarak indirgeme işlemi yapılmaktadır (Özcan M.C., 1997 s.2).

2.1.3.11. Seladon Sırları

10.-14. yüzyıllarda Uzakdoğu'da yaygın olarak kullanılan Seladon sırları gri yeşilden sarı yeşile renk skalasında olan, redüksiyon sırlarındandır. Renk oluşumuna redüksiyonun yanısıra sır kompozisyonunda yer alan demir krom kalay titan ve nikel bileşikleri etki etmektedir (Arcasoy A., 1983 s.238).

Seledon sırlarının adını kökeni tam olarak bilinmemekle birlikte 17.yüzyıl da L'Astree by Honoré d'Urfe (1568-1625) adlı Fransız oyunundaki "Celadon" adlı çobanın sürekli giydiği grimsi-yeşil kostümünden alındığı düşünülmektedir (İn H., 2014 s.2).

2.1.3.12. Toplanmalı Sırlar

Yüzey gerilimi yüksek olan sırlar pişme sırasında uygulandığı seramik yüzeylerin üzerinde toplanarak adacıklar oluşturan sırlara toplanmalı sırlar diye isimlendirilirler. Bu sırların yüzey geriliminin yüksekliği adacıkların deseniyle doğrudan ilişkilidir (Ayta T., 1976 s.6).

Toplanmalı sırlarda yüzey gerilimini arttıran malzemeler Al_2O_3 , MgO , CaO ve ZnO , NiO , SnO_2 , Cr_2O_3 , V_2O_5 gibi yüksek gerilim özelliğine sahip oksitlerdir.

Toplanmalı sırlarda yüz gerilimi yüksek sır kullanımının yanısıra, alttaki çamurun gözenekliliği, ara tabaka oluşum yeteneği, fırın atmosferi, sırlama tekniği ve pişirme sürecinin zaman kontrolü de çok önemlidir (Arcasoy A., 1983 s.232).

2.1.3.13. Tuz Sırları

Tuz sırları Almanya'da 15.yy da rastlantı sonucu bulunmuş ve 19.yy da sıkça seramik yüzeylerde kullanılmıştır. Geleneksel tuz sırlarında renklendirici kullanılmaz. Günümüzde hammadde zenginliği ve kalitesi renkli tuz sırlarının elde edilmesini sağlamıştır. Oluşan tuz sırları seramik bünyenin kompozisyonundaki oksitler ile sırda kullanılan metal tuzların, fırında yapılan indirgeme işlemine bağlı olarak reaksiyona girmesi sonucu oluşurlar.

Çağdaş tuz sırları renklendirici oksitler ve seramik boyaları ya da demir, rutil ve tian gibi maddeleri içeren astarları kullanılarak, kompozisyonda kullanılan orana göre renk ve doku oluşturulabilmektedir.

Tuz sırlarında seramik ürün fırına ham olarak yerleştirilir. Kilin olgunlaşma derecesine ulaştığında fırın içerisine tuz atmak için açılmış deliklerden tuz atılır. Tuz

fırın içerisinde çözünerek seramik bünyedeki silika ile birleşerek ürün üzerinde bir sır tabakası oluşturur. Tuz sırlarında elektrikli fırınlar, çözünen tuzların fırın rezistanslarına zarar verebileceği sebebiyle kullanılmazlar (Sarı H.S., 2010 s.13) .

Tuz sırlarının elde edilme sürecinde sırların ergime sıcaklıklarını düşürmek için, ergime sıcaklığını düşüren malzemelerin sır kompozisyonunda bulundurulması olumlu sonuçlar vermektedir (Ayta T., 1976 s.6).

Tuz sırlarının pişirilmesinde açık alevli fırınlar ya da gazlı fırınlar tercih edilir.

2.2. Metalik Sırın Tanımı

Metalik sırlar, yüzeyinde gömülü bir durumdaki metal oluşumlarının hareket devinimi ile ışığı çeşitli yönler yansıtmaları sonucu yüzeyde oluşan çeşitli renk ve şiddette yanardöner pırıltı saçan sırlar olarak tanımlanabilirler.

2.3. Metalik Sırın Tarihçesi

Tarihte metalik görünümlü kaplar, ilk olarak MÖ 2500 yıllarında eski tunç çağında görülmüştür. O dönemde Anadolu’da hüküm sürmekte olan Hattiler ve Asurların tarih sahnesine çıkmasıyla Anadolu’da tunç çağı çok zengin bir dönem yaşamıştır. Dönemin kap kacakları tunç ve altından yapılmakta, elle şekillendirilen seramik kaplar özellikle tapınma amaçlı kapların yüzeyi madeni görüntüyü taklit ederek oluşturulmaktaydı. Eski Tunç Çağında pişmiş topraktan kap şekillerinin basit olmasının nedeni, bu devirde madeni kapların çok artmış olmasındandır. Devrin son evresinde madeni örnekleri taklit ederek yapılan gaga ağızlı testilerin, sepet kulplu çaydanlıkların, keskin köşeli fincanların ve vazoların sayıları çok artmıştır. Bu kap şekillerinin birçoğu daha sonraki çağlarda görülen Hitit kap şekillerinin ilk örnekleridir (<http://www.anadolumedeniyetlerimuzesi.gov.tr/TR,77781/eski-tunc-cagi.html>, Erişim tarihi 11 Ekim 2017) .

Asur ticaret kolonileri sayesinde Çömlekçi çarklarının gelişimi ve yaygınlaşması ile elle yapılan büyük ve kaba kaplar dışında kalan, çark kullanarak yapılan kapların tüm yüzeyine uygulanan astar ve perdahlama tekniği pişmiş toprak kaplara bakır parlaklığı vermiştir (Emre K., 1968 s.98) .

M.S. 9.yüzyılın başlarında, Irak'taki antik çömlekçiler, cam ustalarının kullandıkları, yapısında bakır oksit, gümüş tuzları kullandıkları malzemeyi tesadüfen kil ile buluşturup, seramik üzerine sır olarak kullandıklarında kırmızıdan sarıya, yeşilimsi

ya da morumsu çok çeşitli renklerle metalik güzel bir tabaka oluşturdıklarını keşfetmişlerdir (Rouge J., ve ark., 2006 s.3813).

Perdahlama kaba metalik görünüm vermekte çok önemli rol oynamıştır. Kap yüzeyi parlak bir görünüm alana dek, düzgün taş veya kemik ile kap henüz yaşken gerçekleştirilmiştir. İyi perdahlama parlaklığı arttırmıştır (Türker A., 2008 s.42) .

Rouge J. ve arkadaşlarının araştırmaları, bu katmanların, cam matris içine gömülü bakır ve gümüş kristallerinden oluştuğunu göstermiştir.

MS10-14. yüzyıllara gelindiğinde İran Kaşan'da bir lüster endüstrisi vardı, eşsiz kalitede lüsterler yapılmaktaydı. Arap çömlekçilerle İspanya'ya geçen bu teknik, Arapların bölgeden çekilmesiyle Mağribi-İspanyol çömlekçiler tarafından Batı Akdeniz boyunca genişleyerek Avrupa'ya yayılmıştır.

İspanya'da bazı yörelerde geleneksel bir teknik olarak; bakır ve gümüş içeren boya, su veya sirke ile seyreltilerek sırlı seramik bünyeye uygulanmakta ve indirgen ortamda yeniden pişirime tabi tutulmaktadır. Bu yöntemle indirgenme esnasında sır içine geçen metal, bünye üzerinde metalik bir parlaklık oluşturmaktadır. Günümüzde de metalik pırıltılar, uygulandığı malzemeye özel bir cazibe katmaktadır.

2.4. Seramik Fırınları

Seramik fırınları ürünün ısı işlem ve soğutma süreçleri sırasında, gerekli fiziksel ve kimyasal değişimlerin oluştuğu ocak olarak tanımlanabilir. Seramik fırınlarında kullanılan yakıt, fırın yapımında kullanılan malzeme, kapsayacağı alan önemli olmakla birlikte en önemli belirteç, seramiğin seramik ve sırn oluşumunu sağlayacak sıcaklıklara çıkabilmesi, sıcaklık farklılıklarına dayanabilecek direncinin olmasıdır (Altuniç F., 2006 s.132).

2.4.1. Seramik Fırın Çeşitleri

Seramik fırınları, kullanılan yakıt cinsine göre üç kısımda incelenir:

1. **Elektrikli Fırınlara:** Isıtma işleminin elektrikle yapıldığı fırınlardır. Isı kaybının son derece az olduğu, sıcaklık sürecinin ayarlanabildiği ve yalıtımın refrakter lifleriyle sağlandığı fırınlardır (Ros D., 2006 s.131).
2. **Gazlı Fırınlara:** Oksijensiz ortam oluşturmada kullanılan, fırınlama atmosferinin kontrol edilebildiği fırınlardır. Bu fırınlar çalıştırılırken, fırınlamada kullanılan gazın, basıncın ve havanın denetlenmesi özel bir

dikkat ve bilgi gerektirmektedir. Fırınlama süreci ve maliyeti elektrikli fırınlara göre daha uygundur ve sonuçlar çok daha iyidir (Ros D., 2006 s.133).

3. **Odun Fırını:** Modası geçmiş ve zor uygulamalı fırınlar olmakla birlikte görkemli ve yaratıcı bazı fırın uygulamalarının gerçekleştirilmesi açısından kullanılması gereklidir. Bu fırınlarda kullanılan odunların kuru yada katı yakıt odunu olması gereklidir (Ros D., 2006 s.133).

2.4.2. Fırın Atmosferi

1. İndirgen fırın atmosferi
2. Yükseltgen ortam fırın atmosferi

2.4.2.1. İndirgen/Redüksiyonlu Fırın Atmosferi

Seramikte indirgen ortam pişirimi, yanma havasının az olduğu ortamda pişirimin yapılmasıdır. Bu esnada yüksek değerlikli oksitler (Fe_2O_3 , Mn_2O_3) düşük değerlikli oksitlere (FeO , MnO) indirgenir (Arcasoy A., 1983 s.101).

Yanmada yetersiz miktarda oksijen varsa duman oluşumuna neden olan karbon ve karbondioksit salımı olur. Yanma işlemi kapalı bir fırın içerisinde oluyorsa gerekli oksijen en yakın kaynaktan yani fırının içindeki ürünün kompozisyonundaki malzemeden alır. Reaksiyonlar sonucunda oluşan oksijen kaybıyla gerçekleşen değişim indirgenme / redüksiyon olarak adlandırılır ve etkilenen malzemenin renginde değişim gerçekleşir.

Bütün yanmalı fırınlarda indirgenme ortamı oluşturulabilir. Fırın atmosferi değişimiyle aynı malzemeden farklı renkler oluşturulabilir, örneğin Bakır oksit yükseltgen ortamda yeşil renk verirken, indirgen ortamda kırmızı renk oluşturur (Ros D., 2006 s.139).

2.4.2.2. Yükseltgen Fırın Atmosferi

Çoğunlukla elektrik Enerjisiyle çalışan fırınlarda yükseltgen fırın atmosferi vardır. Dışarıdan herhangi bir müdahale olmadan, doğal pişirimin sürdüğü fırın atmosferidir (Sarı H.S., 2010 s.3).

Yükseltgen ortamda çamurun ve sıran tüm moleküllerin kimyasal oluşumlarını tamamlaması gerekli oksijen ortamda mevcuttur. Bu durum tam yanma diye

adlandırılır. Organik yakıtlar/bileşikler tam olarak yanarak ortamdan uzaklaşır, bu durumda alevler turuncudan maviye döner. Seramik sıra/bünyeye renk veren pigment ya da metal oksitler pişirim sonucunda yükseltgenerek bir renk oluştururlar. Bu renkler yükseltgenmenin derecesine göre farklılık gösterirler (Peterson S., ve Peterson J., 2008 s.166).

2.4.3. Özel Sırların Pişirim Teknikleri

Her fırının kendine özgü bir karakteri, her özel sırında kendine özgü pişirim yöntemi vardır. Bu tekniklerden bazıları (Peterson S., Peterson J. 2008 s.169) :

1. Çukurda Pişirim
2. Raku Pişirimi
3. Sagar Pişirimi
4. Salku/Saltku Pişirimi
5. Tuz Sırı Pişirimi
6. Soda Pişirimi
7. Odun Pişirimi
8. Açık Ateşli Pişirim

2.4.3.1. Çukurda Pişirim

Çukurda pişirim, yere gerçek bir çukur kazarak, ateşe dayanıklı tuğlayla bir ocak örerek, metal bir varilde, kağıt katkılı çamurdan/kumdan ocaklarda, hatta sagar kutusu kullanarak deneysel pişirim yapmaktır.

Çukurun içerisine ham ya da pişirilmiş ürün, üzerine, organik yanıcı malzeme (saman, kuru ot, gazete, sebze meyve artıkları, gazete, talaş) sarılarak yerleştirilir ve yanmaya bırakılır. Daha yüksek sıcaklıklara ulaşmak istenirse daha fazla yakıt eklenir. Ekleme yöntemiyle pişirim süresi uzatılabilir.

Bu yöntemde ürün üzerine düşük dereceli sırlar, firit yada bunlarla renk veren kimyasallar (gümüş nitrat, potasyum bikarbonat, potasyum dikromat, bizmut nitrat) harmanlanarak uygulanabilir (Peterson S.,ve Peterson J., 2008 s.169).

2.4.3.2. Raku Pişirimi

Raku pişirim tekniğinde, sır pişirimi sırasında, sır ürün üzerinde olgunlaşmış haldeyken (yaklaşık 980°C) ürün fırından dışarı alarak hızla soğutulur. Hızlı soğutma

esnasında oluşturulan dumanlı indirgen ortamı ve sıcaklık farkı, oluşan çatlaklarda olası siyah etkilerin oluşturmalarını sağlar.

Seramikçiler, indirgen ortam oluşturma ve soğutma işlemini ürünü yanıcı maddelerin arasına daldırarak ve ardından soğuk suya batırarak gerçekleştirirler. Kimi zaman ürün üzerine çeşitli kimyasallar ve metalik tuzlar uygulayarak, indirgen ortam pişirimiyle parçanın yüzeyinde metalik lüster etkileri elde etmektedirler (Peterson S., ve Peterson J., 2008 s.169).

2.4.3.3. Sagar Pişirimi

Öncelikle pişirim için hazırlanmış sagar kutusunun içerisine yerleştirilen ürünün çevresine, sagar pişiriminde kullanılan yanıcı maddeler (Mısır koçanları, saman, odun yongaları, kuru yaprak) yerleştirilir. Bu şekilde fırına yerleştirilen ürün üzerinde pişirim sonucunda yanıcı malzemenin cinsine göre gri ya da siyah renk oluşmaktadır. Sagar kutusunun içerisine renk veren pigmentler ilave edilmiş ise bu pigmentlerin rengi de ürüne geçmektedir (Peterson S., ve Peterson J., 2008 s.170) .

2.4.3.4. Salku Pişirimi

Salku ya da Saltku, tuz pişirimi ile raku pişiriminin bir bileşimidir. Günümüzde seramikçiler bazı pişirim tekniklerini birleştirerek deneysel çalışmalar yapmaktadırlar. Bu sanatçılardan birisi olan Rick Barman odun, soda ve raku tekniklerini birlikte kullanarak "salku" sözcüğünü türetmiştir (Peterson S., ve Peterson J., 2008 s.172).

2.4.3.5. Tuz Sırı Pişirimi

Tuz (NaCl) seramik ürünün yüzeyine farklı görünüm katmak için kullanılan en önemli katalizörlerden biridir. Bünye olgunlaşma sıcaklığına geldiğinde, fırına kaya tuzu serpilir. Bu işlemin sonucunda, bünyenin kendi rengi üzerinde veya astar dekor üzerinde, turuncu renkli bir kabuk ve parlak yüzey oluşur (Peterson S., ve Peterson J., 2008 s.172).

2.4.3.6. Soda Pişirimi

Soda pişiriminde, tuz sırlarındaki gibi ürün olgunlaşma ısısına geldiğinde ya da daha öncesinde, fırına tuz yerine sodyum bikarbonat yada sodyum karbonat serpilir. Bu pişirim tekniğinde de süreç tuz sırlı pişirimiyle benzerlik gösterse de renklendiricilerin ürün üzerinde ortaya çıkma anlamında, tuz sırlı pişirimindeki kalitede parlak kümelenme etkileri oluşturmazlar.

Sodyum karbonatın, sodyum klorüre göre daha az çevre kirliliğine tercih nedeni olmakla birlikte, bazı kimyacılar kızılkor sıcaklığının üzerinde buharlaşan sodyumun tehlikeli olmadığını raporlamışlardır. Seramikçiler her iki teknikte de soda ve yemek tuzunu yüksek sıcaklıklarda kullanmayı tercih etmektedirler (Peterson S., Peterson J. 2008 s.173).

2.4.3.7. Odun Pişirimi

Bisküvi ve sırlı pişirimlerinde, seramik fırınlarında yakıt olarak sadece odun kullanılabilir. Bu durumda odun, hem yakıt olarak hem de uzun bir pişirim sürecinde renklendirme ve kısmen sırlama malzemesi olarak da sisteme dahil olur. Bu fırınlardan elde edilen küller eritici olarak da sırlı kompozisyonlarında kullanılabilirler. Küllerin içeriği mineral feldspatta benzetmekle birlikte, kullanıldıkları ürünlerde farklı elde edilmektedir (Peterson S., Peterson J., 2008 s.173).

2.4.3.8. Açık Ateşli Pişirim

Amerikan Kızılderililerinin kullandığı geleneksel bir yöntem olan açık ateşli pişirimde, ürünler odunların (ardıç) üzerine konulan ızgara üzerine istiflenir. Eski metal gereçler (tepsi gibi) ve tezeklerle ürünlerin çevresi kapatılarak sıcaklığın korunması sağlanır. Pişirim sonucunda ateş, taze at gübresi ve küller kapatılarak söndürülür. Oluşan indirgen ortam renk değişimine neden olacaktır (pişirim sonunda kırmızı, perdahlı ürünler siyaha döner) (Peterson S., ve Peterson J., 2008 s.170 .

2.5. İlgili Çalışmalar

Marzouk M.A. ve arkadaşları (2019); "Cam-seramik tekniği ile hazırlanan $\text{SrAl}_2\text{B}_2\text{O}_7$, Eu, Gd, Sm, Nd eş-katkılı fosforlu nanokristallerin kristalizasyon ve fotoluminesans özellikleri" başlıklı çalışmalarında erigitme-soğutma tekniği ile

Europium, Gadolinium ve Samaryum veya Neodymium ilavesiyle hazırlanan stronsiyum alüminyum boratlı camlara, kristalizasyon işleminin çözümü için Diferansiyel Termal Analiz (DTA) uygulandığını, X Işınları Kırınımı (XRD) ile saf $\text{SrAl}_2\text{B}_2\text{O}_7$ in ana kristalize faz olduğunun belirlendiğini, Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) ile nano boyutlu yuvarlak kristallerinin çökmesinin doğrulandığını, UV-Visible NIR aralığında optik absorpsiyon spektrumu kaydedildiğini ve nakledilen nadir toprak katyonlarının türüne bağlı olduğunun belirlendiğini ve fotoluminesans özellikleri, camda katkılı nadir toprak türü ve ısıtma işlemi ile ilişkili olarak incelendiğinde, fotoluminesans uyarı altında dalga boyları 254 – 365 nm olan farklı renk pikselleri gösterdiğini ve yaşam süresi değerlerinin uyarım dalga boyuna ve bileşimde kullanılan nadir toprak katyonunun türüne bağlı olduğunu, fosforesans ölçümlerinin, oluşan $\text{SrAl}_2\text{B}_2\text{O}_7$ fazının, farklı uygulamalarda kullanılan fosforlu farklı emisyon renklerini vermek için, nadir toprak katyonlarının kullanımında uygun bir ortam oluşturduğunu söylemektedirler.

Pei S. ve arkadaşları (2018); " Faz ayrışmalı sırlardaki amorf fotonik kristaller ve yapısal renkleri" başlıklı çalışmalarında, amorf foton kristallerinin neden olduğu yapısal renklerin oluşum koşullarının belirlenmesi amacıyla ayrılmış fazdaki yapıları ve Jun Ware gök mavisi sırlarının etkin kırılma indeksini araştırmışlardır. Kısa menzilli düzen ve ortalama çapı 106–260 nm olan ayrışma yapıları ile sıradan amorf fotonlarının yapısal rengi oluşabileceğini göstermişlerdir. Deneysel yöntemle renklendiricinin etkisini incelemek için, farklı içerikli demir cevheri cürufu kullanılarak hazırlanan ayrışmalı sırlara renklendirici ilavesinin, sırların etkin kırılma indeksini arttırdığını, sır rengini koyulaştırdığını ve dengesiz ayrışmayı baskıladığını ve yapısal renklerin, renklendirici içeriğinin artması ile derinleştiğini rapor etmişlerdir. Antik nanoteknolojiyi deşifre etmekle, araştırmacıların çevre koruma yöntemleriyle renkli sırlar hazırlanabileceğini göstermişlerdir.

Xu C. ve arkadaşları (2018); "Jizhou Kiln çay kaselerinin arkasındaki bilimin ortaya çıkarılması. Bölüm I. Kimyasal bileşimler ve iki katmanlı cam tekniği" başlıklı çalışmalarında, , antik Çin'in bir halk fırını olan Jizhou Kiln' de üretilmiş, ünlü antik siyah sırlı çay kaselerinin sırlı kesitlerinde siyah alt katmanı kaplayan beyaz opak cam bir yüzey ve arada açık kahverengi bir tabaka olduğunu, X-ışını flüoresansı ile yapılan analizde iki farklı (siyah ve beyaz) kalsine-alkali sır bileşimi bulunmuş, çok değişkenli faktör yükleme analizi kullanılarak, değişkenliği anlamak için iki katmanlı sırlar beyaz, yeşilimsi beyaz ve beyaz kenarlı siyah porselenlerdekiyle karşılaştırılmıştır. Ayrıca

bünye kompozisyonu, sır oluşturmak için kül ile birlikte aynı porselen bünyenin kullanılıp kullanılmadığını belirlemek için sır kompozisyonları ile karşılaştırılmıştır. Sonuç olarak sırların fizikokimyasal temeline dayanarak, beyaz örtücü sırlarının opaklaşmasının SiO_2 ve CaO arasındaki faz ayrışmasından kaynaklandığını, karşılaştırılan örneklerin sırları arasında erime, kabarcıklanma, akma ve difüzyonun yanı sıra, “Yao Bian” çay kaselerini ortaya çıkaran, fırınlama işlemi sırasında faz ayrışmasının ve gelişiminin birleşik katkısı olduğu rapor edilmiştir.

Jiyau H.ve Arkadaşları(2018) “Jun ware seramikleri: kimyasal, nanoyapı ve optik özellikleri” başlıklı çalışmalarında, June Ware sırlarının klasik renklerinin, seramikler nanometrik ve milimetre bazında farklı renk ve opaklık içeren bölümleri FBI, TEM ve Uv.Vis. ile incelenmiş renk ve saydamlığın fırınlama farkı ve kimyasal kompozisyonlarıyla ilintili olduğunu raporlamışlardır.

Xu Y. Ve arkadaşları (2017); " Kuzey Çin'in Xiao Kiln bölgesinden çıkan nadir Oil Spot sırlı kabın karakterizasyonu" başlıklı çalışmalarında Song hanedanlığında, Çin'in güneyindeki Jian Kiln'da, ünlü bir dekorasyon tekniği olan siyah sırlı “Oil spot” el sanatı antik Jian kaseleri ve aynı arkeolojik tabakada bulunmuş başka siyah sırlı parçası, optik mikroskop, taramalı elektron mikroskobu, XRF, Raman spektroskopisi ve XRD ile incelenmiş, ana kimyasal bileşiminin Xiao Kiln siyah sırlı porselenlere benzer olduğunu ve sırların kimyasal özelliklerinin yüksek Fe_2O_3 (% 5.14) ve CaO (% 7.26) ve düşük Al_2O_3 (% 11.85) ve RO olduğunu, içeriği 0.83 olan bir kalsiyumlu sır olduğunu ve kuzey Çin'deki Shanxi oil spot porselenlerin bileşenlerine yakın olduğunu yayınlamışlardır.

Chiang C-Y. Ve arkadaşları (2016); " Mimetik tianmu sırlarının oluşumu, kristal büyümesi ve renk görünümü" başlıklı çalışmalarında Mimetik Tianmu (temmoku) sırlarını X-ray diffraction, energy-dispersive X-ray spectroscopy ve taramalı elektron mikroskobu ile sentezleyip, sırların ana gövdesinin manganez, kobalt, vanadyum, bizmut ve tungsten içeren metal oksitler ve çok sayıda gömülü polikristal küresel parçacıkları olan amorf alüminyum silikat olduğunu belirlemişlerdir. Sırda oluşmuş kristallerinin, manganez, kobalt ve alüminyum oksitten oluştuğunu saptamışlardır. Sırların renk ve görünümü araştırılmış, kristal kalınlığına bağlı olarak ışık giriş açısının, sır tabakasında gökkuşağı benzeri renklerin görünümünde etkili bir faktör olabileceğini rapor etmişlerdir.

Holakoee ve arkadaşlarının (2016) "Yanar döner bakır ve gümüş lüsterlerinin nano yapıları: Karakterizasyon ve teknolojisi" başlıklı çalışmalarında, kurşunlu bir sıra

bakır ve gümüş ilavesiyle deneysel olarak üretilen metalik lüsterin araştırma sonuçlarını paylaşmışlardır. Seçilen noktalara SEM, EDX, Mikro Raman spectroscopy (p-Raman), UV-vis, AFM, STEM, EELS uygulanmış, sonuçta gümüş nanopartiküllerinin (10-100 nm çapında) sır yüzeyine yakın geliştiğini ve altın metalik bir parlaklık oluşturduğunu, buna karşılık bakır nanopartiküllerinin çok küçük (~5nm çapında) ve daha alt tabakada geliştiği ve bakır kırmızısı metalik bir tabaka oluşturduğunu rapor etmişlerdir.

İmer C. ve arkadaşlarının (2016) "Kurşunlu-alkalili sırlarda, lüster katmanında nano parçacıkların oluşumu üzerine, pişirim sıcaklığı ve kompozisyonlarının etkisi" başlıklı çalışmalarında, iki farklı lüster pastası kullanarak, 615°C 650°C sıcaklıkta, laboratuvar koşullarında çoğaltılan İznik çinilerinin lüster katmanlarını, WDXRF, XRD, SEM, UV-vis-NIR, XPS, HRTEM-EDS teknikleri ile karakterize etmişlerdir. Parlaklığın bakır ve/veya gümüş nanopartiküllerinden geldiği, Ag^+ ve / veya Cu^+ ve alkali iyonları (Na^+ ve/veya K^+) arasındaki iyonik değişim ile camı matriste çözünmüş olan Cu_2O veya Cu^+ , Cu^{2+} gibi görünen gümüş ve/veya bakır nanopartiküllerinden oluşmuş çekirdeklerin, indirgen atmosferde ve artan sıcaklıkta büyüdüğü rapor edilmiştir.

Sharon W. (2016); "Civa kavanozu" işlevine ilişkin bir vaka raporu: 14. yüzyılda Fort Canning, Singapur" başlıklı çalışmasında, Singapur'daki Fort Canning bölgesinden çıkan Çin seramiğinin ayırt edici bir türü olan, 14. yüzyıldan kalma "civa kavanozu" buluntularının türü, miktarı ve dağıtımı ele alınmış ve Cizao Kilns, Jinjiang, Fujian'daki üretim teknolojisi ile karşılaştırma yapılmıştır. Bu çalışmada aynı zamanda tahıl şarabı ya da civa kabı/kavanozuna ait olası işlevler araştırılmış, ürünün genel tüketicilerinin, toplumun seçkin üyelerinin ve devlet yetkililerinin ayırt edilmesinde belirleyici olabileceği rapor edilmiştir.

Xingyun L. ve arkadaşları (2016); "Eski siyah-sırlı Jian kaseleri taklitleri (Yohen Tenmoku): İmalat ve karakterizasyonu" başlıklı çalışmalarında, antik Çin'deki ünlü siyah sırlı Jian kaseleri olan Yohen Tenmoku taklidi örnekleri, 1280°C de oksijenli mekik fırında sinterlenerek oluşturduklarını, mikroyapı özelliklerini ve kimyasal kompozisyonlarını X-Ray tabanlı ve foton temelli karakterizasyon yöntemlerinin kombinasyonu ile araştırdıklarını, kuvars ve mullitin ana kristalin fazlar olduğunu belirlediklerini, sır yüzeyindeki gümüş renkli "oil spots" (yağ benekleri) ların hematit (α - Fe_2O_3) kristallerinin çökmesinden kaynaklandığını belirtmişlerdir.

Zhu J. ve arkadaşları (2015); " Moon-White sırlarının Fe_2O_3 ve SiC'in karbotermik indirgenmesi ile hazırlanması" başlıklı çalışmalarında 1250°C de Moon White sır eldesinde ortamdaki karbonu çoğaltıp demir oksidi azaltmak için kompozisyona % 0,02 Silisyum karbit (SiC) ekleyerek, karbotermik indirgeme yöntemiyle Moon-white sır elde etmişlerdir. XRD, XPS, FT-IR, SEM ve TC-DSC de yapılan analizlere göre, kompozisyondaki SiC oranının renk değişimi üzerindeki etkisinin belirleyici olduğu, C oluşumunun, Fe^{2+} 'nin Fe^{3+} 'e oranının arttırdığı ve faz ayırım damlacıklarının artan boyutunun yapı renklerini zayıflattığı ve bu nedenle, moon white sırlarının renginin mavi-beyaza döndüğünü açıklamışlardır.

Molina G. Ve arkadaşları (2014) "Polikrom lüsteri üretim teknolojisi" başlıklı çalışmalarında, Metalik ışıltının yüzlerce nanometre kalınlıkta gümüş ve bakır metal nanopartiküllerinden oluşan bir süsleme olduğunu ortaya koymuşlardır. MS 9. yy Abbasi İrağında üretilmiştir çeşitli renkte ve parlaklıkta renk bileşenlerine sahip çok renkli lüsterli gereçler üzerinde çalışmışlardır. Üç renk bileşeni, kırmızılı siyah-gümüş beyazı-bakır kırmızısı ve altın sarısı-bakır kırmızısı incelemişler ve üretim materyalleri ve yöntemleri belirlemişlerdir. Öncelikli bakır olmak üzere, ikincil olarak gümüş parlaklığı için iki ayrı noktada test yapıldığını, gümüş renginin siyah, beyaz, sarı ve yeşil renkleri nanoparçacıklarının farklı boyutları ve tabakadaki dağılımları ile ilişkili olduğunu, kompozisyondaki kurşun ve kalayın etkisi görülmekle birlikte, Bakır ve gümüşün bakır kırmızısı ve altın sarısı parlaklığının üretiminde kilit faktör olduğunu rapor etmişlerdir.

Siligardi C. ve arkadaşları (2013); "Porselen kaplama karolar için yenilikçi metalik kompozit sırların hazırlanması" başlıklı çalışmalarında, paslanmaz çelik ve Nikel esaslı alaşım içeren NiCoCrAlY porselen seramik karo için, yenilikçi metal sırları incelemiş, "Metalik kompozit sırlar" (MCG) olarak adlandırılan bu sırların, lüster ya da metalik sırdan farklı estetik özellikler gösterdiğini, ısıtma işleminin bu sırların yüzeyine etki etmediğini, cilalamanın metalik etki üzerinde olumlu sonuçlar verdiğini, metalik kompozit sırların en olumlu estetik, mikro yapı, termal ve kimyasal özellikleri gösterdiklerini ortaya koymuşlardır.

Pereira O. C. ve Bernardin A. M. (2012) "İşlenmemiş demir cevheri kalıntısından elde edilen seramik renklendiriciler" başlıklı çalışmalarında, işlenmemiş bir demir cevheri kalıntıları kullanarak renkli sırlar geliştirdiklerini raporlamışlardır. Kalıntının % 6'sı beyaz, şeffaf ve mat sır karışımlarına ilave edilerek, karo üzerine uygulanmıştır. Araştırmacılar sırlı karoları laboratuvar fırınında 35 dakikalık bir döngü

içinde ve maksimum 1050 °C ile 1180 °C sıcaklıklarda pişirmişlerdir. Örneklerin kimyasal (XRF) ve termal (DTA ve optik dilatometri) analizleri ve sırlı yüzeyleri kolorimetrik ve XRD analizleri ile karakterize edilmiştir. Sonuç olarak şeffaf sır içine gömülmüş olan renklendiricinin, seramik karo endüstrisi için uygun kırmızımsı bir sır oluşturduğunu ve atığın karoların rengini sıcaklıkla değiştiğini ortaya koymuşlardır.

Andric L. ve arkadaşları (2012) "Bazalt esaslı kaplama sırlarının özel karakteristikleri" başlıklı çalışmalarında, opak sır üretmek için Sırbistan'daki "Vrelo" bölgesindeki bazaltının kullanım olasılıklarıyla ilgili deneme sonuçlarını paylaşmışlardır. Farklı bazalt içeriğine sahip firitlere (%25-30-35 ve 60) % 5 Kaolin ve su ilave edilerek hazırlanan sırlar, bisküvi pişirimi yapılmış fayanslara, daldırma, dökme ve fırça ile uygulama yöntemleri uygulanmışlar, 980 °C'de 3 saat laboratuvar tünel fırınında pişirimi gerçekleştirmişlerdir. Sonuçta Vrelo bölgesi bazaltı ile hazırlanan sırların uygulanabilir olduğu, ürün yüzeyinde cazip ve dekoratif renkler oluşturduğu ve en iyi sonuçların sıra demir pigmentlerinin ilavesiyle gerçekleştirildiğini rapor etmişlerdir.

Atmaca C. (2012) "Gökkuşluğu tekniğinin seramik ve cam eserlerde kullanılması" başlıklı çalışmasında, gökkuşluğu tekniğini diğer indirgeme tekniklerinden farklı olarak daha kontrollü ve bölgesel olarak indirgeme yapma olanağı sağladığını, bu yöntemle indirgen ortamda pişirim yapmadan da uygulama yapılabileceğini belirtmiştir. Bu yöntemde sırlı pişirim yapıldıktan sonra, seramik yüzeye, pürmüz aleviyle verilen ani ısı şokuyla bu tekniği bünyeye, bölgesel ya da tüm yüzeye uygulamış, bu şekilde özellikle bakır rengi ve tonları, metalik mavi ve mor gibi çeşitli renk varyasyonları elde etmiştir. Bu tekniği uygulamak için yüzeyin % 15-20 oranında CuO ilavesi yapılmış şeffaf bir sır ile sırlanmış olması gerekli olup, indirgeme için gerekli CO pürmüzünün içindeki bütan gazından sağlanmaktadır. Pürmüz alevinin şiddetinin, bünyeye olan yakınlığı, uzaklığı ya da bünye üzerinde alevi tutma süresinin rengin değişiminde rol oynamakta olduğunu, gökkuşluğu tekniğinin dış mekana gerek kalmadan kapalı mekanlarda dumansız indirgeme yapma olanağı sunduğunu rapor etmiştir.

Genç S., Taçyıldız E. nin (2012) "Farklı bünyeler üzerinde raku sırlarının araştırılması" başlıklı çalışmalarında çeşitli hammaddelerden oluşan raku sırları hazırlayıp, farklı bünyeler üzerine (kırmızı kil, şamotlu çamur, beyaz earthenware) uygulamış ve raku tekniğiyle 1000 °C de pişirilmiştir. Çalışmalarında tuzların ve oksitlerin bünye üzerine, serpme ya da sprej şeklinde, indirgenme esnasında

uygulanmasıyla daha parlak yüzeyler elde edildiğini, kırmızı çamurun ısıl şoklara dayanıksızlığı nedeniyle raku tekniği için uygun olmadığını rapor etmişlerdir.

Fonseca M. ve arkadaşları (2011); " PIGE ve PIXE teknikleri ile altın sır analizi" isimli çalışmalarında, piyasada bulunan iki altın sırın ve eskiden kalma altın sırın kimyasal kompozisyonlarını, Laboratuvar ortamında ITN iyon ışını, PIGE ve PIXE teknikleriyle yapılan analiz ettiler ve karşılaştırdılar. Sonuçta tüm altın sırların içinde yüksek oranda kurşun ve sodyum konsantrasyonlarının bulunduğunu, Mo ve Co'ın altın rengin oluşmasında olumlu katkıda bulunduğunu, Portekiz seramiklerine 997 °C'de altın renkli sır eldesinde kullanıldığını ve piyasa sırlarının da eski sırlara benzer spektruma sahip olduğunu göstermişlerdir.

Maltoni S.ve arkadaşlarının (2011) "Nogara'dan (Kuzey-doğu İtalya) Ortaçağ kurşun sırlı çömlek: "çok yönlü bir çalışma" başlıklı çalışmalarında, Nogara'da 10.-11. yy da üretilmiş kurşunlu sır ile sırlanmış çömleklerde, sır ve bünyenin üretim teknolojisi çok yönlü metodik yöntemle araştırılmış, sırlı seramiklerin arkeometrik olarak karakterizasyonu üzerine odaklanılmıştır. Çalışmada şeffaf sarıdan yeşile tüm renkteki sırların kompozisyonunda yüksek oranda PbO (% 53-76), değişken SiO₂ (% 17-31), düşük oranda Al₂O₃ (% 4-7), alkalilerin Na₂O+K₂O (% 0,6-1,7) oranlarında yer aldığı ve renklendirici olarak % 2 FeO kullanıldığı sonucuna ulaşılmış olup, bünyenin illitik olmayan kalsiyumlu yapıda, pişme sıcaklığı 850 °C ve gün ışığına dayanıklı olduğu belirlenmiştir. Mikro yapısal, kimyasal ve mineralojik kanıtların, Nogara sırlarının, seramik bünye içerisinde ve dışında kısmi ergime ve kimyasal difüzyon olaylarına neden olan, kurşunsuz bir seramik bünyeye uygulayarak üretildiğini raporlamışlardır.

Manchekar S.D. (2010) "Lüster" başlıklı çalışmada, Lüsterin M.Ö. 9.yy persler tarafından geliştirildiğini belirtip, indirgen ortamda çalışmanın tehlikeli ve dikkatli çalışmayı gerektiren bir proses olduğunu belirtip, en önemli faktörün fırına verilen gaz miktarı olduğunu, proste özellikle indirgenme esnasında sıcaklığın sabit kalması gerektiğini vurgulamış, bu koordinasyonu gerçekleştirdiğinde belirlediği renklere ulaştığını belirtmiştir. Metalik kırmızı elde etmek için, bisküvi üzerine metalik renk için hazırladığı sırı uygulayıp, 1025 °C ısıtıp, 725 °C soğutup bu sıcaklıkta yanmamış gaz takviyesiyle (CO) indirgen ortam yaratıp, 20 ila 45 dakika bu ortamda kalmaya çalıştığını belirtip, sır kompozisyonunda kullandığı bakır oksit, bizmut nitrat veya gümüş nitrat ile çok olumlu metalik sonuçlar aldığını, bu ajanlardan farklı olarak kalay, vanadyum, kobalt oksit ilavesi ile gökkuşağı renkleri elde edilebileceğini, bakır oksit, demir oksit ve mangan dioksit ile de metalik sır elde edilebileceğini raporlamıştır.

Akbari A.(2010) "Redüksiyonlu sırlar ile denemeler: Kaşan çömlekçi yöntemlerinin incelenmesi" başlıklı çalışmada Abbasi dönemi İran, Kashan çömleklerini o dönemin geleneksel yöntemini çözümleyip, geleneksel reçeteleri ile az maliyetli olmasına karşın kontrolü zor olan kurşunlu sırlarla indirgen fırın ortamında pişirimle metalik sır eldesini rapor etmiştir.

Başkıran H. (2010)"Dumanlı Pişirim Teknikleri" konulu sanatta yeterlilik tezinde, açık ateşte pişirim tekniği, çukurda pişirim tekniği, varilde pişirim tekniği, raku ve sagar pişirim tekniği ile ilgili çalışma ve uygulamalarını yayınlamıştır.

Daly G. (2010) "Işık Melekleri" başlıklı çalışmada parlaklığın, sır üzerinde, ışığın çok sayıda ve eşzamanlı olarak parçalayarak yansıtan, metal tabakası geliştirilerek oluştuğunu belirtip, sıra Bizmut, Bakır ve gümüş tuzları karıştırarak gökkuşağı renklerinde ve parıltılı sırlar elde ettiğini raporladı. Sanatçının bu konudaki çalışmaları sürmektedir.

Özalp N. (2010) "Rezinat Lüsterleri" başlıklı çalışmada, çeşitli yöntemlerle elde edilen sır üstü Lüsterin, sır üzerinde ince bir metalik tabaka oluşturularak elde edildiğini tanımlayıp, bunun esasının metal tuzlarının farklı tekniklerle saf metale indirgenmesi olduğunu tanımlayıp, rezinat lüsterlerinde sır üstü metalik film tabakası elde etmek için, metal tuzlarının uçucu yağ içerisinde, indirgeyici ajanlarını beraberinde taşıyarak, yükseltgen pişirimde tam indirgemesi ile sağlandığını belirtmiştir. Razinat lüsterinde, redüksiyon için indirgen ortam gerekmediğini, hazırlanan sırn uygulandığı bölgede, içinde çözündüğü indirgeyici ajanlar, yağ ve reçine ile lokal olarak gerçekleştiğini, pişirim sırasında yağ ve reçinenin uçtuğunu ve sırn üzerinde sabitlenmiş halde metalik tabaka oluştuğunu rapor etmiştir. Bu yöntemde metal-reçine, lavanta yağı ya da terebentin içerisinde eritilmektedir.

Şölenay E. (2010); "Lüsterin sihri" başlıklı çalışmada, sır içi lüsteri oluşturmak için, metal tuzlarının sır kompozisyonuna ekleyip, 1000°C de indirgen fırın atmosferinde pişirim yaptığını, en iyi sonuçların bazik oksitli sır kompozisyonlarıyla elde edildiğini, kurşun oksitin yüksek parlaklık verdiğini ancak toksin özelliği nedeniyle dikkatli kullanılması gerekliliğine dikkat çekmiştir.

Cavalcante P.M.T. ve arkadaşlarının (2008) "Seramik nano pigmentlerinin renk performansı" başlıklı çalışmalarında, quadrichromic teknolojisi (mavi, macenta, sarı ve siyah renkler) kullanarak seramik karoların mürekkep püskürtmeli dekorasyonları için geliştirilen seramik nano-pigmentlerin $[CoAl_2O_4]$, Au, $(Ti, Cr, Sb)O_2$ ve $CoFe_2O_4$

renklendirme mekanizmaları ve performansları XRD ve Kolorimetre ile araştırılarak sonuçlar mikro-pigmentlerle karşılaştırılmıştır. Her nano-pigment, renk mekanizması ve kimyasal-fiziksel istikrar açısından karakterize edilmiştir. Mikro-pigmentlerle daha doygun renkler elde edilmesine rağmen, nano-pigmentlerle (1200°C) yoğun renklere ulaşıldığı rapor edilmiştir.

Li W. ve arkadaşları (2008); "Antik Çin'in Jian Kiln bölgesinden buluntu siyah sırlı çanak çömlek parçalarının mikroyapı çalışmaları" başlıklı çalışmalarında, Fujian eyaleti Jianyang bölgesinde üretilmiş siyah sırlı, fırında ateşleme sırasında oluşan demir oksitin kristalize belirtisi olan "hare's fur" (tavşan kürkü) veya "oil spot" (yağ lekesi) olarak adlandırılan çizgi ve lekelerin belirteç olduğu antik çay kaselerin örnek olarak kullanıldığı bu çalışmada, sır mikro yapısının oluşumu için fiziko-kimyasal bir temel üzerine sır formülasyonları geliştirdiklerini, sır kompozisyonları ve mikro yapıları, Jian sırlarının estetik görünüşünün arkasındaki bilimsel kuralları açıklayan kompozisyon, mikro yapı, ateşleme tekniği ve sır görünüşü arasındaki ilişkiyi araştırmayı amaçladıklarını ve EDXRF, XRD ve FESEM/EDS ile inceleme sonuçlarını rapor etmişlerdir.

Froberg L. ve Hupa L. (2007) "Sırlı yüzeylerin topografik karakterizasyonu" başlıklı çalışmalarında, son yıllarda önemli bir kriter haline gelen, sır yüzeyi mikroyapısının ayrıntılı karakterizasyonunun (faz kompozisyonu, yüzey geometrisi), ilave katmanların bir yüzeyin ortalama pürüzlülüğü üzerindeki etkisini, mikroselleşmiş ve nanoküre pürüzlülüğü, yüzeylerin temizlenebilirlik ve kendi kendini temizleme özellikleri ile doğrudan ilişkili olduğunu belirlemişlerdir. Çalışmalarında birkaç mat sırların yüzey geometrisini, CLSM ve AFM ile incelemiş, topoğrafya ve pürüzlülük sonuçlarını karşılaştırmışlardır. Sonuç olarak konfokal mikroskobunun, yüzeyinde mikro kristaller bulunan mat yüzeylerde güvenilir topografik parametreler verdiğini, AFM'nun pürüzsüz yüzeyler için veya dar alanların yerel topografik parametrelerini tanımlamakta daha uygun olduğunu raporlamışlardır.

Pradell T. ve arkadaşları (2007) "Lüsterin icadı: Irak 9. ve 10. yüzyıl" başlıklı çalışmalarında, Irak 9.yy çok renkli ve 10 yy tekrenkli bilinen en eski lüster üretimi olarak kabul gören 4 özel örnek incelenmiş ve sonuçlar laboratuvar ortamında aslına uygun üretimi ile karşılaştırılmıştır. Çok renklilikten monokrom metalik parlaklığa geçiş aşaması, sır kompozisyonu incelenmiş, altın renkli parlak sır eldesinde sır kompozisyonundaki kurşun içeriğinin artışının en önemli faktör olduğu rapor edilmiştir.

Polvorinos del Rio A. ve arkadaşları (2006) "Sevilla 15. Yüzyıl Lüster sırları metalik nano-partiküllerinin PIXE ve RBS incelemeleri" başlıklı çalışmalarında, Sevilla Triana'daki bir atölyedeki metalik parlaklıkta porselen seramiklerde, parlaklığı sağlayan metalik parçacık katmanlarını içeren sırların kompozisyonunu belirlemek için belirlemek için analiz ettiklerini, elementel kompozisyon ve alt yüzey konsantrasyon profili için PIXE ve RBS kullandıklarını, PIXE ile parlaklığın kaynağı olarak bakır ve gümüşün tespit edildiğini, RBS ile yüzey katmanlarındaki bileşenlerin ayrıntılı oranlarına erişim sağladıklarını, RBS spektrumlarının simülasyonunda metalik gümüş ve/veya bakır içeren ince tabakaların (300 nm den az) oluşumunun onaylandığını rapor etmişlerdir.

Rouge ve arkadaşları (2006), "Lüster sırlarında bakır ve gümüş nanokristaller: Geliştirmesi ve optik özellikleri" başlıklı, lüster sırlarındaki bakır ve gümüş nanokristallerinin gelişmesi ve optik özellikleri üzerine yaptıkları çalışmada, antik lüster örneklerinden aslına uygun bir şekilde üretilen, kursun sırlı lüsterli fayans üzerine OM, TEM, EES, UV-vis spektroskopisi, low irradiation angle X-ray diffraction, synchrotron radiation X-ray diffraction ve electron microscopy analizleri uygulamışlardır. Sonuçlar sırn oluşum sürecinde nanoyapısındaki değişikliklerin sırn rengini ve parlaklığını belirlediğini, Cu nanopartikülleri arasında dipol plazmon² birleşmesi olduğu, yaygın renklenmenin Cu nanokristallerinden etkilendiği, spekül renklenmenin sadece bakırdan etkilenmediği, karakteristik mor parlaklığın aynı zamanda bakır kadar homojen olmayan gümüş nanokristallerinden kaynaklandığı görülmüştür.

Rouge ve arkadaşları (2004);" Lüsterde Cu ve Ag metal nanopartiküllerinin çekirdeklenmesi ve büyümesi" başlıklı, antik lüster süslemeler üzerine yaptıkları çalışmada, metalik parlamanın, cam matris içerisine gömülü metalik gümüş ve bakır nanokristalleri tarafından oluşturulan, nanoyapısal ince bir tabakaya karşılık geldiğini gözlemlemişlerdir. Antik lüster örnekler üzerine White Light İnterferometry, Atom Forces Microscopy, X-ray Diffraction ve Elektron Microscopy ile incelendi. Bu incelemeler, parlaklığın sır üzerinde oluşan bir tabaka olmadığını, camsı matriste oluşan nanokristal büyümeyle sonuçlanan bir yüzey pürüzlülüğü olduğunu, kimyasal mikroskop analizleri Cu ve Ag nin sırdaki alkaliler (Na^+ , K^+) ile iyon alışverişi olduğunu göstermiştir. Rouge ve arkadaşları parlaklığın oluşumunun cam matris

² Plazmon : Metal elektronlarının ışıkla etkileşimini içeren optik elektriksel bulgu

içerisindeki Ag ve Cu metal nanopartiküllerinin iyon değişimi ve kristalleşmesi olmak üzere iki basamaklı bir süreç olduğunu doğrulamışlardır.

Bobin O. ve arkadaşları (2003) "Sırlı seramiklerde lüster dekorasyonuna bağlı renkli metalik parlaklık: optik özelliklerin teorik bir analizi" başlıklı çalışmalarında, metalik parlaklığın sırlı seramiklerin ortak dekorasyonu olmadığını, speküler gözlem sonucunda renkli metalin bu parlaklığı oluşturduğunu, bu dekorasyonun ortaçağ İslami mimarisi ve tabakların dekorasyonunda sıkça kullanıldığını belirlemişlerdir. Çalışmalarında sır kompozisyonundaki bakır-gümüş koloidal parçacıklarının önemli bir parametre olmakla birlikte her açıklamadığını, bulgular Maxwell Garnett teorisiyle açıklandığında, renkli metalik parlaklığın yansıma spektrumunun özelliğinin bakır ve gümüşün koloidal dokusuna ve sırn kırılma indisine bağlı olduğunu rapor etmişlerdir.



BÖLÜM III

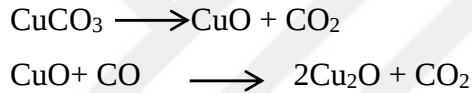
MATERYAL VE METOD

3.1. Materyal

Ticari porselen çamurundan 7 cm çapında deney tabletleri üretilmiş, 1000 °C’de bisküvi pişirimleri yapılmıştır. Seger Metoduna göre hazırlanmış olan sırların % reçeteleri oluşturulmuş, aşağıdaki hammaddeler kullanılarak uygun oranlarda tartılmıştır.

3.1.1. Bakır Karbonat

Kimyasal kompozisyonu CuCO_3 olan bakır karbonat, yeşil toz halde suda çözünmeyen sırlara renk veren, koruyucu önlemler alınarak kullanılan bir kimyasaldır. Teorik olarak sırda bakır oksitin gösterdiği özellikleri gösterir.



3.1.2. Bakır Oksit

Kimyasal kompozisyonu CuO olan bakır oksit pişirim atmosferine ve sır kompozisyonuna bağlı olarak kırmızı, siyah, gri, yeşil ve mavi renklerin oluşmasını sağlayan, siyah renkli kimyasaldır.

Bakır oksit, kurşunlu sırlarda sarı-yeşil ya da soluk yeşil, alkalili-borlu sırlarda mavi (artan bakır konsantrasyonuna bağlı olarak koyu yeşil) rengin oluşmasını sağlar (Güzelgün P., 2012 s.38) .

3.1.3. Bakır Sülfat

Kimyasal kompozisyonu CuSO_4 olan bakır klorür mavi renkli küçük kristal yapılı bir kimyasaldır. Özellikle suda çözünmüş bir haldeyken zehirli bir kimyasal olup, koruyucu önlemler alınmadan kullanılmamalıdır.

Bakır kırmızısı elde edilebilmesi için, sır kompozisyonunda bakır sülfatın yüksek oranda kullanılması gereklidir. Bakır sülfat oksijenli ortam pişirimlerinde sarı rengin oluşumuna katkı sağlamakla birlikte, indirgen ortam pişirimlerinde bakır kırmızısı oluşumunu sağlar (Güzelgün P., 2012 s.37).

Bakır sülfat sırlarda, pişirim şekli ve katkı oranına göre, açık-koyu yeşil, turkuaz, camgöbeği mavi, metalik yeşil, siyah ve bej renklerin oluşumunu sağlar (Sarıoğlu N., 2008).

3.1.4. Baryum Klorür

Kimyasal kompozisyonu $BaCl_2$ olan Baryum klorür, beyaz toz halde bulunan, toksik, suda çözünür, yanma sırasında aleve sarı-yeşil renk kazandıran bir kimyasaldır. Baryumun bütün bileşikler zehirli olduğu için çok dikkatli kullanılmalıdır (<http://baryumklorur.com/>). Genel olarak örtücü mat sırların oluşumuna katkı sağlarlar (Arcasoy A., 1983 s.169) .

3.1.5. Bizmut Nitrat

Kimyasal kompozisyonu $Bi(NO_3)_3 \cdot 5H_2O$ olan bizmut nitrat zehirli ve korozyona sebep olucu bir madde olmamakla birlikte kullanımı sırasında içerisinde çözündüğü asetik asit ya da nitrat nedeniyle dikkatli kullanılması gereken kimyasaldır. Renksiz kristaller halindedir, suda çözülmez.

Bizmut nitrat indirgen ortam pişirimlerde, 1200 °C ve yüksek sıcaklıklarda griden siyaha değişen renk skalasında, düşük sıcaklık sırlarında (~1000 °C) kahverengi tonlarında kendini gösterir.

Bizmut nitrat, lüster sırlarında, gümüş nitrat ile birlikte kullanıldığında lüster oluşumunda olumlu etki sağlar (Güzelgün, P., 2012 s. 30).

İndirgen ortam pişirimlerinde sırlara katkısı kahverengi gri tonları olarak gözlemlenmiştir (Sarıoğlu N. 2008).

3.1.6. Boraks

Kimyasal kompozisyonu $Na_2O \cdot 2B_2O_3 \cdot 10H_2O$ olan boraks sır bileşimine sodyum oksit ve bor oksit olarak katkı sağlarlar.

3.1.7. Borik Asit

Kimyasal kompozisyonu H_3BO_3 olan borik asit, sır kompozisyonlarında B_2O_3 kaynağı olarak kullanılan kimyasaldır. Beyaz kristal yapıdadır. İndirgen ortam pişirimlerinde çatlaklı kahverenginin oluşmasını sağlar (Sarıoğlu N., 2008 s.51).

3.1.8. Çinko Oksit

Kimyasal kompozisyonu ZnO olan çinko oksit, sırda parlaklığı arttırıcı rol oynar. < 0,30 mol çinko oksit sırı matlaştırır. Çinko oksit sırlarda kristal oluşumunu arttırır. Genleşme katsayısının düşük olması nedeniyle sır çatlaklarını önler (Erdem B.C., 2010 s.10).

3.1.9. Demir Oksit

Kimyasal kompozisyonu Fe₂O₃ olan demir oksit küçük partikül büyüklüğüne sahip bir bileşiktir.

Sırlarda, yükseltgen ortam pişirimlerinde, özellikle Al₂O₃ miktarına bağlı olarak sarı tonlarını ve açıktan koyuya kahverengi bir renk yelpazesi oluşturur (Arcasoy A., 1983). Bununla birlikte sırlarda turuncu, kırmızı kahve ve bej tonlarını oluşturur. (Sarıoğlu N. 2008) Yüksek sıcaklıklarda renk çeşitliliği artmakla birlikte indirgen ortam pişirimlerinde ise mavi, yeşil ve gri tonlarını verir (Şölenay E., 2009).



3.1.10. Demir Sülfat

Kimyasal kompozisyonu FeSO₄ olan demir sülfat, küçük boyutta kristal yapıda, yeşilimsi mavi renkte bir kimyasaldır.

Sırlarda açıktan koyuya kahverengi bir renk yelpazesi oluşturmakla birlikte turuncu, kırmızı kahve ve bej tonlarını oluşturur (Sarıoğlu N., 2008).

3.1.11. Gümüş Nitrat

Kimyasal kompozisyonu AgNO₃ olan gümüş nitrat renksiz ve suda çözünebilen renksiz kristallerden oluşmuş, zararlı bir kimyasal olup, dikkatli ve eldivensiz kullanılmamalıdır.

Gümüş nitrat oksijenli ortam pişirimlerinde yüksek sıcaklıklarda sarı rengi oluştursa da, indirgen ortam pişirimlerinde soğuma sırasında, gri renkli parlak lüster etkisi oluşturur. Gümüş nitratın kolay buharlaşma eğilimi, sır oluşumunda kendini dağınık kümeler halinde gösterir. Gümüş nitrat, kobaltlı sır kompozisyonlarında, mavi-yeşil lüster etkili dağınık gümüş rengi hareleri, kurşunlu sır kompozisyonlarında sarı

renk geişli lüster etkisi, uranyumlu sır kompozisyonlarında ise siyah lüsterli gümüş renk geişli etki yaratır (Güzelgün P., 2012).

3.1.12. Kadmiyum Nitrat

Kimyasal kompozisyonu $\text{Cd}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ olan kadmiyum nitrat kristal yapıda, suda çözünen, nem çekici bir tuzdur. Sırlarda kırmızımsı sarı rengin oluşumunda katkı sağlar (www.makaleler.com/kadmiyum) .

3.1.13. Kalay Oksit

Kimyasal kompozisyonu SnO_2 olan kalay oksit doğada mineral halde (kasiterit) bulunur. Suda çözünmez. Genellikle örtücü beyaz bir renk oluşumunu sağlar.(Sarıoğlu N. 2008). Renkli örtücü sırlar, beyaz sırı boyayacak renk veren oksitlerle kullanılmasıyla elde edilirler. SnO_2 kullanımı sır çatlaklarının oluşumunu önler (Arcasoy A., 1983).

3.1.14. Kaolen

Kimyasal kompozisyonu $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$ olan kaolen, Al_2O_3 ve SiO_2 kaynağı olarak sırlarda en fazla kullanılan hammaddelerden biridir (Çalışkan P., 2012).

3.1.15. Kobalt Klorür

Kimyasal kompozisyonu CoCl_2 olan kobalt klorür zehirli bir kimyasal olup, eldiven ve maskesiz kullanılmamalıdır. Kobalt klorür sırda sır kalınlığına, kompozisyondaki derişime bağılı olarak açıktan koyuya, soluktan parlağa mavi rengin oluşmasına neden olur. Özellikle indirgen ortam pişirimlerinde canlı ve koyu bir mavi tonun elde edilebilir. Kobalt klorür, dolomit ile birlikte eflatun rengini, Titan dioksit ile birlikte, titan dioksitin sır kompozisyonunda artan oranına bağılı olarak kuyu ve canlı bir yeşil tonun oluşumunu sağlar (Güzelgün P., 2012).

3.1.16. Kobalt Oksit

Kimyasal kompozisyonu CoO olan kobalt oksit, renk veren oksitlerin en kuvvetlilerinden biridir. Sırlarda azalan kullanım oranına göre lacivertten maviye renk

gözlenir. Örneğin %2 oranında sırlara ilave edilen CoO, lacivert rengin oluşması için yeterlidir (Çalışkan P., 2012).

3.1.17. Kolemanit

Kimyasal kompozisyonu $2\text{CaO} \cdot 3\text{B}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ olan kolemanitin en önemli dezavantajı partiler arası kimyasal kompozisyonlarındaki oynamalardır. Sırlara B_2O_3 ve CaO katkısı sağlarlar (Arcasoy A., 1983).

3.1.18. Krom Oksit

Kimyasal kompozisyonu Cr_2O_3 olan krom oksit sırda genellikle yeşil tonlarının oluşmasını sağlar. SnO_2 katkısı bu sırların çimen yeşiline dönmesini sağlar. Düşük oranlarda kullanılan krom oksit ($> \% 0,5$) kahverengimsi yeşil renkler oluşturur (Çalışkan P., 2012).

3.1.19. Kuvars

Kimyasal kompozisyonu SiO_2 olan kuvars sırlara mukavemet kazandırır. Sırlarda ergiticilerle birlikte kullanılırlar. (Çalışkan P., 2012) Kuvars miktarı artan oranda sıra opaklık verir. Sırların bünye ile arasındaki reaksiyonu oluşturan kuvars, az kullanılması durumunda bu reaksiyonu oluşturmayaacağı için sır çatlaklarına neden olur (Taçyıldız E., 2010).

3.1.20. Lityum Karbonat

Kimyasal kompozisyonu Li_2CO_3 olan Lityum Karbonat, sırlarda Li_2O kaynağı olarak kullanılır. Tek başına sırlarda renk etkisi gözlenmez (Sarıoğlu N., 2008).

3.1.21. Lityum Oksit

Kimyasal kompozisyonu Li_2O olan lityum oksit sırlara etkin bir eritici olarak görev yapmakla birlikte artistik sırlarda iri kristaller oluşturmaya nedeniyle tercih edilen bileşiktir (Arcasoy A., 1983).

3.1.22. Magnezit

Kimyasal kompozisyonu $MgCO_3$ olan magnezit doğada amorf kristaller halinde bulunurlar. Magnezit artistik doku oluşumu ve eritici olarak sırlara katkı sağlar. Sırlarda MgO kaynağı olarak kullanılırlar (Arcasoy A., 1983).

3.1.23. Magnezyum Oksit

Kimyasal kompozisyonu MgO olan magnezyum oksit seramik sırlarında, kobaltın fosfat bileşikleri ile birlikte, kullanım miktarına göre artan oranda mavi mor-koyu mor renk yelpazesini oluştururlar (Arcasoy A., 1983 s.191). CaO ile birlikte kullanıldığında sırn rengini sarartır. Sırlarda ergitici olarak kullanılan MgO, sır ile bünye arasındaki reaksiyonu sağlar. Sırlara mekanik direnç, kararlılık verir, sır çatlaklarını önler (Taçyıldız E., 2010).

3.1.24. Mangan Dioksit

Kimyasal kompozisyonu MnO_2 olan mangan dioksit sırnı oluşturan malzeme ve miktarına göre, açıktan koyuya tüm kahverengi tonlarını, mor rengini ve yüksek oranda kullanıldığında yoğun metalik etki oluşturur (Sarıoğlu N. 2008).

3.1.25. Mermer

Kimyasal kompozisyonu $CaCO_3$ olan mermer. Sırlarda CaO kaynağı olarak sıklıkla kullanılan bir hammaddedir. CaO sırlarda ergime noktasını düşürerek, daha düşük sıcaklıklarda cam fazını oluşturur.

3.1.26. Nikel Oksit

Kimyasal kompozisyonu NiO olan nikel oksit, sır kompozisyonlarında, kullanım miktarına göre açık bejden kahverengiye bir renk yelpazesi ve açıktan koyuya yeşil rengi verir (Sarıoğlu N., 2008).

Farklı oksitlerle farklı renk oluşumlarına yardımcı olur. Örneğin yüksek orandaki çinko oksitli (ZnO) sırlarda, alkali katkısı ile pembeden, yosun yeşili-maviye kadar değişen renkleri, Yüksek oranda baryum oksitli (BaO) sırlarda pembe- mor renkleri, CuO ile mavi- yeşil, Cr_2O_3 ile sarı-yeşil, MnO_2 ile kahverengi mor renkler elde edilebilir (Arcasoy A., 1983).

3.1.27. Potasyum Karbonat

Kimyasal kompozisyonu K_2CO_3 olan potasyum karbonat, su içerisinde çözünebilen kristal yapıda bir kimyasaldır. Birçok kullanım alanını yanı sıra sır Seger formülünde K_2O temini ve ergitici olarak kullanılır. (Arcasoy A., 1983).

3.1.28. Sodyum Feldspat

Kimyasal kompozisyonu $Na_2O.Al_2O_3.6SiO_2$ olan sodyum feldspat, eritici özelliği olan, kendi başında basit sır özelliği taşıyan komplike (alkali, alüminyum, silisyum bir arada) bir hammaddedir.

Yüksek genleşme katsayısına sahip olan sodyum feldspat, sırda çatlaklara neden olur. Tek başına sırda renk etkisi olmamakla birlikte, sır kompozisyonunda renklendiricilerle beraber kullanıldıklarında daha parlak, etkin renklerin oluşumunu sağlar (Taçyıldız E., 2010).

3.1.29. Sodyum Karbonat

Kimyasal kompozisyonu Na_2CO_3 olan Sodyum karbonat (soda), sır kompozisyonlarında Na_2O kaynağı olarak kullanılan kimyasaldır.

K_2O ile birlikte alkali oksitler olarak anılan Na_2O , sırlarda güçlü eriticiler olarak kullanılırlar. Renksiz, zehirsiz ve ucuzdurlar. Renk veren oksitler alkalili sırların içinde iyi çözünerek kendilerini gösterirler (Arcasoy A., 1983).

3.1.30. Sülyen

Kimyasal kompozisyonu Pb_3O_4 olan sülyen, kırmızı renkli, sırlarda PbO kaynağı olarak kullanılan, suda çözünen, son derece zehirli bir kimyasaldır. Kullanımı sırasında gereken güvenlik önlemleri alınarak kullanılmalıdır. Düşük erime sıcaklığı nedeniyle kurşunlu sırlar bu şekliyle gıda ürünlerinin kullanılacağı kapların sırlarında kullanılmazlar. Kurşun Oksitli (PbO) sırlar genellikle sarı renklidir. Sarı renk sır kompozisyonuna PbO yüzdesini düşürecek alkali oksit ilavesi oranında giderilir (Arcasoy A., 1983).

3.1.31. Titanyum Dioksit

Kimyasal kompozisyonu TiO_2 olan titan dioksit sırlarda matlaştırıcı ve kristal oluşumuna katkı sağlayan renklendirici oksitlerdendir. Kompozisyonunda titanyum dioksit içeren sırlar, indirgen ortam pişirimlerinde homojen ve koyu mavi renklerin oluşumunu sağlar (Şölenay E., 1995).

3.1.32. Zirkonyum Oksit

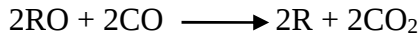
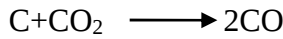
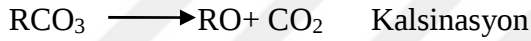
Kimyasal kompozisyonu ZrO_2 olan zirkonyum oksit, SnO_2 den daha ucuz olması sebebiyle, piyasada örtücü sır kompozisyonunda en fazla kullanılan kimyasaldır.

3.2. Kullanılan Hammaddelerdeki Metallerin İndirgen Ortam Davranışı

Metal oksit yada metal tuzlarının ısı ısı işlem sonucu redüksiyonu işlemleri “metalotermik redüksiyon” olarak adlandırılırlar. (Yaraş A.2019)

Bu tür reaksiyonlarda öncelikle kalsinasyon sonucu metal tuzu, metaloksite evrilerek metal oksit oluşur. Metaloksit ortandaki ısı ve CO etkisiyle indirgenerek metal oluşturur. (aşağıda yazılan reaksiyonlarda metal “R” olarak kodlanmıştır)

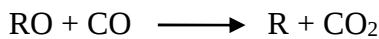
Örnek denklem:



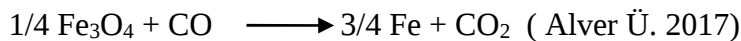
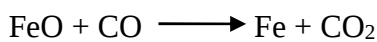
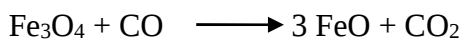
Metaller direk yada indirek olarak indirgenebilirler. Direk indirgenme metal oksitlerin doğrudan C ile indirgenmesidir.



İndirek indirgenme karbonun (C) ısı ortamda gaz haline geçmesi, yada ortama direk verilmesiyle indirgenmenin oluşmasıdır.



Bu reaksiyon modellemesi kullanılarak, sır kompozisyonunda kullanılan tüm metal bileşikleri için redüksiyon reaksiyonları yazılabilir.



Isıl işlem sonucu oluşturulan bu reaksiyonlar Normal şartlar altında zamanla geriye dönme eğilimine girerler (korozyon). (Yarış A. 2019)

3.3. Metod

Çalışma, deney tabletlerinin hazırlanması ve pişirilmesi, sır Seger formüllerinin hazırlanarak bu formüllerden elde edilen sır hammaddelerinin % reçete tartımlarının yapılması, öğütülmesi, karışımların deney tabletlerine uygulanması, indirgen ve yükseltgen fırın atmosferlerinde sırlı pişirimin yapılması ve redüksiyon işlemlerinden oluşmaktadır. Ayrıca elde edilen sırlı yüzeylerden dijital görüntüleme, Optik Mikroskop, (OM), Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM), Enerji Saçınımlı Spektrofotometre (EDS), Ultraviyole Görünür Bölge Spektrumu (UV-Vis) teknikleri kullanılarak analiz edilmiştir.

3.3.1. Hammadde Hazırlama ve Kalıplama

Bu çalışmada sırların uygulanacağı deney tabletleri şamotlu çamur, kırmızı çamur ve ticari porselen çamuru olarak 3 ayrı türden hazırlanmıştır. Deney tabletleri plastik şekillendirme yöntemi ile kalıba basarak elde edilmiştir (Şekil 1 ve Şekil 2).



Şekil 1. Sır araştırmalarında kullanılan kalıp ve deney tableti



Şekil 2. Porselen çamuru ile döküm yapılarak hazırlanmış formlar

3.3.2. Bisküvi Pişirimi

Deney tabletleri ve ürünlerin bisküvi pişirimleri bünyenin özelliğine göre 1000 °C de elektrikli yükseltgen fırın atmosferinde pişirilmiştir.

3.3.3 Hammadde Seçimi ve Hazırlanması

Yükseltgen fırın ortamında pişirim yapılacak sırlar için; kurşunlu, alkalili, alkali-borlu, alkalili-kurşunlu, gibi Seger formülünde yer alan oksitlere göre hammadde seçilmiş ve kodlanmıştır. Kodlama, yükseltgen fırın atmosferinde yapılan ve alkali içeren örnekler için YA, yükseltgen fırın atmosferinde fırınlanan ve kurşun içeren sırlar için YK, indirgen fırın atmosferinde fırınlanan ve alkali içeren örnekler için IA, indirgen fırın atmosferinde fırınlanan ve kurşun içeren sırlar için IK şeklinde yapılmıştır.

Metal görüntü oluşturabilmek için 15 gr olarak tartımı yapılan sırlara, metal oksitler belirli yüzdelere ilave edilmiş, porselen havanda 20 dakika öğütülen sırlar, 7 ml saf su ilavesi ile sulandırılarak, fırça yardımıyla bisküvi pişirimi yapılmış tabletlere kuru olarak uygulanmıştır.

Yükseltgen fırın ortamında elde edilecek sırlar metal oksitlerle doyurularak elde edilmiştir.

İndirgen ortamda pişirim yapılacak sırlar için metalik etki yaratacak, sır içi lüster, raku sır denemeleri yapılmış, şeffaf basit bir sıra renk veren oksit ve metal tuzları ilave edilerek renkli metalik etki yaratacak sırlar oluşturulmuştur.

3.3.4. Sır Pişirimi

Yükseltgen ortamda pişirim yapılacak sırlar, elektrikli deneme fırınında 1000 °C de pişirilmiştir İndirgen ortam pişirimi yapılacak örneklerin pişirimi için Avanos'ta özel bir işletme tercih edilmiştir. Örneklerin sırlı pişirimleri açık havada, LPG yakıtı ile ısıtılan varilden oluşturulan fırın içerisinde 1000 °C'de gerçekleştirilmiştir. Şekil 3'te indirgen atmosferde sırlı örneklerin pişirimi görülmektedir.



Şekil 3. Sırlı örneklerin pişirimi ve redüksiyon işlemi

Piştirim süreci yaklaşık 2 saat olup, 1000 °C’de piştirme işlemi tamamlanmıştır. 750-700 °C’ye kendiliğinden soğuyan fırının kapağı açılarak, içerisinde gazete kağıdı parçaları ve odun talaşı olan kapaklı metal bir kaba alınmış ve indirgeme (redüksiyon) yapılmıştır. 20 dk indirgeme işlemi gerçekleştirilen fırından örnekler maşa yardımı ile soğuk suyun içerisine atılarak su yardımı ile örnek yüzeyinin temizliği sağlanmıştır.

3.3.5. Kullanılan Cihazlar

1. Optik Mikroskop: Sırlı yüzeydeki kristal oluşumları OLYMPUS BX51 marka Optik Mikroskop ile 200 nm ölçekle fotoğraflanmıştır.

2.Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM): Örneklerin morfolojik ve mikroyapısal karakterizasyonu, yüksek çözünürlükte ve vakum ortamında Zeiss SUPRA 55 marka Taramalı Elektron Mikroskobu ile yapılmıştır. Örneklerin mikroyapısal incelemeleri için yüzeyleri platin (Pt) paladyum (Pd) ile kaplanmış, numune yüzeyleri iletken hale getirilerek görüntülenmiş ve karakterize edilmiştir.

3. UV-Vis Spektrofotometresi: UV-Vis spektrometre, metalik görünümlü sırların görünür dalga boyu aralığında (400-700 nm) % Reflektans (yansıma) miktarını grafiksel olarak elde etmek ve renk tonu değişimini sayısallaştırarak tespit etmek amacıyla kullanılmıştır.

Örneklerin reflektans ölçümleri Agilent Cary7000 marka spektrofotometre ile 400-720 nm dalga boyu arasında gerçekleştirilmiştir.

BÖLÜM IV

ARAŞTIRMA BULGULARI

Metalik görüntüler elde etmek için düşük sıcaklıkta Seger Metodu'na göre alkali, kurşunlu, alkali-borlu, alkali-kurşunlu, sır kompozisyonları hazırlanmış, yükseltgen ve indirgen fırın atmosferinde denemeler yapılarak sonuçlar aşağıdaki tablolarda özetlenmiştir.

4.1 Sır Kompozisyonları

Tablo 1. Yükseltgen Atmosferde Fırınlanan Alkali/Alkali-Borlu Sır Örnekleri

Örnek Kodu	Örnek Fotoğrafı	Segner Formülü	İlave Metal Oksitler	Renk/Efekt
YA1		1,0 Na ₂ O 0,02 Al ₂ O ₃ 2 SiO ₂ 2 B ₂ O ₃	% 50 CuO	Koyu antrasit üzeri yoğun metalik
YA2		1,0 Na ₂ O 0,02 Al ₂ O ₃ 2 SiO ₂ 2 B ₂ O ₃	%50 Fe ₂ O ₃	Toplanmalı, Koyu kahve üzeri yoğun bronz etki
YA3		1,0 Na ₂ O 0,02 Al ₂ O ₃ 1,8 SiO ₂	%15 CuO	Zeminde açık mavi, koyu mavi metalik
YA4		1,0 Na ₂ O 0,02 Al ₂ O ₃ 1,8 SiO ₂	%15 Fe ₂ O ₃	Kenarlarda ince tabaka halinde yer yer metalik etki

(Tablo 1'in devamı)

YA5		0,90 Na ₂ O 0,10 CaO	0,05 Al ₂ O ₃	1,25 SiO ₂ 2,0 B ₂ O ₃	%15 Fe ₂ O ₃	Kızıl kahve zemin üzeri yoğun metalik bronz (aventürin)
YA6		0,60 Na ₂ O 0,40 K ₂ O		2 SiO ₂	% 25 CuO	Orta gri yoğun metalik
YA7		1,0 Na ₂ O	0,02 Al ₂ O ₃	2 SiO ₂ 2 B ₂ O ₃	% 50 CuO % 2 TiO ₂	Koyu antrasit üzeri yoğun metalik
YA8		1,0 Na ₂ O	0,02 Al ₂ O ₃	2 SiO ₂ 2 B ₂ O ₃	% 20 CuO	Zümrüt yeşili üzeri gri, metalik
YA9		1,0 Na ₂ O	0,02 Al ₂ O ₃	2 SiO ₂ 2 B ₂ O ₃	% 50 MnO % 3 TiO ₂	Koyu antrasit, mat metalik
YA10		1,0 Na ₂ O	0,02 Al ₂ O ₃	2 SiO ₂ 2 B ₂ O ₃	% 50 MnO	Kahverengi, kenarlarda daha yoğun, zeminde metal kristalleri
YA11		0,70 Na ₂ O 0,20 K ₂ O 0,10 CaO	0,19 Al ₂ O ₃	1,9 SiO ₂	% 30 CuO % 3 TiO ₂	Gümüş rengi, metalik

Tablo 2. Yükseltgen Atmosferde Fırınlanan Kurşunlu, Kurşunlu-Alkalili Sır Örnekleri

Örnek Kodu	Örnek Fotoğrafı	Seğer Formülü	İlave Metal Oksitleri	Renk/Efekt
YK1		1,0 PbO 0,1 Al ₂ O ₃ 1.0 SiO ₂	%30 MnO	Koyu antrasit metalik.
YK2		1,0 PbO 0,1 Al ₂ O ₃ 1.0 SiO ₂	%50 MnO	Antrasit metalik
YK3		1,0 PbO 0,1 Al ₂ O ₃ 1.0 SiO ₂	%50 CuO	Koyu gümüş renkli metalik
YK4		1,0 PbO 0,1 Al ₂ O ₃ 1.0 SiO ₂	%30 CuO	Gümüş renkli metalik
YK5		1,0 PbO 0,1 Al ₂ O ₃ 1.0 SiO ₂	%30 Fe ₂ O ₃	Kenarlar parlak, orta mat metal
YK6		0,8 Na ₂ O 0,01 Al ₂ O ₃ 1,6 SiO ₂ 0,2 PbO 1,6 B ₂ O ₃	% 50 CuO % 3 TiO ₂	Koyu kırmızı krem, metalik

(Tablo 2'nin devamı)

YK7		0,8 Na ₂ O 0,2 PbO	0,01 Al ₂ O ₃	1,6 SiO ₂ 1,6 B ₂ O ₃	% 50 MnO % 3 TiO ₂	Koyu antrasit, metalik
YK8		0,8 Na ₂ O 0,2 PbO	0,01 Al ₂ O ₃	1,6 SiO ₂ 1,6 B ₂ O ₃	% 30 CuO % 3 TiO ₂	Antrasit metalik
YK9		1.0 PbO	0.05 Al ₂ O ₃	0,8 SiO ₂	% 4 Cr ₂ O ₃	Kırmızı yeşil metalik etki yok

Tablo 3. İndirgen Atmosferde Fırınlanan Alkali-Borlu Sır Örnekleri

Örnek Kodu	Örnek Fotoğrafı	Seğer Formülü			İlave Metal tuzları/Oksitleri	Renk/Efekt
IA1		0,90 Na ₂ O 0,10 CaO	0.05 Al ₂ O ₃	1,25 SiO ₂ 1,8 B ₂ O ₃	%2 CuCO ₃ %2 AgNO ₃ %2 Bi(NO ₃) ₃	Yeşil-kahve- bakır kırmızısı metalik
IA2		0,90 Na ₂ O 0,10 CaO	0.05 Al ₂ O ₃	1,25 SiO ₂ 1,8 B ₂ O ₃	%5 CuSO ₄ %2 AgNO ₃ % 2 Bi(NO ₃) ₂	Parlak gri mavi zemin üzeri bakır kırmızısı, metalik
IA3		0,90 Na ₂ O 0,10 CaO	0.05 Al ₂ O ₃	1,25 SiO ₂ 1,8 B ₂ O ₃	%2 CoCl ₂ %2 AgNO ₃	Koyu mavi- mor üzeri yeşil, metalik
IA4		0,90 Na ₂ O 0,10 CaO	0.05 Al ₂ O ₃	1,25 SiO ₂ 1,8 B ₂ O ₃	%5 CoCl ₂ %2 AgNO ₃	Koyu mavi mor üzeri metalik
IA5		0,90 Na ₂ O 0,10 CaO	0.05 Al ₂ O ₃	1,25 SiO ₂ 1,8 B ₂ O ₃	%5 SnO ₂ %2 CuO %2 AgNO ₃	Parlak sarı mor yeşil geçişli, metalik

(Tablo 3'ün Devamı)

IA6		0,90 Na ₂ O 0,10 CaO	0.05Al ₂ O ₃	1,25 SiO ₂ 1,8 B ₂ O ₃	%2 MnO %2 AgNO ₃	Sarı-kahve-kızıl metalik
IA7		0,90 Na ₂ O 0,10 CaO	0.05Al ₂ O ₃	1,25 SiO ₂ 1,8 B ₂ O ₃	%5 BaCl ₂ %2 AgNO ₃ %2 Bi(NO ₃) ₂	Sarı metalik
IA8		0,90 Na ₂ O 0,10 CaO	0.05Al ₂ O ₃	1,25 SiO ₂ 1,8 B ₂ O ₃	%2 BaCl ₂ %2 AgNO ₃ %2 Bi(NO ₃) ₂	Parlak koyu sarı üzeri kızıl, metalik
IA9		0,90 Na ₂ O 0,10 CaO	0.05Al ₂ O ₃	1,25 SiO ₂ 1,8 B ₂ O ₃	%2 FeSO ₄ %2 AgNO ₃ %2 Bi(NO ₃) ₂	Gümüş renkli zemin üzeri mavi yeşil geçişler, metalik
IA10		0,90 Na ₂ O 0,10 CaO	0.05 Al ₂ O ₃	1,25 SiO ₂ 1,8 B ₂ O ₃	%2 Fe ₂ O ₃ %2 SnO ₂ %2 AgNO ₃	Koyu sarı, kızıl, mat metalik
IA11		0,90 Na ₂ O 0,10 CaO	0.05 Al ₂ O ₃	1,25 SiO ₂ 1,8 B ₂ O ₃	%5 Fe ₂ O ₃ %2 AgNO ₃	Koyu mavi-yeşil üzeri gri, metalik

(Tablo 3'ün devamı)

IA12		0,8 Na ₂ O 0,2 CaO	0,02 Al ₂ O ₃	0,1 SiO ₂ 0,5 B ₂ O ₃	%2 AgNO ₃ %2 Bi(NO ₃) ₂	Koyu yeşil üzeri, sarı-kahve, metalik
IA13		0,75 Na ₂ O 0,25 CaO	0,02 Al ₂ O ₃	0,12 SiO ₂ 1,5 B ₂ O ₃	%2 AgNO ₃ %2 Bi(NO ₃) ₂	Koyu yeşil, kahve geçişli, metalik
IA14		0,204 Na ₂ O 0,796 CaO	0,14 Al ₂ O ₃ 0,040 Cr ₂ O ₃	0,84 SiO ₂ 1,56 B ₂ O ₃	% 4,12 CuSO ₄ % 2 AgNO ₃	Yesil-Mavi- Kahve metalik
IA15		0,379 Na ₂ O 0,120 K ₂ O 0,350 CaO 0,149 ZnO	0,31 Al ₂ O ₃	3,1 SiO ₂ 0,76 B ₂ O ₃ 0,35 ZrO ₂	%2 AgNO ₃ %2 Cd(NO ₃) ₂ %2 Bi(NO ₃) ₂	Altın sarısı - turuncu-kahve metalik
IA16		0,204 Na ₂ O 0,796 CaO 0,040 Cr ₂ O ₃	0,14 Al ₂ O ₃	0,84 SiO ₂ 1,56 B ₂ O ₃	% 4,12 CuSO ₄ % 2 AgNO ₃	Yesil-Mavi- Kahve metalik
IA17		0,4 Na ₂ O 0,14 K ₂ O 0,3 CaO 0,15 ZnO 0,01 NiO	0,2 Al ₂ O ₃	2,0 SiO ₂ 0,8 B ₂ O ₃ 0,3 ZrO ₂ 0,15 SnO ₂	% 4 AgNO ₃ %2 Cd(NO ₃) ₂	Açık kıvıllı sarı mat metalik

Tablo 4. İndirgen Atmosferde Fırınlanan Kurşunlu ve Alkali-Kurşunlu Sır Örnekleri

Örnek Kodu	Örnek Fotoğrafı	Seğer Formülü	İlave Metal Tuzları/Oksitleri	Renk/Efekt
IK1		0,5 Na ₂ O 0,1 PbO 0,1 K ₂ O 0,28 CaO 0,01 CoO 0,01 NiO	0,2 Al ₂ O ₃ 2,0 SiO ₂ 1,0 B ₂ O ₃ % 2 AgNO ₃	Yeşil-Mavi-Sarı metalik
IK2		0,7 Na ₂ O 0,28 PbO 0,02 CuO	0,08 Al ₂ O ₃ 2,0 SiO ₂ 0,5 B ₂ O ₃ % 2 AgNO ₃ % 3 Bi(NO ₃) ₂	Sarı, kahve, gümüş, metalik
IK3		0,974 PbO 0,026 ZnO	2,6 SiO ₂ 1,0 B ₂ O ₃ 0,052 SnO ₂ 0,026 TiO ₂	%2 Bi(NO ₃) ₂ %2 AgNO ₃ Koyu mavi üzeri kıvılcık, sarı, yeşil, metalik
IK4		0,5 Na ₂ O 0,1 PbO 0,1 K ₂ O 0,28 CaO 0,01 CuO 0,01 NiO	0,2 Al ₂ O ₃ 1,99 SiO ₂ 1,0 B ₂ O ₃ %2 AgNO ₃	Sarı üzeri kahve yeşil metalik
IK5		0,58 Na ₂ O 0,38 PbO 0,04 K ₂ O	0,01 Al ₂ O ₃ 0,5 SiO ₂ 0,82 B ₂ O ₃ 0,025 TiO ₂ %2 AgNO ₃	Kenarlarda ve zeminde yer yer gümüş rengi metalik

(Tablo 4'ün devamı)

IK6		0, 5Na ₂ O 0.1 PbO 0,1 K ₂ O 0,28 CaO 0,01 CoO 0,01 NiO	0.1 Al ₂ O ₃	2,0 SiO ₂ 1,0 B ₂ O ₃	% 2 AgNO ₃	Mavi, yeşil, sarı renk kenarlarda parlak gümüş metalik
IK7		0,5 Na ₂ O 0.1 PbO 0,1 K ₂ O 0,28 CaO 0,01 CuO 0,01 NiO	0.2 Al ₂ O ₃	2 ,0 SiO ₂ 1,0 B ₂ O ₃	% 2 AgNO ₃	Yoğun sarı metalik
IK8		0,975 PbO 0,025 CuO	2,0 SiO ₂ 1,0 B ₂ O ₃ 0,05 SnO ₂ 0,025 TiO ₂	%2 AgNO ₃ %2 Bi(NO ₃) ₂		Metalik etki yok
IK9		0,76 Na ₂ O 0,24 PbO	2,18 SiO ₂ 0,195 B ₂ O ₃	%2 AgNO ₃		Kenarda çizgisel metalik
IK10		1.0 PbO 1,5 Cr ₂ O ₃	0,083 Al ₂ O ₃ 0,078 MnO ₂	1,128 SiO ₂	%2 AgNO ₃	Koyu bej, metalik
IK11		0,874 PbO 0,126 FeO	0,382 Al ₂ O ₃	0,763 SiO ₂	%2 AgNO ₃	Parlak gri, sarı metalik

BÖLÜM V

TARTIŞMA ve YORUM

5.1. Örneklerin Karakterizasyonu

İndirgen fırın atmosferde geliştirilen sırlar içerisinde en iyi sonuç veren, yanardöner renk etkisine sahip metalik görünümlü 14 adet sırlı örnek karakterize edilmiş ve Optik Mikroskop (OM), Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM), Enerji Saçınımlı Spektrofotometre (EDS) ve Ultraviyole Görünür Işık (UV-Vis) Spektrofotometre analizi ile karakterize edilmiş, sonuçlar değerlendirilmiştir.

UV-Vis Spektrometre, çalışma prensibi olarak örnek yüzeyini tarayan ışınlar, yüzeyde çarpıp dalga boyunun denk geldiği görünür bölge rengine göre yansımayı sayısallaştırarak renk ve ton değişimin grafiğini oluşturmamızı sağlar (Pereira O.C., Bernardin A.M., 2012).

Bu çalışmada UV-Vis Spektrofotometre ile sırlı yüzeylerdeki reflektans, renk ve ton değişimi grafiklerle gösterilmiştir.

5.2 Alkalili ve İndirgen Ortamda Fırınlanmış Sırlı Örnekler

Bu bölümde 11 adet Seger Metoduna göre hazırlanmış alkali içerikli sırlı örnekler karakterize edilmiş ve sonuçlar değerlendirilmiştir.

Sır kompozisyonunda kullanılan malzemeler ve ilave metal tuzları/metal oksitler indirgen ortam pişirimlerinde benzer sonuçlar göstermiştir.

Na_2O , sırların genleşme katsayısını arttırmış, ısıl şok ile birlikte sır yüzeyinde çatlaklar oluşturmuştur.

$\text{CuCO}_3/\text{CuSO}_4/\text{CuO}$ metalik oluşumla birlikte çoğunlukla Cu^+ ve Cu^{+2} şeklinde sır içinde çözünerek değişen tonlarda bakır kızılı renkler oluşturmuştur (İmer C. ve ark., 2016).

AgNO_3 redüksiyon sonucunda indirgenerek sır yüzeyinde ince bir metalik tabaka oluşturmuştur. AgNO_3 beraber kullanıldığı malzemeyle birlikte sırlara farklı efektler kazandırmıştır (Güzelgün P., 2012).

$\text{Bi}(\text{NO}_3)_3$ AgNO_3 ile birlikte kullanıldığı için parlaklık şiddetini arttırmış, rengi koyulaştırmış koyu sarı, yeşil ve kahve tonlarında kendisini göstermiştir (Güzelgün P., 2012, Sarıoğlu N., 2008).

$\text{Cd}(\text{NO}_3)_2$ indirgen ortam pişirimlerinde rengin şiddetine olumlu katkıda bulunmuş, sırlarda kızılımsı sarı rengin oluşmasına katkı sağlamıştır.

CoCl_2/CoO indirgen ortam pişirimlerinde canlı ve koyu bir mavi tonun elde edilmesini sağlamıştır. AgNO_3 ile birlikte kullanıldığında mavi-yeşil lüster etkisi oluşmuştur.

$\text{Fe}_2\text{O}_3/\text{FeSO}_3$ Sırlarda açıktan koyuya kahverengi bir renk yelpazesi oluşturmakla birlikte turuncu, kırmızı kahve ve bej tonlarını oluşturur.

MnO_2 , açıktan koyuya tüm kahve tonlarının oluşumuna katkı sağlamıştır.

SnO_2 genellikle örtücü beyaz bir renk oluşumunu sağlar.

5.2.1. IA1Kodlu Örneğin Analiz Sonuçları

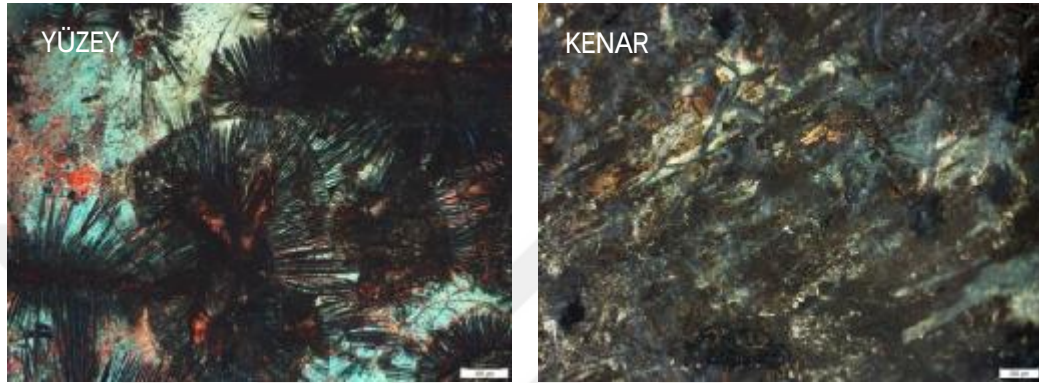
Şekil 4 ve Tablo 5'te IA1 kodlu indirgen fırın atmosferinde 20 dk redüksiyon yapılmış sırlı örneğe ait Seger formülü ve örneğin dijital görüntüsü yer almaktadır. Seger formülündeki kompozisyona ilave edilen gümüş (Ag) ve bakır (Cu) iyonları bizmut nitrat $\text{Bi}(\text{NO}_3)_3$ ile birlikte redüksiyona uğrayarak sır yüzeyinde ince metalik bir tabaka oluşturmuştur.



Şekil 4. IA1 kodlu örneğin dijital fotoğrafı

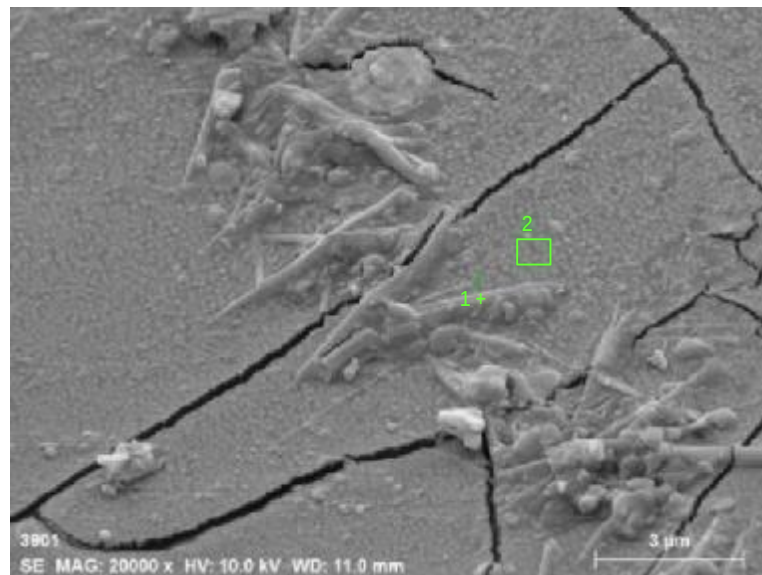
Tablo 5. IA1 Kodlu Örneğin Sır Seger Formülü

Seger formülü				İlave metal tuzları / oksitleri
0,90 Na ₂ O	0.05 Al ₂ O ₃	1,25 SiO ₂		+ %2 CuCO ₃
0,10 CaO		1,8 B ₂ O ₃		+ %2 AgNO ₃
				+ %2 Bi(NO ₃) ₃



Şekil 5. IA1 kodlu örneğe ait optik mikroskop (OM) yüzey ve kenar görüntüleri

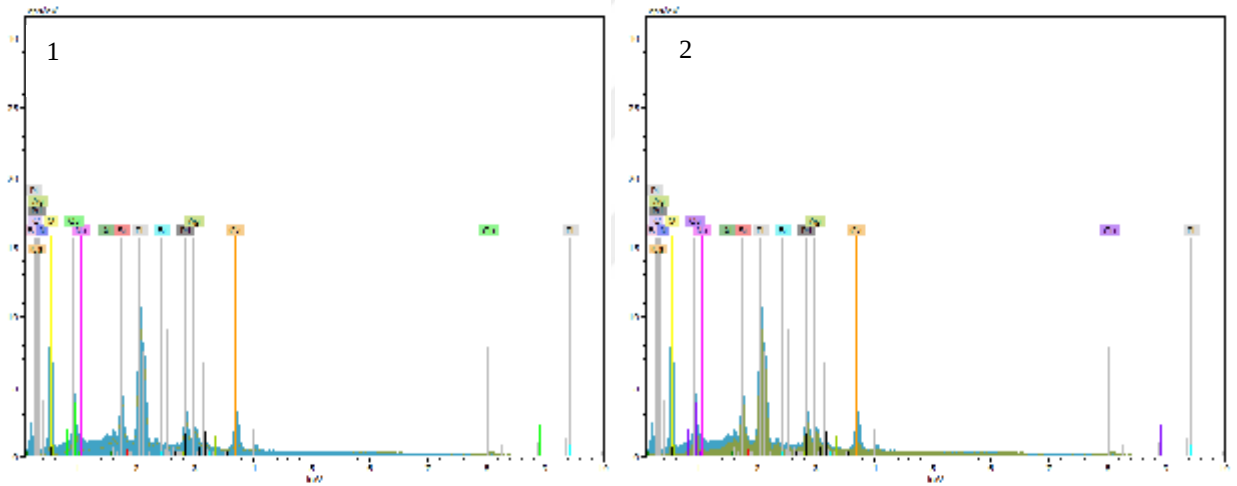
Şekil 5’de örneğin yüzey ve kenar bölgelerinden alınmış OM görüntüleri, Şekil 6’da SEM görüntüsü yer almaktadır. Sırlı yüzeyde görülen tane ve matristen noktasal analiz yapılmış ve sonuçlar Şekil 7 ve Tablo 6’da verilmiştir.



Şekil 6. IA1 kodlu örneğin SEM görüntüsü

Şekil 6'daki SEM-EDS noktasal analizleri incelendiğinde, bakır konsantrasyonunun gümüşten daha fazla olduğu görülmektedir. IA1 kodlu sır yüzeyinde alkali oksitlerden Na_2O 'nun genleşme katsayısını artırması ve sırlı örneğin ısı şoka maruz kalmasına bağlı olarak çatlaklar oluştuğu gözlenmiştir. CuCO_3 'ün indirgen ortamda çeşitli tonlarda, çıplak gözle de yoğun olarak görülebilen bakır kızılı renkleri verdiği gözlenmiştir. Ayrıca redüksiyona bağlı olarak $\text{Bi}(\text{NO}_3)_2$ gelen yeşil-kahveler ile zeminde ve daha çok kenarlarda oluşan metalik gümüş grilerin çarpıcı renk tonları verdiği gözlenmiştir.

Daha önceki çalışmalarda İmer C. ve ark. (2016), bakırın gümüşten daha zor metalik forma indirgendiğini ve bakırın sır içerisinde Cu^+ ve Cu^{+2} şeklinde çözünürken, gümüşün her zaman nanopartiküller şeklinde görüldüğünü söylemektedirler.



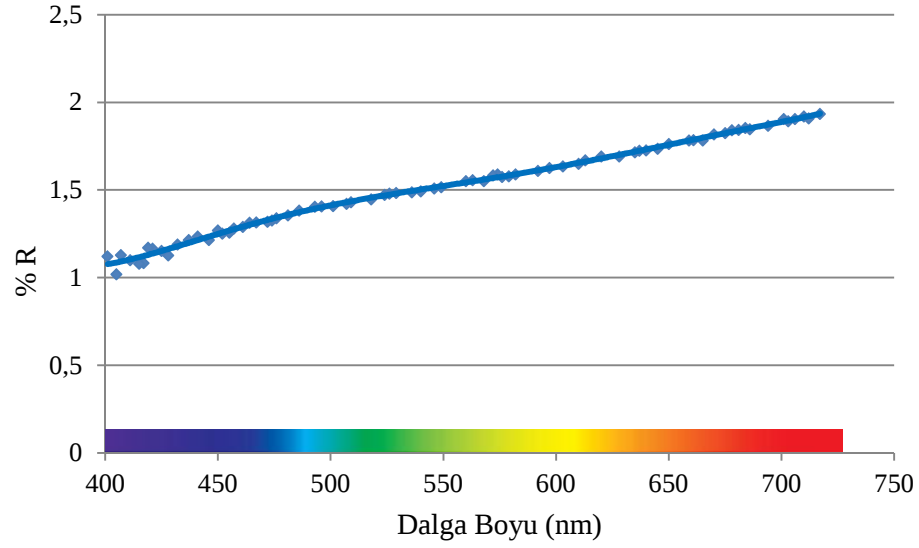
Şekil 7. IA1 kodlu örneğin EDS grafikleri

Tablo 6. IA1Kodlu Örneğin EDS Değerleri (% Ağırlık)

Nokta	B	C	N	O	Na	Al	Si	Ca	Cu	Ag	Bi
1	21,50	1,40	0,96	38,52	0,79	0,67	6,78	14,09	11,03	3,60	0,65
2	5,98	0,93	1,21	9,35	0,62	2,12	26,60	8,10	31,43	11,21	2,43

Şekil 6'da yüzeyde görülen taneler ve matris üzerinden EDS noktasal analizi yapılmıştır. Elde edilen sonuçların, sır kompozisyonunda kullanılan malzemeyi destekler nitelikte olduğu gözlenmiştir. Ölçümlerde bulunmaması gereken karbon (C) varlığının, redüksiyon ortamından ve bu ortamı yaratmak için kullanılan malzemelerden (talaş, gazete kâğıdı) taşındığı sonucuna varılmıştır.

Şekil 8, %2 CuCO_3 , %2 AgNO_3 ve %2 $\text{Bi}(\text{NO}_3)_3$ içeren IA1 kodlu örneğin reflektans spektrumunu göstermektedir. Grafikte 400-720 dalga boyu aralığındaki veriler esas alınmış olup, reflektans değerinin uygulanan ışının dalga boyu ile doğru orantılı olarak arttığı gözlenmiştir.



Şekil 8. IA1 kodlu örneğin UV-Vis. Spektrumu

5.2.2. IA2 Kodlu Örneğin Analiz Sonuçları

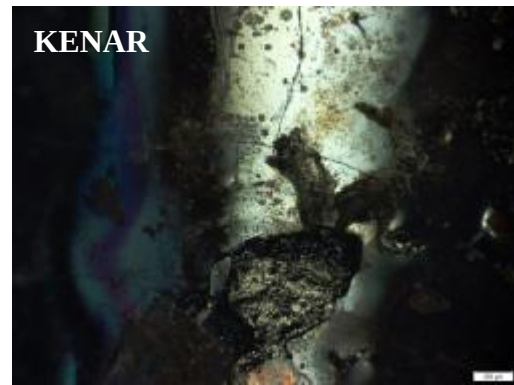
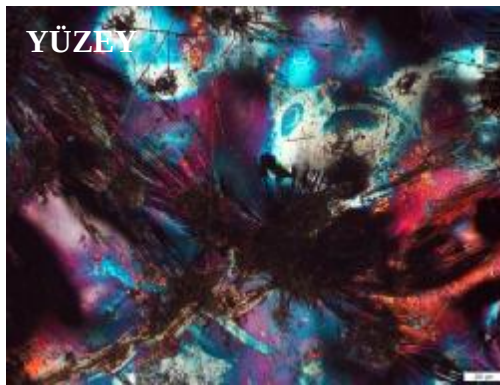
Şekil 9 ve Tablo 7’de IA2 kodlu indirgen fırın atmosferinde 20 dk redüksiyon yapılmış sırlı örneğe ait Seger formülü ve örneğin dijital görüntüsü yer almaktadır. Seger formülündeki kompozisyona ilave edilen CuSO_4 , AgNO_3 , $\text{Bi}(\text{NO}_3)_3$ metal bileşikleri redüksiyona uğrayarak sır yüzeyinde ince metalik bir tabaka oluşturmuştur.



Şekil 9. IA2 kodlu örneğin dijital fotoğrafı

Tablo 7. IA2 Kodlu Örneğin Sır Seger Formülü

Seger formülü			İlave metal tuzları / oksitleri
0,90 Na_2O	0,05 Al_2O_3	1,25 SiO_2	+ %5 CuSO_4
0,10 CaO		1,8 B_2O_3	+ %2 AgNO_3
			+ %2 $\text{Bi}(\text{NO}_3)_3$



Şekil 10. IA2 kodlu örneğin OM yüzey ve kenar görüntüleri

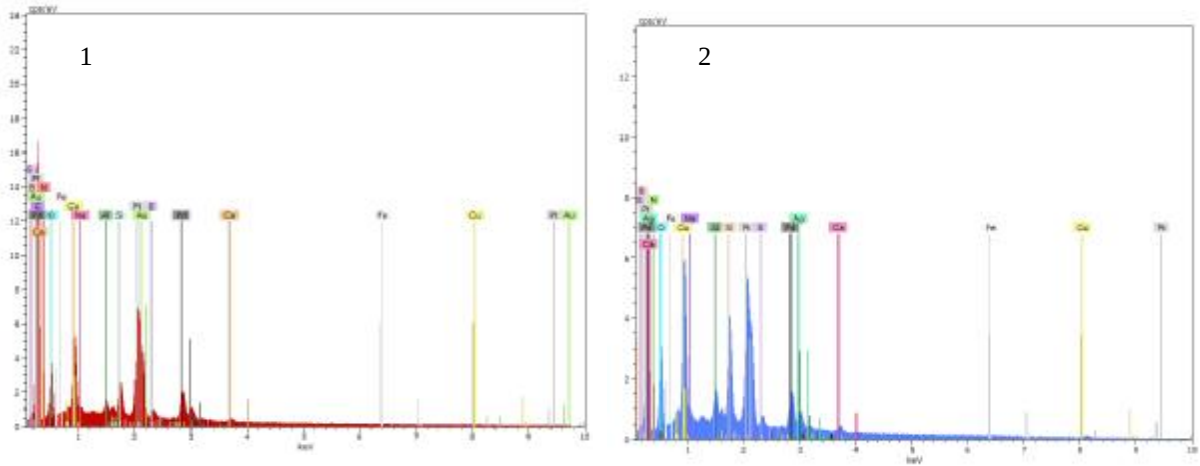
Sıra ilave edilen metal bileşiklerinin redüksiyonu sonucu oluşan gri-mavi zemin üzerinde dağılmış Bakır (Cu) ve Bizmut’un, (Bi) bakır kahve ve bakır kırmızı metalik

oluşumları gözlenmiştir. Şekil 10'daki OM görüntüleri de bu oluşumları destekler niteliktedir.



Şekil 11. IA2 kodlu örneğin SEM görüntüsü

Şekil 11'de IA2 kodlu örneğin taramalı elektron mikroskobu görüntüsü yer almaktadır. Sırlı yüzeyde açık gözenekler ve redüksiyon kalıntıları mevcuttur.

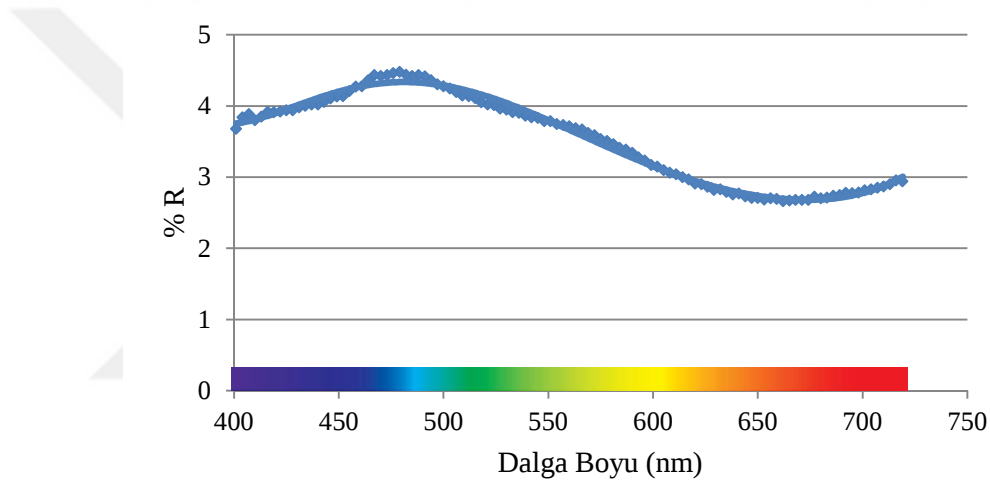


Şekil 12. IA2 kodlu örneğin EDS grafikleri

Tablo 8. IA2 Kodlu Örneğin EDS Değerleri (% Ağırlık)

	C	Cu	Au	O	Si	B	N	Ca	Fe	Al	Na	S
1	60,52	5,84	-	15,54	3,38	8,28	2,74	0,92	0,58	0,94	0,94	0,34
	Cu	O	Si	B	Al	Ca	N	Ag	Na	Fe	S	
2	17,58	30,56	14,10	24,18	3,16	1,86	4,61	0,59	2,12	0,46	0,77	

Şekil 12 ve Tablo 8 incelendiğinde, matris üzerinden alınan ölçümler sonucu elde edilen verilerin sır kompozisyonunda kullanılan malzemeyi destekler nitelikte olduğu, 1 numaralı tane üzerinden yapılan nokta analizinde sır kompozisyonunda kullanılmayan ancak örnek yüzeyine toplu pişirim sırasında ve şartlarında transfer olan karbonun (C) redüksiyon için kullanılan malzemelerden geldiği düşünülmektedir.



Şekil 13. IA2 kodlu örneğin UV-Vis. spektrumu

Şekil 13'de, %5 CuSO₄, %2 AgNO₃ ve %2 Bi(NO₃)₂ içeren IA2 kodlu örneğin reflektans spektrumu görülmektedir. 400-720 nm dalga boyu aralığında elde edilen reflektans değeri % 4,5-2,6 olarak ölçülmüştür. Yansıma 400-480 nm'lik dalga boylarında mavi renk üzerinde %3,6-4,5 aralığında artış gösterirken, bu görünüm OM ve dijital görüntüde de desteklenmektedir.

5.2.3. IA3 Kodlu Örneğin Analiz Sonuçları

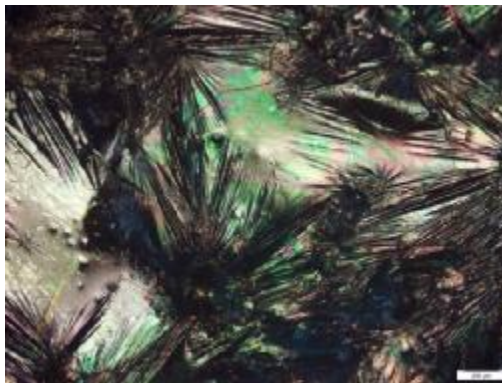
Şekil 14 ve Tablo 9’da IA3 kodlu indirgen fırın atmosferinde 20 dk redüksiyon yapılmış sırlı örneğe ait Seger formülü ve örneğin dijital görüntüsü yer almaktadır. Seger formülünde bulunan AgNO_3 , $\text{Cd}(\text{NO}_3)_2$, ve $\text{Bi}(\text{NO}_3)_3$ gibi ilave maddeler, redüksiyonlu atmosferde sır yüzeyinde metalik tabaka oluşturmuştur. Şekil 15’deki OM görüntüsü de renk geçişlerini desteklemektedir.



Şekil 14. IA3 kodlu örneğin dijital fotoğrafı

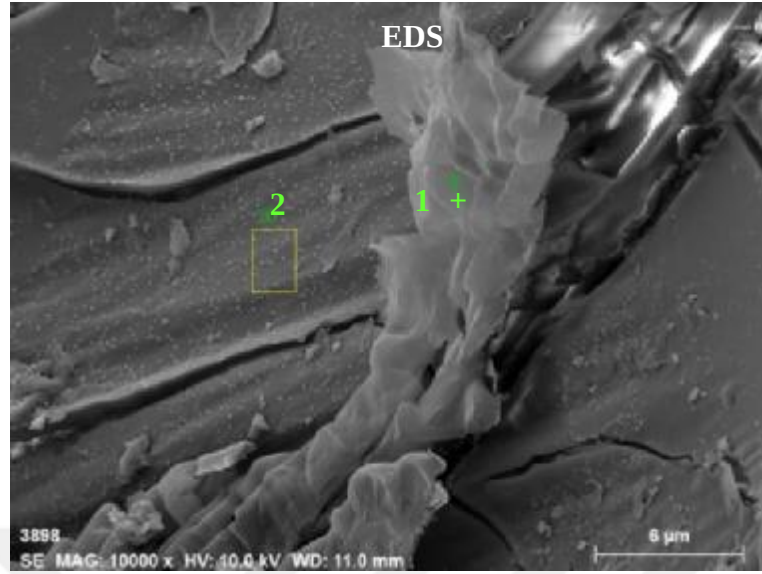
Tablo 9. IA3 Kodlu Örneğin Sır Seger Formülü

Seger formülü				İlave metal tuzları / oksitleri
0,90 Na_2O	0,05 Al_2O_3	1,25 SiO_2		+ %2 CoCl_2
0,10 CaO		1,8 B_2O_3		+ %2 AgNO_3



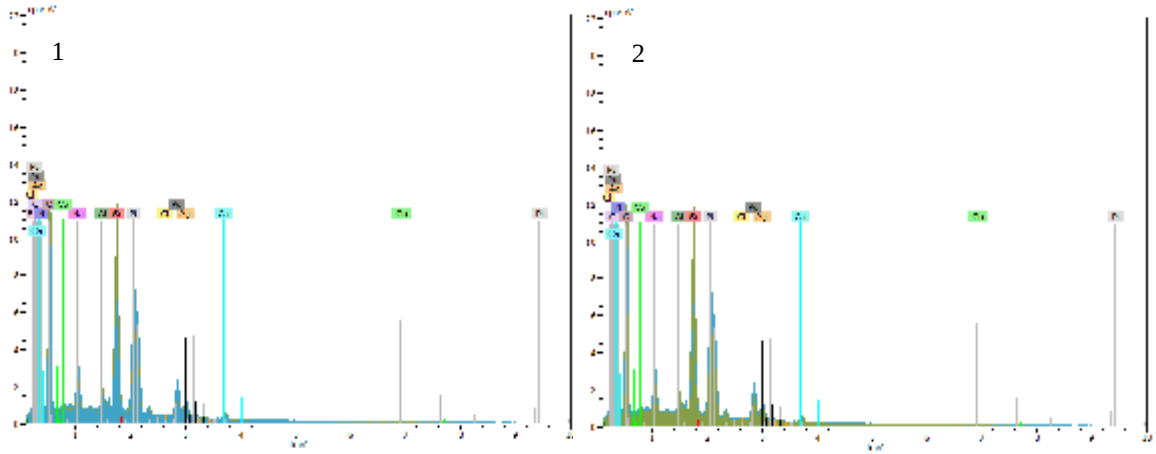
Şekil 15. IA3 kodlu örneğe ait optik mikroskop yüzey ve kenar görüntüleri

Şekil 15'deki OM görüntüsünde, CoCl_2 nin AgNO_3 ile birlikte kullanıldığında oluşan mavi-yeşil lüster etkisi açıkça görülmektedir (Güzelgün P., 2012).



Şekil 16. IA3 kodlu örneğin SEM görüntüsü

Şekil 16'deki SEM görüntüleri, sır yüzeyinden elde edilmiştir. Görüntü incelendiğinde metalik görünümü destekleyecek metal oluşumlarının varlığının yanısıra Na_2O nedeniyle oluşan çatlaklar ve Tablo 10 da görülen redüksiyon kalıntıları (C) tespit edilmiştir.

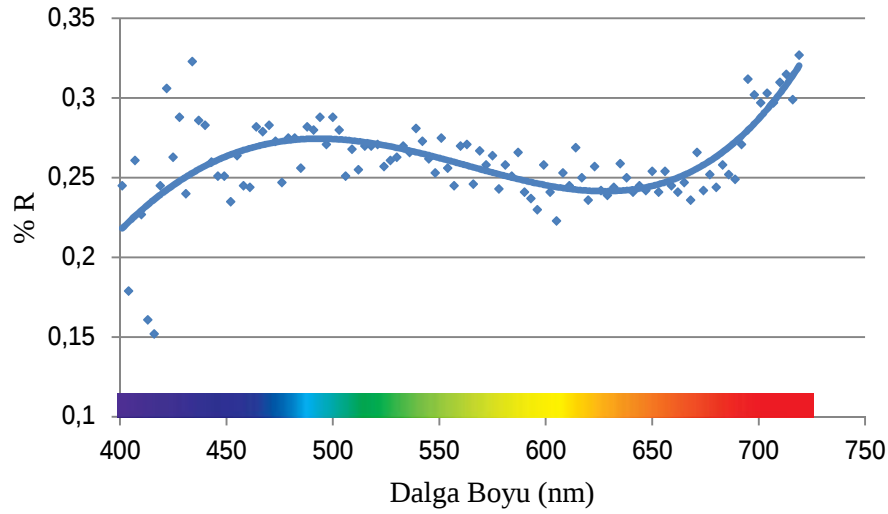


Şekil 17. IA3 kodlu örneğin EDS grafikleri

Tablo10. IA3 Kodlu Örneğin EDS Değerleri (% Ağırlık)

	B	C	N	O	Na	Al	Si	Cl	Ca	Co	Ag
1	15,69	5,64	2,96	44,65	5,17	1,62	16,71	0,00	2,21	2,65	2,69
2	0,00	1,09	0,37	54,05	4,13	1,94	28,26	0,02	4,64	0,55	4,96

Şekil 17 ve Tablo 10'daki EDS analiz sonuçları da sır kompozisyonunda kullanılan malzemeyi destekler niteliktedir.



Şekil 18. IA3 kodlu örneğin UV-Vis. Spektrumu

Şekil 18, sır kompozisyonuna ilave %2 CoCl_2 ve %2 AgNO_3 içeren IA3 kodlu örneğin reflektans spektrumunu göstermektedir. Grafikte 400-720 nm dalga boyu aralığındaki veriler esas alınmış olup, IA3 kodlu örneğin reflektans değerinin % 0,2-0,35 aralığında, 450-500 ve 650 nm dalga boylarında mavi ve kırmızı renk şiddetinin daha baskın olduğu veriler elde edilmiştir.

5.2.4. IA6 Kodlu Örneğin Analiz Sonuçları

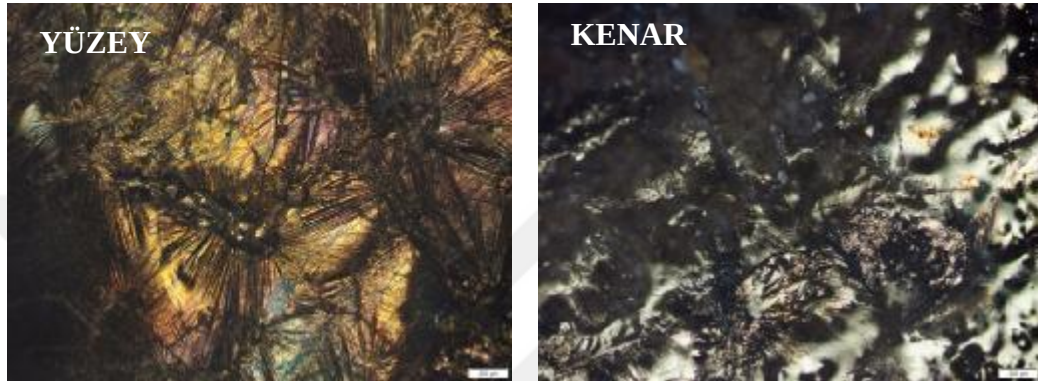
Şekil 19 ve Tablo 11'de IA6 kodlu indirgen fırın atmosferinde 20 dk redüksiyon yapılmış sırlı örneğe ait seger formülü ve örneğin dijital görüntüsü yer almaktadır. Seger formülünde bulunan AgNO_3 ve MnO_2 gibi ilave maddeler, redüksiyonlu atmosferde sır yüzeyinde metalik tabaka oluşturmuştur.



Şekil 19. IA6 kodlu örneğin dijital fotoğrafı

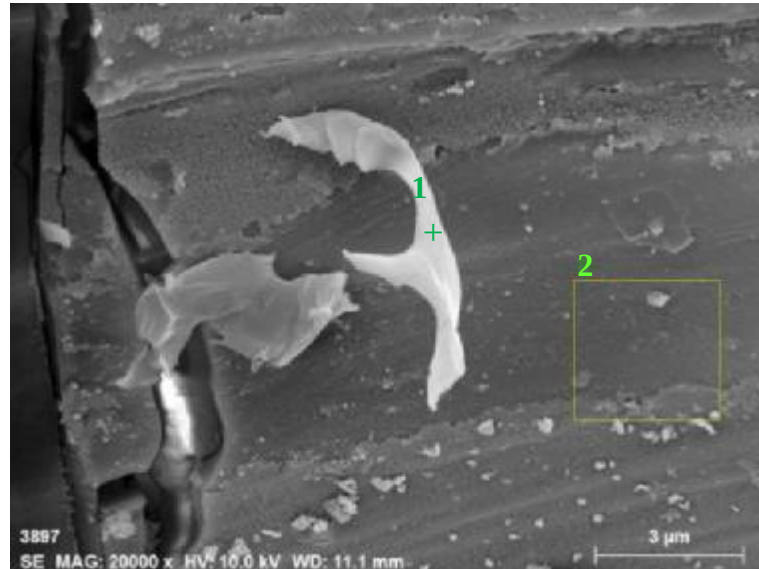
Tablo 11. IA6 Kodlu Örneğin Sır Seger Formülü

Seger formülü			İlave metal tuzları / oksitleri
0,90 Na ₂ O	0,05 Al ₂ O ₃	1,25 SiO ₂	+ %2 MnO ₂
0,10 CaO		1,8 B ₂ O ₃	+ %2 AgNO ₃



Şekil 20. IA6 kodlu örneğe ait optik mikroskop yüzey ve kenar görüntüleri

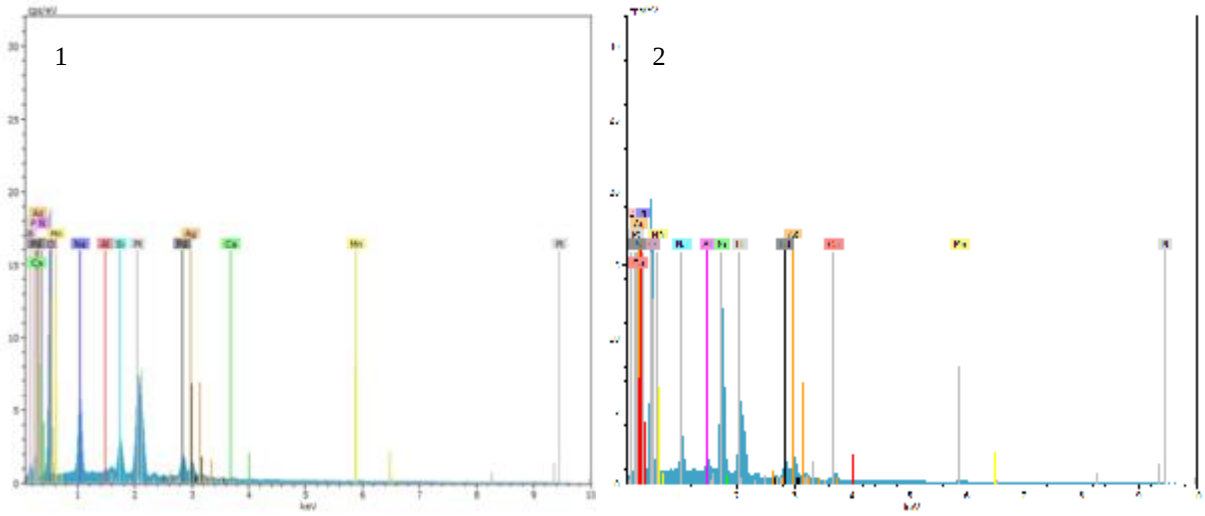
Şekil 20'deki OM görüntüsü, parlak altın rengi üzerinde kahve tonlarında renk geçişleri ile MnO₂ varlığını destekler niteliktedir.



Şekil 21. IA6 kodlu örneğin SEM görüntüsü

Şekil 21'de IA6 Kodlu Örneğin SEM görüntüleri ve EDS analizi yapılan noktalar görülmektedir. Sır yüzeyinde yapılan tarama sonucu metalik görünümü destekleyecek dalgali plakalar şeklindeki metal parçacıkları mevcuttur.

Sır kompozisyonundaki Na_2O den kaynaklanan çatlaklar ve redüksiyon kalıntıları bu örnekte de görülmektedir.



Şekil 22. IA6 kodlu örneğin EDS grafikleri

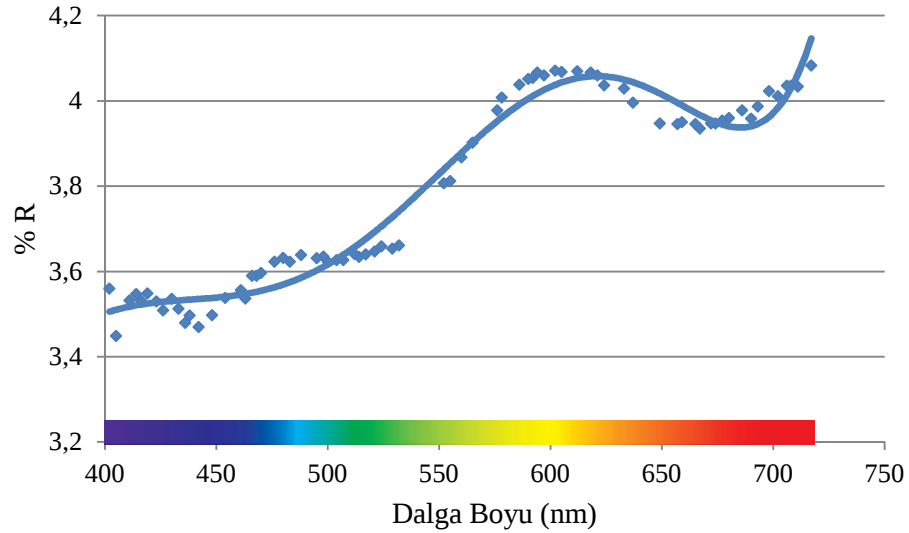
Tablo 12. IA6 Kodlu Örneğin EDS değerleri (% Ağırlık)

	O	B	Na	Si	Ag	Mn	N	Ca	Al
1	59,27	28,83	6,24	3,11	0,78	0,41	0,99	0,23	0,13
	B	Na	Si	Ag	Mn	N	Ca	Al	
2	13,57	23,35	1,35	2,53	1,34	0,91	0,06	1,05	

Şekil 22 ve Tablo 12’de EDS noktasal analiz incelendiğinde, elde edilen sonuçların sır kompozisyonunda kullanılan malzemeleri destekler nitelikte olduğu gözlenmiştir.

Şekil 23, sır kompozisyonuna ilave %2 MnO_2 ve %2 AgNO_3 içeren IA6 kodlu örneğin reflektans spektrumunu göstermektedir.

Grafikte IA6 kodlu örneğin 400-720 nm dalga boyu aralığındaki reflektansı % 3,4-4,2 değerindedir. Sırdaki kahve-sarı renk geçişlerinin yoğunluğu, 550-650 nm dalga boyunda yansımanın şiddeti ile vurgulanmıştır.



Şekil 23. IA6 kodlu örneğin UV-VİS. spektrumu

5.2.5. IA7 Kodlu Örneğin Analiz Sonuçları

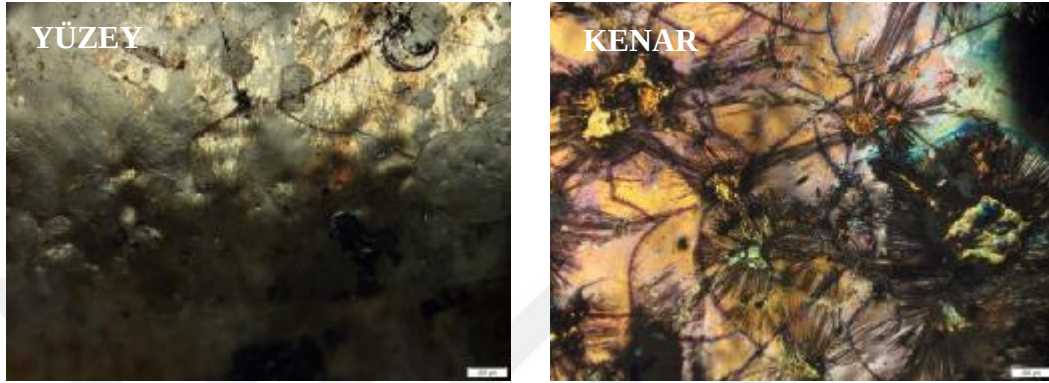
Şekil 24 ve Tablo 13’de IA7 kodlu indirgen fırın atmosferinde 20 dk redüksiyon yapılmış sırlı örneğe ait Seger formülü ve örneğin dijital görüntüsü yer almaktadır. Seger formülünde bulunan AgNO_3 , $\text{Bi}(\text{NO}_3)_3$ ve BaCl_2 gibi ilave maddeler, redüksiyonlu atmosferde sır yüzeyinde metalik tabaka oluşturmuştur. Örneğin Şekil 25’teki OM görüntüsü, Bizmut (Bi) ve Baryumdan (Ba) kaynaklanan parlak altın rengi üzerinde, sarı-kahve tonlarında renk geçişlerini desteklemektedir.



Şekil 24. IA7 kodlu örneğin dijital fotoğrafı

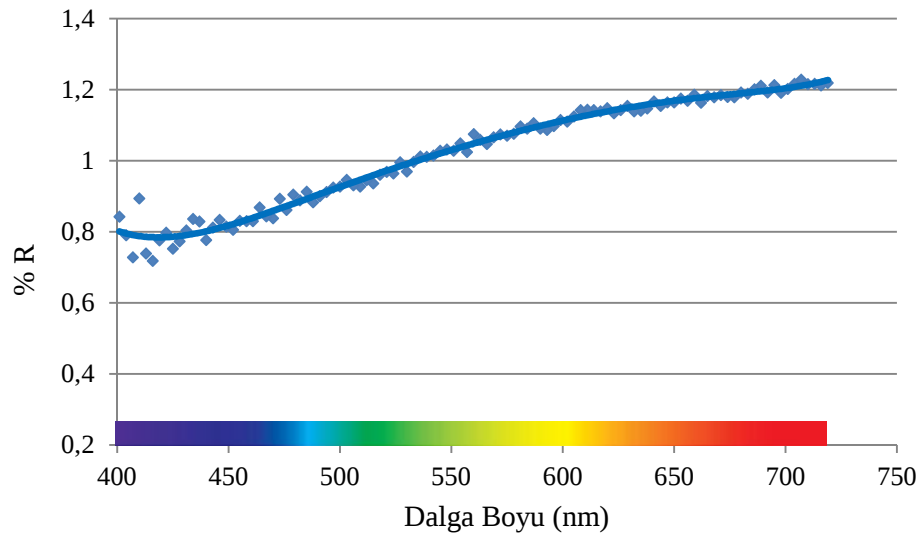
Tablo 13. IA7 Kodlu Örneğin Sır Seger Formülü

Seger formülü			İlave metal tuzları / oksitleri
0,90 Na ₂ O	0,05 Al ₂ O ₃	1,25 SiO ₂	+ %5 BaCl ₂
0,10 CaO		1,8 B ₂ O ₃	+ %2 Bi(NO ₃) ₃
			+ %2 AgNO ₃



Şekil 25. IA7 kodlu örneğe ait optik mikroskop yüzey ve kenar görüntüleri

Şekil 25 deki OM görüntülerinde Na₂O'ın sınır genişleme katsayısını artırması nedeniyle oluşmuş yüzeyde oluşmuş ince çatlaklar göze çarpmaktadır.



Şekil 26. IA7 kodlu örneğin UV-Vis. Spektrumu

Şekil 26, sır kompozisyonuna ilave %2 BaCl₂ ve %2 AgNO₃ ve %2 Bi(NO₃)₂ içeren IA7 kodlu örneğin reflektans spektrumunu göstermektedir.

Grafikte görüldüğü gibi IA9 kodlu örneğin reflektans değerlerinin % 0,7-1,2 aralığında ve uygulanan ışının dalga boyu ile doğru orantılı olarak arttığı gözlenmiştir

5.2.6. IA8 Kodlu Örneğin Analiz Sonuçları

Şekil 27 ve Tablo 14’de IA8 kodlu indirgen fırın atmosferinde 20 dk redüksiyon yapılmış sırlı örneğe ait Seger formülü ve örneğin dijital görüntüsü yer almaktadır. Seger formülündeki kompozisyona ilave edilen BaCl_2 , AgNO_3 ve $\text{Bi}(\text{NO}_3)_3$ metal bileşikleri redüksiyona uğrayarak sır yüzeyinde metalik bir tabaka oluşturmuştur.

IA7 kodlu örnekten farklı olarak IA8 kodlu örnekte azalan BaCl_2 (%5 à %2) oranına göre içerikte kütlesi artan $\text{Bi}(\text{NO}_3)_2$, daha parlak ve koyu kahve-koyu sarı geçişleriyle kendini göstermiştir.



Şekil 27. IA8 kodlu örneğin dijital fotoğrafı

Tablo 14. IA8 Kodlu Örneğin Sır Seger Formülü

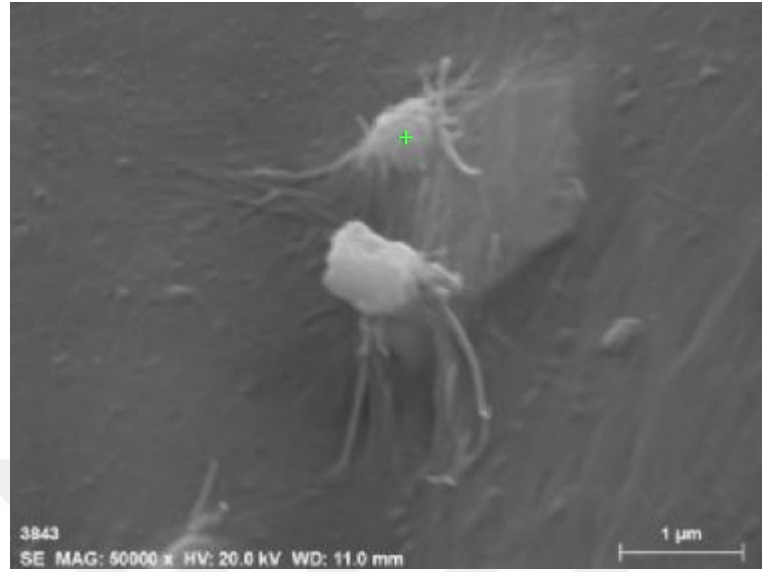
Seger formülü			İlave metal tuzları / oksitleri
0,90 Na_2O	0,05 Al_2O_3	1,25 SiO_2	+ % 2 BaCl_2
0,10 CaO		1,8 B_2O_3	+ % 2 AgNO_3
			+ % 2 $\text{Bi}(\text{NO}_3)_3$



Şekil 28. IA8 kodlu örneğin OM yüzey ve kenar görüntüleri

Şekil 28 deki OM görüntülerinde Na_2O den kaynaklanan yüzey çatlakları ve redüksiyon kalıntıları görülmektedir.

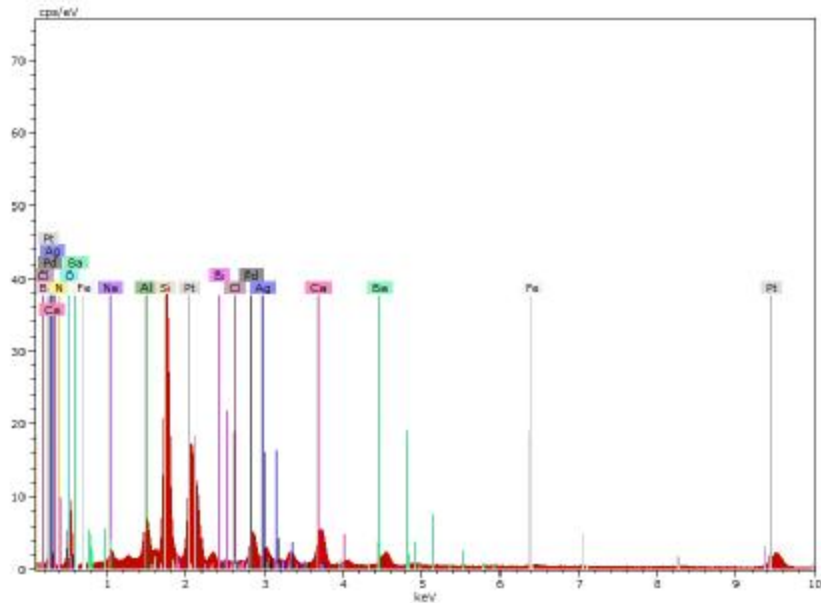
Şekil 29’da SEM görüntüleri, metalik görünümü destekleyecek oluşumlar sergilemiştir. Şekil 30’da EDS noktasal analizi grafik olarak verilmiştir.



Şekil 29. IA8 kodlu örneğin SEM görüntüsü

Metalik görünümlü tane üzerinden ölçüm alınmış olup, ulaşılan sonuçlar sırt kompozisyonunda kullanılan malzemeyi destekler niteliktedir.

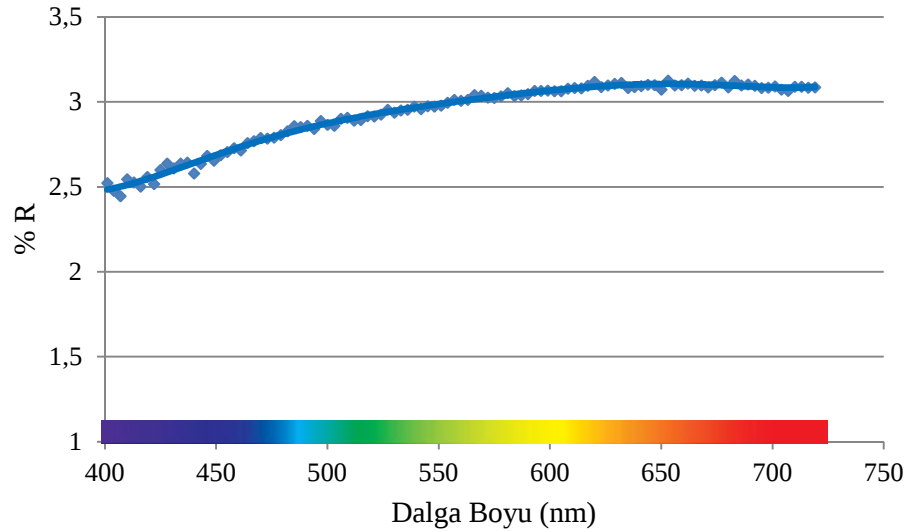
Bulgular arasında bulunan eser miktarda Demirin (Fe) toplu pişirim sırasında ve şartlarında transfer olduğu şeklinde yorumlanmıştır. Tablo 30 EDS analiz değerlerini vermektedir.



Şekil 30. IA8 kodlu örneğin EDS grafiği

Tablo 15. IA8 Kodlu Örneğin EDS Değerleri (% Ağırlık)

	O	Si	Ca	Ba	Al	N	Na	Ag	Fe
1	49,80	27,22	7,14	1,87	5,09	5,30	2,57	0,54	0,47



Şekil 31. IA8 kodlu örneğin UV-Vis. Spektrumu

Şekil 31, sıvı kompozisyonuna ilave %2 BaCl₂ ve %2 AgNO₃ ve %2 Bi(NO₃)₂ içeren IA8 kodlu örneğin reflektans spektrumunu göstermektedir.

Grafikte 400-720 dalga boyu aralığındaki veriler esas alınmış olup, reflektans değeri %2,5-3,1 aralığında değişim göstermektedir. IA8 kodlu örneğin reflektans özelliğinin 400-600 nm dalga boyu arası doğru orantılı olarak arttığı, 600-700 nm arası yansıtma özelliğinin istikrar gösterdiği gözlenmiştir. Bu verilere göre sarı-turuncu renkler daha yoğundur. Bu sonucu örneğin dijital ve optik görüntüsü de desteklemektedir.

5.2.7. IA9 Kodlu Örneğin Analiz Sonuçları

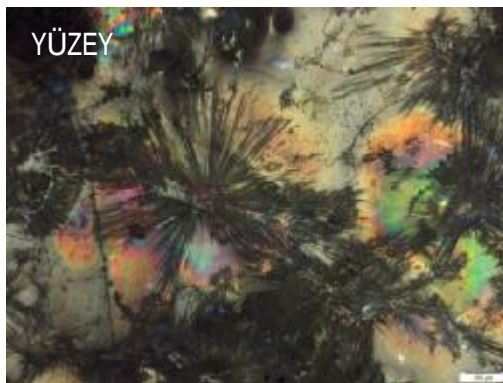
Şekil 32 ve Tablo 16’de IA9 kodlu indirgen fırın atmosferinde 20 dk redüksiyon yapılmış sırlı örneğe ait Seger formülü ve örneğin dijital görüntüsü yer almaktadır. Seger formülündeki kompozisyona ilave edilen gümüş (Ag), demir (Fe) ve Bizmut (Bi) iyonları redüksiyona uğrayarak sır yüzeyinde metalik bir tabaka oluşturmuştur.



Şekil 32. IA9 kodlu örneğin dijital fotoğrafı

Tablo 16. IA9 Kodlu Örneğin Sır Seger Formülü

Seger formülü				İlave metal tuzları / oksitleri
0,90 Na ₂ O	0,05 Al ₂ O ₃	1,25 SiO ₂		+ % 2 FeSO ₄
0,10 CaO		1,8 B ₂ O ₃		+ % 2 AgNO ₃
				+ % 2 Bi(NO ₃) ₃



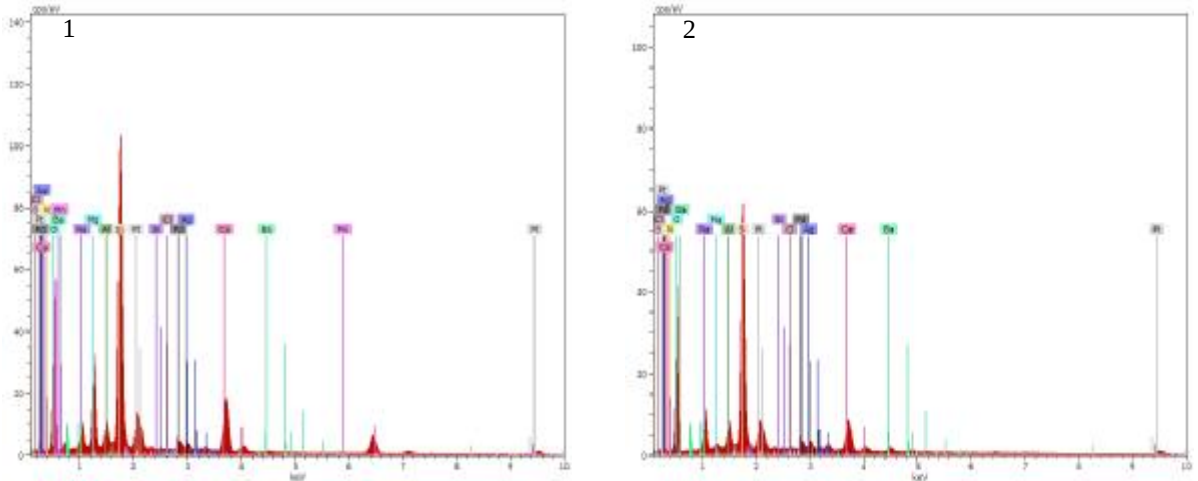
Şekil 33. IA9 kodlu örneğin OM yüzey ve kenar görüntüleri

Şekil 33'te IA9 kodlu örneğin indirgen atmosferdeki pişirimi sonucunda OM görüntülerinde, gümüş nitrattan kaynaklanan parlak gri zemin üzerinde, demirden (Fe) kaynaklanan mavi yeşil, Bizmuttan (Bi) kaynaklanan kahve tonları gözlemlenmiştir.



Şekil 34. IA9 kodlu örneğin SEM görüntüsü

Şekil 34'deki SEM görüntüsü, IA9 kodlu örneğin sır yüzeyinde, metalik görünümü destekleyecek ince uzun karışık çubuklar şeklindeki metal oluşumlarını redüksiyon kalıntılarını göstermektedir.

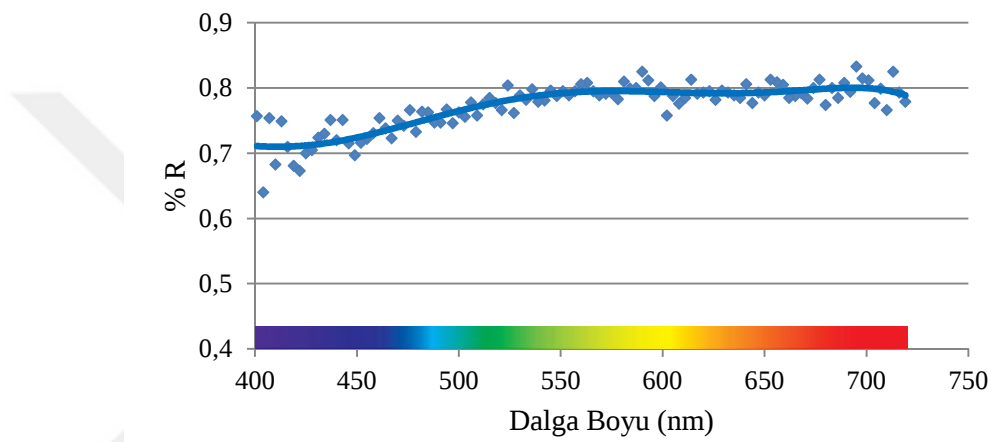


Şekil 35. IA9 kodlu örneğin EDS grafikleri

Tablo 17. IA9 Kodlu Örneğin EDS Değerleri (% Ağırlık)

	O	Si	Mg	Ca	Na	Al	N	Ag	Mn	Ba
1	57,0,8	19,11	7,77	5,20	3,61	2,05	3,94	0,26	0,89	0,09
	O	Si	Ca	Na	Bi	Al	Ba	Ag	N	Mg
2	70,28	15,12	3,41	5,70	0,26	1,95	0,31	0,32	2,40	0,27

EDS noktasal analizi taneler ve matris üzerinden yapılmış olup, elde edilen sonuçların sır kompozisyonunda kullanılan malzemeyi destekler nitelikte olduğu görülmüştür.



Şekil 36. IA9 kodlu örneğin UV-Vis. Spektrumu

Şekil 36, sır kompozisyonuna ilave %2 Fe_2SO_4 , %2 AgNO_3 ve %2 $\text{Bi}(\text{NO}_3)_2$ içeren IA9 kodlu örneğin reflektans spektrumunu göstermektedir.

Grafikte reflektans değeri % 0,7-0,8 olarak ölçülmüştür. IA9 kodlu örneğin reflektans özelliğinin uygulanan ışının dalga boyu ile doğru orantılı olarak 550 nm dalgaboyuna kadar hafif artış göstermiş, ölçümlerin 550-720 nm dalgaboylarında %0,8 reflektans bandında istikrar gösterdiği gözlenmiştir.

5.2.8. IA10 Kodlu Örneğin Analiz Sonuçları

Şekil 37 ve Tablo 18’de IA10 kodlu indirgen fırın atmosferinde 20 dk redüksiyon yapılmış sırlı örneğe ait Seger formülü ve örneğin dijital görüntüsü yer almaktadır. Seger formülündeki kompozisyona ilave edilen AgNO_3 , SnO_2 , Fe_2O_3 metal bileşikleri redüksiyona uğrayarak sır yüzeyinde ince metalik bir tabaka oluşturmuştur.

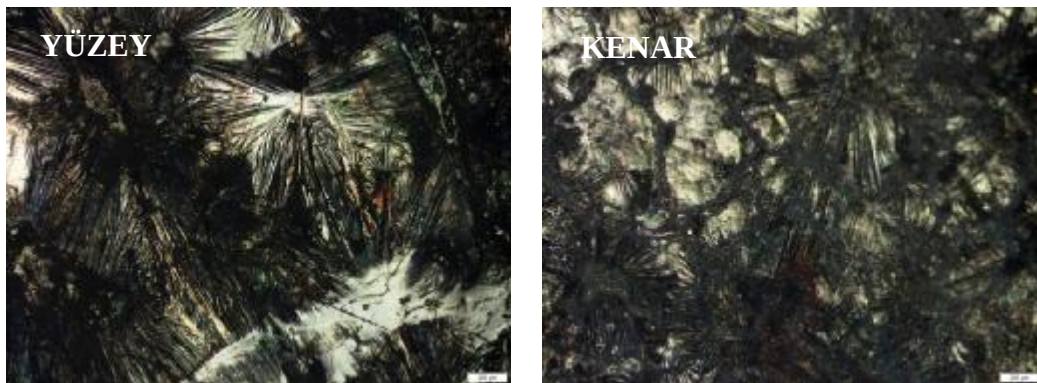


Şekil 37. IA10 kodlu örneğin dijital fotoğrafı

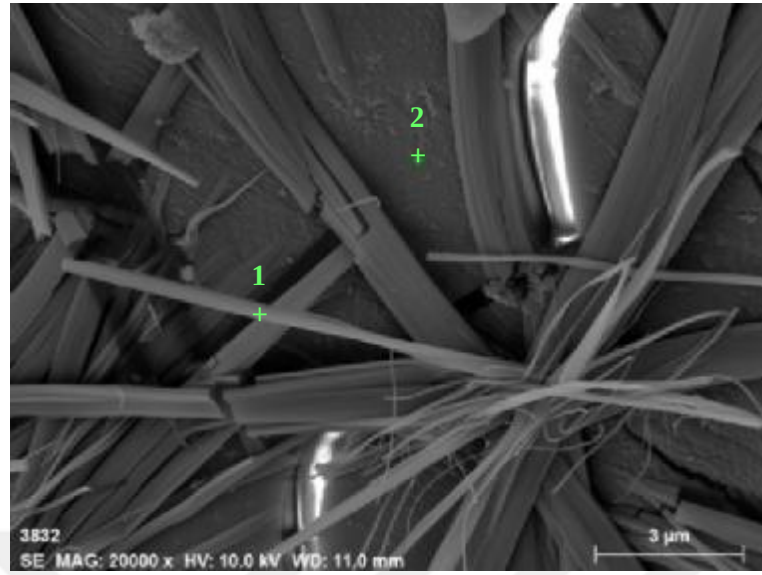
Tablo 18. IA10 Kodlu Örneğin Sır Seger Formülü

Seger formülü			İlave metal tuzları / oksitleri
0,90 Na_2O	0,05 Al_2O_3	1,25 SiO_2	+ % 2 Fe_2O_3
0,10 CaO		1,8 B_2O_3	+ % 2 SnO_2
			+ % 2 AgNO_3

Şekil 38 deki OM görüntülerinde, IA10 kodlu sıra ilave edilen Fe_2O_3 den gelen, turuncu, kırmızı kahve, bej tonlarında, SnO_2 katkısıyla yoğun örtücü, metalik yansımaları ve gözenekli bir oluşum gözlenmiştir.



Şekil 38. IA10 kodlu örneğin OM yüzey ve kenar görüntüleri

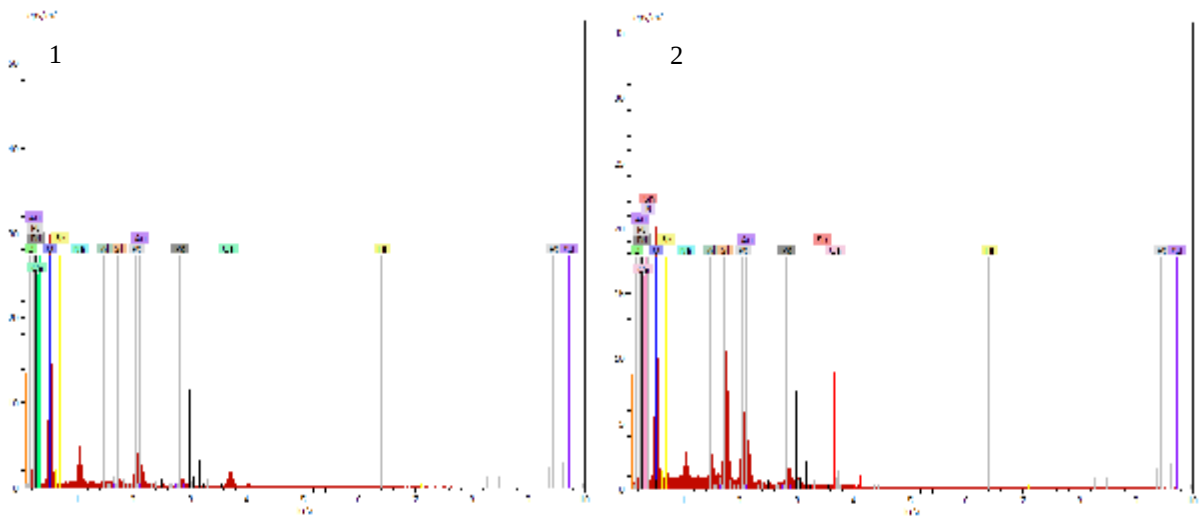


Şekil 39. IA10 kodlu örneğin SEM görüntüsü

SEM görüntüleri, seçilen örnekteki sır yüzeyinde yapılan tarama sonucu metalik görünümü destekleyecek ince uzun yaprak şeklindeki oluşumlar arasından seçilmiştir.

Şekil 39 ve Tablo 18’de metalik görünümlü, yaprak şeklindeki oluşum ve matris üzerinden EDS noktasal analiz yapılmış, elde edilen sonuçların sır kompozisyonunda kullanılan malzemeyi destekler nitelikte olduğu gözlenmiştir.

Ölçümde sır kompozisyonunda kullanılmayan, analizde veri olarak görülen altının, analiz sırasında kullanılan kaplama malzemesinden geldiği düşünülmektedir.



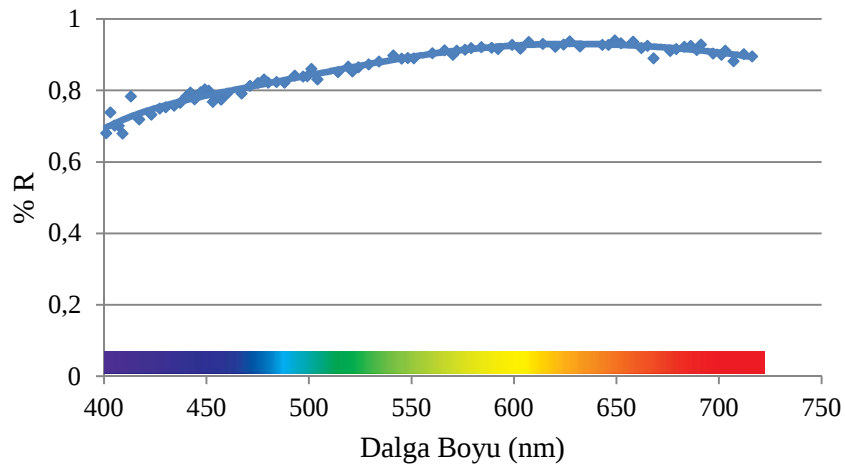
Şekil 40. IA10 kodlu örneğin EDS grafikleri

Tablo 19. IA10 Kodlu Örneğin EDS Değerleri

	O	B	Ca	Au	Na	Si	Fe	Al		
1	61,97	29,43	4,82	-	3,21	0,40	0,07	0,09		
	O	Si	B	Au	Fe	Na	Al	Ca	Sn	N
2	57,69	12,50	22,56	-	1,16	2,46	1,60	1,06	0,22	0,75

Şekil 41, sırlı kompozisyonuna ilave %2 Fe_2O_3 ve %2 AgNO_3 ve %2 SnO_2 içeren IA8 kodlu örneğin reflektans spektrumunu göstermektedir.

Grafikte 400-720 nm dalga boyu aralığındaki veriler esas alınmış olup reflektans % 0,7-0,9 aralığında gerçekleşmiştir. Grafikte gerçekleşen yansımanın şiddeti sarı-turuncu aralığında daha yüksektir ve bu da sırlı örneğin dijital görüntüsünde açıkça görülmektedir.



Şekil 41. IA10 kodlu örneğin UV-Vis. spektrumu

5.2.9. IA15 Kodlu Örneğin Analiz Sonuçları

Şekil 42 ve Tablo 20’de IA15 kodlu indirgen fırın atmosferinde 20 dk redüksiyon yapılmış sırlı örneğe ait Seger formülü ve örneğin dijital görüntüsü yer almaktadır.

Örnek sır kompozisyonundaki SiO_2 oranı nedeniyle sırnın 1000°C de olgunlaşmadığı düşünülse de redüksiyon sırasında yüzeyde oluşan parlak metalik görünümlü katman ve artistik görünüm nedeniyle karakterize edilmiştir. Daha yüksek sıcaklıklarda çok daha çarpıcı görüntüler elde edilebilir.

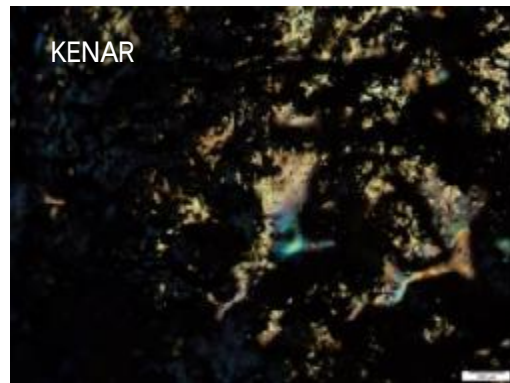
Seger formülünde ZnO ve CaO varlığı görüntüyü matlaştırırken, ZrO_2 ’nin varlığı ise metalik görüntünün opak olmasını sağlamıştır. AgNO_3 , $\text{Cd}(\text{NO}_3)_2$, ve $\text{Bi}(\text{NO}_3)_2$ redüksiyonlu atmosferde sır yüzeyinde metalik tabaka oluşturmuştur.



Şekil 42. IA15 kodlu Örneğin dijital fotoğrafı

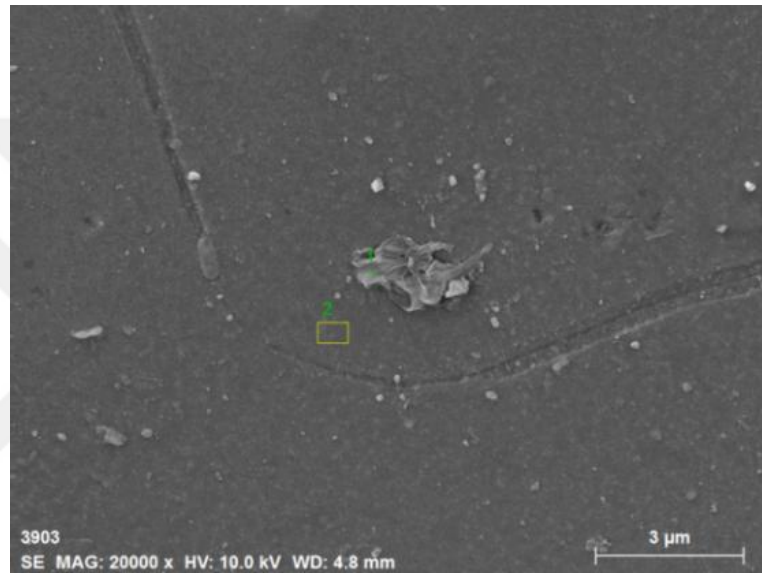
Tablo 20. IA15 Kodlu Örneğin Sır Seger Formülü

Seger formülü			İlave metal tuzları / oksitleri
0,379 Na_2O	0,307 Al_2O_3	3,067 SiO_2	% 2 AgNO_3
0,120 K_2O		0,759 B_2O_3	% 2 $\text{Cd}(\text{NO}_3)_2$
0,350 CaO		0,350 ZrO_2	% 2 $\text{Bi}(\text{NO}_3)_2$
0,149 ZnO			



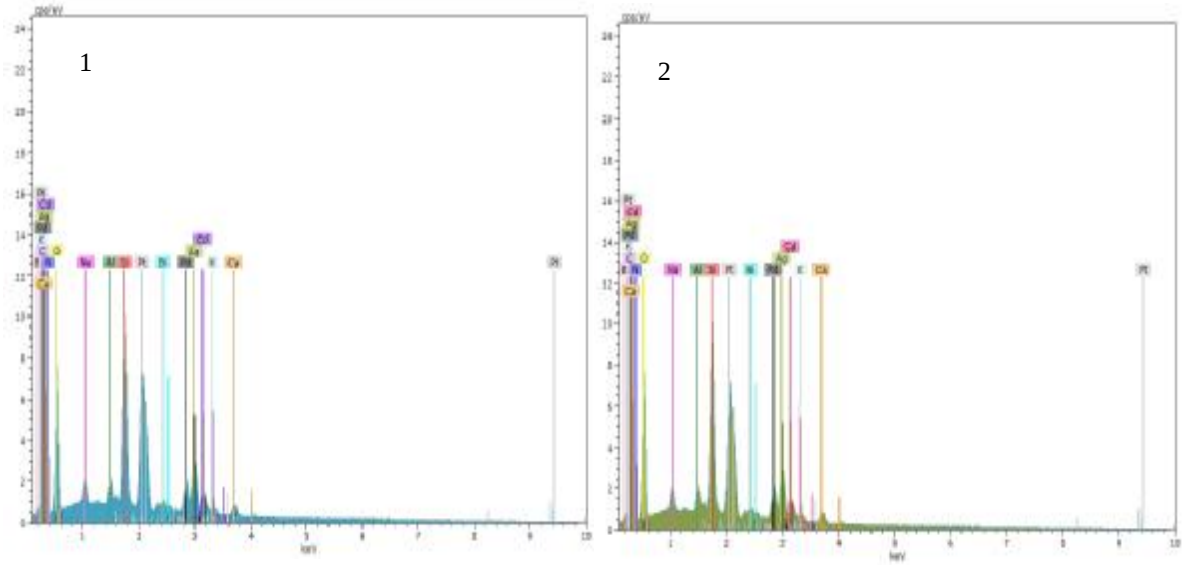
Şekil 43. IA15 kodlu örneğe ait optik mikroskop (OM) yüzey ve kenar görüntüleri

Şekil 43 de IA15 kodlu örneğin Optik Mikroskop görüntüsünde, Bizmut katyonlarının düşük sıcaklıkta redüksiyonlu pişirimde kahve tonlarıyla uyumlu renk geçişleri oluşturduğu gözlenmiştir. Bizmuttan (Bi) kaynaklanan mat metalik sarı tonlar, sır kompozisyonunda kullanılan kadmiyumun (Cd), sarı rengi yer yer kızıla çevirdiği ve renk şiddeti üzerinde olumlu katkıda bulunduğu gözlenmiştir. Optik mikroskop (OM) görüntüsünde yer yer gözlemlenen mavi, mor cam fazlı renklerin sır bileşimindeki TiO_2 nedeniyle oluştuğu düşünülebilir (Şölenay E.,1995).



Şekil 44. IA15 kodlu örneğin SEM görüntüsü

Şekil 44 de, kompozisyondaki SiO_2 'nin, sır çatlaklarını önleme ve cam fazı oluşumu konusunda olumlu bir katkı sağladığı gözlenmiştir. Yüzeyde gözlemlenen düzensiz minik oluşumların redüksiyon kalıntısı olduğu düşünülmektedir.

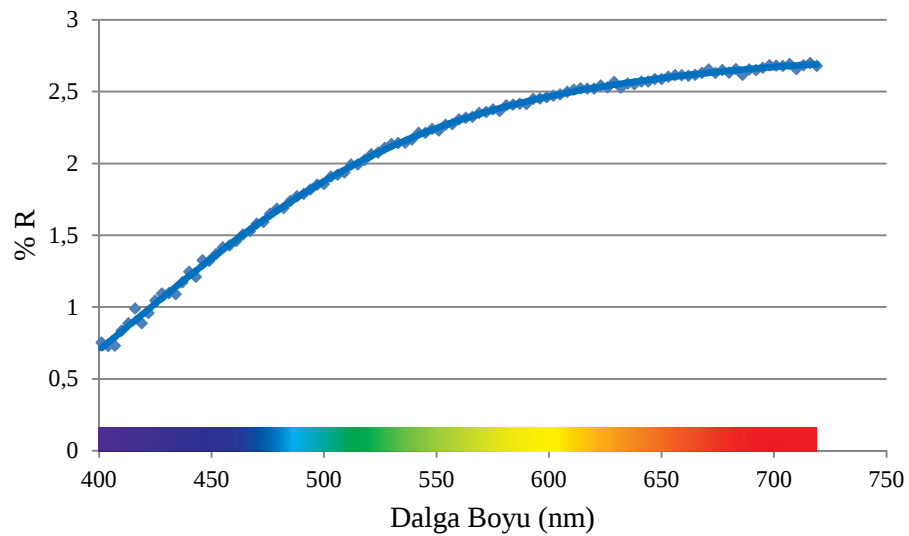


Şekil 45. IA15 Kodlu Örneğin EDS grafikleri

Tablo 21. IA15 kodlu örneğin EDS Değerleri (% Ağırlık)

	B	C	N	O	Na	Al	Si	K	Ca	Ag	Cd	Bi
1	5,18	4,69	0,84	31,10	2,19	2,19	21,43	0,97	4,45	21,39	0,78	4,78
2	5,56	1,13	0,57	27,98	2,14	2,35	23,82	1,31	5,08	23,56	0,54	5,95

Şekil 44'te metal görünümündeki tane ve matristen noktasal analiz yapılmış ve sonuçlar Şekil 45 ve Tablo 21 de verilmiştir. Verilerde gözlenen C varlığının redüksiyon şartlarından kaynaklandığı düşünülmektedir.



Şekil 46. IA15 kodlu örneğin UV-Vis. Spektrumu

Şekil 46, %2 AgNO₃, %2 Bi(NO₃)₂ ve %2 Cd(NO₃)₂ içeren IA15 kodlu örneğin reflektans spektrumunu göstermektedir. Grafikte 400-720 dalgaboyu aralığındaki veriler esas alınmış olup, IA15 kodlu örneğin reflektans değerlerinin 550-700 nm dalgaboyunda en yüksek değerlere ulaştığı ve uygulanan ışının dalga boyu ile doğru orantılı olarak arttığı gözlenmiştir.

5.2.10. IA16 Kodlu örneğin Analiz Sonuçları

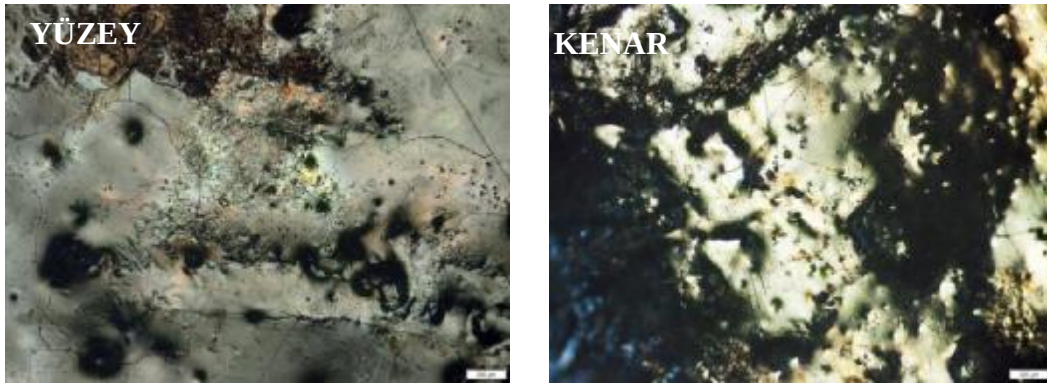
Şekil 47 ve Tablo 22’de IA16 kodlu indirgen fırın atmosferinde 20 dk redüksiyon yapılmış sırlı örneğe ait Seger formülü ve örneğin dijital görüntüsü yer almaktadır. Seger formülünde Cr₂O₃ varlığı sırn rengini yeşile döndürürken, gümüş (Ag) ve bakır (Cu) iyonları redüksiyona uğrayarak sır yüzeyinde ince metalik bir tabaka oluşturmuştur.



Şekil 47. IA16 kodlu örneğin dijital fotoğrafı

Tablo 22. IA16 Kodlu Örneğin Sır Seger Formülü

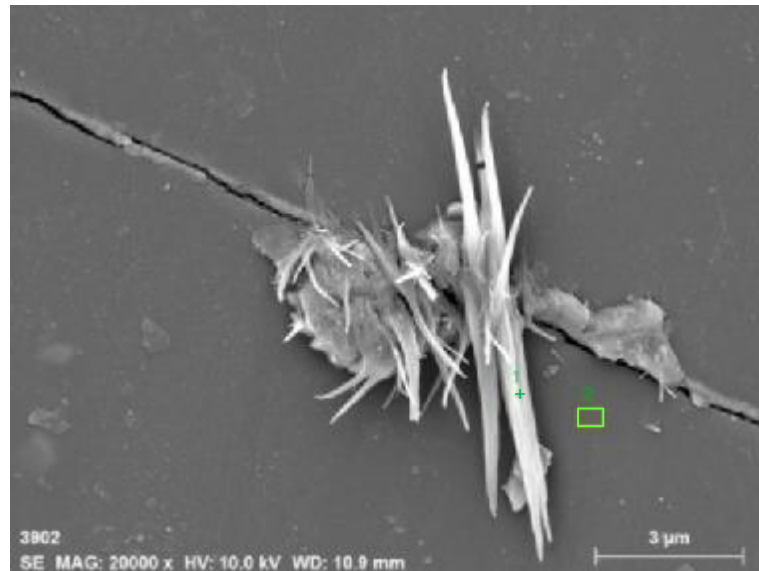
Seger formülü				İlave metal tuzları / oksitleri	
0,204 Na ₂ O	0,140 Al ₂ O ₃	0,844 SiO ₂		+ % 4	CuSO ₄
0,796 CaO	0,040 Cr ₂ O ₃	1,564 B ₂ O ₃		+ % 2	AgNO ₃



Şekil 48. IA16 kodlu örneğe ait optik mikroskop yüzey ve kenar görüntüsü

IA16 kodlu örneğin OM görüntüsünde de görüldüğü gibi, AgNO_3 tan gelen metalik parlak gri zemin üzerinde yer yer CuSO_4 'ün indirgen ortamda pişirimden kaynaklanan bakır kırmızısı- sarı renkler gözlenmiş olup, çıplak gözle yoğun gözlenen yeşil-mavi-kahve renklerin sır içeriğindeki krom oksit ve kolemanit katkısından kaynaklandığı düşünülmektedir.

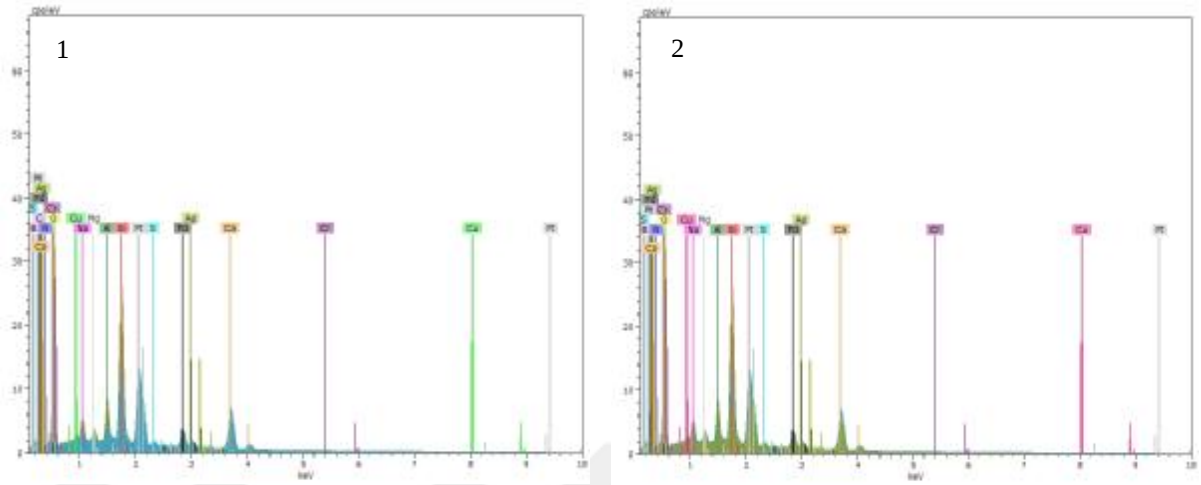
Na_2O 'dan ve redüksiyon prosesi sırasındaki termal şok nedeniyle ince çatlaklar hem Şekil 48 de hem de Şekil 49 da görülmektedir.



Şekil 49. IA16 kodlu örneğin SEM görüntüsü

Şekil 49'daki SEM görüntüleri, seçilen örnekteki sır yüzeyinde yapılan tarama sonucu metalik görünümü destekleyecek metalik görünümlü parçacık varlığını

sergilemiştir. Şekil 49’da IA16 kodlu örneğin SEM görüntüsünde metal görünümlü tane ve matristen alınan analiz verileri Şekil 50 ve Tablo 23 de verilmiştir.

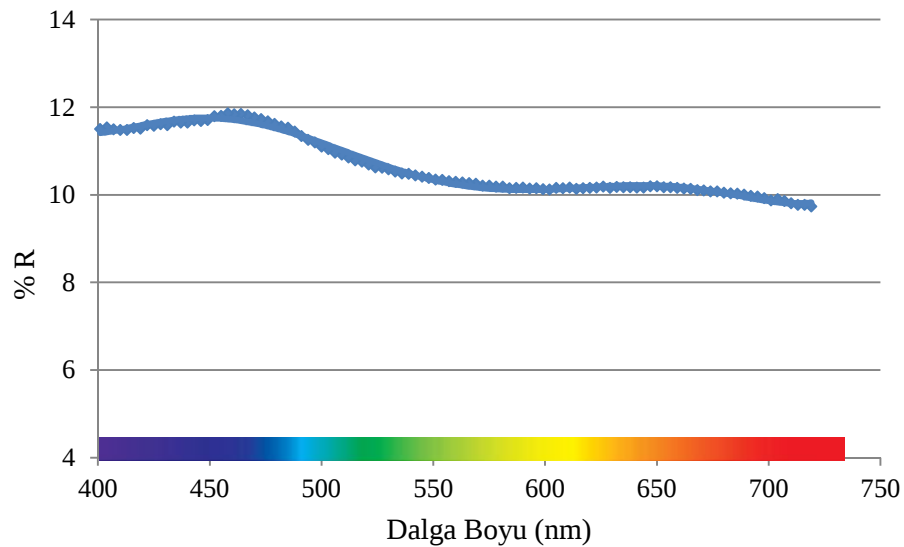


Şekil 50. IA16 kodlu örneğin EDS grafikleri

Tablo 23. IA16 Kodlu Örneğin EDS Değerleri (% Ağırlık)

	B	C	N	O	Na	Mg	Al	Si	S	Ca	Cr	Cu	Ag
1	6,93	5,79	1,42	40,04	1,89	0,36	2,58	13,74	0,50	24,16	0,38	1,83	0,38
2	12,97	-	1,26	45,52	2,20	0,60	3,50	18,43	0,12	13,04	0,37	1,71	0,25

Analizler sonucunda gözlenen Mg ve C varlığının redüksiyon ortamından ve bu ortamı yaratmak için kullanılan malzemelerden (talaş, gazete kâğıdı) taşındığı sonucuna varılmıştır.



Şekil 51. IA16 kodlu örneğin UV-Vis. Spektrumu

Şekil 51, %4 CuSO₄ ve %2 AgNO₃ içeren IA16 kodlu örneğin reflektans spektrumunu göstermektedir. Grafikte 400-720 dalgaboyu aralığındaki veriler esas alınmış olup, IA16 kodlu örneğin reflektansı % 12-9,7 bandında en yüksek değerlerindedir. Yansımanın 400-450 nm'lik dalga boyularında %11,5-12 bandında artış gösterdiği, 450-550 nm arasında azalması, 550-720 nm dalga boyunda % 10 bandında kararlı bir şekilde ilerlediği gözlenmiştir.

5.2.11. IA17 Kodlu Örneğin Analiz Sonuçları

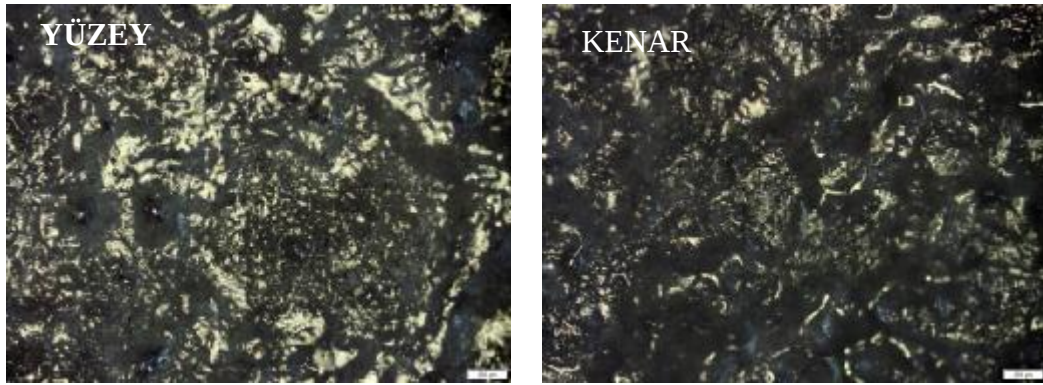
Şekil 52 ve Tablo 24'de IA17 kodlu indirgen fırın atmosferinde 20 dk redüksiyon yapılmış sırlı örneğe ait Seger formülü ve örneğin dijital görüntüsü yer almaktadır. Seger formülündeki kompozisyona ilave edilen AgNO₃, Cd(NO₃)₂ metal bileşikleri redüksiyona uğrayarak sır yüzeyinde ince metalik bir tabaka oluşturmuştur.



Şekil 52. IA17 kodlu örneğin dijital fotoğrafı

Tablo 24. IA17 Kodlu Örneğin Sır Seger Formülü

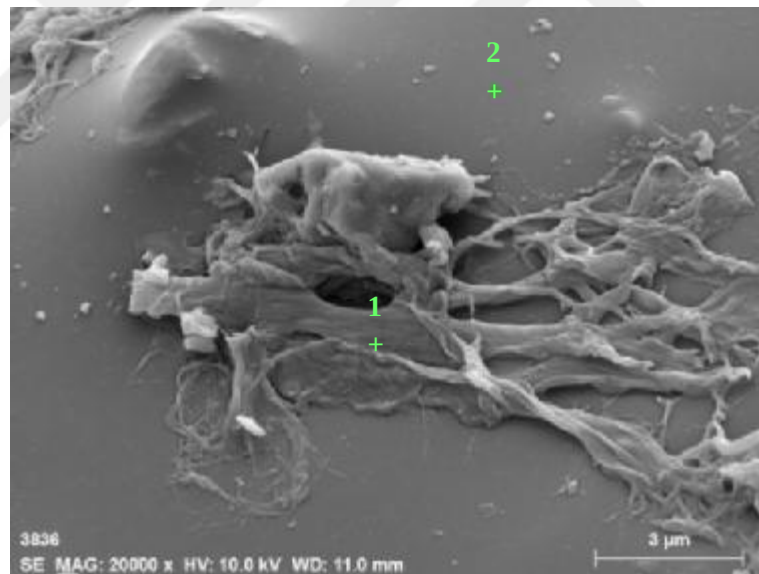
Seger formülü				İlave metal tuzları / oksitleri
0,4 Na ₂ O	0,2 Al ₂ O ₃	2,0 SiO ₂		+ % 4 AgNO ₃
0,14 K ₂ O		0,8 B ₂ O ₃		+ % 2 Cd(NO ₃) ₂
0,3 CaO		0,3 ZrO ₂		
0,15 ZnO		0,15 SnO ₂		
0,01 NiO				



Şekil 53. IA17 kodlu örneğe ait OM yüzey ve kenar görüntüleri

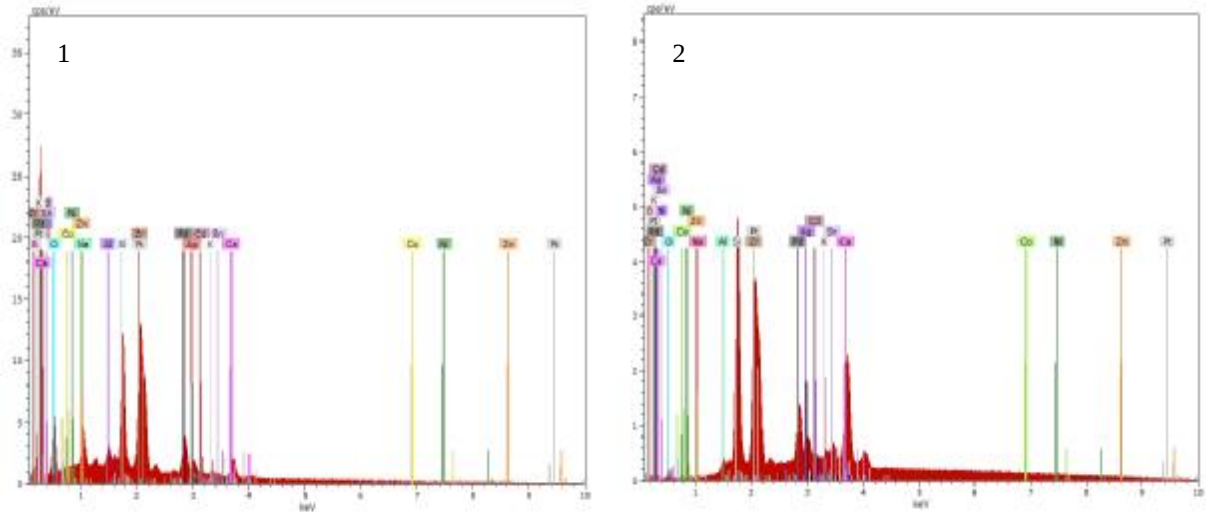
Şekil 50’de IA17 kodlu örnekte gözle görülebilen, $\text{Cd}(\text{NO}_3)_2$ ’tan gelen kızıl sarı mat metal görüntü arasında AgNO_3 ’tan gelen yer yer gri-mavi ışıltılar ve nikel oksitten gelen minik yeşil renk geçişleri göze çarpmaktadır.

Şekil 54 de örneğin SEM görüntüsü verilmektedir.



Şekil 54. IA17 kodlu örneğin SEM görüntüsü

Şekil 54’deki SEM görüntüleri incelendiğinde yüzeyde metalik görünümlü parçacıkların geliştiği görülmektedir. Tane ve matrizen noktasal analiz yapılmış ve sonuçlar Şekil 55 ve Tablo 25 de verilmiştir.

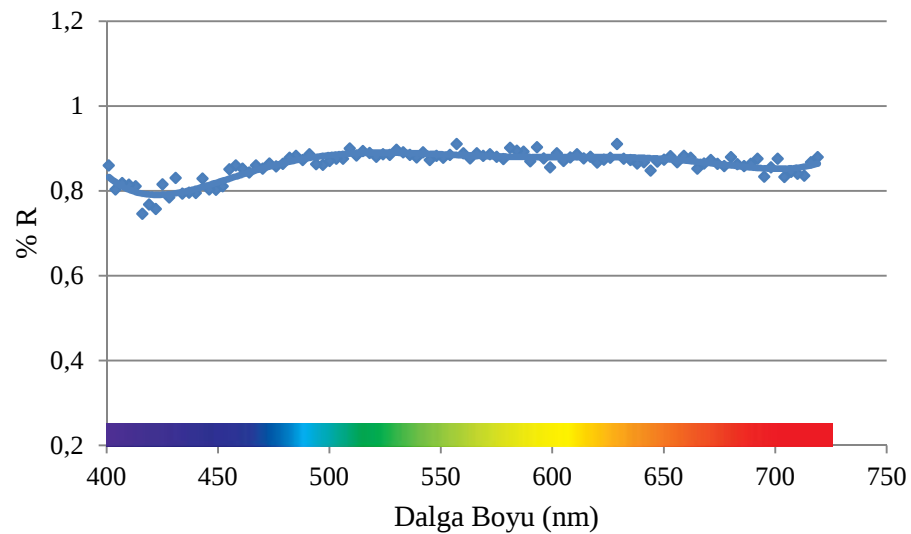


Şekil 55. IA17 kodlu örneğin EDS grafikleri

Tablo 25. IA17 kodlu örneğin EDS değerleri (% Ağırlık)

	Si	O	B	Ca	Na	Sn	Al	K	Co	Ni	Ag	Cd
1	20,74	28,42	32,82	6,90	6,49	0,65	2,09	1,04	-	0,52	0,24	0,09
	Si	Ca	Sn	B	Al	Cd	Ag	K	O	N		
2	57,08	19,42	2,93	9,17	3,45	0,78	0,66	1,41	2,49	2,62		

Şekil 55 ve Tablo 25 incelendiğinde ulaşılan sonuçlar sır kompozisyonunda kullanılan malzemeyi destekler nitelikte olduğunu göstermiştir. Ölçümlerde bulunmaması gereken Co varlığının toplu pişirim sırasında transfer olduğu sonucuna varılmıştır.



Şekil 56. Örnek IA17 kodlu örneğin UV-Vis. spektrumu

Şekil 56, %4 AgNO_3 ve %2 $\text{Cd}(\text{NO}_3)_2$ içeren IA17 kodlu örneğin reflektans spektrumunu göstermektedir.

Grafikte 400-720 nm dalga boyu aralığındaki veriler esas alınmış olup reflektans aralığı % 0,8-0,9 bandında gerçekleştiği, seger formülünde matlık sağlayan CaO ve ZnO'nun miktarca yüksek olması ve ayrıca opaklaştırıcı oksitlerden ZrO_2 'nin varlığı yüzeyde satenimsi bir opaklık sağlamıştır. Bu sonuca göre yansımanın diğer örneklerle karşılaştırıldığında daha düşük olacağı anlamına gelmektedir.

5.3. Kurşunlu ve İndirgen Ortamda Fırınlanmış Sırlı Örnekler

Bu bölümde 3 adet Seger Metodu'na göre hazırlanmış sır kompozisyonunda PbO kullanılmış sırlı örnekler karakterize edilmiş ve sonuçlar değerlendirilmiştir.

Sır kompozisyonunda kullanılan malzemeler ve ilave metal tuzları/metal oksitler, IK ve IA sır pişirimlerinde benzer sonuçlar vermiştir.

Kurşun Oksitli (PbO) sırlar genellikle sarı-yeşil renklidir. Sarı renk sır kompozisyonuna PbO yüzdesini düşürecek alkali oksit ilavesi oranında giderilir (Arcasoy A., 1983) .

Titanyum Dioksit (TiO_2) içeriğine dahil olduğu sırlara matlık, kristal oluşumunu arttırmıştır. TiO_2 indirgen ortam pişirimlerinde koyu mavi renklerin oluşumunu sağlamaktadır (Şölenay E., 1995).

Nikel Oksit (NiO) sır kompozisyonunda kullanıldığı kütleli orana göre açık bejden kahverengine, açık yeşilden koyu yeşile renk oluşumları sağlamaktadır (Arcasoy A.,1983).

Çinko Oksit (ZnO) sırları matlaştırmakla birlikte, sır çatlaklarına, kristal oluşumuna ve renk şiddetine olumlu katkı sağlamaktadır (Erdem B.C., 2010).

5.3.1. IK1 Kodlu Örneğin Analiz Sonuçları

Şekil 57 ve Tablo 26'da IK1 kodlu indirgen fırın atmosferinde 20 dk redüksiyon yapılmış sırlı örneğe ait Seger formülü ve örneğin dijital görüntüsü yer almaktadır.

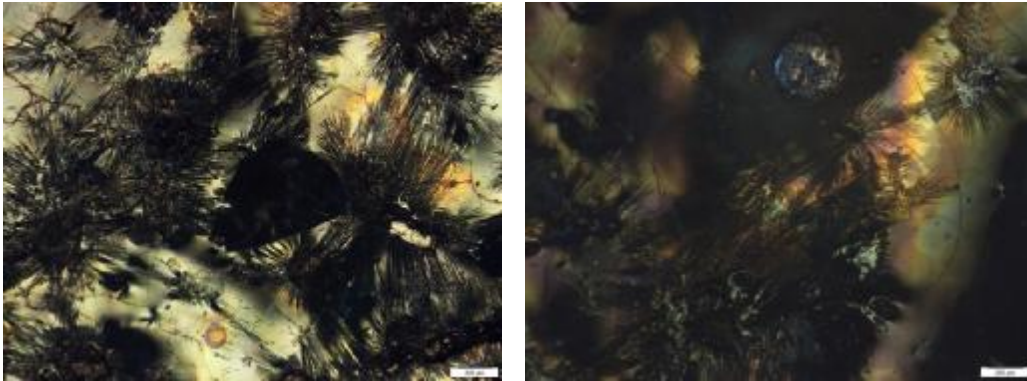
Seğer formülündeki kompozisyona ilave edilen gümüş (Ag) iyonu redüksiyona uğrayarak sır yüzeyinde ince metalik bir tabaka oluşturmuştur. Metalik tabakanın oluşumuna ise kurşun (PbO) iyonlarının rolü önemlidir.



Şekil 57. IK1 kodlu örneğin dijital fotoğrafı

Tablo 26. IK1 Kodlu Örneğin Sır Seger Formülü

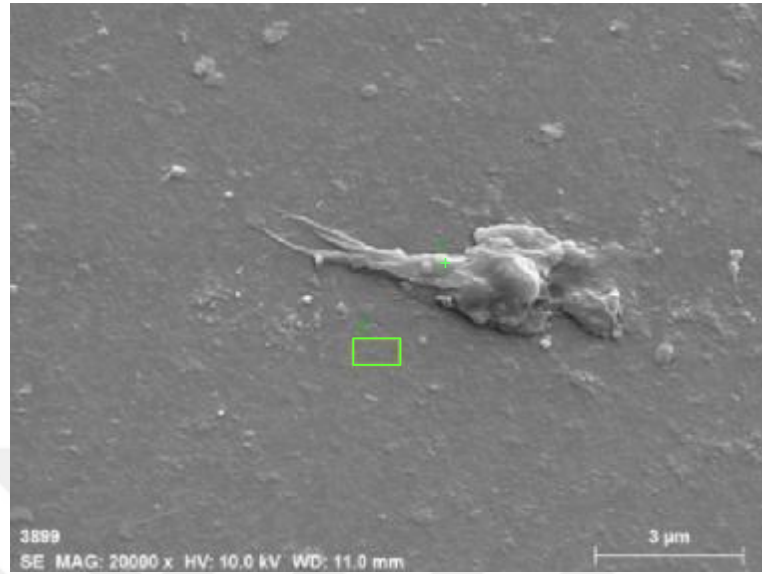
Seger formülü				İlave metal tuzları / oksitleri
0,5 Na ₂ O	0.2 Al ₂ O ₃	2,0 SiO ₂		+ % 2 AgNO ₃
0.1 PbO		1,0 B ₂ O ₃		
0,1 K ₂ O				
0,28 CaO				
0,01 CoO				
0,01 NiO				



Şekil 58. IK1 kodlu örneğe ait optik mikroskop yüzey ve kenar görüntüleri

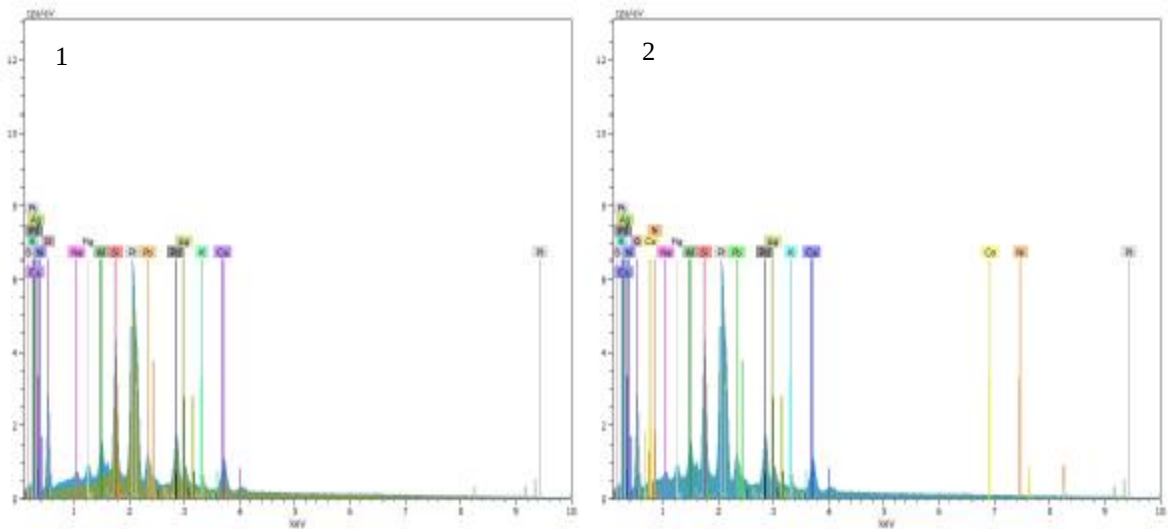
Şekil 58 de, indirgen ortamda pişirimi yapılmış IK1 kodlu örneğe sır kompozisyonundaki PbO'in katkısı sarı renk, CoO etkisi mavi-lacivert, sır içeriğinde aynı zamanda alkali kullanılması nedeniyle NiO etkisini pembe ve yosun yeşili olarak gözlenmiştir (Arcasoy A., 1985).

Bu renk kombinasyonlarının, indirgeme işlemi sonucunda yüzeyde oluşan Ag'den gelen metalik gri renklerin birbiri üzerine binmesiyle çarpıcı renkler gözenmiştir.



Şekil 59 IK1 kodlu örneğin SEM görüntüsü

Şekil 59'da SEM görüntüleri, seçilen örnekteki sır yüzeyinde yapılan tarama sonucu metalik görünümü destekleyecek metal görünümlü parçacıklar arasından seçilmiştir. Metalik görünümlü parçacık üzerinden alınan nokta (1) ve matris üzerinden alınan bölge (2) analizi yapılmıştır. SEM görüntülerinde metalik görünümlü parçacıkların yanısıra, yüzeyde küçük ve yoğun biçimde dağılmış redüksiyon kalıntıları gözlenmiştir.

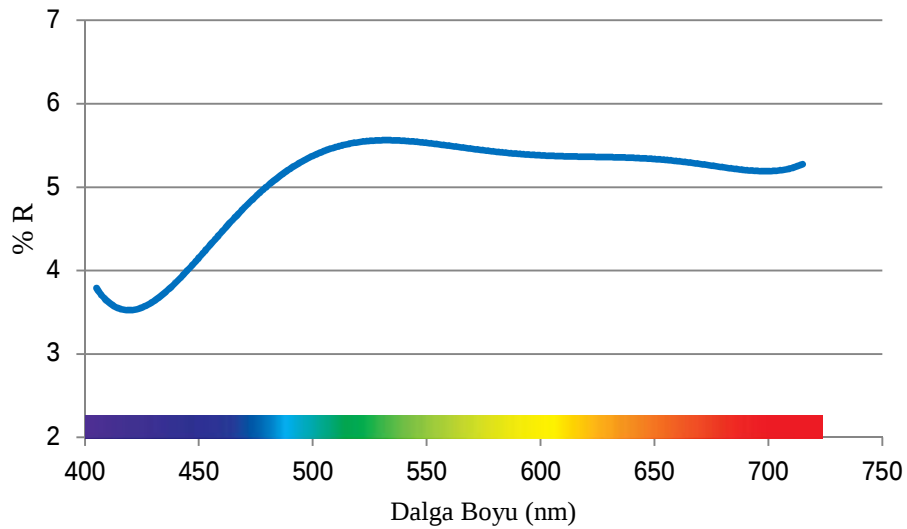


Şekil 60. IK1 kodlu örneğin EDS grafikleri

Tablo 27. *IK1 kodlu örneğin EDS değerleri (% Ağırlık)*

	B	N	O	Na	Mg	Al	Si	K	Ca	Co	Ni	Ag	Pb
1	10,51	1,60	26,66	1,48	0,65	4,12	21,11	1,53	14,46	0,81	0,89	0,62	15,56
2	6,09	0,68	0,98	1,37	0,17	2,59	40,72	3,78	17,30	0,00	0,00	5,91	20,40

Şekil 60 ve Tablo 27 incelendiğinde, elde edilen sonuçların sır kompozisyonunda kullanılan malzemeyi destekler nitelikte olduğu gözlenmiştir. Analizler sonucunda gözlemlenen, sır kompozisyonunda yer almayan Mg'un varlığının redüksiyon ortamından ve bu ortamı yaratmak için kullanılan malzemelerden (talaş, gazete kâğıdı) taşındığı sonucuna varılmıştır.

Şekil 61. *IK1 kodlu örneğin UV-Vis. spektrumu*

Şekil 61, segerinde PbO ile birlikte renk veren oksitlerden CoO ve NiO bulunduran %2 AgNO₃ içeren IK1 kodlu örneğin reflektans spektrumunu göstermektedir. Grafikte 400-720 nm dalgaboyu aralığındaki veriler esas alınmış olup, IK1 kodlu örneğin reflektansı % 3,4-5,6 bandında değişim göstermektedir. Yansıma 400-550 nm'lik dalga boyu aralığında %3,4-5,6 reflektans bandında gözlemlenirken, 550-720 nm dalgaboyunda % 5 reflektans bandında istikrar gözlenmiştir.

5.3.2. IK3 Kodlu Örneğin Analiz Sonuçları

Şekil 62 ve Tablo 28'de IK3 kodlu indirgen fırın atmosferinde 20 dk redüksiyon yapılmış sırlı örneğe ait Seger formülü ve örneğin dijital görüntüsü yer almaktadır.

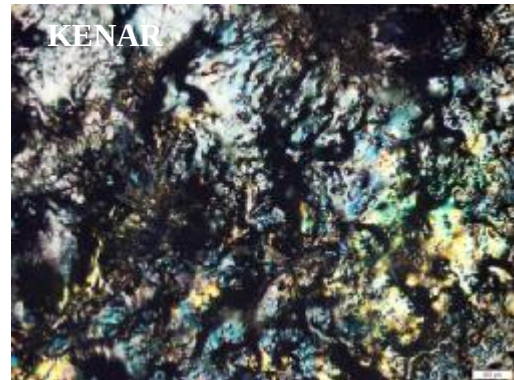
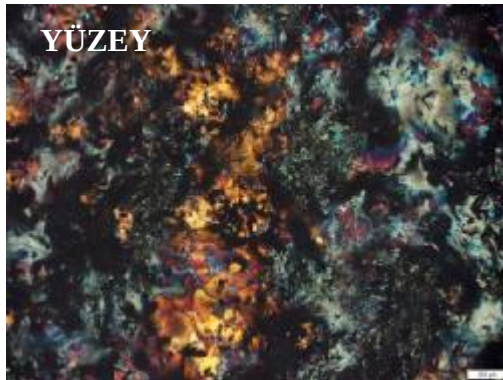
Sejer formülünde bulunan AgNO_3 , $\text{Bi}(\text{NO}_3)_3$ gibi ilave maddeler, redüksiyonlu atmosferde sır yüzeyinde metalik tabaka oluşturmuştur.



Şekil 62 . IK3 kodlu örneğin dijital fotoğrafı

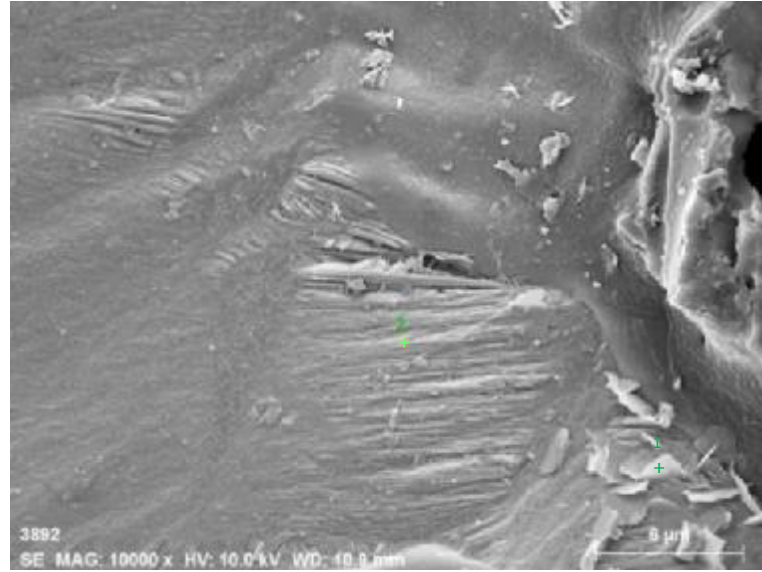
Tablo 28. IK3 Kodlu Örneğin Sır Seger Formülü

Seger formülü		İlave metal tuzları / oksitleri			
0,974	PbO	2,6	SiO ₂	+ %2	Bi(NO ₃) ₂
0,026	ZnO	1,0	B ₂ O ₃	+ %2	AgNO ₃
		0,052	SnO ₂		
		0,026	TiO ₂		



Şekil 63. IK3 kodlu örneğe ait optik mikroskop yüzey ve kenar görüntüleri

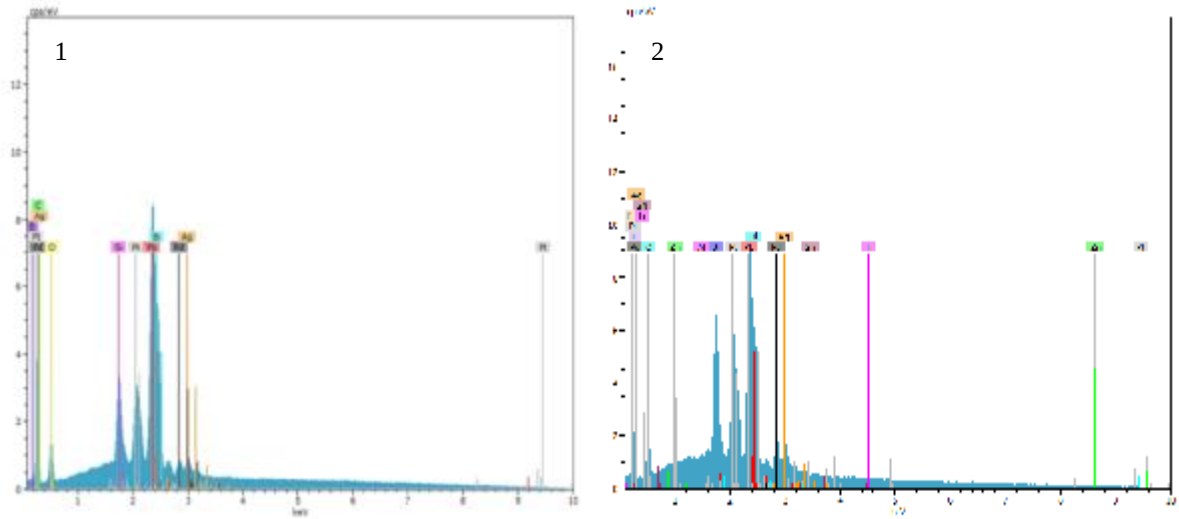
Şekil 63'deki OM görüntüsü de parlak altın rengi üzerinde kahve tonlarında renk geçişlerini desteklemektedir. İndirgen ortamda sır kompozisyonunda kullanılan TiO_2 etkisiyle parlak yüzeyde yaygın koyu mavi, PbO in oluşturduğu sarı yeşil renk geçişleri, Bizmuttan kaynaklanan metalik kahve renk geçişleri OM görüntüleriyle de desteklenmiştir.



Şekil 64. IK3 kodlu örneğe ait SEM görüntüsü

Şekil 64 de IK3 kodlu örneğin taramalı elektron mikroskobu görüntüsü yer almaktadır. EDS için matris (2) ve metalik parça (1) üzerinden belirlenen noktalarda yapılan analiz yapılmış. Analiz sonuçları Şekil 63 ve Tablo 29 da verilmiştir.

Şekil 64’de sır yüzeyinde redüksiyon kalıntıları dağınık şekilde görülmektedir.



Şekil 65. IK3 kodlu örneğe ait EDS grafikleri

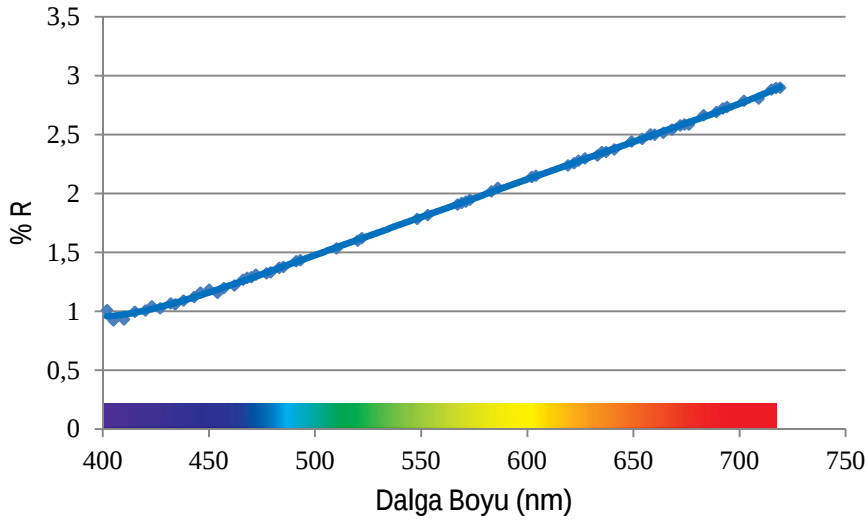
Tablo 29. IK3 Kodlu Örneğin EDS Değerleri (% Ağırlık)

	Pb	Bi	C	Si	O	Ag	B				
1	27,78	8,58	-	20,76	30,17	1,98	10,73				
	Pb	Bi	Si	O	Ag	C	B	Ti	Zn	Al	Sn
2	18,30	5,88	27,21	33,24	3,52	-	10,06	0,81	0,38	0,49	0,11

Şekil 65 ve Tablo 29 da yapılan ölçümlerdeki kurşun yoğunluğu, sırlı yüzeydeki metalik plakanın kurşun bazlı olduğunu göstermiştir.

Ölçümlerde bulunmaması gereken Karbon (C) varlığının redüksiyon ortamından ve bu ortamı yaratmak için kullanılan malzemelerden (talaş, gazete kâğıdı) taşındığı sonucuna varılmıştır.

Şekil 66, segerinde %2 AgNO₃ ve %2 Bi(NO₃)₂ içeren IK3 kodlu örneğin reflektans spektrumunu göstermektedir.



Şekil 66. IK3 kodlu örneğin UV-Vis. spektrumu

Şekil 66 daki grafikte 400-720 nm dalga boyu aralığındaki veriler esas alınmış olup, reflektansı %1-3 bandındadır. IK3 kodlu örneğin reflektans değerlerinin uygulanan ışının dalga boyu ile doğru orantılı olarak çoğaldığı gözlenmiştir.

5.3.3. IK4 Kodlu Örneğin Analiz Sonuçları

Şekil 67 ve Tablo 30’da IK4 kodlu indirgen fırın atmosferinde 20 dk redüksiyon yapılmış sırlı örneğe ait Seger formülü ve örneğin dijital görüntüsü yer almaktadır. Seger formülündeki kompozisyona ilave edilen gümüş (Ag) iyonu redüksiyon uğrayarak sır yüzeyinde ince metalik bir tabaka oluşturmuştur. Metalik tabakanın oluşumunda Seger formülünde yer alan CuO, NiO gibi diğer metal oksitlerin de rolü büyüktür.

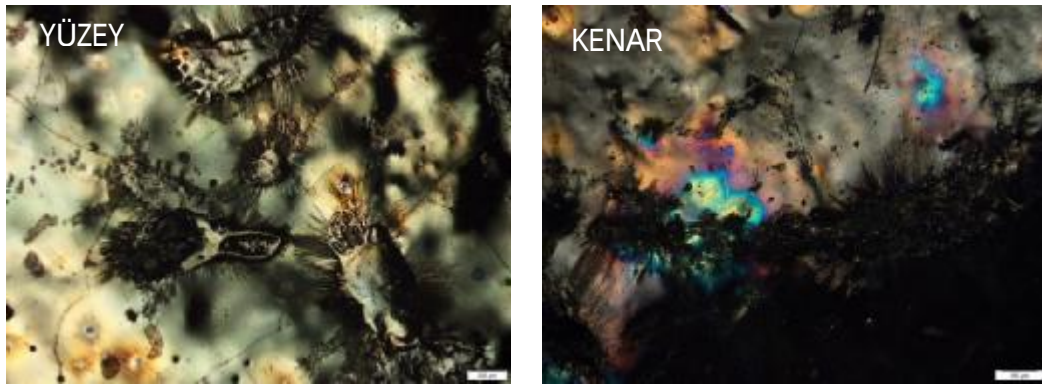


Şekil 67. IK4 kodlu örneğin dijital fotoğrafı

Tablo 30. IK4 Kodlu Örneğin Sır Seger Formülü

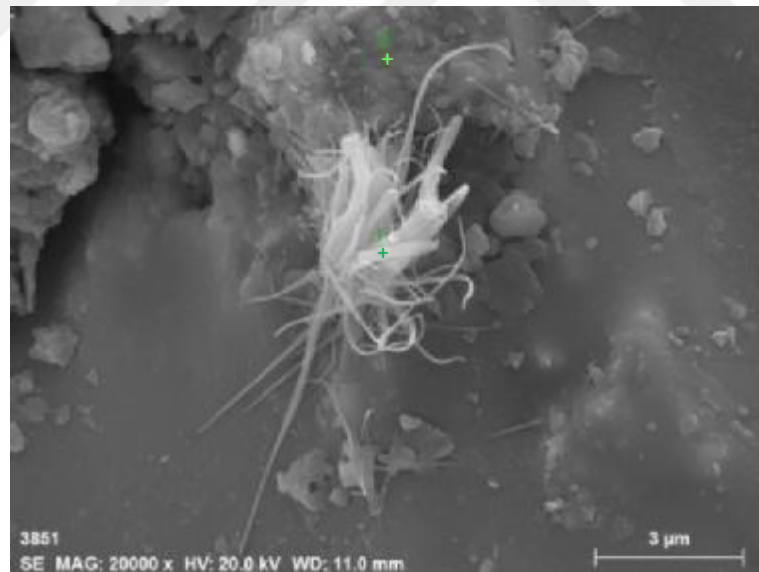
Seger formülü					İlave metal tuzları / oksitleri
0,5 Na ₂ O	0.2 Al ₂ O ₃	1,99	SiO ₂		+ % 2 AgNO ₃
0.1 PbO		1,0	B ₂ O ₃		
0,1 K ₂ O					
0,28 CaO					
0,01 CuO					
0,01 NiO					

Şekil 68’de örneğin yüzey ve kenarından alınan OM görüntüsü mevcuttur. Farklı değerlerde renk yansıması olduğu, bu görüntülerden de anlaşılmaktadır.



Şekil 68. IK4 kodlu örneğe ait optik mikroskop yüzey ve kenar görüntüleri

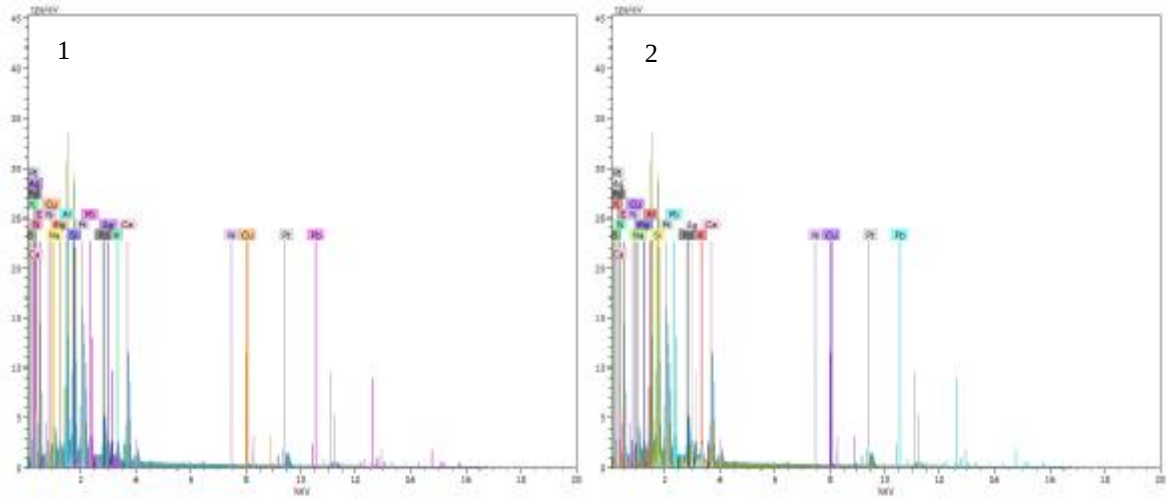
Şekil 68 de IK4 kodlu örneğin OM görüntülerinde, indirgen ortamda PbO dan kaynaklanan sarı yeşil ışıltılar, Bakırdan (Cu) kaynaklanan bakır kıızı ve NiO'den kaynaklanan mavi-yeşil renkler verdiği gözlenmiştir. AgNO₃'ten kaynaklanan zemindeki metalik gri üzerinde yüzeye dağılmış çarpıcı renklerin varlığını gözlenmiştir.



Şekil 69. IK4 kodlu örneğin SEM görüntüsü

Şekil 69'da SEM görüntüsünde, IK4 kodlu örnekte, sır yüzeyinde ince çubuk şeklindeki metalik görünümlü oluşumlar gözlenmiştir. SEM görüntüsünde sır yüzeyindeki redüksiyon kalıntıları ve gözenekli yapı görülmektedir.

Metalik oluşumlu tanecik (1) ve matris (2) üzerinden EDS noktasal analiz yapılmış, sonuçlar Şekil 70 ve Tablo 31 de EDS değerleri grafiksel ve sayısal olarak verilmiştir .

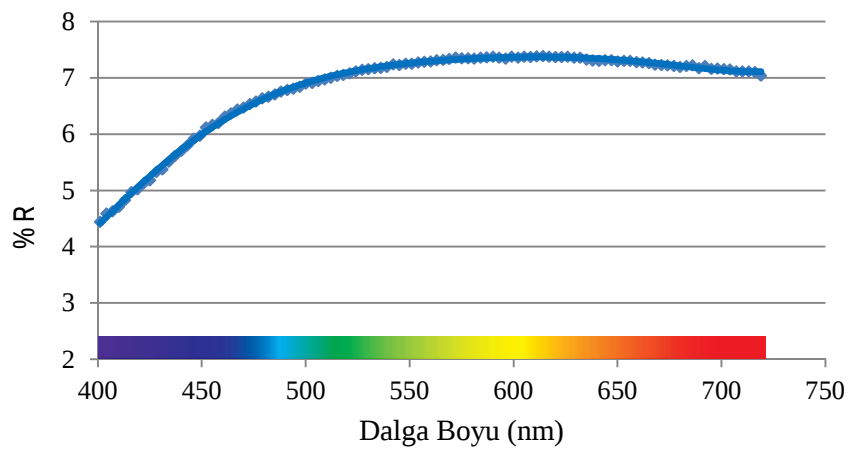


Şekil 70. IK4 kodlu örneğin EDS grafikleri

Tablo 31. IK4 kodlu örneğin EDS Değerleri (% Ağırlık)

	B	N	O	Na	Mg	Al	Si	K	Ca	Ni	Cu	Ag	Pb
1	17,93	3,51	44,13	1,87	0,04	3,38	3,66	1,39	14,39	0,40	0,93	0,00	8,41
2	21,62	2,53	23,81	1,39	0,24	19,60	17,37	1,27	6,60	0,26	0,50	0,11	4,95

Şekil 70 ve Tablo 31, elde edilen verilerin sır kompozisyonunda kullanılan malzemeyi destekler nitelikte olduğunu göstermiştir. Sır kompozisyonunda bulunmayan Mg varlığının redüksiyon ve toplu pişirim ortamından taşındığı sonucuna varılmıştır. Şekil 70 ve Tablo 31’de.



Şekil 71. IK4 kodlu örneğin UV-Vis. Spektrumu

Şekil 66, segerinde PbO nun yanısıra CuO, NiO ve %2 AgNO₃ içeren IK4 kodlu örneğin reflektans spektrumunu göstermektedir.

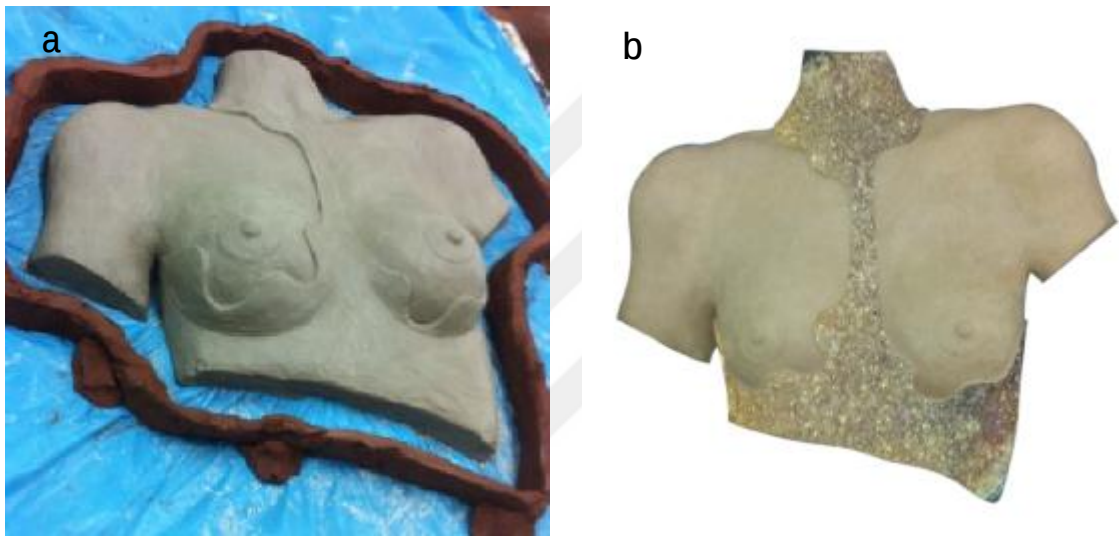
Grafikte 400-720 nm dalgaboyu aralığındaki veriler esas alınmış olup, IK4 kodlu örneğin reflektansı % 4,5-7,5 aralığında sarı-turuncu renk tonlarında en yüksek değerlerini sergilemiştir. Reflektans değerinin 575 nm dalga boyuna kadar doğru orantılı olarak arttığı 600-720 nm aralığında azalma eğiliminde olduğu gözlenmiştir. Örneğin dijital görüntüsü ile örtüşen değerler elde edilmiştir.



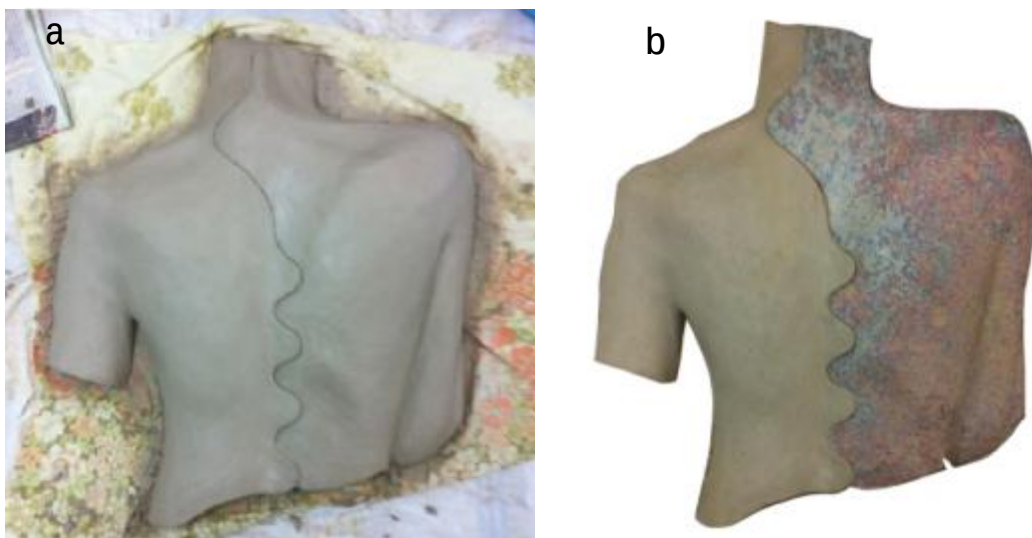
5.4. Uygulama

Seramik, kullanılan malzemenin doğallığı, dayanıklılığı, ulaşılabilirliği ve özelliklerinin çeşitlendirilebilirliği açısından kullanım alanı çok geniş olan geleceğin malzemesi olarak nitelendirilebilir.

Çalışmalar öncelikle sanatsal görüntüler yakalamak ve mekan tasarımına yönelik yapılmış olursa da, uzay araçlarında seramik kompozit malzemelerin kullanılıyor olması, özellikle optik çalışmaların çok daha geniş perspektife yayılabileceği ve gerekliliğini göstermiştir.



Şekil 72. a) Bünye ve b)Bünye üzeri IK1 ve 1A7 kodlu sır uygulamaları



Şekil 73. a) Bünye ve b) bünye üzeri IA2 ve IA7 kodlu sır uygulamaları

Şekil 74 ve Şekil 75’de İndirgen fırın atmosferinde redüksiyona tabi tutulmuş IA2 kodlu sır ve uygulandığı bünyeler görülmektedir.



Şekil 74. IA2 kodlu sır uygulamaları



Şekil 75. IA2 kodlu sır uygulaması

Şekil 76 ve Şekil 77’de IK3 kodlu metalik görünümlü sıra ait uygulama çalışmaları görülmektedir.



Şekil 76. IK3 kodlu sır uygulaması



Şekil 77. IK3 kodlu sır uygulaması



Şekil 78. YA2 kodlu sır uygulaması



Şekil 79 Karışık uygulama YK7 ve YK9kodlu sır uygulaması



Şekil 80. Karışık uygulama YA5 ve YK9 kodlu sır uygulaması



Şekil 81. YA5 kodlu sır uygulaması

BÖLÜM VI

SONUÇ VE ÖNERİLER

6.1. Sonuçlar

Sonuçlar her bir örnekte ayrı ayrı verilmiş olmakla beraber, metalik görünümlü sırlar oluşturmak için, metal bileşikler katkısı ile yükseltgen ve indirgen ortamda 1000 °C’de pişirimleri yapılmış sırlarda;

- En başarılı sonuçların alkalili, kurşunlu, kurşunlu-alkalili, alkali borlu şeffaf sırlara renklendirici metal oksit yada bileşiklerin ilavesi ile gerçekleştiği görülmüştür.
- Yükseltgen fırın ortamında yapılan çalışmalarda, metal oksitlerin, sır kompozisyonlarında miktarı arttırıldıkça, sıra metalik görüntü kazandırdığı gözlenmiştir. Ancak metal oksitlerin miktarca artması ile sır renginin fazlaca etkilenmediği gözlenmiştir.
- Yükseltgen ortam pişirimlerinde, sır kompozisyonlarına ilave katkı malzemeleri % 20-30 oranında olumlu sonuç vermiştir.
- İndirgen ortam pişirimlerinde sır kompozisyonuna %2-5 oranında ilave edilen katkı malzemeleri olumlu sonuç için yeterli olmuştur.
- SEM ve EDS için sır yüzeyinde oluşmuş metalik görünümlü kristal ve matris üzerinden görüntü ve ölçümler alınmış olup, sonuçlar sır kompozisyonunda kullanılan malzemeyi destekler nitelikte bulunmuştur. Kristallerin boyutu ve yoğunluğu, kompozisyonda yer alan eritici oksitlere ve metal bileşiklerinin cinsi ve miktarına bağlı olarak değişim göstermiştir.
- Örneklerin karşılaştırmalı UV-Vis. spektrumları incelendiğinde tepkime aralığının sır kompozisyonuna yada kullanılan malzemeye değil metalik etkiyi oluşturan metal kristalinin ne kadar sır yüzeyine yakın ve yoğun olduğuyla ilgili olduğu sonucuna varılmıştır.
- Yüzey topoğrafyasının yüzeye yansıyan ışının yansıma açısı nedeniyle bu sonuçta etkili olduğu düşünülmektedir.
- Sonuç olarak tüm metalik görünümlü sırlar, 400-720 dalga boyunda uygulanan ışınlar % 02-12 reflektans bandında tepki göstermiştir.

- Metalik görünümlü sırlar normal şartlar altında bekledikçe oksitlenerek değişime uğrayabilmektedirler. Bu sebeple gerek OM gerekse UV-Vis spektrofotometresi ile yapılan analizler tekrarlandıklarında bire bir aynı sonucu vermeyecekleri düşünülmelidir.
- İndirgenme yöntemiyle elde edilen metalik sırların zamanla değişime uğraması nedeniyle, bu neden ortadan kaldırılmadıkça, endüstriyel ürünlerde kullanılmasının uygun olmayacağı sonucuna varılmıştır.
- UV-Vis Spektrofotometresi ile yapılan analizler, örneğin tamamı üzerinden değil küçük bir parçasının yüzey taraması prensibiyle yapılması nedeniyle degradeli geçişleri olan indirgen ortam ve artistik olması planlanmış sırlarda, örneğin diğer bölümlerinde aynı sonucu vermeyebileceği düşünülmelidir.

6.2. Öneriler

Düşük sıcaklıkta seramik ürünler için dekoratif ve albenisi yüksek metalik görünümlü sırlar ile tasarım elemanı/ögesi oluşturmak, mekâna estetik değerler katmak için yukarıda elde edilen örnekler üzerinde redüksiyon süresini ve sıcaklığını değiştirerek ilerleyen aşamalarda çalışmalar yapılabilir.

KAYNAKÇA

- Akbari, A. (2010) *Some experiences with reduction glaze: a review of some experiences of Kashanpotters. Dokuz Eylül Üniversitesi, İzmir, Kolokyum bildiri özeti,1*
- Alver, Ü., Sarı, A.,Güler, O. (2017) kalsinasyon ve redüksiyon deneyi. Karadeniz Teknik Üniversitesi Trabzon http://www.ktu.edu.tr/dosyalar/metalurji_8024f.pdf (Erişim tarihi, 22.08.2019)
- Andric, L., Acimovic-Pavlovic, Z.,Trumić, M., Prstic, A. (2012) *Specific characteristics of coating glazes based on basal, Materials& Design*Volume 39, 9-13
- Arcasoy, A. (1983). *Seramik Teknolojisi. Marmara Üniversitesi Güzel Sanatlar Fakültesi Yayın No:2*, 162
- Atmaca, C. (2012) *Gökkuşığı tekniğinin seramik ve cam eserlerde kullanılması, Anadolu Üniversitesi Sanat & Tasarım Dergisi* sayı 3,1-9
- Ayta, T. (1976) *Toprak Sanatlarında Dekoratif Uygulama Yöntemleri*.İstanbul,80-81
- Başkıran, H. (2010)"Dumanlı Pişirim Teknikleri" Mimar Sinan Güzel Sanatlar Üniversitesi SYT, İstanbul
- Başkıran, H., (2012)*Alternatif İlkel bir pişirim tekniği: Varilde pişirim. Standard Ekonomik ve Teknik Dergisi* sayı Mart, 91-94
- Bobin, O , Schvoerer, M., Miane, J.L., Fabre, J.F. (2003) *Coloured metallic shine associated to lustre decoration of glazed ceramics: a theoretical analysis of theoptical properties, Journal of Non-Crystalline Solids* Volume 332,28-34
- Cavalcante, P.M.T., Dondi, M., Guarini, G., Raimondo, M., Baldi, G. (2008) *Colour performance of ceramic nano-pigments.Dyesand Pigments, Volume 80, Issue 2, February 2009*, 226-232
- Chiang, Y.C.,, Greera, H.F., Liub, R.S., Zhou,W. (2016) *Formation, crystal growth and colour appearance of Mimetic Tianmu glaze. Ceramics International* Volume 42, Issue 6, 7506-7513
- Chiang, C.Y., Greer, H.F., Liu, R.S., Zhou,W. (2016) *Formation, crystal growt hand colour appearance of mimetic tianmu glaze.Science Direct ceramics International* 42, 7506-7513
- Çalışkan, G. P. (2015) *Renk Veren Oksitlerle Geliştirilen ‘Stoneware’ Sır Araştırmaları. Yedi Sanat, Tasarım ve Bilim Dergisi, Yaz 2015, Sayı 14*, 137,142

- Çalışkan, G. P.(2012) Renk veren oksitlerle geliştirilen ‘Stoneware’ sır araştırması, 6. Uluslararası Eskişehir Pişmiş Toprak Sempozyumu
- Çalışkan, G.P. (2014) 1280°C’de gelişen odun külü katkılı sır araştırmaları ve uygulamalar. Dokuz Eylül Üniversitesi Güzel Sanatlar Enstitüsü Seramik ve Cam Tasarımı Anasanat Dalı, Sanatta Yeterlik Tezi, İzmir
- Çizer, S. (1995)*Lüster Tarihi Tekniği Sanatı. Dokuz Eylül Üniversitesi Yayınları, İZMİR*, 11
- Daly, G. (2010) *Angels of light. Kolokyum, Dokuz Eylül Üniversitesi İzmir*, 6
- Erdem, B.C. (2010), İndirgen atmosferlerde kristal sırlar. Erciyes Üniversitesi GSE, Seramik Anasanat Dalı Yüksek Lisans Tezi, Kayseri
- Emre, K. (1968) *Acemhöyük Seramiği*. <http://dergiler.ankara.edu.tr/dergiler/14/700/8857.pdf> s.98(Erişim Tarihi: 22.11.2017)
- Fonseca, M., Luís, H., Franco, N., Reis, M.A., Chaves, P.C., Taborda, A., Cruz, J., Galaviz, D., Fernandes, N., Vieira, P., Ribeiro, J.P., Jesus, A.P., (2011); *Golden glazes analysis by PIGE and PIXE techniques. Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms Volume 269, Issue 24, 3060-3062*
- Froberg, L., Hupa, L. (2007) *Topographic characterization of glazed surfaces Applied Surface Science Volume 254, Issue 6, 15 January 2008, 1622-1629*
- Genç, P. (1998) Aventürin oluşturan bakır,demir ve krom oksitlerle yapılan sır araştırmaları, Sanatta Yeterlilik Tezi, Anadolu Üniversitesi Sosyal Bilimler Enstitüsü, Eskişehir
- Genç, S.,Taçyıldız E. (2012) *Farklı bünyeler üzerinde raku sırlarının araştırılması. Anadolu Üniversitesi Sanat & Tasarım Dergisi Eskişehir, Sayı 3, 42-50*
- Güzelgün, P. (2012) Suda çözünen metal tuzları. Yüksek Lisans Tezi, Dokuz Eylül Üniversitesi Güzel Sanatlar Enstitüsü Seramik ve Cam Tasarımları Anasanat Dalı, İzmir
- Holakooei,P., Senna, C. A., Vasconcelos, T. L., Archanjo, B. S., Carlos, A.S., Esfahani, A. A., Molerad, J. (2016) *Flashed copper and silver lustre nano-structures:*

Characterization and technology Ceramics International Volume 42, Issue 6, 7757-7766

- Hou, J., Pradell, T., Li, Y., Miaoa, J. (2018) Junware glazes: Chemistry, nano structure and optical properties, *Journal of the European Ceramic Society* 38, 4290–4302
- İmer, C. Günay, E., Öveçoğlu, M. L., (2016) *Effect of firing temperature and compositions on the formation of nanoparticles in lustre layers on a lead-alkali glaze Ceramics International Volume 42, Issue 15, 17222-17228*
- İn, H. (2014) Seladon sırları. Yüksek Lisans Tezi, Anadolu Üniversitesi Güzel Sanatlar Enstitüsü, Eskişehir
- Li, X., Lu, J., Yua, X., Zhou, J., Li, L. (2016) Imitation of ancient black-glazed Jian bowls (Yohen Tenmoku): Fabrication and characterization. *Science Direct ceramics International*, 42, 15269-15273
- Li, W., Luo, H., Li, J., J. Li, Guo, J. (2008) Studies on the microstructure of the black-glazed bowl sherds excavated from the Jian kiln site of ancient China. *Science Direct ceramics International* 34, 1473-1480
- Maltoni, S., Silvestri, A., Maritan, L., Molin, G. (2012) *The medieval lead-glazed pottery from Nogara (North-east Italy): a multimethodological study, Journal of Archaeological Science Volume 39, Issue 7, 2071-2078*
- Manchekar, S. D. (2010) *Lusterware, Lüster, Kolokyum Dokuz Eylül Üniversitesi İzmir*, 12
- Marzouk, M. A., Abdel-Hameed, S. A. M. (2019); *Crystallization and photoluminescent properties of Eu, Gd, Sm, Nd co-doped SrAl₂B₂O₇ nanocrystals phosphors prepared by glass-ceramic technique, Journal of Luminescence* 205, 248–257
- Molina, G., Tite, M. S., Molera, J., Climent-Font, A., Pradell, T. (2014) *Technology of production of polychrome lustre, Journal of the European Ceramic Society* 34, 2563-2574
- Özcan, M. C. 1997 "Geleneksel Raku Tekniği ve Artistik Seramik Formlarda Uygulanması" Yüksek Lisans Tezi, Anadolu Üniversitesi Sosyal Bilimler Enstitüsü, Eskişehir
- Özalp, N. (2010) "Rezinat Lüsterleri" *Kolokyum Dokuz Eylül Üniversitesi*, 13

- Pei, S., Wang, F., Zhu, J., Yang, H., Wang, Y., Fang, Y., Zhang, B., Wang, J. (2018) *Amorphous photonic crystals and structural colors in the phase separation glaze. Journal of the European Ceramic Society* 38, 2228-2233
- Pereira, O.C., Bernardin, A.M. (2012) *Ceramic colorant from untreated iron ore residue. Journal of Hazardous Materials Volumes 233–234, 30 September, 103-111*
- Peterson, S, Peterson, J.(2008) *Working With Clay* (Çizer S. Çev.) İzmir: Karakalem Kitabevi (Orijinal çalışma 1998 yılında yayınlanmıştır)
- Polvorinos del Rio, A., Castaing, J., Aucouturier, M (2006) *Metallic nano-particles in lustre glazed ceramics from the 15 th century in Seville studied by PIXE and RBS. Science Direct Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B* 249, 596-600
- Pradell, T., Molera, J., Smith, A.D., Tite, M.S., (2007) *The invention of lustre: Iraq 9th and 10th centuries AD. Journal of Archaeological Science* 35, 1201-1215
- Ros, D. (2006) *Ceramiks* (F. Atuniç Çev.). İstanbul: İnkılap Kitabevi Yay. San. T.A.Ş. (Orijinal çalışma 2002 yılında yayımlanmıştır)
- Rouge, J., Molera J., Sciauc P., Pantos E., Vendrell-Saz M. (Feb.2006) *Copper and silver nanocrystals in lustre lead glazes: Development and optical properties. Science Direct Journal of the European Ceramic Society* 26, 3813-3824
- Rouge, J., Pradell T., Molera J., Vendrell-Saz M. (2005) *Evidence of nucleation and growth of metal Cu and Ag nano particles in lustre: AFM surface characterization. Science Direct Journal of Non-Crystalline Solids* 351 568-575
- Sarı, H.S. (2010) *Düşük dereceli (750°C – 1020 °C) Kromatlısırlar, Yüksek Lisans Tezi. Çanakkale 18 Mart Üniversitesi Sosyal Bilimler Fakültesi, Çanakkale,*
- Sarioğlu, N.(2008) *Suda çözünen seramik renklendiricileri, Yüksek Lisans Tezi, Marmara Üniversitesi GSE, İstanbul*
- Siligardi, C., Tagliaferri, L., Lusvarghi, L., Bolelli, C., Venturelli, D.(2013) *Preperation of innovative metallic composite glazes for porcelainized stoneware tiles. Ceramics International Volume 40, Issue 1, Part B, January 2014, 1821-1828*

- Şölenay, E, Akeler E. (2009), *Glazes with metallic effect obtained throug oxidation firing. Seres'09, Eskişehir*, 716-722
- Şölenay, E. 1995 1000°C de gelişebilen redüksiyonlu lüsterli sır araştırmaları. Yüksek Lisans Tezi, Anadolu Üniversitesi Sosyal Bilimler Enstitüsü, Eskişehir
- Taçyıldız, E. 2010 Temmoku sırlarının araştırılması.Sanatta Yeterlilik Tezi, Anadolu Üniversitesi GSE Seramik Anasanat Dalı,Eskişehir
- Türker, A. (2008) Asur Ticaret Kolonileri Çağında Acem höyük çanak çömleği Doktora tezi. Ankara Üniversitesi Sosyal Bilimler Fakültesi Ankara
- Xu,C., Li,W., Lu,X., Zhang,W., Luo,H., Guo,J., (2018) Unveiling the science behind the tea bowls from the Jizhoukiln. PartI.Chemical compositions and thetwo-layer glazing technique. Science Direct ceramics International44, 8540-8549
- Xu, Y., Qin, Y., Ding, F. (2017); Characterization of the rare oil spot glazed bowl excavated from the Xiao kiln site of North China Science Direct ceramics International 43,8636-8642
- Wong, S.W. (2016) *A case report on the function(s) of the 'mercury jar: Fort Canning, Singapore, in the 14th century.Science Direct Archaeological Research in Asia* 7, 10–17
- Yarış A. *Redüksiyon ve izabe işlemleri*, Bartın Üniversitesi Mühendislik Fak.Metalürji ve Malzeme Müh. <https://cdn.bartın.edu.tr/metalurji/d7ee7cd9-f063-4669-8e1c-393503ed6ffb/reduksiyon-ve-izabe-islemleri.pdf>, Erişim Tarihi: 22.08.2019

İNTERNET KAYNAKLARI

<http://www.anadolumedeniyetlerimuzesi.gov.tr/TR,77781/eski-tunc-cagi.html>, Erişim tarihi: 11Ekim 2017

<http://www.makaleler.com/kadmiyum> Erişim Tarihi: 16.12.2018

ÖZGEÇMİŞ

Ad, Soyad : Sibel Alhan
 Doğum Yeri, Tarihi : Tarsus 20.08.1961
 Medeni Durum : Evli ve bir çocuk annesi
 İletişim : sibelalhan@gmail.com

EĞİTİM DURUMU

	Okul Adı	Şehir	Bölüm	Mezuniyet
Üniversite Y. Lisans	Çukurova Üniversitesi Sosyal Bilimler Enstitüsü	Adana	Sanat ve Tasarım	-
Üniversite Lisans	Çukurova Üniversitesi Güzel Sanatlar Fakültesi	Adana	İç Mimarlık	2013
Üniversite Lisans	Çukurova Üniversitesi Güzel Sanatlar Fakültesi	Adana	Seramik	2012
Üniversite Lisans	Eskişehir İTİA Endüstri Bilimleri Fakültesi	Eskişehir	Kimya Mühendisliği	1980
Lise	Tarsus EML Kimya Bölümü	Tarsus	Kimya Bölümü	1976
Orta	Kasım Ekenler Orta Okulu	Tarsus		1973
İlk	Hürriyet ilkokulu	Tarsus		1970

İŞ DENEYİMLERİ

Şirket	Bölüm	Ünvan	Görev	Tarihi
Çukurova Sanayi İşletmeleri T.A.Ş TARSUS	Genel Müdürlük/ Yönetim Kurulu	Teknik Sekr.	Genel Müdür için teknik iş takibi, Rapor hazırlama, Toplantı/ İş seyahati organizasyonu	1981- 1988
Çukurova Sanayi İşletmeleri T.A.Ş TARSUS	Basma Fabrikası	Planlama / Üretim Kalite Kontrol Kısım Şefi	Üretimde kullanılan tüm kimyasalların kabul, kontrol ve analizi. Üretim kalitesinin kontrolü.	1988-1989
Çukurova Sanayi İşletmeleri T.A.Ş TARSUS	Pazarlama ve Mamul Geliştirme Müdürlüğü	Planlama ve Üretim Takip Servis Servis Şefi ve İç Piyasa Müşteri Temsilcisi	Pazarlama adına tüm üretim program ve takibi, İç Piyasa müşterilerine ürün satış ve pazarlaması	1989- 1999

AKADEMİK ÇALIŞMA

Poster S.Alhan , N.Kılınç Mirdalı, Utilization of Inorganic Wastes in Artistic Glazes,
2015, ÇÜ. Uluslararası Sanat araştırma Sempozyumu

Bildiri Sibel Alhan, Nergis Kılınç Mirdalı, Bakır Bileşikleri İçeren Metalik Görünümlü
Sırlar. IMSEC 2017 Adana

SERGİ / ÇALIŞTAY

2012 Çukurova Üniversitesi G.S.F. Seramik Bölümü karma sergi

2012 AĞIAD ÇÜ Seramik Bölümü karma sergi

2012 ÇÜ Seramik Bölümü Fotoğraf Sergisi

2015 Devlet Tiyatroları Sabancı Uluslararası Tiyatro Festivali Workshop