

**VİTRİFİYE SERAMİK ÜRETİMİNDE
KULLANILAN DÖKÜM KİLİNİN DİSPERSİYON/AKIŞKANLIK
ŞARTLARININ OPTİMİZASYONU VE BUNUN HAM VE PİŞMİŞ ÜRÜN
ÖZELLİKLERİNE ETKİSİ**

YÜKSEK LİSANS TEZİ

Tuğba MUCUR

DANIŞMAN

Doç. Dr. Bahri ERSOY

SERAMİK MÜHENDİSİLİĞİ ANABİLİM DALI

HAZİRAN 2010

AFYON KOCATEPE ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

YÜKSEK LİSANS TEZİ

VİTRİFİYE SERAMİK ÜRETİMİNDE
KULLANILAN DÖKÜM KİLİNİN DİSPERSİYON/AKIŞKANLIK
ŞARTLARININ OPTİMİZASYONU VE BUNUN HAM VE PIŞMIŞ ÜRÜN
ÖZELLİKLERİNE ETKİSİ

Tuğba MUCUR

DANIŞMAN

Doç. Dr. Bahri ERSOY

SERAMİK MÜHENDİSLİĞİ ANABİLİM DALI

ONAY SAYFASI

Doç. Dr. Bahri ERSOY danışmanlığında,
Tuğba MUCUR tarafından hazırlanan
Vitrifiye Seramik Üretiminde
Kullanılan Döküm Kilinin Dispersiyon/Akışkanlık
Şartlarının Optimizasyonu ve Bunun Ham ve
Pişmiş Ürün Özelliklerine Etkisi

Başlıklı bu çalışma, lisansüstü eğitim ve öğretim yönetmeliğinin ilgili maddeleri
uyarınca

...../...../2010

tarihinde aşağıdaki jüri tarafından

Seramik Mühendisliği Anabilim Dalında

yüksek lisans tezi olarak oybirliği/oy çokluğu ile kabul edilmiştir.

Ünvanı, Adı, SOYADI

İmza

Başkan Prof. Dr. Ö. Faruk EMRULLAHOĞLU

Üye Doç.Dr. Bahri ERSOY

Üye Yard.Doç.Dr. Serhat BAŞPINAR

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

Doç.Dr. Rıdvan ÜNAL
Enstitü Müdürü

İÇİNDEKİLER

ÖZET	v
ABSTRACT	vii
TEŞEKKÜR	ix
SİMGELER VE KISALTMALAR DİZİNİ	x
ŞEKİLLER DİZİNİ	xi
RESİMLER DİZİNİ	xiv
ÇİZELGELER DİZİNİ	xv
1. GİRİŞ	1
2. GENEL BİLGİLER	5
2.1 Kil Mineralinin Tanımı ve Sınıflandırılması	5
2.1.1 Van Olphen’a Göre Killerin Sınıflandırılması	6
2.1.2 Kil Mineralinin Özellikleri	11
2.1.2.1 Fiziksel ve Kimyasal Özellikleri	12
2.1.2.2 Kolloidal Özellikleri	13
2.2 Kolloidal Sistemlerin Stabilitesi ve Reolojisi	14
2.2.1 Stabilizasyon Mekanizmaları	14
2.2.1.1 Elektrostatik Stabilizasyon	15
2.2.1.2 Sterik Stabilizasyon	17
2.2.1.3 Hidrasyon (veya Solvasyon) Kuvvetleri ile Stabilizasyon	18
2.2.2 Reolojisi	19
2.2.2.1 Süspansiyon ve Sıvıların Akışkanlık Eğrileri	19
2.2.2.2 Viskozite	23
2.2.2.3 Viskoziteye Etki Eden Faktörler	24
2.2.3 Viskozite ile Zeta potansiyel Arasındaki İlişki	26

2.3 Seramik Üretim Prosesleri	27
2.4 Dispersantlar	35
3. MATERYAL VE METOD	38
3.1 Deney Programı	38
3.2 Deneylerde Kullanılan Malzemeler	38
3.2.1 Alçı	38
3.2.2 ESC-3 Döküm Kili	38
3.2.2.1 Kimyasal Analizi (XRF)	39
3.2.2.2 Minerolojik Analizi (XRD)	39
3.2.2.3 DTA-TG Analizi	39
3.2.2.4 Renk Analizi	39
3.2.2.5 Özgül Yüzey Alanı (BET)	39
3.2.2.6 Tane Boyut Dağılım Analizi	40
3.2.3 Dispersantlar	40
3.3 Alçı Kalıp Hazırlama	42
3.4 ESC-3 Kili İle Döküm Çamuru Hazırlama	43
3.4.1 Farklı Dispersantlar Varlığında ESC-3 Çamuru İçin Uygun Dispersant Tipi ve Optimum Dispersant Miktarının Belirlenmesi İşlemleri	43
3.4.2 ESC-3 Çamurunun Slip Döküm Yöntemiyle Şekillendirme İşlemi	45
3.4.3 Kurutma İşlemi	46
3.4.4 Sinterleme İşlemi	46
3.5 Kil Süspansiyonunun Dispersant (Dolapix PC67) Konsantrasyonuna Bağlı pH Ölçümü	47
3.6 Kilin Dispersant Konsantrasyonuna Bağlı Zeta Potansiyel (mV) ve Elektroforetik Mobilite ($\mu\text{mcm/Vs}$) Ölçümü	47
3.7 ESC-3 Kili İle Hazırlanan Döküm Çamuruna Uygulanan Testler	49
3.7.1 Elek Bakiyesi Tespiti (%)	49
3.7.2 Katı Madde Miktarı (%)	49
3.7.3 Litre Ağırlığı Ölçümü	50

3.8	Ham Ürünler Uygulanan Testler	50
3.8.1	Boyca Kuru Küçülme (%)	50
3.8.2	Ham Yoğunluk (Green Density)	51
3.8.3	Ham Mukavemet (Üç Nokta Eğme)	51
3.8.4	Mikro Yapı (SEM) Analizi	52
3.9	Sinterlenmiş Ürünler Uygulanan Testler	52
3.9.1	Toplam Boyca ve Hacimce Küçülme (%)	53
3.9.2	Mekanik (Üç Nokta Eğme) Mukavemet	54
3.9.3	Kütlece Su Emme (%)	54
3.9.4	Minerolojik (XRD) Analiz	55
3.9.5	Mikro Yapı (SEM) Analiz	55
4.	BULGULAR VE TARTIŞMA	56
4.1	Hammadde Karakterizasyon Sonuçları	56
4.2	İnorganik ve Organik Dispersantların Akışkanlık Davranışına Etkisi	61
4.2.1	Dispersant Tipinin ve Miktarının, ESC-3 Çamurunun Akışkanlığına Etkisi ve Optimum Slip Döküm Şartların Belirlenmesi	61
4.2.2	Kil Süspansiyonunun Dolapix PC 67 Konsantrasyonuna Bağlı pH Değişimi	64
4.2.3	Kilin Su İçerisinde, Dolapix PC 67 Konsantrasyonuna Bağlı Zeta potansiyeli (mV) ve Elektroforetik Mobilite (µmcm/Vs) Değişimi	65
4.2.4	Dolapix PC 67 Dozajının, ESC-3 Döküm Çamurundan Elde Edilen Ham Ürün Özelliklerine Etkisi	68
4.2.4.1	Dolapix PC 67 Dozajının Ham Ürünün Boyca Küçülme, Yoğunluk ve Mukavemete (Üç Nokta Eğme Dayanımı) Etkisi	68
4.2.4.2	Dolapix PC 67 Dozajının Ürün Mikro Yapısına Etkisi (SEM Analizi)	71
4.2.5	Dolapix PC 67 Dozajının Pişmiş Ürün Özelliklerine Etkisi	73

4.2.5.1 Dolapix PC 67 Dozajının Ürün Fiziksel Özelliklerine Etkisi [Su Emme (Kütlece %), Bulk Yoğunluk (gr/cm^3), Görünür Porozite (Hacimce %)]	73
4.2.5.2 Dolapix PC 67 Dozajının Toplam Boyca/Hacimce Küçülmeye (%) ve Mekanik Mukavemete (Üç Nokta Eğme Dayanımı) Etkisi	75
4.2.5.3 Dolapix PC 67 Dozajının Ürün Mikro Yapısına Etkisi (SEM ve XRD Analizi)	77
5. SONUÇLAR	82
KAYNAKLAR	84
ÖZGEÇMİŞ	91
EKLER	92

ÖZET

Yüksek Lisans Tezi

VİTRİFİYE SERAMİK ÜRETİMİNDE KULLANILAN DÖKÜM KİLİNİN DISPERSİYON/AKIŞKANLIK ŞARTLARININ OPTİMİZASYONU VE BUNUN HAM VE PİŞMİŞ ÜRÜN ÖZELLİKLERİNE ETKİSİ

Afyon Kocatepe Üniversitesi
Fen Bilimleri Enstitüsü

Bu çalışmada ticari bir ürün olan ESC-3 kilinin çeşitli dispersantlar (Na_2SiO_3 , Dolapix PC67, Dolapix CE64, Dolapix SPC7, Darvan CN ve Darvan A821) varlığında akışkanlık davranışı (akış süresi ve tiksotropisi) incelenerek döküm için optimum koşullar (en uygun dispersant ve dispersant dozajı) belirlenmiştir. Akışkanlık davranışı ile ilgili deneysel çalışmalarda sabit tutulan parametreler şunlardır: çamur katı oranı % 60 (kütlece), sıcaklık 27 ± 1 °C, çamur karıştırma hızı 800 d/dk. Buna göre kullanılan dispersantlar arasında en uygun dispersantın Dolapix PC 67 olduğu ve dozajın ise % 0.1 (katıya göre kütlece) olduğu belirlenmiştir. Daha sonra yukarıda verilen sabit deneysel şartlarda ve ancak farklı Dolapix PC 67 (dispersant) dozajlarında (katıya göre kütlece % 0, 0.03, 0.1 ve 1) çamurlar hazırlanmış ve slip dökümle alçı kalıp içerisine 13.2 x 3.2 x 1.25 cm ebadında çubuk numuneler dökülmüş ve alçı kalıptan alınan ham ürünler oda sıcaklığında ($21-24 \pm 1$ °C) kurutulduktan sonra 1200 °C’de pişirilmiştir. Ham ve Pişmiş numuneler üzerinde bir dizi fiziksel (küçülme, su emme, görünür porozite, bulk yoğunluk) ve mekanik mukavemet (üç nokta eğme) testleri uygulanmış ve SEM ile mikroyapıları incelenmiştir. Elde edilen sonuçlardan bazılarını şu şekilde sıralayabiliriz; (i) Dispersant katkısı slip dökümle elde edilen ham ve pişmiş ürünün fiziksel ve mekanik özellikleri üzerinde pozitif etkiye sahiptir. Mesela dispersantsız çamurdan hazırlanan ürünün ham halde boyca küçülmesi ve mekanik mukavemeti ortalama sırasıyla % 4.82 ve 2.65 N/mm² (MPa) iken, %0.1 Dolapix PC 67 ile hazırlanan çamurdan elde edilen ham ürünlerde bu değerler ortalama sırasıyla % 3.96 ve 2.68

N/mm²'dir. Benzer şekilde pişmiş ürünlerin fiziksel ve mekanik özelliklerinde de farklılıklar olmuştur. Örneğin dispersantsız çamurla hazırlanan pişmiş ürünün toplam hacimce küçülmesi ve mekanik mukavemeti sırasıyla % 15.66 ve 18.78 N/mm² iken, % 0.1 Dolapix PC 67 ile hazırlanan çamurdan elde edilen ham ürünlerde bu değerler ortalama sırasıyla % 28.92 ve 22.78 N/mm²'dir. (ii) Slip döküm yöntemiyle kil çamuru hazırlanırken kullanılacak dispersant miktarının optimum değerinin belirlenmesi önemli bir husustur. Ancak ford cup ile elde edilen akışkanlık eğrileri ve sonrasında elde edilen ham/pişmiş ürün özelliklerine göre şu söylenebilir: seramik döküm çamurlarında akış süresinin en düşük (yani akışkanlığın en yüksek) olduğu dispersant dozajında, ham ve pişmiş ürünlerin fiziksel/mechanik özelliklerinin de daima en iyi olacağı anlamına gelmemektedir. (iii) Farklı dispersant (Dolapix PC67) dozajlarında hazırlanan çamurdan elde edilen ham ve pişmiş ürünlerin fiziksel ve mekanik özellikleri ile çamurun akışkanlık eğrisi arasındaki ilişkiyi SEM görüntüleriyle ortaya koymak pek mümkün değildir.

Anahtar Kelime: Slip Döküm, Kil Çamuru, Dispersant, Akışkanlık, Homojenizasyon, SEM

ABSTRACT

Ms. Sc. Thesis

OPTIMISATION OF THE DISPERSION/FLOWING PROPERTIES OF BALL CLAY USED IN SANITARY WARE CERAMIC PRODUCTIONS AND ITS INFLUENCE ON THE PROPERTIES OF GREEN AND FIRED PRODUCTS

Afyon Kocatepe University

Institute for the Natural and Applied Sciences

In this study, the commercial ESC-3 clay was used here with combination various dispersant (Na_2SiO_3 , Dolapix PC 67, Dolapix CE 64, Dolapix SPC 7, Darvan CN ve Darvan A821), the flowing behaviour (flow time and thixotropy) were investigated for optimum casting conditions (most appropriate dispersant and dispersant dose) were determined. The parameters kept constant during the ford cup measurements are solid ratio of slurry (% 60 as weight), temperature (27 ± 1 °C), mixing speed (800 rpm). Considering the flow curves (flowing time versus the dispersant dose) of ESC-3 clay slurry it is determined that the most suitable dispersant is Dolapix PC 67 and its dose is ~ % 0.1. Thereafter, in the constant experimental conditions which are present above and only with Dolapix PC 67 (dispersant) dosages (on the solid base % 0, % 0.03, % 0.1, % 1) slurry samples were prepared and slip casted in to gypsum molds and thus the bar shaped (13.2 x 3.2 x 1.25 cm) samples were formed. The green samples were dried at $21-24 \pm 1$ °C, afterward they were placed in the kiln for firing at 1200 °C for 1 hour. Some physical (shrinkage, water absorption, apparent porosity, bulk density) and mechanical strength (three point bending) tests were applied on both dried (green) and fired samples and also their micro structure were investigated using SEM. Some of the obtained results are as follows; (i) The dispersant addition to the slurry have positive effect on the properties of green and fired samples. For example: for the samples prepared with the clay slurry without dispersant the linear shrinkage and mechanical strength are average % 4.82 and 2.65 N/mm^2 respectively, whereas they became

average % 3.96 and 2.68 N/mm², respectively with % 0.1 Dolapix PC 67 addition. Similarly, physical and mechanical properties of the fired samples were improved. The total volume shrinkage and three point bending strength of the fired samples obtained from the dispersant free slurry were % 15.66 ve 18.78 N/mm², respectively, whereas these values were became % 28.92 ve 22.78 N/mm², respectively with with % 0.1 Dolapix PC67 addition. (ii) Determination of the optimum dispersant amount used in the ceramic slurry by slip casting is an important case. When the properties of green/final products and flowing curves measured by ford-cup are considered, it might be expressed that the dispersant dosage at which the shortest flowing duration was obtained does not always mean the best results in the physical/mechanical properties of green/final products. (iii) The relationship between the green and fired samples which were prepared from the slip with different dispersant dosages, and the flowing curves of these slips was not able to observe from their SEM images.

Key words: Slip casting, Clay slurry, Dispersant, Flowing, Homogenization, SEM

TEŞEKKÜR

Tez çalışması boyunca danışmanlığımı yürüten, bilgi birikimi ve tecrübesiyle bizleri yönlendiren ve her türlü desteği veren değerli hocam Doç. Dr. Bahri Ersoy'a çok teşekkür ediyorum. Bölümdeki çalışma şartları açısından destek olan Seramik Mühendisliği ABD Başkanı değerli hocam Prof. Dr. Ö. Faruk Emrullahoğlu'na, çalışmam esnasında bana yardımcı olan değerli hocam Yrd. Doç. Dr. Atilla Evcin'e ve ayrıca Anadolu Üniversitesi Fizik Bölümünde zeta potansiyel ölçümlerini gerçekleştiren Dr. Sedef Dikmen'e çok teşekkür ediyorum. Tez çalışmam süresince bana her bakımdan yardımcı olan ve moral desteğini hiç yanımdan eksik etmeyen aileme de ayrıca çok teşekkür ediyorum.

Tuğba MUCUR

SİMGELER VE KISALTMALAR DİZİNİ

1.Simgeler

U	Mobilite ($\mu\text{mcm/Vs}$)
rpm	Dakikadaki devir sayısı
ϵ_r	Ortamın statik dielektrik sabiti veya relatif geçirgenliği (birimsiz)
ϵ_0	Boşluğun ($8.854 \times 10^{-12} \text{ C}^2/\text{Jm}$)
η	Ortamın viskozitesi (Poise) (1 Poise = $0.1 \text{ Kg m}^{-1} \text{ s}^{-1}$)
ζ	Zeta potansiyel (mV)
d/dk	devir/dk
SS	Sodyum Silikat
cps	count per second
A_H	Hamaker sabiti
μm	Mikronmetre
sn	Saniye

2.Kısaltmalar

KK	Kenar/kenar etkileşimi
KY	Kenar/yüzey etkileşimi
YY	Yüzey /yüzey etkileşimi
EÇT	Elektriksel çift tabaka
PTİ	Potansiyel tayin edici iyonlar
SEM	Taramalı elektron mikroskop
SYN	Sıfır yük noktası
ZP	Zeta potansiyel
XRD	X-ışınları kırınımı
KDK	Katyon Değiştirme Kapasitesi
DTA	Diferansiyel Termal Analiz
MPa	Mega Pascal

ŞEKİLLER DİZİNİ

	Sayfa No
Şekil 2.1 Kaolinitin birim hücre yapısı	7
Şekil 2.2 Montmorillonitin kristal yapısı	8
Şekil 2.3 İllit yapısı	8
Şekil 2.4 Literatürden alınan kaolin grubu kil mineralinin SEM görüntüsü	9
Şekil 2.5 Montmorillonit grubu kil mineralinin SEM görüntüsü	10
Şekil 2.6 İllit grubu kil mineralinin SEM görüntüsü	10
Şekil 2.7 Klorit grubu kil mineralinin SEM görüntüsü	11
Şekil 2.8 Minerallerin özellikleri	12
Şekil 2.9 Pozitif yüklü bir mineral tanesinin elektrolit içeren çözelti içerisindeki EÇT yapısı, tane yüzeyinden uzaklaştıkça potansiyel eğrisindeki değişim ve buna bağlı zeta potansiyeli	16
Şekil 2.10 Kolloidal tanelerin elektrostatik stabilizasyonu	17
Şekil 2.11 Sterik itme kuvvetleriyle gerçekleşen Sterik Stabilizasyon	18
Şekil 2.12 Hidrasyon (veya Solvasyon) kuvvetleriyle gerçekleşen stabilizasyon	19
Şekil 2.13 Zamandan bağımsız Newtonien ve non Newtonien (Newtonien olmayan) akışkanlık eğrileri	21
Şekil 2.14 Sabit kayma hızında ölçülen zamana bağlı akışkanlık eğrileri	22
Şekil 2.15 Su içerisindeki kil taneciklerinin etkileşimlerinin viskoziteye etkisi (a): kenar-kenar (KK), (b): kenar-yüzey (KY), (c): yüzey-yüzey (YY), SYN: Sıfır Yük Noktası	25
Şekil 2.16 a) Zeta potansiyeli yüksek (iyi dispers olmuş) ve b) Sıfır yük noktasında (aglomera olmuş) hazırlanmış alumina süspansiyonundan hazırlanan çamurun slip döküm sonrası ham ürünlerden çekilen SEM görüntüleri	27
Şekil 2.17 Viskozite ölçüm konfigürasyonları	28
Şekil 2.18 Şekillendirme metodları	30
Şekil 2.19 Slip döküm ile şekillendirme	31
Şekil 2.20 Ham numunelerin bulk yoğunluk ve görünür yoğunluk hesaplamalarında kullanılan hacimleri tanımlayan temsili şekiller	33
Şekil 2.21 Vitrifiye seramik üretimi genel akım şeması	34

Şekil 2.22 Organik ve inorganik dispersant çeşitleri (Zschimmer & Schwarz firma bilgileri)	37
Şekil 3.1 Deney Programı	38
Şekil 3.2 Alçı kalıp hazırlama işlem basamakları	42
Şekil 3.3 Farklı dispersantlar varlığında fordcup ile akış süresi tespiti için işlem basamakları	44
Şekil 3.4 ESC-3 çamurunun dispersant (Dolapix PC 67) dozajına göre şekillendirilmesi için uygulanan işlem basamakları	46
Şekil 3.5 ESC-3 çamurunun dispersant (Dolapix PC 67) dozajına göre elde edilmiş ham ürünlere uygulanan testler	50
Şekil 3.6 ESC-3 çamurunun dispersant (Dolapix PC 67) dozajına göre sinterlenmiş ürünlere uygulanan testler	53
Şekil 4.1 ESC-3 kilinin XRD analizi	57
Şekil.4.2 ESC-3 kilinin DTA-TG analizi	58
Şekil 4.3 ESC-3 kilinin tane boyut dağılımı analizi	60
Şekil 4.4 Farklı dispersantlar varlığında dispersant dozajına göre ESC-3 çamurunun akış süreleri (sn) (Katı oranı: % 60, T: 27±1 °C, Karıştırma Hızı:800 d/dk)	62
Şekil 4.5 Farklı dispersantlar varlığında dispersant dozajına göre ESC-3 çamurunun % tiksotropi değerleri (Katı oranı: % 60, T: 27±1 °C, Karıştırma Hızı: 800 d/dk)	63
Şekil 4.6 Kil Süspansiyonunu, Dolapix PC 67 Konsantrasyonuna Bağlı pH Değişimi (1 gr kil, 100 gr çeşme suyu, T: 27±1 °C)	65
Şekil 4.7 ESC-3 kilinin Dolapix PC 67 konsantrasyonuna bağlı zeta potansiyeli (mV) (1 gr kil, 100 gr çeşme suyu, T: 27±1 °C)	66
Şekil 4.8 ESC-3 kilinin, Dolapix PC 67 konsantrasyonuna bağlı elektroforetik mobilitesi (µmcm/Vs)	67
Şekil 4.9 Farklı Dolapix PC 67 dozajlarında hazırlanan ESC-3 döküm çamurundan elde edilen ham ürünlerin boyca kuru küçülme (%) değerleri	69
Şekil 4.10 Farklı Dolapix PC 67 dozajlarında hazırlanan ESC-3 döküm çamurundan elde edilen ürünlerin ham yoğunluğu (gr/cm ³)	70

Şekil 4.11 Farklı Dolapix PC 67 dozajlarında hazırlanan ESC-3 döküm çamurundan elde edilen ürünlerin ham mukavemeti (N/mm^2)	71
Şekil 4.12 Farklı Dolapix PC 67 dozajlarında hazırlanan ESC-3 döküm çamurundan elde edilen ürünlerin kırık yüzey SEM görüntüsü, (İ: illit, K: kaolinit, Q: kuvars), [Katkısız(a) 500 ve 5000 X büyütme, Dolapix PC 67 Katkılı (b) % 0.03, (c) % 0.1, (d) % 1, 500 ve 10000 X büyütme]	72
Şekil 4.13 Farklı Dolapix PC 67 dozajlarında hazırlanan ESC-3 döküm çamurundan elde edilen ürünlerin pişirim sonrası su emme (% kütlece), görünür porozite (% hacimce) miktarı	74
Şekil 4.14 Farklı Dolapix PC 67 dozajlarında hazırlanan ESC-3 döküm çamurundan elde edilen ürünlerin pişirim sonrası bulk yoğunluğu (gr/cm^3)	75
Şekil 4.15 Farklı Dolapix PC 67 dozajlarında hazırlanan ESC-3 döküm çamurundan elde edilen ürünlerin pişirim sonrasında toplam hacimce ve boyca küçülme miktarı (%)	76
Şekil 4.16 Farklı Dolapix PC 67 dozajlarında hazırlanan ESC-3 döküm çamurundan elde edilen ürünlerin pişirim sonrasında mekanik mukavemeti (N/mm^2)	77
Şekil 4.17 Farklı Dolapix PC 67 dozajlarında hazırlanan ESC-3 döküm çamurundan elde edilen ürünlerin pişirim sonrasında minerolojik (XRD) analizi	78
Şekil 4.18 Farklı Dolapix PC 67 dozajlarında hazırlanan ESC-3 döküm çamurundan elde edilen ürünlerin pişirim sonrasında kırık yüzey SEM analizi, (M: mullit, E: eriyik faz), [Katkısız (a) 1000 ve 15000 X büyütme, Dolapix PC 67 Katkılı (b) % 0.03 1000 ve 15000 X, (c) % 0.1 1000 ve 20000 X, (d) % 1, 1000 ve 10000 X büyütme]	80

RESİMLER DİZİNİ

	Sayfa No
Resim 3.1 Ford cup ile akış süresi ölçümü	45
Resim 3.2 Deneylerde kullanılan pH metre ve manyetik karıştırıcı (Professional Meter PP 50 model pH metre ve Velp marka manyetik karıştırıcı)	47
Resim 3.3 Deneyde kullanılan zeta potansiyel ölçüm cihazı (Malvern marka Zetasizer ZS90 Zetametre)	48
Resim 3.4 Slip döküm işlemi ve dökümden sonra çubuk numune boyutlarının belirlenmesi	51

ÇİZELGELER DİZİNİ

	Sayfa No
Çizelge 2.1 Kil minerallerinin katyon deęiřtirme kapasiteleri	14
Çizelge 2.2 řekillendirme yöntemlerinin uygulanabilmesi için istenilen özellikler	29
Çizelge 2.3 Güral vitrifiyenin ürettięi bir vitrifiye ürünün kuru mukavemet, kuru küçülme, piřme küçülmesi, su emme deęerleri	35
Çizelge 2.4 Seramik sektöründe kullanılan tipik organik ve inorganik katkılar	36
Çizelge 3.1 Deneysel çalışmalarda kullanılan dispersantların ticari adları, kimyasal adları ve temin edildikleri firmalar	40
Çizelge 3.2 Deneysel çalışmalarda kullanılan dispersantların mol aęırlıkları, kimyasal yapıları ve fiziksel özellikleri	41
Çizelge 4.1 ESC-3 kilinin kimyasal analizi	56
Çizelge 4.2 XRD için kuvars, albit, kaolinit ve illitin karakteristik en řiddetli ilk 3 pikleri ve bunların 2θ deęerleri	57
Çizelge 4.3 ESC-3 kilinin D (10), D (50), D (90) deęerleri	60
Çizelge 4.4 XRD için kuvars, anortit ve müllit karakteristik en řiddetli ilk 3 pikleri ve bunların 2θ deęerleri	79

1.GİRİŞ

Slip döküm, hem geleneksel ve hem de teknik seramik ürünlerin üretiminde kullanılan bir şekillendirme yöntemidir. Kuru presleme, ekstrüzyon gibi şekillendirme yöntemleriyle karşılaştırıldığında slip döküm yöntemi, kompleks şekilli ürünlerin üretimini mümkün kılması, basit ve ekonomik olması ve daha homojen ham ürün (green body) vermesi gibi nedenlerden dolayı önemli avantajlara sahiptir (Kingery 1960, Mei et al. 2003, Tsetsekou et al. 2001, Reed 1994). Slip döküm ile istenilen özelliklerde, sağlam bir pişmiş ürün elde edebilmenin en önemli şartlarından birisi de yüksek yoğunluğa (green density) sahip ham ürün elde etmektir. Bunun yolu is uygun reolojik özelliğe sahip stabil ve homojen bir süspansiyonun (veya çamurun) hazırlanabilmesinden geçmektedir. Bu sayede süspansiyon içerisindeki seramik tozlar alçı kalıp yüzeyine sıkı şekilde paketlenerek ve dolayısıyla homojen ve yüksek yoğunluğa (green density) sahip ham ürünler elde edilebilecektir.

Şekillendirmenin kolay ve sorunsuz olması ise ‘yüksek katı yoğunluğunda ve uygun stabiliteye ve akışkanlığa sahip’ akıcı süspansiyonların hazırlanmasına bağlıdır. Bu da ancak ‘dispersant’ adı verilen çeşitli kimyasal ilavelerin yardımıyla sağlanabilmektedir (Kingery 1960, Shanefield 1996, Dinger 2002). Reolojik özelliklerin belirlenmesinde dispersant kullanımı, akışkanlık için gerekli su miktarını önemli oranlarda azaltarak çamuru oluşturan partiküllerin topaklaşma yönündeki eğilimlerini engelleyerek çamurun katı yoğunluğunu artırmaktadır. Buna bağlı olarak yapının sıkı paketlenmesi ve daha yüksek ham yoğunluğa ulaşması ile pişirim sırasında çatlama, parçalanma gibi sorunlar olmaksızın kararlı mikroyapının oluşumunu sağlamaktadır (Kingery 1960, Reed 1994, Rahaman 1995). Ayrıca slip döküm şartlarının dolayısıyla akışkanlık davranışının belirlenmesi, süspansiyon için kullanılacak olan elektrolit katkı tipinin ve miktarının belirlenerek nasıl bir mikroyapı oluştuğunun gözlemlenmesi, slip döküm yöntemi kullanılarak ileri teknoloji seramiklerinin şekillendirmesi açısından da çok büyük önem taşımaktadır.

Katı Süspansiyonlarının (çamurların) akışkanlığına etki eden parametreleri 3 temel grupta toplayabiliriz (Dinger 2002):

- (i) Katı Özelliklerine bağlı parametreler (katı oranı, tane boyut dağılımı, katı yüzey alanı, tane şekli vb.),
- (ii) Ortama bağlı parametreler (Sıvı cinsi, sıcaklığı, viskozitesi vb.) ,
- (iii) Katı taneler arasındaki etkileşim (Elektrostatik ve sterik itme kuvvetleri, Vander walls çekme kuvvetleri) ki bu taneler arasındaki etkileşim, süspansiyonların veya çamurların hazırlanması sırasında kullanılan dispersant tipi ve miktarıyla yakından ilişkilidir.

Seramik döküm çamurlarının akışkanlığına (viskozite) çeşitli inorganik ve organik dispersantların etkisini irdelleyen birçok çalışma yapılmıştır (Yıldız 1998, Çakıroğlu 2003, Şakar- Deliormanlı ve Yayla 2004, Eygi 2005, Eygi ve Ateşok 2008, Singer 1963, Greenwood 1997, Marco 2009, Köseoğlu 1996). Ancak seramik çamurlarının dispersiyon şartlarının çamurun slip döküm davranışına ve ham ve pişmiş ürün özelliklerine etkisi hususunda daha az çalışmaya rastlanmakta olup, bunlardan kil çamuruyla ilgili olan sadece iki çalışma yapılmıştır (Kaya ve Yaman 1995, Eygi ve Ateşok 2008) diğerleri alumina (Tsetsekou et al. 2001, Burgos-Mentos and Moreno 2007), mullit (Burgos-Montes and Moreno 2007), mullit-zirkonya (Temoche et al. 2005), kordierit-mullit (Camerucci et al. 1998) ve kordiyerit esaslı cam seramik (Mei et al. 2003, Mei et al. 2001) gibi ileri seramik tozlarla ilgili çalışmaların daha fazla olduğu görülmektedir. Literatürde verilen bu çalışmalardan birebir bizim çalışma ile karşılaştırma yapabileceğimiz makalelerden elde edilen sonuçlar aşağıda detaylı olarak verilmiştir:

Kaya (1995), seramik çamurun hammadde bileşeni değiştirilmeden, yoğunluk ve deflokülant (sodyum silikat) miktarı değiştirilmiştir. Seramik çamurunun yoğunluğu düşürülerek, yoğunluk- viskozite, yoğunluk-tiksotropi ve yoğunluk-kalınlık alma, sodyum silikat miktarı artırılarak silikat-viskozite, silikat-tiksotropi ve silikat- kalınlık alma ilişkileri araştırılmıştır. Elde edilen sonuçlar ise, sodyum silikat miktarı arttıkça viskozitenin ve tiksotropinin azaldığı ve oluşan ürünün et kalınlığının azaldığı belirlenmiştir. Ayrıca aşırı sodyum silikat içerikli seramik çamurlarında sinterleme sonucu mikroyapıda boşluklar olduğu görülmüştür.

Eygi ve Ateşok (2008) ise çalışmalarında üç farklı ticari markalı ve farklı ülkelerden temin edilen ESK-410 (Ukrayna), CC-31 (İngiltere) ve K-2 (Bulgaristan) kaolen kullanmışlardır. Yapılan çalışmada her 3 kaolen çamuru için de polielektrolitlerin (polimerik dispersantların) viskoziteyi ve tiksotropiyi azaltmada ve ham ürün mukavemetini artırmada sodyum silikata göre daha etkin olduğu belirlenmiştir. Ancak her tip kaolen çamuru için en uygun dispersant ve dispersant miktarının birbirlerinden farklı olduğu ve şu şekilde gerçekleştiği tesbit edilmiştir (100 g kaolen için harcanan optimum dispersant miktarı olarak) ESK-410 için Dolapix SPC7 (0.65 ml), CC-31 için Aquatreat AR-602-N (Sodyum Poliakrilik asit esaslı) (0.45 ml) ve K-2 için Dolapix SPC-7 (0.70 ml). Ayrıca bu çalışmadan elde edilen diğer bir önemli sonuç da şudur; döküm hızı yani et kalınlığı alma hızı (casting rate) arttıkça ham ürün mukavemeti azalmakta olup, bunun sebebinin ise hızlı et kalınlığı alma nedeniyle paketlenmenin yeterince homojen ve sıkı olmaması ve buna bağlı olarak suların kuruma sırasında yapıyı hızla terk etmesi ve geride büyük poroziteler bırakması şeklinde izah edilmektedir.

Tsetsekou ve ark. (2001) farklı katı oranlarında ve farklı dispersantlar (Darvan C, Duramax D 3005, Dolapix CE64) varlığında % 80 katı oranında alumina çamurunun slip döküm davranışını incelemişler ve şu sonuçları almışlardır; polikarboksilik Dolapix CE64'ün stabilitesi yüksek çamur hazırlamada en uygun dispersant olduğunu ve bu dispersantla en düşük kalınlık alma hızı ve buna bağlı en yoğun paketlenme ve bunların tabi bir sonucu olarak en yüksek ham (green) ve pişmiş yoğunluk elde edildiğini belirtmişlerdir.

Mei ve ark. (2001) kordierit ve cam tozundan % 60 katı oranında hazırladıkları çamurun farklı dozajlarda Dolapix CE64 varlığında slip döküm davranışlarını incelemişler ve şu sonuçları elde etmişlerdir; dispersant dozajının çamur reolojisi üzerine çok önemli etki yaptığı ve düşük dozajda bingham türü akış sergileyen çamurun dozaj arttıkça newtonien türü akışa doğru kaydığını belirlemiştir. Ayrıca optimum (viskozitenin en düşük olduğu) dispersant dozajından sonra ortama daha fazla dispersant katıldığında çamurun shear thickening (zaman bağlı kalınlaşan) akış davranışı sergilediğini belirlemişlerdir. Ayrıca optimum değerden daha düşük ve daha yüksek dispersant

dozajlarının paketlenmeyi ve dolayısıyla (SEM görüntülerine göre) ham ürünün mikroyapısını olumsuz etkilediğini ve por miktarlarının fazla olduğunu belirlemişlerdir.

Şakar-Deliormanlı ve Yayla (2004) ise vitrifiye çamurunun (% 24 felspat, % 24 kuvars, % 35 kaolin ve % 25 bağlama kili) sodyum karbonat (NaCO_3) ve kalsiyum hidroksit [$\text{Ca}(\text{OH})_2$] ile slip döküm davranışına etkisi incelemişlerdir. İncelemeler sonucunda: Dispersant miktarının artmasının tiksotropi de önemli bir değişikliğe yol açmadığı ve tiksotropi (birinci viskozite-ikinci viskozite) değerinin 30-33 aralığında seyrettiğini belirlemişler ve bu sonuçlara bağlı olarak viskozite ile tiksotropi arasında anlamlı bir ilişki kurulamamıştır. Slip döküm işlemi sonucunda $\text{Ca}(\text{OH})_2$ katkılı numunelerin NaCO_3 katkılı numunelere göre, kuru ve pişmiş ürün mukavemetini daha çok artırdığını belirlemişlerdir. Ayrıca kalsiyum hidroksit ilavesiyle elde edilen bünyelerin sodyum karbonat ilavesiyle elde edilen bünyelere göre daha düşük su emmeye sahip olduklarını tespit etmişlerdir.

Bu çalışmada ise Eczacıbaşı Esan'dan temin edilen ESC-3 kili ile % 60 katı oranında çamur hazırlanmış ve bu çamurun akışkanlık davranışına sodyum silikat (Na_2SiO_3) ve polimer esaslı çeşitli dispersantların (Dolapix PC 67, Dolapix CE 64, Dolapix SPC7, Darvan CN ve Darvan A821) etkisi irdelenerek en uygun dispersant ve dispersant dozajı belirlenmiş ve daha sonra da 4 farklı dispersant dozajında çamur hazırlanmış ve bunların slip döküm davranışı ve ham/pişmiş ürün özellikleri irdelenmiştir.

2.GENEL BİLGİLER

2.1 Kil Mineralinin Tanımı ve Sınıflandırılması

Killer aslında demir, alkali (Na, K vb.) ve toprak alkali (Ca, Mg vb.) metaller gibi ana elementler içeren, hidrate alüminyum silikatlardır. Çok ince tane boyutuna sahip olup, su ile karıştırıldığında plastik özellik kazanırlar. Tüm kil mineralleri ikincil jeolojik orijinlidir; yani suyun bulunduğu bir çevrede alümina silikat kayaların bir alterasyon ürünü olarak oluşurlar (Kingery 1960).

Literatürde farklı tiplerde kil minerali sınıflandırılması yapılmış olup, bunlardan yaygın olarak kullanılan iki tanesi aşağıda verilmiştir.

Grim' e göre kil mineralleri şu şekilde sınıflandırılmıştır (Grim 1968):

1. Amorf olanlar: Allofon grubu

2. Kristal yapıda olanlar:

A. İki Tabakalı Olanlar: (1:1 yapıda yani bir silika tetrahedral ve 1 alümina oktahedral tabakadan oluşanlar)

A1. Eş boyutlu: Kaolinite grubu (Kaolinit, Dikit, Nakrit vb.)

A2. Bir yönde uzamış şekilli: Halloysit grubu

B. Üç Tabakalı Olanlar: (2:1 yapıda yani iki silika tetrahedral tabakası arasında bir alümina oktahedral tabakasından oluşanlar)

B1.Genişleyen yapıda olanlar:

i) Eş boyutlu montmorillonit grubu: Montmorillonit, Vermikülit.

ii) Bir yönde uzamış şekilde olanlar: Nontronit, Saponit, Hektorit vb.

B2. Genişlemeyen kristal yapıda olanlar: İllit grubu.

C. Düzenli, Karışık Tabakalı Olanlar: Klorit grubu.

D. Zincir Yapılı Olanlar: Attapulgit, Sepiolit, Poligorskit vb.

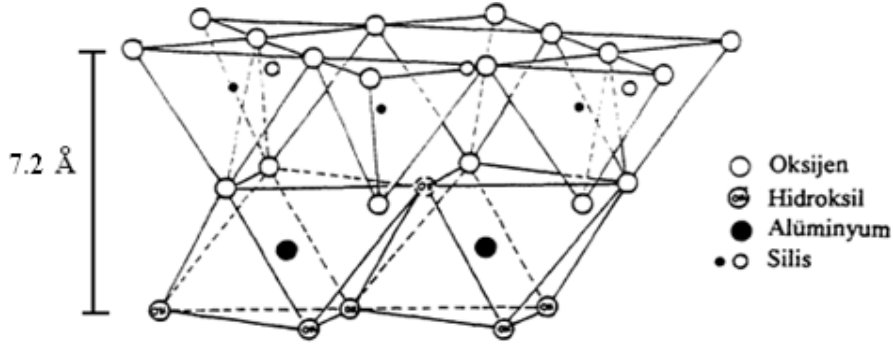
Van Olphen'e göre ise kil mineralleri şu şekilde sınıflandırılmaktadır ([Van Olphen 1977](#));

1. Kaolinitler (1:1 Tabakalı Killer)
2. Montmorillonitler (2:1 Tabakalı Şişen Killer)
3. İllitler (2:1 Tabakalı Şişmeyen Killer)
4. Atapulgit, Poligorskit (Zincir veya Fiber Yapıdaki Killer)
5. Karışık yapıdaki killer (Kloritler)

2.1.1 Van Olphen'a Göre Killerin Sınıflandırılması

1. Kaolinitler (1:1 Tabakalı Killer)

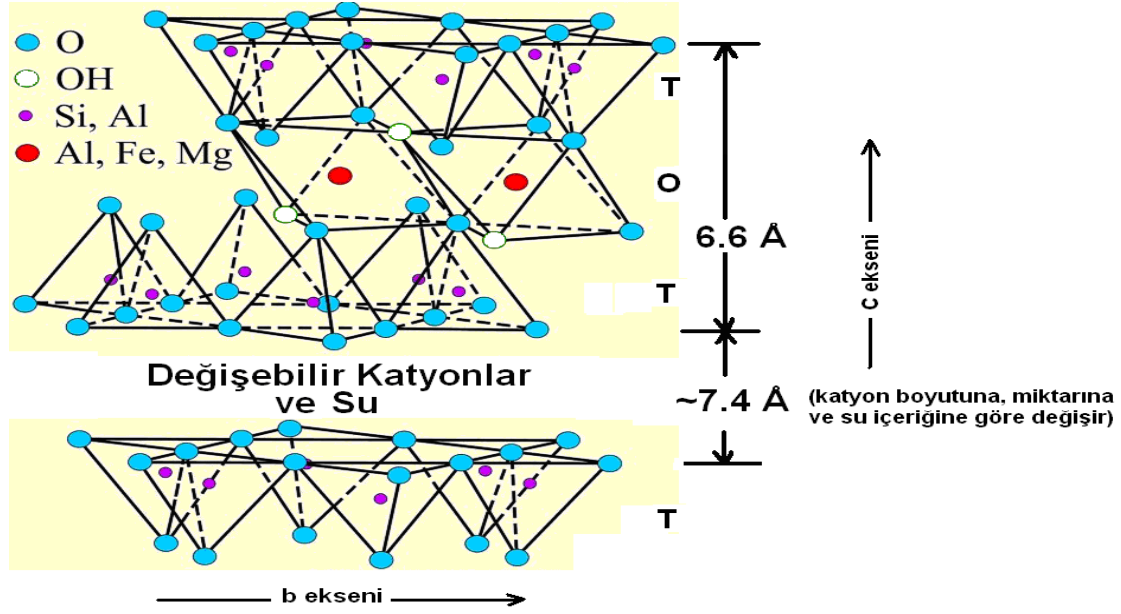
Tabakalı kil minerallerinden olan kaolinit, Şekil 2.1'de görüldüğü gibi bir alüminyum oktahedral (O) tabaka ve bir tetrahedral (T) tabakadan oluşan temel birime (T-O) sahiptir ve bu temel birim tekrarlanarak kaolinit meydana gelir. Kaolinitin en temel özelliği ise temel birimler arasında kuvvetli hidrojen bağının olması ve bu hidrojen bağlarından dolayı partiküllerin sıkı paketlenmesidir. Kaolen tanelerinin yüzey yükleri genelde tüm pH değerlerinde negatif iken kenar yükleri pH'ya bağlı değişerek; asidik pH'larda pozitif, bazik pH'larda ise negatif olmaktadır. Bu durum yüksek valanslı (mesela Al^{3+}) iyonlar ile düşük valanslı (mesela Mg^{2+}) iyonların yer değiştirmesinden kaynaklanmaktadır. Fakat katyon değiştirme kapasitesi izomorfik değişimden ziyade genellikle bağ kırılmaları sonucu yüzeye adsorplanan katyonlardan kaynaklanmaktadır. Bundan dolayı montmorillonit tipi killere göre katyon değiştirme kapasitesi daha düşüktür ([Van Olphen 1977](#)).



Şekil 2.1 Kaolinitin birim hücre yapısı (Grim 1968).

2.Montmorillonitler (2:1 Tabakalı Şişen Killer)

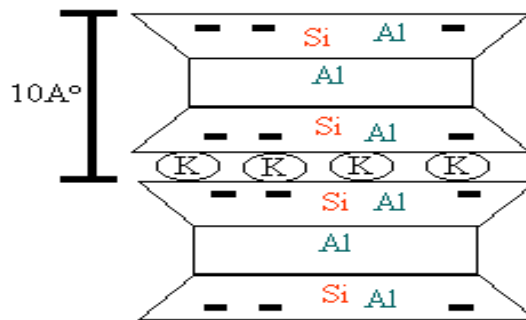
Tabakalı kil minerallerinden olan montmorillonit, Şekil 2.2' de görüldüğü gibi iki alüminyum oktahedral (O) tabaka ve aralarında bir silisyum tetrahedral (T) tabakasından oluşan temel birime (T-O-T) sahiptir ve bu temel birim tekrarlanarak montmorillonit meydana gelir. Bu temel birimler arasında yaklaşık 0.1-1 nm (1-10 Å) boşluk vardır ve bu boşlukta su molekülleriyle beraber değişebilir katyonlar (Ca^{2+} , Na^+ vb.) yer alır (Grim 1968). Tabakalar arası bu mesafe katyon tipine, miktarına ve su miktarına göre değişir. Montmorillonitin en temel özelliği şişebilir olmasıdır ve tabakalar arasına iyon değiştirme mekanizmasıyla organik ve inorganik katyonların girebilmesidir. Ayrıca diğer killerde olduğu gibi montmorillonit su içerisinde aşırı asidik ortamlar hariç her zaman negatif yüzey yüküne sahiptir. Bu durum jeolojik oluşum sırasında yüksek valanslı (mesela Al^{3+}) iyonlar ile düşük valanslı (mesela Mg^{2+}) iyonların yer değiştirmesinden kaynaklanmaktadır. Bu yer değiştirme nedeniyle tabaka yüzeyleri daima negatif yük taşır ve bu pH'ya bağımlı değildir. Ancak tabaka kenar yüzeyleri pH'ya bağlı yüzey yüküne sahip olup, yaklaşık olarak pH 7'den yukarıda kenar negatif, bunun altında ise pozitifdir (Çelik, 2004). Yani montmorillonit ve genel manada tabakalı killer ikili yük karakterine sahiptir. Tabaka kenarı pozitif bir EÇT (Elektriksel Çift Tabaka) yapısına sahipken, tabaka yüzeyi negatif EÇT yapısına sahiptir. Gerek yüzey yükünün kompleksliği ve gerekse yüksek katyon değiştirme kapasitesi nedeniyle montmorillonit su içerisinde hem anyonik ve hem de katyonik molekülleri adsorplama kabiliyetine sahiptir ve bu sayede özellikle sudan kirleticilerin giderimi konusunda doğal bir adsorbent özelliğindedir (Crini 2006).



Şekil 2.2. Montmorillonitin kristal yapısı (Grim 1968'den modifiye edilerek alınmıştır).

3.İllitler (2:1 Tabakalı Şişmeyen Killer)

İllitler, montmorillonitlere benzer yapıya sahip 2:1 tabakalı kil mineralidir (Şekil2.3). Tetrahedral tabakada Si^{+4} 'un Al^{+3} ile yer değiştirmesi baskın karakterde olduğundan dolayı toplam izomorfik yer değiştirme miktarı montmorillonitlerden fazladır. Genellikle tabakalar arasında potasyum iyonları vardır ve birim sıkıca bağladığından kafes yapısı genişlemez. Bu durumdan dolayı montmorillonitlerde olduğu gibi tabakalar arası değişim için kasyonlar mevcut değildir. Böylece yığının sadece dış yüzeylerinde kasyon değiştirme kapasitesi (KDK) vardır.



Şekil 2.3 İllit yapısı (İnt. Kay.).

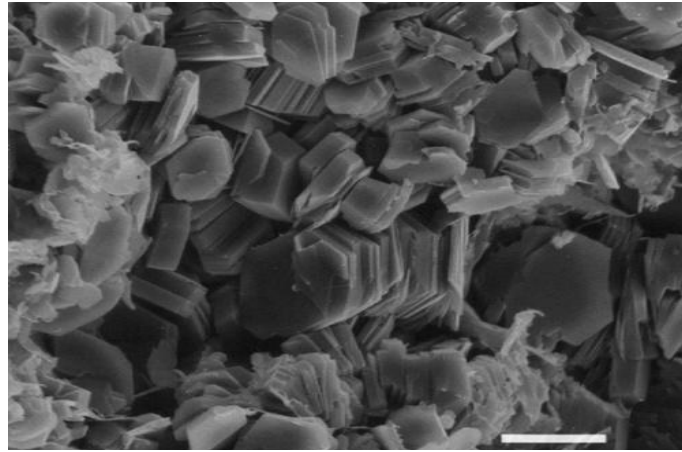
4. Atapulgit, Poligorskit (Zincir veya Fiber Yapıdaki Killer)

Atapulgit bir sulu magnezyum silikattır ve başlıca bileşeni adsorban killerdir. Birim hücre içerisinde su molekülleri ve değişebilir katyonların yerleştiği çok dar kanallara sahiptir. Bu kanallar değişimli silika tetrahedral çiftlerinin değişmesi ile meydana gelir. Atapulgitler, uzun, iğnemsî yapıda kristalleşirler ([Van Olphen 1977](#)).

5. Karışık yapıdaki killer (Kloritler)

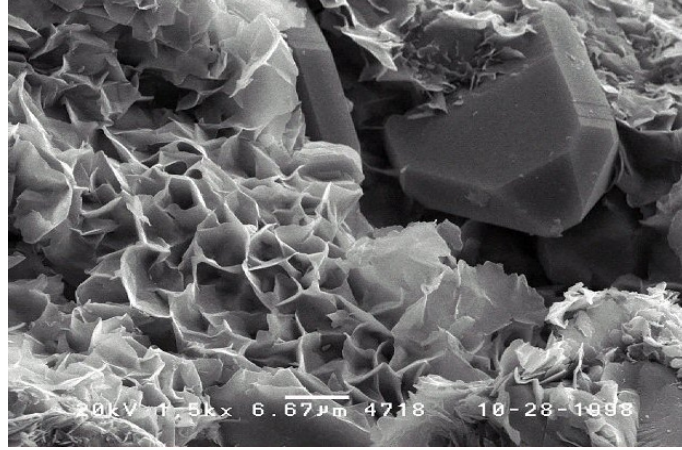
Yapısal olarak 2:1 tabakalı killere benzer kil mineralleridir. Bu minerallerde tabakalar arasındaki yük dengeleyici katyonlar bir oktahedral magnezyum hidroksil tabaka ile yer değiştirir. Bu hidroksil tabakadaki, Mg^{+2} ile Al^{+3} yer değiştirmesinden dolayı bu tabaka net bir pozitif yük taşır. Kloritlerin katyon değiştirme kapasitesinin oldukça düşüktür ([Grim 1968](#)).

Literatürden alınan kil mineralinin mikroyapı görüntüleri Şekil 2.4, Şekil 2.5, Şekil 2.6 ve Şekil 2.7’de gösterilmektedir.



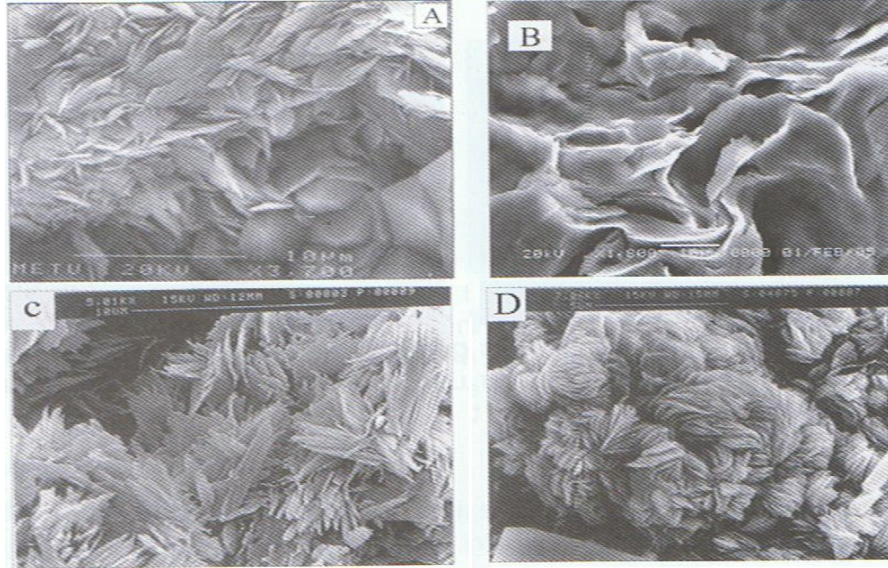
Şekil 2.4 Literatürden alınan kaolin grubu kil mineralinin SEM görüntüsü ([Karakaya 2006](#)).

Şekil 2.4 X ışınları ve elektron mikroskobu ile yapılan incelemelerde kaolin grubu kil minerallerinin, düzenli hegzagonal şekilli, iri kristaller şeklinde olduğunu göstermektedir. Fakat belirgin olmayan oldukça küçük kristaller şeklinde de görülebilir.



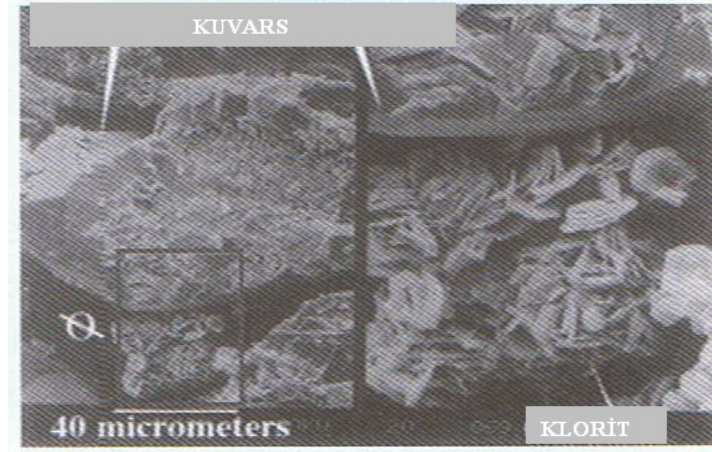
Şekil 2.5 Montmorillonit grubu kil mineralinin SEM görüntüsü (Karakaya 2006).

Şekil 2.5’de Montmorillonit grubu kil minerallerinin, bal peteği, mısır gevreği, yaprağımsı ve rozetimsi görünüme sahip olduğunu göstermektedir.



Şekil 2.6 İllit grubu kil mineralinin SEM görüntüsü (Karakaya 2006).

Şekil 2.6’da illit grubu kil mineralleri, plakamsı özelliğe sahiptir. Bu plakamsı yapıların merkezi bir kuvars tanesini çevrelemektedir. İnce illitler ise plakaların kenarlarında kıvrılma özelliği gösterir. Ayrıca illit minerali gözenekli yapılarda yumağımsı, pıhtımsı görünümde olmaktadır.

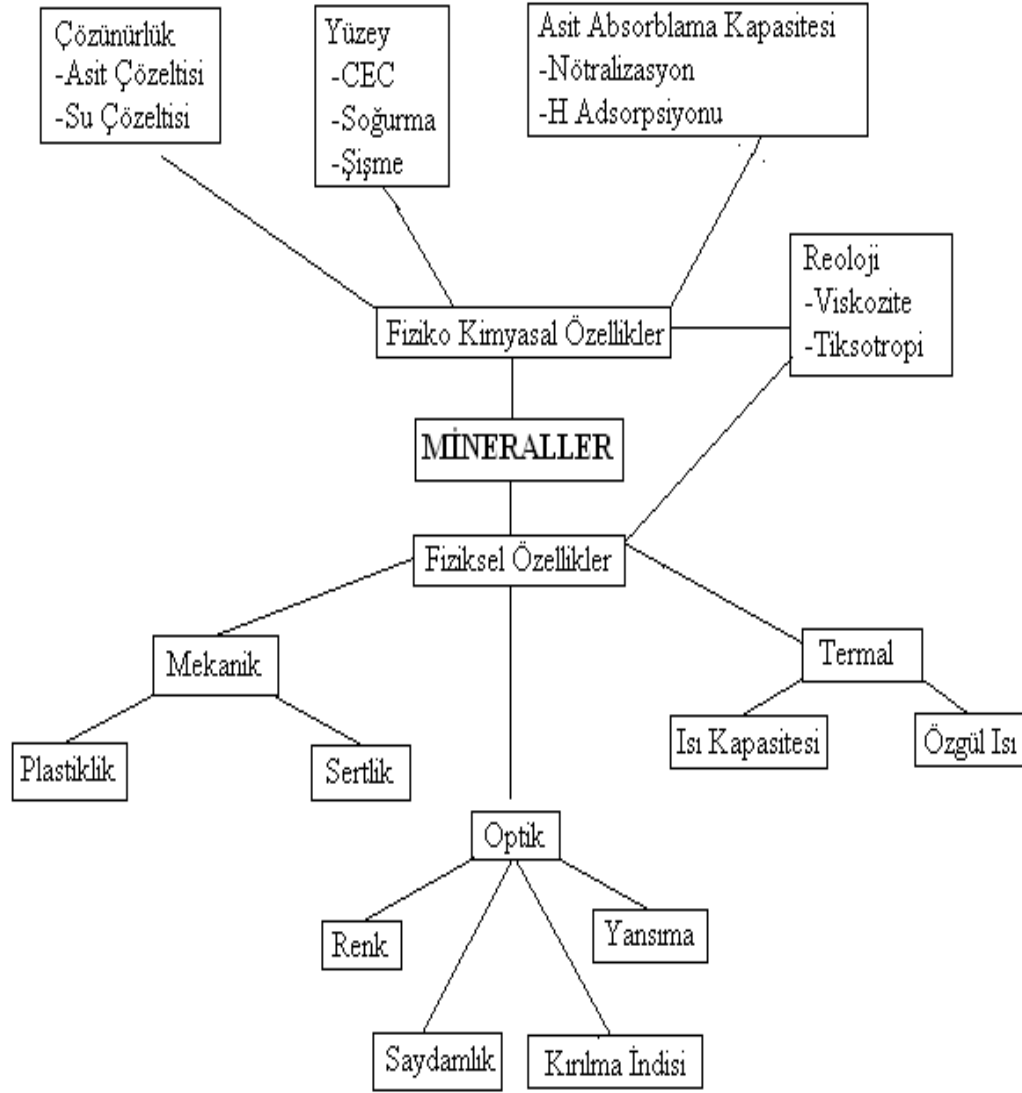


Şekil 2.7 Klorit grubu kil mineralinin SEM görüntüsü ([Karakaya 2006](#)).

Şekil 2.7’de klorit grubu kil minerallerinin hafif kıvrımlı, bıçağa benzer kristaller şeklinde olduğu görülmektedir ([Karakaya 2006](#)).

2.1.2 Kil Minerallerinin Özellikleri

Kil ve kil olmayan minerallerin genel özellikleri toplu halde aşağıdaki diyagramda (Şekil 2.8) gösterilmiştir. Minerallerin yüzey özellikleri, çözünürlükleri ve asit absorblama kapasiteleri fizikokimyasal özelliklerini oluştururken mekanik, termal ve optik özellikleri ise kimyasal özelliklerini oluşturmaktadır. Kil minerallerinin en önemli konusu olan reoloji ise hem fizikokimyasal hem de kimyasal özellikleri kapsamaktadır.



Şekil 2.8 Minerallerin özellikleri (Carretero and Pozo 2009).

2.1.2.1 Fiziksel ve Kimyasal Özellikleri

Kil mineralinin fiziksel ve kimyasal özelliklerinin belirlenmesi onların endüstride kullanım alanlarını doğrudan etkilemektedir. Kil minerallerinin bünyelerinde bulunan Al_2O_3 , SiO_2 , Fe_2O_3 , TiO_2 , CaO , MgO , K_2O , Na_2O ve ateş kaybı yüzdeleri kilin kimyasal özelliklerini oluşturmaktadır. Buna bağlı olarak minerallerin plastisite, su emme, kırılmaya karşı mukavemet, refrakterlik, kuruma (hacim küçülmesi), camlaşma ve renk gibi fiziksel özelliklerini belirlemektedir. Kil minerallerinde Al_2O_3 oranı % 20

ile % 40 arasında değişmektedir. Al_2O_3 kilin plastiklik özelliğini azalttığından bu oran seramikte kullanılan killerde düşük miktarda, refrakter de kullanılan killerde ise yüksek miktarda olması istenir. Demir, killerde pişme rengini koyulaştırmakta ve ateşe karşı dayanımını azaltmaktadır. Bu yüzden seramikte kullanılan killerde % 1'in altında, diğer kullanım alanlarında ise % 3'ün altında olması istenmektedir. Killerde alkali oksitlerin oranı ise ateşe dayanımı azalttığından ve pres filitrelerde süzülme işlemini zorlaştırdığından % 1'in altında olması gerekir (Kibici 2002, Eygi 2005, Çakıroğlu 2003).

2.1.2.2 Kolloidal Özellikleri

Kil minerali yüzey yükü ve değişebilir katyonlarının varlığı ile sulu ortamda kolloidal bir yapı sergiler. Kil mineralinin yüzeyinde iki türlü yük vardır: Biri mineral yüzeyinde daha düşük yüklü katyonun yerine daha yüksek yüklü katyonun yer değiştirmesinden doğar. Genel olarak tetrahedral yapıda Si^{+4} , Al^{+3} ile yer değiştirmesi ve oktahedral yapıda Al^{+3} , Mg^{+2} ile yer değiştirmesiyle negatif yük oluşur. Diğeri ise bu oktahedral ve tetrahedral yapılar bir araya geldiğinde de elektriksel olarak nötr veya negatif olabilirler. Elektriksel nötrlük ise oktahedral yapının 2/3'sinde R^{+3} katyonları doldurmuşsa ya da oktahedral katyonların tamamı R^{+2} katyonları ile oluşturulmuşsa ve yapının boşlukları Si^{+4} katyonu ile doldurulmuşsa oluşmaktadır (Karakaya 2006). Kil mineralleri bazı katyon ve anyon absorbe ederek iyon değişimi meydana getirebilir. İyon değiştirme miktarı mili equivalent (meq)/100 gr ölçüsü ile ifade edilir. Kil minerallerinin en çok değişim yapabildiği katyonlar çoktan aza doğru şu şekilde sıralanmaktadır: Ca^{+2} , Mg^{+2} , H^+ , NH_4^+ ve Na^+ 'dır. Tabakaları arasında değişebilir katyon olan Na^+ içeren bir kil CaCl_2 çözeltisiyle işleme tabi tutulmasıyla çözeltideki Ca^{+2} iyonu 2Na^+ iyonu ile yer değiştirir. Ca^{+2} iyonu tabakalar arasına girerken Na^+ çözeltiye geçer ve bu olaya katyon değiştirme denir (Grim 1968, Karakaya 2006, Çakıroğlu 2003). Bazı kil mineralinin katyon değiştirme kapasiteleri ise Çizelge 2.1'de verilmiştir.

Çizelge 2.1.Kil minerallerinin katyon deęiřtirme kapasiteleri (Ersoy 2000).

Kristal Yapı řekli	Mineral	Katyon Deęiřtirme Kapasitesi (meq/100gr)
Tek Tabakalı	Kaolinit	3-15
	Halloysit	5-10
		40
Çift Tabakalı (řiřmeyen)	Muskovit (mika)	10
	İllit (sulu mika)	10-40
	Sepiyolit	17
	Profillit	4
	Talk	1
Çift Tabakalı (řiřen)	Montmorillonit	70-100
	Vermikülit	100-150
	Nontrit	57-64
	Saponit	69-81
Üç Boyutlu (Yoęun Ağ Yapılı)	Ortoklaz (Feldspat)	2
	Kuvars	5

2.2. Kolloidal Süspansiyonların Stabilitesi ve Reolojisi

2.2.1 Stabilizasyon Mekanizmaları

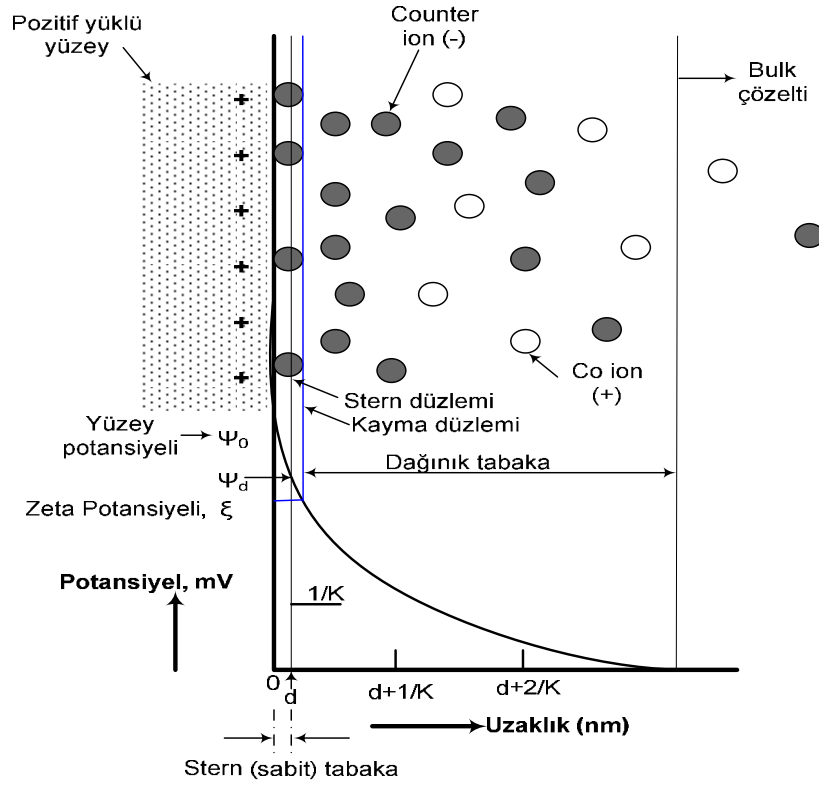
Stabilite bir kolloidal sistemde (mesela bir kil-su süspansiyonunda) katı tanelerin, sıvı içerisinde çökmeden askıda kalabilme kabiliyetidir (Van Olphen 1977). Bir süspansiyondaki kolloidal taneler kümeleşip çökelmeden askıda kalabiliyorsa bu tür süspansiyonlara stabil süspansiyonlar, eęer kümeleşip çökelme oluyorsa bunlara da unstabil süspansiyonlar denir.

Kolloidal süspansiyonların stabilizasyonunu sağlayan mekanizmalar şu üç mekanizmadan (itme kuvvetlerinden) biri veya birkaçı ile gerçekleşir (Hunter 1981, Hiemenz 1986, Greenwood 2003, Çelik ve Ersoy 2004).

1. Elektrostatik (Elektriksel çift tabaka) itme kuvvetleriyle gerçekleşen Elektrostatik Stabilizasyon,
2. Sterik itme kuvvetleriyle gerçekleşen Sterik Stabilizasyon,
3. Hidrasyon (veya Solvasyon) kuvvetleriyle gerçekleşen stabilizasyon.

2.2.1.1 Elektrostatik (Elektriksel çift tabaka) itme kuvvetleriyle gerçekleşen Elektrostatik Stabilizasyon

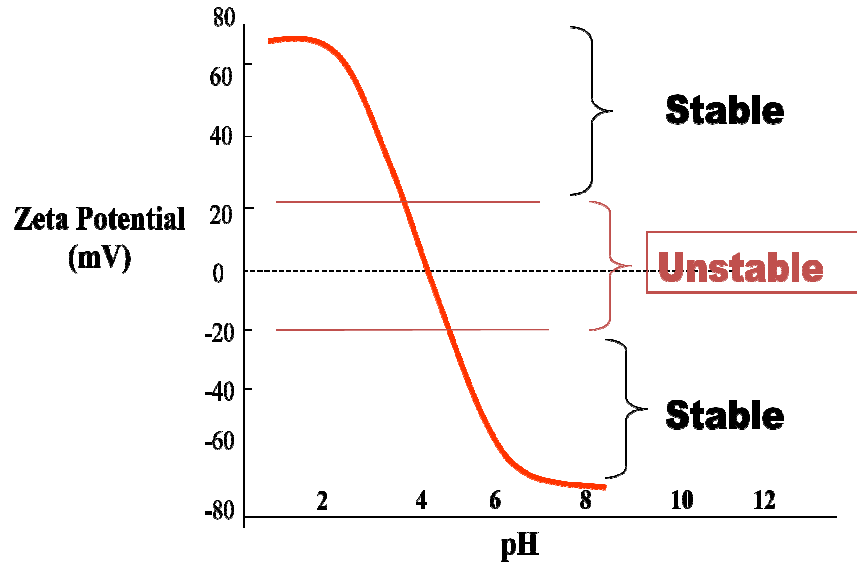
Aynı yüzey yüküne sahip taneler arasındaki itme kuvvetleridir ve elektriksel çift tabaka itme kuvvetleri olarak da bilinirler. Örneğin; Pozitif yüzey yüküne sahip bir mineral tanesi, içerisinde elektrolitlerin (anyon ve katyonların) bulunduğu bir çözelti içerisine atıldığında tane ile etrafındaki iyonlar arasında Şekil 2.9’da gösterilen bir yapı oluşur (Riddick 1968, Hunter 1981, Israelachvili 1992). Yani yüzeye zıt (eksi) yüklü iyonlar (counter-ion) kulomb kanunu gereği hemen tane yüzeyine doğru çekilirken, aynı (artı) yüklü iyonlar (co-ion) ise tane yüzeyinden uzaklaşırlar ve sonuçta pozitif yüklü tane yüzeyi (1.tabaka), yüzeye sıkı bağlı iyonların oluşturduğu sabit (stern) tabaka (2.tabaka) ve yüzeye zayıf bağlı iyonların bulunduğu difüze yani dağınık tabaka (3.tabaka)’dan meydana gelen 3 tabakalı bir yapı oluşur. Fakat literatürde genelde üç tabaka yerine tane yüzeyindeki tabaka ile dağınık tabakaya atfen bu yapıya elektriksel çift tabaka (EÇT) adı verilir. Şekil 1 net pozitif yüke sahip bir mineral tanesinin elektrolit içeren bir çözelti içerisindeki EÇT yapısını, tane yüzeyinden uzaklaştıkça yüzey potansiyelindeki değişimi ve buna bağlı olarak da zeta potansiyelini göstermektedir.



Şekil 2.9 Pozitif yüklü bir mineral tanesinin elektrolit içeren çözelti içerisindeki EÇT yapısı, tane yüzeyinden uzaklaştıkça potansiyel eğrisindeki değişim ve buna bağlı zeta potansiyeli (Çelik ve Ersoy 2004).

Zeta Potansiyel (ξ) organik (polimer, latex vb.) ve/veya inorganik partiküllerin (amorf katılar veya mineraller) herhangi bir sıvı içerisinde sıfır yük noktası (SYN), elektriksel çift tabaka (EÇT) yapısı, EÇT kalınlığı ($1/K$), potansiyel tayin edici iyonlar, etkisiz iyonlar ve spesifik adsorplanmış iyonlar gibi elektrokinetik özellikleri madencilik, eczacılık, çevre, seramik, gıda, boya, kozmetik ve hatta tıp gibi çok farklı alanlarda karşılaşılan temel elektrokinetik parametrelerdir. Çevre, Madencilik, Seramik, Gıda, Boya, Kimya, Kozmetik, Eczacılık gibi çok değişik alanlarda vuku bulan adsorpsiyon, desorpsiyon, koagülasyon, flokülasyon, flotasyon vb. birçok fiziksel ve kimyasal etkileşimlerin izahatında kullanılan çok önemli bir argümandır. Özellikle iyonik yapıdaki moleküllerin bir yüzeye veya katı/sıvı arayüzüne adsorplanma mekanizmasının açıklanmasında zeta potansiyel verileri faydalı bilgiler vermektedir. Yine özellikle koloidal süspansiyonlarının stabilitesinin kontrolünde doğrudan zeta

potansiyel verilerinden faydalanılmaktadır. Tek tür mineralden oluşan bir katı/su süspansiyonunda, tanelerin zeta potansiyeli arttıkça süspansiyonun stabilitesi de artmaktadır ki bu durum Şekil 2.10'da temsili olarak verilmiştir (Riddick 1968, Watanable 1984, Johnson et al 2000, Hiemenz 1986, Hunter 1981, Gregory, 1989, Israelachvili 1992).



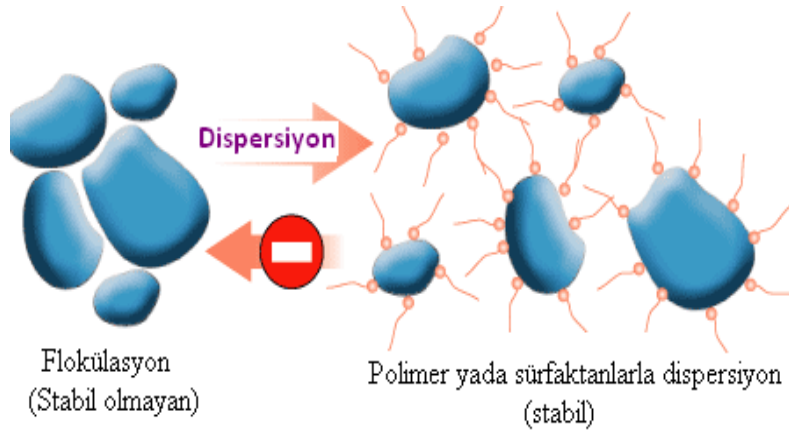
Şekil 2.10 Kolloidal tanelerin elektrostatik stabilizasyonu (Ersoy 2006).

Şekil 2.10'da görüldüğü üzere suda dispers olmuş patiküller +20 mV ile -20 mV arasında bir ZP değerine sahipse stabil değildir. Eğer bu partiküllerin zeta potansiyel değeri -20 mV'dan daha negatif veya +20 mV'dan daha pozitif değerde ise partiküller stabildir ve dispersiyon stabil olarak değişmeden kalmalıdır.

2.2.1.2 Sterik itme kuvvetleriyle gerçekleşen sterik stabilizasyon

Sterik itme kuvvetleri genellikle tane yüzeyine adsorplanmış noniyonik sürfaktanlar yada nisbeten kısa hidrokarbon zincir uzunluğuna (>10.000 g/mol) sahip polimerler varlığında gerçekleşen itme kuvvetidir (Greenwood 2003, Lagaly and Ziesmer 2003). Polimer molekülleri tanelerin yüzeyine adsorplanarak bu tanelerin geometrik olarak birbirleriyle temasını engellemekte ve buna sterik stabilizasyon denilmektedir (Şekil 2.11).

Taneler arasında sterik itmenin gerçekleşebilmesi için yüzeyleri polimerle kaplanmış iki tane arasındaki mesafe, polimerin zincir uzunluğunun 2 katından daha az olduğunda bu sterik kuvvetlerin rolü sistemde ön plana çıkmakta ve süspansiyonu stabil tutmaktadır (Johnson 2000, Dinger 2002, Greenwood 1997). Şartlara bağlı olarak stabiliteyi sağlamada, sterik kuvvetler elektrostatik kuvvetlerden daha önemli hale gelebilmektedir. Slip döküm çamurlarının hazırlanmasında kullanılan polimer esaslı Dolapix, Darvan vb ticari isimli anyonik dispersantlar hem sterik ve hem de elektrostatik stabilizasyonu sağlayabilmektedirler (Greenwood 2003, Dinger 2002, Van Olphen 1977).



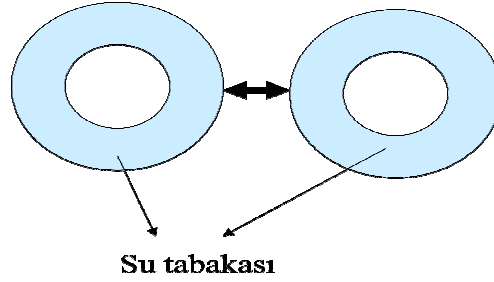
Şekil 2.11 Sterik itme kuvvetleriyle gerçekleşen sterik stabilizasyon (Ersoy 2006).

Polimerlerin diğer etkisi ise zincir uzunluklarıdır. Genellikle taneciklerin defloküle olması için ortalama spesifik bir zincir uzunluğu gerektirir (yaklaşık 10.000 mol/g'dan daha düşük) (Dinger 2002, Van Olphen 1977).

2.2.1.3 Hidrasyon (veya Solvasyon) kuvvetleriyle gerçekleşen stabilizasyon

Özellikle hidrofilik karakterli tane yüzeylerinin su (veya sıvı) tabakası ile kaplanması neticesinde katı tanelerin tam olarak birbirleriyle teması engellenmektedir (Şekil 2.12). Bilindiği üzere kil tabakaları arasındaki sodyum, kalsiyum, magnezyum gibi metal iyonları yüksek hidrasyon enerjisine sahiptirler ve dolayısıyla killerin su sever özeliği de esasen bunlardan kaynaklanmaktadır (Van Olphen 1977, Grim 1968). Kil mineralleri

şartlara göre 5-6 kat su tabakası ile kaplı olabilir (Grim 1968). Literatüre göre elektrostatik kuvvetler DLVO itme kuvvetleri içerisinde yer almakta olup, hesaplanabilir bir kuvvettir. Sterik kuvvetler ve hidrasyon kuvvetleri non-DLVO kuvvetler olarak bilinmekte ve rakamsal olarak hesaplanabilmesi oldukça zor olan kompleks kuvvetlerdir (Çelik ve Ersoy 2004, Gregory 1989, Israelachvili 1992).



Şekil 2.12 Hidrasyon (veya Solvasyon) kuvvetleriyle gerçekleşen stabilizasyon (Ersoy 2006).

2.2.2 Reolojisi

Reoloji, maddenin deformasyonunu ve akışkanlığını inceleyen bilim dalıdır. Reoloji kayma oranının ve zamanın bir fonksiyonu olarak süspansiyonların ve sıvıların viskoz davranışlarının bir çalışmasıdır. İlk kez Profesör Bingham tarafından ortaya atılmış ve 1929 yılında Amerikan Reoloji Birliği tarafından bu şekilde kabul edilmiştir. Boya, seramik çamuru, plastik, kauçuk, yağ ve asfalt gibi çok çeşitli malzemelerle, birbirinden çok farklı alanlarda reoloji çalışmaları yapılmaktadır (Barnes et al 1989). Reoloji ile ilgili aşağıdaki bilgilerin çoğunluğu Barnes ve ark. (1989)'nın ve Dinger (2002)'in çalışmasından derlenerek alınmıştır.

2.2.2.1 Sıvıların ve Süspansiyonların Akışkanlık Eğrileri

Sıvıların reolojisi incelendiğinde, bir akışkanın düşük ve orta dereceli hızlardaki akışı bir deste oyun kağıdının birbiri üzerinden kayarak dağılması hareketine benzetilebilir.

Akışkanın sonsuz küçük Δy kalınlığında birbiri üzerinde kayabilen tabakalardan oluşmuş gibi düşünülebilir ve hız bileşenlerinde herhangi bir değişikliğin görülmediği akış lineer akış olarak tanımlanır. Akışkanlar Newtonien ve non-Newtonien olmak üzere 2'ye ayrılmıştır.

A.Newtonien Türü Akış: Newtonien akışkanlar, kayma gerilimi (τ) ile kayma hızı (γ) arasında sabit bir orantının (η) olduğu akışkanlardır. Bu tür akışkanlar, sabit sıcaklık ve sabit basınç altında şu özelliklere sahiptir;

- Basit kayma akışı altında oluşan gerilim, iki normal gerilim farkının sıfır olduğu kayma gerilimidir.
- Viskozite kayma hızı ile değişmez.
- Kayma işlemi devam ederken viskozite sabittir ve sıvıdaki gerilim, kayma işleminin kesilmesi durumunda hemen sıfıra iner. Ölçümün bir zaman aralığından sonra tekrarlanması durumunda yine aynı değer bulunur; viskozite zamanla değişmez.
- Farklı deformasyon durumlarında ölçülen viskozite değerleri, daima basit bir şekilde birbiriyle orantılıdır.

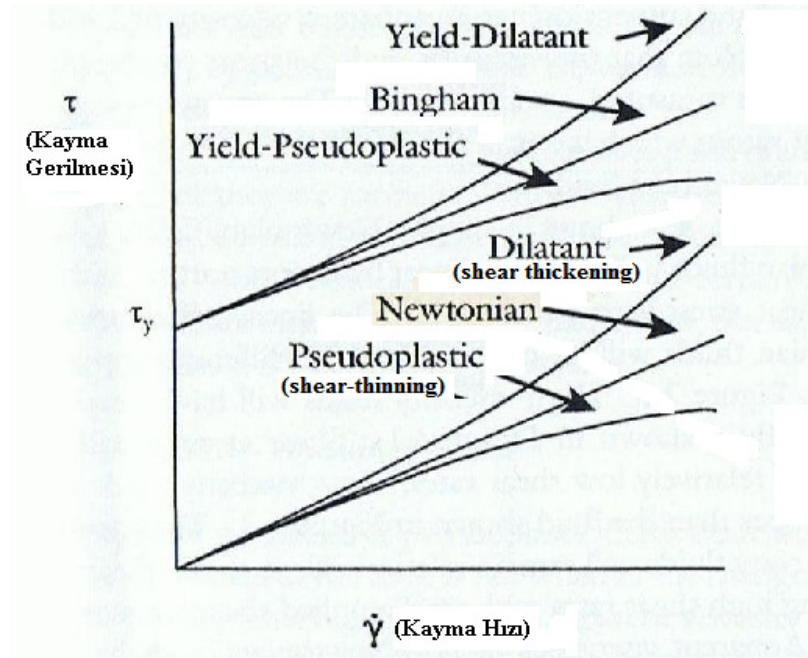
Bu tür akışkanlara saf su ve gliserin örnek olarak verilebilir.

B.non-Newtonien Türü Akış: Viskozite ölçüm tekniklerinin gelişmesiyle, kayma hızının viskoziteye etkisi daha ayrıntılı bir şekilde incelenme imkanı bulmuş ve dispersiyon, emülsiyon ve polimer çözeltileri gibi birçok malzemenin newtonien davranıştan saptıkları; dolayısıyla, kayma gerilimi ve kayma hızı arasındaki lineer ilişkinin bozulduğu görülmüştür ([Barnes 1989](#)). Buna göre; kayma gerilmesi ve kayma hızı arasındaki ilişkiye bağlı olarak çeşitli akış davranışları ve kavramları ortaya atılmıştır (Şekil 2.13).

- 1) Psödoplastik Akış: Artan kayma hızı ile birlikte viskozitede azalma eğilimi gösteren maddelere “psödoplastik” yani sahte plastik akış veya “kayma incilmesi”, “incelen akış” (shear thinning) davranımı gösteren maddeler adı verilmektedir. En çok

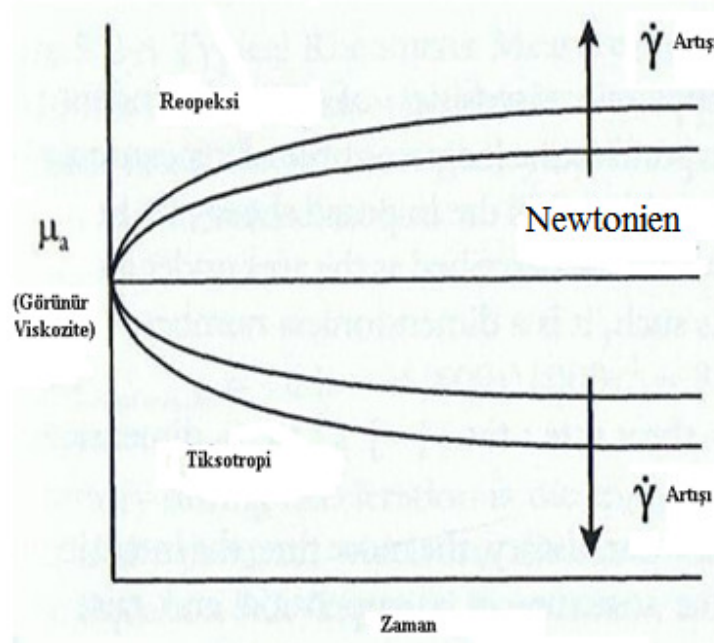
rastlanan Newtonien olmayan akış çeşididir. Boyalar, emülsiyonlar, dispersiyonlar ve polimerik çözeltiler örnek verilebilir.

- 2) Dilatant Akış: Psödoplastik akış davranışının tersi bir davranış söz konusudur. Kayma hızının artmasıyla viskozitede artış görülür. Literatürde, “yoğunlaşan akış” veya “kalınlaşan akış” (shear-thickening) terimleri de kullanılabilmektedir. Örneğin; vinil reçine pastaları, kum-su karışımları vb.
- 3) İdeal (Bingham) Plastik Akış: Bu tip akışlarda $\eta=1$ 'dir ancak belli bir kayma gerilme değerine ulaşıldığında akış başlar. Bu değer akma gerilme değeri olarak adlandırılır ve bu değerden sonra kayma gerilimi ile kayma hızı arasındaki oran lineer olarak değişir ve orantı sabiti plastik viskozite olarak adlandırılır.
- 4) Plastik Akış: Bingham tipi akışa benzer farkı ise lineer olmayan bir kısmının da olmasıdır. Belli bir kayma değerinden sonra lineer olmayan bir şekilde artış başlar ve bir kritik kayma gerilme değerinden sonra eğri lineerleşmektedir.



Şekil 2.13 Zamandan bağımsız Newtonien ve non Newtonien (Newtonien olmayan) akışkanlık eğrileri (Dinger 2002).

C.Zamana Bağlı Akışkanlar: Uygulanan bir kuvvet altında (karıştırma, pompalama, çalkalama vb) veya kayma gerilimi ile viskozitenin zamanla düzenli bir şekilde azalma gösterdiği ve kuvvetin kaldırılması durumunda yapının tekrar eski haline geldiği akış türüne tiksotropi denilmektedir (Dinger 2002). Başka bir ifadeyle, süspansiyondaki katı tanelerin çökmeye karşı gösterdikleri direncin, süspansiyonun hareketlenmesiyle azalıp, durgun halde iken artması olarak da ifade edilebilir. Bunun tam tersi durumuna yani, gerilim altında viskozitenin zamanla düzenli olarak arttığı ve yapının tekrar eski haline geldiği akış türüne de “Reopeksi” veya “anti-tiksotropi” denir. Bu akış davranışı Şekil 2.14’de gösterilmektedir.



Şekil 2.14 Sabit kayma hızında ölçülen zamana bağlı akışkanlık eğrileri (Dinger 2002).

Süspansiyonların reolojisi ise, düşük kayma hızlarında Newtoniyen davranış, daha sonra psödoplastik ve tekrar bir Newtoniyen bölge oluşmaktadır. Bazı durumlarda ilk Newtoniyen bölgede, düşük kayma hızlarındaki viskozite çok yüksek olmaktadır dolayısıyla burada bir akma gerilimi oluşmaktadır (Eygi 2005, Çakıroğlu 2003). Bu tür davranışlar en fazla boyalarda olmak üzere mayonez, mürekkep, ve kil

süspansiyonlarında görülebilir. Bu süspansiyonların reolojisine etki eden faktörler ise aşağıdaki bölümlerde anlatılmaktadır.

2.2.2.2 Viskozite

En açık ifadeyle viskozite bir akışkanın akmaya karşı gösterdiği dirençdir. Bilimsel anlamdaki ifadesi ise aşağıdaki denklemden de anlaşılabilceği gibi belli deneysel şartlar altında akışkan üzerine uygulanan bir kayma hızında (γ) ölçülen kayma gerilimini (τ) ifade eder, yani matematiksel olarak ölçülen şartlar altında kayma geriliminin kayma hızına oranıdır (Dinger 2002). Bu tanım aynı zamanda dinamik viskozite tanımıdır.

$$\mu = \frac{\tau_s}{\gamma} \quad (1)$$

Buradaki μ sabiti, “viskozite sabiti”, “viskozite” veya “dinamik viskozite” olarak bilinir ve birimi Pascal.second (Pa.s) yani Poiss’dir (Hackley and Ferraris 2001). Su ve gazların çoğu Newton yasasına uyarlar ve Newtonien akışkanlar olarak adlandırılırlar. Kil-su koloidal süspansiyonlar gibi non-Newtonien akış gösteren sistemlerde ise, basit lineer ilişki çok daha karmaşık bir hal alır. Kinematik viskozite ise elde edilen viskozite değerinin akışkanın yoğunluğuna (ρ) oranıdır:

$$\nu = \frac{\mu}{\rho} \quad (2)$$

olarak ifade edilir. Dinamik viskozite ölçümü, akışkanın veya süspansiyonun bir kap içerisinde sabit halde tutulup bir metalik çubuğun (genellikle bir silindir veya konik) bu süspansiyon içerisinde döndürülmesi prensibiyle ölçülür. Kinematik viskozite ise akışkanın bizzat kendisinin hareket ettirilmesi bir delikten akıtılması veya bir kılcal çatlaktan yukarı hareketi prensibiyle ölçülen viskoziteyi ifade eder. Yani dinamik viskozite ölçümünde süspansiyon hareketsiz iken kinematik viskozite de hareketlidir.

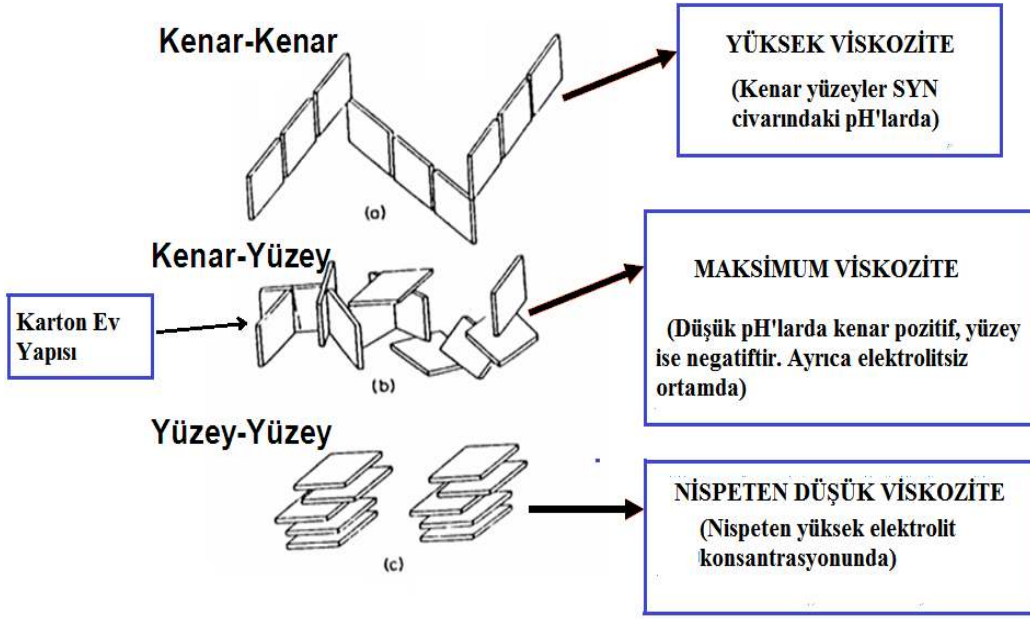
2.2.2.3 Viskoziteye Etki Eden Faktörler

Süspansiyonların viskozitesine etki eden faktörler başlıca 3 grupta toplanabilir ([Van Olphen 1977](#), [Greenwood 2003](#), [Hunter 1981](#), [Çelik ve Ersoy 2004](#), [Hiemenz 1986](#), [Dinger 2002](#), [Reed 1994](#));

- 1) Taneler arasındaki itme ve çekme kuvvetleri [Elektrostatik İtme Ve Çekme Kuvvetleri, Hidrofobik ve Van Der Walls Çekme Kuvvetleri ve Sterik İtme Kuvvetleri]
- 2) Tanelerin Özellikleri [Katı Oranı, Tane Boyut Dağılımı (Paketlenme Kabiliyeti), Tanelerin Toplam Yüzey Alanı, Tane Şekli]
- 3) Ortamın Özellikleri [Ortam Cinsi (Polar (H_2O) veya Apolar (CCl_4) Karakterli ortamlar), Ortam pH'sı, Ortam Sıcaklığı, Ortamda Bulunan Dispersantların ve/veya İyonların Cinsi (organik / anorganik) ve Miktarı].

Yukarıda bahsedilen taneler arası itme ve çekme kuvvetlerine göre, tabakalı kil taneleri birbirleriyle 3 farklı tip etkileşim (Şekil 2.15) gösterirler ([Van Olphen 1977](#)). Bu etkileşimleri ilk ortaya koyan ve öneren kil biliminin en meşhur bilim adamı Van Olphen (1977)'dir.

- Kenar(+)/kenar(+) etkileşimi(KK)
- Kenar(+)/yüzey(-) etkileşimi(KY)
- Yüzey (-)/yüzey(-) etkileşimi(YY)



Şekil 2.15 Su içerisindeki kil taneciklerinin etkileşimlerinin viskoziteye etkisi
(a): kenar-kenar (KK), (b): kenar-yüzey (KY), (c): yüzey-yüzey (YY). SYN: Sıfır Yük Noktası .

Kil minerali partiküllerinin kenar/yüzey (KY) temasları ile birbirlerine tutunmaları sonucunda oluşturdukları yapı karton ev (card-house) modelidir. Bu tür etkileşim düşük pH'larda daha doğrusu tabaka kenar yüzeylerinin sıfır yük noktasından (yaklaşık pH 7) daha düşük pH'larda gerçekleşir. Çünkü bu pH'nın altında kenar yüzeyleri pozitif yüklü (+zeta potansiyel) ve kenarlar ise zaten hemen tüm pH'larda negatif yüklü (-zeta potansiyel) olup, kenar ve yüzey arasında elektrostatik çekme kuvvetleri sayesinde süspansiyonda bir ağ yapı yani karton ev yapısı oluşmaktadır (Van Olphen 1977). Bunun sonucunda ise süspansiyonun viskozitesi artmaktadır. Card house yapısının kurulması zaten normalde non-newtonien akışkanlar olan kil-su çamurlarının (süspansiyonun) non-Newtonien akışkanlık davranışının en belirgin şekilde görülmesini sağlar. YY etkileşimleri ise 3 boyutlu band-like ağ yapıları oluşmaktadır. (Şekil 2.15) Bu yapı genellikle yüksek elektrolit (NaCl, CaCl₂, MgSO₄, AlCl₃ vb. tuzlar) kullanıldığında oluşur.

Süspansiyonların card-house yapı stabilitesine etki ederek viskozitenin düşmesini sağlayan en önemli kimyasal katkıları organik ve inorganik esaslı dispersantlardır

(Penner and Lagaly 2001, Olphen 1977, Güngör ve ark 1994, Alemdar 2001, Çakıroğlu 2003, Eygi 2005, Akdemir 2006, Tombacz and Szekeres 2006).

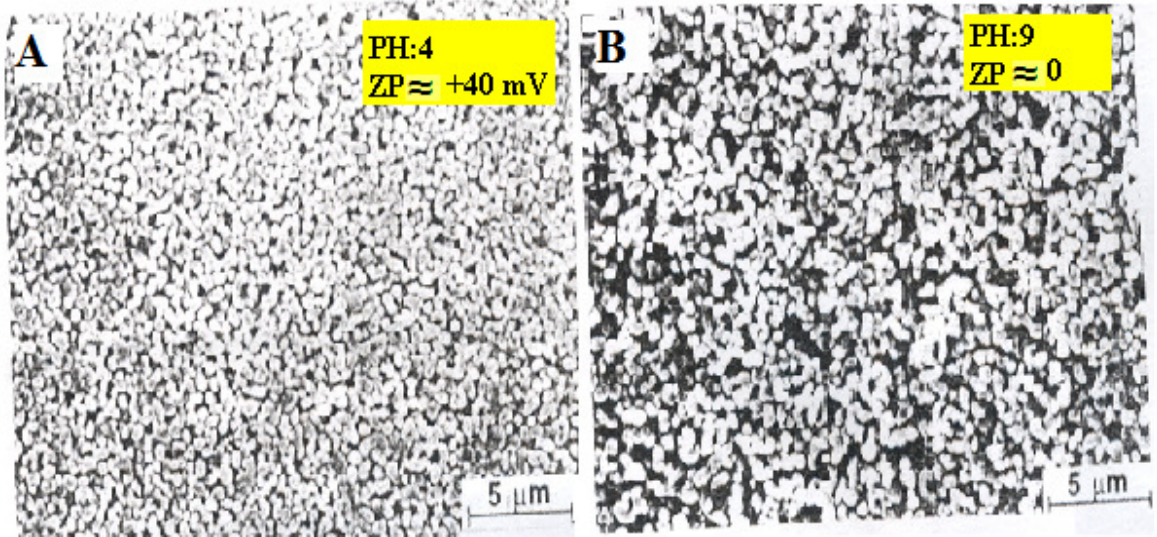
2.2.3 Zeta Potansiyel-Viskozite İlişkisi

Stabilite, fiziksel bir durumdur ve bir sıvıdaki kolloidlerin dispers halde kalabilmeleri yani kümeleşmeden kolloidlerin kararlı olabilmeleridir ve katı/su koloidal süspansiyonlarının karakteristik özellikleridir (Hackley and Ferraris 2001). Koloidal süspansiyonların çoğunda elektrostatik stabilizasyon (partikül yükü) stabilite üzerinde belirleyici rol oynamaktadır (Shanefield 1996). Sadece **elektrostatik stabilizasyonun** belirleyici rol oynadığı bir koloidal sistem için zeta potansiyel, stabilite ve viskozite arasındaki ilişkiyi kabaca şu şekilde ifade edebiliriz. Zeta potansiyel arttıkça süspansiyonun stabilitesi (ve homojenite) artar ve bu da viskozitenin azalmasına yani akışkanlığın artmasına sebep olur. Dolayısıyla stabilitesi ve viskozitesi istenilen seviyede olan bir seramik çamurunun mesela bir alçı kalıp içerisindeki kil tanelerinin alçı kalıp üzerine paketlenmesi iyileşir yani daha sıkı ve daha düzenli paketlenir ve bunun sonucunda da ham ürünün yoğunluğu ve mukavemeti artar ve bu ise yoğunluğu yüksek ve sağlam pişmiş ürün demektir (Van Olphen 1977, Reed 1994, Fukada et al. 2004, Singh et al., 2005). Bir süspansiyon için zeta potansiyel ve reolojik özellikler (viskozite, akma gerilimi.. gibi) arasındaki matematiksel ilişkiyi aşağıdaki eşitlik vermektedir (Johnson 2000).

$$\tau_y = K_{st} [(A_H/H^2) - 2 \pi \epsilon_0 \epsilon \kappa \zeta^2 e^{-\kappa H}/(1+e^{-\kappa H})] \quad (3)$$

bu eşitlikte τ_y akma gerilimi, K_{st} koordinasyon numarası, katı hacim fraksiyonu ve partikül boyutu terimi üzerine ağ yapısı, A_H mineral partiküllerinin hamaker sabiti, κ debye-huckel parametresi, ϵ orta (m) dielektrik sabiti, ϵ_0 serbest boşluğun elektriksel geçirgenliği, ζ partiküllerin zeta potansiyeli, H süspansiyondaki iki partikül arasındaki en kısa uzaklıktır.

Slip döküm şartlarının ve zeta potansiyelin ham ürün mikroyapısına etkisi ile ilgili alumina ile yapılan bir çalışmadan elde edilen örnek SEM fotoğrafları aşağıda Şekil 2.16’de verilmektedir.

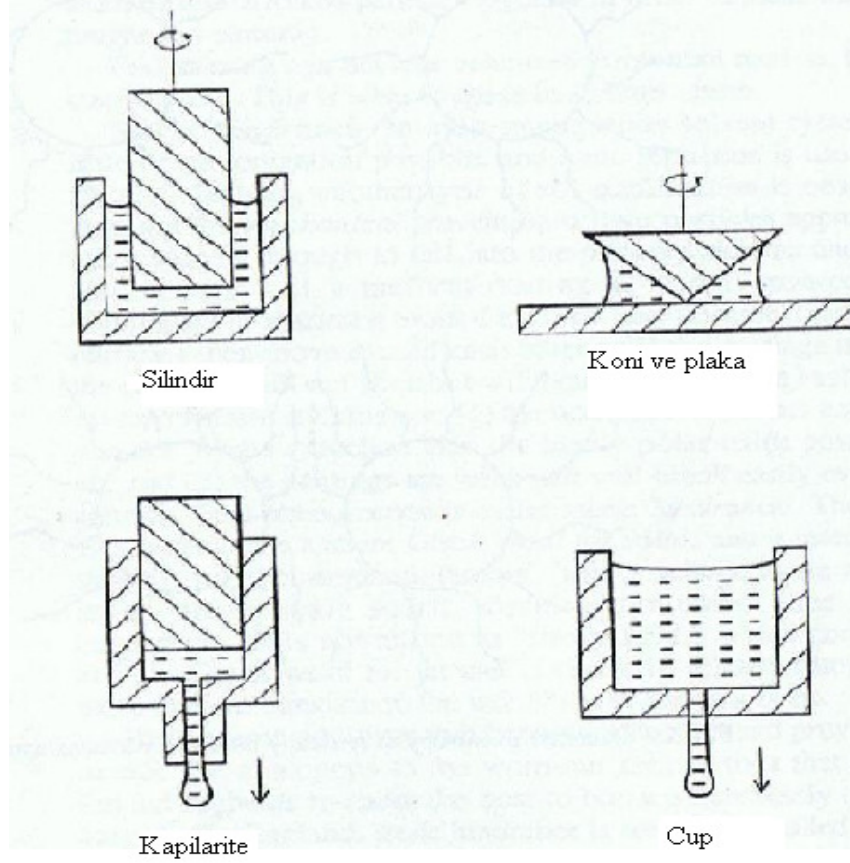


Şekil 2.16 a) Zeta potansiyeli yüksek (iyi dispers olmuş) ve b) sıfır yük noktasında (aglomera olmuş) hazırlanmış alumina süspansiyonundan hazırlanan çamurun slip döküm sonrası ham ürünlerden çekilen SEM görüntüleri ([Rahaman 1995](#)).

2.3 Seramik Üretim Prosesleri

Nihai ürün elde edebilmek için başlangıç malzemelerine uygulanan karıştırma, şekillendirme, kurutma ve pişirme gibi işlem basamaklarının tümüne “Proses” denir. Bir seramik üretim prosesinde ilk aşamayı başlangıç malzemelerin seçimi oluşturur. Geleneksel seramik üretiminde başlangıç malzemeleri kil, feldspat ve kuvars gibi seramik tozu ve su (akışkan bir madde) dur. Modern seramik üretiminde ise başlangıç malzemeleri sentetik seramik tozu (örn: alüminyum oksit), bir sıvı (su, alkol vb) ve diğer dispersant ve/veya bağlayıcı olarak katılan kimyasal katkıları (polietilen glikol, sterik asit gibi) dır ([Shanefield 1996](#)). Bahsedilen bu başlangıç malzemeleriyle homojen bir çamur hazırlanır. Daha sonra hazırlanan bu çamurun viskozite ölçümü yapılır.

Viskozite ölçümü gallenkap, ford cup, brookfield viskozimetresi gibi cihazlarla yapılmaktadır. Bu cihazların ölçüm konfigürasyonları Şekil 2.17’de gösterilmektedir.



Şekil 2.17 Viskozite ölçüm konfigürasyonları (Shanefield 1996).

Viskozite ölçümü yapılan çamurun, Çizelge 2.2’de gösterilen özelliklerine bağlı olarak Kuru Presleme, Enjeksiyon Kalıplama, Ekstrüzyon, Merdaneli Sıkıştırma, Şerit Döküm, Basıncılı Döküm ve Slip Döküm gibi şekillendirme yöntemlerinden birisi ile şekillendirilir. Bu şekillendirme metodları ise Şekil 2.18 ve Şekil 2.19’da gösterilmektedir.

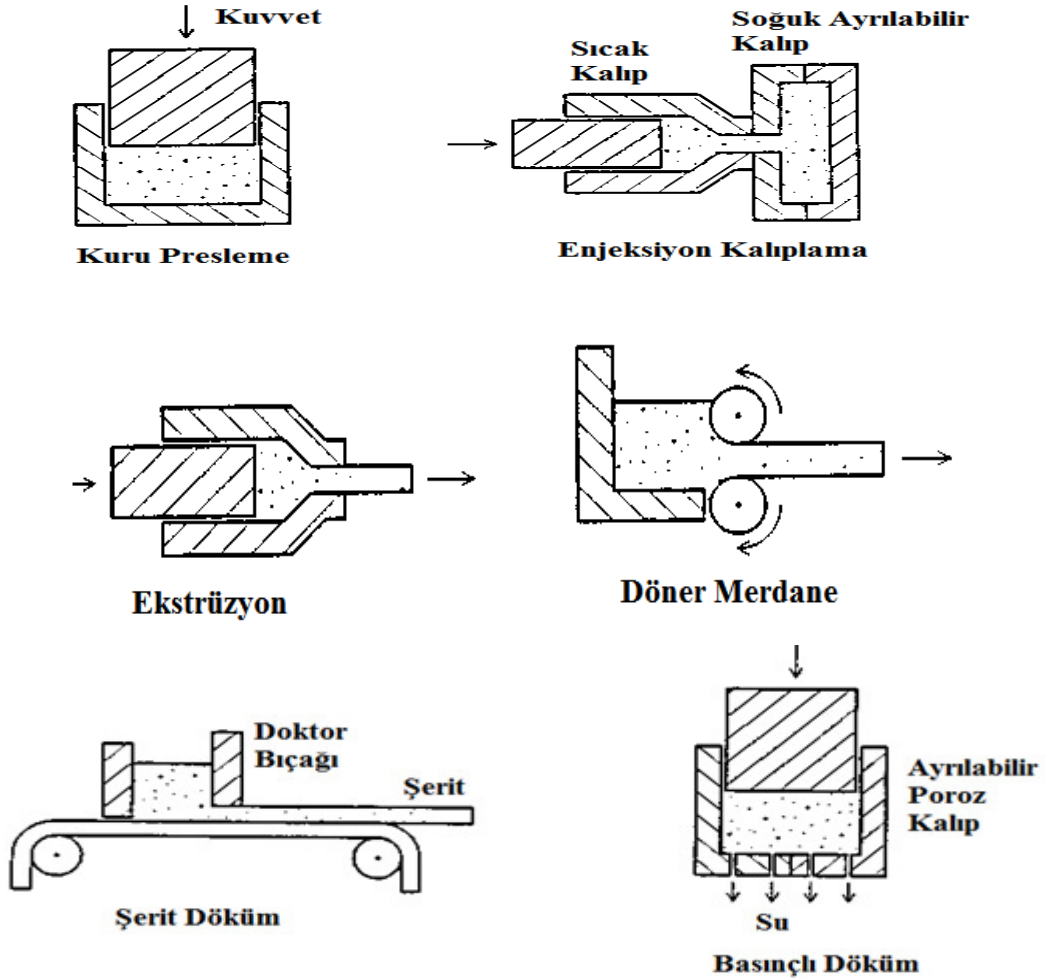
Çizelge 2.2 Şekillendirme yöntemlerinin uygulanabilmesi için istenilen özellikler (Shanefield 1996).

Modern Seramiklerin Şekillendirme Metodları					
Proses	Şekil	Viskozite	Akışkanlaştırma	Katılaştırma	Sıkıştırma
Kuru Presleme	Düz kesit	Çok yüksek	Hiç	Bağlayıcı ile plastik akış	Evet
Enjeksiyon Kalıplama	Hemen hemen hepsi	Yüksek	Eritilmiş bağlayıcı	Soğutma	r
Ekstrüzyon	Düz kesit	Yüksek	Su	Plastik akış	
Merdaneli Sıkıştırma	İnce levha gibi	Yüksek	Su	Plastik akış	Evet
Şerit Döküm	İnce levha gibi	Orta	Organik ve Su	Buharlaştırma	Hayır
Basıncılı Döküm	Çeşitli	Orta	Su	Su emme ya da plastik akış	
Slip Döküm	Çeşitli	Düşük	Su	Su emme	Hayır

Yukarıda bahsedilen şekillendirme metodlarından ekstrüzyon ile şekillendirmede, çamurun kalıp boşluğundan geçerek sıkıştırılması prensibiyle şekillendirme yapılır. Bu şekillendirme metodu tüp ya da çubuk gibi uzun ürünlerin elde edebilmek amacıyla kullanılır. Elde edilecek ürünün sıkı preslenebilmesi için viskozitenin yeterince yüksek olması istenir. Merdaneli sıkıştırma yöntemi ise ekstrüzyon ile şekillendirmenin bir çeşididir. Bu yöntemde çok az miktarda su ile seramik tozunun metal merdaneler arasında preslenmesiyle oluşur ve merdane yüzeyleri toz ilerlerken merdanelere karşı sürtünme çok küçüktür. Nemli toz gelişi güzel lekeler şeklinde merdanelere bulaşma eğilimindedir. Bu durumdan dolayı levha yüzeyinde çukurlar oluşabilir. Yüksek kalitede ve daha ince levhalar için düşük viskoziteli çamurlarla şekillendirilebilen şerit döküm kullanılır.

Bu yöntemde çamurlarda düşük viskozite solventler kullanılarak sağlanır. Daha sonra çamurun akışıyla birlikte bütün gözenekler doldurulur ve kurutma odalarında kurutulur. Bu yöntemde sıkıştırma dış kuvvetlere bağlı değildir. Bunun yerine jel bağlayıcıdaki iç kuvvetler etkilidir.

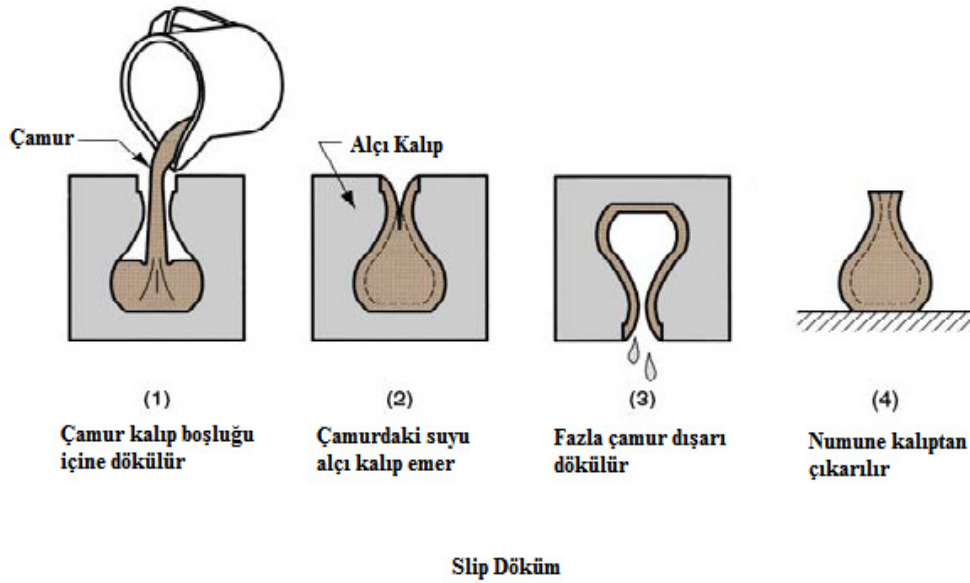
Elle şekillendirmenin geleneksel bir yöntemi olarak düşünebileceğimiz basınçlı dökümdür. Bu yöntemde kalıp kullanılır. Bu kalıp gözenekli değildir ve bu kalıpta bünyenin kurutulması suyun buharlaşması ile olur. Modern basınçlı dökümde ise akışkan su, gözenekli kalıbın suyu absorbe etmesiyle numune elde edilir ve yüksek ham yoğunluğa sahiptir. Çünkü su, sıkı paketlenme pozisyonu için partiküllerin birbirini kaydırmasını sağlar yani kaydırıcı bir etki yaratır.



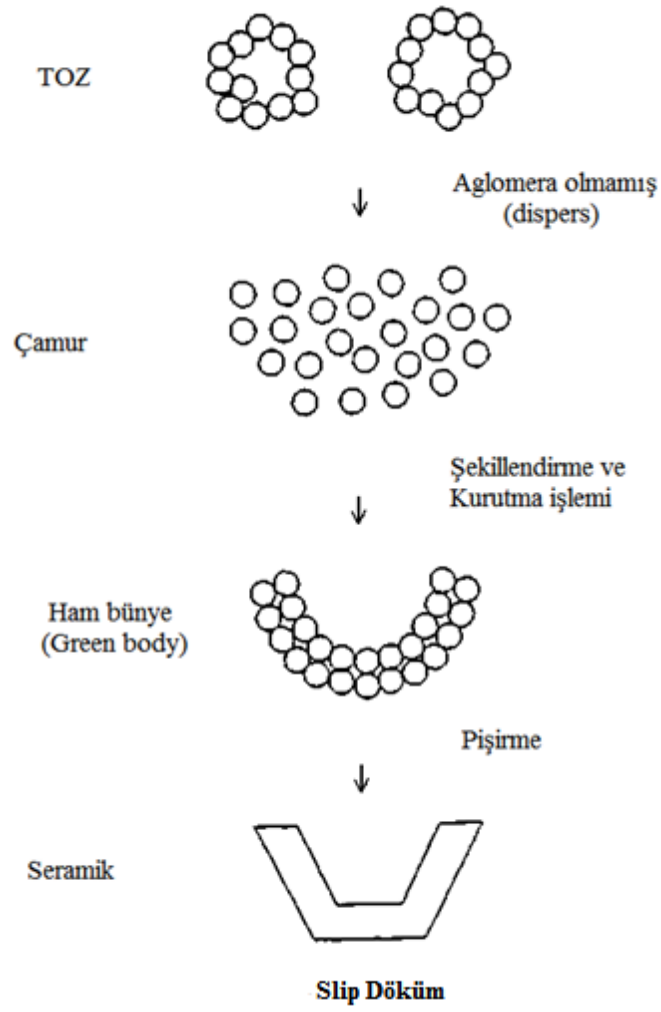
Şekil 2.18 Şekillendirme metodları (Shanefield 1996).

Yüksek basınç kullanılarak yapılan enjeksiyon kalıplamada ise, tozu akışkan hale getirmek için solvent yerine ermiş bağlayıcı kullanılmaktadır. Diğer yöntemlere nazaran daha fazla bağlayıcıya ihtiyaç duyulur. Bu bağlayıcıları büyük bir kısmı eğriliği minimize etmek için düşük sıcaklıkta yapılan ilk pişirimden sonra bünyeden uzaklaştırılır. Kuru presleme de istenilen şekilde katı bir malzemeyi elde etmek için yüksek basınçta sıkıştırma yapılarak sağlanmaktadır. Bu yöntemde kullanılan kalıp parçalı değildir ve bu nedenle numune bir uçtan dışarı çıkartılır (Shanefield 1996, Arcasoy 1985).

Bu şekillendirme yöntemlerinden slip döküm yöntemi ise lavabo, vazo gibi gereçleri şekillendirmek için kullanılan geleneksel bir şekillendirme yöntemidir (Şekil 2.19). Bu yöntemde dispersantlarla akışkan hale getirilmiş çamur poroz alçı kalıplarda şekillendirilir. Poroz kalıplar çamurdaki suyu emer. Daha sonra bünenin ham dayanıma sahip olması için kurutulur. Kurutulan numuneler ise kalıptan çıkarılır.



Şekil 2.19 Slip döküm ile şekillendirme (Kingery 1960).



Şekil 2.19 (Devamı) Slip döküm ile şekillendirme (Shanefield 1960).

Kingery (1960)'ye göre iyi bir slip döküm prosesinin başarısı birbiriyle belki zıtlıklarda içeren şu şartların gerçekleşmesiyle mümkündür;

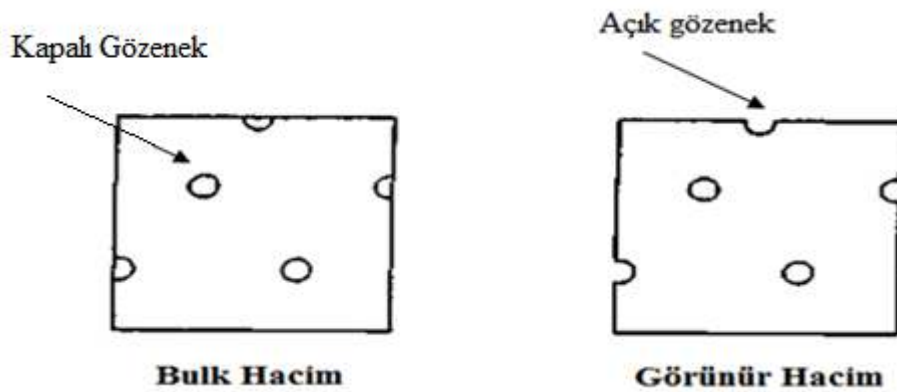
- 1) Akış için yeterince düşük viskoziteye sahip çamur,
- 2) Yeterli kadar düşük bir çökelme hızı,
- 3) Bünyenin alçı kalıptan sağlam ve çabuk bir şekilde çıkartılabilir olması,
- 4) Bünyede kuruma küçülmesinin düşük olması,
- 5) Yüksek kuru dayanıma sahip olması,
- 6) Uygun ve tatminkar bir et kalınlığı alma hızı,
- 7) Çamurun hava kabarcıklarından ve çeşitli pisliklerden arınmış olması.

Bu şekillendirme yöntemleriyle oluşan bünyelerin ham yoğunluklarının ölçümü yapılır. Yoğunluk tanımı ham yoğunluk veya pişmeden önceki kuru ürün yoğunluğu (green density), bulk yoğunluk (BHA), görünür yoğunluk ve gerçek yoğunluk ile ifade edilir (Kingery 1960, Shanefield 1996). Şekil 2.20’da gösterilmektedir.

$$BHA = \frac{\text{Numunenin Ağırlığı (gr)}}{\text{Açık gözenek hacmi} + \text{kapalı gözenek hacmi} + \text{kati kısmın hacmi}} \quad (4)$$

$$\text{Görünür Yoğunluk} = \frac{\text{Numunenin Ağırlığı (gr)}}{\text{Kapalı gözenek hacmi} + \text{kati kısmın hacmi}} \quad (5)$$

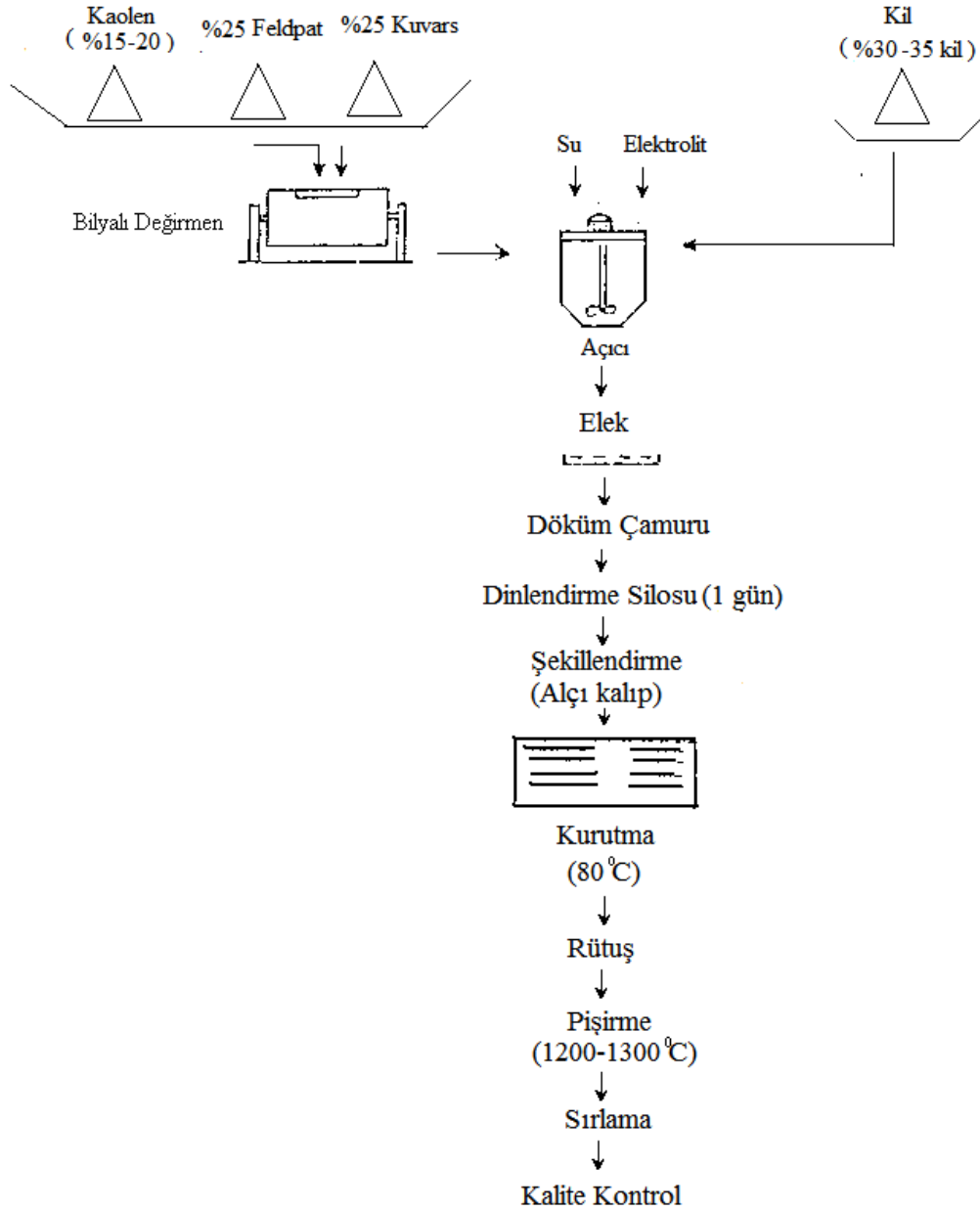
$$\text{Gerçek Yoğunluk} = \frac{\text{Numunenin Ağırlığı (gr)}}{\text{Kati kısmın hacmi}} \quad (6)$$



Şekil 2.20 Ham numunelerin bulk yoğunluk ve görünür yoğunluk hesaplamalarında kullanılan hacimleri tanımlayan temsili şekiller (Shanefield 1996).

Şekillendirme işleminden sonra yüksek ham yoğunluğa sahip bünyelere en son aşama olan pişirim işlemi uygulanır. Bu işlemler sonucunda bir seramik ürün elde edilir. Bütün bu işlemler vitrifiye seramik üretiminde de uygulanmaktadır.

Genel bir vitrifiye seramik üretimi ise Şekil 2.21’de gösterilmektedir. İdeal bir seramik sağlık ürünü reçetesi ortalama olarak % 50 plastik kil-kaolen karışımı (ortalama % 30-35 kil, % 15-20 kaolen), % 25 feldspat ve % 25 kuvars karışımıdır (Eygi 2005).



Şekil 2.21 Vitrifiye seramik üretimi genel akım şeması (Güral Vitrifiye Fabrika Bilgileri).

Vitrifiye seramik üretiminde elde edilen nihai ürünlere bazı testler uygulanmaktadır. Bu test sonuçları her firma için farklıdır. Güral vitrifiyenin ürettiği bir vitrifiye ürününde kuru mukavemet, kuru küçülme, pişme küçülmesi ve su emme değerleri Çizelge 2.3’de verilmiştir.

Çizelge 2.3 Güral vitrifiyenin ürettiği bir vitrifiye ürününde kuru mukavemet, kuru küçülme, pişme küçülmesi, su emme değerleri ([Güral Vitrifiye Fabrika Bilgileri](#)).

Kuru Mukavemet (kg/cm²)	52.96
Kuru Küçülme (% Boyca)	5.8
Pişme Küçülmesi (% Boyca)	6.65
Toplam Küçülme (% Boyca)	12.45
Su Emme (% Kütlege)	0.5

2.4 Dispersantlar

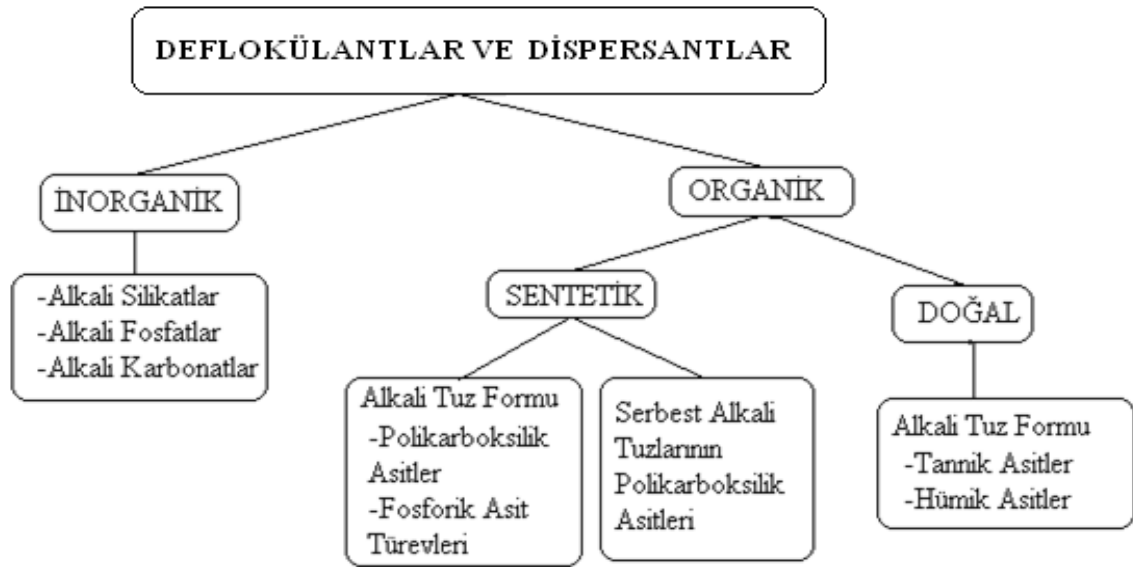
Seramik sektöründe çözücü, dağıtıcı, bağlayıcı, plastikleştirici ve kayganlaştırıcı gibi kimyasal katkıları bulunmaktadır. Bu kimyasallar farklı amaçlarla kullanılır. Çizelge 2.4’de bu kimyasalların genel özellikleri ve avantajları gösterilmiştir.

Çizelge 2.4 Seramik sektöründe kullanılan tipik organik ve inorganik katkılar (Shanefield 1996).

Seramiklerde Tipik Organik ve İnorganik Katkılar			
Amaç	Malzeme		Avantajlar
	Sulu	Susuz	
Çözücü	Su ⁺		Ucuz, güvenilir, hızlı kurutur, yanıcı değildir.
		Toluene+ Etanol, Trikloretan	
Dağıtıcı	Sodyum Silikat*, NH ₄ -Poliakrilat		Ucuz, ısıyla jelleşir, güçlü etkisi var, ısıyla dışarı atılır.
		Balık Yağı ⁺ , Polietilenemin	
Bağlayıcı	Starch ⁺ , Metil Selilöz		Ucuz, ısıyla jelleşir, güçlü etkisi var, ısıyla dışarı atılır.
		Polyvinyl Butyral, Akrlat Emülsiyonu	
Plastikleştirici	Etilen glikol, Gliserin		Ucuzdur, güçlü etkisi vardır, ayırıcıdır.
		Polietilen Glikol, Octyl Phthalate	
Kayganlaştırıcı	Balmumu Emülsiyonu, NH ₄ -Sterate		Ucuz, homojen ve güçlü bir etkisi vardır
		Sterik Asit, Wax ⁺	

+: Doğal *: İnorganik

Seramik sektöründe özellikle yüksek katı yoğunluğunda akıcı süspansiyon elde edilmesinde dispersant kullanımı oldukça önemli bir yere sahiptir. Seramikte kullanılan dispersantlar defloküle edici karakterlidir ve süspansiyonda partiküller üzerine adsorplanıp sterik tabaka oluşturarak veya partiküller arasındaki elektrostatik özellikleri etkileyerek defloküle ederler (Reed 1994, Dinger 2002). Dispersantlar organik ve inorganik dispersantlar olmak üzere 2'ye ayrılırlar (Şekil 2.22).



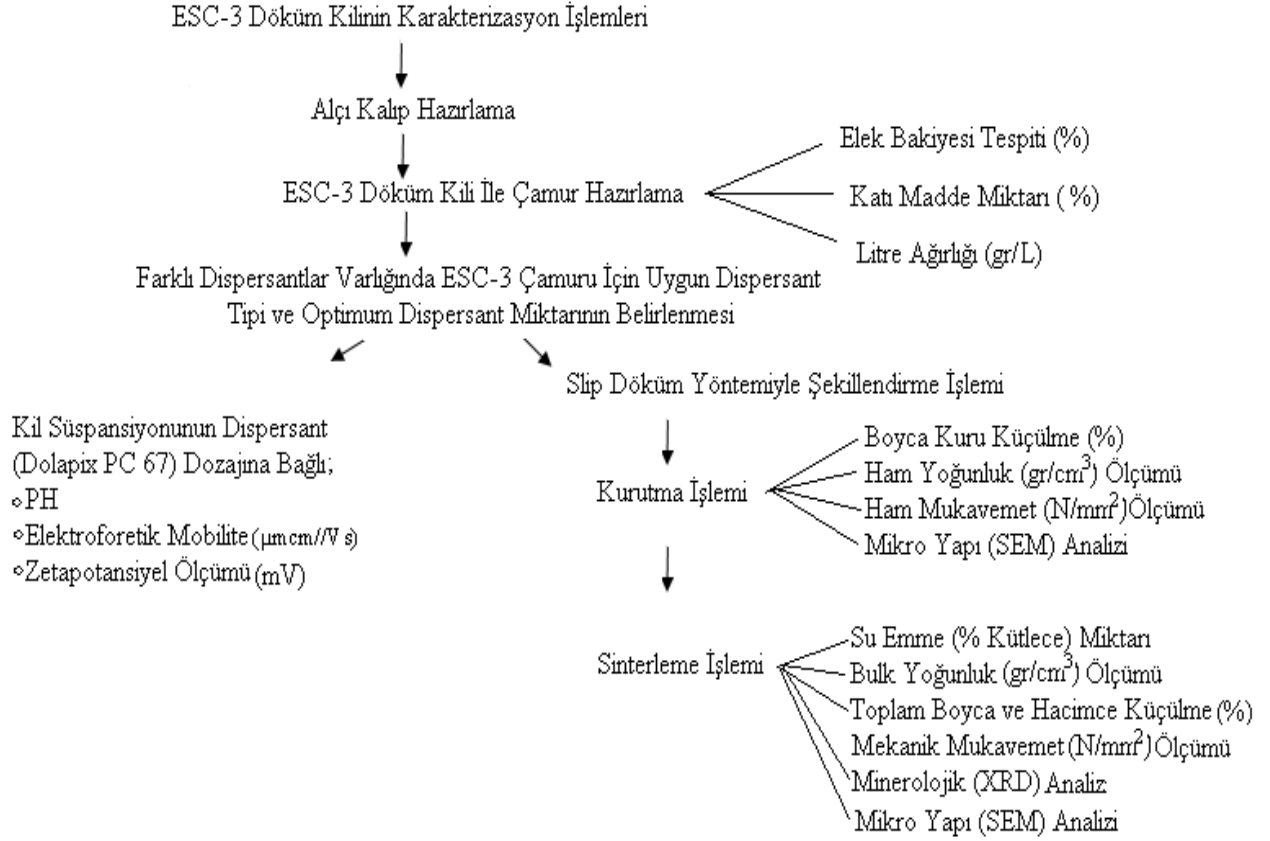
Şekil 2.22 Organik ve İnorganik Dispersant Çeşitleri ([Zschimmer & Schwarz firma bilgileri](#)).

Sektörlerde dispersantlar kimyasal içeriklerine göre farklı adlandırılırlar. ZSCHIMMER & SCHWARZ firmasına göre adlandırılan dispersantların kullanım alanları ise şu şekildedir;

- 1) Vitrifiye Üretimi
- 2) Sofra Seramiklerinin Üretimi
- 3) Ateşe Dayanıklı Seramiklerin Üretimi
- 4) Silikat Seramiklerinin Üretimi
- 5) Teknik Seramiklerin Üretimi

3. MATERYAL ve METOT

3.1 Deney Programı



Şekil 3.1 Deney programı.

3.2 Deneylerde Kullanılan Malzemeler

3.2.1 Alçı

Alçı kalıp hazırlama işlemlerinde Doğaner markalı alçı kullanıldı.

3.2.2 ESC-3 Döküm Kili

Deneyisel çalışmalarda Eczacıbaşı Esan A.Ş'den temin edilen ESC-3 döküm kili kullanıldı.

3.2.2.1 Kimyasal Analiz (XRF)

ESC-3 kilinin kimyasal analizi, Anadolu Üniversitesi Fen Fakültesi Fizik Bölümünde bulunan Bruker marka S8 TIGER model dalga boyu dağılımlı x ışını floresans (WDXRF) cihazında cam tabletler halinde hazırlanan numunelerin yarı kantitatif kimyasal analiz sonuçları elde edildi. Cam tabletler ağırlıkça 1/5 oranında, numune/Li₂B₄O₇ karışımı halinde eritiş cihazında platin krozeler içerisinde ergitilerek hazırlandı.

3.2.2.2 Minerolojik Analiz (XRD)

ESC-3 kilinin minerolojik analizinde numune 63 mikronluk elekten geçirildi ve Cu-K α (λ :1.54 Å) ışınması kullanılarak Shimadzu XRD-6000 marka XRD cihazında $2\theta=5-80^\circ$ aralığında gerçekleştirildi.

3.2.2.3 DTA-TG Analizi

ESC-3 kilinin DTA-TG analizi Anadolu Üniversitesi Fen Fakültesi Fizik Bölümünde bulunan Setaram Setsys Evolution cihazıyla azot atmosferinde, alumina kroze içerisinde ve 5 °C/dak ısıtma hızında gerçekleştirildi.

3.2.2.4 Renk Analizi

ESC-3 kilinin renk özellikleri Anadolu Üniversitesi Fen Fakültesi Fizik Bölümünde bulunan Conica Minolta marka CM-700d model kolorimetre kullanılarak belirlendi. Numune biraz nemlendirilip tablet haline getirildikten sonra L, a, b değerleri ölçüldü.

3.2.2.5 Özgül Yüzey Alanı Tayini (BET)

Toz halindeki ESC-3 kili özgül yüzey alanı Anadolu Üniversitesi Fen Fakültesi Fizik Bölümünde bulunan BET yöntemiyle çalışan Quantachrome marka NOVA 2200 model yüksek hızlı volumetrik adsorpsiyon analizöründe yapıldı. Yüzey analizden önce 110

$^{\circ}\text{C}$ 'de 8 saat aktiflendi. Sıvı azot ortamında (77 K veya -196.5°C ; $^{\circ}\text{K} = -273^{\circ}\text{C}$), azot adsorpsiyonu ile özgül yüzey alanı ve ayrıca ortalama por çapları bulundu.

3.2.2.6 Tane Boyut Dağılım Analizi

ESC-3 kilinin tane boyut dağılım analizi Anadolu Üniversitesi Fen Fakültesi Fizik Bölümünde bulunan Mastersizer 2000 G markalı cihazda yapılmıştır. 1 gr kil deiyonize suya koyulup karıştırıldı. Daha sonra cihazın haznesinde bulunan suya bu karışım ilave edildi ve ultrasound uygulanarak analiz gerçekleştirildi.

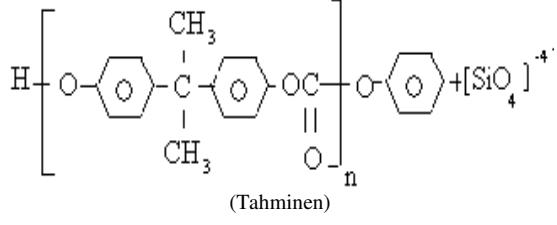
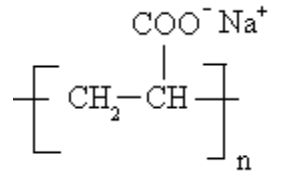
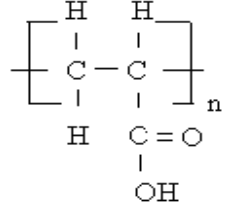
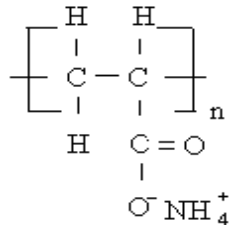
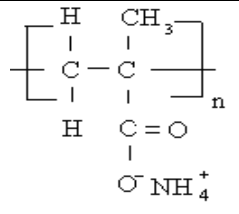
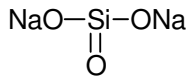
3.2.3 Dispersantlar

Deneysel çalışmalarda kullanılan kimyasallar Çizelge 3.1'de özellikleri verilen 5 farklı organik veya polimerik (Dolapix SPC 7, Dolapix CE 64, Dolapix PC 67, Darvan A821, Darvan CN) ve inorganik (Sodyum Silikat) dispersantlar kullanıldı. Ayrıca deneysel çalışmalarda kullanılan dispersantların mol ağırlıkları, kimyasal yapıları ve fiziksel özellikleri ise Çizelge 3.2'de gösterildi.

Çizelge 3.1 Deneysel çalışmalarda kullanılan dispersantların ticari adları, kimyasal adları ve temin edildikleri firmalar

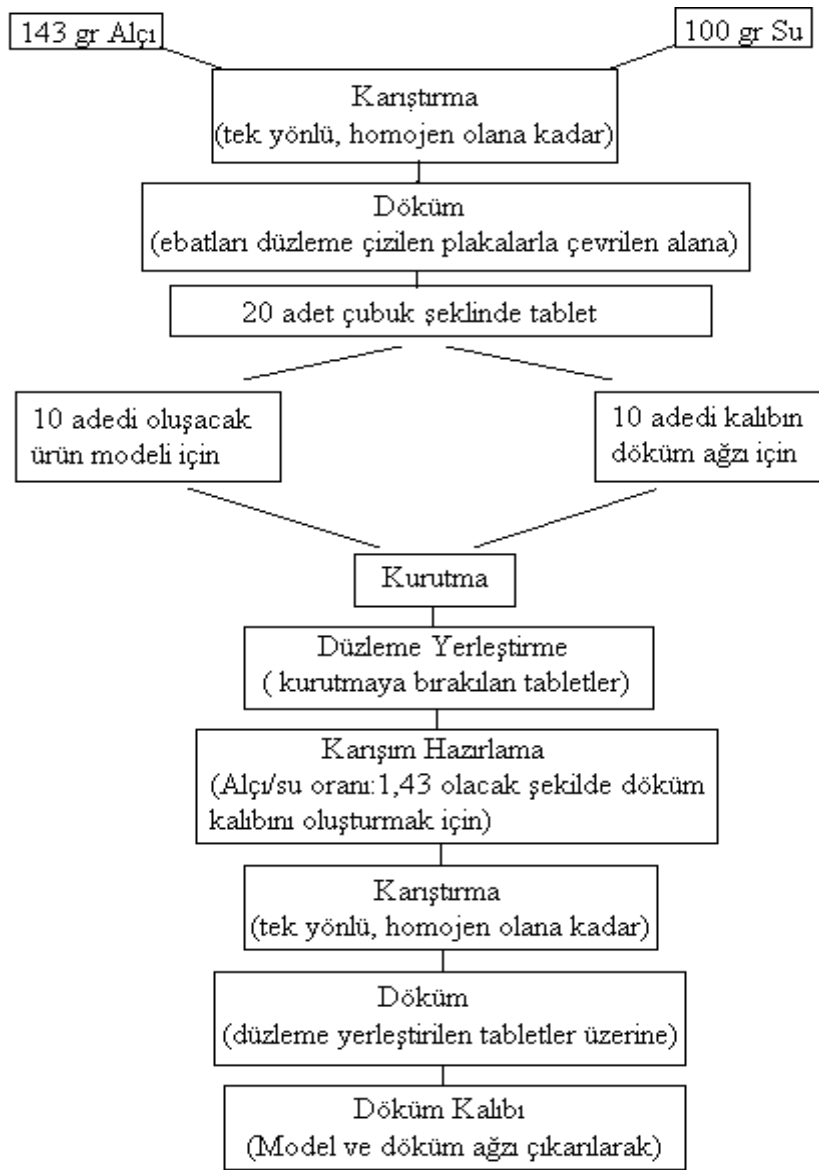
Ticari Adları	Kimyasal Adları	Üretici Firma	Türkiye'deki Distribütör Firmaları ve İletişim Bilgileri
Dolapix SPC 7	Silikatpolikarbonat	ZSCHIMMER &SCHWARZ Germany	Ortex A.Ş Tel: 02324868119 Adres: İzmir
Dolapix PC 67	Polikarboksilik asit, sodyum tuzu	ZSCHIMMER &SCHWARZ Germany	
Dolapix CE 64	Karboksilik Asit	ZSCHIMMER &SCHWARZ Germany	
Darvan 821 A	Amonyumpoliakrilat	R.T VANDERBİLT COMPANY, INC, USA	ERAL Lastik İthalat, İhracat, Mümessillik Tic. A.Ş Tel: 02164254030 Adres:Beykoz/İSTANBUL
Darvan CN	Amonyum polimetilmetakrilat	R.T VANDERBİLT COMPANY, INC, USA	
Na_2SiO_3	Sodyum Silikat	Fluka	Analitik Kimya Ve Lab. Cih. San. Tic. Ltd. Şti

Çizelge 3.2 Deneysel çalışmalarda kullanılan dispersantların mol ağırlıkları, kimyasal yapıları ve fiziksel özellikleri

Ticari Adları	Mol Ağırlığı (g/mol)	Kimyasal Yapıları	Fiziksel Özellikleri
Dolapix SPC 7	7000	 (Tahminen)	Görünüşü: Sarımsı Sıvı Aktif Maddesi: Yaklaşık % 45 Çözünürlüğü: Su Karışabilir Yoğunluğu(20 °C): Yaklaşık 1.45 g /cm³ pH (Orijinal): Yaklaşık 13 % 25 Seyreltik pH (27.5 °C): 12.59 % 25 Seyreltik Yoğunluğu:1.440 gr/ml
Dolapix PC 67	≈7000		Görünüşü: Sarımsı Kahverengimsi Sıvı Aktif Maddesi: Yaklaşık % 43 Çözünürlüğü: Su Karışabilir Yoğunluğu (20 °C): Yaklaşık 1.30 g /cm³ pH (Orijinal): Yaklaşık 8 %25 Seyreltik pH (27.5 °C): 7.84 %25 Seyreltik Yoğunluğu: 1.093 gr/ml
Dolapix CE 64	≈ 3000		Görünüşü: Sarımsı Sıvı Aktif Maddesi: Yaklaşık % 65 Çözünürlüğü: Su Karışabilir Yoğunluğu (20 °C):Yaklaşık 1.20 g /cm³ pH (Orijinal): Yaklaşık 7 % 25 Seyreltik pH (26.3 °C): 6.70 % 25 Seyreltik Yoğunluğu: 1.076 gr/ml
Darvan 821 A	6000		Görünüşü: Soluk Sarımsı Sıvı pH (% 1): 7-7.5 % 25 Seyreltik Yoğunluğu: 1.063 gr/cm³ pH (Orijinal): Yaklaşık 7 % 25 Seyreltik pH (25.7 °C): 7.35 % 25 Seyreltik Yoğunluğu: 1.041 gr/ml
Darvan CN	≈300		Görünüşü: Temiz Açık Sarı Sıvı pH (% 1): 7.5-9.0 % 25 Seyreltik pH (25 °C): 8 % 25 Seyreltik Yoğunluğu:1.041 gr/ml
Na ₂ SiO ₃	122		% 25 Seyreltik pH (27.5 °C): 12.31 Görünüşü: Sıvı Yoğunluğu: 1.37 g/ml % 25 Seyreltik Yoğunluğu:1.115 gr/ml

3.3 Alçı Kalıp Hazırlama

Alçı kalıp hazırlama işleminde nihai ürün, çubuk şeklinde, ebatları ise 12 cm x 2 cm x 1 cm olarak belirlendi. Süspansiyonun kil ihtiva etmesinden dolayı döküm işleminden sonra numunelerde oluşacak yaklaşık % 10 küçülmeden dolayı istenilen numune ebatlarını elde edebilmek için, kalıbı oluşturacak çubuk tabletlerin ebatları % 10 fazla hesaplandı. (13.2 cm x 3.2 cm x 1.25 cm) Alçı kalıp yapımında Şekil 3.2'deki işlem basamakları uygulandı.



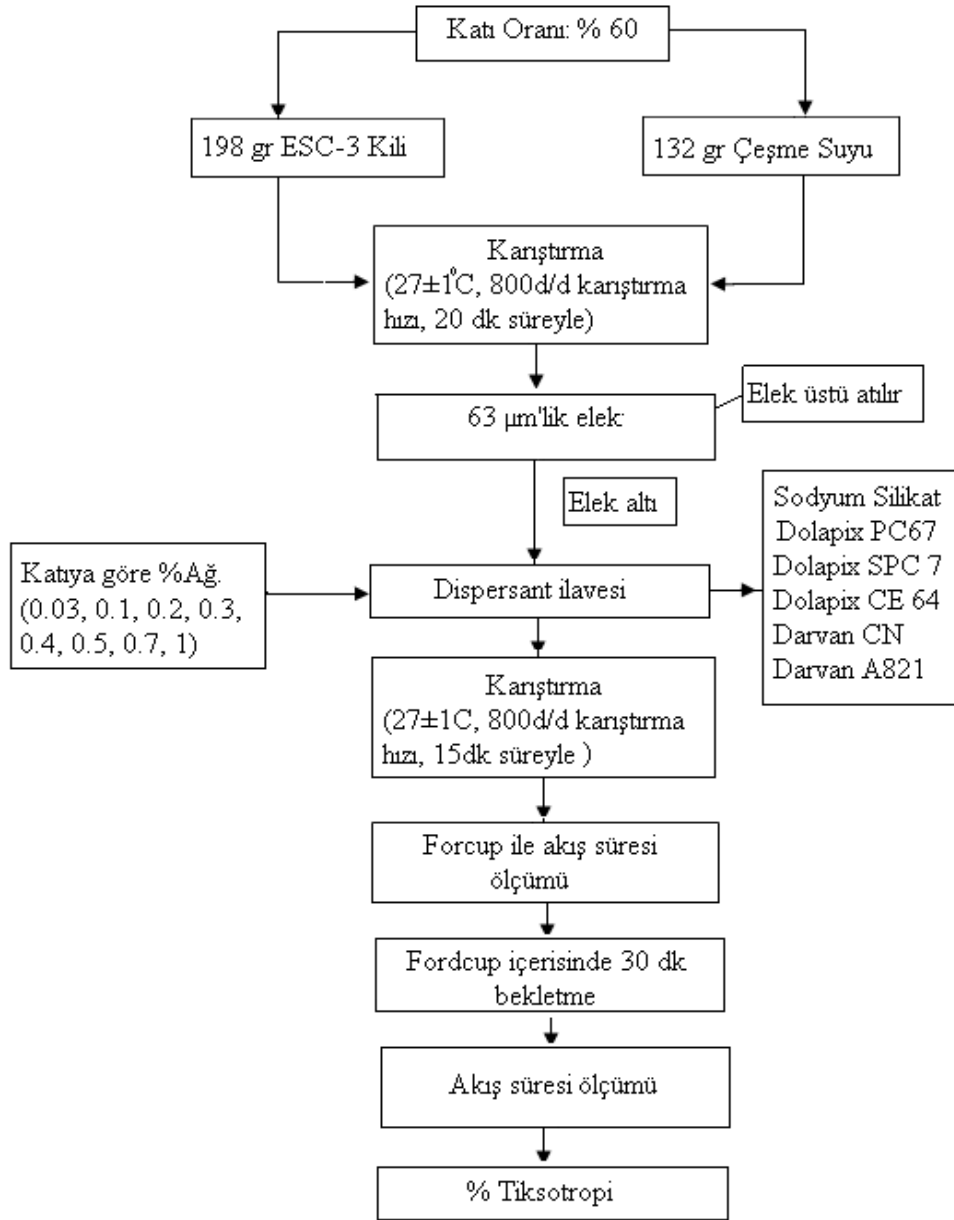
Şekil 3.2 Alçı kalıp hazırlama işlem basamakları.

3.4 ESC-3 Kili İle Döküm Çamuru Hazırlama

ESC-3 kili ile döküm çamuru hazırlama işleminde, Kern EW model tartım cihazı kullanılarak 132 gr çeşme suyu alındı. Wisestir marka MS 1000 model karıştırma cihazında 800 d/dk hızda karıştırıcıya koyuldu. Daha sonra 198 gr ESC-3 kili tartıldı ve karışan çeşme suyuna yavaş yavaş ilave edildi. Kil ilavesi bittikten sonra 20 dk boyunca karıştırılmaya devam edildi. Bu süre sonunda döküm çamuru hazırlama işlemi tamamlandı.

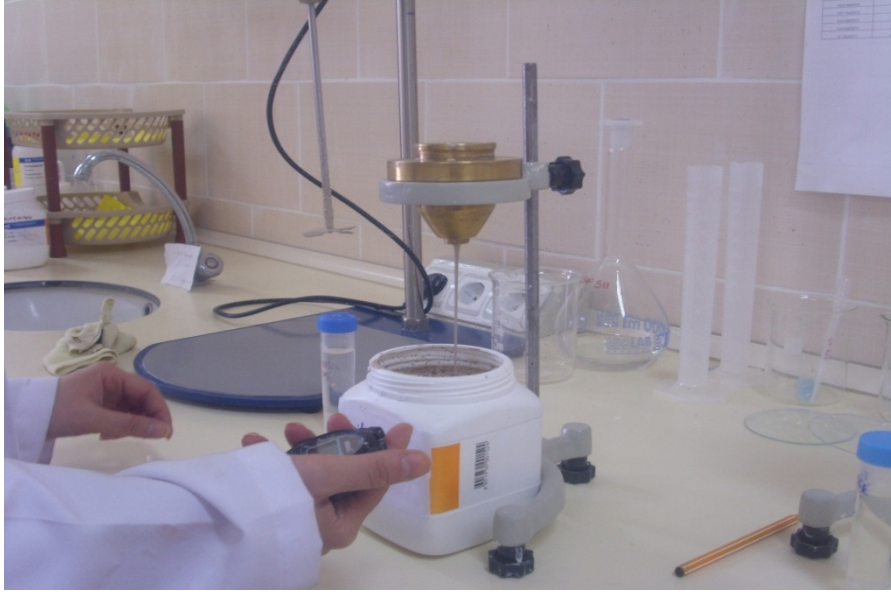
3.4.1 Farklı Dispersantlar Varlığında ESC-3 Çamuru İçin Uygun Dispersant Tipi ve Optimum Dispersant Miktarının Belirlenmesi İşlemleri

ESC-3 çamurunun, akışkanlık süreleri ve tiksotropi ölçümlerinden önce kullanılacak polimerik esaslı dispersantların pipetle çekilemeyecek kadar yoğun olmasından dolayı seyreltme işlemi uygulandı. Polimerik dispersantlarla aynı koşullar altında etkisini incelemek amacıyla inorganik dispersant olan SS'da seyreltildi. Kapaklı bir şişeye, elektronik pipetle 1 cc orijinal dispersant + 3 cc saf su koyuldu. Daha sonra homojen olması için (su ile dispersantın tam olarak birbirine karışması) çalkalandı. Bu işlem sonucunda seyreltilmiş dispersantlardan yine elektronik pipetle farklı miktarlarda (1cc, 2cc, 4cc gibi) alındı, darası alınmış terazide ağırlıkları ölçüldü ve yoğunlukları gr/ml olarak kaydedildi (Çizelge 3.2). Sonuçta dispersantlar hacimce % 25 saf su ile seyreltilmiş oldu. Daha sonra Şekil 3.3'de gösterilen işlem basamakları uygulandı. Bu işlem basamaklarında her bir dispersant için ayrı ayrı çamur hazırlandı. Hazırlanan çamurlara dispersantlar ilave edildi. Daha sonra farklı dispersantlar varlığında çamurların akış süreleri ölçüldü. Bu akış süreleri kronometre ile 1.akış süresi sn olarak kaydedildi. Bu işlemden sonra ford cup'ın ağzı bir tıkaç yardımıyla kapatıldı. Akış süreleri ölçülen çamurlar tekrar fordcup'a döküldü ve çamurlar fordcup da 30 dk bekletildi. Süre sonunda tekrar akış süreleri tespit edildi. Bu akış süreleri kronometre ile 2. akış süresi sn olarak kaydedildi. Daha sonra dispersant ilave edilmiş çamurlara aynı dispersantlar ilave edilemeye devam edildi ve çamurların 1. Akış süreleri, fordcup'ta 30 dk bekletme sonunda ise 2. Akış süreleri tespit edildi.



Şekil 3.3 Farklı dispersantlar varlığında fordcup akış süresi tespiti için işlem basamakları.

Optimum slip döküm şartlarını (en uygun dispersant ve dispersant dozajı) belirlemek amacıyla her bir dispersant varlığında dispersant dozajına göre akış eğrileri oluşturuldu.



Resim 3.1 Ford cup ile akış süresi ölçümü

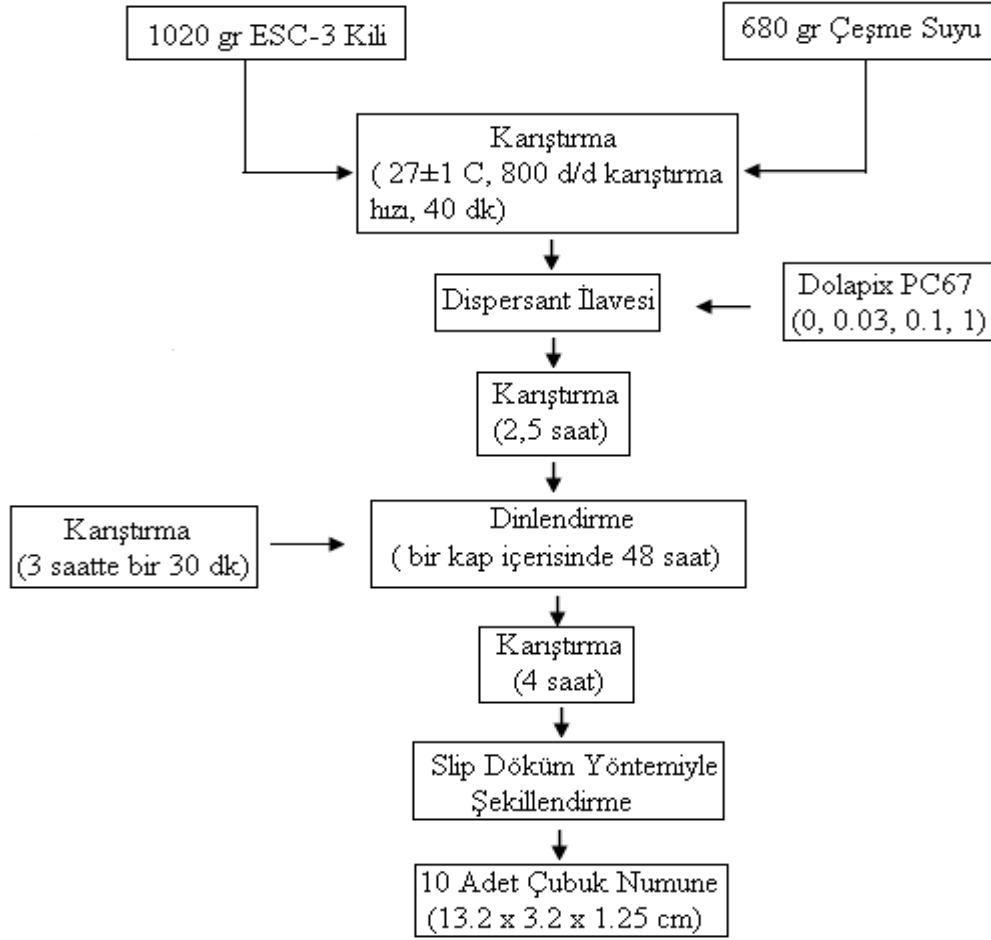
Tiksotropi (%) değeri ise aşağıda gösterilen formülle hesaplandı ([Arcasoy 1986](#)).

$$\text{Tiksotropi (\%)} = \frac{2. \text{Akış Süresi (sn)} - 1. \text{Akış Süresi (sn)}}{2. \text{Akış Süresi (sn)}} \times 100 \quad (8)$$

Elde edilen hesaplamalar sonucunda % Tiksotropi- Dozaj ilişkisini gösteren eğriler oluşturuldu.

3.4.2 ESC-3 Çamurunun Slip Döküm Yöntemiyle Şekillendirme İşlemi

Akışkanlık ve tiksotropi ölçümleri sonrasında elde edilen eğrilerden faydalanılarak uygun dispersant ve bu dispersantın farklı dozajlarının Şekil 3.4'deki işlem basamaklarına göre slip döküm tekniği kullanılarak hazırlanan alçı kalıplarda şekillendirildi. Şekillendirme işlemi sonrasında dispersantın her bir dozajı için 10'ar adet ürün elde edildi.



Şekil 3.4 ESC-3 çamurunun dispersant (Dolapix PC 67) dozajına göre şekillendirilmesi için uygulanan işlem basamakları.

3.4.3 Kurutma İşlemi

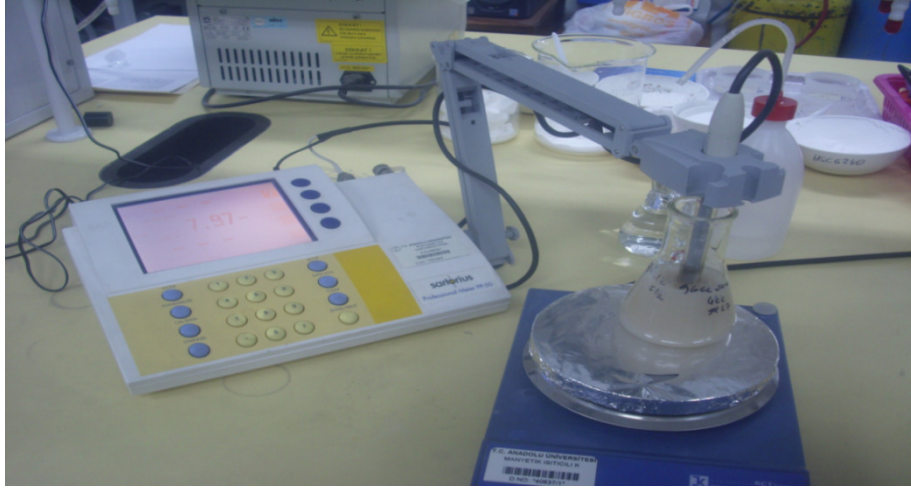
Alçı kalıptan alınan ham ürünler oda sıcaklığında ($21-24 \pm 1$ °C), 3 gün boyunca kurutulmuştur.

3.4.4 Sinterleme İşlemi

Kurutma işlemi sonrasında elde edilen ürünler Protherm marka PLF 150-5 model fırın 10 °C/dk ısıtma hızında, 1200 °C’de 1 saat pişirildi. Daha sonra tekrar aynı hızda soğutma işlemi yapıldı. Pişirme işlemi sonucunda nihai ürünler elde edildi.

3.5 Kil Süspansiyonunun Dispersant (Dolapix PC67) Konsantrasyonuna Bağlı pH Ölçümü

Kilin dispersant konsantrasyonuna bağlı pH değişimini ölçmek için Sartorius marka Professional Meter PP 50 model pH metre ve Velp marka manyetik karıştırıcı kullanıldı. PH ve zeta potansiyel ölçümleri öncesinde 10 g/l'lik Dolapix PC 67 stok çözeltisi hazırlandı. Stok çözeltiden farklı miktarlarda elektronik pipetle çekilerek üzeri çeşme suyu ile 100 cc'ye tamamlanarak hazırlanan farklı konsantrasyonlardaki çözeltilere 1 gr kil konarak 10 dk karıştırma işleminden sonra pH değerleri ölçüldü. Kilin dispersant konsantrasyonuna göre pH değişim grafikleri oluşturuldu.



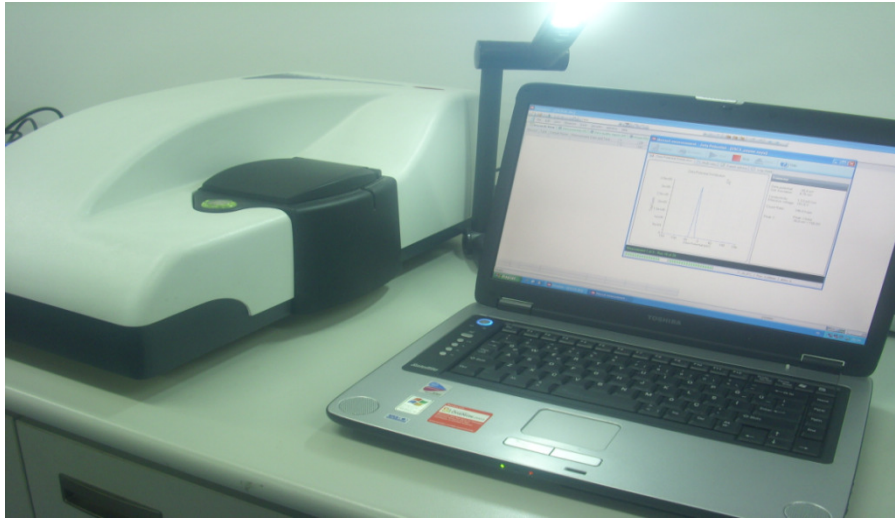
Resim 3.2 Deneylerde kullanılan pH metre ve manyetik karıştırıcı (Professional Meter PP 50 model pH metre ve Velp marka manyetik karıştırıcı).

3.6 Kilin Dispersant (Dolapix PC67) Konsantrasyonuna Bağlı Zeta Potansiyel (mV) ve Elektroforetik Mobilite ($\mu\text{mcm/Vs}$) Ölçümü

Kilin dispersant konsantrasyonuna bağlı zeta potansiyel ölçümleri Anadolu Üniversitesi Fen Fakültesi Fizik Bölümünde bulunan Malvern marka Zetasizer ZS90 Zetametre ile yapıldı. Tanelerin Elektroforetik Mobiliteleri cihaz tarafından ölçüldükten sonra yazılım

programı, Smoluchowski denklemini kullanılarak tanelerin zeta potansiyelini otomatik olarak hesapladı.

ZP ölçümü için ilk önce 10 g/l'lik Dolapix PC67 stok çözeltisi hazırlandı. Sonra 250 ml'lik erlenmayer içerisine 1 g kil numunesi kondu ve üzerine gerektiği kadar çeşme suyu kondu ve üzerine de istenilen dispersant konsantrasyonunu sağlamak üzere stok çözeltiden numune çekildi ve süspansiyona ilave edildi. Toplam sıvı hacmi 100 ml oldu. Sonra hazırlanan süspansiyon oda sıcaklığında 15 dk manyetik karıştırıcıda karıştırıldı ve sonra pH ölçümü yapıp 1 saat dinlendirmeye bırakıldı. Daha sonra süspansiyon içerisinden bir enjektör yardımıyla 0.75 ml kadar çekilerek zeta ölçüm hücresine enjekte edildi. Bütün ölçümler 27 ± 1 °C'de yapıldı. Her bir ölçüm için 40 run tanımlandı ve bu şekilde üç ölçüm yapıldı. Bu üç ölçümden en uygun (standart devir değerleri en uygun olanların) olanlar seçilerek ortalamaları alındı. Kilin dispersant konsantrasyonuna göre zeta potansiyel ve elektroforetik mobilite grafikleri oluşturuldu. Kullanılan çeşme suyunun doğal pH'sı: 7.5-7.9 ve iletkenliği: 1117 $\mu\text{mhos/cm}$ 'dir.



Resim 3.3 Deneyde kullanılan zeta potansiyel ölçüm cihazı (Malvern marka Zetasizer ZS90 Zetametre).

3.7 ESC-3 Kili İle Hazırlanan Döküm Çamuruna Uygulanan Testler

3.7.1 Elek Bakiyesi Tespiti

Elek bakiyesi tespiti Kern EW model tartım cihazı kullanılarak süspansiyondan bir miktar alındı (40 gr). Tartılan numune 63 µm' luk elekten geçirildi. Elek üstünde kalan kısım (geçmeyen kısım), dikkatli bir şekilde saat camına aktarıldı. Daha sonra kurutulmak üzere Elektro-mag marka M-420D model etüve yerleştirildi. Kurutulan numune tartıldı (2.308 gr).

Elekten geçirdiğimiz 40 gr çamurun % 60'ı katı ise $40 \times 0.60 = 24$ gr kil vardır. Buna göre;

$$\begin{array}{rcl} 24 \text{ gr kilde} & & 2,308 \text{ gr } 63\mu\text{m' luk eleküstü varsa} \\ 100 \text{ gr kilde} & & x \\ \hline x = \% 9.616 & & 63\mu\text{m' luk eleküstü vardır.} \end{array}$$

3.7.2 Katı Madde Miktarı

Süspansiyondaki katı miktarının tespitinde ise süspansiyondan belli bir miktar alınıp tartıldı ($M_1=16.034$ gr). Süspansiyon kurutulduktan sonra tekrar tartımı alındı ($M_2=9.582$ gr). İçerisindeki katı madde miktarı % olarak tespit edildi.

$$\text{Katı Miktarı (\%)} = \frac{M_2}{M_1} \times 100 \quad (7)$$

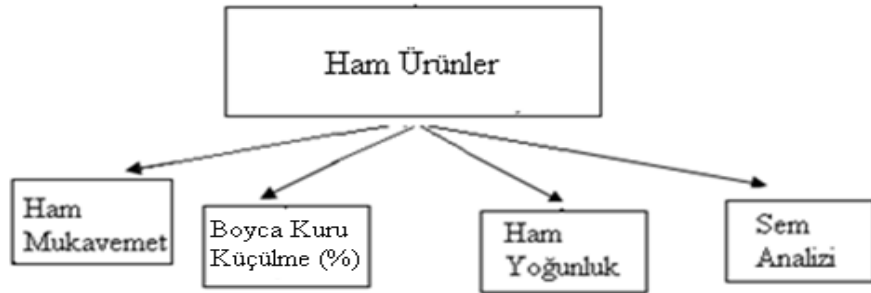
Katı madde miktarı % 59.76 olarak bulundu.

3.7.3 Litre Ağırlığı Ölçümü

Hacmi bilinen ($V_p = 100.038$ ml) bir piknometrenin ağzına kadar süspansiyon, dolduruldu. Piknometrenin kapağı kapatıldı. Kapak üstünden taşan kısım bir bez yardımıyla temizlendi. Daha sonra tartım cihazının darası alındı (sıfırlandı) ve süspansiyonla dolu piknometrenin ağırlığı tartıldı. Litre ağırlığının 159.3 gr/ml olduğu bulundu.

3.8 Ham Ürünlere Uygulanan Testler

Şekillendirilme işleminden sonra kurutulmuş ham ürünlere uygulanan testler Şekil 3.5’de gösterilmektedir. Test sonuçları her bir dozaj için 5’er adet numunenin ortalaması alınarak hesaplandı. Bu değerlere göre eğriler oluşturuldu.



Şekil 3.5 ESC-3 çamurunun dispersant (Dolapix PC 67) dozajına göre elde edilmiş ham ürünlere uygulanan testler.

3.8.1 Boyca Kuru Küçülme (%)

Şekillendirme işleminin hemen ardından çubuk numunelerin üzerine elektronik kumpas yardımıyla aralarında 100 mm mesafe (L_0) bulunan köşegenler çizildi ve numuneler sabit ağırlığa gelinceye kadar oda sıcaklığında kurutuldu. Daha sonra diagonaller arası mesafe tekrar kumpas yardımıyla ölçüldü (L_1). Boyca küçülme (%) aşağıdaki formülle hesaplandı.

$$\text{Boyca Kuru K    lme (\%)} = \frac{L_0 - L_1}{L_0} \times 100 \quad (9)$$



Resim 3.4 Slip d  k  m i  lemi ve d  k  mden sonra   buk numune boyutlarının belirlenmesi.

3.8.2 Ham Yo  unluk (Green Density)   l  m  

Al  ı kalıptan   ıkarılan   buk numunelerin Kern EW model tartım cihazında a  ırlı  ı   l  ld  . Hacimleri (en x boy x y  kseklik) ise elektronik bir kumpas yardımıyla belirlendi. A  a  ıdaki form  lle hesaplandı.

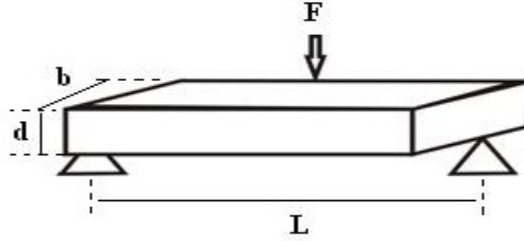
$$d \left(\frac{\text{gr}}{\text{cm}^3} \right) = \frac{m}{V} \quad (10)$$

3.8.3 Ham Mukavemet (    Nokta E  me)   l  m  

Ham mukavemet   l  mleri Afyon Kocatepe   niversitesi Yapı Malzemeleri Laboratuvarında bulunan Termodinamik marka TC20-200 model     nokta e  me ve basıncı mukavemeti   l  m   yapıldı. Hazırlanan   buk numuneler mesnetler   zerine

koyularak üç nokta eğme dayanımı yapıldı. Cihazdan alınan ölçüm sonuçları kaydedildi. Cihazın ölçüm prensibi ise aşağıdaki formülde gösterilmektedir.

$$\sigma_s = \frac{3 \times F \times L}{2 \times b \times d^2} \quad (11)$$



σ_s : Eğme dayanımı (N/mm²)(MPa)

F: Kuvvet (N)

L: Mesnetler arası uzaklık (mm)

b: Numunenin eni (mm)

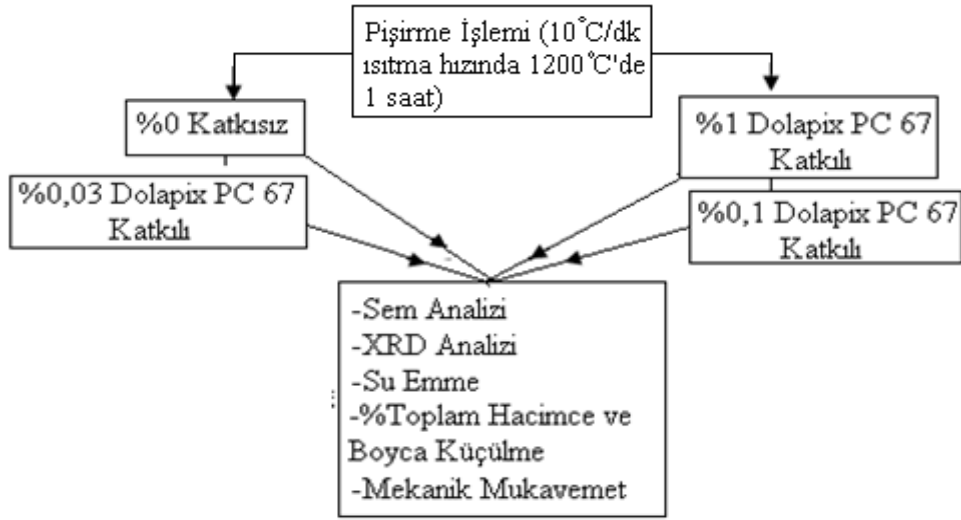
d: Numunenin yüksekliği (mm)

3.8.4 Mikroyapı (SEM) Analizi

Taramalı Elektron Mikroskop (SEM) analizleri, Afyon Kocatepe Üniversitesi Teknoloji Uygulama ve Araştırma Merkezi (TUAM) laboratuvarında Leo marka 1430 model SEM cihazında yapıldı. Kurutulmuş numuneler kırıldıktan sonra etüvde tekrar 60 °C kurutulup, karbonla kaplandı ve daha sonra farklı büyültmelerde SEM fotoğrafları çekildi.

3.9 Sinterlenmiş Ürünlere Uygulanan Testler

Pişmiş ürünlere uygulanan testler ise Şekil 3.6'da gösterilmiştir. Pişmiş ürünlere test sonuçları her bir dozaj için 5'er adet numunenin ortalaması alınarak hesaplandı. Bu değerlere göre eğriler oluşturuldu.



Şekil 3.6 ESC-3 çamurunun dispersant (Dolapix PC 67) dozajına göre sinterlenmiş ürünlere uygulanan testler.

3.9.1 Toplam Boyca ve Hacimce Küçülme (%)

Toplam Boyca Küçülme (%)

Kuruma küçülmelerinin belirlenmesi için çubuk numunelerin üzerindeki köşegenler arası mesafe pişirildikten sonra tekrar bir kumpas yardımıyla ölçüldü (L_2). Aşağıdaki formülle boyca pişme küçülme (%) değerleri hesaplandı.

$$\text{Boyca Pişme Küçülmesi (\%)} = \frac{L_1 - L_2}{L_2} \times 100 \quad (12)$$

Çubuk numunelerin bu işlem basamaklarından sonra toplam boyca küçülme miktarı ise aşağıdaki formülle hesaplandı.

$$\text{Toplam Boyca Küçülme (\%)} = \frac{L_0 - L_2}{L_0} \times 100 \quad (13)$$

L_0 : Dökümden sonra çizilen köşegenler arası mesafe

L_1 : Kurutma işleminden sonra köşegenler arası mesafe

L_2 : Sinterleme işleminden sonra köşegenler arası mesafe

Toplam Hacimce Küçülme (%)

Kurutulduktan sonra numunenin hacmi elektronik kumpas yardımıyla ölçüldü (V_1). Pişirme işleminden sonra numunelerin hacmi tekrar ölçüldü (V_2). Hacimce küçülme miktarları % olarak aşağıdaki formül ile hesaplandı.

$$\text{Toplam Hacimce Küçülme (\%)} = \frac{V_1 - V_2}{V_1} \times 100 \quad (14)$$

3.9.2 Mekanik (Üç Nokta Eğme) Mukavemet Ölçümü

Mekanik mukavemet ölçümü ham mukavemet ölçümünde uygulanan yöntemle yapılmıştır.

3.9.3 Su Emme (% Küttele) Ölçümü

Malzeme içindeki porozite ve bulk yoğunluğu tespit etmek için yapılır. Pişmiş deney numunesi, ortamdaki rutubet almış olabileceğinden sabit ağırlığa gelene kadar etüvde kurutuldu. Daha sonra, ağırlığı tespit edildi (M_k). Su banyosunun içine, hacminin 3/4' ü kadar su dolduruldu. Numuneler, tamamen su içinde kalacak şekilde su banyosuna yerleştirildi. 4 saat süre ile kaynatıldı. Kaynatma işleminin ardından 24 saat suda beklemeye bırakıldı. Yaş tartım yapılmadan önce numune yüzeylerindeki ince su filmi tabakası, nemli bir bez yardımıyla arındırıldı ve tartıldı (M_D). Daha sonra Arşimet prensibiyle kurulan düzeneğe, tartı cihazının tabanından sarkıtılan bir ipe bağlanan numune, suya daldırıldığı haliyle ağırlığı ölçüldü. Askı ağırlığı (M_A) olarak ifade edilen bu işlemle suyun kaldırma kuvvetinin etkisi altındaki ağırlığı ölçülmüş oldu. Aşağıdaki formüller ile Görünür porozite (% Hacimce), Su emme (% Küttele) ve bulk yoğunlukları

(gr/cm³) tespit edildi. (bulk yoğunluk ölçümünde kullanılacak olan ρ_{su} suda yapıldığı için 1 gr/cm³ olarak alındı.)

$$\text{Su Emme}(\% \text{ Kütleye}) = \frac{M_D - M_K}{M_K} \times 100 \quad (15)$$

$$\text{Görünür Porozite} (\% \text{ Hacimce}) = \frac{M_D - M_K}{M_D - M_A} \times 100 \quad (16)$$

$$\text{Bulk Yoğunluk} \left(\frac{\text{gr}}{\text{cm}^3} \right) = \frac{M_K}{M_D - M_A} \times 100 \quad (17)$$

3.9.4 Minerolojik (XRD) Analiz

Kullanılan ESC-3 kilinin ve pişmiş numunelerin XRD analizleri Shimadzu marka XRD-6000 model cihazda Cu-K α ışınması kullanılarak gerçekleştirildi. ESC-3 kili ve pişirilmiş numuneler analizden 1 gün önce havanda elle öğütülerek yaklaşık 100 mikron altı boyutuna elendi. Saat camı içine alınarak 60 °C’de kurutulduktan sonra 10 gr tartılarak XRD analizleri yapıldı.

3.9.5 Mikroyapı (SEM) Analizi

Pişmiş numuneler kırıldıktan sonra etüvde kurutulup yüzeyleri karbonla kaplandıktan sonra yukarıda ismi verilen aynı cihazla SEM fotoğrafları çekildi ve mikroyapıları incelendi.

4.BULGULAR ve TARTIŞMA

4.1 Hammadde Karakterizasyon Sonuçları

Kimyasal Analiz (XRF)

ESC-3 kilinin kimyasal analiz sonucu Çizelge 4.1’de verilmiştir.

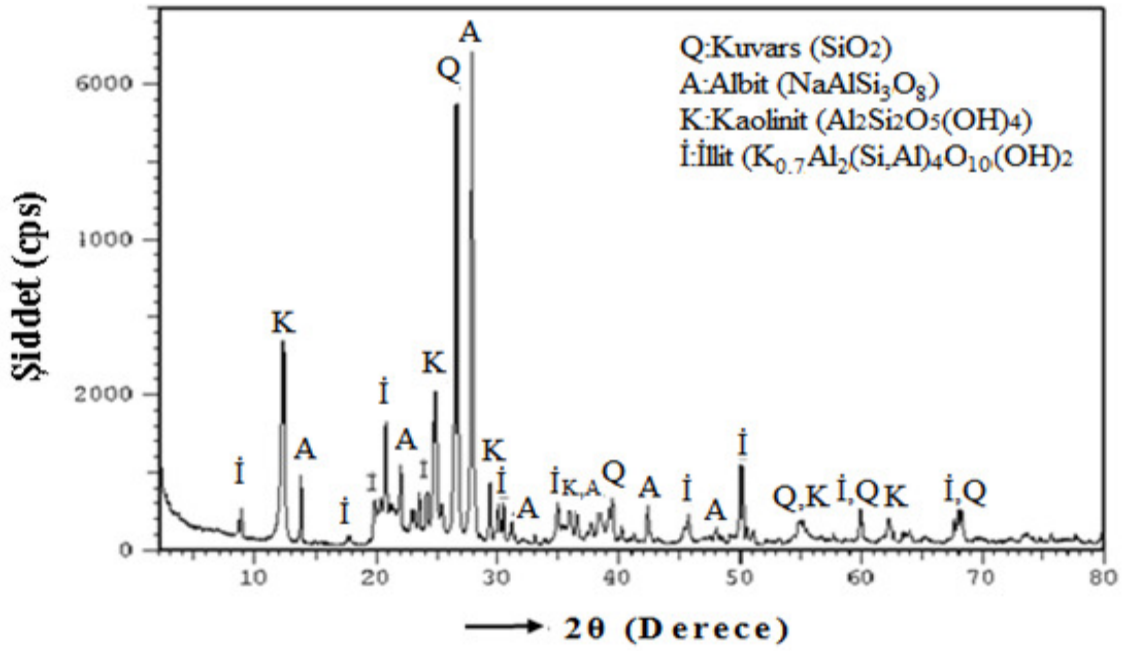
Çizelge 4.1 ESC-3 kilinin kimyasal analizi.

Kimyasal Bileşim	Ağırlıkça (%)
SiO ₂	56.27
Al ₂ O ₃	21.23
Fe ₂ O ₃	4.38
Na ₂ O	2.72
Cr ₂ O	2.09
CaO	1.31
K ₂ O	0.89
TiO ₂	0.55
MgO	0.27
P ₂ O ₅	0.18
WO ₃	0.12
MnO	0.09
SrO	0.04
ZrO ₂	0.04
Cl	0.04
Pd	0.02
V ₂ O ₅	0.02
CuO	0.02
NiO	0.01
CoO	0.01
ZnO	96 PPM
Rb ₂ O	66 PPM
Toplam	99.86

*K.K (Kızdırma kaybı) :% 9.5

Minerolojik Analiz (XRD)

ESC-3 kilinin minerolojik analiz sonucu Şekil 4.1’de verilmiştir. Şekildeki XRD paterninde de görüldüğü üzere numune saf olmayıp, kuvars ve albit gibi kil dışı mineraller içermektedir. XRD analizi sonucunda bulunan albit, kaolinit, illit ve kuvarsın karakteristik en şiddetli ilk 3 pikleri ve bunların 2θ değerleri Çizelge 4.2’de verilmiştir.



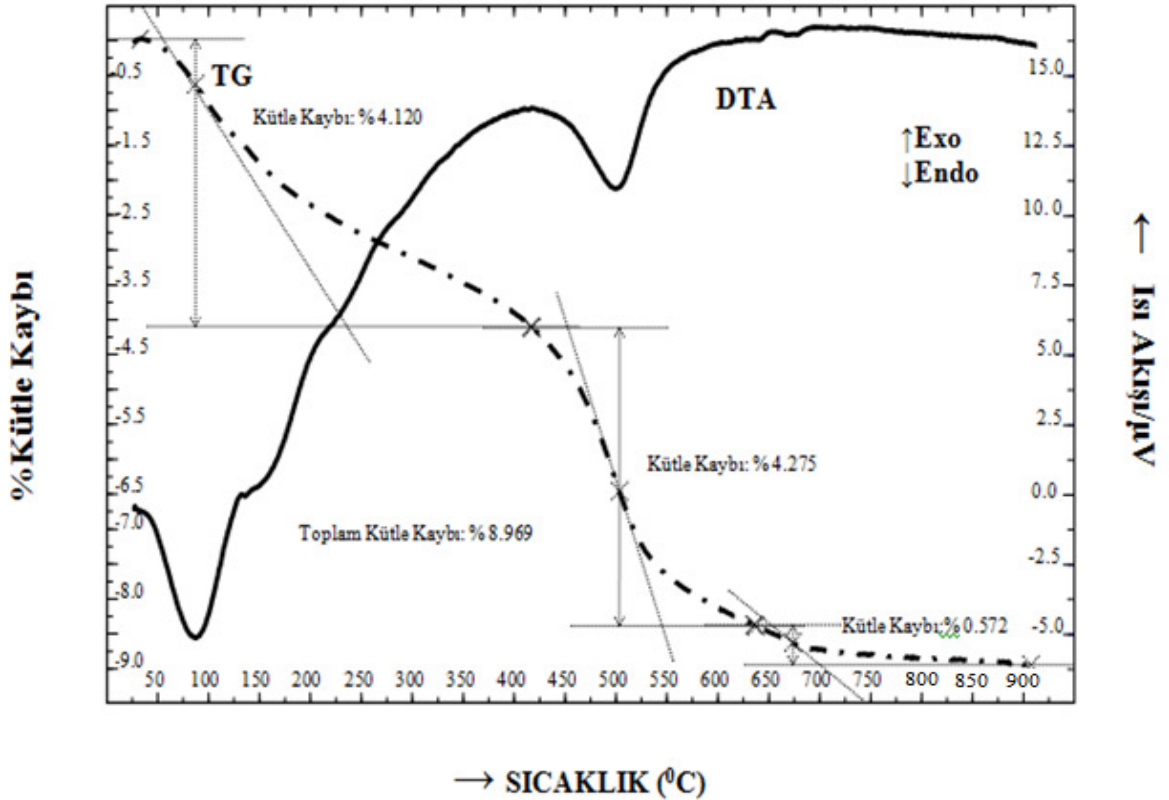
Şekil 4.1 ESC-3 kilinin XRD analizi [EK-9].

Çizelge 4.2 XRD için kuvars, albit, kaolinit ve illitin karakteristik en şiddetli ilk 3 pikleri ve bunların 2θ değerleri.

Mineral	2 θ(Derece)		
	Pik 1	Pik 2	Pik 3
Kuvars	26.63	20.86	50.138
Albit	27.89	23.56	13.84
Kaolinit	12.45	24.992	20.119
İllit	20.027	35.022	24.299

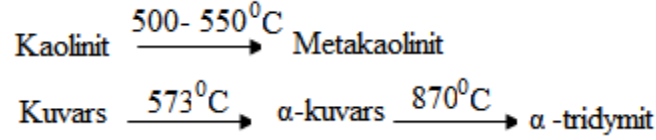
DTA-TG Analizi

ESC-3 kilinin DTA-TG analiz sonucu Şekil 4.2’de verilmiştir. DTA-TG analizi incelendiğinde, 50-130 °C arasındaki endotermik DTA piki ve buna uygun TG eğrisindeki $\approx$ % 1.7’lik kütle kaybı numunenin fiziksel suyunu kaybettiğini işaret etmektedir. Sıcaklığın artmasıyla TG eğrisindeki kütle kaybının devam ettiği ancak DTA eğrisinde bunlara uygun keskin endotermik piklerin olmadığı görülmektedir. Bu kütle kaybı 425 °C’ye kadar devam ettiği görülmekte olup, 125-425 °C aralığında yapıya nisbeten daha sıkı bağlı su moleküllerinin uzaklaşmasını ifade etmektedir ve bu kütle kaybı ile birlikte ilk basamaktaki kütle kaybının toplam % 4.12 olduğu görülmektedir. Burada şunu vurgulamakta fayda var, numunemizin içerisinde kaolinit ve illit türü kil minerallerinden başka kuvars ve albitte bulunmaktadır ve kompleks yapıda bir kil numunesidir. Bu sebepten dolayı DTA-TG eğrisi arasındaki uyumsuzluk bu komplekslikten de kaynaklandığı söylenebilir.



Şekil.4.2 ESC-3 kilinin DTA-TG analizi

İkinci DTA piki ve buna uygun kütle kaybı ise 425-650 °C aralığında gerçekleştiği ve bunun ise numunedeki özellikle kaolinit($\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{H}_2\text{O} \cdot 2\text{SiO}_2$) türü kilin yapısal hidroksillerini kaybederek metakaolinit ($\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2 + 2\text{H}_2\text{O} + \text{Enerji}$)'e dönüşümünü gösterdiği söylenebilir. Ancak bunun yanında literatürden de bilindiği gibi kuvarsın 573 °C'de α -kuvarsa dönüşümü ise çok küçük bir endotermik pik verir. Fakat kil minerallerinin bu sıcaklıktaki kristal sularını kaybetmesi sonucu oluşan keskin endotermik pik, bu piki maskeleydiğinden dolayı pik görülmez (Grim 1968, Karakaya 2006, Arcasoy 1985). Kaolinit ve kuvarsa ait bu dönüşüm reaksiyonları aşağıda gösterilmiştir. İllitin ise ilki daha keskin olmak üzere 100 °C'de ve 600 °C endotermik pik verdiği ve bunların ise fiziksel ve yapısal hidroksillerinin bünyeden uzaklaşmasına işaret ettiği literatürden de bilinmektedir (Grim 1968).



Özgül Yüzey Alanı (BET)

- Ortalama Spesifik Yüzey Alanı (m^2/g) : 11.89
- Ortalama Por Çapı (Å): 302.78

Renk Analizi

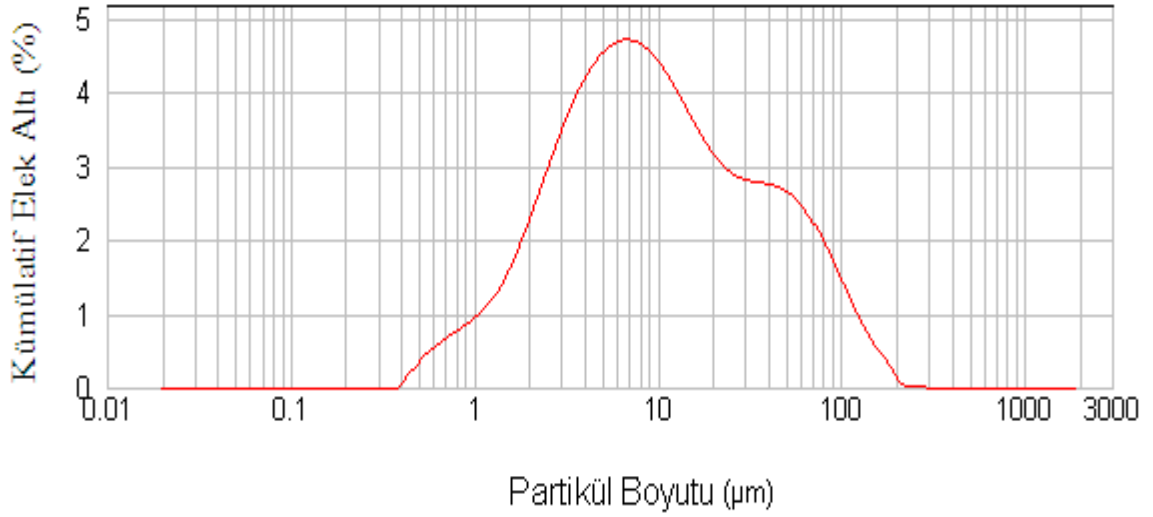
ESC-3 kilinin ölçülen L, a, b değerleri aşağıdaki renkleri ifade etmektedir.

L: Beyazlık	
+a: Kırmızılık	+b: Sarılık
-a: Yeşillik	-b: Mavilik

ESC-3 kilinin L değeri 73, a değeri + 2.07 ve b değeri ise +9.26 olduğu bulunmuştur.

Tane Boyut Dağılımı Analizi

ESC-3 döküm kilinin tane boyut dağılımı analiz sonucu Şekil 4.3’de gösterilmiş olup D (10), D (50) ve D (90) değerleri ise Çizelge 4.3’de verilmiştir. D (10) değeri hammaddenin % 10’nunun verilen tane boyutuna eşit veya daha küçük olduğunu, D (50) değeri hammaddenin % 50’sinin verilen tane boyutuna eşit veya daha küçük olduğunu, D (90) değeri ise hammaddenin % 90’nının verilen tane boyutuna eşit veya daha küçük olduğunu ifade etmektedir.



Şekil 4.3 ESC-3 kilinin tane boyut dağılımı analizi.

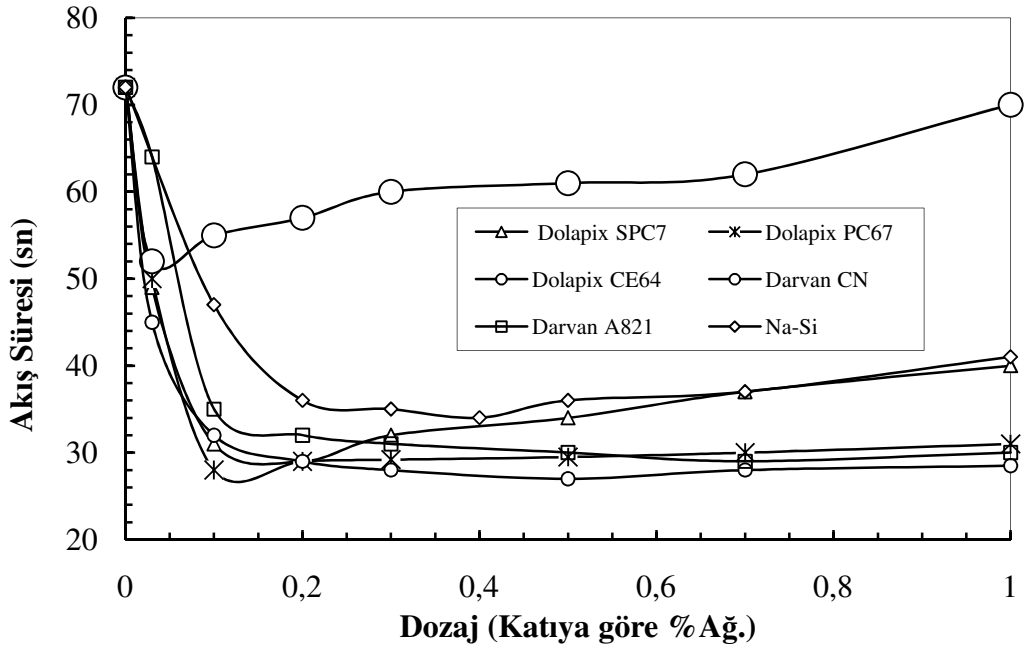
Çizelge 4.3 ESC-3 kilinin D (10), D (50) ve D (90) değerleri.

Numune	D (10)µm	D (50)µm	D (90)µm
ESC-3 Döküm Kili	2.015	9.270	60.935

4.2 İnorganik ve Organik Dispersantların Akışkanlık Davranışına Etkisi

4.2.1 Dispersant Tipinin ve Miktarının, ESC-3 Çamurunun Akışkanlığına Etkisi ve Optimum Slip Döküm Şartların Belirlenmesi

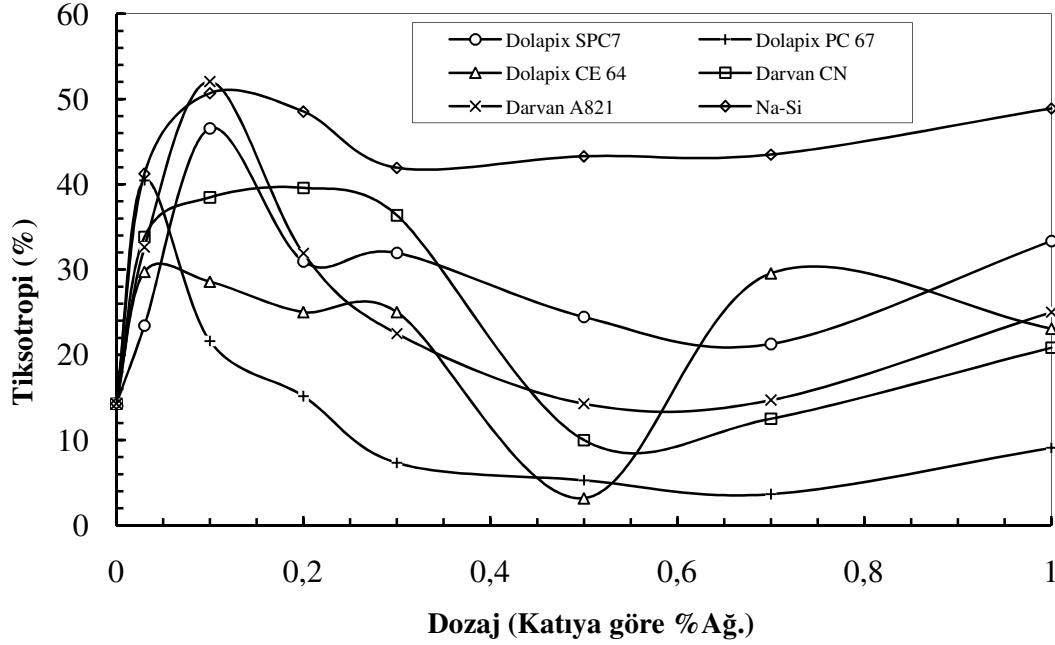
ESC-3 kili ile ağırlıkça % 60 katı oranında hazırlanmış çamurların dispersiyon ve akışkanlık şartlarının optimize edilmesi ve en uygun dispersant tipinin ve miktarının belirlenmesi amacıyla akışkanlık ve tiksotropi eğrileri oluşturulmuş olup, sonuçlar Şekil 4.4 ve Şekil 4.5'te verilmiştir. Şekil 4.4'den de görüldüğü gibi gerek inorganik (sodyum silikat) ve gerek polimerik dispersantlar, süspansiyonların akış süresini ciddi şekilde düşürebildiği görülmektedir. Dolapix CE64'ün eğrisinin diğerlerinden çok farklı olduğu ve sodyum silikattan dahi daha düşük bir performans sergilediği görülmektedir. Bu anormallik beklenmeyen bir durum olup, muhtemelen kimyasalın bozulmuş olması veya firmaca bize verilen bilgilerde bir karışıklık olmasından kaynaklanıyor olabilir. SS (Na_2SiO_3) ve Dolapix CE64 hariç ve diğer dispersantlar için en düşük akış süreleri % 0.1 dozaj civarında gerçekleşmektedir. Ağırlıkça % 0.1 dispersant dozajında SS, Darvan CN, Darvan A821, Dolapix SPC7, Dolapix CE64 ve Dolapix PC 67'nin akış süreleri sırasıyla 47sn, 32sn, 35sn, 31sn, 55sn ve 28sn'dir. Fakat artan dispersant ilavelerinin bir noktadan sonra akış süresini tekrar artırdığı görülmektedir.



Şekil 4.4 Farklı dispersantlar varlığında dispersant dozajına göre ESÇ-3 çamurunun akış süreleri (sn) (Katı oranı: % 60, T:27±1 °C, Karıştırma Hızı:800 d/dk), [EK-2].

Şekil 4.5’de ise % 0.1 ila % 0.3 dispersant dozajlarında tiksotropinin maksimum olduğu ve bunların altında ve üstünde ise tiksotropinin azaldığı görülmektedir. Aslında bu sonuç akış süresi eğrileriyle elde edilen sonuçlarla uyuşmadığı görülmektedir. Şöyleki, akışkanlığın en yüksek (akış süresinin en kısa) olduğu konsantrasyonlarda tiksotropinin de düşük olması beklenir. Çünkü tiksotropi demek çamurun stabilitesinin geçici olarak azalması ve çamur içerisinde ağ yapının oluşması demektir. Dolayısıyla bunun oluşmasının akışkanlığın en düşük olduğu durumlarda daha kolay meydana gelmesi beklenirdi, ama bu gerçekleşmedi. Literatürde Kaya ve Yaman (1995)’ın yaptığı çalışmada SS arttıkça vitrifiye çamurunun viskozitesinin ve tiksotropisinin azaldığı belirlenmiştir. Yine vitrifiye seramik çamuruyla ilgili bir başka çalışmada (Şakar-Deliormanlı ve Yayla 2004) ise sodyum karbonat ve kalsiyum hidroksitin çamurun slip döküm davranışına etkisi incelenmiş ve dispersant miktarının artmasının tiksotropide önemli bir değişikliğe yol açmadığı ve tiksotropi (birinci viskozite-ikinci viskozite) değerinin 30-33 aralığında seyrettiği belirlenmiştir. Viskozite ile tiksotropi arasında anlamlı bir ilişki kurulamamıştır. Ağırlıkça % 0.1 dispersant dozajında SS, Darvan CN,

Darvan A821, Dolapix SPC7, Dolapix CE64 ve Dolapix PC 67'nin tiksotropi değerleri sırasıyla % 41.25, % 38.46, % 52.05, % 46.55, % 28.57 ve % 21.67'dir.



Şekil 4.5 Farklı dispersantlar varlığında dispersant dozajına göre ESC-3 çamurunun % tiksotropi değerleri (Katı oranı: % 60, T:27±1 °C, Karıştırma Hızı: 800 d/dk), [Ek-3].

İnorganik dispersant olan SS'in ESC-3 çamurunun akış süresini düşürmesi diğer bir ifadeyle stabilitesini artırması elektrostatik stabilizasyon mekanizmasıyla gerçekleştirmektedir. Bu elektrostatik stabilizasyon üç mekanizmayla açıklanabilir (Leja 1982, Kingery 1960, Huertas et al. 1999, Lagaly 1989): (i) SS su içerisine girdiğinde hidroliz olur ve suda $[\text{Si}_2\text{O}_3(\text{OH})_4]^{2-}$ ve $[\text{SiO}_2(\text{OH})_4]^{4-}$ gibi çok değerlikli anyonik silikat bileşikler ortaya çıkar. Bu anyonlar kilin tabaka kenar yüzeyindeki pozitif yük merkezlerine adsorplanarak toplam negatif yükün ve zeta potansiyelin daha da negatif olmasını sağlar ve böylece kil taneleri arasında elektrostatik itmeyi artırıp stabiliteyi artırılır ve akışkanlığı azaltırlar. (ii) Bu çok değerlikli anyonik türler, kenardaki yapısal OH^- iyonlarıyla bir iyon değişimi reaksiyonuna uğrayabilir. Bu yapısal OH^- iyonları negatif kenar yüklerinin sayısını artırabilir. Bunun sonucunda taneciklerin birbirini itmesi yani defloküle olması sağlanır. (iii) Kil mineralleri suya girince yapısında bulunan ve Ca^{2+} , Mg^{2+} gibi floküle edici katyonlar suya geçebilirler ve bunlar da flokülasyona ve stabilitenin bozulmasına sebep olabilir. Aşağıdaki reaksiyonda da

görüldüğü üzere ortama katılan SS'dan gelen anyonik silikat iyonları ortamdaki +2 valanslı katyonlarla CaSiO_3 gibi çözünmeyen silikat bileşikleri oluşturup çökerek bu katyonların stabilite üzerindeki negatif etkisini elimine edebilirler.



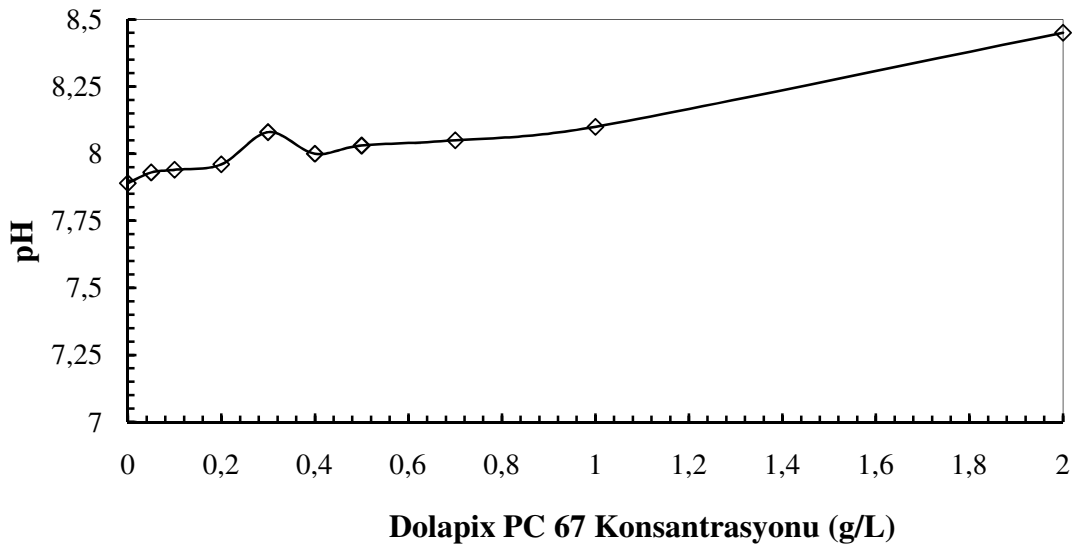
Kullanılan polimer esaslı dispersantların (Dolapix PC 67, Darvan CN, Darvan A821, Dolapix SPC7) kil çamurunun stabiliteyi artırıp akış süresini düşürmesi ise hem elektrostatik ve hem de sterik stabilizasyon mekanizması ile birlikte gerçekleştirmektedir (Gergory 1989, Lagaly and Ziesmer 2003). Dolayısıyla organik dispersantların inorganik dispersantlara göre stabiliteyi artırıp akışkanlığı artırmada daha etkili olması organik dispersantların hem sterik stabilizasyon (Şekil 2.11) hem de elektrostatik stabilizasyonu (Şekil 2.9) birarada gerçekleştirebilmelerinden dolayıdır. Literatürde farklı seramik çamurları veya süspansiyonlarıyla yapılan çalışmalarda da benzer sonuçlar elde edilmiştir (Şakar-Deliormanlı ve Yayla 2004, Eygi 2005, Yıldız 1998, Tsetsekou et al 2001, Carty and Senapati 1998, Marco and Llorens 2009, Eygi ve Ateşok 2008, Greenwood 1998, Jhonson 2000, Greenwood 1997, Ferrari and Moreno 1997, Tadros 2005).

Bu bulgular ile akış süresinin azaltılmasında etkili polimer esaslı dispersantlar etkileme gücüne göre sırasıyla Dolapix PC 67, Dolapix SPC7, Darvan A821, Darvan CN'dir. Tikotropinin düşüşünde en etkili dispersantlar ise sırasıyla Dolapix PC67, Dolapix CE64, Darvan CN, Dolapix SPC7'dir. Bu doğrultuda döküm işlemi için en uygun dispersantın Dolapix PC 67 olduğu tespit edilmiştir. Optimum dozaj olarak da akış süresinin minimum olduğu % 0.1 Dolapix PC 67 dozajı alınmıştır.

4.2.2 Kil Süspansiyonunun Dolapix PC 67 Konsantrasyonuna Bağlı pH Değişimi

PH parametresi tüm kolloidal süspansiyonlar için gerek yüzey yüklerinin oluşumu ve gerekse buna bağlı akışkanlık özellikleri bakımından çok önemli bir parametredir (Hunter 1981, Dinger, 2002, Çelik and Ersoy, 2004). Bu sebeple dispersant konsantrasyonuna bağlı olarak çamurda ciddi bir pH değişiminin olup olmadığını

kontrol etmek amacıyla dispersant konsantrasyonuna bağlı pH ölçümleri yapılmıştır (Şekil 4.6). Deneyde fabrikalardaki çalışma şartlarına uygun olması amacıyla çeşme suyu kullanılmıştır. Şekilden de görüldüğü gibi kil süspansiyonunun pH'ı dispersantsız ortamda 7.8 civarında olup, Dolapix PC 67 katkısına paralel olarak tedricen arttığı ve 0.1 g/l dozajda pH 7.9 ve 1 g/l'de 8.1 ve 2 g/l'de ise 8.4'e ulaştığı görülmektedir. Kısaca ciddi bir pH değişimi söz konusu değildir ve bu bahsedilen pH değerleri de zaten dispersantların kendi çözelti pH'larına (pH 7-8 arasında, bakınız Çizelge 3.2) yakındır.

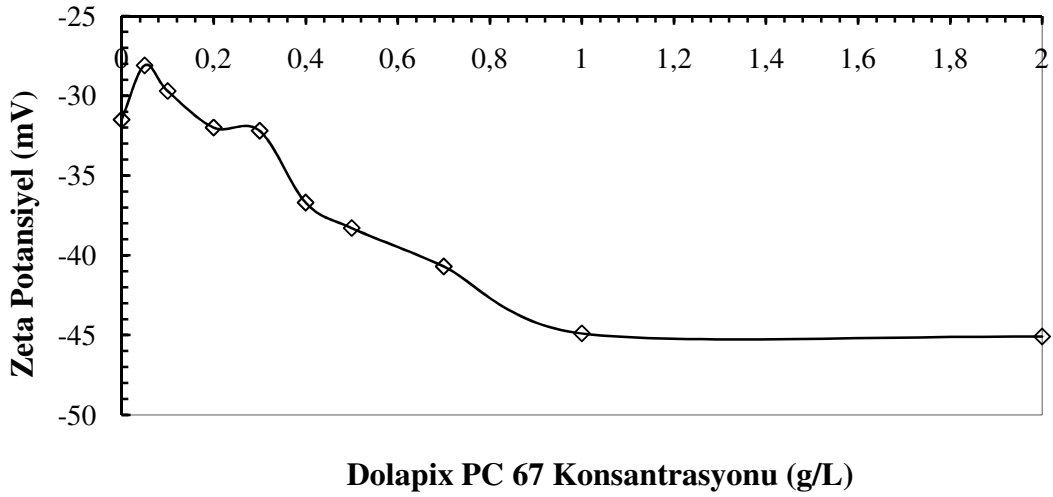


Şekil 4.6 Kil Süspansiyonunu, Dolapix PC 67 Konsantrasyonuna Bağlı pH Değişimi (1 gr kil, 100 gr çeşme suyu, T:27±1 °C), [EK-4].

4.2.3 Kilin Su İçerisinde, Dolapix PC 67 Konsantrasyonuna Bağlı Zetapotansiyeli (mV) ve Elektroforetik Mobilite ($\mu\text{mcm/Vs}$) Değişimi

Dolapix PC 67 varlığında zeta potansiyel ve elektroforetik mobilite ölçüm sonuçları Şekil 4.7 ve Şekil 4.8'de verilmiştir. Şekil 4.7'da görüldüğü gibi Dolapix PC 67 ilavesinden önce süspansiyonun zeta potansiyeli -31.5 mV iken, artan Dolapix PC 67 ilavelerinde ilk etapta mutlak değerce bir azalma olduğu ve 0.05 g/l'de ≈ -28 mV'a düştüğü görülmektedir. 0.1 g/l'den sonra ise zeta potansiyelin mutlak değerce arttığı görülmektedir. En yüksek zeta potansiyel değerinin (-45.1 mV) 1 g/l'de elde edildiği ve bu dozajdan sonra ise zeta potansiyelin hemen hemen sabit bir seyir izlediği görülmektedir. Polikarboksilik esaslı (sodyum tuzlu) olan polimerin suda

iyonizasyonu ile oluşan anyonik polimer molekülleri numunedeki kil kenar yüzeylerindeki pozitif yük merkezlerine ve diğer minerallerin (kuvars ve albit) pozitif yük merkezlerine adsorplanarak tanelerin zeta potansiyelini negatif yönde artırmaktadır. Burada polimerin tane yüzeylerine adsorplanmasında yüzeydeki OH grupları ile anyon değiştirme mekanizması da mümkündür. Literatürde farklı kil mineralleri ve farklı polimerik dispersantların kullanıldığı çalışmalarda da adsorplanma mekanizması olarak killerdeki metalik katyonlarla polimerin negatif yük merkezleri arasında bir katyonik köprü oluşumu ve ayrıca anyon değiştirme mekanizmasından bahsedilmektedir (Sjöberg et al 1999, Zaman et al 2002, Reed 1994, Güngör ve Karaoğlu 2001, Taylor et al 2002, Stutzman and Siffert 1997, Mei et al 2001).



Şekil 4.7 ESC-3 kilinin Dolapix PC 67 konsantrasyonuna bağlı zeta potansiyeli (mV) (1 gr kil, 100 gr çeşme suyu, T:27±1 °C), [EK-4].

Şekil 4.8’de görüldüğü gibi Dolapix PC 67 ilavesinden önce süspansiyonun elektroforetik mobilite değeri -2.516 $\mu\text{mcm/Vs}$ iken, artan Dolapix PC 67 ilavelerinde ilk etapta mutlak değerce bir azalma olduğu ve 0.05 g/l’de $\approx -2.244 \mu\text{mcm/Vs}$ ’a düştüğü görülmektedir. 0.1 g/l’den sonra ise mobilitenin mutlak değerce arttığı görülmektedir. En yüksek elektroforetik mobilite değerinin (-3.584 $\mu\text{mcm/Vs}$) 1 g/l’de elde edildiği ve bu dozajdan sonra ise hemen hemen sabit bir seyir izlediği görülmektedir. Elektroforetik mobilite ölçüm sonuçları zeta potansiyel sonuçlarıyla doğrudan ilgilidir. Daha doğrusu tanelerin mobilitesi (U) (elektriksel alan uygulanan sıvı ortamda tanelerin

hareket hızı) aşağıdaki Smoluchowski eşitliğiyle zeta potansiyele çevrilmektedir (Chassagne C., Mietta F. 2009).

$$U = \zeta \cdot \epsilon_r \epsilon_0 / \eta \quad (18)$$

U: Elektroforetik mobilite

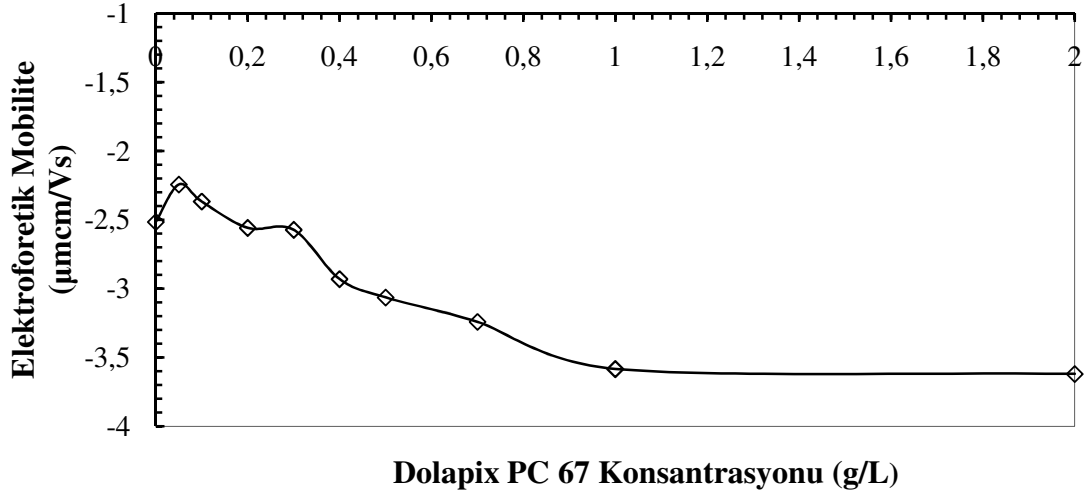
ϵ_r : Ortamın statik dielektrik sabiti veya relatif geçirgenliği (birimsiz)

ϵ_0 : Boşluğun (veya vakumlanmış havanın) geçirgenliği ($8.854 \times 10^{-12} \text{ C}^2/\text{Jm}$)

η : Ortamın viskozitesi (Poise) (1 Poise = $0.1 \text{ Kg m}^{-1} \text{ s}^{-1}$)

ζ : Zeta potansiyel (mV)

Gerek zeta potansiyel ve gerekse elektroforetik mobilite eğrilerinden de görüldüğü üzere tanelerin zeta potansiyelini artırmak belirli bir dispersant konsantrasyonundan sonra mümkün olmuyor ve bu bize süspansiyonların stabilitesinin sağlanmasında dispersant konsantrasyonun önemli rol oynadığını göstermektedir ki akışkanlık eğrileri de zaten bunu desteklemektedir.



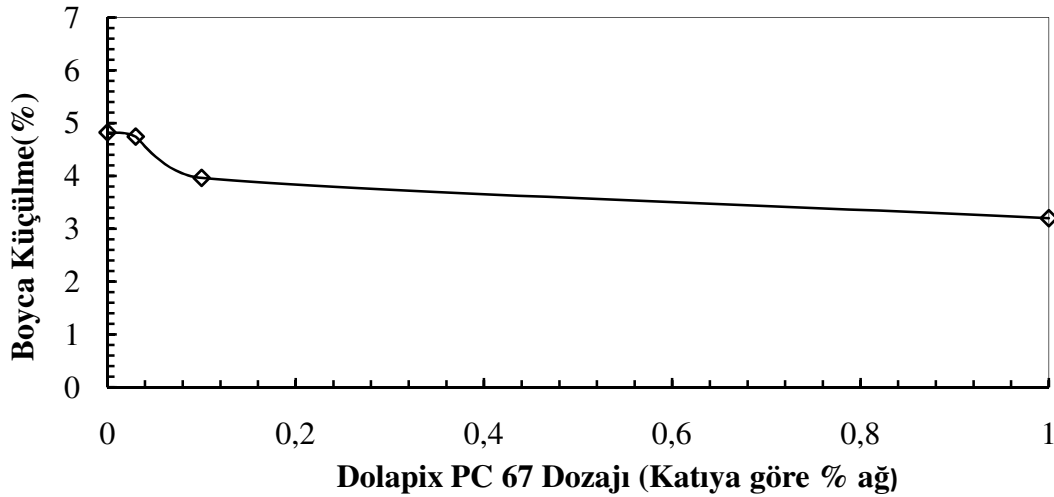
Şekil 4.8 ESC-3 kilinin, Dolapix PC 67 konsantrasyonuna bağlı elektroforetik mobilitesi (μcm/Vs), [EK-4].

4.2.4 Dolapix PC 67 Dozajının, ESC-3 Döküm Çamurundan Elde Edilen Ham Ürün Özelliklerine Etkisi

4.2.4.1 Dolapix PC 67 Dozajının Ham Ürünün Boyca Küçülme, Yoğunluk ve Mukavemete (Üç Nokta Eğme Dayanımı) Etkisi

En uygun dispersant olarak belirlenen Dolapix PC 67 ile 4 farklı dozajda (% 0, % 0.03, % 0.1, % 1) hazırlanan süspansiyonlarla slip döküm işlemi yapılmıştır. Döküm sonucunda elde edilen ham (kuru) numunelerin fizikomekanik özelliklerine dispersant dozajının etkisine ait sonuçlar Şekil 4.9- 4.11’de verilmiştir.

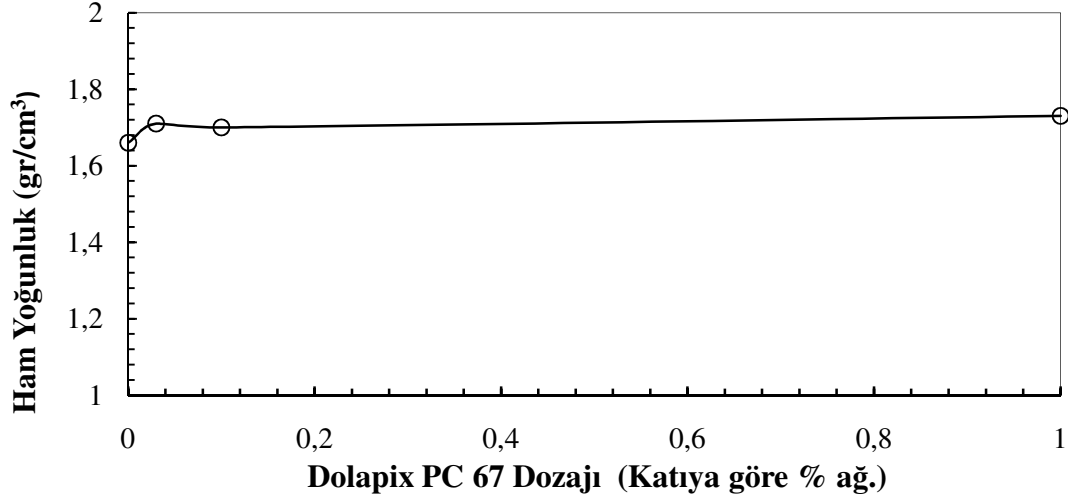
Şekil 4.9’da katkısız ham numunelerin boyca kuru küçülme miktarı % 4.82 iken, düşük dozajda küçülme oranını hemen hemen değişmezken % 0.03 dozajdan sonra küçülme oranında önemli azalım olduğu ve optimum dispersant dozajında (% 0.1) boyca küçülme oranının yaklaşık % 4’e indiği ve bu dozajdan sonra da azalmanın nisbeten daha yavaş seyrettiği ve en yüksek dozajda (% 1) ise küçülme oranı % 3.2’dir. Literatürden de bilindiği gibi slip döküm prosesiyle şekillendirme işleminde istenilen parametrelerden birisi de kuru küçülmenin mümkün olduğunca az olmasıdır (Kingery 1960). Literatürde sodyum karbonat ve kalsiyum hidroksitin vitrifiye çamurunun slip dökümüyle elde edilen ham ürünlerinde kuru küçülme ile doğrusal bir ilişkinin olmadığı belirlenmiştir. Eygi (2005) ve Eygi ve Ateşok (2008) ise kaolin çamurlarından elde edilen ürünlerin kuru ve pişme küçülme değerlerinin dispersant tipinden bağımsız olduğunu belirlemiş ancak polimerik dispersantların SS’a göre daha yüksek kuru ve pişme küçülmesi verdiğini tespit etmiş. Bu çalışmada % 67-70 katı oranlarında ve farklı dispersantlar varlığında elde edilen kuru küçülme değerlerinin % 0.90 ila 1.70 arasında olduğu belirlenmiştir. Ayrıca güral vitrifiyede üretilen bir vitrifiye ürününün kuru küçülme miktarı % 5.8’dir ve bu çalışmada elde edilen kuru küçülme miktarlarına göre bu değerin oldukça fazla olduğu bulunmuştur.



Şekil 4.9 Farklı Dolapix PC 67 dozajlarında hazırlanan ESC-3 döküm çamurundan elde edilen ham ürünlerin boyca kuru küçülme (%) değerleri, [EK-5].

Şekil 4.10'da görüldüğü üzere katkısız numunelerin ham yoğunluğu (green density) 1.66 gr/cm^3 , % 0.03 Dolapix PC 67 dozajında yoğunluk değerinin az bir düzeyde artışla 1.71 g/cm^3 'e çıktığı ve bundan sonra hemen hemen sabit kaldığı görülmektedir. Sonuçta dispersant katkısı ham ürünün yoğunluğuna olumlu etki yaptığı görülmektedir. Literatürde dispersant tipi ve dozajına bağlı ürün ham yoğunluk değerleri arasındaki ilişkinin irdelendiği detaylı bir çalışma Mei ve ark. (2003) tarafından kordierit esaslı cam seramikten hazırlanan çamurlar üzerinde gerçekleştirilmiştir. Bu çalışmada dispersant konsantrasyonuna bağlı viskozite eğrileriyle ham ürün yoğunlukları arasında doğrusal bir ilişki olduğu ve en düşük viskoziteyi veren şartların ham yoğunluk bakımından da en iyi sonucu verdiği tesbit edilmiştir. Ayrıca Duramax D-3021, Targon 1128, Tiron ve Dolapix CE64 ticari isimli polimerik dispersantlar arasında polikarboksilik asit esaslı Dolapix CE64'ün hem zeta potansiyeli ve viskoziteyi azaltmada ve hem de daha yoğun ve daha homojen mikroyapıya sahip ham ürün elde edilmesinde en iyi sonucu verdiğini tesbit etmişlerdir. SEM fotoğraflarında bu sonuçları desteklediği görülmüştür. Polimerik dispersantlar arasındaki performans farklılıklarının onların gerek hidrokarbon zincir uzunlukları (yani mol ağırlıkları), moleküler yapısının "hidrofilik/hidrofobik" oranı ve tane yüzeyine oryantasyon (yerleşim) şekliyle ilgili olduğu beyan edilmektedir. Bütün bu farklılıklar onların elektrostatik ve elektrosterik stabilizasyon gücüne etki etmektedir. Yine bu çalışmada tüm bu

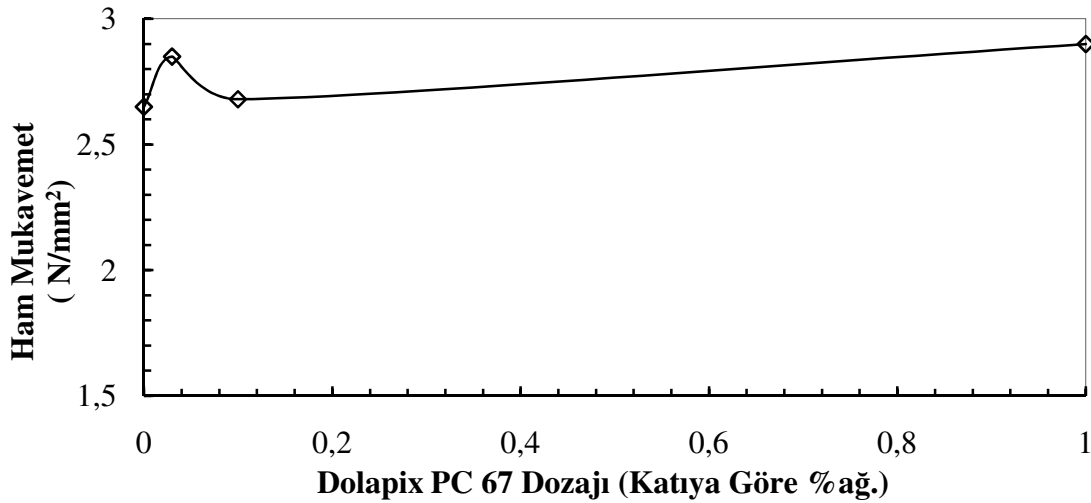
dispersantlar ile % 0.2 ila 1 arasındaki dozajlarda hazırlanan kordierit-cam çamurdan elde edilen ham ürünlerin yoğunluklarının Dolapix CE64 hariç diğer dispersantların dozajına göre çok küçük değişiklikler (artış) gösterdiği belirlenmiştir. Dolapix CE 64 de ise dispersant artışının yoğunluğun artmasında daha çok etki ettiği görülmüştür.



Şekil 4.10 Farklı Dolapix PC 67 dozajlarında hazırlanan ESC-3 döküm çamurundan elde edilen ürünlerin ham yoğunluğu (gr/cm³), [EK-6].

Şekil 4.11’de katkısız numunelerin ham mukavemeti 2.65 N/mm² [1N/mm²=1 MPa] ve % 0.03 Dolapix PC 67 dozajında ise bir miktar artış göstererek 2.85 N/mm² olduğu görülmektedir. % 0.1 dozajda ise yeniden birazcık düşüş olmuş (2.70 N/mm²) ve % 1 Dolapix PC 67 dozajında ise ham mukavemet 2.90 N/mm² olmuştur. Buradaki sonuçlar Şekil 4.9’da verilen ham yoğunluk eğrisiyle de benzer davranış sergilemektedir. Sonuç olarak genel anlamda dispersantsız olarak hazırlanan seramik çamuruyla elde edilen ham ürünün stabilitesi ve buna bağlı akışkanlığı Dolapix PC67 katkılı ürüne göre nisbeten daha düşük olduğundan çamurun alçı kalıp yüzeyine paketlenmesi daha zayıf olmakta ve bu da mukavemetin bir miktar daha düşük olmasına sebep olmaktadır. Ancak dispersant dozajına bağlı olarak akışkanlık eğrileriyle kıyaslandığında bir uyuşmazlık gözlemlenmektedir. Şöyleki akış eğrisine göre en düşük akışkanlığı veren % 0.1 dozajı ham mukavemet ve yoğunluk açısından en iyi sonucu vermemekte ve bunun yerine % 0.03 dozajında en iyi sonuçlar elde edilmiştir. Literatürde inorganik dispersantlarla yapılan çalışmada sodyum karbonat katkısıyla kil çamurundan elde

edilen ham ürünün mukavemetinin dispersant dozajına paralel olarak bir miktar arttığı belirlenmiştir (Şakar-Deliormanlı ve Yayla 2004). Örneğin % 0.06 sodyum karbonat dozajında 25.11 kg/cm^2 olan ham mukavemet % 0.07’de 26.87 kg/cm^2 ’ye çıkmış ve % 0.085’de ise 27.43 kg/cm^2 olmuştur, ancak bu sonuçların viskozite verileriyle doğrusal bir ilişkisinin olmadığı görülmüştür. Ancak yine aynı çalışmada kalsiyum hidroksitin sodyum karbonata göre, kuru ve pişmiş ürün mukavemetini daha çok artırdığı belirlenmiştir. Sonuç olarak bütün bu hususlar bize kil çamurlarının en düşük viskozite (en iyi akışkanlık) şartlarının ham (ve ileride görüleceği üzere pişmiş) ürün özellikleri açısından her zaman en iyi şartları sağlayamadığını göstermektedir. Bir başka husus ise çamurların reolojisinin ve bunun ürün özellikleriyle ilişkisinin sanıldığından çok daha kompleks bir husus olduğu görülmektedir

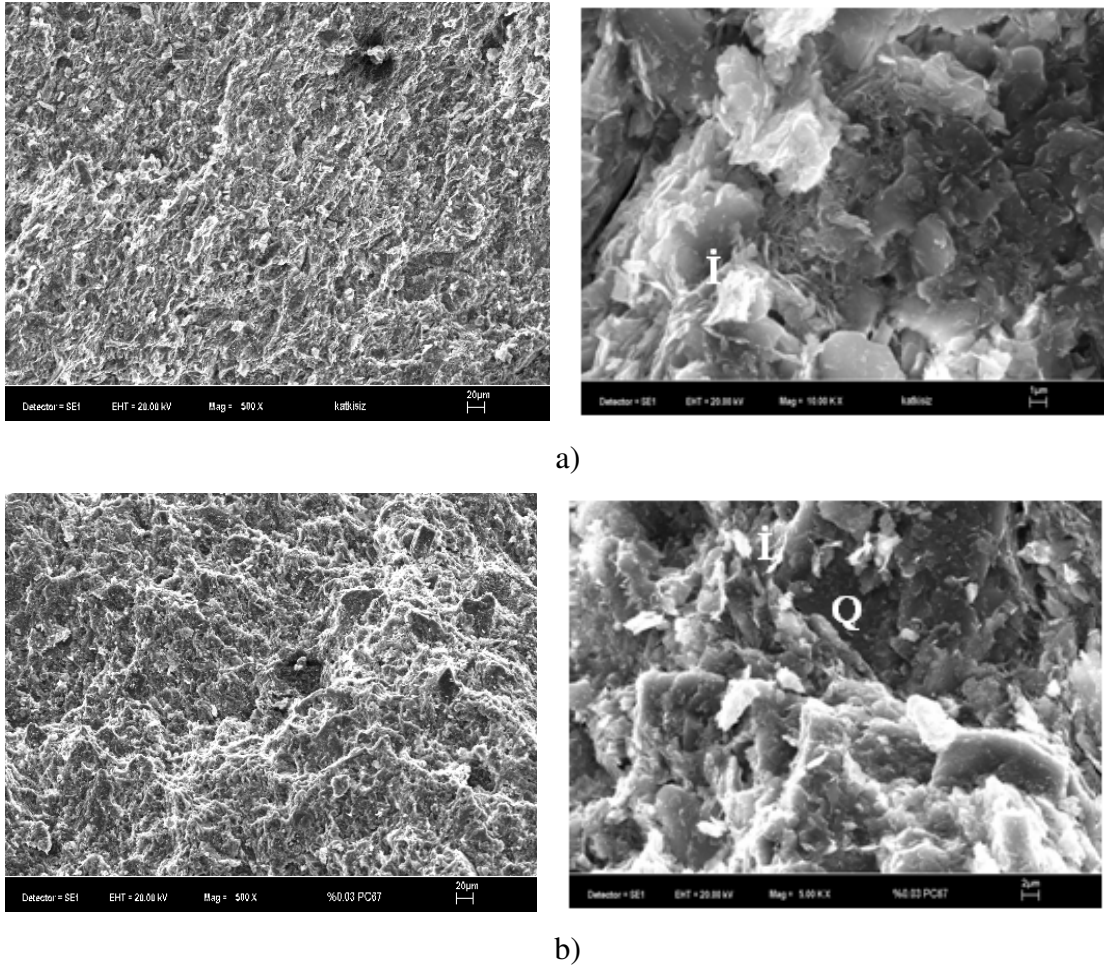


Şekil 4.11 Farklı Dolapix PC 67 dozajlarında hazırlanan ESC-3 döküm çamurundan elde edilen ürünlerin ham mukavemeti ($1 \text{ N/mm}^2 = 1 \text{ MPa}$), [EK-5].

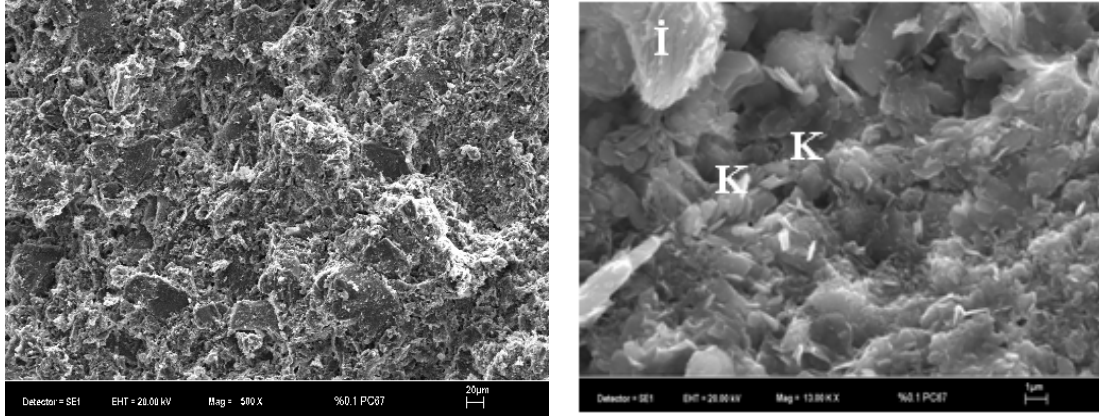
4.2.4.2 Dolapix PC 67 Dozajının Ürün Mikroyapısına Etkisi (SEM Analizi)

SEM analizinin amacı farklı Dolapix PC 67 dozajlarında hazırlanan çamurdan elde edilen ham ürünlerin ne kadar homojen ve sıkı paketlenmiş olduğunu görebilmektir. Ancak hemen ifade etmek gerekirse SEM fotoğrafları arasında ciddi bir farklılık görülememiştir (Şekil 4.12 a-c). Literatürde kordierit-cam seramik çamurundan elde

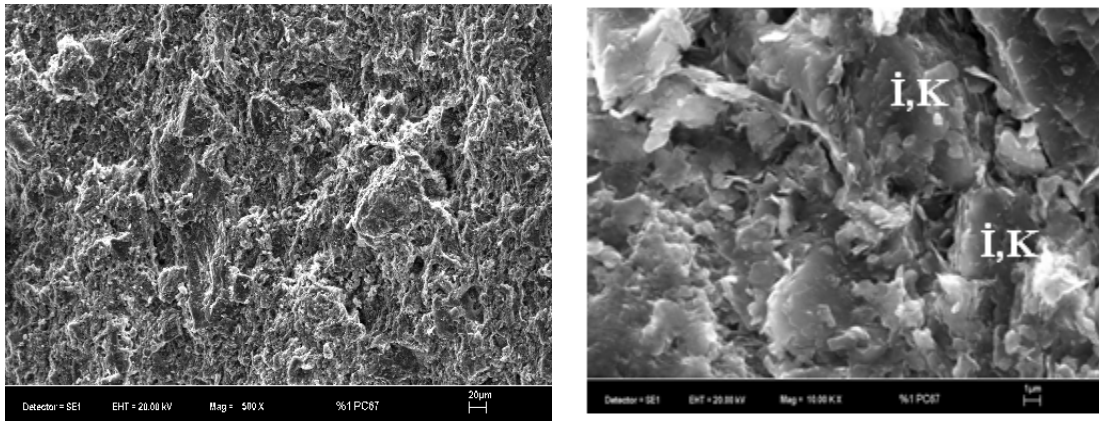
edilen çalışmada (Mei et al. 2003) farklı dispersant türleriyle hazırlanan çamurdan slip dökümle elde edilen ham ürünlerin SEM fotoğrafları arasında homojenite bakımından önemli farklılıklar olduğu net bir şekilde görülmektedir. En iyi akışkanlığı sağlayan dispersantla elde edilen ürünün çok daha homojen bir mikroyapıya ve paketlenmeye sahip olduğu görülmektedir. Killerin tabakalı yapıya sahip olması küresel veya küresele yakın tane yapısına sahip minerallere göre homojen paketlenme yapabilmesi daha zordur. Bu da dispersant konsantrasyon farklığının veya dispersantsız çamurla dispersantlı çamur arasındaki farklılığının mikroyapı üzerine etkisinin görüntülenmesinde zorluk teşkil ettiği söylenebilir.



Şekil 4.12 Farklı Dolapix PC 67 dozajlarında hazırlanan ESC-3 döküm çamurundan elde edilen ürünlerin kırık yüzey SEM görüntüsü, (İ:illit, K:kaolinit, Q:kuvars), [Katkısız (a) 500 ve 5000 X büyütmeli, Dolapix PC 67 Katkılı (b) % 0.03, (c) % 0.1, (d) % 1, 500 ve 10000 X büyütmeli].



c)



d)

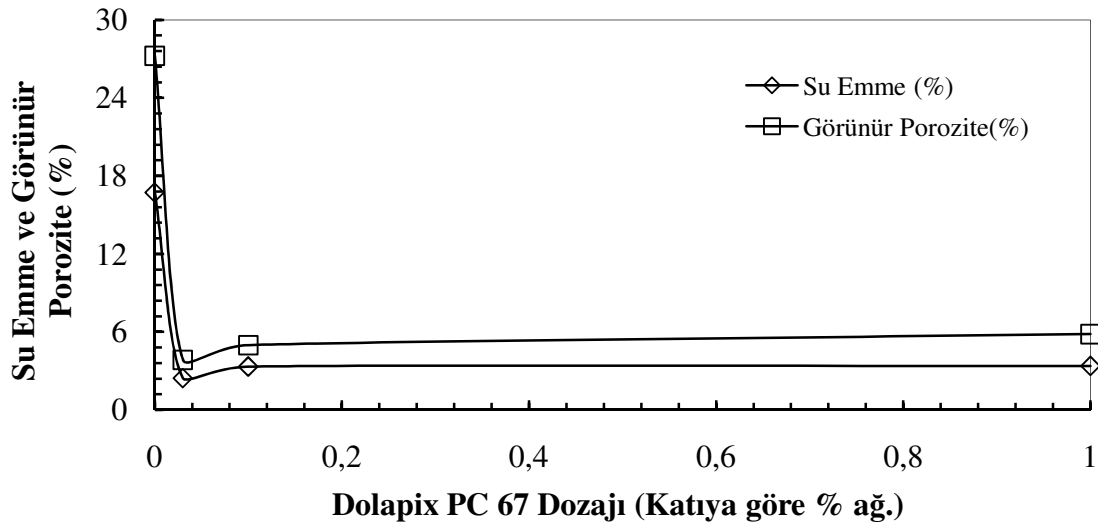
Şekil 4.12 (Devamı).Farklı Dolapix PC 67 dozajlarında hazırlanan ESC-3 döküm çamurundan elde edilen ürünlerin kırık yüzey SEM görüntüsü, (İ:illit, K:kaolinit, Q:kuvars), [Katkısız (a) 500 ve 5000 X büyütme, Dolapix PC 67 Katkılı (b) % 0.03, (c) % 0.1, (d) % 1, 500 ve 10000 X büyütme].

4.2.5.Dolapix PC 67 Dozajının Pişmiş Ürün Özelliklerine Etkisi

4.2.5.1.Dolapix PC 67 Dozajının Ürün Fiziksel Özelliklerine Etkisi [Su Emme (Kütlece %), Bulk Yoğunluk (gr/cm³), Görünür Porozite (Hacimce %)]

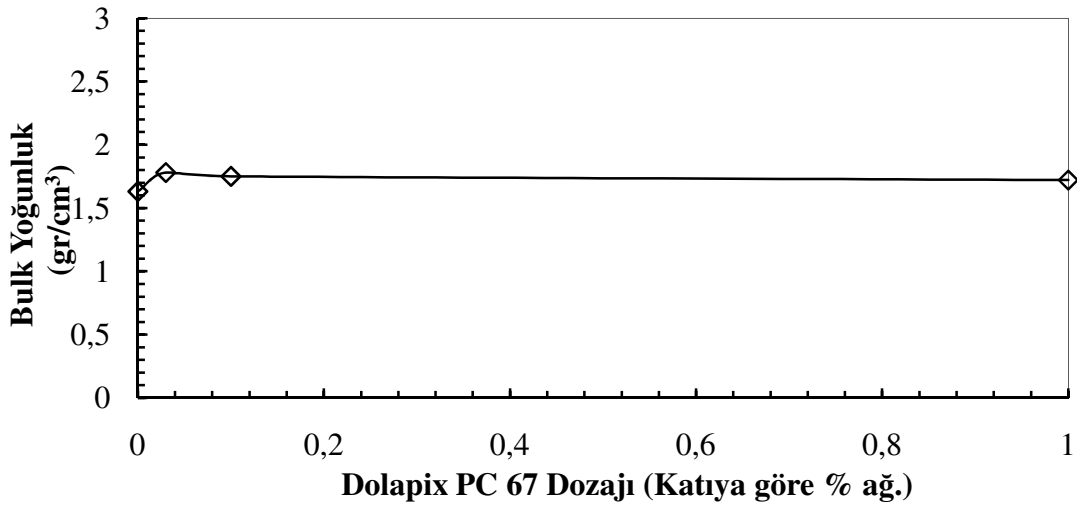
ESC-3 çamuruna 4 farklı dozajda Dolapix PC 67 ilavesiyle elde edilen ürünler 1200 °C'de pişirilmiş numuneler üzerinde su emme testi uygulanmış olup, su emme ve görünür porozite değerleri Şekil 4.13'de ve bulk yoğunlukları ise Şekil 4.14'de

verilmiştir. Şekil 4.13'e göre katkısız numunenin su emme miktarı % 16.72 iken % 0.03 Dolapix PC 67 dozajında ise çok büyük bir düşüş göstererek % 2.45'e olduğu görülmüştür. % 0.1 dozajda ise yeniden çok az artış olmuş (% 3.34) ve % 1 Dolapix PC 67 dozajında ise su emme miktarı % 3.39 olmuştur. Aynı şekil üzerinde numunelerin görünür porozite miktarları da görülmektedir. Katkısız numunelerin görünür porozite miktarı % 27.23 iken % 0.03 Dolapix PC 67 dozajında belirgin düşüş göstererek % 4.36 olduğu görülmektedir. Görünür porozite miktarı % 0.1 dozajda ise yeniden çok az artış olmuş ve % 5.86 değerinde olduğu bulunmuştur ve % 1 Dolapix PC 67 dozajında görünür porozite miktarı ise % 5.83'tür. Bu sonuçlara göre dispersant katkısı çamurun stabilitesini artırıp paketlenmeyi ve buna bağlı ham yoğunluğunu artırdığından pişmiş ürün içerisinde daha az porozite bırakmakta ve bu da su emmeyi azaltmaktadır. Şakar ve Deliormanlı (2004) 'da vitrifiye çamuruna Ca(OH)_2 ilavesiyle elde edilen bünyelerin sodyum karbonat ilavesiyle elde edilen bünyelere göre daha düşük su emmeye sahip olduklarını tespit etmişlerdir. Güral vitrifiyede üretilen bir vitrifiye ürününde ise su emme % 0.5'dir ve bu çalışmada elde edilen bünyelerin su emme miktarlarına göre daha düşük olduğunu da söyleyebiliriz.



Şekil 4.13 Farklı Dolapix PC 67 dozajlarında hazırlanan ESC-3 döküm çamurundan elde edilen ürünlerin pişirim sonrası su emme (% kütlece), görünür porozite (% hacimce) miktarı, [EK-9].

Şekil 4.14’de görüldüğü üzere katkısız numunelerin bulk yoğunluğu 1.63 gr/cm^3 iken % 0.03 Dolapix PC 67 dozajında belirgin bir yükseliş göstererek 1.78 gr/cm^3 ’e çıktığı görülmektedir. % 0.1 optimum dozajda ise 1.75 gr/cm^3 olmuştur ve % 1 Dolapix PC 67 dozajında ise numunelerin yoğunluğu 1.72 gr/cm^3 ’tür. Elde edilen sonuçların yukarıda verilen (Şekil 4.13) porozite ve su emme eğrilerinden çıkan sonuçlarla uyum içerisinde olduğu görülmektedir. Porozite azaldıkça yoğunluk artmaktadır. Ancak % 0.3 dozajından sonra dispersant dozajının pişmiş ürün bulk yoğunluğuna önemli bir etkisinin olmadığı görülmektedir.

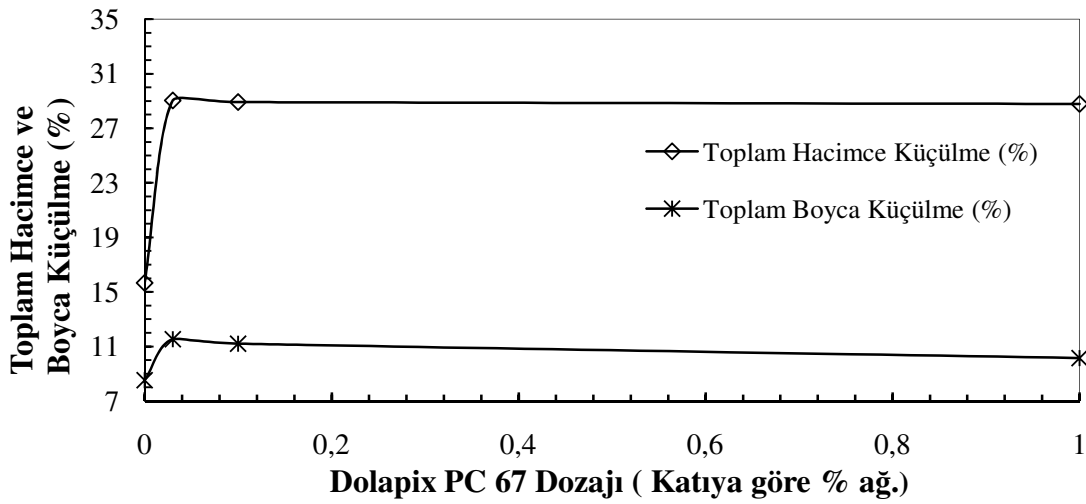


Şekil 4.14 Farklı Dolapix PC 67 dozajlarında hazırlanan ESC-3 döküm çamurundan elde edilen ürünlerin pişirim sonrası bulk yoğunluğu (gr/cm^3), [EK-9].

4.2.5.2 Dolapix PC 67 Dozajının Toplam Boyca/Hacimce Küçülmeye(%) ve Mekanik Mukavemete (Üç Nokta Eğme Dayanımı) Etkisi

Şekil 4.15’de görüldüğü üzere numunelerin (toplam) boyca ve hacimce küçülme miktarları sırasıyla; katkısız numunelerin % 8.52, % 15.66 iken % 0.03 Dolapix PC 67 dozajında % 11.53, % 29.03 olduğu ve hacimce küçülme miktarının ciddi derece arttığı görülmektedir. % 0.1 optimum dozajda ise % 11.20, 28.92 ve % 1 Dolapix PC 67 dozajında ise % 10.14, % 28.78 olduğu ve belirgin artışlar veya azalışlar olmadığı görülmektedir. Yine bu eğrilerin de yukarıda verilen bulk yoğunluk (Şekil 4.14) ve su

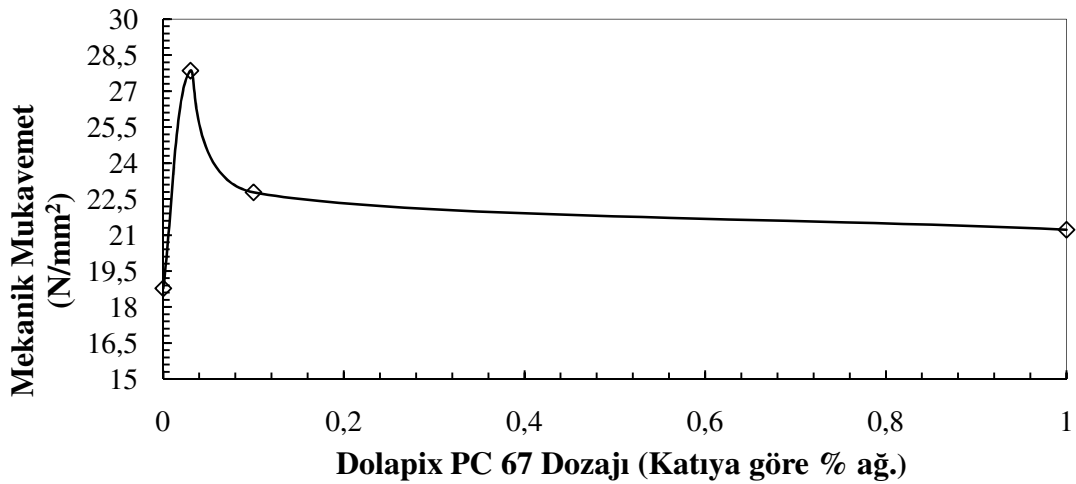
emme/porozite (Şekil 4.13) eğrileriyle uyumlu olduğu ve % 0.03 dozajdan sonra diğer fiziksel özelliklere benzer şekilde küçülme değerinin sabit olduğu görülmektedir. Eygi (2005) kaolin çamurunun toplu küçülmesinin dispersant türüne göre önemli farklılıklar göstermediği ve fakat polielektrolitlerle hazırlanan çamurdan elde edilen bünyelerin daha az küçülmeye maruz kaldığını belirlemişlerdir. Şakar-Deliormanlı ve Yayla 2004'in çalışmasında ise vitrifye çamurunun toplam ve kuru küçülmelerinin dispersant tipi ve viskozite değişiminden bağımsız olduğunu ve aralarında bir ilişki olmadığı görülmektedir. Tsetsekao ve ark. (2001) ise Darvan C, Duramax D 3500 ve Dolapix CE 64 disperantları kullanarak aluminadan slip döküm tekniği kullanılarak elde ettikleri ürünleri pişirdikten sonra boyca küçülmelerini ölçmüşler dispersant tipinin boyca pişme küçülmesine (%) çok olmasa da etkili olduğunu belirlemişlerdir ve en çok küçülmenin (% 60 katı oranında % 10.5 olarak), alumina için en uygun dispersant olarak tesbit edilen Dolapix CE 64 ile elde etmişlerdir.



Şekil 4.15 Farklı Dolapix PC 67 dozajlarında hazırlanan ESC-3 döküm çamurundan elde edilen ürünlerin pişirim sonrasında toplam hacimce ve boyca küçülme miktarı (%), [EK-8].

Şekil 4.16'da katkısız numunelerin mekanik mukavemeti 18.78 N/mm^2 [$1 \text{ N/mm}^2 = 1 \text{ MPa}$] ve % 0.03 Dolapix PC 67 dozajında ise belirgin bir artış göstererek 27.85 N/mm^2 olduğu görülmektedir. % 0.1 dozajda ise düşüş olmuş (22.78 N/mm^2) ve % 1 Dolapix PC 67 dozajında ise mekanik mukavemet 21.25 N/mm^2 olmuştur. Bu sonuçlara göre

akışkanlık eğrilerine göre tesbit edilen optimum dispersant dozajı (% 0.1) ile elde edilen mekanik mukavemet ölçüm sonuçları aynı değildir. Fakat katkısız numunelere göre Dolapix PC 67 katkılı numunelerin daha iyi sonuç verdiği açık şekilde görülmektedir. Bunun sebebi dispersant varlığında çamurun daha stabil olması ve buna bağlı olarak tane paketlenmesinin daha iyi olması ve buna bağlı ham yoğunluğunun yüksek olmasıdır. Şakar-Deliormanlı ve Yayla (2004) ise Ca(OH)_2 ve sodyum varlığında vitrifiye döküm çamurundan elde edilen ürünü 1250 °C’de pişirdikten sonra eğilme dayanımlarını ölçmüşler ve Ca(OH)_2 çamurundan elde edilen bünyelerin daha yüksek dayanıma sahip olduğunu tesbit etmişlerdir. Bu durumun ise akışkanlık eğrileriyle uyum içerisinde olduğunu yani en düşük viskozitenin Ca(OH)_2 katkılı çamur ile elde ettiklerini belirtmişlerdir.



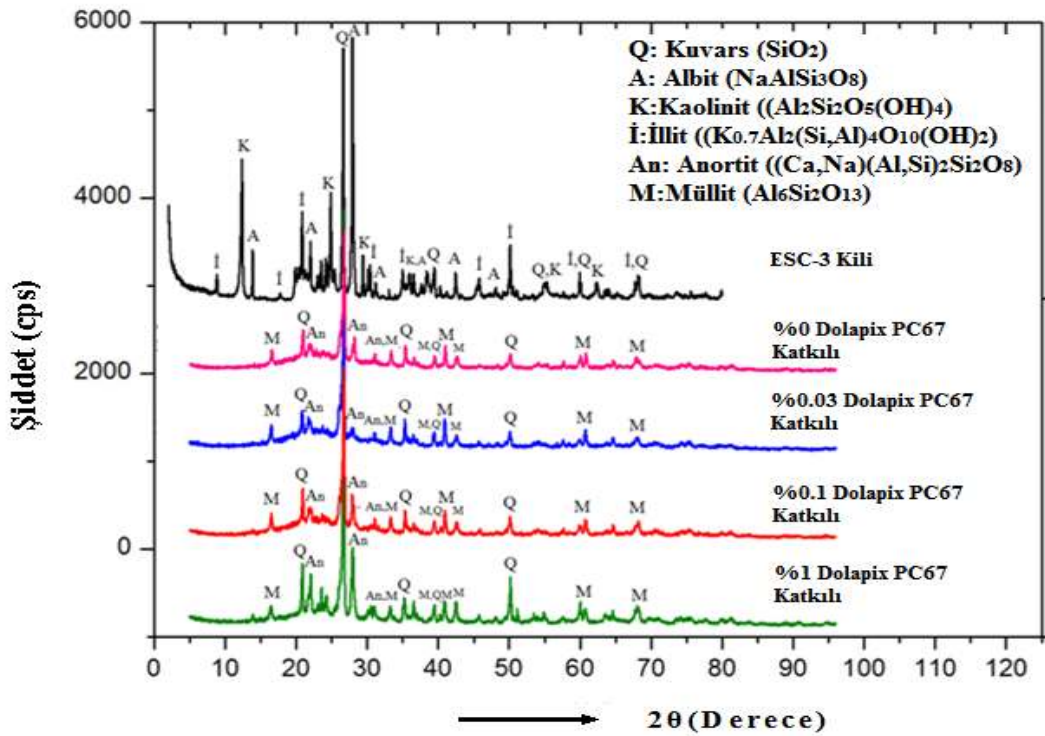
Şekil 4.16 Farklı Dolapix PC 67 dozajlarında hazırlanan ESC-3 döküm çamurundan elde edilen ürünlerin pişirim sonrasında mekanik mukavemeti (N/mm²), [EK-7].

4.2.5.3 Dolapix PC 67 Dozajının Ürün Mikroyapısına Etkisi (SEM ve XRD Analizi)

A.Mineralojik Analiz (XRD)

Dispersant katkılı ve katkısız çamurlardan hazırlanan bünyelerin pişirim sonrası XRD analizleri yapılmıştır (Şekil 4.17). Gerek katkılı ve gerekse katkısız pişmiş ürünlerdeki

fazlar kuvars, anortit ve mullit'dir. Şekile bakıldığında katkısız bünyedeki kuvars piki şiddetinin dispersant katkısıyla birlikte azaldığı görülmektedir. Bunun sebebi şu şekilde izah edilebilir. Dispersant katkılı ortamda çamurun daha homojen olması nedeniyle paketlenme daha iyi olmakta ve bu nedenle pişirim sırasında daha çok kuvars tanesi anortit veya kil ile reaksiyona girip mulliti oluşturmakta ve bu nedenle de kristalin kuvars piki şiddeti azalmaktadır. Mullit oluşumu elbette sadece bu şekilde değil doğrudan kaolinitin faz dönüşümüyle de oluştuğu bilinmektedir. Öte yandan ESC-3 kilinin ham halde xrd analizine göre (Şekil 4.1) bünyesinde varolan albit 1200 °C'de ergiyerek camsı fazı oluşturmakta ve bu nedenle albit pikleri kaybolmaktadır. Kil numunesindeki illit ise 950 °C'den sonraki sıcaklıklarda dehidroksilasyona uğradığından (Lavati et al. 2007) kristal yapısı değişmekte ve bu sebeple 1200 °C'deki xrd piklerinde gözükmemektedir. XRD analizi sonucunda bulunan mullit, anortit ve kuvarsın karakteristik en şiddetli ilk 3 pikleri ve bunların 2θ değerleri Çizelge 4.4'de verilmiştir.



Şekil 4.17 Farklı Dolapix PC 67 dozajlarında hazırlanan ESC-3 döküm çamurundan elde edilen ürünlerin pişirim sonrasında minerolojik (XRD) analizi, [EK-11, EK-12].

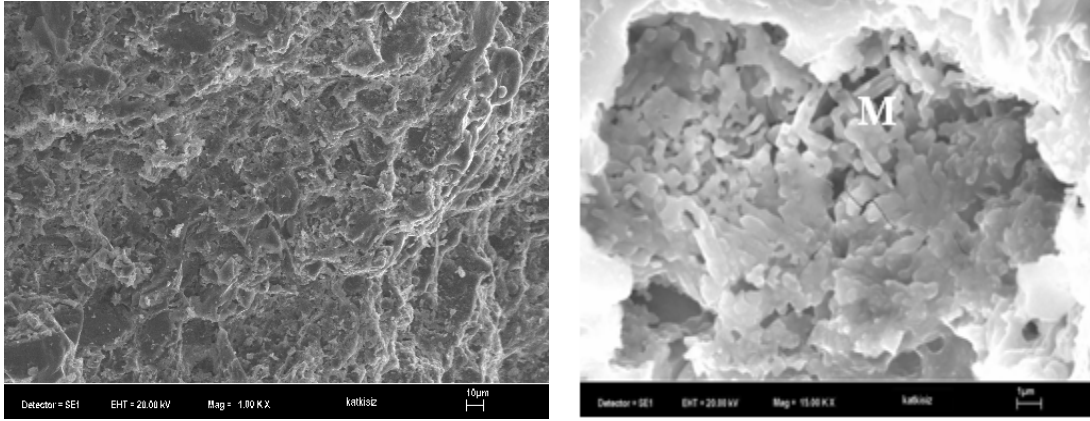
Çizelge 4.4 XRD için kuvars, anortit ve müllit karakteristik en şiddetli ilk 3 pikleri ve bunların 2θ değerleri

Mineral	2 θ (Derece)		
	Pik 1	Pik 2	Pik 3
Kuvars	26.63	20.86	50.138
Anortit	27.89	23.56	13.84
Müllit	12.45	24.992	20.119

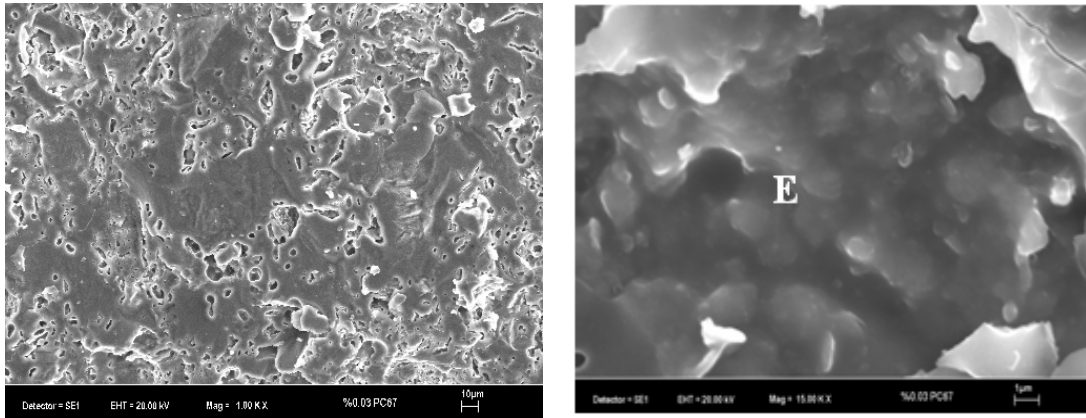
B.Mikroyapı İncelenmesi (SEM)

Şekil 4.18’de görüldüğü üzere farklı Dolapix PC 67 dozajlarında hazırlanan ESC-3 döküm çamurundan elde edilen ürünlerin pişirim sonrasında kırık yüzeyine ait farklı büyütmelede SEM fotoğrafları çekilmiştir. Fotoğraflara göre bakıldığında mikroyapıların homojenizasyonu açısından ve por yapısı bakımından çok ciddi farklılıklar olmamasına rağmen yine de yüksek büyütmele SEM fotoğrafları göz önüne aldığımızda optimum Dolapix PC 67 dozajında hazırlanan seramik çamurundan elde edilen bünynenin diğer katkısız ve katkılı bünyelere göre daha homojen bir yapı sergilediği söylenebilir. Örneğin katkısız ve aşırı (% 1) dispersant katkılı bünyelerin SEM fotoğraflarına bakıldığında yapıda büyük boşlukların olduğu ve bunun da çamurun yeterince homojen ve stabil olmamasından kaynaklandığı söylenebilir. Kaldı ki pişmiş ürünlerle ilgili diğer tüm fiziksel özellikler (Şekil 4.13-16) da göstermektedir ki dispersant katkısının tüm bu özellikler ve homojenizasyona pozitif katkı yapmaktadır. Ancak dispersant dozajları bakımından her zaman uyumlu sonuçlar alınamamıştır. Literatürde doğrudan dispersant dozajının seramik çamurunun mikroyapısına etkisiyle ilgili bir çalışmaya rastlanılmıştır Mei ve ark (2001). Bu çalışmada Dolapix CE 64 dozajının kordierit-cam seramik çamurundan elde edilen ürünlerin mikroyapısına etkisi irdelenmiş ve akışkanlığın en az olduğu optimum dozajda mikroyapının da çok daha homojen olduğu ve flokleşmeden (aglomerasyondan) kaynaklanan porozitelerin çok daha az olduğu belirlenmiştir. Mei ve ark (2003)’nın kordierit-cam seramik çamuruyla gerçekleştirdiği bir başka çalışmada ise dispersant tipinin pişmiş ürün mikroyapısına

etkisi incelenmiş ve kullanılan 4 çeşit dispersant arasında akışkanlık bakımından en iyi sonucu veren Dolapix CE64'ün mikroyapı homojenitesi bakımından da en iyi sonucu verdiğini göstermişlerdir.

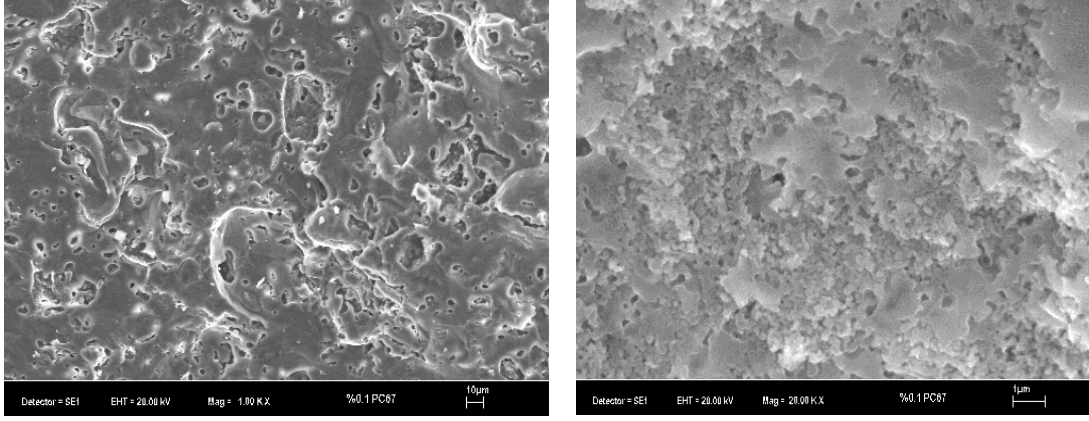


a)

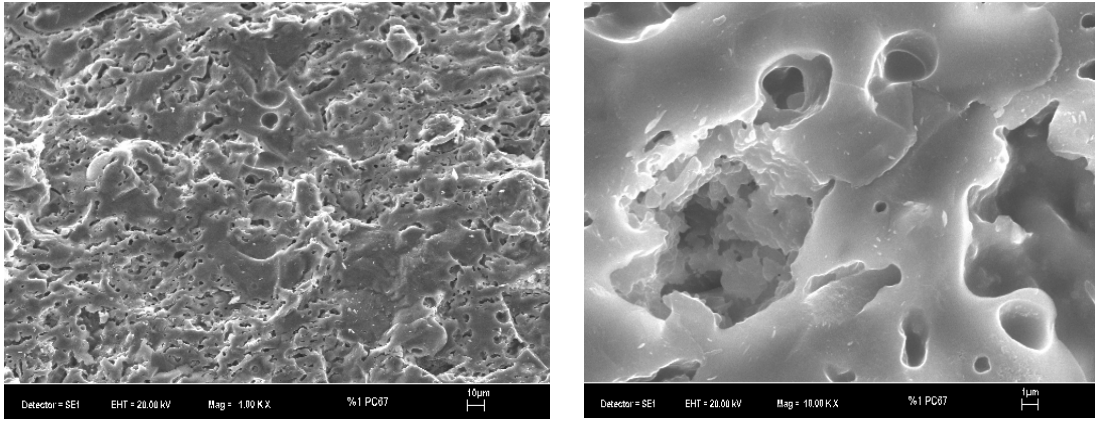


b)

Şekil 4.18 Farklı Dolapix PC 67 dozajlarında hazırlanan ESC-3 döküm çamurundan elde edilen ürünlerin pişirim sonrasında kırık yüzey SEM analizi, (M:mullit, E:eriyikfaz), [Katkısız (a) 1000 ve 15000 X büyütme, Dolapix PC 67 Katkılı (b) % 0.03 1000 ve 15000 X, (c) % 0.1 1000 ve 20000 X, (d) % 1, 1000 ve 10000 X büyütme].



c)



d)

Şekil 4.18 (Devam) Farklı Dolapix PC 67 dozajlarında hazırlanan ESC-3 döküm çamurundan elde edilen ürünlerin pişirim sonrasında kırık yüzey SEM analizi, (M:müllit, E:eriyik faz), [Katkısız (a) 1000 ve 15000 X büyütme, Dolapix PC 67 Katkılı (b) % 0.03 1000 ve 15000 X, (c) % 0.1 1000 ve 20000 X, (d) % 1, 1000 ve 10000 X büyütme]

5.SONUÇLAR

ESC-3 döküm kiliyle hazırlanan seramik çamuru için, çalışılan şartlar altında (% 60 Katı Oranı, T: 27 °C, 800 d/dk) elde edilen sonuçlardan en önemli olan ilk 3 madde ve diğer maddeler aşağıda sıralanmıştır;

1.Dispersant katkısı slip dökümle elde edilen ham ve pişmiş ürünün fiziksel ve mekanik özellikleri üzerinde kesinlikle pozitif etkiye sahiptir.

2. Slip döküm yöntemiyle kil çamuru hazırlanırken kullanılacak dispersant miktarının optimum değerinin belirlenmesi önemli bir hususdur. Ancak ford cup ile elde edilen akışkanlık eğrileri ve sonrasında elde edilen ham/pişmiş ürün özelliklerine göre şu söylenebilir: seramik döküm çamurlarında akış süresinin en düşük (yani akışkanlığın en yüksek) olduğu dispersant dozajında, ham ve pişmiş ürünlerin fiziksel/mechanik özelliklerinin de daima en iyi olacağı anlamına gelmemektedir.

3.Farklı dispersant dozajlarında hazırlanan çamurdan elde edilen ham ve pişmiş ürünlerin fiziksel ve mekanik özellikleri ile çamurun akışkanlık eğrisi arasındaki ilişkiyi SEM analizleriyle ortaya koymak pek mümkün değildir. Bu durum kilin tabakalı yapısından kaynaklandığı düşünülmektedir. Yani literatürdeki çalışmalarla kıyaslandığında, kil taneleri arası aglomerasyon veya dispersiyon, küresel taneler içeren süspansiyonlardan hazırlanan ve slip dökümle şekillendirilen numuneler kadar iyi sonuç vermemektedir.

4.(Ford Cup ile) Akışkanlık eğrisine göre kullanılan dispersantlar arasında en uygun dispersantın Dolapix PC 67 olduğu ve dozajın ise % 0.1 (katıya göre kütlece) civarında olduğu belirlenmiştir. Kullanılan dispersantların akış süresini azaltmadaki etki sırası ise Dolapix PC 67, Dolapix SPC 7, Darvan A821, Darvan CN ve SS'dir

5.Literatürde farklı seramik süspansiyonlarla yapılan çalışmaların aksine, kullanılan polimerik dispersantlar içerisinde akışkanlığı artırma hususunda en kötü sonucu Dolapix CE 64 vermiştir. Bu durum kullanılan dispersantların kimyasal yapılarının zaman

içerisinde bozulması ya da firmadan alınan bilgilerin kesin olarak doğru olmaması gibi sebeplerden kaynaklanabileceği düşünülmüştür. Bu sebeple bu tür kimyasal katkıların çok dikkatle kontrol edilmesi ve verilen bilgilerin doğruluğunun farklı kaynaklardan teyid ettirilmesi önemli bir hususdur.

6. Dispersantsız çamurla elde edilen ham ürünlerin boyca küçülmesi ve mekanik mukavemeti ortalama sırasıyla % 4.82 ve 2.65 N/mm² (MPa) iken, % 0.1 Dolapix PC 67 ile hazırlanmış çamurdan elde edilen ham ürünlerde bu değerler ortalama sırasıyla % 3.96 ve 2.68 N/mm²'dir.

7. Pişirme işlemi sonucunda dispersantsız çamurla hazırlanan pişmiş ürünün toplam hacimce küçülmesi ve mekanik mukavemeti sırasıyla % 15.66 ve 18.78 N/mm² iken, % 0.1 Dolapix PC 67 ile hazırlanan çamurdan elde edilen ham ürünlerde bu değerler ortalama sırasıyla % 28.92 ve 22.78 N/mm²'dir.

8. Su emme (% kütlece), görünür porozite (% hacimce) ölçümleri sonucunda, dispersant katkısız çamurun stabilitesini artırıp paketlenmeyi ve buna bağlı olarak ham yoğunluğunu artırdığından pişmiş ürün içerisinde daha az porozite bırakmakta ve bu da su emmeyi azaltma ve mekanik mukavemeti artırmaktadır.

KAYNAKLAR

Alemdar A., 2001 “Bentonit ve Montmorillonit Dispersiyonlarının Reolojik Viskoelastik, Kolloidal Özellikleri Üzerine Organik ve İnorganik Tuzların Etkisi”, Doktora Tezi, İTÜ, Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul.

Arcasoy, A., 1985 ‘Seramik Teknolojisi’, Marmara Üniversitesi Güzel Sanatlar Fakültesi Yayını- 2.baskı, İstanbul.

Akdemir B., 2006, “Kil-Su Kolloidal Süspansiyonlarının Organik ve İnorganik Dispersantlar Varlığında Reolojik Özelliklerinin İncelenmesi” Yüksek Lisans Tezi, AKÜ, Fen Bilimleri Enstitüsü, Afyon.

Burgos-Montes O., Moreno R., 2007 “Colloidal Behaviour of Mullite Powders Produced by Combustion Synthesis” Journal of the European Ceramic Society 27 (2007) 4751–4757.

Barnes H.A., Hutten J.F., Walters K., 1989 “ An Introduction to Rheology” Rheology Series, Elsevier Science, Amsterdam.

Camerucci M.A., Cavalieri A.L., Moreno R., 1998 “ Slip Casting of Cordierite and Cordierite-Müllite Materials” Journal of European Ceramic Society, 18 (1998) 2149-2157.

Carretero M.I., Pozo M., 2009“ Clay and non- Clay Minerals Pharmaceutical Industry” Part 1. Excipients and medical applications, Applied Clay Science, 46 (2009) 73-80.

Chassagne C., Mietta F., Winterwerp J.C. , 2009 “Electrokinetic Study of Kaolinite Süspansions” Journal of Colloid and Interface Sci., 336 (2009)352-359.

Çakıroğlu Ö., 2003 “Kil, Kaolen, Pegmatit Süspansiyonlarının Reolojik Özelliklerine Farklı Deflokülanların Etkisi” Yüksek Lisans Tezi, DPÜ, Fen Bilimleri Enstitüsü, Kütahya.

Çelik M.S., Ersoy B., 2004 “Mineral Nanoparticles: Electrokinetics: in Encyclopedia of Nanoscience and Nanotechnology” ed. J.A. Schwarz, C.I. Contescu and K. Putyera, Marcel-Dekker Inc, New York, (2004) 1991-2005.

Crini, 2006 “Non-Conventional Low-Cost Adsorbents For Dye Removal: A Review” Bioresource Technology 97 (2006) 1061–1085.

Dinger D.R., 2002 “Rheology For Ceramics” Dinger Ceramic Consulting Service, Clemson.

Eygi M.S., 2005 “Kaolenin Polimer Kullanımıyla; Uygun Fiziksel Özellikte Seramik Hammaddesi Haline Getirilebilirliğinin Araştırılması, Yüksek Lisans Tezi, İTÜ, Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul.

Eygi M.S, Ateşok G., 2008 “ An Investigation on Utilization of Poly-electrolytes as Dispersant for Kaolin Slurry and its Slip Casting Properties” Ceramics International, 34 (2008) 1903-1908.

Ersoy B., 2000 “ Çeşitli Katyonik Yüzey Aktif Maddelerinin Klinoptilolit [Doğal Zeolit] Üzerine Adsorpsiyon Mekanizmalarının İncelenmesi ve Modifiye Klinoptilolit ile Sıvılardaki Non-iyonik Organik Kirleticilerin Tutulması” Doktora Tezi, İTÜ, Fen Bilimleri Enstitüsü, İst.

Ersoy, B., 2006, Afyon Kocatepe Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü “Minerallerin Yüzey Özelliklerinin İncelenmesi” Ders Notları.

Ferrari B., Moreno R., 1997 “ Electrophoretic Deposition of Aqueous Alumina Slips”, J. Eur. Ceram. Soc.17 (1997) 549-556.

Fukada Y., Nicholson P.S., 2004 “ The role of Si-O Species in the Colloidal Stability of Silicon-Containing Ceramic Powders” J. Eur. Ceram. Soc. 24 (2004) 17-23.

Greenwood R., 2003 “Review of the Measurement of Zeta Potentials in Concentrated Aqueous Suspensions Using Electroacoustics” Adv. Coll. Inter. Sci.106 (2003) 55-81.

Grim R.E., 1968 “Clay Mineralogy (second edition)” McGraw-Hill Book Comp., New York.

Gregory J., 1989 “Fundamental of flocculation” Crit. Rev. Environ. Control 19 (1989) 185– 230

Greenwood R., Bergström L., 1997 “Electroacoustic and Rheological Properties of Aqueous Ce-ZrO₂ (Ce-TZP) Suspensions” J. Eur. Ceram. Soc.17 (1997) 537-548.

Güngör N., Dilmaç Ş., 1994“ Kil-Su Sistemlerinin Reolojik Özellikleri Üzerine Elektrolit Etkisi” II. Uluslar arası Seramik Kongresi, Volume 1, 24-28 Ekim, İstanbul, Türkiye.

Galassi C., Roncari E., Greenwood R., Piancastelli A., 1997 “Characterization of Alumina Suspensions by Electroacoustics” Key Eng. Mater. 132-136 (1997) 329-332.

Güngör N., Alemdar A., Atici A., Ece Ö.I., 2001 “The Effect of SDS Surfactant on the Flow and Zeta Potential of Bentonite Suspensions” Mater. Lett. 51 (2001) 250-254.

Güral Vitrifiye Fabrika Bilgileri.

Hunter R.J., 1981 “Zeta Potential in Colloid Science” Academic Press Inc., San Diego.

Hiemenz P.C., 1986 “Principles of Colloid and Surface Chemistry (second edition)” Marcel Dekker Inc., New York.

Hackley V.A., Ferraris C.F., 2001 “The Use Of Nomenclature In Dispersion Science And Technology” U.S. Government Printing Office, Washington.

Huertas F.J., Chou L., Wollast R., 1999 “ Mechanism of Kaolinite Dissolution at Room Temperature and Pressure” Part II: Kinetic study, *Geochimica et Cosmochimica Acta*, 63, issues 19-20 (1999) 3261-3275.

Israelachvili J.N., 1992 “Intermolecular and Surface Forces (second edition)” Academic Press Inc., London.

Johnson S.B., Franks G.V., Scales P.J., Boger D.V., Healy T.W., 2000 “ Surface chemistry-rheology relationships in concentrated mineral suspensions” *Int. J. Miner. Process.*, 58 (2000) 267-304.

Kingery W.D., 1960 “Introduction to Ceramics” John Wiley & Sons Inc., New York

Kaya C. Yaman C. 1995 “Seramik Dökümde Et Kalınlığı Zamana Bağlı Değişimi” *viii. Uluslararası Metalurji ve Malzeme Sempozyumu*, 6-9 Haziran, 831-838.

Karakaya M., 2006 “Kil minerallerinin Özellikleri ve Tanımlama Yöntemleri” *Bizim Büro Basımevi*, Ankara, 439.

Kibici Y., 2002 “ Seramik Hammaddeleri ve Teknolojik Özellikleri” *Başkent Grafik Basımevi* Ankara, 77-81.

Lagaly G. 1989 “ Principles of Flow of Kaolin and Bentonite Dispersions”, *Appl Clay Sci.* 4 (1989)105-123.

Lagaly G., Ziesmer S., 2003 “Colloid Chemistry of Clay Minerals: The Coagulation of Montmorillonite Dispersions” *Advances in Colloid and Interface Science*, 100-102 (2003) 105-128.

- Leja J. 1982, "Surface Chemistry of Froth Flotation" Plenum Press, New York.
- Marco P., Llorens J., 2009 " Surface Charge and Rheological Properties of Raw Porcelain Gres Suspension with Acrylic Bearing Carboxylic Groups" Journal of European Society, 29 (2009) 559-564.
- Mei S., Yang J., Ferreira J.M.F., 2003 "Comparison of Dispersants Performance in Slip Casting of Cordierite-Based Glass-Ceramics" Ceram. Int. 29 (2003) 785-791
- Mei S., Yang J., Ferreira J.M.F., 2001 "Effect of dispersant Concentration on Slip Casting of Cordierite-Based Glass Ceramics", J. Coll. Inter. Sci. 241 (2001) 417-421.
- Penner D., Lagaly G. 2001 " Influence of Anions on the Rheological Properties of Clay Mineral Dispersions" Appl. Clay Sci. 19 (2001)131-142.
- Rahaman M.N., 1995 "Ceramic Processing and Sintering "Marcel Dekker Inc., New York.
- Reed J.S., 1994 "Principles of Ceramics Processing (second edition)", John Wiley & Sons Inc., New York.
- Riddick T.M., 1968 "Control of Colloid Stability through Zeta Potential" Zeta-Meter Inc., New York.
- Shanefield D.J., 1996 " Organic Additives and Ceramic Processing (second edition)" Kluwer Academic Publishers, Boston.
- Singer F.S., 1963 "Industrial Ceramics" Chapman and Hall, London, New York
- Siffert B., Kim K.B., 1992 "Study of the Surface Ionization of Kaolinite in Water by Zetametry-Influence on the Rheological Properties of Kaolinite Suspension" Appl. Clay Sci. 6 (1992) 369-382.

Singh B.P., Mencavez R., Takai C., Fuji M., Takahashi M., 2005 “Stability of Dispersions of Colloidal Alumina Particles in Aqueous Suspensions” J. Coll. Inter. Sci.291 (2005) 181-186.

Sazcı H., 2001 “Sermikte Kullanılan Killerin Tanımı”4. Hammaddeler sempozyumu volume 1 18-19 Ekim, İzmir, Türkiye.

Sjöberg M, Bergström L., Larsson A., Sjöström E., 1999 “The Effect of Polymer and Surfactant Adsorption on the Colloidal Stability and Rheology of Kaolin Dispersions” Coll. Surf., A. 159 (1999)197-208.

Stutzman Th., Siffert B., 1977 “Contribution to the Adsorption Mechanism of Acetamide and Polyacrylamide on to Clays” Clays Clay Miner. 25 (1977) 392– 406.

Şakar- Deliormanlı A., Yayla Z., 2004 “Effect of Calcium Hydroxide on Slip Casting Behaviour” Applied Science 24(2004) 237-243.

Taylor M.L., Morris G.E., Self P.G., Smart R.St.C., 2002 “Kinetics of Adsorption of High Molecular Weight Anionic Polyacrylamide on to Kaolinite:The Flocculation Process” J. Coll. Inter. Sci. 250 (2002) 28-36

Tadros T.F., 2005 “Applied Surfactants: Principles and Applications” Wiley-VCH Verlag GmbH&Co.KGaA, Weinheim.

Tombacz E., Szekeres M. 2006 “ Surface Charge Heterogeneity of Kaolinite in Aqueous Suspension in Comparison with Montmorillonite” Appl Clay Sci. 34 (2006) 105-124.

Temoche F, Garrido L.B., Aglietti E.F., 2005 “ Processing of Mullite-Zirconia Grains for Slip Cast Ceramics” Ceramics International 31(2005)917-922

Tsetsekou A., Agrafiotis C., Leon I., Miliias A., 2001 “Optimization of the Rheological Properties of Alumina Slurries for Ceramic Processing Applications” Part II: Spray-Drying, J. Eur. Ceram. Soc.21 (2001) 493-506.

Usui S., in: Kitahara A., Watanable A. (Eds.), 1984 “Electrical Phenomena at Interfaces Fundamentals, Measurements, and Applications: Electrical Double Layer” Surfactant Science Series, Vol. 15, Marcel Dekker Inc., New York.

Van Olphen H., 1977 “Clay Colloid Chemistry (second edition)” John Wiley & Sons Inc., New York.

Yıldız N., Erol M., Baran B., Sarıkaya Y., Çalimli A., 1998 “ Modification of Rheology and Permeability of Turkish Ceramic Clays Using Sodium Silicate”, Appl Clay Sci. 13(1998) 65-77.

Zaman A.A., Tsuchiya R., Moudgil B.M., 2002 “ Adsorption of Low-Molecular-Weight Polyacrylic Acid on Silica, Alumina, and Kaolin” J. Coll. Inter. Sci. 256 (2002) 73-78.

Zschimmer & Schwarz firma bilgileri.

İnternet Kaynakları

<http://soils.cals.uidaho.edu/soil205-90/lecture%208/index.htm>.

ÖZGEÇMİŞ

Adı Soyadı :Tuğba MUCUR

Doğum Yeri :Ankara

Doğum Tarih :10.09.1986

Medeni Hali :Bekar

Yabancı Dili :İngilizce

Eğitim Durumu (Kurum ve Yıl)

Lise : 2000-2004 Kaya Bayazıtöğlu Süper Lisesi

Lisans :2004-2008 Afyon Kocatepe Üniversitesi Mühendislik Fakültesi

Yüksek Lisans: 2008-2010. Afyon Kocatepe Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü

Seramik Mühendisliğı Ana Bilim Dalı

EKLER

EK-1 Akışkanlık ve Tikotropi Ölçümünde Kullanılan Elektrolit Miktarları							
% 25'lik Na ₂ SiO ₃ Çözeltisi (10 mL orijinal NaSi + 30 mL saf su)		Dozajlar	% 25'lik Dolapix SPC7 Çözeltisi (10 mL orijinal Dolapix SPC 7+ 30 mL saf su)	% 25'lik Dolapix PC 67 Çözeltisi (10 mL orijinal Dolapix PC 67+ 30 mL saf su)	% 25'lik Dolapix CE 64 Çözeltisi (10 mL orijinal Dolapix CE 64+ 30 mL saf su)	% 25'lik Darvan CN Çözeltisi (10 mL orijinal Darvan CE 64+ 30 mL saf su)	% 25'lik Darvan A821 Çözeltisi (10 mL orijinal Darvan A821+ 30 mL saf su)
Dozajlar	Kullanılan miktar		Kullanılan miktar	Kullanılan miktar	Kullanılan miktar	Kullanılan miktar	Kullanılan miktar
%0.1	0.707 ml	%0.03	0.211 ml	0.219 ml	0.223 ml	0.230 ml	0.225 ml
%0.2	1.414 ml	%0.1	0.696 ml	0.724 ml	0.736 ml	0.760 ml	0.745 ml
%0.3	2.121 ml	%0.2	1.393 ml	1.449 ml	1.472 ml	1.520 ml	1.490 ml
%0.4	2.828 ml	%0.3	2.089 ml	2.173 ml	2.208 ml	2.280 ml	2.235 ml
%0.5	3.535 ml	%0.5	3.482 ml	3.623 ml	3.680 ml	3.800 ml	3.725 ml
%0.7	4.950 ml	%0.7	4.875 ml	5.072 ml	5.152 ml	5.320 ml	5.215 ml
%1	7.071 ml	%1	6.965 ml	7.246 ml	7.246 ml	7.608 ml	7.450 ml

EK-2 Farklı Dispersantlar Varlığında Dispersant Dozajına Göre ESC-3 Çamurunun Akış süreleri (sn) (Katı Oranı: % 60; T: 27±1 °C; Karıştırma Hızı: 800 d/d)							
Dozaj (Katıya Göre %Ağ)	Dispersant					Dozaj (Katıya Göre %Ağ)	Dispersant
	Dolapix SPC7	Dolapix PC67	Dolapix CE64	Darwan CN	Darwan A821		Na ₂ SiO ₃
0	72	72	72	72	72	0	72
0.03	49	50	52	45	64	0.1	47
0.1	31	28	55	32	35	0.2	36
0.2	29	29	57	29	32	0.3	35
0.3	32	29.2	60	28	31	0.4	34
0.5	34	29.5	61	27	30	0.5	36
0.7	37	30	62	28	29	0.7	37
1	40	31	70	28.5	30	1	41

EK-3 Farklı dispersantlar Varlığında Dispersant Dozajına Göre ESC-3 Çamurunun % Tikotropi Değerleri (Katı oranı: % 60.T:27 ±1 °C; Karıştırma Hızı: 800d/d)							
Dozaj (Katıya göre %Ağ)	Dispersant					Dozajlar(% Katı Ağ. Göre)	Dispersant
	Dolapix SPC7	Dolapix PC 67	Dolapix CE 64	Darwan CN	Darwan A821		Na ₂ SiO ₃
0	14.28	14.28	14.28	14.28	14.28	0	14.28
0.03	23.43	40.47	29.73	33.82	32.63	0.1	41.25
0.1	46.55	21.62	28.57	38.46	52.05	0.2	50.685
0.2	30.95	15.15	25	39.58	31.91	0.3	48.529
0.3	31.951	7.33	25	36.36	22.5	0.4	41.935
0.5	24.44	5.29	3.17	10	14.28	0.5	43.284
0.7	21.27	3.66	29.54	12.5	14.7	0.7	43.478
1	33.33	9.09	23.07	20.83	25	1	48.889

EK-4 Kil Süspansiyonunun Dolapix PC 67 Konsantrasyonuna Bağlı pH Değişimi (1 gr kil. 100 gr çeşme suyu. T:27±1 °C). Zetapotansiyeli (mV) ve Elektroforetik Mobilitesi (µmcm/Vs) (27 ±1 °C. 40 run. 500 rpm karıştırma hızında)				
Hazırlanan Dolapix PC 67 Konsantrasyonu (g/L)	Dolapix PC 67 Miktarı (mL)	Ph	Zeta Potansiyel (mV)	Elektroforetik Mobilite (µmcm/Vs)
0	0	7.89	-31.5	-2.516
0.05	0.5	7.93	-28.1	-2.244
0.1	1	7.94	-29.7	-2.368
0.2	2	7.96	-32	-2.559
0.3	3	8.08	-32.2	-2.573
0.4	4	8	-36.7	-2.931
0.5	5	8.03	-38.3	-3.064
0.7	7	8.05	-40.7	-3.242
1	10	8.1	-44.9	-3.584
2	20	8.45	-45.1	-3.62

EK-5 ESC- 3 Farklı Dolapix PC 67 Dozajlarında Hazırlanan ESC-3 Döküm Çamurundan Elde Edilen Ham Ürünlerin Boyca Küçülme (%) ve Mekanik Mukavemeti (N/mm²) (Katı oranı: % 60. Oda Sıcaklığında)							
Dozaj (Katıya göre %Ağ Dolapix PC 67)		l₀(cm)	l₁ (cm)	Boyca Küçülme (%)	Ort Boyca Küçülme (%)	Mekanik Mukavemet (N/mm²)	Ort Mekanik Mukavemet(N/mm²)
0	1.numune	10	9.52	4.80	4.82	2.60	2.65
	2.numune	10	9.52	4.80		2.90	
	3.numune	10	9.53	4.70		2.30	
	4.numune	10	9.51	4.90		2.80	
	5.numune	10	9.51	4.90			
0.03	1.numune	10	9.53	4.70	4.74	2.8	2.85
	2.numune	10	9.53	4.70		2.9	
	3.numune	10	9.52	4.80		3.1	
	4.numune	10	9.53	4.70		2.6	
	5.numune	10	9.52	4.80			
0.1	1.numune	10	9.6	4.00	3.96	3.2	2.68
	2.numune	10	9.6	4.00		3.1	
	3.numune	10	9.61	3.90		2.8	
	4.numune	10	9.6	4.00		1.6	
	5.numune	10	9.61	3.90			
1	1.numune	10	9.68	3.20	3.2	2.9	2.90
	2.numune	10	9.68	3.20		3	
	3.numune	10	9.68	3.20		3.2	
	4.numune	10	9.68	3.20		2.5	
	5.numune	10	9.68	3.20			

EK-6 Farklı Dolapix PC 67 Dozajlarında Hazırlanan ESC-3 Döküm Çamurundan Elde Edilen Ürünlerin Ham Yoğunluğu (gr/cm³) (Katı oranı: % 60. Oda Sıcaklığında)					
Dozaj (Katıya göre %Ağ Dolapix PC 67)		Hacim (V₁) cm³	Kütle (m) gr	Ham Yoğunluk (gr/cm³)	Ort. Ham Yoğunluk(gr/cm³)
0	1.numune	39.798	66.364	1.67	1.66
	2.numune	38.376	66.704	1.74	
	3.numune	39.649	64.708	1.63	
	4.numune	39.519	63.817	1.61	
	5.numune	38.776	64.31	1.66	
0.03	1.numune	40.69	69.063	1.70	1.71
	2.numune	40.38	67.552	1.67	
	3.numune	39.68	68.715	1.73	
	4.numune	38.532	67.828	1.76	
	5.numune	38.691	66.139	1.71	
0.1	1.numune	39.01	66.808	1.71	1.70
	2.numune	39.42	68.03	1.73	
	3.numune	40.42	66.21	1.64	
	4.numune	40.29	69.671	1.73	
	5.numune	38.691	66.139	1.71	
1	1.numune	42.318	69.363	1.64	1.73
	2.numune	40.824	71.741	1.76	
	3.numune	40.073	68.017	1.70	
	4.numune	39.577	69.476	1.76	
	5.numune	39.4	71.35	1.81	

EK-7 Farklı Dolapix PC 67 Dozajlarında Hazırlanan ESC-3 Döküm Çamurundan Elde Edilen Ürünlerin Pişirim Sonrasında Mekanik Mukavemeti (N/mm²) ve Boyca Pişme Küçülme (%) Değerleri (Katı oranı: % 60, Oda Sıcaklığında)

Dozaj (Katıya göre % Ağ Dolapix PC 67)		l ₁ (cm)	l ₂ (cm)	Boyca Pişme Küçülme (%)	Ort. Boyca Pişme Küçülme (%)	Mekanik Mukavemet (N/mm ²)	Ort.Mekanik Muk.(N/mm ²)
0	1.numune	9.52	9.15	4.04	4.04	18.4	18.78
	2.numune	9.52	9.14	4.16		19	
	3.numune	9.53	9.15	4.15		18.6	
	4.numune	9.51	9.15	3.93		19.1	
	5.numune	9.51	9.15	3.93			
0.03	1.numune	9.53	8.8	8.30	8.05	25	27.85
	2.numune	9.53	8.81	8.17		37.2	
	3.numune	9.52	8.8	8.18		22.2	
	4.numune	9.53	8.85	7.68		27	
	5.numune	9.52	8.82	7.94			
0.1	1.numune	9.6	8.89	7.99	8.03	20.2	22.78
	2.numune	9.6	8.9	7.87		26.9	
	3.numune	9.61	8.93	7.61		23.5	
	4.numune	9.6	8.88	8.11		20.5	
	5.numune	9.61	8.85	8.59			
1	1.numune	9.68	8.98	7.80	7.72	22	21.225
	2.numune	9.68	8.99	7.68		18.9	
	3.numune	9.68	8.99	7.68		20	
	4.numune	9.68	8.99	7.68		24	
	5.numune	9.68	8.98	7.80			

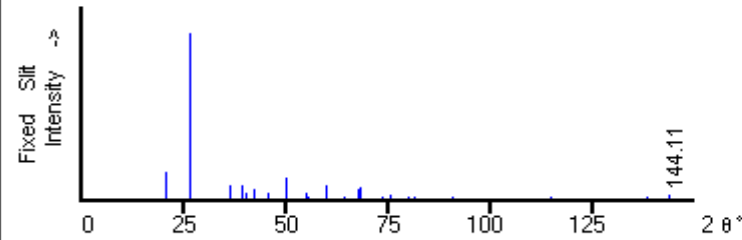
EK-8 ESC- 3 Kilinin, Dispersant(Dolapix PC 67)Dozajına Bağlı Pişirme İşlemi Sonucunda Elde Edilen Ürünlerin Toplam Hacimce ve Boyca Küçülme (%) Ölçüm Sonucu (Katı oranı: %60, Oda Sıcaklığında)									
Dozaj (Katıya göre %Ağ Dolapix PC 67)		İlk Hacim (V₁) cm³	Son Hacim (V₂)cm³	Hacimce Küçülme (%)	Ort Toplam Hacimce Küçülme (%)	İlk Boy(l₀) cm	Son Boy(l₂) cm	Boyca Küçülme (%)	Ort Toplam Boyca Küçülme (%)
0	1.numune	39,798	34	14,57	15,66	10	9,15	8,50	8,52
	2.numune	38,376	30,5	20,52		10	9,14	8,60	
	3.numune	39,649	34,56	12,84		10	9,15	8,50	
	4.numune	39,519	33,37	15,56		10	9,15	8,50	
	5.numune	38,776	33,04	14,79		10	9,15	8,50	
0,03	1.numune	40,69	28,67	29,54	29,03	10	8,89	11,10	11,54
	2.numune	40,38	28	30,66		10	8,85	11,50	
	3.numune	39,68	28,2	28,93		10	8,80	12,00	
	4.numune	38,532	27,9	27,59		10	8,82	11,80	
	5.numune	38,691	27,7	28,41		10	8,87	11,30	
0,1	1.numune	39,01	28	28,22	28,92	10	8,89	11,10	11,20
	2.numune	39,42	28,04	28,87		10	8,9	11,00	
	3.numune	40,42	28,3	29,99		10	8,88	11,20	
	4.numune	40,29	28,1	30,26		10	8,88	11,20	
	5.numune	38,691	28,15	27,24		10	8,85	11,50	
1	1.numune	42,318	29,02	31,42	28,78	10	8,98	10,20	10,14
	2.numune	40,824	28,35	30,56		10	8,99	10,10	
	3.numune	40,073	29	27,63		10	8,99	10,10	
	4.numune	39,577	28,56	27,84		10	8,99	10,10	
	5.numune	39,4	28,98	26,45		10	8,98	10,20	

EK-9 Farklı Dolapix PC 67 Dozajlarında Hazırlanan ESC-3 Döküm Çamurundan Elde Edilen Ürünlerin Pişirim Sonrası Su Emme (% kütlece), Görünür Porozite (% hacimce) Miktarı ve Bulk Yoğunluk (gr/cm³) (4 saat kaynatma, 24 saat su içerisinde bekletme süresi) Değerleri						
Dozaj (Katiya göre %Ağ Dolapix PC 67)	Kuru Ağırlık (m_K gr)	Doymuş Ağırlık (m_D gr)	Askıdaki Ağırlık (m_A gr)	Su Emme (%)	Görünür Porozite (%)	Bulk Yoğunluk (gr/cm³)
0	23.32	27.22	12.9	16.72	27.23	1.63
0.03	27.78	28.46	12.85	2.45	4.36	1.78
0.1	27.85	28.78	12.9	3.34	5.86	1.75
1	27.15	28.07	12.3	3.39	5.83	1.72

EK-10 ESC-3 Kilde Bulunan Kuvars. Albit. Kaolinit ve İllit Minerallerinin Orjinal XRD Pik Kartları

46-1045 Quality: *
CAS Number:
Molecular Weight: 60.08
Volume[CD]: 113.01
Dx: 2.649 Dm: 2.660
Sys: Hexagonal
Lattice: Primitive
S.G.: P3₂21 (154)
Cell Parameters:
a 4.913 b c 5.405
α β γ
SS/FOM: F30=539(.0018, 31)
I/Icor: 3.41
Rad: CuKα1
Lambda: 1.5405981
Filter: Ge
d-sp: diffractometer
Mineral Name:
Quartz, syn

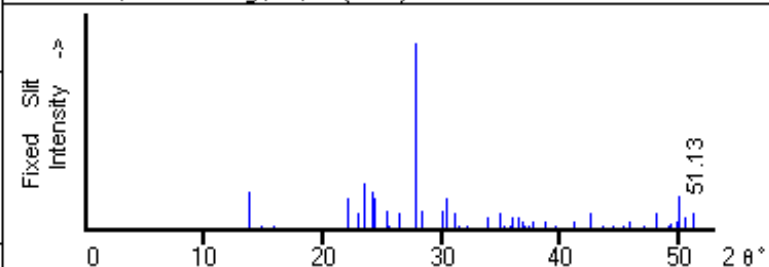
SiO₂
Silicon Oxide
Ref: Kern, A., Eysel, W., Mineralogisch-Petrograph. Inst., Univ. Heidelberg, Germany, ICDD
Grant-in-Aid, (1993)



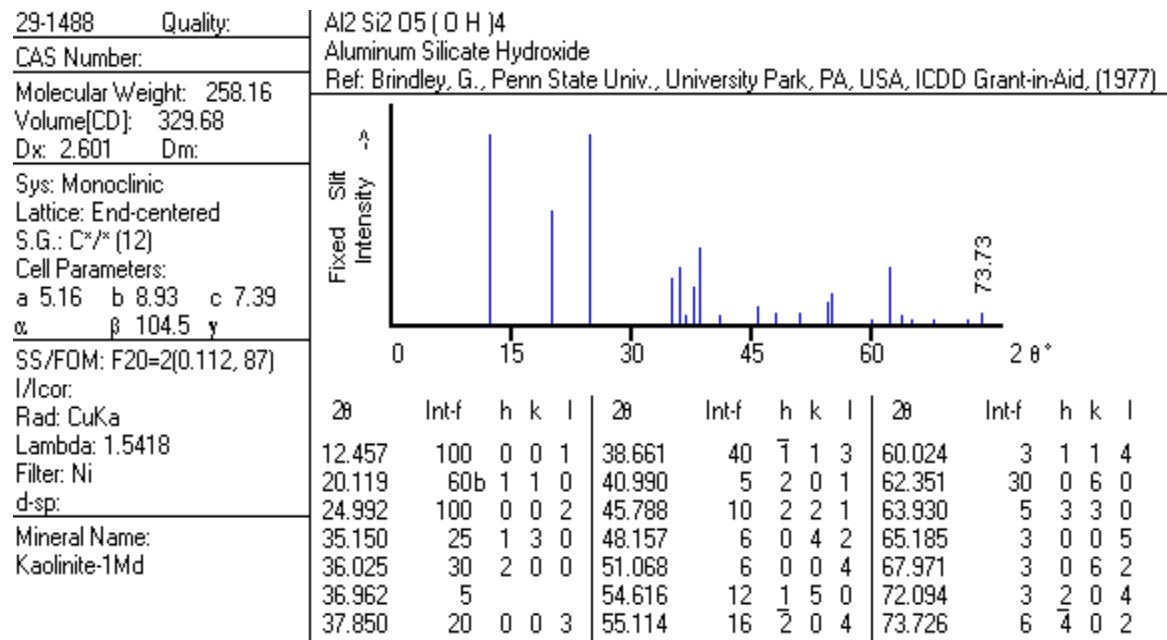
2θ	Int-f	h	k	l	2θ	Int-f	h	k	l	2θ	Int-f	h	k	l
20.860	16	1	0	0	77.673	1	2	2	0	114.05	<1	3	2	2
26.639	100	1	0	1	79.882	2	2	1	3	114.46	2	4	0	3
36.543	9	1	1	0	80.044	<1	2	2	1	114.63	2	4	1	1
39.464	8	1	0	2	81.171	2	1	1	4	115.88	<1	2	2	4
40.299	4	1	1	1	81.489	2	3	1	0	117.53	<1	0	0	6
42.449	6	2	0	0	83.838	1	3	1	1	118.30	<1	2	1	5
45.792	4	2	0	1	84.955	<1	2	0	4	120.11	1	3	1	4
50.138	13	1	1	2	87.437	<1	3	0	3	121.84	<1	1	0	6
50.621	<1	0	0	3	90.828	2	3	1	2	122.60	<1	4	1	2
54.873	4	2	0	2	92.785	<1	4	0	0	127.24	<1	3	0	5
55.323	2	1	0	3	94.648	1	1	0	5	131.19	<1	1	1	6
57.234	<1	2	1	0	95.115	<1	4	0	1	132.75	<1	5	0	1
59.958	9	2	1	1	96.235	1	2	1	4	134.28	<1	4	0	4
64.034	2	1	1	3	98.747	1	2	2	3	136.41	1	2	0	6
65.784	<1	3	0	0	102.22	<1	1	1	5	137.88	2	4	1	3
67.742	6	2	1	2	102.56	<1	3	1	3	140.31	<1	3	3	0
68.142	7	2	0	3	103.87	<1	3	0	4	143.24	3	5	0	2
68.316	5	3	0	1	104.19	<1	3	2	0	144.11	<1	3	3	1
73.466	2	1	0	4	106.58	<1	3	2	1					
75.658	3	3	0	2	112.11	<1	4	1	0					

09-0466 Quality: *
 CAS Number:
 Molecular Weight: 262.22
 Volume[CD]: 664.84
 Dx: 2.620 Dm: 2.605
 Sys: Anorthic
 Lattice: Primitive
 S.G.: C1
 Cell Parameters:
 a 8.144 b 12.78 c 7.160
 α 94.26 β 116.6 γ 87.67
 SS/FOM: F30=36(.0138, 60)
 I/lor: 2.1
 Rad: CuK α 1
 Lambda: 1.5405
 Filter: Ni
 d-sp:
 Mineral Name:
 Albite, ordered

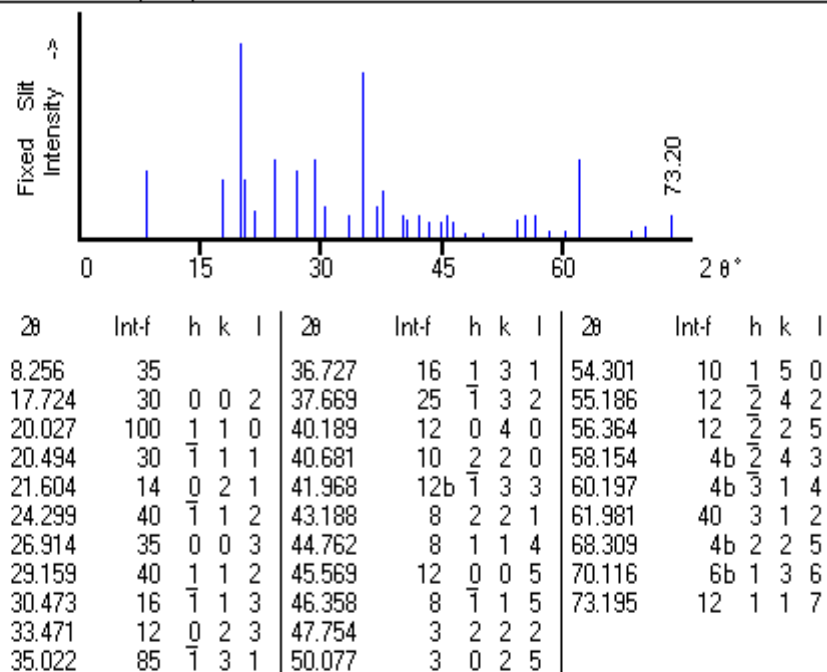
Na Al Si3 O8
 Sodium Aluminum Silicate
 Ref: Smith, Mineral. Mag., 31, 47 (1956)



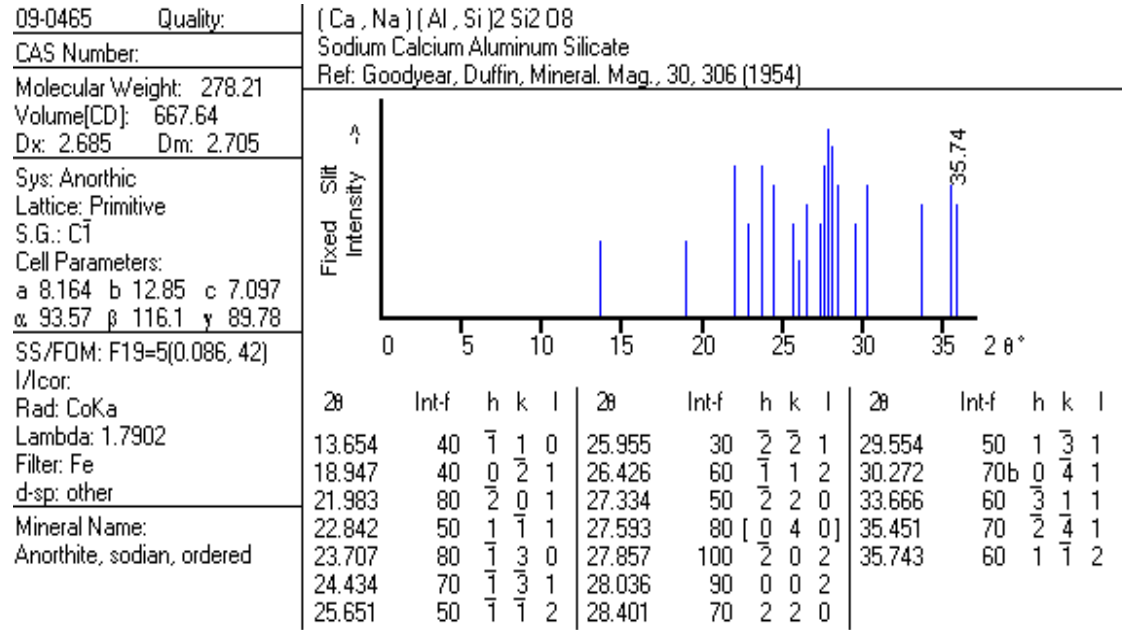
2θ	Int-f	h	k	l	2θ	Int-f	h	k	l	2θ	Int-f	h	k	l
13.847	20	0	0	1	31.182	8	1	3	1	41.206	4	0	4	2
14.902	2	1	1	1	31.440	2	1	3	2	42.506	8	0	6	0
15.841	2	1	1	1	32.089	2	0	2	2	42.632	6	1	3	3
22.038	16	2	0	1	33.941	6	1	3	2	43.560	2	2	4	1
23.040	8	1	1	1	34.980	8	2	4	1	44.484	2	2	4	1
23.516	25	1	1	1	35.336	2	3	1	2	45.305	2	2	0	2
24.138	20	1	3	0	35.728	2	1	1	2	45.788	4	0	6	1
24.278	16	1	3	1	35.950	6	2	2	1	47.123	2	2	2	2
25.361	10	1	1	2	36.495	6	2	2	1	48.130	8	2	2	2
25.546	2	2	2	1	36.758	4	2	4	1	49.183	2	4	0	3
26.386	8	1	1	2	36.946	2	1	5	1	49.382	3	2	6	1
27.893	100	0	0	2	37.360	2	2	4	0	49.814	4	2	6	0
28.299	10	2	2	0	37.636	4	3	1	0	49.960	18	0	4	3
30.126	10	1	3	1	38.783	4	3	3	1	50.553	6	1	1	3
30.452	16	0	2	2	39.527	2	1	1	3	51.129	8	2	0	4



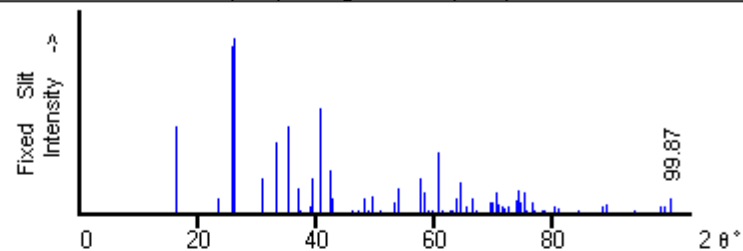
29-1496	Quality:	K _{0.7} Al ₂ (Si,Al) ₄ O ₁₀ (OH) ₂									
CAS Number:		Potassium Aluminum Silicate Hydroxide									
Molecular Weight:	387.68	Ref: Brindley, G., Penn State University, University Park, Pennsylvania, USA, ICDD									
Volume[CD]:	464.32	Grant-in-Aid, (1977)									
Dx:	Dm: 2.600										
Sys: Monoclinic											
Lattice: End-centered											
S.G.: C2/m (12)											
Cell Parameters:											
a 5.204 b 8.950 c 10.18											
α β 101.68 γ											
SS/FOM: F30=3(0.093,122)											
I/I _{cor} : 0.7											
Rad: CuKα											
Lambda: 1.5418											
Filter: Ni											
d-sp:											
Mineral Name:											
Illite-1M											



EK-11 Farklı Dozajlarda Dolapix PC67 İlavesi ile Elde edilen Numunede Bulunan Anortit. Müllit ve Kuvars Minerallerin Orijinal XRD Pik Kartları

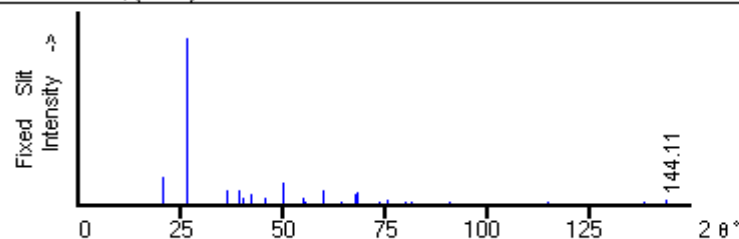


15-0776	Quality: I	Al6 Si2 O13
CAS Number:		Aluminum Silicate
Molecular Weight: 426.05		Ref: Natl. Bur. Stand. (U.S.) Monogr. 25, 3, 3 (1964)
Volume[CD]: 167.35		
Dx: 3.171	Dm: 3.000	
Sys: Orthorhombic		
Lattice: Primitive		
S.G.: Pbam (55)		
Cell Parameters:		
a 7.545	b 7.689	c 2.884
α	β	γ
SS/FOM: F30=60(.0135, 37)		
I/lor:		
Rad: CuK α 1		
Lambda: 1.54056		
Filter: Ni		
d-sp:		
Mineral Name:		
Mullite, syn		



2 θ	Int-f	h	k	l	2 θ	Int-f	h	k	l	2 θ	Int-f	h	k	l
16.432	50	1	1	0	53.883	14	3	2	1	71.904	3	3	5	0
23.554	8	2	0	0	54.093	10	4	2	0	72.647	4	5	3	0
25.971	95	1	2	0	57.561	20	0	4	1	73.901	7	0	6	0
26.267	100	2	1	0	58.412	12	4	0	1	74.191	13	2	5	1
30.960	20	0	0	1	58.994	2	1	4	1	74.580	6	2	2	2
33.228	40	2	2	0	59.763	2	4	1	1	75.162	12	5	2	1
35.278	50	1	1	1	60.711	35	3	3	1	75.555	<2	6	0	0
36.993	14	1	3	0	61.492	<2	1	5	0	76.836	6	1	3	2
37.554	<2	3	1	0	62.674	<2	5	1	0	77.182	2	3	1	2
38.992	4	0	2	1	63.054	<2	2	4	1	78.311	2	4	4	1
39.276	20	2	0	1	63.661	8	4	2	1	78.835	<2	2	6	0
40.874	60	1	2	1	64.571	18	0	0	2	80.480	4	2	3	2
42.590	25	2	3	0	65.494	4	2	5	0	81.046	3	5	3	1
42.908	8	3	2	0	66.514	8	5	2	0	84.493	<2	4	0	2
46.059	2	2	2	1	67.130	<2	1	1	2	87.002	1	2	6	1
47.227	2	0	4	0	69.616	6u	2	0	2	88.569	4	2	4	2
48.184	8	4	0	0	69.806	u	4	4	0	89.090	5	4	2	2
48.845	<2	1	4	0	70.442	12	1	5	1	93.817	<2	2	7	0
49.468	10	3	1	1	70.844	5u	1	2	2	98.446	4	1	7	1
50.812	<2	3	3	0	70.991	u	2	1	2	98.958	4	2	5	2
53.462	6	2	4	0	71.576	4	5	1	1	99.868	8	3	7	0

46-1045	Quality: *	SiO ₂
CAS Number:		Silicon Oxide
Molecular Weight: 60.08		Ref: Kern, A., Eysel, W., Mineralogisch-Petrograph. Inst., Univ. Heidelberg, Germany, ICDD
Volume[CD]: 113.01		Grant-in-Aid, (1993)
Dx: 2.649 Dm: 2.660		
Sys: Hexagonal		
Lattice: Primitive		
S.G.: P3 ₂ 21 (154)		
Cell Parameters:		
a 4.913 b c 5.405		
α β γ		
SS/FOM: F30=539(.0018, 31)		
I/Cor: 3.41		
Rad: CuKα1		
Lambda: 1.5405981		
Filter: Ge		
d-sp: diffractometer		
Mineral Name:		
Quartz, syn		



2θ	Int-f	h	k	l	2θ	Int-f	h	k	l	2θ	Int-f	h	k	l
20.860	16	1	0	0	77.673	1	2	2	0	114.05	<1	3	2	2
26.639	100	1	0	1	79.882	2	2	1	3	114.46	2	4	0	3
36.543	9	1	1	0	80.044	<1	2	2	1	114.63	2	4	1	1
39.464	8	1	0	2	81.171	2	1	1	4	115.88	<1	2	2	4
40.299	4	1	1	1	81.489	2	3	1	0	117.53	<1	0	0	6
42.449	6	2	0	0	83.838	1	3	1	1	118.30	<1	2	1	5
45.792	4	2	0	1	84.955	<1	2	0	4	120.11	1	3	1	4
50.138	13	1	1	2	87.437	<1	3	0	3	121.84	<1	1	0	6
50.621	<1	0	0	3	90.828	2	3	1	2	122.60	<1	4	1	2
54.873	4	2	0	2	92.785	<1	4	0	0	127.24	<1	3	0	5
55.323	2	1	0	3	94.648	1	1	0	5	131.19	<1	1	1	6
57.234	<1	2	1	0	95.115	<1	4	0	1	132.75	<1	5	0	1
59.958	9	2	1	1	96.235	1	2	1	4	134.28	<1	4	0	4
64.034	2	1	1	3	98.747	1	2	2	3	136.41	1	2	0	6
65.784	<1	3	0	0	102.22	<1	1	1	5	137.88	2	4	1	3
67.742	6	2	1	2	102.56	<1	3	1	3	140.31	<1	3	3	0
68.142	7	2	0	3	103.87	<1	3	0	4	143.24	3	5	0	2
68.316	5	3	0	1	104.19	<1	3	2	0	144.11	<1	3	3	1
73.466	2	1	0	4	106.58	<1	3	2	1					
75.658	3	3	0	2	112.11	<1	4	1	0					

EK-12 Farklı Dolapix PC 67 Dozajlarında Hazırlanan ESC-3 Döküm Çamurundan Elde Edilen Ürünlerin Pişirim Sonrasında Minerolojik (XRD) Analizi

