

PORSELEN KAROLARIN SU EMME, AÇIK VE TOPLAM GÖZENEK MİKTARLARINA SİNERLEME SICAKLIĞI VE ISITMA HIZININ ETKİLERİNİN DENEY TASARIMI YÖNTEMİYLE İNCELENMESİ

Elif EREN GÜLTEKİN¹ (ORCID: 0000-0002-7822-4392)*

¹Selçuk Üniversitesi, Sivil Havacılık Yüksekokulu, Uçak Gövde Motor Bakım Bölümü, Selçuklu/Konya, Türkiye

Geliş / Received: 06.10.2017

Kabul / Accepted: 19.07.2018

ÖZ

Seramiklerin mikroyapısı, süreç parametreleri tarafından kontrol edilmektedir. Süreç parametreleri ise malzeme parametreleri ve sinterleme parametreleri şeklinde ikiye ayrılmaktadır. Tane boyutu, kompozisyon ve viskozite malzemeye bağlıdır. Isıtma hızı, fırın atmosferi ve sıcaklığı ise sinterleme parametreleridir. Bu çalışmada, porselen karoların mikroyapısını etkileyen parametrelerden sinterleme sıcaklığının ve ısıtma hızının, su emme üzerindeki etkisi ile açık ve toplam gözenek miktarı üzerindeki etkisini belirleyebilmek amacıyla tüm diğer faktörler sabit tutulmuştur. Deneyler, 3² tam faktörlü deney tasarımına göre planlanmış, 2 ana faktörün etkisi ve bunların birbirleriyle olan etkileşimi incelenmiştir. Su emme miktarları ile açık ve toplam gözenek miktarları MINITAB 17 istatistiksel paket programı kullanılarak analiz edilmiştir. İncelenen deney koşullarında, en düşük su emme ile en düşük açık ve toplam gözenek miktarlarına sahip porselen karolar 1220 °C sinterleme sıcaklığında ve 40 °C/dk. ısıtma hızıyla sinterlenerek üretilmiştir.

Anahtar kelimeler: Deney tasarımı, sinterleme, porselen karo, gözenek, su emme

INVESTIGATING THE EFFECTS OF HEATING RATE AND SINTERING TEMPERATURE ON THE WATER ABSORPTION, OPEN AND TOTAL POROSITIES OF PORCELAIN TILES VIA EXPERIMENTAL DESIGN METHOD

ABSTRACT

The microstructure of the ceramics is controlled by process parameters. The process parameters are divided into material parameters and sintering parameters. The particle size, composition and viscosity depend on the material. Heating rate, furnace atmosphere and temperature are the parameters of sintering. In this study, all other factors are kept constant to determine the effect of sintering temperature and heating rate parameters affecting the microstructure of porcelain tiles on the amounts of water absorption, open and total porosities. Experiments were designed as a 3² full factorial experimental design, with the individual effects of two main factors and their interaction being determined. Water absorption, open and total porosity values were analyzed using a MINITAB 17 statistical software program. Porcelain tiles having the lowest water absorption, open and total porosity values were produced at a sintering temperature of 1220 °C and a heating rate of 40 °C/min. under the undertaken experimental conditions.

Keywords: Experimental design, sintering, porcelain tile, porosity, water absorption

*Corresponding author / Sorumlu yazar. Tel.: +90 332 223 10 56 ; e-mail / e-posta: egultekin@selcuk.edu.tr

PORSELEN KAROLARIN SU EMME, AÇIK VE TOPLAM GÖZENEK MİKTARLARINA SİNERLEME SICAKLIĞI VE ISITMA HIZININ ETKİLERİNİN DENEY TASARIMI YÖNTEMİYLE İNCELENMESİ

1. GİRİŞ

Seramik üretiminde, üretim sürecinin tüm aşamalarının ürünün son özellikleri üzerinde etkisi vardır. Bununla birlikte, pişirme aşaması üretim sürecinin en önemli aşamasıdır. Çünkü, malzemenin mikroyapısındaki tüm değişikliklerden sorumlu olan sinterleme, bu aşamada gerçekleşir [1]. Tozun yapısının, presleme koşullarının, safsızlıkların veya ilavelerin, sinterleme süresinin, sıcaklığının ve atmosferinin, sinterleme sürecinin hızını ve ürünün özelliklerini etkilediği tespit edilmiştir [2].

Geleneksel seramikler arasında yer alan porselen karolar, mükemmel teknik özelliklere ve düşük su emme oranına sahip ürünlerdir. Porselen karolar için gerekli olan çok düşük su emme değeri (ISO 13006'e göre <0,5), çoğu ürünlerde <0,1 olacak şekilde yerine getirilmektedir. Bununla birlikte ürünün mekanik özelliklerini ve parlatılmış karoların leke direncini etkileyen kapalı gözeneklilik %2-8 arasında değişen oranlarda görülmektedir [3].

Sinterlenmiş porselen karoların gözenekli yapısı, ham mikroyapının ve ısı işleminin bir sonucudur. Optimum sinterleme sıcaklığı, açık gözenekliliğin hiç kalmadığı ve kapalı gözenekliliğin artmaya başlamadığı sıcaklıktır. Porselen karolar için optimum sinterleme sıcaklığı 1190 ve 1220 °C'ler arasındadır. Ürünün bu sıcaklıklardaki gözenekli yapısı onun teknik özelliklerini belirlemektedir [4]. Artan sıcaklıkla hammaddeler reaksiyona girmekte ve yeni kristal fazlar oluşmaktadır. Hammaddelerin ergime süreci, artan sıcaklıkla birlikte viskozitesi düşen ve gözeneklere girerek onları ortadan kaldıran camsı fazın oluşumunu içermektedir. Sinterleme sıcaklığı arttıkça toplam gözeneklilik oluşan sıvı faz nedeniyle azalmaktadır [5].

Sinterleme parametrelerinden ısıtma hızı, numunelerin sinterlenme sonrasında sahip oldukları yoğunluk değerini büyük miktarda etkilemektedir. Isıtma hızının azalması ile daha yoğun bünyeler elde edilebilir. Daha yoğun bünyelerin elde edilmesi, gözeneklerin bünyeden uzaklaşabilmesi ve gaz çıkışının tamamlanması için gereken zamanın verilmesi ile sağlanabilir [6].

Porselen karoların sinterlenmesi üzerine yapılmış olan çalışmalarda; sinterleme sıcaklığının ve presleme basıncının fiziksel, mekanik ve mikroyapısal özelliklere etkileri ayrı ayrı belirlenmiştir [7-19]. Jazayeri ve diğ. ile Salem ve diğ. üç farklı sinterleme sıcaklığında farklı sürelerde porselen karoları bekletmenin karoların fiziko-kimyasal özelliklerine etkilerini incelemişlerdir [5, 20]. Sinterleme sıcaklığının, en yüksek sıcaklıkta bekletme süresinin, presleme basıncının porselen karoların fiziksel özelliklere olan etkisi ise Abadir ve diğ. tarafından incelenmiştir [21]. Çalışmalarda kullanılan faktörlerin hangisinin incelenen özellik üzerinde en etkin faktör olduğu ya da faktörlerin etkileşimlerinin incelenen özelliği ne oranda etkilediği anlaşılamamaktadır. Oysaki faktörlü deney tasarımıyla her bir faktörün farklı seviyelerinin tek başlarına veya farklı faktörlerin bir arada değişmesiyle oluşan etkiler belirlenebilmektedir. Böylece birden çok faktörün ve faktörlerin etkileşimlerinin aynı zamanda incelenen özellik üzerindeki etkisini saptamak mümkün olmaktadır [22]. Porselen karoların çeşitli özelliklerini etkileyen faktörlerin ve etkileşimlerinin etkilerinin belirlenmesi amacıyla faktörlü deney tasarımının kullanımına yönelik deneysel çalışmalar yapılmaya başlamıştır. Santos-Barbosa ve diğ. çalışmalarında üç ana süreç değişkeninin (granül nem, presleme basıncı ve sinterleme sıcaklığı) porselen karoların dolgu yoğunlukları, kuru yığınsal yoğunlukları, kuruma ve pişme küçülmeleri, kalınlıkları üzerindeki etkisini 3⁴ tam faktörlü deney tasarımıyla araştırmışlardır. Ancak, pişme küçülmesi haricindeki diğer özellikler üzerinde sıcaklık faktörü etkin olmadığı için söz konusu özellikler 2 faktörün 4 seviyesine göre incelenmiştir [23]. Bayer Öztürk ve Ay ise çalışmalarında talk ve dolomitik kil olmak üzere iki hammadde ile sinterleme rejiminin porselen karoların pişme mukavemeti, pişme küçülmesi ve su emmesi üzerindeki etkilerini çok faktörlü deney tasarımıyla belirlemişlerdir [24]. Bu çalışmada, daha önce yapılan çalışmalarda etkileri ve etkileşiminin etkisi araştırılmayan ana faktörler olarak porselen karoların sinterleme sıcaklığının ve ısıtma hızının, bu ana faktörlerin etkileşiminin; su emme ile açık ve toplam gözenek miktarlarına etkileri 3² tam faktörlü deney tasarımıyla incelenmiştir. En düşük su emme ile açık ve toplam gözenek miktarlarına sahip porselen karolar için, inceleme yapılan koşullarda faktörlerden sinterleme sıcaklığı 1220 °C, ısıtma hızı ise 40 °C/dk. seçilmelidir.

2. MATERYAL VE METOT

Eczacıbaşı Yapı Ürünleri Grubu, VitrA İnovasyon Merkezi'nden (Bozüyük/Bilecik) temin edilen ve %67,0±2,0 SiO₂, %0,53±0,01 TiO₂, %17,0±1,0 Al₂O₃, %0,58±0,01 Fe₂O₃, %0,69±2,0 MgO, %2,0±1,0 CaO, %3,2±0,2 Na₂O, %0,80±0,2 K₂O, %0,10±0,01 P₂O₅ [25] kimyasal bileşimine sahip porselen karo granülleri, hidrolik preste (Gabrielli) 50 mm X 100 mm ebatlarında 450 kg/cm² basınçla şekillendirilmiştir. Porselen karoların sinterleme sıcaklığı optik dilatometre (Misura 3.32, ODHT-HSM, Expert System Solutions) kullanılarak fleks noktasının belirlenmesi ile tespit edilmiştir. Optik dilatometre eğrileri, porselen karo örneğinin zamana ve sıcaklığa bağlı olarak boyutsal değişiminden ve bu değişimin süreye bağlı türevinden oluşmaktadır. Genleşme eğrisi üzerinde fleks noktası olarak tanımlanan nokta, sinterleme hızının (dy/dT) maksimum olduğu

E. EREN GÜLTEKİN

sıcaklık değerini göstermektedir [26]. Porselen karo örneği, optik dilatometrede fleks noktasını belirlemek amacıyla hava atmosferinde 50 °C/dk. ısıtma hızıyla 1250 °C'ye kadar ısıtılmış ve çıkılan en yüksek sıcaklıkta bekleme yapılmamıştır [27]. Sinterleme hızının maksimum olduğu fleks sıcaklığı ölçülmüş ve kullanılacak fırına (Nabertherm LS 25/26) 1220 °C olarak uyarlanmıştır. Şekillendirilen karolar etüvde 100 °C sıcaklıkta kurutulduktan sonra sinterleme, bu sıcaklık değeri ile bu sıcaklığın 10 °C altı ve 10 °C üstü sıcaklık değerleri tepe sıcaklığı olarak kabul edilerek gerçekleştirilmiştir. Isıtma hızı 40, 50, 60 °C/dk. olarak belirlenmiş olup sinterleme sıcaklığında bekleme süresi 6 dakika olarak sabit tutulmuştur. Soğutma hızı ise tüm karolar için 60 °C/dk. olarak belirlenmiştir. Yapılacak deneyler, 3² tam faktörlü deney tasarımına göre planlanmış, 2 ana faktör etkisi ve bunların birbiriyle olan etkileşimi incelenmiştir. Tablo 1’de incelenen faktörler ve seviyeleri görülmektedir. Deneylerde etkisi incelenen ana faktörler, ısıtma hızı ile sinterleme sıcaklığı şeklindedir ve her ikisi de 3 seviyelidir. Etkileşim faktörü ise, ana faktörler kullanılarak ısıtma hızı*sinterleme sıcaklığı olarak ifade edilmiştir. Tüm deneyler 2 defa tekrar edilmiştir.

Tablo 1. İncelenen faktörler ve seviyeleri

<i>Faktörler</i>	<i>Seviyeler</i>		
	I	II	III
Isıtma Hızı (°C/dk.)	40	50	60
Sinterleme Sıcaklığı (°C)	1210	1220	1230

Üç farklı sinterleme sıcaklığı ve üç farklı ısıtma hızı, dokuz farklı kombinasyon oluşturmaktadır. Bu kombinasyonların iki tekrarından oluşan toplamda on sekiz porselen karonun su emme (%), açık ve toplam gözenek (%) miktarları ölçülmüştür. Porselen karoların su emme ve açık gözeneklilik (%) değerleri EN ISO 10545.3 standardı [28] kapsamında, Arşimet prensibine göre suya daldırma metoduyla Eşitlik 1 ve 2 kullanılarak hesaplanmıştır. Eşitliklerde w_d karoların kuru ağırlığı, w_s su içindeki ağırlığı, w_w ise nemli ağırlığıdır.

$$SuEmme(\%) = \frac{w_w - w_d}{w_d} \times 100 \tag{1}$$

$$AçıkGözeneklilik(\%) = \frac{w_w - w_d}{w_w - w_s} \times 100 \tag{2}$$

Helyum piknometresi ile teorik yoğunluk ölçümü yapılmış ve hem kapalı hem açık gözeneklerin toplamından oluşan toplam gözeneklilik hesaplanmıştır.

$$P(\%) = \frac{(d_t - d_b)}{d_b} \times 100 \tag{3}$$

Burada P (%): toplam gözeneklilik (%), d_t : teorik yoğunluk (g/cm^3) ve d_b : yığınsal yoğunluktur (g/cm^3) [29]. Eşitlik 3 ile toplam gözeneklilik (%) hesaplamalarında Arşimet metoduyla belirlenen yığınsal yoğunluk [30] ve He piknometresiyle (Quantachrome Model No: MVP-1 Multipycnometer) belirlenen teorik yoğunluk değerleri kullanılmıştır.

Deneylerin analizi, elde edilen su emme (%), açık ve toplam gözenek (%) verileri doğrultusunda Minitab 17 istatistiksel yazılım programıyla yapılmıştır. İncelenen özellikler için H_0 ve H_a hipotezleri kurulmuştur.

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

$$H_a: \beta_1 \neq \beta_2 \neq \dots \neq \beta_k \tag{4}$$

1, 2, ... , k: Faktörlerin seviyeleri

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

Eşitlik 4’e göre örnek olarak porselen karoların su emme (%) değeri için sinterleme sıcaklığındaki değişim ifade edilirse;

$$H_0: \beta_{(1210\text{ }^\circ\text{C})} = \beta_{(1220\text{ }^\circ\text{C})} = \beta_{(1230\text{ }^\circ\text{C})}$$

$$H_a: \beta_{(1210\text{ }^\circ\text{C})} \neq \beta_{(1220\text{ }^\circ\text{C})} \neq \beta_{(1230\text{ }^\circ\text{C})}$$

PORSELEN KAROLARIN SU EMME, AÇIK VE TOPLAM GÖZENEK MİKTARLARINA SİNERLEME SICAKLIĞI VE ISITMA HIZININ ETKİLERİNİN DENEY TASARIMI YÖNTEMİYLE İNCELENMESİ

$\beta_{(1210\text{ }^{\circ}\text{C})}$: Sinterleme sıcaklığı 1210 °C olduğunda su emme (%) değerleri ortalaması
 $\beta_{(1220\text{ }^{\circ}\text{C})}$: Sinterleme sıcaklığı 1220 °C olduğunda su emme (%) değerleri ortalaması
 $\beta_{(1230\text{ }^{\circ}\text{C})}$: Sinterleme sıcaklığı 1230 °C olduğunda su emme (%) değerleri ortalaması

H_0 hipotezi, sinterleme sıcaklığı 1210 °C olduğunda su emme (%) değerleri ortalaması ile sinterleme sıcaklığı 1220 °C ya da 1230 °C olduğunda su emme (%) değerleri ortalaması arasında bir fark olmadığını, H_a hipotezi ise bu ortalamalar arasındaki farkın anlamlı olduğunu ifade etmektedir. Bu hipotezler ana faktörler ve etkileşimlerinin incelenen seviyeleri için porselen karoların su emme (%) değerlerinde fark olup olmadığı hipotezi üzerine kurulmuştur. H_0 ve H_a hipotezleri, açık ve toplam gözeneklilik (%) sonuçları için de kullanılmıştır. Deneylerin hassasiyetinin yüksek olabilmesi için güven aralığı yüksek (%99 güven seviyesi) seçilmiştir. Hipotezlerin anlamlılık testleri belirlenen güven aralığında, $\alpha=0,01$ anlam seviyesine göre yapılarak, su emme miktarları ile açık ve toplam gözenek miktarları için anlamlı derecede etkin olan faktörlerle Anova tabloları oluşturulmuştur. Deneylerde incelenen faktörlerin dışında, kontrol edilemeyen faktörler de bulunmaktadır. Bu faktörler, Anova tablosu hata teriminde yer almaktadır [31]. Anova tablosunda, *DF*: Serbestlik derecesi, *Seq SS*: Hata kareler toplamı, *MS*: Hata kareler ortalaması, *F₀*: F değeri, *P*: P değeri kabul edilmeyen bölgenin (H_0 red bölgesinin) oranıdır. F değeri rakamsal büyüklük açısından en büyük sayısal değerde olan faktör/etkileşim faktörü, incelenen özelliğe etkisi bakımından en etkindir. İncelenen faktörlerin ve etkileşim faktörünün etkin olabilmesi için, P değerinin de kabul edilen α değerinden daha küçük olması gerekmektedir [32].

3. BULGULAR VE TARTIŞMA

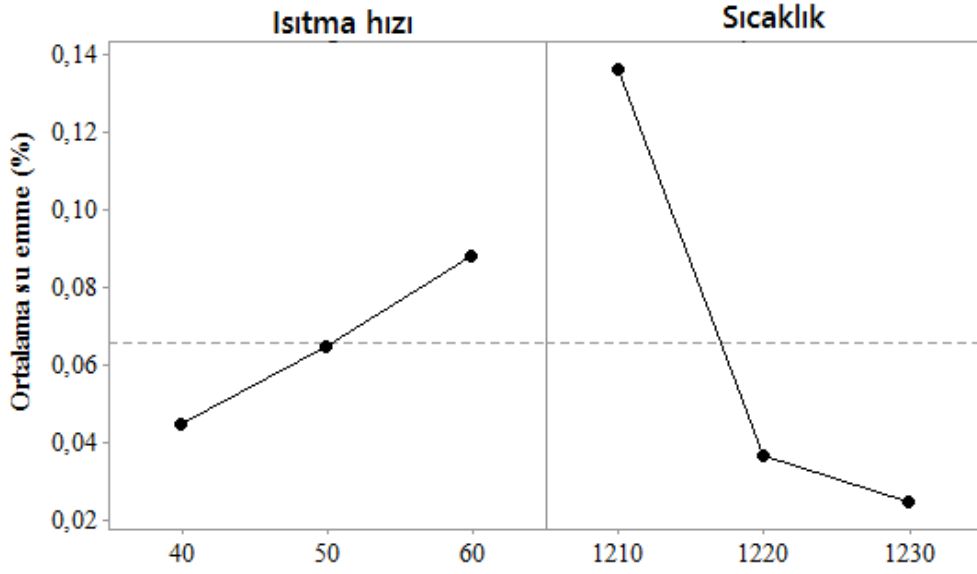
Su emme için Anova tablosuna göre tüm P değerlerinin, $\alpha=0,01$ 'in altında olduğu görülmektedir (Tablo 2). Tüm ana faktörler ve etkileşim faktörü etkindir. Su emme için ana etkiler grafiği Şekil 1’de verilmiştir. Kullanım sırasında porselen karoların su emme miktarının düşük olması istenmektedir. 1230 °C sinterleme sıcaklığında en düşük su emme değeri elde edilmiştir. Sinterleme sıcaklığının artırılmasıyla oluşan sıvı fazın gözenekleri doldurmasına bağlı olarak su emme (%) miktarının düşmesi beklenen bir durumdur [33]. Isıtma hızı düşükçe ise su emme değeri azalmaktadır. Şekil 2’deki ısıtma hızı*sinterleme sıcaklığı etkileşimi incelendiğinde, su emmenin en düşük olması için ısıtma hızı 60 (°C/dk.) ve sinterleme sıcaklığı 1230 °C ya da ısıtma hızı 40 (°C/dk.) ve sinterleme sıcaklığı 1220 °C olarak seçilmelidir. Su emme üzerinde sinterleme sıcaklığı %73,8, ısıtma hızı*sinterleme sıcaklığı etkileşimi %13,4 ve ısıtma hızı %9,2 etkin olmaktadır (Şekil 3). Hata, kontrol edilemeyen faktörlerden oluşmakta olup su emme için %3,5 olarak bulunmuştur.

Tablo 2. Porselen karoların su emme değerleri için Anova tablosu

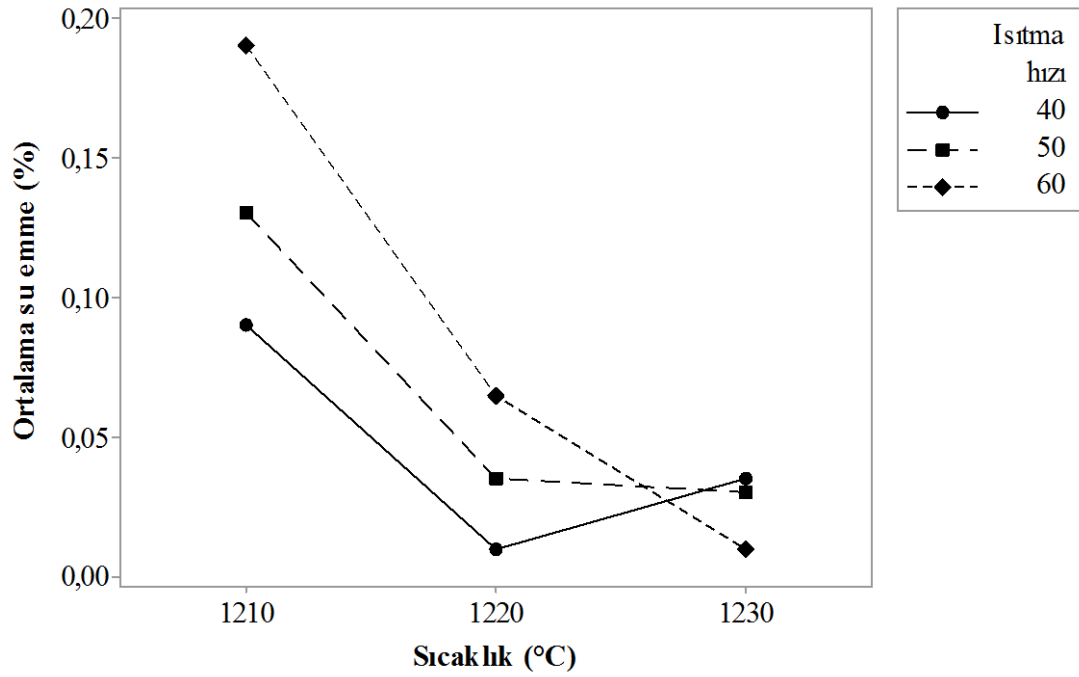
Faktörler	DF	Seq SS	MS	F ₀	P
Isıtma hızı	2	0,005644	0,002822	11,81	0,003
Sinterleme sıcaklığı	2	0,045211	41.665	94,63	0,000
Isıtma hızı*Sinterleme sıcaklığı	4	0,008222	0,002056	8,60	0,004
Hata	9	0,002150	0,000239		
Toplam	17	0,061228			

Açık gözeneklilik için Anova tablosuna göre ana faktörler ve etkileşim faktörü etkindir (Tablo 3). Tüm P değerleri $\alpha=0,01$ 'in altındadır. Ana etkiler grafiğine göre açık gözeneklilik ısıtma hızı arttıkça artmakta, sinterleme sıcaklığı arttıkça ise azalmaktadır (Şekil 4). Şekil 5’teki ısıtma hızı*sinterleme sıcaklığı etkileşimi incelendiğinde, ısıtma hızı 50 veya 60 (°C/dk.) olduğunda sinterleme sıcaklığı arttıkça açık gözeneklilik azalmaktadır. Isıtma hızı 40 (°C/dk.) olduğunda ise sinterleme sıcaklığı 1210 °C’den 1220 °C’ye çıkarıldığında açık gözeneklilik azalmakta, 1230 °C’ye çıkarıldığında ise artmaktadır. Açık gözeneklilik üzerinde sinterleme sıcaklığı %72,7, ısıtma hızı*sinterleme sıcaklığı etkileşimi %15,4 ve ısıtma hızı %8,5 oranlarında etkin olmaktadır (Şekil 6). Hata ise açık gözeneklilik için %3,4 olarak bulunmuştur. Sinterleme sıcaklığının düşük sıcaklıklarda olması, numunelerin su emme ve açık gözeneklilik miktarlarını artırmaktadır [34]. Binal’ın tezi [35] ile Binal ve diğ. çalışmasında [36] şekillendirme basıncı, pişirme sıcaklığı, en yüksek sıcaklıkta bekleme süresi ve ısıtma hızının yer karosu nihai özellikleri üzerine etkisi araştırılmıştır. Deneyler, 2^33^1 çok faktörlü deney tasarımı olarak tasarlanmış olup, faktörlerin ve etkileşimlerinin renk, küçülme, su emme, yoğunluk, açık gözeneklilik, mukavemet üzerindeki etkileri incelenmiştir. Su emme ile açık gözenekliliği etkileyen tüm faktörlerin etkileri benzerdir. Bu çalışmanın sonuçlarında da su emmeyi etkileyen ısıtma hızı ve sinterleme sıcaklığı ana faktörleri ile etkileşim faktörünün açık gözenekliliği de etkilediği tespit edilmiştir.

E. EREN GÜLTEKİN

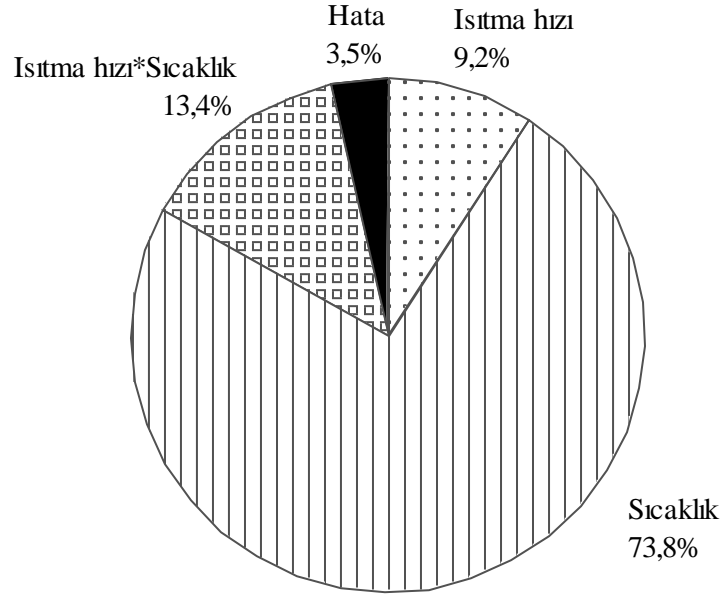


Şekil 1. Su emme (%) için ana etkiler grafiği



Şekil 2. Su emme (%) için ısıtma hızı*sinterleme sıcaklığı etkileşim grafiği

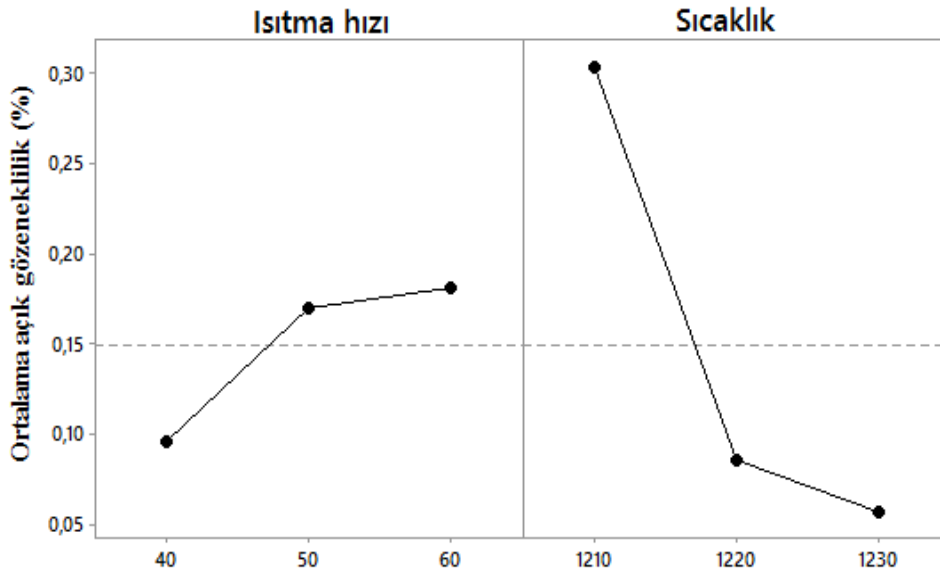
PORSELEN KAROLARIN SU EMME, AÇIK VE TOPLAM GÖZENEK MİKTARLARINA SİNERLEME SICAKLIĞI VE ISITMA HIZININ ETKİLERİNİN DENEY TASARIMI YÖNTEMİYLE İNCELENMESİ



Şekil 3. Su emme için pasta grafiği

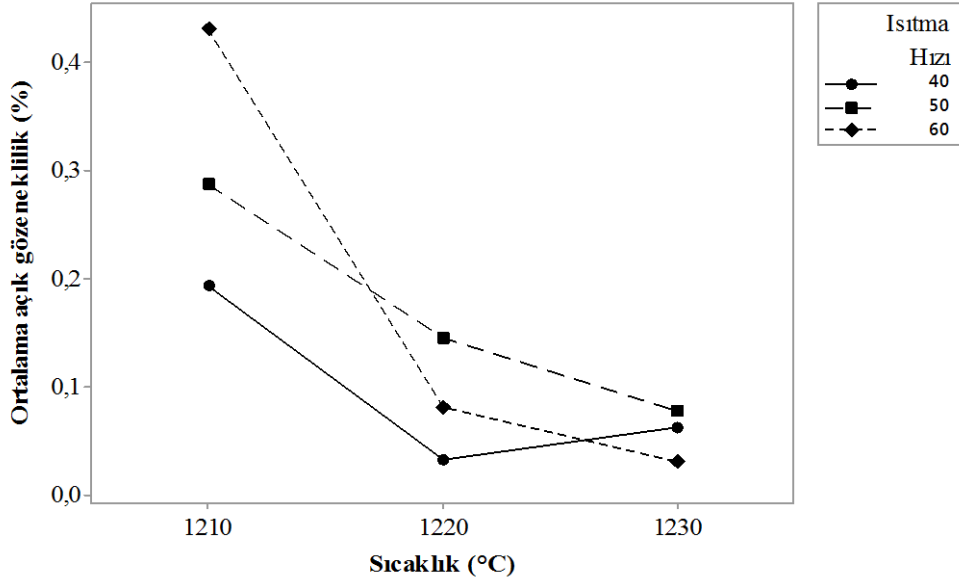
Tablo 3. Porselen karoların açık gözeneklilik değerleri için Anova tablosu

Faktörler	DF	Seq SS	MS	F ₀	P
Isıtma hızı	2	0,02562	0,012812	11,35	0,003
Sinterleme sıcaklığı	2	0,21831	0,109156	96,69	0,000
Isıtma hızı*Sinterleme sıcaklığı	4	0,04623	0,011558	10,24	0,002
Hata	9	0,01016	0,001129		
Toplam	17	0,30033			

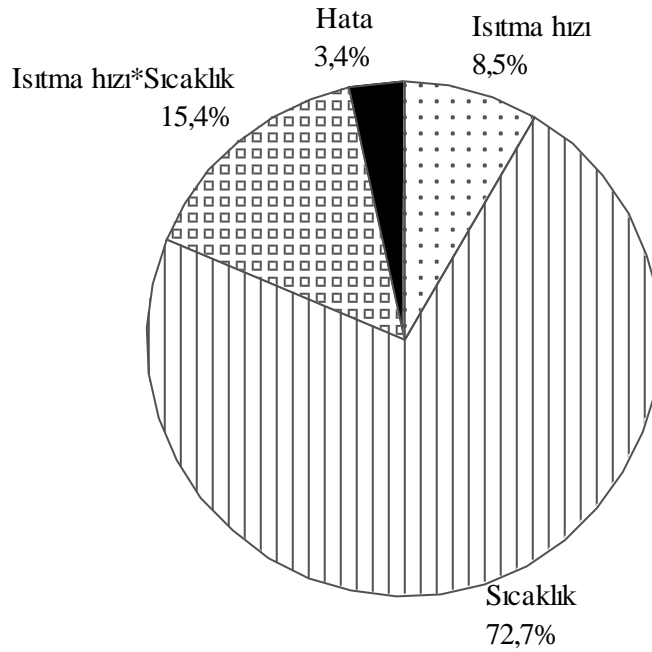


Şekil 4. Açık gözeneklilik (%) için ana etkiler grafiği

E. EREN GÜLTEKİN



Şekil 5. Açık gözeneklilik (%) için ısıtma hızı*sinterleme sıcaklığı etkileşim grafiği



Şekil 6. Açık gözeneklilik için pasta grafiği

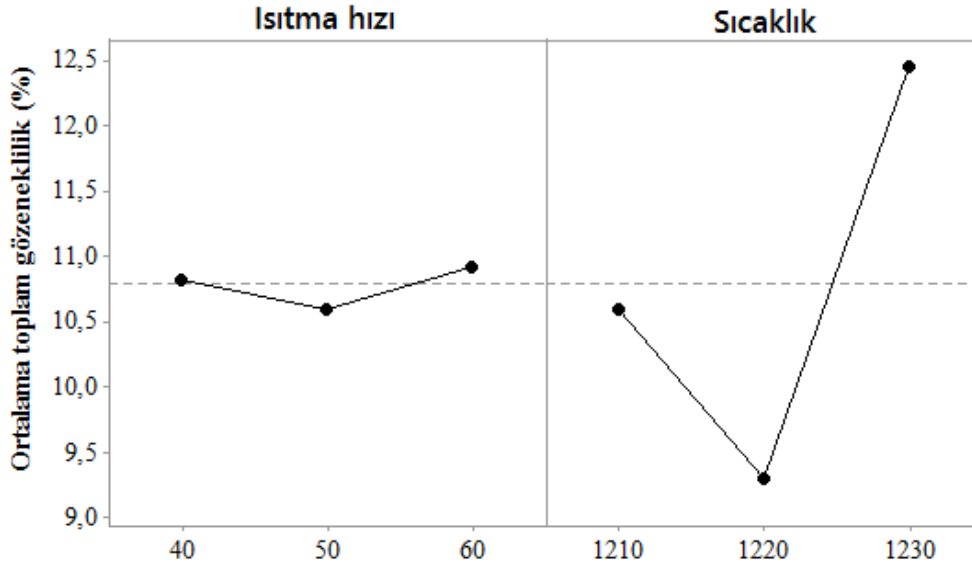
Porselen karolarda sinterleme sonunda kapalı gözeneklilik mevcut olup, genellikle %2 ile %8 arasında değişmektedir [3, 37]. Toplam gözeneklilik, açık ve kapalı gözeneklerin toplamını içermektedir. Çalışmada tüm porselen karolar için açık gözeneklilik miktarı %0,5'in altındadır. Fakat kapalı gözenek miktarları yüksek olduğu için, tüm porselen karolarda toplam gözeneklilik (%) miktarı standartların üzerinde elde edilmiştir. Bu fark, incelenen deney koşullarının dışında, porselen karoların toplam gözeneklilik (%) miktarını etkileyen pek çok faktör bulunmasından kaynaklanmaktadır. Tablo 4'teki toplam gözeneklilik için Anova tablosuna göre P değeri, $\alpha=0,01$ 'in üzerinde olduğu için ısıtma hızı etkin değildir. Ancak, ısıtma hızı*sinterleme sıcaklığı etkileşimi etkin olduğu için, ısıtma hızı ana faktörü hata terimine eklenmemiş ve Anova tablosunda bırakılmıştır. Şekil 7'de ana etkiler grafiğinde sinterleme sıcaklığının orta seviyesinde (1220 °C) en düşük toplam gözeneklilik elde edilmektedir. Isıtma hızı*sinterleme sıcaklığı etkileşimi incelendiğinde ise tüm ısıtma hızları için sıcaklık 1210 °C'den 1220 °C'ye artırıldığında toplam gözenekliliğin azaldığı, 1230 °C'ye çıkarıldığında ise toplam

PORSELEN KAROLARIN SU EMME, AÇIK VE TOPLAM GÖZENEK MİKTARLARINA SİNERLEME SICAKLIĞI VE ISITMA HIZININ ETKİLERİNİN DENEY TASARIMI YÖNTEMİYLE İNCELENMESİ

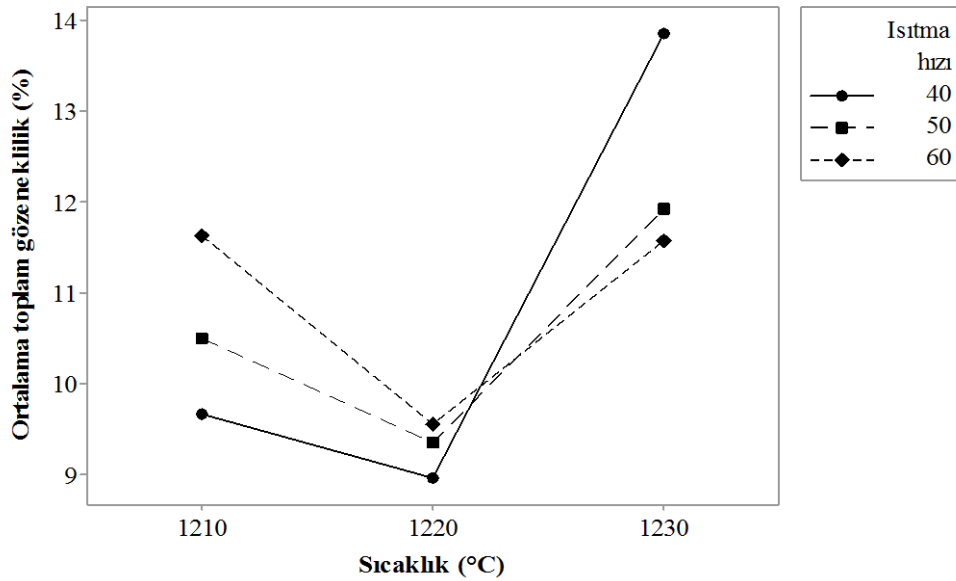
gözenekliliğin arttığı görülmektedir (Şekil 8). En düşük toplam gözeneklilik, ısıtma hızı 40 °C/dk. ve sinterleme sıcaklığı 1220 °C olduğunda elde edilmektedir. En önemli faktör %74,1 ile sinterleme sıcaklığı, ikinci en önemli faktör ise %24,4 ile ısıtma hızı*sinterleme sıcaklığı etkileşimidir (Şekil 9). Hata, toplam gözeneklilik için %0,7 olarak bulunmuştur.

Tablo 4. Porselen karoların toplam gözeneklilik değerleri için Anova tablosu

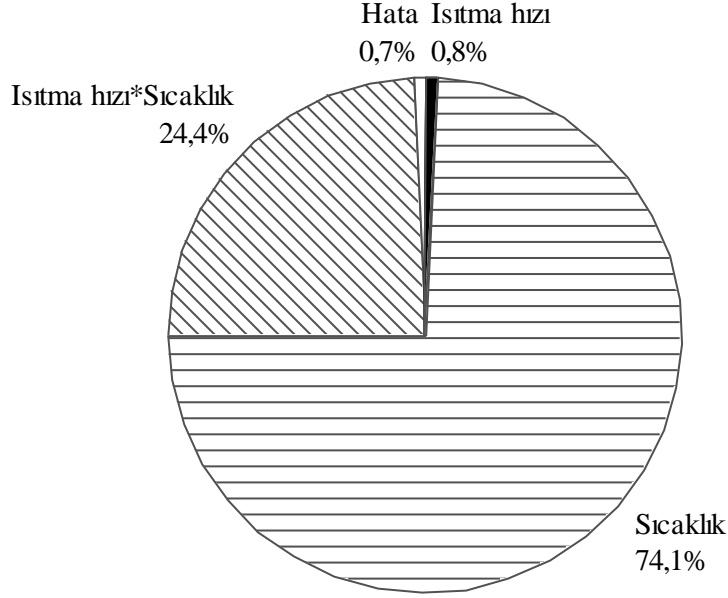
Faktörler	DF	Seq SS	MS	F ₀	P
Isıtma hızı	2	0,3342	0,1671	5,17	0,032
Sinterleme sıcaklığı	2	30,2891	15,1445	468,39	0,000
Isıtma hızı*Sinterleme sıcaklığı	4	9,9596	2,4899	77,01	0,000
Hata	9	0,2910	0,0323		
Toplam	17	40,8739			



Şekil 7. Toplam gözeneklilik (%) için ana etkiler grafiği



Şekil 8. Toplam gözeneklilik (%) için ısıtma hızı*sinterleme sıcaklığı etkileşim grafiği



Şekil 9. Toplam gözeneklilik için pasta grafiği

4. SONUÇLAR

Bu çalışmada, porselen karoların mikroyapısını etkileyen parametrelerden sinterleme sıcaklığının ve ısıtma hızının, su emme miktarı ile açık ve toplam gözenek miktarı üzerindeki etkisi 3^2 tam faktörlü deney tasarımıyla incelenmiştir. İncelenen deney koşullarında, su emme ve açık gözeneklilik üzerinde ısıtma hızı ve sinterleme sıcaklığı ana faktörleri ile etkileşim faktörü farklı oranlarda etkindir. Isıtma hızı, toplam gözenek miktarı üzerinde ana faktör olarak etkin olmamakla birlikte, ısıtma hızının sinterleme sıcaklığı ile etkileşimi %24,4 oranda etkindir. Sıcaklık ise %74,1 ile toplam gözenek miktarını etkileyen en önemli faktördür.

Porselen karolar, en düşük su emme ve açık gözenek miktarına sahip olabilmeleri için 1220 °C sinterleme sıcaklığında ve 40 °C/dk. ısıtma hızıyla ya da 1230 °C sinterleme sıcaklığında ve 60 °C/dk. ısıtma hızıyla sinterlenebilirler. Ancak, porselen karoların toplam gözenek miktarının da en düşük olması için sinterleme sıcaklığı 1220 °C ve ısıtma hızı 40 °C/dk. olmalıdır.

TEŞEKKÜR

Çalışmaya, finansal destek veren Nevşehir Hacı Bektaş Veli Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Koordinasyon Birimi'ne (Proje No:NEÜBAP15F22), deneylere destek sağlayan Eskişehir Teknik Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Malzeme Bilimi ve Mühendisliği Bölümü'ne, Seramik Araştırma Merkezi'ne (Eskişehir), Eczacıbaşı Yapı Ürünleri Grubu, Vitra İnovasyon Merkezi'ne (Bozüyük/Bilecik) teşekkür ederim.

KAYNAKLAR

- [1] ACCHAR, W., DULTRA, E.J.V., Ceramic Materials from Coffee Bagasse Ash Waste, Springer Briefs in Applied Sciences and Technology, Springer International Publishing, Switzerland, 2015.
- [2] COBLE, R.L., BURKE, J.E., Sintering in Ceramics. In J.E. BURKE (Ed.), Progress in Ceramic Science (pp. 197-251), Volume 3, Pergamon Press, Oxford, UK, 1963.
- [3] <http://www.cnr.it/istituti/ProdottoDellaRicerca.html?cds=073&id=90786> (erişim tarihi 06.10.2017)
- [4] RILEY, F.L., Structural Ceramics, Fundamentals and Case Studies, Cambridge University Press, Cambridge, UK, 2009.

PORSELEN KAROLARIN SU EMME, AÇIK VE TOPLAM GÖZENEK MİKTARLARINA SİNERLEME SICAĞI VE ISITMA HIZININ ETKİLERİNİN DENEY TASARIMI YÖNTEMİYLE İNCELENMESİ

- [5] JAZAYERI, S.H., SALEM, A., TIMELLINI, G., RASTELLI, E., “A Kinetic Study on the Development of Porosity in Porcelain Stoneware Tile Sintering”, *Bol. Soc. Esp. Ceram.*, 46(1), 1-6, 2007.
- [6] TAMSÜ, N., *Parlatılmış Porselen Karonun Lekelenme Direncinin Arttırılması*, Doktora Tezi, Anadolu Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Eskişehir, Türkiye, 2010.
- [7] VIEIRA, M.T., CATARINO, L., OLIVEIRA, M., SOUSA, J., TORRALBA, J.M., CAMBRONERO, L.E.G., GONZÁLEZ-MESONES, F.L., VICTORIA, A., “Optimization of the Sintering Process of Raw Material Wastes”, *J. Mater. Process. Tech.*, 92-93, 97-101, 1999.
- [8] MARTÍN-MÁRQUEZ, J., RINCÓN, J.M., ROMERO, M., “Effect of Firing Temperature on Sintering of Porcelain Stoneware Tiles”, *Ceram. Int.*, 34, 1867-1873, 2008.
- [9] LEONELLI, C., BONDIOLI, F., VERONESI, P., ROMAGNOLI, M., MANFREDINI, T., PELLACANI, G.C., CANNILLO, V., “Enhancing the Mechanical Properties of Porcelain Stoneware Tiles: A Microstructural Approach”, *J. Eur. Ceram. Soc.*, 21(6), 785-793, 2001.
- [10] DE’ GENNARO, R., CAPPELLETTI, P., CERRI, G., DE’ GENNARO, M., DONDI, M., GUARINI, G., LANGELLA, A., NAIMO, D., “Influence of Zeolites on the Sintering and Technological Properties of Porcelain Stoneware Tiles”, *J. Eur. Ceram. Soc.*, 23(13), 2237-2245, 2003.
- [11] LUZ, A.P., RIBEIRO, S., “Use of Glass Waste as a Raw Material in Porcelain Stoneware Tile Mixtures”, *Ceram. Int.*, 33, 761-765, 2007.
- [12] RAMBALDI, E., CARTY, W.M., TUCCI, A., ESPOSITO, L., “Using Waste Glass as a Partial Flux Substitution and Pyroplastic Deformation of a Porcelain Stoneware Tile Body”, *Ceram. Int.*, 33, 727-733, 2007.
- [13] TUCCI, A., ESPOSITO, L., MALMUSI, L., RAMBALDI, E., “New Body Mixes for Porcelain Stoneware Tiles with Improved Mechanical Characteristics”, *J. Eur. Ceram. Soc.*, 27(2-3), 1875-1881, 2007.
- [14] KITOUNI, S., HARABI, A., “Sintering and Mechanical Properties of Porcelains Prepared from Algerian Raw Materials”, *Cerâmica*, 57, 453-460, 2011.
- [15] MUSTAFI, S., AHSAN, M., DEWAN, A.H., AHMED, S., KHATUN, N., ABSAR, N., “Effect of Waste Glass Powder on Physico-mechanical Properties of Ceramic Tiles”, *Bangladesh J. Sci. Res.*, 24(2), 169-180, 2011.
- [16] KAYACI, K., ÖVEÇOĞLU, M.L., GENÇ, S.C., ERDOĞAN, M., “Investigation on Usage of the Karaköy Granites (Bilecik, NW Turkey) in Porcelain Tile Production”, *Ind. Ceram.*, 31, 1-10, 2011.
- [17] ALVES, H.J., MELCHIADES, F.G., BOSCHI, A.O., “Effect of Feldspar Particle Size on the Porous Microstructure and Stain Resistance of Polished Porcelain Tiles”, *J. Eur. Ceram. Soc.*, 32, 2095-2102, 2012.
- [18] EREN GÜLTEKİN, E., TOPATEŞ, G., KURAMA, S., “The Effects of Sintering Temperature on Phase and Pore Evolution in Porcelain Tiles”, *Ceram. Int.*, 43(14), 11511-11515, 2017.
- [19] PÉREZ, J.M., RINCÓN, J.M., ROMERO, M., “Effect of Moulding Pressure on Microstructure and Technological Properties of Porcelain Stoneware”, *Ceram. Int.*, 38, 317-325, 2012.
- [20] SALEM, A., JAZEYERİ, H., TUCCI, A., TIMELLING, G., “Influence of Firing Temperature and Soaking Time on Sintering of Porcelain Stoneware Tiles”, *Ceram. Forum Int.*, 80(9), 66-70, 2003.
- [21] ABADIR, M.F., SALLAM, E.H., BAKR, I.M., “Preparation of Porcelain Tiles from Egyptian Raw Materials”, *Ceram. Int.*, 28(3), 303-310, 2002.
- [22] MONTGOMERY, D.C., *Design and Analysis of Experiments*, John Wiley and Sons, New York, USA, 2001.
- [23] SANTOS-BARBOSA, D., HOTZA, D., BOIX, J., MALLOL, G., “Modelling the Influence of Manufacturing Process Variables on Dimensional Changes of Porcelain Tiles”, *Adv. Mater. Sci. Eng.*, 1, 1-12, 2013.
- [24] BAYER OZTURK, Z, AY, N., “An Investigation of the Effect of Alkaline Oxides on Porcelain Tiles Using Factorial Design”, *J. Ceram. Process. Res.*, 13(5), 635-640, 2012.
- [25] SUVACI, E., TAMSU, N., “The Role of Viscosity on Microstructure Development and Stain Resistance in Porcelain Stoneware Tiles”, *J. Eur. Ceram. Soc.*, 30(15), 3071-3077, 2010.
- [26] TARHAN, M., *Porselen Karo Bünyelerinde Sinterleme Hızı-Kompozisyon İlişkileri*, Doktora Tezi, Anadolu Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Eskişehir, Türkiye, 2010.
- [27] PAGANELLI, M., “Using the Optical Dilatometer: To Determine Sintering Behavior”, *Am. Ceram. Soc. Bull.*, 81(11), 25-30, 2002.
- [28] FRAGASSA, C., “Limits in Application of International Standards to Innovative Ceramic Solutions”, *Int. J. Qual. Res.*, 9(2), 279-298, 2015.
- [29] ANDREOLA, F., LEONELLI, C., ROMAGNOLI, M., MISELLI, P., “Techniques Used to Determine Porosity”, *Am. Ceram. Soc. Bull.*, 79, 49-52, 2000.

E. EREN GÜLTEKİN

- [30] EREN GÜLTEKİN, E., “The Effect of Heating Rate and Sintering Temperature on the Elastic Modulus of Porcelain Tiles”, *Ultrasonics*, 83, 120-125, 2018.
- [31] EREN, E., Çinko Oksit İlavesinin Porselen Özelliklerine Etkilerinin İncelenmesi, Yüksek Lisans Tezi, Anadolu Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Eskişehir, Türkiye, 2006.
- [32] EREN, E., ERGİNEL, N., AY, N., “Porselen Mukavemetine Hammaddelerin ve Sıcaklığın Etkisi”, VI. Uluslararası Katılımlı Seramik Kongresi, Türk Seramik Derneği-Sakarya Üniversitesi, 55-60. Sakarya, Türkiye, 2006.
- [33] DAS, S.K., DANA, K., “Differences in Densification Behaviour of K- and Na-feldspar-containing Porcelain Bodies”, *Thermochim. Acta*, 406, 199-206, 2003.
- [34] EREN GÜLTEKİN, E., SARI, H., KURAMA, S., “Seramik Sağlık Gereçlerinin Sinterleme Sıcaklığının Fiziksel Özelliklere ve Tahribatsız Muayane Yöntemine Etkisi”, *Anadolu Üniversitesi Bilim ve Teknoloji Dergisi A- Uygulamalı Bilimler ve Mühendislik*, 17(3), 438-446, 2016.
- [35] BİNAL, G., Yer Karosu Süreç Parametrelerinin Faktöriyel Tasarım ile İncelenmesi, Yüksek Lisans Tezi, Anadolu Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Eskişehir, Türkiye, 2007.
- [36] BİNAL, G., ERGİNEL, N., AY, N., “Deney Tasarımı ile Süreç Parametrelerinin Optimizasyonu”, IV. Uluslararası Katılımlı Seramik, Cam, Emaye, Sır ve Boya Semineri, Türk Seramik Derneği, 131-140. Eskişehir, Türkiye, 2007.
- [37] KAYA, G., KARASU, B., ÇAKIR, A., “Characterization of Diopside-based Glass-ceramic Porcelain Tile Glazes Containing Borax Solid Wastes”, *J. Ceram. Process. Res.*, 12(2), 135-139, 2011.