

PRESLEME BASINCININ SIRLI PORSELEN KARO GÖZENEK YAPISINA ETKİSİZuhal YILMAZ^{1*}¹ Bilecik Seyh Edebali University, Sogut Vocational School, ORCID No: <https://orcid.org/0000-0002-2280-6326>

Anahtar Kelimeler	Öz
Sırlı porselen karo Porozite Presleme basıncı İmaj analizi	<i>Sırlı porselen karolar üstün teknik özellikleri ile seramik kaplama malzemeleri içinde önemli bir yere sahiptir. Presleme ve sinterleme işlemleri ürün özelliklerini belirlemede en önemli proses adımları olarak tanımlanır. Bu çalışmada, presleme basıncının sinterlenen ürünlerin fiziksel ve mekanik özelliklerine etkisi araştırılmıştır. Ayrıca imaj analizi ile numunelerin por yapıları ve dağılımları incelenmiş ve elde edilen sonuçlar ürün özellikleri ile ilişkilendirilmiştir. Bu amaçla, farklı presleme basınçları (350, 400, 450 ve 500 bar) uygulanarak 60X60cm ebatlarında şekillendirilen karolar işletme fırınında 1200 °C'de pişirilmiştir. Şekillendirilen karoların; % pışme çekmesi, % su emme, yoğunluk, sertlik ve mukavemet gibi teknolojik özellikleri test edilmiştir. Numunelerin faz analizi ve mikroyapı analizleri sırasıyla XRD ve SEM teknikleri kullanılarak karakterize edilmiştir. Çalışmanın sonucunda; 450 bar ve üzerinde presleme basıncı ile şekillendirilen numunelerin porozite ve por boyutlarının azaldığı, daha küresel boyutta ve birbirinden bağımsız porların oluştuğu tespit edilmiştir. Por boyut dağılımlarındaki ve aspect oranlarındaki azalma mukavemet ve bulk yoğunluktaki artışı desteklemiştir.</i>

EFFECT OF PRESSING PRESSURE ON THE PORE STRUCTURE OF GLAZED PORCELAIN TILE

Keywords	Abstract
Glazed porcelain tile Porosity Pressing pressure Image analysis	<i>Glazed porcelain tiles are important building materials with their superior technical properties. These technical properties depend on the manufacturing process and the raw materials used. The most decisive manufacturing process stages are shaping and firing. In this study, the change in physical and mechanical properties on pressing pressure. In addition, pore structures and distributions were examined by image analysis and their effects on properties were determined. Porcelain tiles measuring 60x60cm were molded using pressures of 350, 400, 450, and 500 bars and were fired at 1200°C for 39 minutes. The physical and mechanical properties of the tiles were determined by firing shrinkage, water absorption, density, hardness, and bending strength tests. XRD and SEM characterizations were performed. It was determined that the structure consists of albite, quartz, mullite, and amorphous phases. When the pressing pressure was increased from 350 bar to 450 bar, an improvement in physical and mechanical properties was observed, but no significant change was detected from 450 bar to 500 bar. At pressures up to 400 bar, it is observed that the pores are composed of irregularly shaped and interconnected pores. The porosity and pore sizes decrease with increasing pressure. They are more spherical and have fewer interconnections with each other. The decrease in pore size distributions and aspect ratios supported the increase in strength and bulk density.</i>

Araştırma Makalesi

Research Article

Başvuru Tarihi

: 30.09.2023

Submission Date

: 30.09.2023

Kabul Tarihi

: 09.05.2024

Accepted Date

: 09.05.2024

* Sorumlu yazar: zuhal.guven@bilecik.edu.tr

<https://doi.org/10.31796/ogummf.1368927>**1. Giriş**

Sırlı porselen karolar yapı malzemeleri için çok büyük bir öneme sahiptir. Yüksek teknik performansa sahip ve kompaktlığı daha fazla olan porselen karoların gelişimi 1980'lerde gerçekleşmiştir (Juan M. Pérez, Rincón ve Romero, 2012). Porselen karonun özellikleri üretim

süreci ve kullanılan hammaddelere bağlıdır. Porselen karo üretimi genellikle kuvars, feldspat ve kaolinitik kil hammaddelerinin tek bir hızlı pişirim işlemiyle üretilir (Chitwaree, Tiansuwan, Thavarungkul ve Punsukumtana, 2018; López, Rodríguez ve Sueyoshi, 2011; J. Martín-Márquez, Rincón ve Romero, 2008; Sánchez, García-Ten, Sanz ve Moreno, 2010). Porselen mikroyapıları neredeyse tamamen yoğun olup,



Bu eser, Creative Commons Attribution License (<http://creativecommons.org/licenses/by/4.0/>) hükümlerine göre açık erişimli bir makaledir.

This is an open access article under the terms of the Creative Commons Attribution License (<http://creativecommons.org/licenses/by/4.0/>).

kaolinitik kil hammaddeleri ile feldispat arasında reaksiyon sonucu oluşan müllit kristalleri, camı faz, kalıntı fazlar olarak kuvars ve feldispatın kristal fazlarından oluşur (Gültekin, Topateş ve Kurama, 2017; Leonelli ve diğerleri, 2001; Romero ve Pérez, 2015). Pişirme sırasında müllit kristallerinin oluşumu porselen karonun mekanik özelliklerini etkileyen en önemli parametrelerden biridir (De Noni Junior, Hotza, Cantavella Soler ve Sanchez Vilches, 2008; Leonelli ve diğerleri, 2001; Jorge Martín-Márquez, Rincón ve Romero, 2010).

Porselen karoların hazırlanma süreçleri fiziksel ve mekanik özelliklerin iyileştirilmesinde büyük öneme sahiptir. Bunlar içinde en önemli prosesler şekillendirme ve pişirmedir. Porselen karoların şekillendirilmesinde presleme yöntemi kullanılmaktadır. Presleme tek eksenli veya izostatik olabilir. Granül yapısı, nem ve presleme basıncı en önemli presleme parametrelerdir (Chin, Ahmad, Jamaludin ve Sow, 2018). Presleme basıncı yoğunluk, Young modülü, pişme çekmesi ve porozite üzerine önemli bir etkiye sahiptir (Al-Shantir, Csáki, Veverka ve Trník, 2019; Al-Shantir ve Trník, 2017; Juan M. Pérez ve diğerleri, 2012; Subota, Spasonova ve Sholom, 2021). Porselen karoların hidrolik presler yardımıyla %5-7 nem içeren granüllerin 40 MPa'da Ancak literatürde seramik tozunun 30-55 MPa aralığındaki daha geniş basınç aralığında preslenmesiyle elde edildiğine dair çalışmalar mevcuttur (Juan M. Pérez ve diğerleri, 2012). Bu çalışmalarda daha çok fiziksel ve mekanik özellikler ile müllit oluşumları incelenmiştir.

Mikro yapıdaki porozite porselen karoların mekanik özelliklerini etkileyen önemli faktörlerden biridir. Karo üretimi esnasında oluşan porozite ve pişirim sonrası mikroyapıda çatlak gibi kusurlardan dolayı mikroyapıda stres yoğunlaşma bölgeleri oluşturmada ve istenilen mukavemet değerine ulaşamamaktadır (Eren, Ozturk ve Kurama, 2014). Genel olarak seramiklerdeki mukavemet değeri porozitenin artması ile azalır. Ancak bu sadece porozitenin yüzdesine değil aynı zamanda gözeneklerin boyutuna ve şekline de bağlıdır. Bu nedenle, birbirine bağlı gözeneklerin, mukavemeti azaltan büyük kırılma kusurları gibi davrandığı bilinmektedir (Romero ve Pérez, 2015). Porozite miktarı, porların şekli ve bünyedeki por dağılımı mukavemet, su emme ve parlatma sonrası kullanılan karolar için lekelenme, aşınma ve yüzey parlaklığı gibi özellikleri etkiler (Alves, Freitas, Melchades ve Boschi, 2011; Sánchez ve diğerleri, 2006). Bu sebeple porozitenin yapısı ve dağılım özelliklerinin araştırılması karonun fiziksel ve mekanik özellikleri için büyük bir öneme sahiptir. Porozitenin imaj analizi ile incelenmesi por yapıları ve dağılımları hakkında önemli bilgiler vermektedir. İmaj analizi ile porozitenin incelendiği çalışmalarda pişirme sıcaklığı ve ısıtma hızının, farklı kalınlıklardaki karoların ve farklı

parlatma derinliklerinde parlatılmış karoların porozite yapıları incelenmiştir (Alves ve diğerleri, 2011; Eren ve diğerleri, 2014; Ozturk ve Ay, 2014). Literatürde presleme basıncının por yapılarına olan etkilerinin imaj analizi ile incelendiği bir çalışmaya rastlanmıştır (Juan M. Pérez ve diğerleri, 2012). Yapılan çalışmada işletme koşullarında presleme basıncına bağlı olarak fiziksel ve mekanik özelliklerinin değişiminin yanında imaj analizi ile por yapıları ve dağılımları incelenmiş ve özellikler üzerine etkileri belirlenmiştir.

2. Bilimsel Literatür Araştırması

Porozite, seramik karolarda mekanik özelliklerin yanı sıra ürünün aşınma, lekelenme ve kimyasal direncini gibi yüzey özelliklerini de etkilemektedir. Literatürde presleme basıncının seramik karoların, fiziksel ve mekanik özelliklerine etkisinin araştırıldığı çeşitli çalışmalar yer almaktadır (Chin ve diğerleri, 2018; Subota ve diğerleri, 2021).

Perez ve ark. (2012), presleme basıncının yaş ve pişmiş porselen karoların teknolojik özelliklerine etkilerini araştırdıkları çalışmada (10-40 MPa), 30 ve 40 MPa basınçla şekillendirilen karoların benzer fiziksel ve mekanik özelliklere sahip olduklarını belirtmişlerdir. Çalışmanın sonucunda, tüm basınç değerlerinde müllit ve kuvars miktarının sabit kaldığı belirlenmiştir. Pişen numunelerin SEM görüntülerinde müllit ve kuvars kristalleri tespit edilmiş ve artan pres basıncı ile müllit kristallerinin daha uzun morfolojide oldukları tespit edilmiştir.

Perez ve ark. (2014) yaptığı diğer bir çalışmada ise, 5 farklı presleme basıncı (20, 40, 60, 80 ve 100 MPa) ile farklı kalınlıklarda (3, 4, 5, 6 ve 9 mm) üretilen karoların teknolojik özelliklerini araştırmışlardır. Çalışmanın sonucunda; 20-60 MPa kalıplama basınç aralığında şekillendirilen karoların pişirme işlemi sonucunda %su emme, porozite ve eğme mukavemet değerlerini etkilediği, daha yükek presleme basıncı (60-100 MPa) ile üretilenlerde ise önemli bir değişimin olmadığı ifade edilmiştir.

3. Yöntem

DeneySEL çalışmalarda, granül halindeki standart bir porselen karo bünyesi kullanılmıştır. Karo bünyesine ait reçetede kil %45, sodyum feldispat %36, potasyum feldispat %8 ve kaolen %11'dir. Granül masseye, işletme koşullarında Sacmi PH6500 model pres ile 350, 400, 450 ve 500 bar basınç uygulanarak 60X60 cm ebatlarında porselen karo numuneleri elde edilmiştir. Karolar kurutma işlemi sonrasında, Sacmi Formi FMS285/1407 model fırında 39 dakika süreyle 1200 °C'de hızlı pişirim yapılarak sinterlenmiştir. 1200 °C'de geçiş süresi 15 dk'dır. Pişirim sonrası ebat ölçümleri

yapılmış aşağıdaki Eşitlik 1 kullanılarak pişme çekmeleri belirlenmiştir. Pişme çekmesi:

$$Pişme\ çekmesi = \frac{Ls - Lc}{Ls} \times 100 \quad (1)$$

Eşitlikte; Ls kuru karo ebatı ve Lc pişme sonrası karo ebatıdır (mm).

Numunelerin bulk yoğunluk ve su emme testleri ASTM C373-88 standardına göre yapılmıştır. Kuru tartımları alınan numuneler 5 saat saf suda kaynatılmış ve 24 saat suda bekletilerek tartımları alınmıştır. Mikro sertlik ölçümleri numune yüzeyleri hassas parlatma cihazı ile parlatılarak Vickers yöntemine göre EMCO TEST M1C 010 cihazında 10 sn 0.1 kg yük uygulanarak gerçekleştirilmiştir. Analiz için numunelerin parlatılması işleminde Struers marka parlatma cihazı ve aşındırıcı tanecikler (3 ve 1 µm elmas) içeren çeşitli parlatma sıvıları kullanılmıştır. Numunelerin üç nokta eğme testleri UNE-EN 843-1 standardına göre Gabbrielli Flexi marka elektronik mukavemet test cihazı kullanılarak ölçülmüştür.

Parlatılmış numunelerin gözenekli mikro yapısı taramalı elektron mikroskobu SEM (ZEISS SUPRA 50VP) ile elde edilen dijital görüntüler kullanılarak incelenmiştir. Dijital görüntüler, her numuneden 3 örnek alınarak, benzer büyütme (250x) koşullarında elde edilen görüntülerden ImageJ Analiz yazılımı kullanılarak por boyutları, toplam porozite alanı ve aspect oranları hesaplanmıştır. Buradan, porozite yüzdesi, yüzey por alanının analiz edilen görüntünün toplam alanına oranıyla belirlenmiştir (Alves ve diğerleri, 2011; Gültekin ve diğerleri, 2017; Ozturk ve Ay, 2014) (Eşitlik 2). Ayrıca por aspect oranları hesaplanmıştır (Alves ve diğerleri, 2011).

$$Porosite\ \% = \frac{Por\ alanı}{Toplam\ alan} \times 100 \quad (2)$$

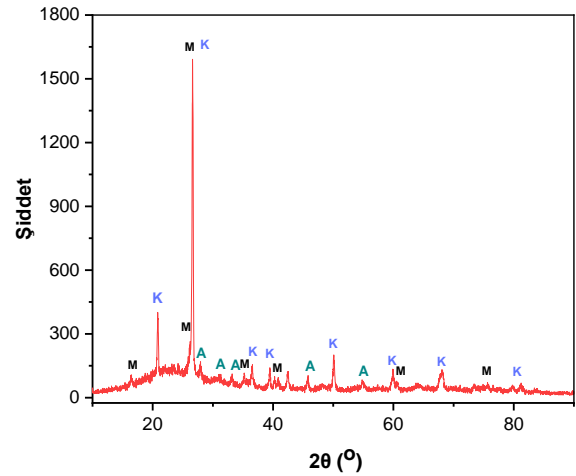
Numunelerin içerdiği kristal fazlar XRD cihazıyla (XRD, Rigaku Miniflex 600) belirlenmiştir. Bunun için 500 bar basınç altında şekillendirilen numune kullanılmıştır. Kantitatif faz miktarları, difraksiyon (Maud) JADE yazılımı kullanılarak Rietveld analiz yöntemiyle hesaplanmıştır. Numunelerin yüzey görüntüleri ise EDS donanımlı SEM cihazı (SEM, ZEISS SUPRA 50VP) ile incelenmiştir. Bu çalışmada, araştırma ve yayın etiğine uyulmuştur.

4. Bulgular ve Tartışma

4.1. Karakterizasyon

Şekil 1'de, 500 bar basınçla şekillendirilmiş ve 1200°C'de sinterleme işlemi uygulanmış numuneye ait XRD paterni verilmiştir. Burada; beklenildiği gibi albit,

kuvars ve müllit fazları tespit edilmiştir. Porselen karoların pişirimi 1180–1280°C sıcaklık aralıklarında gerçekleştirilir (Jorge Martín-Márquez, De La Torre, Aranda, Rincón ve Romero, 2009; Zanelli, Raimondo, Guarini ve Dondi, 2011). Pişirme işlemi sonrasında amorf camsı faz ile kuvars, müllit ve feldispat içeren kristalin fazlar oluşur (De Noni, Hotza, Cantavella Soler ve Sánchez Vilches, 2011; De Noni, Hotza, Soler ve Vilches, 2010; Gültekin ve diğerleri, 2017; Zanelli ve diğerleri, 2011). Sinterleme sırasında albit ayrışmaya başlar ve amorf bir faz oluşturur. Kuvars bu sıvı fazda çözünerek 1000°C'nin üzerinde önemli ölçüde artan amorf bir faz oluşumu ile sonuçlanır. Müllit fazı (3Al₂O₃2SiO₂) oluşumu; kaolinit ve feldspat minerallerinin kimyasal reaksiyonu sonucu 1100 °C'nin üzerindeki sıcaklıklarda gerçekleşmektedir (Jorge Martín-Márquez ve diğerleri, 2009, 2010; J. M. Pérez ve Romero, 2014; Romero ve Pérez, 2015). XRD analizinden Maud programı kullanılarak hesaplanan Rietveld analiz sonuçları incelendiğinde (Tablo 1) literatürde bildirildiği gibi yüksek oranda %71,89 amorf faz bulunmuştur. Müllit oluşumu ise % 6,25 dir. Kalıntı albit miktarı % 2,9 ve kuvars miktarı ise % 18,95 olarak hesaplanmıştır.



Şekil 1. 500 bar basınçla şekillendirilmiş numuneye ait XRD paterni (M: Müllit, A: Albit, K: Kuvars).

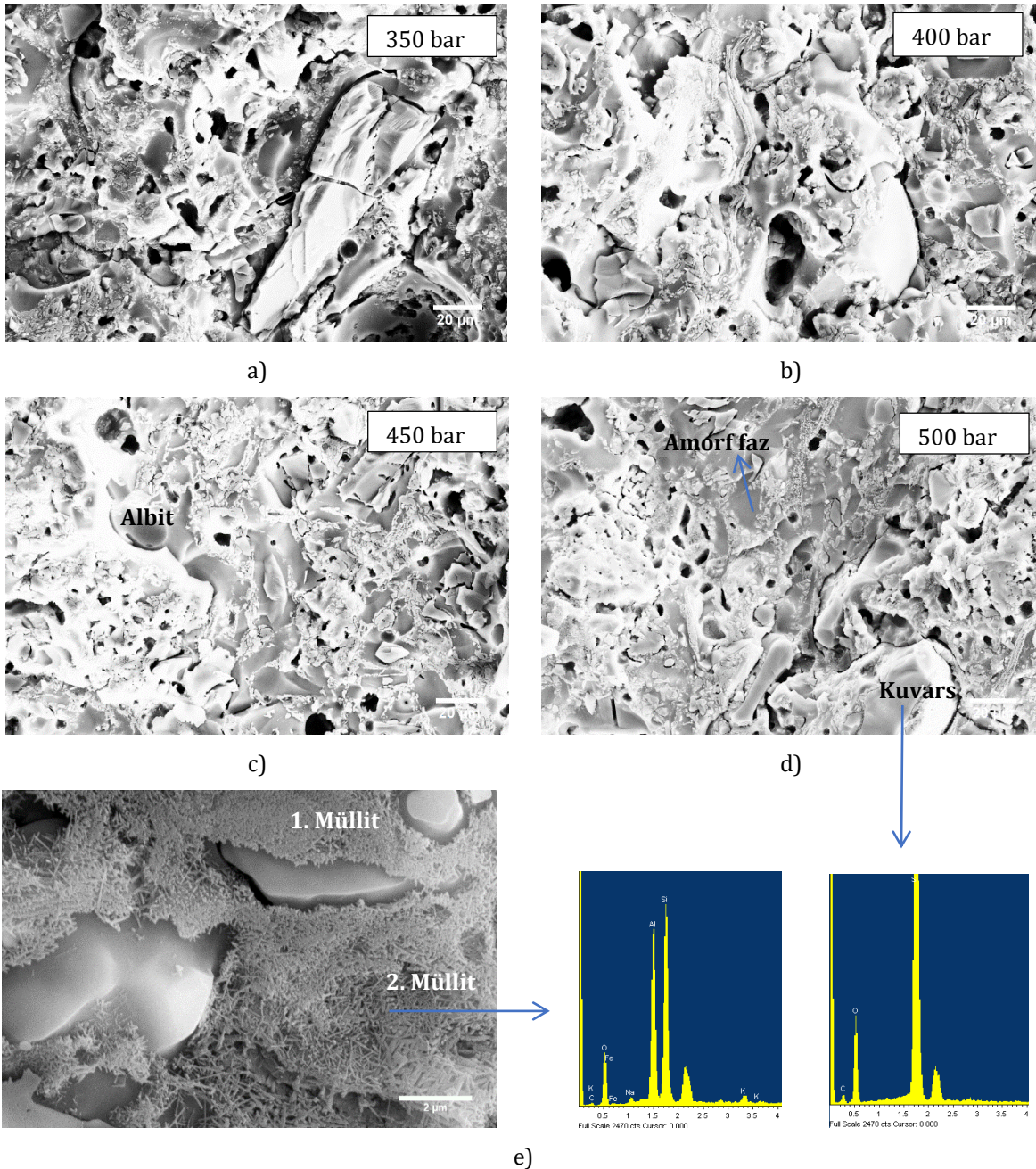
Tablo 1. 500 bar basınçla şekillendirilmiş numuneye ait Rietveld kantitatif faz analizi sonuçları

Fazlar	Ağırlıkça %
Kuvars	18,95
Albit	2,90
Müllit	6,25
Amorf faz	71,89

Şekil 2 (a-d) de, farklı presleme basıncı altında şekillendirilen karolarla ait SEM görüntüleri verilmiştir. Burada; 450 ve 500 bar basınç ile presleme sonucunda mikro yapıda por miktarlarında azalma ve ebatlarında

küçülme olduğu gözlenmiştir. Basınç ile birlikte yoğunluk da artmıştır. 500 bar basınçla şekillendirilen numuneye ait EDS grafiği Şekil 2(e)'de verilmiştir. Porselen karolar kil, eritici ve dolgu maddesinden üretilir. Genellikle kil kaolinittir, eritici olarak feldispat kullanılır ve dolgu maddesi kuvarstır. Bu üç bileşenin sinterlenmesi sonucu daha ince bir bağ veya müllit kristalleri, camsı bir fazdan oluşan matris tarafından bir arada tutulan kaba kuvars tanelerinden oluşan bir mikro yapısına neden olur. Kaolinit, müllit kristallerinin öncüsüdür ve aynı zamanda ham bünyeye plastisite

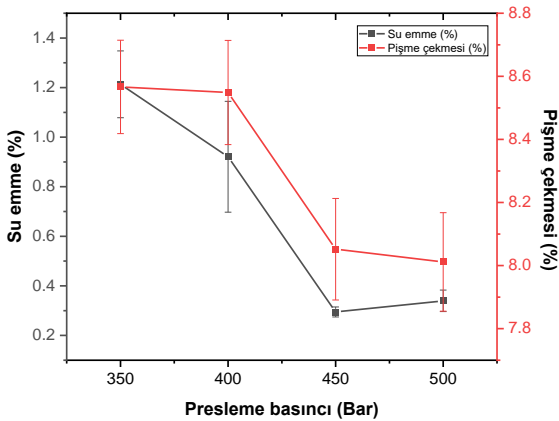
kazandırır. Müllit kristalleri mükemmel mekanik, sürünme, termal ve kimyasal özellikler kazandırır. Kırık Yüzey mikroyapılarında birincil ve ikincil müllit kristalleri görülmektedir. Kuvars, albit ve amorf faz SEM görüntüleri üzerinde gösterilmiştir. Birincil müllit oluşumu saf kil aglomera kalıntılarında kaynaklanır, ikincil müllit ise feldispat nüfuz etmiş kil kalıntılarında uzun iğne şeklinde kristallerden oluşur (Leonelli ve diğerleri, 2001; Jorge Martín-Márquez ve diğerleri, 2010; Juan M. Pérez ve diğerleri, 2012; Romero ve Pérez, 2015).



Şekil 2. Farklı presleme basıncı altında şekillendirilen karolara ait kırık yüzey SEM görüntüleri a) 350 bar, b) 400 bar, c) 450 bar ve d) 500 bar ve e) 500 bar'da preslenmiş numuneye ait EDS sonuçları

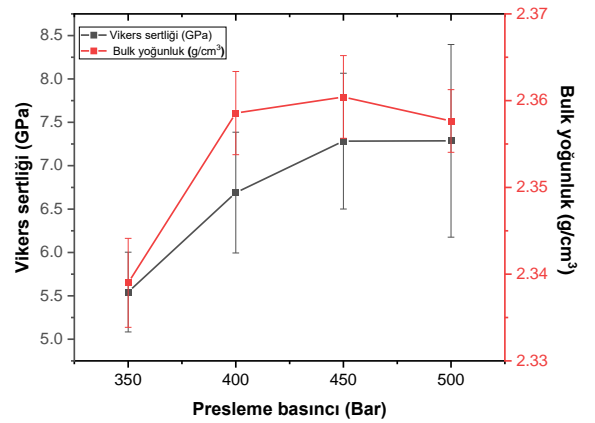
4.2. Fiziksel ve Mekanik Özellikler

Çalışmada numunelerin pişme çekmesi, su emme, bulk yoğunluk, Vickers sertliği ve mukavemet değerleri ölçülerek presleme basıncının fiziksel ve mekanik özelliklerine etkisi araştırılmıştır. presleme basıncına bağlı olarak % pişme çekmesi ve % su emme değerlerinin değişimini gösteren grafik Şekil 3'de verilmiştir. Grafikten görüleceği üzere presleme basıncının artması ile % pişme çekmesi ve % su emme değerlerinde benzer şekilde azaldığı gözlenmiştir. Pişme çekmesi değerleri % 8.01-8.57 aralığında değişmektedir. Sıvı faz sinterlemesinde, sıvı faz gözenekliliği ortadan kaldırmak ve arayüzey enerjisini azaltmak için yüksek enerjili katı buhar arayüzlerinden daha düşük enerjili katı-katı arayüzlerine etki eder. Presleme basıncının artması ile yaş yoğunluğu artan karonun kompaktanmanın artmasına bağlı olarak çekme miktarı değerleri azalır (Juan M. Pérez ve diğerleri, 2012). Presleme basıncına bağlı olarak çekme sonuçları ile uyumlu bir şekilde su emme değerleri de azalmıştır, yani parçacıklar arasında daha az boşluk vardır, bu da daha az gözenek kaldığını gösterir. Kuru presleme yöntemi ile şekillendirilmiş porselen karolarda su emme değerinin UNI EN ISO 13006'ya göre %0.5'den az olması gerekmektedir. Bu değer, 450 bar ve üzerinde basınç uygulanan numuneler ile sağlandığı Şekil 3'de görülmektedir. Su emme doğrudan açık gözeneklilik ile ilişkilidir ve artan presleme basıncı ile açık gözenekliliğin azaldığını gösterir. 450 bar üzerinde ise su emme ve çekme değerlerinde ki değişim azalmıştır. Presleme basıncının daha da artması ile kompakt yapı dolayısıyla sıkışan gazların serbest bırakılmasının zorluğu ve meydana gelen şişkinlik nedeniyle muhtemelen artar. Yüksek ham yoğunluk nedeniyle mikro yapı kilitlenir ve parçacıkların yeniden düzenlenmesini engeller. Bu sebeple basıncın dahada artması su emme değerlerini azalmasına katkı sağlamaz (Juan M. Pérez ve diğerleri, 2012).



Şekil 3. Presleme basıncına bağlı olarak numunelerin % su emme ve % pişme çekmesi değerlerinin değişimi

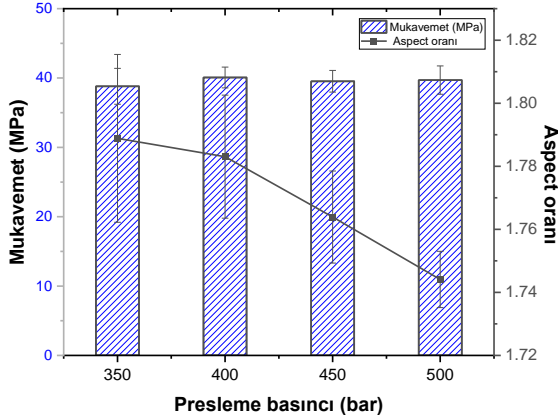
Numunelerin bulk yoğunluğu Arşimet prensibine göre ölçülmüştür. Numunelerin bulk yoğunluğu 2.34-2.36 g/cm³ aralığında değişmektedir ve bu verilerden presleme basıncının numunelerin bulk yoğunluğu değişiminde önemli etkisi olmadığı söylenebilir (Şekil 4). Numunelerin Vickers sertlik değerleri artan presleme basıncına bağlı olarak artış göstermiştir. 350 bar basınç ile 5.54 GPa, 500 bar basınç ile 7.29 GPa sertlik değerleri elde edilmiştir (Şekil 4). Artan presleme basıncı ile gözenek miktarı azalmış ve bu da mikrosertlik artışına katkı sağlamıştır. Bulunan sonuçlar ticari porselen karolar ile uyumludur (J. Martín-Márquez ve diğerleri, 2008; Martín-márquez, Rincón ve Romero, 2010).



Şekil 4. Presleme basıncına bağlı olarak numunelerin Vickers sertlik ve bulk yoğunluk değerlerinin değişimi

Presleme basıncına bağlı olarak numunelerin mukavemet ve aspect oranının değişimi Şekil 5'de verilmiştir. Numunelerin eğme mukavemeti değerleri presleme basıncına bağlı olarak 37,97 ile 39.70 MPa arasında değişmektedir. Tüm numunelerin eğme mukavemeti sonuçları, ISO 13006 standardına göre seramik yer karoları için öngörülen >35 MPa değerini karşılamaktadır (J. Martín-Márquez ve diğerleri, 2008; Oruru, 2019). Açık gözeneklilik, seramik karoların eğme mukavemetini etkileyen en önemli parametre olup, ayrıca müllit fazı oluşumu ve kuvars parçalarının tane boyutunun da eğilme mukavemeti üzerinde etkili olduğu bilinmektedir. Çeşitli çalışmalarda, kuvars tane boyutu azaldığında kırılma enerjisinin ve mukavemetin arttığı ve müllit kristallerinin eğme mukavemetinin artışına katkı sağladığı bildirilmiştir (Ke, Cheng, Wang, Wang ve Pan, 2013; J. Martín-Márquez ve diğerleri, 2008; Martín-márquez ve diğerleri, 2010; Noni, Hotza, Cantavella ve Sanchez, 2009; Oruru, 2019; J. M. Pérez ve Romero, 2014; Juan M. Pérez ve diğerleri, 2012; Romero ve Pérez, 2015). Porların aspect oranı artan presleme basıncı ile azalmış ve en yüksek oran (1.79), 350 bar presleme basıncı uygulanan numune ile elde edilmiştir.

Bu mukavemet değeri de en düşük olan numunedir. Aspect oranı artan numunede por boyu uzadığı için hata oranı da artmaktadır.



Şekil 5. Presleme basıncına bağlı olarak numunelerin mukavemet ve aspect oranının değişimi

4.3. Porozitenin Karakterizasyonu

Tablo 2'de presleme basıncına göre imaj analizi kullanılarak hesaplanan; % porozite miktarı, ortalama por boyutu ve por aspect oranları verilmiştir. Presleme basıncının artması ile porozite miktarında ~%22 azalma gözlenmiştir. Ortalama por boyutlarında artan presleme basıncı ile azalmıştır. 350 bar presleme basıncında 3.533 μm olan ortalama por boyutu 500 bar presleme basıncında 3.306 μm olarak hesaplanmıştır. Benzer şekilde artan basınç ile numunelerin por aspect oranlarında azalmıştır.

Tablo 2. Presleme basıncına bağlı olarak imaj analizine göre hesaplanmış por boyut ve porozite özellikleri

Presleme basıncı (bar)	İmaj analizi toplam porozite (%)	Ort. por boyutu (μm)	Por aspect oranı
350	4.215±0.483	3.533	1.789±0.027
400	4.163±0.814	3.510	1.783±0.020
450	3.289±0.198	3.398	1.764±0.015
500	3.342±0.436	3.306	1.744±0.009

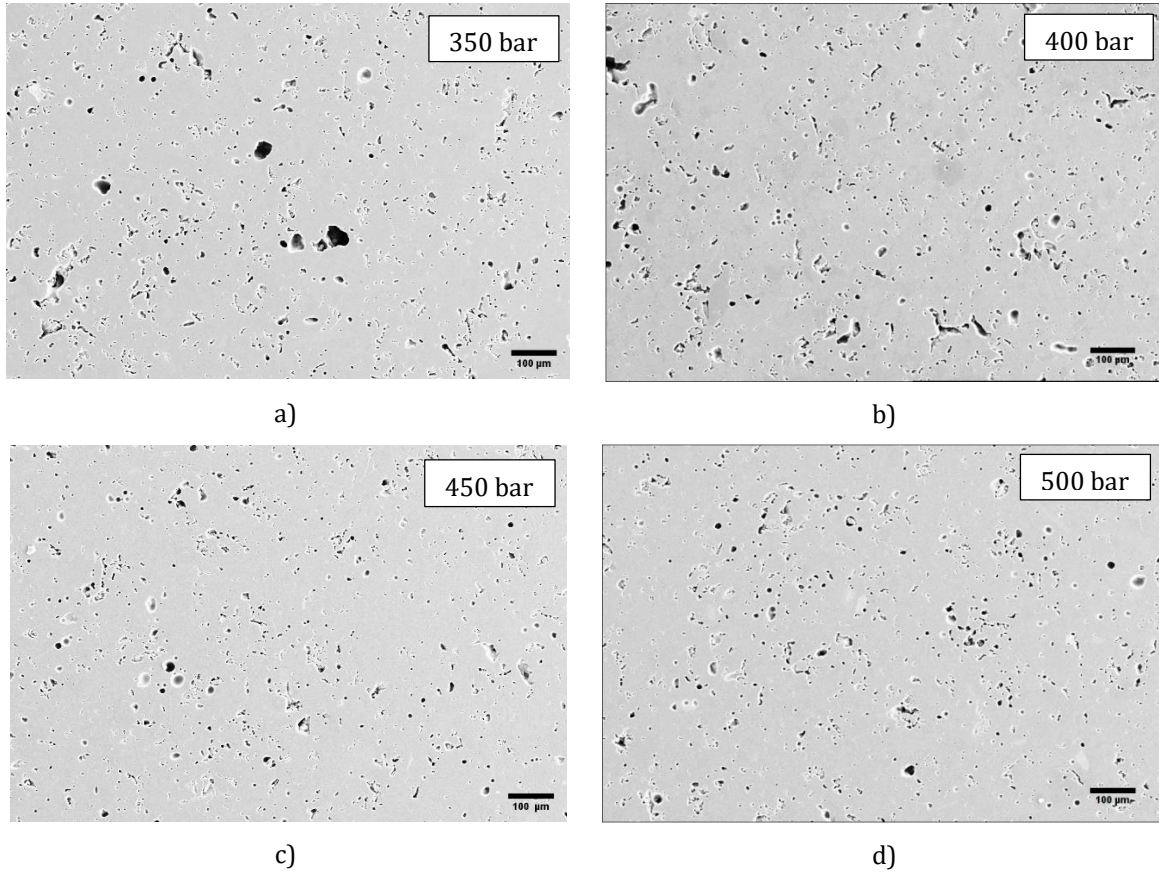
Numunelere ait genel SEM görüntüleri incelendiğinde porların düzensiz şekilli ve birbirine bağlı gözeneklerden oluştuğu görülmektedir (Şekil 6). Basınç oranının artması ile por boyutlarının azaldığı ve daha küresel şekillerden oluştuğu ve birbiri ile olan bağlantılarının azaldığı görülmektedir. Bu verilerin Tablo 2'de yer alan por boyutları ve aspect oranları ile uyumlu olduğu tespit edilmiştir. Şekil 4'de yer alan sertlik değerleride göz önüne alındığında por boyutlarının ve aspect oranlarının azalması sebebiyle sertlik değerlerindeki artışta bu sonuçlar desteklemektedir.

Tablo 3'de yer alan % por boyut dağılımları ve Şekil 7'de yer alan kümülatif por boyut grafiği de artan basınç ile por boyutlarının daha küçük aralıktaki yüzdelere arttığını göstermektedir. Genel olarak seramiklerdeki mukavemet hammadelerin kimyasal reaksiyonunu sonucu oluşan fazlardan etkilense de, diğer önemli faktör porozitedir. Porozitenin artmasıyla katlanarak azalır ve pişirilen gövdeler ne kadar yoğunsa mukavemet de o kadar yüksek olur. Ancak bu sadece porozitenin yüzdesine değil aynı zamanda gözeneklerin boyutuna ve şekline de bağlıdır. Birbirine bağlı porların eğme mukavemetini azaltan büyük kırılma kusurları gibi davrandığı bilinmektedir (Romero ve Pérez, 2015). Presleme basıncının artması yaş bünyede daha fazla sıkışmaya yol açarak daha kompakt bir yapının oluşmasına katkı sağlamaktadır. Por boyut ve aspect oranlarındaki azalma mukavemet ve bulk yoğunluktaki artışı da desteklemektedir. Elde edilen sonuçlara göre presleme basıncının 450 bar ve üzerinde gerçekleştirilmesi daha üstün özelliklere sahip porselen karo üretimini mümkün kılacaktır.

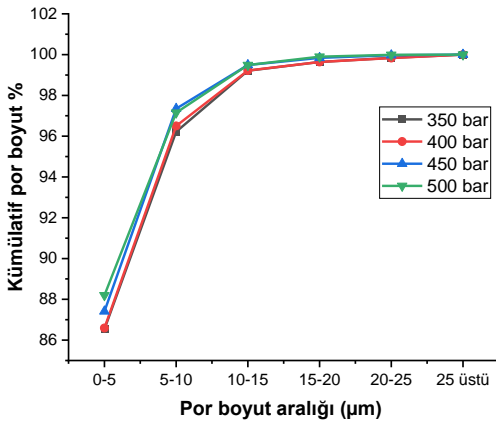
Tablo 3. Presleme basıncına bağlı olarak imaj analizine göre hesaplanmış por boyut dağılımları

Por boyut aralığı % dağılımı	350 bar	400 bar	450 bar	500 bar
0-5 μm	86.54	86.59	87.41	88.20
5-10 μm	9.68	9.91	9.94	8.95
10-15 μm	2.99	2.72	2.14	2.34
15-20 μm	0.43	0.42	0.35	0.41
20-25 μm	0.20	0.19	0.13	0.09
25 μm <	0.16	0.17	0.03	0.01

Şekil 8'de presleme basıncına göre numunelerin log-normal dağılım grafikleri verilmiştir. Bu grafiklerde, por boyut dağılımının artan basınç ile daha düşük por boyut aralığına kaydığı görülmektedir. Por boyut dağılımlarının en büyük yüzdeye sahip olduğu aralık 0-5 μm olarak tespit edilmiştir. Granüler bir malzemenin sıkıştırılması üç aşamadan oluşur. İlk aşamada granüller akışa bağlı olarak deforme olmadan sıkışma oluşur. İkinci aşamada granüllerin deformasyonu meydana gelir ve bu aşama boyunca porozitedeki azalmanın neredeyse tamamı, tanecikler arası porların ortadan kaldırılmasından kaynaklanmaktadır. Son olarak gövdenin artan sıkışması, parçacıkların yeniden düzenlenmesi yoluyla tanecik içi porozitenin ortadan kaldırılmasından kaynaklanmaktadır (J. M. Pérez ve Romero, 2014). 450 bar ve üzerinde por boyut ve şekillerindeki değişimin tanecikler arası gözenekliliğin ortadan kalkması neticesinde gerçekleştiği düşünülmüştür.



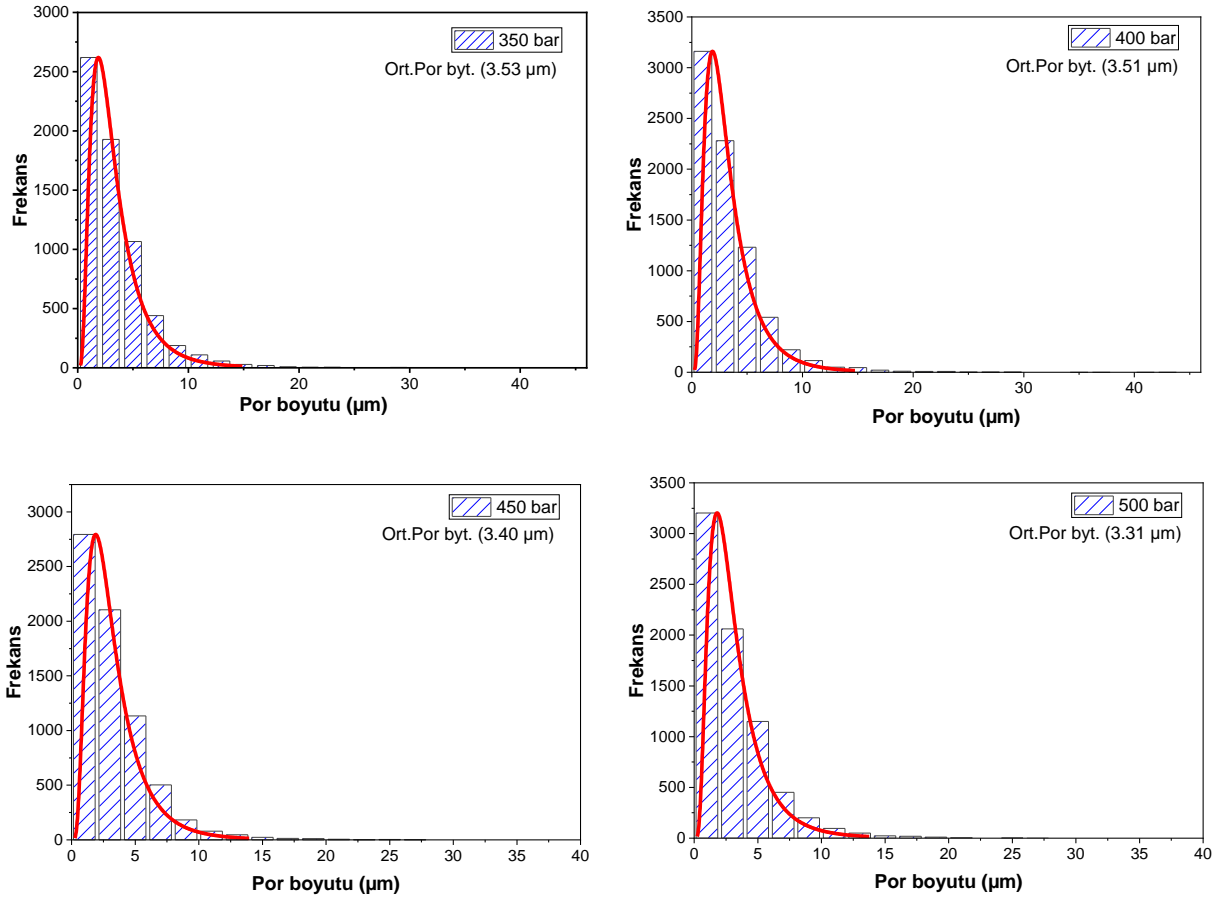
Şekil 6. Farklı presleme basıncı altında şekillendirilen karolara ait SEM görüntüleri: a) 350 bar, b) 400 bar, c) 450 bar ve d) 500 bar



Şekil 7. Presleme basıncına göre kümülatif por boyut dağılımı

5. Sonuçlar

Bu çalışmada, endüstriyel koşullarda üretilen porselen karoların fiziksel ve mekanik özelliklerine presleme basıncının etkisi araştırılmıştır. 350-500 bar basınç aralığında şekillendirilen numunelerin imaj analizi ile por yapıları ve dağılımları incelenmiştir. Çalışmanın sonucunda; presleme basıncı artışıyla porozitenin ~%22 oranında azaldığı tespit edilmiştir. Bu sonuç, uygulanan İmaj analizi ile de desteklenmiş ve presleme basıncı artışının ortalama por boyut değerlerinde ve por aspect oranlarında azalmaya neden olduğu belirlenmiştir. Yapılan çalışmada por boyut dağılımları ve aspect oranlarının İmaj analizi kullanılarak hesaplanması farklı üretim süreç değişkenlerinin daha etkin bir şekilde belirlenmesinde başarılı olarak kullanılabileceğini göstermektedir.



Şekil 8. Farklı presleme basıncı altında şekillendirilen karolara ait por boyut dağılımları a) 350 bar, b) 400 bar, c) 450 bar ve d) 500 bar' da preslenmiş numune

Teşekkür

Yazar çalışmaya sağladığı destek için Bien Yapı Ürünleri San. Turz. ve Tic A.Ş (Bozüyük)'ye ve karakterizasyonlar için Eskişehir Teknik Üniversitesi Mazlzeme Bilimi ve Mühendisliği bölümüne teşekkür eder.

Araştırmacıların Katkısı

Makale tek yazarlıdır.

Çıkar Çatışması

Yazarlar tarafından herhangi bir çıkar çatışması beyan edilmemiştir.

Kaynaklar

Al-Shantir, O., Csáki, Š., Veverka, J. ve Trník, A. (2019). The influence of compression pressure on thermal expansion, bulk density, and Young's modulus of

electroporcelain mixture up to 1100 °C. *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry*, 138(3), 2035–2042. doi:10.1007/s10973-019-08490-4

Al-Shantir, O. ve Trník, A. (2017). Influence of compression pressure on Young's modulus of ceramic samples. *AIP Conference Proceedings*, 1866(July). doi:10.1063/1.4994481

Alves, H. J., Freitas, M. R., Melchiades, F. G. ve Boschi, A. O. (2011). Dependence of surface porosity on the polishing depth of porcelain stoneware tiles. *Journal of the European Ceramic Society*, 31(5), 665–671. doi:10.1016/j.jeurceramsoc.2010.11.028

Chin, C. L., Ahmad, Z. A., Jamaludin, A. R. ve Sow, S. S. (2018). Role of moisturising and pressing pressure on ceramic tile properties. *Journal of the Australian Ceramic Society*, 54(1), 81–89. doi:10.1007/s41779-017-0129-4

- Chitwaree, S., Tiansuwan, J., Thavarungkul, N. ve Punsukumtana, L. (2018). Energy saving in sintering of porcelain stoneware tile manufacturing by using recycled glass and pottery stone as substitute materials. *Case Studies in Thermal Engineering*, 11(December 2017), 81–88. doi:10.1016/j.csite.2018.01.002
- De Noni, A., Hotza, D., Cantavella Soler, V. ve Sánchez Vilches, E. (2011). Influence of composition on mechanical behaviour of porcelain tile. Part III: Effect of the cooling rate of the firing cycle. *Materials Science and Engineering A*, 528(9), 3330–3336. doi:10.1016/j.msea.2010.12.086
- De Noni, A., Hotza, D., Soler, V. C. ve Vilches, E. S. (2010). Influence of composition on mechanical behaviour of porcelain tile. Part II: Mechanical properties and microscopic residual stress. *Materials Science and Engineering: A*, 527(7–8), 1736–1743. doi:10.1016/J.MSEA.2009.10.060
- De Noni Junior, A., Hotza, D., Cantavella Soler, V. ve Sanchez Vilches, E. (2008). INFLUENCE OF PORCELAIN TILE STARTING COMPOSITION ON TILE MICROSTRUCTURE AND MECHANICAL PROPERTIES. *CASTELLÓN*, 61–73. <https://www.qualicer.org/recopilatorio/ponencias/pdfs/0823063e.pdf> adresinden erişildi.
- Eren, E., Ozturk, Z. B. ve Kurama, S. (2014). Afyon Kocatepe Üniversitesi Fen ve Mühendislik Bilimleri Dergisi Image Analyses for Porosity Characterization of Porcelain Tiles with Different Thickness Farklı Kalınlıklardaki Porselen Karoların Gözenek Karakterizasyonu için Görüntü Analizi Programlarını, 14, 147–151.
- Gültekin, E. E., Topateş, G. ve Kurama, S. (2017). The effects of sintering temperature on phase and pore evolution in porcelain tiles. *Ceramics International*, 43(14), 11511–11515. doi:10.1016/j.ceramint.2017.06.024
- Ke, S., Cheng, X., Wang, Y., Wang, Q. ve Pan, Z. (2013). Effect of microstructure on cutting processability of porcelain tile subjected to different firing cycles. *Ceramics International*, 39(7), 7943–7949. doi:10.1016/j.ceramint.2013.03.058
- Leonelli, C., Bondioli, F., Veronesi, P., Romagnoli, M., Manfredini, T., Pellacani, G. C. ve Cannillo, V. (2001). Enhancing the mechanical properties of porcelain stoneware tiles: A microstructural approach. *Journal of the European Ceramic Society*, 21(6), 785–793. doi:10.1016/S0955-2219(00)00266-1
- López, S. Y. R., Rodríguez, J. S. ve Sueyoshi, S. S. (2011). Determination of the activation energy for densification of porcelain stoneware. *Journal of Ceramic Processing Research*, 12(3), 228–232. doi:10.36410/JCPR.2011.12.3.228
- Martín-márquez, J., Rincón, J. M. ve Romero, M. (2010). Effect of microstructure on mechanical properties of porcelain stoneware, 30, 3063–3069. doi:10.1016/j.jeurceramsoc.2010.07.015
- Martín-Márquez, J., Rincón, J. M. ve Romero, M. (2008). Effect of firing temperature on sintering of porcelain stoneware tiles. *Ceramics International*, 34(8), 1867–1873. doi:10.1016/j.ceramint.2007.06.006
- Martín-Márquez, Jorge, De La Torre, A. G., Aranda, M. A. G., Rincón, J. M. ve Romero, M. (2009). Evolution with temperature of crystalline and amorphous phases in porcelain stoneware. *Journal of the American Ceramic Society*, 92(1), 229–234. doi:10.1111/j.1551-2916.2008.02862.x
- Martín-Márquez, Jorge, Rincón, J. M. ve Romero, M. (2010). Mullite development on firing in porcelain stoneware bodies. *Journal of the European Ceramic Society*, 30(7), 1599–1607. doi:10.1016/j.jeurceramsoc.2010.01.002
- Noni, A. De, Hotza, D., Cantavella, V. ve Sanchez, E. (2009). Effect of quartz particle size on the mechanical behaviour of porcelain tile subjected to different cooling rates & , &&, 29, 1039–1046. doi:10.1016/j.jeurceramsoc.2008.07.052
- Oruru, B. (2019). Microstructure and Residual Stress Effect on the Flexural Strength of Porcelain Tiles Formulated from Locally Available Materials in Uganda, 1(1), 1–10.
- Ozturk, Z. B. ve Ay, N. (2014). Investigation of porosity of ceramic tiles by means of image analysis method. *Journal of Ceramic Processing Research*, 15(6), 393–397.
- Pérez, J. M. ve Romero, M. (2014). Microstructure and technological properties of porcelain stoneware tiles moulded at different pressures and thicknesses. *Ceramics International*, 40(1 PART B), 1365–1377. doi:10.1016/J.CERAMINT.2013.07.018
- Pérez, Juan M., Rincón, J. M. ve Romero, M. (2012). Effect of moulding pressure on microstructure and technological properties of porcelain stoneware. *Ceramics International*, 38(1), 317–325. doi:10.1016/j.ceramint.2011.07.009
- Romero, M. ve Pérez, J. M. (2015). Relation between the microstructure and technological properties of porcelain stoneware. A review. *Materiales de Construcción*, 65(320). doi:10.3989/mc.2015.05915

- Sánchez, E., García-Ten, J., Sanz, V. ve Moreno, A. (2010). Porcelain tile: Almost 30 years of steady scientific-technological evolution. *Ceramics International*, 36(3), 831-845. https://www.academia.edu/23297956/Porcelain_tile_Almost_30_years_of_steady_scientific_technological_evolution adresinden erişildi.
- Sánchez, E., Ibáñez, M. J., García-Ten, J., Quereda, M. F., Hutchings, I. M. ve Xu, Y. M. (2006). Porcelain tile microstructure: Implications for polished tile properties. *Journal of the European Ceramic Society*, 26(13), 2533-2540. doi:10.1016/j.jeurceramsoc.2005.06.002
- Subota, I., Spasonova, L. ve Sholom, A. (2021). Influence of forming pressure on frost resistance of ceramics. *Technology audit and production reserves*, 2(1(58)), 15-20. doi:10.15587/2706-5448.2021.229172
- Zanelli, C., Raimondo, M., Guarini, G. ve Dondi, M. (2011). The vitreous phase of porcelain stoneware: Composition, evolution during sintering and physical properties. *Journal of Non-Crystalline Solids*, 357(16-17), 3251-3260. doi:10.1016/J.JNONCRY SOL.2011.05.020