

T.C.
GEBZE YÜKSEK TEKNOLOJİ ENSTİTÜSÜ
MÜHENDİSLİK VE FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

YENİ GELİŞTİRİLEN ANORTİT BAZLI
PORSELENİN MEKANİKSEL
ÖZELLİKLERİNİN ARAŞTIRILMASI

Cem Bülent ÜSTÜNDAĞ
YÜKSEK LİSANS TEZİ
MALZEME BİLİMİ VE MÜHENDİSLİĞİ
ANABİLİM DALI

GEBZE
2003

T.C.
GEBZE YÜKSEK TEKNOLOJİ ENSTİTÜSÜ
MÜHENDİSLİK VE FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

YENİ GELİŞTİRİLEN ANORTİT BAZLI
PORSELENİN MEKANİKSEL
ÖZELLİKLERİNİN ARAŞTIRILMASI

Cem Bülent ÜSTÜNDAĞ
YÜKSEK LİSANS TEZİ
MALZEME BİLİMİ VE MÜHENDİSLİĞİ
ANABİLİM DALI

TEZ DANIŞMANI
Yrd.Doç.Dr. Ahmet ÇAPOĞLU

GEBZE
2003

ÖZET

Bu çalışmanın amacı; kemik çini (Bone China) ve sert porselene (Hard Porcelain) alternatif olarak geliştirilen, anortit bazlı porselenin; eğilme mukavemeti, elastik modülü, mikro sertlik ve kırılma tokluğu değerlerinin tespit edilmesidir. Bu amaç doğrultusunda, asıltı döküm yöntemiyle üretilen seramiklerin, farklı katı içeriği ve farklı sinterleme sıcaklıklarının, mekanik özellikler üzerindeki etkisi araştırılmıştır.

Mekanik özellikleri tespit edilecek porselenler, değişik katı içeriklerine sahip asıltılardan, prizmatik çubuklar şeklinde üretilmiş ve farklı sıcaklıklarda sinterlenmişlerdir. Eğilme mukavemetini tespit etmek için, numuneler üç nokta eğilme düzeneğinde test edilmişlerdir. Elastik modülü (Young's moduls) ölçümü, üç nokta eğilme cihazına bağlı transducer kullanılarak yapılmıştır. Mikro sertlik ölçümleri için, vickers darbeleme yöntemi kullanılmıştır. Kırılma tokluğu değerleri, vickers darbeleme yöntemi kullanılarak hesaplanmıştır. Ayrıca numuneler üzerinde, XRD ve SEM analizleri yapılarak, mikro yapı- mekanik özellik ilişkisi irdelenmiştir.

Yeni geliştirilen anortit bazlı porselenin mekanik özelliklerin en yüksek değeri % 45 katı (hacimce) içeriğine sahip asıltıdan üretilen ve 1350°C de sinterlenen numunelerden elde edilmiştir. Eğilme mukavemeti 136 MPa , Elastik modül değeri ise 75 GPa, mikro sertlik değeri (Hv) 6.6 GPa, kırılma tokluğu değeri 1.56 MPa.m^{1/2} olarak tespit edilmiştir.

Elde edilen bulgular, yeni geliştirilen anortit bazlı porselenin, kemik çini ve sert porselene alternatif bir malzeme olabileceğini göstermektedir. Yeni geliştirilen anortit bazlı porselen, kemik çini ve sert porselenin olumlu özelliklerini taşımaktadır. Mekanik özellikler, anortit bazlı porselenin yoğunluk artışına bağlı olarak orantılı bir şekilde değişmektedir.

Anahtar kelimeler (Keywords): Porselen, anortit, elastik modül, mikro sertlik, kırılma tokluğu.

SUMMARY

The aim of this study is to investigate the flexural strength, elastic modulus, micro hardness and the fracture toughness behaviour of anorthite based novel whiteware which has been developed as an alternative material to bone china and hard porcelain. For this purpose, the specimens with different solid contents were produced by slip casting method and were fired at various sintering temperatures. The fired samples were then tested to examine the effect of either varying the solid content and sintering temperatures on the mechanical behaviour of anorthite based whiteware.

In order to obtain the flexural strength behaviour the fired specimens which were produced by slip casting in rectangular shape were tested by using a three point bending test instrument. The elastic modulus of the whiteware was measured by the displacement method by employing a transducer which was connected to the three point bending test instrument. Hardness values were obtained by employing microhardness tester with a Vickers indentation technique. The results obtained from microhardness test and elastic modulus measurements were used to evaluate the fracture toughness of novel whiteware by indentation fracture method. XRD and SEM analysis were also carried out on the fractured samples to establish a relationship between microstructure and mechanical behaviour of novel whiteware.

So far the best mechanical behaviour is obtained from the novel whiteware samples which had been prepared with 45% solid content and sintered at 1350°C. Typical flexural strength, elastic modulus, microhardness and fracture toughness values of these samples are about 136 MPa, 75 GPa, 6.6 GPa (Hv) and $1.56 \text{ MPa.m}^{1/2}$, respectively.

This study has shown that the anorthite based novel whiteware has a highest potential to be an alternative whiteware material to bone china and hard porcelain. This material combines the best behaviour of both bone china

and hard porcelain. The mechanical behaviour of novel whiteware is as good as bone china even better. It has also been shown that there is a strong relationship between mechanical behaviour and densification level of the sintered novel whiteware. The mechanical behaviour gets better when the sintered bulk density increases.

Key words: Anorthite, elastic modulus, fracture toughness, mechanical behaviour, whiteware

TEŞEKKÜR

Yüksek Lisans eğitimim süresince tez çalışmalarımın yönlendirilmesi ve konu seçiminde desteğini hiçbir zaman esirgemeyen danışman hocam Sayın Yrd. Doç. Dr. Ahmet ÇAPOĞLU Bey'e, Malzeme Bilimi ve Mühendisliği Bölümünün laboratuvarlarında çalışama imkanları sağlayarak çalışmalarımıza destek olan Bölüm Başkanımız Sayın Doç. Dr. Orhan ŞAHİN Bey'e, teknik konularda destek olan hocam Sayın Yrd. Doç. Dr. Y. Kemal TÜR Bey'e, deneysel aşamalarda yardımcı olan Sayın Teknisyen Adem ŞEN Bey'e, ayrıca eğitimim süresince her zaman desteklerini hissettiğim Malzeme Bilimi ve Mühendisliği Bölümünün kıymetli öğretim üyelerine, araştırma görevlilerine , arkadaşlarıma ve GYTE personeline teşekkür ederim.

Yüksek lisans eğitimim süresince maddi ve manevi desteğini esirgemeyen Kale gurubu Yönetim Kurulu Başkanı Sayın İbrahim BODUR Bey'e, Kale Gurubu Yönetim Kurulu Başkan Yardımcısı Sayın Zeynep BODUR Hanım'a, Kale Gurubu Yöneticisi Sayın H. Oya BERİK Hanım'a ve Kale Gurubu personeline teşekkür ederim.

Her zaman yakın ilgi ve desteklerini hissettiğim, Çanakkale Onsekiz Mart Üniversitesi Çan Meslek Yüksek Okulu Müdürü Sayın Ayşe GÜLER Hanım'a , değerli Öğretim elemanlarına ve personeline teşekkür ederim.

Ayrıca her zaman maddi ve manevi desteğini hiçbir zaman esirgemeyen aileme sonsuz teşekkürlerimi sunarım.

İÇİNDEKİLER DİZİNİ

	<u>Sayfa</u>
ÖZET	IV
SUMMARY	V
TEŞEKKÜR	VI
İÇİNDEKİLER DİZİNİ	VII
SİMGELER VE KISALTMALAR DİZİNİ	ix
ŞEKİLLER DİZİNİ	XI
TABLolar DİZİNİ	XIII
1. GİRİŞ	1
1.1. Seramiğin Tanımı	1
1.2. Geleneksel Seramiklerin Sınıflandırılması	1
1.2.1. Beyaz Ürünler (Whiteware)	2
1.2.1.1 Porselenler	5
1.3. Literatür Özeti	8
1.4. Yeni Geliştirilmiş Olan Anortit Bazlı Yarı Saydam Beyaz Seramiğin Tasarımı	12
1.5. Projenin Amacı	15
2. SERAMİKLERİN MEKANİKSEL DAVRANIŞLARI	17
2.1. Eğilme Mukavemeti	19
2.2. Sertlik	20
2.3. Kırılma Tokluğu	20
2.2.1. Kırılma Tokluğunun Ölçüm Metodları	21
2.3. Porselenlerin Mukavemeti Üzerine Hipotezler	24
2.3.1. Müllit Hipotezi	24
2.3.2. Matris Kuvvetlendirme Hipotezi	25
2.3.3. Dağılım Kuvvetlendirme Hipotezi	27
3. DENEYSEL ÇALIŞMALAR	28
3.1. Kullanılan Hammaddeler ve Özellikleri	29
3.1.1. Prefired Karışımı	29
3.1.2. Killer	30
3.2. Hammaddelerin Karıştırılması	31
3.3. Asıltı Döküm Yöntemiyle Şekillendirme	31

3.4. Sinterleme	32
3.5. Yoğunluk Ölçümü	33
3.6. Piknometre İle Yoğunluk Ölçümü	33
3.7. Üç-Nokta Eğme Deneyi İle Mukavemet Ölçümü	33
3.8. Mikro Sertlik Ölçümü	35
3.9. Üç-Nokta Eğme Deneyi ile Young Modülü Tayini	37
3.10. X-Işınları Difraktometresi İle Karakterizasyon	38
3.11. Taramalı Elektron Mikroskobu İle Mikro Yapı Tayini	40
4. DENEYSEL BULGULAR	42
4.1. Giriş	42
4.2. Yoğunluk Kazanımı Sonuçları	43
4.3. Eğilme Mukavemeti Ölçüm Sonuçları	47
4.4. Mikro Sertlik Ölçüm Değerleri	51
4.5. Elastik Modül Ölçüm Sonuçları	54
4.6. Kırılma Tokluğu Değerlerinin Hesaplanması	59
4.6.1 Evans ve Charles Modeline Göre Kırılma Tokluğu Değerlerinin Hesaplanması	59
4.6.2 Blendell Modeline Göre Kırılma Tokluğu Değerlerinin Hesaplanması	62
4.6.3 Evans Modeline Göre Kırılma Tokluğu Değerlerinin Hesaplanması	65
4.6.4 Lankford Modeline Göre Kırılma Tokluğu Değerlerinin Hesaplanması	68
4.6.5 Anstis ve Arkadaşlarının Modeline Göre Kırılma Tokluğu Değerlerinin Hesaplanması	70
4.7. X-Işını Difraksiyonu Sonuçları	76
4.8. Taramalı Elektron Mikroskobu İle Mikroyapı Analizi	77
5. SONUÇLAR VE TARTIŞMA	81
KAYNAKLAR	82
ÖZGEÇMİŞ	86

SİMGELER VE KISALTMALAR DİZİNİ

ASTM	American Society for Testing and Materials
a	Darbe izi yarı diagonal uzunluğu
b	Çubuk genişliği
c	Radial çatlak uzunluğu
cm ³	Santimetre Küp
d	Kristal Kafesindeki Düzlemler Arası Mesafe
dk	Dakika
E	Young modülü
F	Kırılma noktasındaki maksimum yük
GPa	Giga Paskal
g	Gram
h	Çubuk kalınlığı (cm)
J.C.P.D.S	Joint Community for Powder Diffraction Standarts
kg	Kilogram
kV	Kilovolt
L	Alt çeneler arası mesafe
L	Çubuk boyu (cm)
Ltd	Limitet
<i>l</i>	Palmiye şekilli çatlağın uzunluğu
m	Sinterlenmiş çubuğun ağırlığı (gr)
m	Metre
mm	Milimetre
m ²	Metre Kare
mm ²	Milimetre Kare
MPa	Mega Paskal
min	Minimum
max	Maksimum
mA	Miliamper
N	Newton
n	Yansımanın Derecesi
nm	Nanometre

P	Uygulanılan yük
SEM	Taramalı Elektron Mikroskobu
w	Çubuk genişliği (cm)
β	Beta
θ	Gelen X-Işını Açısı Veya Numune Yüzeyine Yansıyan X-Işını Açısı
ρ	Kütle yoğunluk (gr/cm ³)
λ	Numune Üzerine Düşen X-Işını Dalga Boyu
E _m	Matrisin young modülü
E _p	Tanenin young modülü
H _v	Vickers sertliği
K _{IC}	Kırılma tokluğu
$\Delta\alpha$	Cam matris ile tane arasındaki ısısal genleşme katsayısı farkı
ΔT	Matris-tane soğuma aralığı
ν_m	Matrisin poisson oranı
ν_p	Tanenin poisson oranı
Å	Angstron
μm	Mikron Metre
τ_{max}	Maksimum kırılma mukavemeti
\$	Dolar
~	Yaklaşık
≡	Yaklaşık Eşit
°C	Derece Santigrat
%	Yüzde
<	Küçüktür
>	Büyüktür
≤	Küçük ve Eşit
≥	Büyük ve Eşit
°	Derece

ŞEKİLLER DİZİNİ

<u>Sekil</u>	<u>Sayfa</u>
1.1. $K_2O-Al_2O_3-SiO_2$ faz diyagramı	5
1.2. Şekillendirilmiş sofr gereçleri	7
1.3. Tünel fırından çıkan porselen ürünler.	8
1.4. 1200°C de pişirilmiş porselenin içinde oluşan birincil müllite ait SEM fotoğrafı.	10
1.5. Porselen bünye içinde oluşan ikincil müllite ait SEM fotoğrafı	10
2.1 Üç-nokta eğme testi ve moment diyagramı	19
2.2. Vickers darbesi sonucu gelişen çatlak sistemleri	22
3.1. Yapılan deneysel çalışmaların aşamaları	28
3.2. 1350°C de ısıtılma tabi tutulmuş prefired karışımına ait x-ışını kırınım indis deseni.	29
3.3. Döküm Yapılan Çubuk Parçalarının Sinterleme Rejimi	32
3.4 Üç nokta eğme düzeneği	35
3.5. Mukavemet testi sonrası kırılmış tipik bir çubuk numunesi	35
3.6. Vickers mikro sertlik testi için darbeleme izi	36
3.7 Yük altında bir kirişin eğilmesi	37
3.8. Seramikler için eğilme – yük ilişkisi grafiği	37
4.1. %45 katı içeriğinde hazırlanan numunelerin kütle yoğunluk değerlerinin sinterleme sıcaklığına bağlı olarak değişimi.	44
4.2. Farklı katı içeriklerinde hazırlanan numunelerin 1350°C'de sinterlendikten sonraki kütle yoğunluk değerlerinin katı içeriğine bağlı olarak değişimi.	45
4.3. Farklı katı içeriklerine sahip asıtlardan üretilmiş seramiklere ait SEM görüntüleri	46
4.4 Farklı katı içeriklerinde hazırlanan numunelerin 1350°C'de sinterlendikten sonraki eğilme mukavemet davranışı.	49
4.5. %45 katı içeriğinde hazırlanan numunelerin eğilme mukavemet değerlerinin sıcaklığa bağlı olarak değişimi	49
4.6 Farklı katı içeriklerinde ve farklı sıcaklıklarda sinterlenen numunelerin eğilme mukavemeti değerlerinin yoğunluğa bağlı olarak değişimi.	50

4.7.	Vickers testi sonucu oluşan darbe izi ve çatlak görüntüsü.	51
4.8.	Farklı katı içeriklerinde hazırlanan numunelerin 1350°C'de sinterlendikten sonraki elastik modul değerleri	57
4.9	%45 katı içeriğinde hazırlanan numunelerin elastik modül değerlerinin sıcaklığa bağlı olarak değişimi	58
4.10	Farklı katı içeriklerinde ve farklı sıcaklıklarda sinterlenen numunelerin eğilme mukavemeti değerlerinin yoğunluğa bağlı olarak değişimi.	58
4.11	Farklı katı içeriklerinde hazırlanarak ve 1350°C de sinterlenen numnelerin değişik modeller ile elde edilmiş kırılma tokluk davranışı	74
4.12	Hacimce %45 katı içeriğinde hazırlanarak ve farklı sıcaklıklarda sinterlenen numnelerin değişik modeller ile elde edilmiş kırılma tokluk davranışı.	75
4.13	Farklı katı içeriklerinde ve farklı sıcaklıklarda sinterlenen numunelerin kırılma tokluğu değerlerinin (anstis modeline göre) kütlesele yoğunluğa bağlı olarak değişimi.	76
4.14	. Prefired karışımın X ışınları kırınımı analizi	77
4.15	Farklı katı içeriklerine sahip sinterlenmiş seramiklerin X ışınları kırınımı analizi.	77
4.16	%45 katı içerikli numunenin taramalı elektron mikroskopundan elde edilmiş detaylı mikroyapı fotoğrafları	79
4.17	%45 katı içerikli ve 1350C sinterlenmiş numunenin taramalı elektron mikroskopundan elde edilmiş mikroyapı fotoğrafı ve EDX analiz sonuçları	80

TABLOLAR DİZİNİ

<u>Tablo</u>	<u>Sayfa</u>
1.1. Beyaz ürünlerin geleneksel tanımlaması [ASTM C242, 1996]	3
1.2. Seramik beyaz ürünlerin sınıfları ve örnekleri	4
1.3. Kemik çini, sert porselen ve yeni geliştirilen anortit bazlı beyaz seramik bünyelerin özelliklerinin karşılaştırılması	13
3.1. Hazırlanan beyaz seramiğin kompozisyonu	29
3.2. Killerin kimyasal kompozisyonları	30
3.2. Killerin mineral içerikleri	30
4.1. %45 katı içeriğinde hazırlanan numunelerin kütle yoğunluk değerlerinin sinterleme sıcaklığına bağlı olarak değişimi.	43
4.2 Farklı katı içeriklerinde hazırlanan numunelerin 1350°C'de sinterlendikten sonraki kütle yoğunluk değerleri.	44
4.3. %45 katı içeriğinde hazırlanan numunelerin değerlerinin sıcaklığa bağlı olarak eğilme mukavemeti değerleri.	48
4.4. Farklı katı içeriklerinde hazırlanan numunelerin 1350°C'de sinterlendikten sonraki eğilme mukavemeti değerleri.	48
4.5. 1330°C - % 45 katı içerikli numuneden alınan ölçüm değerleri	51
4.6. 1370°C - % 45 katı içerikli numuneden alınan ölçüm değerleri	52
4.7. 1350°C - % 40 katı içerikli numuneden alınan ölçüm değerleri	52
4.8. 1350°C - % 42,5 katı içerikli numuneden alınan ölçüm değerleri	52
4.9. 1350°C - % 45 katı içerikli numuneden alınan ölçüm değerleri	53
4.10 1350°C - % 47,5 katı içerikli numuneden alınan ölçüm değerleri	53
4.11 Farklı katı içeriklerine sahip 1350°C'de sinterlenen numunelerin mikro sertlik değerleri	53
4.12 Farklı katı içeriklerine sahip 1350°C'de sinterlenen numunelerin mikro sertlik değerleri	54
4.13 1330°C de sinterlenmiş % 45 katı içeriğine sahip numunelerin elastik modül ölçüm değerleri	55

4.14	1370°C de sinterlenmiş % 45 katı içeriğine sahip numunelerin elastik modül ölçüm değerleri	55
4.15	1350°C de sinterlenmiş % 40 katı içeriğine sahip numunelerin elastik modül ölçüm değerleri	55
4.16	1350°C de sinterlenmiş % 42,5 katı içeriğine sahip numunelerin elastik modül ölçüm değerleri	56
4.17	1350°C de sinterlenmiş % 45 katı içeriğine sahip numunelerin elastik modül ölçüm değerleri	56
4.18	1350°C de sinterlenmiş % 47,5 katı içeriğine sahip numunelerin elastik modül ölçüm değerleri	56
4.19	Farklı katı içeriklerine sahip 1350°C'de sinterlenen numunelerin mikro sertlik değerleri	56
4.20	Farklı katı içeriklerine sahip 1350°C'de sinterlenen numunelerin mikro sertlik değerleri	57
4.21	1330°C sinterlenen - % 45 katı içerikli numunenin kırılma tokluğu değerleri	60
4.22	1370°C sinterlenen % 45 katı içerikli numunenin kırılma tokluğu değerleri	60
4.23	1350°C sinterlenen % 40 katı içerikli numunenin kırılma tokluğu değerleri	60
4.24	1350°C sinterlenen % 42.5 katı içerikli numunenin kırılma tokluğu değerleri	61
4.25	1350°C sinterlenen % 45 katı içerikli numunenin kırılma tokluğu değerleri	61
4.26	1350°C sinterlenen % 47.5 katı içerikli numunenin kırılma tokluğu değerleri	61
4.27	1350°C de sinterlenmiş numunelerin farklı katı içeriklerinde ortalama kırılma tokluğu değerleri.	62
4.28	% 45 katı içeriğinde hazırlanan numunelerin farklı sıcaklıklardaki ortalama kırılma tokluğu değerleri	62
4.29	1330°C sinterlenen - % 45 katı içerikli numunenin kırılma tokluğu değerleri	62

4.30	1370°C sinterlenen % 45 katı içerikli numunenin kırılma tokluğu değerleri	63
4.31	1350°C sinterlenen % 40 katı içerikli numunenin kırılma tokluğu değerleri	63
4.32	1350°C sinterlenen % 42.5 katı içerikli numunenin kırılma tokluğu değerleri	63
4.33	1350°C sinterlenen % 45 katı içerikli numunenin kırılma tokluğu değerleri	64
4.34	1350°C sinterlenen % 47.5 katı içerikli numunenin kırılma tokluğu değerleri	64
4.35.	1350°C de sinterlenmiş numunelerin farklı katı içeriklerinde ortalama kırılma tokluğu değerleri.	64
4.36.	% 45 katı içeriğinde hazırlanan numunelerin farklı sıcaklıklardaki ortalama kırılma tokluğu değerleri	65
4.37.	1330°C sinterlenen - % 45 katı içerikli numunenin kırılma tokluğu değerleri	65
4.38.	1370°C sinterlenen % 45 katı içerikli numunenin kırılma tokluğu değerleri	66
4.39	1350°C sinterlenen % 40 katı içerikli numunenin kırılma tokluğu değerleri	66
4.40	1350°C sinterlenen % 42.5 katı içerikli numunenin kırılma tokluğu değerleri	66
4.41	1350°C sinterlenen % 45 katı içerikli numunenin kırılma tokluğu değerleri	67
4.42	1350°C sinterlenen % 47.5 katı içerikli numunenin kırılma tokluğu değerleri	67
4.43	1350°C de sinterlenmiş numunelerin farklı katı içeriklerinde ortalama kırılma tokluğu değerleri.	67
4.44	% 45 katı içeriğinde hazırlanan numunelerin farklı sıcaklıklardaki ortalama kırılma tokluğu değerleri	67
4.45	1330°C sinterlenen - % 45 katı içerikli numunenin kırılma tokluğu değerleri	68

4.46	1370°C sinterlenen % 45 katı içerikli numunenin kırılma tokluğu değerleri	68
4.47	1350°C sinterlenen % 40 katı içerikli numunenin kırılma tokluğu değerleri	69
4.48	1350°C sinterlenen % 42.5 katı içerikli numunenin kırılma tokluğu değerleri	69
4.49	1350°C sinterlenen % 45 katı içerikli numunenin kırılma tokluğu değerleri	69
4.50	1350°C sinterlenen % 47.5 katı içerikli numunenin kırılma tokluğu değerleri	70
4.51	1350°C de sinterlenmiş numunelerin farklı katı içeriklerinde ortalama kırılma tokluğu değerleri.	70
4.52	% 45 katı içeriğinde hazırlanan numunelerin farklı sıcaklıklardaki ortalama kırılma tokluğu değerleri	70
4.53	1330°C sinterlenen - % 45 katı içerikli numunenin kırılma tokluğu değerleri	71
4.54	1370°C sinterlenen % 45 katı içerikli numunenin kırılma tokluğu değerleri	71
4.55	1350°C sinterlenen % 40 katı içerikli numunenin kırılma tokluğu değerleri	71
4.56	1350°C sinterlenen % 42.5 katı içerikli numunenin kırılma tokluğu değerleri	72
4.57	1350°C sinterlenen % 45 katı içerikli numunenin kırılma tokluğu değerleri	72
4.58	1350°C sinterlenen % 47.5 katı içerikli numunenin kırılma tokluğu değerleri	72
4.59	1350°C de sinterlenmiş numunelerin farklı katı içeriklerinde ortalama kırılma tokluğu değerleri.	73
4.60	% 45 katı içeriğinde hazırlanan numunelerin farklı sıcaklıklardaki ortalama kırılma tokluğu değerleri	73
4.61	1350°C de sinterlenmiş numunelerin farklı katı içeriklerinde 5 modele göre ortalama kırılma tokluğu değerleri	73

- 4.62 % 45 katı içeriğinde hazırlanan numunelerin farklı sıcaklıklardaki 5 modele göre ortalama kırılma tokluğu değerleri

1. GİRİŞ

1.1. Seramiğin Tanımı

Seramikler kısaca metaller ve polimerler dışında kalan tüm malzemeler olarak tanımlanabilir. Seramik malzemeler elementlerin iyonik ve kovalent olarak bağlanmasından oluşup, şekillendirilen ve ısıtılma işlemine tabi tutulan inorganik malzemelerdir [Üstündağ,1999].

Seramik eskiden çanak ve çömlek yapımında kullanılan sanat ve tekniği ifade eden bir tanım olarak bilinmekteydi. Günümüzdeki tanımı ise genişleyerek metal oksitler, borürler, karbürler, nitrürler veya bunların benzeri bileşenleri içeren geniş bir alan olarak karşımıza çıkmaktadır.

Seramik kelimesi Grekçe'de çanak-çömlek anlamına gelen "Keramos" kelimesinden türetilmiştir. Bununla beraber "Keramos" kelimesinin eski sanskritçe de yanma anlamına gelen bir kelimeden Grekçeye geçtiği ve bu kelimenin Grekler tarafından "yanmış madde" veya "yanmış toprak" anlamına gelen bir kelime olarak kullanıldığı düşünülmektedir.[Haber ve diğerleri, 1991]

1.2. Geleneksel Seramiklerin Sınıflandırılması

Geleneksel seramikler, tabiattan doğrudan elde edilen kil, kuvars ve feldispatın üçlü bileşiminden üretilirler. Bu sınıfın tipik ürünleri arasında çeşitli porselenler, çini, tuğla-kiremit, sıhhi gereçler, karolar ve benzeri diğer seramikler sayılabilirler. Geleneksel seramiklerin ana hammaddeleri silikatlar ve alümina silikatlarıdır. Bu tip seramiklerin daha özel uygulama alanları için iyi ısısal ve elektriksel dayanım (yalıtkanlar için), süper korozyon ve yüksek sıcaklık dayanımları (refrakterler için) gerekmektedir. Son yıllarda, bu malzemelerin mekaniksel ve kimyasal özellikleri daha iyi anlaşılmış ve bu da malzemelerin yüksek sertlik, mukavemet, kimyasal kararlılık ve korozyona dayanım açılarından gelişmesine yansımıştır. Geleneksel seramiklerin

uygulama alanları araştırmaya açıktır. Ayrıca, seramik malzemelerin üretiminde gün geçtikçe yeni alanlar ortaya çıkmaktadır [Üstündağ,1999].

1.2.1. Beyaz Ürünler (Whiteware)

Beyaz ürün terimi beyaz sofr gereçleri ve beyaz sanatsal ürünler için kullanılmaktaydı, fakat bu tanım genişleyerek pişirme sonucunda kemik rengi veya açık gri rengi alan ürünlerin tamamını kapsayan bir terim haline gelmiştir. Beyaz ürünler iki guruba ayrılmışlardır; birinci grup formülasyonunda birincil olarak kil, kuvars, feldispat üçlü bileşlerini içerir, ikinci grup üçlü bileşen (kil,kuvars, feldispat) olmayan veya diğer hammaddeleri içeren bir gruptur [Haber ve diğerleri, 1991]. Beyaz ürün; beyaz ve oldukça düzgün bir yüzeye sahip olan sırlı veya sırsız karoyu, çiniyi, porseleni, yarı vitrifiye ürünleri ve toprak ürünleri (earthenware) içine almaktadır [Astm C242, 1996]. Beyaz ürün büyük bir oranını killerin oluşturduğu doğal hammaddelerden üretilir. Porselen, kaba porselen (stoneware), çini ve toprak ürünler (earthenware) pişme sıcaklığı ve kompozisyonları nedeniyle birbirlerinden ayrılırlar [Norton, 1978].

Beyaz ürünlerin diğer bir sınıflandırılması da porozitelerine göre yapılmaktadır. Poroz bünyeler, yüksek miktarda su emerler, vitrifiye (camlaşmış) bünyeler ise hiç su emmezler. Bünyeler arasında aşırı farklılıklar vardır, bu değişkenlik bünyenin porozite ve yarısaydamlık derecesidir. Bu farklılıklar sinterleme sıcaklığına bağlı olarak bünyenein vitrifikasyon (camlaşma) derecesine bağlıdır.

Vitrifikasyon ısı işlem neticesinde gerçekleşir ve bünye için önemlidir. Bu süreç esnasında bazı hammaddeler erir ve cama dönüşür. Bu camsı yapı bünyedeki poroziteyi kademeli olarak azaltarak yoğunluğun artmasını sağlar. Isıl işlem esnasında oluşan cam olduğu gibi kalarak taneler arasında bağ oluşturur. Vitrifikasyonun artması bünyenin mekanik özelliklerini etkilemektedir. Vitrifikasyonun artması seramik malzemenin gevrekliğini artırır.

Seramik beyaz ürünler; toprak gereçler, kaba porselenler, çiniler, porselenler ve teknik seramikler olarak kategorize edilebilir.

Tablo1.1. Beyaz ürünlerin geleneksel tanımlaması [ASTM C242, 1996]

Ürün Adı	ASTM tanımlaması	Gelişme Sıcaklığı *
Porselen	Porselen prosesi ile üretilmiş sırlı veya sırsız vitrifiye beyaz bir seramiktir ve elektrik, kimyasal, mekanik, yapısal ve termal olarak teknik amaçlı kullanılan vitrifiye seramiklerdir.	Nefelin Siyenit :2-6 Saniteri : 8-12 Elektrik : 8-12 Sert : 10-18 ⁵
Çini	Çini prosesi ile üretilmiş sırlı veya sırsız vitrifiye beyaz bir seramiktir, teknik amaçlı kullanılmazlar, yemek takımları, saniteri ve sanat ürünleri gibi vitrifiye ürünlerdir.	Otel : 10-13 ⁵
Stoneware	İnce dokulu vitrifiye veya yarı vitrifiye seramiklerdir, birincil olarak refrakterik olmayan ateş kilinden üretilirler.	6-10 ⁵
Toprak Gereç	Sırlı veya sırsız vitrifiye olmayan seramik gereçlerdir.	06-05 ⁶

* Pirometrik koni değerleri

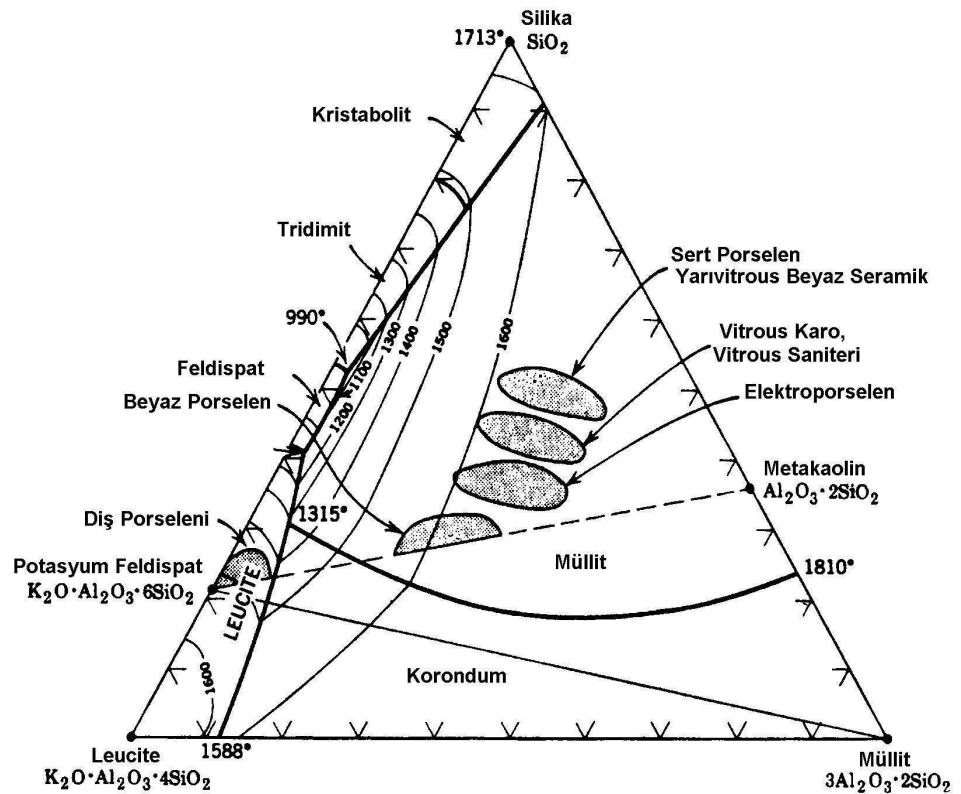
Tablo 1.2. Seramik beyaz ürünlerin sınıfları ve örnekleri [Haber ve diğerleri,1991]

Sınıf ve Tip	% Su Emme	Ürünler
Toprak Gereçler		
Doğal	+15	Sofra gereçleri, Sanat ürünleri, Karolar.
İnce	10-15	Sofra gereçleri, Sanat ürünleri, Mutfak gereçleri, Karolar.
Talk	10-20	Sanat ürünleri, Karolar, Fırın gereçleri.
Yarı vitrifiye	4-9	Sofra gereçleri, Sanat ürünleri.
Kaba Porselen (Stoneware)		
Doğal	0-5	Drenaj boruları, Mutfak gereçleri, Sanat ürünleri, Karolar.
İnce	0-5	Pişirme ürünleri, Sanat ürünleri, Sofra gereçleri.
Teknik Vitrifiye	0-0,2	Kimyasal gereçler.
Jasper	0-1	Sanat ürünleri.
Bazalt	0-1	Sanat ürünleri.
Çini		
Otel	0,1-0,3	Sofra gereçleri.
Kemik	0,3-2	Sofra gereçleri, Sanat ürünleri.
Frit	0-0,5	Sofra gereçleri, Sanat ürünleri.
Kurşunu ayarlanmış Vitrifiye	0,1-0,3	Yıkanma kapları, Tuvalet gereçleri, Rezervuar, Pisuar, Klozet.
Pişirme Ürünleri	1-5	Fırın gereçleri, Ocak gereçleri.
Porselen		
Sert	0-0,5	Sofra gereçleri, Sanat ürünleri.
Teknik Vitrifiye	0-0,2	Kimyasal gereçler, Öğütme bilyeleri ve değirmenleri.
Üç Bileşenli Elektrik	0-0,2	Düşük frekans yalıtkanları.
Yüksek Dayanımlı Elektrik	0-0,2	Düşük frekans yalıtkanları.
Diş	0-0,1	Dişçilik malzemeleri, Dişler.
Teknik Seramik		
Steatit	0-0,05	Yüksek frekans yalıtkanları, Düşük kayıp dielektrikleri.
Elektrik Porselenleri	0-0,2	Düşük frekans yalıtkanları.

1.2.1.1 Porselenler

Porselen, seramik biliminin temeli olup karmaşık seramik malzemelerden bir tanesidir. Kil, kuvars ve feldispatın ısıtılmasından geçirilmesiyle meydana gelen, cam ve kristalin faz karışımı porseleni oluşturur. Porselenin karmaşık bir sistem olması ve bu alanda yapılmış çok sayıda çalışmanın bulunmasına rağmen porselen ile ilgili araştırma ve çalışma imkanları bulunmaktadır [M. Carty ve Senapati, 1998].

Porselen pişirildiğinde sıfır açık porozite içermesi de diğer malzemelerden farklı olduğunu gösterir [Haber ve Diğerleri, 1991]. Farklı porselen kompozisyonları şekil 1de $K_2O-Al_2O_3-SiO_2$ faz diyagramında gösterilmiştir [Kingery, 1976].



Şekil 1.1 $K_2O-Al_2O_3-SiO_2$ faz diyagramı

Porselen üretiminde kullanılan hammaddeler, porselen üretim yöntemi ve oluşumu, mikro yapının karmaşıklığı ve faz gelişimi gibi nedenlerden dolayı porselen karmaşık seramik malzemelerden bir tanesidir. Porselenin pişirilmesinde termokupllar net sonuçlar veremediğinden dolayı özel bir sistem olarak “pirometrik koniler” geliştirilmiştir.

Ekonomik açıdan bakıldığında, ticari beyaz ürünler Dünyadaki seramik pazarının yaklaşık % 7'sini kapsamaktadır. 1994 yılında 6,1 milyar \$'lık satış değerine ulaşılırken, 1996 yılında bu rakam 8,5 milyar \$'a yükselmiştir. 1994 yılında endüstriyel seramik üretiminin % 31'ini yer-duvar karosu, % 14'ünü sanatsal ürünler ve çanak-çömlek, % 13'ünü sofr ürünleri ve kibar (fine) çiniler, % 12'sini saniteri ürünleri, % 11'ini yemek servis ürünleri ve % 19'luk kısmını ise diğer ürünler meydana getirmiştir [Giants in Whitewares, 1995]. 1984-1993 yılları arasında beyaz ürünlerin satışları 4,5 milyar \$ dan 8,21 milyar \$'a ulaşmıştır [Imports Remain, 1997] .

Porselenin Portekizce de yer alan “porcellana” kelimesinden geldiğine inanılır ve ilk ürünlerin istiridye kabuğundan üretildiği belirtilir [Rosenthal, 1949]. 20. yüzyılda porselen, sofr gereçlerinden elektrik yalıtımına kadar değişen oldukça geniş bir uygulama alanında kullanılır. Bu nedenle de porselen denildiğinde ince kristalli, sağlam, su geçirmeyen seramik ürünler akla gelir [Milligan, 1950].

Killerin ve kil esaslı sistemlerin yüksek seviyede plastikliğe sahip olması ve sonucunda ürünlerin kolay şekillenmesi nedeniyle yaklaşık 14. yüz yıl önce çanak çömlek üretimi gelişmiştir. 20. yüz yılda otomatik şekillendirme tekniklerinin gelişmesinden önce beyaz ürünler tamamen elle şekillendiriliyordu. 1925 yılında şekillendirmede ilk kez el şablonları (jigger) kullanılmaya başlandı. Tamamen otomatik şablonların sofr gereçlerinde kullanımına 1940'ların sonuna rastlamaktadır. Son yıllarda döner uçlu şablonlar, özellikle düz ürünlerin şekillenmesinde yaygın olarak kullanılmaktadır. Otomasyonun en yoğun olarak kullanıldığı endüstri, karo endüstrisi olup, kuru presleme ve basınçlı dökümün kullanılmasıyla sofr gereçleri endüstrisinde hızlı bir geçiş sürmektedir. Karo üretimi ile

kıyaslandığında sofa ürünleri, saniteri ürünleri ve elektro porselen ürünlerinin şekillerinin karmaşık olması otomasyonu zorlaştırmaktadır.

Otomasyonun artması süreç kontrolünü daha etkili hale getirmiştir. Otomasyondan önce % 60 oranında kayıp ile çalışılırken, bu gün sofa gereçleri üretiminde kayıp oranları %15-20 arasındadır. Verimdeki bu artış, porselen bünyelerin reolojisini ve plastikliğini etkileyen olayların anlaşılmasıyla birlikte gerçekleşmiştir. Otomasyondan önceki zamanlarda elle şekillendirmenin gerçekleştirebilmesi için oldukça yumuşak bünyelere ihtiyaç duyulmaktaydı. Şekillendirme makinelerinin gelişimi ile plastiklik ilavelerinin kullanımı ve tane paketlenmesinin artırılması ile kontrol edilerek daha sert bünyelere ulaşılmıştır. Dağıtıcıların kullanımından önce, döküm çamuru alçı içinde bekletilirdi. Sonuçta düzensiz şekilli ve taşınımı oldukça zor olan nihai ürüne ulaşıldı. Dağıtıcıların (başlangıçta 1844 yılında K_2CO_3 ardından Na_2CO_3 ve Na_2SiO_3) çamurun viskozitesini azaltarak boş dökümü kolaylaştırdığı keşfedilmiştir.



Şekil 1.2. Şekillendirilmiş sofa gereçleri.

Porselen ürünler başlangıçta periyodik fırınlarda kömür kullanılarak pişirilmekteydi. Endüstrinin gelişmesi ve üretim miktarlarının artmasıyla tünel fırınların kullanımı yaygınlaşmıştır. Doğrusal tünel fırınların gelişmesiyle üretim miktarında önemli bir artış gözlenmiştir. Porselen pişirimi en önemli gelişme roller fırınların kullanılmasıdır. Bu sayede yüksek miktarda porselen pişirimi 1 saat içerisinde gerçekleşmektedir.



Şekil 1.3. Tünel fırından çıkan porselen ürünler.

Porselen bünyelerde oluşan reaksiyonların birçoğu termodinamik dengeye ulaşamaz. Bu nedenle, bünyedeki reaksiyonların ve olgunlaşma derecesinin belirlenmesinde sıcaklık ölçümü tek başına yeterli değildir. Pirometrik konilerin ve diğer aletlerin yardımı ile pişirme programı takip edilebilir.

1.3. Literatür Özeti

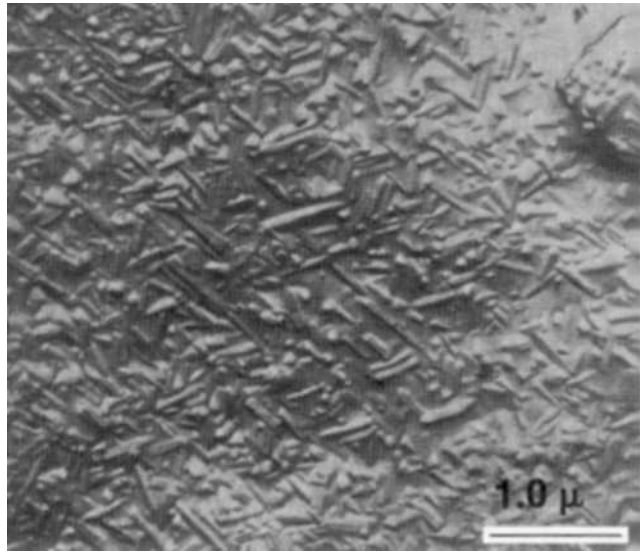
Günümüzde yüksek kaliteye sahip, ticari olarak iki tip sofraya gereci üretilmektedir, bunlar; kemik çini ve sert porselendir. Kemik çini ilk kez 18 yüzyılda Josiah Spode II tarafından üretilmiştir [Pierre, 1956]. Kemik çini çok beyaz, yarı saydam bir üründür. Kemik çinin kompozisyonu % 50 kemik külü,

% 25 kuvars ve % 25 çin kili içermektedir. Kemik çininin normal bisküvi pişirimi 1230°C dir, kemik çinin sırtı ise yaklaşık 1100°C'de gelişir. Kemik çini yüksek oranda kristalindir; yaklaşık % 70 kristal faz, % 30 cam fazı içerir [Dinsdale, 1986] ve iyi çentikleme dayanımı (~100 MPa) gösterir ve ana faz olarak anortit ($\text{CaO} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$), β trikalsiyum fosfat [$\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$] ve kalsiyum alümina silikat camı içerir [Pierre, 1954]. Dinsdale 1986 yılında bu fazların oranını şu şekilde hesaplamıştır; % 28 anortit, % 43 β trikalsiyum fosfat ve % 29 cam fazı olarak hesaplamıştır. İkbāl ve arkadaşları 2000 yılında, kemik çininin; düğümlenmiş β trikalsiyum fosfat aglomeratlarından (1-3 μm bireysel kristal) ve üst üste dizilmiş anortit tanelerinden (0,4-10 μm), kalsiyum alümina silikat camı içerisinde hacimce % 3 oranında reaksiyona girmemeiş α -kuvars tanelerinden ($\leq 30\mu\text{m}$) oluştuğunu belirtmişlerdir.

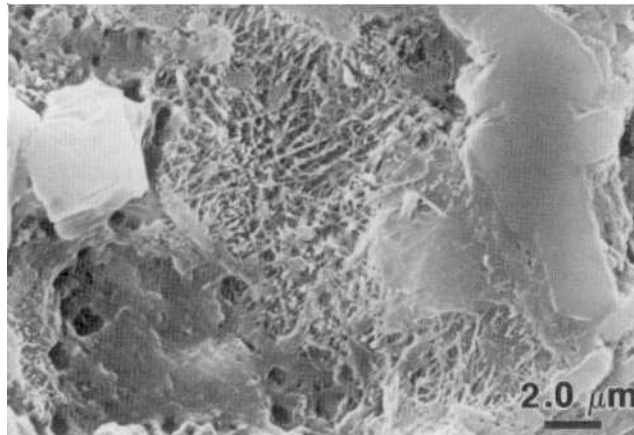
Sert porselen Avrupa kıtasında seramik ürünler arasında en önemlisidir. Sert porselen, Böttger isimli bir kimyacı tarafından Avrupada keşfedilmiştir [Rado, 1988]. Sert porselenin klasik kompozisyonu % 50 kil, % 25 feldispat ve % 25 kuvarstır. Kompozisyon geniş bir değişken hammadde gurubuna sahip olabilir. Örneğin pişirme gereçleri yüksek oranda kil ve düşük oranda kuvars içerir [Rado, 1988]. Sert porselen ilk kez düşük sıcaklıklarda (900-1000°C) üretilmek için tasarlanmıştır, ürünün sertleştirilmesi amacıyla bünye daha sert bir sırla kaplanmıştır. Sırlanmış bünye 1400°C nin üstünde pişirilir. Bünyenin yüksek derecede pişirilmesi yapı içerisinde bulunan Fe^{+3} ün Fe^{+2} ye dönüşmesine, açığa çıkan oksijen yapının genişlemesine neden olur, daha sonra açık porlar kapanır. Bu durumdan kaçınmak için sert porselen yapı içerisindeki açık porların kapanma öncesinde yükseltken atmosferde pişirilir. Yapı içinde bulunan demir eğer ferrous durumuna ise bünye rengi yeşilimsi beyaz olur [Batista ve arkadaşları, 2001].

Piştirilmiş porselen iğne şekilli müllit kristalleri ve muhtemelen cam matris içinde artık kalan kuvars taneleri içerir. Kaolinitin latis yapısının bozulmasıyla mikron altı boyutlarda birincil müllit oluşur. Diğer bir müllit tipi ise ikincil müllittir bunlar iğne şekillidirler ve feldispat eriyiğinden kristallenirler. Schüller 1964 yılında birincil müllitin 10 nm gibi küçük boyutlara sahip

olduğunu rapor etmiştir, (Ludin ise 1954 yılında $0,5\ \mu\text{m}$ den daha büyük tanelere sahip olduğunu söylemiştir), ikincil müllit kristallerinin ise ($>1\ \mu\text{m}$) optik mikroskopta gözlenecek boyutta olduğu belirtilmiştir. İkincil müllit kristallerinin büyümesi; eriyiğin viskozitesinin azalmasına ve camsı fazın daha fazla dağılarak serbest silikanın oluşmasına neden olurlar. Sert porselenin pişirme sıcaklığında, kuvars ve ikincil müllitin kısmi olarak dağılması ve birincil müllitin büyümesi nedeniyle malzeme yarısaydam hale dönüşür [Metcalf ve Sant, 1975].



Şekil 1.4. 1200°C de pişirilmiş porselenin içinde oluşan birincil müllite ait SEM fotoğrafı.



Şekil 1.5. Porselen bünye içinde oluşan ikincil müllite ait SEM fotoğrafı.

Sert porselen, kemik çinin aksine yaklaşık % 30 kristal faz ve % 70 cam fazı içerir. Genelde Kristal faz / Cam fazı oranı yüksek olduğunda mukavemette yüksek olur [Batista, 2001]. Odelberg 1931 yılında, Singer ise 1936 yılında yaptıkları araştırmalarda; sert porselenin, kemik çiniden daha kırılğan yapıya sahip olduğuna işaret etmişlerdir.

Odelberg 1931 yılında çekiç darbe testi kullanarak yaptığı çalışma neticesinde kemik çinin çentiklenme direncinin sert porselenin direncinden 4 kat daha fazla olduğunu belirtmiştir, kemik çinin çentiklenme dayanımı 0,543-0,773 Nm, sert porselenin çentiklenme dayanımı ise 0,109-0,190 Nm olarak hesaplanmıştır. Ayrıca Salmang 1961 yılında, Rado 1988 yılında kemik çini ve sert porselenin kopma modülü değerlerini hesaplamışlardır. Dinsdale 1961 yılında kemik çini ve sert porselenin darbe dayanımını hesaplamıştır, kemik çininin değerleri, sert porselenin değerlerinden yaklaşık iki kat fazla olduğu belirtilmiştir. Sert porselen çok gevrek bir beyaz ürün olarak tanımlanmaktadır.

Kemik çini ve sert porselenin kırılma tokluğu değerleri, 2001 yılında Batista ve arkadaşları tarafından hesaplanmıştır, literatürde kemik çini ve sert porselen için yapılan başka bir çalışmaya rastlanmamıştır. Batista ve arkadaşları kemik çini ve sert porselenin kırılma tokluğu değerlerini, darbe kırılması yöntemini kullanarak üç farklı modele göre hesaplamışlardır. Hesaplanan değerler, kemik çini için $2 - 2.3 \text{ MPa.m}^{1/2}$, sert porselen için $1.2 - 1.5 \text{ MPa.m}^{1/2}$ dir.

Scherrer ve arkadaşları, 1999 yılında feldispatik dental porselenlerin kırılma tokluğunu kırılımsal analiz yöntemi kullanarak $1.02 \text{ MPa.m}^{1/2}$ olarak hesaplamışlardır.

Quinn ve arkadaşları, 2002 yılında feldispatik dental seramiklerin mikro yapı ve kimyasal özelliklerinin kırılma tokluğu üzerindeki etkisini araştırmışlardır. Yaptıkları çalışmada hacimce % 33 kristal faz içeren leucit esaslı feldispatik porselenin kırılma tokluğunu $1.26 \text{ MPa.m}^{1/2}$ olarak hesaplamışlardır.

Rizkalla ve Jones, 2003 yılında ticari feldispatik porselenlerin kırılma tokluğu ve elastik modülü değerlerinin hesaplanması üzerinde çalışma yapmışlardır, elde ettikleri sonuçlar elastik modül değerleri 65,35 GPa ile 83,42 GPa arasında değişmektedir, kırılma tokluğu değerleri ise 0,94 MPa.m^{1/2} ile 1,64 MPa.m^{1/2} arasında değişmektedir.

Denry ve Hollway, 2003 yılında florit bazlı cam seramiklerin elastik modülü, mikro sertliği ve kırılma tokluğunun hesaplanması üzerinde çalışmalar yapmışlardır. Elde ettikleri sonuçlar; elastik modül değerleri 104,2 GPa ile 120,1 GPa , vickers sertliği 5,23 GPa ile 6,44 GPa , kırılma tokluğu değerleri ise 1,41 Mpa.m^{1/2} ile 2,29 Mpa.m^{1/2} arasında değişmektedir.

1.4. Yeni Geliştirilmiş Olan Anortit Bazlı Yarı Saydam Beyaz Seramiğin Tasarımı

Kemik çini bilinen porselen çeşitleri içerisinde, aşırı derecedeki beyazlığı, yarı-saydam olma özelliği ve yüksek kırılma mukavemet değeri ile ayrı bir öneme sahiptir[Rado,1981]. Ancak özellikle son yıllarda yaygın olarak kullanılan bulaşık makinesi ortamlarına dayanıklı bir sırta sahip olamaması kemik çininin gündelik olarak sıklıkla kullanımına bir sınırlama getirmektedir. Kemik çiniye rakip olabilecek mevcut sert porselen, yüksek dirençli sırta sahip olmasına karşın düşük kırılma mukavemet değeri ile kolaylıkla çentikleştiğinden ağır servis şartlarında kullanıma uygun değildir. Yeni geliştirilen beyaz porselen ise Tablo 1. de görüldüğü üzere; kemik çini ve sert porselenin her ikisinin özelliklerinden ürünün ağır servis şartlarında kullanımına imkan sağlayacak özellikleri bünyesinde taşıyacak şekilde tasarımılanmıştır[Çapoğlu,2000, Messer,1999].

Tablo 1.3 Kemik çini, sert porselen ve yeni geliştirilen anortit bazlı beyaz seramik bünyelerin özelliklerinin karşılaştırılması.

KEMİK ÇİNİ	SERT PORSELEN	YENİ GELİŞTİRİLEN BEYAZ SERAMİK
~ ^w % 70 KRİSTAL FAZİ ~ ^w % 30 CAM FAZİ MUKAVEMET: 100 MPA Isısal Genleşme Katsayısı: $\sim 9 \times 10^{-6} / ^\circ\text{C}$ Sırlama Sıcaklığı: 1100°C	~ ^w % 30 KRİSTAL FAZİ ~ ^w % 70 CAM FAZİ MUKAVEMET: 50 MPA Isısal Genleşme Katsayısı: $\sim 4-4.5 \times 10^{-6} / ^\circ\text{C}$ Sırlama Sıcaklığı: 1400°C	> ^w % 70 KRİSTAL FAZİ < ^w % 30 CAM FAZİ MUKAVEMET: 120 MPA Isısal Genleşme Katsayısı: $\sim 4.5 \times 10^{-6} / ^\circ\text{C}$ Sırlama Sıcaklığı: 1350°C

Bir ürün ve bu ürünü üretmek için gerekli proseslerin tasarımı ve geliştirilmesi ilk olarak, pazar ihtiyaçlarına dayandırılmış bir ürün tasarım detaylarının belirlenmesini gerektirir. Bu işlem; pazar ihtiyaçlarını karşılamak üzere sağlanması zorunlu olan hedefleri ve bunların elde edilmesindeki sınırlayıcı faktörlerin listelenmesini kapsar. Yeni bir beyaz seramik ürünün geliştirilmesi için bu hedefler, çok beyaz ve yarı-saydam olmak ve bununla birlikte yüksek kalitedeki otel ve restoranlarda günlük kullanımın getirdiği aşırı derecedeki ağır servis şartlarında defalarca kez kullanıma dayanıklı olmak şeklinde özetlenebilir. Ağır servis şartlarında kullanımın sağlanması; 100 MPa üzerindeki mukavemet değerlerini ve ürünün aşınmaya karşı direnci yüksek olan bir sır ile kaplanmasını gerektirir. Ürün tasarımında gözönünde bulundurulacak detaylar Liste 1’de verilmiştir.

Liste 1. ÜRÜN TASARIM DETAYLARI

- Yeni geliştirilecek seramik bünyesi kırılma tokluğunu arttırmak için yüksek miktarda kristal, düşük miktarda cam fazı içeriğine ve kalıntı poroziteye sahip olacak şekilde tasarımlanmalıdır.

- Pişmiş bünyeye yarı saydamlık özelliğini kazandırmak üzere, mikroyapıda gelişen cam fazın sahip olduğu (≈ 1.5) değere yakın kırınım indeks değerlerine sahip kristal fazlarını içermelidir. Aynı zamanda porozitelerinde düşük düzeyde kalması gerekir.
- Uygulanacak sır bileşimi kimyasal ortamlara karşı dayanımın ve çizilmelere karşı direncinin yüksek olması için silikaca zengin değildir. Böylesi bir sır düşük ısı genleşme katsayısına sahip olacaktır ve yüksek bir sırlama ısı işlem sıcaklığını gerektirecektir.
- Pişmiş bünye yüksek ısı şok direncine sahip olması ve uygulanacak sır ile uyum sağlaması açısından düşük ısı genleşme katsayısına sahip fazlardan meydana gelmelidir.
- Bünye sırlama ısı işlemi sırasında yüksek miktarda eğilip bükülmemelidir. Bu şart düşük miktardaki cam faz içeriğini ve sürünmeyi engelleyici enklüzyonların mikroyapıda var olmasını gerektirir.
- Bünye sırlama işlemi için kullanılan ısı işlem sıcaklığından ($\approx 1350^{\circ}\text{C}$) daha yüksek bir sıcaklıkta yoğunluk kazanırken kendi ağırlığı altında az miktarda şekil bozumuna uğramalıdır. Bunun sağlanması sinterlenebilirliği azaltan cam faz içeriğinin azaltılmasını ve sinterlenebilirliği arttıran partikül tane boyutunun küçültülmesini gerekli kılar.
- Bünye kilin neden olduğu anizotropik ve diferansiyel çekilmeden dolayı oluşacak kılcal çatlakların küçük boyutlarda kalması ve beyazlığın olumsuz yönde etkilenmemesi açısından kilin bünyesindeki renklendirici empürüte oksitlerin düşük seviyede kalması için düşük miktarda kil içerecek şekilde tasarılmalıdır.

- Düşük kil içeriğinden dolayı geleneksel plastik şekil verme tekniklerini kullanmak mümkün olmadığından bünye presleme, basınçlı döküm ve enjeksiyon kalıplama gibi otomasyon teknikleri ile şekillendirilebilirliğe uygun olmalıdır.
- Kimyasal ortamlara karşı direnç açısından sır-altı ve sır-içi dekorasyon uygulanması gereklidir. Ayrıca ürünün mikro-dalga fırınlarda kullanıma uygun olması için herhangi bir metal dekorasyonu da kullanılmamalıdır.

Tasarım prosesinin bir sonraki aşaması ürün tasarım detaylarını sağladığı düşünülen bir veya daha fazla hayali ürünün tasarlandığı *kavram çözümü*dür. Bu ürün için kavram çözümü yeni bir beyaz seramiği, yapıda anortit kristal fazının geliştirilmesine dayandırılan kaba (ortalama boyut $\sim 10\mu\text{m}$) ve ince (ortalama boyut $\sim 1.5\mu\text{m}$) taneli gibi farklı tane boyut dağılımlarına sahip olacak şekilde öğütülen, ön-pişimden geçmiş (şamot) ve aynı kompozisyona sahip yarı-saydam seramik tozu ile az miktarda kil kullanarak üretmektir. Yarisaydamlık özelliğinin sağlanması için yapıdaki porozitelerin ışığı dağıtacağından; kaba öğütülmüş şamot parçacıklarının yüksek bir yoğunluk değerine sahip olması gerekir. Yarisaydamlığı elde etmek için beyaz seramik malzemesi ana faz olarak anortit kristallerini içerecek şekilde tasarlanmıştır. Anortit kristalinin kırılma indeksi değeri $\sim 1,58$ dir. Bu değer $\sim 1,5$ kırılma indeksi değerine sahip cam fazı ile uyumlu olması beklenir. Bu durum; faz sınırlarında meydana gelebilecek ışığın saçılımını minimize eder

1.5. Projenin Amacı

Günümüzde yüksek kaliteye sahip ticari olarak iki farklı tipte sofr gereçleri kullanılmaktadır. Bu sofr gereçleri kemik çini ve sert porselendir. Kemik çini içerdiği yaklaşık % 70 kristal faz nedeniyle mekanik özellikleri yüksektir (Bükülme Mukavemeti: ~ 100 MPa). Sert porselen ise yaklaşık % 30 oranında kristal faz içerdiğinden mekanik özellikleri düşüktür(Bükülme

Mukavemeti: ~50 MPa). Kemik çininin mekanik özellikleri iyi olmasına rağmen sırının günümüzde yaygın olarak kullanılan bulaşık makinesi ortamlarına dayanamaması ve fiyatının yüksek olması dezavantaj oluşturmaktadır. Mevcut durum bu malzemelere alternatif yüksek mekanik özelliklere sahip ve nispeten düşük maliyetli bir seramik ihtiyacını ortaya çıkarmıştır.

Seramik endüstrisindeki bu ihtiyacı tespit eden Çapoğlu ve Messer 1993 yılında Sheffield Üniversitesinde ve Gebze Yüksek Teknoloji Enstitüsünde bu konu üzerinde çalışmaya başlamışlardır. Yapılan çalışmaların ana amacı; mekanik özellikleri yüksek, yüksek beyazlık derecesine sahip, yarısaydam, nispeten düşük maliyetli bir seramik üretmektir. Bu hedefler doğrultusunda en iyi neticenin bünye içerisinde geliştirilecek olan Anortit fazı tarafından sağlanacağı düşünülerek çalışmalara başlamışlardır. Araştırmacılar yaptıkları çalışmalar neticesinde kemik çini ve sert porselenin pozitif (olumlu) özelliklerini taşıyan yeni bir seramik geliştirmeyi başarmışlardır. 1998 yılında ürettikleri bu malzemeler için biri Amerika da (US Patent No 5,716,894), diğeri Avrupa da (European Patent No: EP 0 739 323 B1), olmak üzere iki patent almışlardır. 2000-2002 yılları arasında Çapoğlu ve Kutbay Şamot içeren asıtların reolojik ve döküm özelliklerini incelemişlerdir. 2001-2002 yılları arasında Çapoğlu ve Çetin, düşük oranlarda kil içeren, kompozisyonunda Vollastonit bulunan asıtların reolojik özelliklerini ve sinterlenmiş seramiklerin bükülme mukavemetlerini incelemişlerdir. Araştırmacılar yaptıkları çalışmalar neticesinde düşük kil içeriğine sahip asıtlardan başarılı döküm sonuçları almışlardır.

Bu çalışmanın amacı, ön pişirimden geçmiş anortit bazlı patent kompozisyonuna (US Patent No 5,716,894) Çin kili ve topak kili ilave edilerek elde edilen karışımdan hazırlanan seramik malzemelerin eğilme mukavemeti, elastik modülü, mikro sertlik ve kırılma tokluğu değerlerini tespit etmektir. Bu amaç doğrultusunda farklı katı içeriğine sahip asıtlardan prizmatik şekilli seramik çubuklar üretilmiş ve farklı sıcaklıklarda sinterlenmişlerdir . Bundan sonraki aşama ise üretilen seramik çubukların mekanik ve mikro yapısal karakterizasyonudur.

2. SERAMİKLERİN MEKANİKSEL DAVRANIŞLARI

Seramik malzemeler gerilim altında herhangi bir plastik deformasyon göstermeksizin ani olarak kırılırlar. Metallerde karşılaşılan plastiklik özelliğini göstermezler. Bu özellikleri seramik malzemelerin metallerle karşılaştırıldığında daha karmaşık kristal yapılara sahip olmalarından ve atomlar arası iyonik ve kovalent bağların çok kuvvetli olmasından kaynaklanır. Kullanılan uygulama alanları açısından düşük tokluk değerlerine sahip seramikler problem oluşturmaktadır. Belirli miktarlarda deformasyon gösteren bazı malzemelerin ilavesiyle seramik malzeme modifiye edilerek kırılma dayanımı değerleri yükseltilebilir.

Seramikler, metallerle karşılaştırıldığımızda kırılma dayanımı çok yüksektir ve buna ek olarak, seramiklerin kırılması katstrofik tip denilen herhangi bir uyarı olmaksızın gerçekleşen kırılma tipine girmektedir. Seramiklerin bu özelliğe sahip olmalarının sebebi, karmaşık kristal yapıları ve atomlar arası bağların kuvvetli kovalent bağlara kadar uzanıyor olmasıdır. Gerilmeye maruz kalan seramik bünyesindeki çatlaklar büyür ve kırılma oluşur. Kırılmayı başlatan çatlaklar bünyedeki gözenekler, tane sınırlarındaki kırıklar, yüzeydeki kopmuş taneler ya da hasarlar olabilir. Bundan dolayı kırılma yüzeyinde çatlak ilerlemesini önleyecek plastik deformasyon hiç gerçekleşmemektedir. Ancak basma kuvveti uygulandığında bünyedeki kusurlar açılmak yerine kapanırlar ve bu nedenle seramikler basma yükü altında büyük mukavemet gösterirler. Yüksek yoğunluğa sahip seramiklerin mukavemeti bünyede kırılmayı başlatan çatlakların büyüklüğüne, yerine ve oryantasyonuna bağlıdır. Dolayısıyla benzer seramik ürünlerinin gerilme mukavemetleri bünyelerdeki mikro çatlakların büyüklüğü, yerleri ve yerleşimleri farklı olacağından değişkenlik göstermektedir.

Bu tokluk problemini aşmak için son yıllarda seramiklerin mikro yapıları değiştirilerek bazı enerji absorblayan mekanizmalar geliştirilmiştir [Üstündağ 1999]. Bunların en önemlileri ikinci bir fazın oluşturulması [Wei, 1984], dönüşüm tokluğu [Garvie 1975] ve matrisin fiber veya visker takviyesiyle güçlendirilmesidir [Rice 1983].

2.1 Eğilme Mukavemeti

Eğme testlerinin basitliği ve düşük maliyetli oluşu bu testleri seramikler için oldukça popüler hale getirmiştir. Eğme testlerinde genellikle dikdörtgen veya dairesel kesitli çubuklar kullanılmaktadır. Basma kuvveti altındaki çubuğun içerisinde herhangi bir noktanın gerilimi o noktanın çubuğun nötral eksenine olan uzaklığıyla doğru orantılıdır ve çubuktaki gerilim aşağıdaki eşitlik (2.1) ile hesaplanabilir:

$$\sigma = \frac{M \cdot y}{I} = \frac{E \cdot y}{R} \quad (2.1)$$

Eşitlikte M ; basma momentini, σ ; gerilimi, I ; alanın ikinci momentini, y ; nötral eksenenden uzaklığı, R ; çubuğun kenarından nötral eksene uzaklığı, E ; elastik modül.

Şekil 2.1' de, iki noktadan desteklenen ve çenenin merkezinden basma kuvvetine maruz kalan dikdörtgen kesitli bir çubuk verilmektedir. Bu düzenek genel olarak üç-nokta-eğme deneyi olarak adlandırılır. Bu numunede nötral eksen maksimum çekme ve basma gerilimlerinin mutlak değerlerinin eşit olması için üst ve alt yüzeyler arasındaki mesafenin yarısında bulunmaktadır. Bu durumda maksimum gerilim Eşitlik (2.2) ile hesaplanır:

$$\sigma_{\max} = \frac{M}{I} \cdot \frac{h}{2} \quad (2.2)$$

Eşitlik (2.2) un kesit üzerinden integrasyonu sonucu:

$$I = \frac{h^3.d}{12} \text{ (kenar uzunlukları, } h \text{ ve } d \text{ olan dikdörtgen kesitli parçalar için)}$$

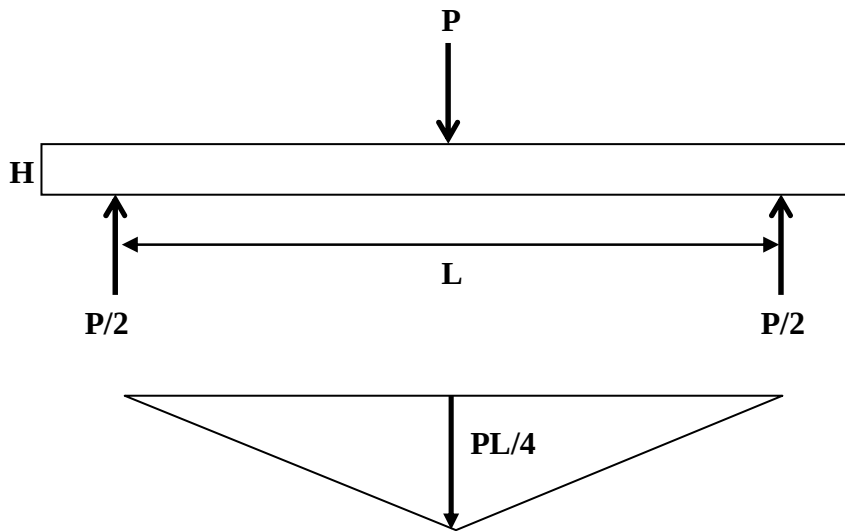
$$I = \frac{\pi.a^4}{4} \text{ (çapı } a \text{ olan dairesel kesitli parçalar için)}$$

Öte yandan çubuğun $L/2$ mesafesinde $P/2$ büyüklüğünde bir kuvvetin oluşturduğu eğme momenti

$$M = \frac{P.L}{4} \quad (2.3)$$

Eşitlik 2.1, 2.2 ve 2.3'ün birleştirilmesi sonucunda dikdörtgen kesitli bir numune için maksimum gerilimin hesaplanması için aşağıdaki (Eşitlik 4) formül elde edilmektedir:

$$\sigma_{\max} = \frac{3.P.L}{2.h^2.d} \quad (2.4)$$



Şekil 2.1. Üç-nokta eğme testi ve moment diyagramı

2.2. Sertlik

Sertlik plastik deformasyonla, yani mikro sertlik cihazının ucunun malzeme üzerinde bıraktığı izin alanıyla ters orantılıdır. Bu da uygulanan gerilime paralel bir dislokasyon hareketi direnci olmasından kaynaklanmaktadır. Bundan dolayı, direnci ne kadar artırırsak uca verilen yükten etkilenen hacmi o kadar azaltabiliriz ve sertliği artırmış oluruz. Geleneksel seramiklerin sertlikleri faz içeriklerine ve mikro yapılarına (porozite, tane büyüklüğü, şekli, dağılımı v.b.) göre değişir [Üstündağ 1999]. Beyaz ürünlerin sertlikleri içerdiği cam fazı ile orantılıdır cam fazı miktarı arttıkça sertlikte artmaktadır [Batista ve arkadaşları 2001].

2.3. Kırılma Tokluğu

Seramiklerin kırılması karalı olmayan çatlak büyümesiyle meydana gelir. Poroziteler, büyük taneler, yüzey yarıkları gibi hataların varlığı bölgesel gerilme konsantrasyonlarına neden olur [Üstündağ 1999].

Lange ve arkadaşları 1973 yılında seramikler için çeşitli kırılma tokluğu mekanizmaları önermişlerdir. Bunlar; mikro çatlaklar, çatlak köprüsü ve çatlağın yön değiştirmesidir.

Mikro Çatlaklar: uygulanan gerilmeden dolayı oluşan ana çatlağın taneler ve tanelerin ara yüzeylerinde ayrışmasıdır.

Çatlak Köprüsü: uzanmış tanelerin çatlağın ilerlemesini zorlaştırmasıyla, çatlağın tanenin üzerinden geçerek ilerlemesidir. Bu sayede kırılmaya karşı olan direnç oldukça artar.

Çatlağın Yön Değiştirmesi: Çatlak ilerlerken, yönü uygulanan gerilme yönüne doğru değiştikçe, çatlağın ilerlemesi zorlaşır.

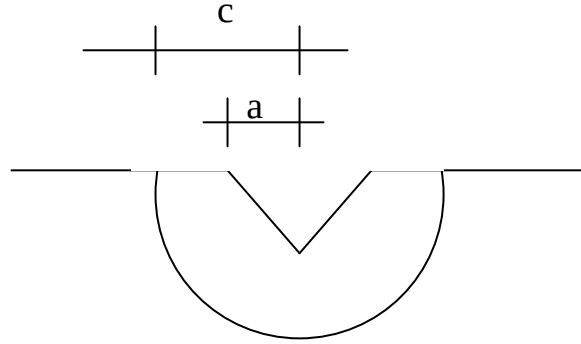
2.3.1. Kırılma Tokluğunun Ölçüm Metodları

Seramiklerin kırılma tokluğunun ölçülmesi için literatürde kapsamlı teknikler vardır. Bu teknikler şunlardır:

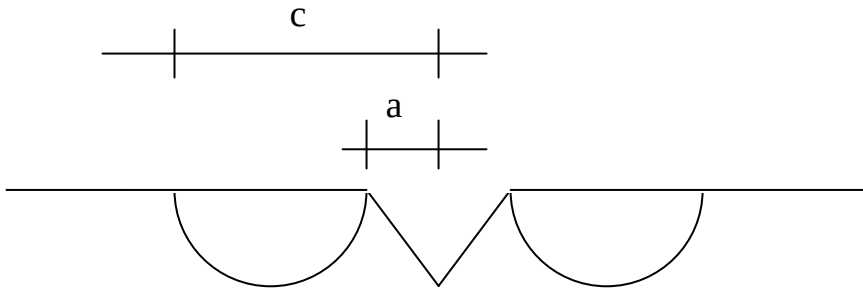
- Çift burulma (Double Torsion - DT)
- Darbe çatlak uzunluğu/ kırılması (Indentation crack length /fracture -IF)
- Darbe gerilmesi (Indentation strength - IS)
- Chevron çentikli bükme numunesi (Chevron notch bend specimen - CNB)
- Çift kollu dirsekli kiriş (Double cantilever beam - DCB)
- Tek çentikli kiriş (Single edge notched beam - SENB)
- Ön çatlaklı kiriş (Single edge precracked beam - SEPB)
- Kırılımsal yaklaşım
- Basınçlı ön çatlak metodu

Vickers mikro sertlik metodu ile tokluk ölçümü , diğer yöntemlere göre nispeten daha basit ve ekonomik bir yöntemdir. Bu test yöntemini kullanarak Lawn ve Marshall 1979 yılında seramiklerin gevreklik indeksini hesaplamışlardır. Mikro sertlik yöntemi kullanılarak yapılan tokluk ölçümleri için literatürde bir çok eşitlik tanımlanmıştır. Bu eşitliklerin çok olması elde edilen kırılma tokluğu değerleri için problem oluşturmaktadır. Bu eşitlikler darbenin oluşturduğu çatlak sistemine bağlı olarak iki grup halinde sıralanmıştır. Birinci grup, bir çok seramiğin sahip olduğu düşük tokluk değerine ait , yarım daire şeklindeki radial medyan çatlaktır, bu sistem 1979 yılında Evans, 1980 yılında Lawn ve arkadaşları ve 1981 yılında Anstis ve

arkadaşları tarafından kapsamlı bir şekilde ele alınmıştır. İkinci grup ise Shetty ve arkadaşları tarafından 1985 yılında tanımlanan palmiye şekilli çatlak sistemidir. İki çatlak sistemi arasındaki fark şekil 2.1 de gösterilmiştir.



Medyan Çatlak Sistemi



Palmiye Şekilli Çatlak Sistemi

c = radial çatlak uzunluğu (m)

a = Darbe izi yarı diagonal uzunluğu (m)

Şekil 2.2. Vickers darbesi sonucu gelişen çatlak sistemleri.

Evans ve Charles 1976 yılında kırılma tokluğu hesaplaması için aşağıdaki eşitliği geliştirmişlerdir;

$$K_{IC} = 0,0824 P/c^{3/2} \quad (2.5)$$

$$K_{IC} = \text{Tokluk (Mpa.m}^{1/2}\text{)}$$

$$c = \text{radial çatlak uzunluğu (m)}$$

$$P = \text{uygulanılan yük (gf)}$$

Daha sonra Blendell 1979 yılında, Evans ve Charles'in verilerini yeniden analiz ederek, eğri ayarlaması (curve fitting) eşitliğini türetmişlerdir.

$$K_{IC} = 0,0303 (H_v \cdot a^{1/2}) (E/H_v)^{2/5} \log(8,4a/c) \quad (2.6)$$

$$K_{IC} = \text{Tokluk (Mpa.m}^{1/2}\text{)}$$

$$E = \text{Young modülü (GPa)}$$

$$H_v = \text{Vickers sertliği (MPa)}$$

$$a = \text{Darbe izi yarı diagonal uzunluğu (m)}$$

$$c = \text{radial çatlak uzunluğu (m)}$$

Aynı yıl içerisinde Evans, Blendell'in geliştirdiği verileri kullanarak bir polinom eğri uyarlaması yaparak yeni bir eşitlik türetmiştir.

$$K_{IC} = (H_v \cdot a^{1/2}) \cdot (E/H_v)^{2/5} (10)^F \quad (2.7)$$

$$F = -1,59 - 0,34A - 2,02A^2 + 11,23A^3 - 24,97A^4 + 16,32A^5 \quad (2.8)$$

$$A = \log(c/a) \quad (2.9)$$

$$K_{IC} = \text{Tokluk (Mpa.m}^{1/2}\text{)}$$

$$E = \text{Young modülü (GPa)}$$

$$H_v = \text{Vickers sertliği (MPa)}$$

$$a = \text{Darbe izi yarı diagonal uzunluğu (m)}$$

$$c = \text{radial çatlak uzunluğu (m)}$$

Lawn, Evans ve Marshall 1980 yılında, keskin darbe izi etrafında kalıntı gerilmesinin önemini tespit ederek, yeni bir eşitlik geliştirmişlerdir.

Anstis ve arkadaşları 1981 yılında bu eşitliği yeniden düzenleyerek aşağıdaki eşitliği ortaya koymuşlardır.

$$K_{IC} = 0,016(E/H_v) P / c^{3/2} \quad (2.10)$$

$$K_{IC} = \text{Tokluk (Mpa.m}^{1/2}\text{)}$$

$$E = \text{Young Modülü (GPa)}$$

$$H_v = \text{Vickers sertliği (GPa)}$$

$$P = \text{Uygulanan yük (N)}$$

$$c = \text{radial çatlak uzunluğu (m)}$$

Lankford 1982 yılında palmiye şekilli çatlak ve medyan çatlak deneysel verilerini birleştirerek ve eğri ayarlaması metodunu kullanarak aşağıdaki eşitliği türetmiştir.

$$K_{IC} = 0,0735.H_v^{3/5} E^{2/5} a^{1/2} (c/a)^{-1,56} \quad (2.11)$$

$$K_{IC} = \text{Tokluk (Mpa.m}^{1/2}\text{)}$$

$$E = \text{Young modülü (GPa)}$$

$$H_v = \text{Vickers sertliği (MPa)}$$

$$a = \text{Darbe izi yarı diagonal uzunluğu (m)}$$

$$c = \text{radial çatlak uzunluğu (m)}$$

2.3. Porselenlerin Mukavemeti Üzerine Hipotezler

2.3.1. Müllit Hipotezi

Bu teori porselenlerin mukavemetleri ile ilgili en eski teorilerden bir tanesidir . Zoellner 1908 yılında bu teoriyi şu şekilde açıklamıştır; mukavemet, ince müllit iğnelerinin kilitlenmesi sonucu oluşan sağlam yapı tarafından sağlanır. Hipotezin bir sonraki uyarlaması, artan müllit miktarı ile mukavemetinde arttığını göstermiştir. Daha yüksek sıcaklıklarda, müllit

iğneleri kalınlaşır ve az sayıda geniş büyük müllit tanelerinin oluşumuna neden olur. Büyük taneler, küçük taneler kadar etkili kilitlenmezler ve sonuçta mukavemet azalır. İstenilen mukavemete ulaşmak için pişirim sıcaklığı ve uygun boyuttaki müllit taneleri birincil müllite kıyasla mukavemeti daha fazla artırmaktadır.

2.3.2. Matris Kuvvetlendirme Hipotezi

Matris faz (porselen içindeki camı faz) ile dağılmış taneleri (kuvars ve alümina) veya pişirim sırasında oluşan kristalin fazların (müllit ve kristobalit gibi) arasındaki ısısal genleşme katsayısı farklılığı camı faz üzerinde oldukça büyük basma gerilmesi oluşturur. Oluşan “ısı” basma kuvveti porselenin mukavemetini artırır [Rado,1971]. Bu hipotez, literatürde camı matris içerisinde dağılmış kuvars taneleri açısından incelenmiştir. İzotropik bir ortam içindeki tek, küresel tane için ısısal genleşme katsayısı farklılıkları çevresel ve teğetsel gerilim oluşturur. Davidge 1979 yılında toplam gerilimi şu şekilde formüle etmiştir;

$$P = \frac{\Delta\alpha \cdot \Delta T}{\frac{1+V_m}{2E_m} + \frac{1-2V_p}{E_p}} \quad (2.12)$$

P = Toplam gerilme

$\Delta\alpha$ = Cam matris ile tane arasındaki ısısal genleşme katsayısı farkı

ΔT = Matris-tane soğuma aralığı

v_m = Matrisin poisson oranı

v_p = Tanenin poisson oranı

E_m = Matrisin young modülü

E_p = Tanenin young modülü

Porselen bünyelerdeki çatlağın oluşumunun temel kaynağı matris ile tanenin ısısal genleşme katsayısı değerlerine bağlıdır. Matrise kıyasla tane

daha fazla küçülme gösterirse negatif bir basınç oluşur ve tanenin etrafında dairesel çatlaklar oluşur. Bu, porselen bünyedeki feldispatik cam faz içindeki kuvars taneleri için geçerlidir. Kuvars varlığı nedeniyle oluşan gerilim ve buna bağlı çatlaklar, soğuma sırasında kuvarsta meydana gelen yer değiştirme dönüşümü nedeniyle, oldukça şiddetlidir. Eğer matris taneden daha fazla küçülme (büzülme) gösterirse pozitif bir basınç oluşur ve tanelerde çevresel çatlaklar oluşur. Bu çatlaklar birbirleriyle temas eder ve bu durum mukavemet için tehlikeli bir durum oluşturur. Pratikte, camsı fazdan daha küçük ısısal genleşme katsayısına sahip olan tane ve kristal faza rastlanamamaktadır, bu nedenle ısı işlem esnasında bünye içinde oluşan ikinci etki (pozitif basınç) göz önünde bulundurulmaz.

Porselende, çatlak gelişiminde, tane boyutunun önemi Warshav ve Seider tarafından belirtilmiştir. Büyük kuvars (50-150 μm) tanelerine ait SEM fotoğraflarında tane sınırları veya yalınlarında düzenli yüzeysel çatlakların oluştuğunu ve matris ara bağlantılarında da kırılmaların meydana geldiğini göstermiştir. 25- 50 μm boyutundaki tanelerde daha az yüzeysel çatlak oluşumu gözlenmiştir. Tane boyutu 10 μm den küçük olduğunda, çatlak oluşumu her zaman gözlenmez, bazen çatlak oluşur bu nedenle matris kırılması gözlenmez. Kuvars tanelerinin boyutu 25 μm olduğunda en yüksek mukavemete ulaşılmış olur. Küçük kuvars tanelerinin eriyik içinde çözünmesi ve tane sayısının azalması nedeniyle daha küçük tane boyutu değerlerinde mukavemet azalmaktadır. Daha büyük taneler ise matris kırılmasına neden olur ve mukavemeti zayıflatır. Warshaw ve Seider ayrıca alümina tanelerinin porselenin mukavemetini artırdığını göstermişlerdir. Hasselman ve Fulhart bunu doğrulamışlar ve artışın matris kuvvetlendirilmesi ile değil dağılım güçlendirmesi sonucu olduğunu belirtmişlerdir.

Porselen üreticileri arasında ergitici olarak feldispat yerine nefelin siyenit kullanımı eğilimi yaygınlaşmaktadır. Holmstrom 1980 yılında, bu eğilime birkaç faktörün neden olduğunu belirtmiştir. Birincisi; nefelin siyenit, feldispata nazaran daha az serbest silika içerir. İkincisi; nefelin siyenitin ısısal genleşme katsayısı değeri camsı faza daha yakın olup kuvars dönüşümü

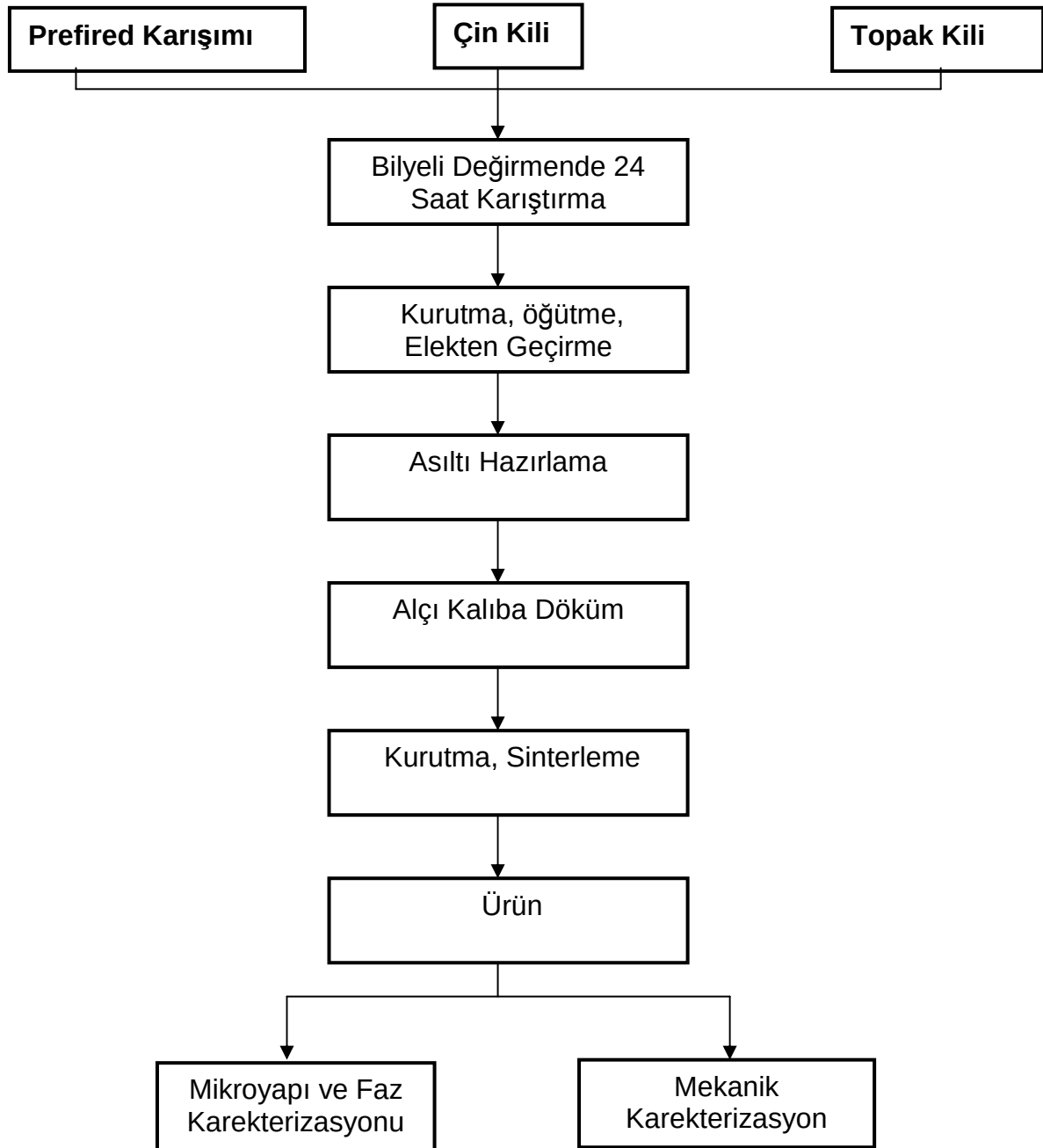
sırasında çatlak oluşuma ihtimalini azaltır. Kristofferson ve arkadaşları 1993 yılında, nefelin siyenitin, mukavemet üzerinde benzer etkilere sahip olduğunu belirtmişlerdir.

2.3.3. Dağılım Kuvvetlendirme Hipotezi

Bu hipoteze göre; Grifith çatlak boyutunu, dağıtılmış tanelerin sınırladığını söyler. Hasselman ve Fulhart cam içindeki alümina kürelerinin cam seramik kompozitlerin mukavemetlerini incelemişlerdir. Mukavemet ve kırılma üzerinde yapılan çalışmaların sonuçlarına göre, dağıtılmış fazın miktarı hacim olarak düşük ise mukavemet dağıtılmış fazın hacim oranına bağlıdır. Dağıtılmış fazın miktarı yüksek ise mukavemet dağıtılmış fazın hacim oranına ve tane boyutuna bağlıdır. Maitiy ve arkadaşları, kuvarsın bir kısmının silimanit ile, feldispatın bir kısmının kordierit ile yer değiştirilmesi sonucu mukavemetin arttığını tespit etmişlerdir. Camsı matris içerisinde kordierit ve silimanitin dağıtıcı katı gibi davranarak dağılım kuvvetlendirilmesi ile mukavemetin arttığı belirtilmiştir. Blodget 1961 yılında porselen içerisine ilave edilen alümina'nın porselenin mukavemetini artırdığını belirtmiştir. Harada ve arkadaşları 1996 yılında alümina miktarının ve tane boyutunun feldispatik porselen bünyeler üzerindeki etkisini incelemişlerdir. Alümina ilavesinin porselenin mukavemetini artırdığı gözlemlenmiştir. Aynı şekilde, zirkon gibi güçlü tanelerin katılması da mukavemeti artırmaktadır.

3. DENEYSEL ÇALIŞMALAR

Bu bölümde tezin konusunu oluşturan asıltı döküm metodu ile yeni geliştirilen seramik bünyesinin hazırlanmasından, gerçek dökümün eldesine kadar sürdürülen proses aşamaları ve proses karakteristiklerinin belirlenmesi için kullanılan test metotları hakkında bilgiler verilecektir. Yapılan çalışmanın aşamaları Şekil 3.1’de verilmektedir.



Şekil.3.1. Yapılan deneysel çalışmaların aşamaları.

3.1 Kullanılan Hammaddeler ve Özellikleri

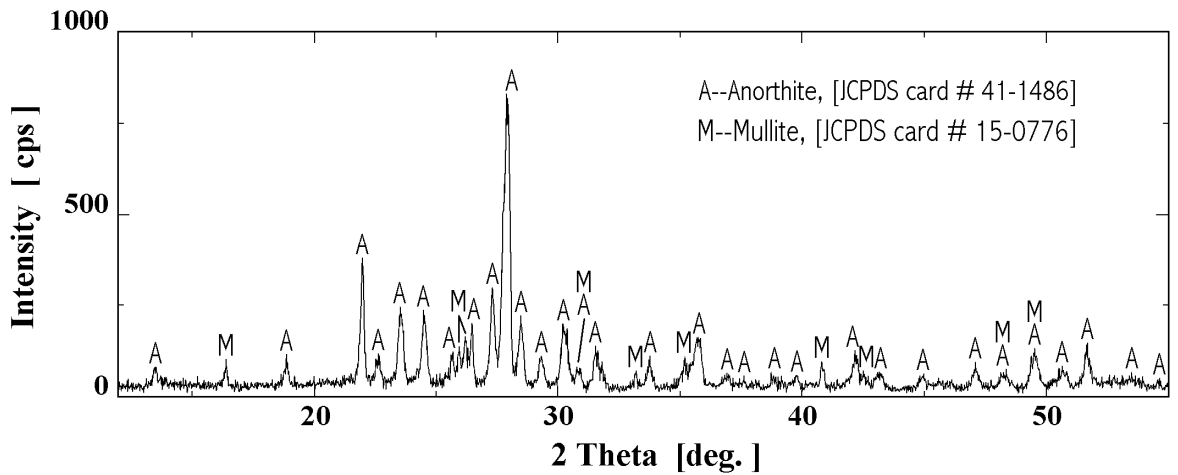
Bu çalışmada kullanılmış olan hammaddeler ve özellikleri sırasıyla aşağıda verilmiştir.

Tablo 3.1. Hazırlanan beyaz seramiğin kompozisyonu.

Hammadde	Oranı (%)
Prefired Karışım	88
Çin Kili	6
Ukrayna Kili	6

3.1.1 Prefired Karışımı

Prefired karışımı (US Patent No 5,716,894); kuvars, alüminyum hidroksit ve kalsiyum karbonattan oluşan karışımın ısıtılmasından geçirilmesi sonucu elde edilmiştir ana faz olarak anortit ($\text{CaO} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$) ve müllit ($3\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$) kristalleri ve az miktarda cam fazı bulunmaktadır. Şekil.3.2.'de prefired karışımına ait X ışınları kırınımı analiz sonuçları verilmiştir.



Şekil 3.2. 1350°C de ısıtılma tabi tutulmuş prefired karışımına ait x-ışını kırınım indis deseni.

3.1.2. Killer

Bu çalışmada hazırlanan döküm çamuru süspansiyonlarında iki çeşit kil kullanılmıştır. Bunlar standart porselen çin kili (E.E.C) ve Ukrayna kaynaklı topak kili (ball clay) dir. Kullanılan killerin kimyasal kompozisyonları ve mineral içerikleri sırasıyla Tablo 3.2 ve 3.3'de verilmektedir.

Çalışmada farklı türde iki kil kullanılmasının nedeni her bir türün sağladığı avantajlardan yararlanmak veya dezavantajları minimize etmektir. Şöyle ki topak kili çin kiline göre daha plastik bir hammaddedir. Dolayısıyla ürüne gerekli miktarda yaş mukavemet kazandırılması için kompozisyonuna katılmaktadır. Ancak topak kilinde yüksek oranda bulunan titanyum dioksit (TiO_2) ve demiroksit (Fe_2O_3) empürileri pişim sırasında bünyenin beyazlığını olumsuz etkiler. Bu olumsuzluğun üstesinden gelmek için kompozisyona topak kili yanında metal safsızlıkları daha az olan çin kili ilave edilmiştir.

Tablo.3.2. Killerin kimyasal kompozisyonları

Madde	Oran (%)	
	<i>Standart Porselen Çin Kili (English China Clay)</i>	<i>Ukrayna Topak Kili (Watts Blake Bearne)</i>
SiO_2	48,0	49,0
Al_2O_3	37,0	34,0
TiO_2	0,02	1,3
Fe_2O_3	0,65	1,6
CaO	0,07	0,3
MgO	0,3	0,3
Na_2O	0,1	0,2
K_2O	1,6	1,2
Ateş kaybı	12,5	12,0

Tablo.3.3. Killerin mineral içerikleri

Mineral	Oran (%)	
	<i>Standart Porselen Çin Kili (English China Clay)</i>	<i>Ukrayna Topak Kili (Watts Blake Bearne)</i>
Kaolinit	70,4	61,92
Sebest kuvars	25,57	21,77
K-Feldspat	1,8	13,16
Diğerleri	2,23	3,12

3.2. Hammaddelerin Karıştırılması

Başlangıç hammaddelerinin homojen bir karışıma sahip olabilmesi için yaş karıştırma tekniği kullanılmıştır. 1000 gramlık hammadde harmanı karıştırılmak üzere, 1200 gram alümina öğütücü bilye (10-20 mm çapında) ve 1200 gram disitile su ile birlikte Pascal Engineering Ltd. yapımı olan 5 Litre kapasiteli porselen değirmenlere yüklenmiştir. Karıştırma işlemi 300 dev/dk dönme hızında 24 saat süreyle yapılmıştır.

Sulu hammadde karışımı daha sonra içerisindeki suyun uzaklaştırılması için 24 saat süreyle etüvde 100-120°C sıcaklıkta bekletilerek kurutulmuştur. Kurutma işleminin ardından hammadde karışımı 250 µm lik (ASTM 60 mesh) bir elekten rahatça geçebilmesi için seramik havanda öğütülmüştür.

3.3. Asıltı Döküm Yöntemiyle Şekillendirme

Şekillendirme işleminde prizmatik çubuklar üretmek amacıyla iki parçalı alçı kalıplar (Paris mould) kullanılmıştır. Döküm için farklı katı içeriklerine sahip asıltılar hazırlanarak çubuk üretimi gerçekleştirilmiştir.

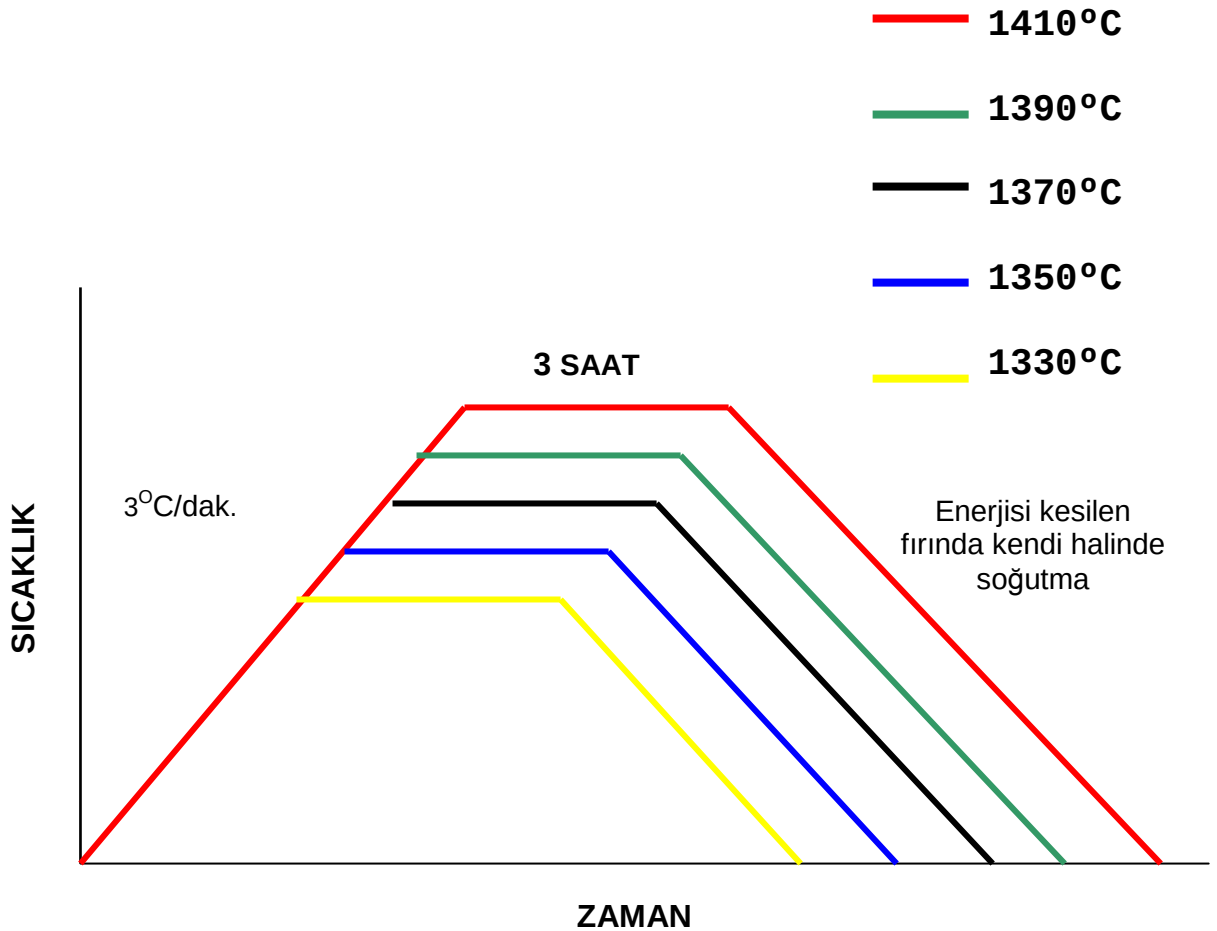
Değişik katı içeriklerine sahip asıltı hazırlamak için hammadde karışımının yoğunluğu hesaplanmıştır. Yoğunluğu hesaplanan hammadde karışımı katı içeriği % 40, % 42,5, % 45, % 47,5 ve % 50 olacak şekilde ve viskozitesinin döküm için uygun hale getirilmesi amacıyla yaklaşık %0.11 oranında Dloplux SP NEW elektroliti ilave edilerek mekanik karıştırıcıda 10-15 dk karıştırılmıştır.

Mekanik karıştırma neticesinde viskozitesi ve homojenliği döküm için uygun hale getirilen asıltı, alçı kalıplara kalıbı içerisini tamamen dolduracak şekilde dökülmüştür. Dolu döküm yöntemi ile şekillendirme yapıldığından asıltının içerisindeki su emildikçe asıltı ilavesi yapılmıştır, bu işlem kalıbın doyma noktasına kadar tekrarlanmıştır. Asıltı döküm işlemi tamamlandıktan

sonra şekillendirilen seramik çubukların kalıptan rahatça ayrılabilmesi için 1-2 saat kalıplar bekletilmiştir. Kalıplardan çıkarılan kare kesitli prizmatik döküm çubukları oda sıcaklığında 1 gün bekletilerek kurutulmuşlardır.

3.4. Sinterleme

Dolu döküm yöntemi ile şekillendirilen ve kurutulan döküm çubukları Molibden disilisid ısıtıcı elemanlara ve maksimum 1700°C pişirme sıcaklığına sahip Nabertherm marka kutu fırında 1330°C, 1350 °C ve 1370 °C sıcaklıklarında 3 saat süre ile sinterlenmiştir. Numuneler pişim sırasında herhangi bir şekil bozumuna uğramaması, sinterleme sırasında serbest bir şekilde küçülebilmesi ve çubukların plakaya yapışmaması için düz bir alümina plakasında yastıklama vazifesi gören alümina tozları üzerine yerleştirilmişlerdir. Sinterleme sırasında uygulanan ısı rejimi Şekil 3.5.'te verilmektedir.



Sinterleme sonunda döküm çubuklarının çap, boy ve ağırlıkları ölçülmüş ve pişmiş yoğunlukları hesaplanmıştır.

3.5. Yoğunluk Ölçümü

Farklı sıcaklıklarda sinterlenen çubuk numunelerin boyutları ve ağırlıkları ölçülerek aşağıda verilen ve yaygın olarak kullanılan Eşitlik 3.1 kullanılarak pişmiş kütle yoğunluk değerleri hesaplanmıştır.

$$\rho = \frac{m}{V} = \frac{m}{(w \times h) \times L} \quad (3.1)$$

ρ = Kütle yoğunluk (gr/cm³)

m = Sinterlenmiş Peletin ağırlığı (gr)

w = Çubuk genişliği (cm)

h = Çubuk kalınlığı (cm)

L = Çubuk boyu (cm)

3.6. Piknometre İle Yoğunluk Ölçümü

Sinterlenmiş porselenin sahip olacağı teorik yoğunluk değeri hakkında ve sinterleme neticesinde görece olarak ne kadar bir yoğunluk kazanımının gerçekleştiğini görmek üzere sinterlenmiş seramik numunenin toz yoğunluk değeri ölçülmüştür. Sinterlenen numunelerin yoğunluk değerleri Kaleseramik, Çanakkale Kalebodur Ser. San. A.Ş. Ar-Ge Tek. Laboratuvarındaki Netzsch marka He-Piknometre cihazı ile ölçülmüştür.

3.7. Üç-Nokta Eğme Deneyi İle Mukavemet Ölçümü

Farklı sıcaklıklarda sinterlenen ve yoğunlukları hesaplanan mukavemet çubuklarının mukavemet değerleri ASTM-C/1161-90 standardına uygun şekilde üç nokta-eğme deneyi ile tespit edilmiştir. Bu işlem için Instron 5569

Model Universal Test Cihazına bağı üç nokta eğme deney düzeneği (Şekil 3.4) kullanılmıştır. Ölçüm sırasında üç-nokta eğme deney düzeneğindeki alt çeneler arası mesafe 50 mm ve yükün uygulanma hızı 1 mm/ dakika olarak seçilmiştir.

Numunenin kırıldığı maksimum yük, kırılma yükü olarak alınmış ve numune boyutlarını da içeren şekildeki bilgiler Eşitlik 3.2'te verilen formülde yerine konarak belirli bir sıcaklıktaki mukavemet değeri hesaplanmıştır.

Her bir sinterleme sıcaklığı için 6 adet numune kırılmış ve bu değerlerin ortalaması o şartlar için eğme mukavemet değeri olarak kaydedilmiştir. Mukavemet deneyi sonucunda kırılan çubuğun tipik hali Şekil 3.5'te verilmektedir.

$$\sigma_{\max} = \frac{3.P.L}{2.h^2.d} \quad (3.2)$$

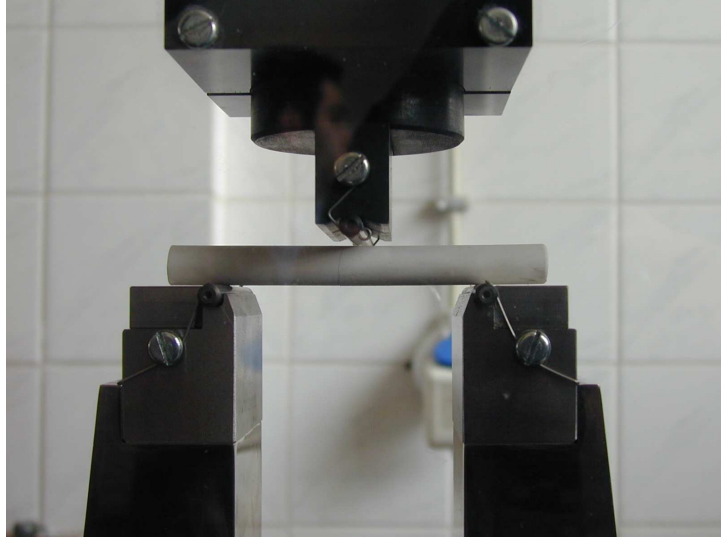
$\sigma_{\max}$ =Maksimum kırılma mukavemeti (MPa)

F= Kırılma noktasındaki maksimum yük (kg)

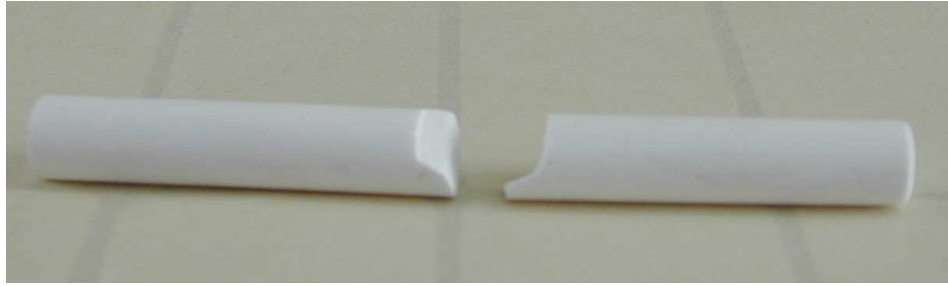
L= Alt çeneler arası mesafe (mm)

d= Çubuk genişliği (mm)

h= Çubuk kalınlığı (mm)



Şekil 3.4. Üç Nokta Eğme düzeneği

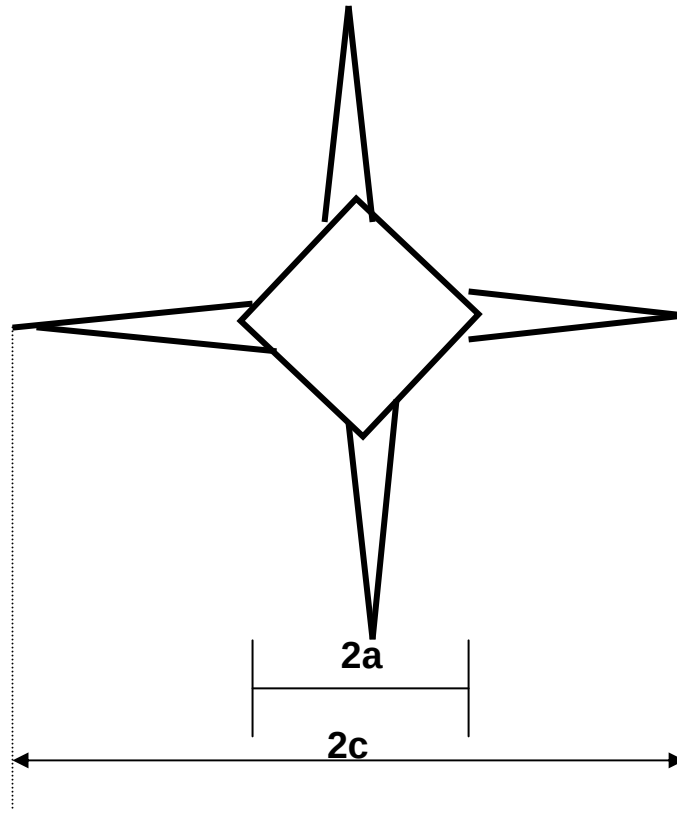


Şekil 3.5. Mukavemet testi sonrası kırılmış tipik bir çubuk numunesi.

3.8. Mikro Sertlik ve Çatlak Uzunluğu Ölçümü

Mikro sertlik ölçümü için numuneler özel parlatma işlemine tabi tutulmuşlardır. Numuneler önce döner elmas diskli kesicide 100 dev/dak. Hızda, 1-2 cm boyunda kesilmiştir. Daha sonra kesilen parçalar kendinden sertleşen epoksi kit yardımı ile bakalite alınmıştır. Bakalit içerisine alınan numuneler önce SiC aşındırıcılar (No: 500#, 800#, 1200#) yardımıyla yüzeyi kabaca aşındırılmıştır, daha sonra 6 μ m, 3 μ m ve 1 μ m elmas pasta ile parlatılarak yüzey düzgünlüğü tamamen sağlanmıştır. Bu hazırlama işlemlerinden geçirilerek parlatılan seramik numuneler mikro sertlik ölçümü için hazır hale getirilmişlerdir.

Parlatılan seramik numunelerin mikro sertlik değerleri Vickers darbeleme yöntemiyle Instron Series 2000 cihazı kullanılarak tespit edilmiştir. Ölçme esnasında piramit uç tarafından numuneye 1000 gf (9,8 N) uygulanmıştır. Uygulanan yük neticesinde numune üzerinde oluşan izi ve etrafında oluşan çatlağın boyutları ölçülmüştür, cihazın bağlı olduğu bilgisayardaki program yardımıyla numunelerin sertlik değerleri hesaplanmıştır. Her bir numuneden 10 adet ölçüm yapılmıştır, elde edilen değerlerin ortalaması alınarak sertlik değerleri tespit edilmiştir.



Şekil.3.6. Vickers mikro sertlik testi için darbeleme izi

$$H_v = 1,8544 \left(\frac{P}{(2a)^2} \right) \quad (3.3)$$

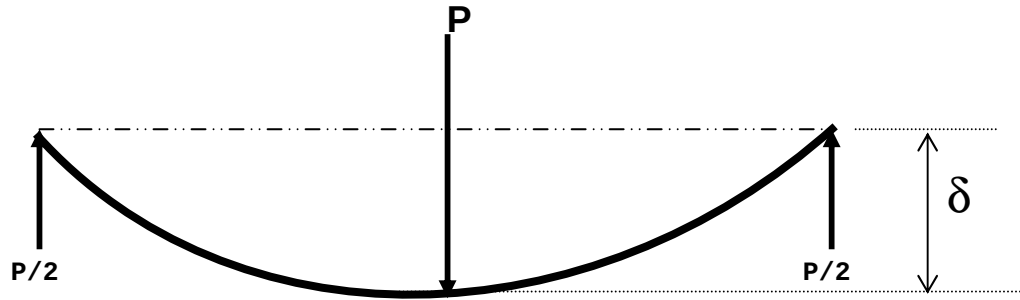
H_v = Sertlik

P = Uygulanan yük

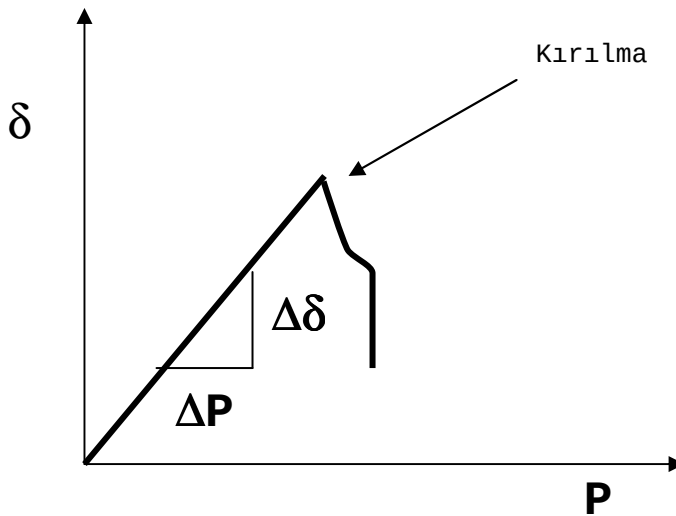
a = darbe izi yarı diagonal uzunluğu

3.9. Üç-Nokta Eğme Deneyi ile Young Modülü Tayini

Tokluk değerleri; mikro sertlik değerleri kullanılarak hesaplanacaksa, malzemenin young modülü bilinmesi gereklidir, bu nedenle üretilen seramik çubukların elastik modülünün tespit edilebilmesi amacıyla üç nokta eğilme testi yapılmıştır. Bu test için Instron 5569 Universal test cihazına bağlı üç nokta eğilme düzeneği ve RDP Transducer Indicator E25 modülü kullanılmıştır. Test esnasında mesnetler arası mesafe 50 mm ve uygulanan yükün hızı 1 mm/dk. olarak uygulanmıştır. Numunelere uygulanan yük neticesinde elde edilen sonuçlar aşağıdaki denklemler kullanılarak her bir numune gurubunun young modülleri tespit edilmiştir.



Şekil 3.7. Yük altında bir kirişin eğilmesi



Şekil.3.8. Seramikler için eğilme – yük ilişkisi grafiği

$$m = \frac{\Delta \delta}{\Delta P} \quad (3.4)$$

$$\delta = \frac{P \cdot L^3}{48 E \cdot I} \quad (3.5)$$

İki eşitlik (3.4 ve 3.5) birleştirilip E yalnız bırakılırsa eşitlik şu hale dönüşür;

$$E = \frac{L^3}{48 \cdot m \cdot I} \quad (3.6)$$

$$I = \frac{h^3 \cdot d}{12} \quad (\text{kenar uzunlukları, } h \text{ ve } d \text{ olan dikdörtgen kesitli parçalar için})$$

m= Eğim

δ = Sehim (mm)

P= Uygulanılan yük (N)

L= Alt çeneler arası mesafe (mm)

E= Young modülü (GPa)

I = Atalet momenti (mm⁴)

h= Numune yüksekliği (kalınlığı) (mm)

d= Numunenin genişliği (mm)

3.10. X-Işınları Difraktometresi İle Karakterizasyon

Sinterleme sırasında porselen bünyelerin mikroyapısında gelişen kristal fazlarının tespiti x-ışını kırınım indeksi metodu ile gerçekleştirilmiştir.

X-ışını kırınım indeksi metodu; herhangi bir numunedeki mevcut kristal fazların belirlenmesinde en güçlü ve en sıklıkla kullanılan tekniklerden biridir. Herhangi kristal olan bir madde bir x-ışını kaynağı tarafından radyasyona tabi tutulduğunda karakteristik bir kırınım indeksi üretir. Bu durum maddenin saf kristal halde veya farklı maddelerin karışımından meydana gelmiş bir bileşen olmasından bağımsızdır. Dolayısıyla ne olduğu bilinmeyen herhangi bir maddeden elde edilen kırınım indeksi deseni bu malzemenin ne olduğunun belirlenmesi için kullanılabilir. Bu teknik Alexander ve Klug [1948] tarafından geliştirilmiştir.

Herhangi bir kırınım indeksi deseni; farklı açılarda (2θ) açığa çıkmış bir seri çizgiler ve bu çizgilere karşılık gelen şiddet değerleriyle belirginleşmiştir. Kırınım indeksi deseninde açığa çıkan çizgilerin açısal pozisyonları kullanılan x-ışını kaynağının dalga boyuna bağlıdır. Alternatif olarak kristal düzlemleri (d değerleri) arasındaki mesafeler şeklinde düşünmekte mümkündür. θ , d , ve λ arasındaki mevcut ilişki Bragg eşitliği olarak bilinir ve aşağıda Eşitlik 3.7’te gösterildiği gibidir.

$$n\lambda = 2.d.\sin \theta \quad (3.7)$$

λ : numune üzerine düşen x-ışını dalga boyu

d : kristal kafesindeki düzlemler arası mesafe

θ : gelen x-ışını açısı veya numune yüzeyine yansıyan x-ışını açısı

n : yansımanın derecesi (sadece birinci dereceden yansımalar düşünülecek)

Bu çalışma sırasında x-ışını kırınım indeks analizleri Gebze Yüksek Teknoloji Enstitüsü, Malzeme Bilimi ve Mühendisliği Araştırma laboratuvarlarında mevcut olan grafit monokromatorlu Rigaku 2000 gonyometresi kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Burada tüp voltajı 40 kV ve akımı 40 mA olacak şekilde ayarlanarak $\text{Cu}_{K\alpha}$ monokromatik radyasyonu kullanılarak numune analizleri gerçekleştirilmiştir. Analiz edilecek ısıtılmış seramik numuneleri kuvarz havanda kırılarak toz haline getirildikten

sonra X-ışını cihazı için özel numune tutucu üzerine yerleştirilmiştir. Numune tutucu cihaza dikey konumda yerleştirildiğinden dolayı, kırılarak öğütülen numunelerin un şeklinde toz haline getirilmesi gerekmektedir. Daha sonra bu tozlar bir mikroskop camı ile üzerinden bastırılarak numune tutucudan düşmeyecek şekilde sıkıştırılmışlardır. Numuneler 2°/dakika tarama hızı ve 0,01 tarama kademesinde 10 ila 70 (2θ) arasında taramaya tabi tutulmuşlardır. Bir bakır K-alfa x-ışını kaynağından ($\text{Cu}_{K\alpha}=1,54050 \text{ \AA}$) üretilen x-ışını demeti numune tarafından kırınımına uğratılmıştır. Numunenin her bir 2θ için 1° dönmesiyle birlikte herhangi bir 2θ açısında ölçülen kırınım uğramış ışınların şiddeti, kırınım desenlerinin elde edilmesini sağlamıştır. Karakteristik bir kırınım indeks deseni farklı açısal pozisyonlarda ve farklı şiddetlerdeki pikleri içeren bir grafik şeklinde elde edilir.

Farklı açı ve şiddetlerde açığa çıkan piklere karşılık gelen kristal kafesi düzlemler arası mesafe değeri söz konusu kristale ait standart (J.C.P.D.S. Joint Community for Powder Diffraction Standards) değerler ile karşılaştırılarak mikroyapıda gelişmiş mevcut kristal fazların belirlenmesi gerçekleştirilmiştir.

3.11. Taramalı Elektron Mikroskobu İle Mikro Yapı Tayini

Sinterlenen seramikler Elektron Mikroskobundan görüntü alınabilmesi için özel bir hazırlama işleminden geçirilmişlerdir. Numuneler önce döner elmas diskli kesicide 100 dev/dak. Hızda, 1-2 cm boyunda kesilmiştir. Daha sonra kesilen parçalar kendinden sertleşen epoksi kit yardımı ile bakalite alınmıştır. Bakalit içerisine alınan numuneler önce SiC aşındırıcılar (No: 500#, 800#, 1200#) yardımıyla yüzeyi kabaca aşındırılmıştır, daha sonra 6 μm , 3 μm ve 1 μm elmas pasta ile parlatılarak yüzey düzgünlüğü tamamen sağlanmıştır. Parlatılan numuneler içindeki fazların tam olarak görülebilmesi için % 5 HF asit çözeltisi içerisinde 3 dakika kimyasal dağlamıştır. SEM

alışması sırasında elektron demetinin yüzeyde yüklenmemesi için, yüzey iletkenliğini sağlamak amacıyla altın ile kaplanmıştır.

Mikro yapısal analizler Philips XL 30 SFEG marka taramalı elektron mikroskobu kullanılarak yapıldı. Bunula birlikte nokta ve ekran kalitatif analizleri SEM'e baėlı EDX (enerji saçınımı X-ışınları) cihazıyla yapılmıştır.

4. DENEYSEL BULGULAR

4.1. Giriş

Bu bölümde, yeni geliştirilen anortit bazlı beyaz vitrifiye seramiğinin mekanik davranışını ortaya koyabilmek için 3. bölümde detaylı olarak tanımlanan deney metotlarıyla yapılan ölçümlerden elde edilen sonuçlar ve bu sonuçlar hakkındaki yorumlara yer verilecektir.

Bu çalışmada, anortit bazlı beyaz vitrifiye seramik test numuneleri geleneksel seramiklerin şekillendirilmesinde en yaygın olarak kullanılan asıltı döküm tekniği ile şekillendirilmişlerdir. Asıltı döküm metodunda, hazırlanan asıltıların içerdikleri katı / sıvı oranları ürün eldesin de döküm tekniğinin başarılı olmasında etkin rol oynadıkları gibi nihai ürünün davranış özelliklerinde de etkin rol alabilmektedir. Anortit bazlı beyaz vitrifiye seramiğinin mekanik davranışının asıltı döküm tekniği proses değişkenlerine bağlı olarak değişip değişmediği ilişkisini ortaya koyabilmek için de test numuneleri; hacimsel olarak farklı katı oranlarında hazırlanan asıltılardan döküm yolu ile elde edilmişlerdir. Ayrıca mekanik özellikleri pozitif yönde etkileyen en ideal yoğunluk kazanım davranışının eldesi için de test numuneleri farklı sıcaklıklarda sinterlenmişlerdir.

Dolayısıyla bu bölümde elde edilen sonuçlar;

- Test numunelerin hazırlandıkları asıltıların katı içeriklerine göre
- Sinterleme sıcaklığına bağlı olarak

Değerlendirilecektir.

4.2. Yoğunluk Kazanımı Sonuçları

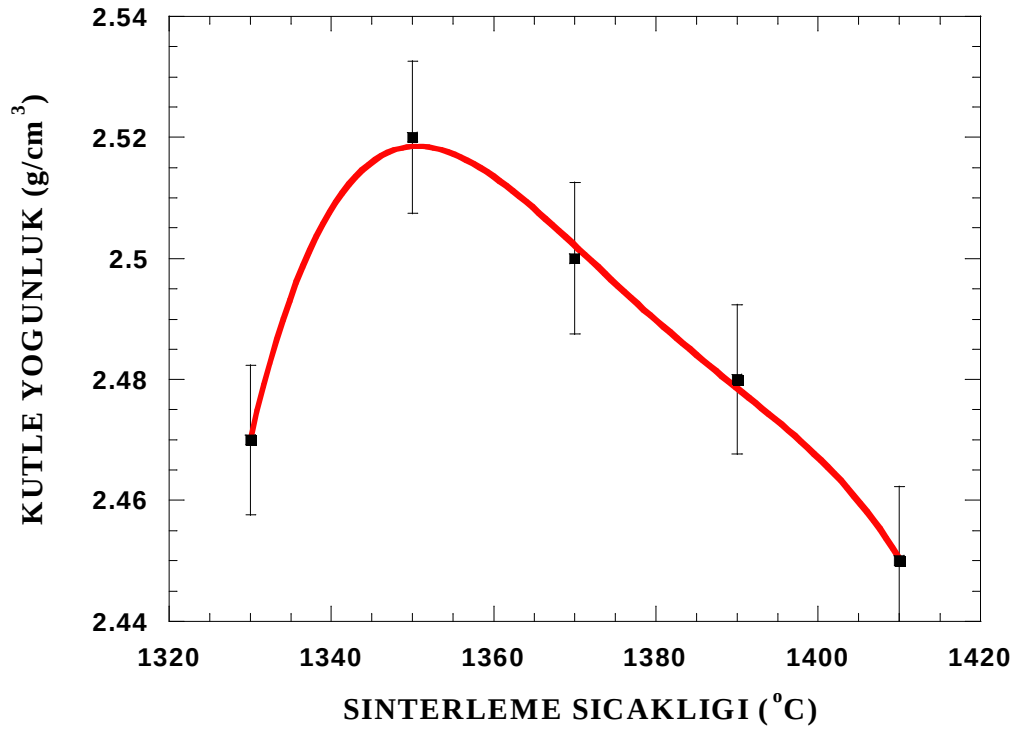
Farklı sinterleme sıcaklıklarına bağlı olarak yığinsal yoğunluk kazanım değerleri tablo 4.1 ve şekil 4.1 de verilmiştir. Buradan çıkan sonuç yoğunluğun 1350 °C de en yüksek değere ulaşması ve bu sıcaklık değerinden sonra yoğunluğun tekrar azalmasıdır. Bu davranış sinterleme esnasında kapalı porlarda bulunan gazların genleşmesi ve yapı içerisindeki (eğer varsa) Fe_2O_3 ün indirgenmesi ($\text{Fe}^{+3} \rightarrow \text{Fe}^{+2}$) sonucu açığa çıkan oksijenden kaynaklanır. Maksimum yoğunluğa ulaştıktan sonra yoğunluğun tekrar azalması bloating (şişme) olarak adlandırılır ve bu davranış sinterlenmiş seramik ürünün özelliklerinin olumsuz şekilde etkilenmesine neden olur. Katı içeriği yüzdesine göre kütle yoğunluk değerleri şekil Tablo4.2 ve şekil 4.2 de verilmiştir. Bu sonuçlara göre katı içeriği miktarı arttıkça yoğunlukta artmaktadır, bu artış değeri %45 katı içeriğinden sonra tekrar azalmaktadır, bunun nedeni asıltı içerisindeki katı oranının artmasıyla ideal döküm şartlarının kaybolmasıdır. Şekil 4.3 te farklı katı içeriklerinde sinterlenen seramiklere ait SEM görüntüleri verilmiştir, bu görüntüler katı içeriğine bağlı olarak por miktarı ve boyutu hakkında fikir vermektedir. Katı miktarının artışıyla por miktarı azalmakta ve por boyutları küçülmektedir.

Tablo.4.1. %45 katı içeriğinde hazırlanan numunelerin kütle yoğunluk değerlerinin sinterleme sıcaklığına bağlı olarak değişimi.

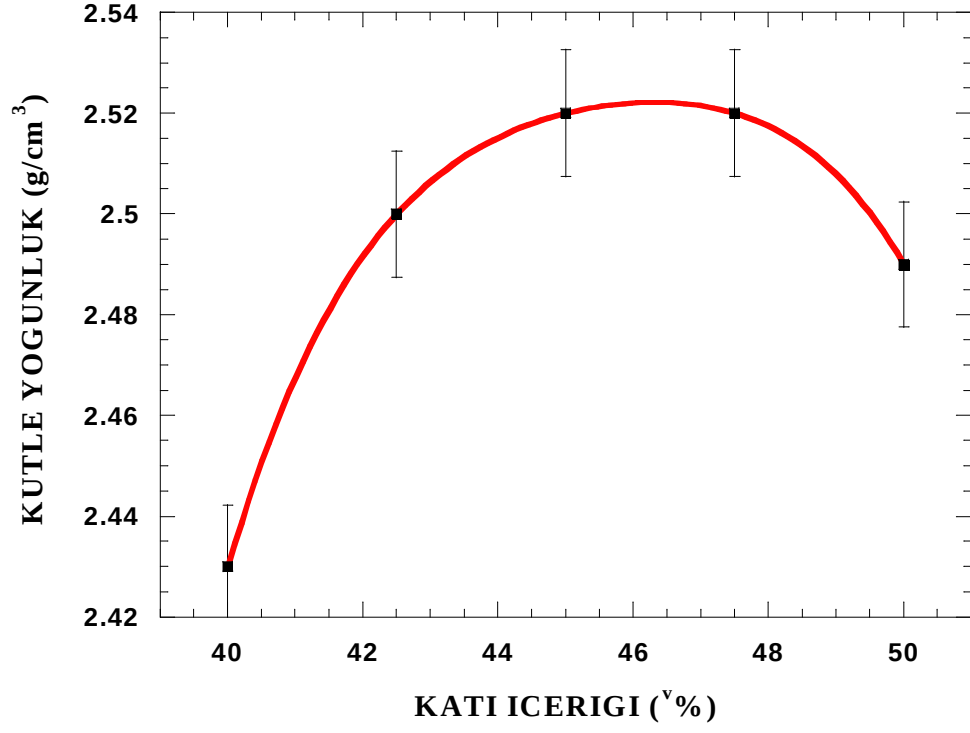
Sinterleme Sıcaklığı (°C)	Kütlesel Yoğunluk (g/cm ³)
1330	2.47 ± 0.006
1350	2.52 ± 0.005
1370	2.50 ± 0.010
1390	2,48 ± 0.012
1410	2,45 ± 0.010

Tablo 4.2. Farklı katı içeriklerinde hazırlanan numunelerin 1350°C’de sinterlendikten sonraki kütle yoğunluk değerleri.

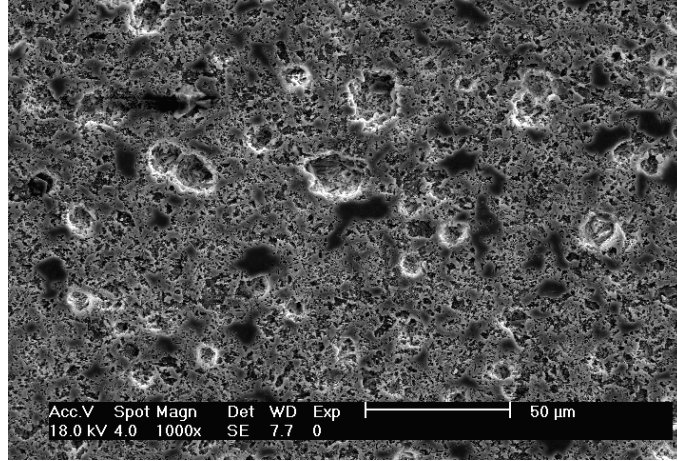
Katı İçeriği ($\%$)	Kütleselel Yoğunluk (g/cm^3)
40	2.43 ± 0.010
42,5	2.50 ± 0.011
45	2.52 ± 0.005
47,5	$2,52 \pm 0.005$
50	$2,49 \pm 0.005$



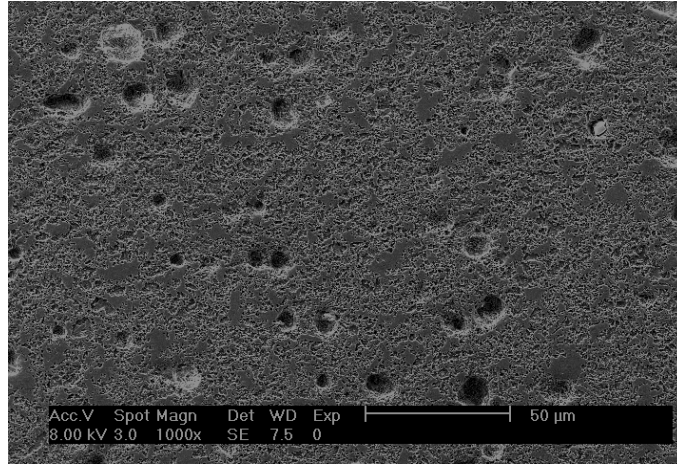
Şekil.4.1. %45 katı içeriğinde hazırlanan numunelerin kütle yoğunluk değerlerinin sinterleme sıcaklığına bağlı olarak değişimi.



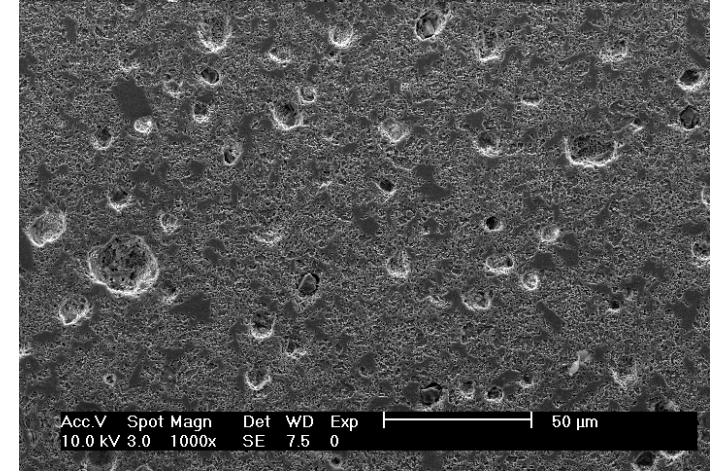
Şekil.4.2. Farklı katı içeriklerinde hazırlanan numunelerin 1350°C'de sinterlendikten sonraki kütle yoğunluk değerlerinin katı içeriğine bağlı olarak değişimi.



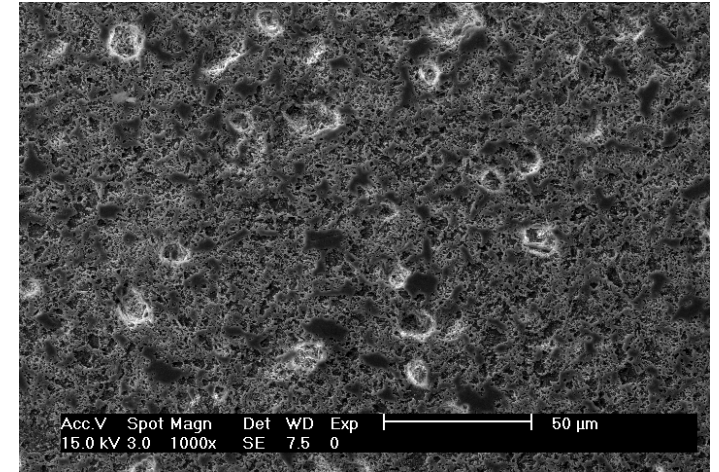
%40 KATI



%45 KATI İÇERİĞİ



% 42.5 KATI İÇERİĞİ



% 47.5 KATI İÇERİĞİ

Şekil 4.3 Farklı katı içeriklerine sahip asıtlardan üretilmiş seramiklere ait SEM görüntüleri

4.3. Eğilme Mukavemeti Ölçüm Sonuçları

Bu çalışmanın konusu olan yeni geliştirilen anortit bazlı porselenin proseste yapılan değişikliklere bağlı olarak mekanik özelliklerinin nasıl değiştiğinin tespit edilmesi için farklı şartlarda hazırlanan bünyeler üzerinden eğilme mukavemeti değerleri tespit edilmiştir. Değişik katı içeriklerinde asıltı yöntemiyle şekillendirilen bünyeler 1330-1410°C sıcaklık aralıklarında sinterlenmiştir. Sinterlenen seramik çubuk numunelerin eğilme mukavemeti değerleri Şekil 4.4 – 4.5’de verilmiştir.

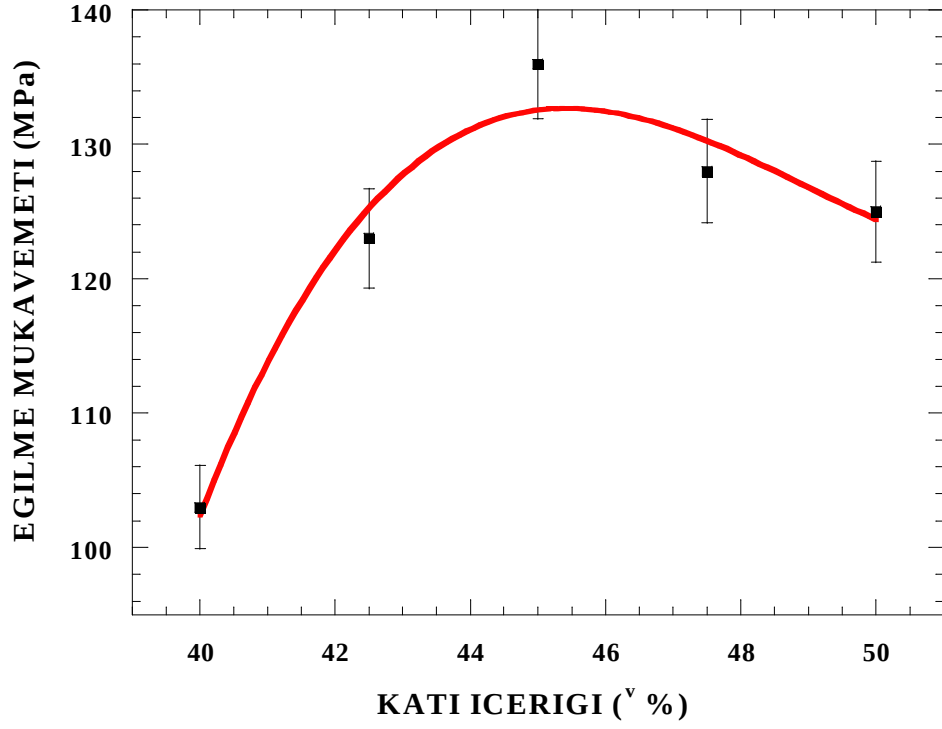
Şekil 4.4 farklı katı içeriklerine sahip asıltılardan elde edilen seramik çubukların 1350°C de sinterleme sıcaklığındaki eğilme mukavemeti davranışını göstermektedir. Katı içeriği arttıkça erişilen mukavemet düzeyi önce artmıştır daha sonra ise azalmıştır. En yüksek mukavemet değeri % 45 katı içeriğine sahip seramik çubuklardan elde edilmiştir. Eğilme mukavemeti değeri %47,5 ve % 50 katı içeriğine sahip seramik çubuklarda düşme eğilimi göstermektedir. Mukavemetteki bu değişimin sebebi malzemenin yoğunluğundaki değişimdir, Şekil 4.5 % 45 katı içeriğine sahip seramik çubukların 1330-1410°C sinterleme sıcaklık aralıklarındaki eğilme mukavemeti değerlerini göstermektedir. En yüksek mukavemet değeri 1350°C de elde edilmiştir, sıcaklığın artışıyla birlikte mukavemet değerleri düşme eğilimi göstermektedir, bu değişimin sebebi bloating denilen malzemedeki kapalı porlar içerisinde bulunan gazların genişerek yoğunluğu artırmasıdır. Yoğunluk artışıyla birlikte malzemenin birim hacminde gerilmeye maruz kalan kütle artmakta, dolayısıyla malzemenin taşıyabileceği yükte artmaktadır.

Tablo.4.3. %45 katı içeriğinde hazırlanan numunelerin değerlerinin sıcaklığa bağlı olarak eğilme mukavemeti değerleri.

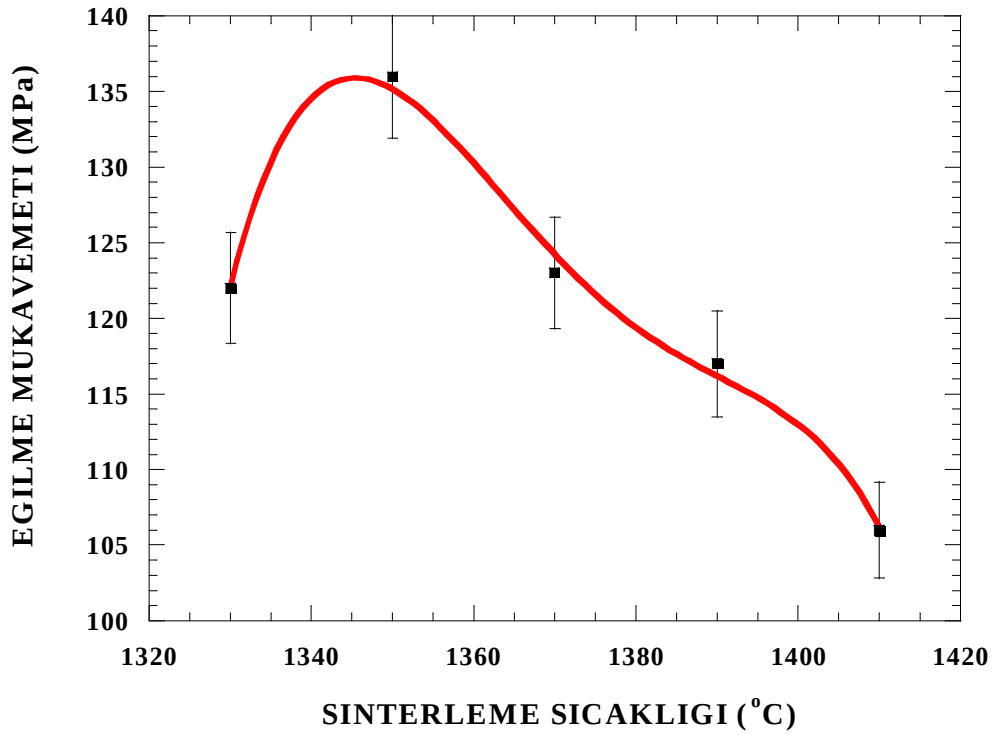
Sinterleme Sıcaklığı (°C)	Eğilme Mukavemeti (MPa)
1330	122 ± 8.25
1350	136 ± 10.47
1370	123 ± 18.27
1390	117 ± 12.39
1410	106 ± 13.25

Tablo.4.4. Farklı katı içeriklerinde hazırlanan numunelerin 1350°C'de sinterlendikten sonraki eğilme mukavemeti değerleri.

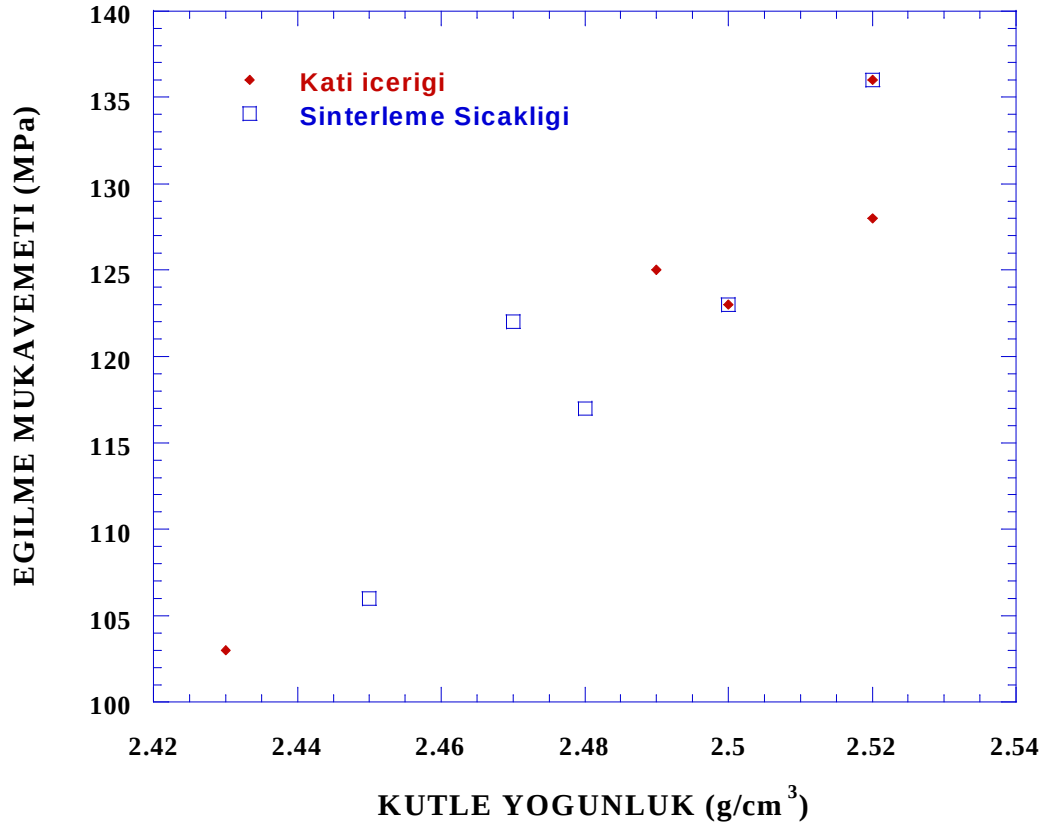
Katı İçeriği (v%)	Eğilme Mukavemeti (MPa)
40	103 ± 9.75
42,5	123 ± 15.5
45	136 ± 10.47
47,5	128 ± 6.90
50	125 ± 10.73



Şekil.4.4. Farklı katı içeriklerinde hazırlanan numunelerin 1350°C'de sinterlendikten sonraki eğilme mukavemet davranışı.



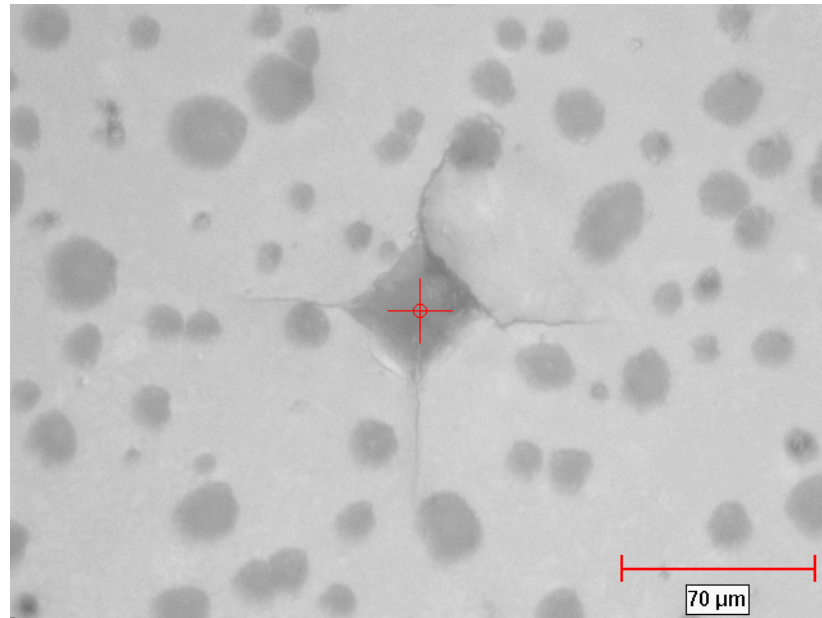
Şekil.4.5. %45 katı içeriğinde hazırlanan numunelerin eğilme mukavemet değerlerinin sıcaklığa bağlı olarak değişimi.



Şekil.4.6. Farklı katı içeriklerinde ve farklı sıcaklıklarda sinterlenen numunelerin eğilme mukavemet değerlerinin kütleli yoğunluğa bağlı olarak değişimi.

4.4. Mikro Sertlik Ölçüm Değerleri

Mikro sertlik değerlerinin ölçülmesi için 9,8 N yük uygulanarak vickers darbeleme cihazı kullanılmıştır. Çatlak ölçümü cihaza bağlı bilgisayar yardımıyla yapılmıştır. Uygulanan yük neticesinde numune üzerinde oluşan izi ve etrafında oluşan çatlakların boyutları ölçülmüştür, cihazın bağlı olduğu bilgisayardaki program yardımıyla numunelerin mikro sertlik değerleri hesaplanmıştır. Aşağıdaki tablolarda uygulanan yük neticesinde oluşan darbe izi diyagonal uzunluğu ve oluşan çatlak uzunluğu değerleri her bir gurup için ayrı ayrı verilmiştir.



Şekil 4.7 Vickers testi sonucu oluşan darbe izi ve çatlak görüntüsü.

Tablo 4.5 1330°C - % 45 katı içerikli numuneden alınan ölçüm değerleri

Ölçüm No	d ₁ μm	d ₂ μm	a μm	c μm	P N	H _v GPa
1	53,40	51,40	26,20	55,55	9,8	6,75
2	53,90	52,20	26,53	50,00	9,8	6,59
3	52,60	53,40	26,50	50,45	9,8	6,60
4	54,50	52,80	26,83	49,90	9,8	6,44
5	52,30	54,00	26,58	52,15	9,8	6,56
6	52,30	51,40	25,93	53,28	9,8	6,90
7	53,50	52,60	26,53	44,05	9,8	6,59
8	53,00	52,00	26,25	52,28	9,8	6,73
9	53,00	52,00	26,25	51,15	9,8	6,73
10	54,50	51,40	26,48	47,80	9,8	6,61

Tablo 4.6 1370°C - % 45 katı içerikli numuneden alınan ölçüm değerleri

Ölçüm No	d ₁ μm	d ₂ μm	a μm	c μm	P N	H _v GPa
1	51,60	52,00	25,90	51,73	9,8	6,91
2	52,20	56,50	27,18	58,65	9,8	6,28
3	56,80	56,50	28,33	48,43	9,8	5,78
4	50,40	51,80	25,55	46,90	9,8	7,10
5	52,30	53,90	26,55	52,88	9,8	6,58
6	51,40	55,50	26,73	49,35	9,8	6,49
7	53,20	53,60	26,70	46,38	9,8	6,50
8	55,30	46,70	25,50	48,05	9,8	7,13
9	53,80	53,00	26,70	51,35	9,8	6,50
10	52,60	52,40	26,25	45,70	9,8	6,73

Tablo 4.7 1350°C - % 40 katı içerikli numuneden alınan ölçüm değerleri

Ölçüm No	d ₁ μm	d ₂ μm	a μm	c μm	P N	H _v GPa
1	51,00	48,90	24,98	62,13	9,8	7,43
2	54,90	53,80	27,18	51,18	9,8	6,28
3	53,90	55,90	27,45	55,05	9,8	6,15
4	51,00	49,80	25,20	46,73	9,8	7,30
5	52,00	50,80	25,70	48,48	9,8	7,02
6	51,80	55,50	26,83	53,50	9,8	6,44
7	54,10	52,60	26,68	50,13	9,8	6,52
8	52,00	53,90	26,48	49,75	9,8	6,61
9	55,00	56,40	27,85	50,15	9,8	5,98
10	57,70	54,30	28,00	52,33	9,8	5,91

Tablo 4.8 1350°C - % 42,5 katı içerikli numuneden alınan ölçüm değerleri

Ölçüm No	d ₁ μm	d ₂ μm	a μm	c μm	P N	H _v GPa
1	52,60	51,00	25,90	49,35	9,8	6,91
2	53,30	54,30	26,90	47,60	9,8	6,41
3	52,30	51,60	25,98	48,68	9,8	6,87
4	54,90	53,20	27,03	49,60	9,8	6,35
5	51,20	50,20	25,35	47,05	9,8	7,21
6	50,20	50,60	25,20	47,55	9,8	7,30
7	52,60	52,20	26,20	49,78	9,8	6,75
8	54,50	53,60	27,03	49,03	9,8	6,35
9	50,80	51,30	25,53	47,33	9,8	7,12
10	53,20	54,50	26,93	48,00	9,8	6,39

Tablo 4.9 1350°C - % 45 katı içerikli numuneden alınan ölçüm değerleri

Ölçüm No	d ₁ μm	d ₂ μm	a μm	c μm	P N	H _v GPa
1	54,70	53,40	27,03	52,33	9,8	6,35
2	52,60	53,00	26,40	51,95	9,8	6,65
3	55,90	54,10	27,50	52,00	9,8	6,13
4	53,80	55,30	27,28	46,45	9,8	6,23
5	51,80	51,20	25,75	47,25	9,8	6,99
6	53,40	52,00	26,35	46,40	9,8	6,68
7	53,60	54,70	27,08	50,73	9,8	6,32
8	55,30	55,90	27,80	51,13	9,8	6,00
9	51,40	51,60	25,75	43,75	9,8	6,99
10	52,40	51,60	26,00	51,13	9,8	6,86

Tablo 4.10 1350°C - % 47,5 katı içerikli numuneden alınan ölçüm değerleri

Ölçüm No	d ₁ μm	d ₂ μm	a μm	c μm	P N	H _v GPa
1	53,00	52,40	26,35	50,45	9,8	6,68
2	52,60	53,40	26,50	46,88	9,8	6,60
3	52,00	53,00	26,25	47,83	9,8	6,73
4	52,40	53,80	26,55	50,13	9,8	6,58
5	51,40	53,00	26,10	45,43	9,8	6,81
6	53,40	54,70	27,03	50,63	9,8	6,35
7	52,20	53,90	26,53	47,45	9,8	6,59
8	50,60	52,80	25,85	49,45	9,8	6,94
9	51,40	52,20	25,90	46,75	9,8	6,91
10	51,60	52,00	25,90	50,28	9,8	6,91

Tablo.4.11.Farklı katı içeriklerine sahip 1350°C'de sinterlenen numunelerin mikro sertlik değerleri.

Katı İçeriği (%)	Mikrosertlik Hv (GPa)
40	6,56 ± 0,53
42,5	6,77 ± 0,37
45	6,52 ± 0,36
47,5	6,71 ± 0,19

Tablo.4.12. Farklı katı içeriklerine sahip 1350°C’de sinterlenen numunelerin mikro sertlik değerleri.

Sinterleme Sıcaklığı (°C)	Mikrosertlik Hv (GPa)
1330	6,65 ± 0,13
1350	6,52 ± 0,36
1370	6,60 ± 0,40

4.5 Elastik Modülü Ölçüm Sonuçları

Daha önceki aşamalarda yoğunluk ve eğilme mukavemeti analizlerinden elde edilen veriler doğrultusunda 1330°C, 1350 °C ve 1370 °C sinterleme sıcaklığı ve % 40, %42,5, %45 ve % 47,5 katı içeriğine sahip asıltılardan üretilen seramik numunelerin elastik modülleri tespit edilmiştir.

Şekil 4.8 farklı katı içeriklerine sahip asıltılardan elde edilen seramik çubukların 1350°C de sinterleme sıcaklığındaki elastik modüldeki değişimi göstermektedir. Katı içeriği arttıkça elastik modül önce artmıştır daha sonra ise azalmıştır. En yüksek elastik modül değeri % 45 katı içeriğine sahip seramik çubuklardan elde edilmiştir. Elastik modül değeri %47,5 katı içeriğine sahip seramik çubuklarda düşme eğilimi göstermektedir. Elastik modüldeki bu değişimin sebebi malzemenin yoğunluğundaki değişimdir, Şekil 4.9 % 45 katı içeriğine sahip seramik çubukların 1330-1370°C sinterleme sıcaklık aralıklarındaki elastik modül değerlerini göstermektedir. En yüksek elastik modül değeri 1350°C de elde edilmiştir, 1350°C den sonraki sıcaklıklarda sıcaklığın artışıyla birlikte elastik modül değerinde düşme eğilimi göstermektedir, bu değişimin sebebi bloating denilen malzemedeki kapalı porlar içerisinde bulunan gazların genişerek yoğunluğu düşürmesidir. Yoğunluk artışıyla birlikte malzemenin sıklığı artmakta dolayısıyla malzemenin esneklik kabiliyeti de artmaktadır.

Aşağıdaki tablolarda elastik modül ölçümüne ait datalar verilmektedir bu datalar transducere dan elde edilen veriler doğrultusunda hazırlanmıştır. Transducer ve Üç nokta eğilme cihazının verdiği deplasman değerleri arasında %2,5 lik bir sapma gözlenmiştir, ayrıca dikkatli yapılan ölçümler neticesinde mesnetler arası mesafenin 51 mm olduğu tespit edilmiştir, bu değişimde % 6,12 lik bir değişime neden olduğundan, elde edilen datalara %2,5 ve % 6,12 lik düzeltme faktörü uygulanmıştır . Düzeltme faktörleri sonucu elde edilen elastik modül değerleri tablo 4,19 ve 4,20 de verilmiştir.

Tablo.4.13. 1330°C de sinterlenmiş % 45 katı içeriğine sahip numunelerin elastik modül ölçüm değerleri

	b (mm)	h (mm)	m₁	m₂	E₁ (GPa)	E₂ (GPa)
1. Numune	3,87	4,74	0,0012	0,0012	67,05	67,05
1.Numune	4,74	3,87	0,0017	0,0017	71,01	71,01
2.Numune	5,27	5,63	0,0005	0,0005	70,53	70,53
2.Numune	5,63	5,27	0,0006	0,0006	67,07	67,07

Tablo.4.14. 1370°C de sinterlenmiş % 45 katı içeriğine sahip numunelerin elastik modül ölçüm değerleri

	b (mm)	h (mm)	m₁	m₂	E₁ (GPa)	E₂ (GPa)
1. Numune	3,92	4,39	0,0014	0,0014	71,42	71,42
1.Numune	4,39	3,92	0,0017	0,0017	73,77	73,77
2.Numune	5,08	5,21	0,0006	0,0006	76,93	76,93
2.Numune	5,21	5,08	0,0008	0,0008	60,69	60,69

Tablo.4.15. 1350°C de sinterlenmiş % 40 katı içeriğine sahip numunelerin elastik modül ölçüm değerleri

	b (mm)	h (mm)	m₁	m₂	E₁ (GPa)	E₂ (GPa)
1. Numune	4,63	5,09	0,0008	0,0008	67,89	67,89
1.Numune	5,09	4,63	0,0009	0,0009	72,94	72,94
2.Numune	4,70	5,15	0,0008	0,0008	64,57	64,57
2.Numune	5,15	4,70	0,0009	0,0008	68,91	68,91

Tablo.4.16. 1350°C de sinterlenmiş % 42,5 katı içeriğine sahip numunelerin elastik modül ölçüm değerleri

	b (mm)	h (mm)	m₁	m₂	E₁ (GPa)	E₂ (GPa)
1. Numune	5,33	5,50	0,0005	0,0005	74,79	74,79
1.Numune	Numune Kırıldı	Numune Kırıldı	Numune Kırıldı	Numune Kırıldı	Numune Kırıldı	Numune Kırıldı
2.Numune	5,50	5,60	0,0005	0,0005	68,67	68,67
2.Numune	5,60	5,50	0,0005	0,0005	71,79	71,79

Tablo.4.17. 1350°C de sinterlenmiş % 45 katı içeriğine sahip numunelerin elastik modül ölçüm değerleri

	b (mm)	h (mm)	m₁	m₂	E₁ (GPa)	E₂ (GPa)
1. Numune	3,96	4,39	0,0013	0,0013	76,14	76,14
1.Numune	4,39	3,96	0,0017	0,0017	71,56	71,56

Tablo.4.18. 1350°C de sinterlenmiş % 47,5 katı içeriğine sahip numunelerin elastik modül ölçüm değerleri

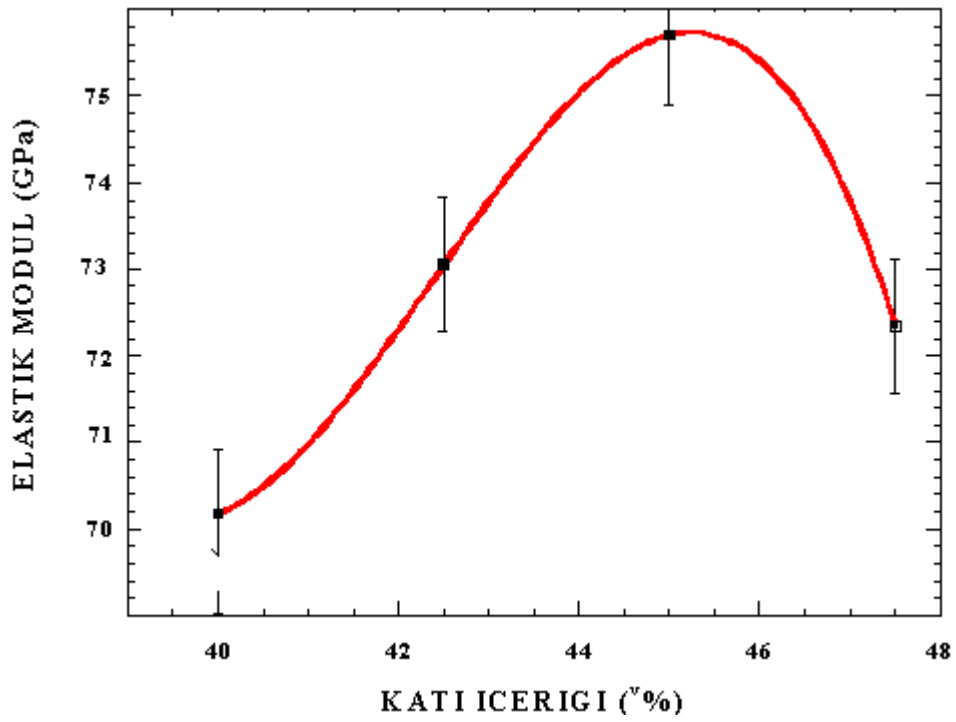
	b (mm)	h (mm)	m₁	m₂	E₁ (GPa)	E₂ (GPa)
1. Numune	4,05	4,39	0,0014	0,0014	69,13	69,13
1.Numune	4,39	4,05	0,0016	0,0016	71,07	71,07
2.Numune	5,20	5,60	0,0005	0,0005	72,63	72,63
2.Numune	5,60	5,20	0,0006	0,0006	70,19	70,19

Tablo.4.19. Farklı katı içeriklerine sahip 1350°C'de sinterlenen numunelerin elastik modül değerleri.

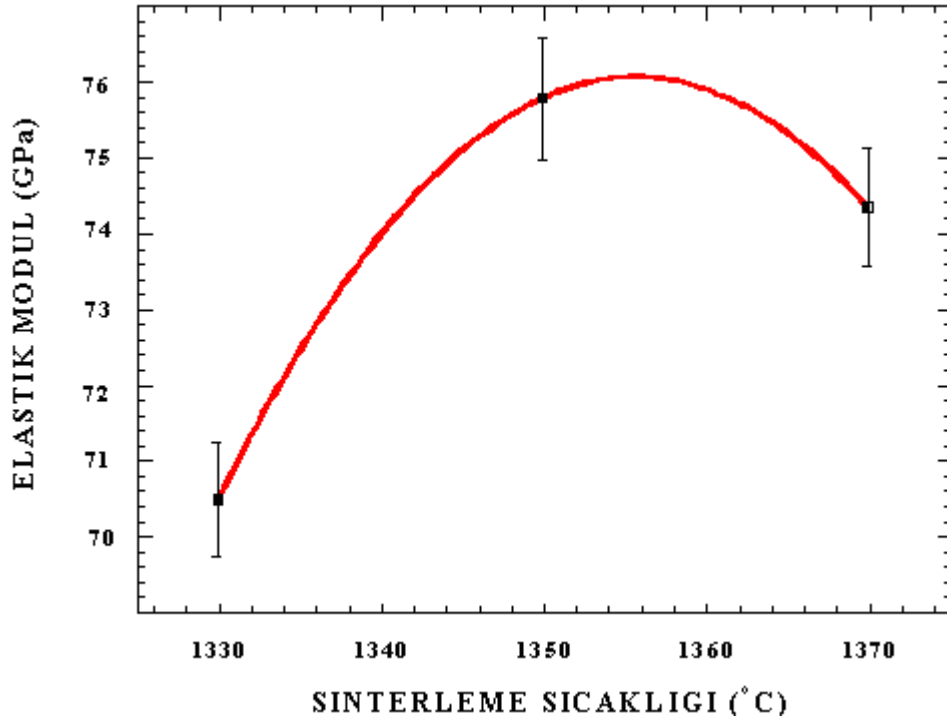
Katı İçeriği (%)	Elastik Modül (GPa)
40	70,44 ± 3,72
42,5	73,16 ± 2,17
45	75,66 ± 3,32
47,5	72,49 ± 1,40

Tablo.4.20. Farklı katı içeriklerine sahip 1350°C’de sinterlenen numunelerin elastik modül değerleri.

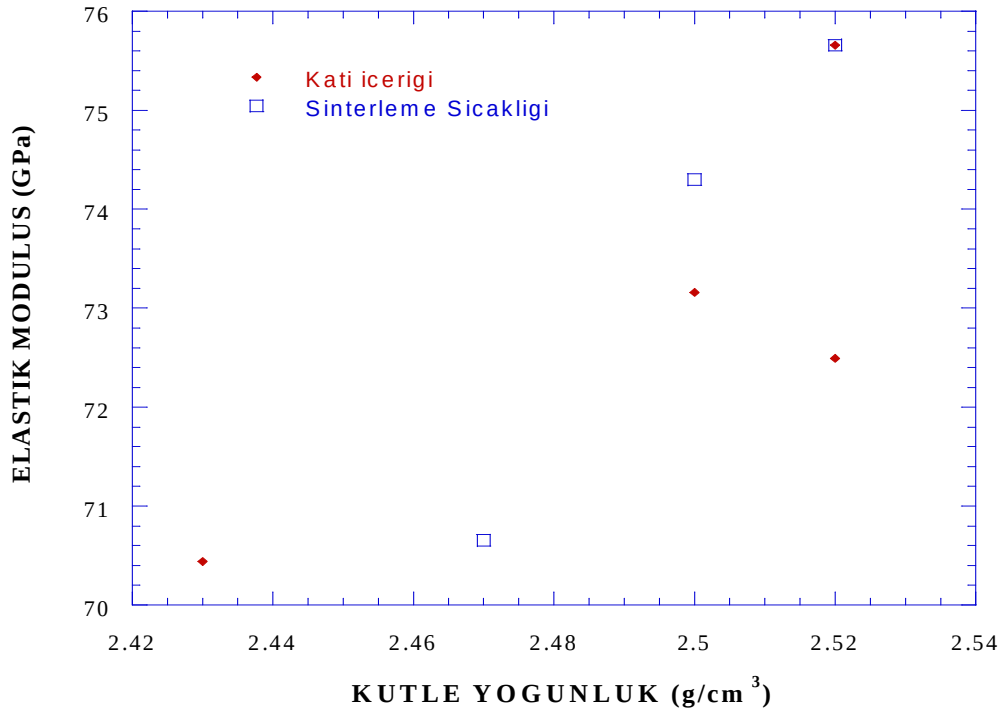
Sinterleme Sıcaklığı (°C)	Elastik Modül (GPa)
1330	70,65 ± 2,04
1350	75,66 ± 3,32
1370	74,30 ± 6,69



Şekil.4.8. Farklı katı içeriklerinde hazırlanan numunelerin 1350°C’de sinterlendikten sonraki elastik modül değerleri.



Şekil.4.9. %45 katı içeriğinde hazırlanan numunelerin elastik modül değerlerinin sıcaklığa bağlı olarak değişimi.



Şekil.4.10. Farklı katı içeriklerinde ve farklı sıcaklıklarda sinterlenen numunelerin elastik modül değerlerinin kütleli yoğunluğa bağlı olarak değişimi.

4.6. Kırılma Tokluğu Değerlerinin Hesaplanması

Kırılma tokluğunun hesaplanmasında 5 farklı model kullanılmıştır. Bu modellere göre kırılma tokluğu değerleri aşağıda sırasıyla verilmektedir. Kırılma tokluğu değerleri de daha önce bahsedilen eğilme mukavemeti ve elastik modül değerleri gibi malzemenin yoğunluk artışı ile orantılı olarak artmakta ve azalmaktadır. Kırılma tokluğunun en yüksek değeri % 45 katı içerikli ve 1350°C de sinterlenen seramik numunelerden elde edilmiştir. Kırılma tokluğu malzeme içerisindeki faz dağılımına ve miktarlarına, poroziteye, yapı içerisindeki çatlaklara bağlı olarak değişim göstermektedir. Yapı içerisinde bu ve benzeri durumların varlığı kırılma tokluğunu olumsuz olarak etkilemektedir. Yapı içerisinde bulunan fazlar homojen olarak bir dağılım gösterirse, oluşan çatlağın ilerlemesi daha güç olur ve kırılma tokluğu buna bağlı olarak artış gösterir.

Yeni geliştirilen anortit bazlı porselen anortit, mullit ve az oranda cam fazı içermektedir, bu durum mekanik özellikler üzerinde olumlu bir etki oluşturmaktadır.

4.6.1. Evans ve Charles Modeline Göre Kırılma Tokluğu Değerlerinin Hesaplanması

Evans ve Charles modeline göre kırılma tokluğu değerlerinin hesaplanması

$$K_{Ic} = 0,0824 P/c^{3/2}$$

Tablo.4.21. 1330°C sinterlenen - % 45 katı içerikli numunenin kırılma tokluğu değerleri

Ölçüm No	c μm	P N	K _{IC} Mpa . m ^{1/2}
1	55,55	9,81	1,95
2	50,00	9,81	2,29
3	50,45	9,81	2,26
4	49,90	9,81	2,29
5	52,15	9,81	2,15
6	53,28	9,81	2,08
7	44,05	9,81	2,76
8	52,28	9,81	2,14
9	51,15	9,81	2,21
10	47,80	9,81	2,45

Tablo.4.22. 1370°C sinterlenen % 45 katı içerikli numunenin kırılma tokluğu değerleri

Ölçüm No	c μm	P N	K _{IC} Mpa . m ^{1/2}
1	51,73	9,81	2,17
2	58,65	9,81	1,80
3	48,43	9,81	2,40
4	46,90	9,81	2,52
5	52,88	9,81	2,10
6	49,35	9,81	2,33
7	46,38	9,81	2,56
8	48,05	9,81	2,43
9	51,35	9,81	2,20
10	45,70	9,81	2,62

Tablo.4.23. 1350°C sinterlenen % 40 katı içerikli numunenin kırılma tokluğu değerleri

Ölçüm No	c μm	P N	K _{IC} Mpa . m ^{1/2}
1	62,13	9,81	1,65
2	51,18	9,81	2,21
3	55,05	9,81	1,98
4	46,73	9,81	2,53
5	48,48	9,81	2,40
6	53,50	9,81	2,07
7	50,13	9,81	2,28
8	49,75	9,81	2,30
9	50,15	9,81	2,28
10	52,33	9,81	2,14

Tablo.4.24. 1350°C sinterlenen % 42.5 katı içerikli numunenin kırılma tokluğu değerleri

Ölçüm No	c μm	P N	K _{IC} Mpa . m ^{1/2}
1	49,35	9,81	2,33
2	47,60	9,81	2,46
3	48,68	9,81	2,38
4	49,60	9,81	2,31
5	47,05	9,81	2,50
6	47,55	9,81	2,47
7	49,78	9,81	2,30
8	49,03	9,81	2,35
9	47,33	9,81	2,48
10	48,00	9,81	2,43

Tablo.4.25. 1350°C sinterlenen % 45 katı içerikli numunenin kırılma tokluğu değerleri

Ölçüm No	c μm	P N	K _{IC} Mpa . m ^{1/2}
1	52,33	9,81	2,14
2	51,95	9,81	2,16
3	52,00	9,81	2,16
4	46,45	9,81	2,55
5	47,25	9,81	2,49
6	46,40	9,81	2,56
7	50,73	9,81	2,24
8	51,13	9,81	2,21
9	43,75	9,81	2,79
10	51,13	9,81	2,21

Tablo.4.26. 1350°C sinterlenen % 47.5 katı içerikli numunenin kırılma tokluğu değerleri

Ölçüm No	c μm	P N	K _{IC} Mpa . m ^{1/2}
1	50,45	9,81	2,26
2	46,88	9,81	2,52
3	47,83	9,81	2,44
4	50,13	9,81	2,28
5	45,43	9,81	2,64
6	50,63	9,81	2,24
7	47,45	9,81	2,47
8	49,45	9,81	2,32
9	46,75	9,81	2,53
10	50,28	9,81	2,27

Tablo.4.27.1350°C de sinterlenmiş numunelerin farklı katı içeriklerinde ortalama kırılma tokluğu değerleri.

Katı İçeriği ($v\%$)	Kırılma tokluğu ($\text{Mpa.m}^{1/2}$)
40	$2.18 \pm 0,24$
42,5	$2.40 \pm 0,08$
45	$2.35 \pm 0,23$
47,5	$2.40 \pm 0,14$

Tablo. 4.28. % 45 katı içeriğinde hazırlanan numunelerin farklı sıcaklıklardaki ortalama kırılma tokluğu değerleri.

Sinterleme Sıcaklığı (°C)	Kırılma tokluğu ($\text{Mpa.m}^{1/2}$)
1330	$2.26 \pm 0,22$
1350	$2.35 \pm 0,23$
1370	$2.31 \pm 0,25$

4.6.2. Blendell Modeline Göre Kırılma Tokluğu Değerlerinin Hesaplanması

Blendell modeline göre kırılma tokluğu değerlerinin hesaplanması;

$$K_{IC} = 0,0303 (H_v a^{1/2}) (E/H_v)^{2/5} \log(8,4a/c)$$

Tablo.4.29. 1330°C de sinterlenmiş % 45 katı içerikli numunenin kırılma tokluğu değerleri

Ölçüm No	a μm	c μm	E GPa	H _v GPa	K _{IC} $\text{Mpa} \cdot \text{m}^{1/2}$
1	26,20	55,55	74,98	6,75	1,60
2	26,53	50,00	74,98	6,59	1,72
3	26,50	50,45	74,98	6,60	1,71
4	26,83	49,90	74,98	6,44	1,73
5	26,58	52,15	74,98	6,56	1,67
6	25,93	53,28	74,98	6,90	1,65
7	26,53	44,05	74,98	6,59	1,87
8	26,25	52,28	74,98	6,73	1,67
9	26,25	51,15	74,98	6,73	1,70
10	26,48	47,80	74,98	6,61	1,78

Tablo.4.30. 1370°C de sinterlenmiş % 45 katı içerikli numunenin kırılma tokluğu değerleri

Ölçüm No	a μm	c μm	E GPa	H _v GPa	K _{IC} Mpa . m ^{1/2}
1	25,90	51,73	78,85	6,91	1,72
2	27,18	58,65	78,85	6,28	1,57
3	28,33	48,43	78,85	5,78	1,79
4	25,55	46,90	78,85	7,10	1,84
5	26,55	52,88	78,85	6,58	1,69
6	26,73	49,35	78,85	6,49	1,77
7	26,70	46,38	78,85	6,50	1,85
8	25,50	48,05	78,85	7,13	1,81
9	26,70	51,35	78,85	6,50	1,73
10	26,25	45,70	78,85	6,73	1,87

Tablo.4.31. 1350°C de sinterlenmiş % 40 katı içerikli numunenin kırılma tokluğu değerleri

Ölçüm No	a μm	c μm	E GPa	H _v GPa	K _{IC} Mpa . m ^{1/2}
1	24,98	62,13	74,76	7,43	1,46
2	27,18	51,18	74,76	6,28	1,69
3	27,45	55,05	74,76	6,15	1,61
4	25,20	46,73	74,76	7,30	1,80
5	25,70	48,48	74,76	7,02	1,76
6	26,83	53,50	74,76	6,44	1,64
7	26,68	50,13	74,76	6,52	1,72
8	26,48	49,75	74,76	6,61	1,73
9	27,85	50,15	74,76	5,98	1,71
10	28,00	52,33	74,76	5,91	1,67

Tablo.4.32. 1350°C de sinterlenmiş % 42.5 katı içerikli numunenin kırılma tokluğu değerleri

Ölçüm No	a μm	c μm	E GPa	H _v GPa	K _{IC} Mpa . m ^{1/2}
1	25,90	49,35	77,64	6,91	1,76
2	26,90	47,60	77,64	6,41	1,80
3	25,98	48,68	77,64	6,87	1,78
4	27,03	49,60	77,64	6,35	1,76
5	25,35	47,05	77,64	7,21	1,82
6	25,20	47,55	77,64	7,30	1,81
7	26,20	49,78	77,64	6,75	1,75
8	27,03	49,03	77,64	6,35	1,77
9	25,53	47,33	77,64	7,12	1,82
10	26,93	48,00	77,64	6,39	1,79

Tablo. 4.33. 1350°C de sinterlenmiş % 45 katı içerikli numunenin kırılma tokluğu değerleri

Ölçüm No	a μm	c μm	E GPa	H _v GPa	K _{IC} Mpa . m ^{1/2}
1	27,03	52,33	80,29	6,35	1,72
2	26,40	51,95	80,29	6,65	1,73
3	27,50	52,00	80,29	6,13	1,72
4	27,28	46,45	80,29	6,23	1,86
5	25,75	47,25	80,29	6,99	1,84
6	26,35	46,40	80,29	6,68	1,86
7	27,08	50,73	80,29	6,32	1,75
8	27,80	51,13	80,29	6,00	1,74
9	25,75	43,75	80,29	6,99	1,93
10	26,00	51,13	80,29	6,86	1,75

Tablo. 4.34. 1350°C de sinterlenmiş % 47.5 katı içerikli numunenin kırılma tokluğu değerleri

Ölçüm No	a μm	c μm	E GPa	H _v GPa	K _{IC} Mpa . m ^{1/2}
1	26,35	50,45	76,93	6,68	1,73
2	26,50	46,88	76,93	6,60	1,82
3	26,25	47,83	76,93	6,73	1,79
4	26,55	50,13	76,93	6,58	1,74
5	26,10	45,43	76,93	6,81	1,86
6	27,03	50,63	76,93	6,35	1,73
7	26,53	47,45	76,93	6,59	1,80
8	25,85	49,45	76,93	6,94	1,76
9	25,90	46,75	76,93	6,91	1,82
10	25,90	50,28	76,93	6,91	1,74

Tablo.4.35. 1350°C de sinterlenmiş numunelerin farklı katı içeriklerinde ortalama kırılma tokluğu değerleri.

Katı İçeriği (%)	Kırılma tokluğu (Mpa.m ^{1/2})
40	1.68 ± 0,09
42,5	1.79 ± 0,03
45	1.79 ± 0,08
47,5	1.78 ± 0,05

Tablo.4.36. % 45 katı içeriğinde hazırlanan numunelerin farklı sıcaklıklardaki ortalama kırılma tokluğu değerleri.

Sinterleme Sıcaklığı (°C)	Kırılma tokluğu (Mpa.m ^{1/2})
1330	1.71 ± 0,07
1350	1.79 ± 0,08
1370	1,76 ± 0,09

4.6. 3. Evans Modeline Göre Kırılma Tokluğu Değerlerinin Hesaplanması

Evans'ın polinom modeline göre kırılma tokluğu değerlerinin hesaplanması;

$$K_{IC} = (H_v a^{1/2})(E/H_v)^{2/5} (10)^F$$

$$F = -1,59 - 0,34A - 2,02A^2 + 11,23A^3 - 24,97A^4 + 16,32A^5$$

$$A = \log (c/a)$$

Tablo. 4.37. 1330°C de sinterlenmiş % 45 katı içerikli numunenin kırılma tokluğu değerleri

Ölçüm No	a μm	c μm	E GPa	H _v GPa	A log(c/a)	F	K _{IC} Mpa . m ^{1/2}
1	26,20	55,55	74,98	6,75	0,326383	-1,74861	1,58
2	26,53	50,00	74,98	6,59	0,275315	-1,72001	1,67
3	26,50	50,45	74,98	6,60	0,279615	-1,72224	1,66
4	26,83	49,90	74,98	6,44	0,269561	-1,71708	1,67
5	26,58	52,15	74,98	6,56	0,292781	-1,72923	1,63
6	25,93	53,28	74,98	6,90	0,312805	-1,74048	1,62
7	26,53	44,05	74,98	6,59	0,220291	-1,69321	1,78
8	26,25	52,28	74,98	6,73	0,299165	-1,73273	1,63
9	26,25	51,15	74,98	6,73	0,289716	-1,72758	1,65
10	26,48	47,80	74,98	6,61	0,256592	-1,71061	1,71

Tablo. 4.38 1370°C de sinterlenmiş % 45 katı içerikli numunenin kırılma tokluğu değerleri

Ölçüm No	a μm	c μm	E GPa	H _v GPa	A log(c/a)	F	K _{IC} Mpa . m ^{1/2}
1	25,90	51,73	78,85	6,91	0,300401	-1,73341	1,68
2	27,18	58,65	78,85	6,28	0,334098	-1,75345	1,55
3	28,33	48,43	78,85	5,78	0,2329	-1,69917	1,71
4	25,55	46,90	78,85	7,10	0,263782	-1,71417	1,77
5	26,55	52,88	78,85	6,58	0,299186	-1,73274	1,65
6	26,73	49,35	78,85	6,49	0,266369	-1,71547	1,71
7	26,70	46,38	78,85	6,50	0,239773	-1,70245	1,77
8	25,50	48,05	78,85	7,13	0,275153	-1,71993	1,75
9	26,70	51,35	78,85	6,50	0,284029	-1,72455	1,68
10	26,25	45,70	78,85	6,73	0,240787	-1,70294	1,79

Tablo.4.39. 1350°C de sinterlenmiş % 40 katı içerikli numunenin kırılma tokluğu değerleri

Ölçüm No	a μm	c μm	E GPa	H _v GPa	A log(c/a)	F	K _{IC} Mpa . m ^{1/2}
1	24,98	62,13	74,76	7,43	0,395761	-1,79895	1,45
2	27,18	51,18	74,76	6,28	0,274888	-1,7198	1,64
3	27,45	55,05	74,76	6,15	0,302215	-1,73443	1,58
4	25,20	46,73	74,76	7,30	0,268149	-1,71636	1,74
5	25,70	48,48	74,76	7,02	0,275585	-1,72015	1,70
6	26,83	53,50	74,76	6,44	0,299814	-1,73309	1,61
7	26,68	50,13	74,76	6,52	0,27395	-1,71931	1,66
8	26,48	49,75	74,76	6,61	0,273957	-1,71932	1,67
9	27,85	50,15	74,76	5,98	0,255446	-1,71004	1,65
10	28,00	52,33	74,76	5,91	0,271551	-1,71809	1,61

Tablo.4.40. 1350°C de sinterlenmiş % 42.5 katı içerikli numunenin kırılma tokluğu değerleri

Ölçüm No	a μm	c μm	E GPa	H _v GPa	A log(c/a)	F	K _{IC} Mpa . m ^{1/2}
1	25,90	49,35	77,64	6,91	0,279987	-1,72243	1,71
2	26,90	47,60	77,64	6,41	0,247855	-1,70634	1,73
3	25,98	48,68	77,64	6,87	0,27275	-1,7187	1,72
4	27,03	49,60	77,64	6,35	0,263716	-1,71414	1,69
5	25,35	47,05	77,64	7,21	0,268582	-1,71658	1,76
6	25,20	47,55	77,64	7,30	0,27575	-1,72024	1,75
7	26,20	49,78	77,64	6,75	0,27871	-1,72177	1,70
8	27,03	49,03	77,64	6,35	0,258652	-1,71162	1,70
9	25,53	47,33	77,64	7,12	0,268125	-1,71635	1,75
10	26,93	48,00	77,64	6,39	0,251086	-1,70791	1,72

Tablo. 4.41 1350°C de sinterlenmiş % 45 katı içerikli numunenin kırılma tokluğu değerleri

Ölçüm No	a μm	c μm	E GPa	H _v GPa	A log(c/a)	F	K _{IC} Mpa . m ^{1/2}
1	27,03	52,33	80,29	6,35	0,286944	-1,72609	1,67
2	26,40	51,95	80,29	6,65	0,293982	-1,72988	1,68
3	27,50	52,00	80,29	6,13	0,276671	-1,72071	1,67
4	27,28	46,45	80,29	6,23	0,231221	-1,69837	1,77
5	25,75	47,25	80,29	6,99	0,263625	-1,71409	1,78
6	26,35	46,40	80,29	6,68	0,245737	-1,70532	1,78
7	27,08	50,73	80,29	6,32	0,272654	-1,71865	1,70
8	27,80	51,13	80,29	6,00	0,264589	-1,71458	1,68
9	25,75	43,75	80,29	6,99	0,230201	-1,69789	1,84
10	26,00	51,13	80,29	6,86	0,29366	-1,72971	1,70

Tablo.4.42. 1350°C de sinterlenmiş % 47.5 katı içerikli numunenin kırılma tokluğu değerleri

Ölçüm No	a μm	c μm	E GPa	H _v GPa	A log(c/a)	F	K _{IC} Mpa . m ^{1/2}
1	26,35	50,45	76,93	6,68	0,282081	-1,72353	1,68
2	26,50	46,88	76,93	6,60	0,247695	-1,74306	1,60
3	26,25	47,83	76,93	6,73	0,260526	-1,71255	1,73
4	26,55	50,13	76,93	6,58	0,27599	-1,72036	1,68
5	26,10	45,43	76,93	6,81	0,240654	-1,70287	1,78
6	27,03	50,63	76,93	6,35	0,272599	-1,71862	1,67
7	26,53	47,45	76,93	6,59	0,252581	-1,70864	1,73
8	25,85	49,45	76,93	6,94	0,281706	-1,72333	1,71
9	25,90	46,75	76,93	6,91	0,256482	-1,71055	1,75
10	25,90	50,28	76,93	6,91	0,288052	-1,72668	1,69

Tablo.4.43. 1350°C de sinterlenmiş numunelerin farklı katı içeriklerinde ortalama kırılma tokluğu değerleri.

Katı İçeriği (v%)	Kırılma tokluğu (Mpa.m ^{1/2})
40	1.63 ± 0,08
42,5	1.73 ± 0,02
45	1.73 ± 0,06
47,5	1.70 ± 0,05

Tablo. 4.44. % 45 katı içeriğinde hazırlanan numunelerin farklı sıcaklıklardaki ortalama kırılma tokluğu değerleri.

Sinterleme Sıcaklığı (°C)	Kırılma tokluğu (Mpa.m ^{1/2})
1330	1.66 ± 0,05
1350	1.73 ± 0,06
1370	1.71 ± 0,07

4.6.4. Lankford Modeline Göre Kırılma Tokluğu Değerlerinin Hesaplanması

Lankford modeline göre kırılma tokluğu değerlerinin hesaplanması;

$$K_{IC} = 0,0735 \cdot H_v^{3/5} E^{2/5} a^{1/2} (c/a)^{-1,56}$$

Tablo.4.45. 1330°C de sinterlenmiş % 45 katı içerikli numunenin kırılma tokluğu değerleri

Ölçüm No	a μm	c μm	E GPa	H _v GPa	K _{IC} Mpa . m ^{1/2}
1	26,20	55,55	74,98	6,75	2,01
2	26,53	50,00	74,98	6,59	2,40
3	26,50	50,45	74,98	6,60	2,36
4	26,83	49,90	74,98	6,44	2,43
5	26,58	52,15	74,98	6,56	2,25
6	25,93	53,28	74,98	6,90	2,13
7	26,53	44,05	74,98	6,59	2,92
8	26,25	52,28	74,98	6,73	2,22
9	26,25	51,15	74,98	6,73	2,29
10	26,48	47,80	74,98	6,61	2,57

Tablo. 4.46. 1370°C de sinterlenmiş % 45 katı içerikli numunenin kırılma tokluğu değerleri

Ölçüm No	a μm	c μm	E GPa	H _v GPa	K _{IC} Mpa . m ^{1/2}
1	25,90	51,73	78,85	6,91	2,27
2	27,18	58,65	78,85	6,28	1,95
3	28,33	48,43	78,85	5,78	2,72
4	25,55	46,90	78,85	7,10	2,62
5	26,55	52,88	78,85	6,58	2,24
6	26,73	49,35	78,85	6,49	2,51
7	26,70	46,38	78,85	6,50	2,77
8	25,50	48,05	78,85	7,13	2,52
9	26,70	51,35	78,85	6,50	2,36
10	26,25	45,70	78,85	6,73	2,79

Tablo.4.47. 1350°C de sinterlenmiş % 40 katı içerikli numunenin kırılma tokluğu değerleri

Ölçüm No	a μm	c μm	E GPa	H _v GPa	K _{IC} Mpa . m ^{1/2}
1	24,98	62,13	74,76	7,43	1,62
2	27,18	51,18	74,76	6,28	2,36
3	27,45	55,05	74,76	6,15	2,12
4	25,20	46,73	74,76	7,30	2,55
5	25,70	48,48	74,76	7,02	2,44
6	26,83	53,50	74,76	6,44	2,17
7	26,68	50,13	74,76	6,52	2,40
8	26,48	49,75	74,76	6,61	2,41
9	27,85	50,15	74,76	5,98	2,48
10	28,00	52,33	74,76	5,91	2,34

Tablo.4.48. 1350°C de sinterlenmiş % 42.5 katı içerikli numunenin kırılma tokluğu değerleri

Ölçüm No	a μm	c μm	E GPa	H _v GPa	K _{IC} Mpa . m ^{1/2}
1	25,90	49,35	77,64	6,91	2,43
2	26,90	47,60	77,64	6,41	2,66
3	25,98	48,68	77,64	6,87	2,49
4	27,03	49,60	77,64	6,35	2,50
5	25,35	47,05	77,64	7,21	2,57
6	25,20	47,55	77,64	7,30	2,51
7	26,20	49,78	77,64	6,75	2,42
8	27,03	49,03	77,64	6,35	2,55
9	25,53	47,33	77,64	7,12	2,56
10	26,93	48,00	77,64	6,39	2,62

Tablo.4.49. 1350°C de sinterlenmiş % 45 katı içerikli numunenin kırılma tokluğu değerleri

Ölçüm No	a μm	c μm	E GPa	H _v GPa	K _{IC} Mpa . m ^{1/2}
1	27,03	52,33	80,29	6,35	2,33
2	26,40	51,95	80,29	6,65	2,31
3	27,50	52,00	80,29	6,13	2,39
4	27,28	46,45	80,29	6,23	2,83
5	25,75	47,25	80,29	6,99	2,62
6	26,35	46,40	80,29	6,68	2,75
7	27,08	50,73	80,29	6,32	2,45
8	27,80	51,13	80,29	6,00	2,48
9	25,75	43,75	80,29	6,99	2,96
10	26,00	51,13	80,29	6,86	2,34

Tablo. 4.50. 1350°C de sinterlenmiş % 47.5 katı içerikli numunenin kırılma tokluğu değerleri

Ölçüm No	a μm	c μm	E GPa	H _v GPa	K _{IC} Mpa . m ^{1/2}
1	26,35	50,45	76,93	6,68	2,37
2	26,50	46,88	76,93	6,60	2,68
3	26,25	47,83	76,93	6,73	2,57
4	26,55	50,13	76,93	6,58	2,41
5	26,10	45,43	76,93	6,81	2,77
6	27,03	50,63	76,93	6,35	2,41
7	26,53	47,45	76,93	6,59	2,63
8	25,85	49,45	76,93	6,94	2,41
9	25,90	46,75	76,93	6,91	2,63
10	25,90	50,28	76,93	6,91	2,35

Tablo.4.51. 1350°C de sinterlenmiş numunelerin farklı katı içeriklerinde ortalama kırılma tokluğu değerleri.

Katı İçeriği (v%)	Kırılma tokluğu (Mpa.m ^{1/2})
40	2.29 ± 0,27
42,5	2.53 ± 0,08
45	2.55 ± 0,23
47,5	2.52 ± 0,15

Tablo. 4.52. % 45 katı içeriğinde hazırlanan numunelerin farklı sıcaklıklardaki ortalama kırılma tokluğu değerleri.

Sinterleme Sıcaklığı (°C)	Kırılma tokluğu (Mpa.m ^{1/2})
1330	2.36 ± 0,25
1350	2.55 ± 0,23
1370	2.47 ± 0,27

4.6.5. Anstis ve Arkadaşlarının Modeline Göre Kırılma Tokluğu Değerlerinin Hesaplanması

Anstis ve arkadaşlarının, Lawns, Evans ve Marshall'ın modelini yeniden düzenleyerek elde ettikleridir, bu eşitlik aşağıdaki gibidir;

$$K_{IC} = 0,016 (E/H_v)^{1/2} P/c^{3/2}$$

Tablo. 4.53. 1330°C de sinterlenmiş % 45 katı içerikli numunenin kırılma tokluğu değerleri

Ölçüm No	c μm	P N	E GPa	H _v GPa	K _{IC} Mpa . m ^{1/2}
1	55,55	9 . 8	74,98	6,75	1,23
2	50,00	9 . 8	74,98	6,59	1,45
3	50,45	9 . 8	74,98	6,60	1,43
4	49,90	9 . 8	74,98	6,44	1,47
5	52,15	9 . 8	74,98	6,56	1,31
6	53,28	9 . 8	74,98	6,90	1,26
7	44,05	9 . 8	74,98	6,59	1,73
8	52,28	9 . 8	74,98	6,73	1,28
9	51,15	9 . 8	74,98	6,73	1,33
10	47,80	9 . 8	74,98	6,61	1,55

Tablo. 4.54. 1370°C de sinterlenmiş % 45 katı içerikli numunenin kırılma tokluğu değerleri

Ölçüm No	c μm	P N	E GPa	H _v GPa	K _{IC} Mpa . m ^{1/2}
1	51,73	9 . 8	78,85	6,91	1,38
2	58,65	9 . 8	78,85	6,28	1,20
3	48,43	9 . 8	78,85	5,78	1,70
4	46,90	9 . 8	78,85	7,10	1,58
5	52,88	9 . 8	78,85	6,58	1,33
6	49,35	9 . 8	78,85	6,49	1,53
7	46,38	9 . 8	78,85	6,50	1,73
8	48,05	9 . 8	78,85	7,13	1,52
9	51,35	9 . 8	78,85	6,50	1,44
10	45,70	9 . 8	78,85	6,73	1,69

Tablo. 4.55. 1350°C de sinterlenmiş % 40 katı içerikli numunenin kırılma tokluğu değerleri

Ölçüm No	c μm	P N	E GPa	H _v GPa	K _{IC} Mpa . m ^{1/2}
1	62,13	9 . 8	74,76	7,43	0,99
2	51,18	9 . 8	74,76	6,28	1,44
3	55,05	9 . 8	74,76	6,15	1,30
4	46,73	9 . 8	74,76	7,30	1,53
5	48,48	9 . 8	74,76	7,02	1,47
6	53,50	9 . 8	74,76	6,44	1,33
7	50,13	9 . 8	74,76	6,52	1,45
8	49,75	9 . 8	74,76	6,61	1,46
9	50,15	9 . 8	74,76	5,98	1,63
10	52,33	9 . 8	74,76	5,91	1,43

Tablo. 4.56. 1350°C de sinterlenmiş % 42.5 katı içerikli numunenin kırılma tokluğu değerleri

Ölçüm No	c μm	P N	E GPa	H _v GPa	K _{IC} Mpa . m ^{1/2}
1	49,35	9 . 8	77,64	6,91	1,46
2	47,60	9 . 8	77,64	6,41	1,61
3	48,68	9 . 8	77,64	6,87	1,47
4	49,60	9 . 8	77,64	6,35	1,60
5	47,05	9 . 8	77,64	7,21	1,51
6	47,55	9 . 8	77,64	7,30	1,52
7	49,78	9 . 8	77,64	6,75	1,47
8	49,03	9 . 8	77,64	6,35	1,51
9	47,33	9 . 8	77,64	7,12	1,51
10	48,00	9 . 8	77,64	6,39	1,64

Tablo. 4.57. 1350°C de sinterlenmiş % 45 katı içerikli numunenin kırılma tokluğu değerleri

Ölçüm No	c μm	P N	E GPa	H _v GPa	K _{IC} Mpa . m ^{1/2}
1	52,33	9 . 8	80,29	6,35	1,46
2	51,95	9 . 8	80,29	6,65	1,41
3	52,00	9 . 8	80,29	6,13	1,50
4	46,45	9 . 8	80,29	6,23	1,73
5	47,25	9 . 8	80,29	6,99	1,65
6	46,40	9 . 8	80,29	6,68	1,67
7	50,73	9 . 8	80,29	6,32	1,50
8	51,13	9 . 8	80,29	6,00	1,52
9	43,75	9 . 8	80,29	6,99	1,78
10	51,13	9 . 8	80,29	6,86	1,43

Tablo.4.58. 1350°C de sinterlenmiş % 47.5 katı içerikli numunenin kırılma tokluğu değerleri

Ölçüm No	c μm	P N	E GPa	H _v GPa	K _{IC} Mpa . m ^{1/2}
1	50,45	9 . 8	76,93	6,68	1,39
2	46,88	9 . 8	76,93	6,60	1,62
3	47,83	9 . 8	76,93	6,73	1,54
4	50,13	9 . 8	76,93	6,58	1,45
5	45,43	9 . 8	76,93	6,81	1,67
6	50,63	9 . 8	76,93	6,35	1,46
7	47,45	9 . 8	76,93	6,59	1,57
8	49,45	9 . 8	76,93	6,94	1,46
9	46,75	9 . 8	76,93	6,91	1,59
10	50,28	9 . 8	76,93	6,91	1,43

Tablo.4.59. 1350°C de sinterlenmiş numunelerin farklı katı içeriklerinde ortalama kırılma tokluğu değerleri.

Katı İçeriği (%)	Kırılma tokluğu (Mpa.m ^{1/2})
40	1.40 ± 0,17
42,5	1.53 ± 0,06
45	1.57 ± 0,13
47,5	1.52 ± 0,09

Tablo. 4.60. % 45 katı içeriğinde hazırlanan numunelerin farklı sıcaklıklardaki ortalama kırılma tokluğu değerleri.

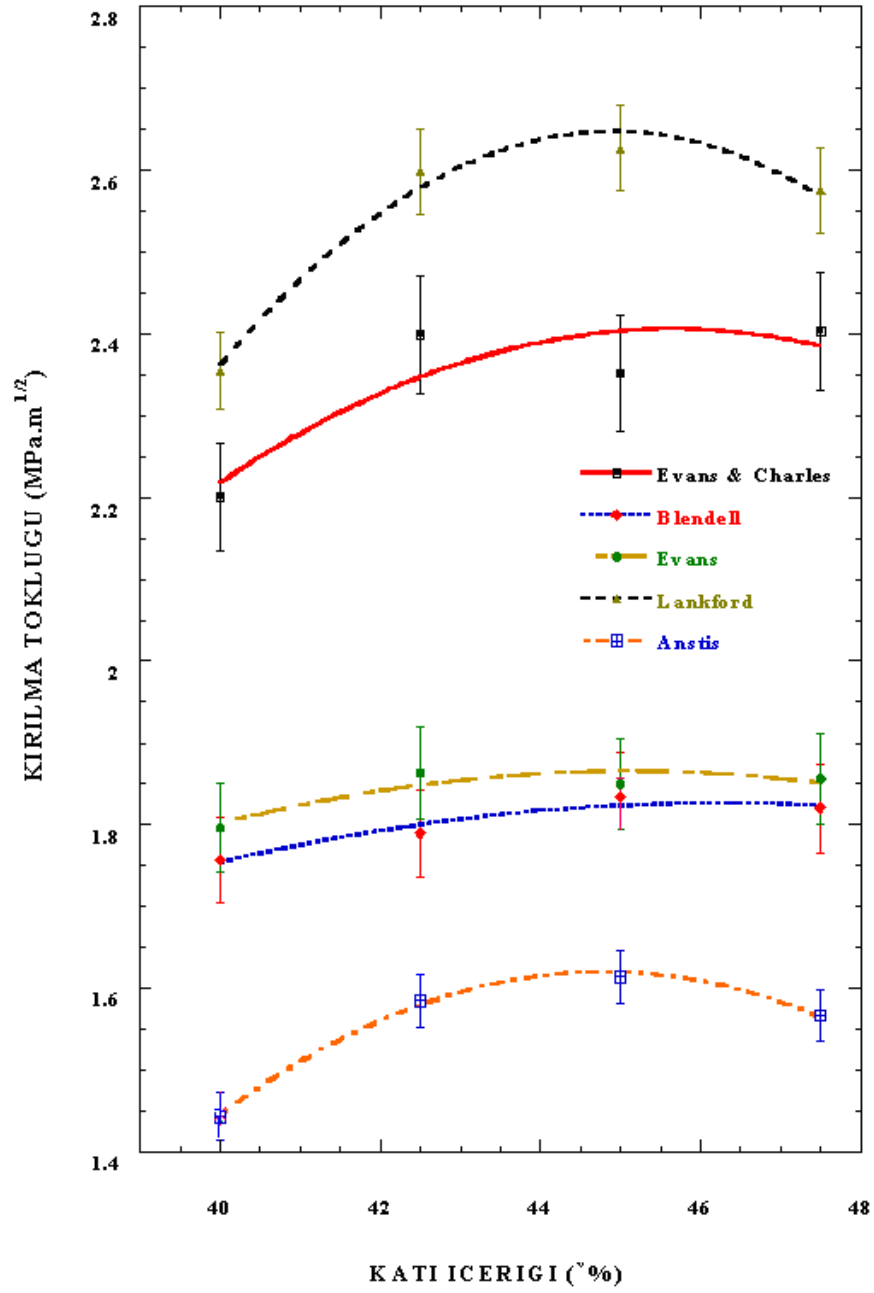
Sinterleme Sıcaklığı (°C)	Kırılma tokluğu (Mpa.m ^{1/2})
1330	1.41 ± 0,16
1350	1.57 ± 0,13
1370	1.51 ± 0,17

Tablo.4.61.1350°C de sinterlenmiş numunelerin farklı katı içeriklerinde 5 modele göre ortalama kırılma tokluğu değerleri.

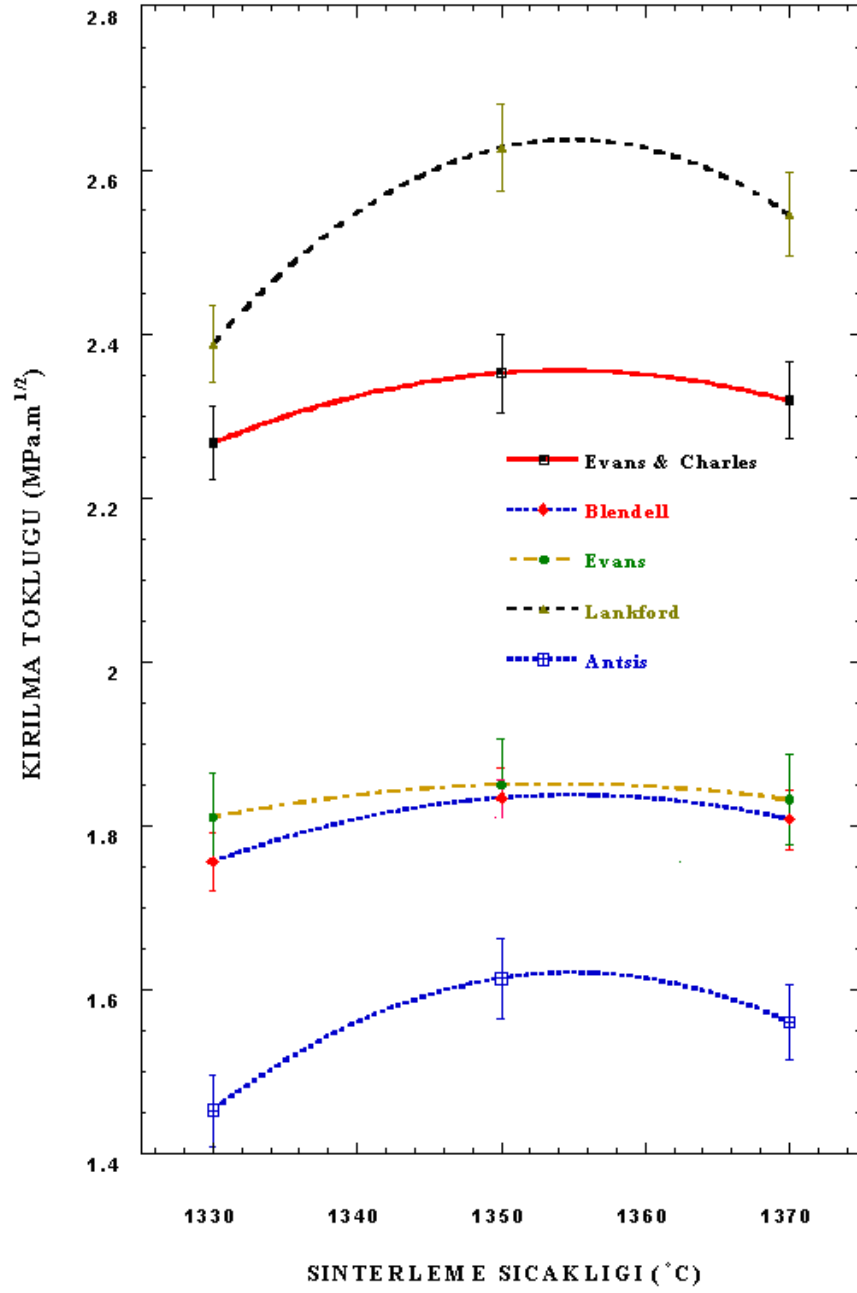
Katı İçeriği	Evans ve Charles Modeline Göre Kırılma tokluğu (Mpa.m ^{1/2})	Blendell Modeline Göre Kırılma tokluğu (Mpa.m ^{1/2})	Evans Modeline Göre Kırılma tokluğu (Mpa.m ^{1/2})	Lankford Modeline Göre Kırılma tokluğu (Mpa.m ^{1/2})	Anstis Modeline Göre Kırılma tokluğu (Mpa.m ^{1/2})
% 40	2,18 ± 0,24	1,68 ± 0,09	1,63 ± 0,08	2,29 ± 0,27	1.40 ± 0,17
% 42,5	2,40 ± 0,08	1,79 ± 0,03	1,73 ± 0,02	2,53 ± 0,08	1.53 ± 0,06
% 45	2,35 ± 0,23	1,79 ± 0,08	1,73 ± 0,02	2,55 ± 0,23	1.57 ± 0,13
% 47,5	2,40 ± 0,14	1,78 ± 0,05	1,70 ± 0,05	2,52 ± 0,15	1.52 ± 0,09

Tablo.4.62. % 45 katı içeriğinde hazırlanan numunelerin farklı sıcaklıklardaki 5 modele göre ortalama kırılma tokluğu değerleri.

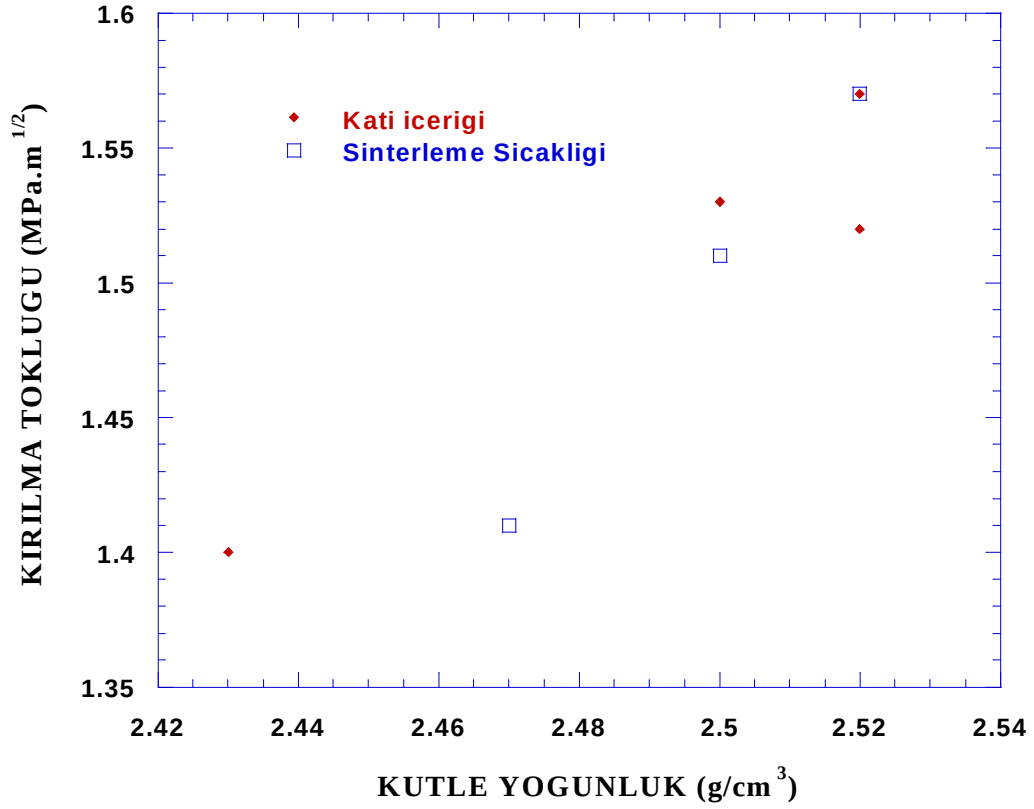
Sinterleme Sıcaklığı (°C)	Evans ve Charles Modeline Göre Kırılma tokluğu (Mpa.m ^{1/2})	Blendell Modeline Göre Kırılma tokluğu (Mpa.m ^{1/2})	Evans Modeline Göre Kırılma tokluğu (Mpa.m ^{1/2})	Lankford Modeline Göre Kırılma tokluğu (Mpa.m ^{1/2})	Anstis Modeline Göre Kırılma tokluğu (Mpa.m ^{1/2})
1330	2,26 ± 0,22	1,71 ± 0,07	1,66 ± 0,05	2,36 ± 0,25	1.41 ± 0,16
1350	2,36 ± 0,23	1,79 ± 0,08	1,73 ± 0,06	2,55 ± 0,23	1.57 ± 0,13
1370	2,31 ± 0,25	1,76 ± 0,09	1,71 ± 0,07	2,47 ± 0,27	1.51 ± 0,17



Şekil.4.11. Farklı katı içeriklerinde hazırlanarak ve 1350°C de sinterlenen numunelerin değişik modeller ile elde edilmiş kırılma tokluk davranışı.



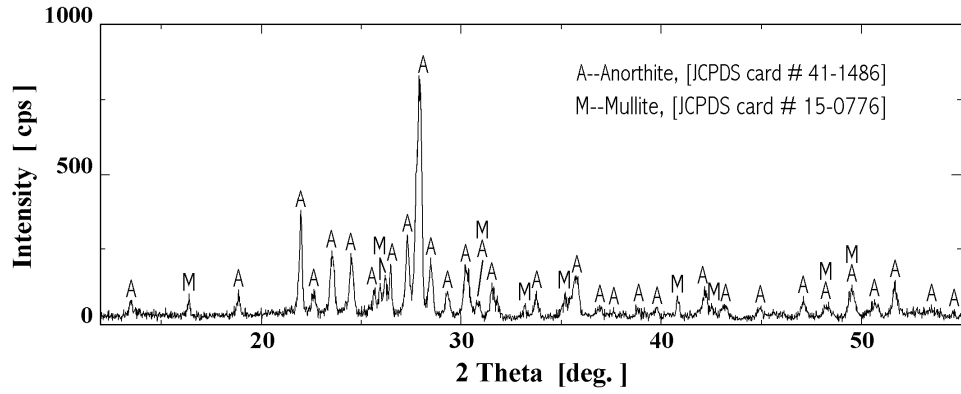
Şekil.4.12. Hacimce %45 katı içeriğinde hazırlanarak ve farklı sıcaklıklarda sinterlenen numunelerin değişik modeller ile elde edilmiş kırılma tokluk davranışı.



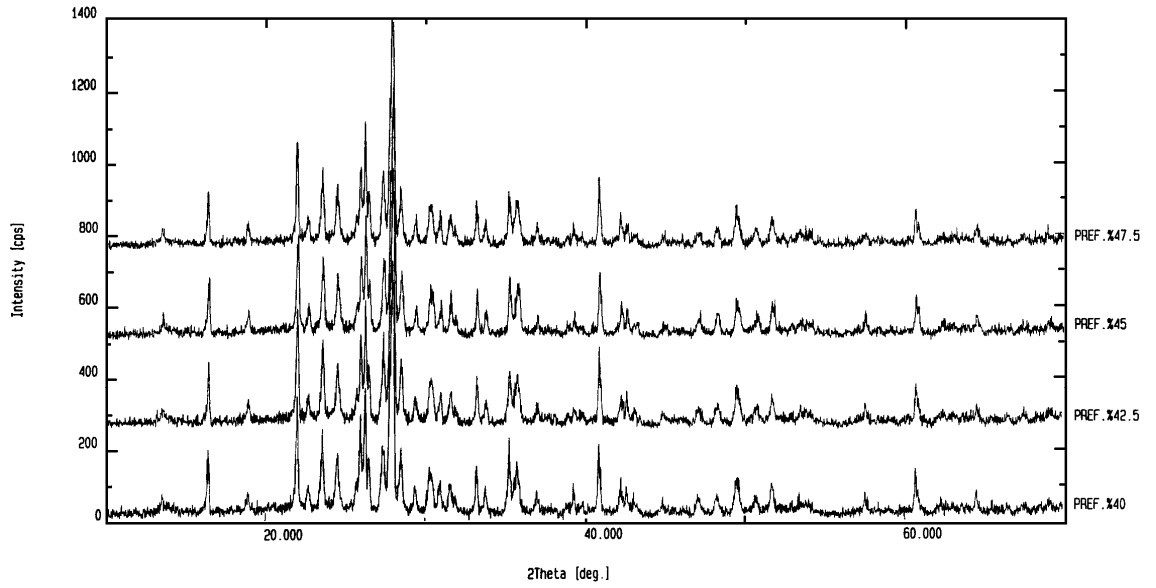
Şekil.4.13. Farklı katı iceriklerinde ve farklı sıcaklıklarda sinterlenen numunelerin kırılma tokluğu değeriinin (anstis modeline göre) kütleşel yoğunluğa bağılı olarak değışimi.

4.7. X-Işını Difraksiyonu Sonuçları

Yeni geliştirilen beyaz porselenin tasarımı, içerisinde anortit ve müllit fazlarını içerecek şekilde yapılmıştır. Sinterlenen seramiklerden elde edilen X ışınları analiz sonuçları şekil 4.15 de verilmiştir. Şekilden de görüldüğü üzere yapı içerisinde gelişen fazlar anortit ve müllittir ayrıca grafikte her hangi bir yığılma (tepe) yoktur bu sonuç camsı faz oranın çok az olduğunu göstermektedir. Porselenlerin kırılma tokluğu değeri içerdği camsı faz oranına göre değışmektedir. Camı faz artışı tokluk değeriine olumsuz etki yapmaktadır.



Şekil 4.14. Prefired karışımın X ışınları kırınımı analizi.



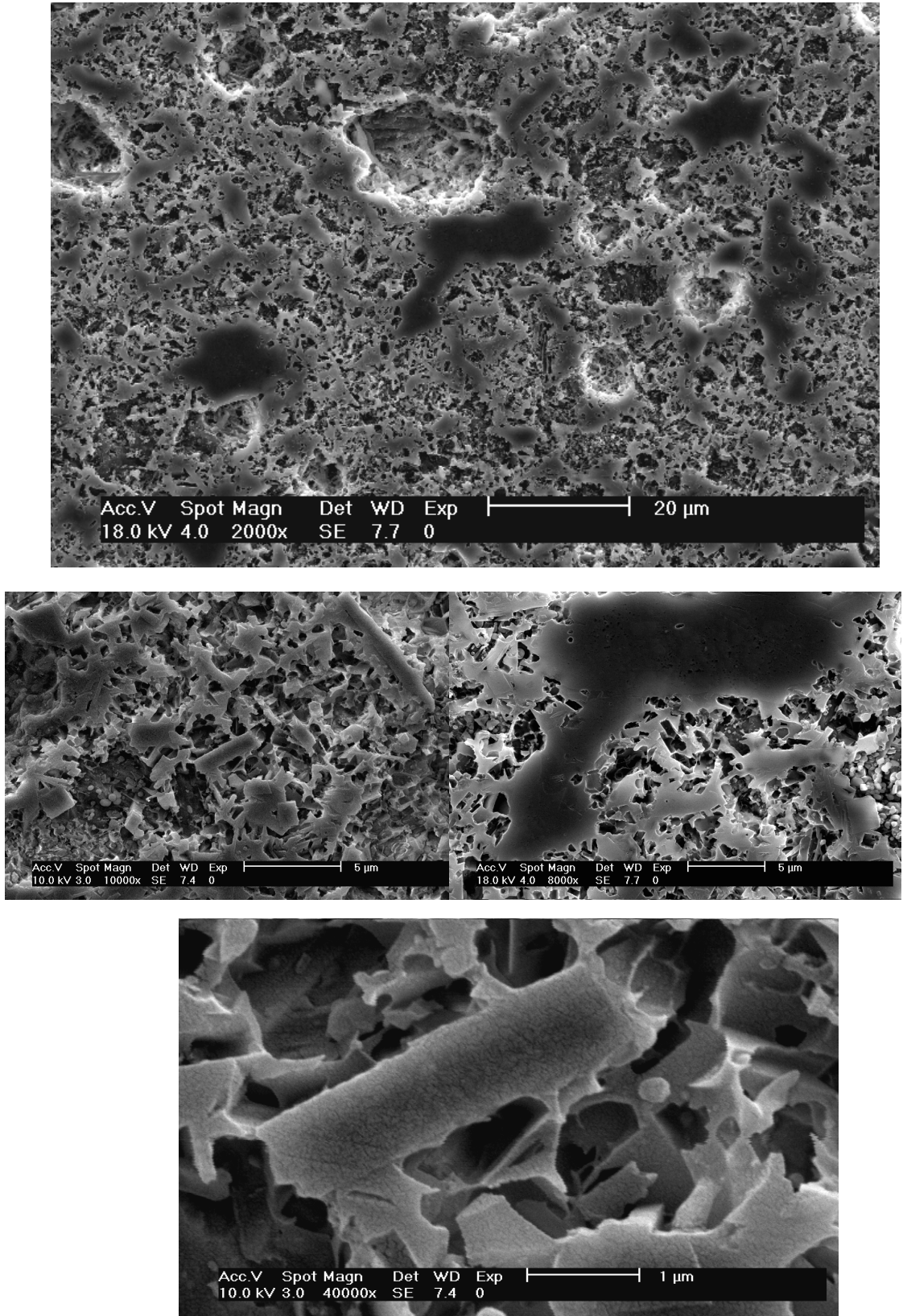
Şekil 4.15. Farklı katı içeriklerine sahip sinterlenmiş seramiklerin X ışınları kırınımı analizi.

4.7. Taramalı Elektron Mikroskobu İle Mikroyapı Analizi

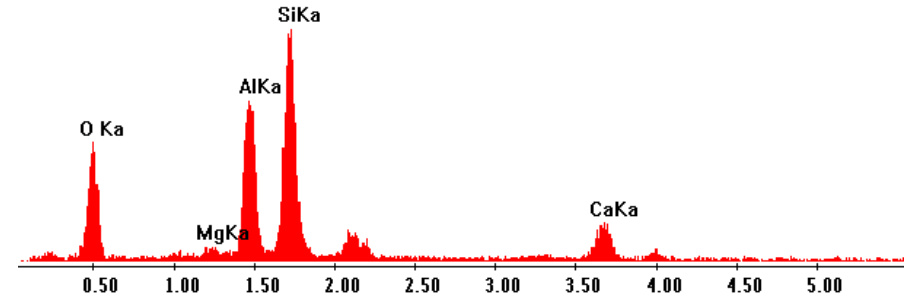
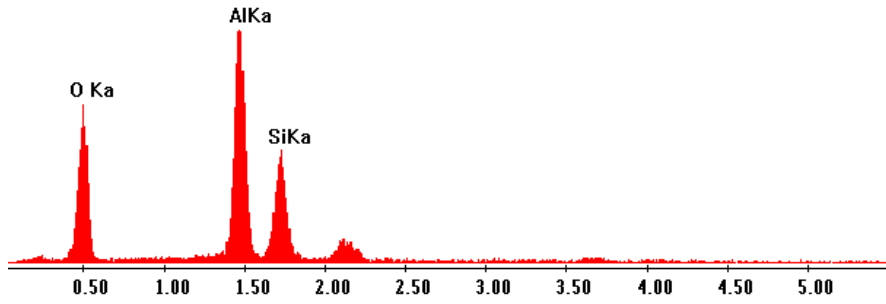
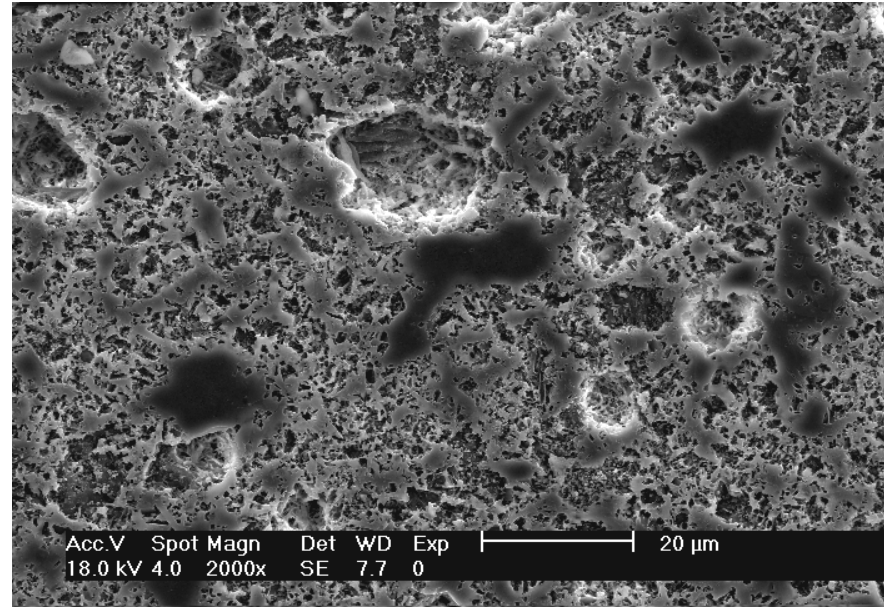
Parlatılmış numunelerden alınan SEM görüntülerinde katı içeriğine bağlı olarak porozite dağılımı görülmektedir.(Şekil 4.3). katı içeriği artışıyla beraber por boyutu ve dağılımı azalmaktadır, % 45 katı içeriğindene sahip numunelerden alınan görüntülerde porozite miktarının azaldığı ve boyutlarının küçüldüğü görülmektedir. % 47.5 katı içeriğinde ise katı miktarının artmasıyla ideal döküm şartları kaybolmaya başlamış ve

şekillendirme esnasında partiküllerin paketlenebilme yeteneğinin azalmasından dolayı yapı içerisinde poroziteler tekrar artmıştır.

Şekil 4.16 de anortit bazlı porselene ait SEM fotoğrafları verilmiştir. Geri saçılımlı SEM mikro grafiklerinde kontrast atomik sayıya bağlı olmasından dolayı fazlar rahatlıkla ayırt edilebilmektedir. EDX analizleri neticesinde bu fazların ayırımı daha net bir şekilde ortaya çıkmaktadır . Farklı bölgelerden yapılan analizler bünye içerisindeki fazları müllit ve anortit olduğunu ispat etmektedir. Şekil 4.17 te EDX analizi sonuçları görülmektedir.



Şekil.4.16. %45 katı içerikli numunenin taramalı elektron mikroskopundan elde edilmiş detaylı mikroyapı fotoğrafları.



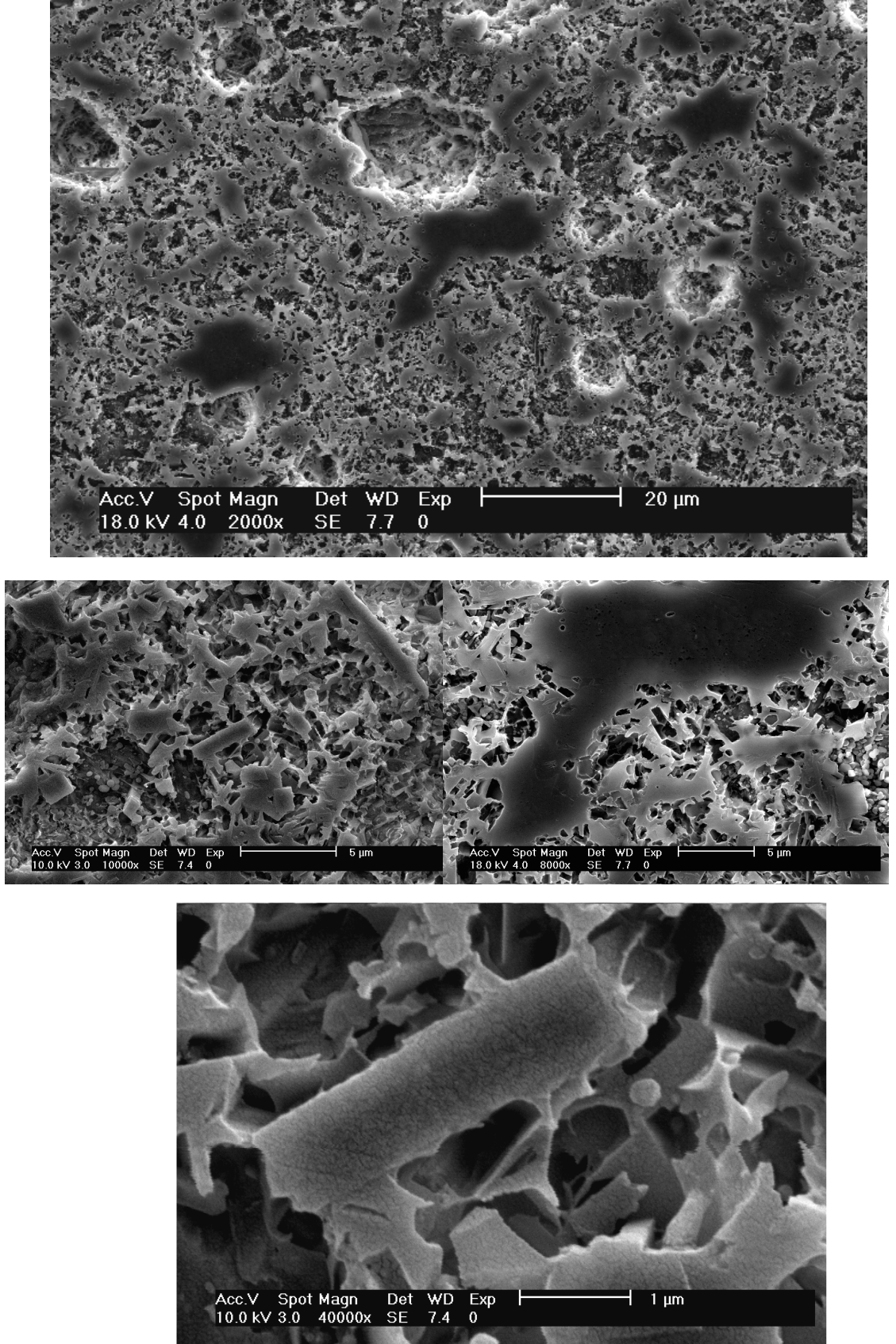
Şekil.4. 17. %45 katı içerikli ve 1350C sinterlenmiş numunenin taramalı elektron mikroskobundan elde edilmiş mikroyapı fotoğrafı ve EDX analiz sonuçları.

5. SONUÇLAR VE TARTIŞMA

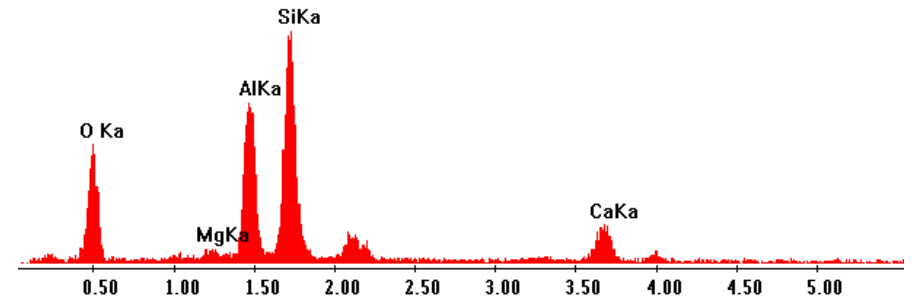
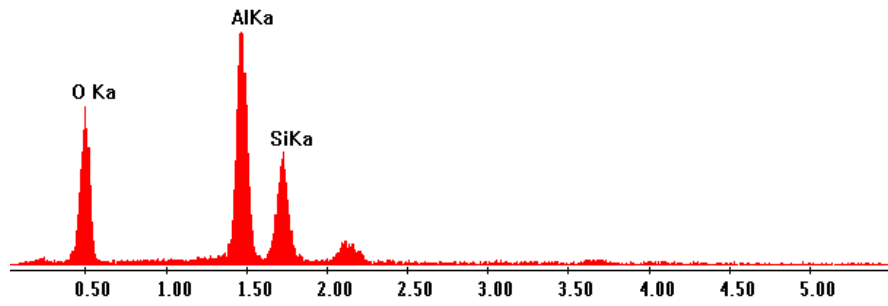
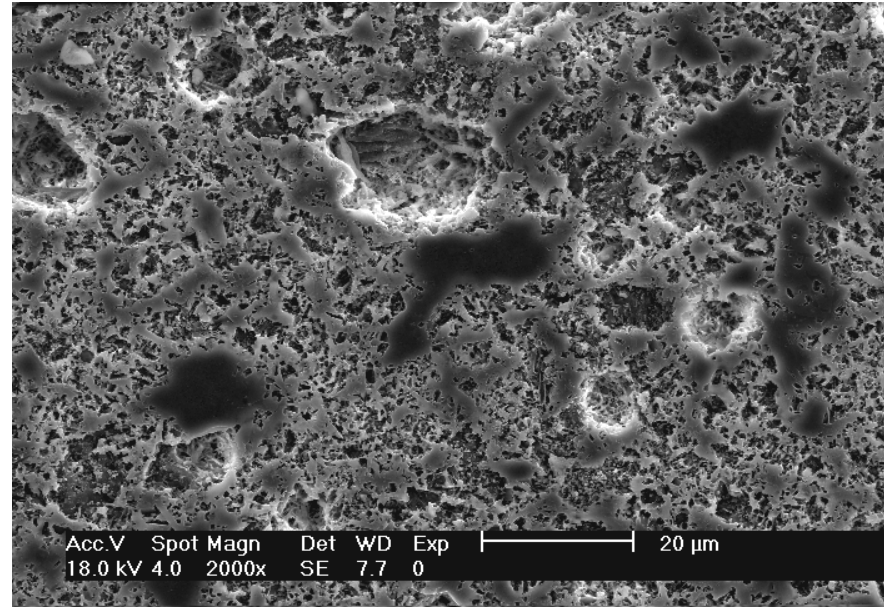
Yeni geliştirilen beyaz porselen X ışınları analizi sonuçlarına göre yüksek oranda kristalin faz içermektedir bu fazlar müllit ve anortittir. Ayrıca kristal faza oranla düşük miktarda cam fazı içermektedir. Kristal faz oranının yüksek olması mekanik özelliklere olumlu etki yapmaktadır.

Kütlesel yoğunluk değeri % 45 katı içeriğine sahip numunelerin 1350°C de sinterlenmesi en yüksek değere ulaşmıştır. Bu değer 2,52 g/cm³ tür , yapılan analizler teorik yoğunluğun 2,86 g/cm³ olduğunu göstermektedir, bu sonuçlar teorik yoğunluğun % 88'ine ulaşıldığını göstermektedir. Yoğunluk; kırılma tokluğu, sertlik ve young modülü değerlerini etkilemektedir. Yoğunluk artışı bu değerlere olumlu etki yapmaktadır.

Elde edilen eğilme mukavemeti değeri maksimum 136 MPa dır, Elastik modül değeri ise 75 GPa dır, mikro sertlik değeri 6,6 GPa dır, tokluk değeri ise 1,56 Mpa.m^{1/2} (anstis modeline göre), Elde edilen XRD ve SEM analizleri neticeleri yapı içerisinde yüksek oranda kristalin faz düşük oranda cam fazı olduğunu göstermektedir, bu sonuçlar bize yeni geliştirilen beyaz porselenin mekanik özelliklerinin sert porselenden ve kemik çiniden daha iyi olduğunu kanıtlamaktadır. Bunun nedeni içerisinde dağılmış olan yüksek oranda anortit fazı ve ikincil faz olarak müllit fazının bulunmasıdır.



Şekil 4.16 %45 katı içerikli numunenin taramalı elektron mikroskobundan elde edilmiş detaylı mikroyapı fotoğrafları.



Şekil 4. 17 %45 katı içerikli ve 1350C sinterlenmiş numunenin taramalı elektron mikroskopundan elde edilmiş mikroyapı fotoğrafı ve EDX analiz sonuçları.

KAYNAKLAR

1. Anstis, G.R., Chantikul, P., Lawn, B.R., and Marshall, D.B., J. Am. Ceram. Soc. **64** P: 533-543 1981.
2. ASTM C 242, "Standart Defination of Terms Related to Ceramic Whitewares and Related Products",1996 Annual Book of ASTM Standarts, Vol. 15,02. American Society for Testing and Materials, Philedelpia, PA.
3. Batista S.A.F., Messer, P.F., and Hand R.J., "Fracture Toughness of Bone China and Hard Porcelain" Br. Ceram. Trans., Vol: 100, No:6, 2001.
4. Blendell, J.E., "The origins of internal stress in polycrystalline alümina and their effects on mechanical properties" PhD thesis, MIT, Cambridge, MA, 1979.
5. Blodget, W.E., "High Strength alumina porcelains" Am. Ceram. Soc. Bull. **40** P: 74-77 1961
6. Çapoğlu, A., Seramik, Sanat, Bilim ve Teknoloji, **12**, P:38-42, 2000
7. Davidge, Mechanical properties of ceramics, P: 86, Cambridge University Press, Cambridge, UK., 1979.
8. Denry, I.L., and Holloway, J.A., "Elastic contants, vickers hardness, and fracture toughness of fluorrichterite-based-glass-ceramics" (Article in press 2003) (www.elsevier.com/locate/dental)
9. Dinsdale, A., Bull. Am. Ceram. Soc., **40**, 32, 1961.
10. Dinsdale, A., Pottery science,materiels, processes and products, Chichester, Wiley, 1986
11. Evans, A.G. and Charles, E.A., J. Am, Ceram. Soc., **59** P: 371-372 1976.
12. Evans, A.G., "Fracture mechanics appllied to brittle materials" STP 678, P: 112-115, ASTM, Philedelphia, PA, 1979.
13. Giants in Whitewares, Ceramic Industry, **145** [3] P:43-45 (1995)
14. Garvie, R., Hannink, R.H.J., and Pascoe, R.T.,Nature **258** P:703 [4] 1975.

15. Haber R.A. and Smith P.A., "Overview of Traditional Ceramics" Ceramics and Glasses, Vol. 4, Engineered Materials Handbook, P:3-15, 1991.
16. Harada, R., Sugiyama, N., and Ishida, H., "Al₂O₃ Strengthened feldspathic porcelain bodies: Effect of the amount and particle size of alumina" Ceram. Eng. Sci. Proc. **17** P: 88-89 1996.
17. Hasselman, D.P.H., and Fulhart, R.M., "Proposed fracture theory of a dispersion strengthened glass matrix" J. Am. Ceram. Soc. **49** P: 68-72 1966.
18. Holmstrom, N.G., "Fast firing of triaxial porcelain" Eng. Sci, Proc., **1** [10] P: 780-787 1980.
19. Iqbal, Y., Messer, P.F. and Lee, W.E., Br. Ceram. Trans., **99** P:110-116, 2000
20. Import Remain Threat to Tile Industry, Ceramic Industry, **147** [9] 16-18 (1997)
21. Kingery, W.D., Introduction to Ceramics, Wiley , New York, 1976.
22. Kristofferson, A., Ekberg, I.L., Leandersson, H. And Carlson, R., "High strength triaxial porcelain by an improved glassy phase" 3rd Euro Ceram., **2** P: 1059-1084 1993.
23. Kutbay, I., "Yeni geliştirilen anortit bazlı vitrifiye seramiklerin reolojik ve asıltı döküm davranışlarının araştırılması", Yüksek lisans tezi, GYTE Müh. Ve Fen Bil. Enst. Gebze, 2000.
24. Lawn, B.R., and Marshall, D.B., J. Am. Ceram. Soc., **62** P: 347-350, 1979.
25. Lawn, B.R., Evans, A.G., and Marshall, D.B., J. Am. Ceram, Soc., **63** P: 574-581, 1980.
26. Lange, F.F., Singhal, S.C., and, Kuznicki, R.C., J. Am. Ceram. Soc. **60**, P: 249 [28] 1973.
27. Lankford, J., "Indentation microfracture in palqvist crack Regime: Implications for fracture toughness evaluation by the indentation method" J. Mater. Sci. Lett. **1** P:493-496, 1982.
28. Ludin S.T., Trans. Of the Ivth Int. Ceram. Con.g., P: 383-390, 1954.
29. M.Carty, W., and Senepati, U., "Porcelain-Raw Materials, Processing, Phase Evolution, and Mechanical Behavior" J. Am. Ceram. Soc. **81** [1] 3-20 (1998).

30. Maitiy, S., Mukhopadhyay, T.K., and, Sarkar B.K., “ Development of high strength whiteware bodies” J. Eur. Ceram. Soc. **16** P: 305-312 1996.
31. Messer, P.F., et al., 6th Conference & Exhibition of the European Ceramic Brighton, England, Society, 20-24 June 1999.
32. Messer, P.F., Capoglu, A., Jafari, M., Noor, A.F.M., Okoje, H.E., US Patent No: 5.716.894, 1998.
33. Messer, P.F., Capoglu, A., Jafari, M., Noor, A.F.M., Okoje, H.E., European Patent, No: EP 0 739 323 B1, 1998
34. Metcalfe, B.L.,and Sant, J.H. Trans. J. Br. Ceram. Soc., **74**, P:193-201 1975.
35. Milligan, L.H., “Refractory Whitewares of the Porcelain Type” Am.Ceram. Soc. Bull. **29** [4] 154-157 (1950)
36. Norton, F.H., “Elements of Ceramics”, Addison-Wesley, Cambridge, MA, 1952.
37. Odelberg, A.S.W., Trans. Ceram. Soc. (England), **30**,P: 225-234, 1931.
38. Pierre, P.D.S.ST., J. Am. Ceram. Soc. **37** 243 (1954).
39. Pierre, P.D.S.ST., Trans. Br. Ceram. Soc. **55** 13 (1956).
40. Quinn, J.B., Sundar, V., and Lloyd,I.K., “Influence of microstructure and chemistry on the fracture toughness of dental ceramics” Dental materials 19 (2003) 603-611 (www.elsevier.com/locate/dental)
41. Rado, P., “ The strange case of hard porcelain” Trans. Br. Ceram. Soc., **71** [4] P: 131-139 1971.
42. Rado, P., “Bone China” Ceramic Monographs-Handbook of Ceramics, Verlag Schmid GmbH i. Brg. 1981
43. Rado, P. “ An Introduction to the Technology of Pottery” 2nd Edition, Pergamon, Oxford,1998.
44. Rice, R., Chemtech **13**, P: 236, [5] 1983.
45. Rizkalla, A.S., and Jones D.W., “Indentation fracture toughness and dynamic elastic moduli for commercial feldspathic dental porcelain materials” Dental materials (Article in press 2003) (www.elsevier.com/locate/dental)

46. Rosenthal, E., Pottery and Ceramics, Penguin Books, Middlesex, U.K. 1949.
47. Salmang, H., "Ceramic Physical and Chemical Fundamentals", Butterworth, London, 1961.
48. Scherer, S.S., Kell, J.R., Ouinn, G.D., and Xu, K. "Fracture toughness of a dental porcelain determined by fractografic analysis" Dental Materials 15 (1999) 342-348 (www.elsevier.com/locate/dental)
49. Schüller, K.H., Trans. Br. Ceram. Soc. **63** P: 103-107 (1964).
50. Shetty, D.K., Wright, I.G., Mincer, P.N., and Clauer, A.H., J. Matter. Sci., **20** P: 1873-1882, 1985.
51. Singer, F., La Ceramique, 1936.
52. Üstündağ, C.B., "CaO İlave Edilmiş α -SİALON Seramikleri" Lisans tezi, Dumlupınar Üniversitesi Müh. Fak. Kütahya, 1999.
53. Warshaw S.I. and Seider, R., "Comparsion of strength of triaxial porcelains containing alumina and silica" J. Am. Ceram. Soc. **50** P: 337-343 1967.
54. Wei, G.C., and Becher P.F., J. Am. Ceram. Soc. **67**, P:571, [3], 1984.
55. Zoellner, A., " Zur Frage der chemischem und physikalischen natur der porzellans", Sprechsaal, **41** P: 471-473 1908

ÖZGEÇMİŞ

Cem Bülent ÜSTÜNDAĞ 1975 yılında Şebinkarahisarın Tamzara mahallesinde doğdu. İlköğretimini İstanbul Bahçelievler Bağlar ilköğretim okulunda, orta öğretimini Bahçelievler Kocasinan Lisesinde tamamladı. Yüksek öğretim hayatına Zonguldak Karaelmas Üniversitesi İnşaat Bölümünde başladı ve 1995 yılında bu bölümden mezun oldu. Aynı yıl içerisinde Dumlupınar Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Seramik Mühendisliği Bölümüne girmeye hak kazandı, 1999 yılında lisans diploması aldı. 2001 yılında Gebze Yüksek Teknoloji Enstitüsü , Mühendislik Fakültesi, Malzeme Bilimi ve Mühendisliği Anabilim Dalında yüksek lisans eğitimine başlayan Üstündağ, halen Çanakkale Onsekiz Mart Üniversitesinde Öğretim Görevlisi olarak görev yapmaktadır.