

**TUĞLA-KİREMİT ENDÜSTRİSİNDE PİŞMİŞ
ATIKLARIN YENİDEN
DEĞERLENDİRİLEBİLİRLİĞİNİN
ARAŞTIRILMASI**

**Yasemin PANCAR
Yüksek lisans Tezi**

**Fen Bilimleri Enstitüsü
Seramik Mühendisliği
Anabilim Dalı
Şubat 2001**

JÜRİ VE ENSTİTÜ ONAYI

Yasemin PANCAR'ın "Tuğla-kiremit Endüstrisinde Pişmiş Atıkların Değerlendirilebilirliğinin Araştırılması" başlıklı Seramik Mühendisliği Anabilim Dalındaki, Yüksek Lisans Tezi ~~15.02.2001~~ tarihinde, aşağıdaki jüri tarafından Anadolu Üniversitesi Lisansüstü Eğitim-Öğretim ve Sınav Yönetmeliğinin ilgili maddeleri uyarınca değerlendirilerek kabul edilmiştir.

	Adı-Soyadı	İmza
Üye (tez danışmanı)	: Yrd. Doç. D. Alpagut KARA	
Üye	: Doç. Dr. Hasan MANDAL	
Üye	: Doç. Dr. Ferhat KARA	

Anadolu Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü Yönetim kurulunun ~~21.02.2001~~ tarih ve ~~7/1~~ sayılı kararıyla onaylanmıştır.

ÖZET

Yüksek Lisans Tezi

TUĞLA-KİREMİT ENDÜSTRİSİNDE PİŞMİŞ ATIKLARIN YENİDEN DEĞERLENDİRİLEBİLİRLİĞİNİN ARAŞTIRILMASI

YASEMİN PANCAR

Anadolu Üniversitesi

Fen Bilimleri Enstitüsü

Seramik Mühendisliği Anabilim Dalı

Danışman: Yrd. Doç. Dr. Alpagut KARA

2001

Bu tezde, ticari bir kiremit firmasının üretimi esnasında iskarta olarak açığa çıkan pişmiş atıkların geri kazanımı üzerine çalışmalar gerçekleştirilmiştir. Bu amaçla tezin ilk bölümünde Akdeniz tipi kiremit üretiminde kullanılan, Eskişehir yöresine ait yedi farklı kil esaslı hammaddenin fiziksel, kimyasal ve mineralojik özellikleri çeşitli karakterizasyon teknikleri kullanılarak detaylı bir biçimde araştırılmıştır. Bu hammaddelerin kiremit endüstrisi için ticari olarak uygunluğu bilinmesine rağmen elde edilen sonuçlardan yararlanılarak ürün kalitesinin iyileştirilmesi hedeflenmiştir. Tezin ikinci bölümünde ise herhangi bir öğütme işlemine tabii tutmaksızın 500 μm , 300 μm ve 106 μm elek altı boyutlarda olmak üzere % 2 ile % 20 arasında değişen oranlarda pişmiş atık standart kiremit bünyesine ilave edilerek yarı yaş ve kuru baskı yöntemleri ile şekillendirilmiştir. Elde edilen temsili numuneler daha sonra işletme ve laboratuvar koşullarında farklı pişirim sıcaklıklarında pişirilerek nihai ürün özellikleri üzerindeki etkileri incelenmiştir. Kullanılan hammaddelerin karakterizasyon çalışmaları sonucu elde edilen sonuçlar değerlendirildiğinde bu hammaddeler arasında incelenen özellikleri açısından büyük farklılıkların olmadığı görülmüştür. Her bir farklı boyut dağılımı ve pişirim rejimi için artan oranlardaki pişmiş atık ilavesinin standart bünyenin su emme değerlerini arttırdığı, bu artışa paralel olarak da eğme mukavemeti değerlerini azalttığı tespit edilmiştir.

Anahtar Kelimeler: Kiremit, Pişmiş Atık, Kil, Su Emme, Eğme Mukavemeti

ABSTRACT**Master of Science Thesis****AN INVESTIGATION INTO RECYCLING OF FIRED
ROOF TILE SCRAPS IN TILE AND BRICK INDUSTRY****YASEMİN PANCAR****Anadolu University****Graduate School of Natural and Applied Sciences****Ceramics Engineering Program****Supervisor: Asst. Prof. Dr. Alpagut KARA****2001**

In this thesis, studies were carried out to recycle the fired roof tile scraps discarded by a commercial roof tile factory during manufacture. For this purpose, in the first part of the thesis, physical, chemical and mineralogical properties of seven different clays from Eskişehir region used for Mediterranean type roof tile manufacture were investigated in detail employing several characterisation techniques. Although these clays were known to be commercially suitable for brick industry, the aim was to improve product quality. In the second part, 500 μm , 300 μm and 106 μm under size fired roof tile scrap was added to roof tile composition in amounts ranging from 2 % to 20 % and shaped using semi-wet and dry methods. Then, the representative specimens were fired at different firing temperatures under the factory and the laboratory conditions in order to see their effects on the relevant properties of the final product. As a result of the raw material characterisation studies, it was found that there were not any important differences in the relevant properties of the raw materials. For all the different particle size distributions and firing regimes, the addition of the fired scrap in increasing amounts led to higher water absorption and lower bend strength values of the standard body.

Keywords: Roof Tile, Fired Scrap, Clay, Water Absorption, Bend Strength

TEŞEKKÜR

Tez çalışmalarım sırasında göstermiş olduğu yardımlarından ve anlayışından dolayı danışman hocam Yrd. Doç. Dr. Alpagut KARA'ya,

Seramik Yüksek Mühendisi olarak yetiştirilmemde emeği geçen tüm hocalarıma ve bu çalışmanın gerçekleşmesinde bana olanak ve imkan sağlayan Endel A.Ş. kiremit işletmesi ve çalışanlarına,

Maddi ve manevi desteklerini benden hiçbir zaman esirgemeyen aileme, özellikle şirinliği ve sözleriyle beni motive eden kardeşim Pelin PANCAR'a en içten teşekkürlerimi sunarım.

İÇİNDEKİLER

	<u>Sayfa No</u>
ÖZET	i
ABSTRACT	ii
TEŞEKKÜR	iii
İÇİNDEKİLER	iv
ŞEKİLLER DİZİNİ	vii
ÇİZELGELER DİZİNİ	xii
1. GİRİŞ	1
2. KİL ESASLI HAMMADDELER	3
2.1. Kil esaslı hammaddelerin plastiklik özellikleri.....	4
2.2. Yaş mukavemet.....	5
2.3. Hacim küçülmesi.....	5
2.4. Renk.....	6
2.5. Tane boyut dağılımı.....	6
3. TUĞLA-KİREMİT ÜRETİMİ	7
3.1. Tuğla-kiremit üretiminde kullanılan kil esaslı hammaddeler.....	7
3.2. Tuğla-kiremit üretiminde kullanılan kil esaslı hammaddelerde aranan özellikler.....	9
3.3. Mineralojik kompozisyonun şekillendirme, kurutma ve yaş ürünün özellikleri üzerindeki etkisi.....	14
3.4. Mineralojik kompozisyonun pişirme davranışına ve nihai ürünün özelliklerine olan etkisi.....	14
3.5. Kiremit üretim proses akış şeması.....	19
3.6. Kiremit ürünlerin kurutulması.....	21
3.7. Kiremit ürünlerin pişirilmesi.....	24

4. MATERYAL VE YÖNTEM.....	30
4.1. Deneysel Materyaller.....	30
4.2. Deneysel Yöntemler.....	30
4.2.1. Rutubet tayini.....	30
4.2.2. Kuru küçülme ve pişme küçülmesi.....	30
4.2.3. Su emme.....	31
4.2.4. Eğme mukavemeti.....	32
4.2.5. Dona dayanım.....	33
4.2.6. Kireç tayini.....	33
4.2.7. Sülfat tayini.....	34
4.2.8. Klor tayini.....	35
4.2.9. Tane boyut dağılımı.....	36
4.2.10. Şekillendirme.....	36
4.2.11. Deneysel ve endüstriyel pişirimler.....	37
4.2.12. Termal analiz.....	38
4.2.13. X-ışınları difraksiyonu (XRD).....	39
4.2.14. Taramalı elektron mikroskobu (SEM).....	39
5. HAMMADDE KARAKTERİZASYON SONUÇLARI VE TARTIŞMA.	41
5.1. Klor, Kireç ve Sülfat Tayinleri.....	41
5.2. EDX ile Kantitatif Kimyasal Analiz.....	42
5.3. Tane Boyut Dağılım Ölçümleri.....	44
5.3.1. Lazer Difraksiyon Tekniği ile tane boyut dağılım ölçümü.....	44
5.3.2. Yaş ve kuru elek analizleri.....	46
5.3.3. SEM ile tane boyut dağılımı.....	55
5.4. Fiziksel Özellikler.....	59
5.5. Termal Analiz.....	60
5.6. Mineralojik Analiz (XRD).....	64
5.7. SEM-EDX ile Mikroyapısal ve Kimyasal Karakterizasyon.....	67

6. YAŞ ŞEKİLLENDİRME SONUÇLARI VE TARTIŞMA.....	74
6.1. 106 µm elek altı pişmiş atık ilavesi.....	74
6.2. 300 µm elek altı pişmiş atık ilavesi.....	78
6.3. 500 µm elek altı pişmiş atık ilavesi.....	82
6.4. Tartışma.....	86
7. KURU BASKI ŞEKİLLENDİRME SONUÇLARI VE TARTIŞMA.....	89
7.1. 106 µm elek altı pişmiş atık ilavesi.....	89
7.2. 300 µm elek altı pişmiş atık ilavesi.....	91
7.3. 500 µm elek altı pişmiş atık ilavesi.....	93
7.4. Tartışma.....	95
8. GENEL SONUÇLAR.....	98
8.1. Karakterizasyon çalışmaları.....	98
8.2. Yaş şekillendirme çalışmaları.....	100
8.3. Kuru baskı çalışmaları.....	101
9. ÖNERİLER.....	103
10. KAYNAKLAR DİZİNİ.....	105

ŞEKİLLER DİZİNİ

2.1. Winkler diyagramı.....	7
3.1. Kiremit proses akış şeması.....	19
3.2. Kuru şekillendirme akış şeması.....	20
3.3. Yaş şekillendirme akış şeması.....	20
3.4. Yarı yaş şekillendirme akış şeması.....	21
5.1. Nihai karışıma ait temsili EDX spektrumu.....	42
5.2. “Nihai karışıma (öğütme öncesi) ait tane boyut dağılım analiz sonuçları.....	44
5.3. “Nihai karışıma (öğütme sonrası) ait tane boyut dağılım analiz sonuçları.....	44
5.4. (A) kodlu kil esaslı hammaddeye ait kümülatif tane boyut dağılımı.....	46
5.5. (B) kodlu kil esaslı hammaddeye ait kümülatif tane boyut dağılımı.....	47
5.6. (C) kodlu kil esaslı hammaddeye ait kümülatif tane boyut dağılımı.....	48
5.7. (D) kodlu kil esaslı hammaddeye ait kümülatif tane boyut dağılımı.....	49
5.8. (E) kodlu kil esaslı hammaddeye ait kümülatif tane boyut dağılımı.....	50
5.9. (F) kodlu kil esaslı hammaddeye ait kümülatif tane boyut dağılımı.....	51
5.10. (G) kodlu kil esaslı hammaddeye ait kümülatif tane boyut dağılımı.....	52
5.11. (A) kodlu kil esaslı hammaddeye ait temsili SEM (SEI) görüntüsü.....	55
5.12. (B) kodlu kil esaslı hammaddeye ait temsili SEM (SEI) görüntüsü.....	55
5.13. (C) kodlu kil esaslı hammaddeye ait temsili SEM (SEI) görüntüsü.....	56
5.14. (D) kodlu kil esaslı hammaddeye ait temsili SEM (SEI) görüntüsü.....	56
5.15. (E) kodlu kil esaslı hammaddeye ait temsili SEM (SEI) görüntüsü.....	57
5.16. (F) kodlu kil esaslı hammaddeye ait temsili SEM (SEI) görüntüsü	57
5.17. (G) kodlu kil esaslı hammaddeye ait temsili SEM (SEI) görüntüsü.....	58
5.18. Nihai karışıma ait TG-DTA eğrisi.....	60
5.19. Nihai karışıma ait dilatometre eğrisi (işletme pişirimi).....	61
5.20. Nihai karışıma ait dilatometre eğrisi (pişirim öncesi).....	62
5.21. % 20 pişmiş atık ilavesi içeren nihai karışıma ait dilatometre eğrisi (pişirim öncesi).....	63

5.22. Nihai karışıma ait dilatometre eğrisi ile % 20 atık ilavesi içeren nihai karışıma ait dilatometre eğrisinin karşılaştırılması.....	64
5.23. Nihai karışıma ait temsili XRD analizi.....	65
5.24. 850°C’de pişirilen nihai karışıma ait temsili XRD analizi.....	65
5.25. 920°C’de pişirilen nihai karışıma ait temsili XRD analizi.....	66
5.26. 850°C & 920°C sıcaklıklarda pişirilen nihai karışıma ait XRD analizlerinin karşılaştırılması.....	66
5.27. (a) Temsili bir BEI görüntüsü (x300) (b) Görüntü üzerinde (A) noktasından alınan temsili EDX spektrumu (c) Görüntü üzerinde (B) noktasından alınan temsili EDX spektrumu.....	68
5.28. (a) Temsili bir BEI görüntüsü (x300) (b) Görüntü üzerinde (A) noktasından alınan temsili EDX spektrumu.....	69
5.29. (a) Temsili bir BEI görüntüsü (x300) (b) Görüntü üzerinde (A) noktasından alınan temsili EDX spektrumu.....	70
5.30. (a) Temsili bir BEI görüntüsü (x300) (b) Görüntü üzerinde (A) noktasından alınan temsili EDX spektrumu.....	71
5.31. (a) Temsili bir BEI görüntüsü (x300) (b) Görüntü üzerinde (A) noktasından alınan temsili EDX spektrumu (c) Görüntü üzerinde (B) noktasından alınan temsili EDX spektrumu.....	72
6.1. 106 µm elek altı pişmiş atık ilavesine bağlı olarak nihai karışımın su emme ve eğme mukavemeti değerlerinin değişimi (işletme pişirimi).....	74
6.2. 106 µm elek altı pişmiş atık ilavesine bağlı olarak nihai karışımın % Rh, % K.K., % P.K. ve % T.K. değerlerinin değişimi (işletme pişirimi).....	74
6.3. 106 µm elek altı pişmiş atık ilavesine bağlı olarak nihai karışımın su emme ve eğme mukavemeti değerlerinin değişimi (850°).....	75
6.4. 106 µm elek altı pişmiş atık ilavesine bağlı olarak nihai karışımın % Rh, % K.K., % P.K. ve % T.K. değerlerinin değişimi (850°C).....	75
6.5. 106 µm elek altı pişmiş atık ilavesine bağlı olarak nihai karışımın su emme ve eğme mukavemeti değerlerinin değişimi (880°C).....	76

6.6. 106 µm elek altı pişmiş atık ilavesine bağlı olarak nihai karışımın % Rh, % K.K., % P.K. ve % T.K. değerlerinin değişimi (880°C).....	76
6.7. 106 µm elek altı pişmiş atık ilavesine bağlı olarak nihai karışımın su emme ve eğme mukavemeti değerlerinin değişimi (920°C).....	77
6.8. 106 µm elek altı pişmiş atık ilavesine bağlı olarak nihai karışımın % Rh, % K.K., % P.K. ve % T.K. değerlerinin değişimi (920°C).....	77
6.9. 300 µm elek altı pişmiş atık ilavesine bağlı olarak nihai karışımın su emme ve eğme mukavemeti değerlerinin değişimi (işletme pişirimi).....	78
6.10. 300 µm elek altı pişmiş atık ilavesine bağlı olarak nihai karışımın % Rh, % K.K., % P.K. ve % T.K. değerlerinin değişimi (işletme pişirimi).....	78
6.11. 300 µm elek altı pişmiş atık ilavesine bağlı olarak nihai karışımın su emme ve eğme mukavemeti değerlerinin değişimi (850°).....	79
6.12. 300 µm elek altı pişmiş atık ilavesine bağlı olarak nihai karışımın % Rh, % K.K., % P.K. ve % T.K. değerlerinin değişimi (850°C).....	79
6.13. 300 µm elek altı pişmiş atık ilavesine bağlı olarak nihai karışımın su emme ve eğme mukavemeti değerlerinin değişimi (880°C).....	80
6.14. 300 µm elek altı pişmiş atık ilavesine bağlı olarak karışımın % Rh, % K.K., % P.K. ve % T.K. değerlerinin değişimi (880°C).....	80
6.15. 300 µm elek altı pişmiş atık ilavesine bağlı olarak nihai karışımın su emme ve eğme mukavemeti değerlerinin değişimi (920°C).....	81
6.16. 300 µm elek altı pişmiş atık ilavesine bağlı olarak nihai karışımın % Rh, % K.K., % P.K. ve % T.K. değerlerinin değişimi (920°C).....	81
6.17. 500 µm elek altı pişmiş atık ilavesine bağlı olarak nihai karışımın su emme ve eğme mukavemeti değerlerinin değişimi (işletme pişirimi).....	82
6.18. 500 µm elek altı pişmiş atık ilavesine bağlı olarak nihai karışımın % Rh, % K.K., % P.K. ve % T.K. değerlerinin değişimi (işletme pişirimi).....	82
6.19. 500 µm elek altı pişmiş atık ilavesine bağlı olarak nihai karışımın su emme ve eğme mukavemeti değerlerinin değişimi (850°).....	83
6.20. 500 µm elek altı pişmiş atık ilavesine bağlı olarak nihai karışımın % Rh, % K.K., % P.K. ve % T.K. değerlerinin değişimi (850°C).....	83

6.21. 500 µm elek altı pişmiş atık ilavesine bağlı olarak nihai karışımın su emme ve eğme mukavemeti değerlerinin değişimi (880°C).....	84
6.22 500 µm elek altı pişmiş atık ilavesine bağlı olarak karışımın % Rh, % K.K., % P.K. ve % T.K. değerlerinin değişimi (880°C).....	84
6.23. 500 µm elek altı pişmiş atık ilavesine bağlı olarak nihai karışımın su emme ve eğme mukavemeti değerlerinin değişimi (920°C).....	85
6.24. 500 µm elek altı pişmiş atık ilavesine bağlı olarak nihai karışımın % Rh, % K.K., % P.K. ve % T.K. değerlerinin değişimi (920°C).....	85
7.1. 106 µm elek altı pişmiş atık ilavesine bağlı olarak nihai karışımın su emme ve eğme mukavemeti değerlerinin değişimi (işletme pişirimi).....	89
7.2. 106 µm elek altı pişmiş atık ilavesine bağlı olarak nihai karışımın normal şartlar altındaki ve dona dayanım testinden sonraki eğme mukavemeti değerlerinin değişimi (işletme pişirimi).....	89
7.3. 106 µm elek altı pişmiş atık ilavesine bağlı olarak nihai karışımın su emme ve eğme mukavemeti değerlerinin değişimi (850°C).....	90
7.4. 106 µm elek altı pişmiş atık ilavesine bağlı olarak nihai karışımın su emme ve eğme mukavemeti değerlerinin değişimi (920°C).....	127
7.5. 300 µm elek altı pişmiş atık ilavesine bağlı olarak nihai karışımın su emme ve eğme mukavemeti değerlerinin değişimi (işletme pişirimi).....	91
7.6. 300 µm elek altı pişmiş atık ilavesine bağlı olarak nihai karışımın normal şartlar altındaki ve dona dayanım testinden sonraki eğme mukavemeti değerlerinin değişimi (işletme pişirimi).....	91
7.7. 300 µm elek altı pişmiş atık ilavesine bağlı olarak nihai karışımın su emme ve eğme mukavemeti değerlerinin değişimi (850°C).....	92
7.8. 300 µm elek altı pişmiş atık ilavesine bağlı olarak nihai karışımın su emme ve eğme mukavemeti değerlerinin değişimi (920°C).....	92
7.9. 500 µm elek altı pişmiş atık ilavesine bağlı olarak nihai karışımın su emme ve eğme mukavemeti değerlerinin değişimi (işletme pişirimi).....	93

- 7.10. 500 μm elek altı pişmiş atık ilavesine bağlı olarak nihai karışımın normal şartlar altındaki ve dona dayanım testinden sonraki eğme mukavemeti değerlerinin değişimi (işletme pişirimi).....93
- 7.11. 500 μm elek altı pişmiş atık ilavesine bağlı olarak nihai karışımın su emme ve eğme mukavemeti değerlerinin değişimi (850°C).....94
- 7.12. 500 μm elek altı pişmiş atık ilavesine bağlı olarak nihai karışımın su emme ve eğme mukavemeti değerlerinin değişimi (920°C).....94

ÇİZELGELER DİZİNİ

4.1. Kireç miktarına bağlı olarak kil esaslı hammaddelerin sınıflandırılması.....	34
4.2. İşletme pişirimleri için kullanılan rejim.....	37
4.3. Laboratuvar pişirimleri için kullanılan rejim (yaş şekillendirme).....	37
4.4. Laboratuvar pişirimleri için kullanılan rejim (kuru baskı).....	38
5.1. Kullanılan kil esaslı hammaddeler ve nihai karışıma ait % klor, % kireç ve sülfat miktarları.....	41
5.2. Nihai karışıma ait kantitatif EDX analiz sonuçları.....	43
5.3. Kil esaslı hammaddelere ait kantitatif EDX sonuçları.....	43
5.4. Kil esaslı hammaddelere ait tane boyut dağılımları (<i>hacim dağılımı</i>).....	45
5.5. Kil esaslı hammaddelere ait tane boyut dağılımları (<i>yüzey dağılımı</i>).....	45
5.6. (A) kodlu kil esaslı hammaddeye ait tane boyut dağılım verileri.....	46
5.7. (B) kodlu kil esaslı hammaddeye ait tane boyut dağılım verileri.....	47
5.8. (C) kodlu kil esaslı hammaddeye ait tane boyut dağılım verileri.....	48
5.9. (D) kodlu kil esaslı hammaddeye ait tane boyut dağılım verileri.....	49
5.10. (E) kodlu kil esaslı hammaddeye ait tane boyut dağılım verileri.....	50
5.11. (F) kodlu kil esaslı hammaddeye ait tane boyut dağılım verileri.....	51
5.12. (G) kodlu kil esaslı hammaddeye ait tane boyut dağılım verileri.....	52
5.13. Pişmiş atık tane boyut % elek üstü dağılımı.....	53
5.14. 500 µm elek altı pişmiş atık tane boyut dağılım verileri.....	53
5.15. 300 µm elek altı pişmiş atık tane boyut dağılım verileri.....	54
5.16. 106 µm elek altı pişmiş atık tane boyut dağılım verileri.....	54
5.17. Kil esaslı hammaddelere ait fiziksel özellikler.....	59
6.1. Nihai karışıma ilave edilen 106 µm elek altı pişmiş atık miktarına bağlı olarak su emme ve eğme mukavemeti değerlerindeki % değişim.....	86
6.2. Nihai karışıma ilave edilen 300 µm elek altı pişmiş atık miktarına bağlı olarak su emme ve eğme mukavemeti değerlerindeki % değişim.....	87
6.3. Nihai karışımına ilave edilen 500 µm elek altı pişmiş atık miktarına bağlı olarak su emme ve eğme mukavemeti değerlerindeki % değişim.....	88

- 7.1. Nihai karışıma ilave edilen 106 μm elek altı pişmiş atık miktarına bağlı olarak su emme ve eğme mukavemeti değerlerindeki % değişim.....95
- 7.2. Nihai karışımına ilave edilen 300 μm elek altı pişmiş atık miktarına bağlı olarak su emme ve eğme mukavemeti değerlerindeki % değişim.....96
- 7.3. Nihai karışıma ilave edilen 500 μm elek altı pişmiş atık miktarına bağlı olarak su emme ve eğme mukavemeti değerlerindeki % değişim.....96
- 7.4. Nihai karışıma ilave edilen 106 μm , 300 μm , 500 μm elek altı pişmiş atık miktarına bağlı olarak dona dayanım testi sonrası eğme mukavemetinin normal eğme mukavemeti ile karşılaştırılması.....97

1. GİRİŞ

Kil esaslı hammaddelerin kullanılmasıyla elde edilen ürünlerin, insanlık tarihinde medeni yaşamın oluşturulması ile birlikte ortaya çıktığı bilinmektedir. İnsanlığın ilk icatlarından sayılabilecek bu ürünler günümüzde dek gerek üretimleri, gerekse kullanımları açısından birçok evrimler geçirmiştir. Kil esaslı hammaddelerin şekillendirilip pişirilmesi ile elde edilen kiremit ve tuğlalar insanların barındıkları ve güvenliğini sağladıkları yapıları oluşturmalarında en büyük yardımcıları olmuştur. Tuğla-kiremit malzemelerin yapılar kazandırdığı doğallık ve estetik görünüm, bu malzemelerin yapı sektöründe özellikle tercih edilen malzemeler olmalarını sağlamaktadır.

Tuğla-kiremit ürünlerin temel hammaddesi olan killer genellikle doğada saf olarak bulunmadıklarından dolayı, kiremit üretimine olan uygunlukları mineralojik karakterlerine ve içerdikleri safsızlıkların cinsine ve miktarına büyük ölçüde bağlıdır. Aynı zamanda killerin kuru küçülme, pişme küçülmesi, su emme ve eğme mukavemeti gibi fiziksel özelliklerinin ölçülmesi de tuğla-kiremit üretimi esnasındaki proseslerin kontrolü için gerekli bir husustur.

Günümüz Türkiye tuğla-kiremit endüstrisine bakıldığında, birkaç büyük firma haricinde modern üretim teknolojinin gerisinde kaldığını ifade etmek mümkündür. Diğer seramik üretim teknolojilerinde de olduğu gibi tuğla-kiremit endüstrisinde de kullanılacak hammaddelerin seçiminin doğru bir biçimde yapılması istenen özelliklere sahip bir nihai ürünün elde edilmesi için gereklidir. Aksi takdirde kalitesiz kiremit üretimi, hammadde sarfıyatı ve üretim kapasitesinin azlığı gibi problemler ortaya çıkmaktadır.

Diğer sektörlerde olduğu gibi kiremit sektöründe de teknolojinin arkasında kalmamak, Avrupa ülkelerindeki kiremit üreticilerinin kalitesini ve çeşitliliğini yakalayabilmek için araştırma ve geliştirme çalışmalarının yapılması zaruri olmaktadır. Bu sebeple mevcut kiremit üreticilerinin oluşabilecek hatalara kısa zamanda çözüm bulabilmeleri için kullandıkları kil esaslı hammaddelerin fiziksel

ve kimyasal özelliklerini çok iyi bilmeleri gerekmektedir. Eğer kullanılan hammaddeler hakkında daha detaylı ve bilimsel bilgiler elde edilirse, kurutma ve pişirim gibi hammaddenin özellikleri ile doğrudan alakalı olan proseslerdeki sorunlara da çözüm getirilebilir.

Kiremit proses akış şemasının son safhası olan boşaltma bölümünde fırından çıkan ıskarta, diğer bir deyişle atık kiremitler ayrılmakta ve genellikle fabrika dışında stok alanına yığılmaktadır. İskarta kiremitlerin üretime geri döndürülerek miktarının azaltılabilmesi ve bu şekilde maliyetlerin azaltılabilmesi yine kullanılan hammaddelerin pişirim öncesi ve sonrası fiziksel ve kimyasal özelliklerinin iyi bir şekilde bilinmesinden geçmektedir.

Bu çalışmada yüksek miktarlardaki pişmiş kiremit atığı, çevresel ve maliyet hususları açısından değerlendirilebilmesi amacıyla standart bünye kompozisyonuna artan miktarlarda ilavesi edilmiş, yaş ve kuru baskı yöntemleri ile şekillendirildikten sonra farklı rejimler kullanılarak laboratuvar ve işletme şartlarında pişirilmiştir.

2. KİL ESASLI HAMMADDELER [1-3]

Killer volkanik kayaların jeolojik ve günümüzde karşılaşılmayan şartlarda çözülmelerinden meydana gelir. Kilin cinsi ana kayacın tipine ve geçirdiği safhalara bağlıdır. Hiçbir zaman saf halde bulunmayan killerin bileşiminde alüminyum silikatlarla birlikte kum, demir, magnezyum, sodyum, kalsiyum ve potasyum bileşikleri gibi diğer yabancı oksitler de mevcuttur. Bu tip oksitlerin cinsi ve miktarına göre killer çok farklı renk ve özellikte bulunabilirler. Yüksek miktarda magnezyum ve kalsiyum ihtiva eden killere "marn" adı verilir. Demir oksit bakımından zengin olan ve kum içeren killer ise "balçık" olarak adlandırılır. Kilin içerdiği demir oksit kile kırmızı, sarı bir renk verir. Kildeki kaolinit bileşeni ne kadar fazla ise beyazlığı ve kalitesi de o derecede artacaktır. Kilin içindeki yabancı maddeler çok az ise su ile karıştırıldığı zaman yapışık bir çamur halini alır. Bu tip bir kil "plastik kil" olarak adlandırılır. Killer plastik oluşları ve şekil alabilme yetenekleri nedeniyle yaygın olarak tercih edilirler. Bir kilin tane boyutu ne kadar küçük ve alkali esaslı tuz içeriği ne kadar yüksek ise plastiklik özelliğinin de o derece yüksek olması beklenir.

Kil hammaddelerinin kimyasal analizlerinde genellikle SiO_2 , Al_2O_3 , CaO , MgO , K_2O , Na_2O , Fe_2O_3 ve TiO_2 yüzdeleri tespit edilir. Al_2O_3 değeri % 25-32 arasında değişir. Bu oran küçük tane boyutlu killerde az, refrakter esaslı killerde ise yüksektir. Fe_2O_3 oranı düşük tane boyutuna sahip killerde % 1, diğer killerde ise % 3'ün altında olmalıdır. Aksi halde killerin pişme rengi ve ateşe dayanıklılığı zarar görebilir. Bu konuda en önemli husus, içerdiği Fe_2O_3 miktarından ziyade homojen bir biçimde dağılıp dağılmadığıdır. Örneğin; Fe_2O_3 miktarı düşük beyaz kaolinitik killer içerisinde dağılmış olan az miktarda pirit kilin kullanılamaz hale gelmesine sebebiyet verebilir. SiO_2 miktarı çok yüksek olması kilde serbest kuvars mevcudiyetinin bir göstergesidir. Bu taktirde kilin ince veya iri taneli oluşu önemlidir.

Kil esaslı hammaddelerin bazı özellikleri aşağıda tartışılmaktadır:

2.1. Kil esaslı hammaddelerin plastiklik özellikleri

"Plastiklik" terimi kile uygulandığında kilin tanımı; "su emdiğinde plastik olan, basınç uygulandığında kırılmadan şekil değiştirebilen ve basınç kalktığında yeni şeklini koruyabilen" olarak tarif edilebilir. Eğer kil kısmi olarak kurutulursa, şekil değiştirebilme özelliği geçici olarak ortadan kalkar ve nispeten sertleşir. Plastiklik veya plastisite özelliği kolloidal boyutlardaki kil taneleri ile su arasında fiziko-kimyasal bağlantılarla sınırlanmıştır. Bu nedenle bir kilin plastiklik özelliği mineralojik bileşim, tane boyut şekli ve dağılımı, katyon değişim kapasitesi ve PH değeri gibi faktörlere bağlı olarak değişim gösterir.

Kil mineralleri ile su arasındaki özel ilişki kil-su sistemine önemli özellikler kazandırır. Kil mineralleri sahip oldukları kristal yapı ve tane boyutuna göre bünyelerinde farklı miktarlarda fiziksel su tutabilirler. Buna bağlı olarak fiziksel suyun miktarı ve uzaklaştırılma sıcaklığı kil mineralinin yapısı hakkında bilgi verebilir. Fiziksel olarak bağlı su genelde 100°C civarında uzaklaştırılır. Her ne kadar fiziksel su güçlü bir biçimde kil taneleri tarafından tutulmasa da montmorillonit gibi bazı kil minerallerinde tabakalar arasına da su absorblandığı için bu suyun uzaklaştırılması daha zordur ve daha yüksek sıcaklıklar gerektirir. Çoğu montmorillonit tabakalar arası suyu 150°C civarında kaybederler, ancak bu sıcaklık montmorillonite absorblanmış olan katyon cinsine de bağlıdır. Bir kil mineralinin tuttuğu su miktarı ortam nemi ile orantılıdır.

Kil mineralleri ayrıca bünyelerinde kimyasal olarak bağlı su (kristal su) içerirler. Kristal suyun sıcaklığa bağlı olarak uzaklaşması genelde hızlı olmayıp, sıcaklık artış hızına bağlı olarak belli bir aralıkta görülür. Uzaklaştırılan kristal suyu miktarı, kilin kristal yapısına ve latisteki hidroksil iyonu miktarına bağlıdır.

İçerisine su ilave edilerek karıştırılıp çamur haline getirilen kil üzerine el ile bastırıldığı zaman parmak izlerini açıkça gösteren fakat ele yapışmayan kil

plastik hale gelmiştir. Kurutulmuş kilin bu hale gelinceye kadar aldığı su miktarı yüzdesine "plastisite suyu" adı verilir. Killerin plastisite suyu genellikle % 15'den az, % 40'dan fazla olmamalıdır.

2.2. Yaş mukavemet

Şekillendirme işlemi tamamlanan yarı mamullerin pişirme işlemi öncesi genellikle kurutma, istifleme, nakliyat, yüzey dekorasyonu gibi birtakım işlemlere tabii tutulmaları gerekebilir. Bu işlemler esnasında, özellikle istifleme ve nakliyatta, kayıpları minimum seviyede tutabilmek için belli bir kuru mukavemete sahip olmaları gereklidir. Kuru mukavemet genellikle killerin tane boyutu küçüldükçe ve plastisite değeri yükseldikçe artar. Bünyenin kuru mukavemeti ayrıca şekillendirme yöntemine, tanelerin yönelmesine, katı ve su miktarına bağlıdır. Bu özellikler bünyenin homojenliğini ve oluşabilecek gerilimleri belirler.

Bir kil esaslı bünyenin su miktarı azaldıkça yaş mukavemeti de artar. Oda sıcaklığında su miktarı yaklaşık % 2-3'e kadar düşer. Kuru mukavemeti ürünün şekillendirildiği kalıp, taşıma ve kurutma problemleri ile ilgili bir özelliktir. Çünkü yüksek kuru mukavemet kilin termal şok ve aşınmaya karşı dirençli olmasını sağlar.

2.3. Hacim küçülmesi

Su ile şekillendirilen bir kil esaslı bünye kurumaya bırakıldığı zaman hacmi dolayısıyla boyutları değişir. Kuruma küçülmesi bünyenin yaş uzunluğuna oranla, kurumada ne ölçüde küçüleceğinin bir göstergesi sayılabilir. Plastikliği yüksek olan killerin kuruma küçülmeleri de fazla olacaktır. Yeterince kurutulmuş bir ürünün pişirilmesi esnasında hacim küçülmesi devam eder. Sonuçta pişme küçülmesi elde edilir. Kil esaslı bir bünyenin kurutma ve pişme işlemleri sonunda meydana gelen hacim küçülmesi "toplam hacim küçülmesi" olarak adlandırılır. Hacim küçülmesi, şekillendirilen kilin yaş durumuna göre, pişirildiğinde ne ölçüde küçüldüğünü gösterir. Toplam doğrusal küçülmenin bilinmesi sonuç

ürünün boyutlarını ayarlamak bakımından önem kazanmaktadır. Bu durum TSE standartlarına uygun kiremit üretimi açısından önemlidir.

Kilin hacim küçülmesi kil bünyesindeki tanelerin arasında bulunan suyun sıcaklık ile uzaklaşması ile açıklanabilir. Suyun uzaklaşması sonucunda taneler birbirine yaklaşırlar ve hatta birbirlerine temas ederler. Bu şekilde kilin hacmi küçülür. Kilin kurumasından oluşan hacim küçülmesi kilin plastiklik özelliğine de bağlı olarak değişiklik gösterir.

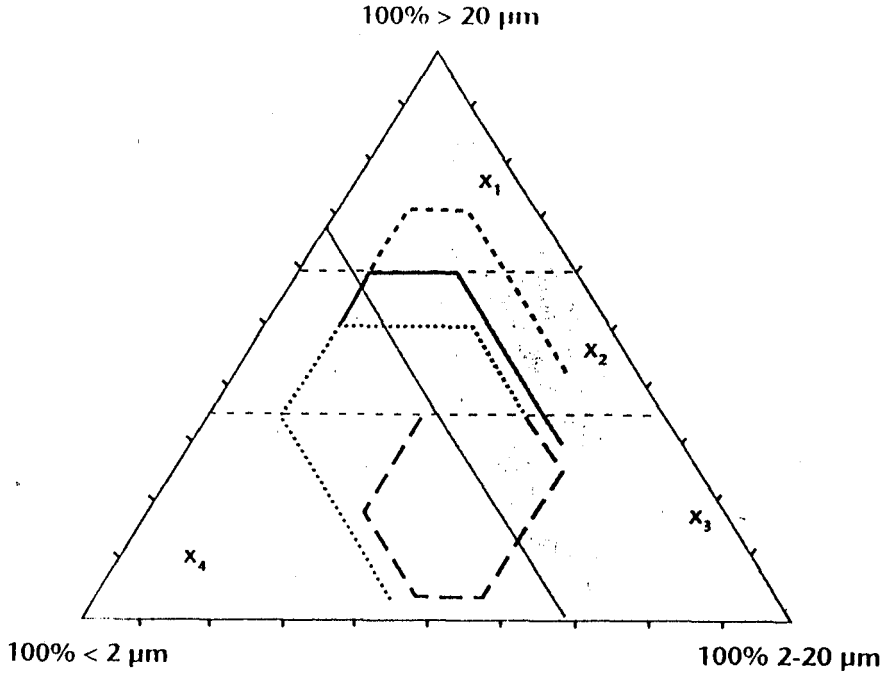
2.4. Renk

Eğer kullanılan hammaddeler fazla kalker ihtiva ediyorsa pişme rengi 900°C'nin üzerindeki sıcaklıklarda sarıya döner. Kırmızı renk hematit, limonit gibi demir bileşiklerinden kaynaklanır. Demir oksitler pişirim sonucunda sertliğin daha yüksek olmasını sağlarlar. Ayrıca su emme miktarını düşürürler. Yüksek miktarlarda demir, demir sülfat ve karbonatlar ise pişirme esnasında çatlama, kopma ve tuğla yüzeyinde beyazlanma gibi problemlere sebebiyet verebilirler. Bu nedenle demir oksit ve hidratların miktarının % 8-10 arasında olması tercih edilir.

2.5. Tane boyut dağılımı

Tuğla-kiremit endüstrisinde kullanılan killi hammaddelerin tane boyut dağılımlarının sağlıklı bir biçimde ölçülebilmesi istenen fiziksel ve kimyasal özelliklere sahip bir ürün elde edilebilmesi açısından gereklidir. Özellikle tercih edilen kil esaslı hammaddelerin en küçük tane boyut dağılımına sahip kısmı önem taşımaktadır. Günümüz tuğla-kiremit endüstrisinde genelde ortalama tane boyut dağılımı 2 µm altında kalan kısım kil, 2-63 µm arası olan kısım kumlu kil ve daha yüksek tane boyutuna sahip olan kısım ise kum olarak adlandırılmaktadır. 2 µm tane boyutunun altında olan fraksiyon özellikle şekillendirilebilme ve kurutma davranışı gibi özellikleri etkilemektedir. Farklı tuğla-kiremit ürünleri için uygun tane boyut dağılım aralıkları Şekil 2.1'deki Winkler üçgeni veya diyagramı ile gösterilebilir. Bu diyagram üzerinde işaretlenen X_1 bölgesi deliksiz tuğlaların, X_2

bölgesi delikli tuğlaların, X_3 bölgesi kil esaslı çatı kiremitlerinin ve son olarak X_4 bölgesi tavan tuğlalarının yapımında kullanılacak hammaddeler için uygun görülen tane boyut dağılım aralığını vermektedir.



Şekil 2.1 Winkler diyagramı [4]

Mevcut literatür incelendiğinde killerin tane boyut dağılımlarının ölçülmesi için farklı tekniklerin kullanıldığı görülmekte olup bu tekniklere örnek olarak yaş eleme, sedimentasyon ve lazer difraksiyon teknikleri verilebilir.

3. TUĞLA-KİREMİT ÜRETİMİ

3.1 Tuğla-kiremit üretiminde kullanılan kil esaslı hammaddeler

Killer fiziksel ve kimyasal bakımdan birbirlerinden farklılık gösteren hammaddeler olduğundan, bu konuda bir sınıflandırma yapmak mümkün değildir. Diğer yandan bir genelleme yapmak gerekirse kiremit yapımına en uygun killeri illit grubu killerdir. Montmorillonit ve halloysit grubundan killeri bünyelerine fazla su aldıklarından dolayı yüksek oranda şişme gösterirler ve buna bağlı olarak su kaybı ile hacimsel küçülmeleri çok fazla olacağından kiremit üretiminde

kullanılmaları uygun değildir. Killer genellikle saf halde bulunmadıklarından, kiremit yapımına elverişlikleri içerdikleri safsızlıkların cinsine ve miktarına büyük ölçüde bağlıdır. Kiremit üretiminde kullanılacak olan killerde bulunabilen yararlı ve zararlı safsızlıklar aşağıda verilmektedir:

Kum: Kiremit üretiminde tercih edilecek killerde doğal olarak bulunan kum (serbest silika) genellikle küçük tane boyutuna sahip olup, miktarı yaklaşık % 30-40 civarındadır. Kilin bünyeye sağlamış olduğu plastiklik özelliğini dengeleyerek kuruma ve pişme sırasındaki hacim değişikliklerinin kontrolü için dışarıdan kum, pişmiş atık, uçucu kül ve öğütülmüş cüruf gibi dolgu maddelerinin ilave edilmesi mümkün olabilir. Kum ilavesi söz konusu olduğunda, kumun % 70'nin ortalama tane boyutunun 0.2 ile 0.5 mm arasında olması tercih edilir. Kiremit üretiminde % 10 ile % 20 kum ilave edilebilir değerler arasındadır.

Demir: Bazı durumlarda demir sülfat formunda bulunmakla birlikte çoğunlukla demir oksit ve hidratları şeklinde bulunup kil içerisine dağılmıştır. Pişmiş ürüne kırmızı rengini veren bu son iki şekilde bulunan demirdir. Kilin içermiş olduğu fazla demir veya bölgesel olarak toplanmış biçimdeki demir sülfat ve karbonatlar pişirim esnasında şişme ve çatlama yapar, ayrıca kullanılan kiremitlerin yüzeylerinde çiçeklenme (effluorescence) ve yağmur suyu ile akan ve boyayan lekelerle sebebiyet verebilirler. Bu nedenle bünye kompozisyonu içinde demir sülfat ve karbonatları mümkün olduğunca düşük miktarlarda bulunmalı, toplam demir oksit ve hidratlarının miktarı % 8-10 seviyesini geçmemelidir.

Kalker: Kalker ve diğer kalsiyum bileşikleri her türlü zeminde yaygın olarak bulunan malzemelerdir. İnce öğütülmüş ve kilin bünyesine homojen olarak karışmış kalsiyum oksit (CaO) genellikle fazla zararlı değildir. Ancak yüksek miktarda bulunduğu pişmiş ürüne sarıya çalan bir renk verir ve pişme sırasında kiremitlerde şekil bozuklukları meydana getirebilir. Büyük granüller halindeki kalsiyum tuzları mamul kiremit kullanımında havanın nemi ile reaksiyona girerek Ca(OH)_2 şekline dönüştürken hacim genişmesi nedeniyle

kiremidin yüzeyinde bölgesel çatlaklar oluşturur. Kiremit üretiminde kullanılacak killerde bulunan ince öğütülmüş CaO miktarı % 8'in üzerinde olmamalıdır.

Organik maddeler: Killerin mavi, gri, yeşil ve siyah gibi farklı renklerde bulunması çoğunlukla bünyelerinde mevcut organik maddelerin cinsine ve miktarına bağlıdır. Pişme esnasında bu organik maddeler oksitlenerek gaz halde bünyeden uzaklaşırlar. Oksitlenmenin hangi sıcaklıklarda gerçekleşeceği organik maddenin cinsine bağlı olup, 200°-1000°C arasında değişir. Eğer bir bünyede mevcut organikler pişirimin erken kademelerinde uzaklaştırılmaz ise porlar camsı faz ile kapanabilir. Bu durumda geriye kirlilik kalabilir. Bu nedenle organik esaslı kirliliklerin mümkün olduğunca az bulunması hem kiremidin görünümünü, hem de fiziksel özellikleri açısından gerekli bir husustur.

Çözünür tuzlar: Genellikle sülfat ve klorür esaslı tuzlardır. Bu tuzların % 1.5 ve altında bulunması iyi kalitede bir kiremit üretimi için gereklidir. Yüksek miktarda bulunan çözünür tuzlar kiremidin kullanım esnasında çiçeklenme ve yüzeyden dökülmeler (kireç patlağı) gibi daha önce de ifade edilen problemlerin meydana gelmesine yol açar.

3.2. Tuğla-kiremit üretiminde kullanılan kil esaslı hammaddelerde aranan özellikler

Kiremit yapımında kullanılacak killerin seçiminde kimyasal yapısından ziyade killerin mekanik özellikleri daha fazla önem taşımaktadır. İstenen mekanik ve fiziksel özellikler aşağıda kısaca verilmektedir:

Plastiklik: Kullanılacak kil uygun miktarda su ile karıştırıldığında yoğrulup kolayca şekil verilecek bir kütle meydana getirmeli ve içindeki suyun büyük bir bölümünü uzaklaştırıldıktan sonra da bu halini muhafaza edebilmelidir. Düşük plastikliğe sahip killer ele yapışma sınırında kuru ağırlığa oranla % 20 civarında bünyelerine su alırlar. Yüksek plastikliğe sahip killerde ise bu değer % 26-27'ye kadar çıkabilir.

Hacim kaybı: Hacim kaybı iki bölümde gerçekleşir:

- Yaş şekillendirilmiş ürünün kurutma sonrasındaki hacim kaybı (kuru küçülme)
- Kurutulmuş ürünün pişirim sonrasındaki hacim kaybı (pişme küçülmesi)

Kiremit üretiminde tercih edilecek killerde hem kurutma esnasında, hem de pişirim esnasında meydana gelen hacimsel küçülme düşük değerlerde olmalıdır. Aksi takdirde kiremit üretiminde standartlarda belirtilen boyutları elde etmek zor olacağı gibi, yüzeyde ve keskin köşelerde çatlama ve kırılmaların meydana gelme ihtimali yüksektir. Diğer yandan, yüksek sıcaklıklarda pişirim esnasında (800°-900°C) bir miktar hacim kaybının olması ürünün yeterli mekanik dayanıma sahip olabilmesi açısından gereklidir.

Kilin çekme dayanımı: Şekillendirilmiş ve kurutulmuş bir kilin pişirim öncesi belirli bir çekme dayanım değeri yoktur. Ancak kurutulmuş ürün şeklini koruyabilmeli, fırına girmeden önce çarpma ve sarsıntılara maruz kaldığı durumlarda kırılıp dağılmamalıdır.

Sıcaklıkta ergime özelliği: Kullanılan kil pişirim sıcaklıklarında (800°-900°C) ergiyerek (camsı faz oluşumu) kimyasal ve kristal özelliklerini değiştirmeli ve su ile yumuşamayan, az gözenekli sağlam bir yapıya sahip olmalıdır.

Renk: Kiremit üretiminde istenilen rengin elde edilmesi oldukça önemli bir husustur. Mukavemet açısından standartlara uygun olduğu halde rengi açık olan kiremit ürünlerin ticari değeri az olmaktadır.

Kiremit yapımında kullanılacak kil esaslı hammaddede aranacak diğer bazı özellikler ise aşağıda verilmiştir:

- Homojen olmalı, içinde öğütülemeyecek büyüklükte ve sertlikte mineraller bulunmamalıdır.

- Silis, feldispat ve silt ince kum boyutunda ve % 25 civarında bulunmalıdır. 3 mm'den büyük tanelerin miktarı % 1'i geçmemelidir.
- Montmorillonit grubu kil düşük miktarda olmalıdır, aksi takdirde pişme küçülmesi miktarı yüksek olur ve nihai üründe çatlaklar oluşabilir.
- Yüksek miktarda kaolinit içermemelidir. Kaolinit mineralinin mevcudiyeti pişme sıcaklığını yükselteceğinden pişirme masrafları yüksek olacaktır.
- Yüksek oranda demir oksit, alkali ve toprak alkali bulunmamalıdır. Bu tip oksitler pişirme sıcaklığını düşürerek ürünlerin birbirine yapışmasına neden olurlar. Diğer yandan, demir bileşikleri tuğla-kiremit ürünlerine istenen rengi verir.
- Kalker, dolomit, jips, pirit ve tuz içermemelidir. CaCO_3 bileşeninin % 25 üzerinde olması istenmez. Aksi takdirde pişirim işlemini zorlaştırır. Sinterleşmeyi sağlamak için sıcaklık artırıldığında kiremitte aranan renk kaybolur. Oksitleyici fırın atmosferinde pişirildiğinde pişme rengi gene kiremidi olur. Yüksek kireçli killer kullanılarak üretilen kiremitlerde porozite yüksek olacağından dolayı su emme özelliği artar. Ayrıca iri taneli kalker ve dolomit olmamalıdır. Pişme sonrası emeceği su ile kiremitte patlama, çatlama ve dökülmeye sebebiyet verebilir.

Kiremit üretimi esnasındaki gerekli mineraller [4]:

Kaolinit: İyi sinterleme davranışına sahiptir.

İllit: Kile plastiklik özelliği kazandırır.

Kuvars: Dolgu malzemesi olarak bünyeye mukavemet kazandırır.

Kiremit üretimi esnasındaki çok gerekli olmayan mineraller: Bu mineraller ve bileşiklerde kendi aralarında olumlu etkiye sahip, herhangi bir etkiye sahip olmayan ve olumsuz etkiye sahip olarak üç gruba ayrılırlar.

a) Olumlu etkiye sahip olanlar:

Karbonatlar: Özellikle düşük tane boyutlu ve yapıda homojen bir şekilde dağılmış kalsit.

Demir oksit ve hidroksitler: Bünyeye kırmızı renk vermek için gereklidir.

Klorit, muskovit: Seramik bünyede sıvı fazın erken oluşmasına yardımcı etkileri mevcuttur. Diğer yandan yüksek tane boyutuna sahip oldukları durumlarda ekstrüzyonda tabakalanmaya neden olabilirler.

Montmorillonit: Maksimum % 3 oranındaki montmorillonit içeriği faydalıdır. Eğer bünyede ince taneli kalsit miktarı yüksekse, maksimum % 10 değerine kadar montmorillonit kabul edilebilir.

Röntgen amorf malzemeler (allofanlar): Daha düşük pişirim sıcaklıklarında sinterleşme sağlarlar, fakat bünyenin pişme küçülmesini arttırıcı yönde rol oynarlar.

b) Herhangi bir etkiye sahip olmayanlar:

Feldispat: Kiremit pişirim sıcaklıklarında ergiticilik özellikleri yoktur.

Amfibol, augite: Kiremitte dolgu malzemesi olarak davranırlar.

c) Zararlı etkiye sahip olanlar:

Montmorillonit: % 3 (10 %) üzerindeki miktarlarda kurutma problemlerine sebebiyet verirler.

Mika: Eđer kaba taneliyse ekstrüzyon ile şekillendirme esnasında yaş ürünün tabakalanmasına neden olurlar.

Karbonatlar: Özellikle kaba taneli karbonatlar kiremitte kireç patlaklarına neden olurlar.

Organik malzemeler: Yüksek miktarlarda kiremitte siyah göbek (black core) problemine neden olurlar. Düşük miktarlardaki organik maddeler plastiklik özelliğini etkilerler.

Pirit ve markazit: Baca gazındaki SO₂ miktarının artmasına ve bunun bir sonucu olarak da kurutma sonrasında ürün yüzeyinde problemlere neden olabilirler.

Alçı: Pirit ve markazitler gibi dekompozisyon sonucu baca gazında SO₂ miktarının artmasına, dolayısıyla çiçeklenme problemine sebebiyet verir.

Kloritler (NaCl gibi): Düşük miktarlarda (< % 1) bile pişirim esnasında önemli problemlere neden olurlar.

Çözünabilir Tuzlar: Özellikle magnezyum ve sodyum sülfatlar çiçeklenme yaratır. Ayrıca dona dayanımı azaltırlar.

3.3. Mineralojik kompozisyonun şekillendirme, kurutma ve yaş ürünün özellikleri üzerindeki etkisi

İllitler ve bozunmuş kaolinitler: Yüksek plastikliğe sahip olup, kolay şekillenme ve normal kurutma davranışı gösterirler.

Kloritler ve mikalar: Kilin plastikliğine katkıları yoktur. Kaba taneli formları ekstrüzyon sonrasında üründe tabakalanma yaratırlar.

Montmorillonitler: Yüksek miktarda bünyesinde tabaka suyuna sahip ve kuru çekmesi yüksektir. Ekstrüzyon ile şekillendirme esnasında problemlerle karşılaşılabilir. Düşük miktarlarda ise (<%3) kilin plastikliğini artırır.

Doğrusal kuru küçülme değerleri mineralojik bileşime bağlı olup, aşağıdaki değerler Grim [5] tarafından verilmiştir:

Kaolinitler: % 3-10

İllitler: % 4-11

Montmorillonit: % 12-23

Montmorillonitler, kurutma işlemi sonrasında ortamdaki nem alma kabiliyetleri yüksek olup, pişme esnasında ürün yüzeyinde dökülmelere, patlaklara neden olabilirler.

Karbonatlar: Özellikle ince taneli kalsit, plastikliği ve kuru çekmeyi azaltır. Aynı zamanda yaş ürünün mukavemetini de azaltıcı yönde rol oynar.

3.4. Mineralojik kompozisyonun pişirim davranışına ve nihai ürünün özelliklerine olan etkisi [5]

Tuğla-kiremit ürünlerin kurutulması tamamen fiziksel esaslı bir proses olmasına rağmen pişirme olayı kullanılan kil veya killerin mineralojik

karakterlerinin deęişimi, dięer bir deyişle kompleks faz dönüşümlerini içermektedir. Bu faz dönüşümleri sonucunda yeni kristal ve camsı fazlar meydana gelmektedir. Pişirim esnasında bünyede meydana gelen deęişikliklerin tipi ve miktarı başlangıç hammaddelerin mineralojik içeriğine, tane boyut dağılımına ve kimyasal kompozisyonuna baęlıdır. Ayrıca ısıtma hızı, erişilen maksimum pişirim sıcaklığı ve bu sıcaklıkta bekleme süresi, fırın atmosferi, buhar basıncı ve ürün şekli de etken faktörler olarak sayılabilir. Sinterleme olayı hacimsel bir küçülmeye sebebiyet verir. Grim'e [5] göre killer aşağıda verilen yaklaşık doğrusal pişme küçülmesi deęerlerine sahiptirler.

<i>Kaolenler</i>	2 %-17 %
<i>İllitler</i>	9 %-15 %
<i>Montmorillonitler</i>	20 %

Dięer yandan röntgen amorf malzemeler yüksek ergitici içeriklerinden dolayı % 50'ye kadar küçülme gösterebilirler. Her bir mineralin pişme davranışına ve nihai özelliklerine olan etkisini incelemek amacıyla en yaygın olarak karşılaşılan minerallerin sıcaklığa baęlı olarak davranışları aşağıda tanımlanmaktadır.

Kaolen: Yüksek ergime sıcaklığına sahip olup, sinterleme sonrasında herhangi bir camsı faz oluşmadığı için yüksek sıcaklıklar gerektirirler (yaklaşık 1200°C). Bu sıcaklıklarda müllit ve kristobalit fazları oluşur.

İllit: Yüksek K₂O içeriğinden dolayı, genelde düşük ergime sıcaklığına (1050°-1150°C) sahiptirler. Pişme küçülmesi genelde 1030°C başlayıp, 1100°C ve daha yüksek sıcaklıklara kadar devam eder. İllitler genelde demir oksit içermekte olup yaklaşık 900°C'de kırmızı rengi veren hematit (Fe₂O₃) formunun oluşmasına sebebiyet verir. Daha yüksek sıcaklıklarda bünyenin kırmızı renginde bileşimde CaO olmadığı sürece herhangi bir deęişiklik olmaz.

Montmorillonit: Bu gruba ait kil mineralleri, farklı kimyasal kompozisyonlara sahiptirler ve yüksek sıcaklıklarda pişirimleri sonucu oluşacak fazlar oldukça fazla sayıda olabilir. Homojen tane boyut dağılımına sahip, montmorillonit içeriği yüksek killer kolay şekillenme ve yaklaşık 1050°C civarında toplam doğrusal küçülme değerine sahiptirler.

Kloritler: Değişken bir kimyasal kompozisyona sahip olan ve talk ve mikalara benzer bir yapıda olan kloritlerin yüksek sıcaklıklarda davranışları hakkında fazla bilgi bulunmamaktadır. Kloritler kristal yapılarında farklı oranlarda demir içermekte olup 550°C'de hematit fazının oluşumuna neden olur. Kloritin bozunumu sonucu açığa çıkan ürünler CaO ile reaksiyona girer ve daha sonra yaklaşık 1050°C civarında bünyede camsı faz oluştururlar. Yüksek magnezyum içeriklerinden dolayı (MgO camsı fazın viskozitesini artırır) maksimum pişirim sıcaklığında artışa sebebiyet verirler.

Mika (özellikle muskovit, serisit): Yüksek K₂O içeriklerinden dolayı iyi bir ergiticidir. 950°C'ye kadar düşük sıcaklıklarda camsı fazın oluşmasını sağlarlar. Sinterlenme aralıkları oldukça dardır. Bu nedenle yüksek miktarda mika minerali içeren killerin sinterlenmeleri zordur. Bu tip killerin sinterlenebilme özelliğini iyileştirebilmek için CaO veya saf kaolinit ilavesi tavsiye edilir.

Röntgen amorf malzemeler : Montmorillonit ile birlikte bulunurlar. Kimyasal kompozisyonları, özellikle değişken miktarlardaki ergitici içerikleri hakkında literatürde fazla bir bilgi bulunmamaktadır.

Kuvars: Kil kompozisyonlarında yaygın olarak serbest kuvars bulunur. CaO içermeyen killerin pişirilmesinde seramik bünye için dolgu malzemesi olarak davranır ve sıcaklığa bağlı olarak kil mineralleri ile reaksiyona girer. Seramik bünyenin gaz geçirgenliğini artırır. Yüksek miktarlarda bünyenin basma mukavemetini azaltır. Kuvarsın soğuma esnasında 573°C'deki $\alpha \rightarrow \beta$ dönüşümünün sebep olduğu hacimsel değişikliklerden dolayı çatlaklar oluşabilir. Kireç miktarı yüksek killerde kuvars 900°C civarında CaO ile reaksiyona girerek

kararlı kalsiyum silikatlar oluşturur. Bu şekilde bünyedeki serbest kuvars miktarı azalır.

Karbonatlar: Birçok kilde bulunan karbonatların, kiremit üretimi için müsaade edilen miktarı % 30-35 civarındadır. Killerde karbonatları yaygın olarak görülen tipi kalsittir. İnce taneli ve homojen dağılmış kalsit, kil mineralleri ile reaksiyona girer ve kloritler, mikalar ve kuvars ile kalsiyum silikat fazını oluştururlar. 1000°-1050°C sıcaklıkları arasında yeterli bünye mukavemetini sağlar. Yüksek sıcaklıklarda ani ergime davranışı gösterdiği için bekleme süresi oldukça kısadır. 950°C üzerindeki sıcaklıklarda oluşan kalsiyum silikatlar yeterli miktarlarda ise yüksek bünye mukavemeti sağlanır. Diğer bir önemli faktör ise kalsitin ürünün pişme rengine olan etkisidir. % 7 üzerindeki CaO ile sarı renk verir. Yüksek karbonat içeriği kırmızı pişmiş kilin parlaklık kazanmasını sağlar. Diğer yandan bu renk değişim prosesi henüz tam olarak açıklanamamıştır.

Bünye kompozisyonunda kalsitin mevcudiyeti ve miktarı pişme çekmesi, yoğunluk, porozite, su emme ve dona dayanım gibi fiziksel özelliklere olan etkisi açısından önemlidir. Kalsit, pişme çekmesini azaltır. Bünyenin yoğunluğunu düşürür, böylelikle porozite miktarını ve su emmeyi artırır. Bünyenin uygun por yapısı donma dayanımını artırır. Kalın taneli kalsit (>1 mm) pişirim esnasında tamamen kalsiyum silikatlara dönüşmez. Bünyede hidratasyon ve karbonizasyon sonucunda hacimsel artıştan dolayı kireç patlağı problemine neden olabilirler.

Dolomit: Killerde genelde % 5'den düşük miktarlarda bulunur. Dolomitin ayrışması sonucu oluşan MgO camısı faz içerisinde çözünerek, viskoziteyi artırır ve pişirim sıcaklığını yükseltir. 1100°C üzerindeki sıcaklıklarda yüksek dolomit içeriği seramik bünyenin pişme küçülmesini arttırıcı yönde yol oynar.

Demir oksit: Demir oksit ve demir hidroksitler % 4-8 içeriği ile (CaO ve MgO bulunmaması durumunda) kırmızı renk veren hematit bileşimine dönüşürler. Ürünün kırmızı rengi, pişirme esnasında diğer minerallerin ayrışmasına uygun üretilen hematit oluştuğunda oluşur. Hematit fazının ürüne verdiği renk pişirim

sıcaklığına bağlıdır. Düşük sıcaklıklarda hematit bünyeye portakal rengi verir, ancak sıcaklık artışıyla birlikte canlı kırmızı bir renk alır. İndirgeyici fırın atmosferinde siyah renk veren manyetit (Fe_3O_4) ve vüstit (FeO) oluşur.

Organik malzemeler: Kömür ya da hidrokarbonlar gibi. Organik malzemeler kiremitte “siyah çekirdek” problemine neden olur. Bu yüzden mevcut organiklerin sıvı faz oluşmadan önceki sıcaklıklarda uzaklaştırılması gereklidir.

Feldispat ve benzer mineraller: Normal kiremit pişirim sıcaklıklarında katkı malzemesi olarak davranırlar.

Piritler (pirit, markazit): Killerin bünyesinde bulunan piritler indirgenme çekirdeği ve kurutma problemlerine sebebiyet verebilir. Ayrıca fırın atmosferinde zararlı etkilere sahiptirler. Piritlerin dekompozisyonu sonucu açığa çıkan SO_3 , yakıt olarak kullanılan gazın yoğunlaşma noktasını artırır. Sülfür içeriği, seramik kil bünyede % 0.1'den düşük miktardadır (atık gazdan gelen sülfür). Baca gazındaki SO_3 ve SO_2 yüksek değerde ise, ön ısıtma aralığında yaş kiremide yeniden bağlanır. Üründe mevcut yüksek sülfür fırında sülfür sirkülasyonuna neden olur. Kireç açısından zengin killerde bu olay, çiçeklenme problemine yol açabilir.

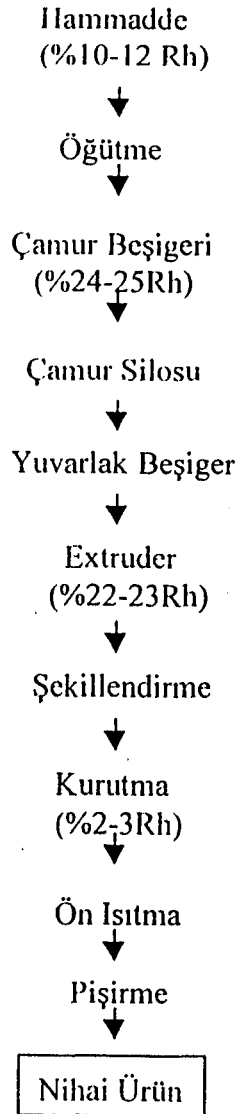
Alçı ve çözünebilir Mg, Na, K sülfatlar: Bu tip sülfatlar tuğla-kiremit yapımında kullanılan killerde bulunurlar. Çözünebilir sülfatlar, $BaCO_3$ ile uygun bir şekilde bağlanmazlarsa, kiremitte çiçeklenme problemine yol açarak nihai ürünün görünümünü kötü yönde etkileyebilirler. $BaCO_3$ ilavesinin yapıldığı durumlarda ürünün pişirime dikkat edilmelidir. Yüksek sıcaklıklarda, zararlı sülfatların ayrışmasından dolayı SO_2 ve SO_3 gazları açığa çıkar.

Florür: Florürler genelde illit, montmorillonit ve mika mineralleri ile bağlanırlar. Kiremit yapımı için tercih edilecek killerin florür içeriği % 0.03 ile 0.15 değerleri arasında olmalıdır. Florür $400^\circ C$ 'de yavaşça, $900^\circ C$ üzerinde hızlıca çıkar. Bünyede yüksek miktarlarda florür miktarı erken sinterleşmeye neden olur. Düşük

pişirim aralığı, uzun bekleme süresi ve yüksek olgunlaşma sıcaklıkları sonucunda florür yüksek emisyon aralığına sahiptir. Kilin karbonat içeriği, bünyede florürün bağlanmasını artırır ve emisyonu azaltır.

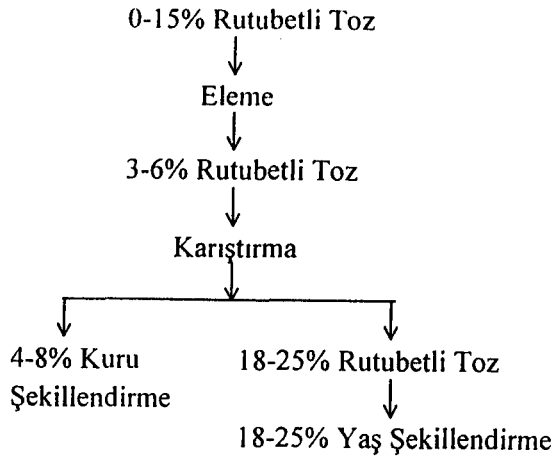
3.5. Kiremit üretim proses akış şeması

Kiremit üretimine ait genel proses akış şeması ve bu şema üzerindeki şekillendirme kademesine ait üç farklı şekillendirme yöntemi aşağıda verilmektedir.

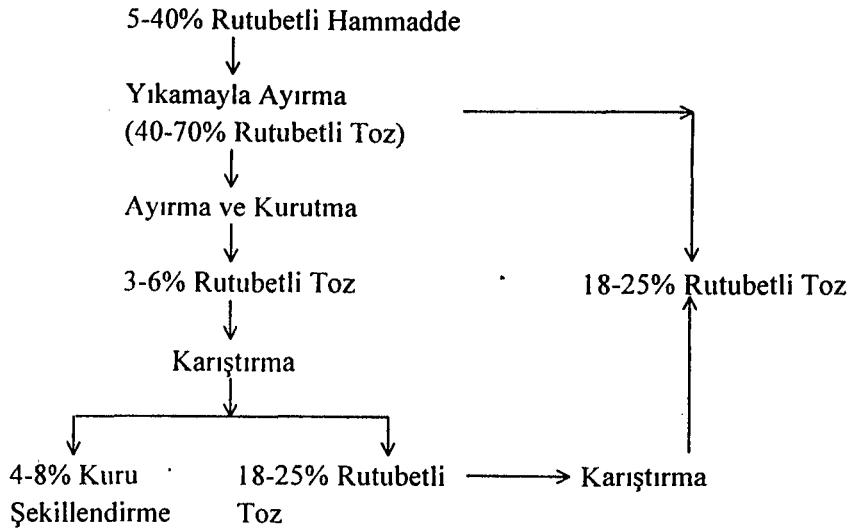


Şekil 3.1. Kiremit üretim akış şeması

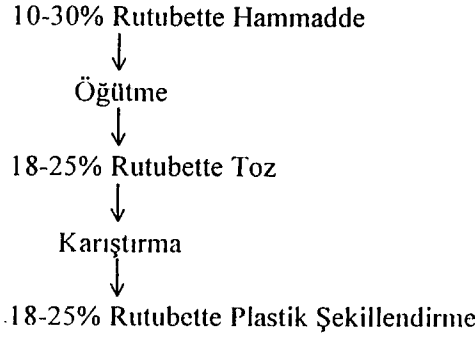
Şekil 3.1'den görülebileceği üzere kiremit üretiminde istenilen özellikleri sağlayan kil esaslı hammaddeler belirlenen oranlarda karıştırılarak değirmene yükleme şartlarına getirilir. İstenilen tane boyutuna değirmenlerde getirilen karışım, önce çamur ekstrüderinde rutubetlenir, daha sonra homojen bir çamur elde edilmesi için yuvarlak beşigere aktarılır. Homojen karışmış ve rutubetlenmiş çamur şekillendirilmek üzere çamur ekstrüderinden ve preslerden geçer. Şekillendirme işlemi için üç farklı yöntem kullanılmakta olup, bu yöntemlere ait akış şemaları aşağıda verilmektedir.



Şekil 3.2. Kuru şekillendirme akış şeması [5]



Şekil 3.3. Yaş şekillendirme akış şeması [5]



Şekil 3.4. Yarı yaş şekillendirme akış şeması [5]

3.6. Kiremit ürünlerin kurutulması [6]

Şekillendirilen kiremitler kurutulmak üzere latalara dizilerek yaş arabalara doldurulur ve tünel kurutma içerisine gönderilir. Killerin kurutulduktan sonra küçülme göstermelerinin nedeni, şekillendirme suyunun kilden uzaklaşmasıdır. Kil taneciklerinin arasında yer alan su, kilden uzaklaştıkça tanecikler birbirine yaklaşır ve küçülme ortaya çıkar. Killer ne kadar çok su ile şekillendirirlerse kuru küçülmeleri o kadar fazla olacaktır. Genelde killerin küçülmelerini etkileyen en önemli özellik, kilin özlülük derecesidir. Özlü killer, özsüz killere göre daha çok küçülürler.

Kurutulan bir kil, şekillendirme suyu tamamen uzaklaşmaya kadar küçülür. Bu kuru küçülmeyi izleyen aşamada, kil pişirildiğinde de küçülme devam eder. Pişirim esnasında meydana gelen küçülmenin nedeni olarak; yapısındaki organik maddelerin yanması, gazların uzaklaşması, kristal suyunun uzaklaşması, ve farklı mineralojik ve kimyasal karakterdeki fazların oluşması verilebilir.

Kurutma, üretim esnasında seramik hammadde ve şekillendirme için önemli bir kademedir. Bu kademedeki ürün içerisinden enerjinin taşınmasını

gerektirir. Bünyenin içerdiği fiziksel olarak bağlı su porların içinden buharlaşma ile yüzeye taşınır. Bir kurutma sisteminde, ürün yüzeyinden ısı enerjisi verilmeli ve buhar taşınma ile uzaklaştırılmalıdır. Kil esaslı bünyenin kurutulması bünyenin şekillendirilebilmesi amacıyla katılan suyun değişik yöntemlerle uzaklaştırılması veya sıvı maddenin katı maddeden ayrılması olarak tanımlanabilir. Bu işlem mekanik kuvvetler örneğin, filtrasyon ve merkezkaç hareketi gibi veya bir ısı uygulaması sonucu sıvının su buharına dönüştürülerek katı maddeden uzaklaştırılmasıyla gerçekleştirilir.

Kil tipine bağlı olarak, kurutmada uzaklaştırılacak su miktarı kütlece % 10-40 civarındadır. Seramik hammaddelerin ve yaş ürünün kurutulmasında, kil tipine ve fırın operasyonunun geometrisine ve moduna bağlı olarak bünyede kalması gereken rutubet miktarının % 0.5-6 arasındaki değerlerde olması beklenir.

Konveksiyon kurutma esnasında ardışık olarak izlenen basamaklar aşağıda verilmektedir:

- Havadan yaş ürüne ısı transferi,
- Suyun sıvı halden buhar hale dönüşümü,
- Su buharının ürünün yüzeyinden uzaklaştırılması,
- Katı malzeme içindeki sıvının buharlaşma yüzeyine transferi

Bu kademelerin gerçekleşmesinde ürün yüzeyini terk eden su, suyun yüzeye transfer yolu ve kilde suyun tutulma şekli önemli rol oynamaktadır. Kurutma işleminde kurutma havasının besleme hızı ve yönü, sıcaklığı ve içerdiği nem miktarı da kontrol edilmesi gereken parametrelerdir.

Kurutma işlemi esnasında dikkat edilmesi gereken önemli noktalardan biri de, uygun kurutma yapılmadığı durumlarda pişirmeye kadar görülmeyecek gerilmelerin ortaya çıkabilmesidir. Bazı pişirim çatlaklarının kurutma çatlakları olduğu ve pişirmeye kadar görülemeyeceğini unutmamak gerekir. Eğer başlangıç bölgesinde yüksek nem kullanılırsa sıcaklık kademeli olarak artırılabilir.

Sıcaklığın artırılması, su damlasının yüzey gerilimini artırır. Suyun malzeme içindeki küçük boşluklarda kolaylıkla hareket etmesini sağlamak için yüzey gerilimini düşürmek gerekir. Başlangıçta çok kuru hava ve çok hızlı kurutma şartlarından kaçınılmalıdır.

Kurutma işlemi atmosferdeki ısı enerjisinden yararlanarak açık havada yapılabileceği gibi, değişik şartlar altında önceden ısıtılmış sıcak havayı kurutulacak ürün üzerine vermek suretiyle de uygulanabilir.

Kurutma prosesine etki eden diğer faktörler aşağıdaki şekilde sıralanabilir:

- Tane boyut şekli ve dağılımı,
- Bünyeyi oluşturan hammaddelerin mineralojisi,
- Bünyede çözünen tuzların olup olmadığı,
- Ortamın nem miktarı,
- Ortamdaki hava sıcaklığı,
- Kurutulacak ürünün boyut, şekil ve içerdiği su miktarı arasındaki uyum

Kurutma işlemi sonunda kildeki şekillendirme suyu buharlaştığı için kil katılaştır ve çeker. Kurutma havası, kurutulacak ürünün yüzeylerine aynı miktarlarda etki yapmadığı takdirde kurutulacak ürünün her tarafı eşit olmayan bir şekilde kurur. Böylece önce kuruyan kısımlar çekmelerini aldıkları halde az kuruyan kısımlar bu kısımları engeller. Sonuçta üründe çatlama, yarıma gibi hatalar meydana gelebilir. Bu durum et kalınlığı yüksek olan ürünlerde daha belirgin bir hal alır. Farklı çekmelerden kaçınmak için ürünün bütün bünyesinde mümkün olduğu kadar homojen bir kurutma işlemi uygulamak gereklidir.

Görülen diğer kurutma hatası da deformasyon ve eğilmedir. Hareketsiz zemin ve raflarda kurutulan büyük parçalarda bu hata görülür. Nedeni, parçanın yetersiz kuruması veya yalnızca yüzeyinin kurumasıdır. Ürünlerin kurutucu ortam içinde hızlı hareketi veya kurutma havasının iyi ayarlanamayan sıcaklığı ve hızı gibi etkenler de bu tip hataların oluşmasına katkıda bulunur. Hareketsiz

kurutmalarda hep aynı yüzeyden kurutulan mamullerde, deformasyonun yanı sıra kurutma çatlakları da oluşabilir.

Kurutma esnasında yüzeye doğru hareket eden su, beraberinde ince taneleri taşıyabilir. Bu durumda yüzeyde ince tanelerden oluşan tabakalaşma hatasını ortaya çıkabilir.

Eğer bünyenin yapısında çözünebilir tuzlar varsa, kuruma sırasında kolayca yüzeye taşınabilir ve yüzeyde çiçeklenme problemine yol açabilir.

3.7. Kiremit ürünlerin pişirilmesi [7,8]

Kullanılan kilin yapısına göre pişirme esnasında malzemede farklı fiziksel ve kimyasal reaksiyonlar meydana gelir. Seramik bünyenin pişirim davranışı bünyenin kompozisyonuna, pişirim sıcaklığına ve süresine, pişme çekmesine, tane boyut dağılımına, kimyasal kompozisyonuna ve kilin yapısına bağlıdır. Ayrıca fırın atmosferi de önemli bir parametre teşkil etmektedir.

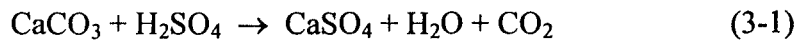
Pişirim esnasında oluşan fiziksel ve kimyasal reaksiyonlar kil esaslı bünyenin mineralojik yapısında fiziksel ve kimyasal bir takım değişiklikler oluşturarak ürünün nihai özelliklerini etkilemektedir. Bu değişikliklere örnek olarak; suyun uzaklaşması esnasında oluşan bünye hataları, organik maddelerin uzaklaşması, kimyasal bağlı suyun uzaklaşması, pirit bozunumu, sülfatlı bileşiklerin oluşumu, flor gazının açığa çıkması, kireç ayrışması, pişirim atmosferi, pişme küçülmesi, por boyut dağılımı, toplam por hacmi, por çapı, yeni fazların oluşumu, maksimum pişirim sıcaklığı, silikat bağlanması, renk değişimi, ağırlık kaybı, reaksiyon ısısı, erime davranışı ve soğuma hassasiyeti verilebilir.

Pişirim aşamasında meydana gelen olaylar farklı kademelerde incelenebilir. Bu kademeler:

1- Ön ısıtma kademesi:

Kurutma prosesinin devamı olan bu kademedeki kurutma sonrası bünyede kalan rutubet uzaklaştırılır. Üründe belirgin bir çekme gözlenmez. Eğer ön ısıtmada yüksek nem içeriğine sahip yaş bünyeden hızlı bir biçimde nem uzaklaştırılırsa, buhar basıncından dolayı patlamalar meydana gelebilir. Bünyenin mineralojik yapısı da bu kademedeki önem taşımaktadır. Ön ısıtma hızı aynı zamanda bünyede mevcut montmorillonit mineralinin miktarı ile sınırlıdır. Eğer bünyede montmorillonit varsa 230°C'ye kadar olan ön ısıtma hızının kontrol edilmesi gereklidir. Düzgün kurutulmuş kuru bünyedeki nem içeriğinin ağırlıkça % 2-4 civarında olması tercih edilir. Kurutmadan çıkan kiremit stok alanında bekletildiği durumlarda atmosferdeki değişen koşullara göre bünyesine ortamdan nem alabilir veya verebilir. Tekrarlı bir biçimde gerçekleşen nem alma/verme prosesi sonucunda ise çatlaklar oluşabilir.

Düşük pişirim sıcaklıklarında yaş ürünün yüzeyinde suyun buharlaşmasından kaynaklanan değişik tipte hatalar meydana gelebilir. Bu tip hatalar baca gazında mevcut sülfürik asidin ürün yüzeyinde birikmesi ve daha sonra aşağıda verilen reaksiyon uyarınca kalsiyum karbonat ile reaksiyona girerek kalsiyum sülfat oluşturmasından kaynaklanır. H_2SO_4 , $CaCO_3$ ile aşağıdaki reaksiyon uyarınca $CaSO_4$ oluşturur. Bu reaksiyon sonucu oluşan $CaSO_4$ ise çiçeklenme problemine neden olur.



2- Pişirim kademesi:

Bu kademe farklı alt başlıklar altında değerlendirilebilir:

a) Organik esaslı maddelerin uzaklaşması:

Organik esaslı maddelerin içeriği arttıkça hızlı ısıtma ters etkiye sahip olup, yanma için gerekli oksijen yetersizliği nedeniyle "siyah çekirdek" tipi

hataların oluşumuna sebebiyet verebilir. Oksitlenme organik esaslı madde veya maddelerin boyutuna ve miktarına bağlıdır. Siyah çekirdek kiremidin yüzeyinden ziyade kesitinde siyah bir hat şeklinde görünür. Siyah çekirdek problemi ile şu nedenlerden dolayı karşılaşılır:

- Uygun olmayan pişirim rejimi,
- Ürün kesitinin homojen olmaması,
- Ürün hazırlama kademesinde yapılan bir takım ilaveler (kum gibi) nedeniyle bünyenin zayıflaması

b) Kimyasal bağlı su:

Şilikat tabakalı latislerde bağlı su (kimyasal su) genelde 450°-600°C arasında uzaklaşır ve uzaklaşmaya paralel olarak ağırlık kaybı meydana gelir. Bu aşamada kil plastiklik ve dolayısıyla deformasyon yeteneğini kaybeder. Bu sıcaklıklar aynı zamanda bünyede yeni fazların ilk olarak oluşmaya başladığı sıcaklıklardır. Kaolinit 450°-600°C aralığındaki sıcaklıklarda (~% 11) kristalizasyon suyunu kaybeder. Ateş kilinin kristalizasyon suyu kaolinitten daha düşük sıcaklıklarda (~% 5) 400°-600°C arasında uzaklaşır. İllit yaklaşık % 5 civarında kimyasal bağlı su içeriğine sahip olup, 450°-600°C arasında bu su uzaklaşır. Montmorillonitin kristalizasyon suyu (~% 3) ise 450°-600°C arasında uzaklaşır. Eğer 450°-650°C arası hızlı geçilirse, bünyede ani buhar çıkışları nedeniyle patlamalar meydana gelebilir. Aynı zamanda ekstrüzyon yönünde çatlaklar oluşabilir.

c) Kuvars dönüşümü:

573°C'de meydana gelen dönüşüm serbest kuvars miktarına ve kuvars tane boyutuna bağlıdır. Eğer kuvarsın dönüşüm aralığı boyunca hızlı geçişler olursa genleşme sonucunda oluşan gerilmeler üründe çatlamalara neden olabilir.

d) Piritlerin ayrışması ve sülfat oluşumu:

Piritlerin dekompozisyonu sonucu açığa çıkan SO_2 veya SO_3 gazları magnezyum ve kalsiyum bileşikleri gibi bileşiklerle reaksiyona girme eğilimindedir. FeS_2 300°C - 600°C arasındaki sıcaklıklarda ayrışmaya uğrar. Bu ayrışmaya paralel olarak 300°C 'den başlayarak önce MgSO_4 , daha sonra ise CaSO_4 oluşur. MgSO_4 miktarı 600°C 'ye kadar artış gösterir. Ancak bu sıcaklıktan itibaren tekrar dekompozisyon başlar. 900°C 'ye kadar mevcut tüm MgSO_4 dekompozisyona uğrar. Diğer yandan sülfürlü gazlarla kalsiyumlu bileşiklerin reaksiyonu yaklaşık 1000°C 'ye kadar devam eder ve oluşan CaSO_4 bileşiğinin ayrışması 1300°C civarına kadar tamamlanmaz.

Piritlerin ayrışması tane boyutu, bünye mukavemeti, ürünün cinsi, pişirim atmosferi ve yanma gazlarının akış oranı gibi parametrelere bağlı olarak değişiklik gösterir. Bu parametrelere ilave olarak, açığa çıkan sülfür içerikli gazlar sodyum, potasyum ve demirli bileşiklerle de yeni sülfatlar oluşturmak üzere reaksiyona girebilirler. Sülfat bileşiklerinin oluşumu sadece dekompozisyon ürünü değil, fırın atmosferinde mevcut sülfürlü gazlarla reaksiyon sonucu da meydana gelebilir. Piritlerin dekompozisyonu sonucu seramik bünyede kalan sülfür miktarı, bünyede mevcut kalsiyum ve magnezyum miktarına bağlı olarak artar. Pişmiş bünyede sülfat bileşiklerinin mevcudiyeti çiçeklenme ve dökülmeler gibi problemlere yol açtıkları için pişirim esnasında tamamen ayrışmaya uğramış olmaları gereklidir.

e) Florür uzaklaşması:

Pişirim esnasında killerin bünyesinde bulunabilecek florlu bileşiklerin dekompozisyonu sonucu açığa çıkan florürün uzaklaşması önce 500°C civarında başlar ve 800°C 'nin üzerindeki sıcaklıklarda, özellikle fırın atmosferinde su buharının mevcut olduğu durumlarda, daha hızlı bir biçimde uzaklaşır.

f) Kireç ayrışması

İlk ağırlık kaybı 700°C'de olur. Bu proses 1000°C'ye kadar tamamlanmaz, tüm ağırlık kaybı ağırlıkça % 4.1'dir. Endotermik reaksiyon 850°C'dedir. Karşıt olarak MgCO₃ ayrışması 500°C civarındadır.

g) Nihai fazlar

Kiremidin estetik (renk) ve teknolojik özelliklerine (mekanik direnç), nihai faz kompozisyonunun büyük etkisi vardır. Kiremitlerin hammaddesi olan kil minerallerinin mineralojisi oldukça karmaşık olup, ayrıca içerdikleri karbonatlar, kuvars ve feldispatlar da pişirme esnasında katı hal reaksiyonları sonucunda yeni fazlar oluşturabilirler. Nihai üründe oluşan fazlara örnek olarak anortit, albit, hematit, melilit, vollastonit ve camı faz verilebilir.

Düşük sıcaklıklarda oluşan fazlara örnek olarak ise periklas, spinel ve reaksiyona girmeyen ikincil kalsiyum oksit verilebilir. Ayrıca serbest kuvars ve potasyum-feldspat artık fazlardır.

Mineralojik faktörler, kiremidin gelişiminde önemli rol oynar ve bu yüzden porozite ile ilişkili olan dona dayanım ve ısı iletkenlik gibi performansları etkilerler. Faz kompozisyonu, kimyasal içeriğe (özellikle karbonat) ve pişirim şartlarına (özellikle maksimum sıcaklık) bağlıdır.

Kalsiyum silikatlar:

Kalsiyum silikat miktarı, maksimum pişirim sıcaklığı ve CaO miktarına göre değişir. Genelde karşılaşılan eğilimler şunlardır:

- Yüksek pişirim sıcaklığı ve/veya CaO içeriği, payroksin ve vollastonit miktarını artırır. Bu iki faz 900°C üzerindeki sıcaklıklarda gerçekleştirilen pişirimlerde yaklaşık % 10 civarında mevcuttur.

- Plajiolklas serisi fazlar (anortit gibi) 1000°C'nin üzerindeki sıcaklıklarda kararlı değildir. Kilin içerdiği kalsiyum oksit miktarı %5 değerinin altında olduğunda içeriği azalır, >%15 olduğu durumlarda ise oldukça fazlalaşır.

Artık fazlar:

Pişirim esnasında serbest kuvars sıcaklık artışına veya CaO yüzdesine bağlı olarak kil mineralleriyle veya karbonatlarla ile reaksiyona girer. Eğer CaO miktarı % 5'den daha az ise 900°C altında kuvars miktarında herhangi bir değişiklik görülmez. Daha yüksek sıcaklıklarda ise serbest kuvars miktarında önemli azalmalar oluşur.

Potasyum feldspat miktarı kilin CaO içeriği ve/ya da pişirim sıcaklığı artırılırken azalma eğilimindedir.

Amorf fazlar:

Amorf fazlar özellikle 900°C'nin altında pişirilen kiremit ürünlerde yüksek miktarlarda bulunurlar. Karbonat miktarı düşük olan killerde de amorf faz miktarı oldukça yüksektir (>30 %). Bu miktar 1000°C'nin üzerindeki sıcaklıklarda hızlı bir artış gösterir.

Diğer yandan, karbonatça zengin killerde artan pişirim sıcaklığına bağlı olarak amorf faz konsantrasyonu azalma eğilimindedir. Bu azalma kalsiyum silikatların oluşumu ile açıklanabilir.

4. MATERYAL VE YÖNTEM

4.1. Deneysel Materyaller

Yapılan bu deneysel çalışmada Akdeniz tipi çatı kiremidi üretiminde kullanılan A, B, C, D, E, F ve G olarak kodlanmış yedi farklı kil esaslı hammadde ve ayrıca bu hammaddelerin uygun oranlarda karıştırılması ile elde edilen nihai karışım (silo çıkışı) üzerinde araştırmalar gerçekleştirilmiştir. Ayrıca yıllık miktarı tonlarla ifade edilebilen pişmiş kiremit atığı herhangi bir öğütme işlemine tabii tutulmaksızın üç farklı tane boyut dağılımına sahip olacak şekilde elenerek (500 µm, 300 µm ve 106 µm elek altı) % 2 ile % 20 arasında değişen oranlarda nihai karışıma ilave edilmiştir. Kullanılan bu hammaddeler üzerinde gerçekleştirilen çeşitli karakterizasyon çalışmaları sonucunda elde edilen veriler Bölüm 5’de detaylı olarak verilmektedir.

4.2. Deneysel Yöntemler

4.2.1. Rutubet tayini

Rutubet değerinin ölçülmesi istenen kil esaslı hammadde veya şekillendirilmiş üründen ilk olarak 100 gramdan az olmayacak şekilde bir temsili numune alınarak değişmez kütleyle gelinceye kadar tartılır. Daha sonra son ağırlığı tespit edilerek aşağıda verilen formül yardımıyla % rutubet değeri hesaplanır:

$$\% \text{ Rutubet} = (\text{İlk ağırlık} - \text{Son ağırlık}) / \text{Son ağırlık} \times 100 \quad (4-1)$$

4.2.2. Kuru Küçülme ve Pişme Küçülmesi

Plastik şekillendirme kıvamına gelen kil esaslı karışımdan metal kalıplar içine 5x80x80 mm boyutlarında tabletler basılarak bu tabletler üzerinde, henüz yaşken köşegenlemesine logo ile birim uzunluklar belirlenir (örneğin; 100 mm’lik). Tabletler deformasyona uğramaması için yaklaşık 105°C’de bir

etüvde kurutulur. Kuruyan tabletler bir kumpas yardımıyla ölçülerek kuru uzunluk değerleri elde edilir. Kuru küçülme değerinin ölçülmesi genellikle birden fazla tablet üzerinde gerçekleştirilerek elde edilen uzunlukların ortalaması alınır. % kuru küçülme değeri şu formülle hesaplanır:

$$\% \text{ Kuru küçülme} = (\text{İlk uzunluk} - \text{Son uzunluk}) / \text{İlk uzunluk} \times 100 \quad (4-2)$$

Küçülme değeri ölçülecek kil esaslı bünyenin hangi sıcaklıktaki pişme küçülmesi saptanmak isteniyorsa, kuru küçülmeleri ölçülen tabletler istenen sıcaklıkta pişirilir. Pişme küçülmesi maksimum pişme sıcaklığı ile doğrudan bağlantılı olduğundan dolayı pişme küçülmesi değerleri ifade edilirken bu sıcaklığında verilmesi gerekmektedir. % pişme küçülmesi ve % toplam küçülme değerleri aşağıdaki formüller yardımıyla bulunur:

$$\% \text{ Pişme küçülmesi} = (\text{Kuru uzunluk} - \text{Pişmiş uzunluk}) / \text{Kuru uzunluk} \times 100 \quad (4-3)$$

$$\% \text{ Toplam küçülme} = (\text{İlk uzunluk} - \text{Pişmiş uzunluk}) / \text{İlk uzunluk} \times 100 \quad (4-4)$$

4.2.3. Su Emme

Su emme değerinin saptanması istenen kil esaslı hammaddelerden şekillendirilen numuneler uygun pişirim koşullarında belirli bir maksimum sıcaklıkta pişirilirler. Pişme sonrası yaklaşık 105°C sıcaklıktaki etüv içinde değişmez kütleye gelinceye kadar bekletilerek ağırlık tartımları yapılır. Tartım yapılan numuneler oda sıcaklığına soğutulularak su emme kazanı içinde 2 saat süreyle bekletilir ve daha sonra 4 saat kaynatma işlemine tabii tutulurlar. Suyun içinden çıkarılan numuneler, üzerlerindeki parlaklık tam olarak giderilmeden kurulanır ve hemen yaş tartımları yapılır. Bu tartımlarda birden fazla numune ile çalışıldığında elde edilen değerlerin ortalamaları alınır. Yaş tartım ile kuru tartım arasındaki fark, temsili numune veya numunelerin su emme miktarını verir. % su emme aşağıdaki formül yardımıyla hesaplanır:

$$\% \text{ Su Emme} = (\text{Yaş pişmiş ağ.} - \text{Kuru pişmiş ağ.}) / \text{Kuru pişmiş ağ.} \times 100 \quad (4-5)$$

Kiremit üretiminde su emme değerinin TS 562'ye göre maksimum % 13.0, kuru baskı yöntemiyle şekillendirilen duvar cephe kaplama tuğlalarının su emme değerinin ise TS 4562'ye göre maksimum % 8 olması istenmektedir.

4.2.4. Eğme Mukavemeti

Eğme mukavemet değerleri ölçülecek olan pişmiş numuneler eğme mukavemet cihazında uygun bir mesnet açıklığında yerleştirilir. Daha sonra presin üst ayağı numunenin ortasına gelecek şekilde sabitlenerek saniyede 0.05 kN artan bir kuvvet uygulanır. Kırma noktasında işlem durdurularak manometredeki kgf olarak eğme mukavemeti tespit edilir. Bu çalışmada temsili tabletlerin pişirim rejimine ve pişmiş atık ilave miktarına bağlı olarak eğme mukavemet değerlerindeki değişim ölçülmüştür. Kgf. olarak elde edilen değerler yaş şekillendirilmiş tabletler için TS 4790'da verilen aşağıdaki formül yardımıyla kgf/cm² olarak hesaplanabilir:

$$F_b = P_k / A_0 k \quad (4-6)$$

F_b = Numunenin basınç mukavemeti, kgf/cm²

P_k = Kırılma anındaki yük, kgf.

A_0 = Numunenin basınç uygulanan yüzünün alanı, cm²

k = Numunenin biçim katsayısı (0.5)

Benzer şekilde TS EN ISO 10545 standardında seramik karolar için verilen aşağıdaki formül kullanılarak kuru baskı duvar cephe kaplama tuğlalarının eğme mukavemet değerleri kgf/cm² cinsinden bulunur:

$$R= 3FL/2bh^2 \quad (4-7)$$

F= Kırılma yükü, N

L= Mesnet çubukları arasındaki mesafe, mm.

B= Deney numunesinin genişliği, mm.

H= Deneyden sonra kırılmış kenar boyunca ölçülen en küçük kalınlık, mm.

Bu çalışmada kullanılan mesnet açıklığı 52 mm'dir.

4.2.5. Dona dayanım

Dona dayanım testine tabii tutulacak deney numune veya numuneleri 2 saat ara ile yapılan tartımları 5 gram duyarlılıkla sabit kalıncaya kadar oda sıcaklığında suda bırakılır. Daha sonra $20\pm 2^\circ\text{C}$ sıcaklıktaki soğuk hava deposuna konularak 4 saat süreyle bekletilir. Bu süre sonunda numune soğuk hava deposundan çıkartılarak tekrar tamamen su altında kalacak şekilde su kabına konulur ve en az 4 saat bekletilir. Numune bu işlem sonunda tekrar soğuk hava deposuna konularak donma ve çözülme işleminin ikincisi gerçekleştirilmiş olur. Bu deney 25 kez devam ettirilerek her seferinde numuneler üzerinde çatlama, parçalanma, dağılma gibi meydana gelebilecek hasarlar görsel olarak incelenir. Bu çalışmada sadece kuru baskı şekillendirme yöntemi ile elde edilmiş temsili numuneler dona dayanım testine tabii tutulmuş ve bu test sonrasında eğme mukavemetlerindeki değişimi izlemek amacıyla mukavemet değerleri ölçülmüştür.

4.2.6. Kireç Tayini

Kil esaslı hammaddelerin içermiş oldukları kireç miktarının tayini; temsili numunenin seyreltik hidroklorik asit (HCl) ile "Scheibler" kalsimetresinde işleme maruz bırakılması sonucu karbonatlardan (kalsit, dolomit ve manyezit gibi) reaksiyon sonucu açığa çıkan CO_2 gazının kapalı bir boruda tutularak hacminin ölçülmesi, daha sonrada bu hacimden yararlanılarak numunedeki kireç miktarının

hesaplanmasına dayanmaktadır. TS 8335 standardına göre yapılan bu tayinde 1.0 gram numune kullanılır. Temsili numunenin alınması ve hazırlanması TS 9923'de tarif edildiği üzere gerçekleştirilir. Numunenin içerdiği kireç miktarı CaCO_3 cinsinden 0°C ve 760 mmHg basıncına göre aşağıda verilen formül yardımıyla hesaplanır:

$$\% \text{CaCO}_3 = \frac{Vt(b-e)273}{760(273+T)} \times \frac{0.4464}{A} \quad (4-8)$$

Burada;

Vt = Kalsimetrede okunan gaz hacmi, cm^3

B = Barometre basıncı, mmHg

e = T sıcaklığındaki suyun buhar basıncı, bar

A = Deney numunesinin ağırlığı, gr

0,4464 = Katsayı

T = Sıcaklık, $^\circ\text{C}$

Yukarıdaki formül yardımıyla elde edilen değerler sonucunda Çizelge 4.1'de verilen değerlendirmeler yapılır.

Çizelge 4.1. Kireç miktarına bağlı olarak kil esaslı hammaddelerin sınıflandırılması

<i>% Kireç miktarı</i>	<i>Hammadde</i>
0-15	Düşük kireçli
5-15	Orta kireçli
15-25	Fazla kireçli
25'den fazla	Çok fazla kireçli

4.2.7. Sülfat tayini

TS 9923 standardına göre alınan 20 gram numune 500 cc'lik bir beherde 200 cc'ye seyreltilerek üzerine 15 cc HCl ilave edilir ve kaynama noktasına kadar ısıtılır. Üzerine 1/10 normalitedeki BaCl_2 çözeltisi ilave edildikten sonra birkaç

saat su banyosunda dinlendirilir. Üstteki berrak sıvıya tekrar $BaCl_2$ çözeltisi eklenerek çökmenin tam olup olmadığına bakılır. Değilse daha fazla $BaCl_2$ ilavesi yapılır. Süzme aracı olarak "Gooch" krozesi veya mavi bant süzgeç kağıdı kullanılır. Süzme işlemi esnasında önce üstteki berrak sıvı aktarılır, daha sonra beherin dibinde kalan çökelek üzerine su dökülerek birkaç dakika beklenir ve en son o kısım süzülür. Beherin dibinde kalan çökelek su yardımıyla süzme aracı üzerine alınır ve sıcak su ile birkaç defa yıkanır. Süzgeç $110^{\circ}-120^{\circ}C$ 'de ilk ağırlığa getirilen kroze içerisine yerleştirilerek dikkatlice kurutulur. Kurutulan numune $400^{\circ}-500^{\circ}C$ 'de sabit ağırlığa gelinceye kadar yakılır ve bir desikatörde soğutulduktan sonra tartılır. Elde edilen değerler aşağıdaki formüle konularak % SO_4 miktarı hesaplanır.

$$SO_4 = 0.4115x(T_1-T_2)x100/T \quad (4-9)$$

Burada;

T_1 = Dolu kroze ağırlığı, gr

T_2 = Boş kroze ağırlığı, gr

T = Alınan numune miktarı, gr

4.2.8. Klor tayini

Klor tayini gerçekleştirilecek kil esaslı hammaddeden 177.5 gram numune alınarak, 600 cc'lik behere konulur ve üzerine 300 ml. saf su ilave edilerek, 10 dakika süreyle kaynatılır. Kaynama sonrasında numune soğumaya ve çökelmeye bırakılır. Çökelen numune kaptaki kalacak şekilde çözelti bir balon jöjeye aktarılarak toplam 250 ml olacak şekilde saf su ile tamamlanır. Elde edilen çözeltiye 10 damla indikatör (0.2 gram sodyum fluorescein ve 100 cc. su) damlatılır. Klor tayininde kullanılan büret gümüş nitrat ($AgNO_3$) çözeltisi ile doldurulur. İndikatör damlatılan çözelti $AgNO_3$ ile titre edilir. Çözeltiye $AgNO_3$ ilave edildikçe pembeleşir. Rengi koyu pembe veya kırmızıya yakın olunca $AgNO_3$ sarfiyatı büretten belirlenir. Bu değer aşağıdaki formüle konularak % klor miktarı hesaplanır.

$$\%Klor = sx0.005 \quad (4-10)$$

Burada;

s = AgNO₃ sarfiyatı, ml

4.2.9. Tane boyut dağılımı

Bu çalışmada kullanılan kil esaslı hammaddelerin tane boyut dağılımlarını tespit etmek amacıyla iki farklı yöntem kullanılmış olup, bu yöntemler lazer difraksiyon ve elek analiz (kuru ve yaş) yöntemleridir. Lazer difraksiyon tekniği için tercih edilen cihaz Hydo 2000G Mastersizer (Malvern Instruments Ltd., UK) marka bir ölçüm cihazı olup, bu amaçla ölçümleri yapılacak hammaddelerden alınan temsili numuneler ölçüm öncesi su içinde iyi bir şekilde dağılmalarını sağlamak ve dolayısıyla daha gerçekçi bir sonuç elde etmek amacıyla bir gece su içinde bekletilmişlerdir. Daha sonra temsili çözeltiler 63 µm elekten süzülerek analiz için hazır hale getirilmişlerdir. Analiz esnasında deflokulant olarak uygun miktarlarda STTP (sodyum tripolifosfat) ilavesi yapılmıştır. Numuneler ve suya ait kırınım indeksi değerleri sırasıyla 1.555 ve 1.33 olarak alınmıştır. Elde edilen sonuçlar hem hacim (eş eksenli olmayan taneler için), hem de yüzey (tabaka şeklindeki taneler için) cinsinden verilmiştir.

4.2.10. Şekillendirme

Bu çalışmada iki farklı şekillendirme yöntemi izlenmiştir. Bu yöntemlerden birincisi kiremit yapımında kullanılan yaş şekillendirme yöntemi olup, % 22-23 nem ilavesi ile plastik şekillendirme kıvamına getirilen karışım bir el presinde sabit bir basınç (yaklaşık 100 bar) uygulanmak suretiyle metal kalıplar içine 5x80x80 mm boyutlarında plakalar halinde basılmıştır. Duvar cephe kaplama tuğlalarının şekillendirilmesinde kullanılan kuru baskı yönteminde ise % 8-9 rutubetle 10x70x280 mm boyutlarında plakalar elde edilmiştir. Kuru baskı çalışmalarında yerli olarak imal edilmiş bir pres kullanılmış olup, şekillendirme basıncı 150 bar civarında tercih edilmiştir.

4.2.11. Deneysel ve endüstriyel pişirimler

Yaş ve kuru baskı yöntemleri ile şekillendirilen farklı ölçülerdeki temsili deney numunelerinin pişirimleri pişirim koşullarındaki değişikliklerin nihai ürünün fiziksel ve kimyasal özellikleri üzerindeki etkisini görmek amacıyla hem laboratuvar, hem de işletme koşullarında gerçekleştirilmiştir. Her bir pişirim için en az üç adet numune kullanılmıştır. Laboratuvar pişirimleri için kullanılan fırın tel sargılı bir elektrik fırını olup, yaş şekillendirme yöntemi ile elde edilen numuneler için üç farklı maksimum pişirim sıcaklığı (850°C, 880°C ve 920°C), kuru baskı şekillendirme yöntemi ile elde edilen numuneler için ise iki farklı maksimum pişirim sıcaklığı (850°C ve 920°C) tercih edilmiştir. Kullanılan pişirim rejimi işletmedeki pişirim rejimine mümkün olduğunca yakın tutulmaya çalışılmıştır. İşletmede kullanılan fırın bir tünel fırın olup, maksimum pişirim sıcaklığı yaklaşık 900°C'dir. Laboratuvar ve endüstriyel pişirime ait yaklaşık fırın rejimleri aşağıda verilmektedir.

Çizelge 4.2. İşletme pişirimleri için kullanılan rejim

<i>Sıcaklık (°C)</i>	<i>Süre (saat)</i>
420	3
730	16,8
Maksimum (~900)	6
600	1,8
450	8.4
250	11
25	4

Çizelge 4.3. Laboratuvar pişirimleri için kullanılan rejim (yaş şekillendirme)

<i>Sıcaklık (°C)</i>	<i>Süre (saat)</i>
400	3
750	10
Maksimum (850 & 880 & 920)	5.5
650	2.1
550	5
25	7

Çizelge 4.4. Laboratuvar pişirimleri için kullanılan rejim (kuru baskı)

Sıcaklık (°C)	Süre (saat)
400	3
750	10
Maksimum (850 & 920)	5.5
Maksimum	0.5
650	2.1
550	5
25	7

4.2.12. Termal analiz

Termal analiz belli bir maddenin kontrollü bir sıcaklık değişimi karşısında fiziksel ve kimyasal özelliklerinde meydana gelen değişimlerin ölçülmesi olarak tanımlanabilir. Günümüzde seramik hammaddelerin karakterizasyonunda termal analiz teknikleri yaygın olarak kullanılmaktadır. Başlıca termal analiz teknikleri olarak diferansiyel termal analiz (DTA), termogravimetrik analiz (TGA) ve diferansiyel taramalı kalorimetre (DSC) verilebilir. Bu çalışmada nihai karışımda oda sıcaklığı ile 1000°C arasındaki sıcaklıklarda normal atmosferik koşullarda meydana gelmesi beklenen endotermik ve ekzotermik reaksiyonlar, ayrıca bu reaksiyonlara bağlı olarak oluşan ağırlık değişimleri Linseis (Thermowaage 181) marka bir simultane termal analiz (TG-DTA) cihazı kullanılarak tespit edilmeye çalışılmıştır. Yapılan bu analizlerde ısıtma hızı 10°C/dk ve referans malzemesi olarak kalsine edilmiş alumina seçilmiştir. Bu tekniklere ilave olarak kullanılan diğer bir termal analiz yöntemi ise dilatometre olup, bu yöntem ile işletme koşullarında elde edilmiş nihai karışıma ait temsili bir numunenin pişirim öncesi ve sonrası sıcaklığa bağlı boyutlarındaki değişimler (ortalama doğrusal ısı genleşme katsayısı) ve faz dönüşümleri yine Linseis marka bir dilatometre cihazı yardımıyla ölçülmüştür. Dilatometrik analizde de ısıtma hızı olarak 10°C/dk kullanılmıştır.

4.2.13. X- ışınları difraksiyonu (XRD)

Bu çalışmada kullanılan kil esaslı hammaddelerin ve nihai karışımın mineralojik analizleri X-ışınları difraksiyonu (XRD) tekniği kullanılarak yapılmıştır. Ayrıca farklı pişirim rejimlerinin nihai yapıda oluşan kristal esaslı fazların tipi ve miktarı üzerindeki etkisini incelemek amacıyla da bu teknikten yararlanılmıştır. Kullanılan XRD cihazı Rigaku Rint 2000 marka bir diffraktometre olup, analizler 5°-70° arasında gerçekleştirilmiştir.

4.2.14. Taramalı elektron mikroskobu (SEM)

Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) ve mikroskoba bağlı olarak çalışan Enerji Saçımını X-Işınları Spektrometresi (EDX) vasıtasıyla kullanılan kil esaslı hammaddelerin ve pişirim sonucu elde edilen nihai mikroyapının morfolojik ve kimyasal özellikleri incelenmeye çalışılmıştır. Kullanılan mikroskop, CamScan 3 (Cambridge, UK) tipi bir elektron mikroskobu, EDX spektrometresi ise LinkPentafet tipi (Model: 5108, Oxford Instruments, UK) bir spektrometredir.

Hammaddelerin kimyasal incelemesi için her bir kil esaslı hammaddeden ve nihai karışımdan uygun yöntemlerle alınan temsili numuneler tek eksenli el presinde pelet haline getirildikten sonra elektriksel iletkenlik sağlamak amacıyla 15 saniye süreyle altın kaplama cihazında (Model: B7340, Agar Scientific Ltd., UK) kaplanmış ve daha sonra bu temsili peletler üzerinde spektrometre vasıtasıyla kalitatif ve kantitatif kimyasal analizleri gerçekleştirilmiştir. Her bir temsili pelet üzerinde aynı mikroskop koşulları altında üç farklı bölgeden analiz yapılmış olup elde edilen değerlerin ortalaması alınmıştır. EDX spektrumlarında görülen altın (Au) ve paladyum (Pd) pikleri yukarıda da ifade edildiği gibi kaplamadan kaynaklandığı için ihmal edilmelidir. Ayrıca kullanılan hammaddelerin tane boyut ve morfolojileri hakkında bilgi edinilmesi maksadıyla temsili numuneler toz formunda SEM ile incelenerek ikincil elektron (SEI) görüntüleri alınmıştır.

En son olarak da yař şekillendirme yöntemi ile şekillendirilmiş ve laboratuvar koşullarında 920°C sıcaklıkta pişirilmiş bir tableten alınan temsili numune uygun seramografik teknikler (vakum altında reçine ile kalıba alma ve parlatma) vasıtasıyla SEM incelemesi için hazır hale getirilmiş ve mikroyapısal özellikleri geri saçınımlı elektron (BEI) modunda gözlemlenmiştir.

5. HAMMADDE KARAKTERİZASYON SONUÇLARI VE TARTIŞMA

5.1. Klor, Kireç ve Sülfat Tayinleri

Çizelge 5.1 bu çalışmada kullanılan kil esaslı hammaddelere ve nihai karışıma ait % klor, % kireç ve sülfat miktarlarını vermektedir.

Çizelge 5.1 Kullanılan kil esaslı hammaddeler ve nihai karışıma ait % klor, % kireç ve sülfat miktarları

<i>Hammadde kodu</i>	<i>% Klor</i>	<i>% Kireç</i>	<i>Sülfat (mg/l)</i>
A	0	5.08	5.14
B	0	4.49	5.35
C	0	4.84	5.25
D	0	4.35	6.06
E	0	5.15	5.14
F	0	4.94	3.70
G	0	4.49	4.18
Nihai karışım	0	4.84	3.33

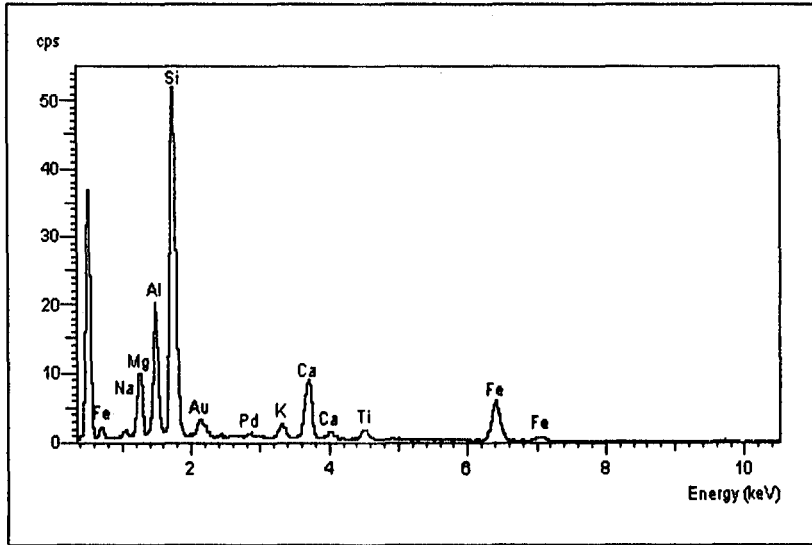
Yukarıda verilen çizelgeden de görülebileceği hammaddelerin % kireç içerikleri birbirine yakın olmakla birlikte % 4.35-5.15 değerleri arasında değiştiği saptanmıştır. Bu değerler Çizelge 4.1'e göre değerlendirildiğinde kullanılan hammaddelerin "az kireçli" grubuna girdiğini söylemek mümkündür.

Hammaddeler sülfat içerikleri açısından incelendiklerinde ise en fazla sülfat içeren hammaddenin 6.06 mg/l değeri ile (D) kodlu, en az sülfat içeren hammaddenin ise 3.70 mg/l değeri ile (F) kodlu hammadde olduğu görülmüştür. Sülfat tuzlarının nihai üründe kurutma ve pişirim işlemleri sonrası farklı karakterlerde görsel problemlere yol açtığı bilinen bir gerçektir. Bu çalışmanın içeriğinde hammaddelerin bünyesinde mevcut çözünür tuzların yaratabileceği görsel etkilerin incelenmesi olmamasına rağmen yapılan bazı denemeler

sonrasında özellikle sürekli ıslatma/kurutma çevrimine maruz bırakılan pişmiş türünlerde çiçeklenme hatasının meydana geldiği saptanmıştır.

5.2. EDX ile Kantitatif Kimyasal Analiz

Daha evvel de ifade edildiği üzere kil esaslı hammaddelere ait kantitatif EDX analizleri her bir temsili tablet üzerinde üç farklı alan üzerinde gerçekleştirilmiş olup, elde edilen değerlerin ortalamaları alınmıştır. İncelenen hammaddeler arasında kimyasal açıdan büyük farklılıklar olmadığından dolayı sadece nihai karışıma ait temsili EDX spektrumu ve kantitatif kimyasal analiz değerleri ayrı olarak verilmiştir (bkz. Şekil 5.1 ve Çizelge 5.2). Hammaddelerin kantitatif analiz sonuçları ise daha iyi bir şekilde mukayese edilebilmeleri açısından Çizelge 5.3'de gösterilmiştir.



Şekil 5.1 Nihai karışıma ait temsili EDX spektrumu

Çizelge 5.2 Nihai karışıma ait kantitatif EDX analiz sonuçları

OKSİT	(1)	(2)	(3)	ORT. %
Na ₂ O	1.18	0.95	0.95	1.03
MgO	7.75	7.82	7.77	7.78
Al ₂ O ₃	16.50	16.52	16.74	16.59
SiO ₂	49.86	49.45	49.92	49.74
K ₂ O	1.41	1.59	1.50	1.50
CaO	7.63	7.91	7.71	7.75
TiO ₂	2.13	1.95	1.91	2.00
Fe ₂ O ₃	13.55	13.82	13.50	13.62

Çizelge 5.3 Kil esaslı hammaddelere ait kantitatif EDX analiz sonuçları

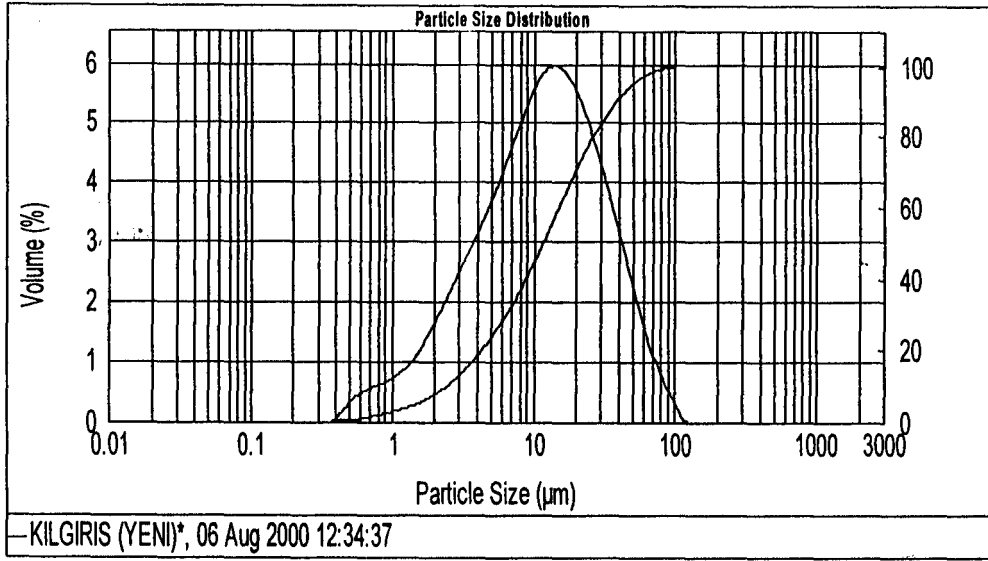
Oksit	A	B	C	D	E	F	G
Na ₂ O	1.02	1.18	1.17	1.47	1.50	1.55	1.37
MgO	7.60	8.03	7.67	7.82	7.66	7.55	8.00
Al ₂ O ₃	16.19	15.44	16.21	16.08	15.71	15.29	15.39
SiO ₂	51.17	48.29	49.27	50.40	49.19	48.54	49.97
K ₂ O	1.40	1.24	1.65	1.24	1.31	0.98	1.17
CaO	8.14	8.60	8.36	9.03	8.72	10.14	8.92
TiO ₂	1.49	2.34	1.67	1.49	2.50	2.33	1.76
Fe ₂ O ₃	12.97	14.90	13.99	12.48	13.41	13.63	13.43

Elde edilen EDX sonuçlarına bakıldığında bu çalışmada kullanılan yedi farklı kil esaslı hammaddenin kimyasal kompozisyonları arasında büyük farklılıklar olmadığı açıkça görülmektedir. Burada özellikle ifade edilmesi gereken bir nokta hammaddelerin yüksek demir oksit içerikleri olup, bu içerik çati kiremitlerinden istenen kırmızı rengin elde edilmesinde önemli bir rol oynamaktadır.

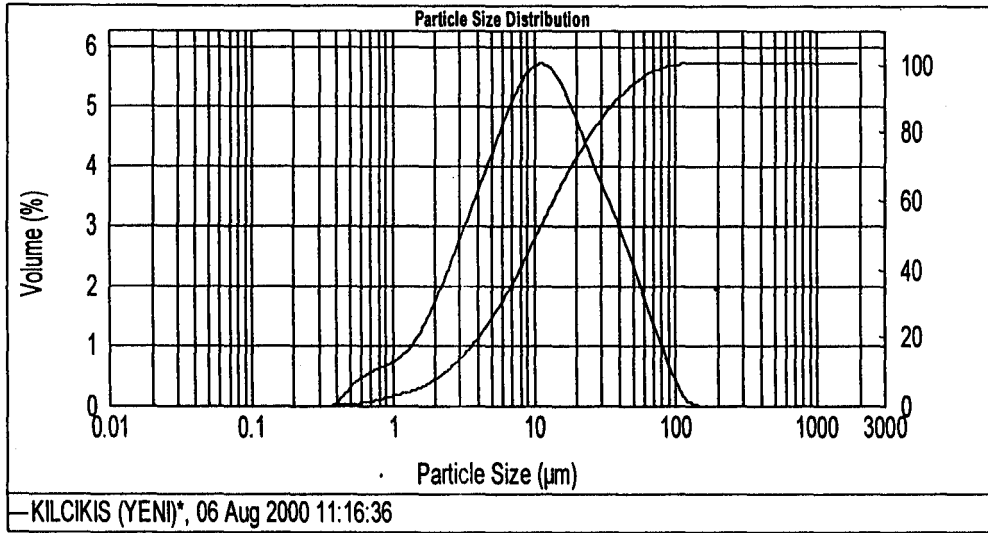
5.3. Tane Boyut Dağılım Ölçümleri

5.3.1. Lazer difraksiyon tekniği ile tane boyut dağılım ölçümü

Şekil 5.2 ve Şekil 5.3 nihai karışımın öğütme kademesi öncesi ve sonrasında lazer difraksiyon yöntemi kullanılarak elde edilen tane boyut dağılımlarını (63 μm elek altı kısım/hacimsel) vermektedir.



Şekil 5.2. Nihai karışım (öğütme öncesi) ait tane boyut dağılım analiz sonuçları



Şekil 5.3. Nihai karışım (öğütme sonrası) ait tane boyut dağılım analiz sonuçları

Görülebileceği üzere tane boyut dağılımları arasında belirgin farklılıklar bulunmamaktadır. Bu dağılımlara ve ayrıca nihai karışıma ait $d(0.1)$ (tane boyut dağılımının % 10'nunun altında kalan bölümü), $d(0.5)$ (tane boyut dağılımının % 50'sinin altında kalan bölümü) ve $d(0.9)$ (tane boyut dağılımının % 90'sinin altında kalan bölümü) değerleri ise (hacimsel ve yüzeysel) Çizelge 5.4 ve Çizelge 5.5'de toplanmıştır. Özellikle Şekil 5.2 ve Şekil 5.3'e ait değerler incelendiğinde 63 μm elek altı kısım için öğütme işleminin nihai karışımın ortalama tane boyut değerini 11.8 μm civarından 10.7 μm civarına düşürdüğü görülmektedir. Bu sonuç göz önüne alındığında öğütme kademesinin karışımı oluşturan hammaddelerin 63 μm elek altında kalan kısmı (kil mineralleri ağırlıklı) için fazla bir etkisinin olmadığını söylemek mümkündür.

Çizelge 5.4: Kil esaslı hammaddeler ait tane boyut dağılımları (*hacim dağılımı*)

Hammadde kodu	$d(0.1)/\mu\text{m}$	$d(0.5)/\mu\text{m}$	$d(0.9)/\mu\text{m}$
A	2.1	9.1	33.7
B	2.7	12.6	41.4
C	2.8	11.8	35.8
D	2.1	10.6	31.7
E	2.5	11.5	37.1
F	2.6	13.4	48.9
G	2.4	12.0	41.4
Nihai karışım (öğütme öncesi)	2.5	11.8	39.3
Nihai karışım (öğütme sonrası)	2.4	10.7	40.9

Çizelge 5.5: Kil esaslı hammaddelere ait tane boyut dağılımları (*yüzeysel dağılımı*)

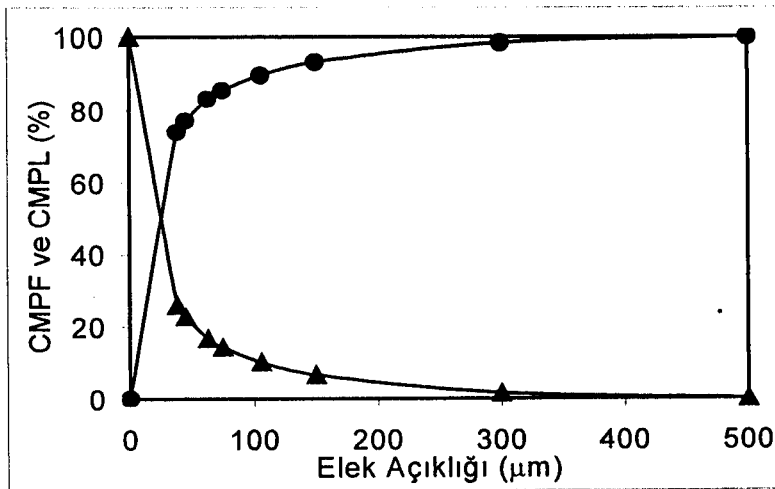
Hammadde	$d(0.1)/\mu\text{m}$	$d(0.5)/\mu\text{m}$	$d(0.9)/\mu\text{m}$
A	0.7	2.5	11.0
B	0.7	2.9	14.7
C	0.8	3.4	15.4
D	0.6	2.4	12.6
E	0.7	2.9	13.8
F	0.7	2.7	14.5
G	0.7	2.6	13.6
Nihai karışım (öğütme öncesi)	0.6	2.8	13.9
Nihai karışım (öğütme sonrası)	0.7	2.8	12.6

5.3.2. Yaş ve kuru elek analizleri

Bu çalışmada kullanılan kil esaslı hammaddelerin tane boyut dağılımları lazer difraksiyon tekniğinden ayrı olarak yaş elek analizi ile ölçülmüştür. Elde edilen sonuçlar hem çizelge, hem de grafiksel biçimde % Kümülatif ağırlık % elek altı (CMPF) ve % kümülatif ağırlık % elek üstü (CMPL) olarak değerlendirilmiştir.

Çizelge 5.6. (A) kodlu kil esaslı hammaddeye ait tane boyut dağılım verileri

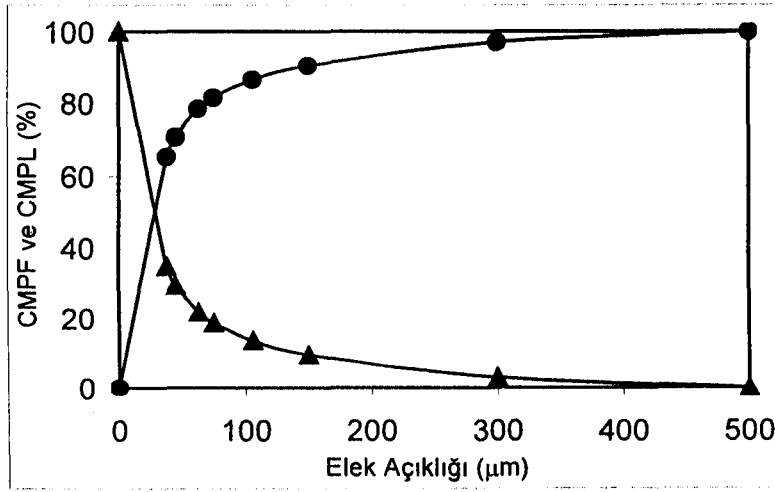
Elek Açıklığı (μm)	CMPF (%)	CMPL (%)
500	100	0
300	98.47	1.53
150	93.34	6,66
106	89.81	10.19
75	85.68	14.32
63	83.28	16.72
45	77.15	22.85
38	73.95	26.05
0	0	100



Şekil 5.4. (A) kodlu kil esaslı hammaddeye ait kümülatif tane boyut dağılımı

Çizelge 5.7. (B) kodlu kil esaslı hammaddeye ait tane boyut dağılım verileri

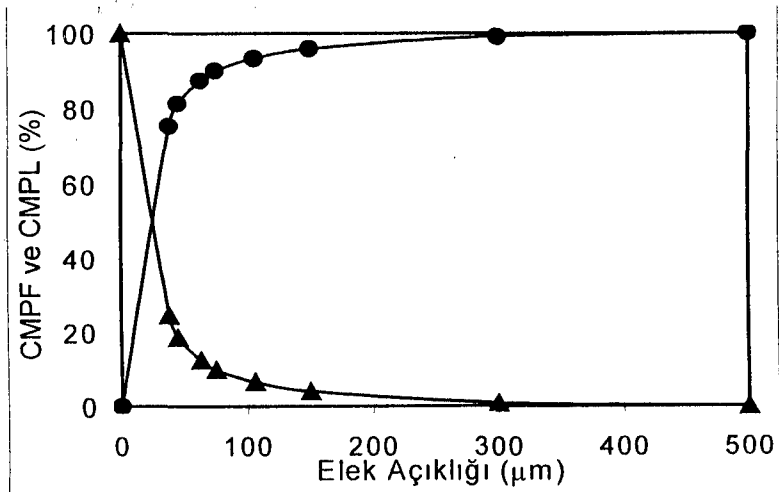
<i>Elek Açıklığı</i> (μm)	<i>CMPF</i> (%)	<i>CMPL</i> (%)
500	100	0
300	97.07	2.93
150	90.54	9.46
106	86.54	13.46
75	81.54	18.46
63	78.41	21.59
45	70.61	29.39
38	65.21	34.79
0	0	100



Şekil 5.5. (B) kodlu kil esaslı hammaddeye ait kümülatif tane boyut dağılımı

Çizelge 5.8. (C) kodlu kil esaslı hammaddeye ait tane boyut dağılım verileri

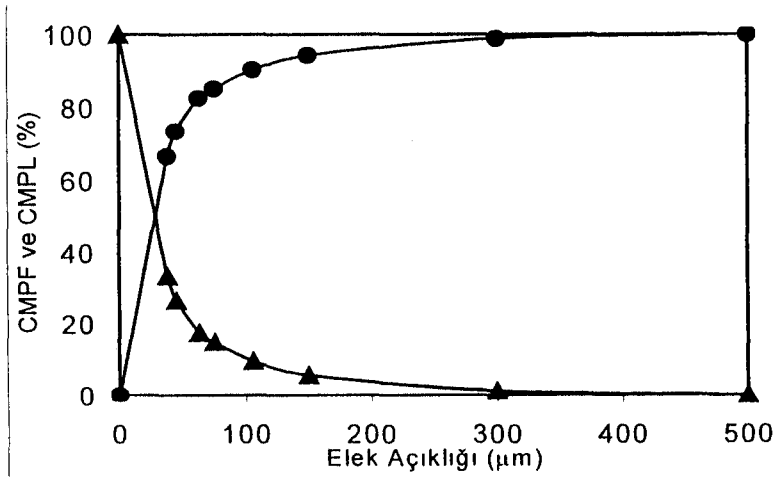
Elek Açıklığı (μm)	CMPL (%)	CMPF (%)
500	100	0
300	99.13	0.87
150	95.93	4.07
106	93.46	6.54
75	90.19	9.81
63	87.66	12.34
45	81.39	18.61
38	75.32	24.68
0	0	100



Şekil 5.6. (C) kodlu kil esaslı hammaddeye ait kümülatif tane boyut dağılımı

Çizelge 5.9. (D) kodlu kil esaslı hammaddeye ait tane boyut dağılım verileri

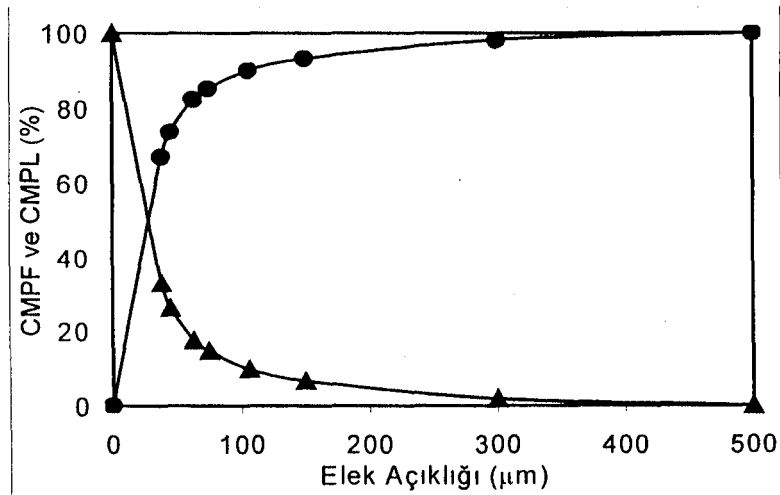
<i>Elek Açıklığı</i> (μm)	<i>CMPF</i> (%)	<i>CMPL</i> (%)
500	100	0
300	98.87	1.13
150	94.4	5.6
106	90.4	9.6
75	85.2	14.8
63	82.53	17.47
45	73.4	26.6
38	66.53	33.47
0	0	100



Şekil 5.7. (D) kodlu kil esaslı hammaddeye ait kümülatif tane boyut dağılımı

Çizelge 5.10. (E) kodlu kil esaslı hammaddeye ait tane boyut dağılım verileri

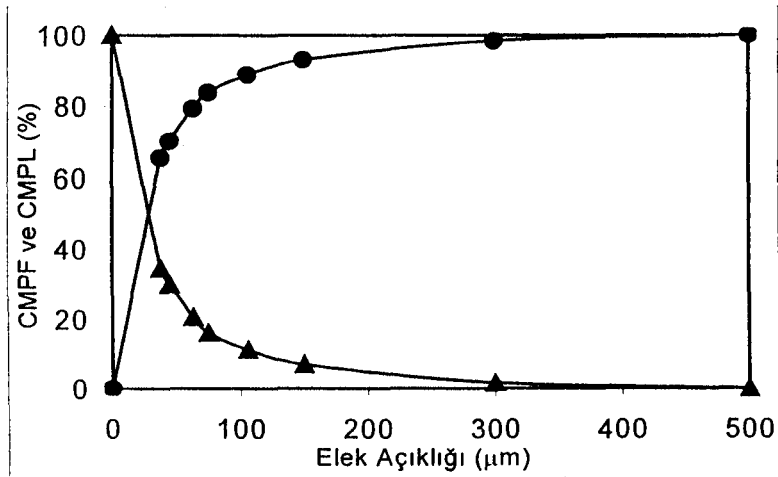
<i>Elek Açıklığı</i> (μm)	<i>CMPF</i> (%)	<i>CMPL</i> (%)
500	100	0
300	98.2	1.8
150	93.4	6.6
106	90.2	9.8
75	85.33	14.67
63	82.53	17.47
45	73.86	26.14
38	67.13	32.87
0	0	100



Şekil 5.8. (E) kodlu kil esaslı hammaddeye ait kümülatif tane boyut dağılımı

Çizelge 5.11. (F) kodlu kil esaslı hammaddeye ait tane boyut dağılım verileri

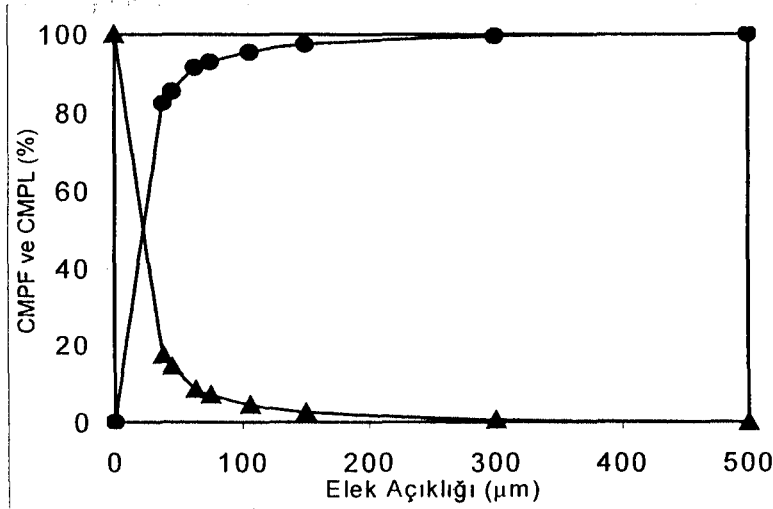
Elek Açıklığı (μm)	CMPF (%)	CMPL (%)
500	100	0
300	98.4	1.6
150	93.0	7.0
106	88.73	11.27
75	83.8	16.2
63	79.33	20.67
45	70.06	29.94
38	65.46	34.54
0	0	100



Şekil 5.9. (F) kodlu kil esaslı hammaddeye ait kümülatif tane boyut dağılımı

Çizelge 5.12. (G) kodlu kil esaslı hammaddeye ait tane boyut dağılım verileri

Elek Açıklığı (μm)	CMPF (%)	CMPL (%)
500	100	0
300	99.47	0.53
150	97.4	2.6
106	95.47	4.53
75	92.94	7.06
63	91.54	8.46
45	85.47	14.53
38	82.6	17.4
0	0	100



Şekil 5.10. (G) kodlu kil esaslı hammaddeye ait kümülatif tane boyut dağılımı

Çizelge ve şekillerden de görülebileceği üzere nihai karışımı oluşturan kil esaslı hammaddelerin yaş elek analizi kullanılarak elde edilen tane boyut dağılımları arasında büyük farklılıklar gözlemlenmektedir.

İşletmeden temin edildiği şekilde herhangi bir ön işleme tabii tutulmaksızın kuru elek analizi yapılan pişmiş kiremit atığına ait % elek üstü dağılım Çizelge 5.13’de verilmektedir. Çizelge 5.13 incelendiğinde pişmiş kiremit atığı % 45.08 oranında 500 µm elek altına, % 30.32 oranında 300 µm elek altına ve % 14.56 oranında ise 106 µm elek altına geçmektedir. Çizelge 5.14, 5.15 ve 5.16 ise bu elek altı kısımların % CMPF ve % CMPL olarak tane boyut dağılımlarını gösterilmektedir.

Çizelge 5.13. Pişmiş atık tane boyut % elek üstü dağılım

<i>Elek Açıklığı</i> (µm)	<i>Elek üstü</i> %
500	54.92
300	14.76
150	11.84
106	3.92
75	3.26
63	1.20
45	5.05
38	4.72
0	0.33

Çizelge 5.14. 500 µm elek altı pişmiş atık tane boyut dağılım verileri

<i>Elek Açıklığı</i> (µm)	<i>CMPF</i> (%)	<i>CMPL</i> (%)
500	100	0
300	67.26	32.74
150	41	59
106	32.3	67.7
75	25.07	74.93
63	22.41	77.59
45	11.21	88.79
38	0.74	99.26
0	0	100

Çizelge 5.15. 300 µm elek altı pişmiş atık tane boyut dağılım verileri

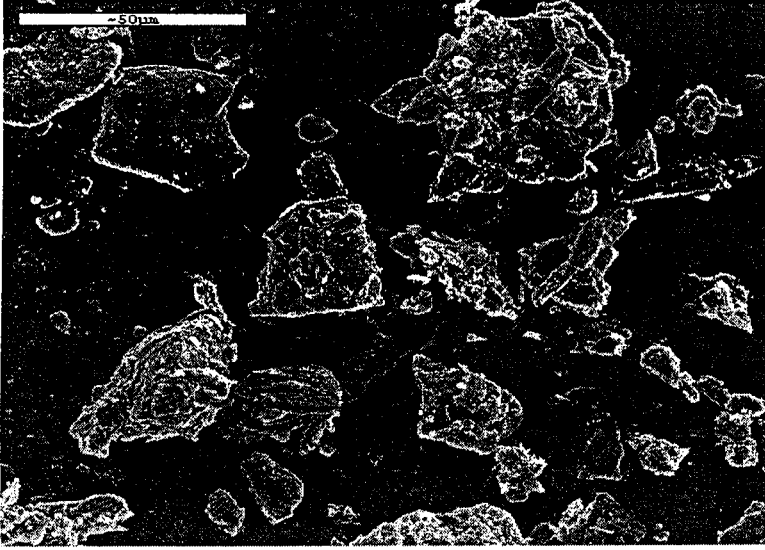
<i>Elek Açıklığı (µm)</i>	<i>CMPF (%)</i>	<i>CMPL (%)</i>
300	100	0
150	60.95	39.05
106	48.02	51.98
75	37.27	62.73
63	33.31	66.69
45	16.65	83.35
38	1.08	98.92
0	0	100

Çizelge 5.16. 106 µm elek altı pişmiş atık tane boyut dağılım verileri

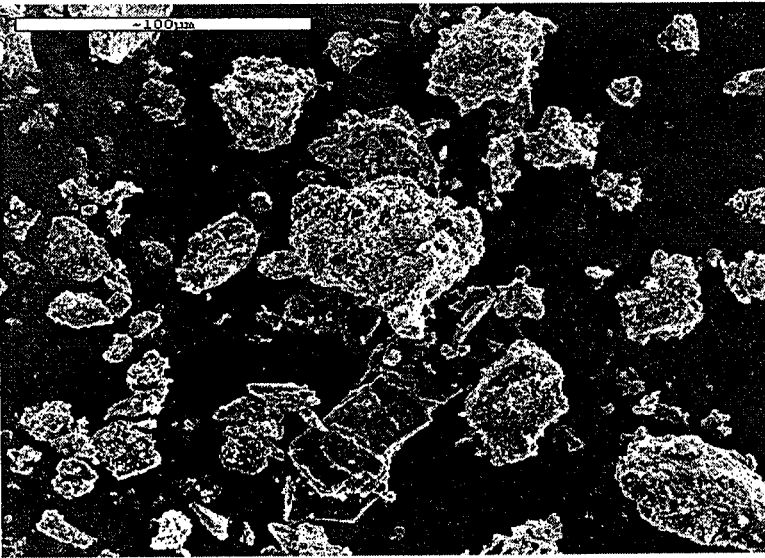
<i>Elek Açıklığı (µm)</i>	<i>CMPF (%)</i>	<i>CMPL (%)</i>
106	100	0
75	77.61	22.39
63	69.37	30.63
45	34.69	65.31
38	2.27	97.73
0	0	100

5.3.3. SEM ile tane boyut dağılımı

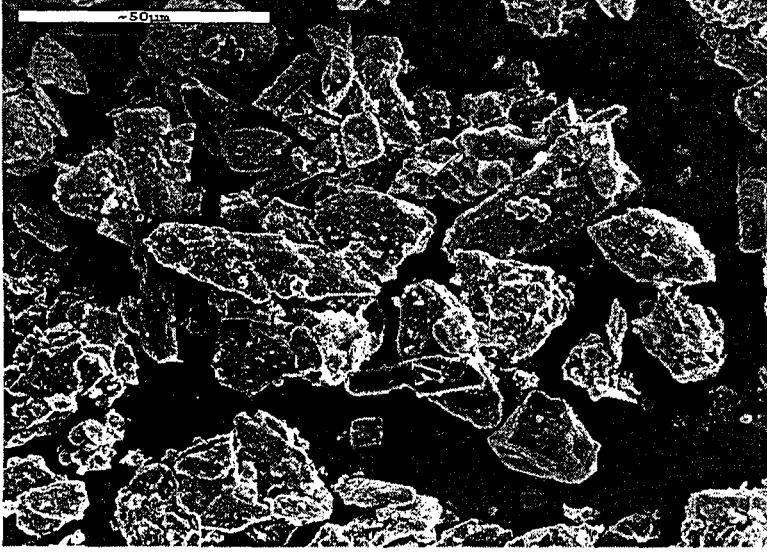
Şekil 5.11-5.17 kullanılan kil esaslı hammaddelerden ve nihai karışımdan alınan temsili toz numunelerin ikincil elektron görüntülerini (SEI) vermektedir. Numuneler SEM incelemesi öncesi iletken hale getirilmeleri için altın ile kaplanmaları dışında herhangi bir ön işleme tabii tutulmamışlardır.



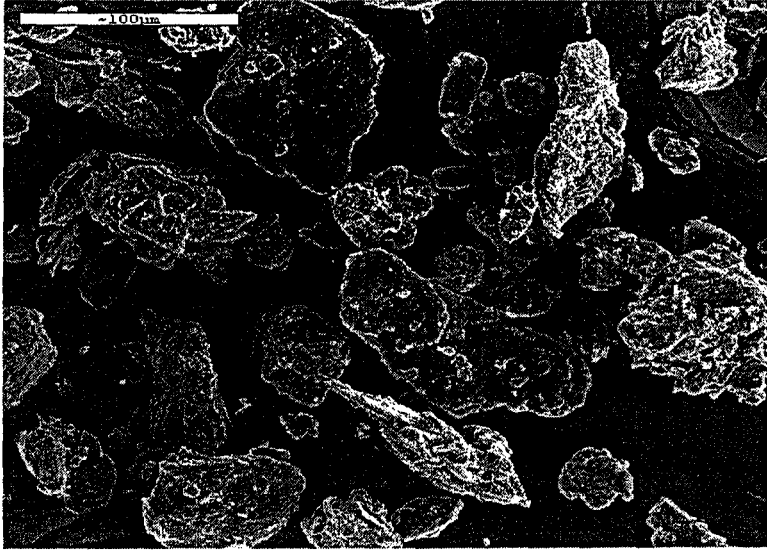
Şekil 5.11. (A) kodlu kil esaslı hammaddeye ait temsili SEM (SEI) görüntüsü



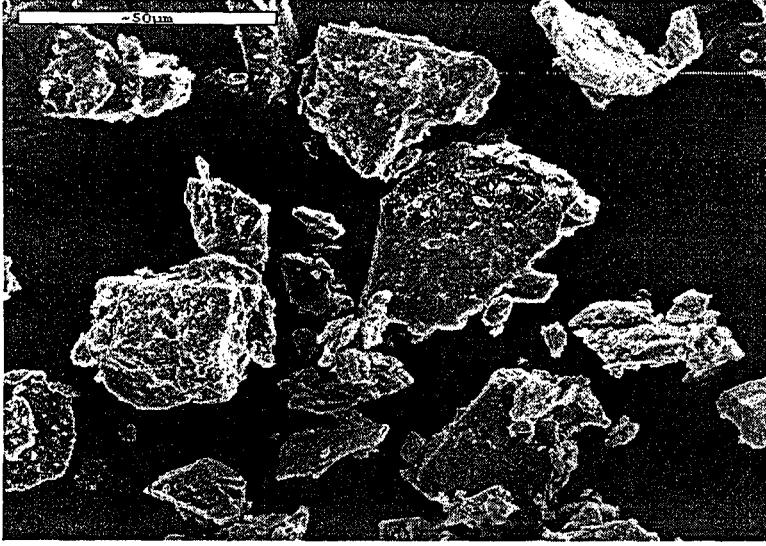
Şekil 5.12. (B) kodlu kil esaslı hammaddeye ait temsili SEM (SEI) görüntüsü



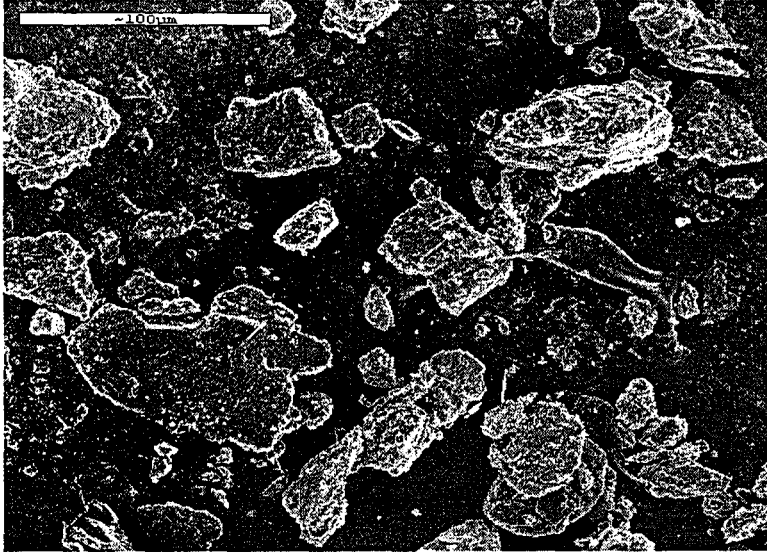
Şekil 5.13. (C) kodlu kil esaslı hammaddeye ait temsili SEM (SEI) görüntüsü



Şekil 5.14. (D) kodlu kil esaslı hammaddeye ait temsili SEM (SEI) görüntüsü



Şekil 5.15. (E) kodlu kil esaslı hammaddeye ait temsili SEM (SEI) görüntüsü



Şekil 5.16. (F) kodlu kil esaslı hammaddeye ait temsili SEM (SEI) görüntüsü



Şekil 5.17. (G) kodlu kil esaslı hammaddeye ait temsili SEM (SEI) görüntüsü

Bilindiği üzere seramik hammaddeleri oluşturan tanelerin özelliklerinin belirlenmesi oldukça önemli bir husustur. Kontrol edilmesi gereken özellikler olarak her bir tanenin boyutu, taneler topluluğunun ortalama boyutu, tane boyut aralığı ve tanelerin şekilleri gibi özellikler sayılabilir. Bu özelliklerin tespiti için değişik teknikler mevcut olup, bu çalışmada tercih edilen tekniklerden birisi olan SEM vasıtasıyla özellikle tane şekli ve aglomerasyon (topaklanma) hakkında göz önüne alındığında bu hammaddelerin içerdiği her bir mineralin temsili tane morfolojisini ve boyut dağılımını tek bir fotoğraf ile değerlendirmek yanlış olacaktır. Diğer yandan, burada verilen değişik büyültmeler altına çekilmiş SEM fotoğrafları incelendiğinde hammaddeleri oluşturan tanelerin morfolojisi ve tane boyut dağılımları arasında çok büyük farklılıklar olmadığını ifade etmek mümkündür. Ayrıca, bu ifade diğer teknikler kullanılarak (yaş elek ve lazer difraksiyon) elde edilen kantitatif tane boyut dağılım sonuçlarını da doğrular niteliktedir.

5.4. Fiziksel Özellikler

Bu çalışmada kullanılan kil esaslı hammaddelere ve nihai karışıma ait % kuru küçülme, % pişme küçülmesi, % toplam küçülme, su emme ve eğme mukavemet değerleri Çizelge 5.17'de verilmektedir. Ayrıca bu değerlerin ölçüldüğü temsili tabletlerin şekillendirilmesinde kullanılan % nem miktarları da çizelgeye dahil edilmiştir.

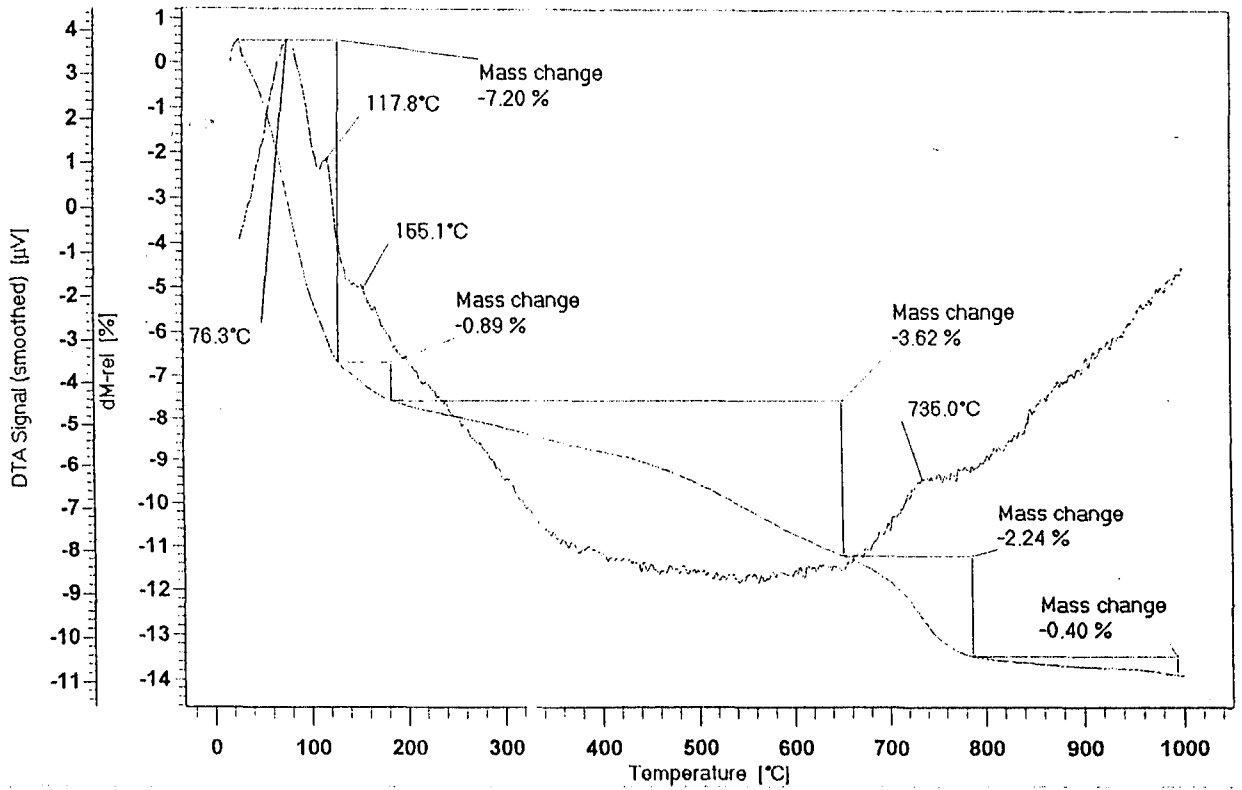
Çizelge 5.17. Kil esaslı hammaddelere ait fiziksel özellikler

Hammadde kodu	% nem	% kuru küçülme	% pişme küçülmesi	% toplam küçülme	% su emme	Eğme Mukavemeti kgf.
A	22.50±0.33	7.02±0.03	1.58±0.05	8.60±0.03	12.58±0.03	220±2.9
B	22.95±0.27	5.27±0.10	0.53±0.01	5.80±0.10	15.28±0.39	150±10.0
C	23.88±0.10	5.89±0.10	1.28±0.19	7.15±0.08	15.01±0.17	193±15.0
D	22.35±0.31	6.35±0.33	0.45±0.11	6.81±0.40	14.81±0.33	195±5.0
E	22.54±0.09	4.71±0.21	0.78±0.07	5.49±0.21	17.74±0.14	158±5.8
F	22.99±0.40	5.81±0.12	0.54±0.08	6.35±0.11	15.82±0.16	141±11.1
G	22.48±0.34	6.93±0.11	1.04±0.06	7.97±0.07	13.00±0.68	215±1.0
Nihai karışım	23.11±0.28	6.98±0.03	0.92±0.03	7.90±0.06	15.55±0.08	189±8.5

(A) ve (G) kodlu hammaddelere ait toplam küçülme değerleri yüksek olmakla birlikte su emme değerleri beklenildiği gibi düşüktür. Buna paralel olarak da eğme mukavemeti değerleri yüksektir. En düşük toplam küçülmeye sahip (E) kodlu hammadde ise beklenildiği üzere en yüksek su emme değerine ve en düşük eğme mukavemeti değerine sahiptir. Ayrıca, (D), (F), (C) ve (B) kodlu hammaddelerin su emme değerleri birbirine yakın olmasına rağmen toplam küçülme değeri yüksek olan hammaddenin eğme mukavemetinin yüksek olduğu çizelgeden görülmektedir.

5.5. Termal Analiz

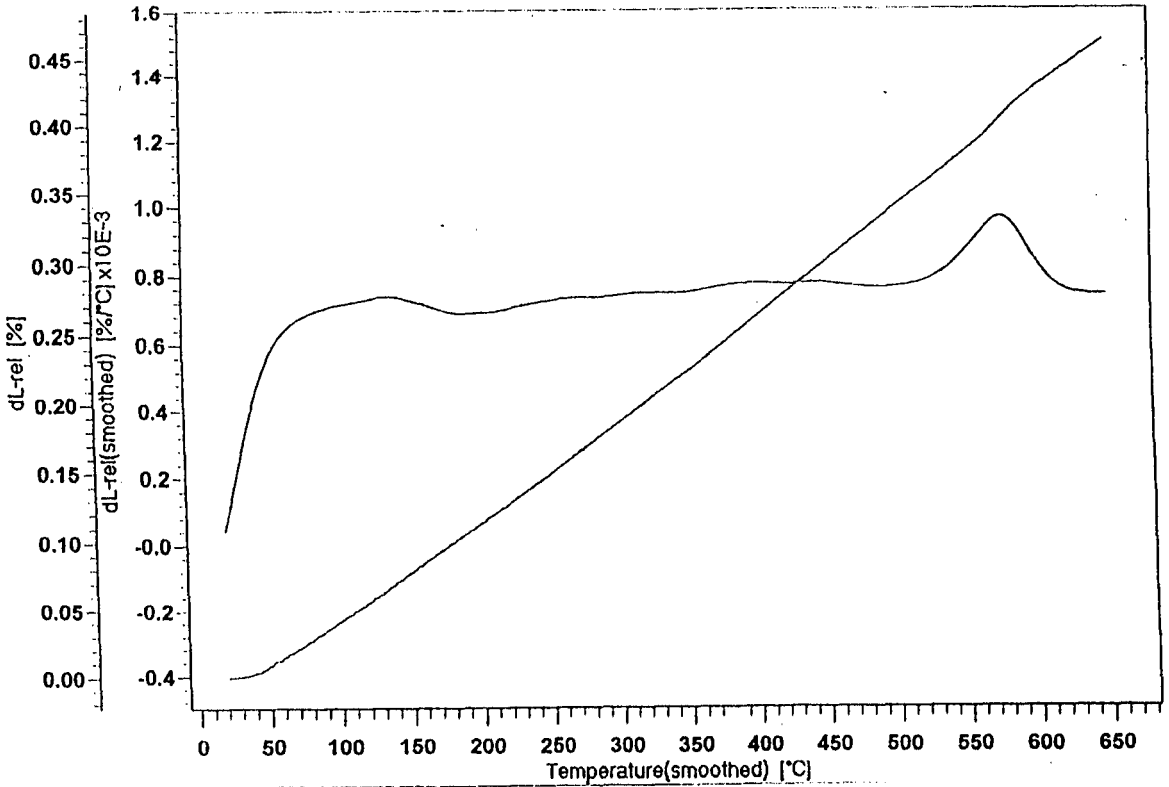
Aşağıda verilen şekiller üç farklı termal analiz tekniğinin (DTA, TGA ve dilatometre) kullanılması ile elde edilen sonuçlar olup, nihai karışımda pişme öncesi ve sonrası, ayrıca pişmiş atık ilave yapılmış koşullarda sıcaklığa bağlı olarak meydana gelecek dönüşümler ölçülerek bünyenin pişirim esnasındaki davranışı hakkında bilgi edinilmesi amaçlanmıştır.



Şekil 5.18. Nihai karışıma ait TG-DTA eğrisi

Şekil 5.18 nihai karışım üzerinde gerçekleştirilen TG-DTA eğrisini göstermekte olup, eğri üzerinde işaretlenen sıcaklıklar ve bu sıcaklıklara karşılık gelen ağırlık kayıpları karışım bünyesinde mevcut serbest suyun 200°C'ye kadar üç kademe uzaklaştığını göstermektedir. Özellikle 117.8°C ve 155.1°C sıcaklıklarındaki ağırlık kayıplarının nedeni bünyeyi oluşturan kil minerallerinin

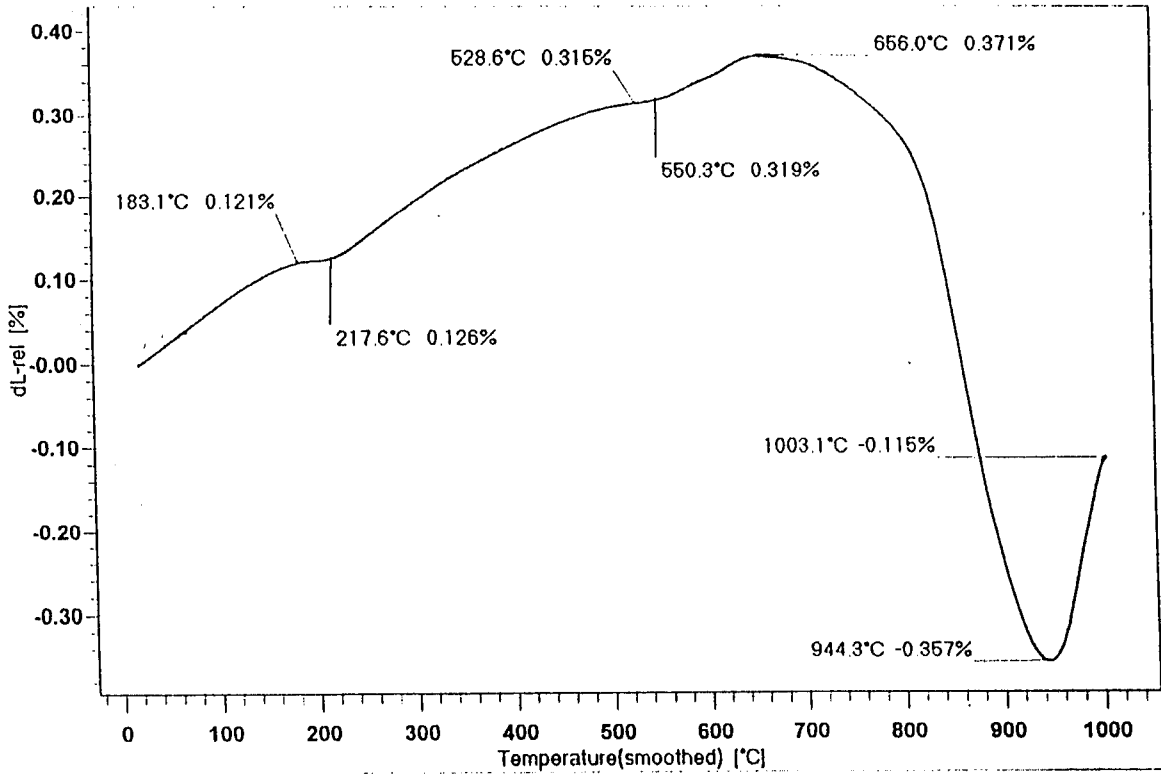
bazılarının tabakalı bir yapıda (örneğin; illit) olduğunun bir göstergesidir. Bu tip killere tabakaları arasına su emerek şişerler ve yüksek kuruma küçülmesine, dolayısıyla kurutma çatlaklarına sebebiyet verebilirler. TG eğrisindeki artan sıcaklığa bağlı olarak devam eden ağırlık kayıpları ise yaş bünyede mevcut organik esaslı maddelerin oksidasyonu, killere bağlı kimyasal suyun uzaklaşması ve mevcut karbonat ve sülfat esaslı minerallerin bozunması ile açıklanabilir. Örneğin; DTA eğrisi üzerinde 735°C'ye tekabül eden endotermik pik kalsit (CaCO_3) ayrışmasını göstermektedir.



Şekil 5.19. Nihai karışıma ait dilatometre eğrisi (işletme pişirimi)

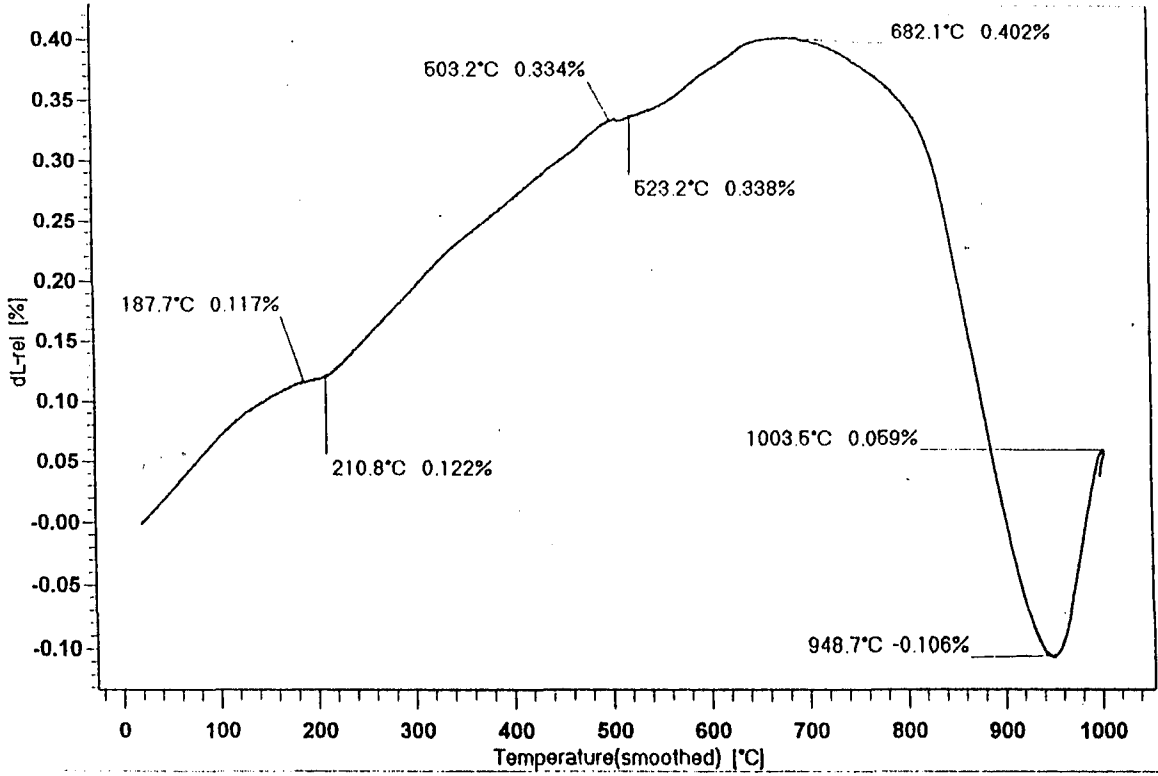
Şekil 5.19 DT-TGA analizi gerçekleştirilen nihai karışımın işletme koşullarında pişirilmesi ile elde edilen bir kiremit bünyesine ait dilatometrik ölçüm sonucunu vermektedir. Bu eğri üzerinde ısı genleşme katsayısı değerleri ölçüldüğünde $\alpha_{300} = 66.40 \times 10^{-7}$, $\alpha_{400} = 68.80 \times 10^{-7}$ ve $\alpha_{500} = 70.50 \times 10^{-7}$ olarak

bulunmuştur. Ayrıca aynı şekil üzerinde 573°C civarında görülen hacimsel genişleme kuvarsin $\alpha \rightarrow \beta$ dönüşümünden kaynaklanmaktadır.



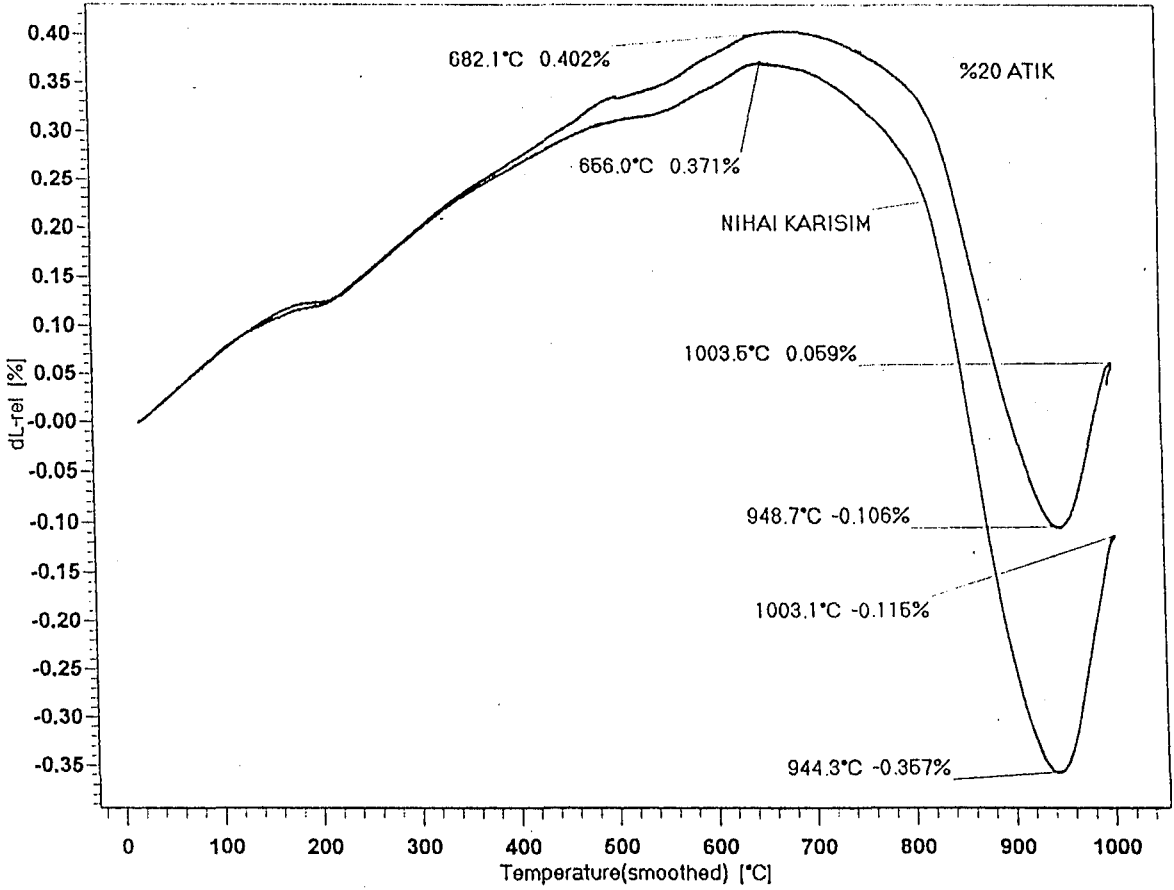
Şekil 5.20. Nihai karışıma ait dilatometre eğrisi (pişirim öncesi)

Şekil 5.20'de verilen pişmemiş bünyeye ait dilatometre sonuçları incelendiğinde oda sıcaklığından 656°C'ye kadar yaklaşık % 0.37'lik bir genişleme gerçekleşmektedir. Bu genişleme killerin bünyesindeki mevcut fiziksel ve kimyasal bağlı suyun uzaklaşması, kuvars dönüşümü ve çeşitli dekompozisyon reaksiyonları ile açıklanabilir. Bu sıcaklıktan itibaren başlayıp ~ 944°C'ye kadar devam ettiği gözlenen büzülme (~ % 0.36) ise yapıda meydana gelen latis değişimleri, diğer bir deyişle yeni kristal ve camsı fazların oluşumu ile açıklanabilir. Bu sıcaklıktan itibaren ise 1000°C'ye kadar devam eden bir genişleme tespit edilmiştir.



Şekil 5.21. % 20 pişmiş atık ilavesi içeren nihai karışıma ait dilatometre eğrisi (pişirim öncesi)

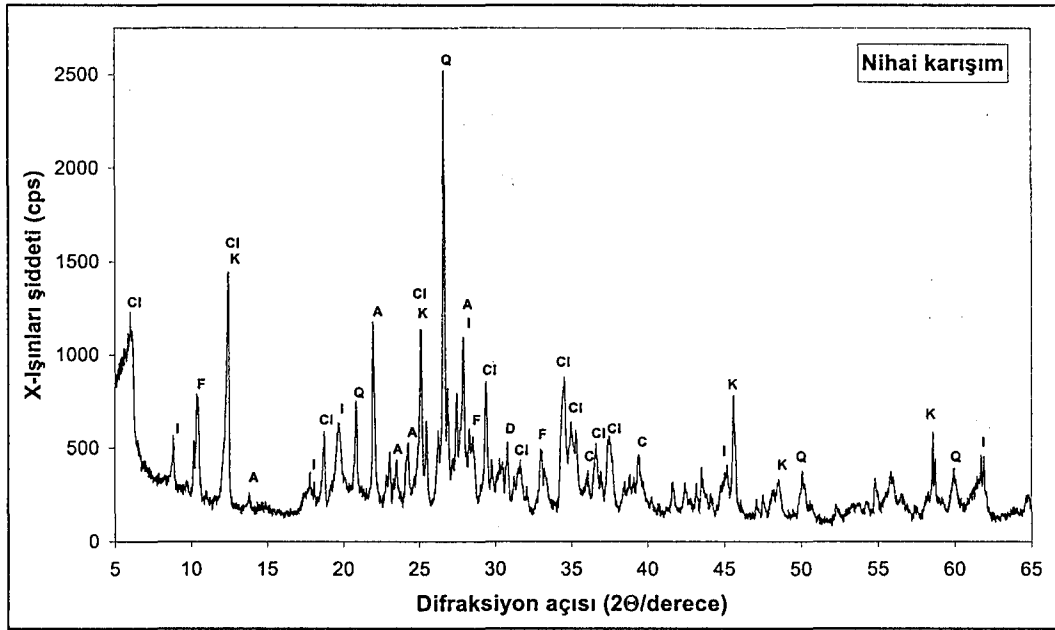
Nihai karışıma artan oranlarda pişmiş atık ilavesinin pişme davranışı üzerindeki etkilerini görmek amacıyla % 20 oranında atık içeren temsili bir numune aynı koşullarda dilatometrik olarak incelenmiş olup, elde edilen sonuçlar Şekil 5.21'de verilmektedir. Görüldüğü üzere, nihai karışıma yapılan % 20 oranındaki atık ilavesi ile bünyenin büzülmeğe başladığı sıcaklığın 656°C'den 682.1°C'ye yükseldiği ve ayrıca büzülme miktarının atık içermeyen bünyeye kıyasla % 0.1 seviyesine düştüğü tespit edilmiştir. Büzülme olayı ~ 948°C tamamlanıp, atık içermeyen bünyede olduğu gibi 1000°C'ye kadar yine bir genleşme mevcuttur. Bu iki numuneye ait dilatometre eğrileri arasındaki fark Şekil 5.22'de daha iyi bir biçimde görülmektedir.



Şekil 5.22. Nihai karışıma ait dilatometre eğrisi ile % 20 atık ilavesi içeren nihai karışıma ait dilatometre eğrisinin karşılaştırılması

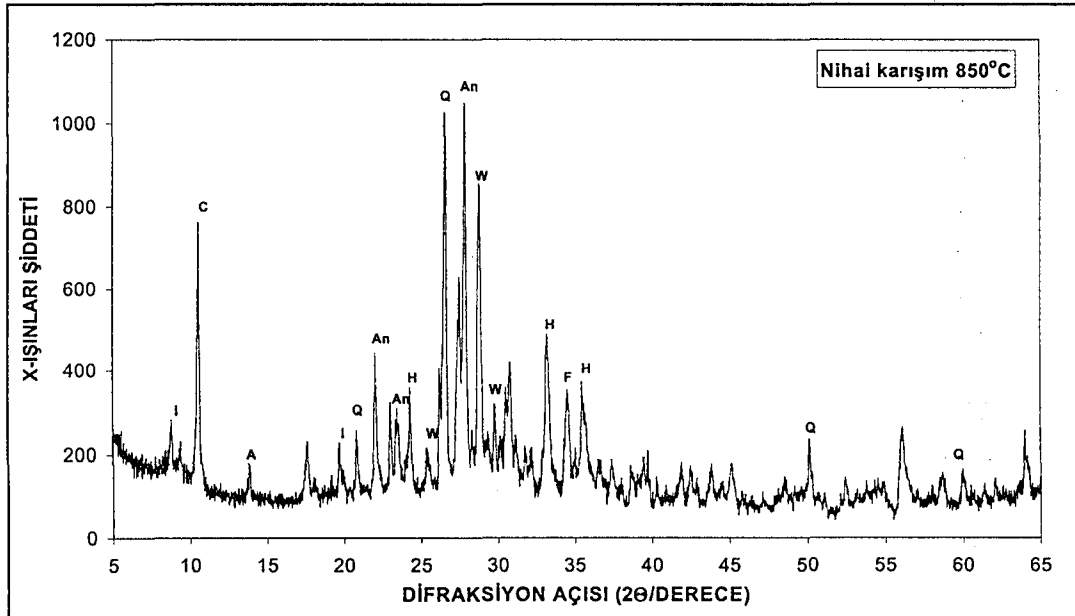
5.6 XRD ile mineralojik analiz

XRD analizleri iki ayrı bölümde gerçekleştirilmiştir. İlk bölümde kil esaslı hammaddeler arasındaki mineralojik farklılıklar tespit edilmeye çalışılmıştır. Diğer yandan, bu hammaddelerin benzer mineralojik karakterde olduğu görüldüğünden dolayı her bir hammaddeye ait XRD analizinin burada verilmesi gerekli bulunmamıştır. Şekil 5.23 hammaddelerin uygun oranlarda karıştırılması ile elde edilen nihai karışıma ait temsili XRD analizini göstermektedir. Bu analizden karışımı oluşturan hammaddelerin oldukça karmaşık bir mineralojiye sahip olduğu ortadadır. Aşağıda verilen XRD analizlerinde genelde yüksek şiddetteki pikler işaretlenmiş olup, düşük şiddetli pikler ihmal edilmiştir.



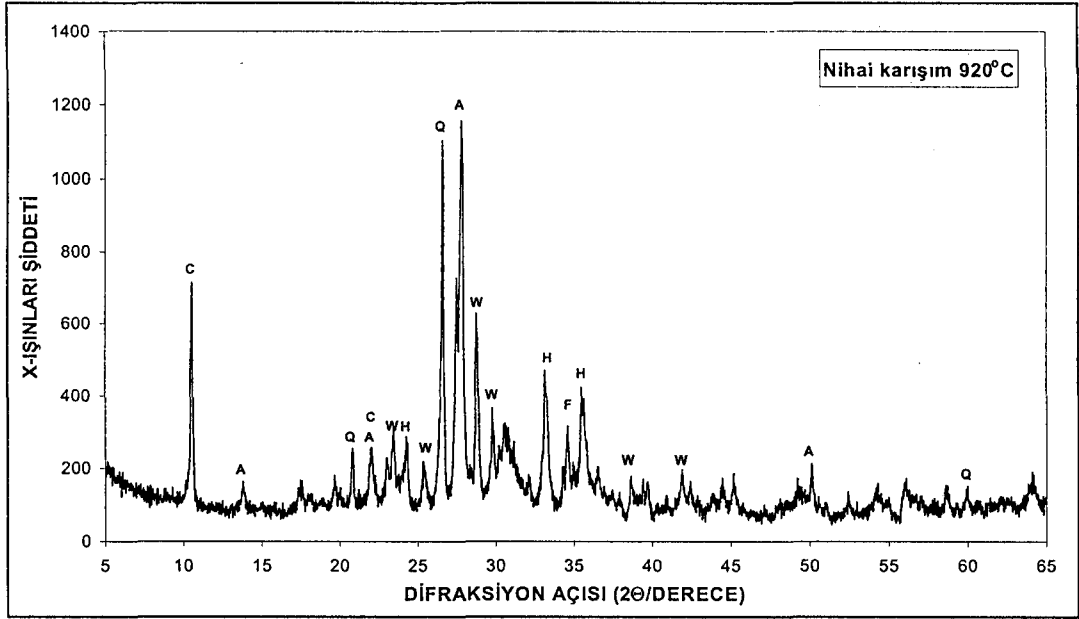
Şekil 5.23. Nihai karışıma ait temsili XRD analizi (Q: kuvars, I: illit, A: albit, K: kaolinit, Cl: Klinoklor, F: ferropargasit, C: kalsit, D: dolomit)

Şekil 5.24 nihai karışımın 850°C'de pişirilmesiyle elde edilen ürünün mineralojik bileşimini vermekte olup, pişirim sonrasında oluşan başlıca fazların kordierit, hematit, vollastonit ve ferrosilisit olduğu bulunmuştur. Ayrıca kalıntı fazlar olarak değişen oranlarda illit, kuvars tespit edilmiştir.



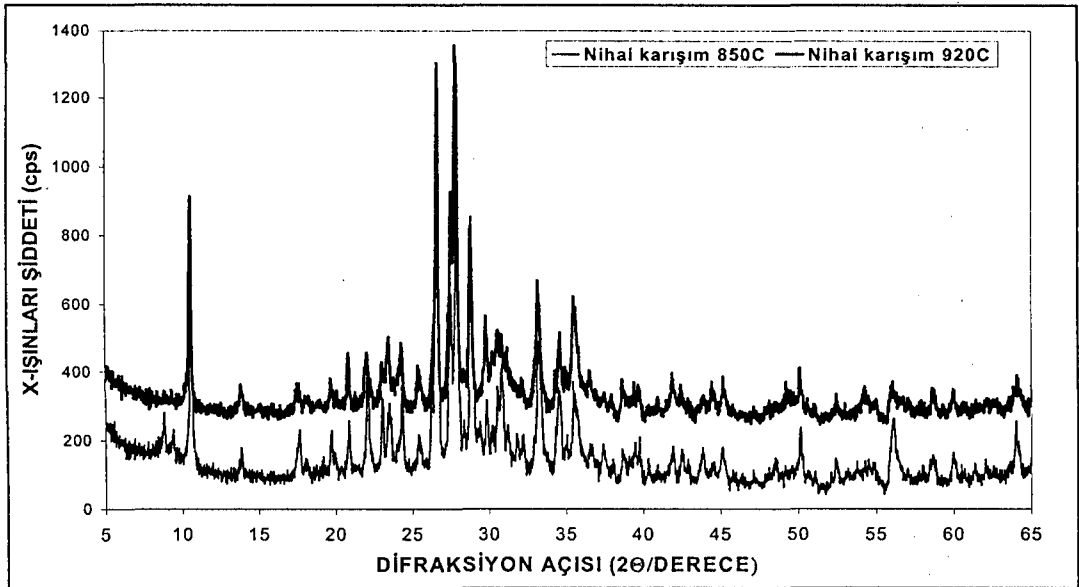
Şekil 5.24. 850°C pişirilen nihai karışıma ait temsili XRD analizi (I: illit, A: albit, An: anortit, Q: kuvars, C: kordierit, F: ferrosilisit, W: vollastonit)

Şekil 5.25 ise nihai karışımın 920°C’de pişirimi sonucu elde edilen bünyenin faz bileşimini vermektedir.



Şekil 5.25. 920°C pişirilen nihai karışıma ait temsili XRD analizi

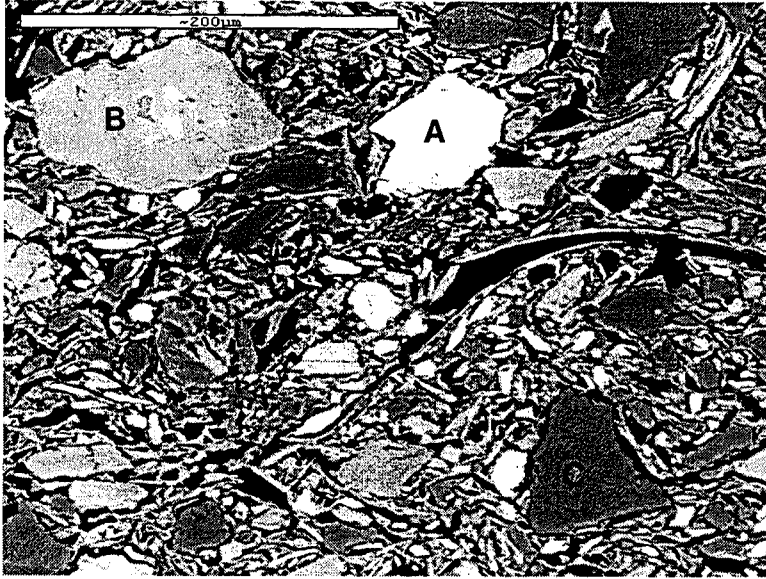
Şekil 5.26 ise maksimum 850°C ve 920°C sıcaklıklarında pişirime tabii tutulan nihai karışımlardan alınan temsili XRD analizlerinin daha iyi bir şekilde mukayese edilebilmesi amacıyla verilmiş olup, 920°C’de pişirilen karışıma ait şiddet değerleri 200 birim arttırılmıştır.



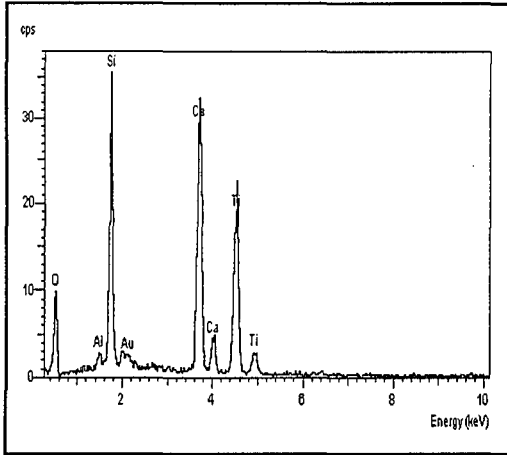
Şekil 5.26. 850°C ve 920°C sıcaklıklarda pişirilen nihai karışıma ait XRD analizlerinin karşılaştırılması

5.7. SEM-EDX ile mikroyapısal ve kimyasal karakterizasyon

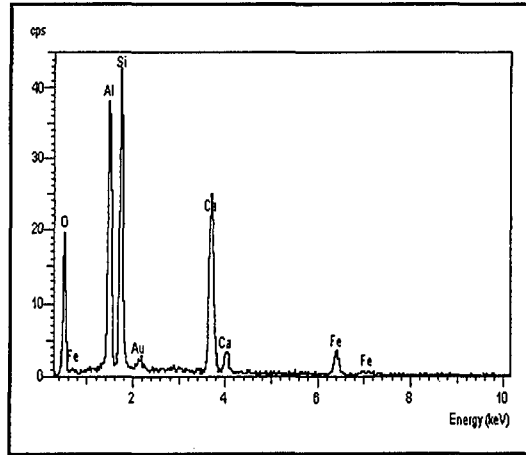
Aşağıda verilen şekiller nihai karışıma ait yaş olarak şekillendirilmiş bir tabletin laboratuvar koşullarında maksimum 920°C'de pişirilmesi sonucu elde edilen mikroyapısına ait temsili geri saçınımlı elektron (BEI) görüntülerini ve bu görüntüler üzerinde seçilmiş bazı bölgelerden alınan EDX spektrumlarını vermektedir. Bu sıcaklıkta gerçekleştirilen pişirim sonucu oluşan fazların farklı morfolojilere ve özellikle farklı kimyasal karaktere sahip oldukları açıktır. Görüntülerde mevcut bazı kristal esaslı fazlar üzerinde gerçekleştirilen nokta EDX analizleri de bu sonucu doğrulamaktadır. Daha önce ifade edildiği üzere spektrumlarda görülen altın (Au) piki kaplamadan kaynaklandığı için ihmal edilmelidir.



(a)



(b)



(c)

Şekil 5.27. (a) Temsili bir BEI görüntüsü (x300)

(b) Görüntü üzerinde (A) noktasından alınan temsili EDX spektrumu

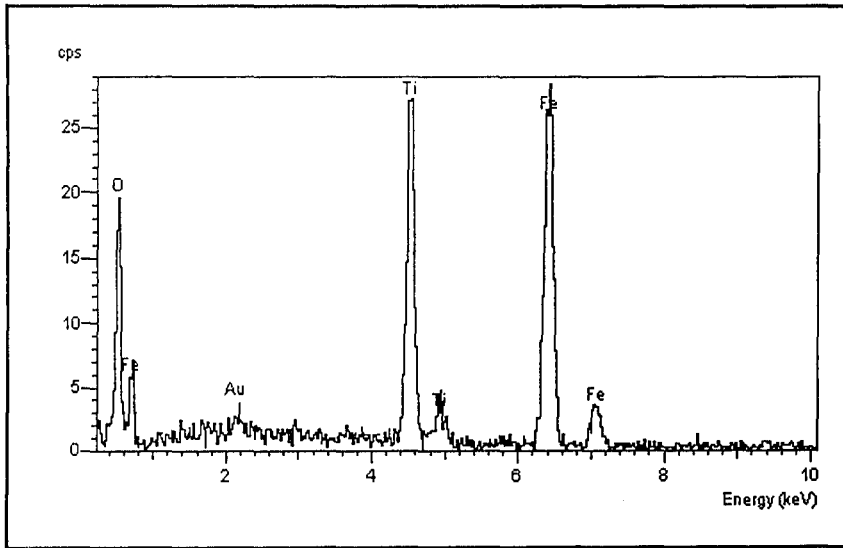
(c) Görüntü üzerinde (B) noktasından alınan temsili EDX spektrumu

Şekil 5.27 üzerinde işaretlenen (A) ve (B) noktalarından alınan EDX analiz sonuçları değerlendirildiğinde (A) noktasında yüksek miktarlarda yüksek miktarlarda SiO_2 , CaO ve TiO_2 , (B) noktasında ise Al_2O_3 , SiO_2 ve CaO olduğu görülmektedir. XRD sonuçlarından hareketle bu bölgelerin sırasıyla titanit ($\text{CaTi}(\text{SiO}_4)\text{O}$) ve anortit ($\text{CaO} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$) fazlarını temsil ettiğini söylemek

mümkündür. Ayrıca (C) noktasının da yapılan analizler sonucunda, bir serbest kuvars (SiO_2) tanesi olduğu görülmüştür.



(a)

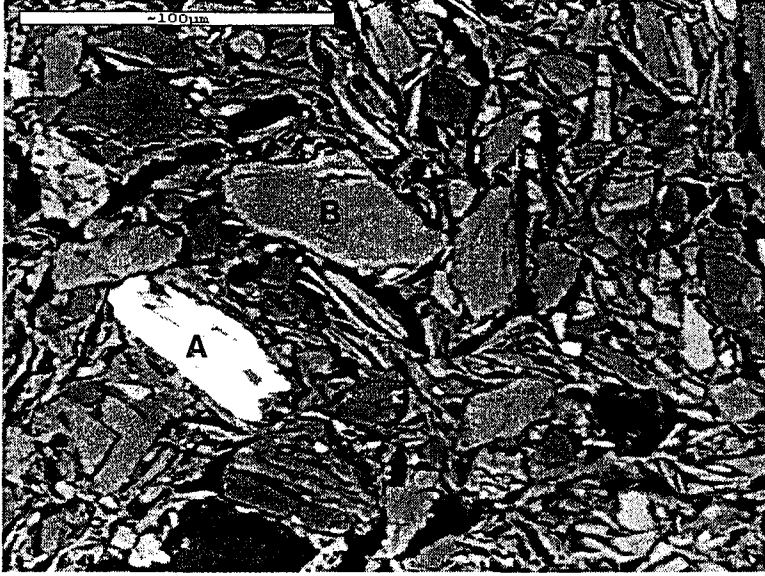


(b)

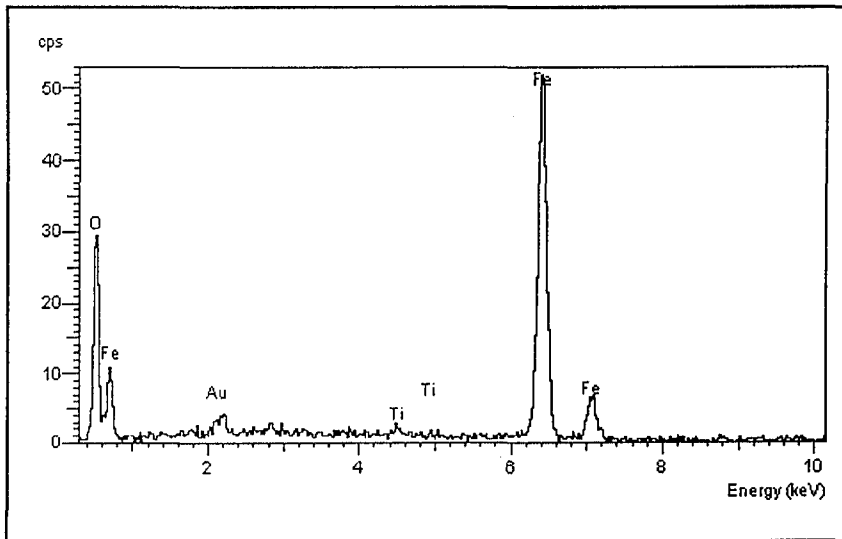
Şekil 5.28. (a) Temsili bir BEI görüntüsü (x300)

(b) Görüntü üzerinde (A) noktasından alınan temsili EDX spektrumu

Şekil 5.28'de (A) noktasından alınan EDX spektrumu XRD sonuçlarına paralel olarak değerlendirildiğinde ilmenit (FeTiO_3) fazını temsil ettiği söylenebilir.



(a)



(b)

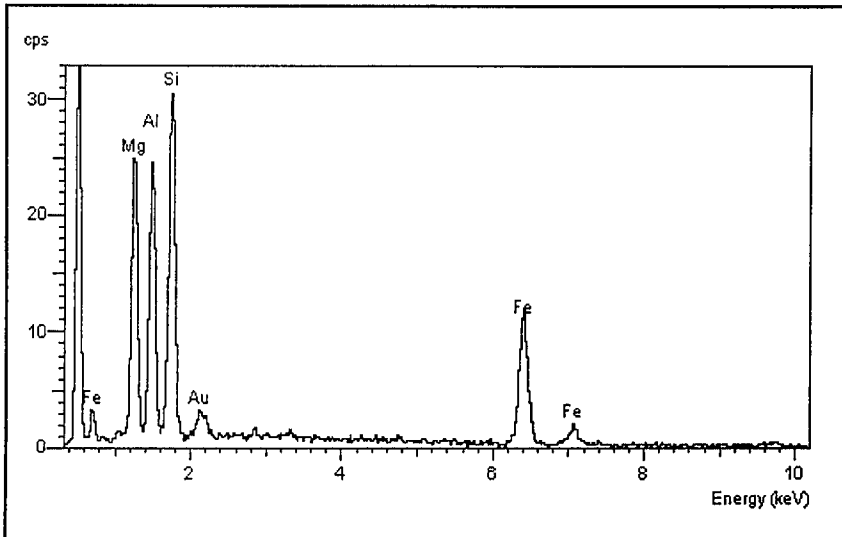
Şekil 5.29. (a) Temsili bir BEI görüntüsü (x300)

(b) Görüntü üzerinde (A) noktasından alınan temsili EDX spektrumu

Şekil 5.29 üzerindeki (A) noktasından alınan EDX analizi incelendiğinde yüksek miktardaki FeO mevcudiyeti ve XRD verilerinin de bu analizle uyumlu olması da hematit (Fe_2O_3) fazının nihai mikroyapıda bulunduğu bir kanıttır. Ayrıca (B) noktası üzerinde yapılan analizler anortit fazının varlığını teyit etmektedir.



(a)

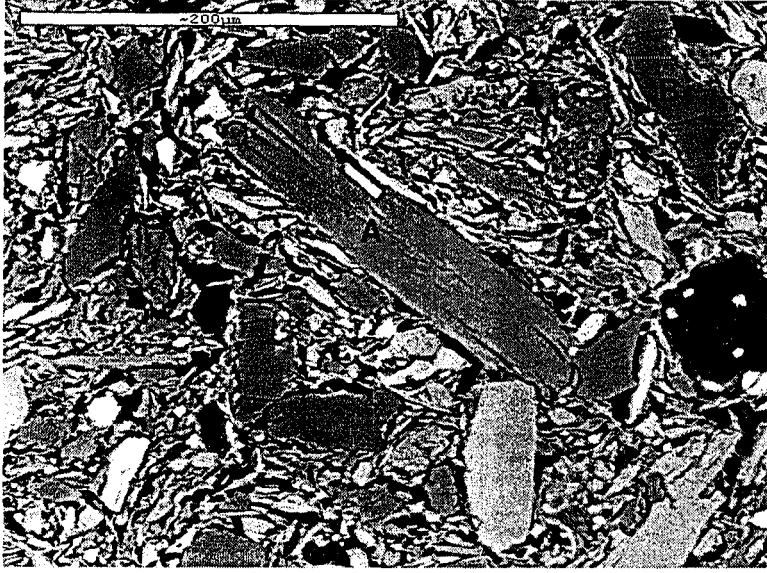


(b)

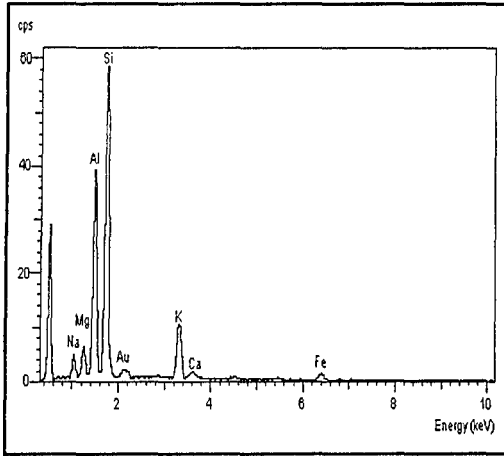
Şekil 5.30. (a) Temsili bir BEI görüntüsü (x300)

(b) Görüntü üzerinde (A) noktasından alınan temsili EDX spektrumu

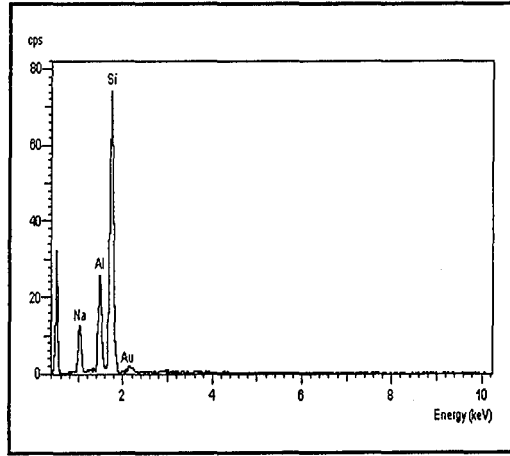
Şekil 5.30'de işaretlenen (A) noktasından alınan EDX spektrumundan da görülebileceği üzere yüksek miktarlarda MgO, Al₂O₃, SiO₂ ve FeO saptanmıştır. Bu fazın ise demirli kordierit (2(Mg,Fe)O.2Al₂O₃.5SiO₂) olduğu tahmin edilmektedir.



(a)



(b)



(c)

Şekil 5.31. (a) Temsili bir BEI görüntüsü (x300)

(b) Görüntü üzerinde (A) noktasından alınan temsili EDX spektrumu

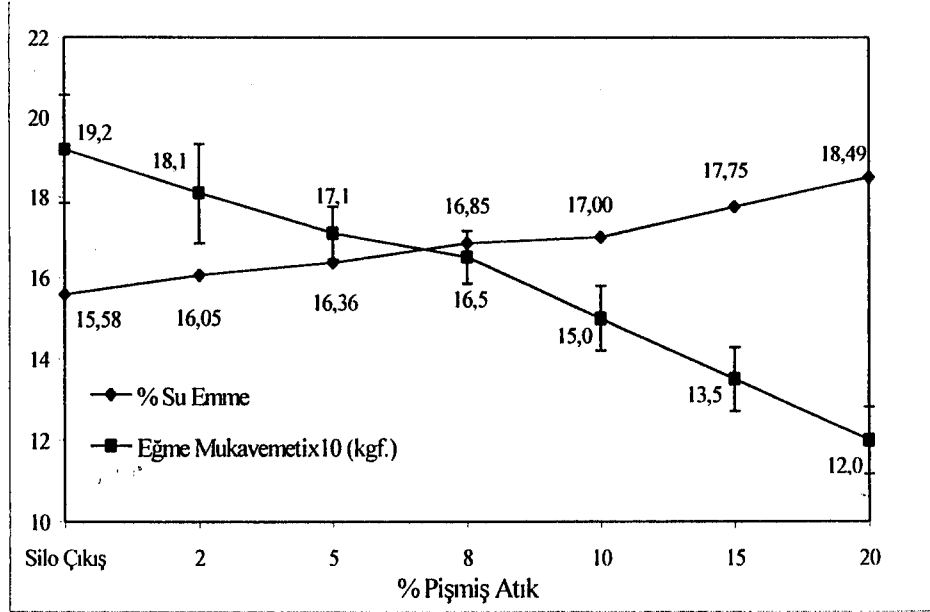
(c) Görüntü üzerinde (B) noktasından alınan temsili EDX spektrumu

Şekil 5.31 üzerinde üç farklı fazın EDX analizi gerçekleştirilmiş olup, sadece (A) ve (B) noktaları ile işaretlenen fazlara ait temsili EDX analizleri verilmektedir. (A) noktasında yüksek miktarda K_2O , Al_2O_3 ve SiO_2 , (B) noktasında ise Na_2O , Al_2O_3 ve SiO_2 mevcuttur. XRD sonuçları ile birlikte düşünüldüğünde bu fazların potasyum alüminyum silikat esaslı bir faz ve albit ($Na_2O.Al_2O_3.6SiO_2$) olduğu sonucuna varılmaktadır. (C) noktası ise anortit kompozisyonundadır.

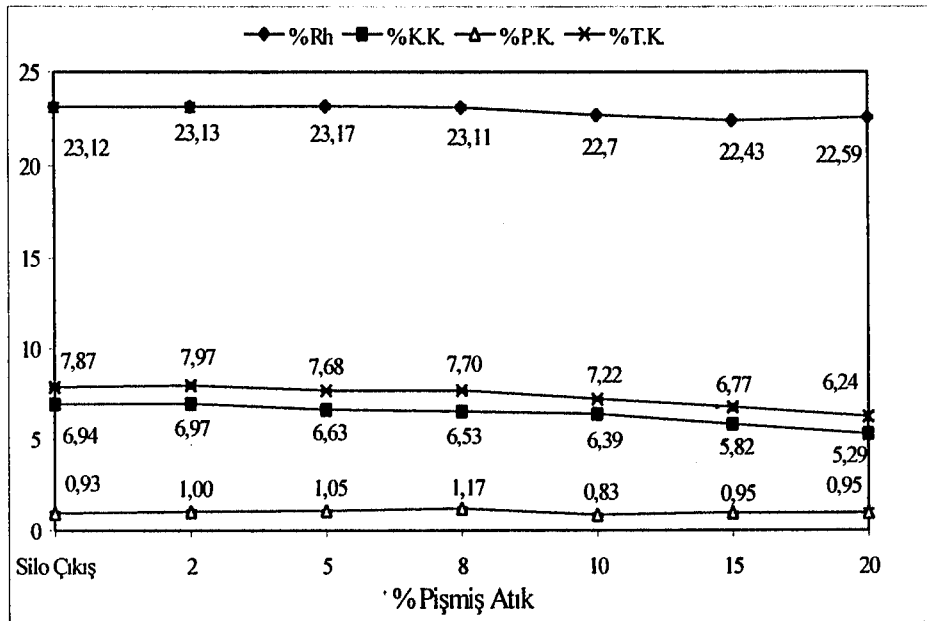
Burada ifade edilmesi gereken önemli bir husus; yukarıda verilen geri saçımın elektron görüntüleri ve ilgili EDX analizlerinin bir kiremit bünyesinde benzer pişirim rejimleri sonucunda bulunabilecek nihai kristal esaslı fazların morfolojik ve kimyasal özellikleri hakkında kısmi düzeyde bilgi vermesidir. Diğer yandan elde edilen sonuçlar pişmiş bir kiremit mikroyapısının ne kadar kompleks ve heterojen bir karakterde olduğunu açıkça gözler önüne sermekte ve XRD ile elde edilen sonuçların yorumlanmasında SEM ve EDX yöntemlerinden yararlanmanın getireceği faydaların gösterilmesi açısından önem taşımaktadır.

6. YAŞ ŞEKİLLENDİRME SONUÇLARI VE TARTIŞMA

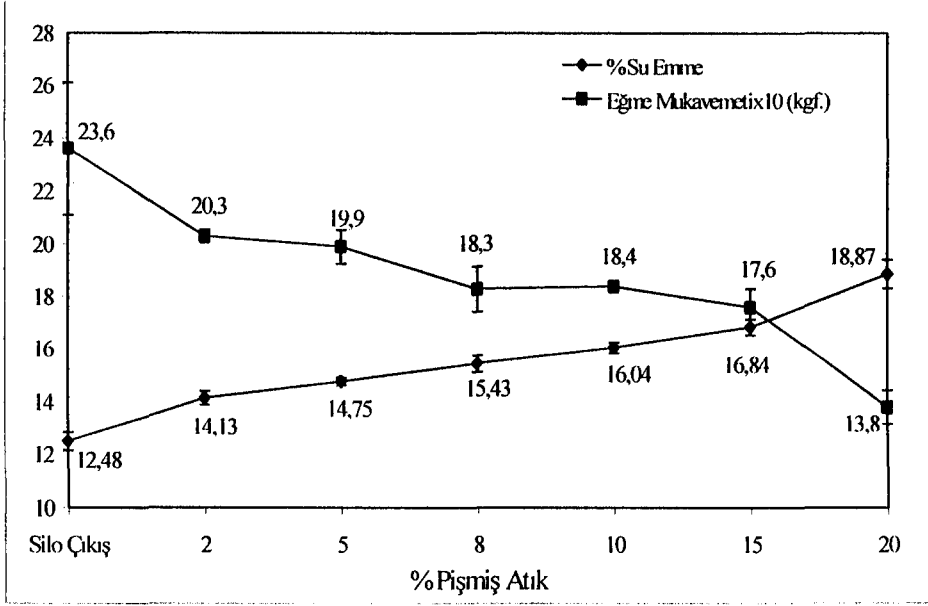
6.1. 106 µm Elek Altı Pişmiş Atık İlavesi



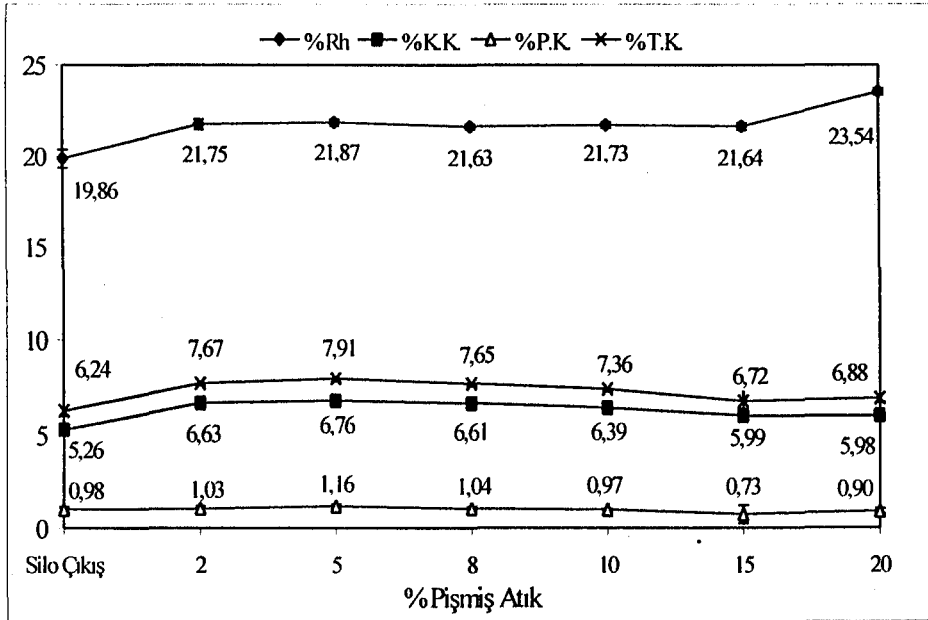
Şekil 6.1. 106 µm elek altı pişmiş atık ilavesine bağlı olarak nihai karışımın su emme ve eğme mukavemeti değerlerinin değişimi (işletme pişirimi)



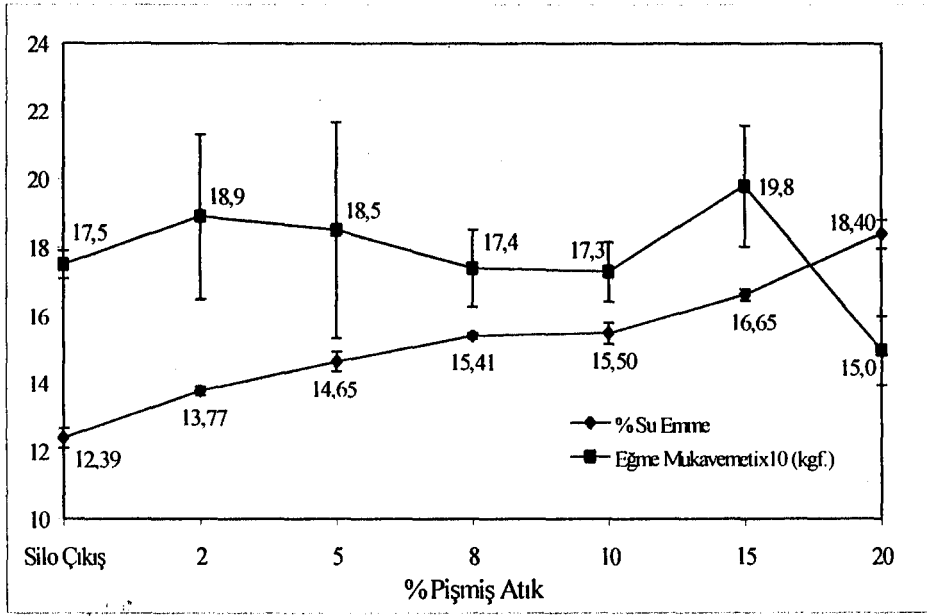
Şekil 6.2. 106 µm elek altı pişmiş atık ilavesine bağlı olarak nihai karışımın % Rh, % K.K., % P.K. ve % T.K. değerlerinin değişimi (işletme pişirimi)



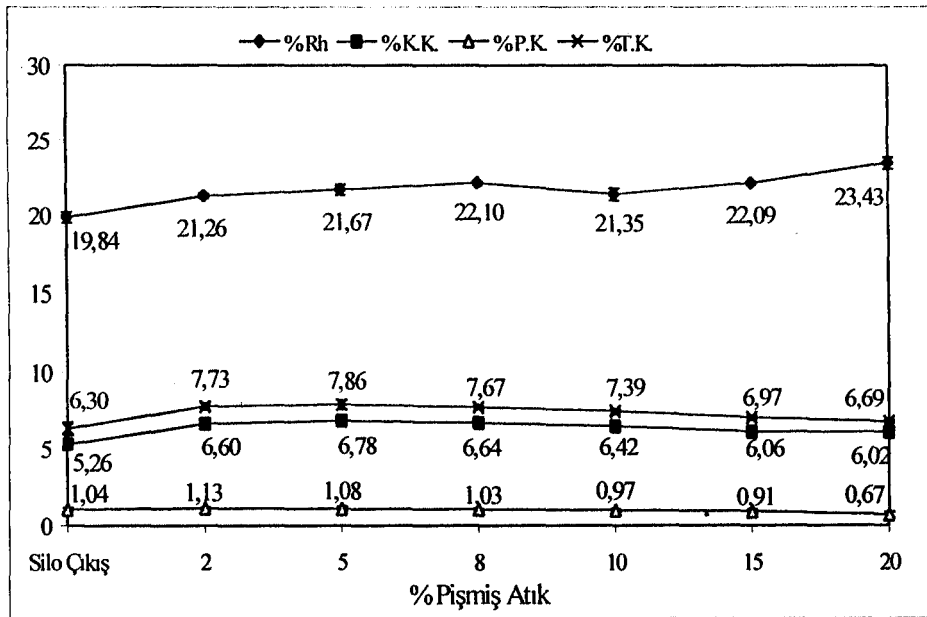
Şekil 6.3. 106 µm elek altı pişmiş atık ilavesine bağlı olarak nihai karışımın su emme ve eğme mukavemeti değerlerinin değişimi (850°C)



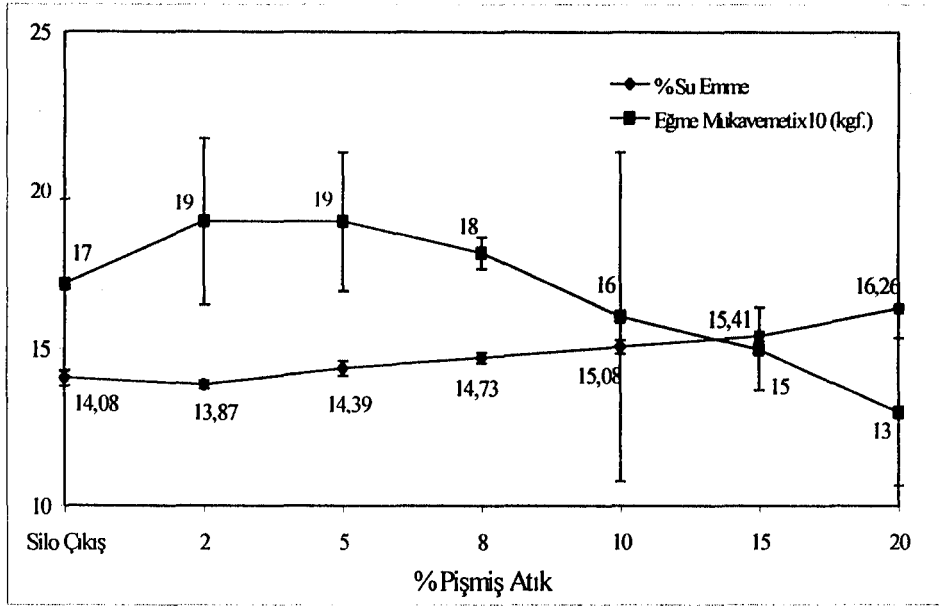
Şekil 6.4. 106 µm elek altı pişmiş atık ilavesine bağlı olarak nihai karışımın % Rh, % K.K., % P.K. ve % T.K. değerlerinin değişimi (850°C)



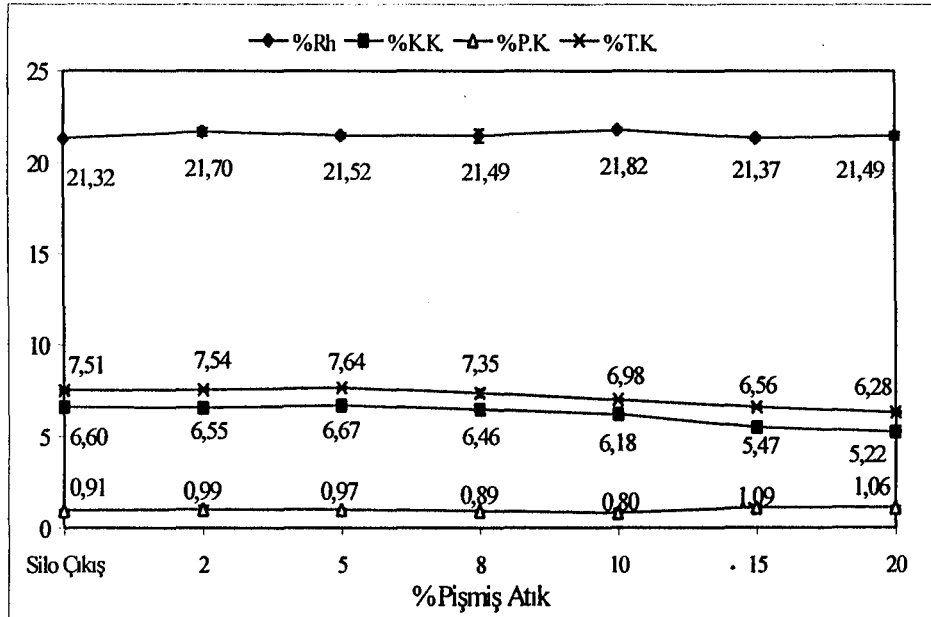
Şekil 6.5. 106 µm elek altı pişmiş atık ilavesine bağlı olarak nihai karışımın su emme ve eğme mukavemeti değerlerinin değişimi (880°C)



Şekil 6.6. 106 µm elek altı pişmiş atık ilavesine bağlı olarak nihai karışımın % Rh, % K.K., % P.K. ve % T.K. değerlerinin değişimi (880°C)

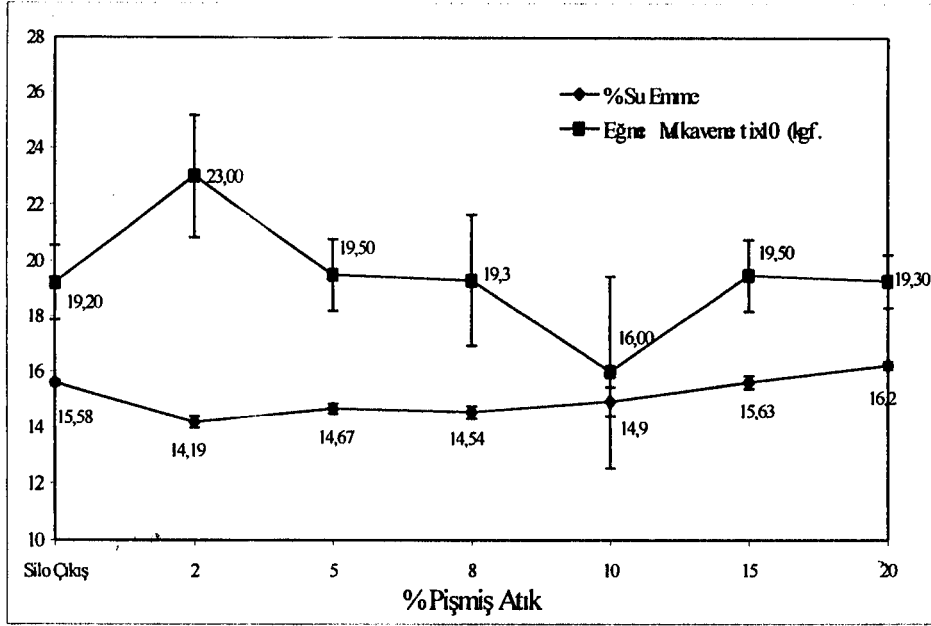


Şekil 6.7, 106 µm elek altı pişmiş atık ilavesine bağlı olarak nihai karışımın su emme ve eğme mukavemeti değerlerinin değişimi (920°C)

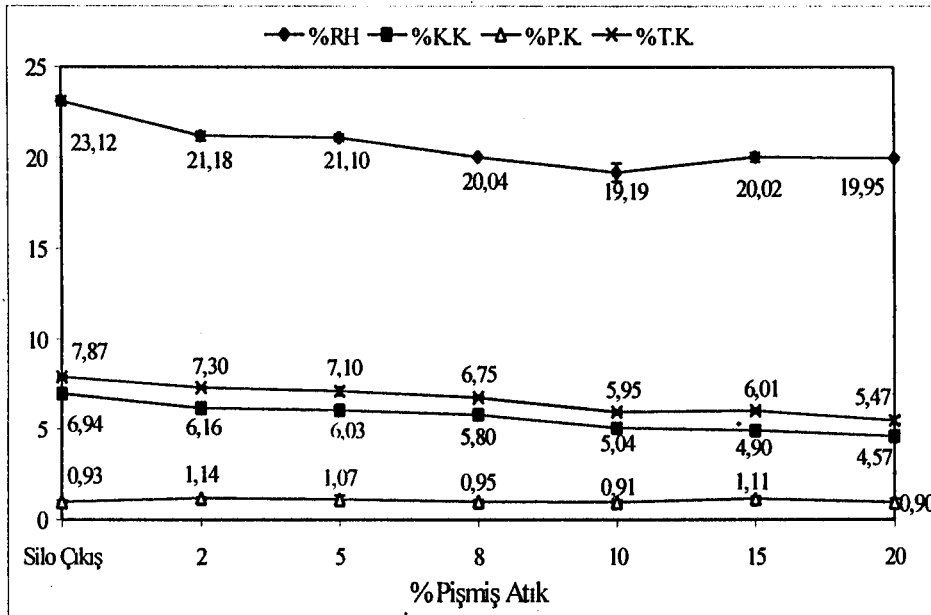


Şekil 6.8, 106 µm elek altı pişmiş atık ilavesine bağlı olarak nihai karışımın % Rh, % K.K., % P.K. ve % T.K. değerlerinin değişimi (920°C)

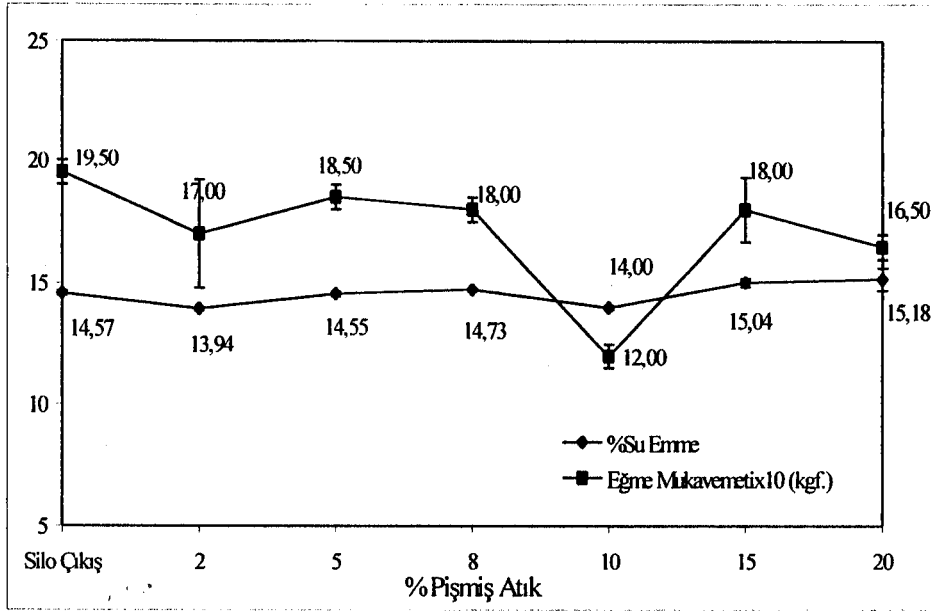
6.2. 300 μ m Elek Altı Pişmiş Atık İlavesi



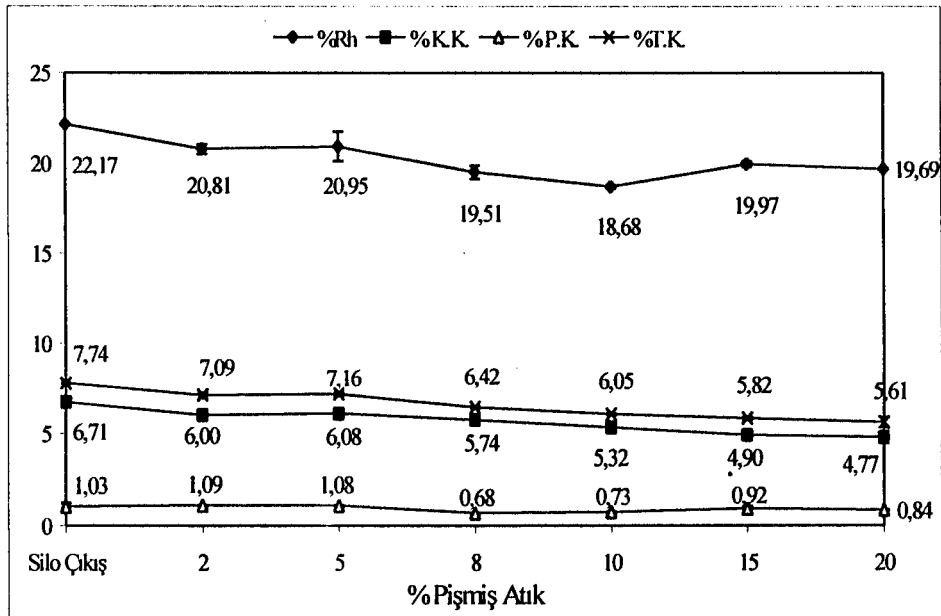
Şekil 6.9. 300 μ m elek altı pişmiş atık ilavesine bağlı olarak nihai karışımın su emme ve eğme mukavemeti değerlerinin değişimi (işletme pişirimi)



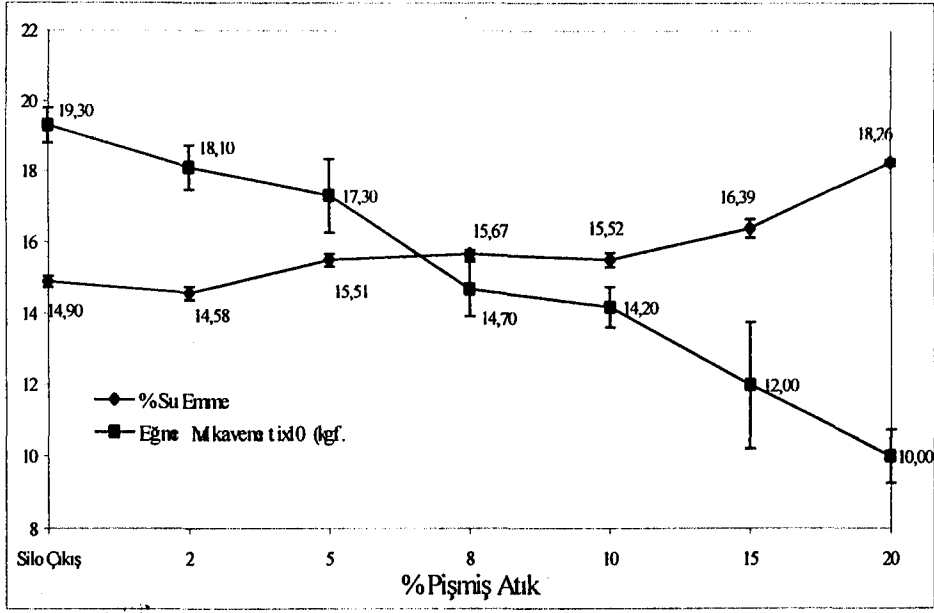
Şekil 6.10. 300 μ m elek altı pişmiş atık ilavesine bağlı olarak nihai karışımın % Rh, % K.K., % P.K. ve % T.K. değerlerinin değişimi (işletme pişirimi)



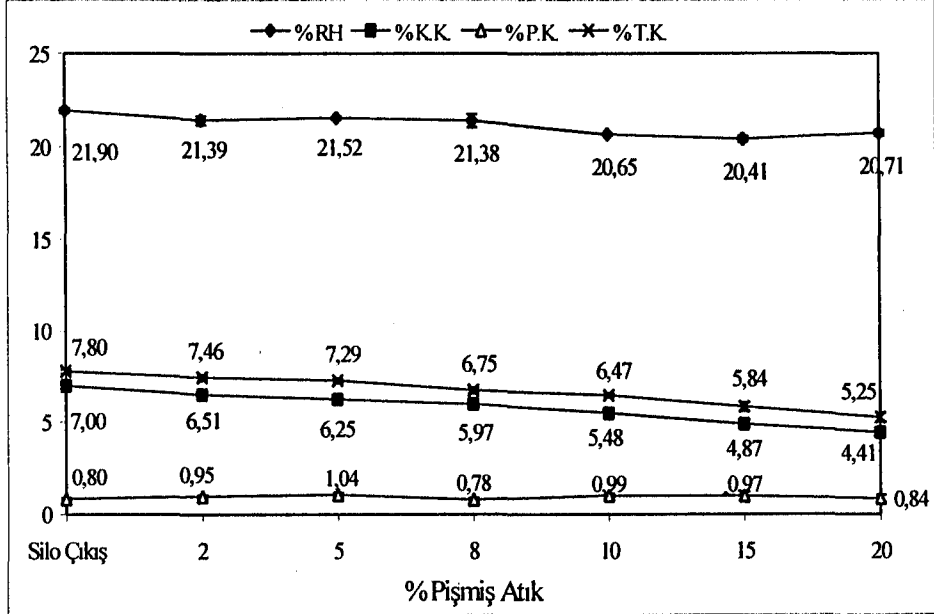
Şekil 6.11. 300 µm elek altı pısmış atık ilavesine bağılı olarak nihai karışımın su emme ve eğme mukavemeti değerlerinin deęişimi (850°C)



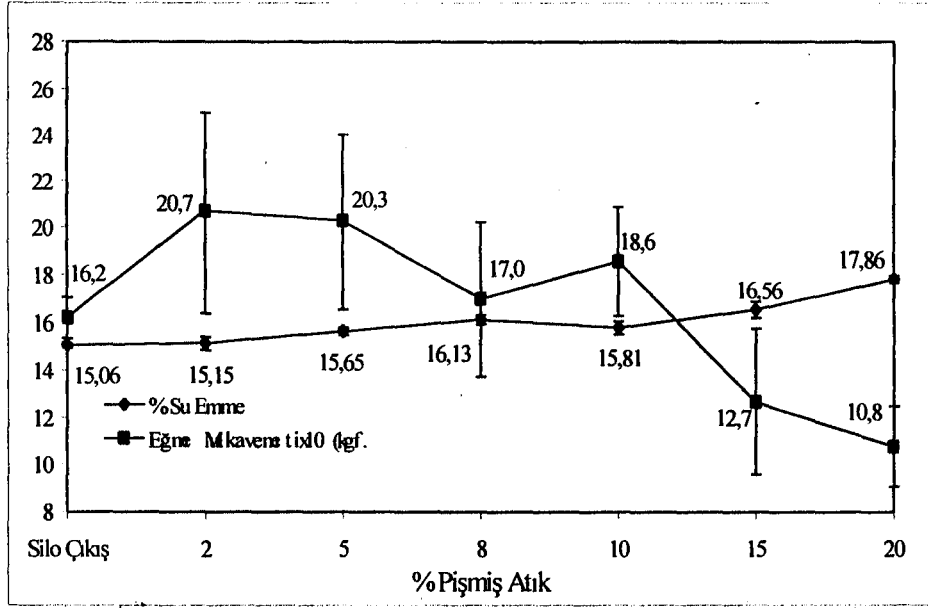
Şekil 6.12. 300 µm elek altı pısmış atık ilavesine bağılı olarak nihai karışımın % Rh, % K.K., % P.K. ve % T.K. deęerlerinin deęişimi (850°C)



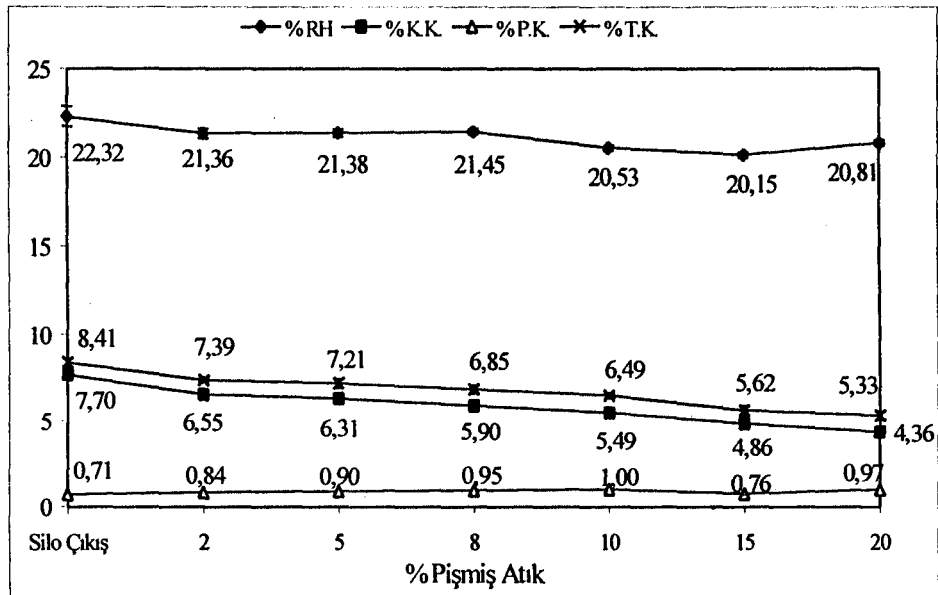
Şekil 6.13. 300 µm elek altı pişmiş atık ilavesine bağlı olarak nihai karışımın su emme ve eğme mukavemeti değerlerinin değişimi (880°C)



Şekil 6.14. 300 µm elek altı pişmiş atık ilavesine bağlı olarak nihai karışımın % Rh, % K.K., % P.K. ve % T.K. değerlerinin değişimi (880°C)

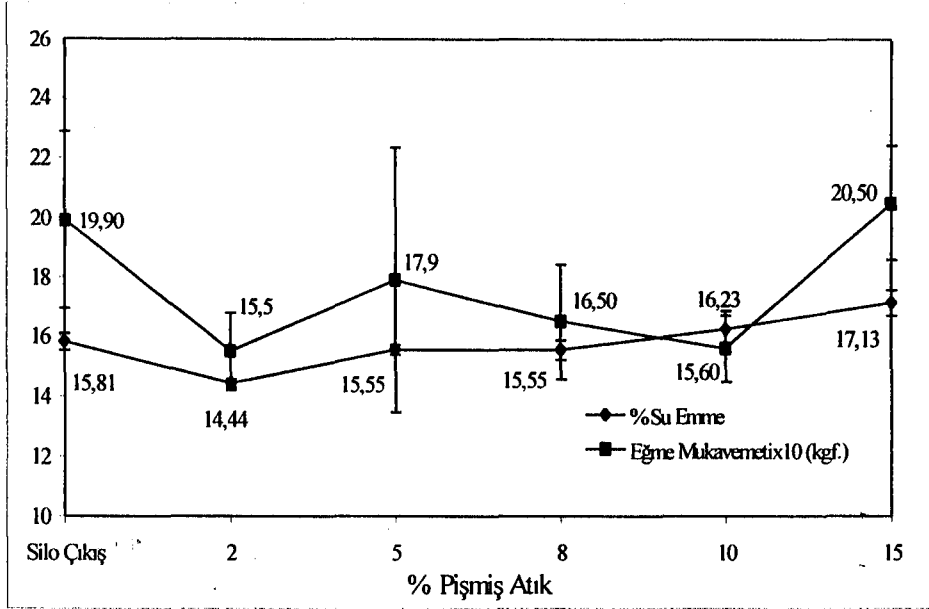


Şekil 6.15. 300 µm elek altı pişmiş atık ilavesine bağlı olarak nihai karışımın su emme ve eğme mukavemeti değerlerinin değişimi (920°C)

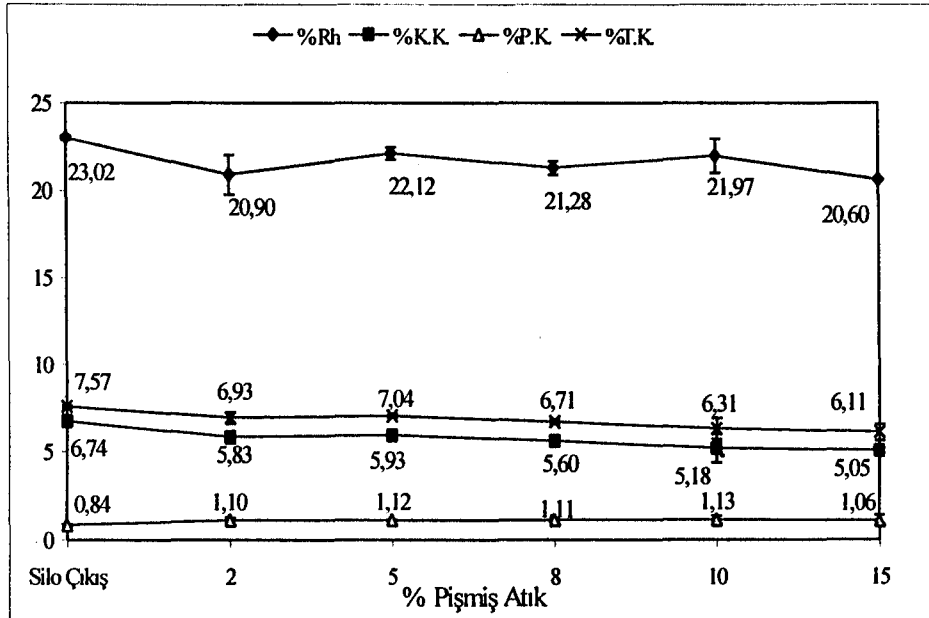


Şekil 6.16. 300 µm elek altı pişmiş atık ilavesine bağlı olarak nihai karışımın % Rh, % K.K., % P.K. ve % T.K. değerlerinin değişimi (920°C)

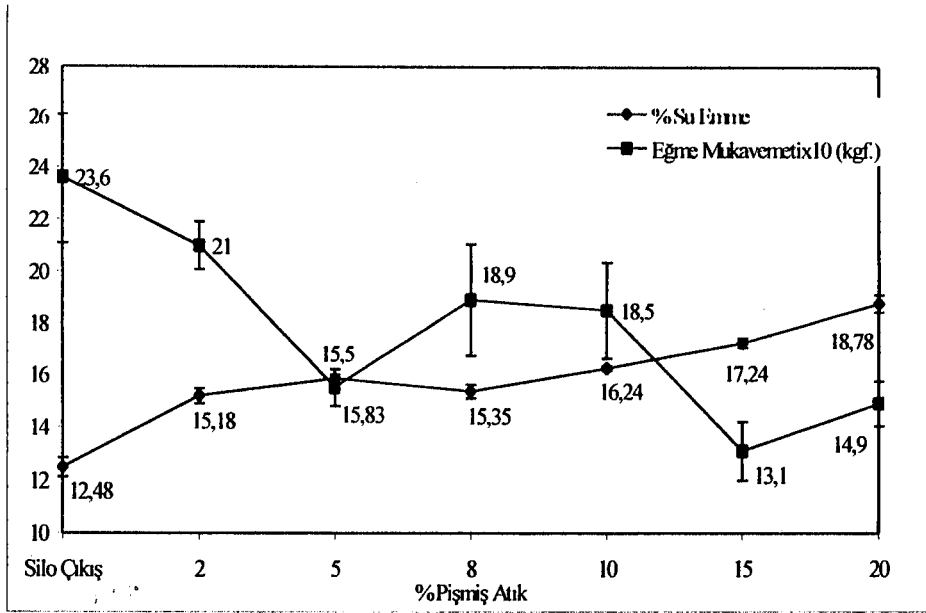
6.3. 500 µm Elek Altı Pişmiş Atık İlavesi



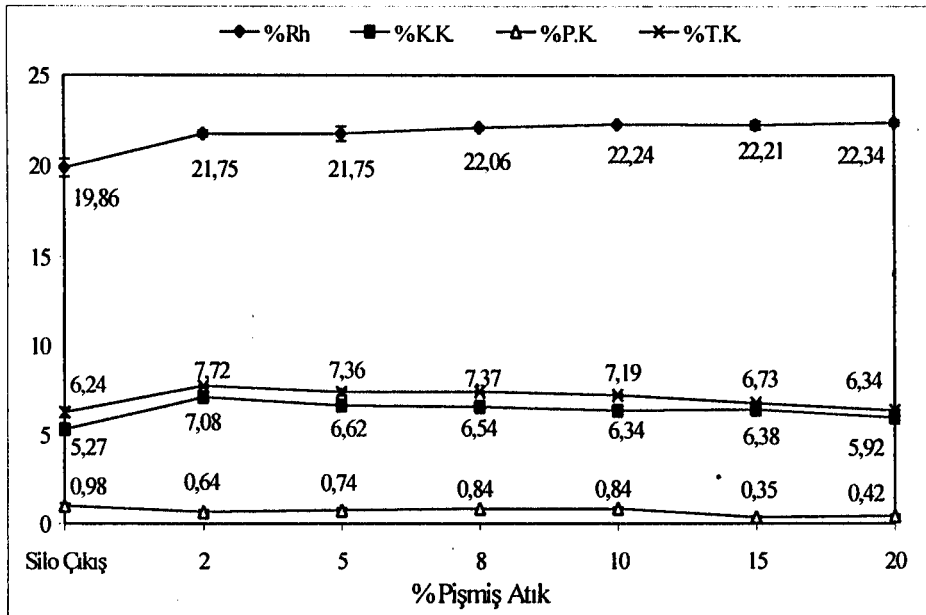
Şekil 6.17. 500 µm elek altı pişmiş atık ilavesine bağlı olarak nihai karışımın su emme ve eğme mukavemeti değerlerinin değişimi (işletme pişirimi)



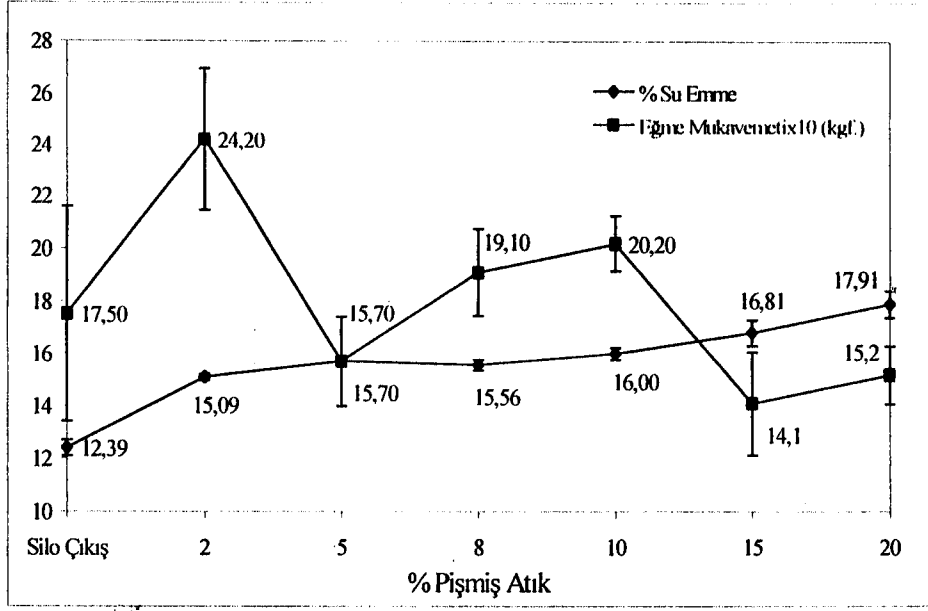
Şekil 6.18. 500 µm elek altı pişmiş atık ilavesine bağlı olarak nihai karışımın % Rh, % K.K., % P.K. ve % T.K. değerlerinin değişimi (işletme pişirimi)



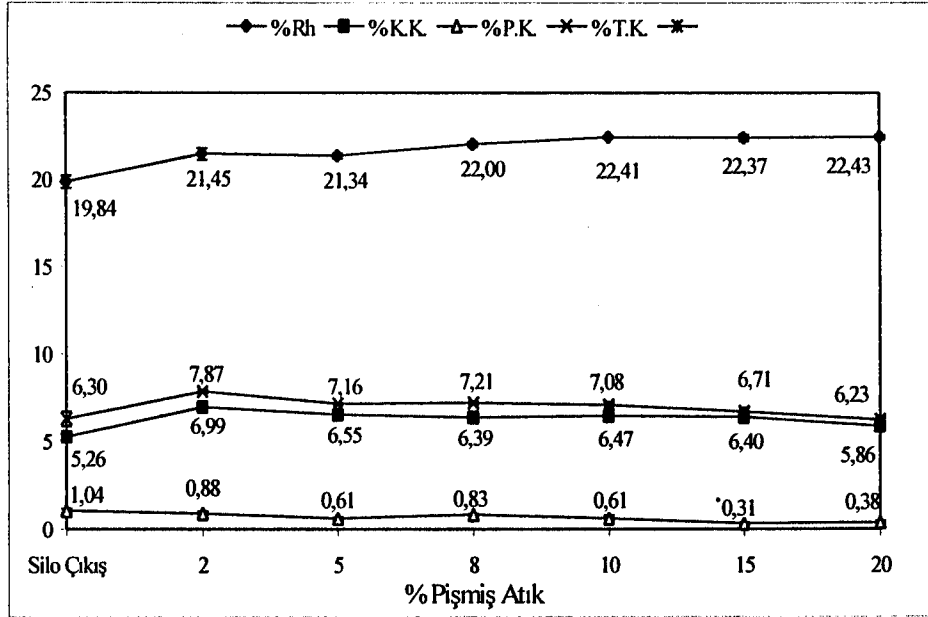
Şekil 6.19. 500 µm elek altı pişmiş atık ilavesine bağlı olarak nihai karışımın su emme ve eğme mukavemeti değerlerinin değişimi (850°C)



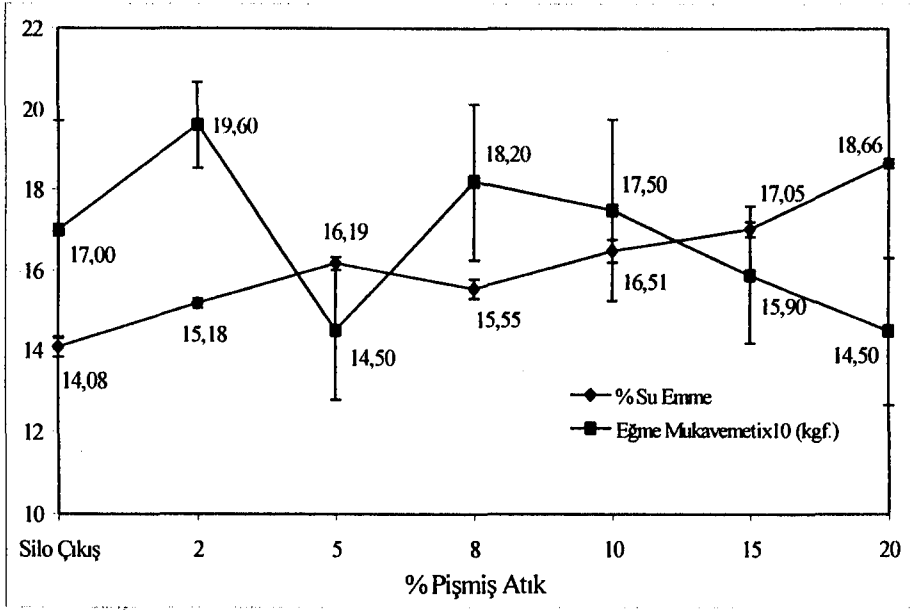
Şekil 6.20. 500 µm elek altı pişmiş atık ilavesine bağlı olarak nihai karışımın % rh, % K.K., % P.K. ve % T.K. değerlerinin değişimi (850°C)



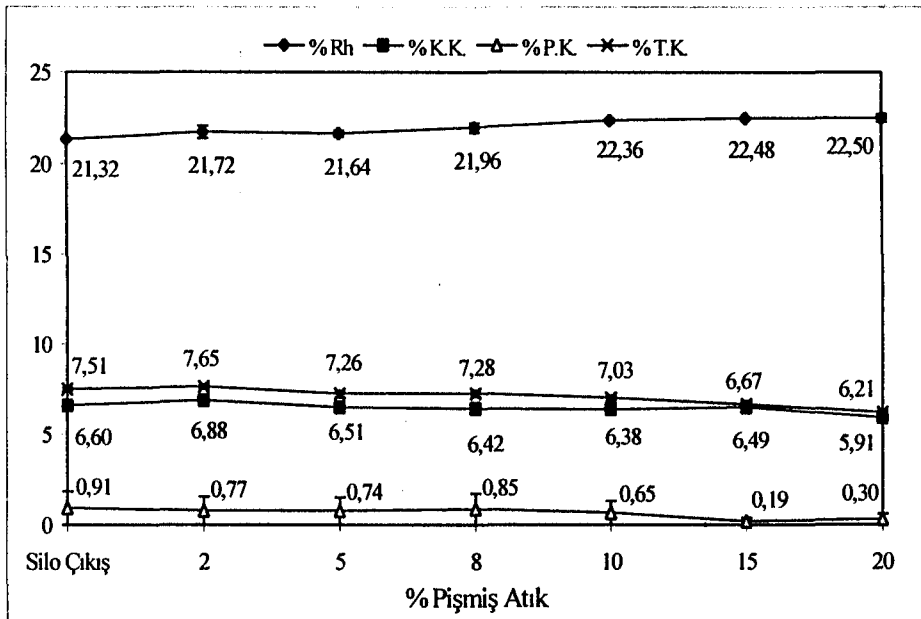
Şekil 6.21. 500 µm elek altı pişmiş atık ilavesine bağlı olarak nihai karışımın su emme ve eğme mukavemeti değerlerinin değişimi (880°C)



Şekil 6.22. 500 µm elek altı pişmiş atık ilavesine bağlı olarak nihai karışımın % Rh, % K.K., % P.K. ve % T.K. değerlerinin değişimi (880 °C)



Şekil 6.23. 500 µm elek altı pişmiş atık ilavesine bağlı olarak nihai karışımın su emme ve eğme mukavemeti değerlerinin değişimi (920°C)



Şekil 6.24. 500 µm elek altı pişmiş atık ilavesine bağlı olarak nihai karışımın % Rh, % K.K., % P.K. ve % T.K. değerlerinin değişimi (920 °C)

6.4. Tartışma

Yaş şekillendirme yöntemiyle şekillendirilmiş nihai karışım ve bu karışıma farklı oranlarda ilave edilen 106 µm elek altı pişmiş atığın işletme ve laboratuvar koşullarında (maksimum 850°C, 880°C ve 920°C) olmak üzere dört farklı rejim kullanılarak pişirilmesi sonucunda elde edilen ve ilgili çizelge ve tablolar ile gösterilen verilerden hareketle fiziksel özelliklerinde meydana gelen değişimler % artma (↑)/azalma (↓) olarak Çizelge 6.1’de özetlenmiştir.

Çizelge 6.1. Nihai karışıma ilave edilen 106 µm elek altı pişmiş atık miktarına bağlı olarak su emme ve eğme mukavemeti değerlerindeki % değişim

<i>Pişmiş atık miktarı (%)</i>	<i>Pişirim koşulları</i>	<i>Su emme (% artma/azalma)</i>	<i>Eğme Mukavemeti (% artma/azalma)</i>
2	İşletme pişirimi	2.9↑	5.7↓
	850°C	11.6↑	14.0↓
	880°C	10.0↑	8.0↑
	920°C	1.5↓	10.5↑
5	İşletme pişirimi	4.8↑	10.9↓
	850°C	15.4↑	15.7↓
	880°C	15.4↑	5.4↑
	920°C	21.5↑	10.5↑
8	İşletme pişirimi	7.5↑	14.5↓
	850°	19.1↑	23.3↓
	880°C	19.6↑	0.1↓
	920°	4.4↑	0.05↑
10	İşletme pişirimi	8.4↑	38.7↓
	850°	22.2↑	23.30↓
	880°C	20.1↑	1.5↓
	920°	6.6↑	5.9↓
15	İşletme pişirimi	12.2↑	29.7↑
	850°	25.9↑	25.4↑
	880°C	25.6↑	11.6↑
	920°	8.6↑	11.8↓
20	İşletme pişirimi	15.7↑	38.0↓
	850°	33.9↑	41.5↓
	880°C	32.7↑	14.7↓
	920°	13.4↑	23.5↓

Yaş şekillendirme yöntemiyle şekillendirilmiş nihai karışım ve bu karışıma artan oranlarda 300 µm elek altı pişmiş atık ilavesiyle pişirim rejimlerine göre kendi aralarında mukayese edildiklerinde fiziksel özelliklerinde meydana gelen değişimler ise % artma (↑)/azalma (↓) cinsinden Çizelge 6.2’de verilmiştir.

Çizelge 6.2. Nihai karışımına ilave edilen 300 µm elek altı pişmiş atık miktarına bağlı olarak su emme ve eğme mukavemeti değerlerindeki % değişim

<i>Pişmiş atık miktarı (%)</i>	<i>Pişirim koşulları</i>	<i>Su emme (% artma/azalma)</i>	<i>Eğme Mukavemet) (% artma/azalma)</i>
2	İşletme pişirimi	8.92↓	16.5↑
	850°C	4.32↓	12.8↓
	880°C	2.1↓	6.2↓
	920°C	0.01↑	21.74↑
5	İşletme pişirimi	5.8↓	1.5↑
	850°C	0	5.1↓
	880°C	3.9↑	10↓
	920°C	3.8↑	20.2↑
8	İşletme pişirimi	6.67↓	0.01↑
	850°	1.00↑	7.7↓
	880°C	4.9↑	23.8↓
	920°	6.6↑	7.06↑
10	İşletme pişirimi	4.2↓	16.7↓
	850°	3.9↓	3.8↓
	880°C	4.0↑	26.4
	920°	4.7↑	12.9↑
15	İşletme pişirimi	0.01↑	1.5↑
	850°	0.01↑	7.7↓
	880°C	9.1↑	37.8↓
	920°	9.1↑	21.6↓
20	İşletme pişirimi	4.0↑	0.01↑
	850°	4.0↑	15.4↓
	880°C	18.4↑	48.2↓
	920°	15.7↑	33.3↓

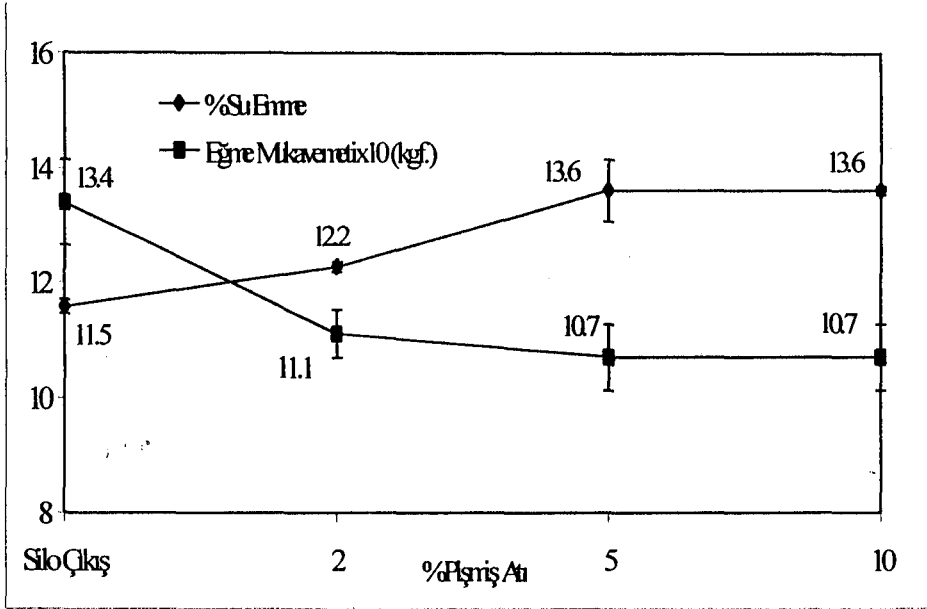
Yaş şekillendirme yöntemiyle şekillendirilmiş nihai karışım ve bu karışıma artan oranlarda 500 µm elek altı pişmiş atık ilavesiyle pişirim rejimlerine göre kendi aralarında mukayese edildiklerinde fiziksel özelliklerinde meydana gelen değişimler ise % artma (↑)/azalma (↓) cinsinden Çizelge 6.3'de toplanmıştır.

Çizelge 6.3. Nihai karışımına ilave edilen 500 µm elek altı pişmiş atık miktarına bağlı olarak su emme ve eğme mukavemeti değerlerindeki % değişim

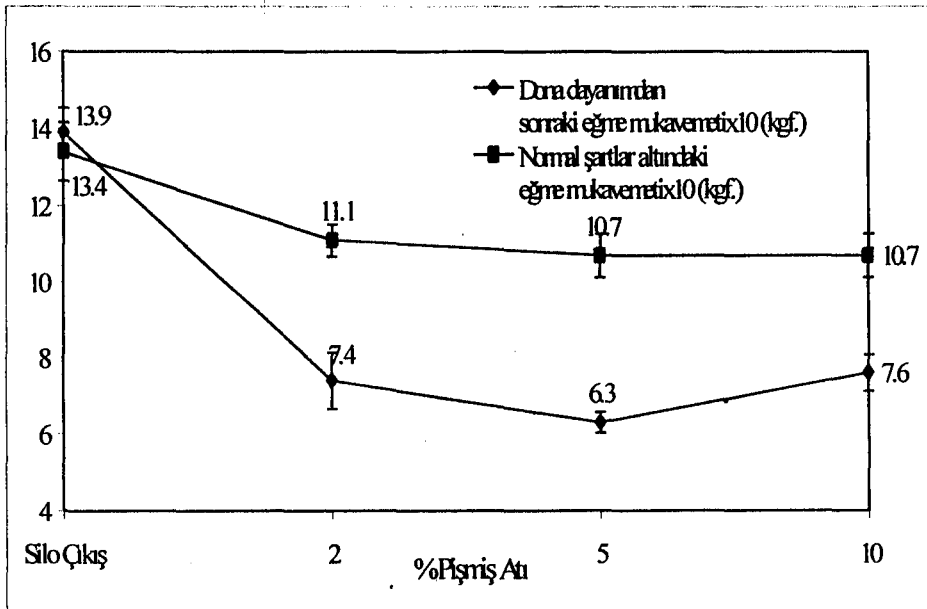
<i>Pişmiş atık miktarı (%)</i>	<i>Pişirim koşulları</i>	<i>Su emme (% artma/azalma)</i>	<i>Eğme Mukavemeti (% artma/azalma)</i>
2	İşletme pişirimi	8.7↓	22.1↓
	850°C	17.8↑	11.0↓
	880°C	17.9↑	27.7↑
	920°C	7.3↑	15.9↑
5	İşletme pişirimi	1.6↓	10.1↓
	850°C	21.2↑	34.3↓
	880°C	21.1↑	10.3↓
	920°C	13.0↑	20.6↓
8	İşletme pişirimi	1.6↓	17.1↓
	850°	18.7↑	19.9↓
	880°C	20.4↑	8.4↑
	920°	9.5↑	6.6↑
10	İşletme pişirimi	2.6↑	21.6↓
	850°	23.2↑	21.6↓
	880°C	22.6↑	13.4↑
	920°	14.7↑	2.9↑
15	İşletme pişirimi	7.7↑	2.9↑
	850°	27.6↑	44.5↓
	880°C	26.29↑	19.4↓
	920°	17.42↑	6.5↓
20	Fabrika Pişirimi	-	-
	850°	33.6↑	36.9↓
	880°C	30.8↑	13.1↓
	920°	24.5↑	14.7↓

7. KURU ŞEKİLLENDİRME SONUÇLARI VE TARTIŞMA

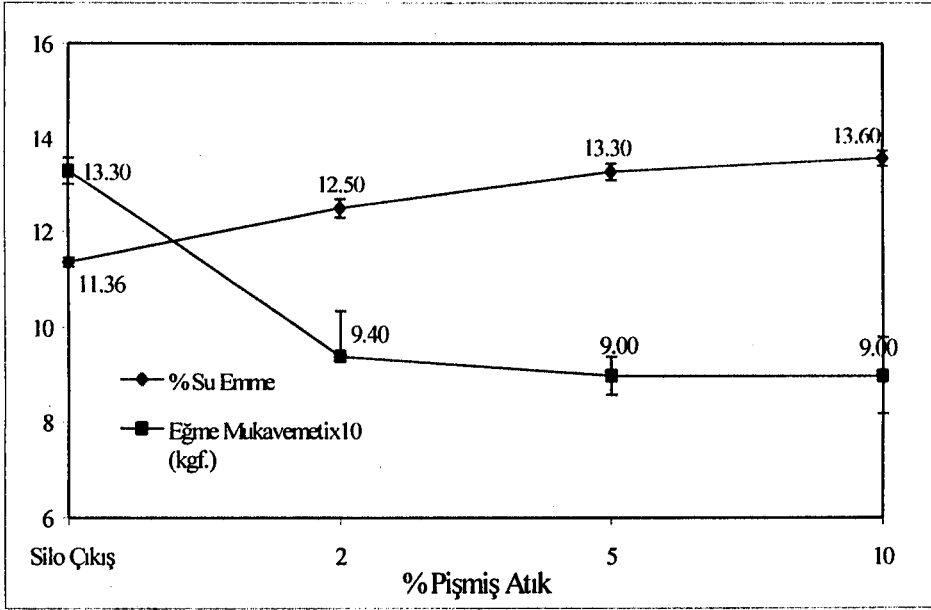
7.1. 106 µm Elek Altı Pişmiş Atık İlavesi



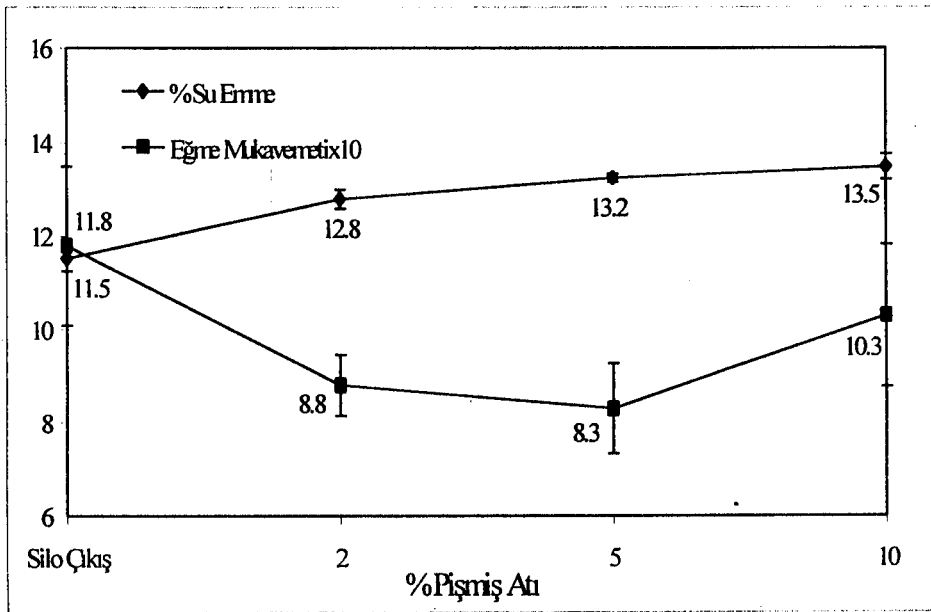
Şekil 7.1. 106 µm elek altı pişmiş atık ilavesine bağlı olarak nihai karışımın su emme ve eğme mukavemeti değerlerinin değişimi (işletme pişirimi)



Şekil 7.2. 106 µm elek altı pişmiş atık ilavesine bağlı nihai karışımın normal şartlar altındaki ve dona dayanım testinden sonraki eğme mukavemeti değerlerinin değişimi (işletme pişirimi)

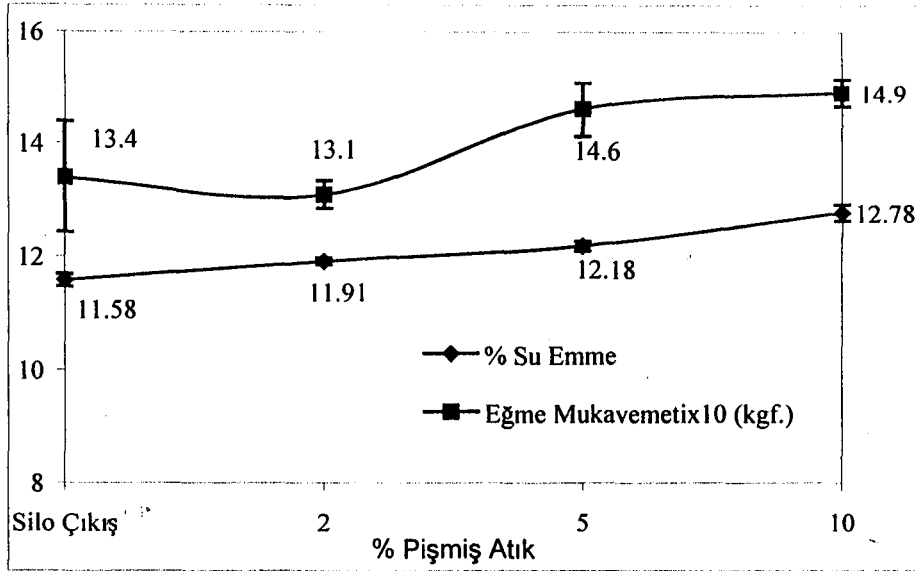


Şekil 7.3. 106 µm elek altı pişmiş atık ilavesine bağlı olarak nihai karışımın su emme ve eğme mukavemeti değerlerinin değişimi (850°C)

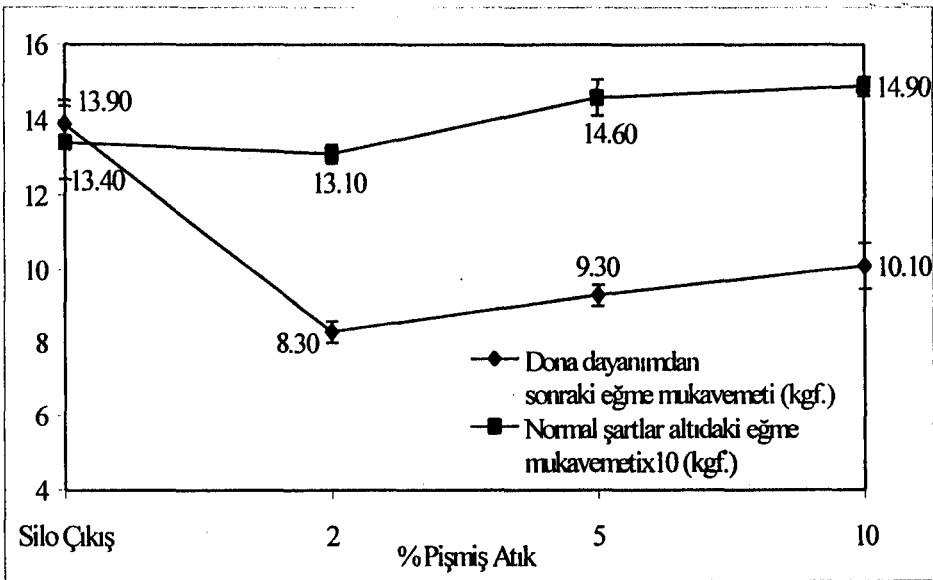


Şekil 7.4. 106 µm elek altı pişmiş atık ilavesine bağlı olarak nihai karışımın su emme ve eğme mukavemeti değerlerinin değişimi (920°C)

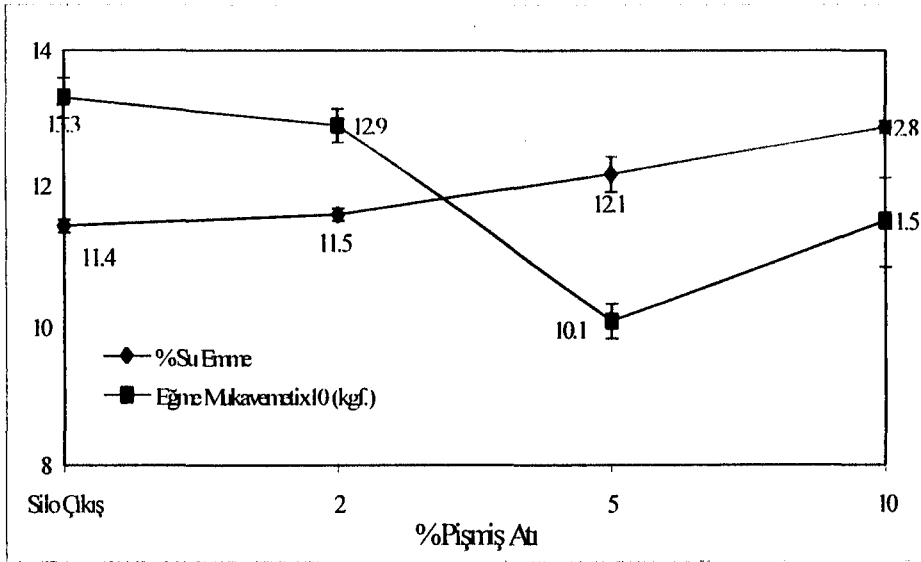
7.2. 300 μ m Elek Altı Pişmiş Atık İlavesi



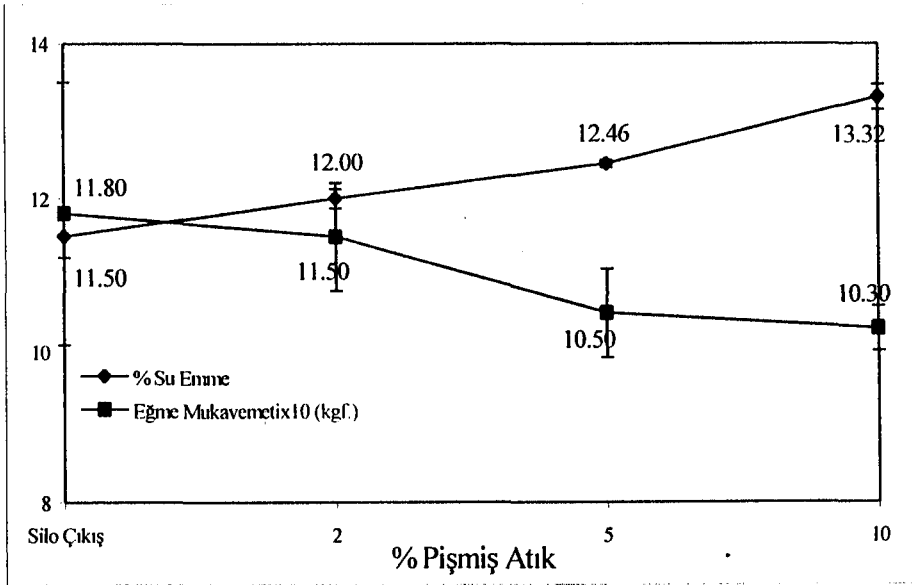
Şekil 7.5. 300 μ m elek altı pişmiş atık ilavesine bağlı olarak nihai karışımın su emme ve eğme mukavemeti değerlerinin değişimi (işletme pişirimi)



Şekil 7.6. 300 μ m elek altı pişmiş atık ilavesine bağlı olarak nihai karışımın normal şartlar altındaki ve dona dayanım testinden sonraki eğme mukavemeti değerlerinin değişimi (işletme pişirimi)

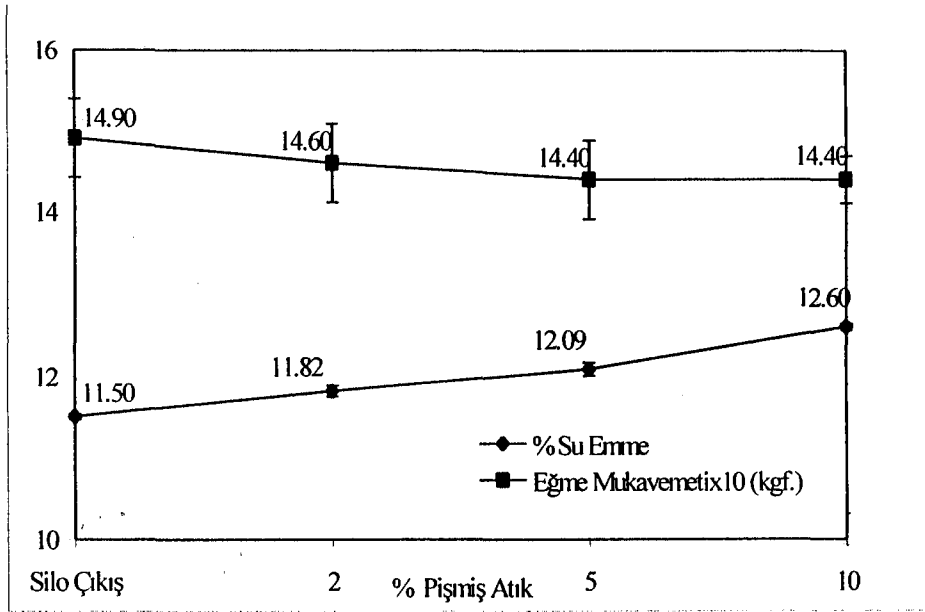


Şekil 7.7. 300 µm elek altı pişmiş atık ilavesine bağlı olarak nihai karışımın su emme ve eğme mukavemeti değerlerinin değişimi (850°C)

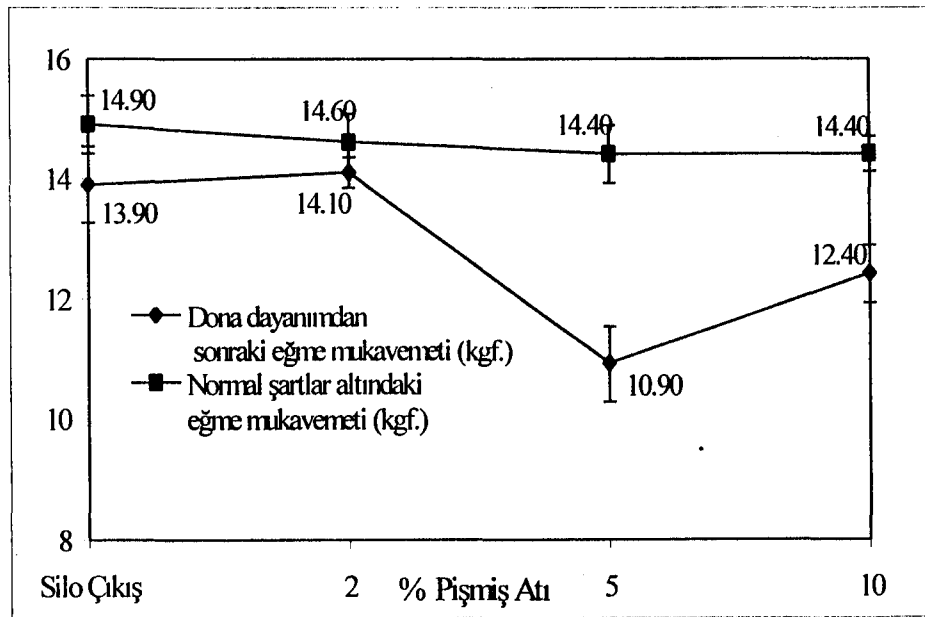


Şekil 7.8. 300 µm elek altı pişmiş atık ilavesine bağlı olarak nihai karışımın su emme ve eğme mukavemeti değerlerinin değişimi (920°C)

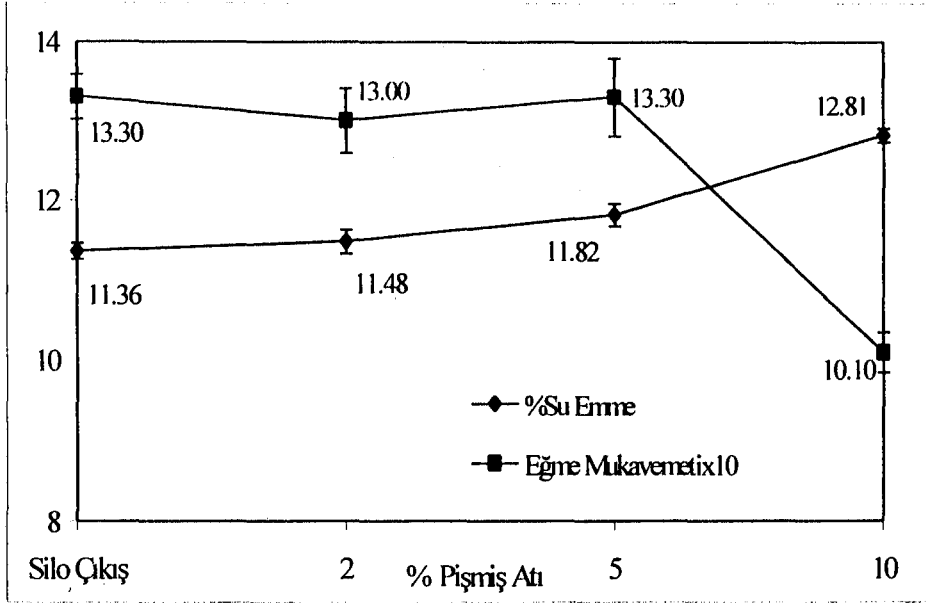
7.3. 500 µm Elek Altı Pişmiş Atık İlavesi



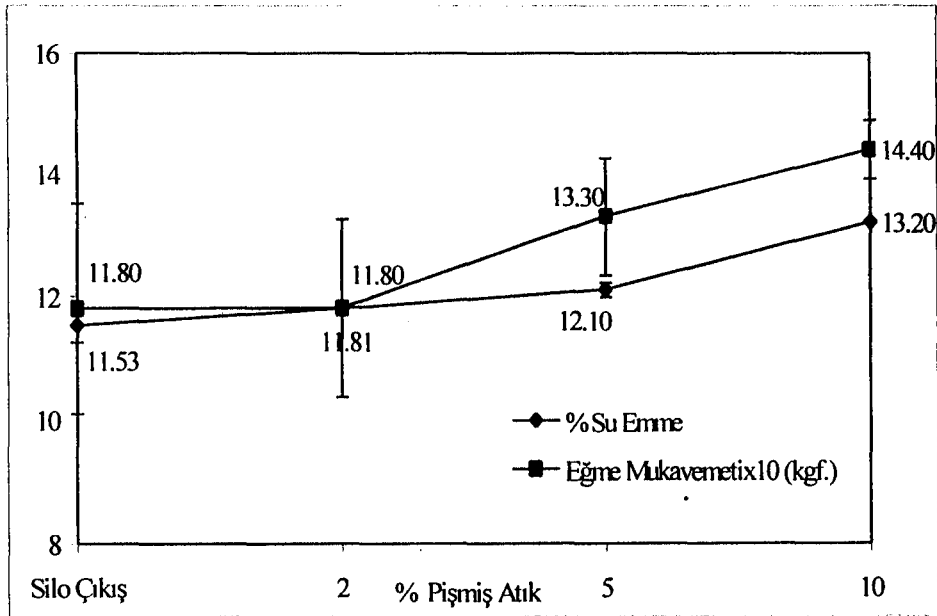
Şekil 7.9. 500µm elek altı pişmiş atık ilavesine bağlı olarak nihai karışımın su emme ve eğme mukavemeti değerlerinin değişimi (işletme pişirimi)



Şekil 7.10. 500 µm elek altı pişmiş atık ilavesine bağlı olarak nihai karışımın normal şartlar altındaki ve dona dayanım testinden sonraki eğme mukavemeti değerlerinin değişimi (işletme pişirimi)



Şekil 7.11. 500 µm elek altı pişmiş atık ilavesine bağlı olarak nihai karışımın su emme ve eğme mukavemeti değerlerinin değişimi (850°C)



Şekil 7.12. 500µm elek altı pişmiş atık ilavesine bağlı olarak nihai karışımın su emme ve eğme mukavemeti değerlerinin değişimi (920°C)

7.4. Tartışma

Kuru baskı yöntemiyle şekillendirilmiş nihai karışım ve bu karışıma farklı oranlarda ilave edilen 106 µm elek altı pişmiş atığın işletme ve laboratuvar koşullarında (maksimum 850°C ve 920°C) olmak üzere üç farklı rejim pişirilmesi sonucunda elde edilen ve ilgili çizelge ve tablolar ile gösterilen verilerden hareketle fiziksel özelliklerinde meydana gelen değişimler % artma (↑)/azalma (↓) olarak Çizelge 7.1’de toplanmıştır.

Çizelge 7.1. Nihai karışıma ilave edilen 106 µm elek altı pişmiş atık miktarına bağlı olarak su emme ve eğme mukavemeti değerlerindeki % değişim

<i>Pişmiş atık miktarı (%)</i>	<i>Pişirim koşulları</i>	<i>Su Emme (% artma/azalma)</i>	<i>Eğme Mukavemeti (% artma/azalma)</i>
2	İşletme pişirimi	5.6↑	17.2↓
	850°C	9.1↑	29.3↓
	920°C	9.9↑	25.4↓
5	İşletme pişirimi	14.9↑	20.2↓
	850°C	14.6↑	32.3↓
	920°C	13.1↑	29.7↓
10	İşletme pişirimi	14.9↑	20.2↓
	850°	16.5↑	32.3↓
	920°	14.6↑	12.7↓

Kuru baskı yöntemiyle şekillendirilmiş nihai karışım ve bu karışıma artan oranlarda 300 µm elek altı pişmiş atık ilavesiyle pişirim rejimlerine göre kendi aralarında mukayese edildiklerinde fiziksel özelliklerinde meydana gelen değişimler ise % artma (↑)/azalma (↓) cinsinden Çizelge 7.2’de mevcuttur.

Çizelge 7.2. Nihai karışımına ilave edilen 300 µm elek altı pişmiş atık miktarına bağlı olarak su emme ve eğme mukavemeti değerlerindeki % değişim

<i>Pişmiş atık miktarı (%)</i>	<i>Pişirim koşulları</i>	<i>Su Emme (% artma/azalma)</i>	<i>Eğme Mukavemeti (% artma/azalma)</i>
2	İşletme pişirimi	2.8↑	2.2↓
	850°C	2.0↑	3.0↓
	920°C	4.0↑	2.5↓
5	İşletme pişirimi	4.9↑	8.2↑
	850°C	6.7↑	24.1↓
	920°C	7.5↑	11.0↓
10	İşletme pişirimi	9.4↑	10.1↑
	850°	11.8↑	9.0↓
	920°	13.4↑	12.7↓

Kuru baskı yöntemiyle şekillendirilmiş nihai karışım ve bu karışıma artan oranlarda 500 µm elek altı pişmiş atık ilavesiyle pişirim rejimlerine göre kendi aralarında mukayese edildiklerinde fiziksel özelliklerinde meydana gelen değişimler ise % artma (↑)/azalma (↓) cinsinden Çizelge 7.3’de verilmektedir.

Çizelge 7.3. Nihai karışıma ilave edilen 500 µm elek altı pişmiş atık miktarına bağlı olarak su emme ve eğme mukavemeti değerlerindeki % değişim

<i>Pişmiş atık miktarı (%)</i>	<i>Pişirim koşulları</i>	<i>Su Emme (% artma/azalma)</i>	<i>Eğme Mukavemeti (% artma/azalma)</i>
2	İşletme pişirimi	2.7↑	2.0↓
	850°C	1.1↑	2.3↓
	920°C	2.4↑	0
5	İşletme pişirimi	4.9↑	3.4↓
	850°C	3.9↑	0
	920°C	4.5↑	11.3↑
10	İşletme pişirimi	8.7↑	3.4↓
	850°	11.3↑	24.1↓
	920°	12.3↑	18.1↑

İşletmede pişirimleri gerçekleştirilen kuru baskı yöntemiyle şekillendirilmiş ve farklı oranlarda pişmiş atık ilavesi yapılmış numuneler önce dona dayanım testine tabii tutulmuş, daha sonra ise eğme mukavemet değerleri ölçülmüştür. İlgili çizelge ve şekillerde verilen sonuçlardan da görülebileceği üzere eğme mukavemeti değerleri dona dayanım testinden sonra azalmıştır. Azalma oranları % cinsinden Çizelge 7.4'de verilmektedir.

Çizelge 7.4. Nihai karışıma ilave edilen 106 μm , 300 μm , 500 μm elek altı pişmiş atık miktarına bağlı olarak dona dayanım testi sonrası eğme mukavemetinin normal eğme mukavemeti ile karşılaştırılması

<i>Elek altı (μm)</i>	<i>Pişmiş atık miktarı (%)</i>	<i>Eğme Mukavemeti (% artma/azalma)</i>
90	Silo çıkış	3.6↑
	2	33.3↓
	5	41.1↓
	10	28.9↓
300	Silo çıkış	3.6↑
	2	36.6↓
	5	36.3↓
	10	32.2↓
500	Silo Çıkış	6.7↑
	2	3.2↓
	5	24.3↓
	10	13.8↓

8. GENEL SONUÇLAR

Elde edilen genel sonuçlar aşağıda üç bölüm altında verilmektedir:

8.1. Karakterizasyon çalışmaları

Kullanılan kil esaslı hammaddelerin karakterizasyon çalışmaları sonucu elde edilen sonuçlar değerlendirildiğinde bu hammaddeler arasında fiziksel, kimyasal ve mineralojik özellikleri açısından büyük farklılıkların olmadığı görülmüştür. Değişik harflerle kodlanmış olan ve belirli oranlarda karıştırılmaları sonucunda nihai “Akdeniz” tipi kiremit bünyesini oluşturan bu hammaddelerin lazer difraksiyon tekniği vasıtasıyla ölçülen ortalama tane boyut değerleri genelde 63 µm elek altı kısım için 10 µm civarında bulunmuştur. Yaş elek analiz sonuçları ise tane boyut dağılımları arasındaki benzerliği teyit etmiştir. SEM vasıtasıyla elde edilen görüntülerde tane boyut dağılımlarının yanı sıra, her ne kadar detaylı olmasa da, bu hammaddelerin içerdiği minerallerin tane şekli hakkında bilgi edinilmiştir.

EDX yardımıyla gerçekleştirilen kalitatif ve kantitatif analizler sonucunda hammaddelerin oksit içeriği olarak da benzer bir kompozisyonda olduğunu göstermiştir. Demir oksit (Fe_2O_3) içerikleri % 12.97 ile % 14.90 değerleri arasında bulunup, bu miktarlar pişirim işlemi sonrasında kiremide istenen kırmızı rengi vermektedir. % kireç içerikleri mukayese edildiğinde ise hammaddelerin “az kireçli” killer sınıfına girdiği saptanmıştır.

Her bir hammaddenin XRD tekniği ile yapılan faz analizleri ise oldukça fazla sayıda minerallerin içeren, ancak benzer karakterde hammaddeler olduğunu işaret etmektedir. Nihai mikroyapının SEM ile incelenmesi sonucunda maksimum pişirim sıcaklığına bağlı olarak oluşan yeni kristal esaslı fazların mevcudiyeti ortaya konmuştur. Ayrıca, bu fazlar XRD ile de saptanmıştır.

8.2. Yaş şekillendirme çalışmaları

Nihai karışıma artan oranlarda yapılan pişmiş atık ilavesine bağlı olarak fiziksel özelliklerin değişimi ilgili çizelge ve grafiklerden incelendiğinde; işletmede ve laboratuvar koşullarında üç farklı maksimum sıcaklıkta (850°C, 880°C, 920°C) gerçekleştirilen pişirimler sonrasında aşağıdaki sonuçlar tespit edilmiştir:

106 µm pişmiş atık ilavesi yapılmış temsili numunelerin dört farklı pişirim rejimi sonucu elde edilen değerler incelendiğinde; artan atık miktarlarına bağlı olarak nihai karışımın % su emme değerlerinde en az artışa ve eğme mukavemeti değerlerinde en az düşüğe sebep olan pişirim rejiminin maksimum sıcaklığın 920°C olduğu laboratuvar rejimi olduğu saptanmıştır.

300 µm pişmiş atık ilavesi yapılmış temsili numunelerin dört farklı pişirim rejimi sonucu elde edilen değerlere bakıldığında; artan atık miktarlarına bağlı olarak nihai karışımın % su emme değerlerinde en az artışa ve eğme mukavemeti değerlerinde en az düşüğe neden olan pişirim rejiminin işletme rejimi olduğu görülmüştür.

500 µm pişmiş atık ilavesi yapılmış temsili numunelerin dört farklı pişirim rejimi sonucu elde edilen değerler incelendiğinde; artan atık miktarlarına bağlı olarak nihai karışımın % su emme değerlerinde en az artışa ve eğme mukavemeti değerlerinde en az düşüğe sebep olan pişirim rejiminin ise yine işletme rejimi olduğu bulunmuştur.

İşletme pişirimi haricinde laboratuvar da gerçekleştirilen pişirimlerde maksimum pişirim sıcaklığındaki artışa bağlı olarak pişmiş atık ilavesindeki artış nihai karışımın % su emme değerlerini daha düşük oranda arttırmaktadır.

Aynı oranlarda 106 μm pişmiş atık ilavesinin farklı sıcaklıklardaki denemelerine bakıldığında ise su emme değerleri maksimum sıcaklık arttıkça düşmüş, eğme mukavemeti değerlerinde ise gözle görülebilir bir artış olmamıştır.

Aynı oranlarda 300 μm pişmiş atık ilavesinin farklı sıcaklıklardaki denemelerine bakıldığında su emme değeri maksimum sıcaklık arttıkça artmış, eğme mukavemeti değerleri ise buna paralel olarak azalmıştır.

Aynı oranlarda 500 μm pişmiş atık ilavesinin farklı sıcaklıklardaki denemelerine bakıldığında su emme değerlerinde kayda değer bir değişimin olmadığı gözlenmiştir.

Nihai karışımın işletmede pişirilmesiyle elde edilen su emme ve mukavemet değerlerine daha düşük tane boyut dağılımına sahip pişmiş atık ilavesi içeren numunelerin yüksek sıcaklıklarda pişirilmesiyle yaklaşılabılır.

8.3. Kuru baskı çalışmaları

Nihai karışım işletme ve laboratuvar koşullarında olmak üzere dört farklı pişirim rejimine tabii tutulmuş olup, her bir farklı boyut dağılımı ve pişirim rejimi için artan oranlardaki pişmiş atık ilavesi su emme değerlerini arttırmış, bu artışa paralel olarak da eğme mukavemeti değerleri azalmıştır.

106 μm elek altı pişmiş atık ilavelerinin yapıldığı temsili numunelerin laboratuvarında gerçekleştirilen pişirimleri sonucunda artan oranlardaki pişmiş atık ilavesinin nihai karışımın % su emme değerini fazla arttırmadığı, ancak beklenenin aksine eğme mukavemeti değerlerinde belirgin bir azalmaya sebebiyet verdiği görülmüştür.

300 μm elek altı pişmiş atık ilavesi yapılmış temsili numunelerin farklı rejimlerinde pişirilmesi sonucunda elde edilen sonuçlar incelendiğinde ilave miktarındaki artışa bağlı olarak nihai karışımın % su emme değerlerinin en az düzeyde arttığı rejim işletmede gerçekleştirilen pişirim rejimi olmuştur.

500 μm elek altı pişmiş atık ilavesi yapılmış temsili numunelerin farklı rejimlerinde pişirilmesi sonucunda elde edilen sonuçlar incelendiğinde ilave miktarındaki artışa bağlı olarak nihai karışımın % su emme değerlerinin en az düzeyde arttığı rejimin ise yine işletmede gerçekleştirilen pişirim rejimi olduğu görülmüştür.

İşletme pişirimi haricindeki laboratuvar koşullarında gerçekleştirilen pişirimlerde maksimum pişirim sıcaklığının artışı paralelinde pişmiş atık miktarındaki artışın nihai karışımın % su emme değerini daha düşük seviyede arttırdığı gözlemlenmiştir.

Aynı pişmiş atık ilavesi oranlarında 106 μm pişmiş atık ilavesinin farklı sıcaklıklardaki pişirimlerinden elde edilen sonuçlar ise % su emme değerlerinin fazla bir değişiklik göstermezken, eğme mukavemeti değerlerinde ise gözle görülebilir bir düşüşün varlığı saptanmıştır.

Aynı pişmiş atık ilavesi oranlarında 300 μm pişmiş atık ilavesinin farklı sıcaklıklardaki pişirimlerinden sağlanan sonuçlar değerlendirildiğinde ise % su emme değerlerinin maksimum pişirim sıcaklığındaki artışa bağlı olarak yükseldiği bulunmuştur. Diğer yandan, eğme mukavemeti değerlerinde dikkat çekici bir değişime rastlanmamıştır.

Aynı pişmiş atık ilavesi oranlarında 500 μm pişmiş atık ilavesinin farklı sıcaklıklardaki pişirim sonuçlarından da varılan sonuç % su emme değerlerinin 920°C'de daha fazla artışa neden olduğudur.

Kuru baskı yöntemiyle şekillendirilen ve pişirimleri işletme koşullarında gerçekleştirilen temsili numunelerin dona dayanım testinden sonraki eğme mukavemeti değerleri artan pişmiş atık oranlarına bağlı olarak önemli oranlarda düşüş göstermiştir.

9. ÖNERİLER

Bu çalışmada elde edilen sonuçların iyileştirilmesi ve ayrıca gelecekteki benzeri çalışmalara yön vermesi açısından önemli görülen öneriler aşağıda maddeler halinde verilmektedir:

Hammadde karakterizasyon çalışmaları daha detaylı bir biçimde incelenebilir. Örneğin; SEM yardımıyla pişmiş atık ilavesiz ve ilaveli nihai ürünün mikroyapısal ve kimyasal özelliklerinin araştırılması gibi.

Her iki şekillendirme tekniği için olmak üzere artan pişmiş atık miktarına bağlı olarak elde edilen nihai ürünün pişirim davranışı dilatometre tekniği ile daha detaylı bir şekilde gerçekleştirilebilir. Elde edilen sonuçlar daha sağlıklı bir pişirim rejiminin tasarlanması açısından faydalı olacaktır.

Hammadde hazırlama kademesi daha sağlıklı bir biçimde yapılabilir. Örneğin; pişmiş atık ilavesi yapılmış karışımların uygun bir karıştırıcı kullanılarak gerçekleştirilmesi ve bu sayede elle karıştırmaya kıyasla daha homojen bir karışımın temin edilmesi gibi. Ayrıca her zaman aynı nem içeriğine sahip karışımlar hazırlanabilir.

Kuru baskı yönteminde farklı basınç değerlerinde çalışarak nihai özelliklere olan etkisi incelenebilir.

Kuru baskı yönteminde nihai karışımın pişmiş atık ilavesiyle azalan preslenebilme kabiliyeti uygun organik esaslı bağlayıcılar kullanarak arttırılabilir.

Kuru baskı yönteminde kullanılan kalıp, uygulanan basıncı homojen bir biçimde iletilebilmesine olanak verecek şekilde dizayn edilmelidir.

Eğme mukavemet değerlerinin daha temsili bir biçimde ölçülebilmesi için daha uygun bir mukavemet cihazı kullanılmasıyla daha uygun toleranslara sahip numuneler hazırlanabilir. Bu şekilde mukavemet değerlerinde görülen yüksek sapmalar engellenebilir.

10. KAYNAKLAR

1. NORTON, F.H., Elements of Ceramics, California, 1974, s.24-25.
2. P. RADO, An Introduction to the Technology of Pottery, 2nd Ed., Pergamon Press, Oxford, 1988.
3. W.E. WORRALL, Ceramic Raw Materials, 2nd Ed., Pergamon Press, Oxford, 1982.
4. Annual for the Brick and Tile, Structural Ceramics and Clay Pipe Industries, Ed. by Christina Kokot, Bauverlag Gmbh, 2000.
5. Brick and Tile Making, Procedures and Operating Practice in the Heavy Clay Industries, Ed. by Willi Bender and Frank Handle, Bauverlag Gmbh, 1982.
6. RALF KONIG, Drying Ceramics, Novokeram, 1st Ed., Krumbach, 1998.
7. H. SCHMIDT, ESSEN., Chemical and Physical Reactions in Heavy Clay Bodies during Firing, Ziegelindustrie International, 7/81, s. 387.
8. M. DONDI, G. GUARINI, M. RAIMONDO., Trends in the Formation of Crystalline and Amorphous Phases during the Firing of Clay Bricks, Tile and Brick International, V. 15, No: 3, 1999.