

## Seramik sanayii hızlı pişirim fırınlarda kullanılan rulo malzemesi müllitin üretimi ve mekanik özelliklerinin belirlenmesi

**Serdar YORULMAZ**

*Anadolu Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü  
Seramik Mühendisliği Ana Bilim Dalı,  
Eskişehir-TÜRKİYE*

**Ziya Engin ERKMEN**

*İstanbul Üniversitesi, Metalurji Mühendisliği Bölümü,  
Avcılar, İstanbul-TÜRKİYE*

**Ferhat KARA**

*Anadolu Üniversitesi, Seramik Mühendisliği Bölümü,  
Eskişehir-TÜRKİYE*

Geliş Tarihi 10.09.1998

### Özet

Bu çalışmada,  $\alpha$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$  ve kaolin kullanılarak, müllit ( $3\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$ ) matris elde edilmiş ve bu malzemenin seramik hızlı pişirim fırınlarının bir yapı elemanı olan döner rulo malzemesi yerine kullanılabilme potansiyeli araştırılmıştır. Hammaddeler, öğütme, boyutlandırma, kurutma, karıştırma ve presleme kademelerinden sonra değişik sıcaklıklar ve pişme sürelerinde sinterlenerek, bu parametrelerin % görünür porotize ve bulk yoğunluğa olan etkileri ölçülmüştür. Optimum porozite değerine sahip,  $1550^\circ\text{C}$  ve 5 saat sinterlenmiş numunelerin termal genleşme katsayıları, eğilme mukavemetleri ölçülmüş, kırık yüzeylerin mikroyapıları incelenmiş ve ticari bir numunenin referans değerleriyle karşılaştırılmıştır. Bu değerlendirme sonucunda üretilen müllit esaslı malzemenin, ithal rulodan daha üstün mekanik davranış gösterdiği bulunmuştur.

**Anahtar Sözcükler:** Müllit, Rulo,  $\alpha$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{SiO}_2$ , Rulolu Fırınlr.

## The production of mullite used in fast fire kilns as a roller material and testing of its mechanical properties

### Abstract

A mullite matrix ceramic was developed for use as the roller material in fast fire kilns. Samples of the mullite ceramic were produced from mixtures of domestic  $\alpha$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$  and kaolin clay through conventional methods of ceramic manufacture consisting of wet ball milling, spray drying, pressing, and firing stages. The effect of firing schedule on the apparent porosity and bulk density was determined by property measurements. Samples sintered at  $1550^\circ\text{C}$  for 5 hours and having an optimum porosity were subjected to mechanical and thermal tests in order to determine their bending strength and thermal expansion coefficient. In addition, the structural features were studied by examination of the fracture surfaces of the ceramic samples under a Scanning Electron Microscope (SEM). The results led to the conclusion that the mullite matrix material developed in the present study exhibited favorable mechanical characteristics when compared to those of an imported kiln roller.

**Key Words:** Mullite, Roller,  $\alpha$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{SiO}_2$ , Roller Kilns.

## Giriş

Seramik sektörü son yıllarda dünyada ve ülkemizde hızlı bir şekilde gelişmektedir. Günümüzde seramik ürünler, rulolu fırınlar kullanılarak üretilmektedir. Rulolu fırınlarda ana unsur seramik rulolardır. Bu ruloların görevi, üzerinde pişirilecek ürünü taşımaktır. Rulo bu görevi yerine getirirken termal mekanik ve kimyasal etkilerden dolayı kırılmakta ve yenilenmesi gerekmektedir. Bu durum ise sürekli bir üretimi zorunlu kılmaktadır.

Rulolar genellikle müllit ( $3Al_2O_3 \cdot 2SiO_2$ ) yada müllit+alümina ( $-Al_2O_3$ ) matriksten üretilirler. Müllitin yüksek sıcaklıklardaki sürünme dayanımının çok mükemmel olması ve alüminanın da mekanik mukavemetinin iyi olması, rulo malzemesi olarak kullanılabilirliklerini arttırmaktadır. [Okada, K., 1994]

Bir rulunun, 1100-1200°C gibi yüksek sıcaklıklardaki termal şok dayanımının çok iyi olması gerekir. Bu büyük ölçüde poroziteye bağlıdır.

Rulolu fırınlarda diğer tüm fırınlardan farklı olarak hiçbir fırın istif malzemesine gerek duyulmaz. Bu tip tek tabakalı fırınlarda pişecek üründe ısı transferi fevkalade bir şekilde gerçekleşir, dolayısıyla pişirimi hızlandıran bir unsurdur. Rulolu fırının diğer sürekli fırınlardan farkı, fırın arabası veya diğer araçlar yerine sadece karonun hareket etmesidir. Bu özellik, çok iyi homojen sıcaklık dağılımı ve hızlı pişirmede uygulanabilirlik sağlar. Bu üç basit teknik karakteristik, rulolu fırının, düşük enerji sarfiyatı, yüksek esneklik, fırın otomasyonunun sağlanmasında, iyi sonuçlar verir.

Günümüzde, maksimum boyu yaklaşık 3300 mm, çapı 40-42 mm olan rulolar kullanılmaktadır. Ancak farklı boyutlarda karo üretimi yapabilmek için, boyları ve çapları en küçük 2314 ve 25 mm, en büyük 3250 ve 55 mm sınırları arasında değişen oksitli seramik rulolar da uygulama alanı bulmaktadır. [Bettges, H., 1990]

Rulo malzemesinin seçimi, pişirme eğrisi, maksimum sıcaklık, fırın şekli, baca gazı bileşimi ve ürün ağırlığı gibi kriterlere bağlı olmaktadır. [Kugler, H., 1989] Hammadde dikkatli seçilmeli, uygun refrakterliğe sahip kil ve kaolinler yüksek miktarda bulunmalıdır. Refrakterliği azalttığından dolayı  $Na_2O$ ,  $Fe_2O_3$  gibi bileşenler harmanda minimum ölçüde istenmektedir. Üretim sırasında, yüksek termal şok dayanımı istendiğinden, gözenekli malzemeler tercih edilir. Kalsine edilmiş diğer killer veya ergimiş korundum, istenen poroziteyi sağlamak için kul-

lanılabilir. [Bettges, H., 1990]

Seramik ruloların kırılmaları genellikle üç yoldan gerçekleşir: Termal, mekanik ve kimyasal. Genellikle ruloların refrakterliğinin atması, mukavemet artışına da yol açar, buna karşılık termal şok direncinde bir düşme gözlenir. Ruloların yerleştirilmesi ve çıkarılması esnasında oluşan ani sıcaklık değişimleri, çok yüksek pişirme sıcaklıkları, termal şoklara ve rulo içindeki camı yapının artmasına neden olarak, çatlamalara ve deformasyona yol açar. Yüksek sıcaklıklar, oldukça ağır yükler ve/veya alkali etkiler, ruloların daha erken kırılmalarının nedenleridir. Yüksek sıcaklıkta, bir malzemenin belli bir süre yük altında bulunması kademeli olarak deformasyona yol açar. Buna sürünme denir ve ruloların kırılmasıyla sonuçlanır. Değişik sıcaklık ve yüklerde, sürünme hızının değişmesine bağlı olarak ruloların kullanım ömrü değişir. Ayrıca refrakter rulolar ile ürünler ve üzerindeki buharın kimyasal reaksiyonu, ruloların bozunup bir işe yaramaz hale gelmelerine yol açmaktadır. [Novaref, S., 1995]

Günümüz teknolojisinde ruloların özellikleri kısaca, cam bileşikleri içermeyen yüksek refrakterlik özellikler taşıyan matriks, çok düşük porozite ve geçirgenlik, son olarak yüksek sıcaklıkta, ruloların rahatlıkla çıkarılması, takılmasına izin veren termal şok performansı olarak sıralanabilir.

Rulo üretimi sırasında, klasik yöntemlerle hazırlanan rulo çamuru, düşey ekstrüzyon makinelerinde şekillendirildikten sonra oda tipi fırınlarda kurutulur ve pişirilir. Herbirisi 15 ve 33 m<sup>3</sup>'lük iki tip kapaklı fırınlara düşey olarak yerleştirilen bu rulolar, kalitelerine bağlı olarak 1650°C'ye kadar çıkabilen sıcaklıklarda pişirilebilirler. [Novaref, S., 1995]

Bu çalışmada ülkemiz seramik endüstrisinin gereksinimi olan ruloların bileşimine yakın bileşimde ve benzer teknik özelliklere sahip malzeme üretilmek istenmiştir. Bu amaçla temin edilen hammaddeler öğütme, presleme, sinterleme, karakterizasyon ve mekanik test aşamalarından geçirilmiştir. Rulunun kendisinin şu an için üretimi mümkün olmadığından, numunelerde ölçülen porozite miktarlarının üretim sonrasında da aynı olacağı kabul edilmiştir. Bir başka deyimle ekstrüzyon ve tek eksenli preslemenin benzer koşullarda gerçekleştirilebileceği kabulü yapılmıştır.

**Deneysel Çalışmalar**

edilmiş olup kaolinin teknik verileri Tablo. 1'de verilmiştir.

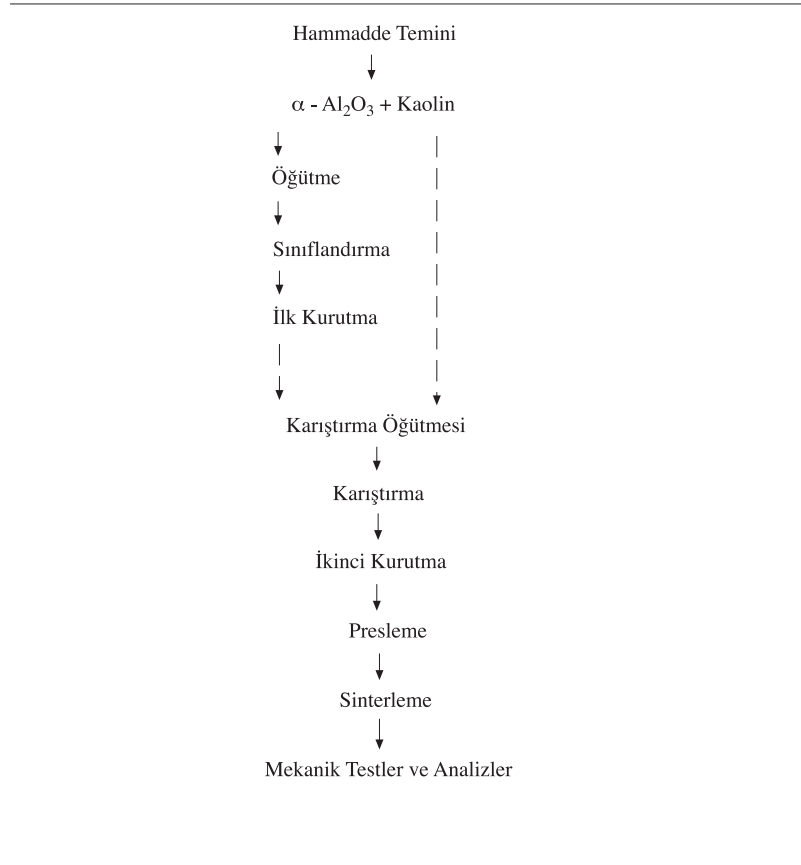
**Hammadde İşlemleri**

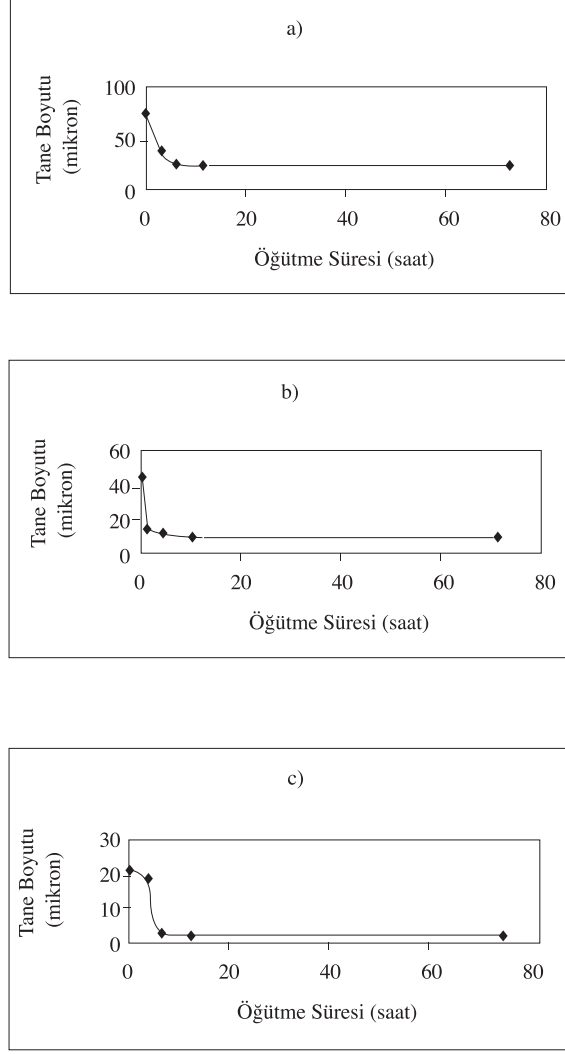
Hammadde olarak  $\alpha$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ve kaolin tercih

**Tablo 1.** Kaolinin teknik verileri

Kimyasal Bileşim (%ağ.)	Tane Boyutu (%ağ.)		
SiO <sub>2</sub>	48,0	+ 53 mikron	0,01 (0.05 maks.)
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	37,0	+ 10 mikron	8
SiO <sub>2</sub>	0,02	- 2 mikron	58
CaO	0,06		
MgO	0,30		
Na <sub>2</sub> O	0,10		
A.Z.	12,2		

Tablo 2 deneysel çalışmalarını bir akım şeması şeklinde özetlemektedir.

**Tablo 2.** Deneysel işlemlerin akım şeması



Şekil 1.  $\alpha$ -alüminanın öğütme süresiyle tane boyutu arasındaki bağıntı

- a) Tanelerin %90'nının geçtiği boyut aralığı
- b) Tanelerin %50'sinin geçtiği boyut aralığı
- c) Tanelerin %10'nunun geçtiği boyut aralığı

Tablo 3. Alüminanın öğütme süresiyle-tane boyutu arasındaki bağıntı

Öğütme Süresi (saat)	Tanelerin %90 geçtiği aralık ( $\mu\text{m}$ )	Tanelerin %50 geçtiği aralık ( $\mu\text{m}$ )	Tanelerin %10 geçtiği aralık ( $\mu\text{m}$ )
0	77,20	45,60	20,20
3	37,10	15,00	18,00
6	25,20	11,00	2,500
12	9,000	21,90	2,300
72	17,20	5,800	1,200

Birinci öğütme kademesinde, kaolinin yeterli incelekte tane boyutuna sahip olmasından dolayı ( $\sim 2 \mu\text{m}$ ) öğütülmesine gerek kalmamış ve sadece  $\alpha\text{Al}_2\text{O}_3$  öğütülmüştür.

Birinci öğütme işlemi, PH $\sim$ 11 ortamında, bilya ağırlığı  $\alpha\text{Al}_2\text{O}_3$  miktarının iki katı olacak şekilde, çapı 1,2 cm, boyu 1,3 cm olan silindirik alümina bilyalarla 80 devir/dakika'lık bir değirmen hızı ile yaş öğütme yapılarak gerçekleştirilmiştir.

Daha sonra  $\alpha$ -alüminanın 3, 6, 12 ve 72 saatlik öğütme süresiyle tane boyutu arasındaki ilişki

araştırılmıştır. Genel sonuçlar Tablo. 3 ve Şekil. 1'de verilmektedir.

Kaolinle, reaksiyona girmesi için en küçük tane boyutuna sahip 72 saatlik öğütülmüş  $\alpha\text{Al}_2\text{O}_3$  tozları hava sıcaklığı  $200^\circ\text{C}$  olan sprej kurutucu kullanılarak ince ve kalın toz olmak üzere iki sınıfa ayrılmıştır. Sıcak hava üfleli santrifüj işlemi sonrası cihazın üst çıkışından ayrılan tozlar ince tozlar, alt çıkışından yer çekimi etkisiyle ayrılanlar kalın tozlar olarak sınıflandırılmıştır. Bu iki  $\alpha\text{Al}_2\text{O}_3$  tozunun tane boyutu analizi Tablo 4'de görülmektedir.

**Tablo 4.** Sprej kurutucudan alınan toz ürünlerin tane boyutları

Tozun cinsi	Tanelerin %90 geçtiği aralık ( $\mu\text{m}$ )	Tanelerin %50 geçtiği aralık ( $\mu\text{m}$ )	Tanelerin %10 geçtiği aralık ( $\mu\text{m}$ )
İnce Toz	17,20	5,80	1,20
Kalın Toz	35,20	18,50	7,50

Sprej kurutucudan nemli olarak alınan alümina toz numunelerine bir kurutma işlemi uygulanmış, bu işlem sıcaklığı  $100^\circ\text{C}$ 'de tutulan etüvde gerçekleştirilmiştir. Kurutma sonrası ince ve kalın taneli alümina kekleri bileşimi % 75  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , % 25  $\text{SiO}_2$  verecek şekilde, kaolinle karıştırılarak pH $\sim$ 11 ortamında ikinci bir karıştırma öğütülmesine tabi tutulmuştur. Bu işlem sırasında, silindirik alümina bilya ağırlığı öğütülecek ürünün iki katı olacak şekilde ayarlanmış, ve değirmen hızı 80 devir/dakika seçilerek, 18 saat süresince karıştırma öğütmesi gerçekleştirilmiştir. Daha sonra ortam pH'sı, karışıma amonyak ilavesiyle 4 e düşürülmüştür. Böylelikle pozitif yüzey şarjlı  $\alpha$ -alümina ve, negatif yüzey şarjlı kaolin tanelerinin birbirlerini elektrostatik olarak çekip yapışmaları sağlanmış ve bu şekilde farklı tanelerin birbirleriyle maksimum oranda teması gerçekleştirilmiştir. Bu esnada topaklaşmaya bağlı olarak çamur viskozitesinin arttığı gözlenmiştir. Bu işlemler sonucunda, kaolinden karışıma % 0,02'lik bir safsızlığın ( $\text{TiO}_2$ ,  $\text{CaO}$ ,  $\text{MgO}$ ,  $\text{Na}_2\text{O}$ ) geçtiği kabul edilmiştir. Hazırlanan harman daha sonra değirmenden alınarak etüvde  $100^\circ\text{C}$ 'de kurutulmuştur. Bu işlemi takiben kaolin+ $\alpha$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$  harmanı, 150 MPa'lık bir basınç altında 60 mm ve 13 mm çaplarındaki kalıplarda tek eksenli presleme işlemine tabi tutulmuştur. Preslemeden sonra yüksekliği 4 mm olan numuneler elde edilmiştir.

### Sinterleme

150 MPa'da preslenen numuneler hacim ağırlığı, ve görünür porozitelerin sıcaklığa göre değişimini incelemek için değişik sıcaklıklarda 2 saat süreyle basınçsız olarak havada sinterlenmiştir. Bu sıcaklıklar  $1500^\circ\text{C}$ ,  $1550^\circ\text{C}$ ,  $1600^\circ\text{C}$ ,  $1650^\circ\text{C}$ ,  $1700^\circ\text{C}$  olarak seçilmiştir.

Deneyin ikinci aşamasında, sinterleme süresinin, yoğunluk ve poroziteye olan etkisini incelemek amacıyla numuneler  $1550^\circ\text{C}$ 'de 2, 3, 4, 5 ve 6 saat süreyle sinterlenmiştir. Sinterleme işlemi sırasında, fırın sıcaklığı  $5^\circ\text{C}/\text{dakika}$ 'lık bir hızla artırılmış ve bekleme süresinin ardından  $5^\circ\text{C}/\text{dakika}$ 'lık bir soğutma hızıyla düşürülmüştür.

### Karakterizasyon ve Mekanik Özelliklerin Belirlenmesi

#### Porozite ve Yoğunluk Ölçümü

Yüzde porozite ve yoğunluk ölçümleri için numuneler, 1 saat distile suda kaynatılıp, soğumaya bırakılmıştır. İnce ve kalın tozlardan hazırlanarak  $1500$ - $1700^\circ\text{C}$  arasında 2 saat sinterlenmiş olan numunelerin yüzde görünür poroziteleri, hacim ağırlıkları Arşimed presibine göre denklem 1 ve 2'den hesaplanmıştır. Sonuçlar Tablo 5'de verilmektedir.

$$\% \text{görünür porozite} = [(W_c - W_a) / (W_c - W_b)] \times 100 \quad (1)$$

$$\text{Hacim ağırlık} = [(W_a / W_c) - W_b] \times D_w \quad (2)$$

$W_a$ , havada numunenin kuru ağırlığı

$W_b$ , numunenin suda asılı haldeki ağırlığı  
 $W_c$ , numunenin sudan çıktıktan sonra kurumamış

haldeki ağırlığı  
 $D_w$ , suyun 23°C'deki yoğunluğu olmaktadır.

**Tablo 5.** Sıcaklığa bağlı olarak 2 saat süreyle sinterlenmiş örneklerin porozite ve hacim ağırlık verileri

İNCE TOZ NUMUNELERİ		KALIN TOZ NUMUNELERİ		
Sıcaklık(°C)	Hacim Ağırlık.(g/cm <sup>3</sup> )	Görünür Porozite(%)	Hacim Ağırlık.(g/cm <sup>3</sup> )	Görünür Porozite(%)
1500	2,040	35,800	2,080	32,300
1550	2,294	24,520	2,287	27,600
1600	2,557	15,300	2,630	11,500
1650	2,289	0,0050	2,906	0,0330
1700	2,923	0,0035	3,022	0,0037

Ayrıca 1550°C'de ince ve kalın tozlardan hazırlanan, farklı sürelerde (2-6 saat) sinterlenmiş

numunelerin yoğunluk ve porozite yüzdeleri Tablo 6'da verilmiştir.

**Tablo 6.** 1550°C'de sinterleme süresine göre sinterlenmiş örneklerin porozite ve hacim ağırlık verileri

Sinterleme Süresi (saat)	İNCE TOZ NUMUNELERİ		KALIN TOZ NUMUNELERİ	
	Hacim Ağırlık.(g/cm <sup>3</sup> )	Görünür Porozite(%)	Hacim Ağırlık.(g/cm <sup>3</sup> )	Görünür Porozite(%)
2	2,557	24,52	2,287	27,60
3	2,508	24,48	2,382	27,33
4	2,423	19,52	2,380	23,37
5	2,440	19,41	2,410	23,60
6	2,474	16,17	2,420	21,07

### X-Işımları Difraksiyonu ve Termal Genleşme Katsayısı Ölçümü

X-ışınları (XRD) analizi 1500, 1550, 1600, 1650 ve 1700°C'de 2 saat sinterlenmiş numunelerde gerçekleştirilmiştir. (Şekil 2) İnce tozlardan hazırlanmış ve 1700°C de sinterlenmiş numuneden elde edilen XRD sonuçlarının kalın numune için elde edilen sonuçlara çok yakın olduğu gözlenmiştir.

### Mekanik Testler

Rulolarda eğme mukavemeti önem taşımakta olduğundan, çalışmamızda bu özellik de incelenmiştir. 1550°C de 5 saat pişirilen peletlerin 3

nokta eğme mukavemeti, bu peletlerden 40×4×3 mm boyutlarında hazırlanan numunelerin Instron cihazında test edilmesi sonucu 3. formüle göre hesaplanarak bulunmuştur.

$$\text{Eğme mukavemeti} = (3.P_{max}.L/2.BH^2) \quad (3)$$

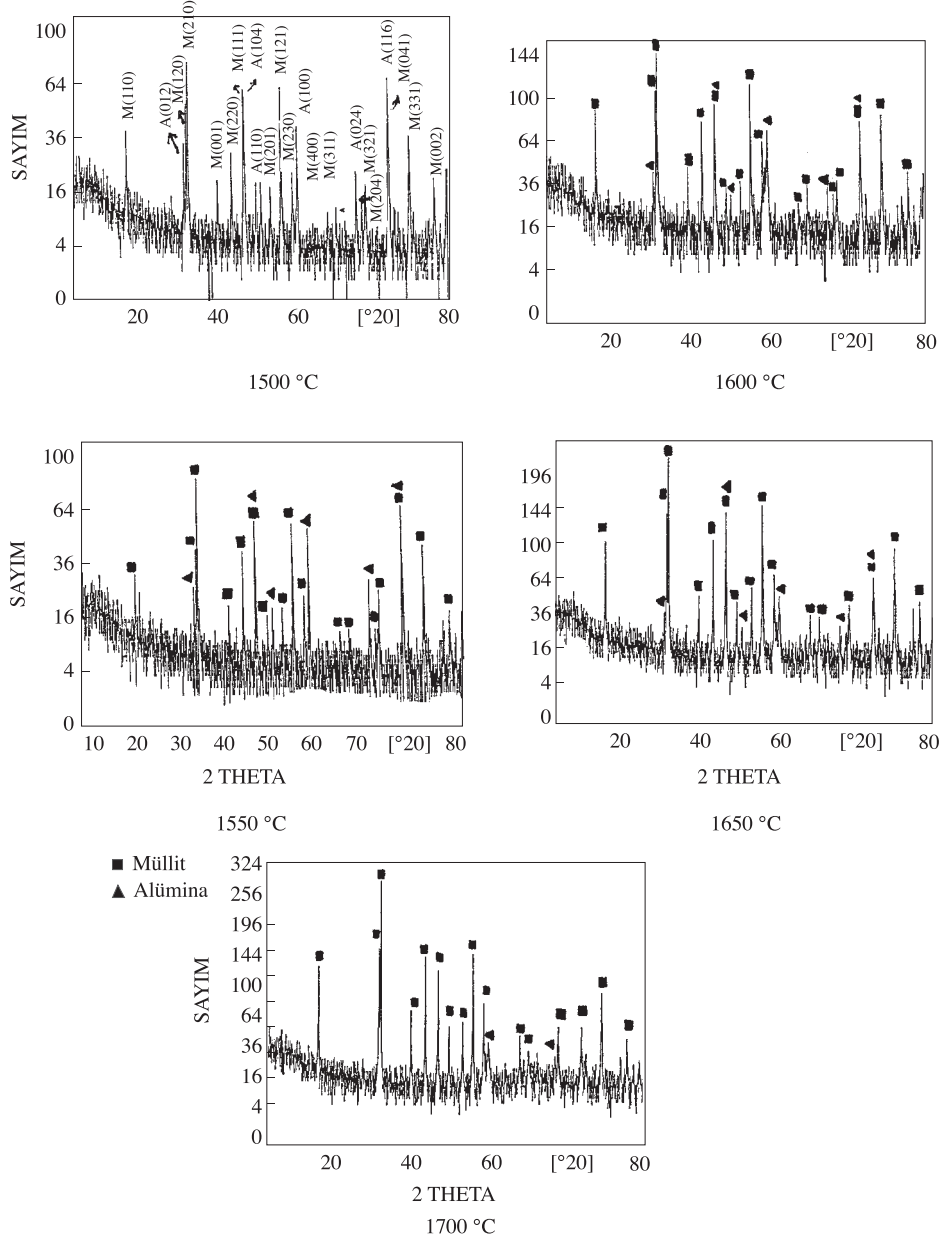
$P_{max}$ : kırılma anındaki numuneye uygulanan yük (kN), B: numune genişliği (mm), H: numune kalınlığı (mm), L: mesnetler arası açıklık (mm) olmaktadır. Farklı sıcaklıklarda iki saat süreyle sinterlenen numunelerin % su emme oranları ve 1550°C'de farklı sinterleme sürelerinde sinterlenmiş numunelerin % su emme oranları Tablo. 7 ve Tablo. 8'de verilmiştir.

**Tablo 7.** Farklı sıcaklıklarda 2 saat süreyle sinterlenen numunelerin % su emme oranları

Sıcaklık (°C)	% Su emme İnce numune	% Su emme Kalın Numune
1500	15.61	17.81
1550	10.74	12.18
1600	4.350	6.170
1650	0.2175	0.600
1700	0.2560	0.137

Tablo 8. 1550°C'de farklı sürelerde sinterlenmiş numunelerin % su emme oranları

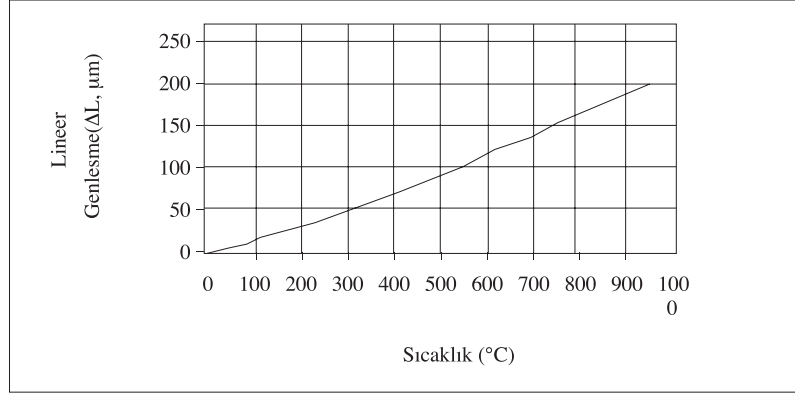
Sinterleme süresi(saat)	% Su emme İnce numune	% Su emme Kalın Numune
2	10.74	12.18
3	9.740	11.47
4	7.360	9.760
5	7.970	10.06
6	6.580	8.410



Şekil 2. Kalın tozdan hazırlanmış ve 1500, 1550, 1600, 1650, 1700°C sıcaklıklarda 2 saat sinterlenmiş numunelerin XRD sonuçları

Termal genişlemenin ölçülmesi, 1550°C'de 5 saat sinterlenmiş peletlerden standart boyutlarda (45,6×5×4) hazırlanan numunede dilato-

metre kullanılarak gerçekleştirilmiş ve ortalama termal genişleme katsayısı 23-1200°C aralığında  $5,09.10^{-6}/^{\circ}\text{C}$  olarak hesaplanmıştır. (Şekil 3)



Şekil 3. 1550°C de sinterlenmiş numuneden elde edilen sıcaklık, termal genişleme eğrisi

### Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) Analizi

Ticari bir rulunun, ayrıca kalın ve ince tozdan hazırlanmış 1550°C'de 5 saat sinterlenmiş numunelerin kırık yüzey fotoğrafları, SEM cihazında çekilmiştir. 1000 büyütme ile çekilen fotoğraflarda porozitenin yüksek olduğu görülmektedir. Orjinal rulodaki iğnemi müllit taneleri, üretilen kalın tozdan hazırlanmış numunenin kırık yüzey fotoğrafında

da 6000 büyütmede görülmektedir. (Şekil.4-5-6).

### Deneysel Sonuçlar ve Tartışma

Yapılan bu çalışmada, 1500-1700 °C arasında pişirme sonrasında müllit+alümina matris içeren pelet büyüklüğünde örnek numuneler elde edilmiş bulunmaktadır. Tablo 9'da müllit+alümina matrisine sahip olan orjinal bir rulunun özellikleri verilmiştir.

Tablo 9. Orjinal rulunun bazı fiziksel ve kimyasal özellikleri

Kimyasal Bileşim (%)		Fiziksel Özellikler	
SiO <sub>2</sub>	<19		
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	>79	Yoğunluk	2,5-2,55 g/cm <sup>3</sup>
TiO <sub>2</sub>	<0,3	Su emme	% 9-10
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	<0,5	Porozite	% 22-25
CaO	<0,2	Eğilme mukavemeti	350-400 kg/cm <sup>2</sup>
MgO	<0,1	Termal genişleme	5,5-5,9.10 <sup>-6</sup> /°C
K <sub>2</sub> O	<0,5	Çalışma sıcaklığı	Maks. 1300°C
Na <sub>2</sub> O	<0,2	Minerolojik bileşim	Müllit + Alümina

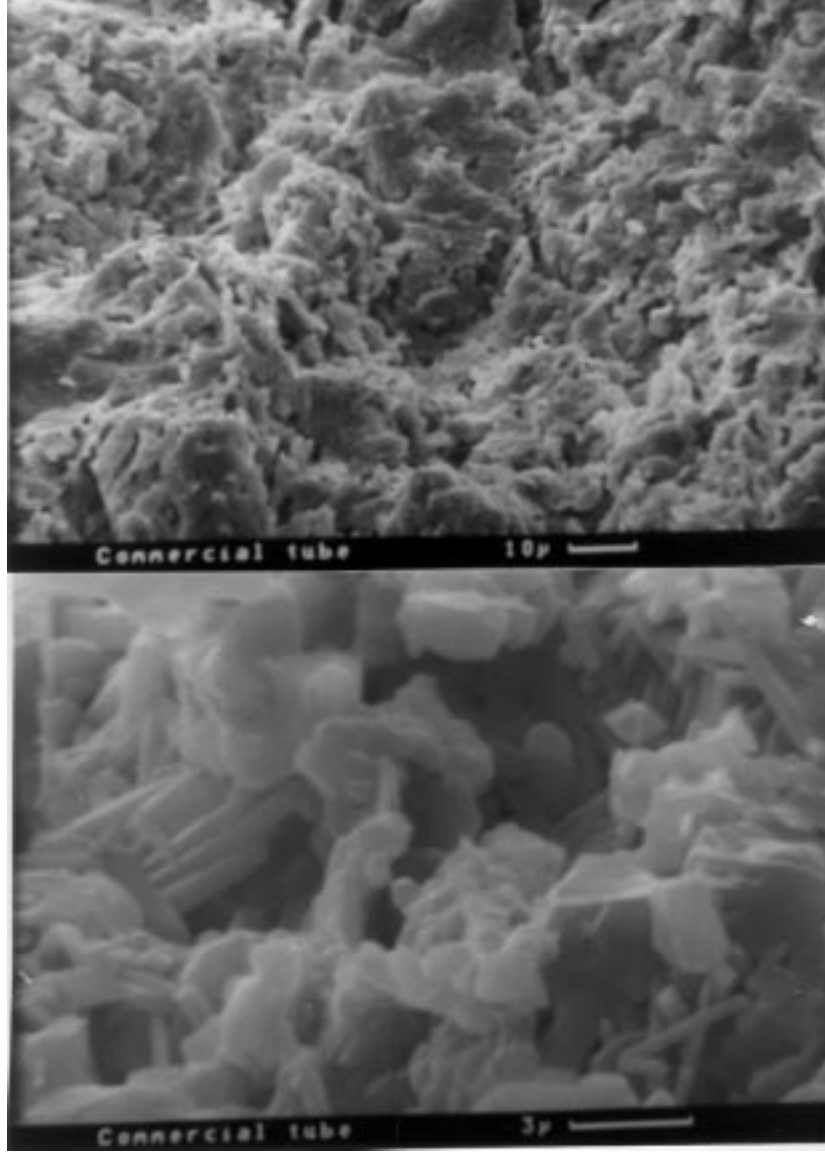
Sinterleme sıcaklığının artmasına bağlı olarak üretilen örneklerde, yoğunluk göreceli olarak artmakta, porozite ise düşmektedir. 1600°C'de 2 saat sinterlenmiş numunede yoğunluk açısından orjinal rulo numunesine yaklaşılmış (hacim ağırlık 2,557 g/cm<sup>3</sup>) fakat % porozitesi (% 15,3), orijinal değere yeteri kadar ulaşmamıştır. Ruloların termal şoklara karşı dirençli olmasındaki en önemli etken olan

porozite gözönüne alınır, 1550°C örnek numunesi % 25,25 poroziteyle orjinal değere en yakın numune olmaktadır. Dolayısıyla 1550°C'de hazırlanan numuneler optimum özellikler taşımaktadır. Bu yüzden 1550°C'de yapılan sinterleme işlemlerinde, sinterleme süresinin özelliklere olan etkisini araştırmak üzere numuneler 2, 3, 4, 5 ve 6 saat sürelerle pişirilmiştir. En önemli kriterler olan yoğunluk

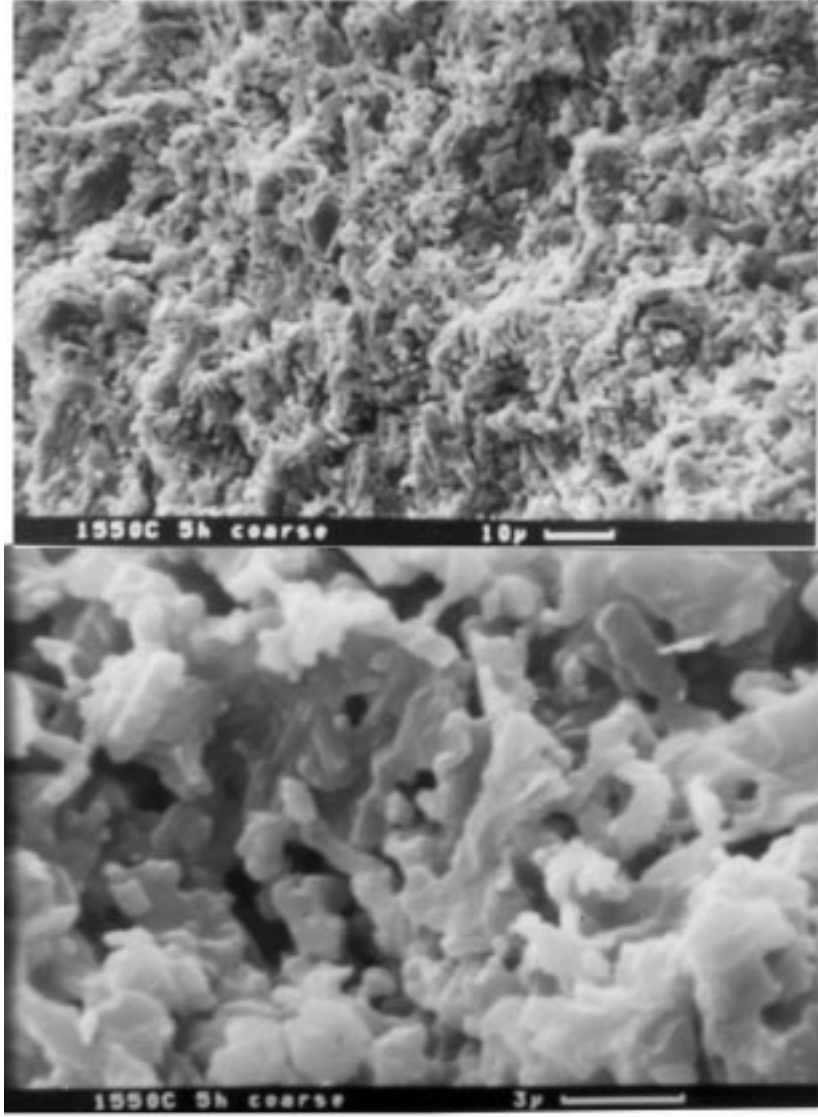


ve porozitenin her ikisini de gözönüne alacak olursak 5 saatlik sinterleme sonuçlarının optimum olduđu görölmektedir. İnce tozla hazırlanan numune için,

hacim ağırlık ve % porozite deęerleri  $2,44 \text{ g/cm}^3$ , % 19,41, kalın tozla hazırlanan numune için bu deęerler sırasıyla  $2,41 \text{ g/cm}^3$ , % 23,6'dir. (Tablo. 10)



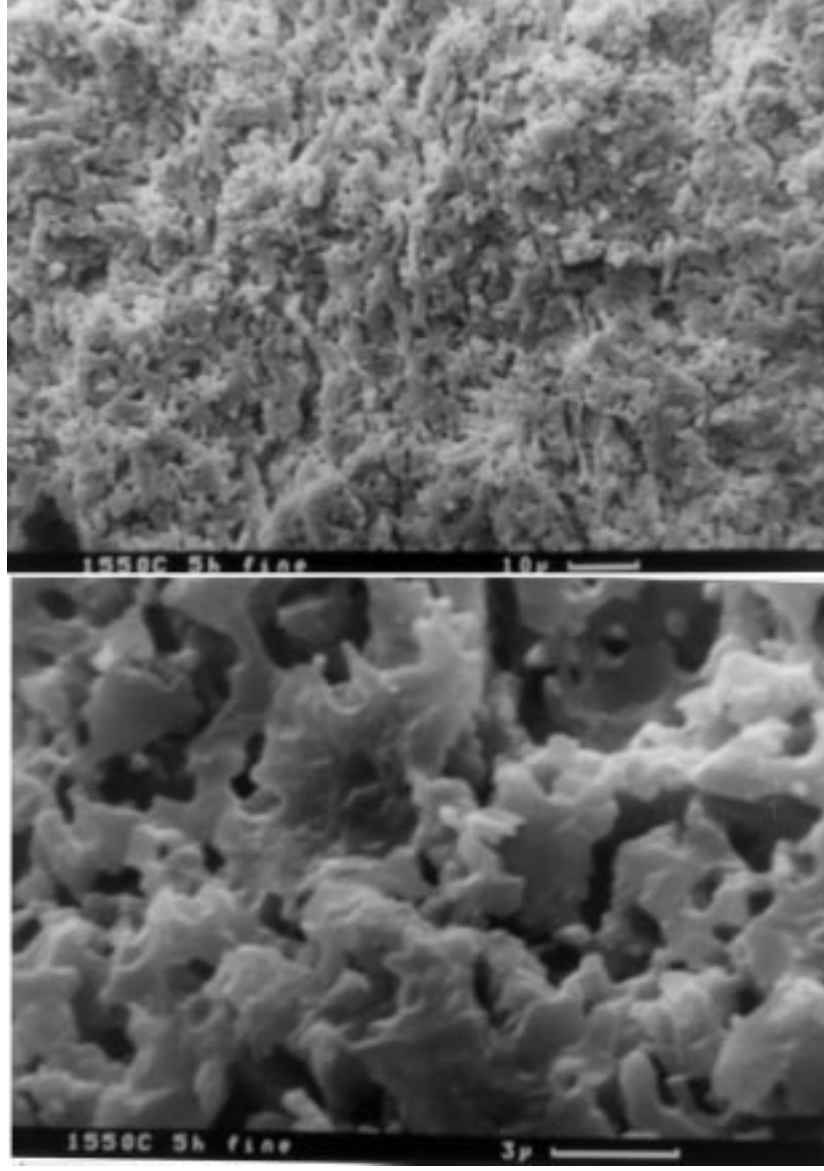
Şekil 4. Ticari bir rulonun Taramalı Elektron Mikroskopi (SEM)'den alınan görüntüleri (Üstte 1000, altta 6000 büyütmede)



**Şekil 5.** Kalın tozla hazırlanmış numunenin Taramalı Elektron Mikroskopi (SEM)'den alınan görüntüleri (Üstte 1000, altta 6000 büyütmede)

**Tablo 10.** 1550°C'de 5 saat sinterlenmiş kalın ve ince tozla hazırlanmış numunelerin özellikleri

İnce Tozla Hazırlanmış Numune		Kalın Tozla Hazırlanmış Numune
Yoğunluk (g/cm <sup>3</sup> )	2.44	2.410
Su Emme (%)	7.97	10.06
Porozite (%)	19.41	23.60
Eğilme Mukavemeti (kg/cm <sup>2</sup> )	527-661	480-700
Termal Genleşme		5.17.10 <sup>-6</sup> /°C
Minerolojik Bileşim	Müllit+Alümina	Müllit+Alümina



**Şekil 6.** İnce tozla hazırlanmış numunenin Taramalı Elektron Mikroskopu (SEM)'den alınan görüntüler (Üstte 1000, altta 6000 büyütmede)

Bu iki tip numuneler üzerinde eğme mukavemeti testleri yapılmıştır. Eğme mukavemeti ince numunelerde ortalama  $631 \text{ kg/cm}^2$ , kalın numunelerde ise ortalama  $574 \text{ kg/cm}^2$  olarak ölçülmüştür. Tüm bu eğme mukavemeti sonuçları, orijinal rulo için literatürde verilen değerden ( $\sim 350 \text{ kg/cm}^2$ ) daha yüksektir.

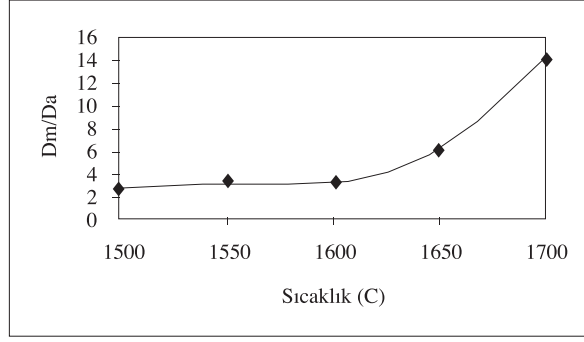
Dilatometreyle termal genleşme katsayısının belirlenmesi için  $1550^\circ\text{C}$ 'de 5 saat sinterlenen numune üzerinde ölçüm yapılmıştır ve ısıl genleşme

katsayısı,  $0-1000^\circ\text{C}$  sıcaklık aralığında ortalama  $\sim 5,09 \cdot 10^{-6} \text{ }^\circ\text{C}^{-1}$  olarak hesaplanmıştır. Bu değer orijinal rulo için verilen değer altında ( $5.5-5.9 \cdot 10^{-6}$ ) kaldığı görülmektedir. Bu önemli sonuç, ürettiğimiz malzemedan imal edilecek bir rulunun, fırın içinde çalışması sırasında daha az genleşeceğini dolayısıyla termal şok direncinin daha yüksek olacağını göstermektedir.

X-ışınları difraktogramları incelendiğinde, doğal olarak hammadde içerisinde bulunan silikanın

ve alüminanın müllit oluşturması beklenmektedir. Numunelerde  $\alpha$ -alümina + müllit fazları olduğu görülmüştür. Artan sinterleme sıcaklığına bağlı olarak müllit piklerinin şiddetlerinin arttığı buna karşılık  $\alpha$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> piklerinin azaldığı gözlenmiştir.(Şekil.2) Dolayısıyla sıcaklık artışının müllit sentezini pozitif yönde etkilediği söylenebilir. Tüm sıcaklıklarda müllit + alümina matris gözlenmekte, kuvars ise görülmemektedir. Ayrıca tüm kırınım açıları, referans değerlerinden yaklaşık

$2\delta=0.10^\circ$  mertebesinde sağa doğru bir sapma göstermişlerdir. Bu durumun X ışınlarının Co hedef metalinden elde edilmesinden dolayı olduğu söylenebilir. Sıcaklık artışına bağlı olarak, müllit oluşumunun nasıl bir yol izlediğini tespit etmek için müllitin en yüksek pikinin şiddetini ( $D_m$ :  $31.54^\circ$ ),  $\alpha$ -alüminanın en şiddetli pikine ( $D_a$ :  $51.65^\circ$ ) oranının sıcaklığa göre değişimi incelenmiştir. Şekil 7, sıcaklık artışına göre müllit oluşumunu göstermektedir.



Şekil 7. Sıcaklıkla müllit oluşumu arasındaki bağıntı

Taramalı Elektron Mikroskobu'ndan alınan ticari rulo örneği için kırık yüzey fotoğrafları incelenirse, iğnemi yapıda müllit kristalleri farkedilmektedir. 1550°C'de 5 saat sinterlenmiş kalın tozlardan üretilen numune fotoğrafında da 6000 büyütmede iğnemi müllit kristalleri görülmektedir. 1000 büyütme fotoğrafının incelenmesi sonucu, görünür porozitenin ticari rulo ve ürettiğimiz numuneler için yakın olduğu söylenebilir.(Şekil.4-5-6)

## Sonuçlar

Gerçekleştirdiğimiz bu çalışma sonucunda, laboratuvar koşullarında ticari olarak kullanılan seramik rulo bileşimine yakın ve daha düşük termal genişleme gösteren malzeme üretilebileceği kanıtlanmıştır. Bunun başlıca sonuçları:

- Sıcaklık artışı ile müllit oluşumunun arttığı
- Başlangıç tane boyutunun müllit oluşumunu önemli ölçüde etkilemediği
- Orjinal rulonun porozite yüzdesine en yakın, 1550°C de 5 saat sinterlenmiş numunelerde ulaşıldığı
- Optimum koşullarda pişirilmiş numunelerin

orjinal rulodan daha düşük termal genişleme katsayısına ve daha yüksek eğme mukavemetine sahip oldukları

e. Üretilen malzeme ve orjinal rulo örneğinin benzer mikroyapı özellikleri gösterdiği şeklinde özetlenebilir.

Bu çalışmanın halen yurtdışından döviz karşılığı ithal edilen seramik ruloların yurdumuzda üretilip ekonomimize katkı sağlaması bakımından bir ön adım olacağı inancındayız.

## Teşekkür

Bu çalışmada sırasıyla X-ışınları, dilatometre ve eğme deneylerinin yapılmasında emeği geçen sayın Dr. Erdem Demirkesen, Dr. Güner Sümer, Dr. Dilek Tetikçi'ye ve Anadolu Üniversitesi Sivil Havacılık Yüksek Okulu yetkililerine laboratuvarında çalışma imkanı sağladıklarından dolayı teşekkürlerimizi sunarız. Ayrıca araştırmanın yayına dönüştürülmesi sırasında, değerli önerilerinden dolayı sayın Dr. Güngör Tuncer'e şükranlarımızı sunmayı bir borç biliriz.

**Kaynaklar**

Okada, K., Pask, J. A., Schneider, H., *Mullite and Mullite Ceramics*, John Wiley and Sons, 1994.

Bettges, H., *High Alumina Rollers for Roller Kilns*, *Interceram*, Vol. 39, No.7, s.28-30, 1990.

Kugler, H., *Roller for Roller Kilns*, *Interceram*, No.6, s.18-21, 1989.

Novaref, S.p.A. Italy, *A New Roller Generation for Roller Kilns*, *Interceram*, Vol.44, No.5, s.336-337, 1995.