

YILDIZ TEKNİK ÜNİVERSİTESİ  
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

DÖKÜLEBİLİR REFRAKTERLERDE ULTRASONİK  
HIZA ETKİ EDEN PARAMETRELER

706288

Met. Müh. Timur ASLANBAŞ

F.B.E Metalurji Mühendisliği Anabilim Dalı Üretim Programında  
Hazırlanan

YÜKSEK LİSANS TEZİ

Prof. Dr. Cemalettin Yaman

Tez Danışmanı: Prof. Dr. Cemalettin YAMAN

Prof. Dr. Ahmet ÜNAL

M. N. N.

İSTANBUL, 2001

Y. Doç. Dr. C. KARAYAN

Prof. Dr. C. KARAYAN

YILDIZ TEKNİK ÜNİVERSİTESİ  
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ  
DOKÜMAN YAKINLAŞTIRMA MERKEZİ

YILDIZ TEKNİK ÜNİVERSİTESİ  
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ  
DOKÜMAN YAKINLAŞTIRMA MERKEZİ

# İÇİNDEKİLER

|                                                                        | Sayfa |
|------------------------------------------------------------------------|-------|
| ŞEKİL LİSTESİ .....                                                    | i     |
| ÇİZELGE LİSTESİ .....                                                  | ii    |
| ÖNSÖZ .....                                                            | iii   |
| ÖZET .....                                                             | iv    |
| ABSTRACT .....                                                         | v     |
| 1 GİRİŞ .....                                                          | 1     |
| 2 YÜKSEK ALUMİNALI ÇİMENTO ÜRETİMİ .....                               | 3     |
| 3 YÜKSEK ALUMİNALI ÇİMENTOLARIN BİLEŞİK YAPISI .....                   | 5     |
| 3.1 Aluminatlar ve Silikatlar .....                                    | 5     |
| 3.2 Bileşenlerin Karakteristik Özellikleri .....                       | 6     |
| 3.2.1 $C_{12}A_7$ .....                                                | 8     |
| 3.2.2 CA .....                                                         | 8     |
| 3.2.3 $CA_2$ .....                                                     | 8     |
| 3.2.4 $\beta$ - $C_2S$ .....                                           | 9     |
| 3.2.5 $C_2AC$ (Gehlenite) .....                                        | 9     |
| 3.2.6 Demir İçerikli Bileşikler .....                                  | 9     |
| 3.2.7 Diğer Bileşikler .....                                           | 10    |
| 4 YÜKSEK ALUMİNALI ÇİMENTONUN HİDRATASYONU .....                       | 11    |
| 4.1 C-A-H Sistemi .....                                                | 12    |
| 4.2 CA Hidratasyonu .....                                              | 13    |
| 4.3 $CA_2$ Hidratasyonu .....                                          | 15    |
| 5 DÖKÜLEBİLİR REFRAKTERLERİN HAZIRLANMASI .....                        | 16    |
| 5.1 Dökülebilir Refrakterlerin Özelliklerini Etkileyen Faktörler ..... | 17    |
| 5.2 Yüksek Aluminalı Çimentonun Refrakter Özellikleri .....            | 19    |
| 5.3 Yüksek Aluminalı Çimentonun Kimyasal Analizi .....                 | 20    |
| 5.4 Yüksek Aluminalı Çimentonun Fiziksel Özellikleri .....             | 21    |
| 5.4.1 Renk .....                                                       | 20    |
| 5.4.2 Yoğunluk .....                                                   | 21    |
| 6 DÖKÜLEBİLİR REFRAKTERLERİN KULLANILDIĞI YERLER .....                 | 23    |
| 7 "X" IŞINLARIYLA YÜKSEK ALUMİNALI ÇİMENTONUN FAZ ANALİZİ .....        | 24    |

|     |                                                                 |    |
|-----|-----------------------------------------------------------------|----|
| 8   | REFRAKTERLERİN ULTRASONİK YÖNTEMLE TAHRİBATSIZ MUAYENESİ .....  | 24 |
| 8.1 | Ultrasonik Yöntemle Muayene ve Önemi.....                       | 26 |
| 8.2 | Ultrasonik Dalgaların Özellikleri .....                         | 27 |
| 8.3 | Probların Yerleştirme Şekilleri ve Ölçüm.....                   | 30 |
| 8.4 | Ultrasonik Yöntemle Tayin Edilebilecek Minimum Hata Boyutu..... | 32 |
| 9   | REZONANS YÖNTEMİYLE MUAYENE .....                               | 36 |
| 10  | DENEYSEL ÇALIŞMALAR .....                                       | 37 |
| 11  | SONUÇ .....                                                     | 46 |
|     | KAYNAKLAR.....                                                  | 48 |
|     | ÖZGEÇMİŞ.....                                                   | 50 |



## ŞEKİL LİSTESİ

|            |                                                                                                                                                                   |    |
|------------|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----|
| Şekil 1.1  | Yıllara göre monolitik kullanımındaki değişim .....                                                                                                               | 1  |
| Şekil 3.1  | Portlant ve alüminyum çimentosunun $\text{CaO-Al}_2\text{O}_3\text{-SiO}_2$ içindeki pozisyonu .....                                                              | 5  |
| Şekil 3.2  | $\text{CaO-Al}_2\text{O}_3$ denge diyagramı .....                                                                                                                 | 7  |
| Şekil 3.3  | Bazı bileşikler arası bileşiklerin gibbs diyagramındaki durumları .....                                                                                           | 7  |
| Şekil 4.1  | $18^\circ\text{C}$ 'de ve %95 izafi rutubet ortamında sertleştirilen beton mukavemetinin silindirlerin su/(yüksek alüminalı çimento) oranına bağlı değişimi ..... | 7  |
| Şekil 4.2  | Yüksek alüminalı çimento hidratlarının DTA analizleri .....                                                                                                       | 13 |
| Şekil 4.3  | CA hidratasyon reaksiyonları .....                                                                                                                                | 14 |
| Şekil 4.4  | $\text{CA}_2$ hidratasyon reaksiyonları .....                                                                                                                     | 15 |
| Şekil 5.1  | Porozite oranının agrega (grag) oranlarına bağlı değişimi .....                                                                                                   | 16 |
| Şekil 5.2  | Dökülebilir refrakterlerin basma dayanımının plastiklik suyuna bağlı değişimi .....                                                                               | 17 |
| Şekil 5.3  | Dökülebilir refrakterlerin soğuk ve sıcak mukavemeti .....                                                                                                        | 19 |
| Şekil 5.4  | Yüksek alüminalı çimento ve portland çimentosunun karışımlarının katılma zamanları .....                                                                          | 19 |
| Şekil 5.5  | Yüksek alüminalı çimentoda ve portland çimentosunda eğme mukavemetinin zamana bağlı değişimi .....                                                                | 22 |
| Şekil 8.1  | Ultrasonik cihaz problemlerinin yerleştirme şekilleri .....                                                                                                       | 30 |
| Şekil 10.1 | Dökülmüş yüksek alüminalı çimentolarda ultrasonik hızın zamana bağlı değişimi .....                                                                               | 40 |
| Şekil 10.2 | Uygun oranda su ile karıştırılmış ve dökülmüş yüksek alüminalı çimentolarda ultrasonik hızın sıcaklığa bağlı değişimi .....                                       | 41 |
| Şekil 10.3 | Uygun oranda su ile karıştırılmış ve dökülmüş %80 boksit ve %20 YAÇ karışımlarında ultrasonik hızın sıcaklığa bağlı değişimi .....                                | 42 |
| Şekil 10.4 | Uygun oranda su ile karıştırılmış ve dökülmüş %80 flint clay %20 YAÇ karışımlarında ultrasonik hızın sıcaklığa bağlı değişimi .....                               | 43 |

## ÇİZELGE LİSTESİ

|                                                                                                                                                       |    |
|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----|
| Çizelge 2.1 Değişik ülkelerde yüksek alüminalı çimentonun tipik bileşimleri.....                                                                      | 3  |
| Çizelge 2.2 Bazı ticari yüksek alüminalı çimento kimyasal bileşikleri .....                                                                           | 4  |
| Çizelge 3.1 Sanayide kullanılan çeşitli alümina çimentosu bileşim yüzdeleri.....                                                                      | 6  |
| Çizelge 3.2 Alüminalı çimentonun içerdiği bileşenlerin karakteristik özellikleri .....                                                                | 6  |
| Çizelge 4.1 CA'nın suyla reaksiyonunun ısı ve katı fazın genişmesi .....                                                                              | 15 |
| Çizelge 5.1 Kaliteli çimentonun bileşim aralığı .....                                                                                                 | 20 |
| Çizelge 5.2 Biehli'nin CA çimentosu için verdiği bileşim aralığı .....                                                                                | 20 |
| Çizelge 8.1 Seramiklerde ve çeliklerde frekans, ultrasonik hız ve saptanabilecek<br>minimum hata boyutu arasında ki ilişkileri.....                   | 33 |
| Çizelge 10.1 Deneysel çalışmalarda kullanılan agrega ve yüksek alüminalı çimentoların<br>kimyasal analizleri .....                                    | 39 |
| Çizelge 10.2 Uygun oranda su ile karıştırılmış ve dökülmüş yüksek alüminalı<br>çimentolarda ultrasonik hızın zamana bağlı değişimi.....               | 40 |
| Çizelge 10.3 Uygun oranda su ile karıştırılmış ve dökülmüş yüksek alüminalı<br>çimentolarda ultrasonik hızın sıcaklığa bağlı değişimi.....            | 41 |
| Çizelge 10.4 Uygun oranda su ile karıştırılmış ve dökülmüş %80 boksit ve %20 YAÇ<br>karışımlarında ultrasonik hızın sıcaklığa bağlı değişimi.....     | 42 |
| Çizelge 10.5 Uygun oranda su ile karıştırılmış ve dökülmüş %80 flint clay ve %20 YAÇ<br>karışımlarında ultrasonik hızın sıcaklığa bağlı değişimi..... | 42 |

## ÖNSÖZ

Dökülebilir refrakterler en genel anlamda döküm yoluyla şekillendirilebilen tüm monolitik refrakterleri kapsar, fakat bu çalışmada sadece kalsiyum-aluminat esaslı olanlar incelenmiştir. Dökülebilir refrakter ve ahşap gibi katı malzemede hareket eden ultrasonik dalganın hızı, malzemenin yoğunluğuna ve elastiklik özelliklerine bağlıdır. Ultrasonik hızın frekanstan etkilenmemesi ve tamamen malzemenin özelliklerine bağlı olması sayesinde bu hızın değişik koşullarda ölçülmesi malzeme özelliği hakkında bilgi edinilmesini mümkün kılmaktadır. Tahribatlı deneylerde numuneler kullanılmaz hale gelirken, tahribatsız muayenede parçalar zarar görmediği gibi laboratuvar masrafları en aza inmekte ve zaman tasarrufu sağlanmaktadır. Biz bu çalışmada ultrasonik hızın kurutma ve pişirme ile ne şekilde değiştiğini, zamana ve sıcaklığa bağlı olarak inceledik.

Bu tez çalışması süresince beni öncelikle yönlendiren, mevcut bütün imkanları ve bilgisini yararlanmama sunan Kimya-Metalurji Fakültesi Metalurji Mühendisliği Bölüm başkanı çok değerli hocam Sayın Prof. Dr. Müzeyyen MARŞOĞLU'na, tezin hazırlanması aşamasında değerli vaktini ayırarak benden yardımını esirgemeyen çok sevgili hocam Sayın Prof. Dr. Cemalettin YAMAN'a , eğitim süresince bana emeği geçmiş olan bütün değerli hocalarıma en içten teşekkürü borç bilirim.

Ayrıca tezi hazırlamamda bana yardım eden arkadaşım, Emel GÖLEKOĞLU'na ve fabrikanın imkanlarından yararlanmama olanak sağlayan REFSAN LTD. ŞTİ. Genel müdürü Sn. Şule GÜNER'e teşekkür ederim.

Bütün öğrenim hayatım boyunca maddi ve manevi desteğini her zaman hissettiğim aileme de minnetlerimi sunarım.

## ÖZET

Bu çalışmada Fondu cement, Secar 50/51, Secar 70/71 Secar 80, agregası olarak boksit and flint clay kullanılarak izolasyon dökülebilir refrakterleri üretilmiştir. Deneysel çalışmalarda kullanılan ultrasonik test cihazının frekansı 150 kHz'dir. Uygun su oranı dökülebilir refrakter ve yüksek alüminalı çimentoda ASTM C 860-92 dökülmüştür. Yeni dökülmüş refrakterlerde ultrasonik hız, zamana bağlı olarak logaritmik artış gösterir, bu durumuyla betondaki ultrasonik hız değişimiyle benzeşmektedir. Dökümden 24 saat sonra yaklaşık sabit bir değere ulaşır. Bu nedenle 2'şer saat arayla ve dökümden 24 saat sonra bu refrakterlerin ultrasonik hızları ölçülmüştür. Bu çalışmada dökülebilir refrakterlerde ve yüksek alüminalı çimentolarda ultrasonik hızın zamanla ve sıcaklıkla olan ilişkisi incelenmiştir. Hazırlanan numunelerin 100-300-500....1300 °C'lerde ultrasonik hız değişimi gözlenmiştir. Bu sonuçlar irdelenerek ultrasonik hızın zamana ve sıcaklığa bağlı değişimi ortaya konmuştur. Bu metot, üretim sırasında dökülebilir refrakterlerin kalitesini kontrol etmek için kullanılabilir. Bu kabiliyet, pişirmeden önce kalitesizleri ve hatalıları ortaya koyar, zaman tasarrufu sağlar. Üretim sırasındaki bir ölçüm daha önceki ölçüm değeriyle uyuşmuyorsa, üretim parametrelerden biri veya daha fazlası değişmiş demektir. Tahribatsız muayene refrakter üretiminde maliyet ve zaman tasarrufu bakımından büyük bir kolaylık sağlamıştır.

**Anahtar kelimeler :** Ultrasonik hız, agregası, yüksek alüminalı çimento, refrakter beton, agregası, Fondu çimento, Secar 50/51, Secar 70/71 Secar 80, boksit, flint clay.

## ABSTRACT

Many researchers found significant correlations between ultrasonic velocity and other physical properties of fired and unfired refractories. In the present work, Fondu cement, Secar 50/51, Secar 70/71 Secar 80, bauxite and flint clay mixture were used. Bauxite and flint clay are used as aggregates. Appropriate water content was determined according to ASTM C 860 (REAPPROVED 1992) at both high alumina cement and castable refractories. High alumina cement and castable refractories mixed by appropriate water before they were casted to 20\*20\*80 mm<sup>3</sup> molds. The frequency of the ultrasonic testing apparatus was 150 kHz. This instrument used for this testing was a portable battery powered PUNDIT. The ultrasonic velocities of specimens were measured at two hours intervals. The ultrasonic velocities of specimens were found to be increasing with time up to twenty four hours in high alumina cement (HAC). In suitable conditions, the ultrasonic velocities of these refractories could be investigated twenty four hours after casting. In this study, between ultrasonic velocity and time relationships were found in the fired and unfired high alumina cement and some castable refractories. Ultrasonic velocity was measured in hydrated High alumina cement and castable refractories after dried at 24 hours then ultrasonic velocity was measured in hydrated High alumina cement and castable refractories after dried at 110 °C . Using these results, a relationship between the ultrasonic velocity and the time was obtained and investigated. Ultrasonic velocity was measured at 100-1300 °C 200°C intervals after casting. Using these results, a relationship between the ultrasonic velocity and the temperature was obtained and investigated.

This method can be used as a quality test checking castable refractories during production. This capability offers the potential for significant savings time by allowing the detection of off-quality or defective refractories before firing.

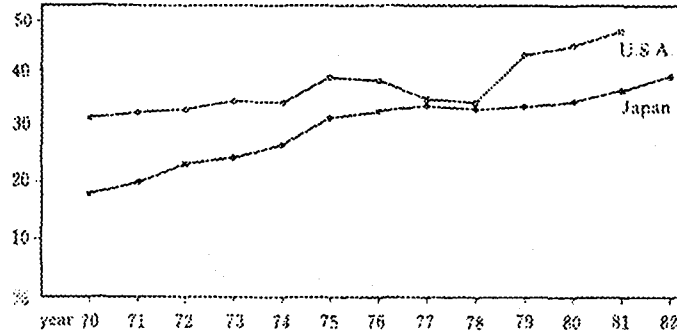
If the newly measured value of the ultrasonic velocity was different from previous ones, then one of the parameters of the production must have been varied.

Nondestructive non-destructive testing (NDT) allows quick and easy analysis of a broad range of refractory products, including bricks, fired and unfired castables.

**Keywords :** Ultrasonic velocity, aggregate, high alumina cement, ultrasonic hız, yüksek alüminalı çimento, refrakter beton, agrega, Fondu cement, Secar 50/51, Secar 70/71 Secar 80, bauxite, flint clay

## 1- GİRİŞ

Dökülebilir refrakterlerin kullanımı, ateş tuğlasına göre avantajları, tek parça halinde yekpare dökülebilmesi döküm yerine uyumu ve yeni teknolojik gelişmeleri bünyesinde bulundurması, maliyetinin az olması nedeniyle yıldan yıla artış göstermiştir (şekil 1.1).



Şekil 1.1 Yıllara göre monolitik refrakter kullanımındaki değişim

Monolitik refrakterlerin bir diğer dikkate değer yönü ise, piroproseslerde bir ton üretim başına tüketilen refrakter miktarını azaltmasıdır. Bu durum refrakter tüketiminin en fazla olduğu çelik endüstrisinin incelenmesiyle açıklanabilir. Çelik üretiminde ki refrakter tüketimi (monolitik refrakterler ve ateş tuğlası birlikte) üretilen toplam refrakter miktarının %72'sidir. Çelik endüstrisinde ton başına tüketilen refrakter miktarının son yıllara doğru nasıl azaldığını görebiliriz. Çelik endüstrisiyle, refrakter üreticilerinin arasındaki yakın iletişim ve etkileşim bu gelişmede önemli rol oynamıştır. Bu durum, ton başına çelik üretimin deki refrakter tüketiminde önemli bir düşüşe neden olmuştur.

Seramik malzemelerde ultrasonik hız, elastiklik modülü, poisson oranı ve mekanik özellikler; seramik malzemedeki gözenek oranına bağlı olarak geniş bir aralıkta değişmektedir..

$$v = \lambda \cdot f \quad (1.1)$$

$v$  : Ultrasonik Hız [m/s]

$\lambda$  : Dalga boyu [m]

$f$  : Frekans [1/s]

Seramik malzemelerde hammaddelerde bulunan organik maddeler, rutubet suyu, kristal bağlı suyun yanında, özellikleri etkileyen en önemli parametrelerden birisi porozitedir. Porozite ile mukavemet, elastiklik modülü, ultrasonik hız arasında ilişkiler kurulmaktadır. Boyuna dalga hızı şu formülle hesaplanır.

$$V = \sqrt{\frac{E(1-\nu)}{d(1+\nu)(1-2\nu)}} \quad (\text{Topuz}) \quad (1.2)$$

$$E = E_0 \exp(-bp) \quad (\text{Knudsen})$$

$$d = d_0(1-p)$$

Sıfır indisli semboller, gözeneksiz malzeme özelliklerini gösterir.  $E$ : elastiklik modülü,  $\nu$  poisson oranı ve  $d$  yoğunluktur. Basma dayanımı ve eğme dayanımı ile porozite arasında değişik formüller önerilmektedir. Ultrasonik hız, yukarıdaki formül gereği poroziteye bağlı değişmektedir. Mukavemette poroziteye bağlı değişmektedir. Bu iki özellik arasında Lawlar ve Russell doğrusal ilişki, Aly logaritmik ilişki kurmuştur. Mukavemet ve hız formülleri oranlanırsa eksponansiyel kısımlarda bulunmaktadır. Bu nedenle logaritmik ilişki araştırılabilir. Aly eğme dayanımı (MOR-kırılma modülü) ile, hız arasında  $MOR = A \exp(V)$  formülünü önermektedir.  $A$  malzemeye bağlı sabittir. Yaman Morcast 145 ticari adı ve anılan dökülebilir refrakterlerin, hem kurutulmuş hem de 1350 °C'de pişirilmiş durumda basma dayanımı ve ultrasonik hız arasındaki ilişkiyi araştırmıştır. Her iki durumda da doğrusal ilişki kurulmuştur. Kurutulmuş ve pişirilmiş numunelerde ultrasonik hız farklılık göstermektedir.

## 2. YÜKSEK ALUMİNALI ÇİMENTO ÜRETİMİ

Yüksek alüminalı çimento iki şekilde üretilmektedir. Bunlar ergitme ya da pişirmedir. Fırın olarak ergitmede yüksek fırın, uzun alevli fırın, döner fırın ve elektrikli fırın, pişirmede ise döner fırın kullanılmaktadır. (Nishikawa, 1984)

Hammadde olarak boksit ile kireç taşı kullanılmaktadır. Almanya hariç tüm ülkelerde daha ucuz olması nedeniyle CA (kalsiyumalüminat) ve alümina-ferrit karışımı olan Fondu çimentosu kullanılmaktadır (Çizelge 2.1). Hidratasyon sırasında  $C_2(A,F)H_8$ ,  $CAH_{10}$  fazları oluşur. (Chatterji, 1968)

Çizelge 2.1 Değişik ülkelerde Yüksek Alüminalı Çimentonun tipik bileşimleri

| ÜLKE         | SiO <sub>2</sub> (%) | Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (%) | CaO (%) | Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (%) | FeO (%) |
|--------------|----------------------|------------------------------------|---------|------------------------------------|---------|
| Almanya      | 5-8                  | 48-51                              | 39-42   | 0.1                                | <1      |
| Çekoslovakya | 8-9                  | 40-41                              | 36-37   | 5.6                                | 5-6     |
| ABD          | 6-8                  | 40-45                              | 37-42   | 12-14                              | -       |
| Yugoslavya   | 6-8                  | 38-40                              | 36-39   | 8-10                               | 4-7     |
| İspanya      | 4-5                  | 36-38                              | 39-42   | 10-12                              | 4-5     |
| İngiltere    | 4-5                  | 38-40                              | 36-39   | 8-10                               | 5-7     |
| Fransa       | 3.5-4.5              | 38-40                              | 36-39   | 9-11                               | 4-6     |

Yılda yaklaşık 80.000 ton boksit, Muğla-Milas'tan ABD' ye, 50.000 ton da Fransa'ya ihraç edilmektedir. Buna karşılık ihraç fiyatı 24 dolar/ton iken ithal ettiğimiz düşük demirli boksitin fiyatı ise 140 dolar/ tondur. (Yaman, 1994)

Boksit ve kireç taşı kırılıp 100 mm. altındaki tozlar peletlenerek kullanılır. Pişirme için toz kömür kullanılır ve miktarı da yüksek alüminalı çimentoların %20'si kadardır. Pişirme sırasında çıkan buhar ve karbondioksitin etkisiyle 1600°C'ye kadar ısınır. Ergitme fırınındaki karnın düşük kenarlarında oluşur ve sıvı malzeme uzun alevli fırında döküldükten sonra çelik tavlara dökülür, ve katılaştırılır. Soğutulmalarıysa döner soğutucu tarafından gerçekleştirilir. Parçalar tüp değirmende öğütülürler. Tane büyüklüğü 250-320 m<sup>2</sup>/kg olan siyah-gri tozlar elde edilir.

Çizelge 2.2' de yüksek alüminalı çimentoların kimyasal analizlerine göre beşe ayrılması gösterilmektedir.

Çizelge 2.2- Bazı ticari yüksek alüminalı çimento kimyasal bileşikleri.

| Bileşim(%)                     | A         | B         | C         | D         | Enerji    |
|--------------------------------|-----------|-----------|-----------|-----------|-----------|
| SiO <sub>2</sub>               | 3.1-8.3   | 4.7-4.6   | 2.5-3.4   | 0.2       | 0.1-0.2   |
| TiO <sub>2</sub>               | 2-2.1     | 2.2-2.1   | 3.2-2.1   | -         | -         |
| Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> | 42.1-41.3 | 47.6-52.3 | 56.7-56.2 | 73.4-71.1 | 80.2-79.5 |
| Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> | 15.6-11.3 | 9.5-5.3   | 0.9-1.9   | 0.4-0.1   | 0.2       |
| CaO                            | 37.5-35.2 | 34.8-35.3 | 35.7-35.3 | 24.5-23.5 | 17.6-17.4 |

“A” grubunda demiroksit oldukça yüksektir, ticari ismi Fondudur. “B” grubu biraz daha az demirlidir. “C” grubu yaklaşık %70 alumina içermektedir ve Lafarge tarafından Secar 71 adıyla satışa sunulmuştur. “E” grubuysa %80 alumina içermektedir ve saflığı yüksektir. (Nishikawa, 1984)

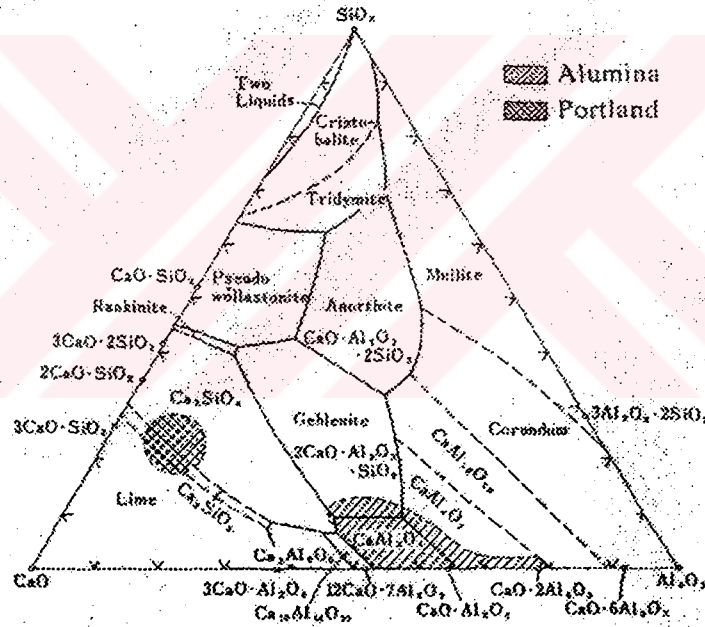
### 3. YÜKSEK ALUMİNALI ÇİMENTOLARIN BİLEŞİK YAPISI

#### 3.1. Alüminatlar ve Silikatlar

$C_3A$  bileşeni Portland çimentosu olmasına rağmen yüksek alüminalı çimentoda görülmez.  $CA_6$  yüksek alüminalı çimentoda bulunmaz fakat çimento yüksek sıcaklıkta ısıtılmış korundum agregalar ve yüksek alüminalı çimentolardan meydana gelmişse oluşabilmektedir. Korundum agrega yoksa, yüksek alüminalı çimentoda  $CA_6$  oluşmamaktadır.

$CA_2$  oluşumu, yüksek ( $Al_2O_3 / CaO$ ) oranlı yüksek alüminalı çimentoda ya da füzyon işlemi esnasında tamamen homojenitenin oluşmadığı durumlarda saptanabilmektedir (Hallstedt, 1990).

Alüminalı çimentoyla, portlant çimentosu arasındaki farklar  $CaO-Al_2O_3-SiO_2$  faz dengesi diyagramında “Şekil 3.1.”deki gibi ifade edilebilir.



Şekil 3.1. Portland ve alüminyum çimentosunun  $CaO-Al_2O_3-SiO_2$  sistemi içindeki pozisyonu.

Alüminalı çimentonun bileşenindeki ana mineral  $CA$ 'dır, alüminalı çimento aynı zamanda bünyesinde  $C_{12}A_7$ ,  $CA_2$  ve/veya  $C_2AS$ , yada  $C_4AF$ ,  $C_6A_4FS$  veya cam fazı bulundurulur.

Ayrıca bileşiminde %10 veya daha fazla demir oksiti  $CaO-Al_2O_3-Fe_2O_3$  sistemini bulundurulur. Alüminalı çimento oldukça yüksek oranda silika bileşimi olan  $C_2AS$  (gehlenit) fazını da içerir. İndirgeyici ortamda  $C_6A_4FS$  fazı oluşabilir.

Çizelge 3.1 Sanayide kullanılan çeşitli alumina çimentosu bileşim yüzdeleri

| İmalat prosedürü           | CA(%) | C <sub>12</sub> A <sub>7</sub> (%) | Diğer mineraller(%) |
|----------------------------|-------|------------------------------------|---------------------|
| Reverber fırın, ergitilmiş | 42    | 5                                  | 53                  |
| Döner fırın, sinterlenmiş  | 60    | 4                                  | 36                  |
| “                          | 61    | 1,5                                | 37,5                |
| “                          | 73    | 2,5                                | 24,5                |
| EAF, ergitilmiş            | 69    | 0                                  | 31                  |
| “                          | 57    | 2                                  | 41                  |

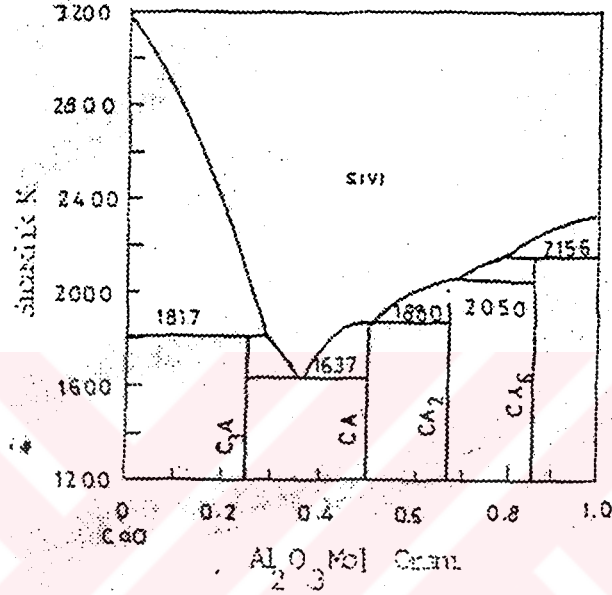
### 3.2. Bileşenlerin Karakteristik Özellikleri

Çizelge 3.2 Aluminalı çimentonun içerdiği bileşenlerin karakteristik özellikleri

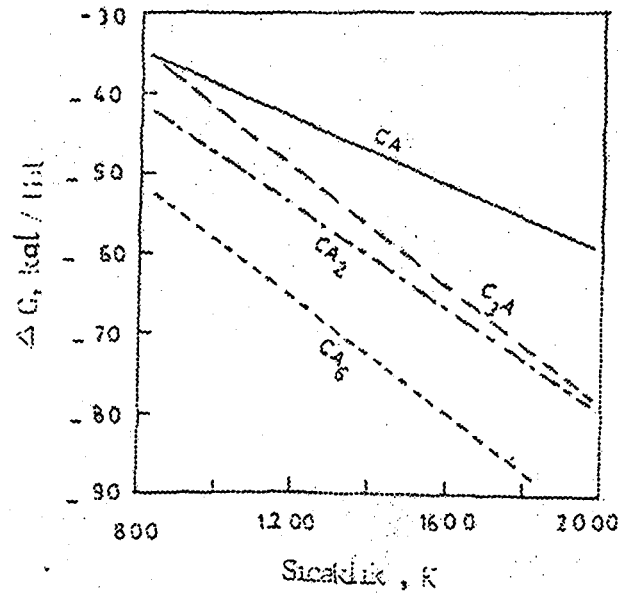
| TESTLER<br>►<br><br>MINERAL<br>▼ | Kimyasal kompozisyon(%) |                                |                                |                  | Ergime Sıc.<br>(°C)    | Kafes Yapısı              | Oluşum<br>Zamanı<br>(saat:dk.) |       | Basma<br>Day.<br>kg/cm <sup>2</sup> | Yoğ.<br>(g/cm <sup>3</sup> ) |
|----------------------------------|-------------------------|--------------------------------|--------------------------------|------------------|------------------------|---------------------------|--------------------------------|-------|-------------------------------------|------------------------------|
|                                  | CaO                     | Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> | Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> | SiO <sub>2</sub> |                        |                           | Baş.                           | Son.  |                                     |                              |
| C <sub>12</sub> A <sub>7</sub>   | 48,6                    | 51,4                           | --                             | --               | 1415-1495              | Kübik                     | 0:05                           | 0:07  | 150                                 | 2,69                         |
| CA                               | 35,4                    | 64,6                           | --                             | --               | 1600                   | Monoklinik<br>(Triklinik) | 7:00                           | 8:00  | 600                                 | 2,98                         |
| CA <sub>2</sub>                  | 21,7                    | 78,3                           | --                             | --               | 1750-1765<br>(Ayrışma) | Monoklinik                | 18:00                          | 20:00 | 250                                 | 2,91                         |
| C <sub>2</sub> AS                | 40,9                    | 37,2                           | --                             | 21,9             | 1590                   | Tetragonal                | --                             | --    | --                                  | 3,04                         |
| C <sub>4</sub> AF                | 46,2                    | 20,9                           | 32,9                           | --               | 1415                   | Orthorombik               | --                             | --    | --                                  | 3,77                         |

(Nakamuro, Ceramic Data Book, 275, 1969)

Yüksek alüminalı çimentolarda alumina oranı arttıkça ergime sıcaklığı da artmaktadır (Şekil 3.2).  $CA_6$  anormal ergiyen bileşikler arası bileşiktir.  $CaO - Al_2O_3$  sisteminin termodinamik özellikleri, metalurjik cürufur, seramik malzemeler, çimentolar ve jeoloji gibi konularda çok önemlidir (Knudsen). Şekil 3.2'de görüldüğü gibi  $CA_6$ 'nın oluşum serbest enerjisi en düşük, dolayısıyla en kararlı,  $CA$ 'nın oluşum serbest enerjisi en yüksek dolayısıyla en kararsız bileşiklerarası bileşiktir (Yaman94).



Şekil 3.2  $CaO-Al_2O_3$  denge diyagramı



Şekil 3.3 Bazı bileşiklerarası bileşiklerin gibbs diyagramındaki durumları

### 3.2.1. $C_{12}A_7$

$C_{12}A_7$  genelde yüksek alüminalı çimentolarda düşük oranlarda bulunur fakat miktarı, çimentodaki  $CaO/Al_2O_3$  oranının artmasıyla artmaktadır. Bileşimin hidratasyonu çok hızlı olmaktadır ve çabuk sertleşir, eğer miktar belli bir değerin üzerindeyse, çimento hızlı bir şekilde çökmeye başlayabilir. Eğer çimento normalden fazla alkali içeriyorsa bu işlemin şiddeti artabilir. Ergimesi ve sertliği düşüktür bu nedenle  $C_{12}A_7$  ayrıca üretilip yüksek alüminalı çimentoda sertleşme hızını ayarlamak için özel olarak az miktarda katılmaktadır. Böylece dökülebilirlerin katılma süresini düşürmektedir (Singh, 1980-1982).

$C_{12}A_7$  Renkin ile Wright tarafından ilk olarak  $C_5A_3$  olarak ortaya konmuştur. Daha sonra bunun  $C_3A_2$  veya  $C_9A_5$  'e doğru yöneldiği ve sonuçta da  $C_{12}A_7$  olduğu gösterilmiştir.

### 3.2.2. CA

Yüksek alüminalı çimentodaki en önemli bileşiktir. Nedeniyse malzemeyi dayanıklı yapmasıdır, çünkü bileşenler arasında en yüksek sertliğe ve oldukça yüksek ergime noktasına sahiptir. Özellikle çökmesi yavaş olup eriyik halde soğutulması hızlıdır fakat sonradanda çok büyük bir hızla sertleşmektedir. Eriyik çimento bileşiğin yavaşça soğutulmasıyla CA kristallerinin oluşmasını sağlayan erken safhalardaki maksimum hidratasyon oluşumu elde edilir.

Yüksek alüminalı çimentolar çok hızlı soğutulurlar böylece ürün tamamen cam yapı olur, son ürün çimento hidratasyonuna uğrar ve çok yavaş sertleşir, eğer suda tutulmuşsa çekme dayancı normale yaklaşır (Russel).

### 3.2.3. $CA_2$

$CA_2$   $1700^{\circ}C$ 'ın üzerindeki sıcaklıklara dayanıklıdır fakat bunun yanında katılma süresi fazlasıyla uzundur. Buna ilaveten oldukça düşük sertliğe sahiptir. Alüminalı çimentoda ana bileşim olarak rol almaz fakat yardımcı mineral olarak bulunur. Saf bileşik düşük sıcaklıklarda su ile çok yavaş reaksiyona girer fakat hidratasyon ve dayanıklılık artışı yüksek pH ağırlıklı solüsyonlarla yada kireç-su ile hızlandırılabilir. Saf  $CA_2$  'nin hidratasyonunun bir kere başlamasıyla hızda buna bağlı olarak hidratasyon sonuçlarının artan konsantrasyonuyla artar. Aynı nedenden dolayı monokalsiyum alüminat mevcudiyetiyle uygun hızlarda hidratasyon olur.

### 3.2.4. $\beta$ - $C_2S$

Bu bileşik çoğu kez küçük dairesel taneler veya yüksek alüminalı çimentonun ötektik kısımlarındaki cürufları olarak meydana getirilmiştir, özellikle %5'ten fazla  $SiO_2$  içermezler. Yüksek silikalı cüruflarda gehlenitin ( $C_2AS$ ) gittikçe artan bir miktar olasılığın yüksekliği fark edilmiştir (Russel).

### 3.2.5. $C_2AS$ (Gehlenite)

CAS sisteminde en önemli kristal fazlar;  $CA$ ,  $CA_2$ ,  $C_{12}A_7$ ,  $C_2AS$  ve  $C_2S$ 'dir (Souire, 1991). Yüksek alüminalı çimentoda gehlenite yüksek silika durumlarında yapı olarak ortaya çıkar. Saf gehlenite oldukça yavaş reaksiyona girer (eğer suyla beraberse hiç gerçekleşmez). Bununla beraber, cam halindeyken daha fazla hidrolik oluşumuna sahip olduğu gözlenmiştir ve kireç - su ile hidrate olur.

Gehlenite melilit serilerinin bir üyesi olup magnezyum oksit, manyetit ve hematit içermektedir. Bundikov ve Tcherkesova gehlenite aktivasyon enerjisinin kristal yapı modifikasyonu ile olduğunu ortaya koymuşlardır. Böylece yüksek alüminalı çimentoda bulunması hidratasyon ve dayanım artışına neden olmaktadır (Robson, 1962).

Bununla beraber bazı hidrolik aktiviteler çok yavaş olur ve yüksek alüminalı çimentoda yüksek miktarlarda bulunması hemen hemen kaçınılmaz olarak normal bir çimentonun karakteristiği olan hızlı katılaşma özelliklerinde bir seri reaksiyona neden olur. Bu yüzden yüksek alüminalı çimentodaki silis miktarı düşük tutulur.  $C_2AS$  amorf bölgedeyken veya kireçle temas etmeden hidratasyona eğilimi çok azdır. Bu bileşik yüksek alüminalı çimentonun isteksiz bileşiklerindendir.

### 3.2.6. Demir İçerikli Bileşikler

Yüksek demir içerenler diğerleriyle aynı mukavemet özelliğini göstermektedir. Hematitin yüksek alüminalı çimentoda bulunabilen  $CF$  ve  $C_2F$ 'i oluşturduğu ihtimali yüksektir.  $C_2F$  ile  $C_2A$  arası katı çözülmesi  $C_6AF$  bileşiğine kadar büyür ve yüksek alüminalı çimentodaki hematit  $C_6AF_2$  ve  $C_6A_2F$  arası bileşikleriyle  $CAF$  şeklinde birleşir. Morive Tagani, bu katı bileşiklerin  $20^\circ C$  de ki hidratasyon sonuçlarını ortaya çıkarmıştır (Russel).

Manyetit oluşum kombinasyonları biraz daha belirsizdir fakat bir kısım yüksek alüminalı çimentolarda wüstit olarak serbestçe oluşabilir ve  $F_2O_3$  ile birleşmesiyle cüruftaki cam fazın en önemli elemanını sağlar.  $F_3O_4$  mevcudiyetinin belirtilmesi camın magnetik doğasıyla yapılmaktadır.

Sundins 1938'te yüksek alüminalı çimentoda lifli malzemenin kireç ve alümina dışında diğer oksitleri içerdiğini açıklamıştır.

### 3.2.7. Diğer Bileşikler

Yüksek alüminalı çimento'ta kullanılan boksitteki  $\text{TiO}_2$  oranı  $\%(1-3)$ 'tür. Genelde  $\text{TiO}_2$ , kalsiyum titan olarak ortaya çıkar fakat demirli zengin bileşiklerde titanyumun bir kısmı kalsiyum ferro titanat olarak oluşabilmektedir

#### 4. YÜKSEK ALUMİNALI ÇİMENTONUN HİDRATASYONU

Yüksek alüminalı çimentonun su ile reaksiyona girip hidrat oluşturması reaksiyonu henüz tam olarak bilinmemektedir. Su ile karıştırıldıktan sonra ilk 1-6 saat içinde kireç ve alüminanın suda çözünürlüğü en yüksek seviyededir. Hidratların oluşumu arttıkça çözünürlük azalır. Suda çözünmüş kalsiyum alüminatlar daha sonra hidrat olarak çökelir.  $CAH_{10}$ ,  $C_2AH_8$ ,  $C_3AH_6$ ,  $AH_3$  jel ve gibsit fazları ortaya çıkar. Oluşan bu fazların türü ve miktarı hidratasyon sıcaklığına bağlıdır. Hidratasyon sırasında önce yarı kararlı bileşikler oluşur, sonra kararlı bileşiklere dönüşürler. Bu olay dönüşüm olarak adlandırılır (Lawlar).

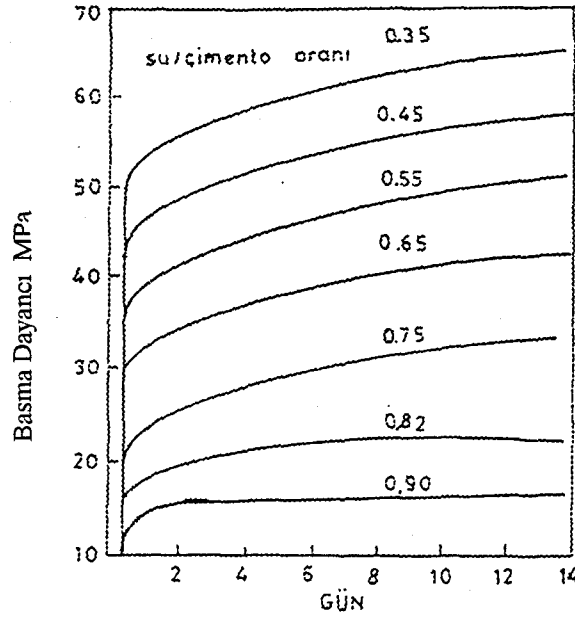
Uzmanlar kışın  $CAH_6$ 'un yazın ise,  $C_2AH_8$  ve/veya  $C_3AH_6$ 'nın oluşma eğiliminde olduğunu ortaya koymuşlardır (Yaman). Katılaşma için kışın önemli miktarda yazın göreceli olarak daha az miktarda suya ihtiyaç vardır. Oluşan fazlar incelendiğinde bunun normal olduğu görülür. Hidratasyon reaksiyonu özetle şöyle verilir:



Burada ara kademe reaksiyonları verilmemiştir.  $100^\circ C$  üzerinde kurutulduğu zaman bütün ara kademeler ortadan kalkar sadece  $C_3AH_6$  fazı kalır.

Portlant çimentosunda  $Ca(OH)_2$  açığa çıkarken, yüksek alüminalı çimentonun hidratasyonunda  $AH_3$  açığa çıkar ve yüksek alüminalı çimentoya refrakterlik özelliği kazandıran bileşik budur. Hidratların parçalanma reaksiyonları DTA, TGA VE DSC yöntemleriyle incelenmektedir. Parçalanma reaksiyonları, hidratasyon sıcaklığına bağlıdır. Düşük sıcaklıkta hidrate olan bileşikler, kristal bağlı sularını düşük sıcaklıkta, yüksek sıcaklıkta hidrate olanlar ise, yüksek sıcaklıkta kaybederler (Lawlar). Kararlı bileşik  $C_3AH_6$  kristal bağlı suyunun bir kısmını yaklaşık  $450^\circ C$ 'de kaybeder.  $AH_3$  kristal bağlı suyunu  $210-300^\circ C$ 'de kaybeder.

Hidratasyondan sonra ilk olarak  $C_{12}A_7$  fazı oluşur. Bu bileşik  $900-1000^\circ C$ 'a kadar karardır. Bu sıcaklık aralığında CA oluşmaya başlar. Secar71'de ise  $CA_2$  oluşmaya başlar. CA ve  $CA_2$   $1500^\circ C$ 'a kadar kalırlar. Secar80'de yaklaşık  $1400^\circ C$ 'de CA ve  $CA_2$  serbest alümina ile reaksiyona girerek  $CA_6$  oluşturur, bu durumda CA kaybolur (Lawlar).



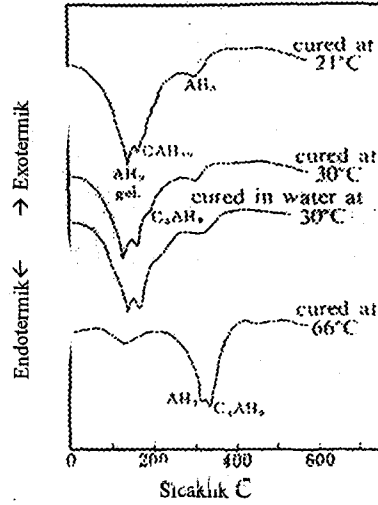
Şekil 4.1- 18°C'de ve % 95 izafi rutubetli ortamda sertleştirilen beton silindirlerin mukavemetinin su/(yüksek alüminalı çimento) oranına bağlı değişimi

Su/(yüksek alüminalı çimento) oranı arttıkça mukavemet düşmektedir (şekil 4.1.). Reaksiyon için gerekli olan suyun üzerindeki su taneler arasında yer işgal etmekte, kuruma esnasında yerleri boş kalmaktadır. Bu da poroziteyi arttırmakta ve mukavemeti düşürmektedir.

#### 4.1- C—A—H Sistemi

Çeşitli hidratların denge eğilimlerinin çalışmaları 1°C'den 250°C'ye değişen sıcaklıklarda gerçekleştirildi, fakat kısaca, uygun sıcaklıklarda en uygun hidratların tamamen kristalleşmesi gibsit veya  $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ , kalsiyum hidroksit ve kübik trikalsiyum alüminat hidrat  $3\text{CaO} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  ( $\text{C}_3\text{AH}_6$ ) olduğu söylenebilir (Robson, 1962).

Hidratasyon esnasında metastabil kalsiyum alüminatın hidratasyonu hemen ortaya çıkar ve bir kere oluşmalarıyla yüksek sıcaklıklar haricinde kararlı bir şekilde kalırlar. Uzun bir süre yüksek alüminalı çimentodan üretilen esas hidratın  $2\text{CaO} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$  ( $\text{C}_2\text{AH}_8$ ) olduğu düşünülmüştür. Fakat artık bu hidratın oluşumunun belirli koşullarda ortaya çıktığı halde normal hidratasyonun en önemli ürününün  $\text{CaO} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$  ( $\text{CAH}_{10}$ ) olduğu bilinmektedir. Bu olgunun iddiası ilk olarak Assarson tarafından 1935'te ortaya atılmış ve düşük sıcaklıklardaki çözünürlük eğrisi de Carlson ve Buttle tarafından ortaya çıkarılmıştır.



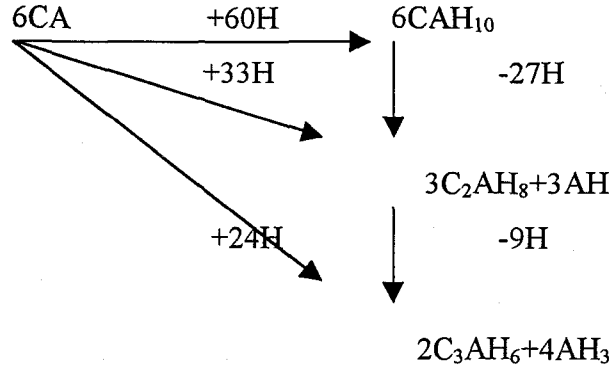
Şekil 4.2 Yüksek alüminalı çimento hidratlarının DTA analizleri

$C_4AH_{19}$  bileşiğinin bir kısım su kaybı ile en temel hidrat olan  $4CaO \cdot Al_2O_3 \cdot 13H_2O$  ( $C_4AH_{13}$ ) hidrate olmuş yüksek alüminalı çimentoda meydana gelir. Farran'da bu hidratın kalsit agregası ve yüksek alüminalı çimentonun yüzeylerinin arasındaki reaksiyonla oluştuğunu belirtmiştir.  $CAH_{10}$ ,  $C_2AH_8$  ve  $C_4AH_{13}$  (veya  $C_4AH_{19}$ ) bunların hepsi metastabil hegzagonal hidratlardır ve geniş bir sıcaklık alanı üzerinde bulunan tek stabil alüminat hidratı olan kübik hidrat  $C_3AH_6$ 'a dönüşme eğilimleri vardır. İyi kristallenmiş alumina hidratının yokluğu ile  $CAH_{10}$ 'un  $C_3AH_6$ 'a karşı kararlı olabileceği ortaya çıkarılmıştır.

#### 4.2. CA Hidratasyonu

Yüksek alüminalı çimentoda CA'nın suyla birleşmesiyle süspansiyon oluşur ve katı çözünmeye başlar. Su, kalsiyum ve alüminat iyonlarına doyduğunda, bir çok kalsiyum alüminat ve alumina hidratların oluşumuna izin verir ve tamamen doymuş olur. Çözelti içinde çözünmesi için daha fazla anhidrat  $CA_{10}$ 'un bulunmasına izin verilmesiyle bu hidratlar çekirdeklenir ve büyürler. Bu çözelti mekanizması, kenetlenmiş hidrat kristallerinin güçlü mikroyapı oluşumuna ön ayak olur. Su miktarının fazla olmasıyla çimento çamurundaki kireç, alumina ve suyun arasındaki ilişki bozulabilmektedir. Hidratasyon esnasında, kristallenmiş kalsiyum alüminat hidratların eklenmesiyle alumina jel oluşmaktadır.

20°C gibi düşük sıcaklıklarda hegzagonal hidrat  $CAH_{10}$  oluşmaktadır. Daha yüksek sıcaklıklarda; 30°C'nin üzerinde bu hızlı bir şekilde kübik bir faz olan  $C_3AH_6$ 'ya dönüşebilmektedir. Orta seviye sıcaklıklardaysa bir başka hegzagonal yapı olan metastabil  $C_2AH_8$  oluşmakta ve  $C_3AH_6$ 'a dönüşmektedir. CA hidratasyon reaksiyonları Şekil 4.3'de verilmiştir.



Şekil 4.3 CA hidratasyon reaksiyonları

Fazların oluşumunu etkileyen parametreler; hidratasyon sıcaklığı, süresi ve su-çimento oranıdır. CA çamuru 20°C’de hidrate edildiğinde, en fazla CAH<sub>10</sub> ve bunun yanında az miktarda C<sub>2</sub>AH<sub>4</sub> ve AH<sub>3</sub> içerir. Fakat uygun su miktarı sınırlandırılmışsa C<sub>2</sub>AH<sub>8</sub>’de oluşabilir. Önemli miktarlarda CAH<sub>10</sub> ve C<sub>2</sub>AH hegzagonal hidratları öncelikli oluşur, bunlarda derece derece çözülebilir ve termodinamik bakımdan kararlı hidratlar olan C<sub>3</sub>AH<sub>6</sub> ve AH<sub>3</sub> formlarında rekristalize olabilirler. Bu sıra dışı olay “*Konvensiyon*” olarak adlandırılır. Konvensiyon her sıcaklıkta olabilir, fakat 20°C’nin altında çok daha yavaş gerçekleşmektedir. Yüksek sıcaklıklarda hız artmakta ve 50°C’nin üzerinde 1 gün sonra çamur tamamen dönüşmüş hale gelmektedir.

Kötü kristal özelliklerine sahip hidratların X-ışınları ile izlenmesi zor olduğundan DTA kullanılmaktadır. DTA ile hidratların izafi oranlarını ve çimento çamurunun dönüşüm derecesine bakılabilir. CA çamurunun DTA ile incelenmesini görebilmekteyiz.

Her bir hidrat karakteristik sıcaklık bölgesinde endotermik varlığıyla teşhis edilir. Konversiyonun temeli sudur. Bu su, çamurda bulunan reaksiyona girmemiş herhangi CA tanelerini reaksiyona sokabilmek için uygundur.

Porozite oluşumu dayanımın hızlı bir şekilde düşüşüne neden olur. Konvensiyon hızı porozite oluşumuna direkt etki etmektedir, eğer konvensiyon hızı yeterli derecede yavaş olursa, hacim değişikliği sonucu oluşan porozite ikinci hidratasyondan oluşan yeni hidratlarla dolabilir.

CA suyla karıştırıldıktan sonra aşırı doymuş bir çözelti meydana gelir, bu olay başlangıç periyodunun sonudur. Bu yarı kararlı durumun sona ermesi ile pH derecesi artar ve çökeltme meydana gelir. CA partikülleri çözelti fazına geçmeden hidrat bileşiklerine dönüşür. Hidratasyon sıcaklığı iletmeli kalorimetrelerle yapılır. Yapıdaki sıvı faz filtre kağıdı yardımıyla absorpsiyon edilerek ayrılır ve kalsiyum-alüminyum konsantrasyonları belirlenir.

Katıların faz değişimi SEM ile gözlenir. Sıvı fazda CaO ve Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> konsantrasyonunun hesaplanmasında C/A oranı 0,5 alınır.

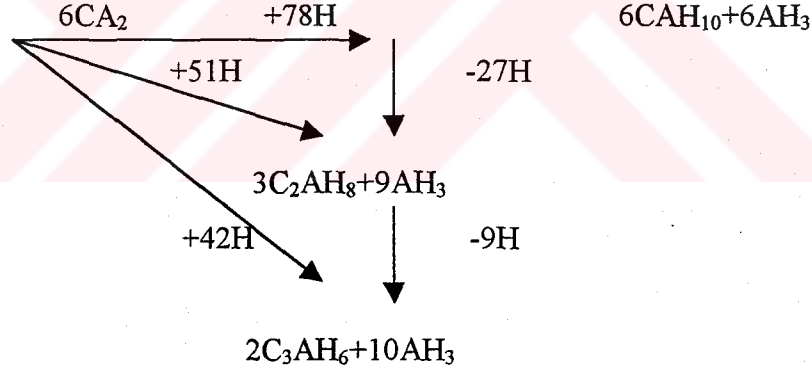
Çizelge 4.1 CA'nın suyla reaksiyonunun ısısı ve katı fazın genişleşmesi

| Hidratasyon Reaksiyonu                                                           | H <sub>2</sub> O/CA | CA<br>Reak. Isısı<br>(°C) | H <sub>2</sub> O<br>Reak.<br>Isısı(°C) | Hidratasyon<br>sonrası katının<br>genleşmesi |
|----------------------------------------------------------------------------------|---------------------|---------------------------|----------------------------------------|----------------------------------------------|
| CA+10H <sub>2</sub> O=CAH <sub>10</sub>                                          | 1,139               | 679,1                     | 596,2                                  | 3,68                                         |
| CA+5,5H <sub>2</sub> O=1/2(C <sub>2</sub> AH <sub>8</sub> )+Al(OH) <sub>3</sub>  | 0,626               | 475,7                     | 759,4                                  | 2,33                                         |
| CA+4H <sub>2</sub> O=1/3(C <sub>3</sub> AH <sub>6</sub> )+4/3Al(OH) <sub>3</sub> | 0,456               | 406,3                     | 891,2                                  | 1,75                                         |

Suyla karıştırıldıktan hemen sonra, ilk çözünmeye bağlı olarak ısı değişiminin periyodu ortaya çıkar. Isı artışı başlangıçta yavaş olmasına rağmen daha sonra artmaktadır. Birleşik sudaki artışın ısı gradyanıyla etkileşimi şekil 4.2'de verilmiştir.

#### 4.3. CA<sub>2</sub> Hidratasyonu

CA<sub>2</sub>, CA'da olduğu gibi aynı hidratasyon ürünlerini oluşturur. CA'dan farklı olarak daha fazla alumina jeli ve gipsit oluşturur. CA<sub>2</sub>, hidratasyonu şekil 4.4'de verilmiştir.



Şekil 4.4 CA<sub>2</sub> hidratasyon reaksiyonları

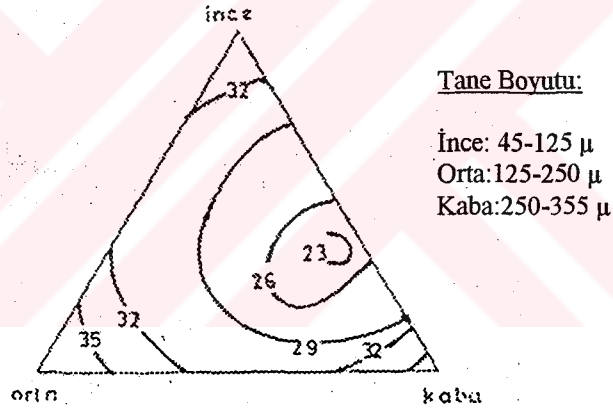
Hidratların oluşumundaki en büyük etken sıcaklıktır. Hidratasyon sıcaklığının değişimi yanında hidratların da değişimine neden olur. 20°C sıcaklıktaki hidratasyon ürünleri CAH<sub>10</sub>, CAH<sub>8</sub>, gipsit ve alumina jeli iken daha yüksek sıcaklıklarda CAH<sub>10</sub>, C<sub>3</sub>AH<sub>6</sub> ve gipsit oluşmaktadır. 40°C'nin üzerindeki sıcaklıklarda ise hidrate edilmiş çamurların sadece C<sub>3</sub>AH<sub>6</sub> ve AH<sub>3</sub> içerdiği görülür. Refrakterliği yüksek çimento üretmek için CA<sub>2</sub> esaslı çimento istenir. Kalsiyum aluminat üretiminde 1410 °C'de zamana bağlı olarak CA<sub>2</sub>, CA artar; 1560 °C'de CA<sub>2</sub> artarken CA düşer. Yüksek sıcaklıklarda CA<sub>2</sub> kararlı fazdır. (Singh, 1982)

DOĞU İZMİR ÜNİVERSİTESİ  
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ  
MÜHÜRÜ

## 5. DÖKÜLEBİLİR REFRAKTERLERİN HAZIRLANMASI

Döküm yoluyla yerleştirilen tüm monolitik refrakterler dökülebilir refrakter olarak adlandırılır. Çok genel bir değerlendirmeye, dökülebilir refrakterlerin hazırlanması ve yerleştirilmesi inşaat betonuna benzer. Dökülebilir refrakterlerde kum yerine grag kullanılır. Bazı dökülebilir refrakterler özel olarak hazırlanır ve tabanca ile püskürtülerek uygulanabilir. Kullanılan grag (agrega) sıcaklığa dayanıklı olmalıdır. Alumina en ideal agregadır. Çünkü yüksek sıcaklıkta yüksek alüminalı çimentoyla reaksiyona girerek daha yüksek sıcaklıkta eriyen fazlar meydana getirir, fakat maliyet açısından pahalı olduğundan bunun yerine ateş tuğlası ve cüruflar agregaya olarak kullanılır(Pundit).

Kaba ve ince taneli agregalar uygun oranda yüksek alüminalı çimentoyla karıştırılır. Sınıflandırılmış agregalar arasında yaklaşık %45 boşluk vardır. %80 kaba %20 ince taneli karıştırılırsa gözenek oranı en aza düşer. Fakat uygulamada orta büyüklükteki taneleri de tüketebilmek için üçlü karışımlar tercih edilir (Uygur).



Şekil 5.1- Porozite oranının agrega (grag) oranlarına bağlı değişimi.

Şekil 5.1'de görüldüğü gibi %50 kaba, %40 ince, %10 orta agrega karışımında gözenek %22 olup en az değerdedir. Bu nokta merkez olmak üzere merkezden uzaklaştıkça gözenek oranı artmaktadır. Yoğun karışımlarda gözenek oranı düşük olacağından gözenekleri dolduracak yüksek alüminalı çimento tüketimi de az olacaktır.

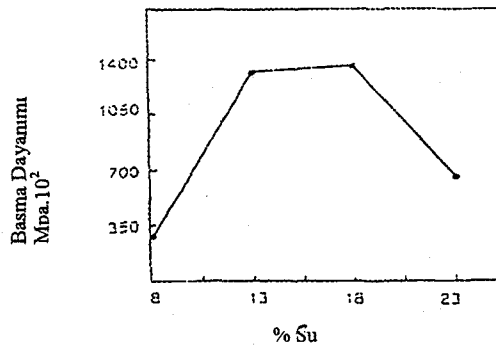
Eğer agrega serbest rutubet içerirse, yüksek alüminalı çimento ile karıştırıldığı zaman reaksiyonlar derhal başlar. Refrakter beton hazırlanmadan önce kalitesini bozar. Bu nedenle kesinlikle kuru agrega kullanılmalıdır. Dökülebilir refrakterlerin termal, kimyasal ve toz özellikleri önemlidir. Torba içinde kullanıma sunulan dökülebilir refrakterlerde, taşınma sırasında ince ve kaba taneler birbirinden ayrılabilir. Böyle bir durumda döküm yapıldığında

segregasyon meydana gelebilir. İnce tanelerin bulunduğu yerde borik asit ve benzeri bağlayıcılar fazla olacaktır. Dolayısıyla mekanik özellikler ve porozite heterojen olacaktır.

### 5.1. Dökülebilir Refrakterlerin Özelliklerini Etkileyen Faktörler

Dökülebilir refrakterlerin su ile karıştırıldıktan sonraki yumuşaklığına kıvam denir. Uygun kıvam veya diğer adıyla top testi ASTM C 860'a göre yapılmaktadır. Uygun kıvamda su içeren dökülebilir refrakter kütleyi avucumuz içinde sıkığımızda yırtılmadan parmaklarımızın arasından akar. Eğer su oranı bu miktardan az ise, plastik kütlenin yüzeyinde yırtılmalar oluşur. Su oranı gereğinde fazla ise kendiliğinden akma gösterir. fakat bu yöntemin hassasiyeti düşüktür(Lawlar). Her iki olumsuz durumda da mukavemet düşer. Düşük miktarda su katıldığında hidrasyon çabuk tamamlanır, fazla su katıldığında ise kuruma sonunda fazla gözenek oluşacak ve mukavemet düşecektir. Top testi standart cihazlarla tayin edilmelidir. Tespit edilen su bir defada katılmalıdır. Su katıldıktan sonra 3-5 dk. karıştırma yapılmalıdır. Uzun süre karıştırma heterojenleşmeye neden olur.

Çoğu ticari dökülebilir refrakterlerde yüksek alüminalı çimentonun hidrasyon suyu %3-10 arasında değişir. Fakat pratikte bunun iki katı su katılır. Fazla su akıcılığı sağlamak için gereklidir. Suyun bir kısmı, agreganın gözeneklerini doldurur. Bu durumda katı taneler süspansiyon halindedir ve süresizdir, su ise sürekli. Eğer gereğinden fazla su kullanılırsa daha ağır taneler yani agregalar dibe çöker ve yüksek alüminalı çimento dahil olmak üzere ince tanelerden ayrılır. Fazla su dökülebilir çamurun tepesinde toplanır. Suyun bu şekilde ayrılması sulanma olarak adlandırılır. Öte yandan suyun az olması hidrasyonun yetersiz kalmasına ve mukavemetin düşmesine neden olur (şekil 5.2). Su oranının az olması, çok olmasından daha zararlı ve risklidir. Noktalar arasındaki değişimin nasıl olduğu bilinmediğinden noktalar birleştirilmiştir(Topuz).



Şekil 5.2 Dökülebilir refrakterlerde basma dayanımının plastiklik suyuna bağlı değişimi

Katılaşmanın çok hızlı olduğu yaz aylarında dökülebilir refrakterler su ile karıştırıldıktan sonra güneş ışığı altında bırakılmamalıdır. Katılaşma sırasında açığa çıkan ısı, sıcaklığı yükseltir. Sıcaklık yükseldiği için reaksiyon hızlanır ve meydana gelen genleşme sonucu

çatlama riski ortaya çıkar. Böyle bir sorunla karşılaşmamak için döküm işleminden sonra refrakter betonun üzerine ıslak bez veya üstübu konur ve açığa çıkan ısı atılır. Beton yüzeyi rutubetini korumuş olur.

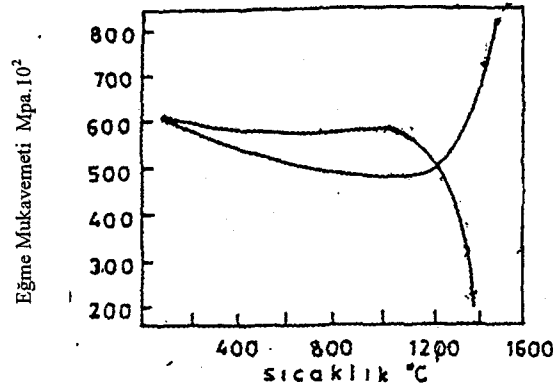
Katılaşma hızını sıcaklık, katılaşma zamanı ve çeşitli katkı maddeleri etkiler. Katkı maddeleri mukavemeti de önemli ölçüde etkiler. Hızlandırıcılar: Na, K ve Ca'un hidroksitleri, Na ve K'un silikatları, ağırlıkça %0.5-1 sülfatlar ve nitratlar, lityum tuzları, trietanolamit ve hidrate olmuş refrakter beton sayılabilir. Yavaşlatıcılar: Mg ve Ca'un hidroksitleri, Na, K, Ba, Mg ve Ca'un klorürleri, %0.25'in altında sülfatlar ve nitratlar, boraks, Pb tuzları, fosfatlar, glikoller, gliserin, şeker, un, selüloz, nişasta, deniz suyu örnek olarak sayılabilir (Topuz).

Katılaşma sırasında refrakter beton içinde su donarsa, hidratasyon reaksiyonları durur. Buzun oluşmasıyla meydana gelen mukavemet buzun erimesiyle düşer. Su donarken hacimce %9 artış gösterir. bu genleşme, katılaşmış kısmın yapısını bozar ve mukavemeti zayıflatır. Dökülebilir refrakterler, katılaşma öncesi ve katılaşma esnasında donmaya maruz bırakılmamalıdır.

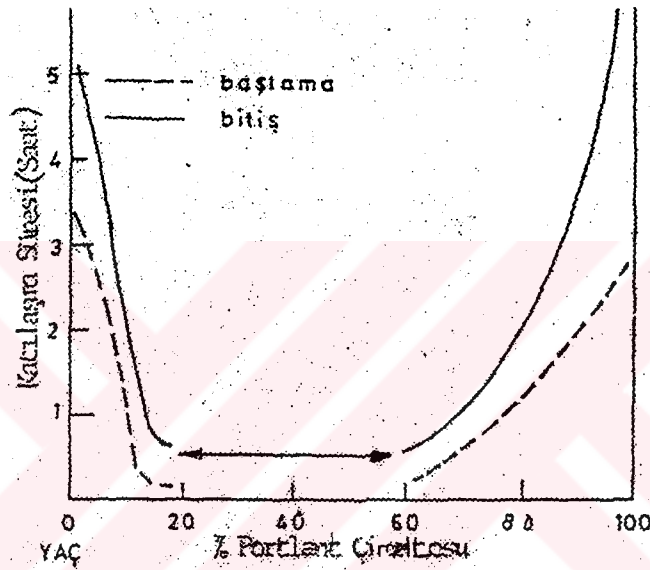
Yüksek alüminalı çimento kristal bağlı sularını 100-500°C'de kaybeder. Bu sıcaklık değeri soğuk mevsimlerde 100-200°C olur. Kurutma ile iç buhar basıncı yükselir, eğer kurutma sıcaklığı hızlı bir şekilde yükselirse su buharı basıncı da yüzeyde hızla yükselir ve patlamaya neden olur. Patlama sıcaklığı doğrudan katılaşma sıcaklığına bağlı olduğundan kurutma esnasında malzemelerin katılaşma sıcaklıkları göz önünde bulundurulur. 15°C'nin altında katılaşanlar 540°C'nin altında, 20°C'nin üzerinde katılaşanlar ise 1300°C'ye kadar çıkar(Lawlar).

Dökülebilir refrakterler kullanılacağı yerde pişirilirler. İlk ısıtma aynı zamanda pişirme yerine geçer. Bu ısıtma ile malzeme kristal bağlı suyunu kaybedeceği için çok yavaş yapılmalıdır. Dökülebilir refrakterin önemli avantajlarından biride geleneksel refrakterler gibi kullanım sıcaklığının üzerinde pişirilmelerine gerek olmayışıdır(Pundit).

Refrakterin oda sıcaklığında gösterdiği mukavemet soğuk mukavemet, sıcakta gösterdiği mukavemete ise sıcak mukavemet denir. 100-500°C arasında kristal bağlı su atıldığı ve bunun hemen ardından  $C_{12}A_7$  sıcaklıkla kaybolduğundan soğuk mukavemet düşer. Bu fazın azalmasını takiben  $CA$ ,  $CA_2$  fazları artar, 1000°C'nin üzerinde sinterlenme başlar ve buna bağlı olarak mukavemette artma olur. 1000°C'nin üstündeki sıcaklıklarda sıvı faz oluşumu başladığından (sıcak) mukavemet tekrar düşer.



Şekil 5.3 Dökülebilir refrakterlerin soğuk ve sıcak mukavemeti.



Şekil 5.4 Yüksek alüminalı çimento ve portlant çimentosu karışımlarının katılaşma zamanları

Eğme deneyi ASTM C 268'e göre yapılır. Eğme deneyi sırasında numunenin burulma momenti almaması gerekir, aksi takdirde eğme mukavemeti olması gerekenden düşük çıkar. Dökülebilir refrakterlerin pişme kısılması çok önemlidir ve kalite kontrol kriteri olarak kullanılır. 1480°C civarına kadar büzülme, bu sıcaklığın üzerinde şişme gösterir. plastik refrakterlerle karşılaştırıldığında pişme kısılması daha azdır.

## 5.2. Yüksek Alüminalı Çimentonun Refrakter Özellikleri

Refrakter beton en önemli refrakter malzemelerinden biri olması geniş bir sıcaklık aralığında gösterdiği performanstan anlaşılmaktadır. Refrakter beton 20 - 500°C arasında mukavemetinin bir kısmını kaybeder. Portland betonu bu sıcaklık aralığında bu özelliğini pek kaybetmez. (Neville, 1981). 500 - 800°C arasında ikisi karıştırılabilir. 1000°C üzerinde refrakter beton mükemmel direnç gösterirken portland beton rekabetten düşer.

Yüksek alüminalı çimento ile hazırlanan refrakter beton asitlere ve baca gazındaki asitlere iyi dayanım göstermektedir. Eğer  $900 - 1000^{\circ}\text{C}$ 'de pişirilirse kimyasal etkilere karşı direnç artar. Refrakter katılaşır katılaşmaz servis sıcaklığına getirilebilir, yani ön pişirme işlemine gerek yoktur.

Isı yalıtımı için  $950^{\circ}\text{C}$ 'ı geçmeyen uygulamalarda hafif beton üretilmektedir. Agregası olarak genellikle perlit kullanılmaktadır. Bu tip betonların yoğunluğu  $500 - 1000\text{kg/m}^3$  ve termal iletkenliği  $0,21 - 0,29\text{ J/m}^2\text{s}^{\circ}\text{C}$  kadardır (Yaman, 1994).

Refrakter betonun birinci pişiriminde yapıdan uzaklaşan su bir miktar büzölmeye neden olur. Bu büzölme daha yüksek sıcaklıklarda meydana gelen uzamaya yakın olduđu için net boyutsal değışim (agregaya bağı) çok az olmaktadır. Fakat soğuma aşamasında termal büzölme nedeniyle parçalar arası çok az açılma olacaktır. Refrakter beton termal şoklara oldukça iyi dayanım gösterir.

### 5.3. Yüksek Alüminalı Çimentonun Kimyasal Analizi

Berl ve Löblein'in en kaliteli çimento için vermiş olduđu oranları Çizelge 5.3.1'de verilmiştir.

Çizelge 5.1 Kaliteli çimentonun bileşim aralığı

| Bileşimi                | %     |
|-------------------------|-------|
| $\text{SiO}_2$          | 0-12  |
| $\text{Al}_2\text{O}_3$ | 45-70 |
| $\text{CaO}$            | 28-47 |

Çizelge 5.2 Biehl'in CA çimentosu için verdiği bileşim aralığı

| Bileşimi                | %     |
|-------------------------|-------|
| $\text{SiO}_2$          | 5-10  |
| $\text{Al}_2\text{O}_3$ | 35-55 |
| $\text{CaO}$            | 35-45 |
| $\text{Fe}_2\text{O}_3$ | 5-15  |
| $\text{TiO}_2$          | 1-3   |

Richter ise  $\text{SiO}_2$  oranının %6 ve  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  oranının da %15'den fazla olmaması gerektiğini savunmuştur.

Endell, Agde ve Klemn ile bir çok yardımcıları yüksek dayanımlı yüksek alüminalı çimentoda benzer bileşimlerin oranlarını Rankin diyagramında yerleştirmeye gayret etmişlerdir. (Robson, 1962)

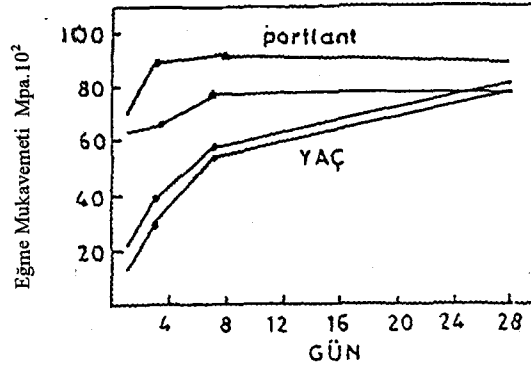
Pratikte yüksek alüminalı çimentonun silis oranı %5'den düşük olduğunda yaklaşık %60 CA, %10  $\text{C}_2\text{S}$  ve düşük miktarlarda  $\text{C}_2\text{AS}$  içerdiğini görürüz. Silikası yüksek çimentolarda %15-25  $\text{C}_2\text{AS}$  ve birazda  $\text{C}_2\text{S}$ , genelde üçlü ötektik CA -  $\text{C}_2\text{AS}$  -  $\text{C}_2\text{S}$  de bulunur.

#### 5.4. Yüksek Alüminalı Çimentonun Fiziksel Özellikleri

Alçı, kireç, portlant çimentosu ve organik maddeler yüksek alüminalı çimentonun katılaşma süresini önemli derecede etkiler. Bu nedenle katılaşma zamanını ayarlamak için katkı maddeleri katılmaktadır. Yüksek alüminalı çimento ve portlant çimentosunun katılaşma zamanları birbirine çok yakındır.  $\text{C}_3\text{A}_3$  birkaç dakikada katılaşır fakat işlenebilmeyi kötüleştirir. CA oldukça yavaş katılaşır. Yüksek alüminada C/A oranı arttıkça katılaşma hızı artar. Yapıda cam faz oranının artması katılaşma hızını düşürür.

Eğer iki çimento karıştırılırsa, katılaşma zamanı, oranlarına bağlı olarak kısalmır. %20-60 arası portlant çimentosu içeren karışımlar çok hızlı katılaşır(şekil 5.5). Portlant çimentosunda açığa çıkan kireç, yüksek alüminalı çimentodaki CA ile birleşerek  $\text{C}_4\text{A}$  hidratları meydana getirir. Bu da katılaşma hızını artırır. Alçının CA ile birleşmesi, geciktirici etkinin ortadan kalkmasına neden olur, ve böylece hızlı katılaşan çimento elde edilmiş olur(Bargel). Su girişini önlemek için veya gelgitler arasındaki geçici konstrüksiyonlar için hızlı katılaşan çimentolar büyük bir önem arz eder. Fakat bu betonların mukavemetleri oldukça düşüktür. Uygulamada iki çimento birbiriyle temas etmemelidir. Eğer yüksek alüminalı çimento önce dökülmüşse 24 saat sonra diğeri, portlant çimentosu önce dökülmüşse 3-7 gün sonra diğeri dökülmelidir. Yüksek alüminalı çimento alüminalı çimento üretilirken hammaddenin tamamı eritilmektedir. Bu nedenle yüzeyi portlant çimentosundan daha düzgündür(Bargel).

Yüksek alüminalı çimento mukavemetinin zamana bağlı değişimi konusunda farklı görüşler vardır. Neville'ye göre ilk 6-8 saat içinde yeteri kadar mukavemet kazanır, ilk 24 saatte maksimum mukavemetin %80'ine erişir. Başka bir literatüre göre de yüksek alüminalı çimentonun mukavemeti portlanta göre daha yavaş artış göstermekte ve 4 hafta sonraki mukavemetleri birbirine çok yakın olmaktadır(Lawlar). Ancak birbirleriyle karıştırıldıklarında bu mukavemet değeri diğerlerine kıyasla oldukça düşüktür.



Şekil 5.5 Yüksek alüminalı çimentoda ve portland çimentosunda eğme mukavemetinin zamana bağlı değişimi

#### 5.4.1. Renk

İçerdiği boksit türüne göre renklerde değişiklik görülmektedir. Çimento tozunun rengini, içerdiği demir bileşimlerinin oksidasyon durumu ve miktarı belirlemektedir. Düşük demir içeriklilerin rengi açıktır. Yüksek alüminalı çimentonun potansiyel dayanımıyla renginin alakası yoktur (Robson, 1962).

#### 5.4.2. Yoğunluk

Yüksek alüminalı çimento da yoğunluk  $3 - 3,25 \text{ gr./cm}^3$  arası değişmektedir. Demir içeriklilerin yoğunluğu yaklaşık  $3,7$ 'den  $4 \text{ gr./cm}^3$ 'e kadar değişir. Alumina ve silis oranı %3'den düşük olmalıdır ve yüksek alüminalı çimentoların yoğunlukları içerdikleri demiroksitle yakından ilgilidir. Termal iletkenlik yoğunluğa bağlı olarak artar. Bu değişim genellikle paraboliktir (Wallace, 1968).

## 6. DÖKÜLEBİLİR REFRAKTERLERİN KULLANILDIĞI YERLER

Demir-çelik endüstrisi, demir dışı metal üretimi, petrol ve petrokimya sanayi, cam ve çimento sanayinde, çekirdekli ve çekirdeksiz indüksiyon ocaklarında kullanılmaktadır. Petrokimya sanayiinde çok yüksek duvarlara dökülebilir refrakter uygulanmaktadır. Aynı duvarlara şekilli tuğla uygulanmasında çok büyük zorluklar vardır. Dökülebilir refrakterler, uygulama hızının yüksekliği, maliyeti ve uygulama alanındaki esnekliği nedeniyle diğer refrakterlere nazaran caziptir. Bir fırın astarı, ticari tuğla astarlama aşamaları olmaksızın bir günde tatbik edilebilir. Kalifiye işçiye daha az gereksinim vardır.



## 7. “X” IŞINLARIYLA YÜKSEK ALUMİNALI ÇİMENTO’NU FAZ ANALİZİ

Yüksek alüminalı çimentonun faz kompozisyonunun tam olarak bilinmesi çimentonun üretimi ve yeni çimento tiplerinin geliştirilmesi açısından büyük önem taşır. Faz kompozisyonunun belirlenmesinde kullanılan en uygun yöntem x-ışınları toz difraksiyon yöntemidir. Bu yöntemin daha geniş alanda ve daha güvenilir sonuçlar vermesi için sentetik cüruf mineraller kullanılmaktadır. Silikon dahili standartlarda katılır. Kalibrasyon eğrileri, çok sayıda fazın uç referans noktaları hesaba katılarak oluşturulmuştur:  $CA_2$ ,  $CA$ ,  $C_{12}A_7$ ,  $\alpha$ -corundum ve  $C_2AS$  fazlarına detaylı ve özenle uygulanan metotlar sayesinde, kontrol testleri birçok endüstriyel cüruflara da uygulanabilmiştir. Bu incelemelerin ışığı altında, kimyasal kompozisyon göz önünde bulundurularak, prosedür olabildiğince düzeltilmiştir.

Çimento cürufunun kompozisyonunun tam olarak bilinmesi çok önemlidir. Faz kompozisyonunun belirlenmesinde kullanılan, optik mikroskop; x-ray toz difraksiyonu ve seçici eritme gibi yöntemler ilk başta portlant çimentosu cüruflarında kullanılmıştı. Portland çimentosunun faz analizi hemen hemen yüksek doğruluk derecesindeki metotlara uygun hale getirildiğinde yüksek alüminalı çimentonun faz kompozisyonunun belirlenmesinde henüz çok az yol kat edilmişti.

Yüksek alüminalı çimento içinde hidrolik bağlayıcı bileşenleri ihtiva eder. Bunların başlıcaları düşük temelli kalsiyum alüminat ( $CA_2$ ,  $CA$ ,  $C_{12}A_7$ ) sementit bileşenleridir. Bunlar aynı zamanda  $SiO_2$ ,  $Fe_2O_3$  ve  $TiO_2$  de içerir. Çimento başlıca ana bileşen olarak  $CaO$  ve  $Al_2O_3$  içerir ki bu da yüksek alüminalı refrakter çimentosu olarak anılır.

Yüksek alüminalı çimentonun kimyasal kompozisyonu üzerine ilk referans 1846’da Vicat tarafından oluşturulmuştur.(Russel)

## 8. REFRAKTERLERİN ULTRASONİK YÖNTEMİYLE TAHRİBATSIZ MUAYENESİ

Ultrasonik yöntem, iç yapı hatalarını tayin edilmesinde etkin bir yöntemdir. Ultrasonik hız ile basma dayanımı ve diğer özellikler arasında ilişki kurulabilmektedir. Bu ilişkiler hem ateş tuğlası hem de diğer refrakterler için geçerlidir. Metot, refrakterleri üretim sırasında ve konstrüksiyonda kullanılmadan evvel kontrol etmeye yarar. Çeşitli refrakterler üzerinde sonik hızla diğer fiziksel özellikler arasında istatistiksel olarak önemli ilişkiler kurulmuştur. Bu yöntem, tuğlanın iç yapı hatası içerip içermediğini açık bir şekilde ortaya koyar.

İnsan kulağı 20Hz-20kHz arasındaki frekansları işitebilmektedir. 20kHz'den daha yüksek frekanslı dalgalara ultrasonik dalgalar denir. Ultrasonik dalgalar genellikle piyezoelektrik malzemelerle üretilir. Bu malzemeler, elektrik akımı uygulandığında fiziksel boyut değişimi gösterir. Elektrik enerjisinin mekanik enerjiye dönüşümü piyezoelektrik olay olarak adlandırılır. En fazla kullanılan kristal kuvarstır. Ses dalgaları ile tahribatsız muayene yöntemi çok eskilere dayanır. Eski uygarlıklar toprak kaplara vurarak, çıkan sestten çatlak olup olmadığını anlamaya çalışmışlardır.

Beton ve ahşap gibi heterojen malzemeler için 20-250kHz frekanslar kullanılır. Beton muayenesinde 54kHz, refrakter muayenesinde 150kHz ve metal muayenesinde 0,5-10MHz frekans kullanılmaktadır.

Seramik malzemelerde özellikleri etkileyen en önemli parametrelerden birisi porozitedir. Porozite ile mukavemet, elastiklik modülü, ultrasonik hız arasında ilişki kurulmaktadır. Boyuna dalganın hızı şu formülle hesaplanır.

$$V = \sqrt{\frac{(1-\nu)}{(1+\nu)(1-2\nu)}} \cdot \sqrt{\frac{E}{d}} \quad (8.1)$$

$$E = E_0 \exp(-bP)$$

$$d = d_0(1-P)$$

Sıfır indisli semboller, gözeneksiz malzeme özelliklerini gösterir. E:elastiklik modülü, P:porozite,  $\nu$ :poisson oranı ve d:yoğunluktur. Ultrasonik hız yukarıdaki formülден anlaşılacağı üzere poroziteye bağlı olarak değişmektedir. Morcast 145 dökülebilir refrakterlerin, hem kurutulmuş hem de 1350°C'de pişirilmiş durumda basma dayanımı ve

ultrasonik hız arasındaki ilişki araştırılmış ve iki durumda da doğrusal ilişki kurulmuştur. Kurtulmuş ve pişirilmiş numunelerde ultrasonik hız farklılık göstermiştir.(Yaman)

### 8.1. Ultrasonik Yöntemle Muayene ve Önemi

Duyulabilir ses dalgaları eski zamanlardan beri malzeme muayenesinde kullanılmıştır. Özellikle seramik parçalarda parçaya vurulduğu zaman çıkan sestten parçada bir hata (örneğin bir çatlak) olup olmadığı anlaşılabilmektedir. Demiryolcular, balyozla demir yoluna vurarak muayene yapmaktadırlar. Ultrasonik yöntem X-ışınları yerine veya onunla birlikte kullanılmaktadır (Krantkramer, 1977). Metalik malzemelerde ultrasonik muayene yöntemi, dalganın hareketi doğrultusuna dik boşluklara, laminasyonlara hassastır. Oysa X-ışınları, ışınların hareket doğrultusuna paralel boşluk türü hatalara daha hassastır. Bir parça geometri sınırlaması nedeniyle, sadece bir doğrultuda muayene ediliyorsa bu son cümle çok önemlidir. Ultrasonik dalganın bir ortamda yayılma hızı o ortamın yoğunluğuna ve elastiklik özelliklerine bağlıdır. Ultrasonik hız, frekanstan etkilenmez fakat dalga boyu ile frekans arasında ters orantılı bir ilişki mevcuttur. Bundan dolayı ultrasonik hız genellikle malzemelerin özelliklerine bağlıdır ve bu hızın ölçülmesi işlemi ile malzemenin özelliği hakkında bilgi edinilmesi söz konusu olur.

Bir malzemenin kalitesi bazen bu plastik özelliklere bağlı olarak, dolayısıyla ultrasonik hızla bağlı olarak değişir. Bu nedenle seramiklerde ultrasonik hız, kalite kontrol amacı ile kullanılmaktadır (PUNDIT). Tahribatlı deneylerde numuneler kullanılmaz hale gelirler, ilave olarak laboratuvar masrafları da gelmektedir. Tahribatsız ultrasonik muayenede parçalar kırılmadığı gibi fazla zaman almadığından laboratuvar masrafları da en aza inmektedir.

Son yıllarda endüstriyel refrakterlerin ultrasonik yöntemlerle muayenesi, ürün özelliklerini, kalitesini ve üniformluğunu ortaya koymak genel bir olay haline gelmiştir (Aly, 1985). Kullanım kolaylığı, cihazın portatif oluşu, kullanım alanını daha da yaygınlaştırmaktadır. Tahribatsız muayene yöntemlerinin gelişmesini sağlayan nedenler:

- a) Parçaların hafifletilmesi nedeni ile tasarlanabilecek en ince kesite ulaşılması,
- b) Belirli bir kademede hatayı belirleyip, müteakip işçilik masraflarının minimuma indirilmesi,
- c) Kazaları ve sistemin durmasını önlemek (Topuz, 1993).

Ultrasonik yöntem sadece malzeme içindeki hataları ortaya koymakla kalmaz, aynı zamanda malzemenin kalitesi ve homojenliği hakkında da bilgi verir (Uygur, 1976). Önceden diyagram çizilmişse, seramiklerde mukavemet tayin etmek, mümkündür. Kalite üzerine en iyi istatistik bilgi ancak tahribatsız yöntemle sağlanabilir (Russel, 1984)

20 – 250 KHz frekanslı cihazlar, seramik, refrakter, ahşap, beton, jeolojik numuneler, karbon elektrot, bazalt, granit ve dökme demir muayenesinde kullanılabilirler. Ultrasonik hız ile malzeme mukavemetlerini güvenle tayin edebiliriz. Bazı ürünlerin özelliklerinin birbirlerine yakın olup olmadıkları kontrol edilebilir. Bu tür muayenelerde oldukça ekonomik bir yöntemdir. B.S.1881; bölüm 203; 1986 ve ASTM C 597 – 83'e uygun ultrasonik cihazlar (PUNDIT) en fazla beton muayenesinde kullanılmaktadır. Seramik malzemenin homojenliğini, bir parti içindeki parça özelliklerinin birbirine yakın olup olmadığını, refrakter beton gibi malzemelerde, hidrasyon gibi reaksiyonlarla özelliklerin zamanla değişip değişmediği saptanabilir. Betonda ve refrakter mamulde donma ve kimyasal olaylardan etkilenme belirlenebilir. Ultrasonik yöntem x-ışınları yerine veya onunla birlikte kullanılabilir. Metalik malzemelerde ultrasonik muayene yöntemi, dalganın hareket doğrultusuna dik boşluklara, laminasyonlara hassastır. Oysa x-ışınları, ışınların hareket doğrultusuna paralel boşluk türü hatalara daha hassastır.

Şekli refrakterlerin ultrasonik yöntemle tahribatsız muayenesinin güvenilirliği ispatlanmıştır. Ultrasonik dalgaların gecikmesi, yani dalgaların geçiş süresinin uzaması, bazı tip hataların veya süreksizliğinin, örneğin boşluk veya laminasyon hatasının olduğunu gösterir. Sonik yöntem iç laminasyonların yanında düşük yoğunluk bölgeleri ve diğer yapı hatalarını ayırmamızı sağlar. Endüstriyel refrakterlerin ultrasonik yöntemle tahribatsız muayenesi konusunda pek çok makale sunulmuştur. Son yıllarda ultrasonik hız ölçümüyle konusu diğerlerine nazaran önem kazanmıştır. Semler, termal şoka maruz kalmış yüksek alüminalı refrakterlerde mukavemet azalması ve hasar ilişkisinin bu yöntemle bulunmasını araştırmıştır. Başka bir araştırmada, sürekli döküm boşaltma borusu üzerinde yapılmış, ultrasonik hızla yoğunluk ve porozite arasındaki ilişki incelenmiştir. Gelen numunelerin tümü kabul-ret testinden geçirilmiştir.

Belirli kalınlığa sahip bir malzemeye, parça kalınlığının yarısı veya n katı olan ses dalgaları uygulanırsa parça kendi doğal frekansı ile titreşir. Bu frekanstan öz titreşim ve parça boyutlarından giderek dinamik elastiklik modülü bulunur.

## 8.2. Ultrasonik Dalgaların Özellikleri

Frekans 16Hz altında ise ses-altı, 16Hz – 16 KHz ise akustik veya ses, 16 KHz'den büyükse ultrasonik dalga denir. Metal malzemelerin muayenesinde 0.5 – 20 MHz (Gür, 1999), seramik malzemelerde ise 20 – 250Khz frekanslı cihazlar (Pundit katalogu) kullanılmaktadır. Kristal yapılarda atomlar belirli bir düzene göre sıralanmışlardır. Elastiklik sınırının altında kuvvet etkisiyle malzemelerin yay gibi şekil değiştirebildikleri bilinmektedir. Ultrasonik probta

retilen dalgalar, malzeme iinde belirli bir hızla, doęrusal olarak yayılırlar. Metrelerce yol kat etseler bile ok az zayıflarlar ve bu ynyle x-ıřınlarından ayrılırlar.

Ultrasonik dalgalar hareket doęrultusunda rastladıkları ok kk bořluklardan bile yansırar ve osiloskop ekranında hata piki olarak grnt verirler. Fakat bu kurallar seramik ve beton malzemelerde geerli deęildir, nk bu tip malzemelerde dřk frekanslar kullanılır. zellikler bu malzemelerde de ultrasonik hızın llmesiyle belirlenir.

Kristal yapılar da atomlar belirli bir dzene gre sıralanmıřtır. Elastiklik sınırının altında kuvvet etkisiyle malzemelerin yay gibi řekil deęiřtirdikleri bilinmektedir. Ultrasonik probda retilen dalgalar, malzeme iinde belirli bir hızla yayılırlar (Yaman).

Ultrasonik hız "yol/zaman" formlyle bulunur. Elektrięi ultrasonik dalgaya eviren paraya verici prob, ultrasonik dalgayı elektrik akımına eviren paraya ise alıcı prob denir. Bunlar piyezoelektrik kristalleridir. Ultrasonik dalganın verici prob dan alıcı proba gidinceye kadar geen sre ekrandan okunur. Cihaz alıcı prob, verici prob ve hızlı bir saatten ibarettir. Ultrasonik dalga para iinden geer ve dięer taraftaki alıcı proba ulařır. Bunun yanında tek problu ultrasonik cihazlarda mevcuttur. Doęrudan gnderme metodu en tatmin edici olanıdır. nk verici probdan ıkan dalga doęrudan alıcı proba gitmektedir. İndirekt gnderme metodunda ultrasonik dalga demeti muayene edilmekte olan malzemedeki sreksizlikten dolayı daęılma gsterir. Direkt metotla karřılařtırıldıęında hassasiyet farkı %1-2 kadardır. Ultrasonik yntemle beton, ařřap, seramik, refrakter, karbon, elektrot, dkme demir muayenesi, BS1881 blm 203 ve ASTM C597-83'e gre yapılır.

Ultrasonik dalgaların hareket doęrultusu hangi ynde ise atom ve molekller buna dik doęrultuda titreřirler. Bunun nedeni, titreřimin hareket doęrultusuna dik doęrultudaki kayma gerilimleriyle gerekleřmesidir. Sıvı ve gazlarda enine dalgalar asla meydana gelmez. Bir malzemedeki enine dalgalar, boyuna dalgalardan daha yavař ilerler.

Boyuna dalganın bir bořluęa arptıęını dřnelim. Hareket doęrultusuna dik dzlemde proba doęru geri yansıma olurken dięer yzeylelere arpanlar, yzeyle belirli bir aı yapacak řekilde evreye saılırlar. Bu saılan dalgalar, bařka bořluklara arparak bořluk evresini dolařarak ilerlemeye devam ederler. Eęer bořlukların evresinde ilerleme olanaęı olmasaydı, gzenekli seramikleri ultrasonik yntemle muayene olasılıęı olmazdı. Ultrasonik dalgalar bořluęa arptıklarında evreye saıldıklarından hareket doęrultusunda enerji kaybederler. Buna soęurulma denir. Bu olay, plastiklerde ok ciddi hissedilirken seramik ve metalik malzemelerde az hissedilir. Dalga yayılma hızındaki deęiřmenin ve zayıflama katsayısının

ölçülmesiyle, metalik malzemelerde mikroyapı, mekanik özellikler, kalıntı gerilmeler ve malzeme yoğunluğu hakkında bilgi edinilmektedir (Yaman).

Malzemenin, ultrasonik dalgaların yayılmasına karşı gösterdiği dirence akustik empedans denir. Yoğunluk ve ultrasonik hızın çarpımına eşittir. Farklı akustik empedansa sahip iki bölgenin ara yüzeyine çarpan dalgaların bir kısmı geri yansır, bir kısmı ise yoluna devam eder. Empedanslar arasındaki fark fazla ise yansıyan miktar artar.

Düz camın akustik empedansı  $1,44 \cdot 10^6 \text{ g/cm}^2\text{s}$ , boyuna ultrasonik hızı 1110m/s, enine hızı 1660m/s'dir. Havanın akustik empedansı  $0,0004 \cdot 10^6 \text{ g/cm}^2\text{s}$ 'dir. Cam-hava ara yüzeyinde yansıyan dalga'nın yüzdesini hesaplırsak %100 bulunur. Cam içinde hareket etmekte olan dalgalar hava boşluğuna veya parça kenarına gelirse, tamamı geri yansır, havaya geçen olmaz.

Refrakter beton, inşaat betonu ve bir çok seramik malzemede birden fazla faz bulunmaktadır. Refrakter beton ve inşaat betonunda agrega ve bunların çevresini saran, ikinci faz dediğimiz çimento bulunmaktadır. Agregalar çok çeşitlilik gösterir. Çimento oranı düşük olmakla beraber, agreganın çevresini sardığı için malzeme özelliklerinde etkin bir rolü vardır. Çimento ve agregaların akustik empedansları farklı olduğuna göre, bu malzemede ultrasonik hız defalarca birinden diğerine geçmek zorunda kalacaktır. Her fazda ultrasonik hız farklılık gösterecektir. Seramik malzemelerde önemli oranda gözenek bulunmaktadır. Ultrasonik dalgalar bu boşluklardan saçılırlar ve birinden diğerine yansıyarak yollarına devam ederler. Boyuna dalgaların etkin olduğu yerde atom düzlemleri sıkışırken, diğer yerlerde, dalga boyunun büyüklüğüne göre yer yer seyrekleşme sıkışma meydana gelmektedir. Çoğu standart straight – beam (direkt tip) problemleri, boyuna dalgaları gönderir ve geri yansıyanları algılar. Bu olay atomların birbirine yaklaşabilmesi ve uzaklaşabilmesi ile ilgilidir. Seramiklerde daha çok boyuna dalga esasına göre çalışan problemler kullanılır.

Atom veya moleküller, ultrasonik dalgaların hareket doğrultusuna dik yönde titreşirler (Krantkramer). Çünkü titreştirme, hareket doğrultusuna dik doğrultudaki kayma gerilmeleriyle gerçekleştirilmektedir. Sıvı ve gazlarda enine dalgalar asla meydana gelmez. Bir malzemedeki enine dalgalar boyuna dalgalardan daha yavaş ilerler.

Hareket doğrultusuna dik düzlemlerden proba doğru geri yansıma olurken diğer yüzeylere çarpanlar, yüzeyle belirli bir açı yapacak şekilde çevreye saçılırlar (Krantkramer). Bu saçılan dalgalar, başka boşluklara çarparak boşluk çevresini dolaşarak ilerlemeye devam ederler. Eğer boşlukların çevresinde ilerleme olanağı olmasa idi, gözenekli seramikleri ultrasonik yöntemle muayene etme olanağı olmazdı. Ultrasonik dalgalar boşluğa çarptıklarında çevreye

saçıldıklarından hareket doğrultusunda enerji kaybederler. Bu olay soğurulmadır. Bu olay, plastiklerde çok ciddi hissedilirken seramik ve metalik malzemelerde az hissedilir. Dalga yayılma hızındaki değişimin ve zayıflama katsayısının ölçülmesiyle, metalik malzemelerde mikroyapı, mekanik özellikler, kalıntı gerilmeler ve malzeme yoğunluğu hakkında bilgi ifade edilmektedir. Topuz (1999) ultrasonik hızlardaki gerilmenin nasıl hesaplandığını vermiştir.

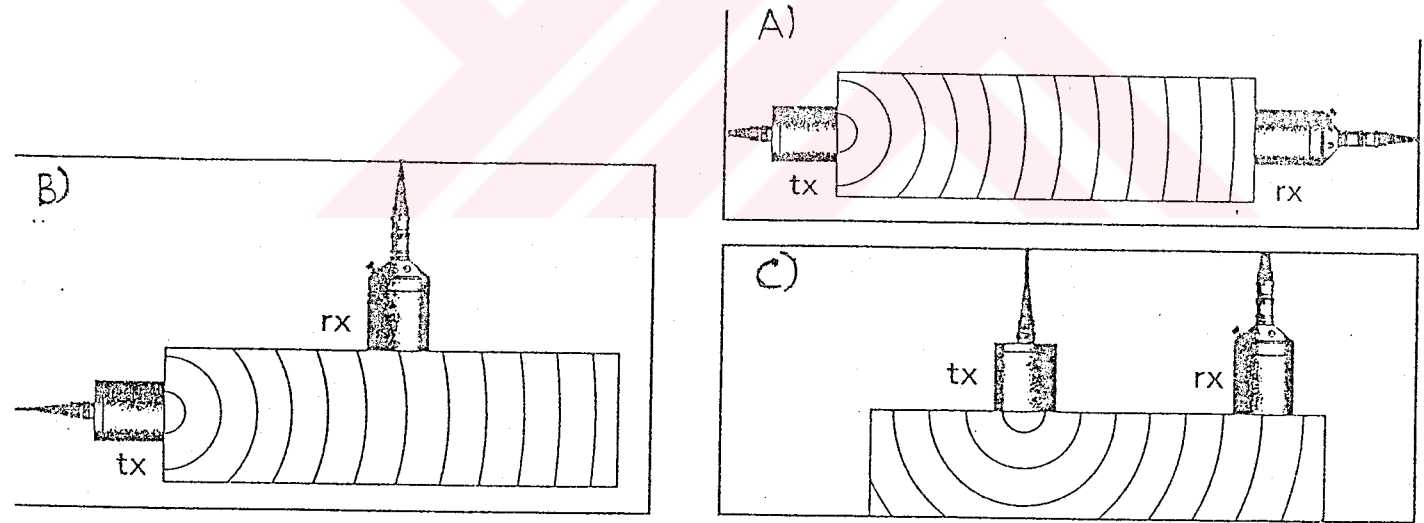
### 8.3. Problemlerin Yerleştirilme Şekilleri ve Ölçüm

Ultrasonik dalgaları parça üzerine göndermeye yarayan cihaza prob adı verilir. Seramiklerin muayenesinde çift problu ultrasonik cihazlar kullanılır. Bir probdan çıkan ultrasonik dalga diğerine ulaştığında geçiş zamanı mikrosaniye olarak cihaz tarafından saptanır. Ultrasonik dalganın takip ettiği yol bilindiğine göre;

$$\text{Ultrasonik Hız [m/s]} = \text{Yol [m]} / \text{zaman [s]} \quad (8.2)$$

formülünden hız bulunur. Problemler, muayene edilecek parçaya üç şekilde yerleştirilmektedir.

- A) Direkt yöntem
- B) Yarı direkt yöntem
- C) İndirekt yöntem



Şekil 8.1 Ultrasonik cihaz problemlerinin yerleştirilme şekilleri.

Metalik malzemelerde ultrasonik dalga frekansı çok yüksek olduğu için minimum hata boyu çok düşüktür. Bu nedenle, ultrasonik dalganın, metal malzemeye geçebilmesi için yüzeyin çok düzgün olması gerekmektedir. Buna rağmen metal malzemelerin muayenesinde dalganın parçaya geçebilmesi için kuplaj malzemesi olarak vazelin kullanılır. Seramik malzemelerin muayenesinde kullanılan frekanslar düşüktür, minimum hata boyu göreceli olarak daha

yüksektir. Bu nedenle seramik malzemelerin yüzeyleri metal malzemeler kadar pürüzsüz olmak zorunda değildir. Bununla beraber dalganın seramik parçaya geçebilmesi için kuplaj malzeme kullanma zorunluluğu vardır. Burada da metalik malzemelerde olduğu gibi vazelin kullanılmaktadır. Fakat seramik malzemelerin yüzeyleri çok pürüzlü ve gözenekli olduğu için vazelin yüzeyden temizlemekte zorluklar vardır. Vazelin yüzeyden temizlenmediği takdirde, pişme sırasında yanar ve duman çıkartır. Bunu önlemek için karbon tetra-klorür ile vazelin yüzeyden temizlenir. Problar, iyi bir akustik temas sağlayacak şekilde, 50mm çapında , 0.05mm kalınlığında alüminyum folyo üzerine, folyo da parça üzerine bastırılarak muayene yapılabilir. Prob eksenini doğrultusunda en az 0.3MPa yük uygulanmalıdır. Uygulanan basınç çok artırılırsa en fazla 0.1 – 0.2 mikrosaniyelik bir düşüş olmaktadır. Bazı uygulamalar için vazelin yerine çok ince nylon kaplama önerilmektedir.

Bir malzemenin, ultrasonik dalgaların yayılmasına karşı gösterdiği direnç akustik empedans denir. Yoğunluk ve ultrasonik hızın çarpımına eşittir. Farklı akustik empedansa sahip iki bölgenin arayüzüne çarpan dalgaların bir kısmı geri yansır, bir kısmı yeni ortamda yoluna devam eder. Empedanslar arasında fark fazla ise yansıyan miktar artar (Gür, 1999). Düz camın akustik empedansı  $1.44 \times 10^6 \text{ g/cm}^2 \cdot \text{s}$ , boyuna ultrasonik hızı 1110m/s, enine ultrasonik hızı 1660m/s'dir. Havanın akustik empedansı  $0.00004 \times 10^6 \text{ g/cm}^2 \cdot \text{s}$ 'dir. Cam – hava arayüzünde yansıyan dalganın yüzdesini hesaplarsak %100 bulunur. Cam içinde hareket etmekte olan dalgalar hava boşluğuna veya parça kenarına gelirse, tamamı geri yansır, havaya geçen olmaz.

Refrakter beton ve betonda ve pek çok seramik malzemede birden fazla faz bulunmaktadır. Refrakter beton ve betonda agrega ve bunların çevresini saran ve ikinci faz diyebileceğimiz çimento bulunmaktadır. Agregalar çok çeşitlilik göstermektedirler. Çimento oranı düşük olmakla birlikte, agreganın çevresini sardığı için malzeme özelliklerinde etkin rol oynamaktadır. Çimento ve agregaların akustik empedansları farklı olduğuna göre, bu malzemelerde ultrasonik hız defalarca birinden diğerine geçmek zorunda kalacaktır. Her fazda ultrasonik hızda farklı olacaktır. Seramik malzemelerde önemli oranda gözenekte bulunmaktadır. Ultrasonik dalgalar bu boşluklardan saçılırlar. Birinden diğerine saçılarak yollarına devam ederler.

#### 8.4. Ultrasonik Yöntemle Tayin Edilebilecek Minimum Hata Boyutu

Metal malzemelerin ultrasonik yöntemle muayenesini anlatırken saptanabilecek minimum hata boyu için Bargel (1985) dalga boyunun yarısı derken, Krautkramer dörtte biri demektir.

Bargel (1985) elikte ultrasonik hıız 6000m/s, cihaz frekansını 3 MHz olarak minimum hata boyutunu 1mm bulmuştur.

Perlitli dökülebilir refrakterlerde ultrasonik hız 800 m/s'ye kadar düşmektedir (Yaman, 1995). 150 Khz'lik cihaz kullanıldığı takdirde minimum hata boyu 2.7mm'dir. Dökülebilir refrakterlerde ultrasonik hız 3400 m/s'ye (Yaman, 1995) kadar çıkmaktadır. Buna göre minimum hata boyu 11.3mm'dir.

Ultrasonik dalga minimum hata boyundan daha küçük hatalardan etkilenmez. Metalik malzemelerde minimum hata boyutundan daha küçük hatalar geri yansımaz. Seramik malzemelerde ultrasonik hızda bir düşüş yaşanmaz. Seramik malzemelerde porozitenin büyüklüğü kadar, porların dağılımı da önem kazanmaktadır.

20 kHz'den daha yüksek frekanslı dalgalara ultrasonik dalga denir. Metal malzemelerin muayenesinde genellikle 0.5-10 MHz frekanslı dalgalar kullanılır. Seramik, refrakter ve beton malzemelerin muayenesinde ise 20-250 kHz frekanslı dalgalar kullanılır. Frekans arttıkça daha kolay demet haline getirilebilir [Bangel].

Metalik malzemelerde ultrasonik dalga, malzeme içindeki kusurlardan yansımaktadır. Buna bağılı olarak hata büyüklüğü ve yeri tayin edilebilmektedir. Saptayabileceğimiz minimum hata boyu,

$$d > \frac{V}{4f}$$

$$V : \text{Ultrasonik hız} \quad [\text{m/s}] \quad (8.2)$$

$$f : \text{frekans} \quad [\text{Hz}]$$

formülünden saptanmaktadır. Bu değır dalga boyunun dörtte biri demektir. Oysa katalog dalgaboyu yarısı demektir

Çizelge 8.1 Seramiklerde ve çeliklerde, frekans, ultrasonik hız ve saptanabilecek minimum hata boyutu arasındaki ilişkileri. (Yaman1995, Topuz1993)

|                     | $f$<br>frekans | Ultr.hız<br>$V$ (m/s) | $\lambda$<br>dalga boyu<br>(mm) | Minimum<br>Hata boyu<br>(mm) |
|---------------------|----------------|-----------------------|---------------------------------|------------------------------|
| Çelik               | 10 MHz         | 5900                  | 0.6                             | 0.15                         |
|                     | 4 MHz          |                       | 1.5                             | 0.37                         |
|                     | 0.5 MHz        |                       | 1.2                             | 2.95                         |
| Seramik<br>ve Beton | 150 kHz        | 3500                  | 23                              | 11.5                         |
|                     | 55 kHz         |                       | 64                              | 32                           |

Çizelge 8. 1.'den görüldüğü gibi yüksek frekanslı ultrasonik dalgalarla çok küçük hatalar tespit edilebilmektedir. Fakat, içinde yüksek oranda boşluk içeren seramiklerde yüksek frekanslı ultrasonik dalgalar kolayca saçılır ve sinyal alınamaya bilir [Topuz]. Bu nedenle seramik muayenesinde daha çok 150 kHz frekanslı ultrasonik dalga kullanılır. Göreceli olarak daha düşük frekanslı olduğu için tespit edilebilecek minimum hata boyutu artmıştır. Başka bir deyişle, daha büyük hataları dolaşarak ilerleyebilirler. Fakat bu dalgaların aşabileceği gözeneklerin boyutu da sınırlıdır. Bazı inşaat malzemeleri daha heterojen olduğu için 55 kHz frekanslı ultrasonik cihaz kullanılır. Her iki cihaz için, ultrasonik dalga hızı 3500 m/s olan malzemeler için dalga boyu ve minimum hata boyu Çizelge 8.4.1'de verilmiştir.

Yüksek alüminalı çimento  $\text{CaO} - \text{Al}_2\text{O}_3$  bileşiklerini içermektedir, içerdiği yüksek alumina oranı nedeniyle, alüminalı çimento, kalsiyum aluminat, refrakter beton olarak da anılır.

Kalsiyum alüminatı ilk olarak 1876'da Vicat keşfetmiştir fakat refrakter olarak kullanılması son zamanlarda gerçekleşmiştir. İlk ticari yüksek alüminalı çimentoysa 1913'te Lafarge tarafından piyasaya sürülmüştür.

Monolitik refrakterlerin kullanımı çeyrek asırlık bir zamanı kapsar. Refrakter üretiminde yıldan yıla büyük değişiklikler olmuştur. Özellikle agregaların kullanımıyla refrakterlerin özellikleri geliştirilmiş ve günümüze yüksek sıcaklıklara ve dış etkenlere daha dayanıklı bir şekilde gelmiştir. 1960'ların başında katıksız alumina çimentosunun yüksek alüminalı olarak üretilmesi geleneksel dökülebilirlerin birçok yüksek sıcaklık gerektiren uygulamalarda kullanımını yaygın hale getirmiştir.

Geleneksel dökülebilirlerde, sertlik direk olarak içerdiği kompozisyon oranına bağlıydı. Dayanıklılığının artması için gerekli olan daha fazla su katkısı porozitenin de artmasına sebep

oldu. Düşük sıcaklık özelliklerinin artmasına rağmen çimentonun orta ve yüksek sıcaklıklardaki özellikleri iyileşmemiştir.

1970'lerin sonu ve 1980'lerin başında, düşük ve çok düşük dökülebilir refrakter çimentosunun özellikleri geliştirildi. Düşük çimento dökülebilirlerinin gelişimi, kil, mikro-silika ve alumina gibi çok iyi özellikli bileşenlerin çimentoda yer almasıyla başladı. Başlangıçta, karışım suyunun azaltılmasına rağmen, kırılmayı önlemek için muazzam uzun bir kurutma zamanına ihtiyaç duyuluyordu. Daha sonraları düşük ve çok düşük çimento dökülebilirlerinde çok önemli ilerlemeler kaydedildi.

Düşük çimento dökülebilirleri  $1500^{\circ}\text{C}$  üzerine çıkıldığında önemli bir sertlik kaybına uğrar. Sıcaklık özelliklerinin kayda değer bir şekilde geliştirilmesine rağmen çok düşük çimento dökülebilirleri de belirli limitlerdeki sıcaklıklarda kullanılabilirdi.

1980'lerin sonuna doğru, koloidal silika temelli refrakterler presleme ve püskürtme yöntemleriyle tekrar formülasyon edildi. Preslemede kullanılan organik bağlayıcı ve püskürtme kullanılan inorganik bağlayıcılar sayesinde yüksek kalitede bir malzeme elde edildi.

Koloidal silika, kolay bir şekilde, dökülebilir özellikleri etkilemeden malzemeye verilmesinden dolayı birincil bileşen haline geldi. Koloidal silikanın formülasyonda kullanılmasıyla dökülebilirler kendiliğinden akışkanlık özelliğini kazandı. Çimento bağlayıcı özelliğiyle koloidal silika dökülebilirlerin temel bileşenleri arasında yerini aldı.

1990'ların başlarında, düşük çimento dökülebilirleri (DÇD) uygulamaları çok başarılı ticari ürünlerin geliştirilmesine olanak sağladı. Bu da püskürtme DÇD'nin üstün özellikleriyle uyumunu sağladı.

Çok yakın bir gelecekte, koloidal silikanın bağlayıcı ve kolay enjekte edilebilir özelliği sayesinde, refrakterlerin çok çeşitli uygulamalarda kullanılması gelişecektir. (Uygur)

Dökülebilir refrakterlerde agrega genelde alüminadır. Çünkü oluşturduğu fazların erime derecesi yüksektir. Sınıflandırılmış agregalar (%50 kaba, %40 ince, %10 orta) çimentoyla karıştırılarak %22 gözenekliliğe sahip yüksek alüminalı çimentoyu oluşturur. Yaş agreganın kaliteyi olumsuz etkilemesinden dolayı ki bunun nedeni de reaksiyonların hemen başlamasıdır, kuru agrega tercih edilir. (Yaman, 1994)

Fondu (yüksek demirli çimento) refrakter malzemesi olarak oldukça iyidir. Çünkü yüksek sıcaklıkta zamanla faz dönüşümü göstermez. PCE değeri  $1270^{\circ}\text{C}$  olduğu halde uygun agrega kullanılarak  $1400^{\circ}\text{C}$ ' a kadar kullanılmaktadır. Beyaz çimentoda demir oksit oranı düşüktür.

Bu nedenle yüksek alüminalı çimento yerine kullanılabileceği sanılmaktadır. Ancak yapılan araştırmalar beyaz çimentonun pişme sırasında şişme gösterdiğini ortaya koymuştur. Ayrıca portland çimentosunun sülfatlı sulara karşı, alüminalı çimento gibi direnç gösteremediği görülmüştür.



## 9. REZONANS YÖNTEMİYLE MUAYENE

Rezonans yöntemi, tatbik edilmekte olan kuvvetin frekansını sistemin öz (doğal) frekansına uydurmakla yapılan muayenedir. Öz titreşim frekansları numunenin boyutları, şekli, kütlesi, elastiklik özellikleri ve titreşim türü olup iki ana faktöre bağlıdır.

$$\text{Frekans} = (\text{geometrik faktör}) \times (\text{fiziksel sabitler}) \quad (9.1)$$

Geometrik faktör olarak, boy, genişlik, kalınlık; fiziksel sabit olarak, yoğunluk ve elastik sabitler sayılabilir. Eğer rezonans frekansı ve geometrik faktörler formülde yerine konursa, dinamik elastiklik modülü bulunabilir. Elastiklik modülü ile dinamik elastiklik modülü arasında malzemedan malzemeye değişen sabit bir katsayı vardır. Dinamik elastiklik modülü hesaplandıktan sonra diğer fiziksel özelliklerle ilişki kurulabilir. Fakat pratikte rezonans cihazını kullanmak zordur, çünkü cihazın hacmi büyüktür, refrakter parçasının yoğunluğunun deneyden önce bilinmesi gerekir. Bunun yanında, geometrisi düzgün parçaya ihtiyaç vardır, ve cihazın maliyeti yüksektir.

Ultrasonik hız ölçme yöntemin 1960'lerde refrakterlere uygulanmaya başlanmasına rağmen daha hızlı ve geniş bir uygulama alanı bulmuştur. Seramik ve refrakter malzemelerin çekme deneyini yapmakta oldukça büyük zorluklar vardır. Ticari ürünlerden çekme numunesi çıkarmak zordur. Bu nedenle çekme dayanımının indirekt yöntemlerle saptanması yoluna gidilir.

## 10. DENEYSEL ÇALIŞMALAR

Deneysel çalışmalarda dökülebilir refrakter üretiminde agrega ve yüksek alüminalı çimentolar kullanılmaktadır. Aynen betonda olduğu gibi agrega ve yüksek alüminalı çimento belirli oranlarda karıştırılırlar. Bu çalışmada dört çeşit yüksek alüminalı çimento (Fondu, secar 50-51, secar 70-71 ve secar 80) % 20 ve agrega (flint clay ve boksit) % 80 oranında karıştırılmıştır. Secarlarda rakamlar alumina oranını göstermektedir.

Yüksek alüminalı çimentoların raf ömrü en az 6 aydır. Bu durum göz önünde bulundurularak Yüksek Alüminalı Çimento numuneleri deney evveli tedarik edilmiştir. Çünkü ambalajları ne kadar güzel olsa da, zamanla çok az rutubet olsa bile bu alınan rutubet kısmen hidrasyona neden olacaktır. Bu kısmen hidrasyona uğrayan malzeme, normal döküm işleminde tekrar hidrasyon reaksiyonu gösteremeyeceği için mukavemete katkıda bulunamayacaktır. Yüksek Alüminalı Çimentolar, bekleme sırasında ne kadar rutubet kaparlarsa, döküm sonrası mukavemeti o kadar düşürürler.

Deneysel çalışmalarda ayrıca agrega olarak flint clay ve boksit kullanılmıştır. Refrakter hammaddeler kırılıp öğütüldükten sonra elenerek sınıflara ayrılır. İki elek aralığında kalan agrega taneleri arasında boşluk oranı yaklaşık % 45'tir. İki tip agrega, % 80 kaba %20 ince agrega karıştırıldığında boşluk oranı yaklaşık % 20'tir. Üç tip agrega, uygun oranda karıştırıldığında boşluk oranı yaklaşık % 15'lere düşer. Deneysel çalışmalarda ticari uygulamaya uygun oranda karıştırma yapılmıştır. Yüksek Alüminalı Çimento taneleri agrega tanelerine göre çok daha küçük taneli olduğu için bizim karıştırdığımız % 80 agrega ve % 20 yüksek alüminalı çimento karışımlarında boşluk oranı daha da düşmüştür.

Dökülebilir refrakterlerin şekillendirilmesinde normal betona benzer şekilde su kullanılır, fakat normalde gerekenin 2 katı kadar su katılır. Suyun yarısı hidrasyonda kullanılırken diğer yarısı agrega gözeneklerinde ve aralarındaki boşlukta absorbe olur. Bu nedenle şekillendirme sırasında kullanılan suyun oranı çok önemlidir ve standartlara uygun olarak tayin edilmelidir. Uygun su oranı yani kıvam testi, ASTM 860 C'ye göre tayin edilmiştir. Numunelerin şekillendirilmesinde boyutları 20x20x80 mm<sup>3</sup> olan bir pirinç kalıp kullanılmıştır. Her bir bileşimden 5'er numune hazırlanmış ve bulunan sonuçların ortalamaları alınmıştır. Daha sonra uygun kıvam elde edilinceye kadar su ilave edilmiştir. Şekillendirme sırasında numune üzerine basınç uygulanmamıştır.

Kurutma sırasında serbest su uzaklaşır. Kimyasal bağlı su ise 300°C üzerinde yapıdan uzaklaşır. Sonuç olarak katılan su, uzaklaştığı zaman yeri boş kalır. Su oranının, gerekenden fazla katılması, malzemede gözenek oranını ve kuruma küçülmesini artıracığından mukavemeti ve ultrasonik hızı düşürür. Bu ilişkiden yola çıkılarak ultrasonik hızın düşüşünden basma dayanımındaki düşüş, yaklaşık olarak tayin edilebilir.

Katılan su oranının düşük, başka deyişle yetersiz olması halinde, uygun oranda su kullanıldığı zaman meydana gelen hidratasyon reaksiyonları tam olarak gerçekleşemez ve mukavemet yeteri kadar gelişemez. Bu da su oranının azlığı ile orantılı olarak, ultrasonik hızın düşmesine ve bununla bağlantılı olarak basma dayanımının düşmesine neden olur. Bu nedenle ultrasonik hızın düşüşünden basma dayanımındaki düşüş, yaklaşık olarak tayin edilebilir. Fakat ultrasonik hızın düşüşüne başka etmenlerinde neden olduğunu düşünürsek bu düşüşten katılan suyun yetersiz mi yoksa fazla mı olduğu saptamasına gitmek doğru değildir.

Hidratasyon reaksiyonları ortam sıcaklığından ciddi şekilde etkilenir. Oluşan mineralojik fazlar sıcaklığa bağlı değişiklik gösterir. Bu fazlar da fiziksel ve mekanik özellikleri ciddi şekilde etkiler. Yüksek alüminalı çimentolarda, dökümden 2 saat sonra ultrasonik hız ölçümü gerçekleştirilebilmiştir. Fakat fondu ve secar 51'de ilk ölçüm dökümden 6 saat sonra, secar 71'de 10 saat sonra ve secar 80'de 4 saat sonra yapılabilmektedir. %50 alumina katılan numunelerde yaklaşık 2'ser saat sonra ölçümler yapılabilmektedir. Ancak her iki tip numunede ilk ölçümlerde hız çok düşük bulunmaktadır. Ultrasonik hız zamana bağlı olarak kademeli artış göstermektedir.

Metal malzemelerin ultrasonik yöntemle muayenesini anlatırken saptanabilecek minimum hata boyu için Bargel, dalga boyunun yarısı derken, Krautkramer dörtte biri olduğunu savunduğundan bahsetmiştik. Dökülebilir refrakterlerde ultrasonik hız yaklaşık 3400 m/s kadardır. Buna 150 kHz'lik bir cihazla ölçüm yapıldığı zaman minimum hata boyu yaklaşık 11 mm bulunmaktadır. Ultrasonik dalga, minimum hata boyundan daha küçük hatalardan etkilenmediğinden, başka bir deyişle dökülebilir refrakterlerde kullanılan agrega boyutundan küçük olduğu için, ultrasonik hız ölçmede bir sorun yaşanmaz.

Metalik malzemelerde ultrasonik dalga, malzeme içindeki kusurlardan yansımaktadır. Buna bağlı olarak hata büyüklüğü ve yeri tayin edilebilmektedir. Metalik malzemelerde minimum hata boyutundan daha küçük hatalar geri yansımaz. Seramik malzemelerde ultrasonik hızda bir düşüş yaşanmaz. Seramik malzemelerde porozitenin büyüklüğü kadar, porların dağılımı da önem kazanmaktadır. Bu nedenle seramik ve refrakter endüstrisinde 150 kHz'lik ultrasonik cihazlar kullanılmaktadır. Agrega çapı, seramik ve refrakter endüstrisinde kullanılan

agregalardan daha büyük olan beton muayenesinde ise 54 kHz'lik ultrasonik cihazlar tavsiye edilmektedir. Deneysel çalışmalarda 150 kHz'lik portatif ultrasonik cihaz (PUNDİT) kullanılmıştır. prob çapı 50 mm.dir. deney sırasında hem parçaya hem de problara vazelin sürülmüştür. Vazelin Pişirme sırasında yanacağından pişirme öncesi karbon tetra klorür ile parça yüzeyinden temizlenmiştir. Kalıp kare prizma şeklinde olduğu için ölçüm sırasında direkt metot uygulanmıştır, yani proplar parçanın iki karşı ucuna birbirine paralel olacak şekilde yerleştirilmiştir. Parça boyu dijital kumpasla ölçülmüştür. Cihazın ölçme tamlığı (+-%1)'dir.

Seramik ve refrakterlerin muayenesinde çift problu ultrasonik cihazlar kullanılır. Bir probdan çıkan ultrasonik dalga diğerine ulaştığında geçiş zamanı mikrosaniye olarak cihaz tarafından saptanır ve daha önce açıklandığı gibi ultrasonik hız hesaplanır. Ultrasonik hız 80 mm'lik parçada saptanmıştır.

Numuneler döküm işleminden 24 saat sonra kalıptan çıkarılmıştır. Ultrasonik hız değerleri ölçüldükten sonra 110°C derecede etüvde 24 saat kurutulmuştur. Tekrar ultrasonik hız değerleri ölçülmüştür, ve ardından kademeli olarak 100°C'den 1300°C'e kadar 200°C aralıklarla ısıtılıp ultrasonik hız ölçülmüştür.

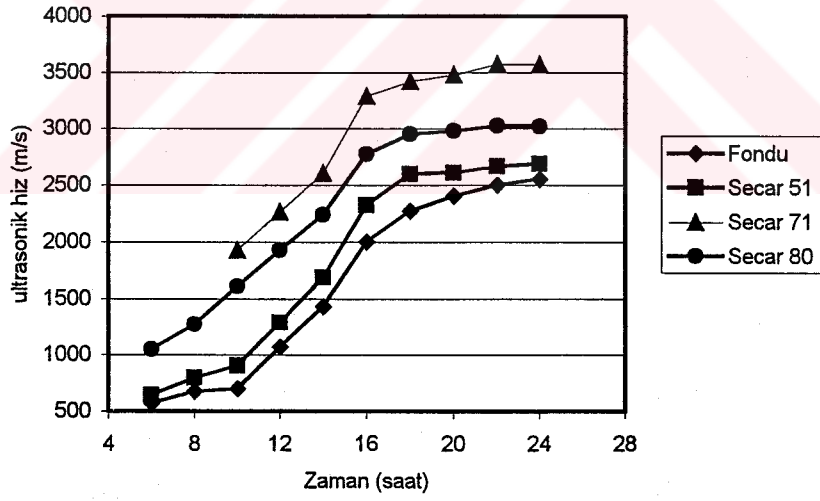
Hem yüksek alüminalı çimentoların hem agregaların kimyasal analizleri çizelge 10.1'de verilmiştir. Ticari uygulamalarda satışa sunulan yüksek alüminalı çimentoların kimyasal analizleri çizelge 10.1'de görüleceği üzere belirli limitler arasında verilmektedir.

Çizelge 10.1 Deneysel çalışmalarda kullanılan agrega ve yüksek alüminalı çimentoların Kimyasal Analizleri. (Hacim yüzdeleri)

|                   | SiO <sub>2</sub><br>(%) | Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> +TiO <sub>2</sub><br>(%) | CaO<br>(%) | MgO<br>(%) | Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> +FeO<br>(%) | Alkaliler<br>(%) | Diğer<br>(%) |
|-------------------|-------------------------|---------------------------------------------------------|------------|------------|--------------------------------------------|------------------|--------------|
| <b>Cement</b>     | 3-5                     | 38-40                                                   | 37-39      | 1.21       | 15-18                                      | < 0.4            | <6           |
| <b>Fondu</b>      |                         |                                                         |            |            |                                            |                  |              |
| <b>Secar 51</b>   | 3-5                     | 38-40                                                   | 37-39      | 1.21       | 15-18                                      | < 0.4            | <6           |
| <b>Secar 71</b>   | <0.8                    | 70-72                                                   | 27-29      | <0.3       | <0.3                                       | <0.5             |              |
| <b>Secar 80</b>   | <0.4                    | 80-82                                                   | 18-20      | <0.2       | <0.25                                      | <0.7             |              |
| <b>Flint Clay</b> | 48.83                   | 48.43                                                   | -          | -          | 1.60                                       | 0.88             | 0.26         |
| <b>Boksit</b>     | -                       | 85                                                      | -          | -          | 4,5                                        |                  | 0,5          |

Çizelge 10.2 Uygun oranda su ile karıştırılmış ve dökülmüş yüksek alüminalı çimentolarda ultrasonik hızın zamana bağlı değişimi.

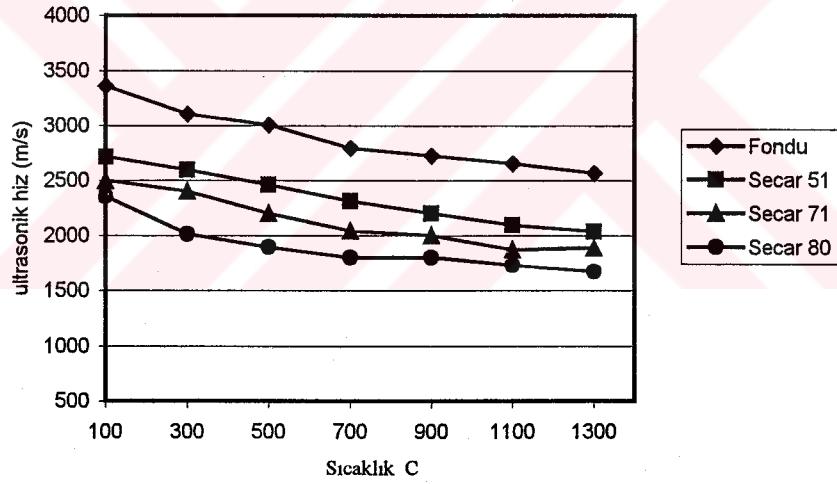
| Zaman (saat) | Fondu (m/s) | Secar51(m/s) | Secar71(m/s) | Secar80(m/s) |
|--------------|-------------|--------------|--------------|--------------|
| 6            | 570         | 645          | --           | 1046         |
| 8            | 675         | 795          | --           | 1269         |
| 10           | 698         | 904          | 1923         | 1606         |
| 12           | 1070        | 1288         | 2264         | 1923         |
| 14           | 1430        | 1685         | 2604         | 2239         |
| 16           | 2002        | 2325         | 3285         | 2775         |
| 18           | 2270        | 2598         | 3419         | 2950         |
| 20           | 2402        | 2608         | 3476         | 2977         |
| 22           | 2503        | 2665         | 3571         | 3026         |
| 24           | 2551        | 2687         | 3564         | 3017         |



Şekil 10.1 Dökülmüş yüksek alüminalı çimentolarda ultrasonik hızın zamana bağlı değişimi.

Çizelge 10.3 Uygun oranda su ile karıştırılmış ve dökülmüş yüksek alüminalı çimentolarda ultrasonik hızın Sıcaklığa Bağlı Değişimi.

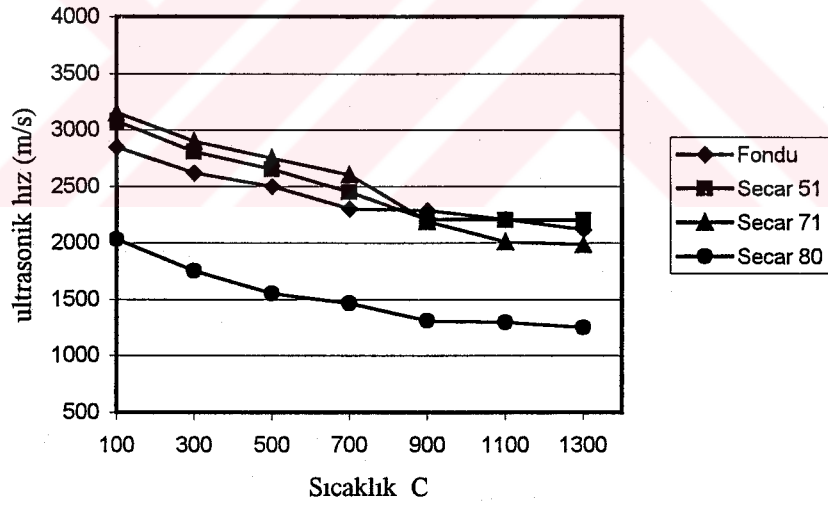
| Sıcaklık( $^{\circ}$ C) | Fondu(m/s) | Secar51(m/s) | Secar71(m/s) | Secar80(m/s) |
|-------------------------|------------|--------------|--------------|--------------|
| 100                     | 3360       | 2713         | 2493         | 2350         |
| 300                     | 3101       | 2595         | 2401         | 2010         |
| 500                     | 3002       | 2458         | 2201         | 1898         |
| 700                     | 2790       | 2310         | 2040         | 1803         |
| 900                     | 2720       | 2200         | 2000         | 1800         |
| 1100                    | 2650       | 2096         | 1870         | 1730         |
| 1300                    | 2562       | 2036         | 1888         | 1672         |



Şekil 10.2 Uygun oranda su ile karıştırılmış ve dökülmüş yüksek alüminalı çimentolarda ultrasonik hızın Sıcaklığa Bağlı Değişimi.

Çizelge 10.4 Uygun oranda su ile karıştırılmış ve dökülmüş % 80 Boksit ve % 20 YAÇ karışımlarında ultrasonik hızın sıcaklığa bağlı değişimi. Yüksek alüminalı çimento adları Çizelgede Verilmiştir.

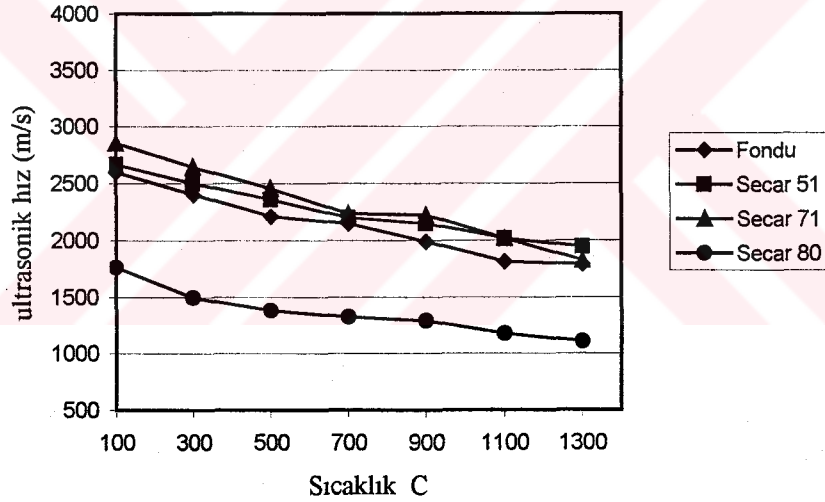
| Sıcaklık( $^{\circ}$ C) | Fondu(m/s) | Secar51(m/s) | Secar71(m/s) | Secar80(m/s) |
|-------------------------|------------|--------------|--------------|--------------|
| 100                     | 2846       | 3076         | 3149         | 2030         |
| 300                     | 2620       | 2806         | 2901         | 1750         |
| 500                     | 2501       | 2654         | 2750         | 1549         |
| 700                     | 2301       | 2450         | 2602         | 1464         |
| 900                     | 2284       | 2205         | 2190         | 1309         |
| 1100                    | 2206       | 2200         | 2003         | 1291         |
| 1300                    | 2116       | 2197         | 1980         | 1248         |



Çizelge 10.3 Uygun oranda su ile karıştırılmış ve dökülmüş % 80 Boksit ve % 20 YAÇ karışımlarında ultrasonik hızın sıcaklığa bağlı değişimi.

Çizelge 10.5 Uygun oranda su ile karıştırılmış ve dökülmüş % 80 Flint Clay ve % 20 YAÇ karışımlarında ultrasonik hızın sıcaklığa bağlı değişimi. YAÇ Adları Çizelgede Verilmiştir

| Sıcaklık( $^{\circ}$ C) | Fondu(m/s) | Secar51(m/s) | Secar71(m/s) | Secar80(m/s) |
|-------------------------|------------|--------------|--------------|--------------|
| 100                     | 2597       | 2666         | 2857         | 1758         |
| 300                     | 2402       | 2498         | 2644         | 1490         |
| 500                     | 2210       | 2356         | 2456         | 1380         |
| 700                     | 2150       | 2200         | 2233         | 1320         |
| 900                     | 1986       | 2150         | 2221         | 1289         |
| 1100                    | 1810       | 2015         | 2019         | 1170         |
| 1300                    | 1789       | 1941         | 1822         | 1106         |



Şekil 10.4 Uygun oranda su ile karıştırılmış ve dökülmüş % 80 Flint Clay ve % 20 YAÇ karışımlarında ultrasonik hızın sıcaklığa bağlı değişimi. YAÇ Adları Çizelgede Verilmiştir

Dökülebilir refrakterlerin şekillendirme işleminden sonra katılma sırasında büzülme (kendini çekme) meydana gelir. Bunun sonucu olarak çekme çatlakları dediğimiz küçük çatlaklar oluşur. Bu tür çatlaklar normaldir ve 3 mm'yi geçmediği sürece herhangi bir işlem uygulamayı gerektirmez. Dökülebilir refrakterlere şekillendirme sırasında gerekenden daha fazla su katılmışsa, katılma sırasında önemli miktarda büzülme (kendini çekme) meydana gelir. Bu çatlaklar, normal döküm çatlaklarından daha büyük olduğundan ultrasonik hızı düşürürler. Pişmiş dökülebilir refrakterlerde, agrega aralarındaki ve çatlaklardaki su ve hidrat şeklindeki moleküller uzaklaşmış olduğundan bu çatlaklar ultrasonik hızda daha fazla düşürecektir.

Dökülebilir refrakterlerin şekillendirme işleminde uygun olmayan koşullarda agregalar bir tarafta daha yoğun, yüksek alüminalı çimentolar diğer tarafta daha yoğun hale gelebilir, buna segregasyon denilmektedir. Segregasyon ultrasonik hızı etkiler. Ultrasonik hızda ki değişme de dökülebilir refrakterlerin şekillendirilmesi işleminde yanlışlıklar yapıldığını ortaya koyar. Diğer hatalarla birlikte birikimli etki sağlar.

Dökülebilir refrakterlerin üretiminde en çok Fondu, secar 51, secar 71 ve secar 80 yüksek alüminalı çimentolar kullanılmaktadır. Deneysel çalışmalarda bu nedenle adı geçen maddeler tercih edilmiştir. Refrakter çimentolar yani yüksek alüminalı çimentolar su ile karıştırıldığı zaman hidratasyon reaksiyonları meydana gelir ve bu malzemelerdeki ultrasonik hız zamana bağlı olarak logaritmik artar. Çizelge 10.2'den görülebileceği gibi katılma işleminden sonraki 10 saat içinde ultrasonik hız çok düşüktür, 10-16 arasında çok hızlı artış görülür ve 22 saatten sonra hızdaki artış çok azalmıştır. Hızdaki değişme 24 saatten sonrada devam etmektedir. Fakat belirli bir zaman diliminde gene azdır.

Numuneler kalıptan çıkarıldıktan sonra ultrasonik hız ölçülmüş, 110°C'de kurutulmuş tekrar ölçülmüştür. Ultrasonik hız kurutma sonrası hız düşmüştür. Ultrasonik hız, numuneler yüksek sıcaklıklarda pişirildikten sonra sıcaklığa bağlı olarak düşmeye devam etmiştir. Daha sonraki sıcaklıklarda ultrasonik hız belirli bir oranda düşüşe geçmiş, 1300°C'de ise sabit değerlere ulaşmıştır.

Rutubet suyunun ve kristal bağlı suyun bünyeden uzaklaşması ultrasonik hızın düşmesinde etkin olmuştur. Hem suyun atılması hem de yüksek alüminalı çimentonun temel minerallerinin agregayla reaksiyona girmesi sonucu yapıda mikro çatlaklar meydana

gelmektedir. Bu çatlaklar ultrasonik dalgaların saçılmalarına yol açtığından ultrasonik hızı düşürücü etki yapmaktadır.

Bundan önce pek çok araştırmacı hem şekilli refrakter hem dökülebilir refrakterlerde ultrasonik hız ile mekanik ve diğer fiziksel özellikler arasında ilişkiler kurmuştur. Bu çalışmadan sonra dökülebilir refrakterlerde döküm sonrası ve ilk pişirim sonrası ultrasonik hız ile mekanik özellikler arasında uygulamaya dönük daha etkin ilişkiler araştırılabilir. Ultrasonik muayene tahribatsız bir yöntem olduğu için özel bir numune hazırlama gerektirmez. Büyük kütlelerin kalite homojenliği hakkında bilgi vermesi de büyük bir avantajdır.



## 11. SONUÇ

Dökülebilir refrakterlerin üretiminde en çok Fondu, secar 51, secar 71 ve secar 80 yüksek alüminalı çimentolar kullanılmaktadır. Deneysel çalışmalarda bu nedenle adı geçen maddeler tercih edilmiştir. Refrakter çimentolar yani su ile karıştırıldığı zaman hidratasyon reaksiyonları meydana gelir ve bu malzemelerdeki ultrasonik hız zamana bağlı olarak logaritmik artar. Çizelge 10.2'den görülebileceği gibi katılaşma işleminden sonraki 10 saat içinde ultrasonik hız çok düşüktür, 10-16 arasında çok hızlı artış görülür ve 22 saatten sonra hızdaki artış çok azalmıştır. Hızdaki değişme 24 saatten sonrada devam etmektedir. Fakat belirli bir zaman diliminde gene azdır.

Numuneler kalıptan çıkarıldıktan sonra ultrasonik hız ölçülmüş, 110°C'de kurutulmuş tekrar ölçülmüştür. Ultrasonik hız kurutma sonrası hız düşmüştür. Ultrasonik hız, numuneler yüksek sıcaklıklarda pişirildikten sonra sıcaklığa bağlı olarak düşmeye devam etmiştir. Daha sonraki sıcaklıklarda ultrasonik hız belirli bir oranda düşüşe geçmiş, 1300°C'de ise sabit değerlere ulaşmıştır.

Dökülebilir refrakterlerin üretiminde Fondu, secar 51, secar 71 ve secar 80 yanında boksit, flint clay gibi agregalar kullanılmaktadır. Amacımız ticari uygulamalarda dökülebilir refrakterlerin üretiminde ve uygulanmasında meydana gelebilecek sorunları saptamak olduğu için bu yaygın kullanılan hammaddeler tercih edilmiştir.

Örneğin deneysel çalışmalarda kullanılan yüksek alüminalı çimentolara % 80 oranında agrega katıldığı zaman, agregalar, yüksek alüminalı çimentoların hidratasyon reaksiyonlarını ve hızlarını etkilememektedir. Bu nedenle yüksek alüminalı çimentolar ile agrega karışımlarında katılaşma sırasında ve sonrasında ultrasonik hızın zamana bağlı değişimi ayrıca incelenmemiştir. Oysa yüksek alüminalı çimentolar ile agrega karışımlarında pişirme sırasında çimento fazları ile agrega arasında önemli reaksiyonlar meydana gelmektedir. Bu nedenle bu dökülebilir refrakterlerde ultrasonik hızın sıcaklığa bağlı değişimi incelenmiştir. Bu refrakterlerde ultrasonik hızın sıcaklığa bağlı değişiminden yararlanarak hangi koşullarda fırının kontrol edilebileceği ortaya konmuştur.

Kurutulmuş numunelerin ultrasonik hızları kalıptan çıktıkları haldekinden daha yüksek çıkmış fakat pişirme sırasında doğrusala yakın bir değişme ile düşüşe geçmiştir. Gerek yüksek

aluminalı çimento gerekse agrega karışımları, ultrasonik hız ölçme tekniğiyle kalite kontrolden geçirilebilir.

Ticari dökülebilir refrakter kalıpları, döküm işleminde yaklaşık 24 saat sonra sökülmetedir. Dökülebilir refrakter de ultrasonik hız da yaklaşık 24 saat sonra ulaşabileceğe üst limit değerine ulaşmaktadır. Laboratuar koşullarında dökülebilir refrakterlerin ultrasonik hızı da bu nedenle 24 saat sonra tayin edilmiştir. Elde edilen sonuçlar ticari refrakterlerin, muayenesinde kullanılabilecektir. Ticari dökülebilir refrakter kalıpları, döküm işleminde 24 saat sonra söküldüğünde ölçülen ultrasonik hız değeri daha önce laboratuar koşullarında ölçülen ultrasonik hız değerinden daha düşükse

- a) Döküm sırasında katılan su oranı katılması gereken orandan daha düşük veya
- b) Döküm sırasında katılan su oranı katılması gereken orandan daha yüksek veya
- c) Döküm sırasında segregasyon meydana gelmiş veya
- d) Çatlak meydana gelmiş olabileceğini ortaya koyar

Ölçülen ultrasonik hız değeri, daha önce laboratuar koşullarında ölçülen hız değerinden farklı ise, üretim parametreleri kontrol edilmelidir. Hız değişimine neden olan faktör saptanmalıdır. Döküm sıcaklığı da çok önemli parametrelerdendir. Öncelikle bunun da göz önünde bulundurulması gerekmektedir.

Hatanın Döküm işleminden hemen sonra, bu aşamada belirlenmesi fırının mümkünse tamirine, değilse sökülerek yeniden inşasına olanak tanıdığından hem zaman hem de para tasarrufu sağlayacaktır.

Bütün yönleri ile, uygulamaya tam uyularak yapılan bir döküm işleminden sonra, bir dökülebilir refrakterin ultrasonik hızı ölçülerek doğru değerler saptanırsa, ondan sonraki uygulamalarda ultrasonik hızı ölçerek döküm uygulamasının doğru yapılıp yapılmadığı kontrol edilebilir.

Ultrasonik yöntemle muayene hem pişmiş hem de pişmemiş dökülebilir refrakterlere uygulanabilir. Dökülebilir refrakterde çatlakların normal döküm koşullarında oluşandan daha büyük olup olmadığı hem dökümden sonra hem de kurutulduktan sonra saptanabilir. Kusurlu astarların dökümden sonra değiştirilmesi firmaya hem zaman hem para sağlar.

## KAYNAKLAR

- Aly, F. ve Semler, C.E. (1985) "Prediction of Refractory Strength Using Nondestructive" Amer.Gram.Soc.Bull.Vol.64 No:12 1555-58
- Banerjee, S. Ekim (1998) "Recent Development in Monolithic Refractories" Am. Ceram. Soc.Bull. Vol.77, No.10, sa.59-63,
- Bangel, H.I, Schulze, G. Çevirenler, Güleç Ş, Aran, (1985) "Malzeme Bilgisi, TUBİTAK,
- Fuju, K., Kondo, W. ve Ueno, H. (1986). "Kinetics of Hetration of Monocalcium Aluminate" J. Amer. Cer. Soc. 69 (Russel) 361-4
- Hallstedt, B. (1990). "Assesment of the CaO - Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> System "Division of Phsical Metalurgy, Royal Institute of Techonology
- Knudsen, F.P. (1962) "Effect of Porosity on Young's Modulus of Alumina "American Ceramic Society" Bull. Vol.45, No:2 94-95
- Krantkramer, (1977) "Ultras es Enerjisi ve Malzeme Muayenesine Uygulanması" Yaman
- Lawlar, T.B. (1981) and Ross, R.H. "Nondestructive Ultrasonic Testing of Fireclay Refractories" Soc. Bull. Vol.60 No:7 713-18
- Neville, A.M. (1981) "Properties of Concrete" The English Language Book Society and Pitman Publishing. 3. Baskı,
- Nishikawa, A., (1984) "Technology of Monolithic Refractories "Pilibrico Japan Co. Ltd."
- Norton, F.H.(1974) "Elements of Ceramics" Addison- Weslwy Publishing Company,
- Parker, K.M. Sharp, J.H.(1987) "Refractory Calsium Aluminate Cement". University of Sheffield Pundit, Portable Ultrasonic Nondestructive Digital Indicating Tester, CNS Electronics Ltd.
- Redler, L. (June-1991) "Quantative X-ray Diffraction Analysis of High Alumina Cements" Cement and Concrete Research Vol.21, pp.873-875,
- Robson, T.D., (1962). "High-Alumina Cements and Concretes. "Contractors Record Ltd. , London.
- Russel, R.O. (1984) and Morrow, G.D. "Sonic Velocity Quality Control of Steel Plant Refractories" Amer.Gram.Soc.Bull.Vol. 63, No:7 911-914
- Topuz, A.(1999) "Ultrasonik Hız Ölçme Tekniği ile Küresel Grafitli Dökme Demirde Mikroyapı İncelenmesi" 1. Uluslararası Tahribatsız Muayene Sempozyumu 29.09.1999, 01.10.1999, 373-80 TMMOB Metalurji Mühendisleri Odası Ankara.
- Uygur, M.E.(1976) "Malzemelerin Dinamik Muayenesi" Middle East Technical University, Turkey

Wallace,W.R. , Criss,H.G. (1968)., “Thermal Conductivity of Castable Refractories in Relation to Bulk Density “

Yaman, C., Topuz, A. (1991) “Yerli olarak Üretilen Dökülebilir Refrakterlerin Özelliklerini Etkileyen Parametreler” Metalurji Dergisi Şubat-Nisan sayı 72-73

Yaman,C. (1994). “ Dökülebilir Refrakterlerin Yapısı ve Özellikleri” Metal Dünyası

Yaman, C. (1994) Abkan, T. “Ultrasonik Hız Ölçme Yöntemiyle Beton Muayenesi”.

Yaman, C. (1995) “Refrakterlerin Rezonans ve Ultrasonik Yöntemle Tahribatsız Muayenesi” Metal Dünyası Sayı:26, Haziran.

Yaman, C. (1995) “Ultrasonic Inspection of Castable Refractories” Interceram Vol,44 No:5 314, 316-317

Yaman, C. (1995) “Seramiklerin Ultrasonik Yöntemle Muayene Esasları”, YTÜ, Kimya-Metalurji Fak. Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü,



**ÖZGEÇMİŞ**

|               |                                  |                                                                                                         |
|---------------|----------------------------------|---------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| Doğum tarihi  | 09.01.1971                       |                                                                                                         |
| Doğum yeri    | K.MARAŞ                          |                                                                                                         |
| Lise          | 1982-1988 ADANA ÖZEL YENİ LİSESİ |                                                                                                         |
| Lisans        | 1990 -1996                       | Yıldız Teknik Üniv. Kimya Metalurji Fakültesi<br>Metalurji Mühendisliği Bölümü                          |
| Yüksek Lisans | 1997-2001                        | Yıldız Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü<br>Metalurji Mühendisliği Anabilim dalı, Üretim Met. |

**Çalıştığı kurumlar:**

|                   |                                       |
|-------------------|---------------------------------------|
| 1997-1999         | Eltek Bilgisayar Donanım (İstanbul)   |
| 2000–devam ediyor | Matesa Tekstil San. Ve A.Ş (İstanbul) |