

AKÜ FEMÜBİD 18 (2018) 015701 (629-639)

AKU J. Sci. Eng.18 (2018) 015701 (629-639)

DOI: 10.5578/fmbd.67211

**Lantan Oksit Takviyesinin Steatit-Kordiyerit Seramiklerinin Fiziksel, Mikroyapısal ve Mekaniksel Özellikleri Üzerindeki Etkisi****Hasan Gökçe<sup>1,\*</sup>, Duygu Ağaoğulları<sup>2,#</sup>**<sup>1</sup>*İstanbul Teknik Üniversitesi, Prof. Dr. Adnan Tekin Malzeme Bilimleri ve Üretim Teknolojileri, UYG-AR Merkezi, Ayazağa Kampüsü, 34469 Maslak, İstanbul*<sup>2</sup>*İstanbul Teknik Üniversitesi, Kimya-Metalurji Fakültesi, Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü, Partikül Malzemeler Laboratuvarları (PML), Ayazağa Kampüsü, 34469 Maslak, İstanbul*

\*gokceh@itu.edu.tr; #bozkurtd@itu.edu.tr

Geliş Tarihi: 11.10.2017 ; Kabul Tarihi: 06.07.2018

**Özet**

Bu çalışmada, lantanyum oksit (La<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) takviyeli steatit-ağırlıkça % 20 kordiyerit seramikler (SC20), yüksek enerjili öğütme, soğuk presleme ve sinterlemeden oluşan birleşik bir metod ile üretilmiştir. Farklı miktarlardaki La<sub>2</sub>O<sub>3</sub> takviyesi (ağırlıkça % 0.5, 1, 2, 5 ve 10), proses parametresi olarak kullanılmıştır. Preslenmiş kompakt numuneler, 1250 ve 1300°C'de oksit ortamda sinterlenmiştir. Sinterlenmiş numunelerin faz karakterizasyonları ve mikroyapısal özellikleri X-ışınları difraktometresi (XRD), lazer partikül boyut analiz cihazı ve taramalı elektron mikroskobu (SEM) kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Sinterlenmiş numunelerin yoğunluk, açık gözeneklilik ve su emme değerleri Arşimet ve suda kaynatma metodlarından yararlanılarak ölçülmüştür. Mikrosertlik ölçümleri ve basma dayanımı testleri de yapılmıştır. Sonuçlara göre, en yüksek rölatif yoğunluk (~ % 99.38) ve en düşük gözeneklilik/su emme değerleri, ağırlıkça % 10 La<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ile takviye edilmiş 1250°C'de sinterlenmiş, ve ağırlıkça % 5 La<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ile takviye edilmiş 1300°C'de sinterlenmiş SC20 numunelerinde elde edilmiştir. Ayrıca, en yüksek sertlik (~ 1170 HV) ve basma dayanımı değerleri (~ 895 MPa), ağırlıkça % 2 La<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ile takviye edilmiş 1300°C'de sinterlenmiş SC20 numunesi için bulunmuştur.

**Anahtar kelimeler**

Steatit-kordiyerit seramikler; Lantan oksit takviyesi, Faz analizleri; Fiziksel özellikler; Mikroyapısal özellikler, Mekaniksel özellikler

**Effect of Lanthanum Oxide Reinforcement on the Physical, Microstructural and Mechanical Properties of Steatite-Cordierite Ceramics****Abstract**

In this study, lanthanum oxide (La<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) reinforced steatite-20 wt.% cordierite ceramics (SC20) were fabricated by using a combined method of high-energy ball milling, cold pressing and sintering. Different amounts of La<sub>2</sub>O<sub>3</sub> reinforcement (0.5, 1, 2, 5 and 10 wt.%) were used as process parameter. The green compacts were sintered at 1250°C and 1300°C for 2 h under air. Phase characterizations and microstructural properties of the sintered materials were carried out by using X-ray diffractometer (XRD), laser particle size analyzer and scanning electron microscope (SEM). Density, open porosity and water absorption values of the sintered bodies were measured by Archimedes method and boiling method of impregnation. Microhardness measurements and compressive strength tests were also conducted. According to the results, the highest relative density (~ 99.38 %) and the lowest porosity/water absorption values were obtained for the 10 wt.% La<sub>2</sub>O<sub>3</sub> reinforced SC20 sample sintered at 1250°C and 5 wt.% La<sub>2</sub>O<sub>3</sub> reinforced SC20 sample sintered at 1300°C. Also, 2 wt.% La<sub>2</sub>O<sub>3</sub> reinforced SC20 sample sintered at 1300°C had the highest hardness (~ 1170 HV) and compressive strength (~895 MPa) values.

**Keywords**

Steatite-cordierite ceramics; Lanthanum oxide reinforcement; Phase analyses; Physical properties; Microstructural properties; Mechanical properties

© Afyon Kocatepe Üniversitesi

## 1. Giriş

Steatit ve kordiyerit seramikler,  $MgO-Al_2O_3-SiO_2$  üçlü faz sisteminin ana bileşenlerinden olan metasilikat yapılarıdır (Rohan *et al.* 2004). Steatit seramiklerinin ana kimyasal formülü  $MgSiO_3$  olup enstatit, protoenstatit, klinoenstatit ve yüksek sıcaklık klinoenstatiti olmak üzere dört farklı polimorfik yapıya sahiptir (Mielcarek *et al.* 2004; Reynard *et al.* 2008). Fakat steatit seramikleri genellikle enstatit yapısında bulunmaktadır. Enstatit yapısının yoğunluğu  $3.21 \text{ g/cm}^3$ , ergime sıcaklığı  $1557^\circ\text{C}$  ve kristal yapısı ise ortorombiktir (Rohan *et al.* 2004). Steatit esaslı seramikler, genellikle kil ve talk gibi doğal hammaddelerden, kuru presleme, ekstrüzyon ve yarı-yaş şekillendirme gibi yöntemler kullanılarak üretilmektedir. Ayrıca,  $BaO$  ve  $BaCO_3$  gibi flakslar, yapı özelliklerini geliştirmek için steatit bileşimi içerisine çok düşük miktarlarda ilave edilmektedir (Soykan, 2007; Vela *et al.* 2007; Gökçe *et al.* 2011). Kullanılan kil, şekillendirme sırasında malzemenin şekil verilebilirliğini ve işlenebilirliğini arttırırken, ilave edilen flakslar sinterlemeyi kolaylaştırıcı ve geliştirici bir etki sağlamaktadır (Soykan, 2007). Bu flakslar, aynı zamanda hangi tip polimorfik steatit yapısının oluşacağını belirlemek açısından önem taşımakta olup, karışımdaki miktarı ağırlıkça % 5 ila % 10 arasında değişmektedir (Soykan, 2007). Steatit porselen türü malzemelerin üretilmesi sırasında, pişirme kademesinde, sıcaklığın da çok dikkatli bir şekilde kontrolü gerekmektedir; aksi takdirde sıvı faz sinterlemesi için gereken ağırlıkça % 25-35 oranındaki sıvı miktarı aşılabilir ve bu durum ürün şeklinin bozulmasına ve çatlamalara yol açabilir (Kingery *et al.* 1976; German, 1985).

Steatit esaslı seramik malzemeler, düşük dielektrik kayıpları, yüksek sıcaklık direnci ve yüksek mekaniksel dayanımları sebebiyle, ısıtıcı eleman tutucusu, halojen lamba tutucusu, termostat kılıfları, gaz ateşleyici uçları, elektrik dağıtım tabloları, kilitlemeli yalıtım çubukları, regülatör parçaları gibi yüksek sıcaklık uygulamalarında, ve elektronik sektöründe yaygın olarak kullanım alanına sahiptir, ve ayrıca dişçilikle ilgili uygulamalarda da ilgi çekmektedir (Kingery *et al.* 1976; Mielcarek *et al.* 2004; Soykan, 2007; Gökçe

*et al.* 2011; Vela *et al.* 2007; Şentürk *et al.* 2016; Terzicet *et al.* 2017).

Kordiyerit seramikleri, yine steatit seramikleri gibi  $MgO-Al_2O_3-SiO_2$  üçlü faz diyagramı içerisinde yer almakta olup, kompozisyonu oluşturan her bir bileşenin oranı 2:2:5 şeklindedir. Ortorombik kristal kafesine sahip olan kordiyeritin yoğunluğu  $2.60 \text{ g/cm}^3$  ve ergime noktası sıcaklığı ise  $1470^\circ\text{C}$ 'dir. Kordiyerit seramikleri, düşük dielektrik sabiti, çok düşük ısıl genleşme katsayısı ve mükemmel termal şok dayanımı ve yüksek sıcaklık değişimlerdeki ve ani değişimlerdeki yüksek termal ve kimyasal kararlılığı gibi üstün özelliklerinden dolayı pek çok endüstriyel kullanım alanına sahiptir (Gökçe, 2002; Gökçe *et al.* 2004; Tunç and Demirkıran, 2014).

Fransız maden mühendisi ve jeolog P.L.A Cordier tarafından isimlendirilen kordiyerit, bugün hala önemli bir malzemedir (Gökçe, 2002). Kordiyerit doğal olarak bulmak çok zordur ve doğal olarak bulunanlar da çok düşük kalitede ve başka elementlerle birlikte (Gökçe, 2002). Günümüzde kullanılan kordiyerit malzemelerin hemen hemen tamamı sentetik tozlardan ve/veya kimyasal yöntemlerle elde edilmektedir (Yalamaç and Akkurt, 2006). Kordiyerit sistemi içinde beş farklı ötektik noktası bulunduğu için sinterleme işleminde çok dikkatli olunması, özellikle de kompozisyondaki bileşenlerin miktarının doğru şekilde hesaplanması gereklidir (Kingery *et al.* 1976). Kordiyeritin ısıl genleşme katsayısı  $25-700^\circ\text{C}$  sıcaklık aralığında  $1.5 \times 10^{-6}$  ile  $4.0 \times 10^{-6} \text{ C}^{-1}$  arasında değişirken, aynı aralıkta steatitin ısıl genleşme katsayısı  $6 \times 10^{-6}$  ile  $8 \times 10^{-6} \text{ C}^{-1}$  arasında değişmektedir ve kordiyerite nazaran oldukça yüksektir. Bu ise, kordiyeritin ısıl şok dayanımının mükemmel olmasının en büyük sebebidir (Kobayashi *et al.* 2000; Gökçe *et al.* 2011; Wang *et al.* 2016). Kordiyerit seramiklerinin ısıl şok dayanımları iyi olmasına rağmen, mekanik özellikleri steatite göre düşüktür. Yine de, kordiyerit esaslı malzemeler, elektrik ısıtıcılarında (yalıtıcı), fırınlarda (istif malzemesi) ve brülör nozüllerinde, otomobil egzoz filtrelerinde, katalitik konvertör altlıklarında, elektrik porselenlerinde, gaz ısı değiştiricilerde, sahip olduğu kontrollü gözenek

yapısıyla termal yalıtım uygulamalarında, ısı absorblayıcı olarak mikrodalgalarda, elektromanyetik dalga absorblayıcılarında, müllit-kordiyerit kompozitleri olarak yarı-iletken aygıtlarda, süzgeç olarak ultrafiltrasyon membranlarında ve daha pek çok alanda kullanım alanına sahiptir (Gören *et al.* 2006; Camerucci *et al.* 2001; Camerucci *et al.* 2003; Costa Oliveira *et al.* 2002).

Steatit-kordiyerit seramiklerinin üretimini de konu alan bazı çalışmalar bulunmaktadır. Aynı ayrı doğal ve/veya sentetik hammaddelerden hazırlanmış steatit ve kordiyerit tozlarının sinterlenmesi ile ve genellikle steatit matris içerisine kordiyeritin ilave edilmesi ile üretilmişlerdir (Gökçe *et al.* 2011; Valášková *et al.* 2014; Valášková *et al.* 2015). Literatürdeki bu çalışmalarda, steatit-kordiyerit seramikleri kompozisyon, fiziksel, mikroyapısal ve termal özellikler ve fotokatalitik aktivite açısından incelenmiş olup, seramiklerin mekanik davranışları üzerinde ayrıntılı olarak durulmamıştır (Valášková *et al.* 2014; Valášková *et al.* 2015).

Lantanyum oksit ( $\text{La}_2\text{O}_3$ ), yeryüzünde ticari safiyette nadir bulunan inorganik bir bileşiktir (Wells, 1984; Wyckoff, 1963; Kale *et al.* 2005).  $\text{La}_2\text{O}_3$  bileşiği, bazı katalizörlerin üretiminde, ferroelektrik özelliğe sahip malzemelerin elde edilmesinde, gözlük gibi optik niteliklere sahip malzemelerin yapımında, gözlük camının yoğunluk, kırılma indeksi ve sertlik gibi önemli özelliklerinin geliştirilmesinde kullanılmaktadır. Bununla birlikte,  $\text{La}_2\text{O}_3$ , camın alkaliye karşı direncini geliştirmek için tantalyum, tungsten ve toryum oksitler ile de kullanılmaktadır (Wells, 1984; Wyckoff, 1963; Kale *et al.* 2005; Cao *et al.* 2005; Manoilova *et al.* 2004). Piezoelektrik ve termoelektrik özelliğe sahip malzemelerin üretilmesinde de,  $\text{La}_2\text{O}_3$  tercih edilen iyi bir katkı malzemesidir. Yine,  $\text{La}_2\text{O}_3$ , motorlu taşıtlarda emisyonu azaltmak için kullanılan egzoz filtrelerinde de iyi bir katalizör olarak kendine yer bulmuştur (Cao *et al.* 2005; Manoilova *et al.* 2004). Ayrıca, parlak ışımaya özelliği sayesinde X-ışınlarını görüntüleme ekranlarında fosforlu malzemeler ile birlikte kullanılır (Wells, 1984; Wyckoff, 1963).

Bu çalışmada, hem steatitin hem de kordiyeritin üstün özelliklerinden faydalanmak üzere steatit-kordiyerit seramikler üretilmiş ve  $\text{La}_2\text{O}_3$  takviyesinin son ürünün fiziksel, mikroyapısal ve mekaniksel özellikleri (sertlik ve basma dayanımı) üzerindeki etkisi incelenmiştir.

## 2. Materyal ve Metot

Bu çalışmada kullanılan steatit ve kordiyerit başlangıç malzemeleri, doğal hammadde ve sentetik tozlar kullanılarak sentezlenmiştir. Öncelikle sentezleme için kullanılan talk (Sivas, Türkiye) ve kaolinit (Balıkesir, Türkiye) tozları  $1000^\circ\text{C}$ 'de 2 sa süreyle Protherm marka PLF 160/15 model kutu fırında,  $20^\circ\text{C}/\text{dk}$  ısıtma ve soğutma hızı ile kalsine edilmiştir. Talk ve kaolinit doğal hammaddelerin kimyasal analizi, Thermo Scientific Niton XL3t X-ışınları floresans spektrometresi (XRF) kullanılarak yapılmıştır ve analiz sonuçları Tablo 1'de verilmektedir.

**Tablo 1.** Doğal hammaddelerin kimyasal analizi.

	Bileşim (% ağırlıkça)	
	Talk	Kaolinit
$\text{SiO}_2$	63.7	48.6
$\text{Al}_2\text{O}_3$	0.07	35.6
$\text{Fe}_2\text{O}_3$	0.41	0.8
$\text{TiO}_2$	–	0.1
MgO	30.25	–
CaO	0.22	2.9
Ateş ziyatı	5.35	12.0

Daha sonra, steatit sentezi için talk,  $\text{Al}_2\text{O}_3$  (Sulzer Metco, %99.5 safiyette) ve  $\text{BaCO}_3$  (Alfa Aesar, %99.8 safiyette), kordiyerit sentezi için ise kaolinit, talk ve  $\text{Al}_2\text{O}_3$  tozları kullanılmıştır. Her iki malzeme sentezleme için, tozlar Tablo 2'de verilen bileşimlerde hazırlanarak birbirleri ile karıştırılmıştır (WAB™ T2C Turbula, 20 dk).

**Tablo 2.** Steatit ve kordiyerit sentezi için seçilen bileşimler.

	Bileşim (% ağırlıkça)			
	Talk	Kaolinit	$\text{Al}_2\text{O}_3$	$\text{BaCO}_3$
Steatit	87	–	5.0	8.0
Kordiyerit	21	75	4.0	–

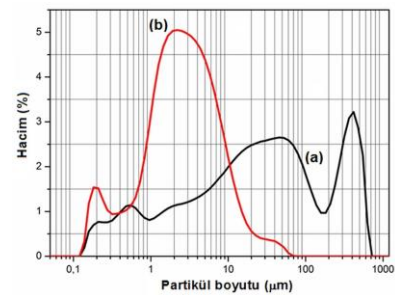
Daha sonra, steatit tozları 1320°C'de ve kordiyerit tozları 1250°C'de 2 sa süreyle kutu fırında kalsine edilmiştir. Kalsine edilen tozlar, 80 ml hacimli ZrO<sub>2</sub> öğütücü kap içerisinde, 10 mm çaplı ZrO<sub>2</sub> bilyalar ve Fritsch Pulverisette 7 Premium Line marka yüksek enerjili gezegen tipi bilyalı öğütücü kullanılarak, etanol (Merck, % 96 safiyette) ortamında, 800 devir/dk hızla ve 4 sa süreyle öğütülmüştür. Bu işlem neticesinde hazırlanmış tozlardan, ağırlıkça %80 steatit ve %20 kordiyerit olacak şekilde ana matris bileşimi hazırlanmıştır. Steatit ve kordiyerit arasındaki oran daima aynı kalacak şekilde içerisinde değişik miktarlarda (ağırlıkça % 0.5, 1, 2, 5 ve 10) La<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (Alfa Aesar, % 99.5 safiyette) takviyesi yapılmıştır. Bu bileşimler içeriğindeki katkı miktarına göre SC20 (La<sub>2</sub>O<sub>3</sub> katkısız), SC20-0.5L(ağırlıkça %0.5 La<sub>2</sub>O<sub>3</sub> katkılı), SC20-1L(ağırlıkça %1 La<sub>2</sub>O<sub>3</sub> katkılı), SC20-2L(ağırlıkça %2 La<sub>2</sub>O<sub>3</sub> katkılı), SC20-5L(ağırlıkça %5 La<sub>2</sub>O<sub>3</sub> katkılı) ve SC20-10L(ağırlıkça %10 La<sub>2</sub>O<sub>3</sub> katkılı) olarak kodlanmıştır. Hazırlanmış olan her bir bileşim (5 g), yine yüksek enerjili gezegen tipi bilyalı öğütücü kullanılarak, etanol ortamında, 800 devir/dk hızla ve 1 sa süreyle öğütme işlemine tabi tutulmuştur. Öğütme işlemleri sırasında 8:1 bilya-toz ağırlık oranı kullanılmıştır. Öğütme işlemi sonrasında tüm karışımlar, Heraeus marka etüvde 80°C'de 24 sa süreyle kurutulmuştur. Kurutulan toz karışımlarından, MSE marka MP-0710 model tek eksenli hidrolik pres kullanılarak ve 300 MPa basınç uygulanarak 12.7 mm çaplı silindirik numuneler elde edilmiştir. Daha sonra bu peletler, 1250°C ve 1300°C'de, 2 sa süreyle, 20°C/dk ısıtma ve soğutma hızı ile ve hava ortamında kutu fırında sinterlenmiştir.

Steatit ve kordiyerit tozlarının partikül boyutu Malvern marka Mastersizer 2000 model analiz cihazı kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Toz ve sinter yapıdaki numunelerin faz analizleri, X-ışını difraksiyon(XRD) tekniğinden yararlanılarak Bruker D8 Advanced marka difraktometre ile CuK<sub>α</sub> (1.54060 Å) radyasyon kaynağı kullanılarak 8-80° aralığındaki 2θ değerlerinde ve 2°/dk hızda gerçekleştirilmiştir. Sinterlenmiş olan numunelerin mikroyapıları, taramalı elektron mikroskobu (JEOL JCM-6000Plus NeoScope) ve mikroskoba akuple

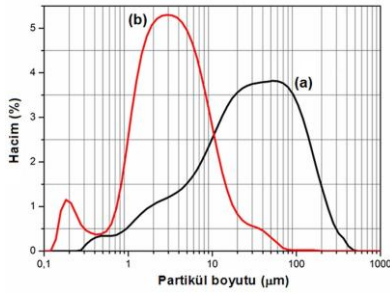
enerji dağılımlı spektrometre (SEM/EDS) ile karakterize edilmiştir. Sinter numunelerin yoğunluk, su emme ve açık gözeneklilik değerleride suda kaynatma (4 sa) ve Arşimet yöntemi kullanılarak hesaplanmıştır. La<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ilavesinin ve sıcaklık değişiminin numune sertliği ve basma dayanımı üzerindeki etkisinin incelenmesi için Vickers indentasyon (Shimadzu HMV microhardness tester, 0.9807 N, 10 sn) testi ve basmatestleri (Instron) yapılmıştır.

### 3. Bulgular ve Tartışma

İlk olarak, doğal ve sentetik hammaddeler kullanılarak hazırlanan steatit ve kordiyerit için partikül boyut dağılım analizi yapılmıştır. Şekil 1 ve 2'de steatit ve kordiyerit için partikül boyutu dağılım grafikleri verilmiştir. Şekil 1(a)'ya göre, 1320°C'de kalsine edildikten sonra elde edilen steatitin ortalama partikül boyutu 108 µm olarak bulunmuştur. Kalsinasyon ve ardından uygulanan 4 saatlik öğütme sonrasında ise, steatitin ortalama partikül boyutu 5 µm'ye düşmüştür (Şekil 1(b)). 1250°C'de kalsine edilmiş kordiyeritin ortalama partikül boyutu 55 µm olarak saptanmışken (Şekil 2(a)), bu değer 4 sa öğütme sonrasında 6 µm'ye inmiştir (Şekil 2(b)). Dolayısıyla, steatit-kordiyerit seramik matris hazırlama öncesinde her iki bileşenin de ortalama partikül boyutları birbirine yakın değerlere getirilmiştir. Öğütme işlemi ile, malzeme üretim süreçlerinde en önemli parametrelerden biri olan başlangıç tozlarının boyutu, son ürünün daha iyi mikroyapısal veya mekanik özellikler göstermesi beklentisi göz önünde bulundurulardaha küçük mertebelere düşürülmüştür.

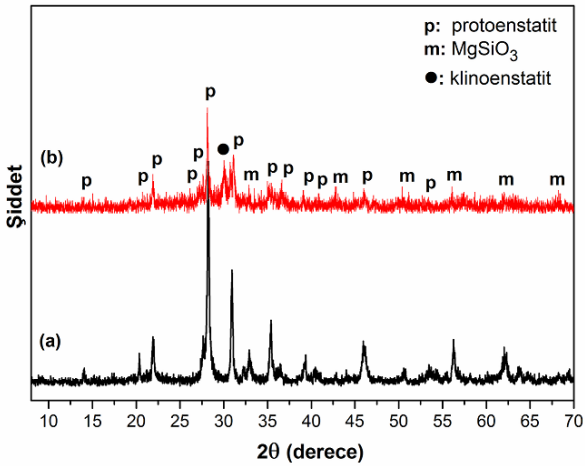


Şekil 1. Steatit hammaddesine ait partikül boyutu dağılım grafiği: (a) 1320°C'de kalsinasyon sonrası ve (b) kalsinasyon ve 4 sa öğütme sonrası.



**Şekil 2.** Kordiyerit hammaddesine ait partikül boyut dağılım grafiği: **(a)**1250°C'de kalsinasyon sonrası ve **(b)**kalsinasyon ve 4 sa öğütme sonrası.

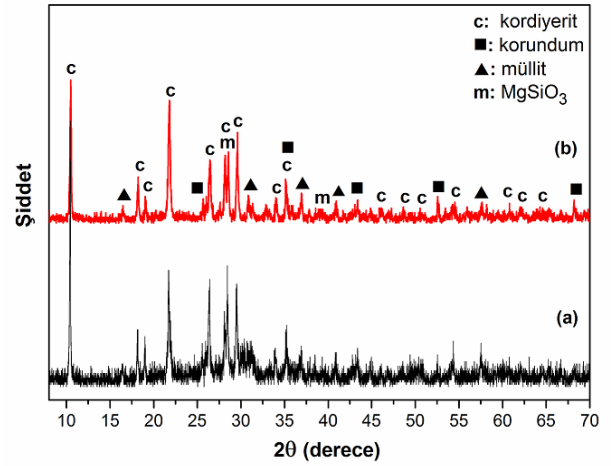
Steatit hammaddesinin 1320°C'deki kalsinasyon ve ardından uygulanan 4 saatlik öğütme sonrasına ait XRD paternleri, Şekil 3(a) ve (b)'de verilmektedir. Steatit tozlarının her iki XRD paterninde de, protoenstatit (ICDD kart no: 74-0816, Bravais kafesi: basit ortorombik,  $a=0.925$  nm,  $b=0.874$  nm,  $c=0.532$  nm), klinoenstatit (ICDD kart no: 84-0652, Bravais kafesi: basit monoklinik,  $a=0.96$  nm,  $b=0.881$  nm,  $c=0.517$  nm) ve magnezyum silikat (ICDD kart no: 11-0273, Bravais kafesi: basit ortorombik,  $a=0.925$  nm,  $b=0.874$  nm,  $c=0.532$  nm) fazları tespit edilmiştir. Mikroyapıda bulunan protoenstatit ve klinoenstatit fazları da  $MgSiO_3$  yapısındadır, fakat farklı kafes parametrelerine sahip olup, farklı özellikler göstermektedir.



**Şekil 3.** Steatit hammaddesine ait XRD paternleri: **(a)**1320°C'de kalsinasyon sonrası ve **(b)**kalsinasyon ve 4 sa öğütme sonrası.

Kordiyerit hammaddesinin 1250°C'deki kalsinasyon ve ardından uygulanan 4 saatlik öğütme sonrasına ait XRD paternleri de Şekil 4(a) ve (b)'de gösterilmiştir. Kordiyerit tozlarına ait XRD paternlerinde, kordiyerit (ICDD kart no: 12-0303,

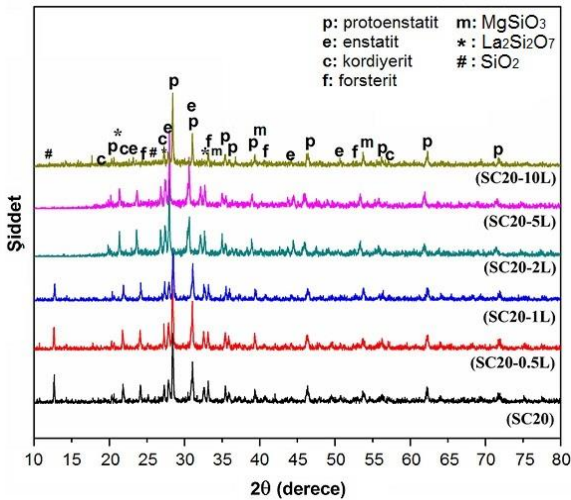
Bravais kafesi: taban merkezli ortorombik,  $a=0.974$  nm,  $b=1.708$  nm,  $c=0.935$  nm), müllit (ICDD kart no: 15-0776, Bravais kafesi: basit ortorombik,  $a=0.755$  nm,  $b=0.769$  nm,  $c=0.288$  nm), korundum (ICDD kart no: 46-1212, Bravais kafesi: basit rombohedral,  $a=b=0.476$  nm,  $c=0.130$  nm) ve magnezyum silikat fazları gözlemlenmiştir. Mikroyapıda tespit edilen kordiyerit, müllit ve korundum fazları sırasıyla,  $Mg_2Al_4Si_5O_{18}$ ,  $Al_6Si_2O_{13}$  ve  $Al_2O_3$  kimyasal formüllerine sahiptir. Her iki şekildeki (Şekil 3 ve 4) faz analiz sonuçlarına bakıldığında, yapıların tam olarak steatite ve kordiyerite dönüşmediği ortaya çıkmıştır. Bununla birlikte, öğütme sonrasında fazların XRD pik şiddetlerindeki azalma (Şekil 3(b) ve Şekil 4(b)), ortalama partikül boyutlarındaki düşüş ile doğrudan ilgilidir. Öğütme sırasında toz partikülleri ile öğütme kabı ve bilyaları arasındaki sürekli çarpışmalar ile ortaya çıkan tekrarlı kırılma-kaynaklanma mekanizması, tozların partikül boyutunda önemli bir değişime neden olmuştur. Bu değişim de, XRD analizlerine, pik şiddetlerinin düşmesi ve piklerin genişlemesi olarak yansımaktadır. Takibi süreçlerde, partikül boyutu düşürülmüş steatit ve kordiyerit hammaddeleri kullanılmıştır.



**Şekil 4.** Kordiyerit hammaddesine ait XRD paternleri: **(a)**1250°C'de kalsinasyon sonrası ve **(b)**kalsinasyon ve 4 sa öğütme sonrası.

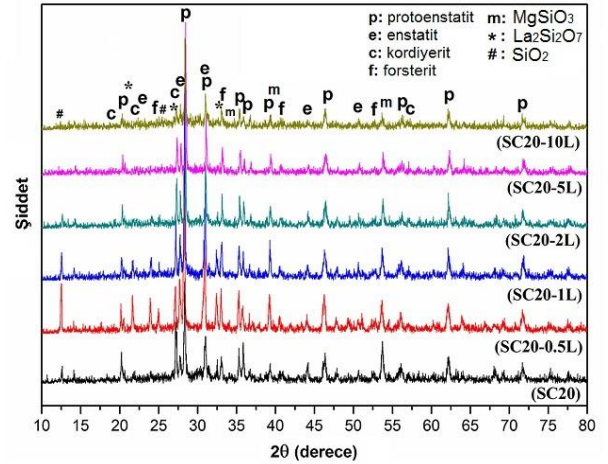
Kalsine edilmiş ve 4 sa öğütülmüş steatit ve kordiyerit hammaddeleri ile farklı miktarlardaki  $La_2O_3$  tozları karıştırılmış, öğütülmüş (1 sa), soğuk preslenmiş ve iki farklı sıcaklıkta sinterlenmiştir. Şekil 5 ve Şekil 6, farklı  $La_2O_3$  miktarları (ağırlıkça % 0, 0,5, 1, 2, 5 ve 10) ile takviye edilmiş steatit-

kordiyerit seramiklerinin 1250 ve 1300°C'de sinterlenmesine ait XRD paternlerini göstermektedir. Şekil 5'e göre mikroyapıda, protoenstatit, enstatit (ICDD kart no: 03-0519, Bravais kafesi: basit ortorombik,  $a=1.82$  nm,  $b=0.887$  nm,  $c=0.52$  nm), kordiyerit, forsterit (ICDD kart no: 34-0389, Bravais kafesi: basit ortorombik,  $a=0.598$  nm,  $b=1.020$  nm,  $c=0.475$  nm),  $MgSiO_3$  ve çok az miktarda  $SiO_2$  (ICDD kart no: 51-1382, Bravais kafesi: hacim merkezli ortorombik,  $a=1.367$  nm,  $b=0.502$  nm,  $c=2.556$  nm) fazları tespit edilmiştir. Şekil 3'deki XRD paternlerinde bulunan klinoenstatit fazı, kalsinasyon sonrasında görülmemiştir. Yapıda oluşan az miktardaki forsterit ( $2MgO \cdot SiO_2$ ) fazı, kordiyeritin kısmi bozunması ile oluşmuş ve bu esnada serbest  $SiO_2$  fazı da ortaya çıkmıştır. Ayrıca,  $La_2O_3$  katkılı numunelerde,  $La_2Si_2O_7$  (ICDD kart no: 48-0052, Bravais kafesi: basit monoklinik,  $a=1.319$  nm,  $b=0.879$  nm,  $c=0.541$  nm) fazı bulunmuştur.  $La_2O_3$  miktarının özellikle ağırlıkça % 2'den % 10'a artması ile  $La_2Si_2O_7$  fazının XRD pik şiddeti de artmıştır.  $La_2O_3$  takviyesi sinterleme esnasında  $SiO_2$  ile reaksiyona girerek yeni bir faz oluşumuna sebep olmuş ve kimyasal kararlılığını koruyamamıştır. XRD analizi ile yapıda serbest  $La_2O_3$  fazı tespit edilememiştir. Bunun nedeni, bütün takviyenin  $La_2Si_2O_7$  fazına dönüşmesi veya serbest takviyenin kullanılan difraktometrenin minimum tespit seviyesinin altındaki bir miktarda yapıda bulunmasıdır (< ağırlıkça % 2).



Şekil 5. Farklı miktarlardaki  $La_2O_3$  (ağırlıkça % 0, 0.5, 1, 2, 5 ve 10) ile takviye edilmiş ve 1250°C'de sinterlenmiş steatit-kordiyerit seramiklerine ait XRD paternleri.

Şekil 6'da ise, Şekil 5'e benzer olarak protoenstatit, enstatit, kordiyerit, forsterit,  $MgSiO_3$ ,  $La_2Si_2O_7$  ve az miktarda  $SiO_2$  fazları bulunmasına rağmen, bazı fazların miktarlarında değişimler görülmektedir. Özellikle, forsterit ve  $La_2Si_2O_7$  miktarı artarken, yapıdaki enstatit ve kordiyerit miktarlarında azalma meydana gelmiştir. Forsterit oluşumu özellikle ağırlıkça % 10  $La_2O_3$  katkılı kompozisyonlarda daha belirgindir. Artan  $La_2O_3$  katkısı ve artan sıcaklıkla serbest silika piklerinin kaybolduğu ve bir miktar serbest  $SiO_2$ 'nin  $La_2O_3$  ile reaksiyona girerek  $La_2Si_2O_7$  fazına dönüştüğü gözlemlenmektedir. Her iki sıcaklıkta da, steatit-kordiyerit matrisine ilave edilen  $La_2O_3$  takviyesinin reaksiyona girerek yeni bir faz oluşturması, kompozit malzemelerdeki matris ve takviye elemanının kararlı olması temel prensibi ile (saçınma yoluyla dayanımı artırılmış partikül takviyeli kompozitler hariç) örtüşmediği için, elde edilen ürün  $La_2O_3$  takviyeli steatit-kordiyerit seramikleri olarak adlandırılmaktadır.



Şekil 6. Farklı miktarlardaki  $La_2O_3$  (ağırlıkça % 0, 0.5, 1, 2, 5 ve 10) ile takviye edilmiş ve 1300°C'de sinterlenmiş steatit-kordiyerit seramiklerine ait XRD paternleri.

Ağırlıkça % 0, 0.5, 1, 2, 5 ve 10  $La_2O_3$  ile takviye edilmiş, 1250 ve 1300°C'de sinterlenmiş steatit-kordiyerit seramiklerinin gerçek, yığın ve rölatif yoğunluk değerleri Tablo 3'de verilmiştir. 1250°C'lik sinterleme sıcaklığı temel alınarak Tablo 3 incelendiğinde,  $La_2O_3$  ilavesinin yoğunluk üzerinde olumlu bir etki yarattığı görülmektedir.  $La_2O_3$  katkısız steatit-kordiyerit numune için elde edilen en düşük yoğunluk değeri (% 89.97), ağırlıkça % 10  $La_2O_3$  takviyesinin ardından % 99.38 değerine ulaşmıştır. Rölatif yoğunluk değerindeki en

büyükdeğişim ise,  $\text{La}_2\text{O}_3$  ilavesi ağırlıkça % 1'den % 2'ye çıkarıldığında gözlenmiştir, ve ağırlıkça % 4.85 değerinde bir artış elde edilmiştir.  $1300^\circ\text{C}$ 'de sinterlenmiş numunelerin yoğunluk değerleri,  $1250^\circ\text{C}$ 'de sinterlenmiş numunelere ait yoğunluk sonuçlarına benzer eğilim göstermekle beraber, bu değerlerde bazı farklılıklarında olduğu göze çarpmaktadır. Örneğin, sinterleme sıcaklığındaki  $50^\circ\text{C}$ 'lik artış  $\text{La}_2\text{O}_3$  katkısız steatit-kordiyerit matris üzerinde olumlu yönde bir etki yapmıştır, ve rölatif yoğunluk değeri % 5.18 oranında artmıştır. Sinterleme sıcaklığının steatit ve kordiyeritin ergime noktalarına yaklaştırılması, seramik malzeme bünyesindeki yoğunlaşma oranını arttırmıştır.

**Tablo 3.** Farklı miktarlardaki  $\text{La}_2\text{O}_3$  (ağırlıkça % 0, 0.5, 1, 2, 5 ve 10) ile takviye edilmiş,  $1250$  ve  $1300^\circ\text{C}$ 'de sinterlenmiş steatit-kordiyerit seramiklerinin yoğunluk değerleri.

Numune	Gerçek yoğunluk ( $\text{g}/\text{cm}^3$ )	Yığın yoğunluk ( $\text{g}/\text{cm}^3$ )	Rölatif yoğunluk ( $\text{g}/\text{cm}^3$ )
<b>1250°C</b>			
SC20	3.09	2.78	89.97
SC20-0.5L	3.10	2.85	91.94
SC20-1L	3.11	2.90	93.25
SC20-2L	3.13	3.07	98.10
SC20-5L	3.17	3.14	99.05
SC20-10L	3.26	3.24	99.38
<b>1300°C</b>			
SC20	3.09	2.94	95.15
SC20-0.5L	3.10	2.99	96.45
SC20-1L	3.11	3.03	97.42
SC20-2L	3.13	3.10	99.04
SC20-5L	3.17	3.15	99.37
SC20-10L	3.26	3.18	97.54

Benzer bir çalışmada, farklı miktarlarda (ağırlıkça % 5, 10 ve 20) kordiyerit ilave edilerek hazırlanan steatit seramikleri için de, sinterleme sıcaklığının  $1200^\circ\text{C}$ 'den  $1300^\circ\text{C}$ 'ye çıkarılması ile yoğunluk değerlerinin % 20-25 oranında arttığı raporlanmıştır (Gökçe *et al.* 2011).  $1250^\circ\text{C}$ 'de sinterleme sonrası elde edilen sonuçlara benzer olarak,  $\text{La}_2\text{O}_3$  katkısının ağırlıkça % 1'den % 2'ye çıkarılması ile numunelerin yoğunluk değerinde en büyük sıçrama elde edilmiştir. Bununla birlikte,  $1300^\circ\text{C}$ 'deki sinterleme sonrasında en yüksek rölatif yoğunluk değerine, ağırlıkça % 10  $\text{La}_2\text{O}_3$  katkısı ile değil, ağırlıkça % 5  $\text{La}_2\text{O}_3$  katkısı ile (% 99.37) ulaşılmıştır.

$1250^\circ\text{C}$ 'de yapılan sinterlemenin aksine  $1300^\circ\text{C}$ 'deki sinterlemede artan  $\text{La}_2\text{O}_3$  miktarı, belli bir orandan sonra yoğunluk üzerinde olumsuz etki göstermiştir, fakat yine de katkısız numuneye göre daha iyi değerler elde edilmiştir. Ağırlıkça % 10  $\text{La}_2\text{O}_3$  katkısı kullanılarak  $1300^\circ\text{C}$ 'de sinterleme yapıldığında,  $\text{La}_2\text{Si}_2\text{O}_7$  fazının bir miktar artmış olması, yoğunluktaki düşüşün nedeni olarak görülmektedir. Genel olarak,  $1300^\circ\text{C}$ 'deki sinterleme sonrasında elde edilen yoğunluk değerleri, ağırlıkça % 10  $\text{La}_2\text{O}_3$  katkısına kadar  $1250^\circ\text{C}$ 'deki değerlerden daha yüksektir.

Farklı miktarlarda  $\text{La}_2\text{O}_3$  tozu ile takviyelendirilmiş ve  $1250$  ve  $1300^\circ\text{C}$ 'de sinterlenmiş olan steatit-kordiyerit seramiklerinin suda kaynatma yöntemi ile hesaplanmış gözeneklilik ve su emme gibi fiziksel özellikleri de Tablo 4'de verilmiştir. Elde edilen gözeneklilik veya porozite değerleri, numune bünyesindeki açık porlar için geçerlidir. Beklendiği gibi, en yüksek gözeneklilik (% 10.12) ve en yüksek su emme (% 3.90) değerleri,  $1250^\circ\text{C}$ 'de sinterlenmiş  $\text{La}_2\text{O}_3$  ilavesiz ana matris malzemesinde (SC20) elde edilmiştir.

**Tablo 4.** Farklı miktarlardaki  $\text{La}_2\text{O}_3$  (ağırlıkça % 0, 0.5, 1, 2, 5 ve 10) ile takviye edilmiş,  $1250$  ve  $1300^\circ\text{C}$ 'de sinterlenmiş steatit-kordiyerit seramiklerinin gözeneklilik ve su emme değerleri.

Numune	Gözeneklilik (%)	Su emme (%)
<b>1250°C</b>		
SC20	10.12	3.90
SC20-0.5L	8.87	3.42
SC20-1L	5.97	2.23
SC20-2L	1.72	0.61
SC20-5L	0.26	0.08
SC20-10L	0	0
<b>1300°C</b>		
SC20	0.26	0.12
SC20-0.5L	0.20	0.10
SC20-1L	0.02	0.01
SC20-2L	0	0
SC20-5L	0	0
SC20-10L	0.01	0.01

$1250^\circ\text{C}$ 'de sinterlenmiş yapılarda, rölatif yoğunlukla uyumlu olarak,  $\text{La}_2\text{O}_3$  katkısı arttıkça gözeneklilik ve su emme değerleri düşmüş ve ağırlıkça % 10  $\text{La}_2\text{O}_3$  katkısında bu değerler sıfırlanmıştır.  $1300^\circ\text{C}$ 'de sinterlenmiş numunelerde

ise, gözeneklilik ve su emme değerleri tüm bileşimlerde genellikle birbirine benzer olup, % 0.26 değerini aşmamaktadır. Ağırlıkça % 2 ve % 5 La<sub>2</sub>O<sub>3</sub> katkıları kullanıldığında ise, gözeneklilik ve su emme değerleri sıfırlanmıştır. Sinterleme sıcaklığındaki artış ve belli bir limit değere kadar La<sub>2</sub>O<sub>3</sub> katkısı (ağırlıkça % 10) seramiklerin fiziksel özellikleri üzerinde çok olumlu etkiler yapmıştır.

Tablo 5’de, farklı miktarlardaki La<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (ağırlıkça % 0, 0.5, 1, 2, 5 ve 10) ile takviye edilmiş, 1250 ve 1300°C’de sinterlenmiş steatit-kordiyerit seramiklerinin sertlik ve basma dayanımı değerleri verilmektedir. Tablo 5’deki veriler incelendiğinde, artan La<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ilavesi ve artan sıcaklıkla orantılı olarak sertlik ve basma dayanımlarında artış olmamıştır. Yine de, aynı sıcaklık değerinde ağırlıkça % 0.5, 1 ve 2 La<sub>2</sub>O<sub>3</sub> katkısı kullanıldığında, hem sertlik hemde basma mukavemetinde önemli miktarda artış görülmektedir. Bununla birlikte, her iki sıcaklık değeri için de, en yüksek sertlik ve basma dayanımı değerleri ağırlıkça % 2 La<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ilavesinde elde edilmiştir.

**Tablo 5.** Farklı miktarlardaki La<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (ağırlıkça % 0, 0.5, 1, 2, 5 ve 10) ile takviye edilmiş, 1250 ve 1300°C’de sinterlenmiş steatit-kordiyerit seramiklerinin sertlik ve basma dayanımı değerleri.

Numune	Sertlik (HV <sub>0.1</sub> )	Basma dayanımı (MPa)
<b>1250°C</b>		
SC20	593±47	255±18
SC20-0.5L	645±49	278±15
SC20-1L	814±69	526±22
SC20-2L	962±28	852±22
SC20-5L	614±30	684±11
SC20-10L	571±53	342±20
<b>1300°C</b>		
SC20	739±50	394±18
SC20-0.5L	927±45	463±15
SC20-1L	1063±21	863±22
SC20-2L	1170±27	895±25
SC20-5L	884±37	431±11
SC20-10L	727±59	388±14

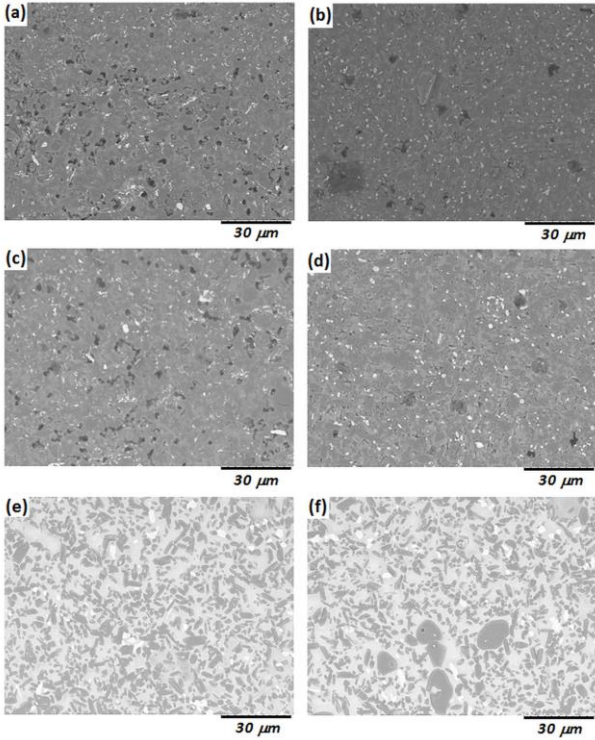
1250°C sinterleme sıcaklığında SC20 numunesine ait değerler göz önünde bulundurulduğunda, ağırlıkça % 2 La<sub>2</sub>O<sub>3</sub> katkısının, seramik malzemenin sertliğini yaklaşık 370 HV, basma mukavemetini ise 597 MPa arttırdığı anlaşılmaktadır. Sinterleme sıcaklığı 1300°C’ye çıkarıldığında ise, bu

artış, sertlikte 431 HV, basma dayanımında ise 501 MPa olarak karşımıza çıkmaktadır. Tüm numuneler içinde ise, 1300°C’de sinterlenmiş SC20-2L numunesi en yüksek değerlere sahiptir. Yoğunluk değerlerinin aksine, ağırlıkça % 5 ve % 10 La<sub>2</sub>O<sub>3</sub> katkısı, her iki sinterleme sıcaklığı için de, sertliği ve basma mukavemetini düşürmüştür. Bu durumun, XRD paternlerinde de görüldüğü üzere, La<sub>2</sub>O<sub>3</sub> miktarının artması ile artan La<sub>2</sub>Si<sub>2</sub>O<sub>7</sub> fazıyla ilgili olduğu düşünülmektedir. Bu faz, matris içine yeni bir faz şeklinde dağılarak fiziksel özellikler üzerinde olumlu etki yapmıştır, fakat mekanik özelliklerde ağırlıkça % 5 ve üzerindeki La<sub>2</sub>O<sub>3</sub> oranları için daha düşük değerlerin elde edilmesine neden olmuştur.

1250 ve 1300°C’de sinterlenmiş steatit-kordiyerit seramiklerin ikincil elektronlardan faydalanılarak alınan SEM görüntüleri, temsili olarak, katkısız numuneler ve ağırlıkça % 1 ve % 10 La<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ile takviye edilmiş numuneler için Şekil 7(a)-(f)’de verilmektedir. 1250°C’de sinterlenmiş numunelerin yoğunluk ve gözeneklilik verilerine uygun olarak (Tablo 3 ve 4), La<sub>2</sub>O<sub>3</sub> miktarı arttıkça, boşlukların ciddi oranda kapandığı ve kontrast bölgelerin daha belirgin bir şekilde ortaya çıktığı görülmektedir (Şekil 7(a), (c) ve (e)). Sinter sıcaklığının 50°C arttırılması ile de, numunelerin mikroyapılarındaki boşluklar azalmıştır. Steatit, kordiyerit ve La<sub>2</sub>O<sub>3</sub> arasındaki reaksiyonların etkisiyle yapı daha da yoğunlaşmıştır.

Sıcaklığın artması ile daha yoğun steatit-kordiyerit yapıları elde edildiği literatürde de raporlanmıştır (Gökçe *et al.* 2011). Mikroyapı görüntülerinin tümünden, takviye fazının steatit-kordiyerit yapısı içinde homojen bir şekilde dağıldığı anlaşılmaktadır. Ağırlıkça % 10 La<sub>2</sub>O<sub>3</sub> katkılı numunelerin mikroyapılarının diğer numunelerden farklı bir görünüme sahip olması da dikkat çekmektedir. Bu numunelerde, neredeyse hiç açık gözenek bulunmadığı, faz farklarının net bir şekilde görüldüğü, bazı fazların ince, kısa çubuksu ve oval yapıda olduğu görülmektedir. Bu yapı, mekaniksel özelliklerdeki ani düşüşün sebebi olarak da değerlendirilebilmektedir. Şekil 7(a)-(f)’deki SEM görüntüleri literatürdeki mikroyapılarla uyum içindedir (Mielcarek *et al.* 2004; Vela *et al.* 2007).



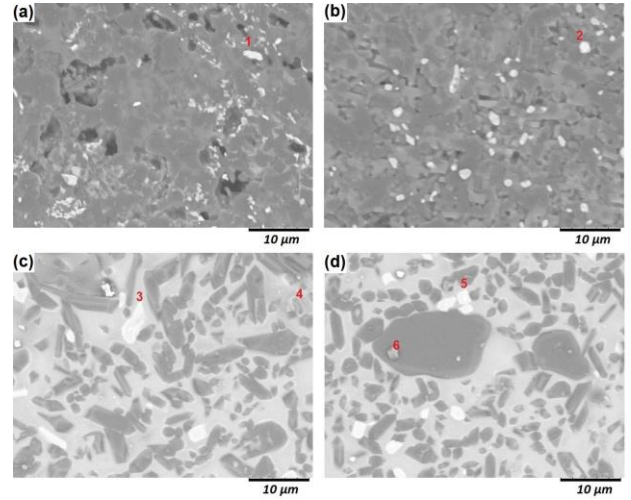


**Şekil 7.**La<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ile takviye edilmiş, 1250 ve 1300°C’de sinterlenmiş steatit-kordiyerit seramiklerinin ikincil elektron kaynaklı SEM görüntüleri: (a) SC20-1250°C, (b) SC20-1300°C, (c) SC20-1L-1250°C, (d) SC20-1L-1300°C, (e) SC20-10L-1250°C ve (f) SC20-10L-1300°C.

Ağırlıkça % 1 ve 10 La<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ile takviye edilmiş, 1250 ve 1300°C’de sinterlenmiş steatit-kordiyerit seramiklerinin ikincil elektron kaynaklı büyütülmüş SEM görüntüleri Şekil 8(a)-(d)’de verilmektedir. Şekil 8(a)’da, steatit-kordiyerit matrisin 1250°C’deki gözenekli yapısı daha belirgin olarak görülmektedir. Sinter sıcaklığının artışı ile gözeneklerin bir miktar kapandığı, fakat yapıda halen porozite bulunduğu Şekil 8(b)’den açıkça anlaşılmaktadır. Şekil 8(c) ve (d)’de ise, matris bileşenlerinin kontrast farkı, takviye elemanın varlığı ve ortaya çıkan ara bileşik daha ayrıntılı biçimde gözlenmektedir. Şekil 8(a)-(d)’de işaretlenmiş bölgelere, noktasal EDS analizi yapılmış ve bu bölgelerde (1, 2, 3, 4, 5 ve 6) tespit edilen elementler ağırlık yüzdeleri cinsinden Tablo 6’da verilmektedir.

Şekil 8(a) ve (b)’de 1 ve 2 olarak işaretlenmiş beyaz partiküller ile Şekil 8(c) ve (d)’de 3 ve 5 olarak işaretlenmiş beyaz partiküller, La ve O elementlerini içermektedir, ve bu elementlerin tespit edilen ağırlık yüzdeleri La<sub>2</sub>O<sub>3</sub>’ün teorik bileşimine (~ % 85 La ve % 15 O) çok yakın değerler

vermiştir.Şekil 8(c) ve (d)’de 4 ve 6 olarak işaretlenmiş gri bölgeler, La, Si ve O elementlerini içermektedir.



**Şekil 8.**Ağırlıkça % 1 ve 10 La<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ile takviye edilmiş, 1250 ve 1300°C’de sinterlenmiş steatit-kordiyerit seramiklerinin ikincil elektron kaynaklı büyütülmüş SEM görüntüleri: (a) SC20-1L-1250°C, (b) SC20-1L-1300°C, (c) SC20-10L-1250°C ve (d) SC20-10L-1300°C.

**Tablo 6.**Ağırlıkça % 1 ve 10 La<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ile takviye edilmiş, 1250 ve 1300°C’de sinterlenmiş steatit-kordiyerit seramiklerinin noktasal EDS analiz sonuçları.

	Tespit edilen element miktarı (ağırlıkça %)		
	La	Si	O
1	81.2	-	18.8
2	84.8	-	15.2
3	79.5	-	20.5
4	60.9	15.3	23.8
5	86.3	-	13.7
6	64.7	11.8	23.5

EDS analizi sonucu tespit edilen ağırlıkça yüzdeler, La<sub>2</sub>Si<sub>2</sub>O<sub>7</sub> fazının teorik bileşimi (~ % 62.5 La, % 12.5 O ve % 25 Si) ile uyum göstermektedir ve buradan da gri bölgelerin arafazı işaret ettiği anlaşılmaktadır. Şekil 5 ve 6’daki XRD paternlerinde bulunmayan La<sub>2</sub>O<sub>3</sub> fazının EDS analizi ile belirlenmesi, takviye edilen tüm katkının reaksiyona girmediğini de açıkça göstermiştir.

#### 4. Sonuç

Bu çalışmada, La<sub>2</sub>O<sub>3</sub> takviyeli steatit-kordiyerit seramik malzemeler doğal ve sentetik hammaddelerden hareketle,kalsinasyon, öğütme, soğuk presleme ve sinterleme yöntemleri

kullanılarak üretilmiş ve ürünlerin bileşimsel, mikroyapısal ve bazı mekanik özellikleri incelenmiştir. Elde edilen verilere göre, steatit ve kordiyerit malzemelerinin kalsinasyon ile sentezlenmesinden sonra yapılan öğütme işlemi, partikül boyutunu en az 20 kat düşürerek son ürünün mikroyapısı üzerinde etkili olmuştur. Steatit, kordiyerit ve  $\text{La}_2\text{O}_3$  tozlarının soğuk pres ile şekillendirilip 1250 ve 1300°C sıcaklıklarda sinterlenmesinin ardından, seramik malzeme bünyelerinde protoenstatit, enstatit, kordiyerit, forsterit,  $\text{MgSiO}_3$ , az miktarda  $\text{La}_2\text{Si}_2\text{O}_7$  ve  $\text{SiO}_2$  fazları tespit edilmiştir.  $\text{La}_2\text{O}_3$  katkısı sabit kalmak koşuluyla artan sinterleme sıcaklığı, ağırlıkça % 10  $\text{La}_2\text{O}_3$ 'e kadar yapılan katkılar için, numunenin yoğunluğunu arttırmış, su emme ve gözeneklilik yüzdelerini ise düşürmüştür. Aynı sinterleme sıcaklığında ise, artan  $\text{La}_2\text{O}_3$  takviyesi genellikle yoğunluk, gözeneklilik ve su emme gibi fiziksel özellikler üzerinde olumlu sonuçlar yaratmıştır. Numunenin sertlik ve basma dayanımı değerleri, artan sinterleme sıcaklığı ve  $\text{La}_2\text{O}_3$  katkısı ile ağırlıkça % 2  $\text{La}_2\text{O}_3$  limit değerine kadar artmıştır. Seramik malzemelerin özelliklerindeki gelişimin belli bir takviye oranına kadar etkili olması, numunelerin bünyesinde sinterleme sonrası oluşan  $\text{La}_2\text{Si}_2\text{O}_7$  fazı ile ilişkilendirilmektedir. Dolayısıyla, statit-kordiyerit seramiklerinin belirli miktardaki  $\text{La}_2\text{O}_3$  takviyesi ve sinterleme sıcaklığındaki değişim ile özelliklerinde iyileşmeler meydana getirilebileceği ve potansiyel kullanım alanlarında değerlendirilebileceği sonucuna varılmıştır.

### Teşekkür

Laboratuvar olanaklarının kullanılması konusundaki destekleri için Prof. Dr. M. Lütfi Öveçoğlu'na ve mekanik testlerdeki yardımları için Prof. Dr. Hüseyin Çimenoğlu'na teşekkürlerimizi sunarız.

### Kaynaklar

- Camerucci, M.A., Urretavizcaya, G. and Cavaliari, A.L., 2001. Mechanical behaviour of cordierite and cordierite-mullite materials evaluated by indentasyon techniques. *Journal of the European Ceramic Society*, **21**, 1195-1204.
- Camerucci, M.A., Urretavizcaya, G. and Cavaliari, A.L., 2003. Sintering of cordierite based materials. *Ceramics International*, **29**, 159-168.

- Cao, J., Ji, H., Liu, J., Zheng, M., Chang, X., Ma, X., Zhang, A. and Xu, Q., 2005. Controllable syntheses of hexagonal and lamellar mesostructured lanthanum oxide. *Materials Letters*, **59**, 408-411.
- Costa Oliveira, F.A. and Cruz Fernandes, J., 2002. Mechanical and thermal behaviour of cordierite-zirconia composites. *Ceramics International*, **28**, 79-91.
- German, R.M., 1985. Liquid Phase Sintering. Springer US, 43-64.
- Goren, R., Ozgur, C. and Gocmez, H., 2006. The preparation of cordierite from talc, fly ash, fused silica and alumina mixtures. *Ceramics International*, **32**, 53-56.
- Gökçe, H., 2002. Doğal hammaddelerin sentetik kordiyerit seramiklerinin geliştirilmesi ve karakterizasyonu. Yüksek Lisans Tezi, İstanbul Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul, 24-41.
- Gökçe, H., Ağaoğulları, D., Öveçoğlu, M.L., Duman, İ. and Boyraz, T., 2011. Characterization of microstructural and thermal properties of steatite/cordierite ceramics prepared by using natural raw materials. *Journal of the European Ceramic Society*, **31**, 2741-2747.
- Gökçe, H., Öveçoğlu, M.L., Aslanoğlu, Z. and Özkal, B., 2004. Microstructural characterization of cordierite ceramics produced from natural raw materials and synthetic powders. *Key Engineering Materials*, **264-268**, 1035-1038.
- Kale, S.S., Jadhav, K.R., Patil, P.S., Gujar, T.P. and Lokhande, C.D., 2005. Characterizations of spray-deposited lanthanum oxide ( $\text{La}_2\text{O}_3$ ) thin films. *Materials Letters*, **59**, 3007-3009.
- Kingery, W.D., Bowen, H.K. and Uhlmann D.R., 1976. Introduction to Ceramics, Wiley, New York, 80-110.
- Kobayashi, Y., Sumi, K. and Kato, E., 2000. Preparation of dense cordierite ceramics from magnesium compounds and kaolinite without additives. *Ceramics International*, **26**, 739-743.
- Manoilova, O.V., Podkolzin, S.G., Tope, B., Lercher, J., Stangland, E.E., Guopil, J.M. and Weckhuysen, B.M., 2004. Surface acidity and basicity of  $\text{La}_2\text{O}_3$ ,  $\text{LaOCl}$ , and  $\text{LaCl}_3$  characterized by IR spectroscopy, TPD, and DFT calculations. *The Journal of Physical Chemistry B*, **108**, 15770-15781.
- Mielcarek, W., Nowak-Woźny, D. and Prociów, K., 2004. Correlation between  $\text{MgSiO}_3$  phases and mechanical durability of steatite ceramics. *Journal of the European Ceramic Society*, **24**, 3817-3821.
- Reynard, B., Bass, J.D. and Jackson, J.M., 2008. Rapid identification of steatite-enstatite polymorphs at

- various temperatures. *Journal of the European Ceramic Society*, **28**, 2459-62.
- Rohan, P., Neufuss, K., Matejíček, J., Dubský, J., Prchlík, L. and Holzgartner, C., 2004. Thermal and mechanical properties of cordierite, mullite and steatite produced by plasma spraying. *Ceramics International*, **30**, 597-603.
- Soykan, H.S., 2007. Low-temperature fabrication of steatite ceramics with boron oxide addition. *Ceramics International*, **33**, 911-914.
- Şentürk, E., Duman, S., Bağcı, S., Soykan, H.S. and Aslanoğlu, Z., 2016. Humidity sensing properties of steatite ceramic containing B<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. *Sensors and Actuators A: Physical*, **240**, 80-84.
- Terzić, A., Obradović, N., Stojanović, J., Pavlović, V., Andrić, L., Olćan, D. and Đorđević, A., 2017. Influence of different bonding and fluxing agents on the sintering behavior and dielectric properties of steatite ceramic materials. *Ceramics International*, **43**, 13264-13275.
- Tunç, T. and Demirkıran, Ş., 2014. The effects of mechanical activation on the sintering and microstructural properties of cordierite produced from natural zeolite. *Powder Technology*, **260**, 7-14.
- Valášková, M., Zdrávková, J., Martynková, G.S., Smetana, B., Vlček, J. and Študentová, S., 2014. Structural variability of high purity cordierite/steatite ceramics sintered from mixtures with various vermiculites. *Ceramics International*, **40**, 8489-8498.
- Valášková, M., Kočí, K. and Kupková, J., 2015. Cordierite/steatite/CeO<sub>2</sub> porous materials-Preparation, structural characterization and their photocatalytic activity. *Microporous and Mesoporous Materials*, **207**, 120-125.
- Vela, E., Peiteado, M., García, F., Caballero, A.C. and Fernández, J.F., 2007. Sintering behaviour of steatite materials with barium carbonate flux. *Ceramics International*, **33**, 1325-1329.
- Wang, W., Shi, Z., Wang, X. and Fan, W., 2016. The phase transformation and thermal expansion properties of cordierite ceramics prepared using drift sands to replace pure quartz. *Ceramics International*, **42**, 4477-4485.
- Wells, A.F., 1984. *Structural Inorganic Chemistry*. Oxford University Press, 531-619.
- Wyckoff, R.W.G., 1963. *Crystal Structures: Inorganic Compounds RX<sub>n</sub>, R<sub>n</sub>MX<sub>2</sub>, R<sub>n</sub>MX<sub>3</sub>*. John Wiley & Sons, 410-450.
- Yalamaç, E. and Akkurt, S., 2006. Additive and intensive grinding effects on the synthesis of cordierite. *Ceramics International*, **32**, 825-832.