

Cam-Seramikler Kullanarak Metalurjik Yöntemlerle Süstaşları Takliti Olabilecek Malzemelerin Üretimi; Bunların Mineralojik, Gemolojik Karakteristiklerinin Tespiti ve Ekonomik Analizleri¹

Merve Arıyürek²

İskender Işık³

Murat Hatipoğlu⁴

Özet

Genel olarak süstaşı denildiğinde ilk akla gelenin mineraller olsa da laboratuvar ortamında üretilen sentetik süstaşları ve taklit süstaşları da süstaşı kavramı içinde yer almaktadır. Bu yüzden, süstaşları Dünyada çok büyük bir ticaret hacmine sahiptir. Bununla beraber, sentetik ve taklit olarak elde edilen süstaşlarının ticaret rakamlarının, doğal süstaşı üretim kaynaklarının giderek tükenmekte olması nedeniyle, her geçen yıl daha da arttığı bilinen bir gerçektir. Bu kadar yüksek bir ticaret hacmine sahip bir piyasa da Türkiye'nin söz sahibi olabilmesi için sentetik hem de taklit süstaşı üretilebilecek imkanların, laboratuvar düzeyinde de olsa araştırılmasının oldukça önemli olduğu açıktır. Camlar, seramikler, polimerler, kompozitler ve cam-seramikler endüstrinin birçok alanında kullanılmakla beraber, gemolojik materyal olarak

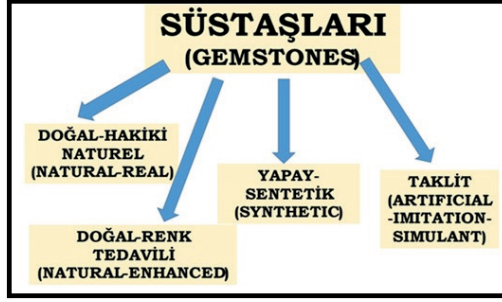
- 1 Bu çalışma birinci yazarın doktora tezinden türetilmiştir; Tez Başlığı, Bazı Süstaşların İmitasyonlarının Yapımı, Karakterizasyonları ve Ekonomik Analizleri (YÖK Tez merkezi Arşiv No: 2021/685145). Tez Danışmanları; Prof.Dr. İskender IŞIK ve Prof.Dr. Murat HATİPOĞLU.
- 2 (Dr.) Kütahya Seramik, Kütahya, Türkiye, ORCID ID: 0000-0003-4054-4398
- 3 (Prof.Dr.) Kütahya Dumlupınar Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü, Kütahya, Türkiye, ORCID ID: 0000-0002-9523-2837
- 4 (Prof.Dr.) Dokuz Eylül Üniversitesi, İzmir Meslek Yüksekokulu, El Sanatları Bölümü, Kuyumculuk ve Takı Tasarımı Programı, İzmir, Türkiye, ORCID ID: 0000-0002-4345-9052
Dokuz Eylül Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Doğal Yapı Taşları ve Süstaşları Anabilim Dalı, İzmir, Türkiye

da taklit süstaşları olarak da yaygınca piyasaya sürülmektedirler. Günümüzde ileri teknoloji ürünü olan özellikle cam-seramikler en yaygın taklit süstaşı üretiminde kullanılan materyallerdir. Bu çalışmada; bazı süstaşlarının taklit özellikteki malzemeleri için cam-seramik malzemeler laboratuvar şartlarında üretilerek, bunların ekonomik analizleri yapılmıştır. Cam-seramik yapılı bu taklit süstaşı materyali üretimi için alüminyumoksit ve disodyumtetraborat kullanılarak bir toz karışım hazırlanmıştır. Bu toz karışım, presleme yöntemi ile şekillendirilerek (pelet) kaboşon şekilde bisküviler elde edilmiştir. Üretilen bu örneğin renklendirilmesi amacı ile kobaltoksit, Nikel Oksit, Krom Oksit, Demir Oksit, Bakır Oksit ve Mangan Oksit kullanılarak farklı oranlarda doplama işlemi ve takibinde 600°C ve 650°C'de 30 dakika, 60 dakika ve 90 dakika sinterleme işlemleri yapılmıştır. Sonuç olarak; sadece opak yapıda, yeşil ve tonları, mavi, siyah, gri ve kahvemsı kırmızı renkli taklit süstaşları olabilecek malzemeler başarılı bir şekilde elde edilmiştirler. Elde edilen örneklerden en iyi taklit süstaşı niteliğinde olabilecek sekiz örnek seçilerek karakterizasyon işlemleri (XRD, sertlik testi, özgül ağırlık ölçümü, mikro yapı için FE-SEM analizi, renk analizi, parlaklık ölçümü ve UV-VIS analizi) yapılmıştır. Ekonomik analizlere göre de elde edilen bu taklit örneklerin doğal süstaşı eşteniklerine göre yaklaşık 25 kat, sentetik eşteniklerine göre de yaklaşık 10 kat daha ekonomik olacağı hesaplanmıştır.

1. Giriş

1.1. Süstaşlarının Global Açından Arz ve Talebi

Neolitik Dönem başlangıcı olan yazının bulunmasından (7 bin yıl evvel) buyana insanoğlu, doğal süstaşlarını ve çeşitli cam ve seramiklerden yaptıkları süstaşı benzeri materyalleri, uhrevi ve dünyevi amaçlar için yaygınca kullandıkları, günümüze ulaşan Ar-Gem-Ma (Arkeo-Gemolojikselle-Materyaller) lardan anlaşılmaktadır (Dubin, 1995; Rapp, 2009; Hatipoğlu vd., 2018). Doğal süstaşlarının yanı sıra laboratuvar ortamında üretilen birebir aynı yapay (sentetik) ve sadece görünüşsel benzeyen taklit (imitasyon, artifişil) süstaşları da günümüzde süstaşı piyasasında oldukça fazla rastlanılmaktadır. Buna göre mücevher sektöründe kullanılan tüm mineral-kayaç-taşlaşmış organik malzeme kökenli süstaşlarının (yaklaşık 300 tür) oluşumsal sınıflandırılması dört kategoriye ayrılmaktadır (Şekil 1).



Şekil 1. Günümüzde mücevher sektöründe kullanılan mineral-kayaç-taşlaşmış organik malzeme kökenli süstaşlarının oluşumsal sınıflandırılmasının yapısal gruplaması. 1) Doğal-Hakiki-Naturel, 2) Doğal-Renk Tedavili, 3) Yapay-Sentetik ve 4) Taklit.

1) En makbul olan tümüyle en mükemmel fiziko-kimyasal özelliklere, kristalin yapı ve görünüşe sahip doğal süstaşlarıdır. 2) Gemolojik amaçları doğrultusunda doğadan çıkan ancak renk özelliği yeterince doygun olmayan süstaşları, laboratuvarlarda değişik yöntemlerle renk iyileştirmelerine tabi tutulurlar (Intarasiri vd., 2009; Kane vd., 1990; Rao vd., 2016). Bunlar köken olarak doğal ama sonradan tedavi görmüş ürünler olarak adlandırılırlar. 3) Gemolojik amaçları doğrultusunda sentetik taşlar, yapay olarak laboratuvarlarda üretilmiş doğal karşılığı ile aynı kimyasal bileşime, kristal yapıya ve fiziksel özelliklere sahip bir madde olarak tanımlanırlar (Kane, 2009). 4) Bununla beraber doğada eşdeğeri bulunmayan çok çeşitli kristalin veya amorf yapı malzemeler de laboratuvarlarda yapılmaktadırlar ve bunlar da taklit taşlar olarak tanımlanırlar (Read, 1988). Süstaşlarına olan yaygın talep yüzünden hem antik dönemlerde hem de günümüzde, çok büyük bir ticaret hacmi söz konusudur. Dünyada 2020'li yıllar dikkate alındığında doğal ham ve işlenmiş süstaşlarının sirkülasyonunun, yaklaşık 100 milyar ABD Dolarlık bir hacime ulaştığı görülmektedir. Ancak bu rakam içerisinde en büyük payı, yaklaşık % 60'lık oranda ham ve işlenmiş elmaslar almaktadır. Bunu yaklaşık % 35'lik oranda ham ve işlenmiş renkli taşlar ve de kalan % 15'lik oranda inci yer almaktadır.

Bunların arz-talep dengesini karşılayamaması yüzünden, yapay (sentetik) ve taklit (imitasyon) süstaşlarının da ticareti bu sektörde yaklaşık 50 milyar ABD Dolarlık bir pay oluşturmaktadır. Bununla beraber, sentetik ve taklit olarak elde edilen süstaşlarının ticaret rakamlarının, doğal süstaşı üretim kaynaklarının giderek tükenmekte olması nedeniyle, her geçen yıl daha da artacağı kaçınılmaz bir gerçektir. Bu durum, aslında sentetik ve taklit süstaşı piyasasının ne denli bir büyüme potansiyelinin olduğunu da göstermektedir. Sentetik ve taklit süstaşı üretimleri Türkiye'de henüz deneme aşamaları

dışında, ekonomik boyutlarda yapılmamaktadır. Bu kadar yüksek bir ticaret hacmine sahip Dünya süstaşı piyasasında Türkiye'nin söz sahibi olabilmesi için hem yapay hem de taklit süstaşı üretilebilecek imkanların araştırılması büyük önem arz etmektedir.

Bu çalışmada ekonomik açıdan çok hesaplı olan süstaşı takliti olarak kullanılabilir malzemelerin AR-GE düzeyinde de olsa araştırılması, bu çalışmanın temel amacıdır. Dolayısıyla kapsamı, sentetik süstaşı üretimi yerine, sadece renk görünüş bakımından doğal süstaşlarına benzeyen özellikte taklit süstaşları üzerinedir. Taklit süstaşı olarak üretilebilecek metalurjik malzemeler çok çeşitli olmasına rağmen, bu çalışmada sadece cam-seramikler kullanılarak üretilebilecek malzemelerin yapılıp yapılamayacağı konusunda bir ön AR-GE çalışmasının yapılması ve ortaya çıkartılacak malzemelerin, mücevher sektöründe gemolojik anlamda süstaşı olarak kullanılabilme analizlerinin yapılması hedeflenmiştir. Böylece, Türkiye'nin taklit süstaşı talebinde söz sahibi olabilecek miktarlarda üretimin önünü açabilecek formüller üretilerek, elde edilecek somut sonuçlarla ilgilenebilecek yatırımcı firmalara ilham kaynağı olarak, Türkiye için dışa bağımlı olmayan bir katma değer kazandırılacağı vurgulanacaktır.

1.2. Süstaşı Takliti olarak Kullanılabilir Malzemelerin Cinsleri, Tanımlamaları ve Özellikleri

Gemolojiksel materyallerin optiksel ve yapısal özellikleri, sanat ve zanaat çalışmalarındaki nasıl kullanılacaklarını belirleyen önemli faktörlerdir (Sodo vd., 2003). Malzeme ve metalurji biliminin temelinde süstaşı takliti olarak üretilebilecek non-metalik özellikte beş ana hammadde malzemesi bulunmaktadır. Bunlar; 1) Silika (SiO_2) tabanlı camlar, 2) Polimerler, 3) Seramikler, 4) Kompozitler (kompozeler) ve 5) Cam-seramiklerdir. Bunların genel özellikleri şöyledir;

1) Silika (SiO_2) tabanlı camlar; Bunlar, genellikle ergitme aşamasından sonra yavaş veya hızlı soğutma ve katılaşma ile oluşturulurlar. Bazen soğutma o kadar hızlıdır ki, camın kristalleşmesi oluşmaz. Sıcaklığın daha da düşmesiyle viskozite artmaya devam eder ve bu da sıvının tamamen katılaşmasına kadar aşamalı bir şekilde donmasına neden olur. Camlar, insanlık tarihinin en önemli ürünlerinden biridir. En eski insan yapımı opak cam, M.Ö.8 bin yılına tarihlenen Mısır çanak çömleklerinde bulunmuştur. Optik şeffaflık, yapısal sertlik, bileşim esnekliği ve dayanıklılık gibi benzersiz özellikleri nedeniyle silika tabanlı camlar, insanlığın yaşamın her alanında kullandığı önemli bir malzemedir. Tüm bu özellikler, silika tabanlı camları hem geleneksel hem de ileri teknolojik kullanımlar için uygun hale getirmiştir.

Pencereler, kaplar, aydınlatma, lensler ve el yapımı sanat eserleri geleneksel kullanım örneklerinden bazılarıdır. Lazer camı, optik iletişim fiberleri, biyoglas, zırlı cam, güneş camı vb. İleri teknolojik kullanım örneklerinden bazılarıdır. Silika tabanlı camlar, genel olarak 1) inorganik ve 2) organik olmak üzere iki temel grupta toplanırlar. İnorganik camlar kökenlerine bağlı olarak doğal ve sentetik (insan yapımı veya yapay) camlar olarak ikiye ayrılmaktadır. Volkanik kayalarda doğal camlar bulunurken, insanlar sentetik camları hammaddeleri eritip üretmişlerdir. Sentetik camlar ise genel ve özel camlar olarak ikiye ayrılırlar. Günlük yaşantımızda kullandığımız pencereler, bardaklar, şişeler, lambalar, gözlükler ve aynalar genel cam olarak değerlendirilirler. Özel camlar ise lazer cam, radyasyon koruyucu cam, optik fiber ve şeffaf cam seramiklerdir (Karmakar, 2016). Bileşimi ve özelliğine göre camlar; sodalı camlar, borosilikat camlar, kristal camlar, kurşunlu kristal camlar, silis camları ve alüminasilikat camları olarak ayrılmaktadırlar. Sodalı camlar en yaygın kullanılan camlardır. Yapısında SiO_2 , Na_2O , CaO , Al_2O_3 ve MgO bulunmaktadır. Borosilikat camları ısıya çok daha dayanıklı camlardır. Yapısında B_2O_3 bulunmaktadır. Kristal camlar yapısında yüksek miktarda potasyumoksit ve kurşunoksit bulunan renksiz camlardır. Kurşunoksitin yapıda kristallik sağlaması için ağırlıkça en az % 24 bulunması gerekmektedir (Angeli vd., 2016). Kurşunlu kristal camlar yapısında yüksek oranda kurşunoksit içermektedir. Yüksek kırılma indisi, elektriksel özdirenç ve kolay işlenebilirlik bu camların en temel özelliklerinden biridir. Silis camı olarak bilinen silika camlar (yüksek saflıkta erimiş) düşük termal genleşme, yüksek geçirgenlik ve mükemmel anti-radyasyon nedeniyle yüksek enerjili lazer sistemi gibi gelişmiş optik sistemler için önemli bir malzemedir. Ergitilmesi için yüksek sıcaklıklar gerektiği için diğer camlara göre daha pahalıdır (Huang, 2019). Alümina silikat camları yapısında % 20 oranında Al_2O_3 içermektedirler. Yüksek sıcaklıklara dayandıkları için, genelde laboratuvar ve mutfak geçişlerinde kullanılmaktadırlar. Hindistan'dan mavi kuvars olarak sunulan yuvarlak boncuklardan oluşan bir kolye, gemolojik ve spektroskopik tekniklerle analiz edilmiştir. Kaliteli lapis lazuli'yi andıran menekşe mavisi süs taşı, daha önce mücevher ikamesi olarak gözlemlenen bir camın aksine, şeffaf olmayan bir kobalt cam olduğu ortaya çıkmıştır. Lapis'in karakteristik renk düzensizlikleri (mavi beyaz), koyu mavi camda bulunan düşük kristobalitin beyaz kristalitleri tarafından taklit edilmiştir (Bosshart, 1983).

2) Polimerler; Organik camlar aslında, polimerik malzemelerdir. Üretim yöntemi ve kimyasal yapısı bakımından inorganik camlardan farklıdır. Şeffaf olabilecekleri gibi, opak malzemeler de olabilirler. Ancak yine de silika tabanlı camlara benzer özellikler gösterebilmektedirler. Organik camlar gözlük camları, akvaryum tankları, implant, araba ön camları, pencere camı,

kamera camı, çatılarda yapı elemanı ve süs eşyası gibi birçok kullanım alanına sahiptirler. Organik camlar, ergiyiğin hızlı soğutulmasıyla kristalleşme eğilimini engelleyen, karmaşık yumak düzeninde karbon-karbon zincirleri içerirler. Organik camlar, geleneksel silika tabanlı camlar gibi şeffaf ve rijit, polimerler gibi hafif ve kolay üretilebilme avantajına sahiptirler Kırınım indisleri ve yüzey sertlikleri camlardan daha düşüktür. Bu nedenle, çizilmeye karşı dayanımları azdır (Karasu ve Akkaşoğlu, 2018).

3) Seramikler; Seramikle metalik ve ametalik özellikteki elementlerden oluşan bileşiklerdir. Seramik malzemelerin büyük bir kısmını oksitler, karbürler ve nitürler oluşturmaktadır. Alüminyumoksit, silisyumdioksit, silisyumkarbür, silisyumnitrürün yanında kil minerallerinden oluşan geleneksel seramikler ve çimento seramik malzemeler olarak sayılmaktadır. Mekanik özellikleri açısından seramik malzemeler, yüksek rijitliğe ve dayanıma sahiptirler. Seramik malzemelerin sertlikleri yüksektir, ancak gevrek ve kırılğan malzemedir.

4) Kompozitler (kompozeler-karma malzemeler); metal, seramik ve polimerlerden iki ya da daha fazla malzemenin bir araya getirilmesi ile oluşan malzemelerdir. Kompozit malzeme tasarımında, bir malzemenin tek başına sergileyemeyeceği özelliklere ve de kendisini oluşturan malzemelerin en iyi özelliklerine sahip malzeme üretilmesi amaçlanmaktadır. Metal, seramik ve polimerlerin farklı şekillerde bir araya getirilmesinden çok sayıda farklı kompozit malzeme oluşturulabilir.

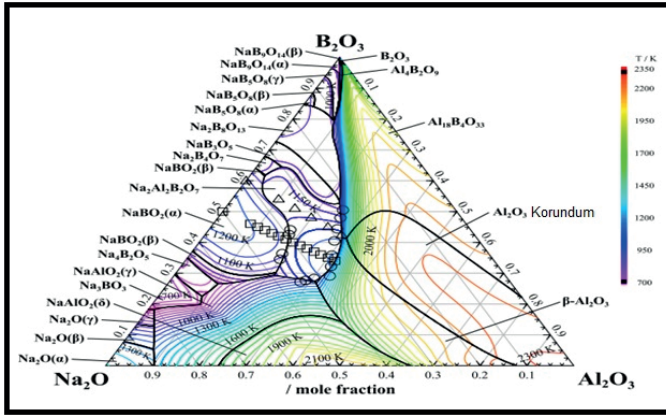
5) Cam-seramikler; Cam-seramikler, özel bileşime sahip camların kontrollü kristalizasyonu sonucu oluşan seramiklerdir. Camlara göre mukavemeti, darbe direnci, refrakterlik özelliği ve düşük ısıl genişleme katsayısına sahip çok kristalli malzemedir. Camın, cam-seramik malzemeye dönüşümü kristal fazların çekirdeklenme ve büyümelerini kapsayan bir kristalizasyon işlemi ile sağlanmaktadır. Bu kristallerin yanı sıra ısıl işlem koşullarına ve camın bileşimine bağlı olarak artık kalan kalıntı cam fazlar da bulunmaktadır (Ercenk, 2017). Kristal yapı sayesinde çatlakların sapmasına, dallanmasına ve parçalanmasını sağlayan özelliklere sahiptirler. Bölünme düzlemlerinin ve tane sınırlarının varlığı, çatlak yayılması için bir engel görevi görmektedir. Ek olarak, kristallerdeki özellikler spektrumu, camlara kıyasla çok geniştir. Bu nedenle, bazı kristaller son derece düşük veya hatta negatif termal genişleme davranışına sahip olabilirler. Örneğin safir gibi malzemeler camdan bile daha sert olurken, mika gibi kristaller son derece düşük sertlikte olabilirler. Bazı kristal aileleri de olağandışı ışıldayan, dielektrik veya manyetik özelliklere sahip olabilir (Holland ve Beal, 2002). Amorf yapılı opaller ile sentetik olarak elde edilmiş opallerin karşılaştırılmasında, görülmüştür ki sentetik

opal üretmek için soda-kireç-silika cam atıkları ile silika tozu kullanılmıştır. Cam ve metal tozunun etkileşmesi ile kristal renk ajanlarının oluşmasına sebep olurken optik özelliklerinin arttığı görülmüştür. Çalışmada faz analizi için XRD, optik özelliklerinin belirlenmesi amacı ile Raman spektrometresi kullanılmıştır. Analiz sonuçları değerlendirildiğinde süt opalin bu teknik ile üretilebileceği söylenmektedir (Bootkul vd., 2017).

$\text{Li}_2\text{O}-\text{Al}_2\text{O}_3-\text{SiO}_2$ (LAS), $\text{MgO}-\text{Al}_2\text{O}_3-\text{SiO}_2$ (MAS), $\text{Li}_2\text{O}-\text{MgO}-\text{SiO}_2$, $\text{Li}_2\text{O}-\text{ZnO}-\text{SiO}_2$, $\text{BaO}-\text{Al}_2\text{O}_3-\text{SiO}_2$ ve $\text{CaO}-\text{Al}_2\text{O}_3-\text{SiO}_2$ (CAS) sistemleri temel cam-seramik sistemleridir (Aydın vd. 2019). Cam-seramiklerin çeşitli üretim yöntemleri bulunmaktadır. Bunlardan birisi de toz metalurjisi yöntemidir. Toz metalurjisi yönteminde tozlar pres ile şekillendirildikten sonra kalıcı mukavemet sağlanması amacı ile sinterlenmektedirler. Ayrıca yüksek akış hızları nedeni ile metal ya da diğer cam seramiklerin üzerine kaplama malzemesi olarak da kullanılabilirler. Cam-seramiklerin bu özellikleri ve üretim kolaylığından dolayı hem süstaşı olarak hem de süstaşlarının iyileştirilmesinde kullanılabilirliği düşünülmektedir.

2. Kullanılan Malzeme Terkipleri ve Uygulanan Methodlar

Bu çalışmada ham madde olarak sadece cam-seramiklerden üretilen malzemeler kullanılacaktır. Cam-seramikler 1950'lerin başları itibaren keşfedildiğinden bu yana günlük hayatta, endüstriyel uygulamalarda, çevresel uygulamalarda, biomedikal uygulamalarda, mimari uygulamalarda ve daha birçok ileri teknoloji uygulamalarında geniş çaplı kullanılmaktadırlar. Cam-seramikler kendine özgü bir yapısı olan camların kontrollü bir şekilde kristalizasyonu ile üretilen ve camdan daha yüksek mukavemete, darbe direncine sahip çok kristalli bir cam yapısıdır. Kristalizasyon, yapısal olarak amorf bir fazın düzenli bir geometri ile kararlı bir katı faza dönüştürüldüğü termal ve kinetik süreç olarak tanımlanabilecek çekirdeklenme ve kristal büyümesi yoluyla gerçekleşmektedirler. Bu çalışmada ilk olarak MgO , Al_2O_3 ve $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$ hammaddeleri kullanılarak malzeme reçeteleri hazırlanmıştır. İlaveten de $\text{Na}_2\text{O}-\text{B}_2\text{O}_3-\text{Al}_2\text{O}_3$ faz diyagramı Şekil 2 göz önüne alınarak, bu çalışma için Çizelge 1'de verilen malzeme reçeteleri hazırlanmıştır.



Şekil 2. $\text{Na}_2\text{O} - \text{B}_2\text{O}_3 - \text{Al}_2\text{O}_3$ faz diyagramı (Wakasugi vd., 1992; Wakasugi vd., 1995; Binev vd., 2005'den uyarlanmıştır).

Çalışmada kullanılan hammaddeler; 1.) Saf alüminadan biraz daha fazla sertliğe sahip, aşınmaya, kayma aşınmasına, sürtünmeye, oksidasyona, asitlere ve alkalilere karşı dirençli Metco firmasına ait 101 seramik kodlu $-22+5 \mu\text{m}$ tane boyutuna sahip alüminyum oksit. 2.) Eti maden işletmesine ait Etibor-68 kodlu susuz disodyum tetra borat ($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$) granül ana malzeme olarak kullanılmıştır. 3.) Ayrıca, refsan firmasına ait kırmızı Demir Oksit, siyah Bakır Oksit, Nikel Oksit, Kobalt Oksit, Çinko Oksit, Mangan Oksit ve Krom Oksit kullanılmıştır. Çizelge 1'de kullanılan hammaddelerin ağırlıkça yüzde (%) oranları ve örneklerin ismi yer almaktadır. Örnekler 600, 650, 700 ve 800 °C'de 1 saat $10^\circ/\text{dk}$ hızla sinterlenmişlerdir. Sinterleme işlemi sonucu incelenen örneklerin görüntü açısından piyasada tutulabilecek özellikte süstaşa en uygun olanı "D7" kodlu örnek olduğu görülmüştür. Bu örnek bu çalışmada "referans örneği" olarak kabul edilmiştir.

Çizelge 1. Çalışmada kullanılan hammaddeler; Örneklerin adı, kullanılan hammaddelerin ağırlıkça yüzde oranları (en uygun seçilen reçete “D7” koyu renk ile işaretlenmiştir).

Örnek Adı	Ağırlıkça % MgO	Ağırlıkça % Na ₂ B ₄ O ₇	Ağırlıkça % Al ₂ O ₃
D1	12,5	87,5	-
D2	27,59	72,41	-
D3	46,15	53,85	-
D4	61,07	-	38,93
D5	37,04	-	62,96
D6	20,73	-	79,27
D7	-	73,30	26,70
D8	-	50,72	49,28
D9	-	31,39	68,61
D10	26,14	57,19	16,67
D11	17,81	51,93	30,26
D12	24,84	43,48	31,68
D13	10,87	47,58	41,58
D14	17,00	39,66	43,34

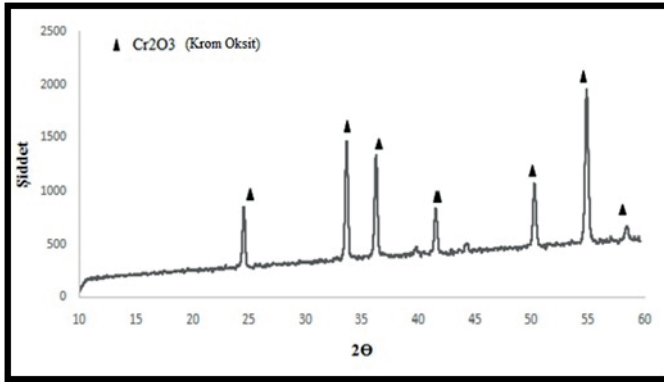
Bu hazırlanan tozların hazırlanma aşaması ile çalışmada izlenen yöntem ve kullanılan cihazlar aşağıda detaylı olarak verilmiştir.

1. Kullanılan Hammaddelerin Karakterizasyonu
2. Karışımların Hazırlanması
3. Hazırlanan Tozların Şekillendirilmesi
4. Isıl İşlemler
5. XRD Analizleri
6. Sertlik Ölçümleri
7. Özgül Ağırlık Ölçümleri
8. Renk Ölçümleri (L*a*b)
9. UV-VIS Spektrometre Analizleri
10. Mikro Yapı Analizleri (FE-SEM)
11. Parlaklık Ölçümleri

Çalışmada kullanılan hammaddelerin kimyasal ve mineralojik analizleri yapılmıştır. Hammaddelerin mineralojik analizleri DPÜ Metalurji ve Malzeme Bilimi Mühendisliği Laboratuvarında bulunan Rigaku Müniflex marka X-Işınları dağılımı (XRD) cihazı kullanılarak yapılmıştır. Elde edilen verilerin, “Jade 6” veri tabanı kullanılarak faz analizleri yapılmıştır. Ham maddelerin kimyasal analizi ise Kütahya Porselen firmasında bulunan Spectro Ametek X-ışınları floresans (XRF) cihazı kullanılarak yapılmıştır. Buna göre; Renklendirici oksit (kromofor) olarak kullanılan Krom Oksitin (Cr_2O_3) kimyasal analizi Çizelge 2’de mineralojik XRD analiz sonucu da Şekil 3’de verilmektedir.

Çizelge 2. Renklendirici oksit olarak kullanılan Krom Oksitin XRF ile yapılan kimyasal analiz sonucu.

Oksitler	Al_2O_3	SiO_2	SO_3	K_2O	Cr_2O_3	Fe_2O_3	Toplam
Ağırlıkça Oran (%)	0,55	0,03	0,02	0,01	99,05	0,30	99,99

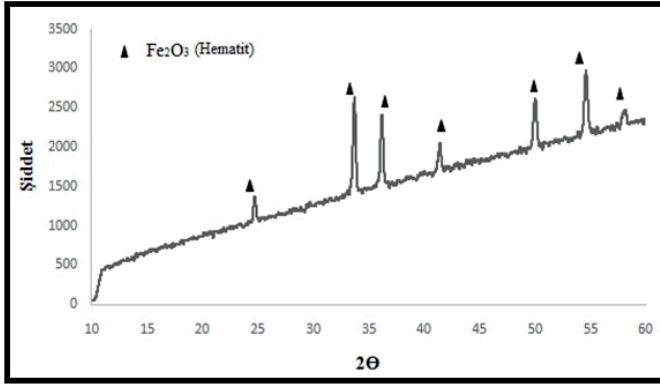


Şekil 3. Renklendirici oksit olarak kullanılan Krom Oksitin, XRD ile yapılan mineralojik analiz sonucu Krom Oksit (Cr_2O_3) fazı tespit edilmiştir.

Renklendirici oksit olarak kullanılan Demir Oksitin (Fe_2O_3) XRF ile yapılan kimyasal analiz sonucu Çizelge 3’de, mineralojik XRD analiz sonucu da Şekil 4’de verilmektedir.

Çizelge 3. Renklendirici oksit olarak kullanılan Demir Oksitin XRF ile yapılan kimyasal analiz sonucu.

Oksit	Na ₂ O	MgO	Al ₂ O ₃	SiO ₂	P ₂ O ₅	CaO	NiO	
Ağırlıkça Oran (%)	0,01	0,01	0,38	1,41	0,04	0,09	0,02	
Oksit	Cr ₂ O ₃	Mn ₃ O ₄	Fe ₂ O ₃	Co ₃ O ₄	SO ₃	TiO ₂	CuO	Toplam
Ağırlıkça Oran (%)	0,12	0,08	97,46	0,01	0,05	0,03	0,22	99,92

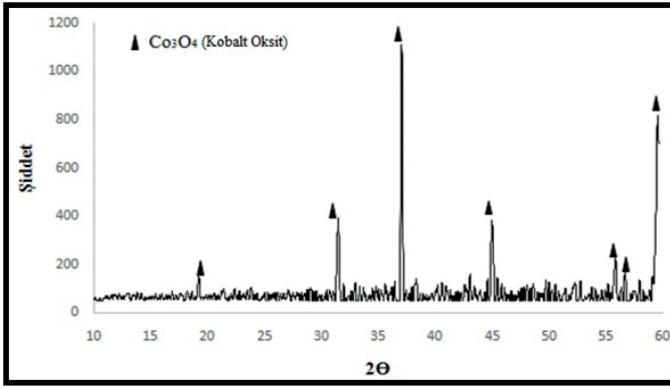


Şekil 4. Renklendirici oksit olarak kullanılan Demir Oksitin, XRD ile yapılan mineralojik analiz sonucu örnekte Hematit (Fe₂O₃) fazı tespit edilmiştir.

Renklendirici oksit olarak kullanılan Kobalt Oksitin (Co₃O₄) XRF ile yapılan kimyasal analiz sonucu Çizelge 4'de, mineralojik XRD analiz sonucu da Şekil 5'de verilmektedir

Çizelge 4. Renklendirici oksit olarak kullanılan Kobalt Oksitin XRF ile yapılan kimyasal analiz sonucu.

Oksit	Na ₂ O	MgO	Al ₂ O ₃	SiO ₂	CaO	Co ₃ O ₄	CuO	Toplam
Ağırlıkça Oran (%)	0,01	0,01	0,18	0,05	0,01	100,80	0,02	101,08

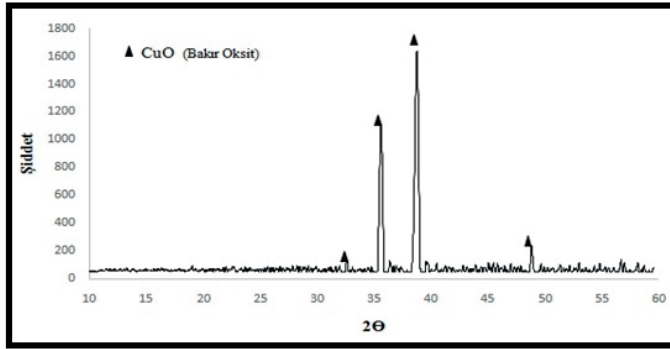


Şekil 5. Renklendirici oksit olarak kullanılan Kobalt Oksitin, XRD ile yapılan mineralojik analiz sonucu Kobalt Oksit (Co_3O_4) fazı tespit edilmiştir.

Renklendirici oksit olarak kullanılan Bakır Oksitin, (CuO) XRF ile yapılan kimyasal analiz sonucu Çizelge 5’de mineralojik XRD analiz sonucu da Şekil 6’da verilmektedir.

Çizelge 5. Renklendirici oksit olarak kullanılan Bakır Oksitin XRF ile yapılan kimyasal analiz sonucu.

Oksit	MgO	Al ₂ O ₃	SiO ₂	SO ₃	CaO	Cr ₂ O ₃	Mn ₃ O ₄	Fe ₂ O ₃	NiO	CuO	Toplam
Ağırlıkça Oran (%)	0,01	0,22	0,14	0,03	0,07	0,43	0,03	1,80	0,12	96,93	99,80

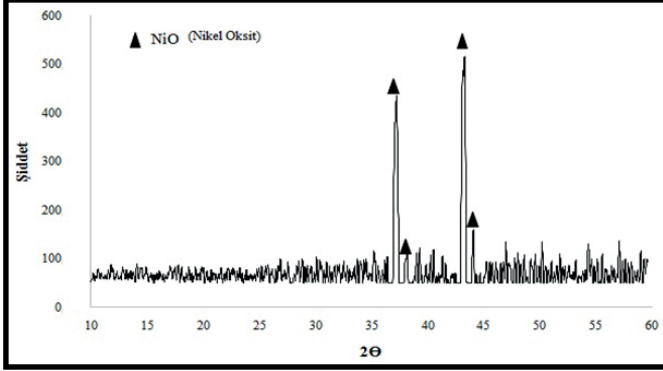


Şekil 6. Renklendirici oksit olarak kullanılan Bakır Oksitin, XRD ile yapılan mineralojik analiz sonucu Bakır Oksit (CuO) fazı tespit edilmiştir.

Renklendirici oksit olarak kullanılan Nikel Oksitin (NiO) XRF ile yapılan kimyasal analiz sonucu Çizelge 6’da mineralojik XRD analiz sonucu da Şekil 7’de verilmektedir

Çizelge 6. Renklendirici oksit olarak kullanılan Nikel Oksitin (NiO) XRF ile yapılan kimyasal analiz sonucu.

Oksit	Na ₂ O	MgO	Al ₂ O ₃	SiO ₂	Mn ₃ O ₄	Fe ₂ O ₃	Co ₃ O ₄	ZnO	NiO	CuO	Toplam
Ağırlıkça Oran (%)	0,08	3,88	0,32	0,63	6,21	0,30	3,97	0,76	83,50	0,34	99,99

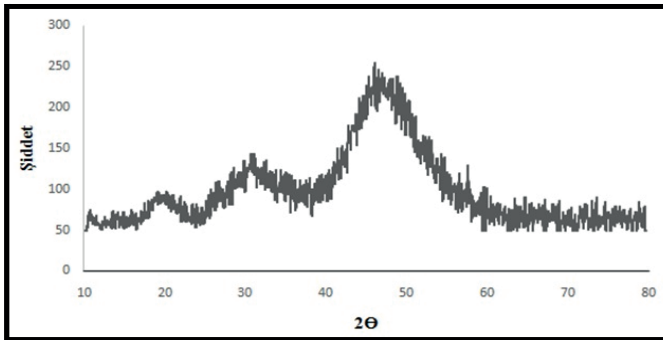


Şekil 7. Renklendirici oksit olarak kullanılan Nikel Oksitin, XRD ile yapılan mineralojik analiz sonucu Nikel Oksit (NiO) fazı tespit edilmiştir.

Ana hammadde olarak kullanılan Di Sodyum Tetra Boratın XRF ile yapılan kimyasal analiz sonucu Çizelge 7'de mineralojik XRD analizi de Şekil 8'de verilmektedir.

Çizelge 7. Ana hammadde olarak kullanılan Sodyum Tetra Boratın (Na₂B₄O₇) XRF ile yapılan kimyasal analiz sonucu.

Oksit	Na ₂ O	MgO	Al ₂ O ₃	SiO ₂	SO ₃	K ₂ O	CaO	TiO ₂	Fe ₂ O ₃	SrO	ZrO ₂	B ₂ O ₃	A.Z.	Toplam
Ağırlıkça Oran (%)	36,80	0,05	1,37	1,55	0,02	0,06	0,07	0,01	0,03	0,01	0,03	59,26	0,57	99,83

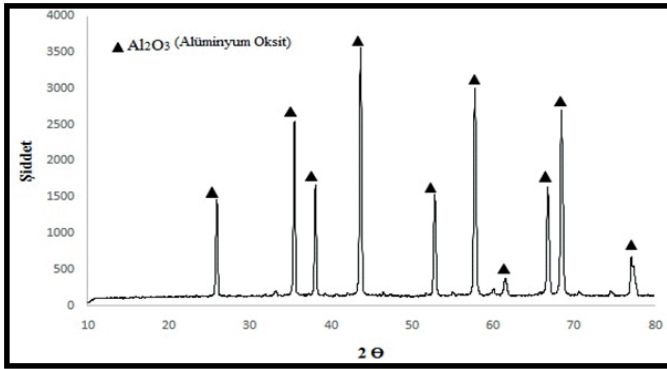


Şekil 8. Ana hammadde olarak kullanılan Sodyum Tetra Boratın (Na₂B₄O₇), XRD ile yapılan mineralojik analiz sonucu malzemenin amorf yapıda olduğu ortaya çıkmaktadır.

Ana hammadde olarak kullanılan Alüminyum Oksitin (Al_2O_3) XRF ile yapılan kimyasal analiz sonucu Çizelge 8'de mineralojik XRD analiz sonucu da Şekil 9'da verilmektedir.

Çizelge 8. Ana hammadde olarak kullanılan Alüminyum Oksitin (Al_2O_3) XRF ile yapılan kimyasal analiz sonucu.

Oksit	MgO	Al_2O_3	SiO_2	Pb_2O_3	SO_3	CaO	TiO_2	Fe_2O_3	SrO	ZrO_2	BaO	A.Z.	Toplam
Ağırlıkça													
Oran (%)	0,16	95,00	0,80	0,01	0,07	0,08	2,77	0,23	0,01	0,55	0,25	0,05	99,98



Şekil 9. Ana hammadde olarak kullanılan Alüminyum Oksitin (Al_2O_3), XRD ile yapılan mineralojik analiz sonucu Alüminyum Oksit (Al_2O_3) fazı tespit edilmiştir.

Çizelge 1'de verilen reçetelerin sinterlenmesi sonucunda seçilen "D7" numunesine istinaden renklendirmek amacı ile kromofor elementler olan Bakır Oksit, Mangan Oksit, Krom Oksit, Demir Oksit, Nikel Oksit ve Kobalt Oksit bu çalışmada kullanılmıştır. Bu renklendirici oksitler "D7" reçetesinin stokiometrik oranı değiştirilmeden 10 gram toz baz alınarak 0,025 gr, 1gr, 2 gr ve 3 gr lık renklendirici oksitler reçeteye dahil edilmiştir. İlk aşamada granül halde bulunan Sodyum Tetra Borat ($Na_2B_4O_7$) hammaddesi bilyalı değirmende tane boyutunu en aza indirmek amacı ile farklı boyutlardaki alüminyum bilyeler kullanılarak 1 saat kuru olarak öğütülmüştür. Daha sonra her bir renklendirici oksit farklı oranlarda (0.025 gr, 1 gr, 2 gr, 3 gr) "D7" kodlu örneğe ilave edilerek toz: bilya: sıvı oranı; 1:3:2 olacak şekilde 30 dk süre boyunca DPÜ Metalurji ve Malzeme Mühendisliği laboratuvarında bulunan bilyalı değirmende öğütülmüştür. Öğütülen karışım $63 \mu m$ elek kullanılarak süzölmüştür ve $100 \text{ }^\circ C$ sıcaklıkta 12 saat boyunca etüvde kurutulmuştur.

Daha sonra, hazırlanan tozlar DPÜ Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümünde bulunan Carver marka hidrolik pres kullanılarak preslenmiştir. Presleme işlemi 6 ton basınç uygulayarak ve 6 ton basınç altında 15 sn bekletilerek tamamlanmıştır.

Reçetesi hazırlanan örneklerin sinterleme işlemi katı hal sinterleme yöntemi ile yapılmıştır. Protherm PL 1600 model kamara fırında farklı sıcaklıklarda ve tepe noktasında farklı bekleme süresinde 10 °C/dk ısıtma ve soğutma hızı ile katı hal sinterleme yapılmıştır. “D7” kodlu örnek sonucuna göre 600 ve 650°C’de 30 dakika, 60 dakika ve 90 dakika tepe noktasında bekleme yapılmıştır.

Farklı sinterleme sıcaklığı ve sinterleme süresi ile elde edilen örneklerin faz oluşumlarını belirlemek amacı ile XRD analizleri yapılmıştır. Kullanılan hammadde ve renklendirici oksitlerin mineralojik analizi için kullanılan DPÜ Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümünde bulunan faz analizleri, Rigaku marka Miniflex model XRD cihazıyla Cu K α X-ışını kaynağı kullanılarak 10-80 2 θ aralığında 2°/dakika hızda taranmıştır. Elde edilen sonuçlar DPÜ İLTEM (İleri Teknoloji Merkezi) de “JADE 6” yazılımı ile değerlendirilmiştir.

Özgül ağırlık değeri, süstaşlarının belirlenmesinde kullanılan en önemli fiziksel özelliklerden biridir. Bu çalışmada hazırlanan süstaşı takliti sinterlenmiş örneklerin herbir örneğin kuru havada ve su içerisindeki ağırlıkları dijital terazide ölçülerek, özgül ağırlıkları formülle tespit edilmiştir.

Sertlik süstaşlarının belirlenmesinde kullanılan önemli fiziksel özelliklerden biridir. Süstaşlarının sertlikleri 1’den 10 kadar sıralanan Mohs Sertlik Skalasına göre sıralanmaktadır. Bu çalışmada sertlik ölçümü mühendislikte kullanılan sertlik testlerine göre yapılmıştır. Birçok sertlik ölçüm yöntemi bulunmaktadır. Ancak seramikler, camlar ve cam-seramik gibi kırılğan malzemeler için “Knoop” ve “Vickersmikro” sertlik yöntemi kullanılarak sertlik ölçümleri yapılmaktadır. Bu çalışmada DPÜ Metalurji ve Malzeme Bilimi Laboratuarında bulunan Hardway Marka Vickers mikrosertlik ölçüm cihazı ile sertlik ölçümleri yapılmıştır. Her örneğin ölçüm alınacak yüzeyi elmas parlatici ile parlatılmıştır. Örnekler yapılan literatür araştırmalarına göre 100 gr yük uygulanarak 15 sn bekletilmiştir (Barlet vd., 2015; Limbach vd., 2015). Her örnek için 5 adet mikrosertlik ölçümü yapıp ortalaması alınmıştır. $H_v = F/A = 1854.4 \cdot (F/d^2)$. H_v sertliği F/A oranı ile belirlenmektedir. Burada; F: Malzeme yüzeyine uygulanan yük, A: mikrometre kare cinsinden yüzey alanıdır. Mikro sertlik ölçüm formüllerine göre yapılmıştır (Ozturk vd. 2018). $A = d^2/2\sin(136^\circ/2)$ ve $A = d^2/1854.4$. Vickers mikro sertlik ölçümlerinde piramit şeklindeki girinti ucu ölçümlerde

kullanılır. Elmastan yapılan piramidin tepe açısı 136°'dir (Ozturk vd. 2018). Mikro sertlik ölçüm formülüne göre yapılmıştır.

1976'da, uluslararası optik komitesi, kartezyan koordinatlarında evrensel bir renk alanı olan CIE L*a*b sistemini kurmuşlardır. Bu sistem boyutsuz değerlerle ifade edilen L: açıklık, a: kırmızılık ve b: sarı rengini ifade etmektedir. CIE L*a*b sistemi, spektrometrik analiz altında rengi karakterize etmek ve ayrıca pigmentlerin katkısını değerlendirmek amacıyla yaygın kullanılmaktadır (Neuhauser ve Handler, 2013; Vodyanitskii ve Savichev, 2017). Örneklerin renk analizleri DPÜ Metalurji ve Malzeme Mühendisliği laboratuvarında bulunan FRU marka spektrofotometre ile L*a*b renk değerleri ölçülerek elde edilmiştir.

UV-Vis-IR spektroskopisi 190 nm ve 1100 nm arasındaki elektromanyetik ışımalarda kullanılır. DPÜ Fizik Bölümünde bulunan ve kırılma indislerini hesaplamak ve yansıma spektrumlarını incelemek amacı ile UV-VIS spektrofotometre ile örneklerin optik özellikleri incelenerek, geçirgenlik, yansıma ve absorbsiyonspektrumu elde edilmiştir ve süstaşlarının belirleyici özelliği olan kırılma indisleri geçirgenlik değerleri göz önüne alınarak aşağıdaki denkleme göre hesaplanmıştır.

Kırılma indisi, yansıma ve sönme katsayısına bağlıdır.

$$n = [(4R/(1-R)^2) - k^2]^{1/2} - (R + 1/R - 1)$$

$$k = \alpha \cdot \lambda / 4 \cdot \pi$$

R: Yansıyan ışık miktarı, k: Sönüm katsayısı, λ : Dalga boyu, α : Absorblanma katsayısı

Taramalı elektron mikroskobu (SEM) ile elektron kaynağından koparılan elektronlar vakum altında bulunan bir kolonda toplayıcı mercekler yardımıyla örnek üzerine düşürülmekte, örnek yüzeyinde bulunan atomlarla elektron demetinin etkileşmesi sonucu ortaya çıkan parçacıklar ve x ışınları tespit edilerek örneğin yüzey özellikleri ve kimyasal kompozisyonu hakkında bilgi vermektedir. Yüzey atomların saçılan ikincil elektronlar yüzey yapısı hakkında bilgi verirken, geri saçılan elektronlar farklı kimyasal kompozisyonlarına ait bölgeler arasındaki kontrast farkı ile element farklılıklarını tespit etmeden kullanılır. Bu çalışmada, Eskişehir Osmangazi Üniversitesi Merkezi Araştırma Laboratuvarı Uygulama ve Araştırma Merkezinde bulunan HitachiRegulus 8230 FE-SEM cihazı kullanılarak mikro yapı analizi yapılmıştır. HitachiRegulus 8230 FE-SEM cihazı Soğuk Alan Emisyonlu Elektron Tabancası'na sahip olup, 1 kV'da 0.9 nm görüntü çözünürlüğüne sahiptir. 0.5 – 30 kV aralığında çalışmakta olan mikroskop, demet yavaşlatma özelliği sayesinde 10 V'a kadar düşebilme özelliğine sahiptir. Çalışmada taklit

süs taşı olarak seçilen örnekler 100X, 500X ve 1000X büyütme uygulanarak görüntü alınmıştır. Ayrıca bölgesel seçilen alanların EDX analizi yapılmıştır.

Parlaklık, tamamen geçirgen olmayan bir yüzeyin ışığı ayna doğrultusunda ne kadar iyi yansıttığını belirten bir optik özelliktir. Parlaklık durumunu, malzemenin kırılma indisi, ışığın geliş açısı ve yüzeyin özellikleri etkilemektedir. Işık yüzeye çarptığı zaman renk oluşumuna neden olan içine absorbe olma durumu gerçekleşir. Malzeme içinde ilerlemesine göre yüzeyin opak ya da saydamlık miktarının belirlenmesini sağlar ya da ışık ayna gibi tek bir doğrultudan yayılır bu durumda parlaklık miktarının belirlenmesi açısından önemlidir. Mevcut parlaklık ölçüm cihazları, mattan parlaklığa kadar değişen farklı parlaklık özelliklerini belirlemek için genellikle farklı açılarda ölçüm yapmak amacı ile yüzey yansımalarının ölçülmesini sağlar. Işık malzemenin üzerine yansıtılır. Yansıyan ışık akısı fotoseller tarafından yakalanır. Son olarak, ölçülen yansıyan yoğunluktan parlaklık birimleri 1.567'lik bir kırılma indisine sahip tanımlanmış bir siyah cam standardının yansıtıcılığına ölçülen yüzeyden speküler yansıma normalize edilerek hesaplanır. Standart siyah camın parlaklık değeri 100'dür. Parlaklık ölçümünde malzemenin kırılma indisine bağlı olmaktan kaçınmak amacıyla, yüzey malzemelerinin parlaklık değerlerini karşılaştırmak amacı ile benzer kırılma indisine sahip malzemeler ile karşılaştırılma yapılması daha doğru bir sonuç açısından sağlıklı olacaktır. ASTM standartlarına göre yüksek parlaklık ölçümleri için 20°de ölçüm yapılması önerilmektedir. Eğer malzemenin yarı parlaklığı 20°de 70°den küçük ise 60°de ölçüm yapılması gerekmektedir. Eğer düşük parlaklık 60° ölçümden 10°dan küçük ise 85°de ölçüm yapılmasını önermektedir (Gruber vd., 2012). Elde edilen taklit örneklerin parlaklık ölçümleri DPÜ Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Laboratuvarında bulunan 3nh marka glossmetre ile ölçülmüştür.

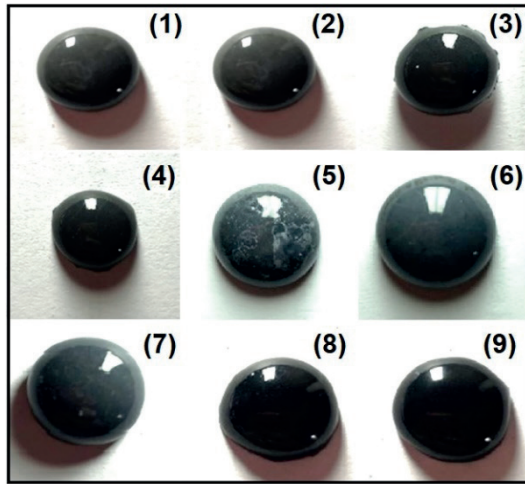
3. Bulgular ve Tartışma

3.1. Malzeme Reçeteleri, Isıl İşlem Sonuçları ve Değerlendirmeleri

1.) **Kobalt Oksit ile yapılan doplama (kromofor ekleme) çalışmaları;** "D7" kodlu örneğe, farklı sıcaklık ve sürelerde doplanan Kobalt Oksit ile sinterlenmiş örnekler ait detaylar Çizelge 9'da ve hazırlanan örnekler Şekil 10'de verilmiştir.

Çizelge 9. Kobalt Oksit (Co_3O_4) ile doplanmış “D7” kodlu örneklerinin ilave kodları, Co_3O_4 miktarları, sinterleme sıcaklıkları ve sinterleme süreleri. En iyi sonuç alınan örnekler koyulaştırılmıştır.

Örnek Kodu	Kobalt Oksit (Co_3O_4) Miktarı (gr)	Sinterleme Sıcaklığı (°C)	Sinterleme Süresi (dk)
D7.11	0,025	600	60
D7.12	0,025	650	30
D7.13	0,025	650	60
D7.14	0,025	650	90
D7.15	1	600	60
D7.16	1	650	30
D7.17	1	650	60
D7.18	2	650	60
D7.19	3	650	60



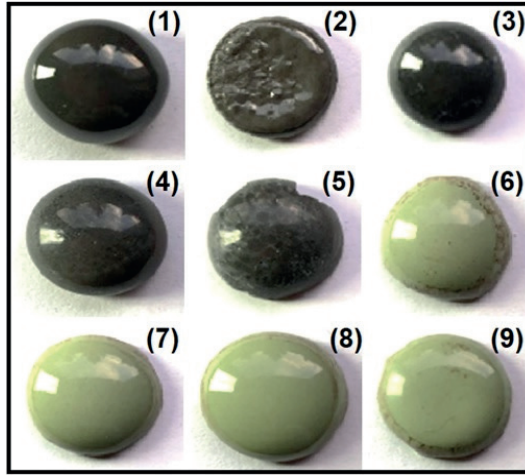
Şekil 10. “D7” kodlu örneğe, farklı sıcaklık ve sürelerde doplanan Kobalt Oksit (Co_3O_4) sonucunda sinterlenmiş örnekler; tüm örneklerin çapları, yaklaşık 15 mm’dir. (1) 600 °C’de 60 dk.’da katı hal sinterleme ile elde edilen 0,025 gr Co_3O_4 ile doplanmış D7.11 örneği. (2) 650 °C’de 30 dk.’da katı hal sinterleme ile elde edilen 0,025 gr Co_3O_4 ile doplanmış D7. 12 örneği. (3) 650 °C’de 60 dk.’da katı hal sinterleme ile elde edilen 0,025 gr Co_3O_4 ile doplanmış D7. 13 örneği. (4) 650 °C’de 90 dk.’da katı hal sinterleme ile elde edilen 0,025 gr Co_3O_4 ile doplanmış D7. 14 örneği. (5) 600 °C’de 60 dk.’da katı hal sinterleme ile elde edilen 1 gr Co_3O_4 ile doplanmış D7. 15 örneği. (6) 650 °C’de 30 dk.’da katı hal sinterleme ile elde edilen 1 gr Co_3O_4 ile doplanmış D7. 16 örneği. (7) 650 °C’de 60 dk.’da katı hal sinterleme ile elde edilen 1 gr Co_3O_4 ile doplanmış D7. 17 örneği. (8) 650 °C’de 60 dk.’da katı hal sinterleme ile elde edilen 2 gr Co_3O_4 ile doplanmış D7. 18 örneği. (9) 650 °C’de 60 dk.’da katı hal sinterleme ile elde edilen 3 gr Co_3O_4 ile doplanmış D7. 19 örneği

Kobaltoksit ile doplanmış örnekler, 600 °C'de 60 dakika ve 650 °C'de 30, 60 ve 90 dakikalarda sinterlenmişlerdir. Elde edilen örnekler, renk ve göreceli parlaklık olarak değerlendirildiğinde en iyi taklit örneklerini elde edilmesi bakımından olumlu sonuç vermişlerdir.

2.) **Nikel Oksit ile yapılan doplama (kromofor ekleme) çalışmaları;** “D7” kodlu örneğe, farklı sıcaklık ve sürelerde doplanan Nikel Oksit (NiO) ile sinterlenmiş örnekler için detaylar Çizelge 10'da ve hazırlanan örnekler Şekil 11'de verilmiştir.

Çizelge 10. Nikel Oksit (NiO) ile doplanmış “D7” kodlu örneklerinin ilave kodları, NiO miktarları, sinterleme sıcaklıkları ve sinterleme süreleri. En iyi alınan sonuç “D7.28” kodlu örnek olarak belirlenmiştir.

Örnek Kodu	Nikel Oksit (NiO) Miktarı (gr)	Sinterleme Sıcaklığı (°C)	Sinterleme Süresi (dk)
D7.21	0,025	600	60
D7.22	0,025	650	30
D7.23	0,025	650	60
D7.24	1	650	30
D7.25	1	650	60
D7.26	2	650	60
D7.27	2	650	90
D7.28	3	650	60
D7.29	3	650	90



Şekil 11. “D7” kodlu örneğe, farklı sıcaklık ve sürelerde doplanan Nikel Oksit (NiO) sonucunda sinterlenmiş örnekler, tüm örneklerin çapları, yaklaşık 15 mm’dir. (1) 600 °C’de 60 dk.’da katı hal sinterleme ile elde edilen 0,025 gr NiO ile doplanmış D7.21 örneği. (2) 650 °C’de 30 dk.’da katı hal sinterleme ile elde edilen 0,025 gr NiO ile doplanmış D7.22 örneği. (3) 650 °C’de 60 dk.’da katı hal sinterleme ile elde edilen 0,025 gr NiO ile doplanmış D7.23 örneği. (4) 650 °C’de 30 dk.’da katı hal sinterleme ile elde edilen 1 gr NiO ile doplanmış D7.24 örneği. (5) 650 °C’de 60 dk.’da katı hal sinterleme ile elde edilen 1 gr NiO ile doplanmış D7.25 örneği. (6) 650 °C’de 60 dk.’da katı hal sinterleme ile elde edilen 2 gr NiO ile doplanmış D7.26 örneği. (7) 650 °C’de 90 dk.’da katı hal sinterleme ile elde edilen 2 gr NiO ile doplanmış D7.27 örneği. (8) 650 °C’de 60 dk.’da katı hal sinterleme ile elde edilen 3 gr NiO ile doplanmış D7.28 örneği. (9) 650 °C’de 90 dk.’da katı hal sinterleme ile elde edilen 3 gr NiO ile doplanmış D7.29 örneği

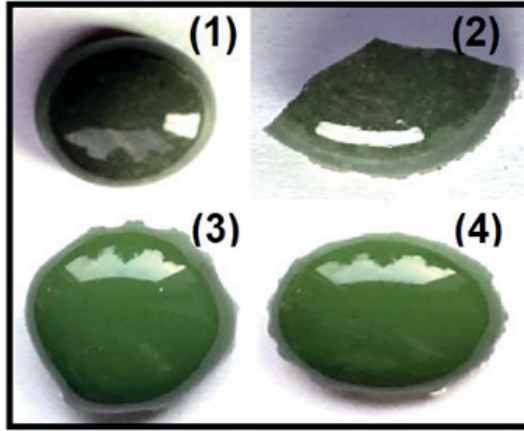
Nikel Oksit (NiO) ile doplanmış örnekler 600 °C’de 60 dakika ve 650°C’de 30, 60 ve 90 dakikalarda sinterlenmiştir. D7.22 kodlu örneğinin yüzey bozukluğundan dolayı oluşum süresinin az kaldığı söylenebilir, çünkü aynı doplama miktarına sahip D7.23 kodlu örneğin yüzey özellikleri bakımından sürenin yeterli geldiği ve oluşumunu tamamladığı görülmektedir. D7.25 kodlu örneğin ise yüzey özelliğinin mat ve pullu yapıda olduğu görülmektedir. Katkı oranı daha düşük olan örneklerin renk oluşumlarının ve yüzey özelliklerinin düzelmesi açısından NiO oranı artırılarak D7.26, D7.27, D7.28 ve D7.29 kodlu örnekler hazırlanmıştır. Elde edilen örnekler özgül ağırlık, renk ve göreceli parlaklık olarak değerlendirildiğinde D7.28 kodlu örneğin süstaşı takliti olabilecek en uygun görünüme sahip olduğu söylenebilir.

3.) **Krom Oksit ile yapılan doplama (kromofor ekleme) çalışmaları;** “D7” kodlu örneğe, farklı sıcaklık ve sürelerde doplanan Krom Oksit (Cr_2O_3)

ile sinterlenmiş örnekler için detaylar Çizelge 11’de ve hazırlanan örnekler Şekil 12’de verilmiştir.

Çizelge 11. Krom Oksit (Cr_2O_3) ile doplanmış “D7” kodlu örneklerinin adı, Cr_2O_3 miktarları, sinterleme sıcaklıkları ve sinterleme süreleri. En iyi sonuç alınan örnekler koyulaştırılmıştır:

Örnek Kodu	Krom Oksit (Cr_2O_3) Miktarı (gr)	Sinterleme Sıcaklığı ($^{\circ}C$)	Sinterleme Süresi (dk)
D7.31	0,025	650	30
D7.32	0,025	650	60
D7.33	1	650	30
D7.34	1	650	60



Şekil 12. “D7” kodlu örneğe, farklı sıcaklık ve sürelerde doplanan Krom Oksit sonucunda sinterlenmiş örnekler. En iyi sonuç alınan örnekler koyulaştırılmıştır: (1) 650 $^{\circ}C$ ’de 30 dk.’da katı hal sinterleme ile elde edilen 0,025 gr Cr_2O_3 ile doplanmış D7.31 örneğinin görünümü (örneğin çapı: yaklaşık 12 mm). (2) 650 $^{\circ}C$ ’de 60 dk.’da katı hal sinterleme ile elde edilen 0,025 gr Cr_2O_3 ile doplanmış D7.32 örneğinin görünümü (şeklin bir kenarı: yaklaşık 8 mm). (3) 650 $^{\circ}C$ ’de 30dk.’da katı hal sinterleme ile elde edilen 1 gr Cr_2O_3 ile doplanmış D7.33 örneğinin görünümü (örneğin çapı: yaklaşık 15 mm). (4) 650 $^{\circ}C$ ’de 60 dk.’da katı hal sinterleme ile elde edilen 1 gr Cr_2O_3 ile doplanmış D7.34 örneğinin görünümü (örneğin çapı: yaklaşık 15 mm).

Krom Oksit (Cr_2O_3) doplu örnekler 650 $^{\circ}C$ ’de 30 ve 60 dakika sinterlenmiştir. Elde edilen örnekler özgül ağırlık, renk ve göreceli parlaklık olarak değerlendirildiğinde D7.32 ve D7.34 kodlu örneklerin taklit süstaşı niteliğindeki en iyi örnekler olabileceği söylenebilir. D7.31 nolu örneğin renk ve göreceli parlaklık açısından iyileştirilmesi amacıyla sinterleme süresi arttırılmıştır.

4.) **Demir Oksit ile yapılan doplama (kromofor ekleme) çalışmaları;** “D7” kodlu örneğe, farklı sıcaklık ve sürelerde doplanan Demir Oksit (Fe_2O_3) ile sinterlenmiş örneklere ait detaylar Çizelge 12’de ve hazırlanan örnekler Şekil 13’de verilmiştir.

Çizelge 12. Demir Oksit (Fe_2O_3) ile doplanmış “D7” kodlu örneklerinin ilave kodları, Fe_2O_3 miktarları, sinterleme sıcaklıkları ve sinterleme süreleri. En iyi sonuç alınan örnekler koyulaştırılmıştır.

Örnek Kodu	Demir Oksit (Fe_2O_3) Miktarı (gr)	Sinterleme Sıcaklığı (°C)	Sinterleme Süresi (dk)
D7.41	0,025	650	90
D7.42	1	650	60
D7.43	1	650	90



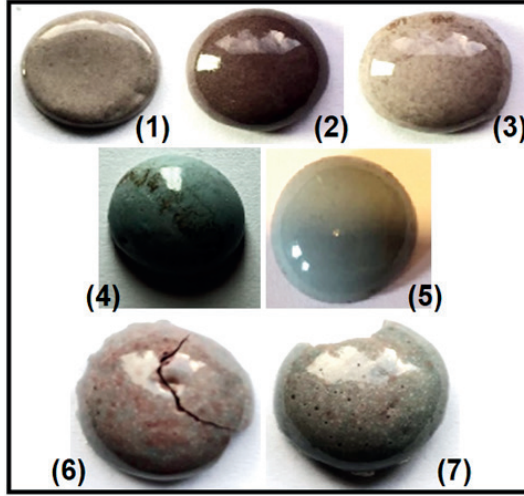
Şekil 13. “D7” kodlu örneğe, farklı sıcaklık ve sürelerde doplanan Demir Oksit sonucunda sinterlenmiş örnekler. (Tüm örneklerin çapları yaklaşık 15 mm’dir). (1) 650 °C’de 90 dk.’da katı hal sinterleme ile elde edilen 0,025 gr. Fe_2O_3 ile doplanmış D7.41 örneği. (2) 650 °C’de 60 dk.’da katı hal sinterleme ile elde edilen 1 gr. Fe_2O_3 ile doplanmış D7.42 örneği. (3) 650 °C’de 90 dk.’da katı hal sinterleme ile elde edilen 1 gr. Fe_2O_3 ile doplanmış D7.43 örneği.

Demir Oksit (Fe_2O_3) doplu örnekler 650°C’de 60 ve 90 dakika sinterlenmiştir. Elde edilen örnekler özgül ağırlık, renk ve göreceli parlaklık açısından değerlendirildiğinde D7.43 kodlu örneğin süstaşı takliti niteliğindeki en iyi örnek olduğu söylenebilir. D7.41 kodlu örneğin özgül ağırlık ölçümleri incelendiğinde, özgül ağırlık bakımından yüksek olduğu, fakat renk bakımından D7.43 kodlu örneğe kıyasla renginin açık olduğu görülmektedir.

5.) **Bakır Oksit ile yapılan doplama (kromofor ekleme) çalışmaları;** “D7” kodlu örneğe, farklı sıcaklık ve sürelerde doplanan Bakır Oksit (CuO) ile sinterlenmiş örneklere ait detaylar Çizelge 13’de ve hazırlanan örnekler Şekil 14’de verilmiştir.

Çizelge 13. Bakır Oksit (CuO) ile doplanmış “D7” kodlu örneklerin ilave kodları, CuO miktarları, sinterleme sıcaklıkları ve sinterleme süreleri. En iyi sonuç alınan örnekler koyulaştırılmıştır:

Örnek Kodu	Bakır Oksit (CuO) Miktarı (gr)	Sinterleme Sıcaklığı (°C)	Sinterleme Süresi (dk)
D7.51	0,025	650	30
D7.52	0,025	650	60
D7.53	0,025	650	90
D7.54	1	600	60
D7.55	1	650	30
D7.56	1	650	60
D7.57	1	650	90



Şekil 14. “D7” kodlu örneğe, farklı sıcaklık ve sürelerde doplanan Bakır Oksit sonucunda sinterlenmiş örnekler. Tüm örneklerin çapları yaklaşık 15 mm'dir. (1) 650 °C'de 30 dk.'da katı hal sinterleme ile elde edilen 0,025 gr. CuO ile doplanmış D7.51 örneği. (2) 650 °C'de 60 dk.'da katı hal sinterleme ile elde edilen 0,025 gr. CuO ile doplanmış D7.52 örneği. (3) 650 °C'de 90 dk.'da katı hal sinterleme ile elde edilen 0,025 gr. CuO ile doplanmış D7.53 örneği. (4) 600 °C'de 60 dk.'da katı hal sinterleme ile elde edilen 1gr. CuO ile doplanmış D7.54 örneği. (5) 650 °C'de 30 dk.'da katı hal sinterleme ile elde edilen 1gr. CuO ile doplanmış D7.55 örneği. (6) 650 °C'de 60 dk.'da katı hal sinterleme ile elde edilen 1gr. CuO ile doplanmış D7.56 örneği. (7) 650 °C'de 90 dk.'da katı hal sinterleme ile elde edilen 1gr. CuO ile doplanmış D7.57 örneği.

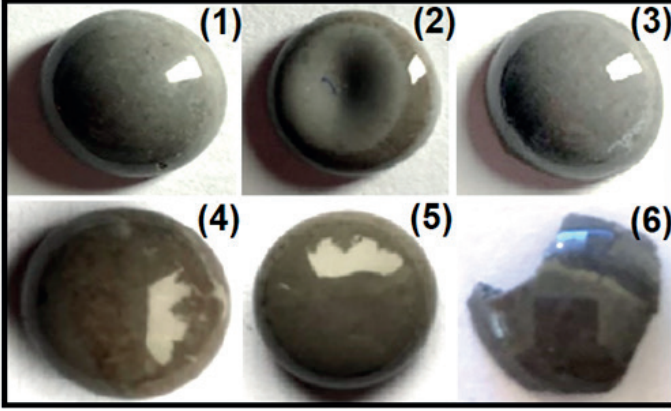
Bakır Oksit (CuO) doplu örneklerle, 600 °C'de 60 dakika, 650 °C'de 30, 60 ve 90 dakika boyunca sinterleme işlemi yapılmıştır. D7.54 kodlu örnek 600 °C'de sinterlendiğinde grimsi mavi bir renk aldığı ancak üzerinde

kahverengi lekelerin olduğu görülmüştür. Bu lekelerin yok edilmesi için çalışma sıcaklığı 650 °C'ye çıkartılmıştır. 650°C'de 30 dakika sinterleme işlemi sonucunda grimsi mavi göreceli olarak parlak bir renk elde edilmiş ve özgül ağırlık oranları göz önüne alındığında malzemenin iç yapısındaki porozitelerin azaldığı ve yoğunluğunun arttığı görülmüştür. 650 °C'de sinterleme süresi arttırıldığında D7.56 ve D7.57'de gösterildiği gibi hem bünye üzerinde gözeneklerin olduğu hem de kırmızı beneklerin oluştuğu görülmüştür. D7.51, D7.52 ve D.7.53 kodlu örneklerde görüldüğü gibi CuO oranı azaltıldığında renk değerlerinde değişiklik görülmektedir. Ayrıca D7.51 kodlu örneğin yüzey bölümünde çökme meydana gelmiştir, buradan anlaşıldığı üzere sinterleme süresinin düşük geldiği söylenebilir. Sinterleme süresi arttırılarak elde edilen D7.55 kodlu örneğin renk açısından D7.51 ve D7.53 'de gösterilen örneklere göre bir süstaşının takliti olabilecek daha benzer nitelikte olduğu söylenebilir.

6.) **Mangan Oksit ile yapılan doplama (kromofor ekleme) çalışmaları;** "D7" kodlu örneğe, farklı sıcaklık ve sürelerde doplanan Mangan Oksit (MnO) ile sinterlenmiş örneklere ait detaylar Çizelge 14'de ve hazırlanan örnekler Şekil 15'de verilmiştir.

Çizelge 14. Mangan Oksit (MnO) ile doplanmış "D7" kodlu örneklerin ilave kodları, MnO miktarları, sinterleme sıcaklıkları ve sinterleme süreleri.

ÖrneK Kodu	Mangan Oksit (MnO) Miktarı (gr)	Sinterleme Sıcaklığı (°C)	Sinterleme Süresi (dk)
D7.61	0,025	600	60
D7.62	0,025	650	30
D7.63	0,025	650	60
D7.64	1	600	60
D7.65	1	650	30
D7.66	1	650	60

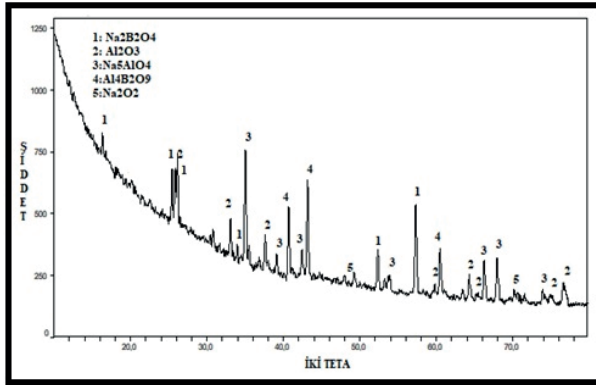


Şekil 15. “D7” kodlu örneğe, farklı sıcaklık ve sürelerde doplanan Mangan Oksit sonucunda sinterlenmiş örnekler. Tüm örneklerin çapları yaklaşık 15 mm’dir. (1) 600 °C’de 60 dk.’da katı hal sinterleme ile elde edilen 0,025 gr. MnO ile doplanmış D7.61 örneği. (2) 650 °C’de 30 dk.’da katı hal sinterleme ile elde edilen 0,025 gr. MnO ile doplanmış D7.62 örneği. (3) 650 °C’de 60 dk.’da katı hal sinterleme ile elde edilen 0,025 gr. MnO ile doplanmış D7.63 örneği. (4) 600 °C’de 60 dk.’da katı hal sinterleme ile elde edilen 1 gr. MnO ile doplanmış D7.64 örneği. (5) 650 °C’de 30 dk.’da katı hal sinterleme ile elde edilen 1 gr. MnO ile doplanmış D7.65 örneği. (6) 650 °C’de 60 dk.’da katı hal sinterleme ile elde edilen 1 gr. MnO ile doplanmış D7.66 örneği.

Mangan Oksit doplu örnekler 600°C’de 1 saat, 650 °C’de 30, 60 ve 90 dakika boyunca sinterleme işlemine tabi tutulmuşlardır. D7.64 ve D7.65 kodlu örneklerde açık kahverengi bir oluşum meydana gelmiştir. MnO oranı azaltıldığında D7.61 ve D7.63 kodlu örneklerde gri renk oluşumu görülmüştür. D7.62 kodlu örnek için yüzey yapısı incelendiğinde sinterleme süresinin az geldiği görülmektedir. Bundan dolayı sinterleme süresi artırılarak D7.63 kodlu örnek elde edilmiştir. Renk açısından gemolojik açıdan değerlendirildiklerinde, süstaşları için alternatif olabilecek bir benzer nitelikte örnekler elde edilemediği görülmektedir.

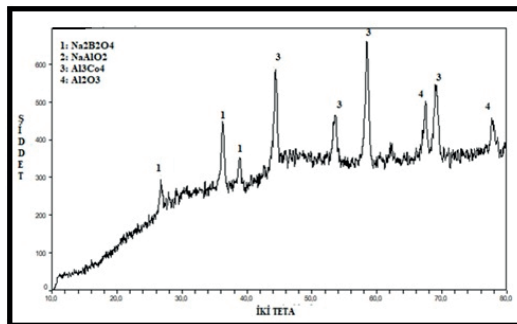
3.2. Faz Analizi (XRD) Sonuçları

Gemolojik açıdan bakıldığında doğal yapılı süstaşlarının takliti olabileceği düşünülen sekiz örneğin mineralojik analizleri yapılmıştır. XRD cihazı kullanılarak yapılan analizde iki teta değeri 10-80 derece aralığında ölçüm yapılmıştır. Şekil 16’de katkısız olarak üretilen “D7” kodlu örneğin XRD faz analiz sonucu görülmektedir. Referans olarak elde edilen katkısız “D7” kodlu örnekte Sodyum Borat ($\text{Na}_2\text{B}_2\text{O}_4$), Alüminyum Oksit (Al_2O_3), Sodyum Alüminyum Oksit (Na_5AlO_4), Alüminyum Borat ($\text{Al}_4\text{B}_2\text{O}_9$) ve Sodyum Oksit (Na_2O_2) fazları tespit edilmiştir.

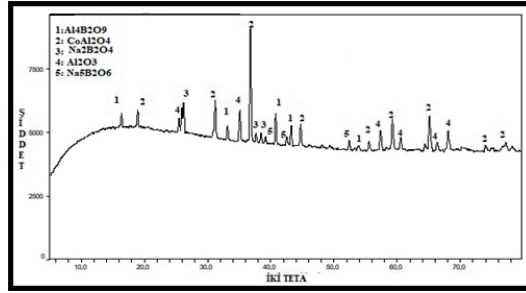


Şekil 16. Katkısız "D7" kodlu örneğin XRD kullanılarak yapılan mineralojik analiz sonucu. [1: Sodyum Borat ($\text{Na}_2\text{B}_2\text{O}_4$), 2: Alüminyum Oksit (Al_2O_3), 3: Sodyum Alüminyum Oksit (Na_5AlO_4), 4: Alüminyum Borat ($\text{Al}_4\text{B}_2\text{O}_9$), 5: Sodyum Oksit (Na_2O_2)].

Şekil 17'de 1 gr. Kobalt Oksit ile doplanmış ve 600°C 'de 1 saat sinterlenmiş D7.15 kodlu örnek ve Şekil 18'de 3 gr. Kobalt Oksit ile doplanmış ve 650°C 'de 1 saat sinterlenmiş D7.19 kodlu örneğin mineralojik analiz sonuçları yer almaktadır. D7.15 kodlu örneğin XRD ile yapılan mineralojik analiz sonucunda Sodyum Borat ($\text{Na}_2\text{B}_2\text{O}_4$), Sodyum Alüminyum Oksit (NaAlO_2), Alüminyum Kobalt ($\text{Al}_{13}\text{Co}_4$) ve Alüminyum Oksit (Al_2O_3) fazları tespit edilmiştir. D7.19 kodlu örneğin XRD ile yapılan mineralojik analiz sonucunda Alüminyum Borat ($\text{Al}_4\text{B}_2\text{O}_9$), Kobalt Alüminat (CoAl_2O_4), Sodyum Borat ($\text{Na}_2\text{B}_2\text{O}_4$ ve $\text{Na}_5\text{B}_2\text{O}_6$) ve Alüminyum Oksit fazları tespit edilmiştir. Kobalt Oksit ile doplanan iki örnek arasında farklı olarak Kobalt Alüminat ve Alüminyum Borat fazlarının oluştuğu görülmektedir.

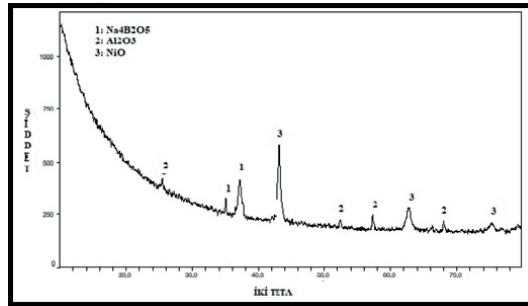


Şekil 17. D7.15 kodlu örneğin XRD kullanılarak yapılan mineralojik analiz sonucu [1: Sodyum Borat ($\text{Na}_2\text{B}_2\text{O}_4$), 2: Sodyum Alüminyum Oksit (NaAlO_2), 3: Alüminyum Kobalt ($\text{Al}_{13}\text{Co}_4$), 4: Alüminyum Oksit (Al_2O_3)].



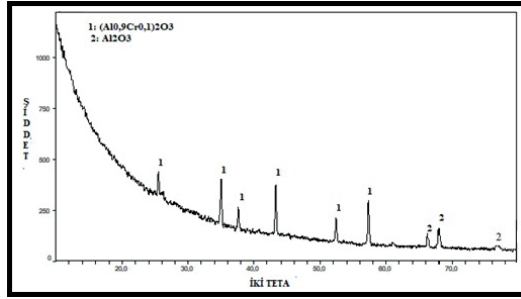
Şekil 18. D7.19 kodlu örneğin XRD kullanılarak yapılan mineralojik analiz sonucu [1: Alüminyum Borat ($Al_4B_2O_9$), 2: Kobalt Alüminat ($CoAl_2O_4$), 3: Sodyum Borat ($Na_2B_2O_4$), 4: Alüminyum Oksit (Al_2O_3), 5: Sodyum Borat ($Na_5B_2O_6$)].

Şekil 19’de 3 gr NiO ile doplanmış ve 650 °C’de 60 dakika süre ile sinterlenmiş D7.28 kodlu örneğin XRD ile yapılan mineralojik analiz sonucu yer almaktadır. Sodyum Borat ($Na_4B_2O_5$), Nikel Oksit (NiO) ve Alüminyum Oksit (Al_2O_3) fazları tespit edilmiştir ayrıca amorf fazda görülmektedir.

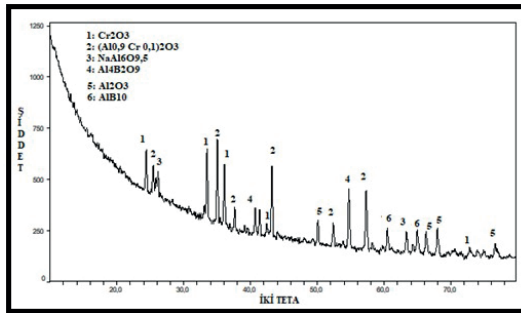


Şekil 19. D7.28 kodlu örneğin XRD kullanılarak yapılan mineralojik analiz sonucu [1: Sodyum Borat ($Na_4B_2O_5$), 2: Nikel Oksit (NiO), 3: Alüminyum Oksit (Al_2O_3)].

Şekil 20’de 0,025 gr. Krom Oksit ile doplanmış ve 650°C’de 1 saat süre ile sinterlenmiş D7.32 kodlu örnek ve Şekil 21’de 1 gr Krom Oksit ile doplanmış ve 650°C’de 1 saat süre ile sinterlenmiş D7.34 kodlu örneğin mineralojik analiz sonucu yer almaktadır. D7.32 kodlu örneğin XRD ile yapılan mineralojik analiz sonucunda Alüminyum Krom Oksit ve Alüminyum Oksit fazları tespit edilmiştir. D7.34 kodlu örnekte ise Krom Oksit (Cr_2O_3), Alüminyum Krom Oksit, Sodyum Alüminat, Alüminyum Borat, Alüminyum Oksit ve Bor Alüminyum fazları tespit edilmiştir. Krom Oksit miktarının değişmesi ile faz yapısında büyük bir değişiklik meydana geldiği görülmektedir. D7.32 kodlu örnekte yapı içinde bulunması gereken “Bor” elementinin amorf yapı içerisinde dağıldığı düşünülmektedir.

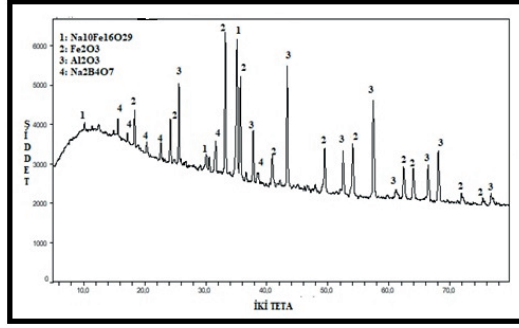


Şekil 20. D7.32 kodlu örneğin XRD kullanılarak yapılan mineralojik analiz sonucu [1: Alüminyum Krom Oksit ($(Al_{0.9}Cr_{0.1})_2O_3$), 2: Alüminyum Oksit (Al_2O_3)].



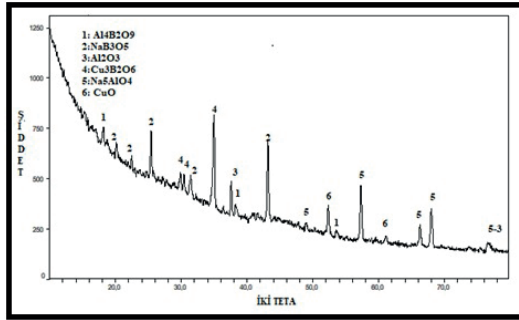
Şekil 21. D7.34 kodlu örneğin XRD kullanılarak yapılan mineralojik analiz sonucu [1: Krom Oksit (Cr_2O_3), 2: Alüminyum Krom Oksit, ($(Al_{0.9}Cr_{0.1})_2O_3$), 3: Sodyum Alüminat ($NaAl_6O_{9.5}$), 4: Alüminyum Borat ($Al_4B_2O_9$), 5: Alüminyum oksit (Al_2O_3), 6: Bor Alüminyum (AlB_{10})].

Şekil 22'de 1 gr Demir Oksit ile doplanmış ve $650^\circ C$ 'de 90 dakika süre boyunca sinterlenmiş D7.43 kodlu örneğin XRD ile yapılan mineralojik analiz sonucu yer almaktadır. Alüminyum Oksit (Al_2O_3), Demir Oksit (Fe_2O_3), Sodyum Borat ($Na_2B_4O_7$) ve Sodyum Demir Oksit ($Na_{10}Fe_{16}O_{29}$) fazları tespit edilmiştir. Diğer örneklerin aksine sinterleme süresinin artması oluşan Sodyum Borat fazında değişikliğe sebep olduğu düşünülmektedir.



Şekil 22. D7.43 kodlu örneğin XRD kullanılarak yapılan mineralojik analiz sonucu [1: Sodyum Demir Oksit ($\text{Na}_{10}\text{Fe}_{16}\text{O}_{29}$), 2: Hematit (Fe_2O_3), 3: Alüminyum Oksit (Al_2O_3), 4: Sodyum Borat ($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$)]

Şekil 23'da 1 gr Bakır Oksit ile doplanmış ve $650\text{ }^\circ\text{C}$ 'de 30 dakika sinterlenmiş D7.55 kodlu örneğin XRD ile yapılan mineralojik analiz sonucu yer almaktadır. Alüminyum Borat ($\text{Al}_4\text{B}_2\text{O}_9$), Sodyum Borat (NaB_3O_5), Sodyum Alüminat (Na_5AlO_4), Bakır Borat ($\text{Cu}_3\text{B}_2\text{O}_6$), Bakır Oksit (CuO) ve alüminyum oksit fazları tespit edilmiştir. Bu örneğinde sinterleme süresinin az olması oluşan Sodyum Borat fazlarda değişikliğe neden olduğu söylenebilir.



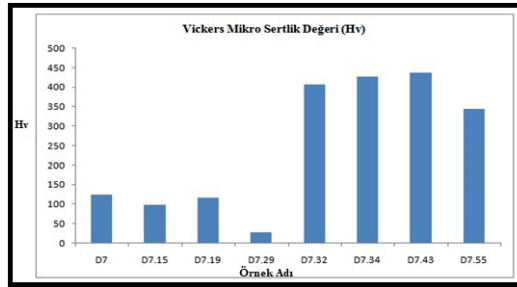
Şekil 23. D7.55 kodlu örneğin XRD kullanılarak yapılan mineralojik analiz sonucu [1: Alüminyum Borat ($\text{Al}_4\text{B}_2\text{O}_9$), 2: Sodyum Borat (NaB_3O_5), 3: Alüminyum Oksit (Al_2O_3), 4: Bakır Borat ($\text{Cu}_3\text{B}_2\text{O}_6$), 5: Sodyum Alüminat (Na_5AlO_4), 6: Bakır Oksit (CuO)].

3.3. Sertlik Ölçüm Sonuçları

Çalışması kapsamında süstaşı takliti olabilme ihtimali olarak elde edilen örneklerin sertlik değerleri Çizelge 15 ve Şekil 24'de verilmiştir.

Çizelge 15. Taklit olarak elde edilen örneklerin Vickers mikro sertlik değerleri.

Örnek Adı	Vickers Mikro Sertlik Değeri (Hv)
D7	125,6
D7.15	98,2
D7.19	116,7
D7.28	27,75
D7.32	407,8
D7.34	426,9
D7.43	436,8
D7.55	345,1



Şekil 24. Taklit süstaşı olabilecek nitelikte bu çalışmada üretilen örneklerin Çizelge 15'deki Vickers sertlik değerlerinin grafiksel görünümü.

Çizelge 15 ve Şekil 24'de görüldüğü gibi doplanmamış "D7" referans numunesinin mikro sertlik değeri 125,6 olarak ölçülmüştür. Petrescu (1999), yaptığı çalışmada vickers sertlik değerini mohs sertlik değerine dönüştürmüştür. Bu çalışmada Eşitlik aşağıdaki denklemi kullanarak vickers sertlik değeri mohs sertlik değerine dönüştürülmüştür.

$$H_v = (1/0.7)^{3*} H^3$$

Bu denklemde;

Hv: Vickers mikro sertlik değeri

H: Mohs sertlik değerini tanımlamaktadır.

Vickers mikro sertlik değerinden Mohs sertlik değerine dönüştürülmüş değerler Çizelge 16'da gösterilmektedir.

Çizelge 16. Taklit süstaşı olabilecek nitelikte elde edilen örneklerin $H_v = (1/0.7)^{3*} H^3$ denklemi ile dönüştürülmüş oldukları eşdeğer Mohs sertlik değerleri.

Örnek Adı	Mohs Sertlik Değeri
D7	3,5
D7.15	3,2
D7.19	3,4
D7.28	2
D7.32	5,20
D7.34	5,27
D7.43	5,30
D7.55	4,90

Görüldüğü gibi Mohs sertlik değerleri 2 ile 5.30 arasında değişmektedir. Yani en sert olarak elde edilen örnek D7.43 kodlu örnektir. Bu çalışmada elde edilen ürünlerin doğal oluşum kökenli süstaşlarının Mohs sertlik değerine göre sertlik değerleri oldukça düşüktür. Ancak taklit süstaşları sadece görsel olarak doğal örneklerle benzer yapıda olması gerektiği için sertlik değerlerinin düşük çıkması, tolere edilebilir bir değerdedir.

3.4. Özgül Ağırlık Hesaplamaları

Yapılan çalışmada farklı sinterleme sıcaklıkları, farklı tepe noktasında bekleme süreleri ve farklı doplama malzemeleri kullanılarak üretilmiş örneklerin özgül ağırlık değerleri Çizelge 17'de verilmiştir.

Çizelge 17. Sinterlenmiş örneklerin ölçülen özgül ağırlık değerleri (En iyi netice veren taklit örnekler koyulaştırılmıştır).

Örneğin Adı	Özgül Ağırlık Değerleri
D7	1,1012
D7.11	1,2130
D7.12	1,3812
D7.14	1,2314
D7.15	1,3544
D7.16	1,0453
D7.17	1,0020
D7.18	1,3440
D7.19	1,8165
D7.21	1,1855
D7.23	1,2196
D7.24	1,1306
D7.26	1,7350
D7.27	1,7139
D7.28	2,2910
D7.29	2,1568
D7.32	1,5348
D7.34	1,7427
D7.41	2,1045
D7.42	1,5129
D7.43	1,9459
D7.52	1,3839
D7.53	1,6059
D7.54	1,2988
D7.55	1,5207
D7.61	0,9883
D7.64	1,6379
D7.65	1,3807
D7.66	1,6379

Örneklerin özgül ağırlıklarının düşük olduğu görülmüştür. Doplanmış olan örneklerin doplanmamış örneğe göre özgül ağırlıklarının arttığı izlenmiştir. Sadece bu değer, D7.61 kodlu örnekte azalmıştır. Bunun nedeni ise yapı içinde bulunan poroziteden kaynaklandığı düşünülmektedir.

Kobalt Oksit (Co_3O_4) doplu örnekler incelendiğinde kobalt miktarı 0,025 gr, 2 gr ve 3 gr olan örneklerin özgül ağırlıklarının 1 gr Kobalt Oksit doplu olanlara göre daha yüksek olduğu görülmektedir. D7.11 ve D7.15 kodlu örneklerin sinterleme sıcaklığı ve sinterleme süreleri aynıdır, ancak içerdikleri Kobalt Oksit oranı sırasıyla 0.025 gr ve 1 gr'dır. Bu iki örnek

karşılaştırıldığında Kobalt Oksit miktarı artışının özgül ağırlığın artmasına neden olduğunu söyleyebiliriz. D7.12 ve D7.16 kodlu örneklerde sinterleme sıcaklığı ve sinterleme süreleri aynıdır, ancak içerdikleri Kobalt Oksit oranı sırasıyla 0.025 gr ve 1 gr'dır. Fakat burada Kobalt Oksit miktarı artarken özgül ağırlık değeri azalmıştır. Bu da şekillendirme aşamasında yapı içerisinde gözeneklerin kaldığının bir işaretidir. D7.17, D7.18 ve D7.19 kodlu numuneler aynı sinterleme sıcaklığı ve sinterleme süresine sahiptirler ve Kobalt Oksit içerikleri sırasıyla 1 gr, 2 gr ve 3 gr'dır. Bu örnekler incelendiğinde Kobalt Oksit miktarlarının artması özgül ağırlıklarının belirgin bir şekilde arttırmıştır.

Nikel Oksit (NiO) ile doplama yapıldığında doplanmamış "D7" referans örneğine göre Nikel Oksit içeren örneklerin özgül ağırlıklarında artış olduğu görülmektedir. Nikel Oksit miktarının, sinterleme sıcaklığının ve sinterleme süresinin artması ile örneklerin özgül ağırlıklarında da belirgin bir artış gözlenmektedir. En düşük Nikel Oksit miktarına ve düşük sinterleme sıcaklığına sahip olan D7.21 kodlu örnek Nikel Oksit doplu örnekler arasında en düşük özgül ağırlığa sahip olmaktadır. D7.23 ve D7.24 kodlu örnekler aynı sinterleme sıcaklığı ve sinterleme süresine sahiptirler, ancak yapılarında ki Nikel Oksit oranı sırasıyla 0,025 gr ve 1 gr'dır. Bu iki örnekte Nikel Oksitin artması ile özgül ağırlıklarında bir miktar düşüş gözlemlenmektedir. Bu durum şekillendirme sırasında paketlenmenin daha az olduğunu gösterebilir ya da sinterleme süresinin yeteri kadar olmadığını gösterebilir. D7.26, D7.27, D7.28 ve D7.29 kodlu örnekler incelendiğinde Nikel Oksit artışının, özgül ağırlığı arttırdığı net bir şekilde görülmektedir. Nikel Oksit ile yapılan doplama çalışmalarda özgül ağırlık açısından en uygun olanlarının sinterleme süresi ve sinterleme sıcaklığının 650 °C ve tepe noktasında 60 dakika bekleyen örnekler olduğu görülmüştür. Nikel Oksit doplu örnekler içerisinde süstaşına en benzer taklit olan ve özgül ağırlığı en yüksek olan örnek D7.28'dir.

Krom Oksit (Cr_2O_3) ile doplanan örnekler D7.32 ve D7.34 kodlu örneklerdir. Bu iki örnek incelendiğinde sinterleme süreleri ve sinterleme sıcaklıkları aynıdır. Ancak D7.32 kodlu örnekte Krom Oksit miktarı 0.025 iken, D7.34 kodlu örneğin Krom Oksit miktarı 1 gr'dır. Özgül ağırlıkları değerlendirildiğinde Krom Oksit oranının artması ile özgül ağırlığında da bir artış meydana gelmiştir.

Demir Oksit (Fe_2O_3) katkılı örnekler içerisinde süstaşı olabilecek en uygun olanı D7.43 kodlu örnektir. Diğer oksitler ile doplanan örneklerin aksine Demir Oksit katkılı örneklerde doplanma oranı arttıkça özgül ağırlıklarında bir azalma meydana gelmiştir. Bunun nedeni yapı içerisindeki

gözeneklerdir. Demir Oksit oranının artması ile yapıdaki gözenek oranı artmıştır, bu da özgül ağırlığı etkilemiştir. Özellikle D7.42 kodlu örnek en düşük özgül ağırlığı sahip olmaktadır. Ancak sinterleme süresinin artması ile yapıdaki gözeneklerin kapanmasından kaynaklı olarak özgül ağırlığında artış meydana gelmiştir.

Bakır Oksit (CuO) ile yapılan doplama çalışmalarında D7.52 ve D7.53 kodlu örnekler karşılaştırıldığında aynı miktarda Bakır Oksit oranına sahip ve aynı sinterleme sıcaklığına sahip olmasına rağmen sinterleme süresinin artması özgül ağırlığın artmasına neden olmuştur. Bu da sinterleme süresi ile yapı içerisindeki gözeneklerin kapandığından kaynaklanmaktadır. D7.54 ile D7.55 kodlu örnekler incelendiğinde sinterleme sıcaklığının artması özgül ağırlık artışına neden olmaktadır. D7.55 kodlu örneğin sinterleme süresinin düşük olmasına rağmen hem renk açısından hem de özgül ağırlık açısından daha iyi olduğu görülmektedir.

Mangan Oksit (MnO) ile yapılan çalışmalarda Mangan Oksit miktarının artışı aynı sinterleme sıcaklığı ve sinterleme süresine sahip olan D7.61 ve D7.64 kodlu örnekler karşılaştırıldığında özgül ağırlık değerlerinde artışa neden olmuştur. D7.65 ve D7.66 kodlu örnekler karşılaştırıldığında ise sinterleme süresinin artması D7.66 kodlu örneğin porozitelerin azalmasını sağlayarak özgül ağırlığının artmasına neden olmuştur.

3.5. Renk Ölçüm Sonuçları

Çalışmada elde edilen örneklerin renk ölçüm verileri Çizelge 18'de taklit süstaşı malzemesi olabilecek nitelikteki örneklerin L^*a^*b renk değerleri verilmiştir.

Çizelge 18. Süstaşı malzemesi olabilecek nitelikteki örneklerin L*a*b renk değerleri. En yakın taklitleri koyulaştırılmıştır.

Örneğin Adı	L	a	b
D7	42,56	1,81	1,60
D7.11	28,61	-0,48	0,34
D7.12	33,23	-0,36	-1,41
D7.13	28,63	-1,61	-1,32
D7.14	29,30	-0,77	-1,37
D7.15	35,54	-2,55	-4,65
D7.16	36,33	-1,70	-3,82
D7.17	32,90	-1,53	-2,97
D7.18	25,19	-3,55	-0,01
D7.19	24,95	-4,26	0,29
D7.21	28,60	0,26	0,14
D7.22	38,91	2,20	1,67
D7.23	27,43	-0,90	-0,24
D7.24	30,83	0,59	0,42
D7.25	30,49	0,01	0,23
D7.26	60,74	-5,91	15,55
D7.27	61,68	-5,95	15,74
D7.28	61,53	-6,40	16,81
D7.29	62,15	-7,82	17,85
D7.31	37,52	-2,67	5,79
D7.32	36,84	-2,24	4,17
D7.33	39,29	-16,56	19,22
D7.34	38,93	-17,38	19,73
D7.41	51,53	3,68	4,33
D7.43	31,68	12,09	6,51
D7.51	60,04	5,69	1,55
D7.52	40,15	9,45	1,36
D7.53	57,88	7,05	1,85
D7.54	56,39	-4,05	-2,04
D7.55	61,04	-5,73	-3,58
D7.61	43,61	0,83	1,93
D7.62	49,09	1,81	2,63
D7.63	40,25	0,61	0,92
D7.64	45,93	4,07	4,41
D7.65	46,33	2,02	2,28
D7.66	42,33	1,87	2,16

D7.11, D7.12, D7.13, D7.14, D7.15, D7.16, D7.17, D7.18 ve D7.19 kodlu örnekler Kobalt Oksit (Co_3O_4) ile doplanmış örneklerdir. Çizelge 18'den anlaşıldığı gibi Kobalt Oksit miktarı arttıkça örneklerin "L" değerleri azalmıştır. Başka bir ifade ile "L" değeri azaldıkça örnek renginin koyulaştığı

görülmektedir. Bu örneklerin “a” değerleri incelendiğinde ise “a” değerleri arasında büyük bir fark olmadığı görülmektedir. D7.14 kodlu örnek “a” değeri açısından en düşük olduğu, yani “-a” değerinin ifade ettiği yeşil rengi ifade eden bölgeye doğru bir geçiş olduğu görülmektedir. “b” değerleri incelendiğinde ise 0,0025 gr Kobalt Oksit doplu örneklerin “b” değerlerinin daha yüksek olduğu görülmektedir. “b” değeri negatif (-) değerli sonuç vermesi halinde “-b” değerinin temsil ettiği mavi rengi göstermektedir. Renk analiz sonuçlarına göre 1 gr Kobalt Oksit doplu örneklerin, 0,025 gr Kobalt Oksit, 2 gr Kobalt Oksit ve 3 gr Kobalt Oksit doplu örnekler göre mavi rengini daha çok gösterdiği anlaşılmaktadır. Kobalt Oksit oranı 2 gr ve 3 gr olan örneklerin “a” değerlerinin, 0,025 gr Kobalt Oksit doplu olan örnekler yakın olduğu ancak “b” değerinin diğer örnekler oranla düşük olduğu görülmüştür.

D7.21, D7.22, D7.23, D7.24, D7.25, D7.26, D7.27, D7.28 ve D7.29 kodlu örnekler Nikel Oksit (NiO) ile doplanmış örneklerdir. Nikel Oksit miktarı en yüksek olan D7.26, D7.27, D7.28 ve D7.29 kodlu örneklerin “L” değerinin arttığı görülmektedir. Buradan anlaşılacağı gibi 2 gr Nikel Oksit ve 3 gr Nikel Oksit doplu örneklerin beyazlık derecesi daha yüksektir. 0,025 Nikel Oksit ve 1 gr Nikel Oksit doplu örneklerin “L” değerlerinin benzerlik gösterdiği görülmektedir. Bu örneklerin “a” değerleri incelendiğinde ise 0,025 Nikel Oksit ve 1gr Nikel Oksit doplu örneklerin “L” değerlerinin benzerlik gösterirken, 2 gr Nikel Oksit ve 3 gr Nikel Oksit doplu örneklerin “a” değerlerinin negatif (-) değerli olduğu, “-a” değerinin temsil ettiği mavi bölgede olduğu görülmektedir. Aynı şekilde örneklerin “b” değerleri 0,025 gr Nikel Oksit ve 1gr Nikel Oksit doplu örneklerde benzer olduğu, ancak 2 gr Nikel Oksit ve 3gr Nikel Oksit doplu örneklerin “b” değerlerinin yüksek olduğu görülmektedir. Yani Nikel Oksit oranının artması ile rengin yeşil renge dönüştüğü görülmektedir.

D7.31, D7.32, D7.33 ve D7.34 kodlu örnekler Krom Oksit (Cr_2O_3) ile doplanmış örneklerdir. 0,025 gr Krom Oksit doplu D7.31 ve D7.32 kodlu örneklerin, 1 gr Krom Oksit doplu D7.33 ve D7.34 kodlu örneklerin “L” değerlerinin birbirlerine yakın olduğu görülmektedir. Krom Oksit doplu örneklerin “a” değerleri incelendiğinde ise 1 gr Krom Oksit doplu örneklerin “a” değerlerinin negatif olduğu görülmektedir. Yani -a değerinin temsil ettiği yeşil bölgede yer almaktadır. Krom Oksit doplu örneklerin “b” değerleri incelendiğinde ise 1 gr Krom Oksit doplu örneklerin “b” değerlerinin, 0,025 Krom Oksit doplu örnekler göre daha yüksek olduğu görülmektedir. “b” değeri arttıkça “+b” değerinin temsil ettiği sarı renk oranı artmaktadır.

D7.41 ve D7.43 kodlu örnekler Demir Oksit (Fe_2O_3) ile doplanmış örneklerdir. 0,025 gr Demir Oksit doplu D7.41 örneğinin “L” değerinin 1 gr Demir Oksit doplu D7.43 örneğinden daha yüksek olduğu görülmüştür. Buradan anlaşılacağı gibi örneğinin renginin daha açık olduğu anlaşılmaktadır. Demir Oksit doplu örneklerin “a” değerleri incelendiğinde ise D7.43 kodlu örneğin “a” değerinin daha yüksek olduğu görülmektedir. L^*a^*b renk koordinat sistemine (Şekil 13) göre “a” değerinin pozitif olduğu bölge kırmızı rengi ifade etmektedir. D7.43 kodlu örneğin “a” değerinin D7.41 kodlu örneğin “a” değerinin daha yüksek olması bu örneğin kırmızılık oranının daha yüksek olduğunu göstermektedir. “b” değerleri incelendiğinde ise D7.43 kodlu örneğin değerinin az bir farkla daha yüksek olduğu görülmektedir.

D7.51, D7.52, D7.53, D7.54, D7.55, D7.56 ve D7.57 kodlu örnekler Bakır Oksit (CuO) ile doplanmış örneklerdir. Bakır Oksit doplu örneklerin “L” değerlerinin birbirine yakın olduğu görülmektedir. Ancak D7.52 kodlu örneğin “L” değerleri diğer örneklere göre daha düşük olduğu görülmüştür. Bu değerden anlaşılacağı gibi D7.52 kodlu örnek diğer örneklerden daha koyudur. 0,025 gr Bakır Oksit doplu D7.54 ve D7.55 kodlu örneklerin “a” değerlerinin negatif değerli olduğu, yani yeşil rengi temsil eden bölgede olduğu görülmektedir. D7.51, D7.52 ve D7.53 kodlu örneklerin ise “a” değerleri pozitif olduğu, yani kırmızı rengi temsil eden bölgede olduğu görülmektedir. Buradan anlaşılacağı gibi Bakır Oksit oranının azalması ile örneklerdeki kırmızılık oranında artış olduğu söylenebilir. D7.54 ve D7.55 kodlu örneklerin “b” değerlerinin negatif değerli olduğu, yani mavi rengi temsil eden bölgede olduğu görülmektedir. D7.51, D7.52 ve D7.53 kodlu örneklerin ise “b” değerleri pozitif olduğu, yani sarı rengi temsil eden bölgede olduğu görülmektedir.

D7.61, D7.62, D7.63, D7.67, D7.65 ve D7.66 kodlu örnekler Mangan Oksit (MnO) ile doplanmış örneklerdir. Mangan Oksit içeren örneklerin “L” değerlerinin birbirine yakın olduğu görülmüştür. “a” ve “b” değerleri arasında da çok belirgin bir fark olmadığı görülmüştür.

Sonuç olarak renklendirici oksit miktarının artması örnek renginin değişmesine sebep olmaktadır.

3.6. Parlaklık Ölçüm Sonuçları

Süstaşlarının parlaklık ölçümü genellikle göreceli olarak yapılmaktadır. Camsı, mumsu, metalik, vitroz, reçine, yağlı ve ipeksi parlaklık olarak süstaşlarının görüntülerine göre sınıflandırılmaktadır. Bu çalışmada en iyi taklit malzeme olabilecek malzemeler olarak elde edilen örneklerin

parlaklıkları “glossmetre” kullanılarak ölçülmüştür. ASTM standartları parlaklık ölçümü için 20°, 60° ve 85°'yi önermektedir. Bunun nedeni daha geniş bir görünür parlaklık yelpazesinin oluşmasını sağlamaktır. İlk aşamada ölçümlerde 60° baz alınmaktadır. 60° ölçümlerde parlaklık değeri 70'in üstünde çıkması durumunda 20°'lik açı ile ölçüm yapılmasını önermektedir. Parlaklık değeri 10'un altında çıkması durumunda ise 85°'lik açıda parlaklık ölçümü yapılması gerekmektedir. Bu çalışma kapsamında elde edilen taklit örnekleri 60° açı ile ölçülmüştür. Çizelge 19'da elde edilen örneklerin parlaklık ölçüm değerleri yer almaktadır.

Çizelge 19. Bu çalışmada en iyi taklit malzeme olabilecek malzemeler olarak elde edilen örneklerin glossmetre ile ölçülen parlaklık değerleri.

Örneğin Adı	60°'de Ölçülen Parlaklık Değeri
D7	2
D7.15	8
D7.19	25
D7.28	5
D7.32	7
D7.34	14
D7.43	28
D7.55	5

Öneklerin elde edilen parlaklık değerlerinin yüksek olmadığı görülmektedir. Doplanmamış örneğin parlaklığı ise en düşüktür. Metal oksit katkısı ile parlaklık değerlerinde bir miktar artış olduğu görülmektedir. Farklı miktarlarda Kobalt Oksit (Co_3O_4) içeren D7.15 ve D7.19 kodlu örneklerde 3 gr. Kobalt Oksit içeren örneğin 1gr Kobalt Oksit içeren örneğe göre parlaklık değerinin daha yüksek olduğu görülmektedir. Farklı miktarlarda Kobalt Oksit içeren D7.32 ve D7.34 kodlu örneklerde 1 gr Kobalt Oksit içeren örneğin parlaklığının 0,025 gr Kobalt Oksit örneğe göre daha yüksek olduğu görülmektedir. Parlaklık değeri en yüksek olan örneğin Demir Oksit (Fe_2O_3) ile doplanmış olan örnek olduğu görülmektedir. Belirlenen standartlara göre parlaklık ölçüm değerleri Çizelge 20'de verilmektedir.

Çizelge 20. 60°de ölçülen parlaklık değerine göre parlaklık sınıflandırılması.

Parlaklık Seviyesi	60° Parlaklık Değeri	Ölçüm Açısı
Düşük Parlaklık (Mat)	<10 GU	85°
Orta Parlaklık	10-70 GU	60°
Yüksek Parlaklık	>70 GU	20°

60°de ölçülen parlaklık sınıflandırılmasına göre, süstaşı takliti olabilecek nitelikte elde edilen süstaşlarının parlaklık seviyesi, yüksek miktarda kromofor oksit içeren örnekler, orta parlaklık sınıfında yer almaktadır. Daha düşük miktarda doplanmış örnekler ise düşük parlaklık seviyesinde bulunmaktadır. Avrupa ve Amerika’da sayılar ile kesin olarak çerçevesi çizilmiş endüstriyel ulusal standartlara göre parlaklık dereceleri isimlendirilmiştir. Çizelge 21’de parlaklık değerleri ve parlaklık sınıfı yer almaktadır.

Çizelge 21. Avrupa ve Amerika standartlarına göre parlaklık değerleri sınıflandırılması.

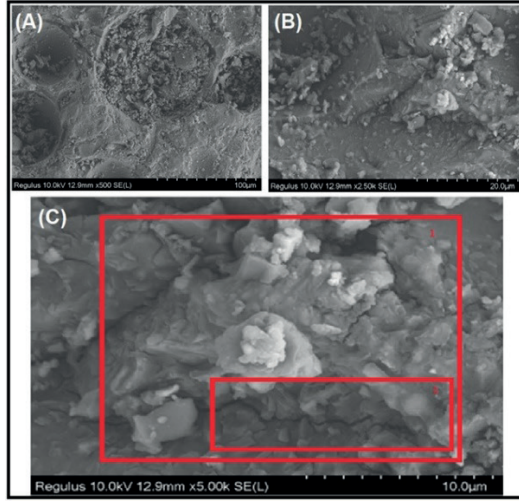
60°de Ölçülen Parlaklık Değeri	Parlaklık Sınıfı
En Fazla 5 GU	Geleneksel Mat
En Fazla 10 GU	Kadifemsi
10-25 GU	Yumurta Kabuğu
20-35 GU	İpek
35-70 GU	Yarı-Parlak
70-85 GU	Parlak
85 GU’dan Fazla	Çok Parlak

Çizelge 21’deki sınıflandırmaya göre elde edilen taklit örnekleri parlaklık dereceleri doplanmamış olan “D7” kodlu örneğin geleneksel mat sınıfta olduğu görülmektedir. Daha düşük miktarda kromofor oksit ile doplanmış olan D7.15, D7.28, D7.32 ve D7.55 kodlu örneklerin kadifemsi parlaklığa sahip olduğu görülmektedir. D7.34 kodlu örnek ise yumurta kabuğu parlaklığına sahiptir. D7.19, D7.34 ve D7.43 kodlu örnekler ise ipeksi parlaklığa sahiptir.

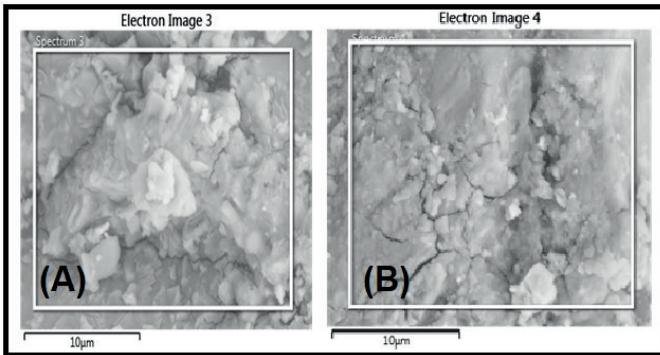
3.7. Taramalı Elektrın Mikroskobu (Fe-SEM) Analiz Sonuçları

Bu çalışmada örneklerin mikro yapılarındaki benzerlik ya da farklılıkları incelemek amacı ile taramalı elektron mikroskobunda (SEM) görüntüleri çekilmiştir. Bu görüntüler X500, X2500 ve X5000 büyütme uygulamaları kullanılarak alınmıştır. Ardından bölgesel olarak EDX analizleri yapılmıştır. Öncelikle

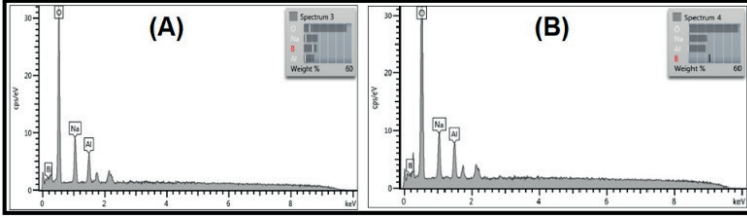
temel “D7” örneğinin SEM görüntüleri (Şekil 25), SEM-BSE mikyo yapı görüntüleri (Şekil 26), EDX spektrumları (Şekil 27) incelenerek, EDX analiz sonuçları Çizelge 22’de verilmiştir. 650°C sıcaklık ve tepe noktasında 60 dakika bekleme süresi ile sinterlenen doplanmamış örneğin SEM mikroskop görüntülerinde, danelerinin ovalimsi ve köşeli yapıda olduğu gözlemlenmiştir. 100 μm ölçekli SEM görüntüsü incelendiğinde malzemenin yapısında porozitelerin olduğu görülmektedir. 10 μm ölçekli görüntüde açık renkli kristaller dikkat çekmektedir.



Şekil 25. “D7” kodlu referans örneğinin SEM görüntüleri. (A) X500 büyütmede küresel boşluklar belirgindir. (B) X2500 büyütmede daneler köşeli ve ovaldır. (C) X5000 büyütmede dokuda çatlaklar gözlenmektedir.



Şekil 26. “D7” kodlu referans örneğinin iki farklı yerlerinden (A) ve (B) alınmış SEM-BSE görüntüleri. Açık renk ile görülen yerler atom numarası en büyük olan elementi temsil etmektedir.

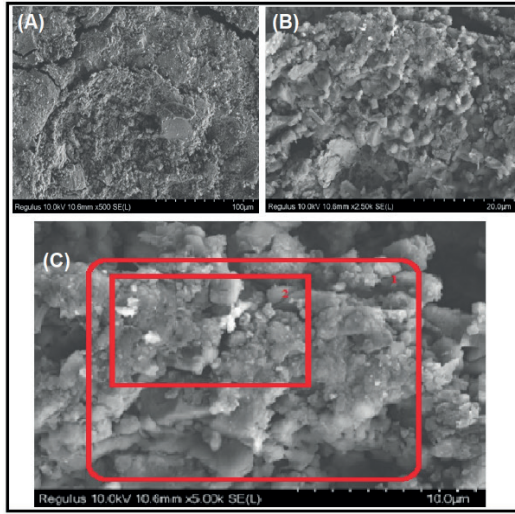


Şekil 27. “D7” kodlu temel örneğin iki farklı yerlerinden (A) ve (B) alınmış EDX spektrumları.

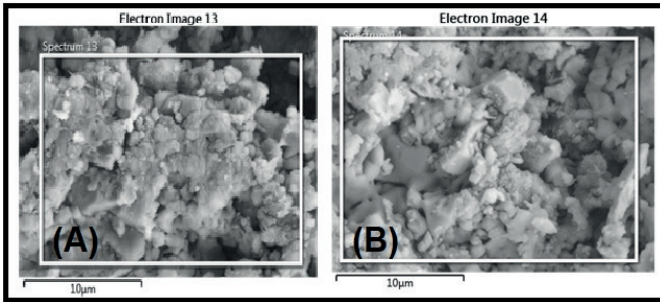
Çizelge 22. “D7” kodlu referans örneğin EDX spektrumunun ağırlıkça element içerikleri.

Element	Ağırlıkça % (A)	Ağırlıkça % (B)
B	16,37	0
O	53,51	57,79
Na	17,18	21,80
Al	12,95	20,41
Total	100	100

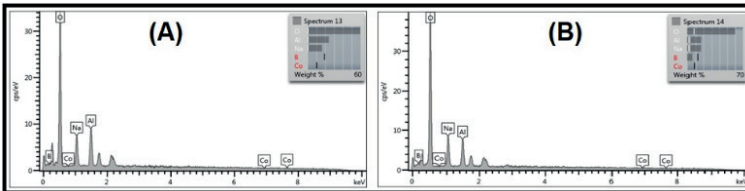
Bölgesel olarak yapılan EDX-A analiz sonuçlarına açık renkli kristallerin Alüminyum Oksite ait olduğu görülmektedir. EDX-A sonucuna göre bu bölgede Bor (B) element oranı ağırlıkça % 16,37 olduğu görülmektedir. Yine bu bölgedeki EDX-A sonuçlarına göre ağırlıkça % 17,18 Sodyum (Na) atomu, % 12,95 Alüminyum (Al) atomu bulunmaktadır. Farklı bir bölgeden alınan SEM-EDX analizine göre bu alanda Bor konsantrasyonunun düşük olması ve EDX analizinde borun tespit edilmesinin zor olduğundan dolayı, bor miktarı görülmemektedir. EDX-B analiz sonucuna göre ağırlıkça % 21,80 Na ve % 20,41 oranında Al görülmektedir. İki bölge karşılaştırıldığında Na ve Al oranının 2. Bölgede daha yüksek olduğu Bor oranının azaldığı görülmektedir. Yapılan SEM-EDX analizine göre örneğin bileşiminde bulunan bileşenlerin analiz sonucu tespit edildiği görülmektedir. Ağırlıkça 0,025 gr Kobalt Oksit (Co_3O_4) katkılı 600 °C’de 60 dakika süre ile sinterlenen D7.15 kodlu örneğin SEM görüntüleri (çekilmeden önce örneğin tabanı zımparalanmıştır) (Şekil 28), SEM-BSE mikyo yapı görüntüleri (Şekil 29), EDX spektrumları (Şekil 30) incelenerek, EDX analiz sonuçları Çizelge 23’de verilmiştir.



Şekil 28. “D7.15 kodlu 0,025 gr Kobalt Oksit (Co_3O_4) katkılı örneğin SEM görüntüleri. (A) X500 büyütmede mikro yapıdaki çatlaklar belirgindir. (B) X2500 büyütmede daneler köşeli ve ovaldir. (C) X5000 büyütmede siyah olarak gözlenen alanlar, boşluklardan kaynaklanmaktadır.



Şekil 29. “D7.15 kodlu 0,025 gr Kobalt Oksit (Co_3O_4) katkılı örneğin iki farklı yerlerinden (A) ve (B) alınmış SEM-BSE görüntüleri. Açık renk ile görülen yerler atom numarası en büyük olan elementi temsil etmektedir.

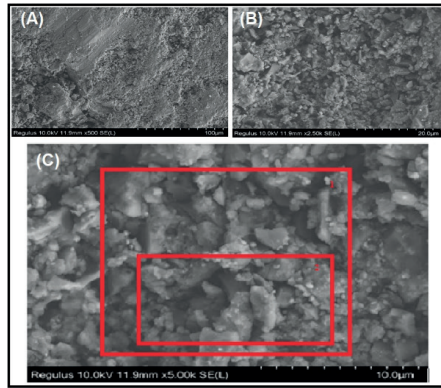


Şekil 30. “D7.15 kodlu 0,025 gr Kobalt Oksit (Co_3O_4) katkılı örneğin iki farklı yerlerinden (A) ve (B) alınmış EDX spektrumları.

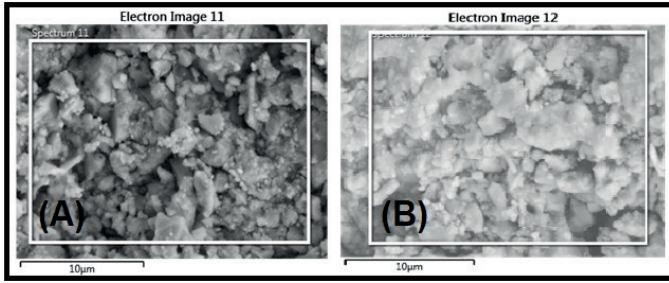
Çizelge 23. “D7.15 kodlu Kobalt Oksit (Co_3O_4) katkılı örneğin EDX spektrumunun ağırlıkça element içerikleri.

Element	Ağırlıkça % (A)	Ağırlıkça % (B)
B	0	5,72
O	59,48	60,15
Na	16,40	16,85
Al	24,12	17,27
Total	100	100

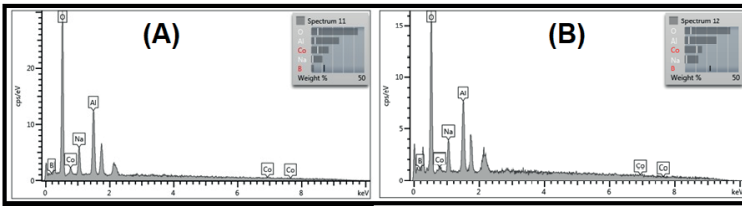
“D7.15 kodlu Kobalt Oksit (Co_3O_4) katkılı örneğin 100 μm ölçekte çekilen SEM görüntüsünde siyah renkli olarak görülen alanların çatlak olduğu görülmektedir. Örneğin danelerinin ovalimsi ve köşeli yapıda olduğu gözlemlenmiştir. Kobalt (Co) miktarının düşük olmasından dolayı Kobalt oranı EDX-A bölgesinde ve EDX-B bölgesinde tespit edilmemektedir. EDX-A analiz sonucuna göre ağırlıkça % 59,48 O, % 16,40 Na ve % 24,12 Al atomu tespit edilmiştir. EDX-B analiz sonucuna göre de % 5,72 Bor, % 60,15 O, 18,85 Na ve %17,27 Al görülmektedir. İki farklı bölgede yapılan EDX analizine göre EDX-A bölgesinde Bor elementi tespit edilmiştir. EDX-B bölgesinde ise Na atom miktarının arttığı, Al element miktarının azaldığı görülmüştür. Kobalt miktarının düşük olmasından dolayı EDX analizinde bu element miktarı tespit edilememiştir. Ağırlıkça 3 gr Kobalt Oksit (Co_3O_4) katkılı 650 °C’de 60 dakika süre ile sinterlenen D7.19 kodlu örneğin SEM görüntüleri (çekilmeden önce örneğin tabanı zımparalanmıştır) (Şekil 31), SEM-BSE mikyo yapı görüntüleri (Şekil 32), EDX spektrumları (Şekil 33) incelenerek, EDX analiz sonuçları Çizelge 24’de verilmiştir.



Şekil 31. “D7.19 kodlu 3 gr Kobalt Oksit (Co_3O_4) katkılı örneğin SEM görüntüleri. (A) X500 büyütmede camsı doku belirgindir. (B) X2500 büyütmede daneler köşeli ve ovaldir. (C) X5000 büyütmede mikro çatlaklar bulunmaktadır.



Şekil 32. “D7.19 kodlu 3 gr Kobalt Oksit (Co_3O_4) katkılı örneğin iki farklı yerlerinden (A) ve (B) alınmış SEM-BSE görüntüleri. Açık renk ile görülen yerler atom numarası en büyük olan elementi temsil etmektedir.



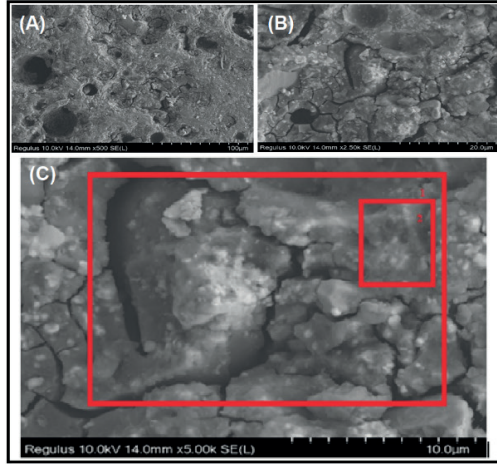
Şekil 33. “D7.19 kodlu 3 gr Kobalt Oksit (Co_3O_4) katkılı örneğin iki farklı yerlerinden (A) ve (B) alınmış EDX spektrumları.

Çizelge 24. “D7.19 kodlu 3 gr Kobalt Oksit (Co_3O_4) katkılı örneğin EDX spektrumunun ağırlıkça element içerikleri.

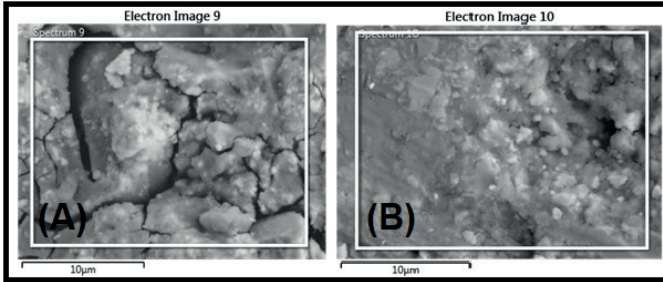
Element	Ağırlıkça % (A)	Ağırlıkça % (B)
B	2,63	0
O	43,86	42,34
Na	10,80	15,52
Al	26,28	29,21
Co	16,44	15,93
Total	100	100

“D7.19 kodlu 3 gr Kobalt Oksit (Co_3O_4) katkılı örneğin SEM görüntülerinde, örneklerin danelerinin oval ve köşeli bir yapıya sahip olduğu görülmektedir. Koyu renk ile görülen alanların amorf bölgeden kaynaklı olduğu düşünülmektedir. Co atomu tane aralarına ve tane içlerine yerleştiği görülmektedir. EDX-A sonucuna göre incelenen bölgede ağırlıkça % 2,63 B elementi görülmektedir. Farklı bir bölgede yapılan EDX-B analizinde ise bor elemanı tespit edilememiştir. Bunun nedeni ise B-Bölgesindeki bor konsantrasyonunun düşük olmasından dolayı olduğu düşünülmektedir.

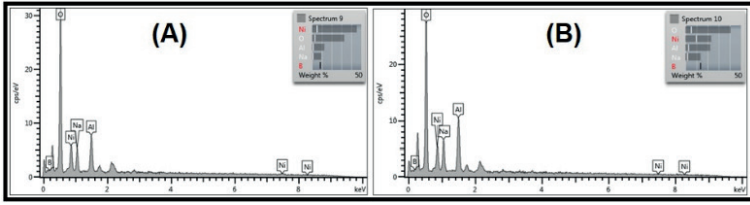
İki farklı bölgeden yapılan EDX analizine göre A-Bölgesinde ağırlıkça % 2,63 bor elementi, % 43,86 O elementi, % 10,80 Na elementi, % 26,28 Al elementi, % 16,44 Co elementi tespit edilmiştir. B-Bölgesinde yapılan EDX analiz sonucuna göre ise, ağırlıkça % 42,34 O elementi, %12,52 Na elementi, % 29,11 Al elementi ve % 15,93 Co elementi tespit edilmiştir. İki bölge arasındaki fark incelendiğinde B-Bölgesi üzerine yapılan EDX analiz sonucuna göre Na ve Al miktarında artış olduğu Co oranının azaldığı görülmüştür. Ağırlıkça 3 gr Nikel Oksit (NiO) katkılı 650 °C'de 60 dakika süre ile sinterlenen D7.28 kodlu örneğin SEM görüntüleri (çekilmeden önce örneğin tabanı zımparalanmıştır) (Şekil 34), SEM-BSE mikyo yapı görüntüleri (Şekil 35), EDX spektrumları (Şekil 36) incelenerek, EDX analiz sonuçları Çizelge 25'de verilmiştir.



Şekil 34. “D7.28 kodlu 3 gr Nikel Oksit (NiO) katkılı örneğin SEM görüntüleri. (A) X500 büyütmede küresel boşluklar ve çatlaklar belirgindir. (B) X2500 büyütmede çatlaklar ve boşluklar görülmektedir. (C) X5000 büyütmede çatlaklar bulunmaktadır.



Şekil 35. “D7.28 kodlu 3 gr Nikel Oksit (NiO) katkılı örneğin iki farklı yerlerinden (A) ve (B) alınmış SEM-BSE görüntüleri. Açık renk ile görülen yerler atom numarası en büyük olan elementi temsil etmektedir.

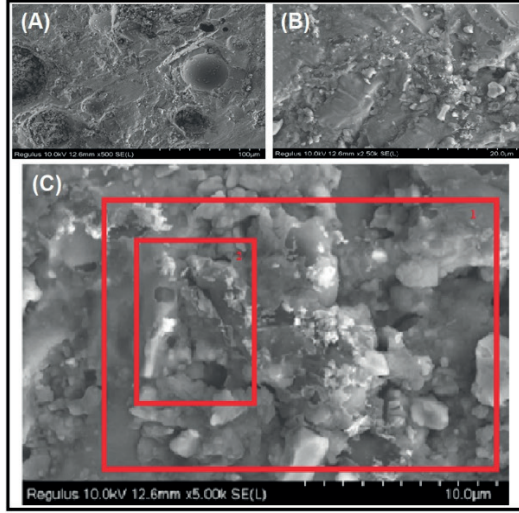


Şekil 36. “D7.28 kodlu 3 gr Nikel Oksit (NiO) katkılı örneğin iki farklı yerlerinden (A) ve (B) alınmış EDX spektrumları.

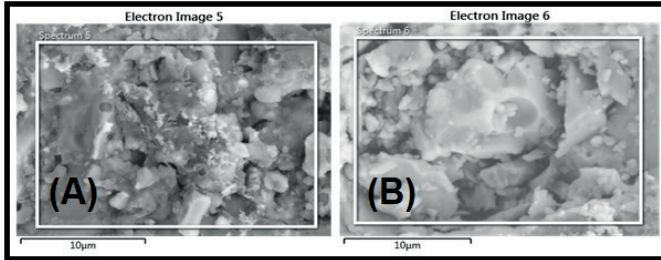
Çizelge 25. “D7.28 kodlu 3 gr Kobalt Oksit (Co₃O₄) katkılı örneğin EDX spektrumunun ağırlıkça element içerikleri.

Element	Ağırlıkça % (A)	Ağırlıkça % (B)
B	0	0
O	32,70	40,81
Na	9,35	13,58
Al	12,56	22,34
Co	45,40	23,27
Total	100	100

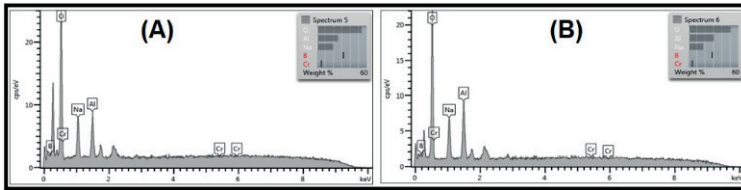
“D7.28 kodlu 3 gr Nikel Oksit (NiO) katkılı örneğin SEM görüntülerinde, örneklerin daneleri oval bir yapıya sahip olduğu görülmektedir. Görüntüler incelendiğinde, yapı içerisindeki poroziteler ve çatlaklar dikkat çekmektedir. İki farklı bölgeden yapılan EDX analizine göre seçilen A Bölgesinde Bor atomu görülmemektedir. Bunun nedeni bu bölgedeki bor konsantrasyonunun düşük ve EDX ile Bor atomunun tespitinin zor olmasından kaynaklanmaktadır. A-Bölgesinde ağırlıkça % 32,70 O, % 9,35 Na, % 12,56 Al ve % 45,40 Ni olduğu görülmektedir. B-Bölgesinde yapılan EDX sonucuna göre ağırlıkça % 40,81 O, % 13,58 Na, % 22,34 Al ve % 23,27 Ni görülmektedir. A-Bölgesindeki görüntü incelendiğinde çatlakların daha fazla olduğu görülmektedir. Bu bölgede açık renk ile görülen Ni miktarının daha yüksek tespit edilmiştir. NiO malzeme içine dağılmış halde ve tek kristal olarak görülmektedir. Mineralojik analiz sonucu da NiO fazının açıkça görüldüğü tespit edilmiştir. B-Bölgesinde de Na ve Al miktarının arttığı Ni oranının azaldığı görülmektedir. Ağırlıkça 0,025 gr Krom Oksit (Cr₂O₃) katkılı 650 °C’de 60 dakika süre ile sinterlenen D7.32 kodlu örneğin SEM görüntüleri (çekilmeden önce örneğin tabanı zımparalanmıştır) (Şekil 37), SEM-BSE mikyo yapı görüntüleri (Şekil 38), EDX spektrumları (Şekil 39) incelenerek, EDX analiz sonuçları Çizelge 26’de verilmiştir.



Şekil 37. “D7.32 kodlu 0,025 gr Krom Oksit (Cr_2O_3) katkı örneğinin SEM görüntüleri. (A) X500 büyütmede küresel boşluklar belirgindir. (B) X2500 büyütmede amorf yapı görülmekte ve daneler köşeli yapıdadır. (C) X5000 büyütmede daneler köşeli yapıdadır ve boşluklar mevcuttur.



Şekil 38. “D7.32 kodlu 0,025 gr Krom Oksit (Cr_2O_3) katkı örneğinin iki farklı yerlerinden (A) ve (B) alınmış SEM-BSE görüntüleri. Açık renk ile görülen yerler atom numarası en büyük olan elementi temsil etmektedir.

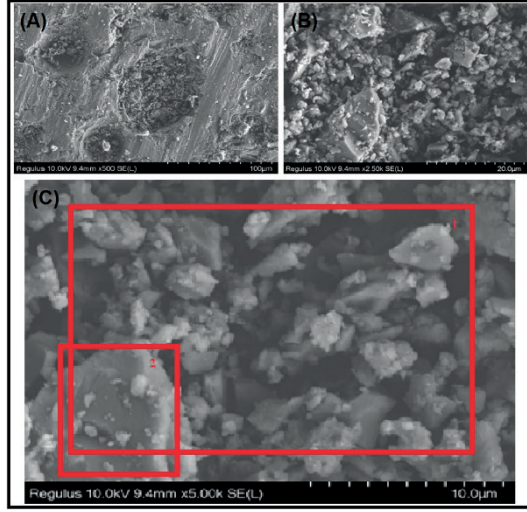


Şekil 39. “D7.32 kodlu 0,025 gr Krom Oksit (Cr_2O_3) katkı örneğinin iki farklı yerlerinden (A) ve (B) alınmış EDX spektrumları.

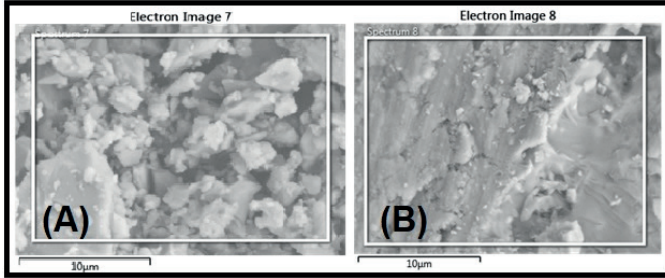
Çizelge 26. “D7.32 kodlu 0,025 gr Krom Oksit (Cr_2O_3) katkılı örneğin EDX spektrumunun ağırlıkça element içerikleri.

Element	Ağırlıkça % (A)	Ağırlıkça % (B)
B	0	0
O	54,23	51,10
Na	20,09	18,12
Al	25,68	30,77
Co	0	0
Total	100	100

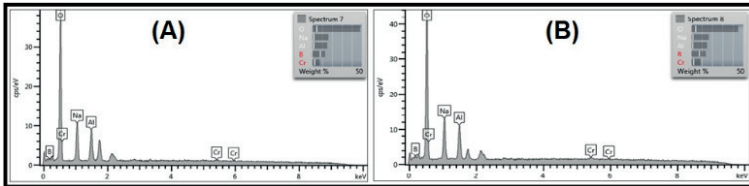
SEM görüntülerinde görülmektedir ki, örneklerin daneleri oval bir yapıya sahip olduğu görülmektedir. Görüntüler incelendiğinde yapı içerisindeki poroziteler dikkat çekmektedir. $10 \mu m$ ölçekte çekilen SEM görüntüsünde oyuk görülen alanın içerisindeki poroziteden olduğu düşünülmektedir. EDX-A spektrumunda görüldüğü gibi Bor konsantrasyonunun az olması ve Bor atomunun tespit edilmesinin zor olmasından dolayı EDX analizinde Bor atomuna rastlanılmamıştır. Doplanan Krom Oksit miktarının az olmasından dolayı EDX analizinde tespit edilememiştir. A-Bölgeden yapılan EDX analizine göre 54,23 O atomu, % 20,09 Na atomu, % 25,68 Al atomu görülmektedir. B-Bölgede yapılan EDX analizine göre ağırlıkça % 51,10 O atomu, % 18,12 Na atomu ve % 30,77 Al atomu tespit edilmiştir. İki bölge arasındaki fark incelendiğinde Na atom miktarının azaldığı, Al atom miktarının ise arttığı görülmektedir. Ağırlıkça 1 gr Krom Oksit (Cr_2O_3) katkılı $650 \text{ }^\circ C$ 'de 60 dakika süre ile sinterlenen D7.34 kodlu örneğin SEM görüntüleri (çekilmeden önce örneğin tabanı zımparalanmıştır) (Şekil 40), SEM-BSE mikyo yapı görüntüleri (Şekil 41), EDX spektrumları (Şekil 42) incelenerek, EDX analiz sonuçları Çizelge 27'de verilmiştir.



Şekil 40. “D7.34 kodlu 1 gr Krom Oksit (Cr_2O_3) katkıli örneğin SEM görüntüleri. (A) X500 büyütmede camsi yapı ve gözenekler belirgindir. (B) X2500 büyütmede daneler köşeli yapıdadır. (C) X5000 büyütmede siyah görülen dokuların amorf yapıdan kaynaklandığı düşünülmektedir.



Şekil 41. “D7.34 kodlu 1 gr Krom Oksit (Cr_2O_3) katkıli örneğin iki farklı yerlerinden (A) ve (B) alınmış SEM-BSE görüntüleri. Açık renk ile görülen yerler atom numarası en büyük olan elementi temsil etmektedir.

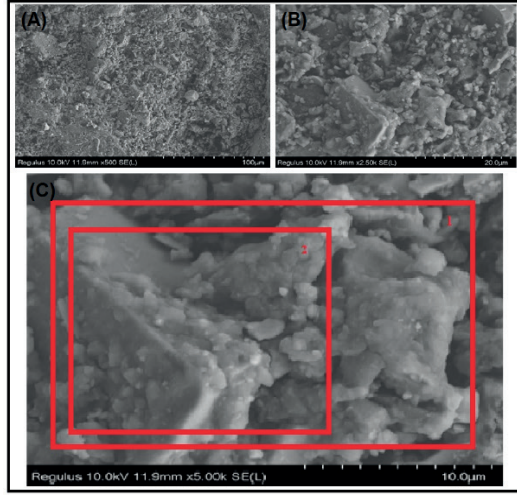


Şekil 42. “D7.34 kodlu 1 gr Krom Oksit (Cr_2O_3) katkıli örneğin iki farklı yerlerinden (A) ve (B) alınmış EDX spektrumları.

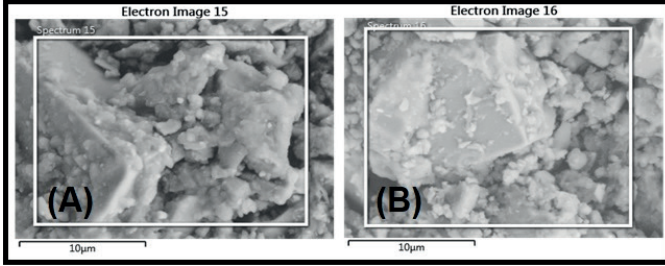
Çizelge 27. “D7.34 kodlu 1 gr Krom Oksit (Cr_2O_3) katkılı örneğin EDX spektrumunun ağırlıkça element içerikleri.

Element	Ağırlıkça % (A)	Ağırlıkça % (B)
B	12,82	13,93
O	48,39	45,25
Na	16,26	16,70
Al	15,16	15,24
Co	7,38	8,87
Total	100	100

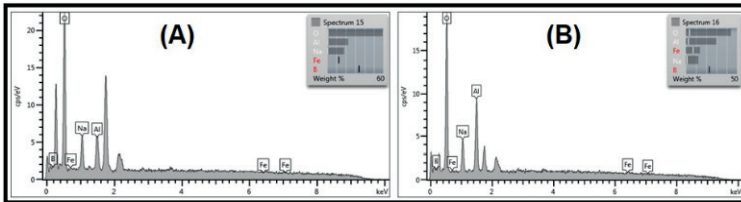
SEM görüntülerinde, örneklerin daneleri köşeli bir yapıya sahip olduğu görülmektedir. Görüntüler incelendiğinde yapı içerisindeki poroziteler dikkat çekmektedir. Bu gözeneklerin içine kristallerin yerleşmiş olduğu görülmektedir. SEM görüntüsüne göre bazı bölgelerde camsı faz oluşumunun gerçekleştiği görülmektedir. Krom Oksit yapı içerisine bağlı olarak görülmektedir. 2 farklı bölgede EDX analizi gerçekleştirilmiştir. A-Bölgede EDX analizine göre % 12,82 B atomu, % 48,39 O atomu, % 16,26 Na atomu, % 15,16 Al atomu ve % 7,38 Cr atomu varlığı görülmektedir. B- Bölgesinde yapılan EDX analizine göre de % 13,3 B atomu, % 42,25 O atomu, % 16,70 Na atomu, % 15,24 Al elementi ve % 8,87 Cr elementinin varlığı görülmektedir. İki bölge arasında B-Bölgesinde A-Bölgesine göre Bor oranının ve krom oranının arttığı görülmektedir. B-Bölgede yapılan EDX analizine göre seçilen bölgede Cr elementinin yapı içerisinde yerleştiği düşünülmektedir. Ağırlıkça 1 gr Demir Oksit (Fe_2O_3) katkılı 650 °C’de 60 dakika süre ile sinterlenen D7.43 kodlu örneğin SEM görüntüleri (çekilmeden önce örneğin tabanı zımparalanmıştır) (Şekil 43), SEM-BSE mikyo yapı görüntüleri (Şekil 44), EDX spekturumları (Şekil 45) incelenerek, EDX analiz sonuçları Çizelge 28’de verilmiştir.



Şekil 43. “D7.43 kodlu 1 gr Demir Oksit (Fe_2O_3) katkılı örneğin SEM görüntüleri. (A) X500 büyütmelerde daneler köşeli yapıdadır ve amorf yapı mevcuttur. (B) X2500 büyütmelerde siyah renkli görülen kısımların amorf yapıdan kaynaklandığı düşünülmüştür. (C) X5000 büyütmelerde açık renk görülen danelerlerin Demir elementi olduğu ve çözünmeden yapı içerisinde bulunduğu düşünülmektedir.



Şekil 44. “D7.43 kodlu 1 gr Demir Oksit (Fe_2O_3) katkılı örneğin iki farklı yerlerinden (A) ve (B) alınmış SEM-BSE görüntüleri. Açık renk ile görülen yerler atom numarası en büyük olan elementi temsil etmektedir.

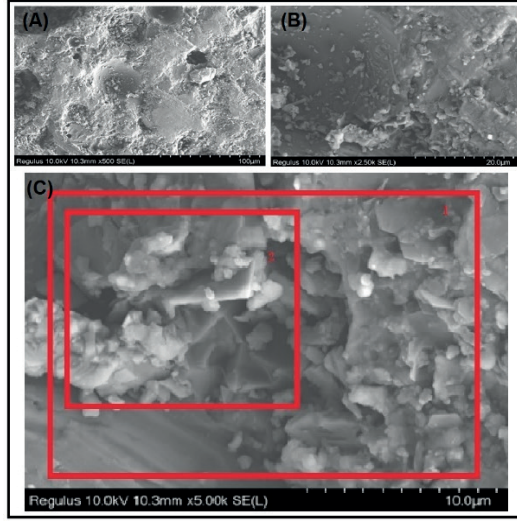


Şekil 45. “D7.43 kodlu 1 gr Demir Oksit (Fe_2O_3) katkılı örneğin iki farklı yerlerinden (A) ve (B) alınmış EDX spektrumları.

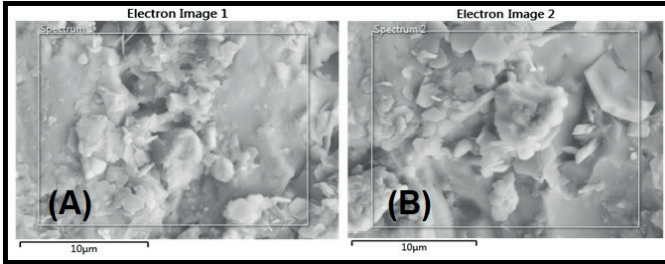
Çizelge 28. “D7.43 kodlu 1 gr Demir Oksit (Fe_2O_3) katkı örneğinin EDX spektrumunun ağırlıkça element içerikleri.

Element	Ağırlıkça % (A)	Ağırlıkça % (B)
B	0	0
O	59,49	44,17
Na	18,09	12,30
Al	22,42	29,79
Co	0	13,75
Total	100	100

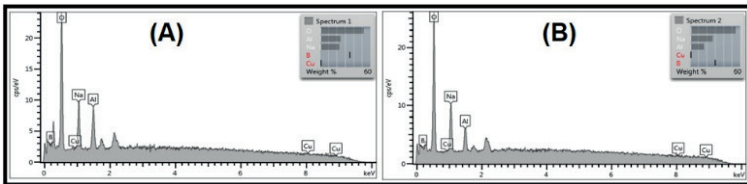
SEM görüntülerinde, örneklerin daneleri köşeli bir yapıya sahip olduğu görülmektedir. D7.43 kodlu örneklerin SEM görüntüleri incelendiğinde siyah alanların amorf fazdan kaynaklandığı düşünülmektedir. B-Bölgesi EDX sonucuna göre Fe_2O_3 'ün yapı içerisinde çözülmeden kaldığı ve bundan dolayı renk oluşumuna sebep olduğu söylenebilir. İki bölge arasında yapılan EDX analizine göre A-Bölgede ağırlıkça % 18,09 Na, % 22,42 Al olduğu görülmektedir. Bu bölgede Fe konsantrasyonunun azlığından dolayı Demir tespit edilememiştir. B-Bölgede yapılan EDX analizine göre Na miktarında azalma meydana geldiği Al ve Fe oranlarında artış olduğu görülmektedir. Ağırlıkça 1 gr Bakır Oksit (CuO) katkı 650 °C'de 60 dakika süre ile sinterlenen D7.55 kodlu örneğin SEM görüntüleri (çekilmeden önce örneğin tabanı zımparalanmıştır) (Şekil 46), SEM-BSE mikyo yapı görüntüleri (Şekil 47), EDX spektrumları (Şekil 48) incelenerek, EDX analiz sonuçları Çizelge 29'de verilmiştir.



Şekil 46. “D7.55 kodlu 1 gr Bakır Oksit (CuO) katkılı örneğin SEM görüntüleri. (A) X500 büyütmede yapıda küresel boşluklar mevcuttur. (B) X2500 büyütmede amorf yapı üzerinde küçük danecikler görülmektedir. (C) X5000 büyütmede amorf yapı mevcuttur oluşan daneler köşeli yapıdadır.



Şekil 47. “D7.55 kodlu 1 gr Bakır Oksit (CuO) katkılı örneğin iki farklı yerlerinden (A) ve (B) alınmış SEM-BSE görüntüleri. Açık renk ile görülen yerler atom numarası en büyük olan elementi temsil etmektedir.



Şekil 48. “D7.55 kodlu 1 gr Bakır Oksit (CuO) katkılı örneğin iki farklı yerlerinden (A) ve (B) alınmış EDX spektrumları.

Çizelge 29. “D7.55 kodlu 1 gr Bakır Oksit (CuO) katkılı örneğin EDX spektrumunun ağırlıkça element içerikleri.

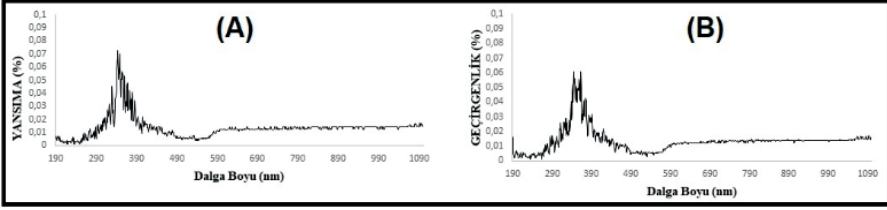
Element	Ağırlıkça % (A)	Ağırlıkça % (B)
B	0	0
O	52,06	54,65
Na	23,19	27,23
Al	24,74	16,84
Co	0	1,28
Total	100	100

SEM görüntülerinde yapıda X500 büyütmede görülen oyukların poroziteden kaynaklandığı görülmektedir. X5000 büyütmede ise camı yapı oluşumu olduğu görülmektedir. İki farklı alandan yapılan EDX analizi sonucunda bakır oksitin yapı içerisinde homojen olarak dağılmadığı görülmektedir. A-Bölgede yapılan EDX analizi sonucunda yapıda ağırlıkça % 52,06 O elementi, % 23,19 Na elementi ve % 24,74 Al olduğu görülmektedir. Yapıda bulunması gereken Bor elementi atom numarası küçük olmasından dolayı tespit edilememiştir. Ayrıca Bakır Oksit bu bölgeden tespit edilememiştir. Bunun sebebi Bakır Oksitin yapıya homojen olarak dağılmaması ya da çok az miktarda bulunmasından kaynaklandığı düşünülmektedir. B-Bölgeden yapılan EDX analizi sonucunda ağırlıkça % 54,65 O, % 27,23 Na, %16,84 Al ve %1,28 Cu tespit edilmiştir. Kristallerin köşeli ve oval yapıda olduğu ancak çatlak olmadığı görülmektedir.

3.8. Mor Ötesi Görünür Bölge (UV-VIS) Analizi Sonuçları

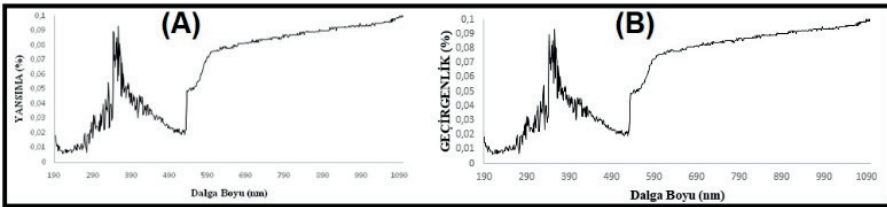
Taklit süstaşı olabilecek nitelikte malzeme örneği olarak elde edilen doplanmamış “D7” kodlu katkısız (referans) örneği ile ve çeşirli kramofor elementler ile katkılılandırılmış (doplanmış) uygulama örneklerinin dalga boyuna göre “yansımaya” ve “geçirgenlik” değerleri, UV-VIS ölçüm cihazında 190-1100 nm aralığında alınmıştır. “D7” kodlu 650 °C’de 60 dakika sürede sinterlenen katkısız (referans) örneğinin “yansımaya” grafiğinde (Şekil 49-A) en yüksek yansımaya değerinin 345 nm dalga boyunda 0,07 olduğu görülmektedir. Dalga boyu uzunluğu arttıkça yansımaya değerinin azaldığı görülmektedir. 345 ile 600 nm arasında dalga boyu arttıkça yansımaya miktarının azaldığı görülmektedir. 590 ile 1100nm dalga boyunda yansımaya oranının neredeyse sabit olduğu söylenebilir. 490 ile 590 nm dalga boyunda az miktarda bir soğurma neticesinde bir çukur oluştuğu görülmektedir. Bu katkısız örneğin “geçirgenlik” grafiğinde (Şekil 49-B) de en yüksek geçirgenlik değerinin 340 ile 390 nm dalga boyunda 0,06 olduğu görülmektedir. Dalga boyu arttıkça

yani görünür ışık bölgesinde geçirgenlik değerinin azaldığı görülmektedir. 345 ile 5900 nm arasında dalga boyu arttıkça geçirgenlik miktarının azaldığı görülmektedir. 590 ile 1100nm dalga boyunda geçirgenlik oranının 0,015 olduğu ve neredeyse sabit olduğu söylenebilir.



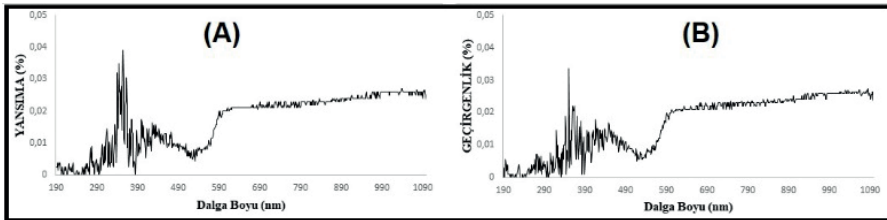
Şekil 49. 650 °C’de 60 dakika sürede sinterlenen “D7” kodlu katkısız (referans) örneğin “yansımaya” (A) ve “geçirgenlik” (B) değerleri. En yüksek hem yansımaya hem de geçirgenlik değerleri UV bölgesinde görülmektedir.

“D7.15” kodlu 600 °C’de 60 dakika sürede sinterlenen 0,025 gr Kobalt Oksit (Co_3O_4) doplu örneğin “yansımaya” grafiğinde (Şekil 50-A) en yüksek yansımaya değerinin 1090 nm dalga boyunda olduğu görülmektedir. 360 nm dalga boyunda bir tepe noktasının oluştuğu ve yansımaya miktarının 0,09 olduğu görülmektedir. 360 nm ile 540 nm arasındaki dalga boylarında yansımaya miktarı düşmektedir. 540 nm dalga boyunda bir çukur oluşumu görülmekte olup bu dalga boyunda soğurulma meydana geldiği soğurulma grafiğinde tespit edilmiştir. 540 nm dalga boyundan itibaren artan dalga boyu ile yansımaya oranının arttığı, 1090 nm dalga boyunda en yüksek yansımaya miktarına sahip olduğu görülmektedir. D7.15 kodlu örneğin “geçirgenlik” grafiğinde (Şekil 50-B) ise en yüksek geçirgenlik değerinin 1090 nm dalga boyunda 0,1 olduğu görülmektedir. Örneğin yansımaya ve geçirgenlik grafikleri incelendiğinde neredeyse aynı sonuçlar çıktığı açıkça görülmektedir.



Şekil 50. 600 °C’de 60 dakika sürede sinterlenen “D7.15” kodlu örneğin “yansımaya” (A) ve “geçirgenlik” (B) grafikleri.

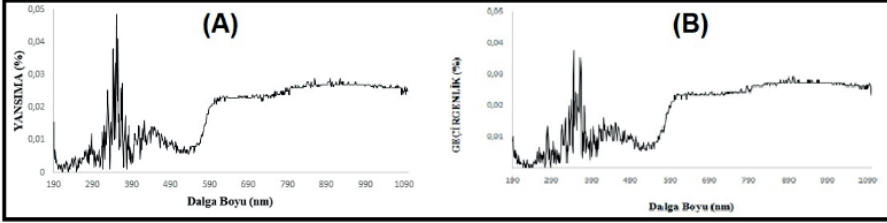
“D7.19” kodlu 650 °C’de 60 dakika boyunca sinterlenen 3 gr Kobalt Oksit (Co_3O_4) doplu örneğin “yansımaya” grafiğinde (Şekil 51-A) en yüksek yansımaya oranı 390 nm dalga boyundadır. 390 nm ile 540 nm dalga boyu arasında yansımaya oranının azaldığı söylenebilir. 540 nm dalga boyunda bir çukur oluştuğu ve soğurulma olayının meydana geldiği elde edilen “geçirgenlik” grafiğinde (Şekil 51-B) belirlenerek değerlendirilmiştir. 540 nm dalga boyundan itibaren yansımaya miktarının arttığı görülmektedir. Ancak bu artışın “D7.15” kodlu 0,025 gr Kobalt Oksit içeren örneğe göre daha az olduğu göre söylenebilir. 590 nm ile 1090 nm dalga boyu arasında yansımaya değerlerinin neredeyse sabit olduğu ve 0,025 yansımaya miktarına sahip olduğu görülmektedir. “D7.19” kodlu örneğin en yüksek geçirgenlik oranı 340 nm dalga boyundadır. 390 nm ile 540 nm dalga boyu arasında geçirgenlik oranının azaldığı söylenebilir. 540 nm dalga boyundan itibaren geçirgenlik miktarının arttığı görülmektedir. 590 nm ile 1090 nm dalga boyu arasında geçirgenlik değerlerinin neredeyse sabit olduğu ve 0,025 geçirgenlik miktarına sahip olduğu görülmektedir. Sonuçta, Kobalt Oksit ile farklı oranlarda doplanan “D7.15” ve “D7.19” kodlu iki örneğe ait örnekler arasında bir değerlendirme yapıldığında, Kobalt Oksit miktarının artması hem yansımaya hem de geçirgenlik değerlerini azalttığını göstermektedir.



Şekil 51. Bir diğer Kobalt Oksit doplu 650 °C’de 60 dakika boyunca sinterlenen “D7.19” kodlu örneğin “yansımaya” (A) ve “geçirgenlik” (B) grafikleri.

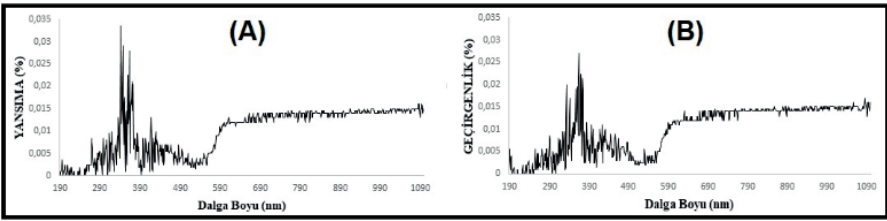
“D7.28” kodlu 650 °C’de 60 dakika süre boyunca sinterlenen 3gr Nikel Oksit (NiO) ile doplanmış örneğin “yansımaya” grafiğinde (Şekil 52-A) en yüksek “yansımaya” miktarının 355 nm dalga boyunda 0,049 olduğu görülmektedir. 440nm dalga boyunda küçük bir ikinci tepe noktası oluşumu meydana gelmiştir. 355nm dalga boyundan itibaren 550 nm dalga boyuna kadar yansımaya miktarında azalma meydana gelmiştir. 550 nm dalga boyundan itibaren yansımaya miktarı 590 nm’ye kadar artış göstermiş olup daha sonra yansımaya miktarı neredeyse sabit kaldığı görülmektedir. “D7.28” kodlu örneğin “geçirgenlik” grafiğinde (Şekil 52-B) ise en yüksek geçirgenlik miktarının 340 nm dalga boyunda 0,039 olduğu görülmektedir.

360 nm dalga boyunda küçük bir ikinci tepe noktası oluşumu meydana gelmiştir. 360 nm dalga boyundan itibaren 550 nm dalga boyuna kadar geçirgenlik miktarında azalma meydana gelmiştir. 550 nm dalga boyundan itibaren geçirgenlik miktarı 590 nm'ye kadar artış göstermiş olup daha sonra geçirgenlik miktarı neredeyse sabit kaldığı görülmektedir.



Şekil 52. 650 °C'de 60 dakika süre boyunca sinterlenen 3gr Nikel Oksit (NiO) ile doplanmış "D7.28" kodlu örneğin "yansımaya" (A) ve "geçirgenlik" (B) grafikleri.

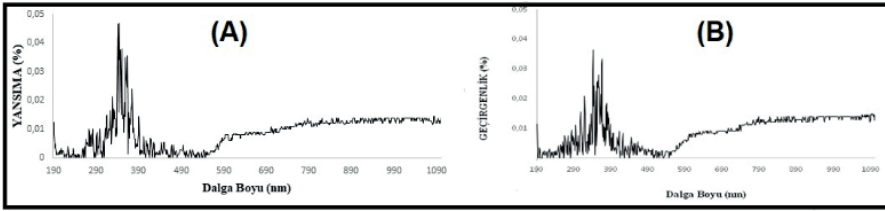
"D7.32" kodlu 650 °C'de 60 dakika süre boyunca sinterlenen 0,025 gr Krom Oksit (Cr_2O_3) örneğin "geçirgenlik" grafiğinde (Şekil 53-A), en yüksek geçirgenlik değerinin 360 nm dalga boyunda 0,027 olduğu görülmektedir. 360 nm dalga boyu ile 550 nm dalga boyu arasında geçirgenlik miktarının küçük miktarlarda artıp azaldığı grafikte görülmektedir (Şekil 53-B). 550 nm dalga boyundan itibaren artan dalga boyu ile geçirgenlik miktarının 590 nm dalga boyuna kadar arttığı daha sonra neredeyse sabit kaldığı söylenebilmektedir.



Şekil 53. 650 °C'de 60 dakika süre boyunca sinterlenen 0,025 gr Krom Oksit (Cr_2O_3) ile doplanmış D7.32 kodlu örneğin "yansımaya" (A) ve "geçirgenlik" (B) grafikleri.

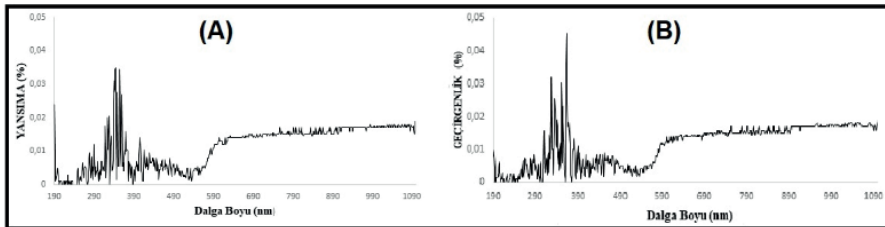
"D7.34" kodlu 1 gr Krom Oksit (Cr_2O_3) ile doplanmış örneğin "yansımaya" grafiğinde (Şekil 54-A) en yüksek yansıma değerinin 340 nm dalga boyunda 0,048 olduğu görülmektedir. 340 nm dalga boyundan itibaren 570 nm dalga boyuna kadar yansıma miktarında azalma meydana gelmiştir. 0,025 Krom Oksit doplu D7.32 kodlu örneğe göre çukur oluşturmaya sebep

olan soğurulma miktarında azalış dikkat çekmektedir. 590 ile 1090 nm dalga boyu arasındaki yansıma değerlerinin çok yakın olduğu söylenebilir. “D7.34” kodlu örneğin “geçirgenlik” grafiğinde (Şekil 54-B) en yüksek geçirgenlik değerinin 340 nm dalga boyunda 0,038 olduğu görülmektedir. 340 nm dalga boyundan itibaren 570 nm dalga boyuna kadar geçirgenlik miktarında azalma meydana gelmiştir. 550 nm dalga boyundan itibaren geçirgenlik değerlerinde bir miktar artış olduğu ve daha sonra sabit kaldığı görülmektedir. Kobalt Oksit ile doplanmış örneklerin aksine doplama miktarının artması yansıma ve geçirgenlik miktarında artışa sebep olmuştur.



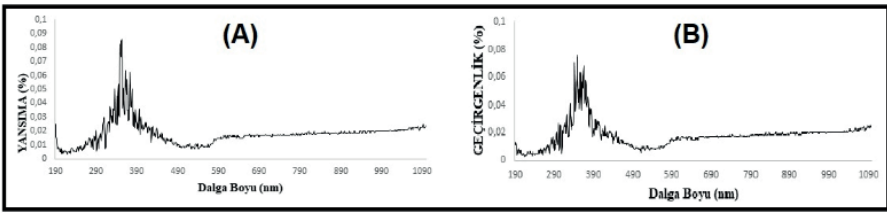
Şekil 54. 650°C’de 60 dakika süre boyunca sinterlenen 1 gr Krom Oksit (Cr_2O_3) ile doplanmış “D7.34” kodlu örneğin “yansıma” (A) ve “geçirgenlik” (B) grafikleri.

“D7.43” kodlu 650 °C’de 60 dakika süre boyunca sinterlenen 1 gr Demir Oksit (Fe_2O_3) ile doplanmış örneğin yansıma grafiğinde (Şekil 55-A), en yüksek yansıma değeri 340 ile 360 nm arasında 0,035 olduğu görülmektedir. Diğer doplanmış örneklerde görüldüğü gibi 540 nm dalga boyuna kadar yansıma oranlarında azalışın meydana geldiği 540 nm’den sonra ise yansıma miktarının arttığı ve 0,018 seviyesine geldiği görülmektedir. “D7.43” kodlu örneğin geçirgenlik grafiğinde (Şekil 55-B) en yüksek geçirgenlik değeri 380 nm dalga boyunda 0,047 olduğu görülmektedir. Diğer doplanmış örneklerde görüldüğü gibi 540 nm dalga boyuna kadar geçirgenlik oranlarında azalışın meydana geldiği 540 nm’den sonra ise geçirgenlik miktarının arttığı ve 0,018 seviyesine geldiği görülmektedir.



Şekil 55. 650 °C’de 60 dakika süre boyunca sinterlenen 1 gr Demir Oksit (Fe_2O_3) ile doplanmış “D7.43” kodlu örneğin “yansıma” (A) ve “geçirgenlik” (B) grafikleri.

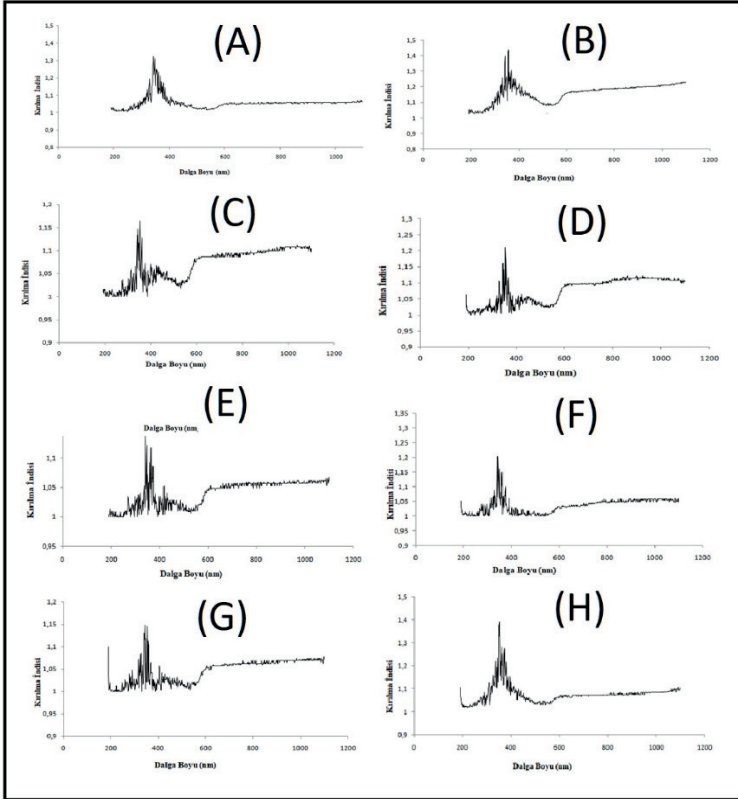
“D7.55” kodlu 650 °C’de 60 dakika süre boyunca sinterlenen 0,025 gr Bakır Oksit (CuO) ile doplanmış örneğin “yansımaya” grafiğinde (Şekil 56-A), değerlerin diğer doplanmış örneklerde olduğu gibi 340 nm dalga boyunda en yüksek olduğu görülmektedir. 340 nm dalga boyundaki yansımaya değeri 0,085’dir. 340 nm dalga boyundan itibaren 540 nm dalga boyuna kadar yansımaya değerinde azalma meydana gelmektedir. 540 nm dalga boyundan itibaren yansımaya miktarlarında artış meydana gelmiş olup, 590 ile 1090 nm dalga boylarında neredeyse eşit yansımaya değerine sahip olduğu söylenebilir. “D7.55” kodlu örneğin “geçirgenlik” grafiğinde (Şekil 56-B), değerlerin 350 nm dalga boyunda en yüksek olduğu görülmektedir. 350 nm dalga boyundaki geçirgenlik değeri 0,078’dir. 350 nm dalga boyundan itibaren 540 nm dalga boyuna kadar geçirgenlik değerinde azalma meydana gelmektedir. 540 nm dalga boyundan itibaren geçirgenlik miktarlarında artış meydana gelmiş olup, 590 ile 1090 nm dalga boylarında neredeyse eşit geçirgenlik değerine sahip olduğu söylenebilir.



Şekil 56. 650 °C’de 60 dakika süre boyunca sinterlenen 0,025 gr Bakır Oksit (CuO) ile doplanmış “D7.55” kodlu örneğin “yansımaya” (A) ve “geçirgenlik” (B) grafikleri.

UV-VIS ölçümleri neticesinde malzemenin geçirgenlik, absorblama ve yansımaya özellikleri hakkında sonuçlar elde edilmektedir. Bir süstaşı malzemesi için en önemli parametre olan kırılma indisini tayin etmek için UV-VIS spektrometresi kullanılarak ölçüm yapılmıştır. Aslında hazırlanan bu malzemeler saydam (yarısaydam) yapıda olabilselerdi, doğrudan refraktometre cihazı ile çok sağlıklı bir şekilde değerleri ölçülebilecekti. Ancak malzemelerin opak olması nedeniyle bu çalışmada mecburen dolaylı yoldan kırılma indisi değerleri bulunmaya çalışılmıştır. Dolaylı yöntemle kırılma indislerini hesaplamak için önemli olan parametre, malzemenin yansımaya değerlerini bulabilmektedir. Yansımaya değerleri ile ölçüm yapılan dalga boyları ile arasındaki ilişkiyi irdelemek için yansımaya grafikleri çizilmiştir. Bu analiz neticesinde en yüksek yansımaya miktarının D7.15 kodlu örnekte olduğu görülmektedir. Daha sonra ise Bakır Oksit katkılı D7.55 kodlu örneğin yansımaya miktarının yüksek olduğu görülmektedir. Referans örneğimiz olan “D7” kodlu örneğin yansımaya değerinin de diğer doplanmış örneklerle göre

daha yüksek olduğu grafiklerde açıkça görülmektedir. UV-VIS spektrometre kullanılarak elde edilen malzemelerin kırılma indisi doplanmamış (katkısız) ve doplanmış (katkılı) örneklerin “dalga boyu kırılma indisi” grafikleri verilmiştir (Şekil 57).



Şekil 57. UV-VIS spektrometre kullanılarak elde edilen doplanmamış (katkısız) ve kromoforlarla doplanmış (katkılı) örneklerin “dalga boyu-kırılma indisi” grafikleri. Yansırma, soğurma ve geçirgenlik değerleri ölçüm cihazında 190-1100 nm aralığında alınmıştır: (A) Katkısız (doplanmamış) “D7” kodlu örneğin “dalga boyu-kırılma indisi grafiği”. Bu referans örneğinin 300 ile 400 nm dalga boyu arasındaki kırılma indisi değerinin $N=1,32$ olduğu, diğer dalga boylarında ise kırılma indisi değerlerinin daha düşük olduğu görülmektedir. (B) 1gr Kobalt Oksit ile doplanmış D7.15 kodlu örneğin dalga boyu kırılma indisi grafiği. Bu örnek, 300 ile 400 nm dalga boyu arasındaki $N=1,45$ kırılma indisi değerine sahiptir. (C) 3 gr Kobalt Oksit ile doplanmış D7.19 kodlu örneğin “dalga boyu-kırılma indisi” grafiği. Bu örnek, 300 ile 400 nm dalga boyunda $N=1,18$ kırılma indisi değerine sahiptir. (D) 3 gr Nikel Oksit ile doplanmış D7.28 kodlu örneğin “dalga boyu-kırılma indisi” grafiği. Bu örnek, 300 ile 400 nm dalga boyu aralığında $N= 1.23$ kırılma indisi değerine sahiptir. (E) 0,025 gr Krom Oksit ile doplanmış D7.32 kodlu örneğin “dalga boyu kırılma indisi” grafiği. Bu örneğin 300 ile 400 nm dalga boyu aralığında kırılma indisi değeri $N=1,15$ olarak

hesaplanmıştır. (F) 1 gr Krom Oksit ile doplanmış D7.34 kodlu örneğin “dalga boyu-kırılma indisi” grafiği. Bu örneğin 300 ile 400 nm dalga boyu aralığında kırılma indisi değeri $N=1,21$ olarak hesaplanmıştır. (G) 1 gr Demir Oksit ile doplanmış D7.34 kodlu örneğin “dalga boyu-kırılma indisi” grafiği. Bu örneğin 300 ile 400 nm dalga boyu aralığında kırılma indisi değeri $N=1,15$ olarak hesaplanmıştır. (E) 1 gr Bakır Oksit ile doplanmış D7.55 kodlu örneğin “dalga boyu-kırılma indisi” grafiği. Bu örneğin 300 ile 400 nm dalga boyu aralığında kırılma indisi değeri $N=1,40$ olarak hesaplanmıştır.

Krom Oksit ile doplanmış örnekler kıyaslandığında Krom Oksit oranının artması yansıma miktarının artışına sebep olmaktadır. Ancak Kobalt Oksit ile doplanmış örnekler karşılaştırıldığında ise bu durum değişmekte ve yansıma değerinin azaldığı görülmektedir. Örneklere ilave edilen kromofor oksitlerin yansıma derecesini azalttığını genel olarak söylemek mümkündür. Sadece iki örnekle bunun aksi durum görülmektedir. Bu da örneklerin materyalin yapısından kaynaklanmış olabileceği düşünülmektedir. Genel olarak en yüksek yansıma derecelerinin 340 ile 360 nm dalga boyunda tespit edildiği 540- 560 nm dalga boyu aralığında bir absorblanma olayından kaynaklı bir çukur oluşumu görülmektedir. 590 nm dalga boyundan itibaren ise tüm örneklerde yansıma derecesinin bir miktar arttığı görülmektedir. Süs taşlarının önemli bir özelliğide ışığı geçirme özelliğidir. Işığı geçirme derecesine göre saydam, yarı saydam ya da opak özellikte olmaktadır. Bunun neticesinde UV-VIS analizi sonucunda elde edilen bu malzemelerin geçirgenlik grafikleri çizilmiştir. Örneklerin geçirgenlik miktarlarının çok düşük olduğu, ayrıca geçirgenlik ve yansıma grafiklerinin de birbirine benzer olduğu görülmektedir. Yansıma değerlerinde olduğu gibi geçirgenlik değerlerinin de en yüksek olduğu aralık 290 ile 390 nm arasında olduğu görülmektedir. Başka bir deyişle UV dalga boyuna ait bölgede yansıma ve geçirgenlik değerleri yüksektir. Elde edilen yansıma değerleri kullanılarak örneklerin kırılma indisleri aşağıdaki formül ile hesaplanmıştır.

$$N = [(4R/(1-R)^2) - k^2]^{1/2} - (R + 1/R - 1)$$

Doplanmamış D7 kodlu örneğin kırılma indisi dalga boyu grafiğinde görüldüğü üzere 300 ile 400 nm dalga boyu arasındaki kırılma indisi değerinin 1,32 olduğu, diğer dalga boylarında ise kırılma indisi değerlerinin daha düşük olduğu görülmektedir. Hesaplanan kırılma indisi değerlerine bakıldığında renklendirici oksitler ile doplama sonucunda kırılma indisi değerlerinde azalma meydana geldiği görülmektedir. Fakat D7.15 ve D7.55 kodlu örneklerde doplama ile birlikte kırılma indisi değerinin arttığı görülmektedir. Bu kırılma indisi değerinin artışının nedeni yansıma ve geçirgenlik grafiklerinde görüldüğü üzere burada olan artıştan meydana

geldiği görülmektedir. Yasıma ve geçirgenlik miktarı arttıkça kırılma indisinin de arttığını söyleyebiliriz. Kırılma indislerinin dalga boyu ile değiştiği görülmektedir. Bu örneklerin kırılma indisleri ile doğal süstaşlarının kırılma indisleri karşılaştırıldığında taklit olarak elde edilenlerin kırılma indisinin düşük olduğu görülmektedir.

3.9. Ekonomik Analiz

Taklit süstaşı malzemesi olabilecek nitelikte üretilen katkısız (kromoforlarla doplanmamış) “D7” ile katkılı (çeşitli kromoforlarla doplanmış) D7.15, D7.19, D7.28, D7.32, D7.34, D7.43 ve D7.55 kodlu örneklerin 1 Kg. toz hammadde üzerinden ekonomik analizleri yapılmıştır. Genel olarak kullanılan hammaddeler $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$, Al_2O_3 ve renklendirmek amacı ile farklı miktarlarda Kobalt Oksit, Nikel Oksit, Krom Oksit, Demir Oksit ve Bakır Oksit kullanılmıştır. Çizelge 30’da, 1 kg üzerinden hammaddelerin ekonomik analizleri verilmiştir. En yüksek maliyetin Nikel Oksit içeren örnekte olduğu görülmektedir. 1 kg toz kullanılarak hazırlanan örneklerin hammadde maliyetleri D7.15 kodlu örneğin 33,87 TL/Kg., D7.19 kodlu örneğin 73,87 TL/Kg., D7.28 kodlu örneğin 179,77 TL/Kg., D7.32 kodlu örneğin 17,24 TL/Kg., D7.34 kodlu örneğin 27,37 TL/Kg., D7.43 kodlu örneğin 18,37 TL/Kg. ve D7.55 kodlu örneğin 15,57 TL/Kg. olduğu görülmektedir.

Çizelge 30. Taklit süstaşı malzemesi olabilecek nitelikte üretilen katkısız (kromoforlarla doplanmamış) “D7” ile katkılı (çeşitli kromoforlarla doplanmış) D7.15, D7.19, D7.28, D7.32, D7.34, D7.43 ve D7.55 kodlu örneklerin 1 Kg. toz hammadde üzerinden ekonomik analizleri reçete maliyetleri.

Hammaddeler	Reçete Oranı (%)	Birim Fiyatları (TL/Kg)	Reçete % Oranına Göre Maliyet (TL/Kg)
$\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$	73,30	8	5,864
Al_2O_3	26,70	30	8,01
Kobalt Oksit	10	200	20
	30		60
Nikel Oksit	30	553	165,9
	2,5		3,375
Krom Oksit	10	135	13,5
	10		4,5
Bakır Oksit	10	170	1,7

Toz hazırlama sürecinde 100 gr. olarak hazırlanan $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$ - Al_2O_3 tozunun üzerine %10 ile %30 arasında renklendirici oksit ilavesi yapılmıştır.

Bir adet taklit süs taşı elde etmek için 1.5-2 gr arasında toz hammadde kullanılmıştır. Daha sonra bu toz pres ile şekillendirilmiş, sinterlenmiş ve zımparalanmıştır. Bu giderler de düşünülerek elde edilen süstaşı takliti olabilecek malzemelerin maliyetleri Çizelge 31’de verilmektedir. Görüldüğü üzere bu örneklerin maliyetlerinin düşük olduğu görülmektedir.

Çizelge 31. Süstaşı takliti olabilecek malzemelerin hammadde maliyeti ve işçilik, enerji ve hammadde dahil toplam maliyetleri.

Örnek Kodu	1 Adet Süstaşı Takliti olabilecek Taşın Hammadde Maliyeti TL. (15 mm Boyutunda)	1 Adet Süstaşı Takliti olabilecek Taşın Toplam Maliyeti (İşçilik+Enerji+ Hammadde) TL. (15 mm boyutunda)
D7	0,027	0,330
D7.15	0,067	0,370
D7.19	0,15	0,45
D7.28	0,36	0,66
D7.32	0,04	0,34
D7.34	0,05	0,35
D7.43	0,04	0,34
D7.55	0,03	0,33

Doğal olan mücevher sektöründe ticareti yapılan süstaşlarının ortalama maliyetleri, ham halde veya işlenmiş olmalarına göre değişkenlik göstermektedir. Ekonomik analiz sonucunda elde edilen taklit süstaşı olabilecek nitelikteki malzemelerin, söz konusu piyasada bulunan doğal eşleniklerine göre 25 kat ve sentetik eşleniklerine göre neredeyse 10 kat daha ekonomik olduğu görülmektedir. Bu ekonomik analiz elde edilen malzemelerin maliyetlerin hesaplanarak yapılmış olup, satış fiyatları şüphesiz değişken olacaktır. Bu ekonomik analiz laboratuvar ölçekli üretim baz alınarak hesaplanmıştır. Endüstriyel boyutlu üretimde elde ediliş maliyetin daha da düşeceği düşünülmektedir. Böylece malzeme seçiminde fiyat kriteri baz alınarak yapıldığındada taklit olarak elde edilen süstaşlarını rekabet edilebilir ve cazip olacağı söylenebilir.

4. Sonuçlar ve Öneriler

Bu çalışmada süstaşı endüstrisinde kullanılmak üzere, alüminyumoksit ve cam yapıcı malzeme olan di-sodyum tetraborat kullanılarak, cam-seramik yapıda taklit malzemeler elde edebilmek için bir toz karışım hazırlanmıştır. Bu toz karışım (pelet), presleme yöntemi ile önce şekillendirilmiş, daha sonra 650°C’de 1 saat süre boyunca sinterlendirilmiş ve en nihayetinde kaboşon

şekilde bisküviler elde edilmiştir. Doğal süstaşlarının kimyasal bileşimleri incelendiğinde görülmüştür ki bunların doğal yollarla yer kabuğunda oluşan renk verici elementlerinin başlıcalarının kobalt, nikel, bakır, demir, mangan ve krom olduğu görülmüştür. Bu nedenle, bu çalışmada da üretilen bu taklit örneklerinin süstaşı olarak kullanılabilmesi için, renklendirilmesi gerekmektedir. Bu yüzden, kobaltoksit, Nikel Oksit, Krom Oksit, Demir Oksit, Bakır Oksit ve Mangan Oksit gibi bazı metal oksitler farklı oranlarda bu bisküvilere doplanmıştır. Daha sonra da bu örnekler, 600°C ve 650°C'de 30 dakika, 60 dakika ve 90 dakika sürelerde sinterleme işlemlerine tabi tutulmuşlardır. Elde edilen örneklerden en iyi görünüme sahip ve bu yüzden taklit süstaşı niteliğinde olabilecek sekiz örnek seçilerek, karakterizasyon işlemlerine tabi tutulmuşlardır. Bu amaçla; X-ışını saçınımı (XRD), sertlik testi, özgül ağırlık ölçümü, mikro yapı için FE-SEM analizi, renk analizi, parlaklık ölçümü ve malzemenin optik özelliklerini ve kırılma indisini tayin etmek amacı ile UV-VIS gibi birçok analizler yapılmıştır. Kobalt Oksit ile doplanan örneklerden 1gr. kobaltoksit ile doplanmış 600 °C'de 60 dakika süre ile sinterlenen D7.15 kodlu örnek ile 3 gr. kobaltoksit ile doplanmış 600 °C'de 60 dakika süre ile sinterlenen D7.19 kodlu örnek mavi-lacivert renkli süstaşlarının taklitleri olarak kullanılabilir görünümde oldukları tespit edilmiştir. Nikel Oksit ile yapılan denemelerde düşük miktarda Nikel Oksit ile (0,025 ve 1gr.) doplanan örneklerin renk ve parlaklık açısından yetersiz olduğu görülmüştür. Aynı zamanda bu örneklerin yüzeylerinin pürüzlü ve buğulu olduğu ortaya çıkmaktadır. Bunun üzerine Nikel Oksit miktarı artırılarak ilave denemeler yapılmıştır. Bu denemeler neticesinde 650 °C'de 60 dakika süre ile sinterlenen D7.28 kodlu örnek uçuk yeşil renkli süstaşlarının taklitleri olarak kullanılabilir görünümde oldukları tespit edilmiştir. Krom Oksit ile yapılan çalışmalarda 0.025 gr. ve 1 gr. Krom Oksit katkısı ile denemeler yapılmıştır. 0,025 gr. Krom Oksit doplu 650 °C'de 60 dakika süre ile sinterlenen D7.32 kodlu örnek ile 1 gr. Krom Oksit doplu 650°C'de 60 dakika süre ile sinterlenen D7.34 kodlu örneklerin uçuk yeşil renkli süstaşlarının taklitleri olarak kullanılabilir görünümde oldukları tespit edilmiştir. Demir Oksit ile yapılan çalışmada 0,025 gr. ve 1 gr. Demir Oksit katkısı yapılmış olup 650 °C'de 90 dakika sinterleme süresinin en uygun olduğu tespit edilmiştir. 650 °C'de 90'da sinterleme ile elde edilen D7.43 kodlu örneğin bu renklere uygun birçok süstaşının taklitleri olarak kullanılabilir görünümde oldukları tespit edilmiştir. 0,025 gr. ve 1gr. Bakır Oksit katkılı örnekler 600 °C'de 60 dakika, 650 °C'de 30, 60 ve 90 dakika boyunca sinterleme işlemi yapılmıştır. D7.54 kodlu örnek 600 °C'de sinterlendiğinde grimsi mavi bir renk aldığı ancak üzerinde kahverengi lekelerin olduğu görülmüştür. Bu lekelerin yok

edilmesi için çalışma sıcaklığı 650 °C'ye çıkartılmıştır. 650°C'de 30 dakika sinterleme işlemi sonucunda grimsi mavi göreceli olarak parlak bir renk elde edilmiştir. Sinterleme süresinin artması bünye yüzeyinde kırmızı lekelerin oluşmasına sebep olmuştur. Bakır Oksit ile yapılan çalışmada süstaşı takliti olabilecek nitelikte sadece D7.55 kodlu örneğin olabileceği düşünülmektedir. Mangan oksit doplu örnekler 600 °C'de 60 dakika, 650 °C'de 30, 60 ve 90 dakika boyunca sinterleme işlemi yapılmıştır. Sinterleme işlemi sonrasında koyu gri yapı elde edilmiş olup, maalesef süstaşı olabilecek renk kalitesine ve parlaklık elde edilememiştir. Süstaşı takitleri olarak kullanılabilir örneklerin, bir takım mineralojik analizleri de yapılmıştır. Mineralojik analizler sonucunda, referans olarak elde edilen katkısız D7 kodlu örnekte Sodyumtetra borat ($\text{Na}_2\text{B}_2\text{O}_4$), Alüminyumoksit (Al_2O_3), Sodyumalüminyumoksit (Na_5AlO_4), Alüminyumborata ($\text{Al}_4\text{B}_2\text{O}_9$) ve Sodyumoksit (Na_2O_2) fazları tespit edilmiştir. D7.15 kodlu örneğin XRD ile yapılan mineralojik analiz sonucunda Sodyumtetra borat ($\text{Na}_2\text{B}_2\text{O}_4$), Sodyumalüminyumoksit (NaAlO_2), Alüminyumkobalt (Al_3Co_4) ve alüminyumoksit fazları tespit edilmiştir. D7.19 kodlu örneğin XRD ile yapılan mineralojik analiz sonucunda Alüminyumborata ($\text{Al}_4\text{B}_2\text{O}_9$), Kobaltalüminat (CoAl_2O_4), Sodyumtetra ve hekzaborata ($\text{Na}_2\text{B}_2\text{O}_4$ ve $\text{Na}_5\text{B}_2\text{O}_6$) ve alüminyumoksit fazları tespit edilmiştir. Kobaltoksit ile doplanan iki örnek arasında farklı olarak kobaltalüminat ve alüminyumborata fazlarının oluştuğu görülmektedir. Bu faz farklılığının örneklerde, sertlik ve kırılma indisi özelliklerinde değişikliklere sebep olduğu söylenebilir. D7.28 kodlu örneğin XRD ile yapılan mineralojik analizlerinde, Sodyumhekzaborata ($\text{Na}_4\text{B}_2\text{O}_5$), Nikel Oksit (NiO) ve Alüminyumoksit (Al_2O_3) fazları tespit edilmiştir. D7.32 kodlu örneğin XRD ile yapılan mineralojik analiz sonucunda da AlüminyumKrom Oksit ve Alüminyumoksit fazları tespit edilmiştir. D7.34 kodlu örnekte ise Krom Oksit (Cr_2O_3), AlüminyumKrom Oksit, Sodyumalüminat, Alüminyumborata, Alüminyumoksit ve Boralüminyum fazları tespit edilmiştir. Krom Oksit miktarının değişmesi ile örneklerin birlikte faz yapılarında büyük bir değişiklikler meydana geldiği görülmektedir. D7.32 kodlu örnekte yapı içinde bulunması gereken bor elementinin amorf yapı içerisinde dağıldığı düşünülmektedir. D7.43 kodlu örnekte, Alüminyumoksit (Al_2O_3), Demir Oksit (Fe_2O_3), Sodyumborata ($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$) ve SodyumDemir Oksit ($\text{Na}_{10}\text{Fe}_{16}\text{O}_{29}$) fazları tespit edilmiştir. Diğer örneklerin aksine sinterleme süresinin artmasıyla oluşan sodyumborata fazında bir değişikliğe sebep olduğu düşünülmektedir. D7.55 kodlu örnekte Alüminyumborata ($\text{Al}_4\text{B}_2\text{O}_9$), Sodyumborata (NaB_3O_5 , Na_5AlO_4), Bakırborata ($\text{Cu}_3\text{B}_2\text{O}_6$), Bakır Oksit (CuO) ve alüminyumoksit fazlarının oluştuğu tespit edilmiştir. Bu örneklerde sinterleme süresinin az olması yüzünden,

oluşan sodyumborata fazlarında bir değişikliğe neden olduğu söylenebilir. Mineralojik analiz sonucu görülmüştür ki, oluşan sodyumborata fazlarının değişikliği, sertlik ve kırılma indislerinde de az da olsa bir değişikliğe sebep olmaktadır.

Süstaşlarının en önemli özelliklerinden biride sertliktir. Süstaşları Aslında makroskopik olarak gemolojik açıdan değerlendirildiklerinde, 1'den 10'a kadar Mohs sertlik sıralamasına göre sıralanmaktadırlar. Bu çalışmada ise Vickers mikro sertlik testi kullanılmıştır ve başlıca sekiz örneğe uygulanmıştır. Elde edilen Vickers mikro sertlik değerleri, bu çalışmada ilave bir denklem de kullanılarak Mohs sertlik değerlerinin de hesaplanması sağlanmıştır. Doplanmamış referans numunenin mikro sertlik değeri $125.6 H_v$ olarak ölçülmüştür. Kobaltoksit ile yapılan doplama neticesinde örneklerin sertliğinde bir düşüş meydana gelmiştir. Ancak bu düşüş D7.15 kodlu örnekte daha fazla olduğu görülmektedir. Sertlik değerinin bu örnekte azalması SEM mikro yapı görüntülerinde tespit edilen mikro çatlaklardan kaynaklandığı tahmin edilmektedir. Özellikle Nikel Oksit ile doplanmış örneğin sertlik değerinin çok düşük çıktığı tespit edilmiştir. Bunun ana nedeninin, SEM görüntülerinde görüldüğü üzere büyük çatlak ve porozitelerden kaynaklanabileceği düşünülmektedir. Diğer doplanmış örneklerde ise beklenildiği gibi metal oksit ilavesi ile sertliklerinde artış meydana gelmiştir. Sonuçta; bu çalışmada elde edilen D7.15 kodlu örneğin Mohs sertlik değerinin 3,2 olarak, D7.19 kodlu örneğin Mohs sertlik değerinin 3,4, D7.29 kodlu örneğin Mohs sertlik değerinin 2, D7.32 kodlu örneğin Mohs sertlik değerinin 5,20, D7.34 kodlu örneğin Mohs sertlik değerinin 5,27 ve de D7.43 kodlu örneğin Mohs sertlik değerinin 4,90 oldukları yapılan çevirme formülleriyle hesaplanmıştır. Dolayısıyla, denilebilirki bu çalışma kapsamında elde edilen süstaşı takliti örneklerin sertlik değerlerinin, doğal süstaşlarından oldukça düşük oldukları ortaya çıkmıştır. Bu yüzden ilerdeki çalışmalarda, bu taklit malzemelerin sertlik değerlerini arttırabilecek ilave malzemelerin içlerine doplanması gerektiği önerilmektedir. Bununla beraber, Kobalt Oksit ile yapılan doplama neticesinde örneklerin sertliğinde bir düşüş meydana gelmiştir. D7.15 örneği 1gr Kobalt Oksit doplu iken D7.19 kodlu örnek 3 gr Kobalt Oksit ile doplanmıştır. Bu iki örnek arasında bir değerlendirme yapıldığında Kobalt Oksit miktarının artması, sıcaklığın yükselmesi ve tepe noktasında bekleme süresinin artması sertlik için olumlu bir sonuç verdiği gözlemlenmiştir. D7.15 kodlu örneğin SEM görüntüsünde mikro yapısında çatlakların bulunması sertlik değerine etki ettiği düşünülmektedir. Yapılan bu sertlik testi sonucunda sertliği en düşük olan örneğin Nikel Oksit ile doplanan örnek olduğu açıkça görülmektedir ve sertliği diğer örneklere göre çok düşük miktarda hesaplanmıştır. Bu

da yapıda oluşan ve SEM görüntüsünde belirginleşen porozite ve çatlak boyutunun fazla olmasından ve XRD mineralojik analizi sonucu oluşan faz yapısından kaynaklandığı düşünülmektedir.

Krom Oksit ile doplama, Bakır Oksit ile doplama ve Demir Oksit ile yapılan doplama çalışmaları elde edilen örneklerin sertlik derecelerinde çok büyük bir artışa neden olmuştur. Krom Oksit ile doplanan örneklerin sertlikleri birbirine yakın bir değer olarak hesaplanmıştır. Ancak Krom Oksit miktarı yüksek olan D7.34 kodlu örneğin sertliği, daha düşük miktarda Krom Oksit içeren D7.32 kodlu örneğe daha yüksektir. Burada hem Krom Oksit miktarından hem de yoğunluk farkından dolayı sertliğinin yüksek olduğu söylenebilir. Ayrıca Krom Oksit ile doplanmış iki örneğin oluşan faz yapılarındaki ki farklılık ve SEM görüntüsünde D7.32 kodlu örneğin yapısındaki porlardan kaynaklandığı düşünülmektedir. Demir Oksit ile doplanmış örnek diğer doplama oksitleri kullanılarak doplanmış örneklere göre sertliği en yüksek olan örnektir. Burada oluşan faz yapısından ve örnek yoğunluğunun yüksek olması sertliğini olumlu bir şekilde etkilemiştir. Bakır Oksit ile yapılan doplama işleminde doplanmamış örneğe göre sertliğinin yüksek bir şekilde arttırdığı görülmektedir. Özellikle Nikel Oksit ilavesinin sertliği çok fazla bir şekilde düşürdüğü görülmektedir. Aslında bu durumun Nikel Oksitten kaynaklandığını söylemek yanlış olur. Yapıda oluşan amorf fazın etkisiyle sertliğin azaldığı ve FE-SEM görüntülerinde görülen poroziteden ve çatlaklardan kaynaklandığı söylenebilir. Oluşan kristal yapı nedeniyle bu şekilde sonuçlandığı düşünülmektedir. Bu örneklerin sertliklerin diğer cam seramik uygulamalarında yapılan sertlik ölçüm çalışmalarına göre yüksek çıkmasının ana nedeni alkali $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$ katkı oranının yüksek olmasıdır. Burada dört koordineli bora dönüşme nedeni ile bağlanabilirliği dolayısıyla sertliklerinin yüksek olmasına neden olmaktadır (Varshneya ve Mauro, 2019).

Elde edilen örneklerin her birinin özgül ağırlıkları hesaplanmıştır. Buna göre; doplanmış olan örneklerin, doplanmamış örneklere göre özgül ağırlıklarının arttığı görülmektedir. Örneğin, kobalt doplu örnekler incelendiğinde kobalt miktarı 0.025 gr, 2 gr ve 3 gr olan örneklerin özgül ağırlığının 1 gr kobaltoksit doplu olanlara göre daha yüksek olduğu görülmektedir. Ayrıca Nikel Oksit miktarının, sinterleme sıcaklığının ve sinterleme süresinin artması ile birlikte örneklerin özgül ağırlıklarında da bir artış meydana geldiği görülmüştür. Krom Oksit içeren örneklere bakıldığında da aynı yükleyiş gözlenmiştir. Krom Oksit miktarının artması örneklerde, özgül ağırlıklarının artmasına neden olmuştur. Diğer oksitler ile doplanan örneklerin aksine Fe_2O_3 katkılı örneklerde doplanma oranı arttıkça, özgül ağırlıklarında bir azalma meydana gelmiştir. Bunun nedeni, yapı içerisindeki

gözeneklerin oluşması şeklinde açıklanabilir. Fe_2O_3 oranının artması ile yapıdaki gözenek oranı doğal olarak artmıştır, bu da malzemenin özgül ağırlığını arttırma yönünde etkilemiştir. Bakır Oksit miktarının artması da örneklerde, özgül ağırlığın artışına neden olmuştur. Kısacası renklendirici oksitler ile doplanmış örneklerin özgül ağırlıkları, doplanmamış örneklere göre çok dah yüksek değerlerdedir. Örneklerin renk ölçümleri L^*a^*b cihazı kullanılarak ölçülmüştür. Renklendirici oksit miktarlarının artması örnek renginin değişmesine sebep olmaktadır. Örneklerin parlaklık ölçümleri glossmetre kullanılarak ölçülmüştür. Örnek parlaklıklarının çok yüksek olmadığı görülmektedir. Ancak renklendirici oksit ile doplama yapılan örneklerin, doplanmamış örneğe göre parlaklıklarının çok daha yüksek olduğu görülmektedir. Aynı şekilde aynı renklendirici oksit ile doplanan örnekler incelendiğinde, renklendirici oksit miktarının artmasının örneklerin parlaklık derecelerini olumlu yönde etkilediği görülmektedir. Özellikle D7.19, D7.34 ve D7.43 kodlu örneklerin parlaklıkları en yüksek değerde ölçülmüştür. Biri referans olan toplam 8 taklit malzeme örneğinin, mikro yapılarını incelemek amacıyla SEM görüntüleri çekilmiş olup bölgesel EDX analizleri yapılmıştır. Tüm örneklerin kristallerinin köşeli ve oval yapıda olduğu görülmektedir. Atom numarası küçük olması EDX analizinde bor elementinin tespit edilmesinde maalesef sıkıntı oluşturmuştur. Ancak bölgesel olarak yapılan EDX analizinde bazı bölgelerde bor elementi belirgince tespit edilebilmiştir. Bu da şüphesiz o bölgelerde bor miktarının yüksek olmasından kaynaklanmaktadır. Kobalt doplu D7.15 kodlu örnekte birtakım çatlakların olduğu görülmektedir. Bu durum da örnek homojenliğini etkilemektedir. Nikel Oksit ile doplanmış örnekte ise çok büyük çatlak ve oyuklar görülmektedir. Bundan dolayı sertlik değerleri en düşük hesaplanan örnekler bunlardır. D7, D7.28, D7.32, D7.34 ve D7.55 kodlu örneklerde ise iç yapılarında porozitelerin olduğu görülmektedir. Sonuç olarak, EDX analizinden alınan sonuçlar ile XRD verilerinin örtüştüğü görülmektedir.

Bilindiği üzere bir süstaşının en önemli ve en belirleyici özelliklerinden birisi de optk karakteri oluşturan, kırılma indisi değeridir. Örneklerin optik özelliklerinin incelenmesi ve kırılma indislerinin hesaplanması amacı ile UV-VIS ölçümleri yapılmıştır. Kırılma indisi hesaplamaları yansıma değerleri ve absorblanma katsayısı kullanılarak kırılma indisi değerleri;

$$N = [(4R/(1-R)^2) - k^2]^{1/2} - (R + 1/R - 1)$$
 formülüyle hesaplanmıştır.

Örneklere parlaklık oranlarıyla ilişkili yansıma analizleri de yapılmıştır. Bu analizler neticesinde en yüksek yansıma miktarının D7.15 kodlu örnekte olduğu görülmektedir. Daha sonra ise Bakır Oksit katkılı D7.55 kodlu örneğin yansıma miktarının yüksek olduğu görülmektedir. Referans örneğimiz olan

D7 kodlu örneğin yansıma değerinin de diğer doplanmış örneklerle (D7.19, D7.28, D7.32, D7.34, D7.43) göre daha yüksek olduğu grafiklerde açıkça görülmektedir. Krom Oksit ile doplanmış örnekler kıyaslandığında Krom Oksit oranının artması yansıma miktarının artışına sebep olmaktadır. Ancak kobaltoksit ile doplanmış örnekler karşılaştırıldığında ise bu durum değişmekte ve yansıma değerinin azaldığı görülmektedir. Örneklerle ilave edilen metal oksitlerin yansıma derecesini azalttığını söylemek genel olarak mümkündür. Sadece iki örnekle bunun aksi durum görülmektedir. Bu da örneklerin kristal yapısından kaynaklanmış olabileceği düşünülmektedir. Genel olarak en yüksek yansıma derecelerinin 340 ile 360 nm dalga boyunda tespit edildiği 540- 560 nm dalga boyu aralığında bir absorblanma olayından kaynaklı bir çukur oluşumu görülmektedir. 590 nm dalga boyundan itibaren ise tüm örneklerde yansıma derecesinin bir miktar arttığı görülmektedir. Süstaşlarının diğer bir önemli bir özelliği de ışığı geçirme yani saydamlık dereceleridir. Işığı geçirme derecesine göre saydam, yarı saydam ya da opak özellikte olmaktadır. Bunun neticesinde UV-VIS analizi sonucunda elde edilen taklit örneklerin geçirgenlik grafikleri çizilmiştir. Geçirgenlik miktarlarının çok düşük olduğu görülmektedir. Geçirgenlik ve yansıma grafiklerinin birbirine benzer olduğu görülmektedir. Yansıma değerlerinde olduğu gibi geçirgenlik değerlerinin de en yüksek olduğu aralık 290 ile 390 nm arasında olduğu görülmektedir. Yani UV dalga boyuna ait bölgede yansıma ve geçirgenlik değerleri yüksektir. Hesaplanan kırılma indisi değerlerine bakıldığında renklendirici oksitler ile doplama sonucunda kırılma indisi değerlerinde azalma meydana geldiği görülmektedir. Fakat D7.15 ve D7.55 kodlu örneklerde doplama ile birlikte kırılma indisi değerinin arttığı görülmektedir. Bu kırılma indisi değerinin artışının nedeni yansıma ve geçirgenlik grafiklerinde görüldüğü üzere burada olan artıştan meydana geldiği görülmektedir. Yansıma ve geçirgenlik miktarı arttıkça kırılma indisinin de arttığını söyleyebiliriz. Kırılma indislerinin dalga boyu ile değiştiği görülmektedir.

Nihayi sonuç olarak bu çalışma belkide bu kapsamda Türkiye’de bir ilk olması ile cam-seramik yapıda ve tümüyle opak yapıdaki, mavilacivert, yeşil ve tonları, siyah, gri ve kahvemsı kırmızı renkli malzemeler elde edilmiştir. Bunların çok ideal olmasalarda, süstaşı endüstrisinde kullanılabilecekleri düşünülmektedir. Laboratuvar şartlarından elde edilen bu üstaşı takliti malzemeler, fizioko-kimyasal özellikleri bakımından çok benzeyişler göstermeseler bile, bu halleriyle bile maliyetlerinin çok ucuz olması nedeniyle özellikle bujiterik malzemeler olarak kullanılmaları mümkündür. Şu da unutulmamalıdır ki, taklit süstaşı kavramının, sentetik süstaşı kavramından farklı olarak, sadece görsel olarak doğasına benzemesi

gerektiği kuralı gereğince ve de diğer fiziksel ve kimyasal özelliklerinin aynı olması gerekmediğinden dolayı, bu düşük ve benzemeyen verilerin tolere edilebilir bir durum olduğu yorumlanabilir. Taklit (taklit, artifişil, simulant) süstaşı yapımının en önemli kuralı, üretim maliyetlerinin çok ucuz olmasıdır. Bu kural gereği, yapılan ekonomik analiz hesaplarına göre elde edilen bu taklit süstaşı örneklerinin, doğal eşleniklerine göre tahminen 25 kat, sentetik eşleniklerine göre tahminen 10 kat daha ucuz olacağı saptanmıştır. Hatta bunların endüstriyel boyutta üretimde (seri üretimlerinde) daha da ekonomik bir fiyat maliyetinin söz konusu olacağı bir gerçektir.

Bu çalışmanın devamında; 1) Mikro yapıda oluşan çatlakların ve porozitelerin giderilmesi için ilave çalışmalar yapılabilir. 2) Örneklerin farklı renklerde oluşmasını sağlamak için kullanılan metal oksitlerin literatürde görüldüğü gibi farklı oranlarda karıştırılarak ya da farklı miktarlarda doplama yapılarak ilave renk gelişmesi sağlanabilir. 3) Temel hammadde olan $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$ ve Al_2O_3 'ün bileşen miktarları değiştirilerek yeni sıcaklık ve sürelerde sinterleme çalışmaları yapılabilir. 4) Örneklerin opak görüntüsünü saydam ya da yarı saydam hale getirebilmek için SPS (Spark Plasma Sinterleme) ya da sıcak sinterleme işlemi yapılabilir. 5) Özellikle düşük parlaklık değerine sahip örneklerin parlaklıklarının iyileştirilmesi için çalışmalar yapılabilir. 6) Süstaşlarının iyileştirilmesinde kullanılan cam dolgu malzemesi olarak denemeler yapılabilir.

KATKI BELİRTME: Bu çalışma birinci yazarın doktora tezinden türetilmiştir. İkinci ve üçüncü yazarlar tez danışmanlarıdır. Bu çalışmadaki analizlerin yapılmasında Dumlupınar Üniversitesi'nden sayın Prof. Dr. Gürsel YANIK'a ve sayın Prof.Dr. Veli UZ'a teşekkür ederiz.

Kaynaklar

- Angeli, F., Jollivet, P., Charpentier, T., Fournier, M. & Gin, S. (2016). Structure and chemical durability of lead crystal glass, *Environmental Science & Technology*, 50(21), 11549–11558.
- Barlet, M., Delaye, J.-M., Charpentier, T., Gennisson, M., Bonamy, D., Rouxel, T. & Rountree, C.L. (2015). Hardness and toughness of sodium borosilicate glasses via Vickers's indentations. *Journal of Non-Crystalline Solids*, 417-418, 66–79.
- Binev, D., Nikolav, V. & Peshev, P. (2005). Regions of phase crystallization in the ternary system $\text{Na}_2\text{O}-\text{Al}_2\text{O}_3-\text{B}_2\text{O}_3$. *Journal of Alloy Compounds*, 391 256–261.
- Bootkul, D., Kulrat, N., Dangtip, S. & Intarasiri, S. (2017). Development of class-ceramic from soda-lime-silica glass waste by sintering method for opal imitation. *Materials Today: Proceedings*, 4, 6043–6050.
- Bosshart, G. (1983). Cobalt glass as a Lapis Lazuli imitation. *Gems & Gemology*, 19(4), 228-231.
- Dubin, L.S. (1995). *The History of Beads*. Tamesand Hudson-London (UK), Japan. 176s.
- Ercenk, E. (2017). MgF_2 katkısının vermikülit esaslı cam-seramiklerin işlenebilirlik özellikleri üzerine etkisi. *Sakarya Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi*, 21(2), 203-209.
- Gruber, D.P., Buder-Stroisnigg, M., Wallner, G., Straub, B., Jandel, L. & Lang, R.W. (2012). Characterization of gloss properties of differently treated polymer coating surfaces by surface clarity measurement methodology. *Applied Optics*. 51(20), 4833.
- Hatipoğlu, M., Kılıç, S., Babalık, H., Güner, E. & Güney, H. (2018). Süstaşlarının (yumrusal ve kristalin görünüşlü) insan hayatı üzerine şifasal-terapi (korunma ve tedavi) etkileri; Antik ve Orta Çağlarda kullanılmış bazı örnekleri [Healing-therapy (protective and treatment) effects on the human life of the gemstones (having nodular and crystalline appearances); Some samples used in the Ancient and Medieval Times]. *International Journal of Scientific and Technological Research*, 4(7), 11-37. ISSN: 2422-8702
- Holland W. & Beal, G. (2002). *Glass-ceramic technology*. The American Ceramic Society, Westerville, OH, USA, 372s.
- Huang, Y. (2019). Modeling and analysis of SiO_2 deposition during high-purity fused silica glass synthesis by SiCl_4 chemical vapor deposition. *Ceramics International*, 45, 10740–10745.
- Intarasiri, S., Bootkul, D., Yu, L.D., Kamwanna, T., Singkarat, S. & Vilaithong T. (2009). Gemological modification of local natural gemstones by ion beams, *Surface & Coatings Technology*, 203, 2788–2792.

- Limbach, R., Winterstein-Beckmann, A., Dellith, J., Moncke, D. & Wondraczek, L. (2015). Plasticity, crack initiation and defect resistance in alkali-borosilicate glasses: From normal to anomalous behavior. *Journal of Non-Crystalline Solids*, 417-418, 15–27.
- Kane, R. E., Kammerling, R. C., Koivula, J. I., Shigley, J. E. & Fritch, E. (1990). The identification of blue diffusion-treated sapphire. *Gems & Gemology*, 26 (2), 115-133.
- Kane, R. (2009). Seeking Low-Cost Perfection: Synthetic Gems, *Elements*, (5), 169–174.
- Karasu, B. & Akkaşoğlu, E. (2018). Organik Camlar. *El-Ceziri Fen ve Mühendislik Dergisi*, 5(2), 512-536.
- Karmakar, B. (2016). *Glass Nanocomposites: Synthesis, Properties and Applications*. E-Book. 903s. ISBN: 9780323393126
- Neuhauser, S. & Handler, J. (2013). Colouranalysis of theequineendometri-um: Comparison of spectrophotometry and computer-assisted analysis of photographs within the Lab colour space system. *The Veterinary Journal*, 197, 753–760.
- Öztürk, O., Asikuzun, E., Tascı, A.T., Gökçen, T., Ada, H., Koralay, H. & Cavdar, S. (2018). Comprasion of Vickers microhardness of undoped and Ru doped BSSCO glass-ceramic materials. *Journal of Material Science: Materials in Electronic*, 29(5), 3957-3966. (Bkz. <https://link.springer.com/article/10.1007/s10854-017-8336-x>)
- Rao, S.K., Sahoo, R.K., Dash, T., Magudapathy, P., Panigrahi, P.K., Nayak, B.B. & Mishra, B.K. (2016). N and Cr ion Implantation of Natural Ruby Surfaces and Their Characterization, *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B*, 373, 70–75.
- Rapp, G. (2009). *Archaeomineralogy*. 2nd Ed., (Editors; Herrmann, B., Wagner, G. A.), Springer-Verlag Berlin Heidelberg, Germany, 256s.
- Sodo, A., Nardone, M., Ajo, D., Pozza, G. & Bicchieri, M. (2003). Optical and structural properties of gemmological materials used in works of art and handicraft. *Journal of Cultural Heritage*, 4, 317–320.
- Wakasugi, T., Ota, R. & Fukunaga, J. (1992). Glass-forming ability and crystallization tendency evaluated by the DTA method in the Na₂O-B₂O₃-Al₂O₃ system, *Journal of American Ceramic Society*, 75, 3129–3132.
- Wakasugi, T., Ota, R., Nozawa, Y. & Fukunaga, J. (1995). Amorphous regions and crystallization behavior of RF sputtered films in the B₂O₃-Na₂O-Al₂O₃ system, *Journal of Non-Crystalline Solids*, 191, 238–247.
- Vodyanitskii, N. & Savichev, A.T. (2017). The influence of organic matter on soil color using the Regression Equations of optical parameters in the System CIE-L*a*b*. *Annals of Agrarian Science*, 15(3), 380-385.