

**TALKIN YÜZEY ÖZELLİKLERİNE  
ÖĞÜTMENİN ETKİSİ**

YÜKSEK LİSANS

Zeyni ARSOY

DANIŞMAN

Prof. Dr. Bahri ERSOY

MADEN MÜHENDİSLİĞİ

Şubat, 2014

Bu tez çalışması 12.FEN.BİL.34 ve 12.HIZ.DES.25. numaralı projeleri ile Afyon Kocatepe Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri tarafından desteklenmiştir.

**AFYON KOCATEPE ÜNİVERSİTESİ**  
**FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**

**YÜKSEK LİSANS**

**TALKIN YÜZEY ÖZELLİKLERİNE ÖĞÜTMENİN ETKİSİ**

**Zeyni ARSOY**

**DANIŞMAN**

**Prof. Dr. Bahri ERSOY**

**MADEN MÜHENDİSLİĞİ**

**Şubat, 2014**

## TEZ ONAY SAYFASI

Zeyni ARSOY tarafından hazırlanan “Talkın Yüzey Özelliklerine Öğütmenin Etkisi” adlı tez çalışması lisansüstü eğitim ve öğretim yönetmeliğinin ilgili maddeleri uyarınca 13/02/2014 tarihinde aşağıdaki jüri tarafından oy birliği ile Afyon Kocatepe Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Maden Mühendisliği **Anabilim Dalı’nda YÜKSEK LİSANS TEZİ** olarak kabul edilmiştir.

**Danışman** : Prof. Dr. Bahri ERSOY

**Başkan** : Prof. Dr. Bahri ERSOY İmza  
Afyon Kocatepe Üniv. Mühendislik Fakültesi,

**Üye** : Yrd. Doç. Dr. Zehra Ebru SAYIN İmza  
Afyon Kocatepe Üniv. Mühendislik Fakültesi,

**Üye** : Yrd. Doç. Dr. Atilla EVCİN İmza  
Afyon Kocatepe Üniv. Mühendislik Fakültesi,

Afyon Kocatepe Üniversitesi  
Fen Bilimleri Enstitüsü Yönetim Kurulu’nun  
...../...../..... tarih ve  
..... sayılı kararıyla onaylanmıştır.

.....  
Prof. Dr. Yılmaz YALÇIN

Enstitü Müdürü

## **BİLİMSEL ETİK BİLDİRİM SAYFASI**

**Afyon Kocatepe Üniversitesi**

**Fen Bilimleri Enstitüsü, tez yazım kurallarına uygun olarak hazırladım bu tez çalışmasında;**

- Tez içinde bütün bilgi ve belgeleri akademik çerçevesinde elde ettiğimi,
- Görsel, işitsel ve tüm yazılı bilgi ve sonuçları bilimsel ahlak kurallarına uygun olarak sunduğumu,
- Başkalarının eserlerinden yararlanılması durumunda ilgili eserlere bilimsel normlara uygun olarak atıfta bulunduğumu,
- Atıfta bulunduğum eserlerin tümünü kaynak olarak gösterdiğimi,
- Kullanılan verilerde herhangi bir tahribat yapmadığımı,
- Ve bu tezin herhangi bir bölümünü bu üniversite veya başka bir üniversitede başka bir tez çalışması olarak sunmadığımı

**Beyan ederim.**

**13.02.2014**

**Zeyni ARSOY**

## ÖZET

Yüksek Lisans Tezi

### TALKIN YÜZEY ÖZELLİKLERİNE ÖĞÜTMENİN ETKİSİ

Zeyni ARSOY

Afyon Kocatepe Üniversitesi

Fen Bilimleri Enstitüsü

Maden Mühendisliği Anabilim Dalı

**Danışman:** Prof. Dr. Bahri ERSOY

En önemli endüstriyel hammaddelerinden birisi olan talk, yumuşak/tabakalı yapıda olması, doğal halde su sevmez (hidrofob) olması ve yağ adsorpsiyonunun yüksek olması gibi özelliklerinden dolayı boya, kağıt, plastik ve kozmetik endüstrilerinde dolgu hammaddesi olarak ya da ürüne ekstra özellik kazandırmak için yaygın olarak kullanılmaktadır. Bu çalışmada kuru öğütme işleminin talkın yüzey özelliklerine (temas açısı ve serbest yüzey enerjisi), yağ adsorpsiyonuna ve beyazlığa etkisi araştırılmıştır. Bu kapsamda, öğütme parametreleri (bilya şarjı, bilya boyutu, malzeme şarjı, titreşim frekansı ve titreşim genliği) sabit tutularak titreşimli bilyalı değirmende farklı sürelerde (5-150 dak.) öğütme yapılmıştır. Sonra her bir numune üzerinde damla yayılımı (sessile drop) yöntemi kullanılarak farklı sıvılarla (Su, Formamid, Diiodometan ve Etilenglikol) temas açısı ölçümleri yapılmış ve bu temas açısı verileri kullanılarak Zisman, Fowkes ve Asit-Baz yöntemlerine göre serbest yüzey enerjileri ( $\text{mJ/m}^2$ ) hesaplanmıştır. Ayrıca her bir numune üzerinde yağ adsorpsiyonu deneyleri ve renk ölçümleri gerçekleştirilmiştir. Elde edilen sonuçlara göre, tüvenan numunenin temas açısı  $63,8^0$  ve hesaplanan serbest yüzey enerjisi Zisman yöntemine göre  $37,37 \text{ mJ/m}^2$  olarak belirlenmiştir. 15 dakika öğütülen talkın temas açısında ani bir artışın gerçekleştiği ve daha sonra yapılan öğütme işlemlerinde temas açısının azaldığı ve sonra sabit bir seyirde devam ettiği gözlemlenmiştir. Talkın “öğütme süresi/serbest yüzey enerjisi” eğrileri de “öğütme süresi/temas açısı” eğrileriyle aynı davranışı göstermiştir. Ancak, farklı yöntemler (Zisman, Fowkes ve Asit – Baz) kullanılarak hesaplanan serbest yüzey enerjisi değerleri arasında %4-25 oranında farklılıklar olduğu görülmüştür. Ayrıca öğütme sonrası yüzey alanındaki artışa paralel olarak talkın yağ adsorpsiyonu değerinin arttığı ve beyazlığının da arttığı belirlenmiştir.

**2014, xiii + 97 sayfa**

**Anahtar Kelimeler:** Talk, Temas açısı, Serbest yüzey enerjisi, Zisman.

**ABSTRACT**  
M.Sc Thesis

THE INFLUENCE OF GRINDING ON SURFACE PROPERTIES OF TALC

Zeyni ARSOY

Afyon Kocatepe University

Graduate School of Natural and Applied Sciences

Department of Mining Engineer

**Supervisor:** Prof. Dr. Bahri ERSOY

Talc, one of the most important industrial minerals, is commonly used as filler in paint, plastic & cosmetics and also used to give product extra properties due to its soft/plated, hydrophobic structure and high oil adsorption. In this study, effects of dry grinding on surface characteristics (contact angle & free surface energy), oil adsorption, and whiteness of talc were examined. Within this concept, the material was grinded by vibrated ball mill on different time periods (5-150 min.) by fixing the rest grinding parameters (ball charge, diameter of balls, material charge and vibration amplitude). After that, contact angles of each sample were measured in different media (water, formamid, diodomethan and ethylenglicol) with sessile drop method and free surface energies ( $\text{mJ/m}^2$ ) were calculated according to Zisman, Fowkes and Acid-Base methods by using measured contact angle data. Moreover, oil adsorption test and whiteness measurement were performed on each sample. According to results, contact angle of raw sample was measured as  $63,8^\circ$  and free surface energy was calculated as  $37,37 \text{ mJ/m}^2$  with Zisman method. Sudden increase was observed on the contact angle of 15 minutes grinded talc and then contact angle was stable after a slight decrease during longer grinding periods. Grinding period/Free surface energy curves and Grinding period/Contact angle curves of talc were found very similar. However, there were 4% to 25% differences between free surface energy values calculated with different methods (Zisman, Fowkes and Acid-Base). It was also seen that oil adsorption has been increased parallel to surface area increase and whiteness was determined after grinding.

**2014, xiii+ 97 pages**

**Key Words:** Talc, the contact angle, the free surface energy, Zisman.

## TEŐEKKÜR

Bu arařtırmanın konusu, deneysel alıřmaların ynlendirilmesi, sonuların deęerlendirilmesi ve yazımı ařamasında yapmıř olduęu byk katkılarında dolay tez danıřmanım Sayın Prof. Dr. Bahri ERSOY, arařtırmalarda ve analizlerde yardımlarını esirgemeyen Anadolu niversitesi Fizik Blm ęretim yesi Sayın Do. Dr. Sedef DİK MEN'e, deneysel alıřmalarda ve analizlerin yapılmasında tm imknlarıyla yardımcı olan Adaal End. Min. San. ve Tic. A.ř. personeline ve r-Ge Mdr Sayın Maden Yksek Mhendisi Murat MDROęLU ve boya laboratuvar sorumlusu Fırat GNDEREN'e, deneysel alıřmalarda yardımlarını esirgemeyen Sayın Yrd. Do. Dr. Atilla EVCİN ve Sayın Yrd. Do. Dr. Zehra Ebru SAYIN'na her konuda neri ve eleřtirileriyle yardımlarını grdęm hocalarıma ve arkadařlarıma teőekkr ederim.

Btn hayatım boyunca maddi ve manevi desteklerini esirgemeyen aileme teőekkr ederim.

Bu tezi hayatım boyunca her trl maddi ve manevi desteklerini esirgemeyen annem Fahriye ARSOY ve babam İsmail ARSOY'a itaf edilmiřler.

Zeyni ARSOY

AFYONKARAHİSAR, 2014

## İÇİNDEKİLER DİZİNİ

	Sayfa
ÖZET.....	i
ABSTRACT.....	ii
TEŞEKKÜR.....	iii
İÇİNDEKİLER DİZİNİ.....	iv
SİMGELER DİZİNİ.....	vii
KISALTMALAR DİZİNİ.....	viix
ŞEKİLLER DİZİNİ.....	x
ÇİZELGELER DİZİNİ.....	xiv
1. GİRİŞ.....	1
2. LİTERATÜR BİLGİLERİ.....	4
2.1 Talk.....	4
2.1.1. Talkın Kristal Yapısı.....	5
2.1.2. Talk Yataklarının Oluşumu.....	6
2.1.2.1. Sedimanter Kayaçlarla İlişkili Talk Yatakları.....	6
2.1.2.2. Ultrabazik Kayaçlarla İlişkili Talk Yatakları.....	7
2.1.2.3. Bazik Kayaçlarla İlişkili Talk Yatakları.....	8
2.1.3. Talkın Fiziksel Özellikleri.....	8
2.1.4. Talkın Ticari Çeşitleri.....	9
2.1.5. Dünya Ve Türkiye'deki Durum.....	10
2.1.5.1. Dünyada Talk Rezervleri.....	10
2.1.5.2. Ürünün Türkiye'de Bulunuş Şekilleri.....	12
2.1.5.3. Rezervler.....	12
2.1.6. Talkın Kullanım Alanları ve Teknoloji.....	13
2.1.6.1. Kullanım Alanlarına Göre Talkta Aranılan Özellikler.....	15
2.2. Yüzey Özellikleri.....	16
2.2.1 Hidrofobisite (Islanmazlık).....	19
2.2.2. Temas Açısı.....	20
2.2.2.1. Düz Yüzeyle Sahip Katılar Üzerinde Temas Açısı Ölçümü.....	23
2.2.2.1.1. Sessile Drop Yöntemi.....	23
2.2.2.1.2. Hava Kabarcığı Tutturma (Captive Bubble) Yöntemi.....	24
2.2.2.1.3. Wilhemy Plaka Yöntemi.....	24
2.2.2.2. Toz Numuneler Üzerinde Temas Açısı Ölçümü.....	25
2.2.2.2.1. Kapiler Yükselme Yöntemi.....	25
2.2.2.2.2. İnce Tabaka Fital Yöntemi.....	27



2.2.2.2.3. Isıl Daldırma Yöntemi .....	27
2.2.3. Temas Açısı Ölçümlerinde Bazı Sınırlamalar .....	28
2.2.3.1. Yüzey Pürüzlülüğü.....	29
2.2.3.2. Kirlilik .....	29
2.2.3.3. Damla Boyutu.....	29
2.2.3.4. Moleküler Yönelim ve Deformasyon.....	30
2.2.3.5. Sıvı Moleküllerin Geçişi .....	30
2.2.4. Yüzey Enerjisi Hesaplama Yöntemleri.....	30
2.2.4.1. Zisman Metodu .....	31
2.2.4.2. Fowkes Metodu .....	33
2.2.4.3. Wu Metodu .....	33
2.2.4.4. Van Oss Asit- Baz Metodu .....	34
3. MATERYAL ve METOT .....	40
3.1 Materyal.....	40
3.2 Metot .....	41
3.2.1. Çeneli Kırıcı.....	42
3.2.2. Darbeki Kırıcı .....	43
3.2.3. Kimyasal (XRF) Analiz .....	44
3.2.4. Yoğunluk Tayini .....	45
3.2.5. Nem Tayini .....	48
3.2.6. Yığın Yoğunluğunun Tayini .....	49
3.2.7. Öğütme Deneyleri .....	51
3.2.8. Boyut Analiz .....	53
3.2.9. Yüzey Alanı ve Porozite Ölçümü .....	54
3.2.10. Beyazlık Ölçümü .....	54
3.2.11. Zeta Potansiyeli.....	55
3.2.12. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM).....	56
3.2.13. Yağ Absorbsiyonunu Test Yöntemi.....	57
3.2.14. Damla Yayılma Yöntemine Göre Temas Açısı Ölçümleri .....	58
4. BULGULAR VE TARTIŞMALAR .....	62
4.1. Tüvenan Numunenin Karakterizasyonu .....	62
4.2. Öğütme Süresinin Tane Boyutuna Etkisi .....	63
4.3. Öğütme Süresinin Talkın Özgül Yüzey Alanına Etkisi.....	66
4.4. Öğütme Süresinin d <sub>50</sub> Boyutuna ve Talkın Yağ Absorbsiyonuna Etkisi .....	67
4.5. Öğütme Süresinin Talkın Beyazlığına Etkisi .....	69
4.6. Öğütülmüş Numunelerin SEM Görüntülerinin İncelenmesi .....	70

4.7. Ögütmenin Talkın Temas Açısına ve Hidrofobitesibe Etkisi .....	77
4.8. Ögütmenin Serbest Yüzey Enerjisine Etkisi.....	79
4.9. Ögütme Süresi – Zeta Potansiyeli ( $\zeta$ ) – Temas Açısı ile İlişkisi .....	83
4.10. Temas Açısının/Hidrofobitenin Serbest Yüzey Enerjisi ile İlişkisi .....	84
5. TARTIŞMA VE SONUÇ .....	86
6. KAYNAKLAR .....	88
ÖZGEÇMİŞ.....	97

## SİMGELER ve KISALTMALAR DİZİNİ

### Simgeler

---

$\xi$	Zeta potansiyeli
$\gamma_i^{LW}$	İ maddesinin Lifshitz-Van der Walls (LW) bileşeni
$\gamma_i^{AB}$	İ maddesinin lewis asit-baz karakterli atom, iyon ya da molekül'lerin sahip olduğu etkileşimi.
$\gamma_S$	Sıvının yüzey gerilim ( $\text{mJ/m}^2$ )
$\gamma_K$	Katının yüzey enerjisi ( $\text{mJ/m}^2$ )
$\gamma_{SH}$	Sıvının yüzey gerilimi ( $\text{mJ/m}^2$ )
$\gamma_{KS}$	Katı – sıvı arayüzeyi arayüzey enerjisi ( $\text{mJ/m}^2$ )
$\gamma_{KH}$	Katı yüzeyinin enerjisi ( $\text{mJ/m}^2$ )
$\gamma^d$	Disperse Serbest yüzey enerjisi bileşeni ( $\text{mJ/m}^2$ )
$\gamma^P$	Polar Serbest yüzey enerjisi bileşeni ( $\text{mJ/m}^2$ )
$\gamma_S^d$	Sıvının disperse enerjisi ( $\text{mJ/m}^2$ )
$\gamma_K^d$	Katının disperse enerjisi ( $\text{mJ/m}^2$ )
$\gamma_S^P$	Sıvının polar enerjisi ( $\text{mJ/m}^2$ )
$\gamma_S^P$	Sıvının disperse enerjisi ( $\text{mJ/m}^2$ )
$\rho$	Yoğunluk ( $\text{gr/cm}^3$ veya $\text{ton/cm}^3$ )
I	Yükselme mesafesi (mm)
t	Zaman (saniye)
R	Kapiler tüpün Ortalama cağı (mm)
$\Delta P$	Çevrilmiş ara yüzeydeki basınç farkını <sup>7</sup>
S	Tüpün kesit alanı ( $\text{mm}^2$ )
$\varepsilon$	Parçacık boşluk dağılımı (mm)
$\delta$	Sıvın yoğunluğu ( $\text{gr/cm}^3$ )
R	Dairesel tüpün çapı (mm)
m	İlerleyen sıvının ağırlığı
$H_i$	Daldırma entalpisi
$\theta$	Temas açısı değeri
$m_1$	Deney numunesi parçasının kütlesi (g)
$\rho_N$	Numune yoğunluğu ( $\text{gr/cm}^3$ )
$\rho_{H_2O}$	Saf suyun yoğunluğu ( $\text{gr/cm}^3$ )

$G_N$	Numunenin ağırlığı (gr)
$G_P$	Piknometrenin ağırlığı (gr)
$G_{NP}$	Piknometre + Numune ağırlığı (gr)
$G_{NPS}$	Piknometre + Su + Numune ağırlığı (gr)
$V_P$	Piknometre hacmi ( $cm^3$ )
$d$	Keten yağının yoğunluğu: $0,93 \text{ gr/cm}^3$
$v$	Harcanan yağ miktarı ( $ml=cm^3$ )
$m$	Eklenen keten yağı miktarı (gr)
$a$	Yağ Absorbsiyonu (gr/100gr)
$\gamma^+$	Elektron alma kapasitesi
$\gamma^-$	Elektron verme kapasitesi
$d_{10}$	Ürünün %10'nun geçtiği elek açıklığı
$d_{50}$	Ürünün %50'nun geçtiği elek açıklığı
$d_{90}$	Ürünün %90'nun geçtiği elek açıklığı
$d_{97}$	Ürünün %97'nun geçtiği elek açıklığı

## **Kısaltmalar**

---

DPT	Devlet Planlama Teşkilatı
XRD	X-Ray Diffraction
XRF	X-Ray Fluorescence
K.K.	Kızdırma Kaybı
SEM	Taramalı Elektron Mikroskopu
BET	Özgül Yüzey Alanı ( $\text{gr}/\text{m}^2$ )
Dak.	Dakika
Z.P	Zeta potansiyeli (mV)
SFE	Serbest Yüzey Alanı ( $\text{mJ}/\text{m}^2$ )
VdW	Van der Walls
LW	Lifshitz, Van der Waals
Z.R.	Zengin Rezerv
W	Tungsten
ppm	milyonda bir oran
L*	Açıklık- Koyuluk
a*	Kırmızılık
b*	Sarılık
m	Metre
mm	Milimetre
$\mu\text{m}$	Mikronmetre
Å	Angstrom
$\text{mJ}/\text{m}^2$	Milijoule/metrekare
kg	Kilogram
gr	Gram
ml	Mililitre
nm	nano metre
mS	Mikro Simens
cc	Santimetre küp

## ŞEKİLLER DİZİNİ

### Sayfa

Şekil 2.1 Talk Cevheri .....	5
Şekil 2.2 Talkın kristal yapısı .....	5
Şekil 2.3 2008 yılı dünya sektörel talk kullanım oranları .....	11
Şekil 2.4 Serbest yüzey enerjisi ve yüzey gerilimi şematik gösterimi .....	18
Şekil 2.5 Hidrofob yüzeyler .....	20
Şekil 2.6 Temas açısının Young eşitliğine göre ifadesi .....	21
Şekil 2.7 Temas açısı değerleri ile hidrofobik ve hidrofilik özellik ilişkisi.....	22
Şekil 2.8 Katı yüzeyinde Sessile drop yöntemiyle temas açısı ölçümü .....	23
Şekil 2.9 Hava kabarcığı tutturma yöntemi (Captive bubble yöntemi) ile temas açısı ölçümü .....	24
Şekil 2.10 Wilhelmy plaka yöntemi ile temas açısı belirleme.....	25
Şekil 2.11 Kapiler yükselme yöntemi ile temas açısı belirleme .....	26
Şekil 2.12 Yüzey pürüzlülüğünün temas açısına etkisi .....	29
Şekil 2.13 Katı – sıvı arayüzey etkileşimi .....	31
Şekil 2.14 Katı yüzeyinin farklı sıvılarla temas açısının ölçülmesi .....	32
Şekil 2.15 Zisman yöntemine göre katıların yüzey serbest yüzey enerjilerinin hesaplanması .....	32
Şekil 2.16 2.25 eşitliğinin şekil ile ifadesi .....	36
Şekil 3.1 Talk Numunesinin Mineralojik (XRD) analizi .....	40
Şekil 3.2 Cevher hazırlama (Boyut Küçültme) işleminin akım şeması .....	42
Şekil 3.3 Laboratuvar ölçekli çeneli kırıcı.....	43
Şekil 3.4 Darbeli kırıcı .....	43

Şekil 3.5 Kimyasal (XRF) analiz cihazı .....	44
Şekil 3.6 Piknometre .....	45
Şekil 3.7 Hassas terazi .....	47
Şekil 3.8 Helyum piknometresi.....	48
Şekil 3.9 Denver IR-30 nem tayin cihazı .....	48
Şekil 3.10 Yığın yoğunluğu ölçüm cihazı .....	49
Şekil 3.11 Öğütme sonrasında tablet numuneler üzerinde temas açısı ölçümü ve toz numuneler ile yapılan diğer testler .....	50
Şekil 3.12 Titreşimli değirmende öğütme işleminde etkili olan kuvvetler .....	52
Şekil 3.13 Laboratuvar ölçekli titreşimli değirmen öğütme ünitesi.....	52
Şekil 3.14 Malvern Mastersizer 2000 tane boyut dağılımı ölçüm cihazı .....	53
Şekil 3.15 Yüzey alanı ölçüm cihazı .....	54
Şekil 3.16 Elrepho beyazlık ölçüm cihazı .....	55
Şekil 3.17 MALVERN marka Nano-Z model zeta potansiyeli ölçüm cihazı.....	56
Şekil 3.18 Taramalı elektron mikroskobu (SEM ) .....	57
Şekil 3.19 Pelet işleminde kullanılan hidrolik pres ve elde edilen peletler .....	60
Şekil 3.20 KSV Attension marka ve ThetaLite TL 101 Optical Tensiometer cihazı ..	60
Şekil 3.21 Temas açısı ve serbest yüzey enerjisi ölçüm cihazı .....	61
Şekil 4.1 Orijinal numunenin boyut dağılım grafiği .....	63
Şekil 4.2 Öğütme süresinin tane boyutuna etkisi .....	64
Şekil 4.3 Öğütme süresinin ürünlerin $d_{10}$ , $d_{50}$ ve $d_{90}$ boyutuna etkisi .....	65
Şekil 4.4 Öğütme süresinin $d_{50}$ boyutu - özgül yüzey alanına etkisi .....	66
Şekil 4.5 $d_{50}$ boyutunun yağ absorblanmasına etkisi .....	68

<b>Şekil 4.6</b> Yağ absorpsiyonunun ile özgül yüzey alanı ilişkisi .....	68
<b>Şekil 4.7</b> Öğütülmüş talkın $d_{50}$ boyutunun beyazlığa ( $L^*$ ) etkisi .....	69
<b>Şekil 4.8</b> Orijinal (-1mm) talk numunesinin taramalı elektron mikroskobu (SEM) görüntüsü .....	71
<b>Şekil 4.9</b> 5 dakika öğütme işlemi uygulanmış talk numunesinin taramalı elektron mikroskobu (SEM) görüntüsü .....	72
<b>Şekil 4.10</b> 10 dakika öğütme işlemi uygulanmış talk numunesinin taramalı elektron mikroskobu (SEM) görüntüsü .....	72
<b>Şekil 4.11</b> 15 dakika öğütme işlemi uygulanmış talk numunesinin taramalı elektron mikroskobu (SEM) görüntüsü .....	73
<b>Şekil 4.12</b> 30 dakika öğütme işlemi uygulanmış talk numunesinin taramalı elektron mikroskobu (SEM) görüntüsü .....	73
<b>Şekil 4.13</b> 60 dakika öğütme işlemi uygulanmış talk numunesinin taramalı elektron mikroskobu (SEM) görüntüsü .....	74
<b>Şekil 4.14</b> 90 dakika öğütme işlemi uygulanmış talk numunesinin taramalı elektron mikroskobu (SEM) görüntüsü .....	74
<b>Şekil 4.15</b> 120 dakika öğütme işlemi uygulanmış talk numunesinin taramalı elektron mikroskobu (SEM) görüntüsü .....	75
<b>Şekil 4.16</b> 150 dakika öğütme işlemi uygulanmış talk numunesinin taramalı elektron mikroskobu (SEM) görüntüsü .....	75
<b>Şekil 4.17</b> Talk mineralinin tabakalarının kırılma mekanizması A: Tabaka dilimlenme yönüne dik kırılma; B: Tabaka düzlemi boyunca ayrılma; C: Tabaka düzlemi boyunca ayrılan tabakaların dilimlenme yönüne dik şekilde yeniden kırılması .....	76
<b>Şekil 4.18</b> Talk numunesinin dilimlenme yönlerinin gösterimi .....	77
<b>Şekil 4.19</b> Öğütme süresinin temas açısına etkisi .....	78
<b>Şekil 4.12</b> Öğütme süresinin serbest yüzey enerjisine etkisi .....	80



**Şekil 4.13** Talk numunesinin serbest yüzey enerjisinin farklı yöntemlerle belirlenmesi 81

**Şekil 4.14** Zeta potansiyeli ile temas açısına etkisi .....84

**Şekil 4.15** Serbest yüzey enerjisinin temas açısına etkisi .....85

## ÇİZELGELER DİZİNİ

	Sayfa
Çizelge 2.1 Talkın minerolojik kompozisyonu (% olarak ) .....	6
Çizelge 2.2 Talkın fiziksel özellikleri .....	9
Çizelge 2.3 Dünya talk rezervleri ve üretim miktarları .....	10
Çizelge 2.4 Türkiye'de bilinen talk yatakları ve rezerv durumu .....	13
Çizelge 2.5 Talk tüketim alanları .....	14
Çizelge 2.6 Bazı katıların serbest yüzey enerjileri (20 °C) .....	19
Çizelge 2.7 Bazı polar ve apolar sıvıların yüzey gerilimleri (Yüzey Enerjileri) .....	19
Çizelge 2.8 Yüzey serbest enerjisi hesaplama yöntemlerinin karşılaştırılması .....	37
Çizelge 3.1 Tüvenan talk numunesine ait kimyasal (XRF) analizi. ....	41
Çizelge 3.2 Saf suyun sıcaklığa bağlı yoğunluk değerleri .....	46
Çizelge 3.3 Titreşimli bilyalı değirmenin makina, ortam ve malzeme özellikleri .....	51
Çizelge 3.4 Serbest yüzey enerjisinin hesaplanmasında kullanılan polar ve apolar sıvılar ve özellikleri .....	61
Çizelge 4.1 Öğütme süresinin ürün inceliğine etkisi .....	65
Çizelge 4.2 Öğütmenin $d_{50}$ boyutuna, özgül yüzey alanına, por çapı, por hacmi ve yağ absorpsiyonuna değerleri .....	67
Çizelge 4.3 $d_{50}$ boyutu ve $L^*$ , $a^*$ ve $b^*$ değerleri .....	70
Çizelge 4.4 Serbest yüzey enerjisi hesaplama yöntemleri arasındaki fark .....	81
Çizelge 4.5 Farklı öğütme zamanlarında üretilmiş talk numunelerinin farklı yöntemlerle hesaplanmış yüzey serbest enerji değerleri .....	82

## 1. GİRİŞ

Talk, sulu bir magnezyum silikat olup, teorik formülü  $Mg_3(Si_2O_5)_2(OH)_2$  dur. İdeal bileşiminde %31,7 MgO, %63,5 SiO<sub>2</sub> ve %4,8 su ihtiva eder (Grim, 1968). Başlıca özellikleri şu şekilde sıralanabilir: doğal hidrofobik yapısı, organik kimyasallara ilgisi (organophilicity), yüksek “yüzey/kenar” oranına (aspect ratio) sahip tabakalı yapısı, yumuşaklığı, kimyasal inertliği yüksek ısı dayanımı, düşük elektriksel iletkenliği, ısı direnci, yağ/sülfaktan/polimer adsorplama kabiliyeti (Grim, 1968; Van Olphen, 1977; Sanchez-Soto *et al* 1997; Tomaino, 2000; Lopez-Galindo and Viseras, 2004; Yekeler *et al* 2004; Perez-Maqueda *et al* 2005; Cawood *et al* 2005; Liu *et al* 2006; Wang and Somasundaran, 2005; Nkoumbou *et al* 2008; Wallqvist *et al* 2009; Ersoy *et al* 2013). Bu temel özelliklerinden dolayı talk seramik, boya, kozmetik, kağıt, gıda, plastik, tekstil vb. çok farklı endüstriyel alanlarda kullanılmaktadır (Tomaino, 2000; Bizi *et al* 2003; Lopez-Galindo and Viseras, 2004; Martin *et al* 2004; Gören *et al* 2006; Neto and Moreno, 2007; Terada and Yonemochi, 2004; Karakaya, 2006).

Talk'ın yukarıda bahsedilen bu endüstriyel alanlarda kullanılabilmesi için öğütülerek toz haline getirilmesi gerekmektedir. Yapılan araştırmalar sonrasında öğütme işlemi sırasında gerek mekanik (darbe, sürtünme, ezme) etkinin ve gerekse meydana gelen ısının etkisiyle minerallerin kristal yapılarının bozulduğu ve hatta kristalinitesini kaybedebildiği (Perez Rodriguez and Sanchez Soto, 1991; Liao ve Senna, 1992; Filio *et al* 1993; Aglietti, 1994; Kano and Saito, 1998; Temujin *et al* 2003; Terada and Yonemochi, 2004; Yang *et al* 2006; Balek *et al* 2007; Palaniandy and Azizli, 2007; Dellisanti *et al* 2009), fiziksel özelliklerinde (tane şekli, görünüş oranı (aspect ratio) = tabaka yüzeyinin alanının tabaka kenarının alanına oranı, pürüzlülüğü, spesifik yüzey alanı, tane boyut dağılımı, renk, katyon değiştirme kapasitesi vb.) (Yekeler ve diğ., 2004; Zbik ve diğ., 2005; Sanchez-Soto *et al* 1997; Palaniandy ve Azizli, 2007; Ulusoy, 2008; Dellisanti *et al* 2009) ve yüzey özelliklerinde (yüzey enerjisi, hidrofobik yapısı ve ıslanabilirliği) (Wu *et al* 1996; Terada ve Yonemochi, 2004; Yekele ve diğ., 2004) ciddi değişiklikler olduğu tespit edilmiştir.

Temas açısı ölçümlerine bağlı olarak belirlenen hidrofobisite ve yüzey enerjisi (veya yüzey gerilimi) kavramları ile madencilik, petrol, kağıt, eczacılık, tıp, plastik, boya,

çevre, tekstil, gıda, tarım ve metal gibi bir çok sektörde karşılaşılmaktadır (Leja, 1983; Good and van Oss, 1992; Fowkes, 1964; Fowkes, 1972; Yoon and Yordan, 1991; Şekercioğlu ve Kaner, 2014; Gönül, 2000; Kovan ve Şekercioğlu, 2005; Kolluri, 1994) Bu iki (temas açısı ve serbest yüzey enerjisi) terim, Madencilikte flotasyon ile cevher zenginleştirme işleminde ve çöktürme yöntemiyle katı sıvı ayırımında; Kâğıt sektöründe kağıt yüzeyinin boyanabilirliğinin ve baskı kalitesinin belirlenmesinde ve kağıt üretimi sırasında oluşturulan süspansiyonun stabilitesinin ayarlanmasında; Çevrecilikte su ve atık suların arıtılmasında ve plastik atıkların geri kazanımında; rezervuar kayaçlarından Petrol üretimi sırasında ıslanabilirlik çok önemli olup, rezervuardaki petrol-kayaç-su ilişkisinin belirlenmesini sağlamaktadır, Eczacılıkta ilaç (hap) formülasyonlarının oluşturulmasında ve üretiminde kullanılan toz ürünlerin ıslanabilirliğinin belirlenmesinde; Gıda, Kozmetik ve Boya endüstrisinde emülsiyel haldeki ürünlerin stabilitesinin sağlanmasında, Plastik malzeme üretiminde de kullanılan malzemelerin bir birine yapışmasında ve hidrofob mutfak araç ve gereçlerinin üretilmesinde; Metal endüstrisinde metalik malzemelerin ıslanmazlık sağlamak ve/veya korozyona karşı dayanımını artırmak amacıyla yapılan yüzey kaplama işlemlerinde (mesela teflon kaplama vb); Tekstil’de yine ıslanmaz ve leke tutmaz kumaş yapımında; Tarımda toprak ıslahında toprağın su ve hava geçirgenliğinin sağlanmasında karşımıza çıkmaktadır (Şekercioğlu ve Kaner, 2014; Gönül, 2000; Good and van Oss, 1992; Kovan ve Şekercioğlu, 2005; Karagüzel, 2005; Ebnesajjad, 2006).

Literatürde talkın öğütmeye bağlı yüzey enerjisi ve hidrofobitesindeki değişimi inceleyen bazı çalışmalar yapılmıştır. Yıldırım (2001) tarafından yapılan doktora çalışmasında, amerikanın farklı yörelerine ait talk numunelerinin temas açıları ısı kaynağına daldıra yöntemi ile ölçülmüş ve talk ürünlerinin serbest yüzey enerjilerinin  $21,6 - 48 \text{ mJ/m}^2$  arasında değiştiği ve tane boyutu küçüldükçe talkın toplam yüzey enerjisinin azaldığı, hidrofobitesinin arttığı belirlenmiştir. Bunun nedeninin ise talkın yatay tabaka yüzeyindeki yüzey enerjisinin kenar ve köşelerdeki yüzey enerjisine göre çok daha az olduğu, tane boyutunun azalmasıyla, talkın toplam yüzey enerjisinin azaldığı belirtilmiştir. Yıldırım (2001) bu durumu, öğütme ile talkın tabaka düzlemleri boyunca kırılmasına ve toplam yüzey alanı içerisinde tabaka yüzey alanı oranının artmasına bağlamaktadır. Ancak, yapılan farklı bir çalışmada (Terada and Yonemochi, 2004), titreşimli bilyalı değirmende farklı süreler (3, 10 ve 40 dk) kullanılarak

öğütülen talk numunesinin tane boyutu azaldıkça serbest yüzey enerjisinin arttığı ve yüzey enerjisi değerlerinin  $4,7 - 17,3 \text{ mJ/m}^2$  arasında değiştiği belirlenmiştir. Yekeler *et al.* (2004), bilyalı değirmen, çubuklu değirmen ve otojen değirmen kullanarak öğütücü ortamın Sivas yöresi talkının yüzey özelliklerine (tane şekli, yüzey pürüzlülüğü, ıslanabilirliği ve yüzey enerjisi) etkisini araştırmıştır. Araştırmalar ve ölçümler  $-250+45\mu\text{m}$  boyutuna indirgenmiş talk numuneleri üzerinde gerçekleştirilmiştir. Sonuçta, çubuklu ortam ile öğütülen talkın diğer ortamlarda öğütülenlere göre daha düzgün yüzeyli, yüzey enerjisinin daha düşük, su ile temas açısının daha yüksek ve ıslanabilirliğinin daha az (yani hidrofobitesinin daha yüksek) olduğu belirlenmiştir.

Bu tez çalışmasının amacı, endüstride ultra ince öğütme proseslerinde kullanılan titreşimli değirmen kullanılarak ülkemizin en önemli talk yataklarından birisi olan Sivas-Zara bölgesi talkının yüzey özelliklerine (temas açısı ve serbest yüzey enerjisi) ve bazı fiziksel özelliklerine (yağ emme ve beyazlık) öğütme süresinin etkisini detaylı şekilde incelemektir. Bu kapsamda Sivas-Zara yöresinde Ulusoy Madencilik firmasına ait talk ocağından numune temin edilmiş ve bu numune titreşimli bilyalı değirmende 5-150 dk aralığında farklı sürelerde öğütüldükten sonra (i) toz numuneler üzerinde tane boyut dağılımı, özgül yüzey alanı, beyazlık ve yağ absorpsiyonu ölçümleri yapılmış ve (ii) bu toz numuneleri tablet halinde basılıp damla yayılma yöntemiyle temas açıları ölçülmüş ve sonra Zisman, Fowkes ve Asit-Baz yöntemine göre serbest yüzey enerjileri hesaplanmıştır.

## 2. LİTERATÜR BİLGİLERİ

### 2.1. Talk

Talk, 2:1 grubu yani üç tabakadan oluşan T-O-T (Tetrahedral-Oktahedral-Tetrahedral) yapısında bir kil minerali olup,  $Mg_3(Si_2O_5)_2(OH)_2$  teorik formülü ile ifade edilen bileşime sahiptir ve sulu magnezyum silikat şeklinde de tarif edilir (Grim, 1968).

Altta ve üstte silika ( $SiO_2$ ) tetrahedral tabakaları ve bunların arasında ise brusit (brucite:  $Mg(OH)_2$ ) tabakası yer almaktadır. Tabaka içerisinde kuvvetli iyonik bağlar egemen iken, bu üç tabakadan müteşekkil birim yapılar birbirlerine zayıf van der Waals (vdw) bağları ile bağlıdır. Talkın tabaka yüzeyleri hidrofobik (-Si-O-Si-) (su sevmeyen) ve tabaka kenarları (-MgOH ve -SiOH grupları) ise hidrofilik (su sever) karakterdedir. Ancak talkın toplam yüzey alanının büyük bir kısmını (en az %75'ini) tabaka yüzeyleri oluşturduğundan, talkın da doğal halde hidrofobik karakterde olduğu ifade edilmektedir (Pugh and Tjus, 1990; Charnay *et al* 2001).

Tali olarak Fe ve daha az oranlarda Al içerebilir. Ticari anlamda talk cevherinin bileşimi hiçbir zaman teorik bileşime ulaşamaz ve işletilen talk cevherleri arasında çok önemli kimyasal farklılıklar vardır. Sertliği 1 (1-1,5) olup en yumuşak mineraldir. Kaygan olduğundan elle dokunulduğunda sabun hissi verir. Özgül ağırlığı 2,58 – 2,83  $gr/cm^3$ 'tür (Şekil 2.1).

Genellikle talklaşmış tremolit, klorit, dolomit, magnezit, mikalar, kuvars, kalsit, diyopsit, antofillit ve serpantinle birlikte bulunur. Bu mineraller ancak XRF analizi ile belirlenebilir. Asitlerden etkilenmez, yüksek sıcaklıkta sertleşir ve 800 – 860°C sıcaklık enstatit ve amorf silise dönüşür.

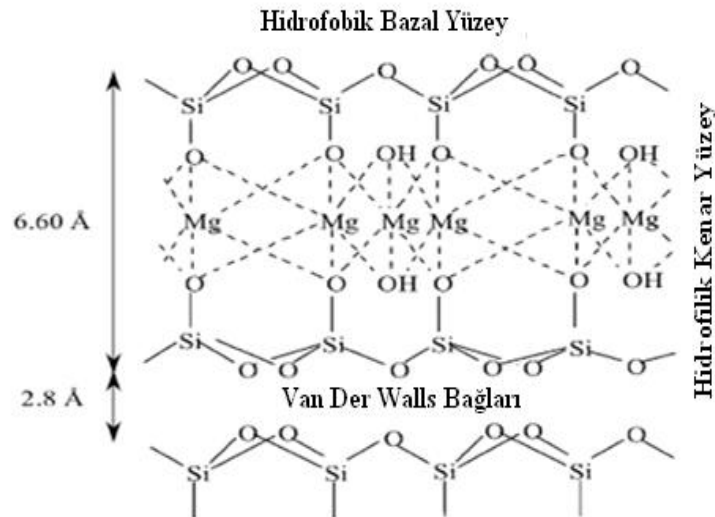
Endüstriyel talkta beyazlık, yumuşaklık, şekil (lif veya yaprak), parlaklık, kayganlık, yağlama kabiliyeti, elektrik ve ısı yalıtımı, özgül sıcaklık ve sığağa karşı direnç gibi özellikler aranır. Talkın içindeki kükürt, sülfat mineralleri, Fe ve Mn oksitler talkın kalitesini düşürür. Bunlar fazla miktarlarda bulunursa talkın zenginleştirilmesi sırasında yan ürün olarak değerlendirilebilir (Temur, 1998).



Şekil 2.1. Talk cevheri.

### 2.1.1. Talkın Kristal Yapısı

Talk, 2:1 türü tabaka yapısı gösteren minerallerin en basitidir. Talkın ideal formülü  $3\text{MgO} \cdot 4\text{SiO}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$  dur. Tekil 2:1 tabakası nötr veya nötre yakındır ve büyük bölümü genellikle saftır. Tabakalar çoğunlukla van der waals bağları ile bağlı olup, bu bağın zayıflaması bu minerallere dilinimli bir özellik ve kayganımsı bir dokunum hissi kazandırır. Tabaka boyu yaklaşık  $6,60\text{-}2,8 \text{ \AA}$  dur (Şekil 2.2).



Şekil 2.2. Talkın kristal yapısı (Chiem *et al* 2006; Ersoy 2011).

### 2.1.2. Talk Yataklarının Oluşumu

Ekonomik talk yataklarının çoğu ultrabazik hidrotermal alterasyonu veya Mg'li karbonat kayaçların metamorfizması ile oluşmuşlardır. Buna göre talk yataklarını, talk oluşumunu sağlayan ve yatakları içinde bulunduran kayaçlar dikkate alınarak üç başlık altında toplamak mümkündür (Temur, 1998).

**Çizelge 2.1.** Talkın minerolojik kompozisyonu (% olarak ) (Çimen, 2011).

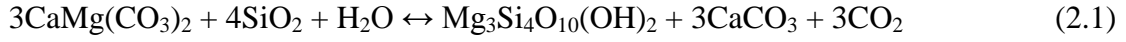
	SiO <sub>2</sub>	MgO	CaO	CO <sub>2</sub>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	K <sub>2</sub> O	H <sub>2</sub> O
<b>Talk</b>	63	32	-	-	-	-	-	3-7
<b>Serpantin</b>	44	43	-	-	-	-	-	8-13
<b>Klorit</b>	33	36	-	-	-	-	-	5-14
<b>Antofilit</b>	58	30	2	-	-	-	-	15-2.2
<b>Tremolit</b>	57	28	13	-	-	-	-	15-2.3
<b>Akninolit</b>	52	5	9	-	34	-	-	3
<b>Diyopsit</b>	56	18	26	-	-	-	-	-
<b>Feldispat</b>	65	-	-	-	-	18	17	-
<b>Magnezit</b>	-	48	-	52	-	-	-	-
<b>Dolomit</b>	-	22	30	48	-	-	-	-
<b>Kalsit</b>	-	-	56	44	-	-	-	-

#### 2.1.2.1.Sedimanter Kayaçlarla İlişkili Talk Yatakları

Bu tip yataklar genellikle dolomit veya dolomitik kırıntıların içinde veya kenarlarında yer almaktadır. Oluşumları granitik veya diyabazik bileşimli sokulum kayaçlarının hidrotermal alterasyonu şeklinde olabileceği gibi, özellikle şist, kuvarsit, gnays, granit, kilit gibi silikat kayaçları ile komşu olan dolomitlerin bölgesel metamorfizması sırasında açığa çıkan çözeltilerle de talk yatakları ortaya çıkmaktadır. Talk oluşumunda metamorfizma derecesinin yanı sıra stratigrafik ve tektonik konum önemli rol oynamaktadır. Talk yatakları genellikle karbonatlarla silikatlı kayaçların geçiş seviyelerinde, kıvrım yapılarının apekslerinde, fay ve makaslama zonlarında, kırık sistemlerinin kesişme yerlerinde bulunur.



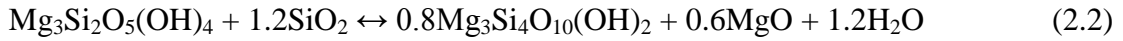
Dolomitlerin hidrotomal yolla veya bölgesel metamorfizmanın etkisiyle talka dönüşmesi aşağıdaki denklemle açıklanmaktadır.



Sedimanater kayaçlarla ilişkili talk yatakları cevherleşmenin olduğu kayaç türü, metamorfizma derecesi, tektonik yapıların konumu, varsa sokulum kayaçlarının türü ve karbonatlara uzaklığı gibi faktörlerden dolayı çok değişik özellikler gösterir (Temur, 1998).

### 2.1.2.2. Ultrabazik Kayaçlarla İlişkili Talk Yatakları

Bu gruba giren talk yatakları iki farklı jenetik özellik gösterirler. Bunlarda birincisi, ultrabazik kayaçları kesen asidik bileşimli sokulum kayaçlarının kontaktında, Na'ca zengin pegmatitlerin etrafını saran talk yataklarıdır. İkincisi ise ultrabazik kayaçların bölgesel metamorfizmanın etkisi altında serpantinleşmesi ve talklaşması ile ilişkilidir ve genellikle bir serpantin çekirdeğinin etrafını saran talk-karbonat kabuk şeklindedir. Ortama silis gelimi ile hacimde bir değişme olmadan serpantin talka dönüşümü aşağıdaki denklemle olmaktadır.



Eğer ortama CO<sub>2</sub> katılımı varsa serpantinden talkın yanı sıra aşağıdaki denklem yardımıyla manyezit de oluşur. Yine önemli hacim değişmesi olmaz.



Hidrotermel çözeltilerin oluşturduğu talk yataklarında asidik kayaçtan serpentine doğru genellikle bir zonlanma meydana gelir. Bu zonlar;

- Granit
- Vermikülit zonu
- Klorit zonu
- Aktinolit zonu

- Talk zonu
- Talk karbonat ( sabuntaşı ) zonu
- Talklaşmış ve karbonatlaşmış serpantin zonu
- Serpantin Şeklinde dir.

Bu zonlar eksik olabilir, ancak vermikülit zonu hemen her zaman vardır. Ultrabazil kayaçlarla ilişkili talk yatakları çok değişik şekil, konum ve boyutlarda bulunabilirler. Çoğu mercek veya fasulye biçimindedir. Dalam açıları dik veya dike yakın, kıvrımlı ve faylı olabilirler. Genellikle talk tenörü %90'dan fazladır. Az miktarlarda klorit, manyetit ve karbonat veya serpantin bulunur.

Bu tip yatakların tipik örnekleri Fransız Preneleri'nin doğu ucunda yer alan Trimouns talklarıdır. Cevher ileri derecede metamorfizma geçirmiş kayaçlarla migmatitlerin ve düşük dereceli metamorfik kayaçların kontaktında ortaya çıkmaktadır. Cevherleşmenin çevresinde 5 – 80 m kalınlığında dolomit mercekleri, lökograditler, apitler, pegmatitler ve kuvars damarları yüzeylenmektedir. %80-97 talk tenörlü 20 milyon ton rezerve sahip olan yataklardan yılda 200000 ton'un üzerinde talk işletilmektedir (Temur, 1998).

### **2.1.2.3. Bazik Kayaçlarla İlişkili Talk Yatakları**

Gabro, diyabaz gibi kayaçların hidrotermal çözeltilerin veya bölgesel metamorfizmanın etkisiyle talklaşmaları şeklinde oluşurlar. Kayaçların talklaşması sırasında serpantinleşme her zaman görülmez. Masif talk oluşumuna göre daha çok sabuntaşı oluşumu yaygındır. Yatakların kalınlığı 3–4 m'ye, uzunlukları ise birkaç yüzmetreye ulaşabilir (Temur, 1998).

### **2.1.3. Talkın Fiziksel Özellikleri**

Talkın renk, parlaklık, saydamlık, kristal sistem, kristal davranış, yarılm, sertlik gibi fiziksel özellikleri vardır. Bu özellikler Çizelge 2.2'de verilmiştir.

**Çizelge 2.2.** Talkın fiziksel özellikleri (DPT, 2001).

<b>Renk</b>	Yeşil, gri ve gümüşe yakın beyaz.
<b>Parlaklık</b>	Buzlu ve yağlı gibi dokunuktur.
<b>Saydamlık</b>	Kristalleri yarı şeffaftır, kütle opaktır.
<b>Kristal Sistemi</b>	Monokliniktir (2/m ).
<b>Kristal Davranışı</b>	Genellikle talk kompakt yada yaprak şeklinde kütlelerle bulunur. kuvars, piroksen, olivin, amfibol gibi diğer kristallerin sahte şeklini alır.
<b>Yarılım</b>	Bir yönde mükemmeldir.
<b>Sertlik</b>	1'dir.
<b>Özgül Ağırlık</b>	2,7-2,8'dir.
<b>Damar</b>	Beyazdır.
<b>Diğer Özellikleri</b>	Yarılım parçaları hafif eğilebilirdir, fakat elastik değildir. Talk dokunulduğunda sabun hissi verir.
<b>En İyi Belirleyici Özellikler</b>	Yumuşaklık, renk, sabunluk hissi, parlaklık ve yarılımdır.

#### 2.1.4. Talkın Ticari Çeşitleri

**Sabuntaşı (Soapstone):** Mineral talk içeren masif formun adlandırılmasıdır. En az % 50 mineral talk içermekte olup, elektriğe ve asitlere karşı dirençli, ısıya karşı dayanıklıdır.

**Steatit:** Yüksek saflıkta masif talklar için kullanılan bir terimdir. En yoğun kullanım alanı elektrik izolatörleri yapımıdır. Ancak steatit %1.5'den az CaO ve Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ve %4'ten az Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ihtiva etmelidir.

**Lava:** Blok talkları veya blok talklarından elde edilen son ürünleri ifade etmek için kullanılır.

**Asbestin:** Saf talk minerali kristal özelliklerinde nadiren lifsi görünümündedir. Asbest'in ise daha ziyade levha, ince tabaka veya mikaya benzer şekillerdedir.

**Rensselaerit:** Talka benzeyen ancak yumuşak ve yağlı olmayan bir mineraldir.

**Fransız Tebeşiri:** Talkın masif çeşidi olup, boya ve kurşun kalem yapımında kullanılır (DPT, 2001).

## 2.1.5. Dünya ve Türkiye'deki Durum

### 2.1.5.1. Dünyada Talk Rezervleri

Dünyada talk rezervleri Avustralya, Avusturya, Brezilya, Çin, Finlandiya, Hindistan, İtalya, Japonya, Kuzey Kore, Rusya ve ABD'de bulunmaktadır. Amerikadaki üç talk sahası ve Çindeki bir saha dünyanın en büyük talk rezervlerine sahip olan ve aynı zamanda en fazla üretim yapılan yataklarıdır. Çizelge 2.3.'te ülkelere göre talk üretimi görülmektedir.

**Çizelge 2.3.** Dünya Talk Rezervleri ve Üretim Miktarları (Salazar *et al* 2009).

Ülkeler	Üretim Miktar ( X 1000 ton)		Rezerv ( X 1000 ton)	
	2007	2008	Rezerv	Potansiyel
<b>Amerika</b>	769	645	140000	540000
<b>Brezilya</b>	400	405	180000	250000
<b>Çin</b>	2400	2400	Z.R	Z.R
<b>Fillandiya</b>	550	550	Z.R	Z.R
<b>Hindistan</b>	642	660	4000	9000
<b>Japonya</b>	275	375	100000	160000
<b>Kore</b>	744	740	14000	18000
<b>Diğer Ülkeler</b>	1840	1800	Z.R	Z.R
<b>Toplam</b>	<b>7620</b>	<b>7575</b>	<b>Z.R</b>	<b>Z.R</b>

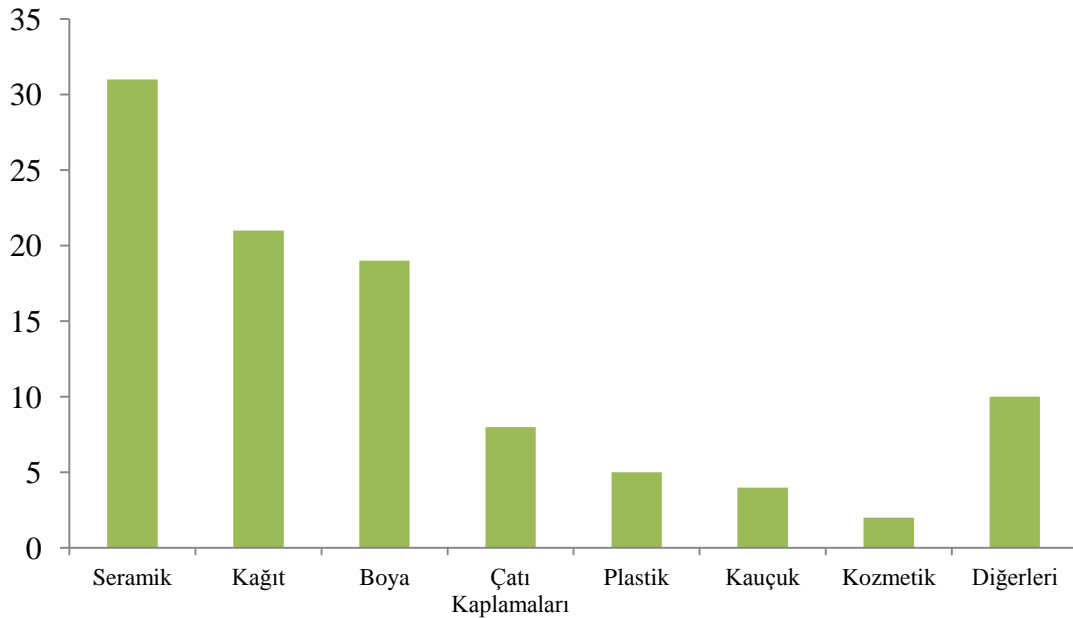
Z.R.: Zengin Rezerv

Talk üretimi ve ticareti, profillit ve steatitin de dahil edilmesiyle güçleşmiştir. Yaklaşık olarak dünyada toplam talk üretimi 7.5 milyon ton civarındadır. Birçok ufak üreticiyle beraber Çin ve ABD yüksek saflıkta talk üretiminde önde gelmektedir. Japonya ise dünyanın en büyük pirofillit üreticisidir. Bazı ülkeler belirli ürünlerin üretimini yapmaktadır, örneğin Fransa, İtalya ve Avustralya önemli ölçüde kozmetik talkı üretirler. Avrupa ülkeleri dünya talk üretiminin %25'ini karşılamaktadır. Finlandiya ve Fransa Avupada en çok üretim yapan iki ülkedir. Finlandiya kağıt, boya,

plastik, lastik sanayinde kullanılan talk üretmektedir. Fransa'da bulunan Luzenac şirketler grubu Avrupa talk üretiminin %35'ini karşılamaktadır. İtalya'da yüksek kalite ve saflıkta talk üretilip burada üretilen talk ilaç ve kozmetik sanayinde kullanılmaktadır. Avrupa talk tüketiminin %50'si kâğıt sanayindedir. Bunu %6'lık bir oranla seramik sanayi izlemektedir. Hayvan yemi üretimi için Avrupada talk tüketimi 56.000 ton/yıl kadardır. Bu miktar toplam talk tüketiminin %5'ini oluşturmaktadır. Boya ve vernik imalinde kullanılan talk miktarı 130.000 tondur. Bu miktar toplam tüketimin %11'ini oluşturmaktadır. Lastik ve plastik ürünleri için Avrupanın talk tüketimi 65-70 bin ton/yıl ile toplam tüketimin %7'sini oluşturmaktadır. Kozmetik sanayindeki talk tüketimi ise 25-30 bin ton/yıl'dır. Bu miktar toplam tüketimin %3'ünü oluşturmaktadır. Gübre üretiminde Avrupanın talk tüketimi 35-40 bin ton/yıl kadardır. Toplam tüketimin %3'ünü oluşturmaktadır.

Dünyadaki 2008 yılı talk tüketimi 190 milyon ton civarındadır. ABD'de talk en çok seramik sanayinde tüketilmektedir. İkinci sırada kâğıt sanayi gelmektedir.

**2008 yılı Dünya Sektörel Talk Kullanım Oranları (%)**



**Şekil 2.3.** 2008 yılı dünya sektörel talk kullanım oranları (Salazar *et al* 2009).

### **2.1.5.2. Ürünün Türkiye’de Bulunuş Şekilleri**

Türkiye’de bilinen talk yatakları, ya metamorfizma sonucu yada hidrotermal ayrışma ile bazik ve ultrabazik kayalarda oluşmuştur. Ülkemizde her kalitede talkın varlığı bilinmekte ancak saf olmayan talklar flotasyon ve benzeri selektif ayırıcı metodlarla temizlenerek yüksek saflıkta elde edilmeye çalışılmaktadır (DPT, 2001).

### **2.1.5.3. Rezervler**

Türkiye talk yönünden zengin bir ülke değildir. En büyük rezervler Aydın’ın Bozdoğan ilçesi ile Eskişehir’in Mihalıççık ilçesinde bulunmaktadır. Bunların ve diğerlerinin tamamı serpantinlerin bozuşmasıyla olmuşlardır. Bozdoğan yataklarından uzunca bir süre üretim yapılmıştır. Cevher yapraklar halinde olup, içlerinde serpinti halinde kuvars taneleri mevcuttur. İyi kalitededir; MgO % 26-31, demir ( $Fe_2O_3$ ) ise çok az oranda içermektedir.

Mihalıççık ve Sazak’taki cevher yatağı geniş ise de, tamamı görünür halde değildir. Sivas’ın Zara ve Örencik ilçelerindeki rezerv fazla olmamakla beraber, çok kalitelidir. Kumtaşlarının içinde ve 5 ile 25 cm kalınlıktaki sucuklara benzer damarlar halindedir. Renkleri açık yeşilden kahverengiye kadar değişir. Demiri ve diğer zararlıları az nispette içerirler. Kütahya ve Bilecik arasında, Domaniç dolaylarında bazı talk zuhurları belirlenmişse de, cevherler çok demirlidir. Ancak yer yer iyi vasıflılara rastlandığı için, Bilecik’te ve Kütahya’da üretim yapılmaktadır (Önem, 2000).

**Çizelge 2.4.** Türkiye'de bilinen talk yatakları ve rezerv durumu (DPT, 2001).

<b>Rezerv Sahaları</b>	<b>Görünür Rezerv (ton)</b>	<b>Muhtemel Rezerv (ton)</b>	<b>Mümkün Rezerv (ton)</b>	<b>Toplam Rezerv (ton)</b>
<b>Aydın/Bozdoğan</b>	50.000	200.000	250.000	500.000
<b>Eskişehir/Mihalççık</b>	-	-	400.000	400.000
<b>Sivas/Zara, Örencik</b>	44.296	150.310	-	194.606
<b>Balıkesir/Kepsut, Örenli</b>	-	-	20.250	20.250
<b>Balıkesir/Erdek, Kızaklıköyü</b>	5.000	15.000	-	20.000
<b>Eskişehir/Bıçer</b>	-	10.000	-	10.000
<b>Sakarya/Sapanca, Nailiye</b>	6.200	-	-	6.200
<b>Balıkesir/Erdek, Yanüçiftliği</b>	800	5.000	-	5.800
<b>Balıkesir/Erdek Rahmimerası</b>	-	1.000	-	1.000
<b>Bolu/Mudurnu, Dereköy, Gözlübaşı</b>	250	250	-	500
<b>Toplam</b>	<b>106.546</b>	<b>381.560</b>	<b>670.250</b>	<b>1.158.356</b>

#### **2.1.6. Talkın Kullanım Alanları ve Teknoloji**

Avrupa talk üretiminin %50'si kağıt sanayinde olup, üretim 650.000 tondur. Seramik sanayinde talk üretimi 25.000 tondur. Buda toplam tüketimin %6'sını teşkil etmektedir. Ayrıca bu miktarın 15.000 ton/yıl kadarı ise elektroporselen ve sır yapımı için tüketilmektedir (DPT, 1996; Temur, 1998).

Talk tüketiminin alanlarına göre dağılımı Çizelge 2.5'de verilmiştir.

**Çizelge 2.5.** Talk Tüketim Alanları (Temur, 1998).

<b>Tüketim Alanları</b>	<b>Tüketim Payı</b>
Seramik sanayi	% 34
Boya sanayi	% 18
Haşerat ilaçları	% 7
Çatı kaplamaları	% 9
Kauçuk yapımı	% 4
Asfalt dolgusu	% 3
Kağıt sanayi	% 3
Kozmetik sanayi	% 2
Tekstil sanayi	% 2
Diğer alanlar	% 15

Hayvan yemi üretimi için Avrupa'nın talk tüketimi 56.000 ton/yıl kadardır. Bu miktar toplam talk tüketiminin %5'ini oluşturmaktadır. Bu tüketimin %40'ı Benelüks'e, %30'u Batı Almanya'ya, %12'si Fransa'ya, %8'i İspanya'ya aittir. Boya ve vernik imalatında Avrupa'nın talk üretimi çok önemlidir. 130.000 ton ile toplam tüketimin %11'ini oluşturmaktadır. Bu tüketimin %35'i Almanya'ya, %15'i İtalya'ya, yine %15'i İskandinavya ülkelerine, %10'u Fransa'ya, %10'u İngiltere'ye ve %7'si Benelüks'e aittir. Lastik ve plastik ürünleri için Avrupa'nın talk tüketimi 65-70 ton/yıl olup toplam tüketimin %7'sine eşittir. Önemli tüketiciler ise %24 ile İtalya, %18 ile Almanya, %16 ile Fransa, %13 ile İngiltere ve %5 ile Benelüks'tür. Kozmetik sanayinde Avrupa'nın talk üretimi 25.000-30.000 ton/yıl dır. Bu tüketimin %55'i İngiltere'ye aittir. İlaç sanayi için Avrupa'nın talk üretimi 3.000-5.000 ton/yıl kadardır. Toplam tüketimin %3'ünü kozmetik ve ilaç sanayi oluşturmaktadır. Gübre üretiminde Avrupa'nın talk üretimi 35.000-40.000 ton/yıl kadardır. Toplam tüketimin %3'ünü oluşturur. Bu alanda en önemli tüketiciler: %38 ile İsveç, %28 ile İngiltere, %25 ile Hollanda'dır (DPT, 2001).

Dünya'da ve yurdumuzda talk üretimi hem açık hem de kapalı işletmeler şeklinde yürütülmekte ancak kaliteli talk yataklarında damar boyunca galeri açılarak talk



üretimi yapıldığı da bilinmektedir. Geleneksel patlatma metodları da kullanılarak yapılan kazı işlemleri ile çıkarılan hammadde, kalifiye işçiler tarafından kaba bir ayırma tabi tutularak stoklanıp parça cevher olarak satılır. Yada ileri talk( mikronize veya ultra mikronize ) eldesi yoluna gidilir (DPT, 2001).

Dünya’da parça cevherin işlenerek ileri talk ürünleri elde edilmesinde; köpük flotasyonu, sedimentasyon, hidrosiklondan geçirme, hava ve yağ manyetik seperetasyon, santrifüj boylaması, sprey kurutma ve yağ öğütme teknikleri kullanılmaktadır. Özel isteklere karşı bazı kırıcı ve öğütücüler kullanıldığı da bilinmektedir. Örneğin kâğıt dolgusu ve kaplama sanayi 5 mikrondan daha ince tane boyu istendiğinde mikronize öğütme usulü kullanılmalıdır (DPT, 2001).

Kozmetik sanayinde kullanıma uygun tenörlü talklar, öğütmeden sonra kumaştan elenerek boyutlanmalıdır. Talklar genellikle kuru öğütme metodu ile ayıklanır. Fakat kuru ve yağ metotlar beraber uygulanabilir. Dünyanın önemli talk üreticisi ABD’nin “Vermont Tale INC.”şirkettir (DPT, 2001).

### **2.1.6.1. Kullanım Alanlarına Göre Talkta Aranılan Özellikler**

Kullanım alanlarına göre talkta aranılan özellikler Devlet Planlama Teşkilatının 2001 yılında hazırladığı “Bazı Endüstriyel Hammaddeleri, Alt Komisyonu Toprak Sanayi Hammaddeleri I. Özel İhtisas Komisyon Raporu” ve Prof. Dr. Sedat TEMUR’un 1998 yılında yayınlanan “Endüstriyel Hammaddeler” adlı kitabından faydalanarak özetlenmiştir.

Seramik sektöründe kullanılan talkın CaO miktarının %0,1-1, Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> oranının %1-5; Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> oranının %0,1-2,5 arasında olması istenir. Daha çok yapraksı talk tercih edilir.

Boya endüstrisinde talk, bezir yağı veya bina boyalarının içine katılmaktadır. Talkın rengi, tane şekli ve büyüklüğü ile yağ emme kabiliyeti önemlidir. 100 gramının en az 45 ml yağ emmesi istenir. Bu alanda lifsi talk daha elverişlidir.

Kozmetik sanayinde kullanılan talkta aranılan özellikler çok kesindir. Cevher içinde talk minerali tenörünün %90’ın üzerinde olması, %98’i 200 mesh’lik elekten geçecek

kadar ince olması, beyaz ve pürüzsüz olması, Pb miktarının en fazla 20 ppm, As miktarının en fazla 2 ppm, CaO oranının en fazla %5, asitlerde çözünen maddenin en fazla %10 olması ve bakteri bulundurmaması gerekir. Bu işlerde genellikle kalitesiz talklar kullanılır. Bu yüzden hammadde de beyazlık ve saflık aranmamaktadır. Aranan özellikler tane boyutu ve dağılımı ile yağ emme özelliğidir.

Kağıt sanayinde kullanılan talk, yumuşaklığı, tane boyutu, mürekkep emme özelliği ve suda erime özellikleri aranmaktadır. Ancak kullanılacak talkın CaCO<sub>3</sub> oranı %2-5'ten fazla olmamalı ve başka mineral içermemelidir.

Haşere öldürücü ilaç yapımında da talk kullanılmaktadır. İlaça toksik etki, istenilen yoğunluk ve az aşındırıcılık özelliklerini kazandırır. Talk, birçok sentetik lastik, plastik ve kauçuk üretiminde doldurucu olarak kullanılır. Maddeye sıkı bir doku kazandırır

## 2.2. Yüzey Özellikleri

Katıların yüzey özellikleri denildiğinde akla gelen ilk kavramlar hidrofobisite (su sevmezlik) ve serbest yüzey enerjisi kavramlarıdır. Bundan hariç yüzey morfolojisi, yüzey pürüzlülüğü ve yüzeyin kimyasal yapısı gibi kavramlar da yüzey özellikleri olarak adlandırılmaktadır (Leja, 1983; Good and van Oss, 1992; Fowkes, 1964; Fowkes, 1972; Yoon and Yordan, 1991; Lu *et al* 2006).

*Yüzey* Bir yoğun faz (katı veya sıvı) ile gaz fazı arasındaki bölge yüzey olarak adlandırılır. Örneğin Katı-Gaz arayüzeyi *katı yüzeyi* olarak adlandırılır. *Arayüzey* ise temas halindeki iki yoğun faz arasındaki bölgeye denir. Arayüzey kalınlığı genellikle birkaç Angstromdan (Å) birkaç yüz angstroma kadar çıkabilir. Arayüzeyin fiziksel ve kimyasal özellikleri kendisini oluşturan her iki fazdan da farklıdır. Yüzeylerdeki veya arayüzeylerdeki atomlar, malzemedeki diğer atomlarla aynı düzende bulunmadığından bunlar, sistemin dengede bulunan diğer atomlarına oranla bir miktar enerji fazlalığı ihtiva etmektedir. İşte bu enerji fazlalığı yüzey enerjisi dediğimiz kavramı ortaya çıkartmaktadır. 5 Çeşit Arayüzey vardır, bu ara yüzeyleri;

- Katı-Sıvı,
- Katı-Katı,

- Katı-Gaz,
- Sıvı-Sıvı,
- Sıvı-Gaz şeklinde sıralamak mümkündür.

*Yüzey enerjisi* ve *yüzey gerilimi* terimleri matematiksel olarak aynı şeyi ifade etmektedir, yani birimleri birbirinin aynısıdır (*Yüzey Enerjisi (miliJ/m<sup>2</sup>) = Yüzey Gerilimi (miliN/m)*). Bir cümle ile ifade edilecek olursa, yüzey enerjisi sabit basınç ve sabit sıcaklıkta bir yüzeyi bir birim kare (m<sup>2</sup>) artırmak için yapılması gereken işi (veya harcanması gereken enerjiyi), veyahut ta bir yüzeyi (sıvılar için) bir birim (m) uzatmak için (yüzeye dik olarak) uygulanması gerekli kuvveti ifade eder.

***Katılar için Yüzey Enerjisi, Sıvılar için de Yüzey Gerilimi*** ifadeleri kullanılır. Çünkü **yüzey gerilimi** yüzeydeki yönlere ve yüzeydeki kristal yapıların çok düzenli olmasına bağlı olup katı yüzeyleri homojen olmayan bir yapıdadır. Yani katı yüzeyinde her bir kristal düzlem boyunca atomların koordinasyon sayıları ve dizilimleri farklı olabilmektedir. Bu yüzden katı yüzeyinin birim alanında, farklı yönlerde farklı yüzey enerjisi olabilmektedir. Halbuki sıvılarda böyle bir durum söz konusu değildir. Bu sebeple katılar için yüzey gerilimi yerine yüzey enerjisi ifadesi kullanılır.

**Katıların Yüzey Enerjisi:** Herhangi bir katının yüzey enerjisi bu katıyı oluşturan atomlar arasındaki kohezyon enerjisinin yarısına eşittir. Bir başka ifade ile bir katıyı 2'ye bölssek bu katının bir yüzeyinin yüzey enerjisi teorik olarak her iki yüzeyi birarada tutan atomlar arası bağ enerjisinin toplamına yani kohezyon enerjisinin yarısına eşittir. Yani başka bir ifade ile yüzey enerjisini izah etmek gerekirse, herhangi bir i maddesinin (katı veya sıvı madde) yüzey enerjisinin 2 temel bileşeni vardır. Bu bileşenler Lifshitz-Van der Walls ve lewis asit-baz bileşenidir. Bileşenlerin matematiksel ifadesi eşitlik 2.4'te verilmiştir.

$$\gamma_i = \gamma_i^{LW} + \gamma_i^{AB} \quad (2.4)$$

$\gamma_i^{LW}$ : İ maddesinin Lifshitz-Van der Walls (LW) bileşenini ifade eder (Yani yüzeyin apolar veya polar karakterli (ama daha çok apolar olan) atom ya da moleküllerinin sahip olduğu Van der Walls etkileşim potansiyelinden kaynaklanan enerjidir).

$\gamma_i^{AB}$ : İ maddesinin lewis asit-baz karakterli atom, iyon ya da molekül'lerin sahip



**Çizelge 2.6.** Bazı katıların serbest yüzey enerjileri (20 °C) (mJ/m<sup>2</sup>)

<b>Katı</b>	<b><math>\gamma_{Toplam}</math></b>	<b><math>\gamma^{LW}</math></b>	<b><math>\gamma^{AB}</math></b>
<b>Teflon (Pliterafloretilen)</b>	18,5	18,5	0
<b>Naylon 6,6</b>	37,7	37,7	0
<b>Kömür</b>	39,8	39,8	0
<b>Talk</b>	41,6	37,4	4,2
<b>Kuars (Doğal)</b>	191	76	115
<b>Kuars (DAHCI ile muamele edilmiş)</b>	35,3	28,2	7,1
<b>Bentonit</b>	55,5	41,2	14,3
<b>Alfa – Alumina</b>	44,8	43,7	1,1
<b>Barit</b>	52,9	26,2	26,7
<b>Altın</b>	1500	-	-
<b>Mika</b>	4500	-	-

**Çizelge 2.7.** Bazı polar ve apolar sıvıların yüzey gerilimleri (Yüzey Enerjileri)(mJ/m<sup>2</sup>)

<b>Sıvı</b>	<b><math>\gamma_{Toplam}</math></b>	<b><math>\gamma^{LW}</math></b>	<b><math>\gamma^{AB}</math></b>
<b>Oktan (Apolar)</b>	18,4	18,4	0
<b>Dekan (Apolar)</b>	21,6	21,6	0
<b>Karbondotetraklorür (Apolar)</b>	27,0	27,0	0
<b>Benzen (Apolar)</b>	28,9	27,1	2,8
<b>Formamid (Polar)</b>	58,0	39	19
<b>Etilenglikol (Polar)</b>	48,0	29,0	19,0
<b>Su (Polar)</b>	72,8	21,8	51
<b>Cıva (Polar)</b>	472	-	-

### 2.2.1. Hidrofobisite (Islanmazlık)

Kimyada hidrofobi (Yunanca hidros ("su") ve fobos ("korku") sözcüklerinden türetme), bir molekülün sudan kaçınma özelliğidir. Hidrofobisite bir katının veya mineralin hava-severliğinin ölçüsü olup, çoğunlukla temas açısı ( $\theta$ ) ile değerlendirilir. Temas açısının artması, katının daha hidrofobik olduğunu gösterir. Mineralin hidrofob yada hidrofil karaktere sahip olması kaplama, dispersiyon, baskı, yağlanma, baskı

mürekkep vb proseslerde oldukça büyük bir öneme sahiptir. Hidrofobite genellikle katı-sıvı arasındaki temas açısı ile değeri ile ifade edilip değerlendirilmektedir ( $\theta < 90$  ise hidrofil,  $\theta > 90$  ise hidrofob). Mineraller genellikle hidrofil karakterde olup çok az mineral doğal hidrofob yapıya sahiptir (Talk, Grafit, Kükürt, Kömür vb.). Birçok durumda su katı yüzey ile  $0 - 30^\circ$  açı yapmaktadır. Doğal hidrofob mineraller düşük yüzey enerjisine sahiptirler Katuların hidrofobik ya da hidrofilik özelliğe sahip olması katı katı-sıvı arayüzeyi, kristal yapısı su ile aktiviteleri incelenerek belirlenmektedir (Gaudin *et al* 1957; Drzymala, 1994; Meiron *et al* 2004; Düzyol, 2009; Sato and Ruch, 1980; Ralph and Nelson, 1988; Fisher, 1959; Sposito, 1984; Osipow, 1977; Adamson, 1976; Lu *et al* 2005; Hiemenz, 1986).

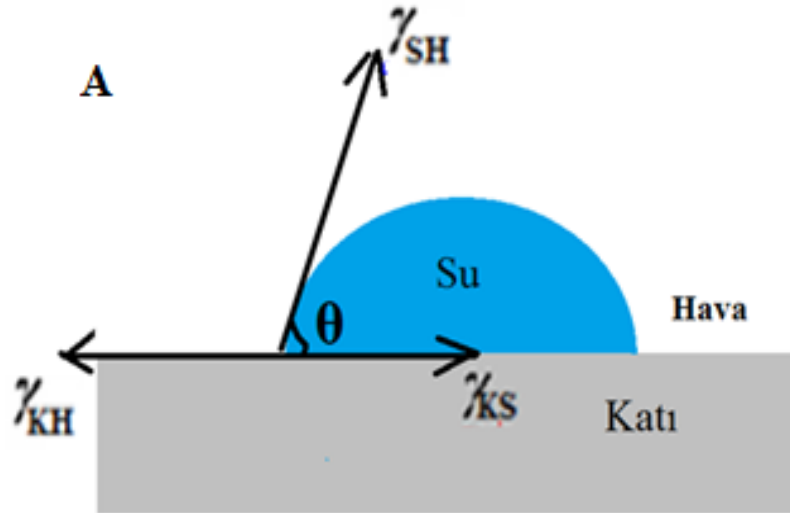


Şekil 2.5. Hidrofob yüzeyler.

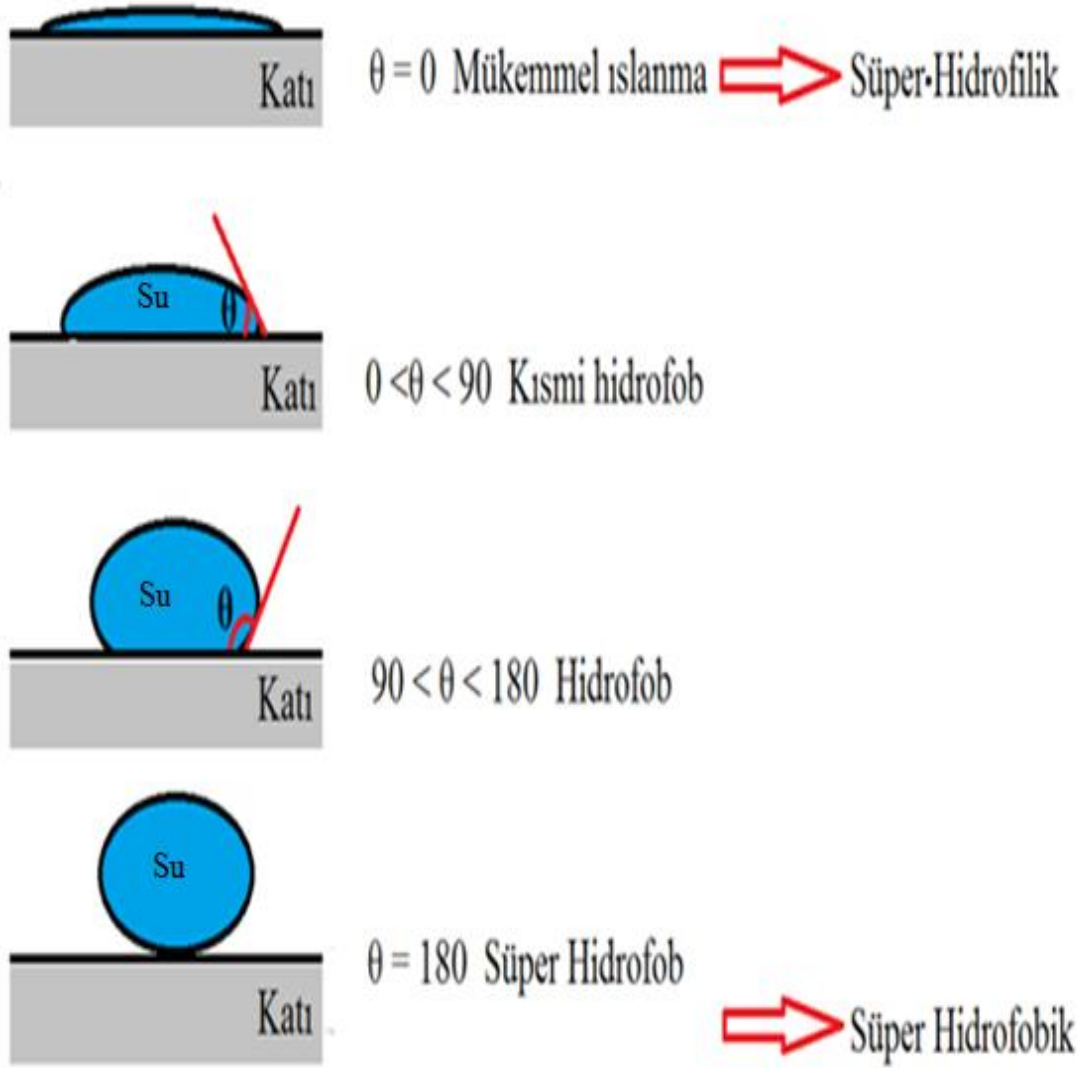
### 2.2.2. Temas Açısı

Bir katı yüzeyi ile temastaki bir sıvı yüzeyi bir açı oluşturur. Bu açıya Temas açısı denir. Temas açının büyüklüğü, sıvının kendi molekülleri arasındaki çekim kuvvetleri (kohezyon kuvvetleri) ile sıvı katı arası çekim kuvvetlerinin (adezyon kuvvetleri) göreceli büyüklüğüne bağlıdır. Kohezyon kuvvetlerinin büyüklüğü, adezyon

kuvvetlerinin büyüklüğünden ne kadar fazla ise, sıvı katı arasındaki temas açısı da o denli büyük olur. Temas açısı kavramı katıların yüzey özelliklerinin belirlenmesinde geniş çapta kullanılmaktadır. Temas açısı, katı yüzeyinin su sever (hidrofil) veya su sevmez (hidrofob) olduğunu belirlemek için kullanılan yaygın bir yöntemdir. Katı yüzeyinin Hidrofob olup olmadığı iki farklı şekilde izah edilebilir; i) Temas açısının yüksek olması ( $90 < \theta$ ) yüzeyin hidrofob olduğunu, düşük olması ( $\theta < 90$ ) ise yüzeyin hidrofil olduğunu gösterir (Şekil 2.6). Başka bir ifade ile: Katı-hava ara yüzey gerilimi, katı-sıvı yüzey geriliminden büyük ise ( $\gamma_{KH} > \gamma_{KS}$ ),  $\cos \theta$  pozitif olacaktır. Bu durumda sıvı yüzeyi ıslatır ve temas açısının  $90^\circ$  ile  $0^\circ$  arasında olduğunu gösterir. Bu yüzeylere hidrofilik (Su sever) denir. Katı-sıvı arayüzey gerilimi, katı-hava yüzey geriliminden büyük ise ( $\gamma_{SH} < \gamma_{KS}$ ),  $\cos \theta$  negatif olacaktır. Bu durumda sıvı yüzeyi ıslatmaz ve temas açısının  $90^\circ$  ile  $180^\circ$  arasında olduğunu gösterir. Bu yüzeylere Hidrofobik (Su sevmez) ve temas açısının  $180^\circ$  olan yüzeylere ise Süper hidrofobik denir (Şekil 2.7) (Amirfazli *et al* 1998; Chibowski and Carpio, 2002; Sposito, 1984; Osipow, 1977; Adamson, 1976; Lu *et al* 2005; Hiemenz, 1986).



**Şekil 2.6.** Temas açısının Young eşitliğine göre ifadesi.



**Şekil 2.7.** Temas açısı değerleri ile hidrofobik ve hidrofilik özellik ilişkisi.

Temas ölçümleri ile yüzeylerin ıslanabilirliği, hidrofobisitesi, serbest yüzey enerjisi, yüzey adsorpsiyonu belirlene bilmektedir (Karagüzel, 2005). Temas açısı ölçümünü iki temel başlık altında toplamak mümkündür (Yıldırım, 2001; Ersoy, 2013). Bunlar;

**Düz yüzeye sahip katılar üzerinde temas açısı ölçüm yöntemleri:**

- Su Damlası Yayılımı Yöntemi (Sessile Drop)
- Hava Kabarcığı Tuturma Yöntemi (Captive Bubble Techniques)
- Wilhelmy Plaka Yöntemi



### **Toz Numuneler üzerinde temas açısı ölçüm yöntemleri:**

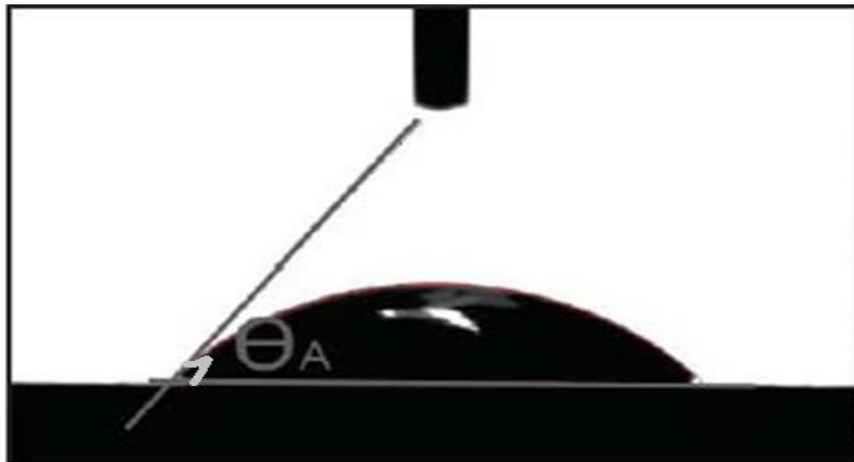
- Kapiler Yükselme (Capillary rise)
- İnce Tabaka Fitol Yöntemi (Thin Layer Wicking)
- Islanma Isısının (Heat of Immersion) Belirlenmesi ile Temas Açısı Ölçümü

#### **2.2.2.1.Düz Yüzeve Sahip Katılar Üzerinde Temas Açısı Ölçümü**

Düz yüzeve sahip katıların temas açılarının belirlenmesinde sessile drop ve Captive bubble yöntemleri yaygın olarak kullanılmaktadır. Bu yöntemlerin yaygın olarak kullanılmasının nedeni ölçüm yönteminin pratik olmasıdır. Ancak, her iki yöntemle de ölçüm yapılacak katı yüzeyinin düzlem haline getirilmesi gereklidir (Amirfazli *et al.* 1998; Kwok, *et al* 1998).

##### **2.2.2.1.1. Sessile Drop Yöntemi**

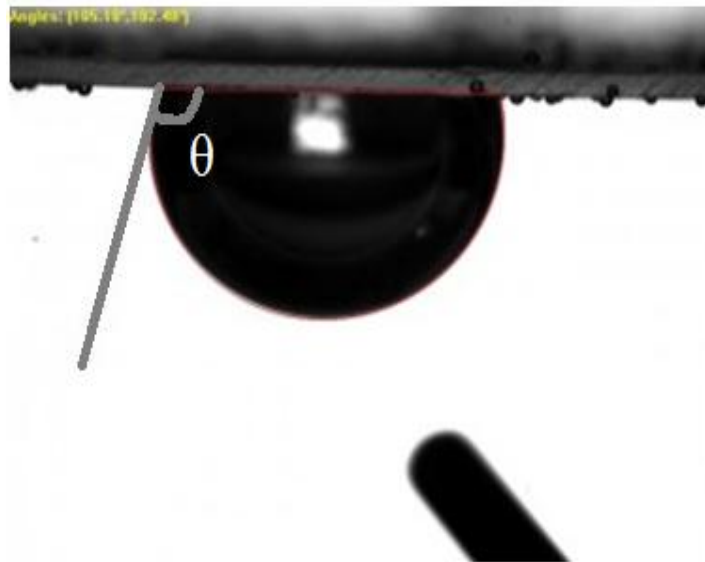
Sessile drop yönteminde katı yüzeyine damlatılan sıvının katı ile yaptığı açı, goniometre skalasında mikroskop yardımıyla kolaylıkla statik temas açısı olarak tespit edilmektedir. Gelişen teknoloji ile birlikte fotografik ve dijital görüntülü cihazlardan faydalanılarak damlacık şekli ve dinamik temas açıları aynı yöntemle kolaylıkla analiz edilmektedir (Şekil 2.8) (Amirfazli *et al.* 1998; Kwok, *et al* 1998; Hiemenz, 1986).



**Şekil 2.8.** Katı yüzeyinde Sessile drop yöntemiyle temas açısı ölçümü.

### 2.2.2.1.2. Hava Kabarcığı Tutturma (Captive Bubble) Yöntemi

Hava Kabarcığı Tutturma tekniğinde katı, sıvı yüzeyine daldırılır. Hava kabarcığı ya da başka bir sıvı damlası ile katı arasında bir ara yüzey meydana gelir. Eğer katı yüzeyi hidrofobik ise kabarcık yüzeyine yapışacaktır. Katı ile kabarcık yapışması sırasında oluşan açı fotoğraflanarak ya da direkt olarak goniometre tele mikroskobu yardımıyla ölçülmektedir (Şekil 2.9). Ölçüm sırasında katı – hava ara yüzeyi sıvının doymun buhar basıncı ile dengelendiği için ölçümlerin hata oranı düşmektedir (Amirfazli *et al.* 1998; Kwok, *et al* 1998; Heimenz, 1986; Ku *et al* 1985; Büklü, 2006).



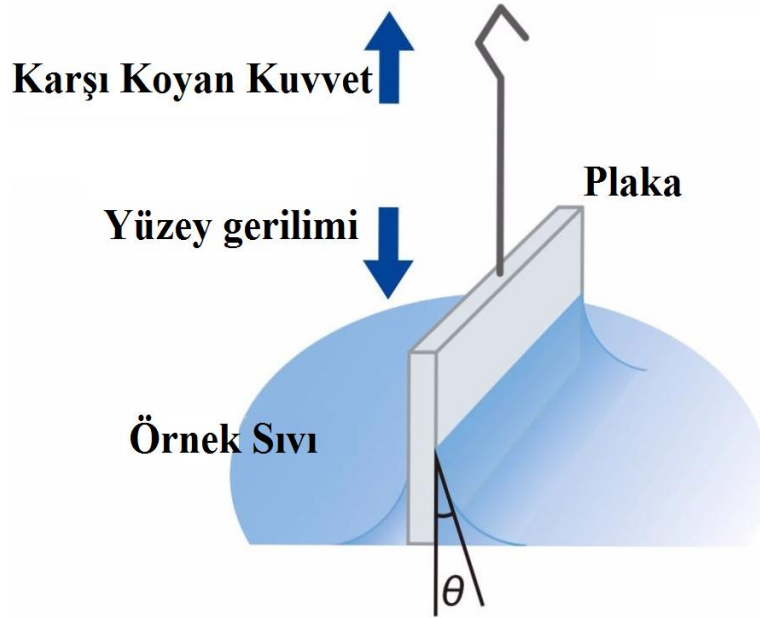
Şekil 2.9. Hava kabarcığı tutturma yöntemi (Captive bubble yöntemi) ile temas açısı ölçümü.

### 2.2.2.1.3. Wilhemy Plaka Yöntemi

Neuman tarafından geliştirilen bu yöntemde (Şekil 2.10) katı plaka, sıvı içerisine daldırılmaktadır. h yüksekliğine kadar sıvının yüzeyde yükselmesi gözlenerek aşağıdaki eşitlik yardımıyla temas açısı hesaplanmaktadır. Burada daldırma işlemi yüzey gerilimi ( $\gamma_s$ ) ve yoğunluğu ( $\delta$ ) bilinen bir sıvı kullanılarak yapılmaktadır (Eşitlik 2.5) (Karagüzel, 2005; Ku *et al* 1985; Büklü, 2006).

$$1 - \sin \theta = \frac{h^2 \rho g}{2\gamma_s} \quad (2.5)$$

Burada  $g$  yer çekimi kuvvetidir. Bu yöntem de ilk iki yöntemde olduğu gibi düzgün bir katı yüzeyi elde etmek gereklidir. Yöntem sıcaklığın fonksiyonu olarak temas açısı belirlemelerine de elverişlidir. Ayrıca, bu yöntemde düzgün yüzeyli katı plakanın yukarı aşağı hareket ettirilmesi ile aldığı pozisyonlardan faydalanılarak advance ve receding açıları belirlenmektedir. Wilhelmy plaka yöntemi ile hem sıvıların yüzey gerilimi bulunduğu gibi yüzeyi düzgün katıların temas açıları ölçülmektedir (Naumann and Tanner, 1970).



Şekil 2.10. Wilhelmy plaka yöntemi ile temas açısı belirleme (Anonim. 2).

## 2.2.2.2. Toz Numuneler Üzerinde Temas Açısı Ölçümü

### 2.2.2.2.1. Kapiler Yükselme Yöntemi

Düzgün yüzey elde edilmeyen ya da toz haldeki minarelerin toz halde temas açılarının bulunmasında kullanılan bu teknikler Wilhelmy plaka tekniğinde olduğu gibi mineral yatağının ısıtılması prensibine dayanmaktadır. Kapiler yükselme yönteminde, kapiler tüp içerisinde oluşturulan partikül yatak, yüzey gerilimi biline bir sıvı içine daldırılmaktadır. Yükselme mesafesi ( $l$ ), zamanın ( $t$ ) fonksiyonu olarak ölçülmektedir. Kapiler tüpün ortalama çapı  $R$  biliniyorsa, Washburn eşitliği kullanılarak temas açısı

hesaplanmaktadır (Şekil 2.11) (Bruil and Aartsen, 1974; Ku *et al* 1985; Büklü, 2006; Yıldırım, 2001; Karagüzel, 2005).

Bir sıvının bir boşluğa laminer olarak akışı ile ilgili bir oran belirlenmek istenirse;

$$v = \frac{dl}{dt} = R \frac{\Delta P}{8\eta l} \quad (2.6)$$

Burada,

R: Boşluğun dairesel çapını

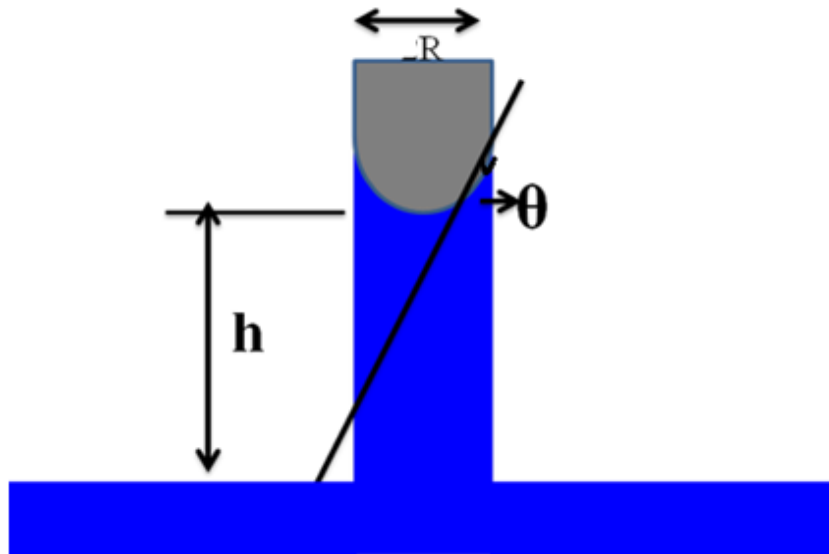
$\Delta P$ : Çevrilmiş ara yüzeydeki basınç farkını göstermektedir.

$$\Delta P = \frac{2\gamma_S \cos \theta}{R} + \Delta p \quad (2.7)$$

Eğer bu sıvının yüzey gerilimi  $\Delta p$  gibi dış bir basıncın etkisiyle hareketlenmişse yukarıdaki denklem geçerlidir. Bu denklem “Laplace denklemi” olarak bilinir.

Laplace ile  $v$  formülasyonu ile birleştiğinde integrali alınır.  $l=0, R=0$  sınır değerleri verilirse;

$$l^2 = \frac{r^2}{4\eta} \left\{ \frac{2\gamma_S \cos \theta}{R} + \Delta p \right\} \cdot t \quad (2.8)$$



Şekil 2.11. Kapiler yükselme yöntemi ile temas açısı belirleme.

#### 2.2.2.2. İnce Tabaka Fıtil Yöntemi

Düzensiz şekilli parçacıklardan oluşan (polidispers) bağları dağılmış süspansiyon halindeki parçacıkların temas açısının bulmak için ince tabaka fıtil (Thin layer wicking) yöntemi kullanılır. Bu teknikte öğütülmüş numuneleri mikroskobik cam yüzeyine süspansiyon halinde homojen bir şekilde yayılır ve lamel cam etüvde kurularak ölçüme hazır hale getirilir. Daha sonra lamel camı çeşitli polar ve apolar sıvılara dik olarak daldırılır. Sıvı parça boşlukları arasında ilerler ve ilerleme hızı Weahburn eşitliği kullanılarak hesaplanır (Eşitlik 2.9) (Constanzo *et al* 1995; Asmatülü, 2002; Yıldırım, 2001; Karagüzel, 2005).

$$m^2 = t \times \frac{\gamma_{wa} \delta^2 \cos \theta_c}{\mu} \times \frac{r S^2 \varepsilon^2}{2} \quad (2.9)$$

Bu eşitlikte;

S: Tüpün kesit alanı (mm<sup>2</sup>)

$\varepsilon$ : Parçacık boşluk dağılımı (mm)

$\delta$ : Sıvının yoğunluğu (gr/cm<sup>3</sup>)

R: Dairesel tüpün çapı (mm)

t: zaman

m: İlerleyen sıvının ağırlığı

#### 2.2.2.3. Isıl Daldırma Yöntemi

Bu teknikte, toz halindeki katının (pelet) sıvı (su, heptan vb.) içerisine daldırılması esnasında üretilen ısı ile temas açısı hesaplanmaktadır (Eşitlik 2.10). Bir kalorimetre kullanılarak tespit edilen daldırma entalpisi (H<sub>i</sub>) ile temas açısı arasındaki ilişki izah etmektedir. Bu yöntem düşük serbest yüzey enerjiliye (teflon, karbon kaplamalı yüzeyler vb) sahip katıların temas açılarının ölçülmesinde kullanılmaktadır (Yıldırım, 2001; Young *et al* 1954; Spagnolo *et al* 1995; Yan *et al* 2000).

$$\cos \theta = \frac{-0,07t - H_i}{\gamma_K} \quad (2.10)$$

Eşitlikte;

$H_i$ : Daldırma entalpisi

$t$ : Sıcaklık değeri

$\theta$ : Temas açısı değeri

### 2.2.3. Temas Açısı Ölçümlerinde Bazı Sınırlamalar

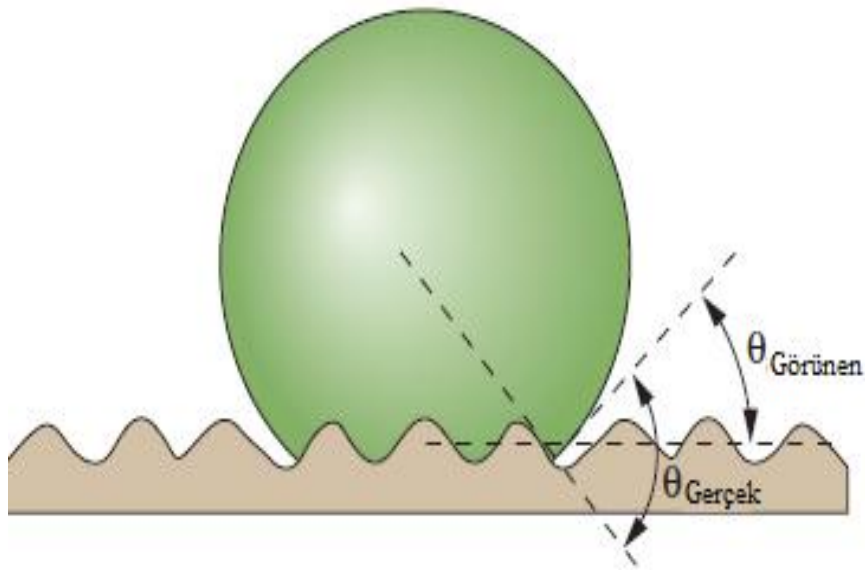
Temas açısının ölçümü yapılırken hassas davranılmalıdır. Çünkü ölçümler ortamdaki ya da malzemeden kolaylıkla etkilenmektedir. Temas açısı ölçümünde etkili olan faktörler (Yıldırım, 2001);

- Yüzey Pürüzlülüğü
- Kirlilik
- Damla Boyutu
- Moleküler Yönelim ve Deformasyon
- Sıvı Moleküllerin Geçişi

Bunlardan başka literatür bilgilerine göre ortam sıcaklığı, numunenin su içeriği, bağıl nem, mineralin yapısındaki organik madde miktarı, toz numunenin tane boyutu, yüzey heterojenliği, yapıdaki hidrofobik organik bileşikler ve yüzeydeki katyonik yapının varlığı gibi birçok faktör de temas açısı ölçümüne etki etmektedir (Yıldırım, 2001; Chibowski *et al* 1993; Malucelli *et al* 2007; Rogers *et al* 2005; Cuadrous, 1997; Kretschmar *et al* 1997; Giese *et al* 2002; Long *et al*.2005; Johson *et al* 1965; Drelich *et al* 1996; Eick and Neumann, 1975; Woche *et al* 2005; Chassin and Quiquampoix, 1986; Bachmann *et al* 2007; Dejonge *et al*., 1999; King, 1981; Breiner *et al* 2006 ).

### 2.2.3.1.Yüzey Pürüzlülüğü

Düzgün bir materyal yüzeyinin su ile yaptığı temas açısı  $90^\circ$  'den büyük ise bu yüzeyin pürüzlülüğü açiyı arttırır; eğer  $90^\circ$ 'den küçük ise yüzeyin pürüzlülüğü açiyı azaltır. Eğer damla boyutu yüzeyin pürüzlülüğünden daha küçükse temas açısı değeri yüzey pürüzlülüğünden etkilenmez (Şekil 2.12) (Wenzel,1936; Abdallah *et al* 2007; Yekeler *et al* 2004).



Şekil 2.12. Yüzey pürüzlülüğünün temas açısına etkisi.

### 2.2.3.2.Kirlilik

Ölçüm esnasında, numunenin yüzeyi yabancı maddelere maruz kalır. Temas açısı ölçümünden önce numune yüzeyinin temiz olması gerekmektedir. Numune hazırlanırken ya da ortamda bulunan tozların yüzeyde birikmesi ölçümü olumsuz yönde etkilemektedir.

### 2.2.3.3.Damla Boyutu

İlerleyen ve gerileyen temas açısı değerleri yapışan sıvı damla boyutu farklılıkları gösterir. Temas açısının, azalan damla boyutuyla azaldığı bulunmuştur (Büklü, 2006).

#### **2.2.3.4.Moleküler Yönelim ve Deformasyon**

Hidrojen bağı olan polar yapılarda histerisisin nedeni yüzeydeki sıvı fazındaki etkinin moleküler olarak tekrar yapılandırılmasından kaynaklanır. Bu yapıda, polimerin yüzey konfigürasyonu, çevreleyen ortamı değiştirir. Yüzey konfigürasyonu yüzey yapı değişimdeki tek faktör değildir. Polimer yüzeyindeki elektron alma ve verme yüzey özelliklerini değiştiren faktörlerden biridir.

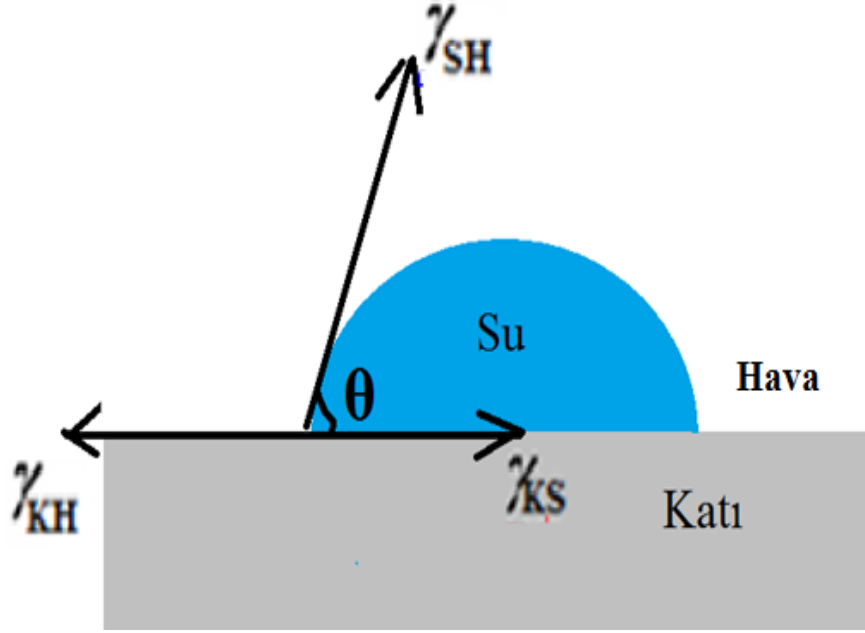
#### **2.2.3.5.Sıvı Moleküllerin Geçişi**

Moleküllerin iki şekilde geçiş yapması mümkündür. İlki polimer yüzeyine tutunan sıvı moleküllerinin geçişidir diğeri ise, sıvı moleküllerini buharlaştırarak gaz fazına difüze eden geçiştir. Aşırı buharlaşma damla boyutunu ve temas açısını azaltır.

#### **2.2.4. Serbest Yüzey Enerjisi Hesaplama Yöntemleri**

Katıların serbest yüzey enerjisi aynı zamanda katı maddeler için yüzey gerilimidir. Serbest yüzey enerjisi ara yüzeyler arasındaki etkileşimi oluşturan polar ve disperse bileşenlerin toplamı olarak tanımlanır. ve yüzey enerjisi doğrudan deneysel bir ölçümle belirlenmesi mümkün olmayıp ancak temas açısı verileri kullanılarak dolaylı yoldan bazı hesaplamalarla belirlenir. Temas açılarından elde edilen sonuçlar dört farklı yaklaşım ile değerlendirilmektedir. Bu yaklaşımlar; Zisman - kritik yüzey gerilimi, Fowkes – geometrik ortalama, Wu - harmonik ortalama ve Van Oss –asit baz yaklaşımlarıdır. (Cengiz, 2010; Shen *et al* 2000). Bu yaklaşımların temeli, katı yüzeyinin bir sıvı ile ıslatılmasını ifade eden Young eşitliğidir (Şekil 2.13).





**Şekil 2.13.** Katı – sıvı arayüzey etkileşimi.

$$\gamma_{SH} \cos \theta = \gamma_{KH} - \gamma_{KS} \quad (2.11)$$

Bu eşitlikte;

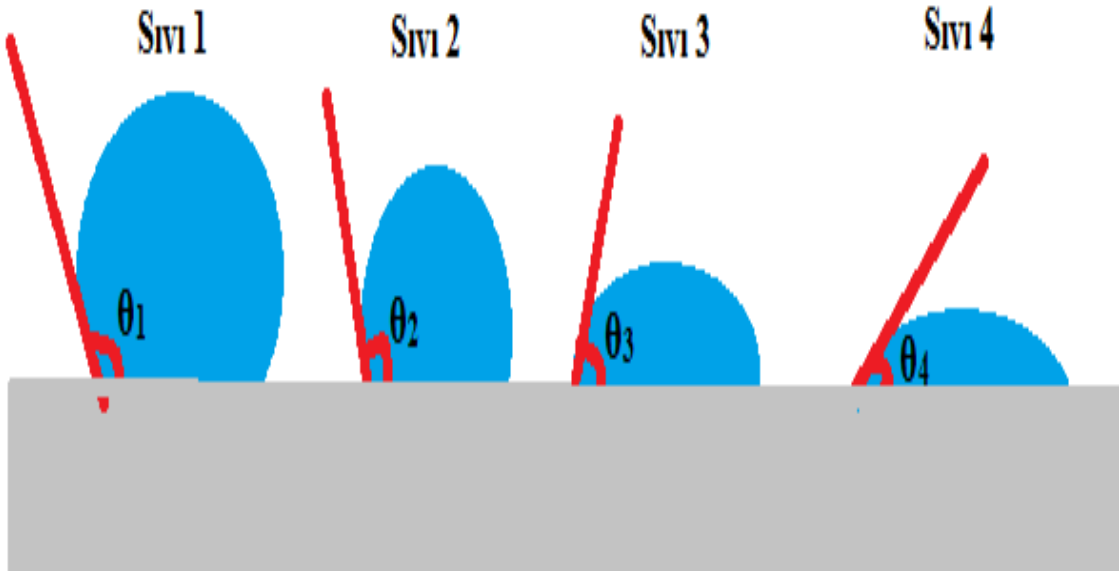
$\gamma_{SH}$ : Sıvının yüzey gerilimi ( $\text{mJ}/\text{m}^2$ )

$\gamma_{KS}$ : Katı – sıvı arayüzeyi arayüzey enerjisi ( $\text{mJ}/\text{m}^2$ )

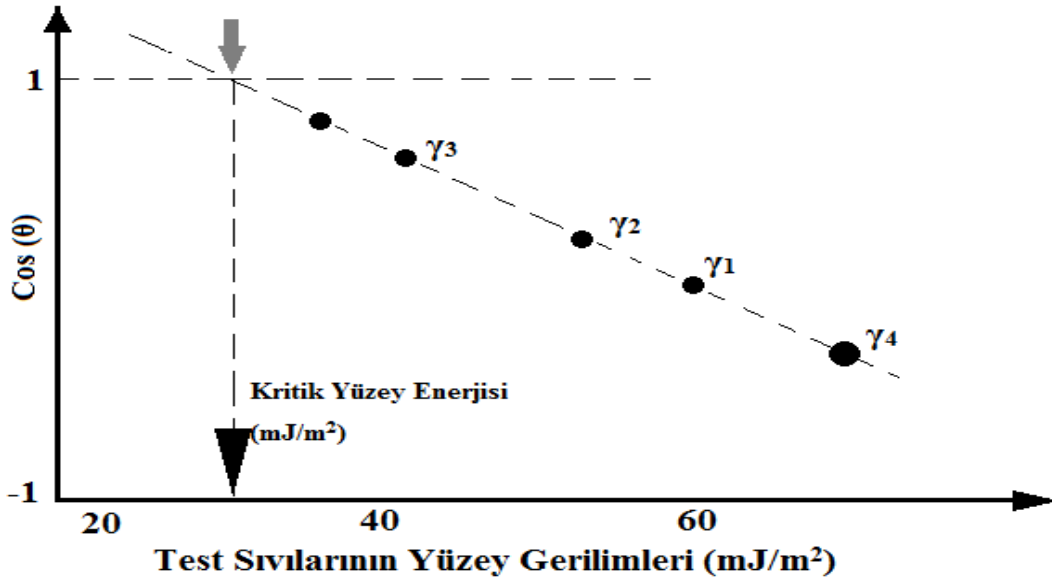
$\gamma_{KH}$ : Katı yüzeyinin enerjisi ( $\text{mJ}/\text{m}^2$ )

#### 2.2.4.1.Zisman Metodu

Zisman katıların yüzey gerilimlerini ampirik bir yaklaşımla kritik yüzey gerilimi ( $\gamma$ ) olarak hesaplanmıştır. Bu metotta, farklı sıvılar yardımıyla ( apolar sıvılar ) hesaplanan temas açısının ( $\theta_1$ ) kosinüsüne karşılık sıvıların yüzey gerilimi kullanılarak çizilen doğrunun eğiminden faydalanılarak, katının yüzey enerjisi hesap edilmektedir çizilen doğrudan  $\cos \theta_1$  değeri 1 olarak kabul edilir ve bu noktadan noktaya karşılık gelen yüzey enerjisi katının serbest yüzey enerjisi olarak hesaplanır (Şekil 2.14 ve Şekil 2.15) (Bayramoğlu *et al* 2004).



Şekil 2.14. Katı yüzeyinin farklı sıvılarla temas açısının ölçülmesi (Ersoy, 2013).



Şekil 2.15. Zisman yöntemine göre katıların yüzey serbest yüzey enerjilerinin hesaplanması.

$$\cos \theta = 1 - b(\gamma_s - \gamma_K) \quad (2.12)$$

Eşitlikle;

$\gamma_s$ : Sıvının yüzey gerilimi ( $\text{mJ}/\text{m}^2$ )

$\gamma_K$ : Katının yüzey enerjisi ( $\text{mJ}/\text{m}^2$ )

#### 2.2.4.2.Fowkes metodu

Fowkes tarafından önerilen geometrik ortalama yaklaşımında, katı yüzey enerjisi iki bileşen halinde incelenmiştir. Bu bileşenler, dispersive ( $\gamma^d$ ) ve polar ( $\gamma^p$ ) enerji bileşenleridir. Fowkes tarafından önerilen, katı yüzey enerjilerinin hesabında kullanılan aşağıdaki eşitlik, Young eşitliğinin türetilmiş şeklidir (Bayramoğlu *et al* 2004).

$$\gamma_S(1 + \cos \theta) = 2 \left[ \sqrt{\gamma_S^d \gamma_K^d} + \sqrt{\gamma_S^p \gamma_K^p} \right] \quad (2.13)$$

Owens ve Wenth'e göre, katı yüzey enerjisinin bileşenleri  $\sqrt{\gamma_S^p} / \sqrt{\gamma_S^d}$  karşılık  $\gamma_S(1 + \cos \theta) / \sqrt{\gamma_S^d}$  çizilerek belirlenir.  $\sqrt{\gamma_K^p}$  elde edilen doğrunun eğiminden bulunurken,  $\sqrt{\gamma_K^d}$  ise kesişme noktasından elde edilmektedir. Toplam yüzey enerjisi  $\gamma_K$  ise, bu iki kuvvet bileşeninin toplamından elde edilmektedir.

$$\gamma_K = \gamma_K^d + \gamma_K^p \quad (2.14)$$

Bu Eşitlikte;

$\gamma_K$  = Katının serbest yüzey enerjisi (mJ/m<sup>2</sup>)

$\gamma_S$  = Sıvının yüzey gerilimi (mJ/m<sup>2</sup>)

$\gamma_S^d$  = Sıvının disperse enerjisi (mJ/m<sup>2</sup>)

$\gamma_K^d$  = Katının disperse enerjisi (mJ/m<sup>2</sup>)

$\gamma_S^p$  = Sıvının polar enerjisi (mJ/m<sup>2</sup>)

$\gamma_K^p$  = Sıvının disperse enerjisi (mJ/m<sup>2</sup>)

#### 2.2.4.3.Wu Metodu

Wu tarafından geliştirilen metod, diğer metodlara benzer şekilde kullanılır. Ancak bu metotta polar ve dispersive enerji bileşenlerinin harmonik ortalaması alınmaktadır. Burada temas açısı, polar ve dispersive enerji değerleri bilinen iki farklı sıvı

yardımıyla bulunmaktadır. Elde edilen sonuçlardan faydalanılarak aşağıdaki eşitlik yardımıyla katı yüzeyinin enerji değeri tespit edilmektedir (Bayramoğlu *et al* 2004; Cengiz, 2010; Shen *et al* 2000).

$$\gamma_S(1 + \cos \theta) = 4 \left[ \frac{\gamma_S^d - \gamma_K^d}{\gamma_S^d + \gamma_K^d} + \frac{\gamma_S^p - \gamma_K^p}{\gamma_S^p + \gamma_K^p} \right] \quad (2.15)$$

Bu eşitlikte;

$\gamma_S$  = Sıvının yüzey gerilimi (mJ/m<sup>2</sup>)

$\gamma_S^d$  = Sıvının disperse enerjisi (mJ/m<sup>2</sup>)

$\gamma_K^d$  = Katının disperse enerjisi (mJ/m<sup>2</sup>)

$\gamma_S^p$  = Sıvının polar enerjisi (mJ/m<sup>2</sup>)

$\gamma_K^p$  = Katının polar enerjisi (mJ/m<sup>2</sup>)

$\theta$  = Temas açısı

#### 2.2.4.4. Van Oss Asit- Baz Metodu

Bu metotta, aşağıdaki teorik yaklaşımı verilen OCG eşitliğinden faydalanılarak, üç polar sıvı ile yapılan deneysel çalışmalardan elde edilen sonuçlar yardımıyla, katı yüzeyinin dispersive ve polar ( elektron alma ve verme ) bileşenleri hesaplanmaktadır (Van Oss, 1994; Yıldırım, 2001; Cengiz, 2010; Shen *et al* 2000). Fowkes eşitliği ile adhezyon, polar olmayan ( Van der Waals ) ve polar yada iyonik ( asit – baz ) katı sıvı etkileşimleri sırasında meydana gelen işlerin toplamı olarak ifade edilmiştir (Prakash, 2004; Karagüzel, 2005; Yıldırım, 2001). Bu eşitlik aşağıda verilmiştir.

$$W_\alpha = W_{ad}^d + W_{ad}^{nd} \quad (2.16)$$

Bu eşitlikte eğer  $W_{ad}^{nd} = 0$  ise bütün katılar hidrofobiktir. Yani, katı yüzeyinde su moleküllerinin tutunabileceği hiçbir serbest polar gurubu yoksa yüzey nötr dür.

Bir i malzemesi için yüzey serbest enerji bileşenleri şöyle yazılabilir;

$$\gamma = \gamma_i^{LW} + \gamma_i^{AB} \quad (2.17)$$

Burada  $\gamma_i^{LW}$  ve  $\gamma_i^{AB}$  serbest yüzey enerjisinin apolar ve polar ( asit- baz ) ifade eder.  $\gamma_i^{LW}$  ile Lifshitz, Van der Waals ( ya da LW) etkileşimleri, dispersion (London )

endükleyici ( induction ) (debye) ve yönelim (orientation ) (Keesom) birleşenlerini içermektedir. Polar etkileşimler ( $\gamma_i^{AB}$ ) ise, yüzeydeki Lewis asit (elektron alma ) ve baz (elektron verme) etkileşimleri olarak düşünülmektedir.

Katı sıvı arasındaki bir etkileşimden bahsederseniz;

$$\Delta G_{KS} = \Delta G_{KS}^{LW} + \Delta G_{KS}^{AB} \quad (2.18)$$

Fowkes LW bağları ile ilgili olarak;

$$\Delta G_{KS}^{LW} = -2\sqrt{\gamma_K^{LW} \cdot \gamma_S^{LW}} \quad (2.19)$$

Van Oss ise AB ile ilgili olarak,

$$\Delta G_{KS}^{AB} = -2\sqrt{\gamma_K^+ \gamma_S^-} - 2\sqrt{\gamma_K^- \gamma_S^+} \quad (2.20)$$

İfadelerini önermişlerdir. Eşitlik 2.19 ve 2.20, Eşitlik 2.18' de yerlerine yazılırsa;

$$\Delta G_{KS} = 2\sqrt{\gamma_K^{LW} \gamma_S^{LW}} - 2\sqrt{\gamma_K^+ \gamma_S^-} - 2\sqrt{\gamma_K^- \gamma_S^+} \quad (2.21)$$

İfadesi elde edilmektedir.

Sıvı içerisine batırılmış bir katı yüzeyine hava kabarcığı yaklaştırıldığında katı yüzeyi yeterince hidrofobik ise hava kabarcığı bir açı oluşturarak katı yüzeyine yapışacaktır; işte bu açı Young'a göre temas açısıdır.

Young bu ilişkiyi aşağıdaki eşitlikte izah etmiştir.

$$\gamma_S \cos \theta = \gamma_K - \gamma_{KS} \quad (2.22)$$

Bu eşitlikte;

$\gamma_S$ : Suyun yüzey gerilimi ( $\text{mJ}/\text{m}^2$ )

$\gamma_K$ : Katının yüzey gerilimi ( $\text{mJ}/\text{m}^2$ )

$\gamma_{KS}$ : Katı ile sıvı arasındaki ara yüzey ( $\text{mJ}/\text{m}^2$ ) gerilimidir.

$$\Delta G_{KS} = \gamma_{KS} - \gamma_K - \gamma_S \quad (2.23)$$

Eşitlik 2.21 ve 2.23 numaralı denklemler birbirine eşitlenirse;

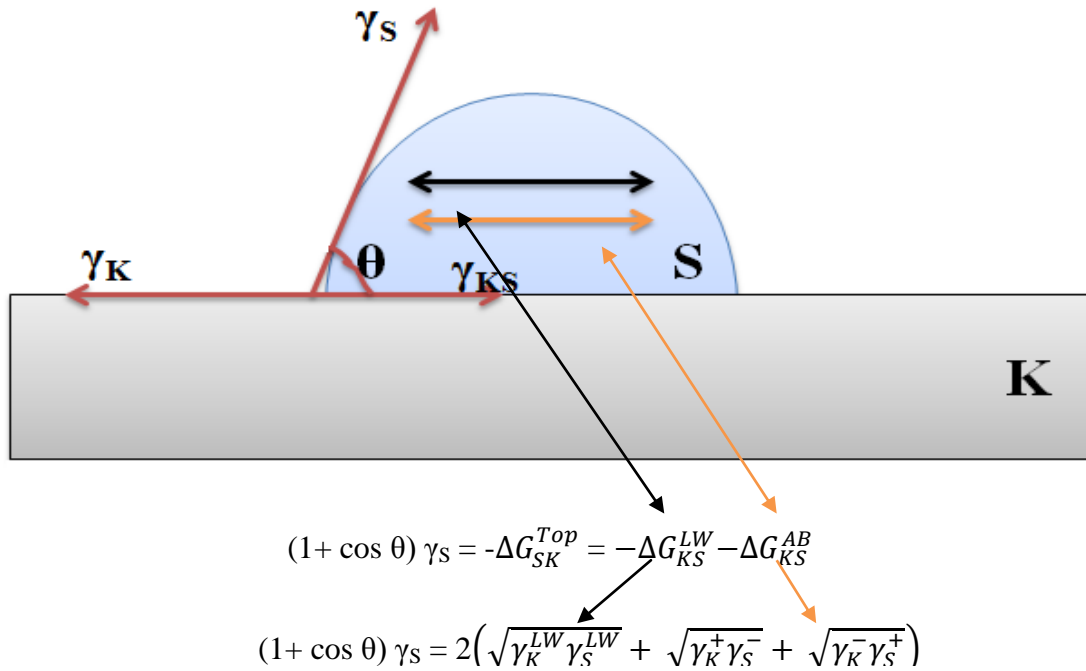
$$\Delta G_{KS} = \gamma_{KS} - \gamma_K - \gamma_S \quad (2.24)$$

Yukarıda Eşitlik 2.21 olarak verilmiş olan Young –Dupe Eşitliği elde edilmektedir.

Eşitlik 2.21 numaralı denklem Eşitlik 2.24 numaralı denklem ile birleştiğinde,

$$1 + \cos \theta \gamma_S = 2 \left( \sqrt{\gamma_K^{LW} \gamma_S^{LW}} - \sqrt{\gamma_K^- \gamma_S^+} - \sqrt{\gamma_S^- \gamma_K^+} \right) \quad (2.25)$$

Van Oss, Chaudry and Good (OCG) eşitliği Şekil 2.15’da şematik olarak ifade edilmektedir.



Şekil 2.16. 2.25 eşitliğinin şekil ile ifadesi (Van Oss, 1994).

OCG eşitliği, katı yüzey enerjisi bileşen değerlerinin hesaplanması için termodinamik bir yaklaşımdır. Yüzey enerjisi bileşenleri biline üç farklı sıvı yardımıyla, katının serbest yüzey enerjisi hesaplanır. Apolar bir sıvıyı numune ile etkileştirdiğimizde orada bir asit baz etkileşimi olmadığından 2.22 numaralı denklem kısılır ve  $\gamma_S^+$  ve  $\gamma_S^-$  sıfıra eşitlenir. Böylece denklem, bilinmeyenlerden biri olan  $\gamma_K^{LW}$  'yi hesaplamak için aşağıdaki şekle dönüşür.

$$(1 + \cos \theta)\gamma_S = 2\sqrt{\gamma_K^{LW}\gamma_S^{LW}} \quad (2.26)$$

Bu eşitlikte, deneyle kullanılacak olan apolar sıvıların  $\gamma_S$  ve  $\gamma_S^{LW}$  değerleri bilindiğinden bilinmeyenlerden biri olan  $\gamma_K^{LW}$  bulunmuş olur.

Yine Eşitlik 2.27 numaralı denklemde bilinmeyen  $\gamma_K^+$  ve  $\gamma_K^-$  'yi hesaplamak için iki farklı denkleme ihtiyaç vardır. İki farklı apolar sıvı ile yapılan deney sonuçlarına göre oluşturulan bu denklemler yardımıyla tüm bilinmeyenler kolayca hesaplanabilmektedir. Bilinmeyen bu üç değer yine Eşitlik 2.25 numaralı eşitlikte yerine koyulduğunda  $\theta$  temas açısı hesaplanmaktadır.

Eğer bir katının  $\gamma_K^+$  ve  $\gamma_K^-$  'si biliniyorsa  $\gamma_K$  aşağıdaki eşitlik yardımıyla bulunabilir.

$$\gamma_K = \gamma_K^{LW} + 2\sqrt{\gamma_K^+\gamma_K^-} \quad (2.27)$$

Böylece herhangi bir katı yüzeyi için serbest yüzey enerjisi bu yöntemle hesaplanabilir.

**Çizelge 2.8.** Yüzey serbest enerjisi hesaplama yöntemlerinin karşılaştırılması (Anonim, 1).

Metot	Sağladığı özellikler	Uygulama Alanları
<b>Kritik yüzey enerjisi (Zisman veya Fox-Zisman Metodu)</b>	Maksimum yüzey gerilimi bir sıvı tam ıslanmayı sağlayabilir	Islanabilirlik kriteri olarak kullanılır; katılar yüksek kritik yüzey enerjisine sahipken çoğu sıvı tarafından kolayca ıslanabilir.
<b>Geometrik orta (Fowkes, geliştirilmiş Fowkes, Owens ve Wendt veya OWRK metodu)</b>	Toplam yüzey enerjisi ve yüzey enerjisi bileşenleri geometrik orta denklemi kullanılarak türetilir ( $\gamma_{SK} = \gamma_S + \gamma_K - 2\sqrt{\gamma_S^d \gamma_K^d} - 2\sqrt{\gamma_S^p \gamma_K^p}$ )	Polar olmayan ve plastikler, kauçuk, polimer film, kâğıt vb. gibi orta derecede polar alt katmanların karakterizasyonu için uygundur. Hidrojen bağı, kulomb, verici-alıcı ve diğer spesifik etkileşimler aynı biçimde eklenebilir.
<b>Van Oss-Good (asit-baz metodu)</b>	Toplam yüzey enerjisi, onun dağıtıcı ve polar bileşenleri, hem de adezyon parametreleri denklem $;\gamma_S(1 + \cos \theta) = 2 \left[ \sqrt{\gamma_S^d \gamma_K^d} + \sqrt{\gamma_S^{asit} \gamma_K^{baz}} + \sqrt{\gamma_S^{baz} \gamma_K^{asit}} \right]$ kullanılarak elde edilir.	Yukarıdaki metodun bir modifikasyonu polar substratların karakterizasyonu için daha uygundur, örneğin; poliakrilamidler, proteinler, mineral yüzeyleri ve aminler, karboksilik asit, su vb. gibi oldukça yüksek polarlıktaki test sıvılarıyla asit-baz etkileşimlerinde bağlanmış olanlar



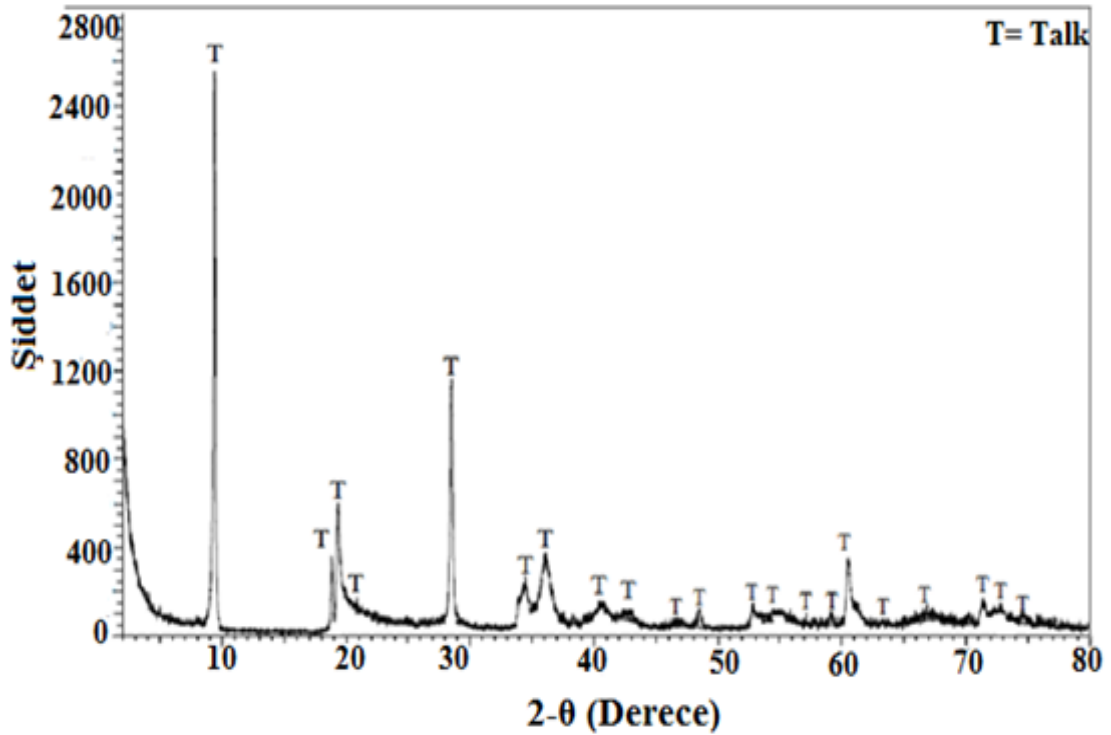
### Çizelgenin Devamı

<p><b>Harmonik orta (Wu metodu)</b></p>	<p>Toplam yüzey enerjisi ve yüzey enerjisi bileşenleri harmonik orta denklemi <math>(\gamma_{SK} = \gamma_S + \gamma_K - \frac{4\gamma_S^d \gamma_K^d}{\gamma_S^d + \gamma_K^d} - \frac{4\gamma_S^p \gamma_K^p}{\gamma_S^p + \gamma_K^p})</math> kullanılarak çıkarılır.</p>	<p>Yukarıdaki ile aynı. Teorik bakış açısından, geometrik orta formülü <math>(\gamma_{SK} = \gamma_S + \gamma_K - 2\sqrt{\gamma_S^d \gamma_K^d} - 2\sqrt{\gamma_S^p \gamma_K^p})</math> daha doğrudur.</p>
<p><b>Li-Neumann (durum denklemleri metodu)</b></p>	<p>Toplam yüzey enerjisi denklem <math>(\gamma_{SK} = \gamma_S + \gamma_K - 2\sqrt{\gamma_S \gamma_K} \exp[-0.0001247(\gamma_S - \gamma_K)x(\gamma_S - \gamma_K)])</math> formundaki durum denklemleri kullanılarak çıkarılır</p>	<p>Plastikler, kauçuk, polimer film, kağıt vb. gibi polar olmayan ve orta derecede polar olan substratların karakterizasyonu için uygundur. Substrat ve test sıvısının polaritesi belirgin bir şekilde farklı ise tercih edilmesi gerekmektedir.</p>
<p><b>Schultz</b></p>	<p>Toplam yüzey enerjisi ve yüzey enerjisi bileşenleri herhangi uygun durum denklemleri kullanılarak çıkarılır; örneğin denklem <math>(\gamma_{SK} = \gamma_S + \gamma_K - 2\sqrt{\gamma_S^d \gamma_K^d} - 2\sqrt{\gamma_S^p \gamma_K^p})</math> veya <math>(\gamma_{SK} = \gamma_S + \gamma_K - 2\sqrt{\gamma_S \gamma_K} \exp[-0.0001247(\gamma_S - \gamma_K)x(\gamma_S - \gamma_K)])</math></p>	<p>Geleneksel yöntemlerde genel test sıvıları ile temas açısı ölçülemeyen, seramikler, metaller ve metal oksitler, kimyasal olarak aşılı protein filmler vb. gibi yüksek enerjili substratların karakterizasyonunda uygundur.</p>

### 3. MATERYAL ve METOT

#### 3.1. Materyal

Deneysel çalışmalarda kullanılan talk numunesi Ulusoy madenciliğe ait olan Sivas iline 53 km mesafedeki talk ocağından tüvenan olarak alınmıştır. Alınan talk numunesi Afyon Kocatepe Üniversitesinde bulunan Teknolojik Uygulama ve Araştırma merkezinde bulunan Yüzey kimyası laboratuvarında cevher hazırlama (Boyut küçültme) işlemlerine tabi tutularak öğütme deneylerine uygun boyuta getirilmiştir. -1 mm boyutuna getirilen talk numunesi Tüvenan olarak kabul edilmiş olup öğütme işlemine tabii tutulmuştur. Tüvenan numunenin mineralojik (XRD) analizi şekil 3.1’de verilmiştir. Numune %99 saflıkta olup kimyasal (XRF) analizi ile uyum sağlamaktadır (Çizelge 3.1).



Şekil 3.1. Talk Numunesinin Mineralojik (XRD) analizi (Talk:  $Mg_3Si_4O_{10}(OH)_2$ ).

**Çizelge 3.1.** Tüvenan talk numunesine ait kimyasal (XRF) analizi.

<b>Bileşim</b>	<b>SiO<sub>2</sub></b>	<b>MgO</b>	<b>Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub></b>	<b>Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub></b>	<b>CaO</b>	<b>NiO</b>	<b>CuO</b>	<b>K<sub>2</sub>O</b>	<b>K.K.</b>
<b>Miktar</b>	59,31	33,15	0,43	0,05	0,05	0,04	0,03	100	6,92
<b>(%)</b>								PPM	

K.K.: Kızdırma Kaybı (Ateş Zaiyatı)

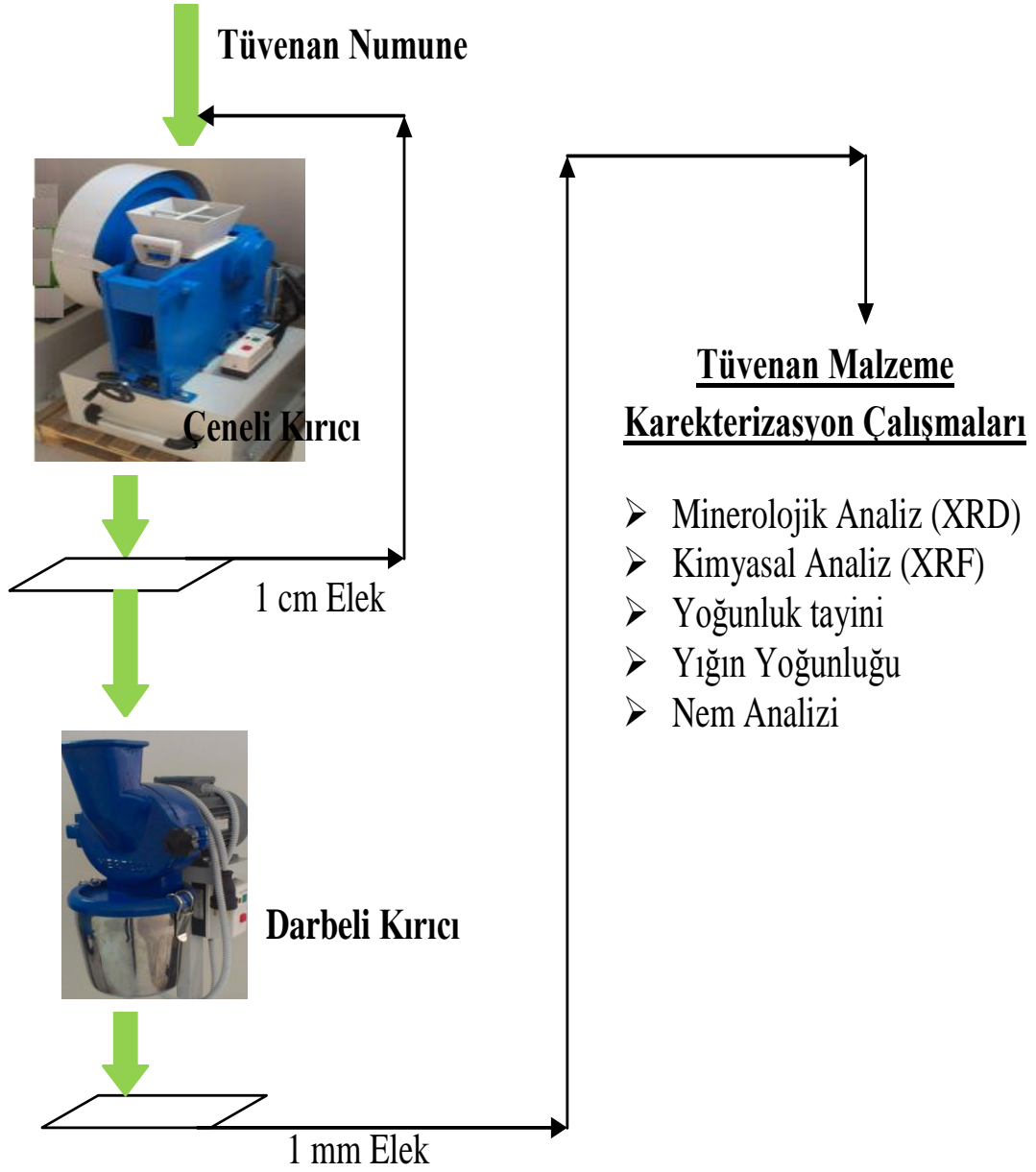
PPM: Milyonda bir.

### **3.2. Metot**

Deneysel çalışmalar iki aşamada gerçekleştirilmiştir. İlk aşamayı cevher hazırlama (Boyut küçültme), ikinci aşama ise öğütme ve sonrasında temas açısı ölçümleri ile serbest yüzey enerjilerinin hesaplanması oluşturmaktadır.

#### **Birinci aşama;**

Ocaktan ham alınan talk numunesi öncelikle laboratuvar ölçekli çeneli kırıcıda 1 cm boyutuna indirilmiştir. -1 cm boyutundaki talk numunesi darbeli kırıcıda -1 mm boyutuna indirilerek, öğütme işlemine hazır hale getirilmiştir (Şekil 3.2). -1 mm boyutundaki talk numunesi tüvenan numune olarak kabul edilerek karakterizasyon (XRD, XRF, Gerçek yoğunluk tayini, Yığın Yoğunluğu ve Nem analizi) çalışmaları yapılmıştır.



**Şekil 3.2.** Cevher hazırlama (Boyut Küçültme) işleminin akım şeması.

### 3.2.1. Çeneli Kırıcı

Laboratuvara getirilen yaklaşık 20 kg laboratuvar tipi çeneli kırıcı (Şekil 3.3) kullanılarak 1 cm boyutunun altına indirilerek bıçaklı öğütücüye beslemek için uygun boyuta getirilmiştir.



**Şekil 3.3.** Laboratuvar ölçekli çeneli kırıcı.

### **3.2.2. Darbeli Kırıcı**

Çeneli kırıcıdan alınan ürün öğütme boyutuna getirmek için ikinci kırma işlemine tabii tutulmuştur. İkinci kırma işleminde laboratuvar tipi darbeli kırıcı (Şekil 3.4) kullanılmıştır. Darbeli kırıcıya -1 cm boyutunda Bu aşamada ürün değirmen besleme boyutunu indirilmiştir (-1 mm).



**Şekil 3.4.** Darbeli kırıcı.

### 3.2.3. Kimyasal (XRF) Analiz

Analizler Bruker S8 Tiger marka model XRF cihazında yapılmıştır (Şekil 3.5). Tüvenan talk numunesi halkalı öğütücüde -100 µm boyutuna getirilerek kimyasal analiz için hazır hale getirilmiştir. Daha sonra talk numunesi; 7.5 gr (LiBO<sub>4</sub>+LiB<sub>4</sub>O<sub>7</sub> mix) madde ile 1.5 gr numune bir agat havanda homojen hale gelene kadar hafifçe ezilerek karıştırıldı. Fusion (Eritiş) yöntemi ile cam pelet haline getirildi. Kimyasal analiz best detection method (17 dak. süren) ile yapıldı. Tüvenan numunedeki uçucu madde miktarının belirlenmesi için ateş zayıatı deneyi yapılmıştır. Ateş zayıatı, TS EN 1744 – 1 Madde 17'ye uygun olarak bir oksitleyici atmosferde (hava) tayin edilmektedir. Havada (975±25)°C'de yakılarak, karbondioksit ve kurutma sırasında buharlaşmayan su, uçucu elementler gibi uzaklaştırılırlar. Talk numunelerinin ateş Eşitlik 3.1'de hesaplanmıştır.

$$\text{Ateş Zayıatı (\%)} = (m_1 - m_2) / m_1 * 100 \quad (3.1)$$

m<sub>1</sub>: Deneş numunesi parçasının kütlesi (g)

m<sub>2</sub>: Yakılmış deneş numunesi parçasının kütlesi (g)



Şekil 3.5. Kimyasal (XRF) analiz cihazı.

### 3.2.4. Yoğunluk Tayini

Tesisten alınan sönmüş kirecin yoğunluk tayini 100 ml'lik piknometrede (Şekil 3.6). gerçekleştirilmiştir.



Şekil 3.6. Piknometre.

Numune, yoğunluk analizine uygun hale getirmek için halkalı değirmende 100  $\mu\text{m}$ 'nin altına öğütülmüş ve her bir ölçüm için numuneden yaklaşık 50 gr numune alınmıştır. Yapılan dört ölçümün ortalaması alınarak gerçekleştirilen yoğunluk tayini deneylerinde aşağıda verilen prosedür uygulanmıştır (Sabah ve Cengiz, 2007);

- Öğütülmüş numuneden 24 saat süreyle etüvde kurutulur ve 15-20 dakika süreyle desikatörde kurumaya bırakılır.
- Piknometre temizlenir ve 105<sup>0</sup>C'de etüvde kurutulur.
- Kurutulmuş olan piknometre desikatörde soğutulduktan sonra tartılarak ağırlığı tespit edilir ( $G_{ps}$ ).
- Piknometre ve saf su analitik dengenin sağlaması için deneyden önce birkaç saat aynı ortamda bekletilir.
- Piknometre tamamen su ile doldurulur. Su içinde oluşabilecek hava kabarcıkları piknometrenin sallanması yoluyla giderilmesi sağlanır. Kapiler başlığı dikkatlice kapatılır. Bu başlığın kapatılması esnasında taşan su

nedeniyle piknometrenin etrafı iyice kurulandıktan sonra sulu ağırlığı tespit edilir ( $G_{ps}$ ).

- Piknometrenin içine konan saf suyun ağırlığı, piknometrenin sulu ağırlığından ( $G_{ps}$ ) kuru ağırlığının ( $G_p$ ) çıkarılması ile tespit edilir. Saf suyun yoğunluğu sıcaklıkla birlikte değiştiğinden Çizelge 3.2'deki veriler esas alınarak piknometrenin hacmi, eşitlik 3.2 kullanılarak hesaplanır.

$$\text{Piknometrenin hacmi } (V_p) = \frac{\text{Saf suyun ağırlığı (gr)}}{\text{Saf suyun yoğunluğu } (\frac{\text{gr}}{\text{cm}^3})} \quad (3.2)$$

- Su boşaltılır ve piknometre etüvde aynı sıcaklıkta kurutulduktan sonra içine yeterli miktarda (25-30 gr) numune (piknometrenin hacminin 1/8'i) saat camında tartılarak ( $G_N$ ) konur. Piknometrenin numune ile ağırlığı tespit edilir ( $G_{NP}$ ).
- İçine numune bulunan piknometre tamamen saf su ile doldurulur ve piknometre aralıklı olarak çalkalanarak taneler arasında kalan hava kaparcıklarının çıkması sağlanır. Kapiler başlığı dikkatlice kapatılır. Bu başlığın kapatılması esnasında taşan su nedeniyle piknometrenin etrafı iyice kurulandıktan sonra ağırlığı tespit edilir ( $G_{NPS}$ ).

**Çizelge 3.2.** Saf suyun sıcaklığa bağlı yoğunluk değerleri.

Sıcaklık ( $^{\circ}\text{C}$ )	Yoğunluk ( $\text{gr}/\text{cm}^3$ )
20	0,998234
21	0,998022
22	0,997801
23	0,997569
24	0,997327
25	0,997075
26	0,996814

Yukarıda adı geçen ağırlıklar belirlendikten sonra, eşitlik 3.3 kullanılarak katı malzemenin yoğunluğu hesaplanır;



$$\rho_N \left( \frac{\text{gr}}{\text{cm}^3} \right) = \frac{G_N}{V_P(\text{cm}^3) - \frac{G_{NPS} - G_P - G_N}{\rho_{H_2O} \left( \frac{\text{gr}}{\text{cm}^3} \right)}} \quad (3.3)$$

Burada:

$\rho_N$  : Numune yoğunluğu ( $\text{gr}/\text{cm}^3$ )

$\rho_{H_2O}$  : Saf suyun yoğunluğu ( $\text{gr}/\text{cm}^3$ )

$G_N$  : Numunenin ağırlığı (gr)

$G_P$  : Piknometrenin ağırlığı (gr)

$G_{NP}$  : Piknometre + Numune ağırlığı (gr)

$G_{NPS}$  : Piknometre + Su + Numune ağırlığı (gr)

$V_P$  : Piknometre hacmi ( $\text{cm}^3$ )

Yoğunluk tayini yapılırken gerekli tartımlar için Precisa XR 405 A marka dijital terazi kullanılmıştır (Şekil 3.7).



Şekil 3.7. Hassas terazi.

Piknometrede ölçülen yoğunluk değerini teyit için yoğunluk tayini bu kez Quantachrome Ultrapycnometer 1000 model helyum piknometre cihazında tekrarlanmıştır (Şekil 3.8).



Şekil 3.8. Helyum piknometresi.

### 3.2.5. Nem Tayini

İri ve ince kırma işleminden sonra elde edilen numunesinin nem oranı Denver IR-30 marka (Şekil 3.9) nem tayin cihazında ölçülmüştür. Öğütme işlemine tabi tutulan tüvenan talk numunesinin nemi %1,08'dir



Şekil 3.9. Denver IR-30 nem tayin cihazı.

### 3.2.6. Yığın Yoğunluğunun Tayini

Cevher hazırlamada, malzemelerin depolanması, paketlenmesi ve taşınması gibi teknik veya ticari birçok nedenden dolayı yığın miktarının hesaplanması önemli bir konudur. Ayrıca öğütme işleminde değirmen şarjında malzeme miktarının belirlenmesinde yığın yoğunluğunun bilinmesi gerekmektedir. Orijinal numunenin yığın yoğunlukları TS 32 EN 459-2 standartlarına göre belirlenmiştir (Şekil 3.10). Ölçüm işleminde -1 mm boyutundaki tüvenan talk numunenin yığın yoğunluğu  $0,76 \text{ gr/cm}^3$  olarak belirlenmiştir. Daha önce yapılan çalışmalar ve sektör incelendiğinde bulunan yığın yoğunluğunun diğer çalışmalarla uyum içinde olduğu görülmektedir (Anonim 3, Ulusoy *et al* 2004).



Şekil 3.10. Yığın yoğunluğu ölçüm cihazı.

#### **İkinci Aşama:**

Darbeli kırıcıdan alınan -1 mm boyutundaki talk numunesi SIEBTECHNIK GSM 06 marka model titreşimli bilyalı değirmende öğütülerek yüzey özellikleri belirlenmiştir. Farklı zamanlarda yapılan öğütme işlemi sonucunda elde edilen ürünlere önce karakterizasyon ölçümleri yapılmıştır (tane boyutu, zeta potansiyeli, BET, beyazlık, Sem görüntüleri ve yağ absorpsiyonu). Daha sonra tüvenan numunelerin ve öğütme işlemi sonrası elde edilen ürünlerin temas açıları Attension Theta lite marka model cihazda ölçülmüş ve daha sonra yüzey enerjileri hesaplanmıştır (Şekil 3.11).



**-1 mm Tüvenan Numune**



**Titreşimli Bilyalı Değirmen**



**Hidrolik Preste Peletlerin Basılması**



**Temas Açısı Ölçüm Cihazı**



**Zeta Potansiyeli  
Ölçüm Cihazı**

**Lazer  
Boyut  
Tane Ölçüm  
Cihazı**



**Özgül Yüze  
Alanı Cihazı**



**Beyazlık  
Ölçüm Cihazı**

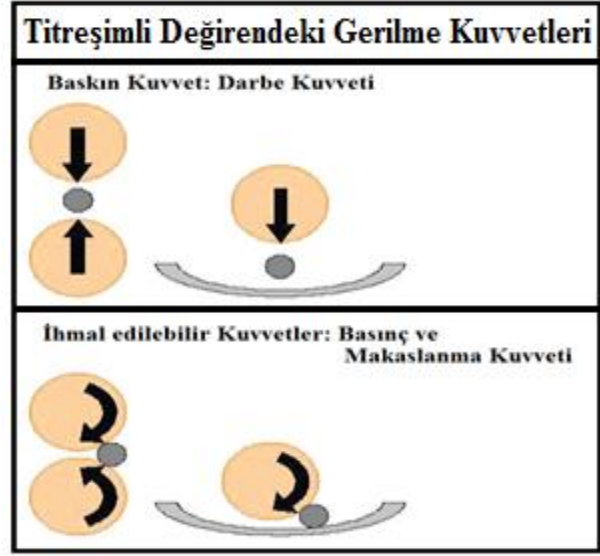
**Şekil 3.11.** Öğütme sonrasında tablet numuneler üzerinde temas açısı ölçümü ve toz numuneler ile yapılan diğer testler.

### 3.2.7. Öğütme Deneyleri

1 mm'nin altındaki numunenin öğütme deneyleri farklı zamanlar kullanılarak SIEBTECHNIK GSM 06 (Şekil 3.13) marka model titreşimli değirmende yapılmıştır. Titreşimli değirmende yapılan öğütme işleminde kullanılan öğütücü ortama göre darbe, sürtünme ve ezme kuvvetleri etkili olmaktadır (Şekil 3.12). Titreşimli değirmende kullanılan ortamın geometrik yapısına bağlı olarak kuvvetler farklılık göstermektedir. Ortam olarak bilya kullanıldığında dakik darbe enerjisi etkili olurken, ortam olarak çubuk kullanıldığında ise lineer darbe enerjisi etkili olmaktadır. Ancak öğütücü ortam küçük silindirik (Cylpebs) ortam kullanıldığında doğrusal ve laminar sürtünme kuvvetleri etkili olmaktadır (Andres and Haude, 2010). Öğütme işleminde bilya şarjı, malzeme şarjı yoğunluğu ve titreşim genliği sabit tutularak sadece öğütme süreleri değiştirilmiştir. Öğütme işleminde metal kirlenmesinin oluşmaması için seramik bilyalar kullanılmıştır. Deneysel çalışmada kullanılan titreşimli bilyalı değirmenin makina, ortam ve malzeme özellikleri Çizelge 3.3'de verilmiştir.

**Çizelge 3.3.** Titreşimli bilyalı değirmenin makina, ortam ve malzeme özellikleri.

Özellikler			
Değirmen	Hazne hacmi (cm <sup>3</sup> )	500	
	Titreşim Genliği (mm)	0-6	
	Titreşim Yoğunluğu (rpm)	1500	
	Öğütme Süresi (Dak.)	5-150	
Ortam	Biya boyutu (mm)	13-14	
	Bilya Yoğunluğu (gr/cm <sup>3</sup> )	2,47	
	Bilya Şarjı (%)	80	
Malzeme	Özgül Ağırlık (gr/cm <sup>3</sup> )	2,8	
	Yığın Yoğunluğu (gr/cm <sup>3</sup> )	0,76	
	Şarj miktarı (%)	20	
	Şarj Miktarı (gr)	152,16	
	Boyut	d <sub>10</sub> (µm)	10,81
		d <sub>50</sub> (µm)	606,29
		d <sub>90</sub> (µm)	908,69
d <sub>97</sub> (µm)		999,1	



Şekil 3.12. Titreşimli değirmende öğütme işleminde etkili olan kuvvetler.



Şekil 3.13. Laboratuvar ölçekli titreşimli değirmen öğütme ünitesi.



### 3.2.8. Tane Boyut Analizi

Kırma işleminden sonra elde edilen talk numunesi ve öğütme işlemleri sonucunda elde edilen öğütülmüş malzemelerin tane boyutu, Malvern Mastersizer 2000 marka lazer tane boyut ölçüm cihazında (Şekil 3.14) belirlenmiştir. Bu cihazda 0,02 - 2000  $\mu\text{m}$  boyutundaki ürünlerin tane boyutu %1 standart sapma ile ölçüm yapılması mümkündür. Ölçüme başlanmadan tüvenan ve öğütülmüş ürünlerden homojen numune alınmıştır. Numune alınırken Jones Riffle numune bölücü kullanılmıştır. Ürünlerden alınan numuneler kullanılarak %5 katı oranına sahip süspansiyonlar manyetik karıştırıcı kullanılarak 20 dak. dispersiyon işlemi uygulanmıştır, karışımlar oluşturulurken herhangi bir dispersiyon ajanı kullanılmamıştır. 20 dak. karıştırıldıktan sonra mikro pipet vasıtasıyla alınan numuneler cihazın dispersiyon ünitesine eklenmiştir. Ürün bu üniteye 5 dak. 1000 rpm de karıştırıldıktan sonra ölçüm yapılmıştır. Ölçümler yapılırken 5 ölçümün ortalaması alınmıştır. Cihazın dispersiyon ünitesinde ürünlerin karıştırılma aşamasında ürüne herhangi bir etkide bulunulmamıştır (Dispersiyon ajan ilavesi ve Ultrasonik etki).



Şekil 3.14. Malvern Mastersizer 2000 tane boyut dağılımı ölçüm cihazı.

### 3.2.9. Yüzey Alanı ve Porozite Ölçümü

Orijinal numune ve öğütme ürünlerinin yüzey alanı Quantachrome Nova 2200 (Şekil 3.15) ile belirlenmiştir. Cihaz monosorb olup, azot gazı adsorpsiyonu prensibine göre ölçüm yapmaktadır. Cihaz aynı zamanda Porozite ölçümü de yapmaktadır.



Şekil 3.15. Yüzey alanı ölçüm cihazı.

### 3.2.10. Beyazlık Ölçümü

Orijinal ve optimum öğütme ürününün beyazlık ölçümleri Datacolor Elrepho cihazında (Şekil 3.16) gerçekleştirilmiştir.





Şekil 3.16. Elrepho beyazlık ölçüm cihazı.

### 3.2.11. Zeta Potansiyeli

MALVERN Nano-Z marka model (Şekil 3.17) zeta potansiyeli ölçüm cihazı kullanılarak yapılmıştır. Cihaz zeta potansiyeli ölçümlerini “laser doppler velocimeter” metodunu kullanarak yapmaktadır. Cihaz 633 nm dalgaboyunda çalışan dahili bir He-Ne lazer kaynağına sahiptir. Cihazın mobilite ölçüm aralığı  $\pm 10 \mu\text{cm}/\text{Vs}$  arasındadır. Cihazın iletkenlik ölçüm aralığı 0-200 mS/cm arasındadır. Cihazın numune kompartmanının sıcaklığı  $2^\circ\text{-}90^\circ$  arasında veya daha geniş bir aralıkta cihazın software programı tarafından ayarlanabilmekte ve izlenebilmektedir. Lazer kaynağının gücü otomatik olarak cihaz tarafından kontrol edilmektedir. Cihaz avalanche tipinde yüksek hassasiyetli bir foto-diyot dedektöre sahiptir.

Ölçüme başlanmadan tüvenan ve öğütülmüş ürünlerden homojen numune alınmıştır. Numune alınırken Jones Riffle numune bölücü kullanılmıştır. Ürünlerden alınan numuneler kullanılarak %10 katı oranına sahip süspansiyonlar manyetik karıştırıcı kullanılarak 30 dak. karıştırılmıştır, karışımlar oluşturulurken herhangi bir dispersiyon ajanı veya pH ayarlayıcı kullanılmamıştır. 30 dak. karıştırıldıktan sonra süspansiyonun pH ve iletkenlik ölçümü yapıldıktan sonra, süspansiyonların tamamı 200 ml santrifüj tüplerine alınarak 4000 rpm’de 10 dak santrifüj işlemine tabii tutulmuştur. Santrifüj işlemi sonrasında tüplerden alınan sıvı kısım zeta potansiyeli ölçüm seline alınarak  $25^\circ\text{C}$ ’de ölçüm yapılmıştır. Her bir numune için aynı işlem yapılmıştır.



**Şekil 3.17.** MALVERN marka Nano-Z model zeta potansiyeli ölçüm cihazı.

### **3.2.12. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM)**

Öğütme işlemi sonrasında talk numunelerindeki ufalanma mekanizmasını izah edebilmek ve tanelerin morfolojik değişimlerini görmek için taramalı elektron mikroskobunda (LEO 1430 VP model) SEM fotoğrafları çekildi. SEM analizinden önce, karbon bant üzerine yapıştırılan toz numuneler, karbon ile yaklaşık olarak 2-3 nm kalınlığında kaplandı. SEM cihazı W (Tungsten) filament ile çalışmaktadır (Şekil 3.18).



**Şekil 3.18.** Taramalı elektron mikroskobu (SEM).

### 3.2.13. Yağ Absorbsiyonu Test Yöntemi

Numunelerden temiz ve kuru cam plaka üzerine 1 gr alınır. Büret vasıtasıyla keten yağı damlatmak ve spatülle ezilerek karıştırmak suretiyle önce katı macun yapılır. Sonra keten yağı, damla damla katılarak inceltir. Bu işlem macun, cam plaka üzerine spatül ile ince bir film halinde sürüldüğünde, çatlama veya yer yer kabarmalar göstermeyinceye kadar devam edilmelidir. Büretten okunan değer cc (ml) olarak harcanan yağ miktarıdır. (DIN 531999, DIN/ISO 787-5). Yağ absorpsiyonu değeri Eşitlik 3.4'te kullanılarak hesaplanır.

$$d = \frac{m}{v} \rightarrow m = d \cdot v \quad (3.4)$$

Bu Eşitlikte;

d: Keten yağının yoğunluğu: 0,93 gr/cm<sup>3</sup>

v: Harcanan yağ miktarı (ml=cm<sup>3</sup>)

m: Eklenen keten yağı miktarı (gr)

a: Yağ Absorbsiyonu (gr/100gr)

Eşitlik yerine yazılırsa;

$$m = 0,93 \times v$$

$$\begin{array}{r} 1 \text{ gr için} \quad \quad \quad 0,93 \times v \\ 100 \text{ gr için} \quad \quad \quad a \\ \hline a = 100 \times 0,93 \times v \end{array}$$

Şeklinde hesaplanmaktadır.

### 3.2.14. Damla Yayınım Yöntemine Göre Temas Açısı Ölçümleri

Ölçüme başlamadan önce ön hazırlıkların yapılması gerekmektedir. Bu hazırlıklar sırasıyla;

#### *Numune Hazırlama:*

Öğütülmüş toz numuneler etüvde 105 °C'de kurutulduktan sonra laboratuvar tipi Specac GS15011 marka model (Şekil 3.19) hidrolik manuel pres kullanılarak bunlardan 2 cm çapında yüzeyi düzgün tabletler üretilmiştir. Her bir tablet için 7 gr numune kullanılarak 15.000 kg basınç uygulanmıştır. Tabletler hazırlandıktan sonra numuneler etiketlenerek desikatörlere yerleştirilmiş ve temas açısı cihazında ölçüme geçilene kadar burada muhafaza edilmiştir.

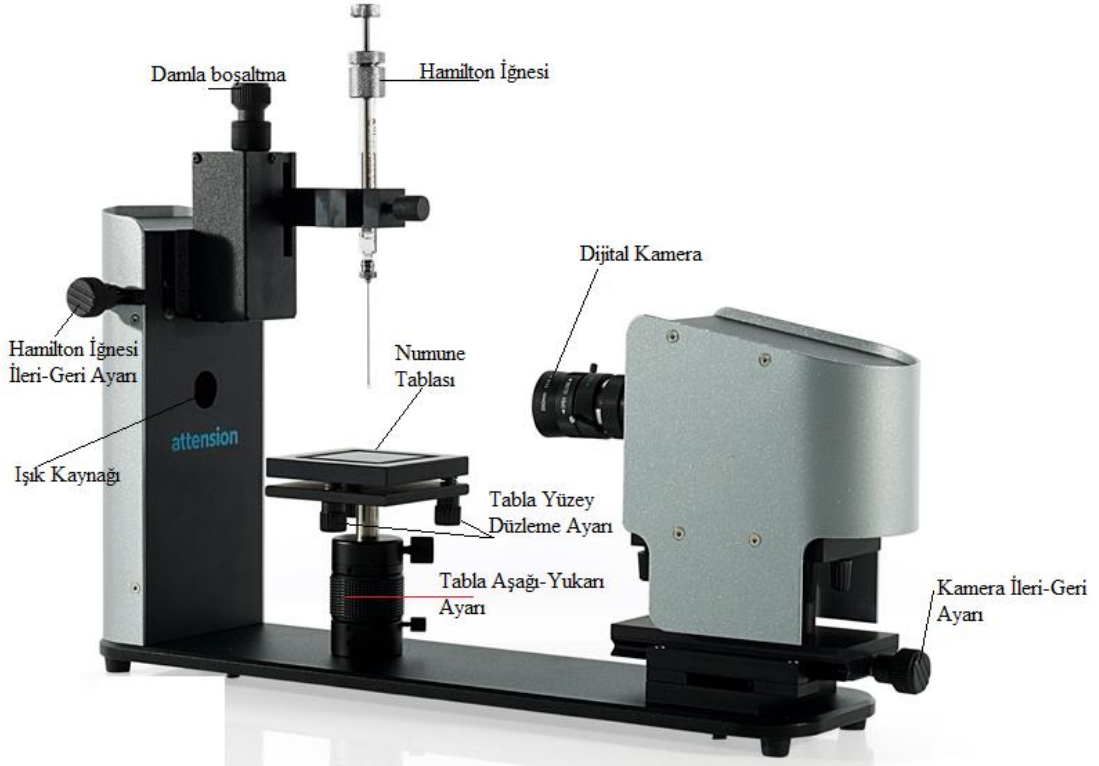
*Ölçüm sıvısının hazırlanması:* Temas açısı ölçümüne başlamadan önce Cihazın Hamilton mikro şırınganın temizliği yapıldı. İlk hangi sıvı ile temas açısı ölçülecek ise mikro şırınga kullanılmadan önce, o ölçüm sıvısı ile en az 2 defa yıkandı. Yıkama işlemi mikro şırınganın o sıvıyla 2 kez şırınga edilip boşaltma şeklinde yapılmaktadır. Daha sonra o sıvı ile temas açısı ölçümü yapıldıktan sonra bir başka sıvı ile temas açısı ölçümü yapılmadan önce de mikro şırınga da tekrar temizleme işlemi yapılması gerekir. Bu sebeple ilk ölçüm sıvısı kullanıldıktan sonra Hamilton mikro şırıngası önce hekzan sıvısı ile (3 defa) daha sonra Aseton ile (3 defa) ve son olarak saf su ile (5 defa) temizlendikten sonra etüvde 105 °C de 8 saat bekletilir. Daha sonra Hamilton mikro şırıngası kullanıma hazır hale gelir ancak kullanılacak sıvı ile tekrar yıkanması (en az 2 defa) ölçümün hassasiyeti için önem arz etmektedir.

### *Damla Yayınımı Yöntemiyle Temas açısı ölçümleri:*

“KSV Attension” marka ve “ThetaLite TL 101 Optical Tensiometer” cihazı ile Damla Yayınımı (Sessile Drop) yöntemi kullanılarak temas açısı ölçümleri gerçekleştirildi. Ölçüm için hazırlanan tabletler ortam neminden etkilenmemesi için desikatörde ölçüm zamanına kadar bekletilmiştir. Ölçüm için numuneler tek tek alındı ve ölçümler yapıldı. Ölçümler oda sıcaklığında gerçekleştirildi (Şekil 3.20). Cihaz kullanımı oldukça kolay ve pratiktir. Ancak operatör becerisine fazla duyarlıdır. Cihazın çalışma prensibi; yüzey gerilimi belli olan sıvılar Hamilton mikro şırınga vasıtasıyla katı yüzeyine damlatılan sıvının katı yüzeyinde oluşturduğu temas açısı optik kamera ile bilgisayar programına aktarılması prensibine dayanmaktadır (Şekil 3.20). Ancak ölçüme başlamadan önce cihazın ölçüm ayarlarının yapılması gerekmektedir. İlk olarak ölçüm sıvısı ve numune cihaza tanıtılır. Daha sonra ölçümden önce ölçüm sıvısı ile doldurulan hamilton mikro şırıngası kameradan görünecek şekilde aşağı indirilir mikro şırınga ayarlanırken iğne ucunun green line (Yeşil çizgi) çizgisini geçmemesine dikkat edilmelidir. Çünkü ölçüm sıvısı ile oluşturulan damlacık iki green line çizgisi arasında olacak şekilde ayarlanır. Bu ayarlamalar yapıldıktan sonra saniyede 60 fotoğraf çekebilen dijital kameranın ayarı yapılır. Kamera ayarı genellikle saniyede 10 fotoğraf çekecek şekilde ayarlanır. Bütün bu ayarlama işlemleri yapıldıktan sonra cihaz ölçüme hazır hale gelir ve ölçüme başlanır. Ölçümler yapılırken dikkat edilmesi gereken diğer bir husus; Sıvı damlasının katı yüzeyine bırakılması ile ölçümün başlatılması beraber yapılmalıdır aksi takdirde sıvı numunenin bünyesine geçeceğinden ölçüm hatalı olacaktır. Ölçüm işlemi bittikten sonra temas açılarının belirlenmesi için base line ayarı yapılır. Bu ayar genellikle otomatik yapılır ancak bazı durumlarda manuel de yapılabilir. Ölçüm sırasında alınan bütün fotoğraflar kullanılabileceği gibi uygun olmayan fotoğraflar silinebilir. Alınan fotoğrafların temas açıları su kabarcığının iki kenarında oluşan temas açısı değerinin aritmetik ortalaması ile belirlendiği için bu değerlerin bir birine yakın değerler olmasına dikkat edilir. Aksi takdirde standart sapma fazla olacağından ölçüm değeri yanlış olacaktır. Daha sonra farklı sıvılarla elde edilen temas açıları değerleri kullanılarak katıların serbest yüzey enerjileri hesaplanır.



Şekil 3.19. Pelet işleminde kullanılan hidrolik pres ve elde edilen peletler.



Şekil 3.20. KSV Attension marka ve ThetaLite TL 101 Optical Tensiometer cihazı.



**Şekil 3.21.** Temas acısı ve serbest yüzey enerjisi ölçüm cihazı.

Numunelerin serbest yüzey enerjilerinin belirlenebilmesi için farklı polar ve apolar sıvılar kullanılmıştır (Destile su, Diiodometane, Formamide ve Ethylene Glycol). Deneylerde kullanılan sıvıların özellikleri Çizelge 3.4’de verilmiştir.

**Çizelge 3.4.** Serbest yüzey enerjisinin hesaplanmasında kullanılan polar ve apolar sıvılar ve özellikleri.

Sıvının Adı	Kimyasal Yapısı	Saflik Derecesi	Molekül ağırlığı (gr /mol)	$\gamma$	$\gamma^{LW}$	$\gamma^+$	$\gamma^-$
<b>Destile Su</b>	H <sub>2</sub> O	Ultra Pik	18,015	72,8	21,8	25,5	25,5
<b>Diiodometane</b>	CH <sub>2</sub> I <sub>2</sub>	>%99	267,84	50,8	50,8	0	0
<b>Formamide</b>	CH <sub>3</sub> NO	>%98	45,04	58	39	2,28	39,6
<b>Ethylene Glycol</b>	HOCH <sub>2</sub> CH <sub>2</sub> OH	>%99	62,07	48	29	1,92	4,7

$\gamma^+$ : Elektron alma kapasitesi

$\gamma^-$ : Elektron verme kapasitesi

$\gamma^{LW}$ : Lifshitz-Van der Walls (LW) etkileşimi

$\gamma$ : Sıvının Yüzey gerilimi (mJ/m<sup>2</sup>)

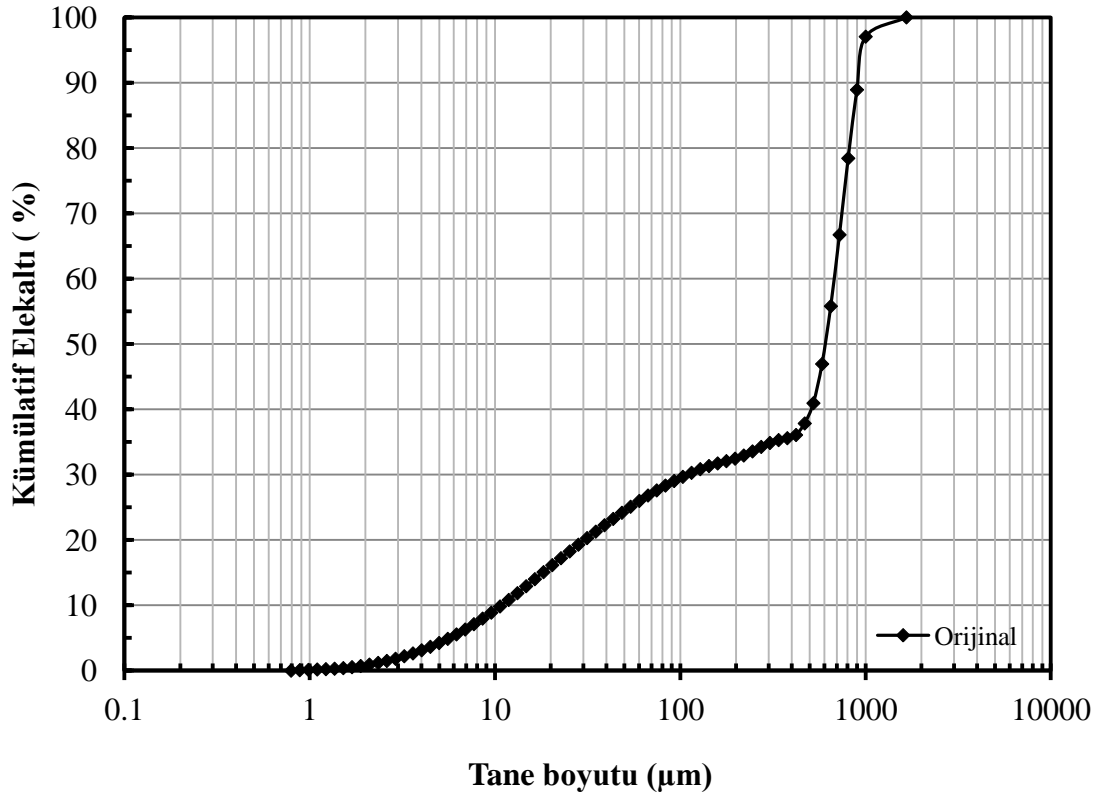
## 4. BULGULAR ve TARTIŞMA

### 4.1. Tüvenan Numunenin Karakterizasyonu

Tüvenan numune üzerinde yapılan piknometre ile gerçek yoğunluğun belirlenmesi deneylerinde dört ölçümün aritmetik ortalaması alınmış olup, öğütme deneylerinde kullanılan talk numunesinin ortalama yoğunluğu  $2,755 \text{ gr/cm}^3$  olarak belirlenmiştir. Quantachrome 1000 marka otomatik helyum piknometresinde yapılan ölçüm sonucunda elde edilen yoğunluk değeri ise  $2,80 \text{ gr/cm}^3$  olup, diğeri ile uyum içindedir. Öğütme işlemine tabi tutulan orijinal talk numunesinin nemi %1,08 olarak belirlenmiş olup kuru öğütme işlemi için uygun neme sahip olduğu görülmektedir.

Orijinal numuneye ait boyut dağılımı eğrisi Şekil 4.1’de verilmiştir. Cevher hazırlama işlemleri sonrasında tamamı 1 mm’nin altında olan talk numunesi geniş bir boyut aralığına sahip olup,  $d_{50}$  boyutu  $606,27 \mu\text{m}$  ve  $d_{97}$  ise  $999,09 \mu\text{m}$  boyutunda olduğu saptanmıştır. Cevher hazırlama işlemleri sonrası elde edilen ürün diğere deneyler için tüvenan olarak kabul edilmiştir.

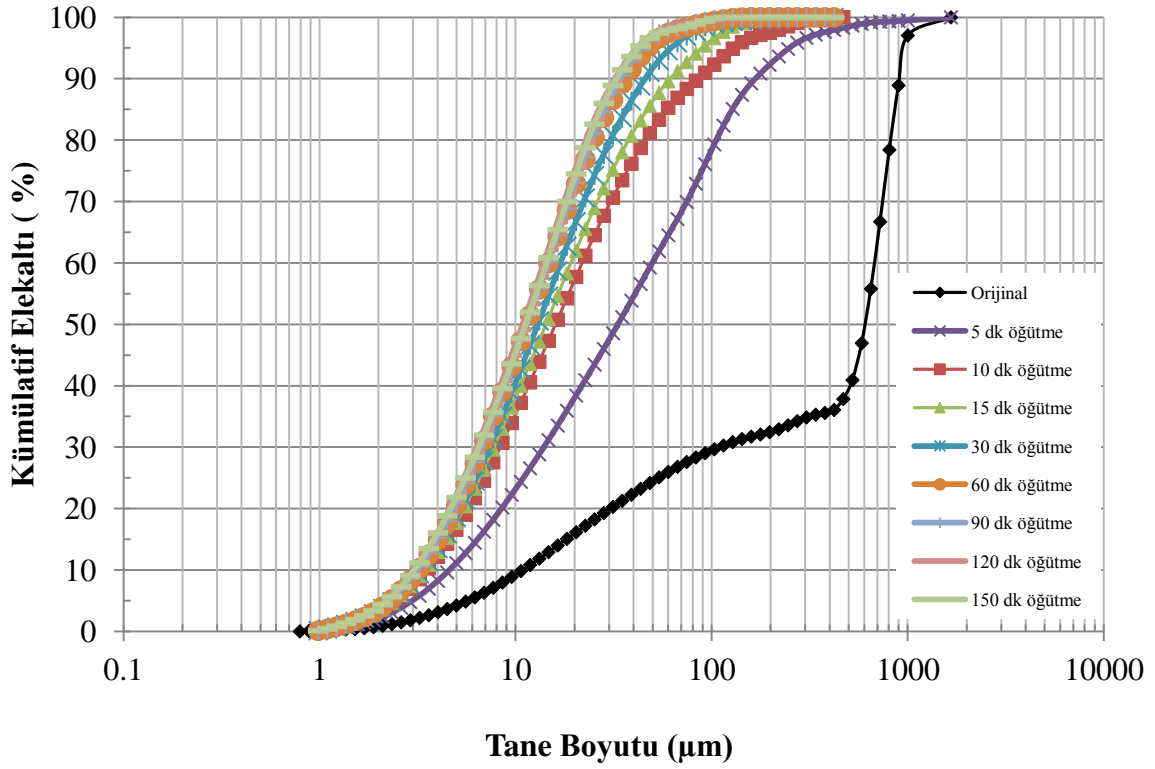




Şekil 4.1. Orijinal numunenin boyut dağılım grafiği.

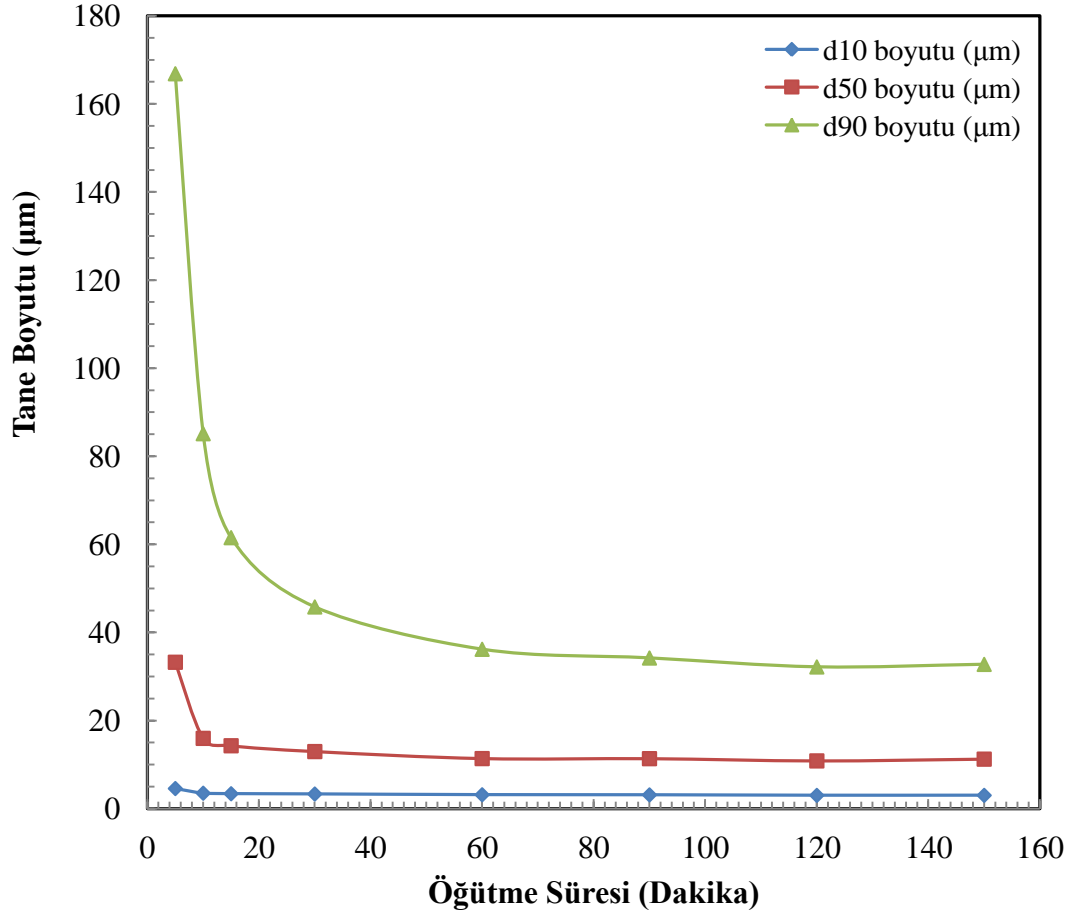
#### 4.2. Öğütme Süresinin Tane Boyutuna Etkisi

Öğütme deneylerinde malzeme şarjı, bilya şarjı, titreşim yoğunluğu ve değirmen genlik (Titreşim) hareketi sabit tutularak farklı zamanlarda (5 dak, 10dak, 15dak, 30 dak, 60 dak, 90 dak, 120 dak ve 150 dak) öğütme işlemi yapılarak öğütme süresinin talkın tane boyutuna etkisi araştırılmıştır (Şekil 4.2).



Şekil 4.2. Öğütme süresinin tane boyutuna etkisi.

Şekil 4.2'de görüldüğü gibi öğütme süresi arttıkça tane boyutu küçülmektedir. Titreşimli bilyalı değirmende öğütücü ortam olarak bilya kullanıldığından öğütme işlemi çarpma kuvvetiyle meydana gelmektedir. Öğütme işlemi iri boyutta daha fazla meydana gelmektedir. Bunun nedeni iri malzemelerin bilya çarpmalarına daha fazla maruz kalmalarıdır. Öğütme süresi arttıkça malzemenin öğünme miktarının fazla bir değişim göstermediği görülmektedir. Öğütme süresi arttıkça malzeme haznenin çeperine yapışmakta buda ürünün öğünmesini engellemektedir. Benzer sonuçlar diğer çalışmalarda da elde edilmiştir (Liao and Senna, 1992). Öğütme işlemi 120 dak sonra fazla gerçekleşmemektedir. Ancak şekil 4.2 incelendiğinde eş boyutlu tane miktarı artmaktadır, eş boyutlu tanelerin artması kullanım yerinde özellikle boya ve kağıt sektöründe yüzey örtücülüğünü artırdığı için avantaj sağlamaktadır. 120 dak öğütme sonucunda en ince boyut elde edilmiştir ( $d_{50}$ : 10,87  $\mu\text{m}$  dir). Şekil 4.3'te öğütme süresine bağlı olarak ürünlerin  $d_{10}$ ,  $d_{50}$  ve  $d_{90}$  boyutundaki değişimler verilmiştir. Şekilde de görüldüğü gibi öğütme işlemi sadece iri boyutta meydana gelmektedir.



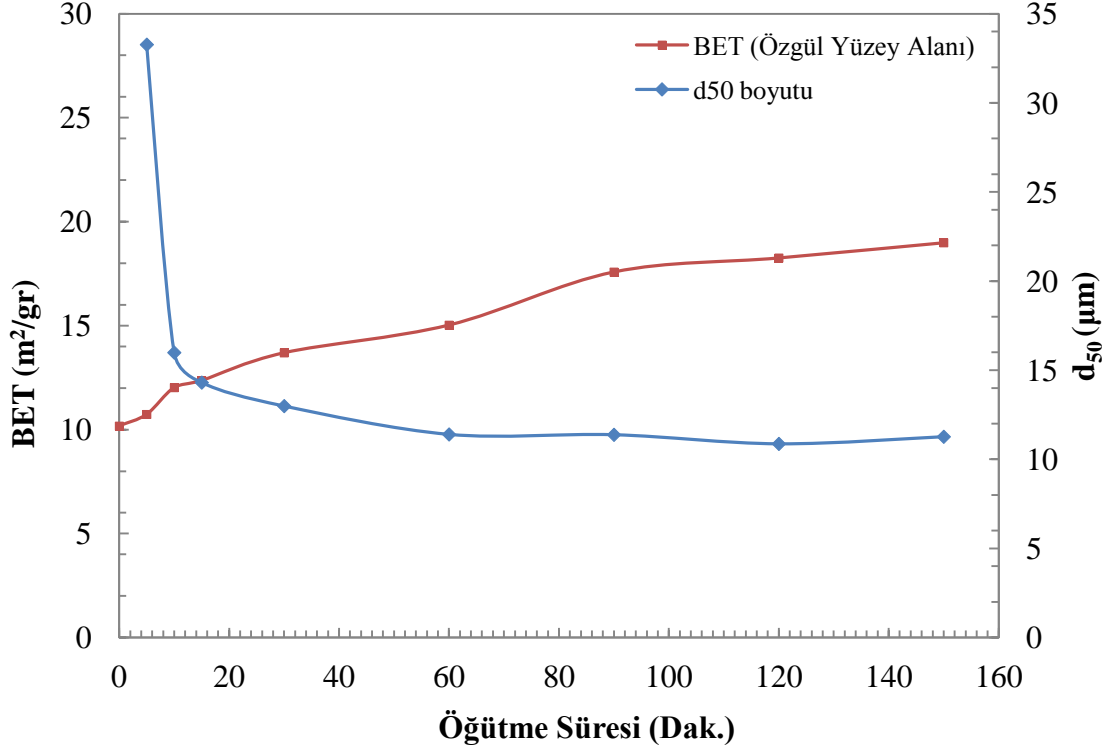
Şekil 4.3. Öğütme süresinin ürünlerin d<sub>10</sub>, d<sub>50</sub> ve d<sub>90</sub> boyutuna etkisi.

Çizelge 4.1. Öğütme süresinin ürün inceliğine etkisi.

Numune Kodu	Öğütme Süresi (dk)	Tane Boyutu (μm)			
		d <sub>10</sub>	d <sub>50</sub>	d <sub>90</sub>	d <sub>97</sub>
T-0	0	10.81	606.29	908.69	999.09
T-1	5	4.6	33.27	166.86	234.39
T-2	10	3.54	15.99	85.15	170.22
T-3	15	3.42	14.31	61.55	106.86
T-4	30	3.35	12.99	45.82	75.22
T-5	60	3.18	11.4	36.21	56.31
T-6	90	3.15	11.38	34.23	52.02
T-7	120	3.04	10.87	32.2	48.61
T-8	150	3.05	11.27	32.78	50.28

### 4.3. Öğütme Süresinin Talkın Özgül Yüzey Alanına Etkisi

Öğütme süresinin  $d_{50}$  ve özgül yüzey alanına etkisi Şekil 4.4'te görülmektedir.



Şekil 4.4 Öğütme süresinin  $d_{50}$  boyutu - özgül yüzey alanına etkisi.

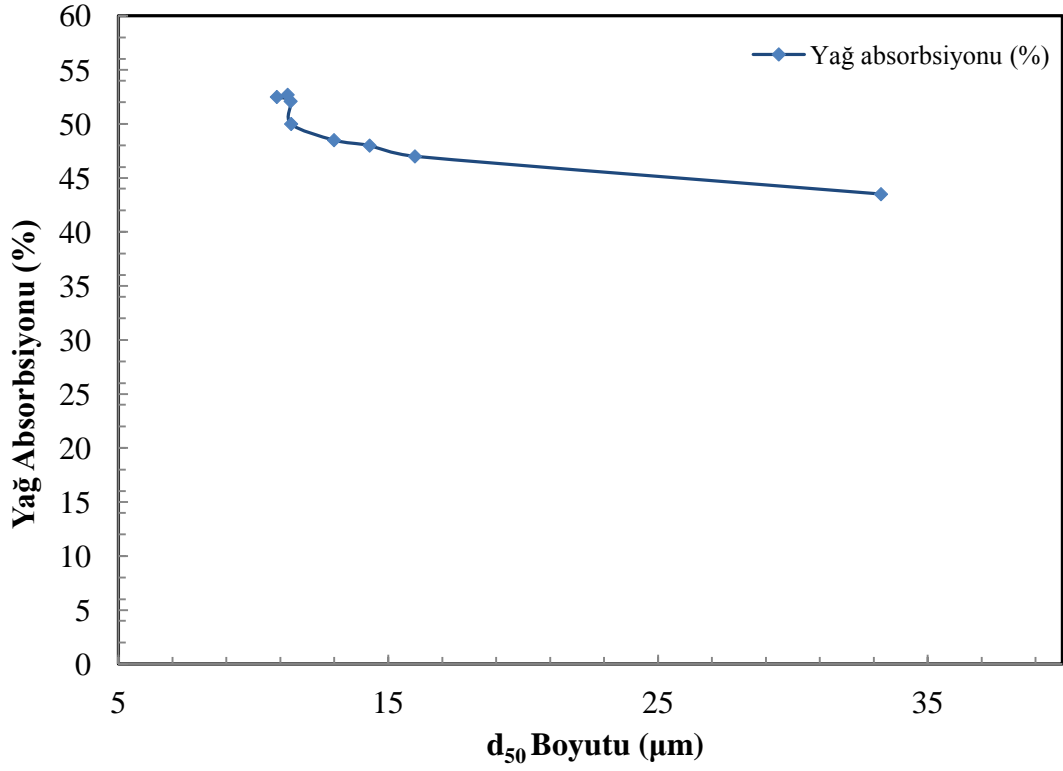
Yüzey alanı, tane boyutu ve malzemenin pürüzlülüğüne bağlı bir fiziksel özelliktir. Tane boyutu küçüldükçe serbest kalan yüzey artacağından, malzemenin yüzey alanı artmaktadır. Şekil 4.3'de görüldüğü gibi, ürünün  $d_{50}$  değeri küçüldükçe malzemenin özgül yüzey alanı artmaktadır. En yüksek özgül yüzey alanı değerine ( $18.986 \text{ m}^2/\text{gr}$ ) en düşük  $d_{50}$  boyutunda ( $11,27 \mu\text{m}$ ) elde edilmiştir. Literatürde (Holland and Murtagh, 2000; Foster and Doll, 2004) talk mineralinin yüzey alanının tane boyutuna bağlı olarak  $9,53-24,4 \text{ m}^2/\text{gr}$  arasında değiştiği bildirilmektedir. Grafik incelendiğinde ürünün tane boyutunda 30 dak. ve sonrası öğütme sürelerinde tane boyutunda fazla bir küçülme olmamasına rağmen, ürünün özgül yüzey alanının arttığı gözlenmektedir. Bunun nedeni, üründe öğütme işleminden kaynaklı por çapı ve por hacminde meydana gelen artışlardır (Çizelge 4.2). Yapılan ölçümlerde bu değişiklik net olarak görülmektedir.

**Çizelge 4.2.** Öğütmenin  $d_{50}$  boyutuna, özgül yüzey alanına, por çapı, por hacmi ve yağ absorpsiyonuna değerleri.

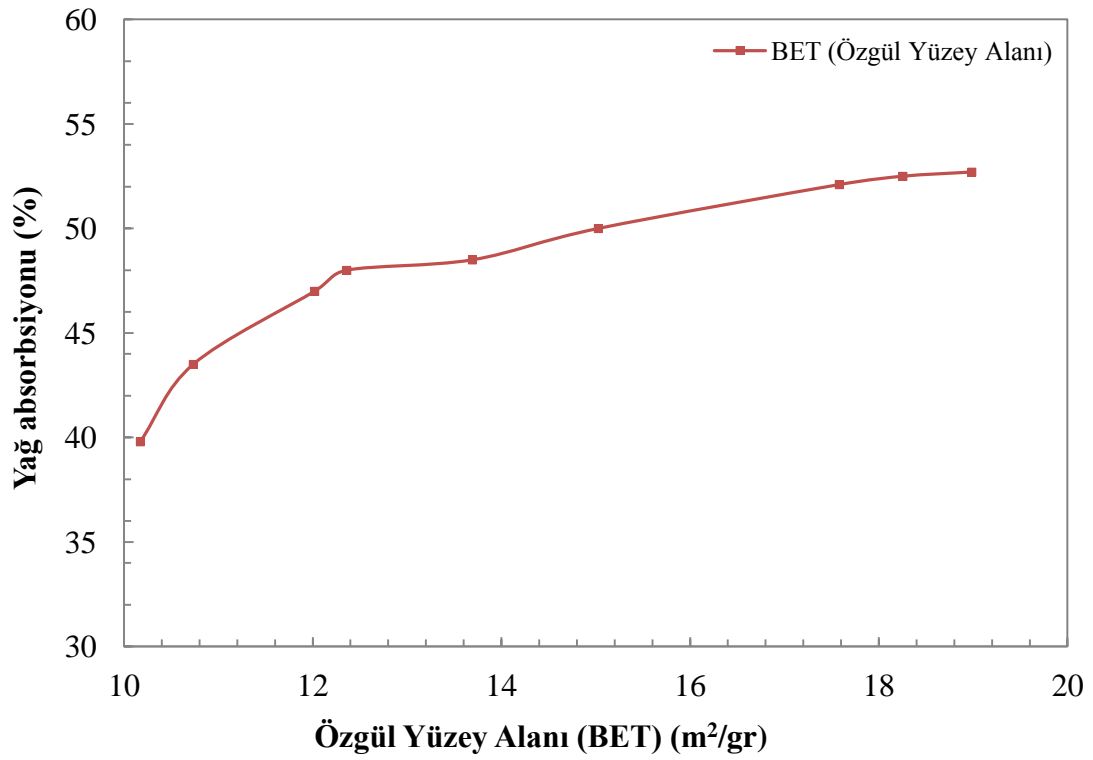
Öğütme Süresi (dk)	$d_{50}$ ( $\mu\text{m}$ )	Yüzey Alanı ( $\text{m}^2/\text{gr}$ )	Por çapı ( $\text{Å}$ )	Por hacmi ( $\text{cm}^3/\text{gr}$ )	Yağ Absorpsiyonu (%)
0	606.29	10.173	1.838	4.162	39.8
5	33.27	10.734	1.838	4.417	43.5
10	15.99	12.021	1.838	4.82	47
15	14.31	12.361	1.838	5.041	48
30	12.99	13.693	1.838	5.548	48.5
60	11.4	15.027	1.838	6.078	50
90	11.38	17.581	1.838	6.836	52.1
120	10.87	18.256	1.838	7.308	52.5
150	11.27	18.986	1.838	7.568	52.7

#### 4.4. Öğütme Süresinin $d_{50}$ Boyutuna ve Talkın Yağ Absorpsiyonuna Etkisi

Ürünlerin yağ absorpsiyon değeri  $d_{50}$  boyutuyla ters orantılıdır (Şekil 4.5).  $d_{50}$  boyutu azaldıkça ürünlerin serbest yüzeyleri artmaktadır. Buna bağlı olarak yüzeylere absorblanacak yağ miktarı arttığından ürünlerin yağ absorpsiyon değeri artmaktadır. Ayrıca yağ absorblanması özgül yüzey alanı ile doğru orantılıdır (Şekil 4.6). En yüksek yağ absorblama oranı (%52,7) 11,27  $\mu\text{m}$   $d_{50}$  boyutunda ve en yüksek yüzey alanında (18,986  $\text{m}^2/\text{g}$ ) elde edilmiştir. Yağ absorpsiyonunun yüksek olması kullanım alanına bağlı olarak avantaj sağlamaktadır. Pratik deneyimlere göre boya ve kağıt sanayinde yüksek yağ absorpsiyon değeri uygun reolojik özellik gösterir ve karışımın akışkanlığını düzenler ve çökme olayını engeller (Arsoy, 2013). Ayrıca kâğıt ve karton kuşe kaplama proseslerinde mürekkep emilimini dengeleyerek baskı kalitesini artırmanın yanı sıra uygulamada ürünlerin sıçramalarını engellemenin yanı sıra reçetelerde reolojik ajan tüketimini azaltarak fiyat avantajı sağlamaktadır.



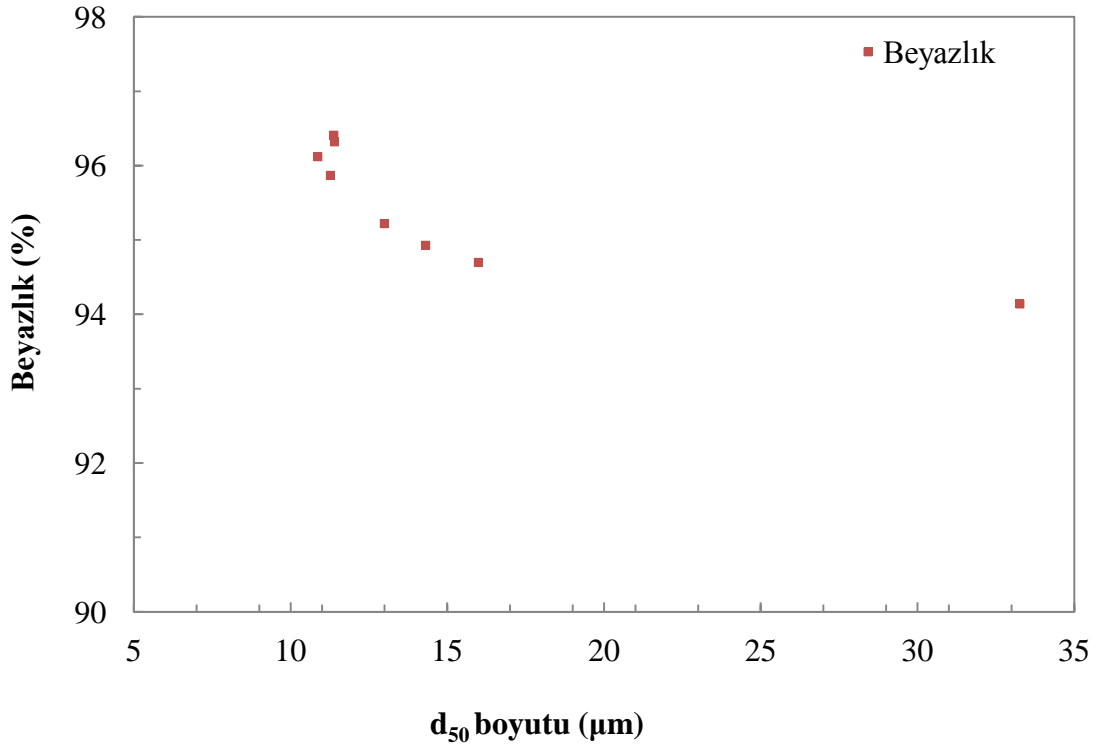
Şekil 4.5. d<sub>50</sub> boyutunun yağ absorblanmasına etkisi.



Şekil 4.6. Yağ absorpsiyonunun ile özgül yüzey alanı ilişkisi.

#### 4.5. Öğütme Süresinin Talkın Beyazlığına Etkisi

Renk, parlaklık gibi özellikler katı yüzeyindeki ışığın yansıtma- difüzyon yeteneğiyle ilişkili olup, tanelerin kimyasal ve mineralojik yapısına, tane şekline, boyutuna ve yüzey pürüzlülüğüne bağlı olarak değişir (Bizi *et al* 2003; Billmeyer ve Saltzman, 1981). Toz numunelerin renk özellikleri  $L^*$ ,  $a^*$  ve  $b^*$  parametreleri olarak ölçülmüştür ve bu parametreler X, Y ve Z eş zamanlı koordinat değerlerinden (tristimulus values) hesaplanmıştır. Bu sistemde,  $L^*$  beyazdan ( $L^*=100$ ) siyaha ( $L^*=0$ ) kadar değişen bir skalada rengin koyuluğunun ve açıklığının derecesidir.  $a^*$  yeşilden ( $-a^*$ ) kırmızıya ( $+a^*$ ) kadar değişen eksenindeki skaladır ve  $b^*$  de maviden ( $-b^*$ ) sarıya ( $+b^*$ ) kadar değişen eksenindeki skaladır (Billmeyer and Saltzman, 1981).



Şekil 4.7. Öğütülmüş talkın  $d_{50}$  boyutunun beyazlığa ( $L^*$ ) etkisi.

Şekil 4.7’de farklı sürelerde öğütülen talk mineraline ait değerler verilmiştir. Tane boyutundaki azalmaya paralel olarak talkın  $L^*$  değeri de artmaktadır. Deneyler sonucunda elde edilen beyazlık değerleri ( $L^*$ : %95,87,  $a^*$ : - 0,1 ve  $b^*$ : -1,45 tür ) piyasada kullanılan talkın beyazlık değerlerine ( $L^*$ : %96,92,  $a^*$ : 0,37 ve  $b^*$ : 2,33 tür)

yakın değerlere sahiptir. Kağıt kaplama, boya üretimi, karton kuşe kaplama ve birçok uygulamada kullanılacak olan killerin minerolojik saflık ve belli bir tane boyutu dağılımının yanı sıra uygun bir parlaklık ve renge sahip olması istenir (Gamiz *et al* 2005).

Çizelge 4.3 incelendiğinde ürünün tane boyutu azaldıkça ( $a^*$ ) rengin kırmızıdan Beyza kaydığı, ( $b^*$ ) ise den sarıdan beyaza doğru kaydığı görülmektedir.  $a^*$  ve  $b^*$  değerlerinin sıfıra yaklaşması ürünün beyaza yaklaştığını göstermektedir  $a^*$  ve  $b^*$  değerinin sıfırdan uzaklaşması ürünün beyazlığının azaldığını ve beyazlığının sarı renge doğru kaydığını ifade etmektedir. Talk numunesinde  $d_{50}$  boyutu azaldıkça ürünün beyazlığının arttığı görülmektedir.

**Çizelge 4.3.**  $d_{50}$  boyutu ve  $L^*$ ,  $a^*$  ve  $b^*$  değerleri.

Öğütme Süresi (dk)	$d_{50}$ boyutu ( $\mu\text{m}$ )	$L^*$	Beyazlık		Ry C/2
			$a^*$	$b^*$	
0	606.29	92.05	-0.32	2.4	82.56
5	33.27	94.14	-0.26	1.9	86.36
10	15.99	94.70	-0.26	1.94	86.92
15	14.31	94.93	-0.25	1.98	87.46
30	12.99	95.22	-0.21	1.83	88.14
60	11.40	96.32	-0.22	2.13	90.77
90	11.38	96.41	-0.19	1.97	90.99
120	10.87	96.12	-0.12	1.56	90.29
150	11.27	95.87	-0.1	1.45	89.7

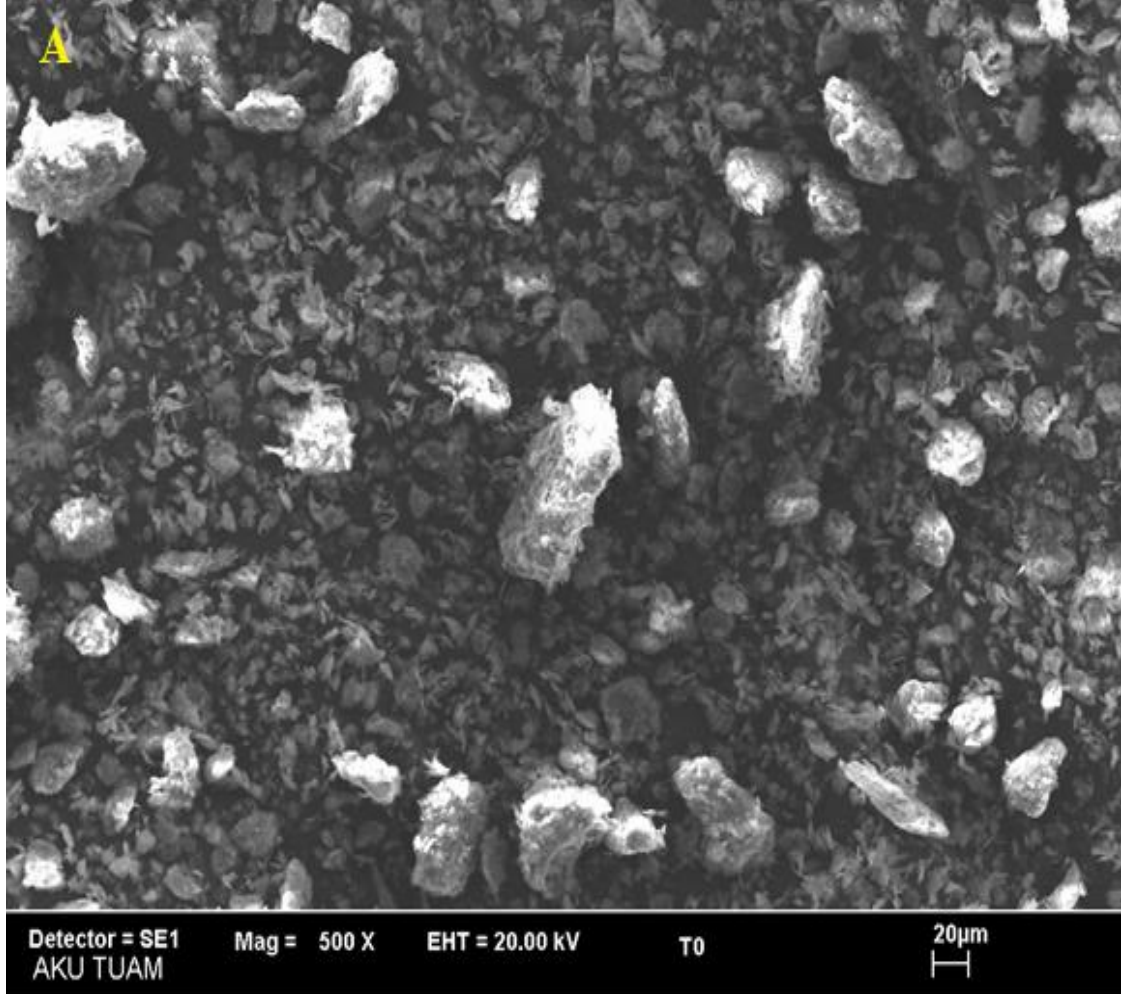
#### 4.6. Öğütülmüş Numunelerin SEM Görüntülerinin İncelenmesi

Orjinal talkın (T-0) ve farklı sürelerde öğütülmüş talk numunelerinin taramalı elektron mikroskobunda elde edilen ikincil elektron görüntüleri Şekil 4.8 ve Şekil 4.16'da verilmiştir. SEM görüntülerinde de görüldüğü gibi öğütülmüş numuneler ile orjinal numune arasında gerek tane boyut ve gerekse morfolojik yapı bakımından önemli değişiklikler vardır. Öğütme süresinin artmasıyla birlikte talkın tabakalarına ait keskin köşelerin yuvarlaklaştığı ve ufalanma (kırılma) nedeniyle tabaka uzunluğunun azaldığı görülmektedir. Benzer durum önceki çalışmalarda da elde edilmiştir (Zbik *et al* 2005; Sanchez-Soto *et al* 1997). Özellikle ilk 10 dakikalık öğütme işleminde tabakaların dilimlenme şeklinde değil de tabakaların tabaka dilimlenme yüzeyine dik kırıldığı ve yeni tabaka kenarları oluşturduğu söylenebilir (Şekil 4.9 ve Şekil 4.10). 15 dak.

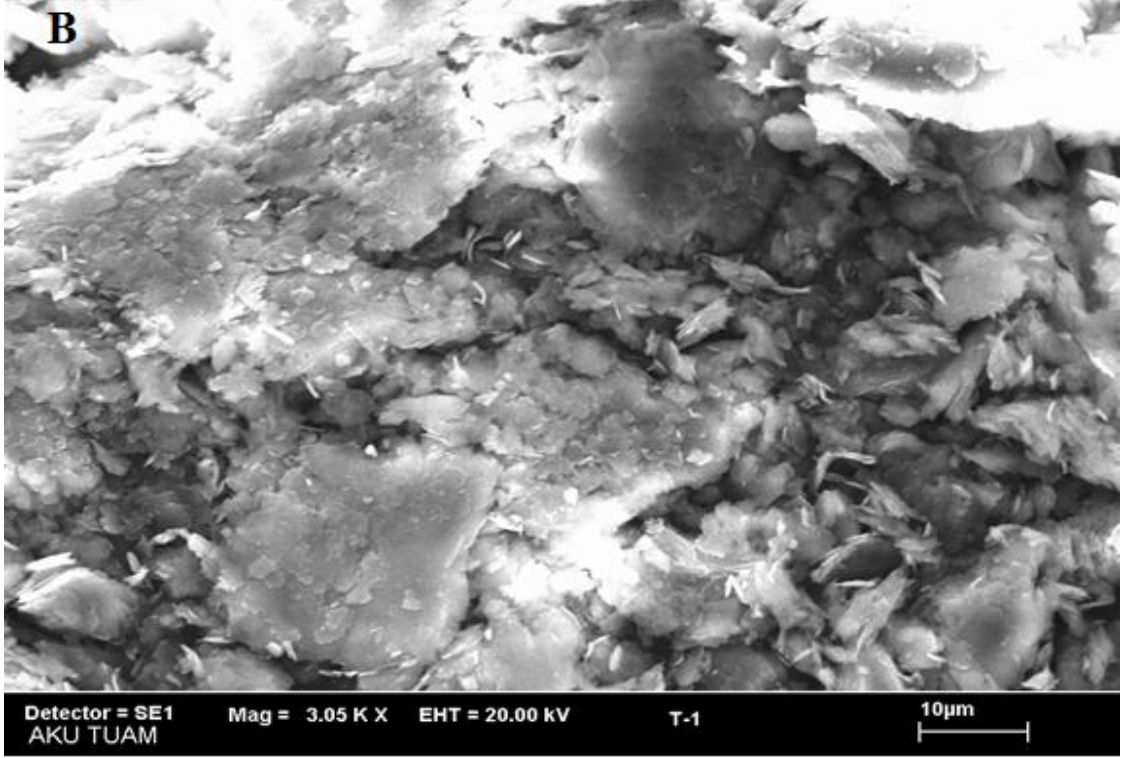


öğütme sonrasında ise talkın daha çok dilimlenme düzlemleri doğrultusunda yaprakçıklar şeklinde ufalandığı söylenebilir (Şekil 4.17 ve 4.18).

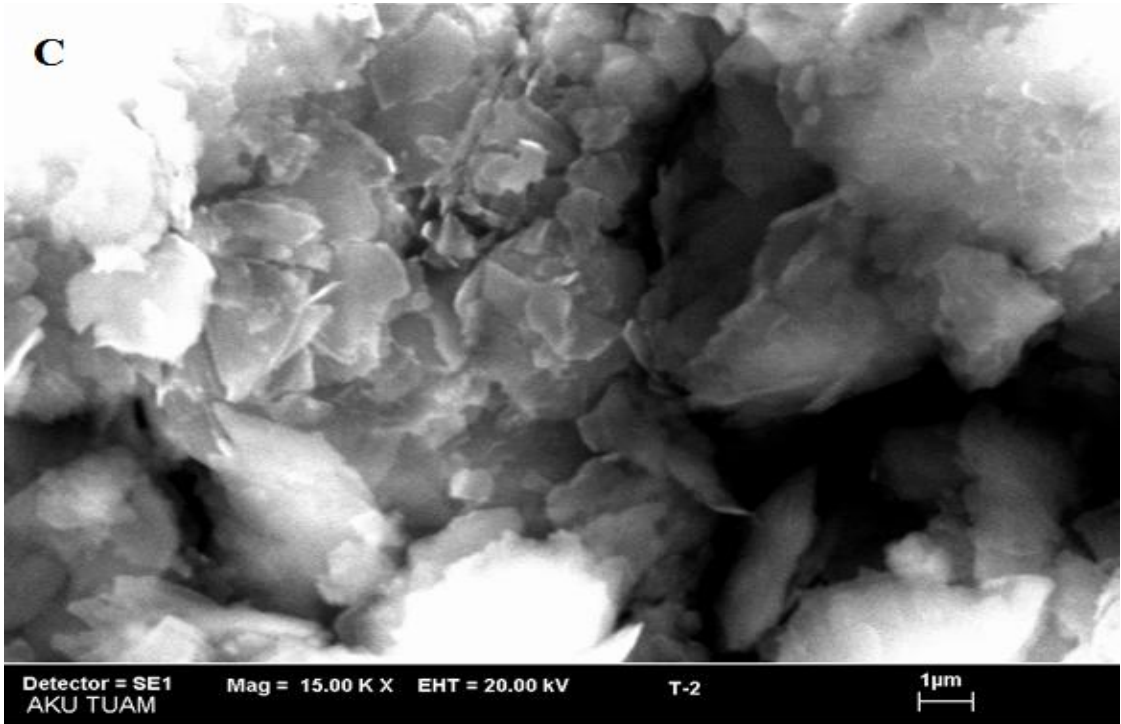
30 dak öğütme sonrasında ise talkın yine dilimlenme düzlemine dik şekilde yani “tabaka yüzey alanı/tabaka kenar alanı” oranı azalacak şekilde kırıldığı düşünülmektedir (Şekil 4.8 ve Şekil 4.9.D-I).



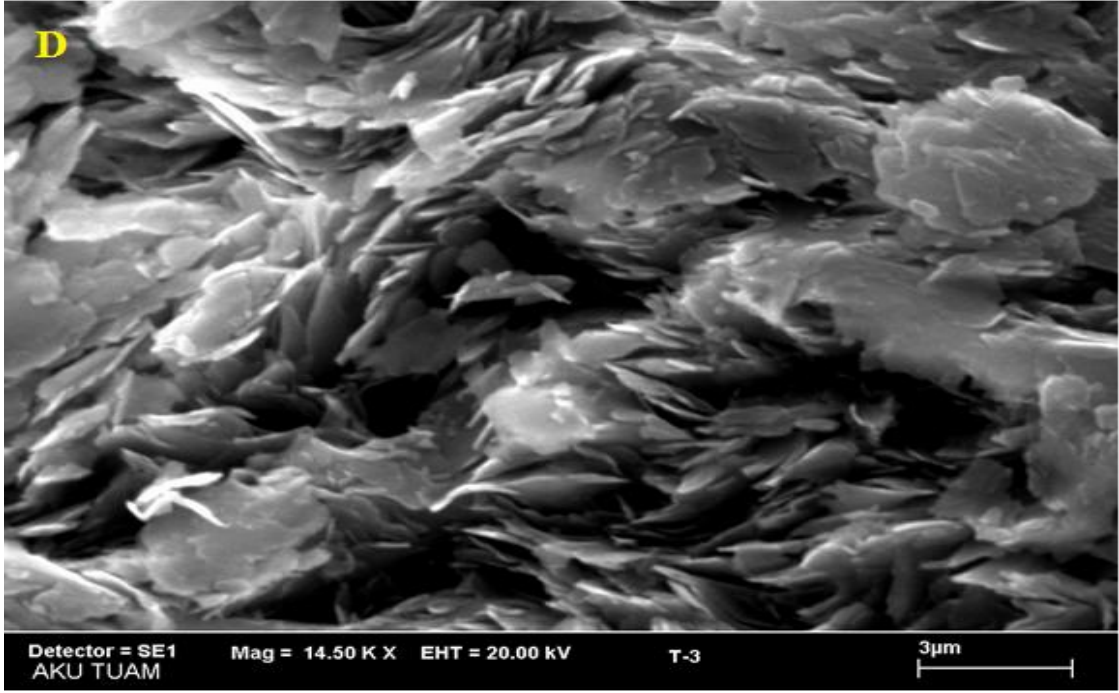
**Şekil 4.8.** Orijinal (-1mm) talk numunesinin taramalı elektron mikroskobu (SEM) görüntüsü.



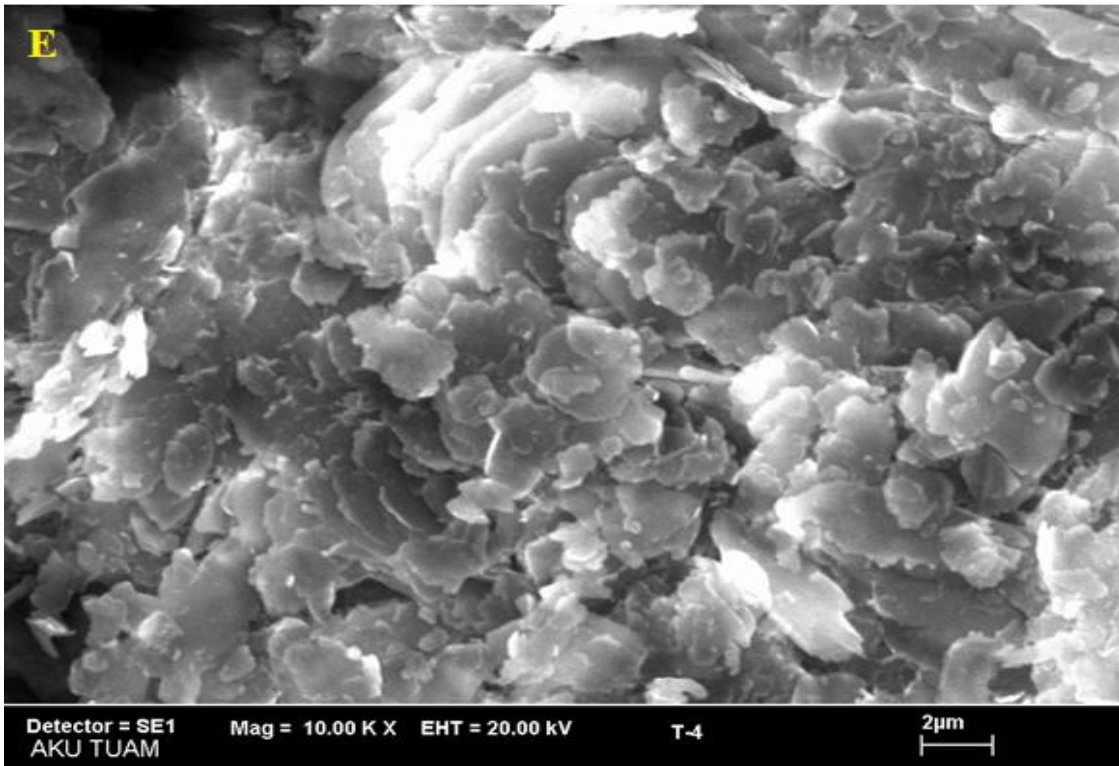
Şekil 4.9. 5 dakika öğütme işlemi uygulanmış talk numunesinin taramalı elektron mikroskobu (SEM) görüntüsü.



Şekil 4.10. 10 dakika öğütme işlemi uygulanmış talk numunesinin taramalı elektron mikroskobu (SEM) görüntüsü.

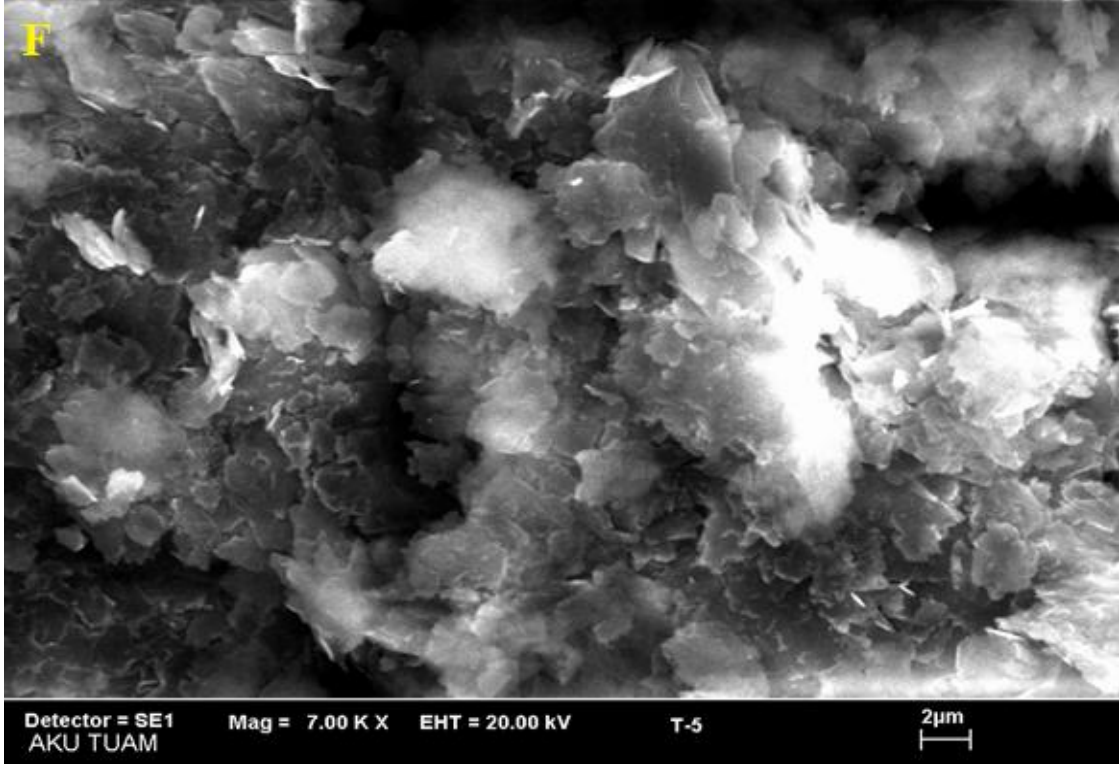


Şekil 4.11.15 dakika öğütme işlemi uygulanmış talk numunesinin taramalı elektron mikroskobu (SEM) görüntüsü.

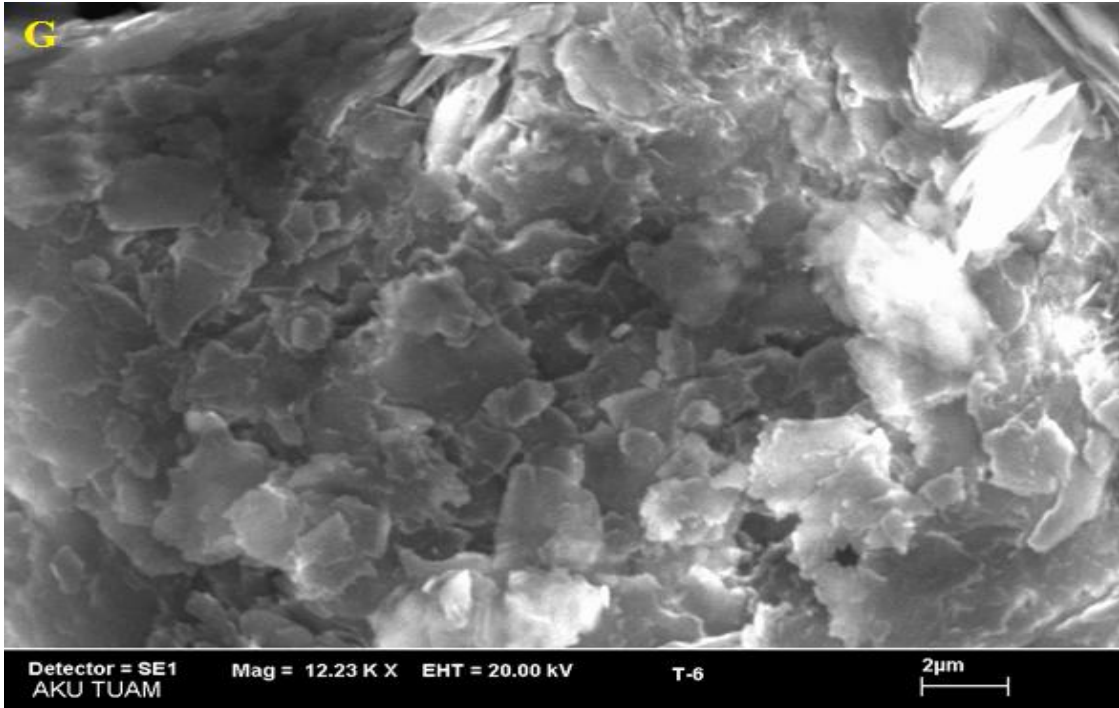


Şekil 4.12. 30 dakika öğütme işlemi uygulanmış talk numunesinin taramalı elektron mikroskobu (SEM) görüntüsü.

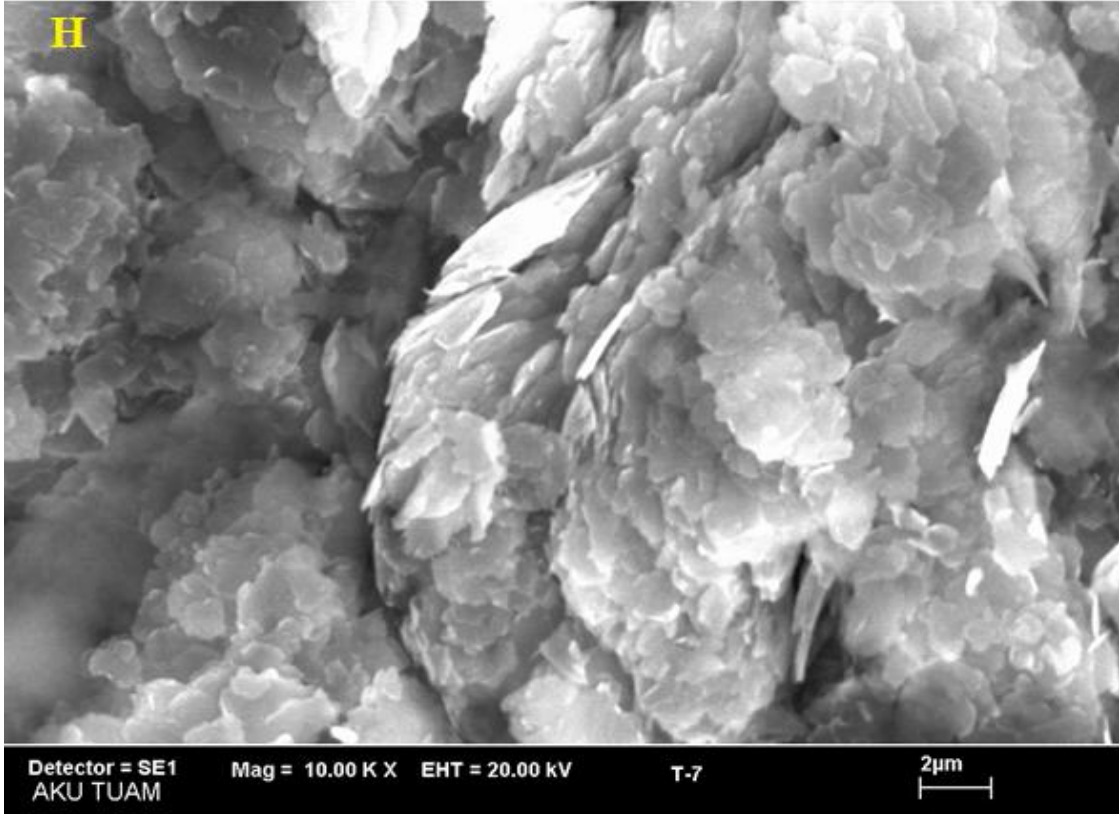




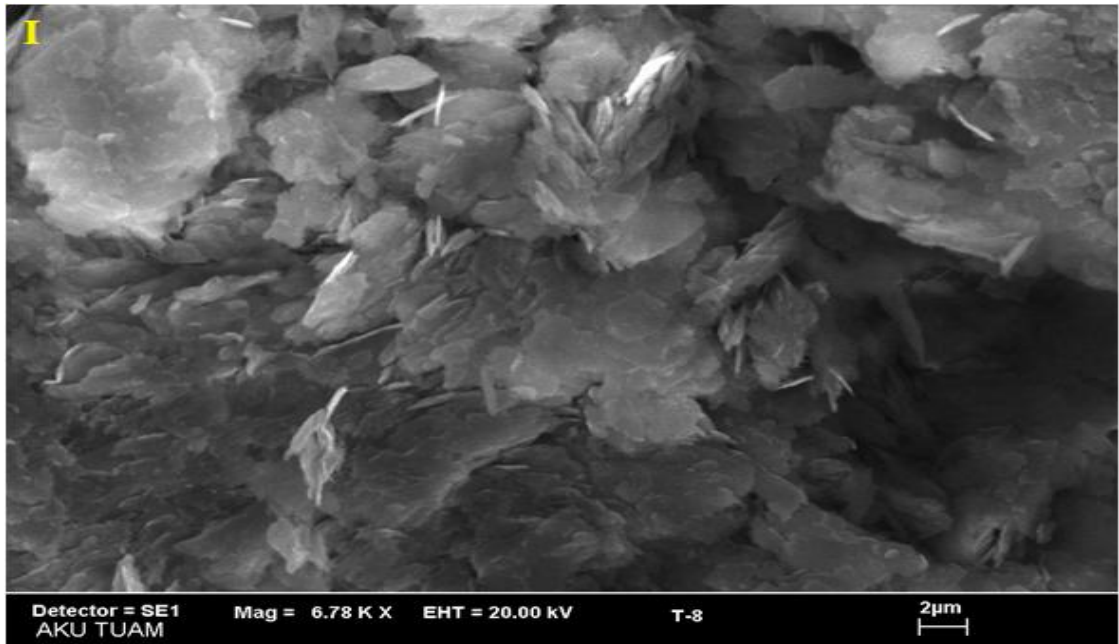
Şekil 4.13. 60 dakika öğütme işlemi uygulanmış talk numunesinin taramalı elektron mikroskobu (SEM) görüntüsü.



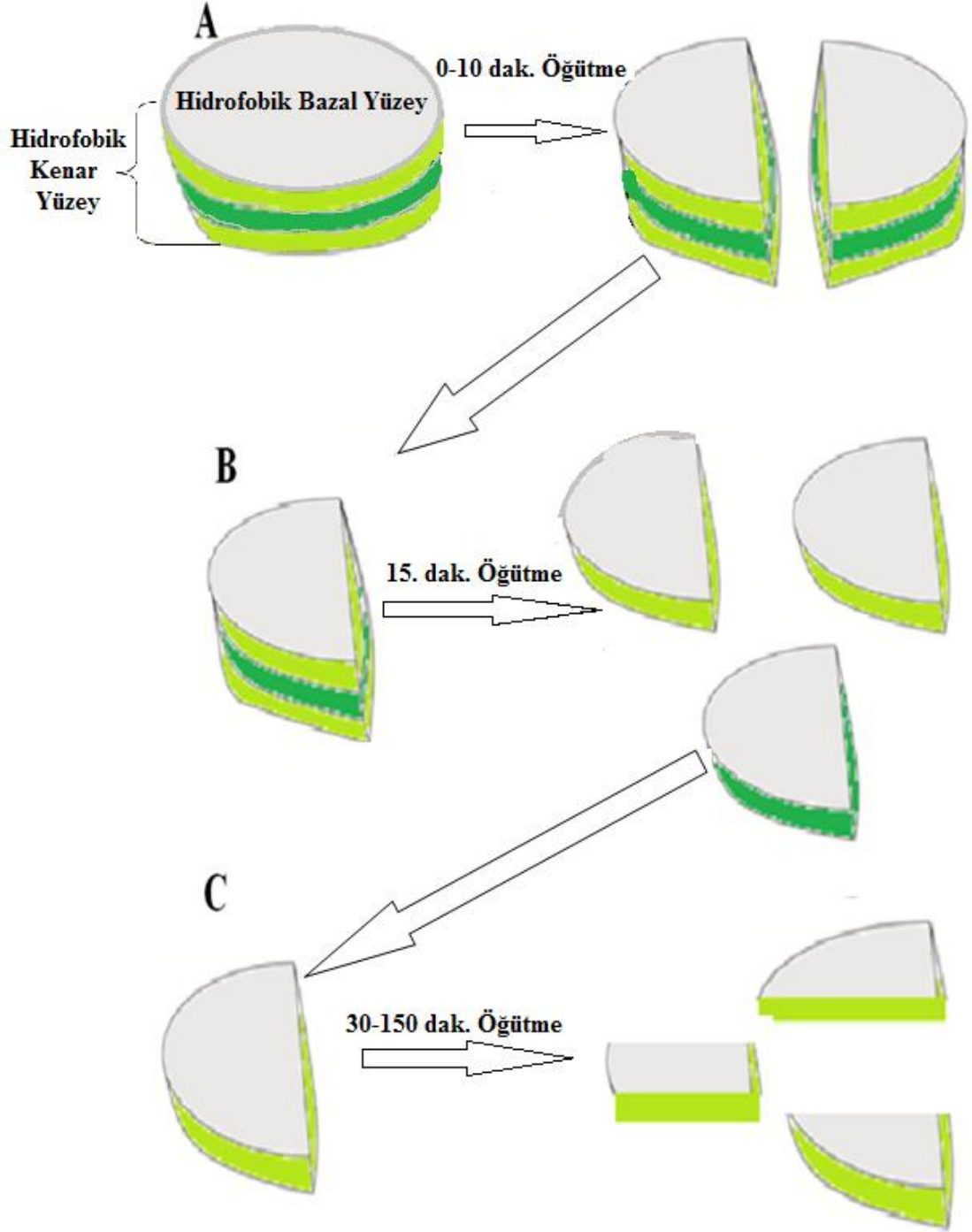
Şekil 4.14. 90 dakika öğütme işlemi uygulanmış talk numunesinin taramalı elektron mikroskobu (SEM) görüntüsü.



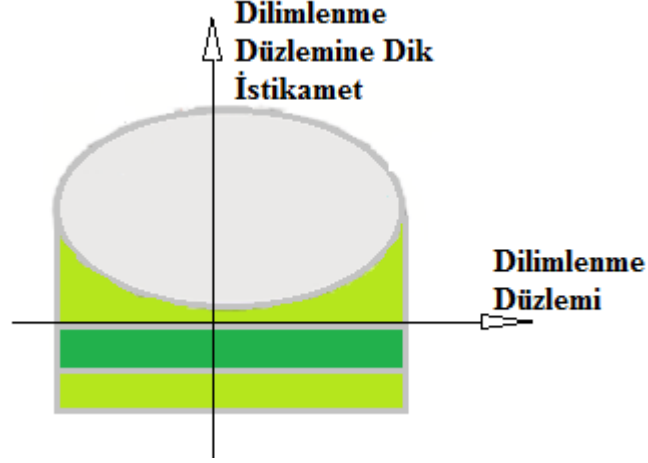
Şekil 4.15. 120 dakika öğütme işlemi uygulanmış talk numunesinin taramalı elektron mikroskobu (SEM) görüntüsü.



Şekil 4.16. 150 dakika öğütme işlemi uygulanmış talk numunesinin taramalı elektron mikroskobu (SEM) görüntüsü.



**Şekil 4.17.** Talk mineralinin tabakalarının kırılma mekanizması A: Tabaka dilimlenme yönüne dik kırılma; B: Tabaka düzlemi boyunca ayrılma; C: Tabaka düzlemi boyunca ayrılan tabakaların dilimlenme yönüne dik şekilde yeniden kırılması.

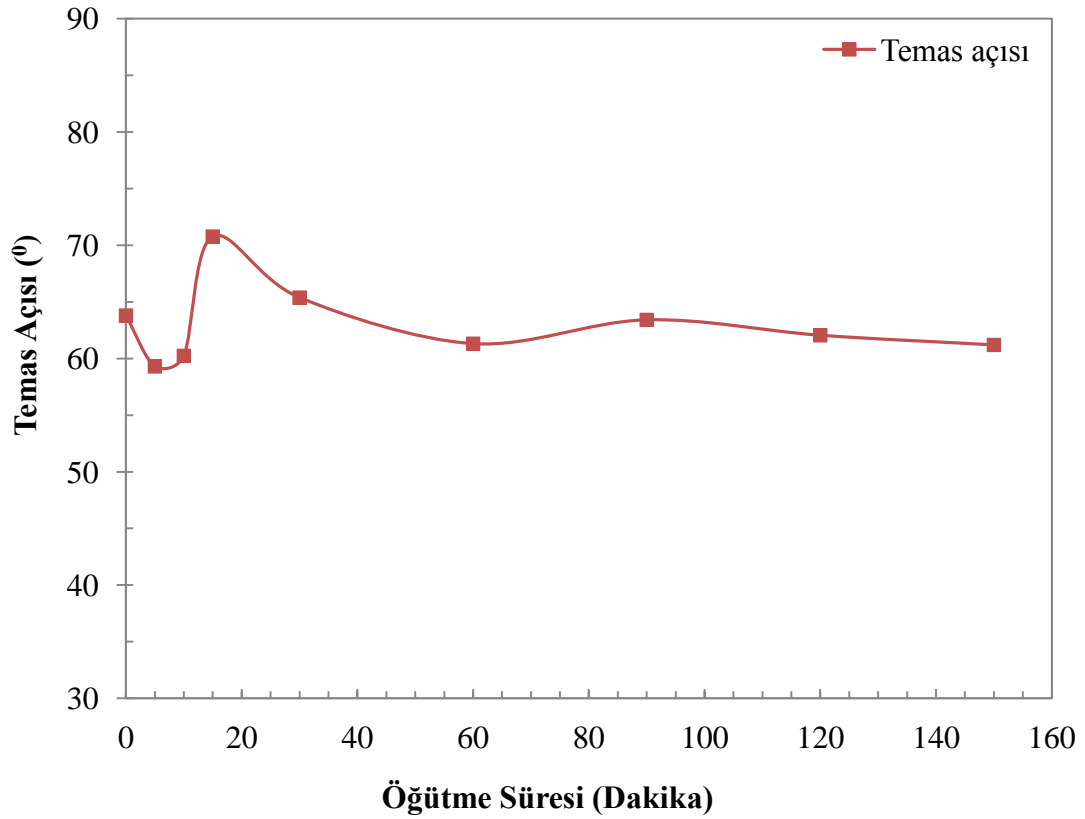


Şekil 4.18. Talk numunesinin dilimlenme yönlerinin gösterimi.

#### 4.7. Öğütmenin Talkın Temas Açısına ve Hidrofobisitesine Etkisi

Orijinal numune ürün (T-0) olarak kabul talk numunesinin su kullanılarak ölçülen temas açısı değeri  $63,8^{\circ}$  olarak belirlenmiş olup tane boyutu azaldıkça ( $d_{50}$ :  $11,27 \mu\text{m}$ ) temas açısı değerinin azaldığı ( $58,39^{\circ}$ ) görülmektedir (Şekil 4.19). Şekil 4.19 incelendiğinde 5 ve 10 dakikalık öğütme işlemleri uygulandığında talk numunesinin temas açısının azaldığı ve daha sonra uygulanan 15 dakikalık öğütme işleminde ise temas açısının ani bir artış ile  $70,77^{\circ}$  olduğu ve daha sonra uygulanan 30 dakikalık öğütme işleminde ise talk numunesinin temas açısının keskin bir düşüşle  $65,38^{\circ}$  düştüğü ve daha sonraki öğütmelerde fazla bir değişimin olmadığı, 150 dakika öğütme işlemi uygulandığında ise en düşük değer olan  $58,39^{\circ}$ 'ye ulaştığı görülmüştür. Bu değişimin nedeni öğütme mekanizmasına bağlı olarak talk numunesinin “hidrofobik bazal yüzeyi/hidrofilik kenar yüzeyi” oranının değişmesinden kaynaklanmaktadır. İlk 10 dakikalık öğütme işleminde talk numunesinin dilimlenme istikamite dik şekilde kırıldığı ve buna bağlı olarak hidrofilik yüzeylerin ortaya çıkması ile talk numunesinin temas açısı değerinin azaldığı yani hidrofilik karakter kazanmaktadır. Daha sonra uygulanan 15 dakikalık öğütme işleminde ise tabakalar dilimlenme istikametine paralel şekilde yani bazal yüzey boyunca ayrıldığı, buna bağlı olarak da ortamdaki hidrofobik yüzeyin arttığı (hidrofobik karakter kazandığı) ve buna bağlı olarak temas açısının arttığı görülmektedir. Daha sonra yapılan farklı sürelerdeki (30, 60, 90, 120 ve 150 dk) öğütme işlemlerinde ise her ne kadar önemli bir ufalanma olmasa da yine de belirli bir miktar dilimlenme yüzeyine dik şekilde kırılmalardan dolayı temas açısı değerinin azaldığı yani hidrofilik özelliğinin arttığı görülmektedir.

Yazarın şu ana kadar elde ettiği bilgilere göre, öğütmenin talkın temas açısı ve yüzey enerjisine etkisi konusunda pek fazla çalışma yapılmamıştır. Yıldırım(2001)'in "Surface Free Energy Characterization of Powders" başlıklı geniş kapsamlı doktora tez çalışmasının bir kısmında Amerikanın farklı bölgelerine ait ve farklı tane boyut dağılımına sahip toz halindeki talk numuneleri üzerinde mikrokalorimetre cihazı kullanarak ıslanma ısı (heat of wetting) yöntemiyle yüzey enerjilerini ve ayrıca ince tabaka fitil yöntemiyle (thin layer wicking) de temas açılarını ölçmüştür. Sonuçta talkın temas açısının  $69^{\circ}$  –  $89,9^{\circ}$  arasında değiştiği ve talkın tane boyutunun küçülmesiyle temas açısının (hidrofobisitenin) arttığını ve yüzey enerjisinin azaldığını belirlemiştir. Bunun sebebini ise talkın öğütme sırasında tabakalarının ayrılmasına ve daha fazla bazal yüzey ortaya çıkmasına bağlamaktadır. Malandrini ve arkadaşları (1997) talk içeriği ve tane boyutu birbirinden farklı 3 talk numunesi üzerinde mikrokalorimetre cihazı kullanarak ıslanma ısı ile yüzey enerjilerini ve damla yayılımı yöntemiyle de temas açılarını ölçmüş ve şu sonucu elde etmiştir. Numunelerin talk içeriği arttıkça ve tane boyutu küçüldükçe yüzey enerjisi azalır temas açısı yani hidrofobisitesi artmaktadır.



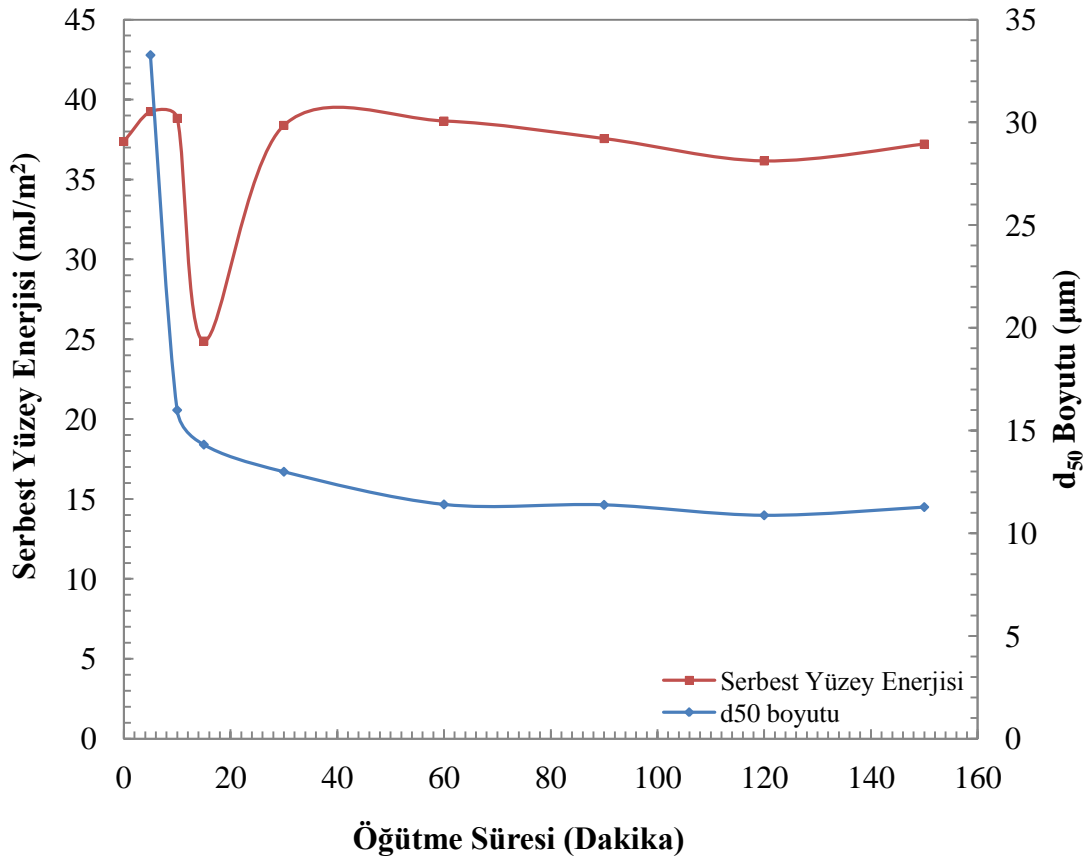
Şekil 4.19. Öğütme süresinin temas açısına etkisi.



#### 4.8. Öğütmenin Serbest Yüzey Enerjisine Etkisi

Şekil 4.20 incelendiğinde tüvenan talk numunesinin serbest yüzey enerjisi (SFE) 37,37 mJ/m<sup>2</sup> iken 5 ve 10 dakikalık öğütme işlemi uygulandığında serbest yüzey enerjisinin sırasıyla 39,24 - 38,82 mJ/m<sup>2</sup> yükseldiği ve daha sonra uygulanan 15 dakikalık öğütme işleminde ise serbest yüzey enerjisi ani bir azalma göstererek 24,88 mJ/m<sup>2</sup> olmaktadır. Daha sonraki öğütme işlemlerinde serbest yüzey enerjilerinde ciddi bir değişiklik görülmemektedir. Bu değişimin nedeni öğütme işlemi sonucunda meydana gelen “bazal yüzey alanı / kenar yüzey alanı” oranında ve buna bağlı hidrofobisitede meydana değişmeden kaynaklandığı tahmin edilmektedir. Şöyleki; İlk 10 dakikalık zaman diliminde talkın kırılma mekanizması tabaka dilimlenme yönüne dik istikamette olduğu (Şekil 4.17 ve 4.18) ve buna bağlı olarak toplam yüzey alanı bakımından, hidrofilik karakterdeki kenar yüzey alanı değerinin arttığı ve dolayısıyla da serbest yüzey enerjisinin artmaktadır. Öğütme işleminde talkın neden tabaka düzlemi boyunca ayrılmayıp da tabaka düzlemine dik yönde kırıldığı sorusu şu şekilde izah edilebilir. Öğütmenin ilk zamanlarında talkın “bazal yüzey alanı / kenar yüzey alanı” oranı en yüksek seviyesinde olacağından, tabakaların bazal yüzeylerinin öğütücü ortam bilyalarının darbe etkisine maruz kalma olasılığı çok daha yüksek olmasıdır. Çekilen SEM fotoğrafları da bunu desteklemektedir (Şekil 4.8 – 4.16). Literatürden de iyi bilindiği üzere talkın tabaka yüzeyi hidrofobik silanol (Si-O-Si) grupları ve kenar yüzeyleri ise hidrofilik Mg-OH ve Si-OH gruplarından oluşmaktadır (Chiem *et al* 2006; Ersoy 2011). 15 dakikalık öğütme ile serbet yüzey enerjisinde meydana gelen ani azalışı da yine talkın kırılma mekanizması ile izah edebiliriz. Şöyleki, bu sürede ortamdaki talkın “bazal yüzey alanı / kenar yüzey alanı” oranı azalmış olacağından dolayı, kenar yüzey alanları artacak ve dolayısıyla da öğütücü ortamın (yani bilyaların) darbe etkisi daha çok bu kenar yüzeylere gelmesi beklenir. Bu sebeple de Şekil 4.17’de de şematize edildiği gibi talk, dilimlenme yönüne paralel şekilde kırılmakta ve hidrofobik bazal yüzey miktarı arttığından yüzey enerjisi azalmaktadır. 30 dakikalık öğütme süresinde de yüzey enerjisinde önemli bir artış meydana gelmekte ve bundan sonraki öğütme sürelerinde ise yüzey enerjisi hemen hemen sabit bir seyir izlemektedir. Yukarıda bahsedildiği üzere değirmen içerisinde 15. dakikalık öğütme sonrasında ortamda bulunan talk numunesinin “bazal yüzey alanı / kenar yüzey alanı” oranı yeniden artmış olacağından dolayı, öğütücü bilyaların darbe etkisi Şekil 4.17’de de şematize edildiği üzere talkın dilimlenme yönüne dik

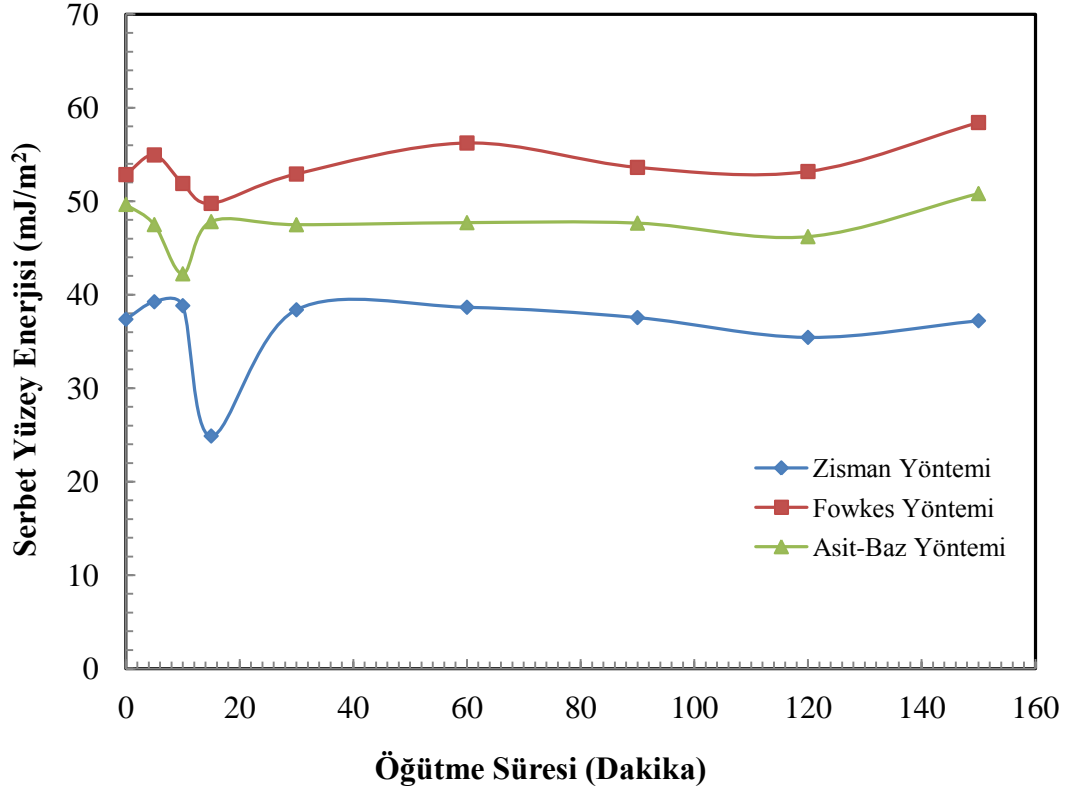
yönde gerçekleşmektedir. Daha sonraki öğütme sürelerinde (60, 90, 120 ve 150 dak.) ise ufalanma hemen hemen durmakta (Bakınız Şekil 4.3) ve dolayısıyla da talkın “bazal yüzey alanı / kenar yüzey alanı” oranı pek değişmediği için serbest yüzey enerjisi sabit kalmaktadır. Daha önce Terada and Yonemauchi (2004), tarafından yapılan bir çalışmada da benzer sonuçlar alınmış olup, titreşimli değirmende farklı sürelerde (3, 10 ve 40 dak.) uygulanan öğütme işleminde ilk 10 dakikada serbest yüzey enerjisinin arttığı ve 40 dakikalık öğütme işleminden sonra ise yüzey enerjisinin tekrar azaldığını belirlenmiştir. Yıldırım (2001) ise iki farklı tane boyutuna sahip iki talk numunesinden tane boyutu daha küçük olanın serbest yüzey enerjisinin daha düşük olduğunu bulmuştur.



Şekil 4.20. Öğütme süresinin serbest yüzey enerjisine etkisi.

Talk numunelerinin serbest yüzey enerjileri farklı yöntemler (Zisman, Fowkes ve Asit – Baz) kullanılarak hesaplanmıştır (Şekil 4.21). Hesaplamaların birbiri ile uyumlu olduğu ancak değerlerin farklı olduğu saptanmıştır. Daha önce yapılan çalışmalarda da benzer sonuçlar bulunmuştur (Zenkiewicz, 2007). Yöntemlerin birbirleriyle olan

farlılık oranları incelendiğinde en az farklılığın Fowkes ile Asit – Baz yöntemi arasında olduğu (%3-18), en fazla farkın ise Zisman ile Fowkes (%25-50) oranında olduğu belirlenmiştir (Çizelge 4.4). Bu farklılığın nedeni hesaplama yöntemlerinin yaklaşımlarının farklı olmasından ileri geldiği söylenebilir.



Şekil 4.21. Talk numunesinin serbest yüzey enerjisinin farklı yöntemlerle belirlenmesi.

Çizelge 4.4. Serbest yüzey enerjisi hesaplama yöntemleri arasındaki fark.

Numune Kodu	Zisman –Fowkes (%)	Zisman- Asit baz (%)	Fowkes-asit baz (%)
T0	29.277	24.733	6.037
T1	28.576	17.372	13.560
T2	25.187	8.074	18.616
T3	50,00	47.960	3.918
T4	27.448	19.165	10.245
T5	31.252	18.972	15.154
T6	29.957	21.196	11.117
T7	33.364	23.311	13.108
T8	36.29	26.760	13.010

**Çizelge 4.5.** Farklı öğütme zamanlarında üretilmiş talk numunelerinin farklı yöntemlerle hesaplanmış yüzey serbest enerji değerleri.

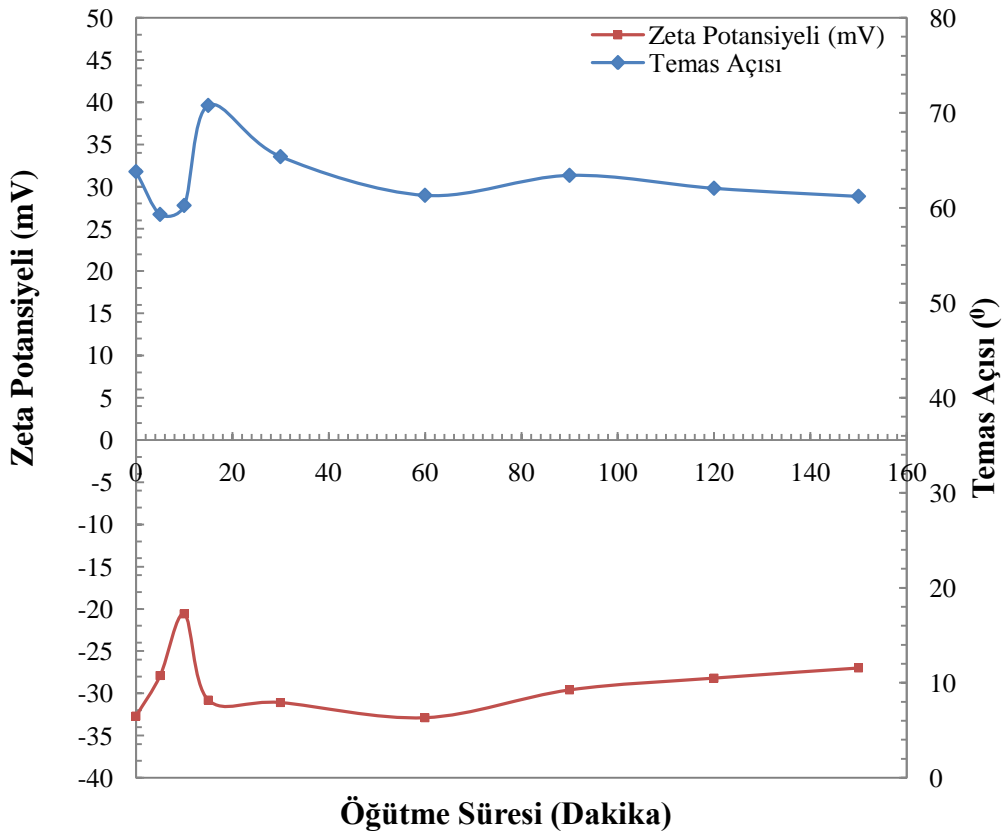
<b>Serbest Yüzey Enerji Ölçüm Yöntemleri</b>		<b>T-0</b>	<b>T-1</b>	<b>T-2</b>	<b>T-3</b>	<b>T-4</b>	<b>T-5</b>	<b>T-6</b>	<b>T-7</b>	<b>T-8</b>
<b>Zisman (mJ/m<sup>2</sup>)</b>	Critical st	37.37	39.24	38.82	24.88	38.38	38.65	37.55	35.43	36.21
	SFE_d	43.72	43.35	39.53	43.76	44.82	46.8	44.51	42.91	47.88
<b>Fowkes (mJ/m<sup>2</sup>)</b>	SFE_p	9.13	11.49	12.37	6.00	8.08	9.44	9.10	10.26	10.53
	SFE_Tot	52.84	54.94	51.89	49.76	52.9	56.22	53.61	53.17	58.41
	SFE_A	0.87	0.47	0.29	0.74	0.36	0.11	0.41	0.40	0.35
<b>Asit-Baz (mJ/m<sup>2</sup>)</b>	SFE_B	3.40	4.33	4.69	2.72	3.66	4.24	3.86	4.13	4.24
	SFE_AB	5.94	4.04	2.70	4.05	2.66	0.92	3.14	3.30	2.93
	SFE_Tot	49.65	47.49	42.23	47.81	47.48	47.70	47.65	46.20	50.81

SFE: Serbest Yüzey Enerjisi

- T-0: Tüvenan talk numunesi (tane boyutu -1 mm'dir)
- T-1: 5 dk Öğütme işlemine tabii tutulmuş talk
- T-2: 10 dk Öğütme işlemine tabii tutulmuş talk
- T-3: 15 dk Öğütme işlemine tabii tutulmuş talk
- T-4: 30 dk Öğütme işlemine tabii tutulmuş talk
- T-5: 60 dk Öğütme işlemine tabii tutulmuş talk
- T-6: 90 dk Öğütme işlemine tabii tutulmuş talk
- T-7: 120 dk Öğütme işlemine tabii tutulmuş talk
- T-8: 150 dk Öğütme işlemine tabii tutulmuş talk

#### 4.9. Öğütme Süresi - Zeta Potansiyel ( $\zeta$ ) - Temas Açısı ile İlişkisi

Zeta ( $\zeta$ ) Potansiyel (ZP) bir sıvı içerisindeki bir tanenin, yüzeye 1-100 Å mesafedeki kayma düzlemi üzerindeki ölçülebilen yüzey potansiyelidir ve birimi genellikle “miliVolt” olarak verilir. ZP terimi, her nerede bir süspansiyondan ve bu süspansiyonun stabilitesinden bahsediliyor ise orada mutlaka karşımıza çıkar (Çelik and Ersoy, 1994; Hunter, 1988). Ayrıca, özellikle flotasyon ile cevher zenginleştirme işleminde en uygun flotasyon reaktifinin ve en uygun dozajın belirlenmesinde yine ZP kavramı ile karşılaşılır (Leja, 1982). Kullanılan flotasyon reaktifinin hangi dozajda yüzeyde maksimum hidrofobisite (hava kabarcığı ile en uygun temas açısı) sağladığının ve yani hava kabarcığı ile en iyi ve sağlam teması sağladığının izahatı sırasında bu ZP verilerinden yararlanır (Leja, 1982). Kesin emin olunmamakla beraber, zeta potansiyel verilerini kabaca bir anlamda bir katı yüzeyinin hidrofobitesinin ve yüzey enerjisinin de bir göstergesi olarak kabul edilebilir. Şöyleki hidrofilik karkatere sahip bir katı mesela -30 mV ZP değerine sahip olduğunu düşünelim bunun yüzeyine katyonik sürfaktan molekülleri tek tabaka olarak adsorplandığında ZP değerini de sıfıra yaklaştırmakta ve böylece hidrofilik yüzeyi hidrofob yaparak hava kabarcığına yapışmasını saptamakta ve flotasyonu mümkün kılmaktadır (Ersoy, 2013). Buradan hareketle, bu çalışmada da öğütme sonrasında talk numunesinin hidrofobik yapısında ve yüzey enerjisindeki değişim onun ZP değerinde görülecekmi? diye merak edilerek öğütülmüş talk numunelerinin saf su içerisinde doğal pH’da ZP ölçümleri yapıldı. Ancak Şekil 4.22’den görüldüğü üzere böyle bir ilişki kurmak mümkün olmamıştır. Yani mutlak değerce ZP azaldıkça temas açısının artmamış tersine azalmış ve hidrofilik karkater artmıştır.

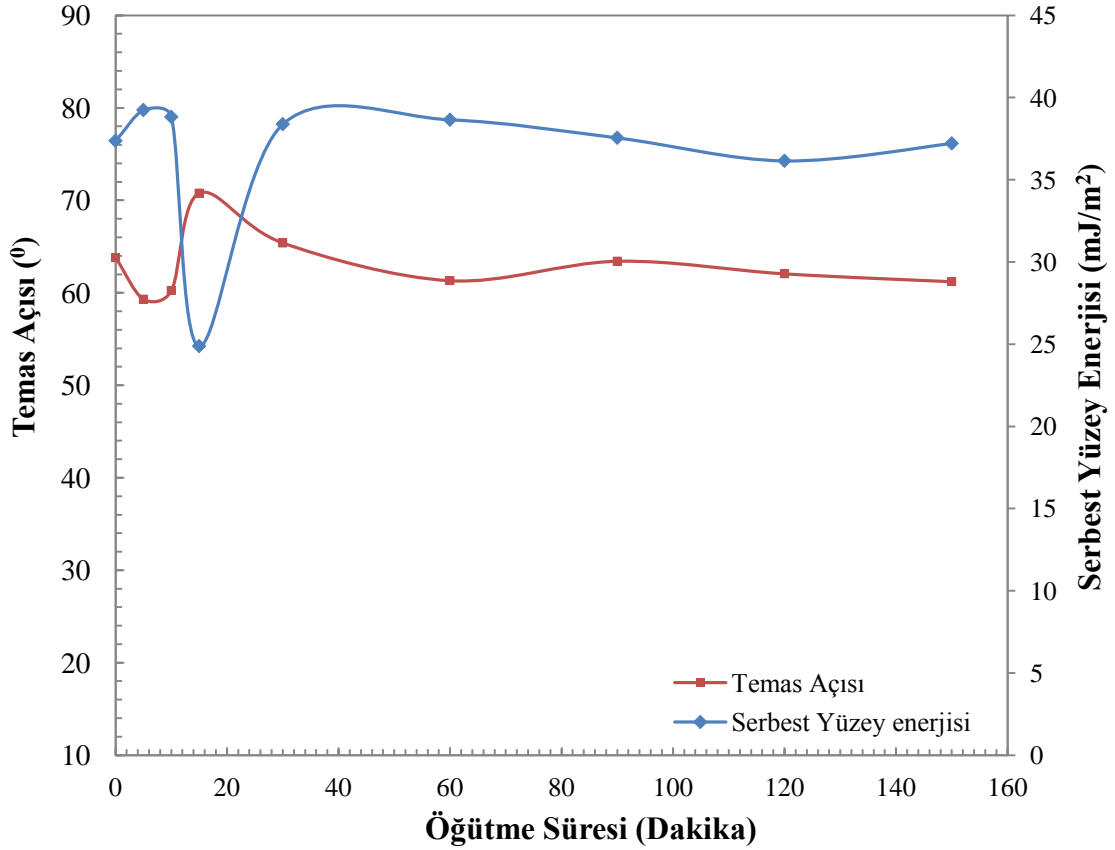


Şekil 4.22. Zeta potansiyeli ile temas açısına etkisi.

#### 4.10. Temas Açısının/Hidrofobisitenin Serbest Yüzey Enerjisi ile İlişkisi

Daha önce de ifade edildiği üzere herhangi bir katı yüzeyinin su damlası ile yaptığı temas açısı o yüzeyin hidrofobisite derecesini göstermektedir. Temas açısı ne kadar fazla olursa yüzey o oranda hidrofobik demektir. Bir yüzeyin hidrofobisitesi (veya su ile temas açısı) ile serbest yüzey enerjisi arasındaki ilişki kabaca şu şekilde ifade edilebilir (Gaudin *et al* 1957; Drzymala, 1994; Meiron *et al* 2004; Sato and Ruch, 1980; Ralph and Nelson, 1988; Fisher, 1959): Temas açısı arttıkça hidrofobisite artar ve buna mukabil yüzey enerjisi azalır. Diğer bir ifadeyle yüzey enerjisi fazla olan katıların hidrofobik karakteri azalır hidrofilik karakteri artar. Şekil 4.23’de verilen eğriler öğütme süresine bağlı olarak talkın (su ile) temas açısındaki değişimi ve serbest yüzey enerjisindeki değişimi göstermektedir. Her iki eğri birlikte değerlendirildiğinde yukarıda verilen temas açısı ve yüzey enerjisi arasındaki ilişkinin doğru olduğu bu çalışma ile çok açık şekilde bir kez daha teyit edilmiştir. Temas açısı azaldığında yüzey

enerjisi artırmakta ve temas açısı arttığında yüzey enerjisi azalmaktadır. 15 dakikalık öğütmeye tabi tutulan talkın hem temas açısı ve hem de yüzey enerjisi eğrilerinde birbiriyle tam bir uyum içerisinde pikler görülmektedir. Bu eğrilere ilişki detaylı yorum ve izahatlar Bölüm 4.7 ve 4.8’de verildiği için burada tekrar verilmeye gerek duyulmamıştır.



Şekil 4.23. Serbest yüzey enerjisinin temas açısına etkisi.

## 5. TARTIŞMA VE SONUÇLAR

Bu çalışmada Sivas Talkı, titreşimli bilyalı değirmende farklı sürelerde kuru olarak öğütme işlemine tabi tutularak onun bazı fiziksel özelliklerinde (tane boyutu, yüzey alanı, renk ve yağ absorplama) ve yüzey özelliklerinde (temas açısı, hidrofobisite ve serbest yüzey enerjisi) meydana gelen değişiklikler incelenmiştir.

Titreşimli değirmende yapılan deneylerde bütün değişkenler sabit tutularak sadece öğütme süreleri değiştirilmiştir (5, 10, 15, 30, 60, 90, 120 ve 150 dak.). Öğütme süresi artıkça tane boyutunun zamana bağlı olarak azaldığı, ancak belirli bir süreden sonra malzemenin değirmen çeperine yapıştığından öğütmenin olmadığı saptanmıştır. En ince boyut 120 dk öğütme işlemi uygulandığında bulunmuştur ( $d_{50}= 10,87 \mu\text{m}$ ).

-1mm boyutundaki talk numunesinin beyazlık değeri  $L^*= 92$ ,  $a^*:$  -0,32 ve  $b^*:$  2,4 iken öğütme işlemi uygulandığında, tane boyutundaki azalmaya paralel olarak talkın  $L^*$  değeri  $L^*$  değerinin arttığı ( $L^*:$  95,87),  $a^*$  ve  $b^*$  değerininse azaldığı ( $a^*:$  - 0,1 ve  $b^*:$  - 1,45) belirlenmiştir. yani talkın beyazlık değerinin tane boyutunun azalmasıyla beraber arttığı saptanmıştır.

Talkın yağ absorplama kapasitesinin tane boyutundan ziyade özgül yüzey alanı ile ilişkili olduğu belirlenmiştir. En yüksek yağ absorblama değeri olan %52,7'nin talkın  $d_{50}$  boyutunun  $11,27 \mu\text{m}$  ve özgül yüzey alanının  $18,986 \text{ m}^2/\text{gr}$  olduğunda (150 dakikalık öğütmede) elde edilmiştir. Öğütme işlemi sonunda tane boyutunda azalmanın az olmasına rağmen yüzey alanının arttığı bunun nedeninin ürünlerin por hacminde meydana gelen artıştan kaynaklandığı saptanmıştır.

İlk 30 dakikalık öğütme işleminin talkın hem (su ile) temas açısı (ve dolayısıyla hidrofobisitesi) ve hem de hesaplanan yüzey enerjisi üzerinde kritik bir rol oynadığı ve bundan sonraki (30-150 dak aralığında) öğütmenin ise bu özellikler üzerinde önemli bir değişim meydana getirmediği tesbit edilmiştir.

Öğütmeye bağlı olarak talkın hidrofobisitesi ve serbest yüzey enerjisindeki değişimler, talkın kırılma mekanizmasına bağlı olarak izah edilebilmektedir. Bu bağlamda ilk 0-10



dakikalık öğütmede talkın genellikle dilimlenme yönüne dik istikamette kırıldığı, 10-15 dakikalık öğütmede ise dilimlenme yönüne paralel şekilde tabaka ayrışması şeklinde kırıldığı ve 15-30 dak. aralığında ise yine dilimlenme yönüne dik istikamette kırıldığı belirlenmiştir. Daha uzun (30-150 dak.) öğütme sürelerinde talk, değirmen çeperine yapıştığından dolayı boyut küçülmesi olmamaktadır. Bu durum gerek SEM fotoğrafları ve gerekse tane boyut analizleriyle de desteklenmektedir. Talk tabaka düzlemine dik yönde kırıldığında, numunenin “*tabaka yüzey alanı/kenar yüzey alanı*” oranı azalmakta ve hidrofilik karakter artmaktadır. Kırılma (veya ufalanma) işlemi şayet talkın dilimlenme yönüne paralel şekilde olursa o zaman “*tabaka yüzey alanı/kenar yüzey alanı*” oranı artmakta ve buna bağlı olarak talkın temas açısı (hidrofobik karakteri) artarken, serbest yüzey enerjisi azalmaktadır. Damla yayılım yöntemiyle saf su ile yapılan temas açısı ölçümlerinde elde edilen değerlerin  $59,3^0 - 70,77^0$  aralığında olduğu, ve zisman yöntemine göre hesaplanan serbest yüzey enerjisi değerlerinin ise  $24,88 - 39,24 \text{ mJ/m}^2$  aralığında olduğu tesbit edilmiştir.

Dört farklı sıvı (Destile su, Diadomethane, Formamide ve Ethylene Glycol) kullanılarak elde edilen temas açısı verileri ile daha sonra serbest yüz en hesaplanmıştır. Yüzey enerjisi hesaplamalarında 3 farklı yöntem (Zisman, Fowkes ve Asit-Baz) kullanılmıştır. Şu sonuçlara ulaşılmıştır; (i) Talkın serbest yüzey enerjisi değerleri kullanılan yöntemlere göre değişebilmekte ve farklı sonuçlar alınabilmektedir. Bu farklılığın en az Fowkes ile Asit – Baz yöntemi arasında olduğu (%3-18), en fazla farkın ise Zisman ile Fowkes (%25-50) yöntemleri arasında olduğu belirlenmiştir. (ii) Ancak her 3 yöntem ile elde edilen, öğütme süresine bağlı serbest yüzey enerjisi eğrilerinin her üçünün de benzer bir davranış sergilediği görülmüştür.

## 6. KAYNAKLAR

- Adamson, A.W., (1976), *Physical Chemistry of Surfaces*, 698 page, California.
- Aglietti, E.F., (1994), The effect of dry grinding on the structure of talc, *Applied Clay Science*, **9**, 139-147.
- Amirfazli, A., Chatain, D., and Neumann, A. W., (1998), *Colloids and Surfaces*, **142**, pp.183-188.
- Andres, K. and Haude, F., (2010), Application of the Palla™ vibrating mill in ultra fine grinding circuits, *The Journal of The Southern African Institute of Mining and Metallurgy*, Volume **110**, 125-132.
- Arsoy, Z., (2013), Adaçal Endüstriyel Mineraller A.Ş., Ar-Ge sorumlusu, *Ar-Ge çalışma raporları*, 30 sf.
- Asmatülü, R., (2002), Enhancement Of The Dewettability Characteristics Of Fine Silica Particles, *Turkish J. Eng. Sci.*, **26**, 513-519 page.
- Balek, V., Perez-Maqueda, L.A., Poyato, J., Cerny, Z., Ramirez-Valle, V., Buntseva, I.M. and Perez-Rodriguez, J.L., (2007), Effect of grinding on thermal reactivity of ceramic clay minerals, *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry*, **88** (1), 87-91.
- Bachmann, J., Deurer, M. and Arye, G., (2007), Modeling water movement in heterogeneous water-repellent soil. 1. Development of a contact angle-dependent waterretention model, *Vadose Zone Journal*, **6** (2007) 436–445.
- Bayramoğlu, G., Yılmaz, M. and Arıca, M.Y., (2004), Evaluation of lysozyme adsorptive behavior of pHEMA – based affinity membranes related to surface energy and its components to be used in chromatographic field, *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, **243**, 11-21 p.
- Billmeyer, F.W. and Saltzman, M., (1981), *Principles of Color Technology*. Wiley Interscience, New York.
- Bizi, M., Flament M.P., Leterme Planning., Baudet, G. and Gayot, A., (2003), Relation between structural characteristics of talc and its properties as an antisticking agent in the production of tablets. *European Journal of Pharmaceutical Sciences*, **19**, 373-379.
- Bruil, H. G., and van Aartsen, J. J., (1974), *Colloid & Polymer Science*, **252**, 32-38 pp.
- Breiner, J.M., Anderson, M.A., Tom, H.W.K. and Graham, R.C., (2006), Properties of surfacemodified colloidal particles, *Clays Clay Minerals*, **54** 12–24.

- Bükü, L. B. (2006), Süperhidrofob Kaplamaların Yüzey Enerjisi, *Yüksek Lisans Tezi*, Gebze Yüksek Teknoloji Enstitüsü Mühendislik ve Fen Bilimleri Enstitüsü, 132 Sf. Gebze.
- Cawood, S. R., Harris, P. J. and Bradshaw, D. J., (2005), A simple method for establishing whether the adsorption of polysaccharides on talc is a reversible process. *Minerals Engineering*, **18** (10), 1060-1063.
- Charnay, C., Lagerge, S., and Partyka, S., (2001), Assessment of the surface heterogeneity of talc materials. *Journal of Colloid and Interface Science*, **233**, 250-258.
- Chassin, P., Jounay, C., Quiquampoix, H., 1986, Measurement of the surface free-energy of calcium-montmorillonite, *Clay Minerals*, **21** 899–907.
- Chibowski, E., Kerkeb, M.L. and González-Caballero, F., (1993), Effect of inorganic ions on changes in the energetic heterogeneity of the cholesterol surface, *Langmuir*, **9** (10) 2491–2495.
- Chibowski, E. and Carpio R. P, (2002), Problems of Contact Angle and Solid Surface Free Energy Determination, *Advances in Colloid and Interface Science*, **98**, 245-264.
- Chiem, L, Huynh, L, Ralston, J and Beattie, D., (2006), An in situ ATR-FTIR study of polyacrylamide adsorption at the talc surface. *Journal of Colloid and Interface Science*, **297**, 54-61.
- Cuadros, J., (1997), Interlayer cation effects on the hydration state of smectite, *Am. J. Sci.* **297** 829–841.
- Çelik, M.S. and Ersoy, B. (1994), *Mineral Nanoparticles:Electrokinetics:* (In) Encyclopedia Of Nanoscience And Nanotechnology, Ed. J.A. Schwarz, C.I. Contescu And K. Putyera, Marcel-Dekker Inc, New York, **2004**, 1991-2005.
- Çimen, Y., (2012), Talkın Kristal Yapısına Öğütmenin Etkisi, *Bitirme Projesi*, Afyon Kocatepe Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Maden Mühendisliği Bölümü, Danışman: Prof. Dr. Bahri ERSOY, Afyonkarahisar, 68 sf.
- Dellisanti, F., Valdre, G. and Mondonico, M., (2009), Changes of the main physical and technological properties of talc due to mechanical strain, *Applied Clay Science*, **42**, 398-404.
- DeJonge, L.W., Jacobsen, O.H. and Moldrup, P., (1999), Soil water repellency: effects of water content, temperature, and particle size, *Soil Sci. Soc. Am. J.*, **63**, 437–442.

- DPT, (1996), *Bazı Endüstriyel Hammaddeleri, Alt Komisyonu Toprak Sanayi Hammaddeleri I, Özel İhtisas Komisyonu Raporu*, Ankara.
- DPT, (2001), *Bazı Endüstriyel Hammaddeleri, Alt Komisyonu Toprak Sanayi Hammaddeleri I. Özel İhtisas Komisyonu Raporu*, Ankara.
- Drelich, J., Miller, J. and Good, R., (1996), The effect of drop (bubble) size on advancing and receding contact angles for heterogeneous and rough solid surfaces as observed with sessile-drop and captive-bubble techniques, *J. Colloid Interface Sci.*, **179** (1) 37–50.
- DIN 531999, DIN/ISO 787-5, (1995), General Methods of Test For Pigments and Extenders – Part 5: Determination of Oil Absorption Value (ISO 787-5; 1980); German Version 8 page.
- Drzymala, J. 1994. Hydrophobicity and Collectorless Flotation of Inorganic Materials, *Advances in Colloids and Interface Science*, **50**, 143-185.
- Düzyol, S., (2009), Cevher Hazırlamada Islanabilirliğe Dayanan İşlemlerde Hidrofobisite ve Yüzey Geriliminin Etkisi, *Doktora Tezi*, Selçuk Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Maden Mühendisliği Anabilim Dalı, Konya, 177 sf.
- Ebnesajjad, S., (2006), Surface Treatment of Materials for Adhesion Bonding, William Andrew Publishing, USA.
- Eick, J., Good, R. and Neumann, A., (1975), Thermodynamics of contact angles. II. Rough solid surfaces, *J. Colloid Interface Sci.*, **53** (2) 235–238.
- Ersoy, B., 2011, Influence of pH and Chloride-Based Metal Salts on Coagulation / Dispersion Behavior of Talc Suspension, *Separation Science and Technology*, **46**, 1519–1527,
- Ersoy, B., 2013, Minerallerin (ve Katıların) Yüzey Özellikleri, Ders notu, Afyonkarahisar, 59 sf.
- Ersoy, B., Dikmen, S., Yıldız, A., Gören, R. and Elitok, Ö., (2013), Mineralogical And Physicochemical Properties of Talc From Emirdağ, Afyonkarahisar, Turkey, *Turkish J Earth Sci.*, **22**: 632-644, -1112-14.
- Filio, M. J., Sugiyama, K., Kasai, E. and Saito, F., (1993), Effect of dry mixed grinding of talc kaolinite and gibbsite on preparation of cordierite ceramics, *JCEJ*, **26**, 565-569.
- Fischer K., (1959), Colloidal Dispersions, 387 page, New-York.

- Foster J and Doll J. (2004), Particle Size Effect on Talc Lubricant Activity, *American Association of Pharmaceutical Scientists 2004 annual Meeting Poster Session*. 18 page.
- Fowkes, F.M. (1964), *Industrial and Engineering Chemistry*, **56**,12, 40.
- Fowkes, F.M. 1983, Acid – Base interactions in Polymer Adhesion: Physicochemical aspects of Polymer Surfaces, Ed: K.L. Mital, Plenum Press, New York.
- Fowkes, F.M., J. (1972) *Of Adhesion*, **4**, 153,
- Gamiz, E., Melgosab, M., Sanchez-Maranon, M., Martin M.J.M. and Delgadoa, R. (2005) Relationships between chemico-mineralogical composition and color properties in selected natural and calcined Spanish kaolins. *Applied Clay Science*, **28**, 269-282.
- Giese, R.F. and van Oss, C.J., (2002), *Colloid and Surface Properties of Clays and Related Minerals*, CRC Press, Oxford.
- Good, R. J., and van Oss, C. J. (1992), in *Modern Approaches to Wettability: Theory and Applications*, Eds: M. E. Schrader, and G. Loeb, Plenum Press, New York, pp. 1-27.
- Gönül, N., (2000), Süspansiyon ve Emülsiyon Teknolojisi, Ankar Üniversitesi Eczacılık Fakültesi Eczacılık Teknolojisi Bölümü, 93 sf. Ankara.
- Gören, R., Göçmez and H., Özgür, C., (2006), Synthesis of cordierite powder from talc, diatomite and alumina. *Ceramic International*, **32**, 407-409.
- Grim, R., (1968), *Clay mineralogy*, McGraw-Hill Book Company, New York, 596.
- Gaudin, A.M., Miaw, H.L. and Spedden, H.R. (1957), Native Floatability and Crystal Structure, Second Int. Congr. *Surface Activity*, **3**, 202-219.
- Hiemenz, P.C., (1986), *Principles of Colloid and Surface Chemistry*, 790 page, New York.
- Holland, H.J. and Murtagh, M.J., (2000), An XRD Morphology Indeks For Talcs: The Effect of Particle Size and Morphology an the Specific Surface Area, International Center for Diffraction Data 2000, *Advances in X-ray Analysis*, **42**, 421-429 pag.
- Hunter, J.R., (1988), *Zeta Potential in Colloid Science, Principles and Applications*; Academic Press: San Diego; 1–342.
- Israelachvili, J.N., 1995, “*Intermolecular and Surface Forces*”, Academic Press (Second Edition).

- Johnson, R.E.J. and Dettre, R.H., (1964), Contact angle hysteresis. III. Study of an idealized heterogeneous surface, *J. Phys. Chem.* **68** (7) 1744–1750.
- Kano, J. and Saito, F., (1998), Correlation of powder characteristics of talc during Planetary Ball Milling with the impact energy of the balls simulated by the Particle Element Method, *Powder Technology*, **98**, 166-170.
- Karagüzel, C., (2005), Na-K Feldspat Minerallerinin Flotasyon Yöntemi ile Ayrımında Hidrofobositeyi Etkileyen Parametreler, Osmangazi Üniversitesi, *Doktora Tezi*, Fen Bilimleri Enstitüsü, Maden Mühendisliği Anabilim Dalı, Cevher Hazırlama Bilim Dalı, Eskişehir, 447 sf.
- Karakaya, M., (2006), *Kil minerallerinin özellikleri ve tanımlama yöntemleri*, Bizim Büro Basımevi, Ankara, 640 sf.
- King, P.M., (1981), Comparison of methods for measuring severity of water repellence of sandy soils and assessment of some factors that affect its measurement, *Aust. J. Soil Res.* **19**, 275–285.
- Kolluri, O.S. (1994), Plasma Surface Engineering of Plastics, ASM Handbook vol. **5**, *Surface Engineering*, ASM International, USA.
- Kovan, V. ve Şekercioğlu, T. (2005), Yapıştırma Bağlantılarında Yapışma Teorileri ve Yüzey Enerjilerinin İncelenmesi, *Yüzey İşlemler*, sayı 42, 22-26.
- Kretzschmar, R. and Sticher, H. (1997), Transport of humic-coated iron oxide colloids in a sandy soil: influence of Ca<sup>2+</sup> and trace metals, *Environ. Sci. Technol.* **31**, 3497–3504.
- Ku, C. A., Henry, J. D., Siriwardane, R., and Roberts, L., J. (1985), *Colloids and Interface Sci.*, **106**, 377-385.
- Kwok, D. Y., Leung, A., Lam., C. N. C., Li, A., Wu, R., and Neumann, A. W., (1998), *J. Colloids and Interface Sci.*, **206**, 44-51 pp.
- Leja., J. (1983), *Surface Chemistry of Froth Flotation*, Plenum Pres (Second Edition).
- Liao, J. and Senna, M., (1992), Thermal behavior of mechanically amorphized talc, *Thermochimica Acta*, **197**, 295-306.
- Liu, G., Feng, Q., Ou, L., Lu, Y. and Zhang, G., (2006), Adsorption of polysaccharide onto talc. *Minerals Engineering*, **19**, 147–153.

- Long, J., Hyder, M., Huang, R. and Chen, P., (2005), Thermodynamic modeling of contact angles on rough, heterogeneous surfaces, *Adv. Colloid Interface Sci.*, **118**, 173–190.
- Lopez-Galindo, A. and Viseras, C., (2004), Pharmaceutical and cosmetic applications of clay. Interface Science and Technology: *Clay Surfaces In: F. Wypych, K. G. Satyanarayana* (Eds.), **1**, 267-289.
- Lu, S., Pugh, R.J. and Forssberg, E., (2005), Interfacial Separation of Particles, *Studies in Interface Science*, 693 page.
- Malucelli, G., Ronchetti, S., Lak, N., Priola, A., Dintcheva, N.T. and Mantia, F.P., (2007), Intercalation effects in LDPE/o-montmorillonites nanocomposites, *Eur. Polym. J.*, **43**,328–335.
- Malandrini, F., Clauss, S., Partyka, S. and Douillard, J.M., (1997), Interactions between Talc Particles and Water and Organic Solvents, *Journal of Colloid and Interface Science*, **194**, 183-193.
- Martin, P. J., Wilson, D. I. and Bonnett, P. E., 2004, Rheological study of a talc-based paste for extrusion-granulation. *Journal of the European Ceramic Society*, **24** (10-11), 3155-3168.
- Meiron, T.S., Marmur A. and Saguy I.S., (2004), Contact angle measurement on rough surfaces, *Journal of Colloid and Interface Science*, **274** (2004), 637-644.
- Neumann, A. W., and Tanner, W., J. (1970), *Colloids and Interface Sci.*, **34**, pp. 1-8.
- Neto, J. B. R. and Moreno R., (2007), Rheological behaviour of kaolin/talc/alumina suspensions for manufacturing cordierite foams., *Applied Clay Science* **3** (1-2), 157-166.
- Nkoumbou, C., Villieras, F., Njopwouo, D., Ngoune, C., Barres, O., Pelletier, M., Razafitianamaharavo, A. and Yvon, J., (2008), Physicochemical properties of talc ore from three deposits of Lamal Pougue area (Yaounde Pan-African Belt, Cameroon), in relation to industrial uses. *Applied Clay Science*, **41**, 113–132.
- Osipow, L.I., (1977), Surface Chemistry; *Theory and Industrial Applications*, 473 page, New-York.
- Önem, Y., (2000), Sanayi Madenleri, Kozan Ofset Matbaa, Ankara, 385 sf.
- Perez-Maqueda, L.A., Duran, A. and Perez-Rodriguez, J.L., (2005), Preparation of submicron talk particles by sonication, *Applied Clay Science*, **28**, 245-255.

- Perez-Rodriguez, J.L. and Sanchez-Soto, P.J., (1991), The influence of the dry grinding on the thermal behaviour of pyrophyllite, *Journal of Thermal Analysis*, **37**, 1401-1413.
- Prakash, B.S.J., (2004), Surfaces Thermodynamics of Clays, Clay Surfaces; Fundamentals and Applications, Ed: Wypych, F. and Satyanarayana, K.G., 455 page, Brazil.
- Pugh, R.J. and Tjus, K., (1990), Flotation depressant action of poly (oxyethylene) alkyl ethers on talc. *Colloids and Surfaces*, **47**, 174-194.
- Ralph, D. and Nelson, J.R., (1988), Dispersing Powders in Liquids, 245 page, Delaware, U.S.A.
- Rogers, K., Takacs, E. and Thompson, M.R., (2005), Contact angle measurement of select compatibilizers for polymer–silicate layer nanocomposites, *Polym. Test*, **24** (4) 423–427.
- Sabah, E. ve Cengiz, İ., (2007), *Cevher Hazırlama Laboratuvar Deney Föyleri*, Atay Basımevi, Afyonkarahisar, 69 sf.
- Salazar, K. and Kimball, S.M., (2009), Mineral Commodity Summaries 2009 united States Government Printing Office, Washington, 195 page.
- Sanchez-Soto, P.J., Wiewiora, A., Aviles, M.A., Justo, A., Perez-Maqueda, L.A., Perez-Rodriguez and J.L., Bylina, P., (1997), Talc from Puebla de Lillo, Spain. II. Effect of dry grinding on particle size and shape, *Applied Clay Science*, **12**, 297-312.
- Sato, T. and Ruch, R., (1980), Stabilization of Colloidal dispersions by Plymer Adsorption, 155 page, New-York.
- Shen, W., Filonanko, Y., Truong, Y. Parker, I.H., Brack, N., Pigram, P. and Liesegang, J., (2000), Contact angle measurement and surface energetic of sized and unsized paper, *Colloids and Srfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, **173** (2000), 117-126.
- Spagnolo, D. A., Maham, Y. and Chuang, K. T., (1995), *J of Physical Chemistry*, **100**, 6626.
- Sposito, G., (1984), *The Surface Chemistry of Soils*, 234 page, New-York.
- Şekercioğlu, T. and Kaner, S. (2014), Plastiklerin Yapıştırılmasında Yüzey Hazırlama Yöntemlerinin İncelenmesi, *Mühendis ve Makina*, cilt **55**, sayı 648, s. 37-43.



- Temur, S., (1998), *Endüstriyel Hammaddeler, Jeoloji Mühendisliği*, S.Ü. Mühendislik-Mimarlık Fakültesi Yayınları, Konya, 352 sf.
- Temuujin, J., Okada, K., Jadambaa, T.S., Mac Kenzia, K.J.D. and Amarsanaa, J., (2003), Effect of grinding on the leaching behaviour of pyrophyllite, *Journal of the European Ceramic Society*, **23**, 1277-1282.
- Terada, K. and Yonemochi, E., 2004, Physicochemical properties and surface free energy of ground talc. *Solid State Ionics*, **172**, 459-462.
- Tomaino, G. P. (2000), Talc and pyrophyllite. *Mining Engineering*, 64-65.
- TS 32 EN 459-2, (2005), Tayini, *Türk Standartları Enstitüsü*, Ankara.
- Ulusoy, U. (2008), Application of Anova to image analysis results of talc particles produced by different milling, *Powder Technology*, **188**, 133-138.
- Van Olphen, H., (1977), Clay Colloid Chemistry (second edition), *John Wiley & Sons Inc., New York*, 318 sf.
- Van oss, C.J., Good, R.J. and Chaudhury, M.K., (1987), Colloid surface, **23** (1987c),369.
- Van Oss, C.J. (1994), “Interface Forces in Aqueous Media”, Marcel Dekker Publications, New York.
- Wallqvist, V., Claesson, P. M., Swerin, A., Schoelkopf, J. and Gane, P.A.C., (2009), Influence of wetting and dispersing agents on the interaction between talc and hydrophobic particles. *Langmuir*, **25** (12), 6909–6915.
- Wang, J. and Somasundaran, P., (2005), Adsorption and conformation of carboxymethylcellulose at solid-liquid interfaces using spectroscopic, AFM and allied techniques. *Journal of Colloid and Interface Science*, **291**, 75-83.
- Wenzel, R.N. (1936), Resistance of solid surfaces to wetting by water, *Ind. Eng.Chem*, **28**, 988.
- Woche, S.K., Goebel, M.O., Kirkham, M.B., Horton, R., Van der Ploeg, R.R. and Bachmann, J., (2005), Contact angle of soils as affected by depth, texture, and land management, *Eur. J. Soil Sci.* **56** (2) 239–251.
- Wu, W., Giesse, J.R. R.F. and Van Oss, C.J., (1996), Change in properties of solids caused by grinding, *Powder Technology*, **89**, 129-132.
- Yan, N., Maham, Y., Masliyah, J. H., Gray, M., and Mather , A. E. (2000), *J of Colloid and Interface Sci.*, **228**, pp.1-6.

Yekeler, M., Ulusoy, U. ve Hiçyılmaz, C., 2004, Effect of particle shape and roughness of talc mineral ground by different mills on the wettability and floatability, *Powder Technology*, **140**, 68-78.

Yıldırım, İ. (2001), Surfaces Free Energy Characterization Of Powders', Doctor of Philosophy In Mining and Minerals Engineering, Faculty of the Virginia Polytechnic Institute and State University. Blacksburg, Virginia, USA.

Yoon, R.- H. and Jordan, J. L., 1991, *J. of Colloid and Interface Science*, **146**, (2), pp. 101-108.

Young, G. J., Chessick, J. J., Healey, F. H., and Zettlemyer, A. C., (1954), *J. Phys. Chem.*, **58**, 313.

Zbik, M., Smart, R. St. C., (2005), Influence of dry grinding on talc and kaolinite morphology: inhibition of nano-bubble formation and improved dispersion, *Minerals Engineering*, **18**, 969-976.

Anonim 1. <http://www.attension.com/applications/application-and-theory-notes-1>

Anonim 2. [http://www.face-kyowa.co.jp/english/en\\_science/en\\_theory/en\\_what Surface\\_tension/](http://www.face-kyowa.co.jp/english/en_science/en_theory/en_what_Surface_tension/)

Anonim 3. <http://sourcing.turkish.alibaba.com>

## ÖZGEÇMİŞ

Adı Soyadı : Zeyni ARSOY  
Doğum Yeri ve Tarihi : Savur, 1983  
Yabancı Dili : İngilizce  
İletişim (Telefon/e-posta) :0549 523 1983 / zeyni\_arsoy@hotmail.com

### Eğitim Durumu (Kurum ve Yıl)

Lise : Batman Lisesi/1999-2002  
Lisans : Afyon Kocatepe Üniversitesi/2006-2010  
Yüksek Lisans : Afyon Kocatepe Üniversitesi/2010-2014

### Çalıştığı Kurum/Kurumlar ve Yıl :

- Eti krom A.Ş. Rut açık işletmesi, **Şantiye Şefi / 2011**
- Karma madencilik inşaat ve ticaret A.Ş. Tekirdağ/Malkara Kömür ocağı, **İşletme Müdürü / 2011- 2012**
- Adaçal Endüstriyel Mineraller Sanayi ve Ticaret A.Ş. **Ür-Ge mühendisi / 2012 - 2014**
- Öz-Ar Kaolen Mineral Madencilik İnşaat Ar-Ge Tek. Paz. San. İç ve Dış Tic. Ltd. Şti. **Müdür / 2011/....**

### Yayınları (SCI ve diğer) :

- adaCal (Çöktürülmüş Kalsiyum Karbonat) Kullanımının; Plastik Üretimindeki Avantajları, M. Müdüroğlu ve **Z. ARSOY**, 8. Uluslararası Endüstriyel Hammaddeler Sempozyumu, 2012 İstanbul/TÜRKİYE.
- Sönmüş Kirecin Mikronize Öğütülmesi, E. Sabah, **Z. ARSOY** ve S. Koltka, AKÜ FEBİD **12** (2012) 015802 (13-21).
- The Advantages of Using adaCAL Nano PCC(Precipitated Calcium Carbonate) in Production of Coated Carton, M.Müdüroğlu ve **Z.ARSOY** PPM, 2013.
- adaCAL toz PCC nin Su bazlı boyalarda kullanılmasının avantajları, Boya Türk Dergisi, M.Müdüroğlu, Fırat Günderen ve **Z.ARSOY**.

- adaCAL Slurry PCC nin boya üretiminde kullanılmasının avantajlarının belirlenmesi, Boya Türk Dergisi, M.Müdüroğlu, F. Günderen ve **Z.ARSOY**.
- Adaçal ve Karaçal Tepeleri Civarı (Afyonkarahisar - Emirdağ) Kireçtaşının Jeolojik ve Petrografik Özellikleri, M.MÜDÜROĞLU, **Z. ARSOY**, B.ERSOY ve O.YAVUZ, *KAYAMEK'2014-XI. Bölgesel Kaya Mekaniği Sempozyumu / Afyonkarahisar, Turkey.*

Diğer Konular :

Yaptığı Projeler;

- Kömür Hazırlama Tesisi Atıklarından Knelson Konsantratörü ile Temiz Kömür Kazanımı, TÜBİTAK 1002 Hızlı Destek Projesi, 110M774, 2011-2012 **Araştırmacı.**
- Afyon Karahisar İli Mermer Fabrikalarının Verimliliklerinin İstatiksel Tekniklerle İncelenmesi, 2011- 2013 **Araştırmacı.**
- Alunitsiz Kaolen Üretimi, 5746 Sayılı Araştırma ve Geliştirme Faaliyetlerinin Desteklenmesi Hakkında Kanun kapsamında Teknogirişim Sermayesi Desteği Projesi, 2012 - 2013, **Proje Yürütücü.**
- Öğütmenin Talkın Yüzey Özelliklerine Etkisi, 12.FEN.BİL.34 2012-2014, **Araştırmacı.**
- Öğütme İle Talkın Hidrofobisitesi Arasındaki İlişki, 12.HIZ.DES.25 2010-2014, **Araştırmacı.**
- Adularya Madencilik Enerji Üretimi A.Ş. kömürünün zenginleştirme parametrelerinin belirlenmesi ve tesisin modellenmesi 2013... **Araştırmacı.**
- Sönemiş Kirecin (CaO) Farklı Değirmenlerde Öğütme Parametrelerinin Belirlenmesi ve Enerji Tüketiminin Hesaplanması 2014..... **Araştırmacı.**