

1
166

**DOĞAL VE PRESLENMİŞ LÜLETAŞININ
BAZI FİZİKSEL ÖZELLİKLERİNİN KARŞILAŞTIRILMASI**

4
109

Şadan KORKMAZ

**Anadolu Üniversitesi
Fen Bilimleri Enstitüsü
Lisansüstü Yönetmeliği Uyarınca
Fizik Anabilim Dalında
YÜKSEK LİSANS TEZİ
Olarak Hazırlanmıştır.**



Danışman : Doç. Ertunç ARAL

**T. G.
ANADOLU ÜNİVERSİTESİ
MERKEZ KÜTÜPHANESİ**

Şubat - 1987

Şadan KORKMAZ'ın YÜKSEK LİSANS tezi olarak hazırladığı
"DOĞAL ve PRESLENMİŞ LÜLETAŞININ BAZI FİZİKSEL ÖZELLİK-
LERİNİN KARŞILAŞTIRILMASI" başlıklı bu çalışma, jürimizce li-
sansüstü yönetmeliğinin ilgili maddeleri uyarınca değerlendirilerek
kabul edilmiştir.

.13./2 /1987 .

Başkan: _____

Doç. Ertunç ARAL

Üye : _____

Doç.Dr. Muhsin ZOR

Üye : _____

Yrd.Doç.Dr. Ertuğrul YÖRÜKOĞULLARI

Fen Bilimleri Enstitüsü Yönetim Kurulu'nun . 17.2.1987 . gün ve
. 140/4 sayılı kararıyla onaylanmıştır.



Enstitü Müdürü
Prof.Dr. Rüstem KAYA

Ö N S Ö Z

Doğal ve preslenmiş lületaşının bazı fiziksel özelliklerini konu alan bu çalışma, Anadolu Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsünde, Doç. Ertunç ARAL'ın Danışmanlığında yürütülmüştür.

Bu araştırmayı öneren, çalışmalarımnda değerli vakitlerini harcayarak bana yol gösteren ve araştırmamın sonuçlandırılmasında sürekli destek olan Sayın Hocam Doç. Ertunç ARAL' a teşekkür ederim.

Deneysel çalışmalarımı yapabilmem için Mühendislik Kimya Araştırma Laboratuvarından yararlanmamı sağlayan Müh.-Mim. Fakültesi Dekanı Sayın Prof. Dr. Musa ŞENEL' e teşekkür ederim. Ayrıca, Makina, Elektrik, Maden Mühendisliği Laboratuvar ve aletlerinden faydalanmama izin veren Sayın Bölüm Başkanlarına teşekkür ederim.

Bütün araştırmam esnasında bana sürekli destek olan Fizik Bölümündeki Hoca ve çalışma arkadaşlarıma da şükranlarımı sunarım.

ÖZET

Ülkemizin metal dışı en önemli minerallerinden biri olan lületaşı (sepiolite)'nın fiziksel ve kimyasal özellikleri, kullanım alanları konusunda yapılan araştırmalar oldukça azdır. Buna rağmen dünyada en kaliteli lületaşı üretimi ülkemizde yapılmaktadır ve üretimin dünyada talebi karşılayamaz hale gelmesi bu minerali çok değerli hale getirmiştir. Fakat ülkemizde (Eskişehir yöresinde) üretilen lületaşının büyük kısmı düşük kalite olması nedeni ile kullanılmamaktadır.

Bu araştırmada yaptığımız literatür taramalarında rastlayamadığımız doğal lületaşının; özgül ısını, elek analizi yöntemi ile dış özgül yüzey alanının tayini, ıslanma ısının tayin edilmesi amaçlanmakta. Ayrıca lületaşı artıklarını toz hale getirip presleyerek elde edilen pres lületaşları ile doğal lületaşının; yoğunluk, porozitesinin, termal ve dielektriksel özelliklerinin karşılaştırılması olmuştur. Ayrıca pres lületaşının yeniden işlenebilirliği araştırılmıştır.

SUMMARY

The research works about the physical and chemical properties as well as the usage fields of the sepiolite are relatively few. The sepiolite is one of the important non-metallic minerals which is found in Turkey. However, the best quality production is done in our country in the world. The high demand about this mineral made it highly valuable. But, most of the sepiolites which are produced in region of Eskişehir have relatively low quality and for this reason they are not manufacturable.

In the present research work the natural sepiolite, which we could not find in the literature, has been studied to find its specific heat, its external specific surface area by sieve analysis method and wetting heat. Besides, the comparisons of the pressed sepiolites, which were obtained from its powders and the natural ones are made in the followings : density, porosity, thermal and dielectric properties. Finally, the usability of the pressed sepiolite has been investigated.

İ Ç İ N D E K İ L E R

ÖNSÖZ.	ii
ÖZET.	iii
SUMMARY.	iv
İÇİNDEKİLER.	v
1. GİRİŞ.	1
1.1. Malzemenin Tanınması.	1
1.2. Oluşumu ve Bulunuşu.	2
1.3. Lületasının Kristal Yapısı, Fiziksel ve Kimyasal Özellikleri	4
1.4. Lületasının Kullanım Alanları.	8
1.5. Dünyada Lületası Kaynakları.	9
1.6. Lületasının İktisadi Önemi.	10
2. DENEYSEL YÖNTEMLER.	12
2.1. Lületası ve Pres Lületası Üzerinde Yapılan Deneyler.	12
2.1.1. Silikatların Sıkışabilirliği (Kompresibilitesi).	12
2.1.2. Presleme Yöntemi.	14
2.1.3. Katkı Maddesi.	15
2.1.4. Parçacık Boyutu.	15
2.1.5. Uygulanan Basınç Etkisi.	15
2.1.6. Temizleme İşlemleri.	15
2.1.7. Suyu Dayanıklılığı İşlenebilirliği.	15
2.2. Şişme Deneyi.	16
2.3. Isınma Isısı Tayini.	16
2.4. Elek Analizi.	18
2.5. Isıl Analiz Deneyleri.	20
2.6. Isı Kapasitesi ve Özgül Isı.	22
2.7. Yoğunluk Tayini.	24
2.7.1. Lületasının Katı Kısmının Yoğunluğu.	25
2.7.2. Lületasının Görünür Yoğunluğu.	25

2.7.3. Pres Lületaşının Görünür Yoğunluğu.	26
2. 8. Porozite Tayini.	26
2.9. Adsorpsiyon.	29
2.9.1. Nemlendirme (Sorpsiyon) Deneyleri.	32
2.9.2. Zamana Karşı Su Adsorpsiyon Kapasite Tayini.	32
2.9.3. Parçacık Boyutuna Karşı Su Adsorplama Kapasitesi Tayini.	33
2.10. Desorpsiyon.	33
2.10.1. Zamana Karşı Desorpsiyon Deneyleri.	34
2.10.2. Parçacık Boyutuna Karşı Desorpsiyon Deneyleri.	34
2.10.3. Değişik Basıncıta Hazırlanan Numunelerin Desorpsiyon Deneyleri.	34
2.11. Dielektrikler.	35
2.11.1. Statik Alanda Dielektrik Özellikler.	35
2.11.2. Zamana Bağlı Alanda Dielektrik Özellikler.	39
2.11.3. Dielektrik Sabitinin Frekansa Bağlılığı.	41
2.11.4. Dielektrik Kayıp Açısı.	41
2.11.5. Bir Dielektrikle İlgili Eşdeğer Devreler.	43
2.11.6. Dielektriklerde Elektrik İletkenliği.	45
2.11.7. Nemli Maddelerin Dielektrik Özellikleri.	46
2.12. Dielektrik Sabitinin Tayini.	47
2.12.1. Ölçüm Yöntemi.	47
2.12.2. Numunelerin Hazırlanması.	50
3. DENEY SONUÇLARI.	52
3.1. Numune Üzerindeki Deney Sonuçları.	52
3.2. Pres Lületaşlarının Suyu Dayanıklılığı ve İşlenebilirliği Deney Sonuçları.	52
3.3. Şişme Deneyi.	53
3.4. Isınma Isısı Tayini.	53
3.5. Elek Analizi.	54
3.6. Isıl Analizi Deneyleri.	56
3.7. Isınma Isısı Tayini.	57
3.8. Yoğunluk Tayini.	58
3.8.1. Lületaşının Katı Kısmının Yoğunluğu Tayini.	58

3.8.2. Lületaşının Görünür Yoğunluğu Tayini.	59
3.8.3. Pres Lületaşının Yoğunluk Tayini.	59
3.8.4. Pres Lületaşının Görünür Yoğunluğunun Tayini.	60
3.9. Porozite Tayini.	60
3.9.1. Lületaşının Porozite ve Bağlı Por Hacmi.	61
3.9.2. Pres Lületaşının Porozite ve Bağlı Por Hacmi.	61
3.10. Nemlendirme Deneyleri.	62
3.10.1. Katkı Maddesine Karşı Su Adsorpsiyonu.	63
3.10.2. Parçacık Boyutuna Karşı Su Adsorpsiyonu.	64
3.10.3. Uygulanan Basınca Karşı Su Adsorpsiyon.	65
3.11. Desorpsiyon Deneyi.	57
3.11.1. Zamana Karşı Desorpsiyon Deneyi.	67
3.11.2. Parçacık Boyutuna Karşı Desorpsiyon Deneyi.	69
3.11.3. Katkı Maddesine Karşı Desorpsiyon Deneyi.	70
3.11.4. Uygulanan Basınca Karşı Desorpsiyon Deneyi.	72
3.12. Dielektrik Sabitinin Tayini.	73
3.12.1. Lületaşının Dielektrik Sabitinin Tayini.	73
3.12.2. Pres Lületaşının Dielektrik Sabitinin Tayini.	73
3.12.3. Lületaşının ve Pres Lületaşının İletkenlik ve Özdirenç Tayini.	75
3.12.4. Dielektrik Sabitinin Frekansla Değişimi.	75
4. DENEY SONUÇLARININ DEĞERLENDİRİLMESİ.	77
4.1. Presleme İşleminin Değerlendirilmesi.	77
4.2. Şişme Deney Sonucunun Değerlendirilmesi.	77
4.3. Islanma Isısı Sonucunun Değerlendirilmesi.	77
4.4. Elek Analizi Sonuçlarının Değerlendirilmesi.	78
4.5. Isıl Analiz Deneylerinin Değerlendirilmesi.	78
4.6. Isınma Isısının Değerlendirilmesi.	79
4.7. Yoğunluk Deneyi Sonuçlarının Değerlendirilmesi.	79
4.8. Pres Lületaşının Yoğunluk Deneyi Sonuçlarının Değerlendirilmesi.	80
4.9. Porozite Deney Sonuçlarının Değerlendirilmesi.	80
4.10. Desorpsiyon Deneylerinin Değerlendirilmesi.	81
4.10.1. Zamana Karşı Desorpsiyon Deneylerinin Değerlendirilmesi	82
4.10.2. Pres Lületaşının Desorpsiyon Deneylerinin Değerlendirilmesi.	82

4.11. Nemlendirme Deneylerinin Değerlendirilmesi.	82
4.11.1. Pres Lületaşının Nemlendirme Deneylerinin Değerlendirilmesi.	83
4.12. Dielektrik Deney Sonuçlarının Değerlendirilmesi.	83
4.12.1. Lüle taşı ve Pres Lületaşının Elektrik İletkenlik ve Özdirenç Deney Sonuçlarının Değerlendirilmesi.	84
4.12.2. Dielektrik Sabitelerinin Frekansla Değişimi Deney Sonuçlarının Değerlendirilmesi.	85
TARTIŞMA VE SONUÇ.	86
KAYNAKÇA.	89

1. GİRİŞ

Silikat mineralleri günümüzde çeşitli alanlarda kullanılmaktadır. Bu minerallerin önemi gün geçtikçe artmaktadır. Silikat minerallerinden olan lületaşı (Sepiolite) ise, az bulunur olması bu minerali çok değerli hale getirmiştir. Üretilen lületaşının tamamı işlemeye uygun olmayıp bu kalitesiz taşlar cılız olarak adlandırılır. Lületaşının bir kısmında işlem artığı olarak kalmakta, kullanılmamaktadır. Bu imalat artığı ve kalitesiz lületaşlarının aglomerasyonunu yapan ülkemizde bir firma, Avusturya'da da bir kaç firma olduğu bilinmektedir.

Yurdumuzda Tübitak desteği ile lületaşı artıklarını aglomerasyonu ve değerlendirilmesi amacıyla (MAG-346) bir proje yapılmıştır. Fakat bu çalışmada imal edilen numunelerin, doğal lületaşının fiziksel özellikleri karşılaştırılmamıştır.(18).

Yapılan literatür taramalarında sentetik lületaşı veya lületaşının aglomerasyonuna ve bazı fiziksel özellikleri hakkında detaylı bilgilere rastlanmamıştır.

Bu araştırmanın amacı,Eskişehir bölgesin de bulunan lületaşının bazı fiziksel özelliklerini; ısı, dielektriksel, yoğunluk ve gözeneklilik özelliklerini belirlemektir. Ayrıca elek analizi yöntemi ile dış yüzey alanı sinanmıştır. Aynı deney şartlarında, farklı şekillerde preslenmiş lületaşlarının bu fiziksel özellikleri karşılaştırılmıştır. Ayrıca pres lületaşlarının işlenebilirliği ve kullanım alanları araştırılmıştır.

1.1. MALZEMENİN TANINMASI

Eskişehir taşı diye de adlandırılan lületaşının tarihçesi Romalılar devrine kadar uzanmasına rağmen bu taşın Anadolu'da işlendiğine dair ilk kayıtlar 15. asrın sonuna rastlar(1). Eskişehir'de 19. asırdan itibaren günümüze kadar genelde lüle yapımında kullanıldığından dolayı ve suyunu kaybettiğinde sertleştiğinden dolayı lületaşı olarak adlandırılmış ve Türkiye'de genel olarak lületaşı olarak anılmaktadır. Bununla birlikte Avrupalılar tarafından ise, Sepiolite ve Meerschauum olarak bilinmektedir.

Sepiolite olarak adlandırılmasının kaynağının kesin olarak nerden geldiği bilinmemekle beraber, Mürekkep balığı Sepia'nın kemiğine benzediğinden dolayı E.F.Glocker (1847) (2) tarafından Sepiolite adı kullanılmış ve bu adlandırma günümüzde de bu gruptaki minerallerin genel adlandırılması olarak bilimsel

literatür'de kabul edilmiştir.

Meerschaum Almanca'da deniz köpüğü anlamına gelmektedir. Bu adlandırmayı da ilk olarak Werner(1789),(3) kullanmıştır. Meerschaum olarak adlandırılmasının ise, lületaşının suda yüzdüğünden dolayı verildiği sanılmaktadır ve bu adlandırma daha çok ticari dilde kullanılmaktadır.

1.2. OLUŞUMU VE BULUNUŞU

Killerin Magnezyum hidrosilikat grubundan olan lületaşı, dağ ormanlarda lifli yüzeylerde ve hidrotermal yapılarda veya denize ait tortu kayalarda oluşabilir.

Al Silikat olan Attaputgit ve Mg Silikat olan lületaşı Demageon ve Salvayre (1961) göre tortu havuzlarında yeni form alan minerallerdir(3).

Bachman veMachette (1977) göre ise lületaşı Palygorskite'nin hakim olduğu topraklarda oluşan bir son safha ürünü olduğu kabul edilmiş ve buz çağıının son dörtte birinden sonra oluşan genç topraklarda bulunamadığı belirtilmiştir(4).

Sepiolite kil mineralleri grubuna girmekte olup sekonder bir mineral olarak Oligosen tabakalarda Serpantinleşmiş ultrabazik kayaların hidrotermal etmenlerle ayrışması ile oluşan Serpantinin ayrışım ürünü olarak bulunur. Lületaşı Serpantin ($Mg_6 (OH)_8 Si_4 O_{10}$) ve Magnezit ($Mg_2 Si_4 O_{10} H_2O$ n H_2O) ayrışımı sonucu oluşmuştur. Magnezit ve Serpanti'nin alterasyonu(çökmesi) sonucu oluşturulan lületaşı liflerinin kalıntıları sırasıyla 10-600 mikron ve 100-1000 mikron arasında olduğu gözlenmiştir(5,6).

Sterrett (1907) New Mexico lületaşlarının kireçtaşı türünden damarlar şeklindeoluştüğunu ve oluşumu hidrotermal etkiler olarak göstermiştir(7).

Sampson (1966)Tanzanya lületaşlarının kaynağını çamurtaşı ve kil'dir. Bulunduğu yerler ıslak şartlar altında yüzeyden aşağıya süzülen sular kireçtaşının boşluklarında basınç kuvvetleri etkisi ile oluştuğunu ve ilk kaynağın volkanik kökenli olduğunu belirtmiştir(8).

Oelsner ve Krüger (1957) göre Eskişehir lületaşının Serpantine bitişik olarak çok yakın yataklar olduğunu vebunların kayaların alterasyonu sonucu oluştuğunu belirtmiştir(9).

Eskişehir lületaşı yataklarının oluşumu hakkında M.Lucius (1957) ise "lületaşı tersiyer yataklarında dolaşan genç-volkanik hidrotermal sular meydana getirmiştir"(10).

Eskişehir lületaşının Jeolojisini araştıran Petroschek (1963)'e göre yaşının Neojen (Neojen devrine ait beyaz yoğun kalker altında bulunduğu) oluşmasının muhtemel olduğunu belirtmektedir. Tersiyer havza lületaşı ihtiva eden suların Serpantin içindeki Magnezit damarları civarında olabileceğini ve Greli konglomera içindeki lületaşı ve donmuş magnezit ve serpantin içindeki magnezit damarlarını meydana getiren aynı hidrotermal eriyiklerle parçaların bir dolma sonucu meydana geldiğini belirtmiştir(11).

Serpantin içindeki magnezit damarlarını meydana getiren tektonik sonrası hidrotermal eriyikler tersiyer yataklarına nüfuz etmiş ve o anda henüz konsolide olmadıkları için çeşitli yeraltı su seviyelerine dağılırken magnezit, lületaşını çöktürmek suretiyle lületaşı ihtiva eden tabakaların özelliği olan gri renk ve emici maddeyi meydana getirmiştir. Magnezit, lületaşı ve Silikatın donarak çözülmesini pH ve sıcaklık, basınç gibi başka şartlar etkilemiştir.

Eskişehir lületaşı, Porsuk vadisinin iki yanında Serpantin ve Tersiyer arasındaki sınır çizgisini takip eden gre ve ince konglomeralar içinde yumrular halinde bulunur. Kalker ve Magnezitli çimentodan dolayı konglomeralar sertleşmiş ve Konglomerler küçük Serpantin, Peridotit parçalarıdır. Lületaşı ceviz ve futbol topu arasında değişen büyüklüklerde yumrulardan müteşekkül tabakalar halinde bulunur. Derinlere inildikçe yamaçlardan vadi yönüne doğru tabaka sayısı artmaktadır ve Tersiyer kuyudan 6-80m aralarla değişen Serpantinden uzaklaştıkça, derinlik artmaktadır.

Eskişehir lületaşı yatakların 4-80m derinlikte açılan kuyularda, lületaşı yumrularının farklı derinliklerde, yaklaşık 1m çapında sert tabakalar (Dolomitik Çimento tabakaları) halinde yanlara doğru damar halinde uzanan şeritlerin içinde yumrular halinde bulunur. Yamaçlarda açılan kuyulardan çıkarılan lületaşları; vadilerde açılan kuyulardan çıkarılan lületaşlarına göre daha sert ve yüzeyleri daha boşlukludur. Bu ise lületaşı kalitesi bakımından istenmeyen özelliklerdir. Alt tabakalara (derinlere) inildikçe daha büyük yumrulara, renk olarak daha beyaz yüzey boşluklarının daha az, sertlik bakımından işlenmeye daha elverişli lületaşları bulunmaktadır. Bu da göstermektedir ki; alt tabakalara inildikçe , oluşum (Kristalize olma) için, fiziksel ve kimya şartların (Sıcaklık, basınç, pH, çözelti miktarı,...) daha uygun olduğunu göstermektedir.

Lületaşının sentezi çalışmalarında; Mumpton ve Roy (1958) Jel'le lületaşını MgO %38,1 , SiO_2 %59,6 , $Al_2 O_3$ % 2,3 oranlarında ve değişik

sıcaklıklarda H_2O 'yu buhar basıncı altında denemişler ancak; Montmorillonoide, talk silika benzeri bir madde oluşturmuşlardır(12).

Wollast, Mackenzie ve Bricker (1968) deniz suyunu sulu silika ile etkileştirmişler ; magnezyum silikatta müteşekkül lületaşına benzer bir hidrat oluşturmuşlardır(13).

Millot (1960), Ephoring (1973), Heron ve Jonhsone(1966) 'un çalışmaları doğal sedimentlerde, lületaşı için doğrudan bir oluşum modeli amaçlamışlardır(14,15,16).

Sentetik lületaşı için "Casine"denilen maddeye altı birim kalsine magnezit ve bir birim çinko oksit karışıyla elde edildiği öne sürülmüştür(17).

Son yıllarda yurdumuzda yapılan bir çalışmada da, lületaşı kırıntılarında hazırlanan hamura katı veya sıvı bağlayıcılar (CaO , ZnO , Süt, Magnezit, MgO) değişik oranlarda ilave edilerek, değişik basınçlarda sıkıştırarak ve değişik sıcaklıklarda kurutulması ile doğal lületaşının yapısına yakın bir özellik gösterdiği idda edilmiştir(18).

İşlenmeye uygun olmayan cılız adı verilen lületaşları toz hale getirilerek buna şap ve magnezyum ilavesi ile elde edilen madde süs eşyası (biblo) yapımında kullanıldığı imalatçılar tarafından ifade edilmiştir. Başka bir taktik de alçı ve bal mumu muamelesi ile ve çeşitli boyalarla renklendirilerek kullanıldığı ifade edilmiştir. Ancak son iki yöntemde lületaşı özelliğini yitirmektedir.

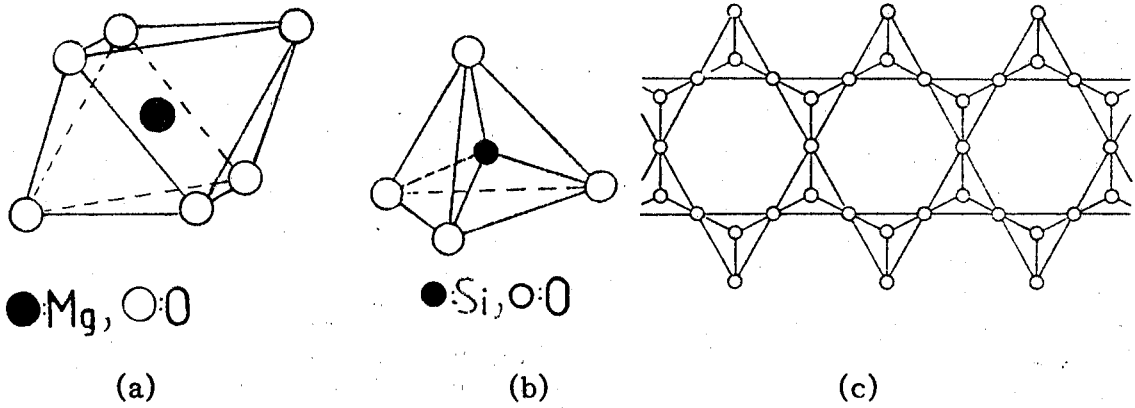
1.3. LÜLETAŞININ KRİSTAL YAPISI, FİZİKSEL VE KİMYASAL ÖZELLİKLERİ

Silikat mineralleri genelde, kristal birbirlerinden farklı; Kolin, montmorillonit, illit, klorit, attapulgit gibi bir çok silikat minerallerinin karışımı halinde olmasına rağmen, ender olarak lületaşı tek tür silikat minerali içermektedir(22).

Silikat mineralleri genelde, birbirinden farklı iki temel yapı taşından oluşmuşlardır. Birinci yapı taşının geometrik şekli düzgün sekiz yüzlü (Oktaedral $\cong O$) olup; merkezde aliminyum, demir veya magnezyum atomlarından bir köşelerde ise merkez atomlarından eşit uzaklıkta oksijen veya hidroksil iyonları bulunmaktadır. Şekil (1.1-a)'da -bu düzgün sekiz yüzlü görülmektedir. Lületaşında merkezdeki atom magnezyum olup; 8'li sekiz yüzlüler (Oktahedral-

ler) durumunda köşeleri birbirine birleşerek düzgün sekizyüzlü tabakaları oluştururlar.

İkinci yapı taşının geometrik şekli düzgün dörtyüzlü (Tetrahedral=T) olup; merkezde silisyum atomu köşelerde ise merkez atomdan eşit uzaklıkta oksijen veya hidroksil iyonları bulunmaktadır. Şekil(1.1-b)'de bu düzgün dörtyüzlü görülmektedir. Düzgün dörtyüzlü yapı taşları köşelerden bağlanarak ikili bir silika zinciri oluşturabilmektedirler. Bu zincirin üstten görünüşü Şekil (1.1-c)'deki gibidir.



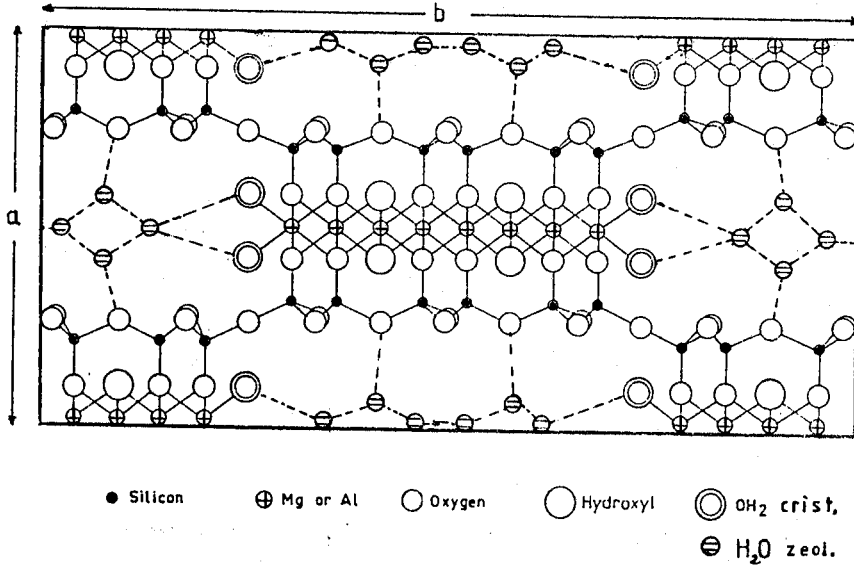
Şekil 1.1. Silikatlerin Temel Yapı Taşları.

Lületaşında, 6 aktif oksijen ile bağlı ikili silika zincirleri magnezyum atomları ile bağlanmaktadır. İkili silika zincirlerinin 8'li oktahedrelerle bağlanmaları sonucu tabakaolustururlar. Lületaşının bu bağlanma şekli ve tabaka oluşturmamasından dolayı; zincir yapı silikatlarla, tabaka yapı silikatlar arasında bir geçiş teşkil ettiği belirtilmiştir(23,24).

Lületaşının kristal yapısı : Ortorombik, $2/m \ 2/m \ 2/m$. Uzay grubu : P_{ncn} örgü parametreleri : $a = 13,37$, $b = 26,95$, $c = 5,24 \text{ Å}$ dur. Lületaşının kristal yapısının (001) üzerine iz düşümü Şekil (1.2)'de görüldüğü gibidir (Brauner and Preisinger, 1956 ; Rautureau and Tchoubar, 1976 ;19,20).

Lületaşı mineralinin yatay bloklarına bağlanan Si-O-Si bağları kolaylıkla kırılabilir. Kırılma noktaları talc-type 2:1'dir. Bu enine kesit düzlemlerinin tercih edilen $\langle 110 \rangle$ yönlerinde büyümesine neden olur. Eskişehir lületaşının yatay kesitleri uzun kenarları boyunca $[110]$ ve diğer kenarları boyunca ise $[100]$ veya $[011]$ olarak kabul edilmiştir(21).

Lületaşında ara durumların ya oktahedraldeki gibi (3/3) durumuna ya



Şekil 1.2 Lületaşının Kristal Yapısı(3).

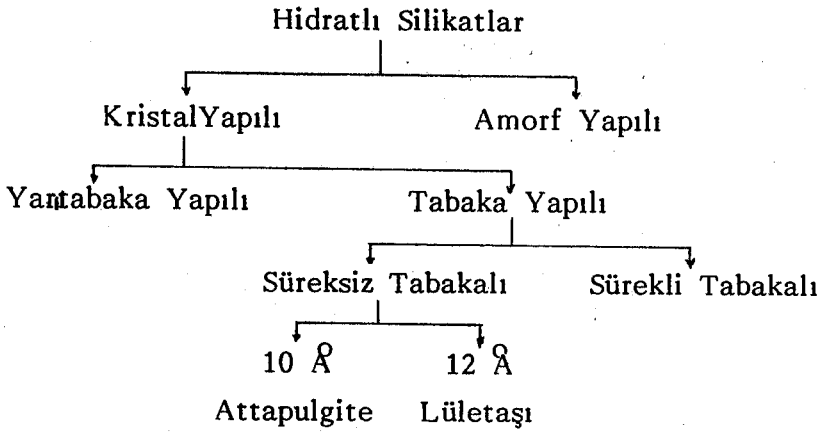
da dioktahedral serilerdeki gibi(2/3) oranında yerleşirler. Bu durumlar onun için muhtemel bir taban (baz) ve çıta (lath) yüzeylerine karşılık gelir. Buna göre lületaşının uzantıları c eksenini boyunca gerilmiş lifli yapıda olup ; çubuklar şeklinde gerilmiş çok özel yüzeyleri vardır.



Şekil 3.1 Lületaşının Elektron Mikroskopuyla Çekilmiş Lifli Yapısı (3).

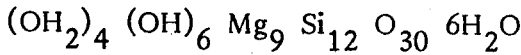
Bu c eksenini boyunca liflerin mika yapısına sahip olduğu ve liflerin maksimum entropiye ulaşacak şekilde en karmaşık biçimde dağılması gözeneklilik ve özgül yüzey alanı en büyük olan kil mineralinin oluşmasına neden olmuştur. Kristal yapısında da görüldüğü gibi lifler arasındaki boşluklar zeolit davranışı göstermiş ve bu boşluklara zayıf bağlı su molekülleri yerleşmiştir. Bu nedenle boşluklardaki zayıf bağlı suları zeolitik sular olarak ve yüzeylerde tutulan sularıda hidroskopik sular olarak adlandırılmıştır(3,19,22).

Özetle, lületaşının yapısı hakkında ; (M. Vivaldi and C. Ruiz,1956) tarafından şu gruplandırma yapılmıştır :

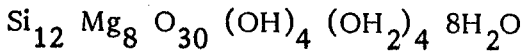


Lületaşının ideal kimyasal formülü olarak bir çok denklem türetilmesine rağmen genelde kabul edilen iki formül :

Nagy and Bradley (1955) tarafından önerilen formül ;



Brauner and Presinger (1956) önerdikleri formülde,



olarak verilmiştir.

Refrakterlere uygulanan yöntemle göre lületaşının kimyasal analizi aşağıdaki gibi verilmiştir(25).

Lületaşı	% Kütle Olarak
SiO_2	52,9
MgO	25,89
Al_2O_3	0,27
Fe_2O_3	0,36

Kızdırma Kaybı 20,55

MnO, K₂O, Na₂O eser miktardadır.

Lületaşında SiO₂/ MgO oranının değişmektedir. Bu oranın değişmesi ile birlikte kimyasal formülü ve içerdiği yüzde olarak madde miktarı değişmektedir.

Lületaşının optik özellikleri : Kırılma indisi ; N = 1,52 , Çift kırılma indisi; Ng - Np = 1,5 , Polarlığı; 2V = 0 - 60° (-) ve ince kesitte renksizdir. Lületaşının sertliği de 2- 2,5'dur (26).

Toz haline getirilerek 500 °C'de ısıtılarak lületaşı Co⁶⁰ kaynağında γ - ışınları ile ışınlanarak Termonüminesans yöntemi ile tuzak derinliği (aktivasyon enerjisi) 1,08 eV olduğu belirtilmiştir(27). Bir başka çalışmada da 1kHz ölçme frekansında aktivasyon enerjisi ; 5,5 kCal/mol bulunmuştur(28).

Lületaşı lifli yapıda olduğundan ve lifler arasında boşluklar bulunduğundan dolayı adsorplama özelliği vardır. Fazla miktarda su emebilen lületaşı yaş halde iken yumuşak kurutulduğunda ise sertleşmektedir. Isınma süresince lületaşı bünyesinde su kademeli olarak çıkmaktadır. Bunun nedeni lületaşında üç tür su bulunmasından dolayıdır. Bunları şöyle sıralayabiliriz ;

- 1) Serbest su (Hidroskopik ve Zeolitik su),
- 2) Bağlı su (Kristal suyu),
- 3) Hidroksiller.

Kristal sular ve hidroksiller Mg⁺ yükleri ile bağ yaparlar. Zeolitik sular boşluklarda (gözeneklerde) kristal sulara bağlanırlar ve dış yüzeylerde de hidroskopik sular bulunur(29,30,31,32,33,34).

1.4. LÜLETAŞININ KULLANIM ALANLARI

Genel olarak lületaşının kullanım alanı çok geniş olmasına rağmen Türkiye'de genelde pipo, sigara ağızlığı, kolye, biblo, heykel yapımında kullanılmaktadır. Sigara filtresinde zıvt ve nikotin tuzağı olarak kullanılabilirliği araştırılmış ve olumlu sonuç alınmasına rağmen üretim durumuna geçilememiştir(35).

Lületaşının başlıca kullanım alanları (36,37,38) şunlardır :

- 1) Pipo, sigara ağızlığı ile bunların ve sigara filtrelerinin nikotin ve zıvt emici bölümlerinin yapımında,

- 2) Ss eyas olarak; kolye, bilezik, ięne, kpe, biblo, tesbih olarak,
- 3) Leke ıkartıcı olarak,
- 4) Otomobil ılas mobilya ılas parke ılas yapmında,
- 5) Pudra, makyaj kremi, losyon, koku giderici krem olarak,
- 6) Di pat, mide lseri ilacı, tablet yapmında yardımcı madde olarak,
- 7) Otomobil sanayinde yakıt temizlemede ve saat yaęı saflatırmada filtre olarak,
- 8) Fze ve dięer uzay aralarınd balık ve i kaplamaların yalıtımında yalıtım malzemesi olarak,
- 9) İyot , civa, yaę, alkol, gazların adsorbe etmede,
- 10) İyon deęitirici, kataliz olarak,
- 11) Prafinlerin ayrılmasında,
- 12) Sabun taı olarak,
- 13) Daęıtması zor olan tabletlerde daęıtıcı olarak,
- 14) Alkalit ve Bakterilerin adsorbe etmede,
- 15) Hafif inaat taı olarak kullanılmaktadır.

1.5. DNYADA LLETAI KAYNAKLARI

Lletaı Trkiye dıında oniki lkede bulunmaktadır. Bunlar; Yugoslavya ekoslavakya, Yunanistan, Fransa, Madagaskar, İspanya, Avusturya, Tanzanya, Fas, Kenya, Sovyetler Birlięi ve Amerika'dır. Bunlardan Kenya dnyanın en byk lletaı reticisi olmasına raęmen rettięi lletalarını ok azı pipo yapmına uygundur. Dk nitelikli taları boyama ile hatalarının giderilmesine alıılmı ancak, lletaının kendisine zg zelliklerini yitirmesine neden olmutur. Dnyada en kaliteli lletaı Trkiye'de (Eskiehir yresinde) retilmektedir (39,40).

Trkiye'de sadece Eskiehir yresinde  blgede lletaı retilmektedir. Bu blgeler;Sepeti, Karaay-ansu.ve Nemli'dir, Bu  blgede yer altı suyu altında da daha iyi yataklar bulunabileceęi tahmin edilerek bu blgelerin toplam alanı 8 milyon m² rezerv alanında toplam 1 milyon ton civarında lletaı rezervi tahmin edilmektedir (1,11,38).

Rezervin ok olmasına raęmen lletaı retiminin insan emeęine dayandında retim olduka sınırlıdır. Eskiehir Sanayii Mdrlę maden kanunu gereęince, alınan imraniye kayıtlarına gre;

1964 yılında	3137 sandık
1965 yılında	3290 sandık

üretim yapılmıştır. Bölgedeki halkında boş zamanlarında çıkardıkları miktarda hesaba katılarak sözü geçen bu yıllarda ortalama 4-5 bin sandık (1 sandık yaklaşık 25 kg) lüle taşı üretilmiştir. Bu rakamlar daha sonraki yıllarda daha düşmüştür(Esk. Ticaret Odası Meslek Komitesi Karar Defteri, 5.2.1968)

1.6. LÜLETAŞININ İKTİSADİ ÖNEMİ

Lüle taşıyı işlenebilenler ve işlenemeyenler olarak iki kısma ayrılır, işlenebilir olanlar iyi kalite kabul edilmiş ve taşın büyüklüğüne göre de; sıramalı, birim birlik, pamuklu, daneli şeklinde adlandırılmışlardır. Örneğin işlendiğinde orta büyüklükte bir pipo çıkacak lüle taşıyı bir pamuklu denilmiştir. Sıramalı ve birim birlik daha büyük taşlar, daneli de daha küçük lüle taşı adlandırılmasıdır. Orta dökme ve cılız denilen lüle taşları ise işlemeye uygun değildir.

Üretilen lüle taşı % 30 'u pipo yapımını uygun olup, geriye kalan %70'i pipo yapımına uygun olmadığı ve pipo başına imalatla verilen fire de %20-30'dur (Esk.Tic.Od.Mes.Kom.Kar.Def. 2.10.1968-1969). Şu durumda pipo yapımı esnasında yapılacak hataları da göz önüne alırsak toplam üretilen lüle taşı %20-25'i pipo yapımında kullanılmaktadır.

Yılda ortalama 1000 sandık cılız lüle taşı çıkarılmaktadır. Bunların bir kısmı kolye, sigara ağızlığı, iğne, küpe gibi eşyaların yapımında, bir kısmıda (bir firma tarafından) öğütülerek piresse mamul pipo astarı imalinde kullanılmaktadır. Fakat Eskişehir bölgesinde 1000-1200 sandık stok bulunduğu Eskişehir Ticaret Odası) belirtilmiştir.

1967 yılında iyi kaliteli lüle taşı sandık fiyatı 1500 -3200 ₺ arasında değişirken, cılız lüle taşı sandık fiyatı ise 60-120 ₺ olarak belirtilmiştir (Esk.Tic.Oda.Mes.Kom.Kar.Def. 22.11.1967). Görüldüğü gibi iyi kalite lüle taşı cılız lüle taşıdan yaklaşık 25 kat daha pahalıdır. İyi kalitenin pipo yapıldığını kabul edersek bu fark daha da büyüyecektir.

Son yıllarda lüle taşı üretimi daha da azaldığından dolayı ham olarak cılız ve imalat artıkları yurt dışına satılmakta olup genelde iyi kalite lüle taşı işlenmiş (pipo, ..) olarak ihraç edilmektedir. 1984-1985'de resmi kayıtlara göre üretilen lüle taşı sırasıyla 232-335 sandık olduğu ve aynı sene-

lerde Eskişehir Sanayii ve Teknoloji Müdürlüğünden izinli olarak döviz karşılığı ihraç sırası ile 290 milyon -700 milyon ₺ değerinde olduğu belirtilmiştir. Ancak ihraç serbestliği olduğundan gerçek rakamların bunun çok üzerinde olduğu tahmin edilmektedir(Esk.San. ve Tek.Müd. Kayıtları).

Eskişehir bölgesinde lüle taşı sektörünün karşılama kapasitesi üretimi 2000 sandık, imalatın 200 bin adet pipo ile sigara ağızlığı, pipo astarı ve süs eşyasıdır. Son yıllarda lüle taşı çok değer kazanmıştır. 1985 yılında orta boy bir pipo taşının fiyatı 3000-3500 ₺ iken 1986 yılında 5000-6000 ₺'ye ulaşmıştır. Pipo ihraç fiyatıda 1985 yılında 6000-9000 ₺ arasında değişirken 1986 yılında 8000-12000 ₺ arasında değişmiştir. Fiyat artışlarının nedenini lüle taşı üretiminin imalat talebini karşılayamamasına dayandırılmaktadır.

2. DENEYSEL YÖNTEMLER

Lületaşının imalat artıkları olan, toz ve talaşların yeniden işlenebilir hale getirmek için kullanılan yöntemin geçerliliğini araştırılması amacıyla, Pres Lületaşlar ile doğa Lületaşlarının bazı Fiziksel özelliklerinin karşılaştırılması ve literatürlerde raslanamayan doğal Lületaşının bazı Fiziksel özelliklerinin belirlenmesi amacıyla bu deneysel yöntemler kullanılmıştır.

2.1. LÜLETAŞI VE PRES LÜLETAŞI ÜZERİNDE YAPILAN DENEYLER

Eskişehir'de Lületaşı imalat atölyelerinden alınan doğal ve işlem artığı lületaşları üzerinde yapılan deneyler şunlardır;

1. Presleme; Katkı Oranına, parçacık boyutuna ve değişik basınçlarda yapılan deneyler,
2. Şişme Deneyi,
3. Isılanma Isısı Tayini,
4. Elek Analizi,
5. Isıl Analiz Deneyleri,
6. Isı Kapasitesi ve Özgül Isı,
7. Yoğunluk Tayini,
8. Porozite Tayini,
9. Desoprsiyon Deneyleri,
10. Nemlendirme Deneyleri,
11. Dielektrik Sabitesinin Tayini Deneyleri.

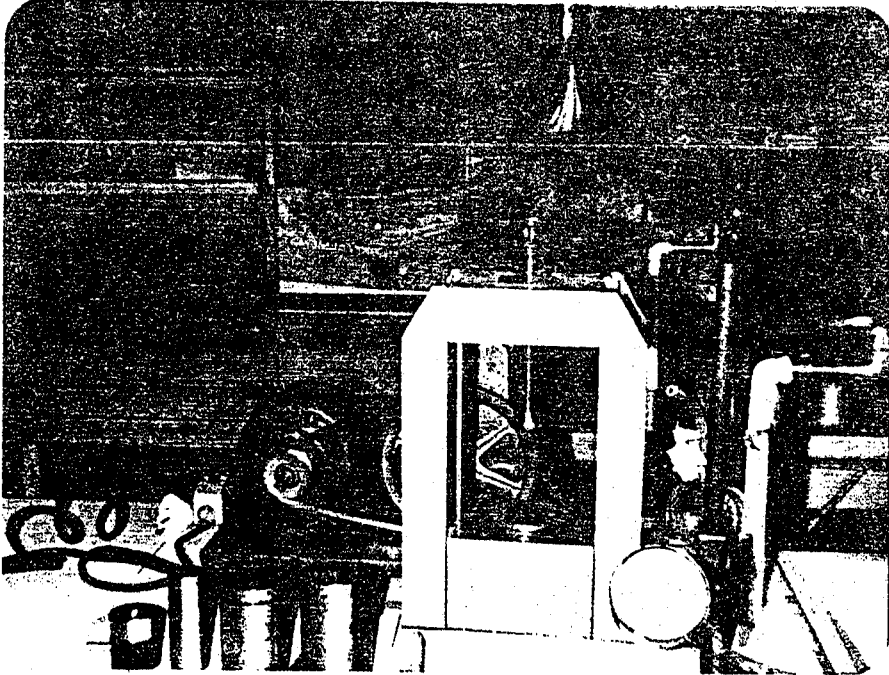
2.1.1. Silikatların Sıkışabilirliği (Kompresibilitesi)

Katı, sıvı ve gaz halindeki cisimlerin, kütleleri sabit tutularak basınç uygulandığında, hacimlerinin küçülmesi bilinmekle beraber basınç kuvvetini kaldırıncı ilk konumuna dönen ve ilk konumuna dönmeyen olarak genelde iki kısma ayrılabilir. Sıkıştırma esnasında cisim terk eden por sıvısı sıkıştırma (basınç) kuvveti ortadan kaldırıldıktan sonra por sıvısını tekrar cisim alabiliyorsa, bu tür cisimler şişebilen cisim-

istenen düzeyde olmadığından ve öğütülerek kuru olarak preslenen numunelerinde mukavemetinin istenen düzeyde olmamasından ve suya karşı dayanıksız olduğu hemen parçalandığı için kuru presleme yöntemi terkedilmiştir.

Deneylerde kullanılan numunelerin kırma işlemleri, merdaneli kırıcıda, öğütme işlemleri ise, diskli pulverizatörde yapılmıştır. Parçacık boyutlarına göre ayırma işlemlerinde de değişik açıklık boyutundaki elekler kullanılmış olup; bu işlemler Anadolu Üniversitesi Maden Mühendisliği Bölümünde yapılmıştır.

Presleme işlemleri için, iç çapları; 2,5 cm, 2,98 cm, 5.0 cm ve iç yükseklikleri; 6,0 cm, 8,9 cm, 8,0 cm olan silindir şeklindeki üç kalıpla ve bazı deneylerde kullanmak üzere, küçük numuneler için Infrared Spektroskopisi çekimi için disk elde etmekde kullanılan iç çapı; 12,95 mm ve iç yüksekliği 35,00 mm olan silindir şeklindeki kalıp kullanıldı. Şekil 2.1'de sıkıştırma için kullanılan 15 ton'luk pres ve kalıplar görülmektedir.



Şekil 2.1 Pres ve Kalıplar

ler olarak adlandırılır ve sıkışma cismin parçacıklarının elastikliği ile açıklanabilir.

Kil mineralleri de sıkıştırma kuvvetleri ile hacimlerinin geri dönüşümsüz olarak küçüldüğü gözlenmiştir. Killerde ikinci tür cisimlere örnek olarak gösterilebilir. Bu da gösteriyor ki, kilin sıkışması yaprakcıkların elastik bükülmeleriyle açıklanamaz.

Basınç altında katı sıvı ve gazların hacimlerinin küçülmesi sıkışabilirlik (Kompresibilite) katsayısı ile ölçülür. Buna göre sıkışabilirlik; (41)

$$X' = \frac{1}{V} \frac{dV}{dP} = - \frac{1/P}{(E_1 + 1) / (b - \log P)} \quad (2.1)$$

$V = V_f + V_p$ Kilin toplam hacmi

P : Uygulanan basınç

b : Sıkışabilirlik indeksi

E_1 : 1 m derinlikte rölâtif por hacmi

Lületaşda kil mineral grubundan olduğundan hacmi geri dönüşümsüz olarak sıkıştırılabilir. Ayrıca şişme deneyi de (II.2'de) yapılmıştır.

2.1.2. Presleme Yöntemi

Lületaş toz, talaş ve imalat artıklarının preslenme yöntemleri şu gruplarda toplanabilir.

1. Kuru presleme yöntemi

a) Numune öğütülmeden

b) Numune öğütüldükten sonra

2. Yaş presleme yöntemi

a) Katkı maddesi ilave etmek suretiyle

b) Katkı maddesi ilave etmeden

Numune öğütülerek veya öğütülmeyerek kuru presleme yöntemiyle elde edilen numuneler olumlu sonuç alınamamıştır. Öğütülmeden preslenerek elde edilen numunelerin çok kaba yüzeylere sahip olduğu ve mukavemetinin

Kalıplara doldurulan numuneler 15 ton'luk presle değişik yükler altında sıkıştırılarak elde edilen numuneler çeşitli inceleme ve deneyler için değişik sıcaklıklarda kurutulmuştur.

2.1.3. Katkı Maddesi

Sulu preslemede; % 30 - 60 oranlarında su ve % 5 - 10 - 15 oranlarında Magnezyum Oksit (MgO) katkısı ile veya katkısız sadece su ilave edilerek yaş olarak preslendi. MgO kuru halde iken homojen olacak şekilde karıştırılmıştır.

2.1.4. Parçacık Boyutu

Lületaşı artık ve talaşları 105 °C de kurutulduktan sonra kuru olarak öğütülerek, 30, 60, 100, 150 ve 200 mesh'lik (II.4'de açıklanmıştır) eleklerde elenerek, parçacık boyutlarına göre ayrıldı. Aynı şekilde katkı maddesi (MgO) de parçacık boyutuna göre ayrılarak aynı parçacık boyutunda olanlar karıştırılarak preslendi. Parçacık boyutları Tablo II.1'de verilmiştir.

2.1.5. Uygulanan Basınç Etkisi

Presleme esnasında, kalıplara göre; 200 kg/cm² ile 1250 kg/cm²'lik basınçlarda denendi. Ancak daha sonra inceleme ve deneyler için; 325 kg/cm², 650 kg/cm², 975 kg/cm² lik basınçlarda preslenerek elde edilen numuneler üzerinde duruldu.

2.1.6. Temizleme İşlemleri

Eskişehir'de Lületaşı imalat atölyelerinden alınan cıvaz, toz ve talaş Lületaşı artıklarının temiz olmalarına dikkat edilmiştir. Temiz kabul edilenler doğrudan, kirli kabul edilenler de, yıkandıktan ve süzildükten sonra kurutularak öğütme işlemine tabii tutulmuşlardır. Ayrıca öğütülen numunelerin mıknatısla kontrol edilerek demir tozlarının olmamasına dikkat edilmiştir.

2.1.7. Suyu Dayanıklılığı ve İşlenebilirliği

Preslenerek elde edilen numuneler suya dayanıklılık durumları

veya torna ile işlenebilirlik durumlarını incelemek amacıyla testlere tabii tutulmuştur. Suyu dayanıklılık preslendikten sonra kurutmadan suya bırakıldığında ilk 5 dakikada parçalanmayanlar, kurutulduktan sonra suya bırakıldıklarında ilk 10 dakikada parçalanmayanlar olumlu (dayanıklı) kabul edildi. İşlenebilirliği ise, kurutulmadan elle işlenirliği, kurutulduktan sonrada tornada işlenirliği, Lületaş imalatçısı tarafından incelendi ve işleyebildikleri olumlu kabul edildi.

2.2. ŞİŞME DENEYİ

Bazı silikat mineralleri şişme gösterir. Örnek olarak Montmorillonit ve bentonit gösterilebilir.

Şişme deneyinde, bir mezüre toz halde numune olarak 1 cm³'ü belirlenir. Bu numune temiz bir kaba boşaltılır. Boşalan mezüre bir miktar su konularak çalkalanır. Daha sonra belirli bir hacme kadar su konularak, normal oda şartlarında bir gün bekletilir. Şişmiş hacim seviyeden belirlenir ve şişmiş hacmin kuru numune hacmine oranı numunenin şişme derecesini verir (42).

2.3. ISLANMA ISISI TAYİNİ

Tamamen gazlardan arıtılmış bir katı bir sıvıya daldırıldığında açığa çıkan ısıya "ıslanma ısısı" adı verilir (43,44). Islanma ısısı ΔH_i sembolüyle gösterilir. Katının sıvıya daldırılması işlemi sonucunda açığa çıkan ΔH_i pozitif bir nicelik olup ekzotermik (ısı veren) bir işlemdir.

Islanma ısısı ΔH_i ;

$$\Delta H_i = H_L + H_{SO} - H_{SL} \quad (2.2)$$

şeklinde ifade edilebilir. Burada;

H_{SL} : Adsoplanan sıvı bulunduran katının sıvıya daldırılması ile oluşan reaksiyonun entalpisi,

H_L : Katı tarafından adsoplanan sıvının entalpisi

H_{SO} : Vakumda gazlardan arıtılmış katının, sıvıya daldırılmasıyla oluşan reaksiyonun entalpisi.

Denklem 2.2 ideal şartlarda geçerli olan bir denklem olup bu şartları sağlamak imkansızdır (44).

İslanma ısısı ΔH_i ile, katı üzerindeki doymuş buharın adsorpsiyonu ile açığa çıkan integral adrospsiyon ısısı ΔH_{int} birbirleriyle bağlantılı ısılardır.

İntegral adrosp.ısısı ΔH_{int} adsorplanmış gazdan arıtılan katının 1 gramınının doymuş buharla dengeye geldiğinde açığa çıkan ısı olarak tanımlanır. Bu ısı pozitif olup, oluşan reaksiyon ekzotermik (ısıveren) bir reaksiyondur. ΔH_{int} ile ΔH_i arasındaki ilişki Hess yasasının uygulamasıyla bulunur.

n mol buhar ve 1 gr katının birbirinden ayrı olduğu izotermal bir işlem ele alalım. Bu katı buharın yoğunlaşmasıyla elde edilen bir sıvıya daldırılınsın. Bu işlem iki farklı yoldan incelenebilir.

1. Yol: n mol buharın yoğunlaştığı ve 1 gr. katının bu yoğunlaşan sıvıya daldırıldığı işleme olup, bu işlemde entalpi değişimi;

$$\Delta H = -n\Delta H^0 - \Delta H_i \quad (2.3)$$

Burada ΔH^0 sıvının buharlaşma ısısıdır.

2. Yol: Katıyla, buhar arasındaki denge sağlanıncaya kadar n mol buharın katıya gönderilmesi işlemini ele alalım. n, mol su buharının katı tarafından adsoplandığındaki ΔH_i entalpi değişimi;

$$\Delta H_1 = -\Delta H_{int} \quad (2.4)$$

(n - n₁) mol su buharının yoğunlaşmasını ele alalım. Entropi değişimi;

$$\Delta H_2 = -(n - n_1)\Delta H^0 \quad (2.5)$$

olur. Gazlardan arıtılmış katının sıvıya daldırılmasıyla q' ısısı açığa çıkacaktır. Böylece H₃ entalpi değişimi;

$$\Delta H_3 = -q' \quad (2.6)$$

olacaktır. Her iki yol içinde ΔH entalpi değişimi aynı olacağından;

$$\Delta H = \Delta H_1 + \Delta H_2 + \Delta H_3 \quad (2.6)'$$

$$-n\Delta H^0 - \Delta H_i = -\Delta H_{int} - (n - n_1)\Delta H^0 - q'$$

$$\Delta H_i = (\Delta H_{int} - n_1 \Delta H^0) + q' \quad (2.7)$$

olur. Burada $(\Delta H_{int} - n_1 \Delta H^0)$ net integral adsorpsiyon ısısıdır. Genel olarak q' , ΔH_1 ve ΔH_2 yanında ihmal edilebilir (44). Bu nedenle ıslanma ısısı, net integral adsorpsiyon ısısına eşit olarak düşünülebilir. Denklem 2.7 bize net adsorpsiyon ısısını tayin için bir yöntem önermektedir.

Islanma ısısının tayiniyle adsorpsiyon ısısı da tayin edilebilir (44). Deneylerde bu ilkeden hareketle integral adsorpsiyon ısısı tayin edilmiştir.

Lületaşı numunesinin ıslanma ısısı Janert yöntemiyle yapılmıştır. Bu yöntemde Dewar kabına 75 ml kadar saf su konularak karıştırılırken Beckman termometresi yardımıyla "ön peryot" sıcaklıkları okunur. Daha sonra 7,5 gr. kurutulmuş numune Dewar kabına boşaltılır ve "son peryot" sıcaklıkları okunur. Çizilen grafikten, ıslanma ısısının neden olduğu sıcaklık yükselmesi belirlenir. Kalorimetre sabiti sodyum karbonatın çözünme ısısı yardımıyla bulunur (45).

2.4. ELEK ANALİZİ

Boyu doğrudan ölçülemeyecek kadar küçük ve çok tanelerin boylarını ölçmek ve incelenen numunede bu boydaki tanelerin miktarını bulmakda kullanılan bir yöntemdir.

Elek analizi yardımıyla çeşitli boyutlardaki tanecik karışımların özgül dış yüzey alanları belirlenebilir. Kırılarak değişik boyuttaki eleklerde tutulan numunelerin, her bir elek üzerindeki yüzde madde miktarının elek aralıklarına karşı grafiği çizilmesiyle ayrımsal (diferansiyel) elek analizi elde edilir. Herhangi bir elek ve onun üzerindeki tüm eleklerde tutulan madde yüzdesinin, o eleğin delik aralığına karşı grafiği çizilmesiyle de toplumsal (kümülatif) elek analizi elde edilir. Toplumsal Analiz, Ayrımsal Analize oranla daha hassas sonuçlar vermektedir.

Parçacık şekillerinin küp veya küre olmaları durumunda tanecikler için (Yüzey/Hacim) oranı $(6/D)$ 'ye eşittir. Burada D, tanecik boyutudur.

Diğer taraftan hacim, kütlenin yoğunluğa oranı (m/ρ) biçiminde tanımlandığından,

$$\text{Yüzey} = \frac{6m}{D_p} \quad (2.8)$$

olur. Ayrımsal elek analizi için özgül yüzey alanı;

$$S_A = \frac{6}{\rho} \sum_0^n \frac{\Delta\phi_n}{\bar{D}_n} \quad (2.9)$$

bağıntısı ile verilir. $\Delta\phi_n$, herhangi bir elek ile onun üzerinde tutulan yüzde miktar; $\bar{D}_n$ ise, herhangi bir elek ile onun üzerinde bulunan deliğin delik açıklıklarının ortalamasıdır. Toplumsal elek analizinde özgül dış yüzey alanı için,

$$S_T = \frac{6}{\rho} \sum_0^n \frac{\Delta\phi_n}{\bar{D}_n} \quad (2.10)$$

$$S = \frac{6}{\rho} \int_0^1 \frac{\phi_n}{D_n} \quad (2.11)$$

bağıntıları kullanılır. Burada D_n herhangi bir eleğin delik açıklığı, $(\frac{1}{D_n})$ herhangi bir elek ile onun üzerindeki eleğin delik açıklıklarının terslerinin ortalaması, ϕ_n ise herhangi bir elek ile onun üzerindeki 2.9'dan aritmetik işlemlerde, denklem 2.11'den ise grafik integrasyonuyla özgül dış yüzey alanı bulunur (46,47).

Bu yöntemde yapılan işlemler ve kullanılan araçlar incelenecek numuneden bir miktar alınarak çeneli kırıcıda kırılır. Değişik ebattaki etekler büyüktten küçüğe doğru gelecek şekilde üst üste yerleştirilir. Numune en üstteki eleğe konularak mekanik bir titreştirici ile titreştirerek eleklerde boyutlarına göre numune tutulması sağlanır.

Eleklerin boyutları mesh birimine göre sınıflandırılmıştır. 1 mesh 1 inc başına delik sayısıdır. Kullanılan eleklerin sistemi Tyler olup, Tyler sistemine göre elek açıklık boyutları Tablo 2.1'de verilmiştir.

270 mesh	0,053 mm
200 "	0,074 "
150 "	0,104 "
100 "	0,147 "
80 "	0,175 "
60 "	0,246 "
30 "	0,420 "

Tablo 2.1 Tyler sisteminde elek açıklık boyutları

Gözenekli Katıların yüzey alanını belirlemek için çok sayıda yöntem vardır (48; 49; 60). Bu yöntemlerden bazılarını şöyle sıralayabiliriz,

1. Gaz Adsorpsiyonu,
2. Çözeltilerden Adsorpsiyon,
3. α - ışınları yapı analizi,
4. Elektron mikroskopisi,
5. Radyoaktif izotop yöntemidir.

2.5. ISIL ANALİZ DENEYLERİ

Termogravimetrik ve diferansiyel termal analizler incelenen numune dehidrasyon konusunda bilgi verir. Termogravimetrik analiz (TGA) işlemin numune ısıtılırken sıcaklığa veya zamana karşı azalan ağırlıklar grafiğe geçirilir. Bunun türev eğrisi olan diferansiyel termagravimetrik analizde (DTG) ise sıcaklığa veya zamana karşı ağırlık kaybı hızları grafiğe geçirilir. Ağırlık azalmasında kullanılan terazi tek kefeli, çift kefeli, yaylı, burulmalı veya manyetik olabilir. Eğrilerin zamana karşı çizilebilmesi için sıcaklık ya sabit bir hızla artma sağlayacak şekilde programlanmış olmak ya da sıcaklık zaman ilişkisini çizmek üzere kaydedici ikinci bir kalem yerleştirilmelidir. Bazı aygıtlarda normal eğri ile türev eğrisi eş zamanlı olarak çizilebilmektedir. DTG eğrisinin pik alanı ağırlıktaki azalma ile orantılıdır (50).

Diferansiyel termal analizde (DTA), numune kalıpları seramik kaplar daha uygundur. Fakat ısı iletkenliği metal kaplardan daha düşüktür. Metal kaplar genellikle platinden yapılmış olup, kullanılan ısı çiftleri (bakır-kostant), (nikel-nikelkrom gibi metallerle, soy metal çiftleri olarak da (platin-platinradyum) kullanılır. Alınan miktar, tanecik büyüklüğü ve ısıtma hızı pik şeklini ve alanı etkiler. Standart olarak 0,1-1,0 gr. arasında, çok ince tanecikli (60 mesh veya 0,25 mm' den ince) numune, 20 °C/dak. dakika hızla ısıtılmalıdır. Daha düşük hızlarda yayvan pikler elde edilir. Genellikle inert madde olarak 1000 °C' de kızdırılmış saf kaolin kullanılır. DTA- eğrisindeki pik alanları tepkime ısısıyla, dolayısıyla da madde miktarıyla orantılıdır. Kalemin temel çizgiden (base-line) uzaklığı (Cal/sn) olarak açığa çıkan veya soğrulan enerji hızıyla, pik alanı ise (Kalori) olarak toplam tepkime ısısıyla orantılıdır. Kullanılan grafik bağdınının alanı önceden dönüşüm enerjisi bilinen madde ile ayarlanır.

Karşılaştırma maddesi ile numunenin özgül ısı ve ısı iletkenliğinin farklı oluşlarından dolayı, DTA yönteminde tepkime sıcaklıkları ve işaretleri hakkında nitel bilgiler alınmasına karşın, nicel bilgiler alınması güçtür. Bunu önlemek için DTA aygıtındaki numune hücresi diferansiyel kalorimetreye dönüştürülür. Bunlardan en yaygın olanı Differential Scanning Calorimetress (DSC) olup, izoterm bir kalorimetredir. Bu aygıtta numune ve karşılaştırma maddesi hücreleri kendi dirençli ısıtıcılarıyla ısıtılır. Tarama (scanning) sözcüğü numune ve karşılaştırma maddesinin sıcaklığının zamanın belli bir fonksiyonu olarak değiştirilmesi anlamındadır. DSC aygıtından elde edilen eğri yaygın DTA'ya benzer, fakat bu durumda pik alanı ısı alan bir tepkime için numuneye verilen, ısı veren bir tepkime içinse açığa çıkan ısıya eşit miktarda, karşılaştırma maddesine verilen ısının bir ölçüsüdür. Bu durumda özgül ısı, ısı iletkenliği gibi etmenlerin etkisi ortadan kalkmış olur (45,51).

Kesiksiz sürekli bir termagravimetrik eğrisi numunenin kristal yapısında bir değişiklik olmadığını belirtir. Eğer yapıda bazı değişiklikler olmadığını belirtir. Eğer yapıda bazı değişiklikler oluyorsa, genellikle termogravimetrik eğri basamak şeklinde kesikli davranış gös-

terir. Diferansiyel Termal Analiz eğrisi ise nicel olarak numunenin ağırlığında (sukaybı) azalma varsa, ısı alan ve yüksek sıcaklıklarda eğer numune başka bir kristal yapıya dönüşüyorsa veya amorflaşıyorsa ısı veren tepeler gösterir. Numuneler aynı kristal yapıya sahip olup değişik dehidrasyon özellikleri gösteriyorsa, diferansiyel termal analizleri de farklı olabilir (52).

Isı analiz deneyleri M.T.A. Genel Müdürlüğü Teknoloji Dairesi Endüstriyel Hammaddeler Seramik Servisi Laboratuvarı'nda 29.9.1986 tarihinde, "Netzsch - Geratebau GmbH" cihazıyla yapılmıştır. Aygıt manyetik terazili olup ısı - çift ise (P_t) - P_t - % 10 Rh) dur. Bu cihazda TGA, DTA ve DTG aynı eğrileri aynı anda çizilebilir. Ayrıca, sıcaklık-zaman eğrisinde (T-eğrisi) aynı anda çizilebilmektedir.

2.6. ISI KAPASİTESİ VE ÖZGÜL ISI

Bir sistemin T Kelvin sıcaklığında ısı kapasitesi, $\partial T \rightarrow 0$ durumunda, $\frac{\partial Q}{\partial T}$ oranının limit değeridir. Burada, ∂Q , sistemde T + ∂T sıcaklık artışını sağlamak için sisteme verilen ısıdır. Termodinamik uygulamalarda iki tip ısı kapasitesi bulunur. Bunlardan bir tanesi sabit hacimdeki ısı kapasitesi C_v olup,

$$C_v = \left(\frac{\partial U}{\partial T} \right)_v \quad (2.12)$$

denklemleriyle verilir. Burada U sistemin toplam enerjisi olup, bazen iç enerji olarak da adlandırılır. Toplam U enerjisi Q ısı ile $Q = \Delta U + W$ ifadesiyle bağlıdır. Burada W, sistem tarafından yapılan iştir. İş niceliği sabit basınçta genişleme ve daralma işi olarak ifade edilir. Diğer bir ifade ile iş $W = P\Delta V$ olup, ΔV sistemin hacmindeki değişimdir. Sabit basınçta sistemin entalpisi veya ısı kapasitesi $U + PV$ şeklinde olup, sabit basınçta bir sistemin ısı kapasitesi,

$$C_p = \left[\partial(U + PV) / \partial T \right]_p = \left(\frac{\partial H}{\partial T} \right)_p \quad (2.13)$$

olarak ifade edilir.

Tanımlanan ısı kapasitesi geniş bir özellik olduğundan sistemdeki madde miktarıyla değişir. ısı kapasite numunenin birim kütlesi bazında ifade edildiğinde, sistemin büyüklüğünden bağımsız olan bir karakteristik özelliği olacaktır. Isı kapasitesi bu anlamda "özel ısı" adını

alır. Eğer birim ölçü olarak birim kütle yerine mol alınır ise ifade "molar ısı" olarak ifade edilir.

Sabit basınçta ısı kapasitesi kalorimetreye çeşitli amaçlar için uygun doğrulukta ölçülebilir. Burada kullanılan ifade,

$$\tilde{C}_p = \frac{H_2 - H_1}{T_2 - T_1} \frac{\Delta Q}{\Delta T} \quad (2.14)$$

olur. C_p 'nin T 'ye karşı eğrisi T_1 ve T_2 arasında yaklaşık doğrusal olursa ve ΔT oldukça küçük olduğunda $\tilde{C}_p \equiv C_p$ 'ye $(T_1 + T_2)/2$ sıcaklığında yaklaşık olarak eşittir. Bu yaklaşıklık, $T_2 - T_1$, 5 °C'yi aşmadığı takdirde önemli bir hataya neden olmadan yapılabilir (53, 54, 55).

Özgül ısı tayininde kullanılan sistem Dewar kabı, karıştırıcı ve 0,1 °C duyarlıklı termometreden oluşur. Bu kalorimetreye belirli miktarda su konur. Miktarı belli olan numune bunun üzerine ilave edildikten sonra sistem ısııl denge oluşturuncaya kadar numune su karışımı karıştırılır. Sistem dengeye ulaştığında denge sıcaklığı kaydedilir. Sisteme son sıcaklıktan 5 °C'den fazla olmayan sıcaklıkta belli miktarda su ilave edilir. Kalorimetrenin son ve başlangıç sıcaklıkları arasındaki T_c farkından numunenin C_p ısı kapasitesi elde edilir. T_a ilave edilen suyun sıcaklığı, C_c kalorimetrenin su cinsinden değeri, M_s numunenin kütlesi, M_c kalorimetrede başlangıçtaki suyun kütlesi ve M_a ilave edilen suyun kütlesi olsun. Öncelikle kalorimetre, karıştırıcı ve termometreden oluşan sistemin su cinsinden ısı kapasitesinin tayini gerekir. Bu amaçla miktarı belli olan su için de bulunan kalorimetrenin ilk sıcaklığı kaydedilir. Daha sonra kalorimetrede bulunan sudan daha yüksek sıcaklıkta belli miktarda su ilave ederek ve son sıcaklığın belirlenmesiyle,

$$C_c = M_{wa} C_w - M_{wc} C_w \left(\frac{\Delta T_a}{\Delta T_c} \right) \quad (2.15)$$

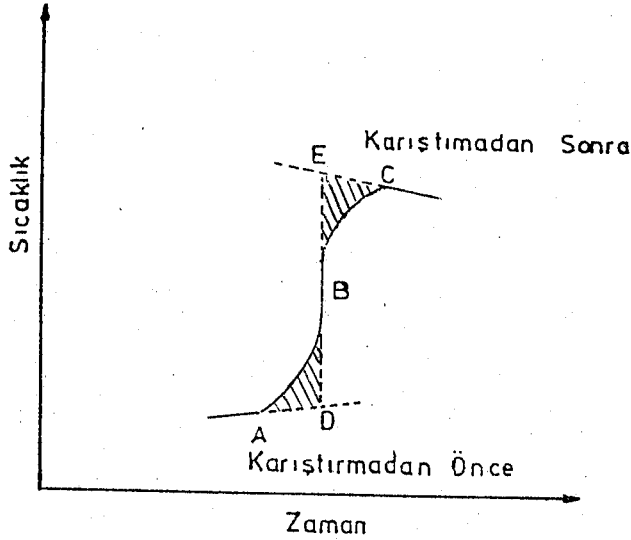
bağıntısıyla kalorimetrenin su cinsinden değeri bulunur. Burada M_{wc} ve M_{wa} sırasıyla başlangıçta kalorimetredeki suyun ve ilave edilen suyun kütlesidir. ΔT_a ve ΔT_c ise ilave edilen suyun ve kalorimet-

rededeki suyun sıcaklığındaki değişme miktarıdır. Böylece kalorimetrenin ısı kapasitesi (C_c) deney sıcaklık aralığının üzerinde kalorimetrenin ortalama ısı kapasitesidir. Kalorimetrenin ısı kapasitesi bilindiğinde numunenin ortalama özgül ısısı ($\text{Cal/gr}^\circ\text{C}$) cinsinden,

$$C_s = C_w(M_{wa}/M_s)(\Delta T_a/\Delta T_c) - (M_{wc}C_w + C_c)/M_s \quad (2.16)$$

ifadesi ile bulunur. Burada M_s numunenin kütlesidir.

Bu deneyde Kalorimetrenin ısı kayıplarını ve karıştırmasıyla sisteme sokulan ısının yok edilmesi gerekir. Bu, Şekil 4.1'de görüldüğü gibi sıcaklığa karşı zaman grafiğinden ΔT_c düzeltme değerinden tayin edilir. Uygun bir yol ABD ve BCE alanlarını eşit yapacak DE doğrusunun uzunluğunun alınmasıdır.



Şekil 2.2 Kalorimetreden Isı Kayıpları İçin Grafikselleştirme

2.7. YOĞUNLUK TAYİNİ

Yoğunluk adsorplayıcı maddelerin önemli bir özelliğidir. Lületaş gibi gözenekli ve adsorblayıcı maddelerin yapısına boşluklar bulunduğu ve genelde adsorbladığı maddeleri bu boşluklarda tuttuğundan do-

layı bu tür adsorblayıcı maddelerde iki tür yoğunluktanımılanabilir. Katının katı kısmının yoğunluğu ve katının boşluklarında hava varken yoğunluğudur.

2.7.1. Lületaşının Katı Kısmının Yoğunluğu

Doğal Lületaşının katı kısmının yoğunluğu piknometre yöntemiyle yapılmıştır. Bu yöntemle maddenin iyi ıslanmasını sağlayan ve hava kabarcıklarının tutulmasına engel olan petroleteri (C_7H_8) veya toluen ($C_6H_5CH_3$) kullanılır (42, 56). Ayrıca saf suda kullanılmaktadır.

Yoğunluğu belirlenecek numune önce toz hale getirilir. Daha sonra $110\text{ }^{\circ}\text{C}$ de 20 saat tutularak kuruması sağlanır. Kurutulmuş olan numune 110 cm^3 'lük piknometre içine konularak saf su, toluen veya petroleteri ile piknometrenin işaret çizgisine kadar tamamlanarak,

m_a : Piknometrenin kütlesi,

m_c : Lületaşı numunesinin kütlesi,

ρ_s : Saf sıvının yoğunluğu,

m_e : (Piknometre + Lületaşı + Sıvı) kütlesi

$$100 - \frac{m_e - (m_a + m_c)}{\rho_s} : \text{Numunenin hacmi}$$

olmak üzere;

$$\text{Numunenin yoğunluğu } (\rho_p) = \frac{m_c}{100 - \frac{m_e - (m_a + m_c)}{\rho_s}} \quad (2.17)$$

ifadesiyle numunenin yoğunluğu hesaplanır.

2.7.2. Lületaşının Görünür Yoğunluğu

Görünür yoğunluğu belirlenecek numune düzgün geometrik şekle sokularak mikrometre ile boyutları belirlenerek numunenin hacmi bulunur. Numunenin kütlesi ise hassas terazi ile tartılarak bulunarak,

$$\text{Numunenin Görünür Yoğunluğu } (\rho_g) = \frac{\text{Num. Kütlesi}}{\text{Num. Hacmi}}$$

oranında bulunur.

Katının boşluklarında su kalmaması için 110°C de 20 saat kurutuldu. Yoğunluğu belirlenecek numuneler küçük torna makinesi ile silindir şekline getirildi. Daha sonra bu silindirler kıl testere ile diskler şeklinde kesilerek, ince zımpara ile yüzeyler zımparalanarak yüzeyler düzgün hale getirildi.

2.7.3. Pres Lületaşının Görünür Yoğunluğu

İşlem artığı toz ve talaş Lületaşları öğütülerek ve değişik (mesh) aralıklı eleklerden geçirilerek parçacık boyutlarına göre üç gruba ayrıldı (200, 150, 100 mesh). Daha sonra katkı maddesi (MgO) ilave edilerek veya edilmeyerek karışımlar % 30-40 oranında nemlendirilerek, IR Spektroskopisi cihazının peletleme kalıbına konarak 15 tonluk preste, değişik basınçlar uygulanarak düzgün disk şeklinde numuneler elde edildi. Bir önceki bölümde de bahsolunduğu gibi 110 °C de 20 saat kurutularak, kütle ve hacimleri belirlendi. Kütlenin hacme oranından görünür yoğunlukları belirlendi. Bu şekilde hazırlanan numunelerin görünür yoğunluğunun; basınca, katkı maddesine oranına ve parçacık boyutuna karşı değişimi incelendi.

2.8. POROZİTE TAYİNİ

Maddelerin yapıları incelenirken porozluğuna (gözenekliliğine) göre de gruplandırılmışlardır. Adsorblayıcı maddelerde; beton, tuğla, kil, zeolit, tahta, lüle taşı gibi çok sayıda gözenekli madde vardır. Bu tür malzemelerin endüstride adsorblama özelliklerinden yararlanabilmek için; porozite (gözenekliliği), özgül yüzey alanı, gözenek boyut, gözenek hacmi gibi adsorblama için bazı temel özelliklerinin bilinmesinin gerekliliği görülmüştür. Çünkü katıların adsorblama kapasiteleri ve tepkime hızlarıyla doğru orantılıdır (32, 57, 58).

Bir katının içindeki gözeneklerin hacminin, katının görülen hacmine oranı gözeneklilik olarak tanımlanır. Katı içinde gözeneklerin boyutları genelde farklı boyutlardadır. Katıların özgül yüzey alanları 1 ve 1200 m²/gr arasında değişen dağılıma sahip katılar vardır.

Uluslararası Temel ve Uygulamalı Kimyacılar Birliği (IUPAC) katı içindeki gözenekleri çaplarına göre,

1. Mikrogözenekler: Çapı 2 mm den daha küçük olanlar (çok küçük)
 2. Mezogözenekler: Çapı 2 mm - 50 mm arası olanlar (orta)
 3. Makrogözenekler: Çapı 50 mm den büyük olanlar (çok büyük)
- şeklinde sınıflandırılmıştır (22).

Killerin gözenekliliği tane yüzeylerinin çok büyük olmasına dayanır. Tanelerin yüzey-hacim oranları çok büyük olduğundan tane ağırlığının çökelme sırasında tanelerin dizilmesinde rolü, yüzeyler arasında karşılıklı olarak etkide bulunan kuvvetlerinkinden daha azdır. Yüzeysel kuvvetlerin etkisi bazen % 80'in üzerinde por boşluğu ihtiva ederler. Çeşitli kristal türlerine göre taneler arasında mevcut yüzeysel kuvvetlerin, tane ara boşluklarını dolduran sıvının karakterine bağlı olduğu sonucuna varılmıştır. Kil minerallerinin iyon bağlantıları ihtiva eden katı maddelerde önemli olan, tane yüzeyi ile ilgili polar kuvvetlerin doyurulmasıdır. Kolay reaksiyona giren polar gruplar veya iyonlar ihtiva eden sıvılarda (alkoller, alkilaminler, su ve elektrolit çözeltilerde) iyonlar, tane yüzeyleri arasında etkide bulunan ve gevşek yüzeylerin oluşmasını sağlayan bağlayıcı kuvvetleri kısmen doyururlar. Bu nedenle yüksek porozite elektrolitsiz su içerisinde elde edileceğini kabul edilmiştir.

Mekanik olarak sıkıştırılan kil kayaçlarında por hacimleri azaldığından dizilim daha düzenli olacaktır. Kaolinit aynı tane boyutlarına ayrılarak su ile karışımı sıkıştırılmış ve por hacimlerinin basınçla ters orantılı olarak azaldığı görülmüştür (41). Uygulanan basınca göre porozite değişimi şöyle verilmiştir.

Uygulanan Basınç,

Atmosfer	kg/cm ²	ϵ
1	101,33	0,76
7	709,31	0,67
26	2634,58	0,59
38	3850,54	0,56

Tablo 2.2 Silikatlarda Basınçla Porozite Değişimi

Killerde sıkışma ve sertlikleri mekanik basınca bağlanmaktadır. Aynı şekilde killerin yoğunluğunun da uygulanan basınçla arttığı vurgulanmış ancak genel bir bağıntı türetilenmemiştir.

Numunenin toplam hacmi, (V_g) kendisini teşkil eden katı maddelerin hacmi (V_f) ile, içinde boşlukların (porların) hacminden (V_p) ibarettir.

$$V_g = V_f + V_p \quad (2.18)$$

Porozite (ϵ), por hacminin toplam hacme oranı olarak tanımlanır ve

$$\epsilon = \frac{V_p}{V_g} = \frac{V_g - V_f}{V_g} \quad (2.19)$$

eşitliği ile belirlenir.

Gözenekli katıların tanımlanmasına yarayan porozite kavramının yanında, bağıl (rölatif) por hacmi (E) kavramı da sıkça kullanılır ve

$$E = \frac{V_p}{V_f} \quad (2.20)$$

şeklinde ifade edilir. Bu iki büyüklük arasında,

$$\epsilon = \frac{E}{1 + E}, \quad E = \frac{\epsilon}{1 - \epsilon} \quad (2.21)$$

şeklinde bir bağıntı vardır. Porozite ve bağıl por hacmi, katının katı kısmın yoğunluğundan ve görünür yoğunluğu da denilen, boşluklu yoğunluğundan da türetilir. Bu ifade,

$$\epsilon = 1 - \frac{\rho_g}{\rho_p} \quad (2.21)$$

$$E = \frac{\rho_p}{\rho_g} - 1 \quad (2.22)$$

eşitlikleriyle belirtilir. Burada ki; numunenin katı kısmının yoğunluğu (ρ_p), bölüm 2.7.1 ve görünür yoğunluğu da (ρ_g) bölüm 2.7.2'deki yöntemlerle bulunmuştur.

Bu şekilde tanımlanmış olan porozite (ϵ) ve bağlı por hacmi (E), numunenin bütün boşluklarını kapsadığından adına total (toplam) porozite denilir. Bunun dışında numunenin, faydalı porozitesi de denilen efektif porozitesi vardır ve bu, total poroziteden küçük olup yalnızca birbirine bağlı olan porları kapsar. Bağlanmamış mineral tanelerinden meydana gelmiş bir sediman da total ve efektif poroziteler hemen hemen aynıdır. Sıkışmış sedimanter kayaçlar olabilir. Bu sıkışma olayı esnasında kayaç içerisinde her yöne kapalı boşlukların teşekkülüne bağlıdır.

Görünür yoğunluk ve porozite tayini için parafin kaplama, civa batırma gibi çeşitli yöntemler vardır (45,59). Ancak Lületaşının yoğunluğu küçük olduğundan bu yöntemler kullanılmamıştır.

2.9. ADSORPSİYON

Sabit basınç altında tutulan bir gaz veya buhar ısıtılarak yüzeyi temizlenmiş bir katı ile temasa geçilirse, gaz veya buharın hacminin küçüldüğü görülür. Eğer aynı işlem sabit hacim altında yapılırsa gaz veya buharın basıncının düştüğü gözlenir. Bu durumda gaz veya buharın bir kısmı katı tarafından tutulmaktadır. Bu tutulma iki tür olabilir. Birincisi gaz veya buhar moleküllerinin katı içinde homojen olarak çözünmesi, ikincisi ise katı yüzeyinde tutulmasıdır. Birinci tür tutulmaya absorpsiyon, ikinci tür tutulmaya da adsorpsiyon adı verilir. Absorpsiyon ve adsorpsiyon olaylarının her ikisi de oluşuyorsa olay sorpsiyon olarak adlandırılır.

Gaz veya buharı adsorplayan katı adsorplayıcı veya adsorbent, katının yüzeyinde tutulan gaz veya buhara ise adsorplanan denir. Adsorplayıcı ve adsorplanandan oluşan heterojen bir karışıma ise adsorpsiyon sistemi adı verilir. Gaz veya buhar katının yüzeyine bağlı kaldığında katı ile gaz veya buhar arasında yoğunlaşmaya benzer zayıf bir etkileşme veya kimyasal reaksiyona benzer kuvvetli bir etkileşme olabilir. Bu olaylardan birincisi fiziksel adsorpsiyon (veya Wan der Walls

adsorpsiyonu), ikincisi ise kimyasal adsorpsiyon (veya kemisorpsiyon) olarak adlandırılır. Kimyasal adsorpsiyon bir aktiflenme enerjisinin eşliğinde oluştuğu için aktiflenmiş adsorpsiyon adı da verilir. Fiziksel adsorpsiyon genellikle düşük sıcaklıklarda oluşmasına karşın kimyasal adsorpsiyon yüksek sıcaklıklarda oluşur. Sıcaklığın artması sonucu fiziksel adsorpsiyonun azalması nedeniyle adsorpsiyon önce azalır ve daha sonra kimyasal reaksiyonun oluşmasından dolayı sıcaklıkla birlikte artar. Fiziksel adsorpsiyonda adsorplanan gazın kütlesi, gazın cinsine, sıcaklığa ve adsorplayıcının kütlesine bağlı olmaktadır. Wan der Walls adsorpsiyonu veya fiziksel adsorpsiyon tersinir bir reaksiyon olup basınç azaldığında gazın adsorpsiyonu tersine döner. Yani gaz katı yüzeyden ayrılıp gaz fazına geçer. Bu geçiş bir adsorpsiyon eğrisini izleyerek ters yönde olur. İkinci tip adsorpsiyon aktiflenmiş veya kimyasal adsorpsiyonda gaz molekülleri adsorbente kimyasal bağlarla bağlıdır. Bu nedenle olay tersinir değildir (61).

Bir gazın adsorplanmasında olduğu gibi adsorplanan madde molekülleri birbirlerini pek az çekerlerse, yüzey bir molekül kalınlığında bir tabaka ile kaplanınca adsorpsiyon duracaktır. Moleküller arasındaki kuvvetler merkezler arası uzaklığın yedinci kuvvetiyle ters orantılıdır. Uzaklık iki kat olduğunda moleküller arasındaki kuvvetler başlangıçtaki değerin yüzde birine kadar düşer. Bu yüzden ilk adsorplanan tek molekülle tabaka alttaki katı yüzeyin, öteki gaz molekülleri üzerindeki çekme kuvvetlerinin etkisini azaltır.

Kaynama sıcaklığı yüksek olan bir sıvı buharının molekülleri, kaynama sıcaklığı düşük olanından daha büyük moleküller arası çekim kuvvetine sahiptir. O halde adsorplanacak maddenin kaynama sıcaklığı yükseldiğinde adsorpsiyon artar. Gene kritik sıcaklık yükseldikçe de adsorpsiyon artar. Mutlak sıcaklık ölçeğinde kaynama sıcaklıkları yaklaşık olarak kritik sıcaklıkların üçde ikisidir. Ayrıca adsorplayıcı ile adsorplanan arasındaki kimyasal benzerlik de adsorpsiyon derecesine etkir. Örneğin Silikagel suyu, aktif kömür ise benzeri daha çok adsorplamaktadır.

Adsorpsiyon anında birbiriyle temas eden adsorplanan ve adsorplayıcı molekülleri bir arayüz oluşturmaktadır. Bu ara yüzde katının elek-

trostatik kuvvetleri, kovalent bağ kuvvetleri ile adsorplanan moleküller arasında etkileşmeler olur ve çoğu katılarda bu etkileşmelerdeki kuvvetler biri diğerlerine göre daha etkindir. Bu doymamış kuvvetler sıvılarda olduğu gibi katılarda da yüzey gerilimine yol açarlar. Adsorplanan atom, iyon veya moleküller adsorplayıcı katı yüzeyinde dengesiz olan kuvvetlerin bir kısmını doyurarak yüzey gerilimini düşürürler. Yüzey geriliminin düşmesi yüzey serbest entalpisinin düşmesi olduğundan ve serbest entalpi azalmasında termodinamik olarak kendiliğinden yönelme eğiliminde bulunduğu için, adsorpsiyon da kendiliğinden olur ve sistemin serbest entalpi değişimi eksidir. Üç boyutlu hareket eden gaz veya buhar molekülleri bir katı yüzeyinde adsorbe olduklarında iki boyutlu hareket edebilirler. Bu durumda gaz veya buhar moleküllerinin serbestlik derecesi azalmış olur ve dolayısıyla entropinin (ΔS) düşmesi demektir. Bu şekilde serbest entalpisinin (ΔG) yanında entropi değişiminin (ΔS) de eksi olması;

$$\Delta G = \Delta H - T\Delta S \quad (2.23)$$

veya

$$\Delta H = \Delta G + T\Delta S$$

bağıntısında ΔH adsorpsiyon entalpisinin eksi olması da adsorpsiyon olayının daima ısı veren (ekzotermik) bir olay olduğunu gösterir (22).

Adsorpsiyon kimyasal ise tek tabakada sonlanır. Eğer adsorpsiyon fiziksel ise ve birinci tabakanın üzerinde yenileşmesi varsa çok tabakalı adsorpsiyon olur. Fiziksel adsorpsiyonun adsorpalanan tabaka sayısı adsorplayıcı katının gözenek yapısı ile yakından ilgilidir. Genellikle yarıçapı 1,5 nm'den küçük (mikro) ve 50 nm'den büyük (makro) gözeneklerde tek tabaka ile gözenek dolmakta, makro gözenek etkileşme gücü bir tabakanın oluşması ile doyurulur. Orta büyüklükteki (mezo) gözeneklerde ise çok tabakalı adsorpsiyon olur ve çok tabakalı adsorpsiyondan sonra bile gözenekler dolmayabilir. Lületaşı mezo gözenekli yapıdadır. Normal şartlarda nemlendirilen Lületaşının 5-6 kat su tabakası oluşturduğu belirtilmiştir (28).

Adsorplama olayında, adsorplama kapasitesinin yanında önemli bir büyüklükte adsorpsiyon hızıdır. Adsorplayıcı katı yüzeyde gaz veya buhar molekülleri esnek veya esnek olmayan çarpışmalar yaparlar. Esnek çarpışmada gaz molekülleri geri sıçrar. Esnek olmayan çarpışma yapan moleküller katı yüzeyinde belli bir süre temas halinde kalırlar. Bir molekülün yüzeyde ortalama tutunma süresini Frenkol bağıntısı;

$$\tau = \tau_0 e^{Q/RT} \quad (2.24)$$

şeklindedir (62). Burada τ_0 , molekülün titreşim süresi olup 10^{-13} s civarındadır. Q ise molekül başına düşen adsorpsiyon enerjisidir. $\tau \gg \tau_0$ ise adsorpsiyon olduğu kabul edilir. Kimyasal adsorpsiyonda Q değeri fiziksel adsorpsiyondan daha büyük olduğundan τ değeri de büyük olur ve adsorpsiyon olayı daha çabuk oluşur.

Adsorplanan maddeler su gibi çarptıkları yerde tutunan ve polar küçük moleküller çok hızlı adsorplanma olduğu halde polar olmayan küçük moleküllerde daha geç adsorplanma olur.

Fiziksel ve kimyasal adsorpsiyon açıklarken bunların adsorpsiyon ısılarını ve adsorpsiyon izotermelerini de incelemek sanayide kullanım açısından önemlidir (45).

2.9.1. Nemlendirme (Sorpsiyon) Deneyleri

Numuneler 6 saat süreyle etüvde kurutularak % 60-%40 bağıl nem ortamında absorpladıkları su buharı miktarı belirlendi. Deneyler ortam sıcaklıklarında yapıldı.

m_k : Numune kurutulduktan sonraki kütlesi,

m_n : Numune nemlendirildikten sonraki kütlesi

olmak üzere yüzde olarak adsorpladığı su miktarı,

$$\% \text{ Adsorpsiyon} = \frac{m_n - m_k}{m_k} \times 100 \quad (2.25)$$

eşitliği ile belirlendi.

2.9.2. Zamana Karşı Su Adsorpsiyon Kapasitesi Tayini

Numuneler değişik sıcaklıklarda etüvde kurutularak ortam sıcak-

lığı ve ortam bağıl neminde nemlendirilerek zamana karşı adsorpladığı su buharı miktarı belirlendi. Deneylerde bağıl nem higrometre ile kontrol edildi. Ayrıca Desiktörlere su kapları konarak değişik nem ortamları da hazırlanarak zamana karşı su buharı adsorplama kapasitesi belirlendi. Deneylerde Lületaş ve değişik şartlarda (katkılı, katkısız, basıncı değiştirerek) preslenerek hazırlanan Lületaş tozları içinde yapıldı.

2.9.3. Parçacık Boyutuna Karşı Su Adsorplama Kapasitesi Tayini

Boyutları 200, 150, 100 mesh olan tozlar katkılı veya katkısız preslenerek veya toz halde su buharı adsorplama kapasiteleri numuneler değişik sıcaklıklarda kurutularak belirlendi.

2.10. DESORPSİYON

Adsorplayıcı bir katının adsorpsiyon izotermi incelenildiğinde, düşük sıcaklıklarda adsorbe edilen gaz veya su buharı miktarının (adsorpsiyona doyma kapasitesinin) yüksek sıcaklıklardakine göre daha fazla olduğu görülür. Buna göre adsorbe edilen gaz ve sıvı moleküllerini geri vermesi için, adsorplayıcıyı ısıtmak yani adsorpsiyon ısısını geri vermek gerekir. Adsorplanan moleküllerin basıncının düşürülmesi ile de aynı sonuç elde edilebilir. Fakat genel olarak adsorpsiyon doyma kapasitesinin sıcaklığa bağlı olarak değişmesine göre daha kolaydır. Bu nedenle adsorplayıcılar ısıtılarak adsorpsiyon kapasiteleri düşürülmesi ile buhar elde edilebilir. Fakat genel olarak adsorpsiyon doyma kapasitesinin sıcaklığa bağlı olarak değişmesine göre daha kolaydır. Bu nedenle adsorplayıcılar ısıtılarak adsorpsiyon kapasiteleri düşürülmesi ile buhar elde edilir. Adsorplayıcıların adsorpsiyon doyma kapasitelerinin düşürülmesi ile buhar veya gaz elde etme işlemine desorpsiyon adı verilir. Bu yöntemle katıların adsorpladıkları zayıf bağıl su miktarını vermesi açısından adsorplayıcılar için kullanılan yöntemlerden biridir.

Katıda bulunan zayıf bağıl suların atılması için verilmesi gereken ısıya "hidrasyon ısısı" adı verilir. Katılarda bulunan adsorplanan

suların buhar halge geçirebilmek için normal şartlarda suyun buharlaşma ısısından daha büyüktür. Suyun buharlaşma ısısı 43,5 KJ/mol (10,4 kCal/mol) iken çeşitli tür zeolitler için bu ısı 47-49 KJ/mol aralığında olup gevşek su içindir (45).

Ardarda olan dehidrasyon adımlarında yüksek bir fark daima görülür. Bu olay yüksek sıcaklıklarda (sabit basınçta) çıkartılan suyun daha sıkı bağlı olması şeklinde yorumlanır. Bağlı suyun daha sıkı bağlı olması şeklinde yorumlanır. Gevşek suyun buharlaşma entalpisi sudan daha büyük olması örgü değişkenleri ve difüzyonun entalpiye katkısından olabileceği kabul edilmiştir.

Çeşitli sıcaklıklarda çeşitli sürelerde kurutulan numunelerin desorpsiyon yüzdesi (su atma yüzdesi) aşağıdaki ifade ile bulunur (56).

$$\% \text{ Desorpsiyon} = \frac{m_n - m_k}{m_k} \times 100 \quad (2.26)$$

m_n : Numune kurutulmadan önceki kütlesi,

m_k : Numune kurutulduktan sonraki kütlesi

olarak verilir.

2.10.1. Zamana Karşı Desorpsiyon Deneyleri

Lületaşı numuneleri ve pres lületaşı numuneleri 40 - 250 °C sıcaklıklarında altı saat süreyle kurutulması yapıldı. Ayrıca her saat boyunca tartım işlemi yapılarak zamana karşı numunelerin su atma yüzde-leri denklem 2.26'dan faydalanılarak bulundu.

2.10.2. Parçacık Boyutuna Karşı Desorpsiyon Deneyleri

200, 150, 100 mesh parçacık boyutlarındaki toz halde veya preslenmiş olarak değişik sıcaklıklarda kurutulan lületaşı numunelerinin parçacık boyutuna karşı desorpsiyon yüzdeleri bulundu.

2.10.3. Değişik Basınçta Hazırlanan Numunelerin Desorpsiyon Deneyleri

Toz ve talaş lületaşları farklı parçacık boyutlanma ayrılarak, farklı basınçlarda hazırlanan numunelerin değişik sıcaklıklarda desorp-

siyon yüzdeleri bulundu.

2.11. DİELEKTRİKLER

Maddelerin elektrik iletkenliği bakımından iyi iletmeyen veya az ileten cinsine genel olarak "Dielektrik" denir. Dielektrik, bir elektrik alan etkisiyle, elektrik alanı ortamında enerji depolama özelliğine sahip bir ortamdır. Statik halde enerjinin depolanması; yüzeyleri eşit, yakın ve birbirine paralel iki iletken levha arasına yalıtkan veya dielektrik bir malzeme koyulduğunda kondansatör adı verilen sistem oluşur ve enerjiyi depolanması kondansatör vasıtasıyla elde okunur. Kondansatörün plakaları arasına 1 (volt) gerilim tatbik edildiği zaman kondansatör 1 (coulomb)'luk elektrik yükü depolanırsa kondansatörün kapasitesi 1 farad'dır. Dielektriğin enerji depolayabilme özelliği elektrik akımına karşı gösterilen direnç özelliğinden ilişkili bir özellik değildir. Bir konsatörün levhalarının arası boşluk olması halinde elektrik enerjisi depolanması, boşluğunda bir dielektrik olduğunu gösterir. Bu diğer ortamların dielektrik özelliklerinin incelenmesinde bir baz teşkil eder (64).

Kondansatörlerde boşluk dielektrik olarak enerji kayıpları açısından olumlu olmasının yanında, dielektrik sertlik derecesi (1 cm kalınlık dielektriğin kapasitesine karşılık oluşan potansiyel farkı) boşluğun diğer dielektriklere göre daha küçük olması istenmeyen bir özelliktir. Boşluğa göre kondansatörün dayanabileceği potansiyel farkı büyük olan dielektriklerde aynı boyutlar altında kondansatörün kapasitesi daha büyük olacaktır.

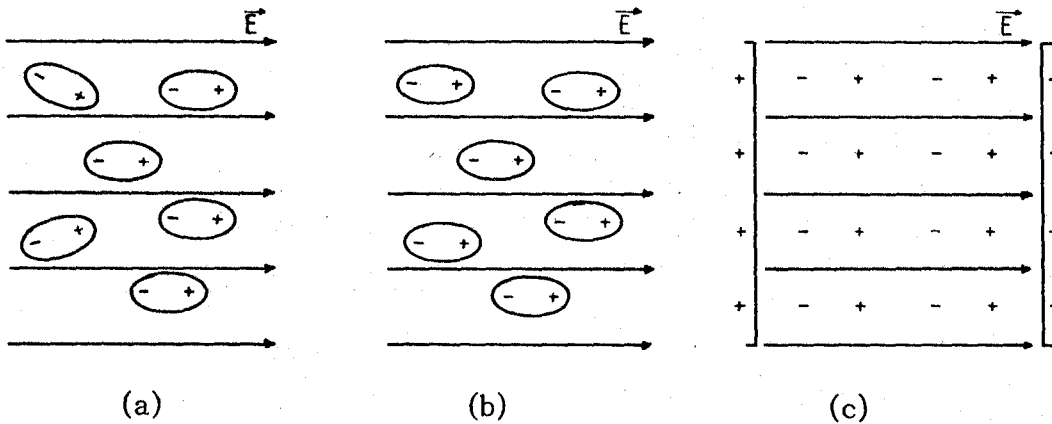
2.11.1. Statik Alanda Dielektrik Özellikler

Dielektrik maddeleri elektrik özelliklerini dielektrik sabiti ile açıklanır. Pek çok madde için bu büyüklük elektrik alanın büyüklüğüne bağlı değildir. Alternatif olan uygulandığında frekansa bağlıdır ayrıca dielektrik sabiti sıcaklık gibi parametrelere de bağlıdır.

Dielektrik madde moleküllerinin polarlığına göre de iki gruba ayrılabilir. Polar molekül moleküllerden oluşan (N_2O , H_2O gibi) madde-

ler de çekirdek ve elektronların yük merkezleri çakışık değildir ve daima dipoller rastgele yönelmiştir. Dielektriğin molekülleri, polar olmamış moleküllerden (H_2 , N_2 , O_2 gibi simetrik moleküller) meydana gelmiş ise bu moleküllerin çekirdekleri ve elektronlarının yük merkezleri çakışık durumdadır.

Dipolleri rastgele yönelmiş polar bir molekül bir elektrik alan içerisine konulduğunda; rastgele yönelmiş olan dipolleri alan etkisi ile alan doğrultusunda yönelmeye zorlanır. Büyük kısmı alan doğrultusundan yönelirken bir kısım dipollerde alanla belirli bir açı yapacak şekilde kalırlar (Şekil 2.3-a). Yönelme alan şiddeti ile doğru orantılıdır. Polar olmayan moleküllerde bir alan içine konulduğunda moleküllerinin yüklerinde bir kayma olur ve dipol momenti kazanarak molekülleri polarize olur (Şekil 2.3-b). Bu durumda dielektriğin molekülleri polar olsun veya olmasın bir dış elektrik alanı etkisi ile Şekil(2.3-c)'de de görüldüğü polarize olurlar.



Şekil 2.3 Dielektriklerin Elektrik Alanda Davranışı

Yüzey alanları (A) yanında, levhaların aralığı (d) çok küçük olan paralel plakalı bir kondansatörün levhalarına elektriksel olarak $+\sigma A$ ve $-\sigma A$ yükleri ile yüklenmiş olsun. Burada A bir levhanın alanı, σ 'da birim alana düşen yük veya yüzey yük yoğunluğu olarak tanımlanır. Bu yükler kondansatörün içinde homojen ve yüzeylere dik bir elektrik alanı oluştururlar. Bu alanın büyüklüğü;

$$E_0 = \sigma / \epsilon_0$$

olur. Kondansatörün iki levhası arasında ölçülen potansiyel farkı da

$$V_0 = |E_0| d$$

mutlak değerine sahiptir. SI birim sisteminde: σ ; coul. $\times m^{-2}$, V_0 ; volt, d ; m, A ; m^2 , E ; Volt m^{-1} birimlerine sahiptir. Kondansatörün oluşturduğu kapasitede;

$$C_0 = \epsilon_0 \frac{A}{d} \quad (2.27)$$

olur. Levhalardaki toplam yük Q olmak üzere

$$C_0 = \frac{Q}{V_0}$$

olur. Burada,

C_0 : Kondansatörün oluşturduğu kapasite (Farad)

ϵ_0 : Boşluğun dielektrik sabiti olup değeri $8.85 \cdot 10^{-12}$ (F/m) dir.

Şimdi, levhalar üzerindeki yük değiştirilmeden levhalar arasına, levha şeklinde, homojen dielektrik bir madde konulmuş olsun. Bu durumda kondansatörün pozitif levhasına karşı olan yüzde negatif yükler, kondansatörün negatif levhasına karşılık olan yüzde de pozitif yükler toplanır. Dielektriğin birim hacimdeki net yükü sıfırdır. Dielektriğin iki yüzünde meydana gelen bu yükler indüksiyon yükleri olup, dielektriğin ikiyüzü arasında bir elektrik alan oluşturur. Bu oluşan elektrik alanı ($\vec{E}_0$), kondansatörün levhaları arasında var olan ($\vec{E}_i$) elektrik alanı ile zıt yönlü olacaktır. Kondansatörün levhaları üzerinde yüzeyce yük yoğunluğu (σ) ve dielektriğin kondansatör levhalarına bakan yüzlerde meydana gelen yük yoğunluğu da Şekil (2.4)de görüldüğü gibi (σ_i) ise etkin yük yoğunluğu da ($\sigma - \sigma_i$) olacaktır. Dielektrik içinde oluşan bileşke ($\vec{E}$) elektrik alan, ($\vec{E}_0$) doğrultusunda fakat ondan ($\vec{E}_i$) kadar küçük bir değere sahip olacaktır. Bunu ifade edersek;

$$\vec{E} = \vec{E}_0 - \vec{E}_i$$

(Şekil 2.4 bölüm sonunda sayfa 51^{de} verilmiştir).

veya

$$E = \frac{1}{\epsilon_0} (\sigma - \sigma_i) \quad (2.28)$$

şeklinde olur.

Bu durum(levhalar arasına dielektrik konması hali) potansiyel farkının düşmesine neden olur ve potansiyel farkının ilk değerinin son değerine bölümü boşluğa göre bağıl dielektrik sabiti (ϵ_r) olarak tanımlanır. Bunu ifade edersek,

$$\frac{V_0}{V} = \epsilon_r \quad (2.29)$$

şeklinde olur ve dolayısıyla,

$$\frac{E_0}{E} = \epsilon_r \quad (2.30)$$

olur. Levhalar arasında dielektrik varken kondansatörün kapasitansı da;

$$C = \epsilon_0 \cdot \epsilon_r \frac{A}{d} \quad (2.31)$$

şeklini alır. Burada $\epsilon_0 \cdot \epsilon_r = \epsilon_s$ olarak tanımlanan sabit maddenin dielektrik sabiti olarak tanımlanır. Dielektrik maddelerin boşluğa göre bağıl dielektrik sabitleri ve dielektrik şiddetleri Tablo 2.3'de verilmiştir (63).

<u>Madde</u>	<u>Dielektrik Sabiti</u>	<u>Dielektrik Şiddeti (kV/mm)</u>
Boşluk	1,00000	-
Hava	1,00054	3
Su	78	-
Porselen	6,5 - 7,00	12
Mika	5 - 9	160
Kağıt	3,5 - 4,00	14
Kuartz	3,8	8
Polyester	2,6	25

Tablo 2.3 Bazı Maddelerin Dielektrik Sabiti ve Dielektrik Şiddeti

Kondansatör levhaları arasındaki dielektrik madde içindeki zıt yükler arasında birbirine doğru bir kayma vardır ancak iletkenlerde olduğu gibi yükler hareketli değildir. Bu nedenle dielektrik içinde levhalara paralel olarak alınan herhangi bir birim alanın içinden geçen toplam yük aynıdır ve P kadardır. P 'ye dielektriğin polarizasyonu adı verilir ve şu şekilde ifade edilir:

$$P = \sigma(1 - 1/\epsilon_r) = \sigma(\epsilon_r - 1)/\epsilon_r \quad (2.32)$$

Dielektrik içindeki yüklere bağlı yük, kondansatör levhaları arasındaki yüklere de gerçek yük denilmektedir. Bu tanımları ve polarizasyon etkilerini de göz önüne aldığımızda yeni bir alan büyüklüğü D

$$D = \sigma \quad (2.33)$$

veya

$$D = \epsilon_0 \epsilon_r E \quad (2.34)$$

olarak tanımlanan Deplasman (D) olarak seçilir. Denklem (2.32) ve Denklem (2.34) den

$$D = \epsilon_0 E + P \quad (2.35)$$

bulunur. D elektrik deplasmanı seçilir ve denklem (2.33)' e göre gerçek yüklerden tanımlanır. Denklem (2.34) ise dielektrik maddenin karakteristiğidir.

İdeal kondansatör yüklenen enerjiyi kayıpsız geri veren kondansatördür. Fakat bu hiç bir zaman oluşmaz yani kayıp vardır. Teorik olarak kullanıldığında teorik olarak güç kaybı olmaz. Kondansatörlerdeki kayıp dielektrik histeresiz kaybından ileri gelir. Kaybolan enerji dielektrik madde içinde ısıya dönüşür (63, 72).

2.11.2. Zamana Bağlı Alanda Dielektrik Özellikler

Kondansatör levhalarının üzerindeki yükler ve ona bağlı olarak elektirik alan zamana bağlı olsun. Statik durumda olduğu gibi bu durumda da levhalar arasına yerleştirilen dielektrik, alan tarafından polarize edilir. Polarizasyona uğrayan yüklerin yer değiştirmesi genellikle bir

eylemsizlik gösterir. Statik alan durumuna benzer olarak elektrik alanı, (E) elektrik alan şiddeti ve (D) elektrik deplasman ile ifade edilir (72; 73; 74; 75).

Periyodik alan halinde,

$$E = E_0 \cos \omega t \quad (2.36)$$

alınır. Burada E_0 zamana bağlı değildir, $\omega/2\pi$ devir/s cinsinden frekanstır. Eğer bu tip bir alan yeterli süre uygulanırsa (D)'de zamana göre periyodik olur. Fakat (D) ile (E) arasında bir ϕ faz farkı gösterir.

$$D = D_0 \cos(\omega t - \phi) = D_1 \cos \omega t + D_2 \sin \omega t \quad (2.37)$$

Burada,

$$D_1 = D_0 \cos \phi, \quad D_2 = D_0 \sin \phi \quad (2.38)$$

dir. Birçok dielektrikler için D_0/E_0 genellikle frekansa bağlıdır. Bu nedenle her ikisi de frekansa bağlı iki farklı dielektrik sabiti $\epsilon'(\omega)$ ve $\epsilon''(\omega)$ tanımlanabilir.

$$D_1 = \epsilon_0 \epsilon'(\omega) E, \quad D_2 = \epsilon_0 \epsilon''(\omega) E \quad (2.39)$$

Denklem (2.38) ve (2.39) dan

$$\tan \phi = \epsilon''/\epsilon' \quad (2.40)$$

elde edilir. Burada eşitliğin sol tarafı dielektriğin enerji kaybıdır. Kompleks dielektrik sabiti;

$$\epsilon^* = \epsilon' + i\epsilon'' \quad (2.41)$$

olarak tanımlanır. Kompleks dielektrik sabitinin, (ϵ') gerçel, (ϵ'') sanal bileşeni olarak tanımlanır. Denklem (2.36)

$$E = E_0 e^{-i\omega t} \quad (2.42)$$

alınır ve;

$$D = \epsilon_0 \epsilon^* E \quad (2.43)$$

denkleminin gerçel kısmı (2.37) ve (2.39) ile aynıdır.

2.11.3. Dielektrik Sabitinin Frekansa Bağlılığı

Dielektrik sabitinin frekansa bağlılığı dielektrik maddelerde önemli bir özelliktir. Sıvılarda veya katılarda dipollerin seyreltik çözeltileri için geçerli olan bu bağıntıyı ilk defa ortaya koyan Debye'dir ve Debye eşitliği olarak bilinir.

$$\epsilon^* = \epsilon_\infty + \frac{\epsilon_s - \epsilon_\infty}{1 - i\omega\tau} \quad (2.44)$$

Debye eşitliği olarak bilinen bu eşitlikde; ϵ_∞ frekansın sonsuza gitmesi halindeki dielektrik sabiti olup, sonsuz frekans dielektrik sabiti adını alır. ϵ_s ise frekansın sıfır olmasına karşılık gelir, statik dielektrik sabitidir. τ ise bu durumdaki relaksasyon (durulma) zamanıdır.

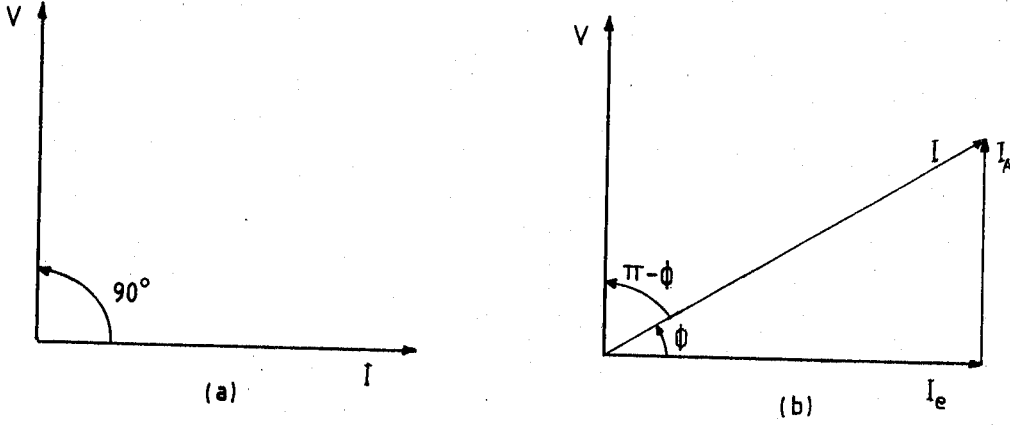
Debye eşitliği önceleri deneysel sonuçlarla uyum göstermesine rağmen daha sonraki araştırmalarda bütün maddeler için geçerli olmadığı ortaya çıktı. Bu durumda Cole-Cole eşitliği;

$$\epsilon^* = \epsilon_\infty + \frac{\epsilon_s - \epsilon_\infty}{1 + (i\omega\tau)^{1-\alpha}} \quad (2.45)$$

kabul edildi. Burada α 'ya Cole-Cole parametresi adı verilir. Bütün maddeler için dielektrik sabitinin frekansla değişimi Cole-Cole eşitliği ile ifade edilir (28, 65, 75).

2.11.4. Dielektrik Kayıp Açısı

Mükemmel bir kondansatörde I akım şiddeti ile kondansatörün dış uçları arasındaki V potansiyel farkı arasında faz farkı 90° dir (Şekil 2.5-a). Potansiyel farkı ve kondansatörden geçen akım arasında faz farkının 90° olması ideal bir durum olup, kondansatörde güç kaybının olmadığı durumdur. Gerçekte faz açısı 90° den küçüktür. Kondansatörden geçen I toplam akımı iki bileşene ayrılabilir. Aktif akım şiddeti



Şekil 2.5 Dielektrik Kayıp.

I_A ve reaktif akım şiddeti I_R . Faz açısı kondansatörlerde dielektrik kaybı tanımlamaktadır. Buradaki kayıp dirençde olan kayıp şeklinde düşünülmemelidir. Şekil (2.5-b)'de ϕ dielektrik kayıp açısı adını alır. Bu açının tanjantı, aktif akımla, reaktif akım arasındaki orana eşittir (72).

$$\tan\phi = I_A / I_R \quad (2.46)$$

olduğu gibi, P aktif güç ve P_R reaktif güç olmak üzere;

$$\tan\phi = P/P_R \quad (2.47)$$

dir.

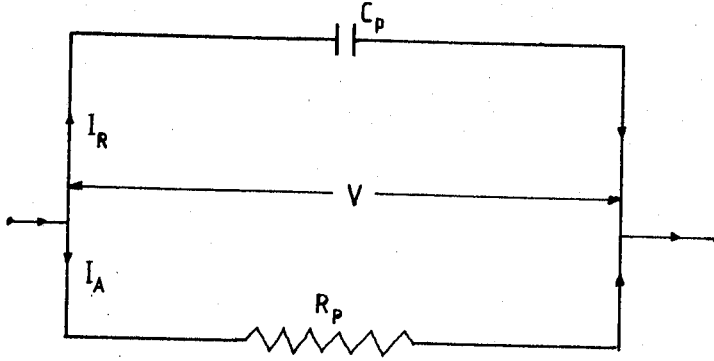
Dielektrik kayıp açısı, dielektrik materyaller için önemli parametredir. Bu açının büyümesiyle dielektrik kayıpta büyür. Kayıp tanjantı olarak da tanımlanan bu yüklüğünün tersinin alınması ile yeni bir büyüklük tanımlanır. Kalite faktörü denilen bu büyüklük aşağıdaki gibidir.

$$Q = 1/\tan\phi = \tan\left(\frac{\pi}{2} - \phi\right) \quad (2.48)$$

Çok iyi yalıtkanlar için yüksek frekans ve yüksek gerilimde $\tan \phi$ değerleri binde bir mertebesinde. Düşük kaliteli materyallerde bu değer yüzde bire kadar düşer.

2.11.5. Bir Dielektrikle İlgili Eşdeğer Devreler

Bir kondansatördeki dielektrik maddedeki güç kayıpları mevcut (ideal olmayan kondansatörde) olduğunu daha önceki bölümlerde de bahsetmiştik. Şimdi alternatif bir gerilim uygulaması dielektriği incelemek için seri ya da paralel olarak bağlanmış kayıpsız (ideal bir dielektrik) bir dielektrik ile bir direncin (reaktansın) bağlanmasıyla oluşan devreyi inceleyelim. Dielektriklerde kayıp güç faktörü ile ifade edilmekte ise de güç kaybı o devredeki aynı sıradaki kayıpsız bir kondansatöre paralel veya seri bağlanmış bir dirençle de ifade edilebilir. Önce Şekil (2.6)'de gösterilen paralel eşdeğer devreyi inceleyelim:



Şekil 2.6. Paralel Eşdeğer Devre

Reaktif ve aktif akım sırayla; ($\omega = 2\pi f$) olmak üzere

$$I_R = \omega V C_p ; I_A = V/R_p$$

ve

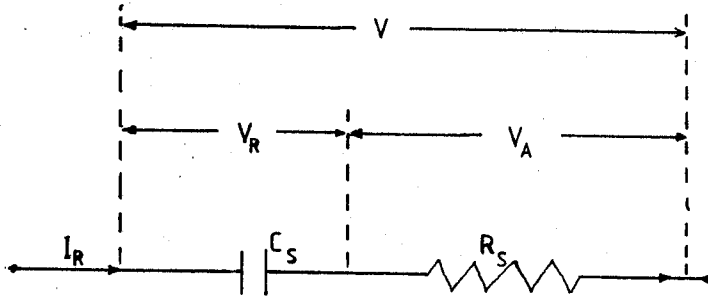
$$(\tan\phi)_p = \frac{P}{P_A} = \frac{I_A}{I_R} = \frac{I}{\omega C_p R_p} \quad (2.49)$$

İmpedans ise;

$$\frac{1}{Z_p} = \frac{1}{R_p} + \frac{1}{\left(\frac{1}{i\omega C_p}\right)} , \quad Z_p = \frac{R_p}{1 + i\omega C_p R_p}$$

şeklinde olur.

Şimdide Şekil 2.7'de gösterilen seri eşdeğer devreyi inceleyelim.



Şekli 2.7 Seri Eşdeğer Devre

Elemanlar üzerine düşen gerilimler;

$$V_R = I \left(\frac{1}{\omega C_s} \right); \quad V_A = I R_s$$

$$(\tan \phi)_s = \frac{P}{P_q} = \frac{I^2 R_s}{I^2 \left(\frac{1}{\omega C_s} \right)} = \omega R_s C_s \quad (2.50)$$

seri devrenin impedans da:

$$Z_s = R_s + \frac{1}{i\omega C_s}$$

Eşitlik (2.50)'den

$$C_p = \frac{1}{1 + (\tan \phi)_s^2}$$

$$R_p = \frac{R_s [1 + (\tan \phi)_s^2]}{(\tan \phi)_s^2}$$

bulunur. Şimdi \$(\tan \phi)_p\$ ve \$(\tan \phi)_s\$ yi karşılaştıralım. Eşitlik (2.49) da \$C_p\$ ve \$R_p\$'yi yerine koyarsak

$$(\tan \phi)_p = (\tan \phi)_s$$

olduğu görülür. O halde her ikisinin yerinade $\tan\emptyset$ yerleştirmemiz yerterlidir.

Dielektrik kayıp bu açıyla birlikte büyür. Kayıp tanjantının tersine "dielektrik kalite faktörü" denir.

$$Q = 1/\tan\emptyset$$

Kalite faktörü yüksek olan maddeler elektriksel olarak iyi yalıtıkandır-
lar.

2.11.6. Dielektriklerde Elektrik İletkenliği

Şekil (2.7)'de ki R - C paralel eşdeğer devresi için kayıp, tanjan-
tı,

$$\tan\emptyset = \frac{1}{R_p \omega C_p} \quad (2.49)$$

olarak bulunmuştu. $\tan\emptyset$, D_p ile de gösterilir ve kompleks dielektrik sa-
bitinin $\epsilon''(\omega)$ sanal kısmının $\epsilon'(\omega)$ gerçel kısmına bölümüne eşittir:

$$\tan\emptyset = \frac{\epsilon''}{\epsilon'} = \frac{1}{R_p \omega C_p} \quad (2.51)$$

(2.51) de ki denklemi ideal bir dielektrik için kabul edip, R_p 'yi çekip
düzenlersek,

$$\frac{1}{R_p} = G = \sigma \frac{A}{d} \quad (2.52)$$

şeklını alır. ϵ' 'nin değeri

$$\epsilon' = \frac{C_p}{C_{p0}} \quad (2.53)$$

koyarak (burada C_p kondansatörün levhaları arasında dielektrik madde
olduğundaki sığası, C_{p0} levhalar arası boş olduğundaki sığası, ϵ' di-
elektrik sabitidir).

(2.51) denklemi;

$$\frac{\epsilon'' \cdot C_{po}}{C_p} = \sigma \frac{A}{d} \frac{1}{wC} \quad (2.54)$$

şeklinde yazılabilir. (2.54)'de C_{po} yerine eşiti olan

$$C_{po} = \epsilon_0 \frac{A}{d} \quad (2.55)$$

koyarak ve iki tarafda C_p ile çarpılarak,

$$\epsilon'' \epsilon_0 \frac{A}{d} = \sigma \frac{A}{d} \frac{1}{w} \quad (2.56)$$

elde edilir. (2.56)'da her iki taraf $\frac{A}{d}$ ile bölünerek ve $w = 2\pi f$ konularak

$$\sigma = 2\pi f \epsilon_0 \epsilon'' \quad (2.57)$$

elde edilmiş olur. Böylece iletkenliği dielektrik kayıp cinsinden elde edilmiş olunur.

2.11.7. Nemli Maddelerin Dielektrik Özellikleri

Yapısında bir kaç tür su bulunduran Lületaşının hem kimyasal adsorpsiyon, hem de fiziksel adsorpsiyon yapma yeteneğine sahip olduğunu Bölüm (2.9) ayrıntılı olarak değinmiştik. Bu tür adsorplanan maddelerin dielektriksel önemi olan polarizasyon üzerinde Bölüm (2.13)'de durulmuştu (75).

Nemli maddelerin dielektriklik özellikleri üzerindeki en önemli etken bileşenlerini şöyle sıralayabiliriz: Bağlı ve gevşek (bağlanmamış) su miktarları, maddenin katı-sıvı oranına ve yapısında bulundurduğu suyun haline (buz, sıvı, buhar gibi) bağlıdır.

Bağlı suyun dielektrik özellikleri detaylı olarak bilinmemekle beraber buzun dielektrik özellikleri ile suyun dielektrik özellikleri arasında olduğu kabul edilebilir. Sıvı suda H_2O dipolünün yönelmesi sırasında sadece bir $O - H \dots O$ bağı kırılır. (aktivasyon enerjisi $\sim 4,5$ (KCal/mol), fakat bir tek buz kristalinde yönelme olayı daha fazla

enerjiyi gerektirir (aktivasyon enerjisi ~ 13 KCal/mol). Bağlı suyun bu iki değer arasında bir aktivasyon enerjisi gerektirdiği beklenebilir. Fakat bu iki sınır bağlı su ile diğer moleküller ve bağlı su ile serbest su arasındaki sınırlardır. Su molekülünün bağlı ve serbest ve fazları arasında hal değiştirmesinden dolayı baskın yönelme olayı sonucu sınırda olabilir.

Nemli maddenin dielektrik özelliklerini maddenin ihtiva ettiği toplam su miktarına güvenilir olarak tatmin edici bir teori yoktur. Dielektrik karışım bağıntıları vardır fakat genellikle madde heterojen ve karmaşık olduğundan dolayı bu bağıntılarda güvenle uygulanamaz.

Kuru maddelerin ϵ'' dielektrik kaybı radyo frekansı bandında düşük, nemli maddelerde bu frekansdaki dielektrik kaybı daha yüksek olması ve kompleks dielektrik sabitinin gerçel kısmının neme göre artış hızı dielektrik kaybın artış hızından daha küçük olması nemli maddelerde ϵ'' nün değişiminin ölçülmesinin daha uygun olduğunu göstermektedir.

Kılcal boşluklardaki gevşek sular donma noktası bölgesinde bir deprasyon gösterirken kimyasal olarak adsorplanan su dielektrik özelliklerini sıcaklık değiştikçe monoton olarak değişir.

2.12. DIELEKTRİK SABİTİNİN TAYİNİ

Lületaşı ve pres lületaşlarının dielektrik sabiteleri tayini aynı anda paralel yürütüldü. Deney aşamalarında kullanılan yöntem ve numunelerin hazırlanmış şekilleri ve ölçüm aşamalarını sırasıyla açıklayalım.

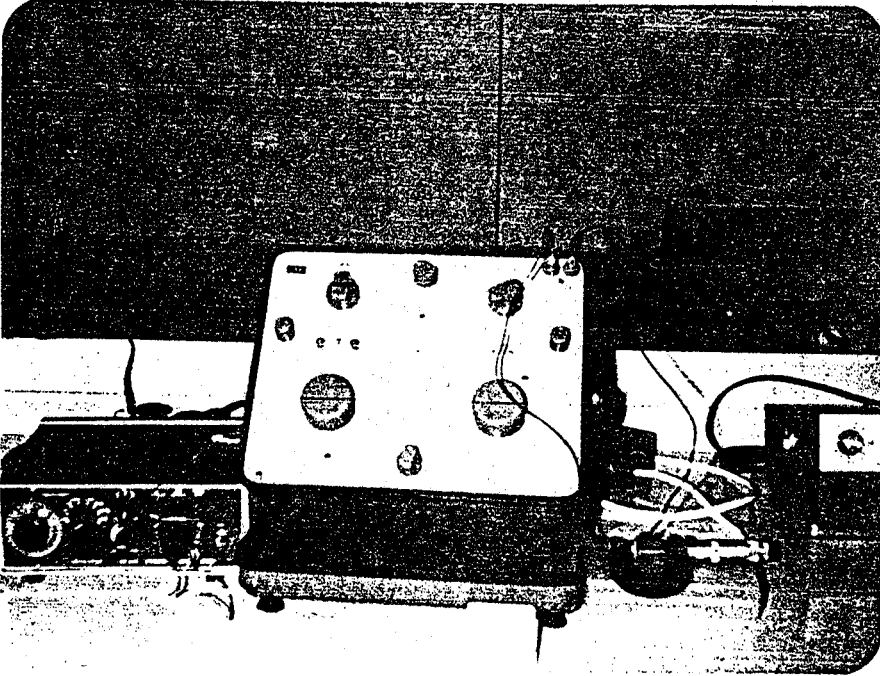
2.12.1. Ölçüm Yöntemi

Dielektrik maddelerin, dielektrik sabitelerini ölçmek için genellikle kullanılan yöntemler köprü yöntemleri olup, köprü olarak otomatik $L - R - C$ veya $L - R$, $R - C$ köprüleri kullanılmaktadır. Hata paylarını ve enerji kayıplarını en aza indirmek için sıcaklık kontrolü (kryostatlı) ve vakumlu sistemler kullanılmaktadır. Bir başka önemli hususta düzenek aynı anda sığası (C) ve kayıp tanjantı veya iletkenliği

ölçebilecek şekilde hazırlanması, bu değerlerin aynı anda alınması açısından önemlidir. Sistem aynı anda kompüterle yürütülebilir (65, 67).

Deney sistemin kullanılan köprü Impende Bridge Type 1650 - B olup A,C 6. Volt'da, 1 KHz frekansında (Genarel Radio Comp.) çalışmaktadır. Köprüde aynı anda paralel sığa C_p , paralel kayıp D_p , paralel direnç R_p ve iletkenlik ölçülebilmektedir. Ayrıca değişik radyo frekanslarda ölçüm almak için köprüye frekans jenatarötü (Model: PG - 1271, 50/60 Hz, 15 Walt, Heathkit Comp.) bağlandı.

Şekil (2.8)'de görüldüğü gibi numune yeri olarak, mikrometrenin iki ucuna elektrotlar arasında numunenin tutulması hem de numunenin d kalınlığı ölçüldü. Ayrıca bir başka mikrometre ile de R numune çapları ölçülerek A numune yüzey alanları belirlendi.



Şekil 2.8 Dielektrik Sabiti Ölçümünün Yapılacağı Deney Düzenneği

Elektrotlar elektronik devrelerinde kit olarak kullanılan bakalit plaka üzerine çok ince ünform şekilde iletken bakır kaplanmış malzemeden (her yönden) 12,95 mm çapında disk şeklinde pulcuklar kesilerek ince zımparayla kenarları düzginleştirilerek oluşturulan levhaların bakalit kısımları mikrometrenin uçlarına iletken yüzeyler iç kısımlarda kalacak şekilde, birbirine paralel halde mikrometrenin uçlarına yalıtkan yapıştırıcı ile tutturuldu. Dahasonra iletken yüzlerin hemen arkalarından ince delikler açılarak ince bakır telciklerle levhalara uçlar bağlandı. Bu uçlarda ara kablolar vasıtasıyla ölçü aletinin girişine bağlandı.

Bağlantı aksesuarının direnci, 0,4 ohm olarak kalibre edildi. Mikrometre de 2,99 mm olarak kalibre edildi.

Komplex dielektrik sabitinin gerçel kısmı

$$\epsilon' = (C_p - C_b)/C_{p0} \quad (2.58)$$

bağıntısından hesaplandı. Burada;

C_p : Elektrodlar arasında numune varken ölçülen sığa

C_b : Elektrodlar arasında numune yokken ölçülen sığa

C_{p0} : Elektrodlar arasındaki numuneyi boşluk kabul ederek,

$$C_{p0} = \epsilon_0 \frac{A}{d} \quad (2.59)$$

bağıntısından hesaplanan sığadır. Burada $\epsilon_0 = 8,854 \cdot 10^{-12}$ F/m, A(m²) cinsinden elektrodların alanı, d ise (m) cinsinden numunenin kalınlığıdır.

Komplex dielektrik sabitinin ϵ'' sanal kısmı

$$\epsilon'' = D_p \epsilon' \quad (2.60)$$

bağıntısı ile hesaplanamadı. Çünkü nemden (dolayı olduğu sanılan) D_p kayıp tanjantı hassas ölçülemedi. Bunun yerine ölçülebilen

iletkenlik (σ) (2,57) bağıntısından ϵ'' çekilerek elde edilen,

$$\epsilon'' = \frac{\sigma}{2\pi f\epsilon_0} \quad (2.61)$$

bağıntısından elde edildi.

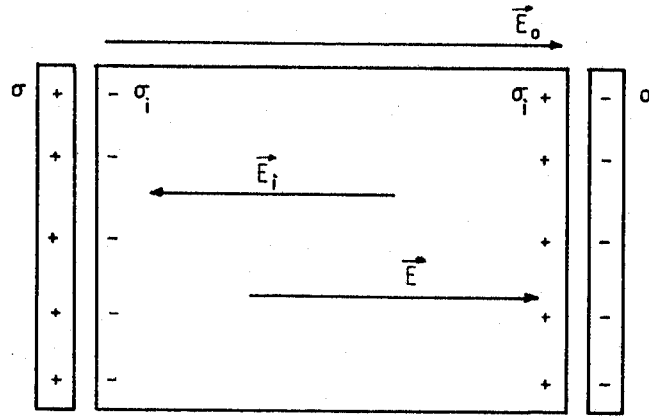
2.12.2. Numunelerin Hazırlanması

Dielektrik sabitesi incelenen Lületaş numuneleri Eskişehir'de Lületaş atölyesinde (en iyi kalite taş) küçük torna tezgahı aracılığıyla 13,00 mm çapında düzgün silindirler elde edildi. Daha sonra bu silindirler ince zımpara ve sonra kadife ile ovma işleminden geçirilerek pürüzsüz hale getirildi daha sonra bu silindirler 0,70 ile 1,00 mm kalınlıkları arasında değişen, yüzleri birbirine paralel olacak şekilde kıl testere ile kesilerek 42 adet disk şeklinde numune elde edildi bunların 8 tanesi seçilerek pürüzsüz hale getirilerek ölçümleri yapıldı.

Ayrıca Lületaş imalat atölyelerinden alınan talaş ve artıklardan 100, 150, 200 mesh'lik numuneler katkılı (% 5, % 10, % 15 MgO), katkısız ve değişik basınçlar (325, 650, 975 kg/cm²) uygulayarak 12,95 mm çapında (IR kalıbında preslendi) pres numuneler elde edildi. Daha önceki bölümde de bahsedildiği gibi bu numuneler oldukça pürüzsüz yapıya sahip numunelerdir.

Her iki şekilde de (doğal ve pres) hazırlanan numunelerin dielektrik sabiteleri, iletkenlikleri, öz dirençleri ve frekansa karşı dielektrik sabitesi değişimleri incelendi.

Deney şartları oda şartları olup sıcaklık 19-20 °C, arasında değişti. Kurutma sıcaklıkları olarak da oda sıcaklığı 100 °C'de 16 saat, 250 °C de 6 saat, 350 °C 2 saat kurutularak nemi alınmış desikatörde soğumaları beklendi oda sıcaklığında ölçümler alındı.



Şekil 2.4 Dielektriklerde Yüklerin İndüklenmesi

3. DENEY SONUÇLARI

3.1. NUMUNE ÜZERİNDEKİ DENEY SONUÇLARI

Lületaşının bazı fiziksel özelliklerinin belirlenmesi açısından ve lületaşı artıklarının yeniden değerlendirilebilirliği açısından ve pres lületaşlarının özelliklerinin doğal lületaşı ile karşılaştırmak için yapılan deneylerin sonuçları verilmiştir.

3.2. PRES LÜLETAŞLARININ SUYA DAYANIKLILIĞI VE İŞLENEBİLİRLİĞİ DENEY SONUÇLARI

Suya dayanıklılığına etkileyen faktörler;

1. Parçacık boyutunu karışık olması olumsuz, aynı parçacık boyutunda olması ve parçacık boyutunun küçülmesi ile olumlu sonuç verir.
2. Preslenen numunelerin kurutulması ile suya dayanıklılığı artırılmaktadır. Ancak kurutma esnasında 300 °C geçildiğinde lületaşı adsorplama özelliğini yitirmeye başlar.
3. Presleme esnasında uygulanan basınçlı suya karşı dayanıklılığı doğru orantılıdır.
4. Katkı maddesi ile suya karşı dayanıklılığı arasında bur ilişki kurulamamıştır. Bunun nedeni Magrezyum Oksidin (MgO) suda çözünmemesine bağlanabilir. Fakat (2.1.2.)'de belirtildiği gibi katkı (bağlayıcı) madde olarak su gereklidir.

İşlenebilirliğine etkileyen faktörler ise;

1. Parçacık boyutuna göre ayırmakla yüzeyleri daha düzgün, istenirken atmaların daha az olduğu gözlemlendi.
2. Preslendikten hemen sonra hafif nemli iken elle (bıçakla) işlenerek istenilen şekil verilmesine rağmen normal oda şartlarında veya etüvde kurutulduktan sonra elle işlemeye uygun olmamaktadır. İşlenirken atmalar meydana gelmektedir. Tornada işlemek için ise kurutmak gerekmektedir. Kurutmadan işleme tabii tutulduğunda numune dağılmaktadır. Yüksek sıcaklıklarda kurutulduğunda ise (300 °C civarında) numune çok sertleşmektedir. Preslenen numune önce 50 °C- 60 °C civarında 3-4 saat tutulduktan sonra 150 °C- 200 °C civarında kurutulmasıyla tornada işlenmeye en uygun haldir.

3. Uygulanan basınç artırmakla yüzeyler daha düzgün (boşluksuz) ve dayanımının daha iyi olmasına rağmen elle işlemede olumsuz etkisi gözlenmiştir. Elle işleme için en uygun basınç 300kg/cm^2 - 350kg/cm^2 olduğu gözlenmiştir. Tornada işlenebilirlik açısından yukarıda belirtilen basınç aralığının biraz üstüne çıkılabilmekle beraber en uygun şartları bu aralık olarak kabul edilebilir.
4. Katkı maddesi olarak suyu kullanmak numunenin doğasına yaklaştırma bakımından kuru numune hazırlandıktan sonra % 30 - %60 su ilave edilerek iyice karıştırılır. Karışım bir miktar su konan desikatöre konularak nemlenmeye bırakılır. Neme doyduktan sonra preslenerek kurutmadan hemen elle veya kurutarak tornada işlenebilir.
5. Magnezyum Oksit ilave edilerek preslenen numunelerin, katkı oranı %15-20 civarını aşmamak şartıyla, katkı oranıyla doğru orantılı olarak, renk daha beyaz, yüzeyler daha düzgün (boşluksuz), görünüm daha güzeldir. Dayanımda da bir miktar iyileşme gözlenmesine rağmen işlenebilirlik bakımından belirgin bir farklılık gözlenmemiştir.
6. Preslenen numunenin parçacık parçacık boyutunun küçütülmesi ile, dayanım daha iyi, yüzeylerin daha düzgün, işlenirken atma daha az olmasına rağmen renk yönünden parçacık boyutu büyüdükçe daha beyazdır. İşlenebilme ve diğer özellikleri yönünden 150 mesh daha uygun olduğu gözlenmiştir.

3.3. ŞİŞME DENEYİ

Şişme deneyi Bölüm (2.2.)'de verilen yönteme göre yapıldı. Deney 3cm^3 numuneye, 7cm^3 su ilave edilerek mezürde bir gün bekletilmesi sonucu seviyede değişimi ölçülemeyecek kadar az ($0,5\text{cm}^3$ çok daha az) oldu. Numunenin şişme göstermediği gözlenmiştir.

3.4. ISLANMA ISISI TAYİNİ

Islanma ısı Bölüm (2.3.)'de verilen yönteme göre yapılmıştır. Lüle taşı 110°C 'de 16 saat kurutulmuş ve desikatör içerisinde oda sıcaklığına ulaşması için bekletildikten sonra numunenin ıslanma ısısı tayin edilmiştir. Islanma ısısı tayini için önce kalorimetre sabiti C_c belirlenmelidir. Deneyde kullanılan kalorimetre sabiti Sodyum karbonat yöntemi daha önce belirlenmiş olup, değeri $C_c = 293\text{Cal}/^\circ\text{C}$ bulunmuştur (45).

Kalorimetre sabiti $C_c = 293\text{Cal}/^\circ\text{C}$ alınarak yukarıdaki gibi hazırlanmış numunelerin ıslanma ısısı tayin edilmiştir. Elde olunan değerler;

Oda sıcaklığı $T=20,40^{\circ}\text{C}$

Suyun ilk sıcaklığı $T_1=20,60^{\circ}\text{C}$

Numunenin kütlesi $m_L=8,7887\text{gr.}$

Suyun son sıcaklığı $T_2=21,14^{\circ}\text{C}$

Buna göre:

$$\Delta H_i = \frac{C_c \cdot \Delta T}{m_L} = \frac{293. (0,54)}{8,7887} = 18,00 \text{ Cal/gr.} = 85,24 \text{ J/gr.}$$

bulunur.

3.5. ELEK ANALİZİ

Toplam 700gr. lületaşı çeneli kırıcıda kırılarak elde boyutu +6,325 -0,053 mm. arasında (19 elekte) olan eleklerde elenerek numuneler Bölüm (2.4)'de belirtilen yöntemle ayrışsal ve toplamsal elek analizi yöntemi ile dış özgül yüzey alanları bulunmuştur.

Elek No (mesh)	Elek Boyutu(mm)	Miktar (gr)	D_n (cm)	$\Delta \phi_n$	$\bar{D}_n$ (cm)	$(\frac{1}{\bar{D}})$	$\frac{\Delta \phi_n}{\bar{D}}$
1/4	+6,325	18,9224	0,630	0,0375	-	-	-
1/4-4	-6,325+4,760	123,1720	0,480	0,2447	0,554	1,805	0,4416
4-6	-4,764+3,360	103,4163	0,336	0,2054	0,406	2,463	0,5059
6-7	-3,360+2,830	4,3759	0,283	0,0086	0,309	3,236	0,0278
7-8	-2,830+2,380	21,2771	0,238	0,0422	0,260	3,846	0,1623
8-10	-2,380+2,000	52,1218	0,200	0,1035	0,219	4,566	0,4726
10-12	-2,000+1,680	10,5670	0,168	0,0209	0,184	5,434	0,1135
12-16	-1,680+1,190	53,0410	0,119	0,1053	0,143	6,993	0,7363
16-20	-1,190+0,841	30,6985	0,085	0,0609	0,101	9,900	0,6029
20-25	-0,841+0,707	19,3070	0,070	0,0383	0,077	12,987	0,4974
25-30	-0,707+0,595	15,6700	0,059	0,0311	0,065	15,384	0,4784
30-40	-0,595+0,420	16,6622	0,042	0,0331	0,050	20,000	0,6620
40-50	-0,420+0,297	4,5859	0,029	0,0091	0,035	28,571	0,2600
50-60	-0,297+0,250	6,0848	0,025	0,0120	0,027	37,037	0,4444
60-70	-0,250+0,210	5,8340	0,021	0,0115	0,023	43,478	0,5000
70-100	-0,210+0,149	3,6250	0,015	0,0072	0,017	58,823	0,4235
100-140	-0,149+0,105	2,3267	0,010	0,0046	0,012	83,333	0,3833
140-200	-0,105+0,074	7,0510	0,007	0,0140	0,008	125,000	1,7500
200-300	-0,074+0,053	1,9535	0,005	0,0038	0,006	166,666	0,6333
300üstü	-0,053	2.6040	-	0,0051	0,002	500,000	0,5500
Toplam		503,2961					11,6452

Denklem (2.9)'u kullanarak elek analizinden dış özgül yüzey alanı ;

$$S_A = \frac{6.11,6452}{0,64} = 109,17 \text{ cm}^2/\text{gr}$$

bulunur. Toplamsal elek analizinden dış özgül yüzey alanı ise ;

Ayrım Bölgesi	$D_n(\text{cm})$	$\Delta\phi_n$	$\frac{1}{D_n}$	$\frac{1}{\overline{D}_n}$	$\Delta\phi_n \frac{(1)}{\overline{D}_n}$
6,325	0,6325	0,0375	1,5810	-	-
4,760	0,4760	0,2447	2,1008	1,8409	0,5504
3,360	0,3360	0,2054	2,9761	2,5384	0,6213
2,830	0,2830	0,0086	3,5335	3,2548	0,3279
2,380	0,2380	0,0422	4,2016	3,8675	0,2632
2,000	0,2000	0,1035	5,0000	4,6008	0,4761
1,680	0,1680	0,0209	5,9523	5,4761	0,3144
1,190	0,1190	0,1053	8,4033	7,1778	0,8558
0,841	0,0841	0,0609	11,8906	10,1469	0,7179
0,707	0,0707	0,0383	14,1442	13,0174	0,5985
0,595	0,0595	0,0311	16,8067	15,4754	0,5812
0,420	0,0420	0,0311	23,8095	20,3081	0,7315
0,297	0,0297	0,0091	33,6700	28,7397	0,2615
0,250	0,0250	0,0120	40,0000	36,8350	0,6420
0,210	0,0210	0,0115	47,6190	43,8095	0,7038
0,149	0,0149	0,0072	67,1140	57,3665	0,5130
0,105	0,0105	0,0046	95,2380	81,1760	0,3734
0,074	0,0074	0,0140	135,1351	115,1865	1,6126
0,054	0,0053	0,0038	188,6792	161,9071	0,6152
elek altı	-	0,0051	-	94,3396	0,5611
Toplam					9,4208

Denklem (2.10) dan yararlanarak dış özgül yüzey alanı ;

$$S_T = \frac{6.11,4208}{0,64} = 107,07 \text{ cm}^2/\text{gr}$$

bulunur.

3.7. ISINMA ISISI TAYİNİ

Lületaşının bölüm (2.6)'da verilen yöntemle göre ısı ısısı tayin edilmiştir. Isınma ısısı deneyinde kullanılan kalorimetrenin ısı kapasitesi C_c 'nin tayini yapılır.

Kalorimetredeki suyun kütlesi (M_{wc}): $250 \times 0,9985 = 249,625$ gr.

Burada kalorimetreye konulan suyun hacmi 250 ml'dir ve suyun bulunduğu ilk sıcaklığındaki yoğunluğun $0,9985 \text{ gr/cm}^3$ 'dür (68).

Kalorimetreye ilave edilen suyun kütlesi (M_{wa}): 99,75 gr

Kalorimetredeki suyun sıcaklığı (T_1) : 18,40 °C

Kalorimetreye ilave edilen suyun sıcaklığı (T_2) : 23,30 °C

Sistemin denge sıcaklığı (T_a) : 18,40 °C

Burada kalorimetreye ilave edilen suyun hacmi 100 ml'dir ve bu sıcaklıkta yoğunluğu $0,9975 \text{ gr/cm}^3$ 'dür. Kalorimetrenin ısı Kapasitesini Denklem (2.15)'den,

$$C_c = 99,75 \cdot \frac{3,40}{1,50} - 249,625$$

$$= 273,155 - 249,625$$

$$C_c = 23,53 \text{ Cal/}^\circ\text{C}$$

bulunur. Numunenin ısınma ısısı;

Kalorimetrede bulunan suyun kütlesi (M_{wc}) : $250 \cdot 0,9982 = 249,55$ gr

Numunenin kütlesi (M_L) : 32,8475 gr

Kalorimetreye ilave edilen suyun kütlesi (M_{wa}) : $100 \cdot 0,9968 = 99,68$ gr

Kalorimetredeki suyun sıcaklığı (T_1) : 21,10 °C

Kalorimetreye ilave edilen suyun sıcaklığı (T_2) : 25,85 °C

Sistemin denge sıcaklığı (T_a) : 23,35 °C

Alınan bu değerler denklem (2.16)'da yerine koyularak,

$$C_L = 1 \cdot \frac{99,68}{32,8475} \left(\frac{3,50}{1,25} \right) - \left(\frac{249,55 + 23,53}{32,8475} \right)$$

$$C_L = 0,18 \text{ Cal/gr.}^\circ\text{C}$$

bulunur.

3.8 YOĞUNLUK TAYİNİ

Lületaşı numunelerinin yoğunluk tayini Bölüm (2.7)'de belirtildiği gibi yapılmıştır.

3.8.1. Lületaşının Katı Kısımının Yoğunluğu Tayini

Lületaşının katı kısmının yoğunluğu Denklem (2.17)'i bağıntısından faydalanarak, Saf su, toloen ve Petrol eteri kullanılarak tayin edilmiştir.

Kullanılan sıvıların yoğunlukları :

Saf su : yoğunluğun sıcaklığıyla değişip ilgili sıcaklığın yoğunluğu alındı.

Toloen : 0,866 gr/cm³

Petrol eteri : 0,66 gr/cm³ (68)

Buna göre lületaşının yoğunluğu tablo 3.1'de verilmiştir.

Kull. Sıvı	Num. Küt. (gr)	Num Hacmi (cm ³)	yoğunluğu (gr/cm ³)
Saf Su	17,1282	24,6004	0,69
"	8,4060	11,2543	0,74
"	7,9675	10,7618	0,74
"	6,0470	8,3370	0,72
"	10,6940	15,4842	0,68
"	8,7098	12,0718	0,72
Toluen	2,2216	3,8416	0,57
"	7,9125	12,9898	0,60
"	7,0480	11,3336	0,61
"	4,9448	7,8857	0,62
"	4,9457	7,7699	0,62
"	10,4095	16,0912	0,64
"	18,0355	28,0420	0,64
"	7,0010	10,9378	0,64
Petrol eteri	17,8053	32,3732	0,55
"	8,4980	14,0469	0,60

Tablo 3.1. Lületaşının Katı Kısımının Yoğunluğu.

Saf su ile yapılan deneylerde 0,715 gr/cm³ tolue ile yapılan deneylerde 0,6175 gr/cm³ petrol eteri ile yapılan deneylerde de 0,575 gr/cm³ olarak bulunmuştur. Toplamının ortalaması alındığında da 0,63 gr/cm³ olur. Frekans dağılımı eğrisine göre yoğunluğun 0,64 gr/cm³ etrafında yığıldığı görülür.

3.8.2. Lületaşının Görünür Yoğunluğu Tayini

Bölüm (2.7.2)'ye uygun olarak yapılan deneylerde alınan değerler;

Num. Kütlesi m_n (gr)	Num. Hacmi V_n (cm ³)	Yoğ. m_n/V_n (gr/cm ³)
6,4761	15,5658	0,41
4,0022	9,3705	0,42
0,9401	2,0702	0,45
1,0660	2,3681	0,45
0,9005	1,9760	0,45
2,4802	5,4403	0,45
8,2922	18,6181	0,44
0,0500	0,1074	0,46
9,7402	20,5543	0,47
0,2750	0,6134	0,44

Tablo 3.2 Lületaşının Görünür Yoğunluğu

Görünür yoğunlukların geometrik ortalaması alındığında 0,444 gr/cm³ olarak bulunur. Frekans dağılımı eğrisi çizildiğinde 0,45 gr/cm³ civarında toplandığı görülür.

3.8.3. Pres Lületaşının Yoğunluk Tayini

Pres lületaşının katı kısmının yoğunluğu katkı maddesi kullanılmadığında Bölüm (3.8.1.)'de olduğu gibidir. Katkı maddesi kullanıldığında katkı yüzdesine göre yoğunluk değişimi; katkı maddesinin (Mg O) yoğunluğunu 3,58 gr/cm³ ve lületaşının katı kısmının yoğunluğunu da 0,63 - 0,64 gr/cm³ alınarak pres lületaşının katı kısmının yoğunluğu :

Kat. Mađ oranı (MgO)	Pres. Lül. Yoğunluğu (gr/cm ³)
% 15	1,18-1,19
% 10	1,03 - 1,04
% 5	0,88 - 0,89

değerleri bulunur.

3.8.4. Pres Lületaşının Görünür Yoğunluğunun Tayini

Farklı parçacık boyutlarında, değişik katkı oranlarında ve değişik basınçlar uygulanarak elde edilen numunelerin görünür yoğunlukları belirlenmiştir. Preslendikten sonra 110 °C'de 16 saat kurutularak ölçümler alındı. 150 mesh parçacık boyutundaki tozdan hazırlanan numunelerin görünür yoğunluklarının katkı maddesine bağlı olarak değişimleri aşağıda verilmiştir. (Uygulanan basınç sabit; 325 kg/cm² 'dir.)

<u>Katkı Maddesi (% MgO)</u>	<u>Yoğunluk (gr/cm³)</u>
15	1,01
10	0,97
5	0,85

Katkı maddesi kullanılmadan uygulanan basınca bağlı olarak yoğunluk değişimi:

<u>Uygulanan Basınç (kg/cm²)</u>	<u>Yoğunluk (gr/cm³)</u>
325	1,07
625	1,15
975	1,20

Katkı oranı olarak % 15 (MgO) kullanılarak ve 325 kg/cm² basınç uygulanarak hazırlanan numunelerin parçacık boyutuna bağlı olarak yoğunluk değişimi :

<u>Parçacık Boyutu (mesh)</u>	<u>Yoğunluk (gr/cm³)</u>
200	1,09
150	1,07
100	1,06

değerleri elde edilmiştir.

3.9. POROZİTE TAYİNİ

Bölüm (2.8)'de verilen yöntemle ve (2.21) ile (2.22) denklemleri kullanılarak lüle taşı ve pres lüle taşının porozite ve bağıl por hacimleri belirlenmiştir.

3.9.1. Lületaşının Porozite ve Bağlı Por Hacmi

Bölüm (3.8.1)'de ve Bölüm (3.8.2)'de bulunan lületaşının katı kısmının ve görünür yoğunlukları kullanılarak belirlenir. Buna göre; $\rho_p = 0,64 \text{ gr/cm}^3$ ve $\rho_g = 0,44 \text{ gr/cm}^3$ değerleri kullanılarak lületaşının porozite ve bağlı por hacmi;

$$\epsilon = 1 - \frac{0,44}{0,64} = 31,25, \quad E = \frac{0,64}{0,44} - 1 = 45,45$$

değerleri bulunmuştur.

3.9.2. Pres Lületaşının Porozite ve Bağlı Por Hacmi

Bir önceki bölümdeki yöntem ve bağıntılar kullanılarak, 150 mesh toz numune 325 kg/cm² basınç uygulanarak hazırlanan numunelerin porozite ve bağlı por hacimlerinin katkı maddesi oranı ile değişimi :

Katkı maddesi (%MgO)	ρ_g	ρ_p (gr/cm ³)	ϵ	E
15	1,01	1,19	15,12	17,82
10	0,97	1,04	6,073	7,21
5	0,89	0,85	4,49	4,70

bulunur.

200 mesh toz numunelerden % 15 aronında MgO katkısı ile değişik basınçlar uygulanarak hazırlanan numunelerin porozite ve bağlı por hacimlerinin basınca karşı değişimi :

Uyg. Basınç (kg/cm ²)	ρ_g	ρ_p (gr/ cm ³)	ϵ	E
325	1,07	1,19	10,08	11,21
650	1,15	1,19	3,36	3,47
975	1,20	1,19	-	-

bulunur.

% 15 oranında MgO katkılı ve 325 kg/cm² basınç uygulanarak hazırlanan numunelerin parçacık boyutuna karşı porozite ve bağlı por hacminin değişimi :

Parçacık Boyutu (MESH)	ρ_g	ρ_p (gr/cm ³)	ϵ	E
200	1,09	1,19	8,40	9,17
150	1,07	1,19	10,08	11,21
100	1,06	1,19	10,92	12,26

değerler bulunmuştur.

3.10 NEMLENDİRME DENEYLERİ

Lületaşı 16 saat süre ile 60-110 °C arasında değişik sıcaklıklarda kurutuldu. Daha sonra bu numuneler %55-98 bağıl nem ortamlarında 6 saat süre ile tutularak adsorpladıkları su miktarları belirlendi. Bağıl nem normal oda sıcaklığında ve desikatöre ılık su konularak oluşturuldu. Deney esnasında ortamın bağıl nemi higrometre ile kontrol edildi. Buna göre değişik sıcaklıklarda kurutulan numunelerin su adsorplama yüzdeleri aşağıda verilmiştir.

Num.Kurutma Sıc.(°C):60		Oda Sıc.(°C) :		20-21
Num.No	K.Num.Küt.(gr)	Nem.Num.Küt.(gr)	Bağ.Nem(%)	Ads. % Su
1	5,4525	5,8561	60	7,40
2	2,0674	2,2922	60	10,87
3	0,4020	0,4481	60	11,46
4	12,0100	13,3329	98	11,01
5	3,8898	4,4587	98	14,62

Num.Kurutma Sıc.(°C): 90		Oda Sıc.(°C) :		19,5-20
Num.No	K.Num.Küt.(gr)	Nem.Num.Küt.(gr)	Bağ.Nem(%)	Ads.% Su
1	30,4623	31,9400	60	4,85
2	2,0442	2,2800	60	11,53
3	11,8878	13,3095	98	11,95
4	3,8564	4,4559	98	15,54
5	0,7262	0,8703	98	19,84

Num.Kurutma Sıc.(°C) : 110		Oda Sıc.(°C) :		16,5
Num.No	K.Num.Küt.(gr)	Nem.Num.Küt.(gr)	Bağ.Nem(%)	Ads.% Su
1	11,9202	12,6562	55	6,10
2	5,4097	5,7829	55	6,8
3	3,8552	4,1904	55	8,6
4	2,0304	2,1591	55	9,3
5	1,0510	1,1651	55	10,8
6	0,6993	0,7994	55	14,3

Tablo 3.3. 60,90,110 °C'de Kurutulan Doğal Lületaşının Çeşitli Bağıl Nem Ortamlarında Adsorpladıkları Su Yüzdeleri.

3.10.1. Katkı Meddesine Karşı Su Adsorpsiyon Yüzdesi

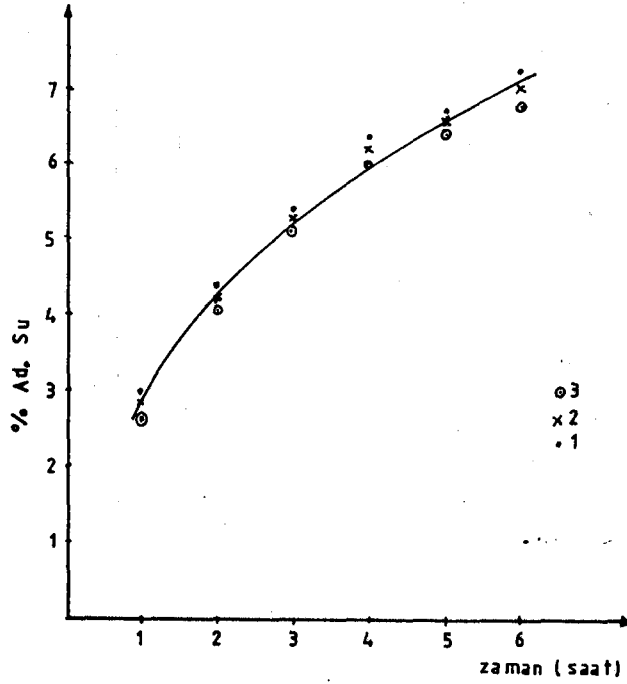
Parçacık boyutu 200 mesh olan toz numuneler değişik oranlarda MgO katkısı ile 325 kg/cm² basınç altında preslenerek 110 °C'de 16 saat kurutarak zamana karşı su adsorpsiyon yüzdeleri incelendi. Ortam şartları; oda sıcaklığı 20,5 °C, bağıl nem %50'dir. Buna göre adsorpsiyon yüzdeleri :

Baş.Num.Mik.(gr)	1,3630	Katkı Oranı (% MgO)				5 (1)
Zaman (saat)	1	2	3	4	5	6
Nem. Sonucu Num. Mik. (gr)	1,4036	1,4227	1,4374	1,4485	1,4563	1,4612
% Adsorpsiyon	2,97	4,38	5,45	6,27	6,84	7,20

Baş.Num.Mik.(gr)	1,5570	Katkı Oranı (% MgO)				10 (2)
Zaman (saat)	1	2	3	4	5	6
Nem. Sonucu Num. Mik. (gr)	1,6012	1,6223	1,6402	1,6529	1,6620	1,6685
% Adsorpsiyon	2,83	4,19	5,34	6,15	6,74	7,16

Baş.Num.Mik.(gr)	1,3612	Katkı Oranı (% MgO)				15 (3)
Zaman (saat)	1	2	3	4	5	6
Nem. Sonucu Num. Mik. (gr)	1,3987	1,4178	1,4318	1,4427	1,4500	1,4551
% Adsorpsiyon	2,27	4,15	5,16	5,98	6,52	6,89

Tablo 3.4. 110 °C'de Kurutulan Pres Numunelerin Katkı Maddesine Karşı Adsorpladıkları Su Yüzdeleri.



Grafik 3.2. 110 °C'de Kurutulan Pres Numunelerinin (Değişik Katkı Oranlarında) Zamana Karşı Su Adsorpsiyon Yüzdeleri.

3. 10.2. Parçacık Boyutuna Karşı Su Adsorpsiyonu

Katkı maddesi kullanılmadan 325 kg/cm² basınç altında preslenerek hazırlanan numuneler değişik sıcaklıklarda kurutularak, oda sıcaklığında ve değişik bağıl nem ortamlarında 6 saat nemlendirilerek su adsorpsiyon kapasiteleri incelendi. Buna göre su adsorpsiyon yüzdeleri:

Numunenin Parçacık Boyutu		200 mesh		
Kurutma Sıc. (°C)		60 (16 saat)	90 (16 saat)	110 (16 saat)
Ort. Bağ. Nem ve Sıc.		%60, 20	%60, 19	%55, 16,5
Kuru Num. Küt. (gr)		29,9526	29,3122	29,2900
Nem. Num. Küt. (gr)		30,7366	30,1213	30,1087
% Adsorpsiyon		2,60	2,76	2,79

Tablo 3.5 200mesh Parçacık Boyutundaki Pres Numunenin Su Adsorpsiyon Yüzdesi.

Numunenin Parçacık Boyutu		150 mesh		
Kurutma Sıc. (°C)		60 (16 saat)	90 (16 saat)	110 (16 saat)
Ort. Bağ. Nem ve Sıc.		% 60, 20	% 60, 19	% 55, 16,5
Kuru Num. Küt. (gr)		33,0027	32,4018	33,3834
Nem. Num. Küt. (gr)		33,9535	33,4010	33,3901
% Adsorpsiyon		2,88	3,08	3,10

Numunenin Parçacık Boyutu		100 mesh		
Kurutma Sıc. (°C)		60 (16 saat)	90 (16 saat)	110 (16 saat)
Ort. Bağ. Nem ve Sıc.		% 60, 20	% 60, 19	% 55, 16,5
Kuru Num. Küt. (gr)		19,1562	18,9290	18,9195
Nem. Num. Küt. (gr)		19,9052	19,6902	19,6922
% Adsorpsiyon		3,90	4,01	4,08

Tablo 3.6. 150, 100 mesh Parçacık Boyutundaki Pres Numunelerin Su Adsorpsiyon Yüzdeleri.

3.10.3. Uygulanan Basınca Karşı Su Adsorpsiyonu

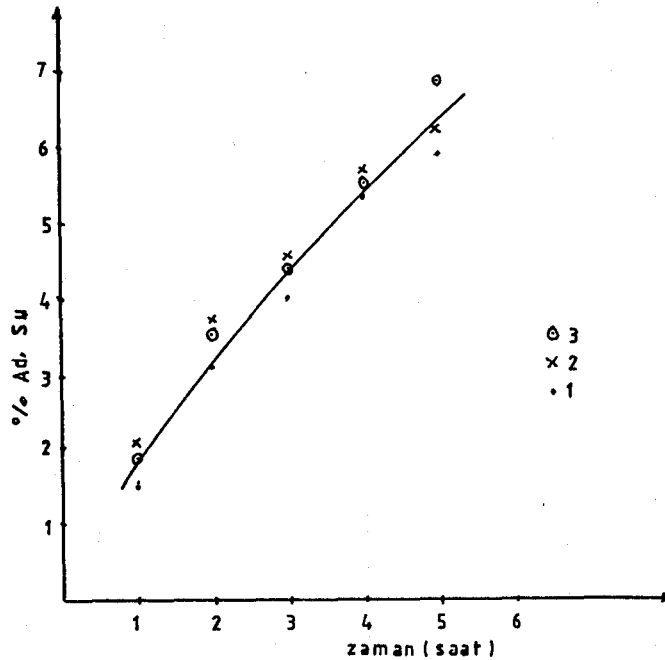
150 mesh parçacık boyutunda ve %10 MgO katkılı olarak hazırlanan numuneler değişik basınçlar altında sıkıştırılarak basınca karşı su adsorpsiyon yüzdeleri incelendi. Ortamın bağlı nem ve ortalama sıcaklığı, % 50, 19 °C'dır. Buna göre su adsorpsiyon yüzdeleri :

Baş.Num.Mik.(gr)	1,1645	Uygulanan Basınç			325 kg/cm ² (1)	
Zaman (saat)	1	2	3	4	5	6
Nem. Sonucu Num. Mik. (gr)	1,1816	1,2009	1,2111	1,2257	1,2334	1,2492
% Adsorpsiyon	1,46	3,12	4,00	5,25	5,91	7,27

Baş. Num. Mik. (gr)	1,3400	Uygulanan Basınç				650 kg/cm ² (2)
Zaman (saat)	1	2	3	4	5	6
Nem. Sonucu Num. Mik. (gr)	1,3686	1,3879	1,4001	1,4146	1,4232	1,4384
% Adsorpsiyon	2,13	3,57	4,48	5,56	6,20	7,34

Baş. Num. Mik. (gr)	1,3270	Uygulanan Basınç				975 kg/cm ² (3)
Zaman (saat)	1	2	3	4	5	6
Nem. Sonucu Num. Mik. (gr)	1,3525	1,3737	1,3850	1,3995	1,4180	1,4247
% Adsorpsiyon	1,92	3,51	4,37	5,46	6,85	7,36

Tablo 3.7. Uygulanan Basınca Karşı Su Adsorpsiyon Yüzdeleri.



Grafik 3.3. Değişik Basınçlarda Hazırlanan Numunelerin Zamana Karşı Su Adsorpsiyon Yüzdelерinin Değişimi.

3.11. DESORPSİYON DENEYİ

Lületaşı ve pres lületaşının desorpsiyon deney sonuçları eşitlik 2.26 kullanılarak belirlenmiştir. Buna göre, doğal lületaşının 110 °C'de 6 saat kurutularak yapılan ölçümlerde su atma yüzdesi (desorpsiyon);

Numunenin kurutulmadan önceki kütlesi : 3,6644gr,

Numunenin kurutulduktan sonraki kütlesi : 3,1920gr.

Bu değerler, eşitlikte yerine konularak;

$$\% \text{ Desorpsiyon} = \left(\frac{3,6644 - 3,1920}{3,1920} \right) \times 100 = 14,79$$

olarak bulunmuştur.

3.11.1. Zamana Karşı Desorpsiyon Deneyi

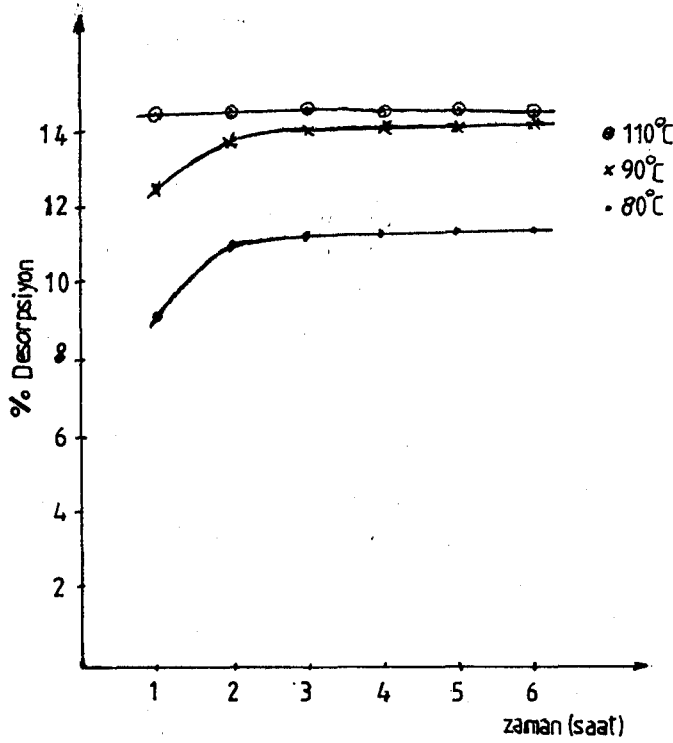
Doğal lületaşının zamana karşı desorpsiyon deneyleri 80,90,110 °C sıcaklık aralığında Bölüm 2.10.1.'de belirtildiği gibi 6 saat süre ile yapılmıştır(Altı saatten sonra desorpsiyon oldukça yavaşlamaktadır). Buna göre:

Baş. Num.Mik.(gr)	3,5599	Kurutma Sıcaklığı (°C)				80
Zaman (saat)	1	2	3	4	5	6
Kurutma Sonucu Num.Mik. (gr)	3,2627	3,2060	3,1978	3,1964	3,1956	3,1950
%Desopsiyon	9,10	11,03	11,32	11,37	11,40	11,42

Baş. Num.Mik.(gr)	2,1198	Kurutma Sıcaklığı (°C)				90
Zaman (saat)	1	2	3	4	5	6
Kurutma Sonucu Num.Mik. (gr)	1,8833	1,8606	1,8571	1,8560	1,8558	1,8552
%Desopsiyon	13,55	13,92	14,14	14,20	14,24	14,26

Baş. Num.Mik.(gr)	2,1198	Kurutma Sıcaklığı ($^{\circ}\text{C}$)				110
Zaman (saat)	1	2	3	4	5	6
Kurutma Sonucu Num.Mik. (gr)	1,8501	1,8490	11,8488	1,8486	1,8484	1,8483
%Desorpsiyon	14,57	14,64	14,65	14,67	14,68	14,68

Tablo 3.8. 80, 90, 110 $^{\circ}\text{C}$ 'de Kurutulan Doğal Lületaşının Zamana Karşı Desorpsiyon Yüzdeleri.



Grafik 3.4. Doğal Lületaşının (80, 90, 110 $^{\circ}\text{C}$ 'de Kurutulması İle) Zamana Karşı Desorpsiyon Yüzdesi Değişimleri.

3.11.2. Parçacık Boyutuna Karşı Desorpsiyon Deneyi

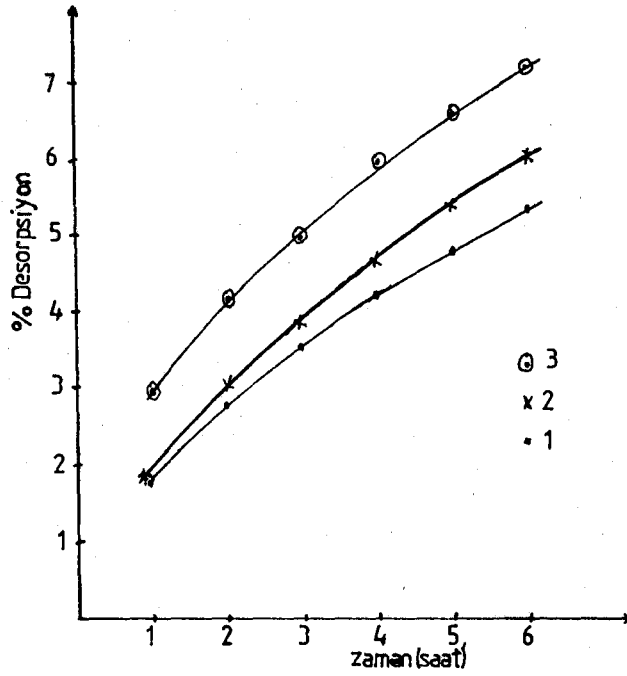
Katkı maddesi kullanılmadan 325 kg/cm² basınç uygulanarak preslenerek hazırlanan numuneler 70 °C'de sıcaklıkta kurutularak desorpsiyon yüzdeleri belirlendi. 200, 150, 100 mesh parçacık boyutlarındaki tozlardan preslenen numunelerin desorpsiyon yüzdeleri :

Baş. Num.Mik.(gr)	32,0178	Parçacık Boyutu (mesh)				200 (1)
Zaman (saat)	1	2	3	4	5	6
Kurutma Sonucu Num.Mik. (gr)	31,4710	31,1690	30,9347	30,6986	30,5454	30,3780
%Desopsiyon	1,73	2,72	3,50	4,29	4,82	5,39

Baş. Num.Mik.(gr)	35,8550	Parçacık Boyutu (mesh)				150 (2)
Zaman (saat)	1	2	3	4	5	6
Kurutma Sonucu Num.Mik. (gr)	34,9247	34,5168	34,2892	33,9957	33,7719	33,5674
%Desopsiyon	1.89	3,09	3,77	4,67	5,36	6,01

Baş. Num.Mik.(gr)	20,8170	Parçacık Boyutu (mesh)				100 (3)
Zaman (saat)	1	2	3	4	5	6
Kurutma Sonucu Num.Mik. (gr)	20,2132	19.9711	19,8298	18,6386	19,5330	19,4177
%Desopsiyon	2,98	4,23	4,97	6,00	6,57	7,20

Tablo 3.9. Desorpsiyon Yüzdelerinin Parçacık Boyutuna Karşı Değişimi.



Grafik 3.5. Farklı Parçacık Boyutlarından Hazırlanmış Numunelerin Zamana Karşı Desorpsiyon Yüzdelerinin Değişimi.

3.11.3. Katkı Oranlarına Karşı Desorpsiyon Deneyi

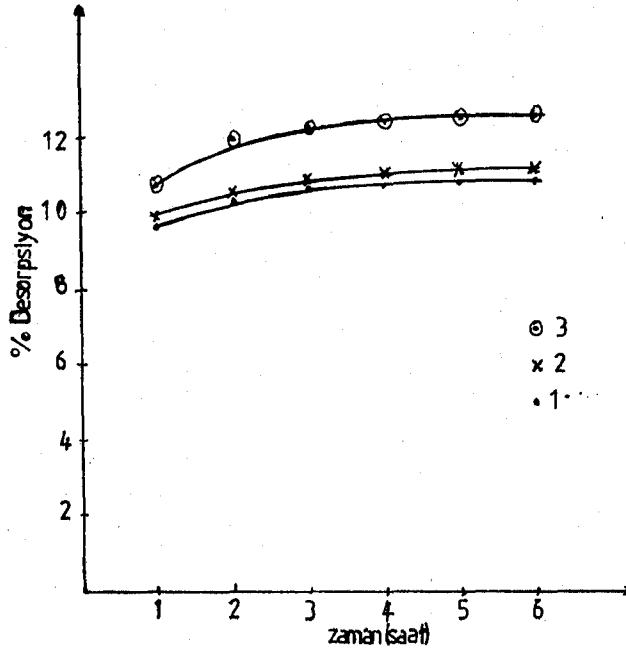
200 mesh parçacık boyutundaki toz numune 325 kg/cm^2 basınç altında preslenerek, katkı (MgO) oranlarına karşı desorpsiyon yüzdeleri belirlendi. 110°C 'de kurutularak yapılan desorpsiyon deney sonuçları:

Baş. Num.Mik.(gr)	1,5072	Katkı Oranı (% MgO)				15 (1)
Zaman (saat)	1	2	3	4	5	6
Kurutma Sonucu Num.Mik. (gr)	1,3753	1,3649	1,3639	1,3609	1,3608	1,3607
%Desopsiyon	9,59	10,42	10,66	10,75	10,75	10,76

Baş. Num.Mik.(gr)	1,5301	Katkı Oranı (% MgO)			5 (3)	
Zaman (saat)	1	2	3	4	5	6
Kurutma Sonucu Num.Mik. (gr)	1,3798	1,3649	1,3621	1,3606	1,3598	1,3596
%Desorpsiyon	10,89	12,10	12,33	12,45	12,52	12,54

Baş. Num.Mik.(gr)	1,7304	Katkı Oranı (% MgO)			10 (2)	
Zaman (saat)	1	2	3	4	5	6
Kurutma Sonucu Num.Mik. (gr)	1,5748	1,5609	1,5567	1,5555	1,5550	1,5548
%Desorpsiyon	9,88	10,85	11,15	11,24	11,27	11,29

Tablo 3. 10. Katkı Oranlarına Karşı Desorpsiyon Yüzdeleri.



Grafik 3.6. Katkı Oranlarına Karşı Desorpsiyon Yüzdeleri Değişimi.

3.11.4. Uygulanan Basınca Karşı Desorpsiyon Deneyi

150 mesh parçacık boyutundaki ve % 10 MgO katkılı numune değişik basınçlar altında preslenerek desorpsiyon yüzdesi değişimleri incelendi. Kurutma işlemleri 80 °C'de yapılan numunelerin desorpsiyon yüzdeleri:

Baş. Num.Mik.(gr)	1,3200	Uygulanan Basınç			325 kg/cm ²	
Zaman (saat)	1	2	3	4	5	6
Kurutma Sonucu Num.Mik. (gr)	1,1810	1,1696	1,1662	1,1649	1,1639	1,1622
%Desopsiyon	11,76	12,85	13,18	13,31	13,41	13,57

Baş. Num.Mik.(gr)	1,5185	Uygulanan Basınç			650 kg/cm ²	
Zaman (saat)	1	2	3	4	5	6
Kurutma Sonucu Num.Mik. (gr)	1,3610	1,3464	1,3418	1,3401	1,3385	1,3374
%Desopsiyon	11,57	12,78	13,16	13,31	13,44	13,54

Baş. Num.Mik.(gr)	1,5031	Uygulanan Basınç			975kg/cm ²	
Zaman (saat)	1	2	3	4	5	5
Kurutma Sonucu Num.Mik. (gr)	1,3475	1,3346	1,3310	1,3289	1,3272	1,3246
%Desopsiyon	11,54	12,62	12,93	13,10	13,25	13,47

Tablo 3.11. Uygulanan Basınca Karşı Desorpsiyon Yüzdeleri.

3.12. DIELEKTRİK SABİTİNİN TAYİNİ

Bölüm (2.12.2.)'de belirtildiği şekilde hazırlanan numuneler, Bölüm (2.12.1.)'de belirtilen yöntemle ve (2.58), (2.61) denklemleri kullanılarak doğal ve preslenmiş lületaşı artıklarının dielektrik sabitlerinin gerçel ve kompleks kısmı belirlendi.

3.12.1 Lületaşının Dielektrik Sabitinin Tayini

Doğal lületaşının dielektrik sabitini normal oda şartlarında ve 110, 250 ve 350 °C'de kurutarak belirlendi. Fakat 250 ve 350 °C'de kurutduktan sonra iletkenlik ölçülemediğinden dielektrik sabitinin kompleks kısmı belirlenemedi bu sıcaklıklarda kurutduktan sonra yalnız dielektrik sabitinin gerçel kısmı belirlendi. Buna göre dielektrik sabiti:

Kur. Sıc. (°C)	Oda Sıc. (~20)		110 (16 sa.)		250 (6sa.)	350 (1,5sa.)
Num. no	ϵ'	ϵ''	ϵ'	ϵ''	ϵ'	ϵ'
1	88,6	71,3	0,43	$1,2 \cdot 10^{-2}$	54,8	49,5
2	74,4	66,5	0,56	1,1. "	45,1	43,3
3	85,1	70,6	0,46	1,3. "	47,7	44,8
4	63,2	34,0	0,41	0,9. "	37,2	24,6

Tablo 3.12. Doğal Lületaşının Dielektrik Sabitinin Gerçel ve Kompleks Bileşenleri.

3.12.2. Pres Lületaşının Dielektrik Sabiti Tayini

100 mesh parçacık boyutunda toz numunelerden katkısız olarak, 325kg/cm² basınç uygulayarak hazırlanan numunelerin dielektrik sabitinin, gerçel ve kompleks bileşenlerinin yukarıda bahsolunan sıcaklık aralıklarında değeri :

Kur. Sıc.(°C)	Oda Sıc. (~20)		110 (16 sa.)		250 (6 sa.)	350(1,5sa.)
Num. no.	ϵ'	ϵ''	ϵ'	ϵ''	ϵ'	ϵ'
C ₁	61,1	27,3	2,3	1,1	5,9	5,9
C ₂	68,5	21,1	5,1	0,6	6,3	2,9
C ₃	44,2	26,7	2,6	0,5	6,4	9,1

Tablo 3.13. Katkısız Pres Lületaşının Dielektrik Sabitinin Gerçel ve Kompleks Bileşenleri.

Ölçümlerde kullanılan pres lületaşları kodlanmıştır. Buna göre; C 100 mesh, B 150 mesh, A 200 mesh parçacık boyutlarını ifade etmektedir. Ayrıca iki alt indis verilmiştir. Birinci alt indis 1 %15MgO, 2 % 10MgO, 3 %5MgO ifade etmektedir. İkinci alt indisler 1 325kg/cm², 2 650kg/cm², 3 975kg/cm² basınç uygulanarak hazırlanan numuneleri ifade etmektedir. Bir örnekle açıklayalım : A₂₃; 200 mesh, % 10 MgO katkılı ve 975kg/cm² basınç altında hazırlanan numunedir.

Değişik katkı oranlarına ve değişik parçacık boyutundaki numunelerin dielektrik sabitleri:

Kur. Sıc.(°C)	Oda Sıc.(20)		110 (16sa.)		250 (6 sa.)	350 (1,5sa.)
Num. no.	ϵ'	ϵ''	ϵ'	ϵ''	ϵ'	ϵ'
C ₁₁	9,8	5,6	0,6	0,2	2,4	6,4
C ₂₁	4,4	8,7	0,5	0,2	3,8	4,1
C ₃₁	12,3	11,5	0,6	0,3	2,9	5,1
B ₁₁	12,4	6,1	0,1	0,2	2,9	3,5
B ₃₁	13,7	5,8	0,1	0,2	2,3	4,1
A ₁₁	17,7	10,0	5,5	1,9	3,5	2,4
A ₂₁	11,0	6,9	0,3	0,5	3,0	4,2
A ₃₁	14,6	6,5	6,7	1,8	5,0	4,1

Tablo 3.14. Değişik Şartlarda Hazırlanan Pres Lületaşının Dielektrik Sabiti

Kur. Sıc.(°C)	Oda Sıc.(20)		110 (16sa.)		250 (6 sa.)	350(1,5sa.)
Num. no.	ϵ'	ϵ''	ϵ'	ϵ''	ϵ'	ϵ'
A ₁₁	17,7	10,0	5,5	1,9	3,5	2,4
A ₁₂	16,6	9,4	4,3	1,8	3,4	3,1
A ₁₃	15,8	4,9	4,5	1,5	3,2	2,6

Tablo 3.15. Uygulanan Basınca Karşı Dielektrik Sabiti Değişimi

3.12.3. Lületaş ve Pres Lületaşının İletkenlik ve Özdirenç Tayini

Oda sıcaklığı ve 110 °C 16 saat kurutulan numunelerin nem siz bir ortamda (desikatörde) oda sıcaklığına kadar soğutularak iletkenlik ve özdirenç leri belirlendi. Buna göre :

. Oda Sıcaklığında Kurutma			110 °C'de 16 Saat Kurutma	
Num.	σ (mho.m ⁻¹)	ρ (ohm.m)	σ (mho.m ⁻¹)	ρ (ohm.m)
1	$1,99.10^6$	$0,52.10^6$	$0,5.10^9$	$1,7.10^9$
2	$0,92.10^6$	$1,08.10^6$	$0,7.10^9$	$1,3.10^9$
C ₁	$1,52.10^6$	$0,65.10^6$	$65,0.10^9$	$15,0.10^6$
C ₃₁	$0,64.10^6$	$1,55.10^6$	$19,8.10^9$	$50,3.10^6$
B ₁₂	$0,32.10^6$	$3,10.10^6$	$13,0.10^9$	$76,6.10^6$
A ₁₁	$0,55.10^6$	$1,71.10^6$	$108,6.10^9$	$9,2.10^6$
A ₂₂	$0,23.10^6$	$4,4 .10^6$	$22,6.10^9$	$44,1.10^6$
A ₃₃	$0,32.10^6$	$3,11.10^6$	$8,9.10^9$	$111,1.10^6$

Tablo 3.16. Doğal ve Pres Lületaşının İletkenlik ve Özdirenci

3.12.4. Dielektrik Sabitlerinin Frekansla Değişimi

Oda sıcaklığında ve 110 °C'de kurutulan numunelerin frekans değişimi ile dielektrik sabitlerinin değişimi ; Doğal Lületaş

Oda Sıcaklığında			110 °C Kurutularak	
Frekans	ϵ'	ϵ''	ϵ'	ϵ''
50 Hz	273,2	412,3	1,12	$2,8.10^2$
100 Hz	237,3	348,5	1,00	2,5."
200 Hz	178,1	208,7	0,78	2,0."
500 Hz	121,4	102,5	0,64	1,2."
1 KHz	88,6	71,6	0,56	1,1."
2 KHz	65,3	44,7	0,44	0,8."
5 KHz	43,2	25,3	0,39	0,6."
10 KHz	33,7	17,3	0,32	0,5."

Tablo 3.17. Doğal Lületaşında Dielektrik Sabitinin Frekansla Değişimi

Katkısız olarak 325kg/cm² basınçda 100 mesh parçacık değişimi : (oda sıcaklığında kurutuldu.)

Frekans	ϵ'	ϵ''
50 Hz	122,4	4,81
100 Hz	101,3	4,02
200 Hz	61,9	2,68
500 Hz	36,3	1,55
1 KHz	27,4	1,17
2 KHz	21,3	0,92
5 KHz	14,6	0,66
10 KHz	12,3	0,51

Tablo 3.18. Pres Lületaşının Dielektrik Sabitinin Frekansla Değişimi.

4. DENEY SONUÇLARININ DEĞERLENDİRİLMESİ

4.1.PRESLEME İŞLEMİNİN DEĞERLENDİRİLMESİ

Lületaşının imalat artıkları ve cılız lületaşının basınç altında preslenmesi sonucu elde edilen numunelerin işlenebilme özelliğine sahip oldukları görülmüştür. Suya dayanıklılık bakımından doğal lületaşına kıyasla iyi sonuç elde edilememiştir. Fakat preslemenin hemen ardından nemli halde iken elle işlenebilmektedir ve istenilen şekil verilebilmektedir. Ayrıca istenilen şekle uygun kalıplar kullanılarak presleme sonucu istenilen şekilde numuneler elde etmek mümkün olmaktadır. Preslemenin hemen peşinden 110°C - 200°C gibi sıcaklıklarda kurutarak numunelerin dayanımının arttırılabileceği görülmüştür.

Katkı maddesinin kullanılmaması ile işlenebilirlik kolaylığı bakımından doğal lületaşına daha yakın bir özellik gösterdiği gözlenirken, MgO katkısı ilede yüzeylerin daha düzgün renginin daha beyaz olması nedeniyle katkı maddesinin de kullanılmasının iyi sonuçlar verdiğini söylemek mümkündür.

Hazırlanan numunelerin parçacık boyutu bakımından 150 mesh parçacık boyutunun işlenebilirlik ve doğal lületaşına yakın özellik gösterdiği gözlenmiştir. Uygulanan basınçla geri dönüşsüz bir yapı kazandığından istenilen özellikler bakımından uygun basınç olarak $300\text{--}350\text{ kg/cm}^2$ basınç en uygun sonuç verdiği gözlenmiştir.

4.2. ŞİŞME DENEY SONUCUNUN DEĞERLENDİRİLMESİ

Lületaşının şişme göstermemesi basınç altında sıkışabilmesi açısından önemlidir. Fakat genelde şişme özelliği göstermesi adsorpsiyon açısından önem taşır. Şişme göstermemesi adsorplama kapasitesinin boşluklarının hacmi oranındadır. Şişme özelliği göstermemesi lületaşını diğer şişme gösteren silikat minerallerinden ayırmaktadır. Sonuç olarak lületaşının boşluklarının hacminin değişmediğini göstermektedir.

4.3. ISLANMA ISISI SONUCUNUN DEĞERLENDİRİLMESİ

Kurutulması 110°C 'de yapılan numunenin ıslanma ısısı $18,00\text{ Cal/gr}$ veya $85,24\text{ J/gr}$ bulunmuştur. Adsorpsiyon ısısı ise gerçek adsorpsiyon izotermelerinden elde edilir. Fakat deney şartlarımız kısıtlı olduğundan adsorpsiyon ısısı; ıslanma ısısının tayininden gidilerek yapılmıştır. Buna göre Denklem(2.7) kullanılarak numunenin adsorpsiyon ısısı: $\Delta H = 333,3\text{ J/gr}$ ola-

rak bulunmuştur. Numuneler oda sıcaklığında (20 °C) ve bağıl nem (%50)'de enerji depolamamaktadır. Hesaplarda su buharının 0°C'de yoğunlaşma ısı 2,501 KJ/gr değeri kullanılmıştır. Bu sonuca göre lületaşının iyi bir adsorpları olarak kullanılabilirliğini göstermesi açısından önemlidir. Diğer bazı adsorptlerin adsorpsiyon ısıları verilmiştir (45).

4.4. ELEK ANALİZİ SONUÇLARININ DEĞERLENDİRİLMESİ

Elek analizi sonucunda parçacıkların dış özgül yüzey alanı ayrımsal 109,17 cm²/gr ve toplamsal analiz sonucunda da 107,07 cm²/gr bulunmuştur. Bu sonuçlardan parçacıkların düz levha şeklinde olmadığını parçacıkların küresele daha yakın olduğu (yüzey alanının büyük olmasından)sonucuna gidilmiştir. Lületaşının özgül yüzey alanını tayin etmek için elek analizi yöntemi kullanılmamaktadır. Lületaşının özgül yüzey alanı gaz adsorpsiyonu yöntemi ile 300-600 m²/gr değeri bulunmuştur (30,32). Bu özgül yüz alanı sonuçlarına göre toplam dış özgül yüzey alanları sonuçları uyumlu kabul edilebilir.

4.5. ISIL ANALİZ DENEYLERİNİN DEĞERLENDİRİLMESİ

Deney sonucu elde edilen DTA eğrisinde 150°C civarında bir endotermik (ısı alan pik) verir. 200°C'de ağırlıkta bir azalma vardır. Çünkü TG grafiklerinden 180°C civarında su atma piki görülür ayrıca 250°C den sonraTG bir pik vardır. Bu birinci pik dış yüzeylerde ve kanallarda tutulan serbest suların atılmasını gösterir. Bu bölgede su kaybı yaklaşık %10-12 civarındadır (70).

İkinci bölge olan orta bölgede 350°C-600°C civarında iki endotermik olay göstermektedir. TG eğrileri bu bölgede %5,3'lük bir ağırlık kaybı gösteriyor. Bu bölgede TG eğrisi üzerinde iki plato ve DTA eğrisi üzerindeki iki pik'in oluşumu Vivaldi M. and Cao (1956)tarafından bağıl suyun bağlanma enerjisinde bir değişme olarak yorumlanmıştır. 350 °C'de yapısal değişme olur ve lületaşı $Mg_8Si_{12}O_{30}(OH)_4$ şekline dönüşür ve 650°C kadar bu durumu korur. (Vivaldi M.etol..1959;Preisinger 1963). Bu fazdan a ve b parametreleri lif tabakalarının eğilmesi ile kısalmıştır. Fakat c parametresinin boyutu değişmeden kalır.

Yüksek sıcaklık bölgesi olan 800°C de endotermik pik hemen egzotermik (ısı veren) olan kuvvetli bir pik tarafından takip edilmiştir. Endotermik

olaylar latisin (örgünün) çökmesinden dolayı entropide meydana gelen değişim ile beraber örgü dehidrasyona uğrar ve OH bozulur. Bu olay hidroksillerin yapısıyla da uyusur. Sivri pik'de su kaybı % 3 olduğu TG eğrisi ile doğrulanmaktadır. Bu bölgede de c ekseninde büyük ölçüde bir değişme olmadığı belirtilmektedir.

Genel olarak su atma yüzdesi TG eğrisinden hesaplanmış ve %19,92 olduğu görülmüştür bu teorilerle de uyum içinde olup beklenen bir sonuçtur.

4.6. ISINMA ISISININ DEĞERLENDİRİLMESİ

Bazı minerallerin ve toprak numunelerinin ısınma ısını tayin yöntemi Bölüm (2.6.) lületaşının ısınma ısı tayin edilmiştir. Buna göre lületaşının ısınma ısı (0,18 cal/gr.°C=0,75J/gr.°C) olarak tayin edilmiştir. Literatürlerde çeşitli minerallerin ısınma ısı tayininde Differential Scanning Calorimetre (DSC) kullanılır. Lületaşı ile ilgili ısınma ısı tayini çalışmasına literatürlerde rastlanmamıştır. Tablo (4.1)'da bazı adsorbent malzemelerin ısınma ısıları verilmiştir.

Malzeme	Isınma Isısı(Cal/gr.°C)
Aktif kömür	0,26
Aktif Alümina	0,24
Silikajel	0,21
Şabazit Tüf	0,26
Kliniptilolit Tüf	0,24
Lületaşı	0,18*

Tablo 4.1 Bazı Adsorbanların ısınma ısıları (45). (*:Deneyde bulunan değer)

4.7. YOĞUNLUK DENEYİ SONUÇLARININ DEĞERLENDİRİLMESİ

Lületaşının yoğunluğu 0,55-0,74 gr/cm³ arasında olduğu belirlenmiştir. 16 numune üzerinde üç tür sıvı kullanılarak numune üzerinde yapılan deneylerde frekans dağılımı eğrisi çizilerek numunelerin yoğunluğunun 0,65 gr/cm³ etrafında toplandığı gözlenmiştir. Killer ve toprak numuneleri için kullanılan bu yöntemle lületaşının yoğunluğunun çok hassas belirlenmesi, malzemenin nem çekici olmasından dolayı çok hassas olarak belirlenemez, maddelerin önemli ayırt edici özelliklerinden olan yoğunluk Tablo (4.2'de) bazı adsorbent malzemelerin yoğunluğu verilmiştir.

Malzeme	Yoğunluk (gr/cm ³)
Su	1,00
Granit	2,70
Beton	2,47
Şabazit Tüf	1,40
Kliniptilolit Tüf	1,70
Lületaşı	0,64*

Tablo 4.2. Bazı Adsorbent Malzemelerin Yoğunluğu (*:Deneyde bulunan değer)

Lületaşının katı kısmının yoğunluğu numunenin yapısına; Mg/Si oranına büyük ölçüde bağlıdır.

Lületaşının görünür yoğunluğuda 10 numune üzerinde yapılan deneylerde bulunan değerlerin frekans dağılımı eğrisi çizildiğinde 0,45 gr/cm³ değerinde yoğunlaştığı görülür. Lületaşının porozluğu arttıkça görünür yoğunluğu (havanın yoğunluğu çok küçük olduğundan) küçülmektedir. Porozluk arttıkça (görünür yoğunluğu küçüldükçe) malzemenin adsorblama kapasitesi artmaktadır. Bu ise adsorbent malzemelerde istenen bir özelliktir.

4.8. PRES LÜLETAŞININ YOĞUNLUK DENEYİ SONUÇLARININ DEĞERLENDİRİLMESİ

Pres lületaşının teorik olarak katı kısmının yoğunluğu (katkı maddesi oranına göre) 0,88-1,19 gr/cm³ arasında değişmektedir.

Pres lületaşının görünür yoğunluğu ise katkı oranına, parçacık boyutuna uygulanan basınçla değişmektedir. Bulunan değerler Bölüm (3.8.4)'de verilmiştir. Buna göre Pres lületaşının görünür yoğunlukları doğal lületaşına oranla oldukça büyük olduğu belirlenmiştir. Bu ise lületaşının preslenmesinin olumsuz etkilerden biri olarak görülmektedir.

4.9. POROZİTE DENEY SONUÇLARININ DEĞERLENDİRİLMESİ

Bölüm (2.8)'de ifade edilen yöntemle lületaşının porozite ve bağıl por hacmi; 31,25 ;45,45 olarak bulunmuştur. Lületaşının gözenekliliğinin ve gözenek dağılımının literatürlerde verilen yöntemle daha sağlıklı belirlenmesi gerekir(71). Ancak doğal lületaşı ile pres lületaşının gözenekliliğinin karşılaştırılması açısından kullanılan yoğunluk yöntemi yeterli bir yöntem olmuştur.

Buna göre; presleme işlemlerinde kullanılan malzeme ister katkılı olsun ister katkısız olsun preslemeden sonra gözenekliliği azalmaktadır. Ancak katkı maddesi oranı arttıkça gözeneklilik artmaktadır. Bu da katkı maddesi olarak kullanılan MgO'in doğal lületaşına oranla sıkışabilirliğinin daha az olduğunu göstermektedir.

Presleme işlemi sırasında uygulanan basınç değerinin artırılması ile gözeneklilik azalmaktadır. Deney sonuçlarından 975 gr/cm² basınç altında sıkıştırılan lületaşının gözenekliliğinin hesap sonuçlarına göre sıfır olması önemli bir durumdur.

Preslenen malzemenin parçacık boyutuda gözeneklilik açısından önemli olmuştur. Parçacık boyutunun büyümesi ile gözenekliliğin arttığı görülmüştür.

4.10. DESORPSİYON DENEYLERİNİN DEĞERLENDİRİLMESİ

Lületaşı dış yüzeylerde (hidroskopik) ve kanallarda (zeolotik) ağırlığının %15-18 oranında (başlangıç durumuna bağlı olarak) su bulundurulabilir. 200°C kadar ısıtmakla su buharı atmak mümkündür. Atılan bu su yüzdesi ise , adsorplanan suyun bir ölçüsü olmaktadır. Ancak deney şartları tam ideal olmadığından yani vakum altında yapılamadığından yapıdan atılan suyun tam yüzdesini vermez. Fakat pres lületaşı ve diğer bazı adsorbentlerin su atma yüzdelerin açısından bizi bir ölçüde sonuca ulaştırır. Deneylerde 250 °C'de (numunenin durumuna göre) atılan su %15-18 arasında değişmektedir. Bazı adsorbentlerin maksimum su kapasiteleri tablo (4.3.) 'de verilmiştir.

Adsorbent	Maksimum Su Kapasitesi kg H ₂ O/kg Adsorbent
Aktif Kömür	0,4
Aktif Alümina	0,19
Silikajel	0,37
Şabazitik Tüf	0,14
Kliniptilolit Tüf	0,12
Lületaşı	0,18*

Tablo 4.3. Bazı Adsorbent Malzemelerin Maksimum Su Kapasiteleri(45).

(*: Deneyde bulunan değer)

4.10.1. Zamana Karşı Desorpsiyon Deneylerinin Değerlendirilmesi

Lületaşının zamana bağlı olarak su desorpsiyon deneylerinin sonuçları şöyle sıralanabilir:

- 1) Numuneler dört saatten fazla kurutulması önemli ölçüde su kaybına neden olmaz. Örneğin bu fark 90 °C'de % 0,01-0,06 arasında olmaktadır.
- 2) Numunelerin ilk bir saatte atılan su yüzdesi 40 °C-80 °C arasında % 3,00-9,10 arasında olup adsorpladığı suyun büyük kısmını ilk bir saatte attığını göstermektedir.
- 3) Bu sonuçlardan da görüleceği gibi su atma, zamanla lineer olarak değişmemektedir.

4.10.2. Pres Lületaşının Desorpsiyon Deneylerinin Değerlendirilmesi

200,150,100 mesh parçacık boyutundaki pres numuneler üzerinde yapılan desorpsiyon deney sonuçları; parçacık boyutları küçüldükçe su atma yüzdesi de küçülmektedir. Parçacık boyutu ile su atma yüzdesi doğru orantılı olarak değişir. Fakat parçacık boyutu ile su atma yüzdesi arasında bir bağıntı kurulamamıştır. Ancak parçacık boyutunun küçülmesi ile su atma yüzdesinde küçülmesinin, boşlukların küçüldüğünü dolayısı ile boşluklarda bulunan suyun miktarının da azaldığı şeklinde yorumlanabilir. Katkı maddesi olarak % 15,10,5 oranlarında MgO kullanılmıştır. Katkı maddesi oranının artması ile de su atma yüzdesi azalmıştır. MgO su adsorpsiyon kapasitesine literatürlerde rastlanmamasına rağmen, katkı oranı ile su atma oranının ters orantılı olduğu görülmüştür. % 5 katkılı %15 katkılı numuneye göre %1,78 daha fazla su attığı görülmüştür.

Presleme esnasında uygulanan basınçla su atma yüzdesinde çok belirgin olarak görülmemekle birlikte ters orantılı olduğu görülmüştür. Belirgin olmayışının nedeni 325 kg/cm² basıncın boşlukların doldurulması açısından yeterli bir basınç olduğu kabul edilebilir.

4.11. NEMLENDİRME DENEYLERİNİN DEĞERLENDİRİLMESİ

Nemlendirme deneyi verilerinden elde olunan sonuçlar;

- 1) Nemlendirme ortamının bağıl neminin artması numune tarafından adsorplanan suyun, desorpsiyon işleminde atılan suyun yüzdesinden fazla olmaktadır. Bu olayı normal oda şartlarındaki numunenin bulunduğu ortamın

bağıl nemi artırıldığında numune su adsorplamaya başlayacağı şeklinde de açıklayabiliriz.

- 2) Nemlendirme işleminin yapıldığı ortamın bağıl neminin arttırılması ile numunenin adsorpladığı su miktarı arttırılır.
- 3) Kurutma sıcaklığının arttırılması ile numune adsorpsiyon için daha aktif hale geleceğinden adsorpladığı su yüzdesi de artar.
- 4) Zamana bağlı olarak su adsorplama miktarı artmaktadır. Ancak bu artış doğrusal değildir.
- 5) Numunenin su atma hızı ile su adsorplama hızı aynı değildir. Atılan su miktarını geri alabilmesi (% 100 bağıl nemde) daha uzun süre geçmesi gerekmektedir.

4.11.1. Pres Lületaşının Nemlendirme Deneylerinin Değerlendirilmesi

Parçacık boyutları 200, 150, 100 mesh olan numunelerin nemlendirme deneylerinden ; parçacık boyutu ile su adsorplama kapasitesinin doğru orantılı olduğu görülür ki bu da desorpsiyon deneyleri ile uyuşum içindedir.

Presleme esnasında uygulanan basınçla su adsorplama kapasitesi belirligin olmamakla beraber doğru orantılı olarak çok az bir değişme olduğu görülmektedir.

Katkı maddesi oranı ile su adsorplama miktarı arasında da doğru orantılı olarak değiştiği görülmektedir. Bu durum, lületaşına oranla adsorplanan suların MgO daha sıkı bağ yaptığı şeklinde açıklanabilir.

4.12. DİELEKTRİK DENEY SONUÇLARININ DEĞERLENDİRİLMESİ

Bölüm (2.12)'de belirtilen yöntem kullanılarak lüle taşı ve pres lületaşının dielektrik sabiteleri belirlenmiştir. Buna göre normal oda şartlarında lületaşının dielektrik sabitelerinin yüksek (63,2-88,6) olmasına rağmen 110°C de 16 saat kurutulduğunda dielektrik sabitinin değeri (~ 0.4) düşmüştür.

Bu düşüşün nedeni büyük ölçüde hidroskopik ve zeolitik suların varlığına bağlıdır. Çünkü hidroskopik ve zeolitik sular, bağlı (kristal suyu) sulara göre oldukça serbest halde kabul edilebilir. Bu gevşek bağlı (hidroskopik ve zeolitik) sular suyun elektrik davranışı olan polar davranış göstermesine rağmen, bağlı olan kristal suyu daha çok non-polar moleküllere özgü bir davranış gösterir(31). Hidroksillerde bağımsız suya göre daha küçük bir dielektrik

özelligi gösterirler. Bu nedenle dielektrik sabiti ölçümü ipe bağlı ve serbest suları ayırt etmek mümkündür.

Dielektrik sabitinin gerçel ve kompleks kısımlarının ölçümü ile bu doğrulanmaktadır. Normal oda şartlarında bu değerlerin büyük olması hidroskopik ve zeolitik suların polar davranışından ileri gelmektedir. 110 °C'de kurutma işleminden sonra gevşek sular büyük ölçüde hidrasyona uğradığından dielektrik sabitinin değeri küçülmüştür. 250 °C'de kurutmadan sonra gevşek bağlı suların hemen hemen tamamı hidrasyona uğramış, bağlı sulardaki kimyasal bağlanma enerjilerinin değeri küçülmüştür. Bu nedenle bağlı sularda serbest sula ra yakın bir dielektrik davranış göstermektedir. 350 °C'de 1,5 saat kurutma işleminden sonra, ısı analiz deneylerinde de görüldüğü gibi yapıdaki bağlı (kristal sular) sular yapıyı terk etmektedir. Ancak dielektrik sabitinin belirlendiği anda tamamen terk etmemişlerdir. Çünkü 350 °C'de yapıdan kristal suları atmaya başlamaktadır ve bu nedenle lületaşı özelliğini tamamen yitirmektedir.

Pres lületaşının dielektrik özellikleri bakımından doğal lületaşının dielektrik davranışına en yakın davranış gösteren numuneler; 100 mesh parçacık boyutunda, katkısız olarak 325 kg/cm² basınç altında preslenen numuneler göstermiştir. Bu numunelerin dehidrasyon değerleri de doğal lületaşına yakın değerdedir.

Katkı oranları bakımından kesin bir bağıntı ortaya konulamamıştır. MgO'in $\xi=9,8$ değerinde olup, pres lületaşının dielektrik sabitinin değerini büyük ölçüde değiştirmemiştir(77).

4.12.1. Lületaşı ve Pres Lületaşının Elektrik İletkenlik ve Özdirenç Deney Sonuçlarının Değerlendirilmesi

Lületaşının ve pres lületaşının iletkenlik ve özdirenç değerleri Bölüm (3.12.3.)'de verilmiştir. Sonuçlar oda şartlarında ve 110°C'de kurutularak alınmıştır. Buna göre oda sıcaklığındaki iletkenlik değeri , 110°C'de kurutulduktan sonra yaklaşık 1000 kat daha küçüldüğü görülmüştür. Özdirencin ise oda sıcaklığındaki değerine göre 100-1000 kat arasında arttığı belirlenmiştir.

Lületaşının iç yüzlerinde OH⁻ bulunduğu ve nemli lületaşlarının radyo frekanslarında serbest yük taşıyıcılarının protonlar olduğu ve emilen suyun ayrışma derecesinin, su kütlesinin ayrışma derecesinin 10⁶ katı olduğu ifade

edilmiştir. Proton hareketlerinin dış yüzlerde olduğu, iç yüzlerde proton ile OH^- bağları oluşması nedeniyle protonların hareketsiz olduğu belirtilmiştir. (28).

İletkenlik ve öz direnç sonuçları bu hipoteze uyum göstermektedir. Bu iki büyüklük, ters orantılı olduğundan kurutma sonucu bu iki büyüklüğün değeri ters orantılı olarak değişmektedir.

4.12.2. Dielektrik Sabitelerinin Frekansla Değişimi Deney Sonuçlarının Değerlendirilmesi

Dielektrik sabitinin frekans azaldıkça artması ve bu artışın nem oranı ile daha hızlı olması elektrik enerjisinin su içindeki serbest yük taşıyıcıları tarafından absorbe edildiği, iletimin ise bu serbest yük taşıyıcıları ile sağlandığını göstermektedir. Normal oda şartlarında madde içinde bulunan bu serbest taşıyıcılar, 110°C 'de kurutma ile bir kısmı hidrasyona uğradığı, bir kısmının da bağlandığı kurutma sonucu dielektrik sabitelerinin frekans değişiminin daha az olması sonucu ile uyum göstermektedir.

TARTIŞMA ve SONUÇ

Doğal ve pres lületaşı üzerinde yapılan on bir deneyden varılan sonuçları şöyle sıralayabiliriz:

- 1) Preslenerek hazırlanan, pres lületaşı işlenebilirlik açısından preslemenin hemen ardından (nemli iken) doğal lületaşına yakın bir özellik göstermekte olup; işlenebilirlik için en uygun durumdur. Katkı maddesi olarak kullanılan MgO işlenebilirlik bakımından farklılık getirmemiştir. Ancak yüzeylerin düzgünlüğü ve renginin daha da beyaz olması bakımından iyi sonuç vermiştir. Pres lületaşının suya dayanıklılığı yeterli olmamıştır. Fakat işlendikten sonra cilalandığında suya karşı dayanıklılık kazanmaktadır. Ayrıca suya dayanıklılığını arttırmak için kurutma işlemine tabii tutulabilir.
- 2) Şişme özelliği göstermeyen lületaşı, bu özelliğinden yararlanılarak sıkıştırılabilmektedir. Fakat numune sıkıştırıldıktan sonra boşlukları tamamen dolmaktadır. Bu ise, preslemenin olumsuz yanlarından biridir.
- 3) Isılanma ısı (adsorpsiyon ısı) ve ısınma ısı sonuçlarından, malzemenin ısı depolama bakımından olumlu sonuç vereceği söylenebilir. Fakat bunun için ayrı bir çalışma yapılması ve malzemenin fiyat uygunluğu araştırılması gereklidir.
- 4) Elek analizi sonuçlarına göre ayrımsal ve toplamsal yöntemlerinin sonuçları arasında yaklaşık %2'lik bir fark görülmüştür. Elek analizi yönteminin lületaşının dış özgül yüzey alanının tayininde kullanılabilir sonucuna varılmıştır. Bu deney sonuçlarından lületaşı parçacıklarının levhalar şeklinde olmayıp küresele daha yakın olduğu söylenebilir.
- 5) Preslenmiş lületaşı tozlarından elde edilen numunelerin, görünür yoğunluğu doğal lületaşına göre oldukça büyük olduğu sonucuna varılmıştır. Bu sonuçların porozitenin küçülmesini gerektirir. Yapılan hesaplardanda bu sonuca varılmıştır. Pres lületaşının bu özelliği, yoğunluğun ve porozite (gözenekliliğin) önemli olduğu alanlarda olumsuz etki gösterir. Presleme yöntemi ile bu olumsuz etkiyi ortadan kaldırmak mümkün görülmemektedir. Ayrıca porozite malzemeyi standartlaştırma açısından önemlidir.
- 6) Adsorpsiyon (nemlendirme) ve su atma kapasiteleri bakımından doğal lületaşına göre pres lületaşı daha küçük kapasiteye sahiptir. Bunun nedenini lületaşında adsorplanan su buharının büyük ölçüde iç boşluklarda tutuldu-

ğu, pres lületaşında ise iç boşlukların küçüldüğü sonucuna bağlanabilir.

- 7) Dielektrik ve elektrik iletkenliği özellikleri bakımından bu iki numune arasında farklılıklar gözlenmiştir. Bu farklılıkları, gözeneklerde bulunan suların dielektriksel ve iletkenlik davranışına bağlanabilir. Çünkü oda şartlarındaki doğal lületaşının dielektrik sabitine yakın iken, lületaşı kurutulduğunda bu değer oldukça küçülmüştür. Elektrik iletkenliğinde numune kurutulduğunda, değerinin çok küçülmesi serbest suların iletkenlik davranışına bağlanabilir.

Bu çalışmada, ülkemizin (Eskişehir Bölgesinin) önemli minerallerinden olan lületaşının, işlenmeye uygun olmayan (cılız, orta dökme) lületaşları ile imalat artığı lületaşlarının yeniden değerlendirilebilirliğini (alterasyonunu) belirlemek amacıyla yukarıda bahsolunan deneyler yapıldı. Deney sonuçlarındanda görüldüğü gibi presleme yöntemi ile elde edilen numuneler bazı alanlarda kullanılabilirliği açısından yeterli görülmüştür. Bunları şöyle sıralayabiliriz :

Preslemenin hemen ardından (nemli iken) elle işlenerek süs eşyası gibi alanlarda kullanılabilir.

Preslemeden sonra kurutularak torna işlenebilirliği mümkündür.

Uygun kalıplarda preslenerek şekillendirmeye gerek kalmayacak biçimde pipo astarı vb. şekilli mamul üretiminde kullanılabilecektir.

Belirli geometrik şekil gerektiren adsorbent olarak kullanımı mümkündür.

Yapılan çalışmanın sonucunda lületaşı artıklarının, yukarıda belirttiğimiz kullanım alanlarında değerlendirilebileceği sonucuna varılmıştır. Ancak pres lületaşının fiziksel bir takım özelliklerini(kristalize özelliklerini) yitirdiği gözlenmiştir. Lületaşı artıklarını iyi kristalize etmek için doğal lületaşının oluşum ortamlarını ve kristalize olma şartlarının iyi anlaşılması gerektiği sonucuna varılmıştır.

KAYNAKÇA

1. Büyükakıncı, A., 1967, Lületaş (Sepiolit) Hakkında Not, MTA Endüstriyel Hammaddeler Şubesi.
2. Encyclopaedia Britannica.
3. Millot, G., 1970, Geology of Clays, Chapman and Hall London.
4. Hay, R. L. and Wiggins, B., 1980, Pellets, Ooids, Sepiolite and Silica in the three Calcretes of the South Western United States, *Sedimentology*, 27, 559-576 p.
5. Stanley, J. L., 1975, Industrial Minerals and Rocks (Non Metallics Other than Fuels), New York, N. Y.
6. Emrullahoğlu, Ö. F., 1984, Çayırbağ Manyezit Cevherinin Flotasyonla Zenginleştirme ve Flotasyon Artıklarından Magnezyum Klörür Üretimi, Müh-Mim. Fak. Yay. No:11, A.Ü. Yay. No:49, Eskişehir.
7. Sterrett, D. B., 1907, Meerschaum in New Mexico, *Bulletin*, 340, U. S. Geological Survey, 466-473 pp.
8. Sampson, D.N., 1966, Sinya Meerschaum Mine, Northern Tanzania, *Transactions, Institution of Mining and Metallurgy*, Sec. B23-B34 pp.
9. Oelsner, O. and Krüger, E., 1957, Lagerstätten der Stern und Erden, *Bergakademi Freiberg*, 100 p.
10. Lucius, M., 1957, Türkiye Lületaş Yataklarının Kaynağı Hakkında Rapor, Rapor No:608 MTA-Ankara.
11. Petroschek, 1963, Eskişehir Civarında Bulunan Lületaş ve Magnezit, Rapor No:3441-476 MTA-Ankara.
12. Mumpton, F. A. and Roy, Rustum, 1958, New data on Sepiolite and attapulgite, *Clays and Clay Minerals*, 5 v, 136-143 p.
13. Wollast, Roland, Mackenzie, F.J. and Bricker, O.P., 1968, Experimental precipitation and genesis of Sepiolite at earthsurface conditions, *American Mineralogist*, 53 v, 9-10 nos., 1645-1662 p.
14. Millot, G., 1960, 1962, Crystalline neoformation of Clays and Silica, *Proc. Symposium Basic Sci. France-U.S.*, New York, New York Univ. Press, 180-191 p.

15. Isphording, W. C., 1973, Discussion of the occurrence and origin of Sedimentary palygorskite-Sepiolite deposits, Clays and Clay Minerals, 21 v., 391-401 p.
16. Heron, S.D.Jr., and Johnson, H. S. Jr., 1966, Clay Mineralogy, Stratigraphy and structural setting of the Hawthorn Formation, Cooswahatchie district, South Calolina, Southeastern Geology, 7.v., no.2, 51-63 p.
17. Sanat Ansiklopedisi, 1247 s.
18. Erten, M. H., ve Özbayoğlu, G. 1975, Lületaş Artıklarının Aglomerasyonu ve Değerlendirilmesi, TÜBİTAK MAG-346, Ankara.
19. Brauner, K. and Preisinger, A., 1956, Tschermaks Mineral, Petrogr., Mitt. 6, 120-140 p.
20. Rautureau, M. and Tcharbar, C., 1976, Clay Miner., 24,43 p.
21. Rautureau, M. and Yücel, A., 1976, J. Microsc. Spectrosc. Electron., 1, 405-414 p.
22. Erdik, E. ve Yüksel, S., 1984, Temel Üniversite Kimyası, Hacettepe-Taş Kit. Ltd. Şti., C.1., Ankara.
23. Kumbasar, I., 1977, Silikat Mineralleri, İTÜ. Mat. Gümüşsuyu Maden Fak. Sayı :1098, İstanbul.
24. Dora, O. Ö., 1975, Mineroloji, E.Ü. Mat., C.1, Yay.No :60, Bornova İzmir.
25. Standard Methods for Chemical Analysis of Silica. Refractories, 1977 ANSI/ASIM, C. 575-70, Annual Book of ASTM Standards, 17; 530-537 p.
26. Sağıroğlu, G. N. ve Çoğulu, H. E., 1972, Polarian Mikroskopta Mineral-lerin Tayini, İTÜ. Yay.Sayı: 871, İstanbul.
27. Usseli, A. I. ve Kılıçkaya, M.S., 1975, Fotoiletkenlik ve Lüminesans Olayları, (Yeterlilik Tezi), Eskişehir.
28. Akşit, A., 1981, Lületaşının Radyo Frekansında Dielektrik Özelliklerinin İncelenmesi, (Doktora Tezi), Eskişehir.

29. Akyüz, S. ve Akyüz, T., 1982, An Infrared Spektroskopik Study of Adsorption of Hydrocarbons by Sepiolite From Eskişehir (TURKEY), Hacettepe Bulletin of Naturel Sciences and Engineering II. vol.,Ankara.
30. Dandy, A.J., 1968, Sorption of Vapors by Sepiolite, J. Phys. Chem., 72. 334-9.
31. Aypar, A., 1975, Infrared, Thermoluminescence, Dielectric, and Thermal Studies on Sepiolite, Turkish Atom En.Com. Tech.J., 2, 78-87 p.
32. Sarıkaya, Y., 1980-1982, Sepiolit'in Yüzey Alanı Tayini, TUBİTAK VII. Bilim Kongresi, Kimya Seksiyonu, 743-752 p. Ankara.
33. Bradley, W.F. and Nagy, B., 1955, Sepiolite Structure, Amer. Min., 40, 885-892 p.
34. Breauner, K. and Preisinger, A., 1956,Struktur und Entstehimg des Sepioliths, Tschermaks Min. und Petrog. Mitt., 6, 120-140 p.
35. Sarıkaya, Y. vs., 1985, Lületaş Artıklarının Değerlendirilmesi: Sigara Filtrelerinde Kullanılması, TUBİTAK, TBAG-576/C, Ankara.
36. Tekin, C., 1973, Lületaşının Ekonomik Analizi, Eskişehir Sanayi Odası Yay. No: 9.
37. Eskişehir Lületaşının Fiziksel ve Kimyasal Özelliklerinin Tetkiki, İlaç ve Kozmotik Sanayindeki Yerinin Araştırılması, TUBİTAK, TAG-28.
38. Akıncı, Ö., 1967, Eskişehir 124- C.1 Paftasının Jeolojisi ve Tabakalı Lületaş Zuhurları, MTA Raporu, Ankara.
39. Devlet Planlama Teşkilatı Endüstriyel Hammaddeler Özel İhtisas Komisyonu Raporu, 1972, Yay. No: DPT 1188 OİK : 154.
40. Öncel, Z., 1971, Türkiye Lületaş Madenciliği ve Lületaş İşletmeciliği, MTA, R. 5313, Plan- Proje Şub. Ankara.
41. Engelhard, W., 1970, Poroz Ortamlar Olarak Sedimentler (Çev. Göktekin, A.) İTÜ. Yay.No :786 C.1-3, İstanbul.
42. Terem, H. N. ve Gürgey, İ., 1960, Killerin Muayenesinde Ana Hatlar Kimya ve Sanayi, 44, 153-171 p.
43. Ross, S. and Oliver, J. P., 1964, On Physical Adsorption Interscience Publishers, New York, 89-93 p.

44. Gregg, S. J. and Sing K. S. W., 1967, Adsorption, Surface Area and Porosity, Academic Press, London, 297-307 p.
45. Yörükoğulları, E., 1985, Güneş Enerjisinin Doğal Zeolite Depolanması, (Doktora Tezi) A. Ü. Fen Bil.Enst. Eskişehir.
46. Bayraktar, T. C., 1974, Cevher Hazırlamada Zenginleştirme Öncesi İşlemler, İTÜ.Yay.No: 992, İstanbul.
47. Tez, Z., 1977, Çeşitli Kil Örneklerinin Adsorpsiyon Yetenekleri, (Doktora Tezi), A.Ü. Fen Fak. Fizikokimya Kürsüsü Ankara.
48. Adamson, A.W., 1967, Physical Chemistry of Surfaces, Witey-Interscience, New York.
49. Somorjai, G., 1972, Principles of Surface Chemistry Prentice-Hall, Englewood Cliffs, N.J.
50. Barshad, J., 1965, Thermal Analysis Tech. for Mineral Inentification and Mineralogical Composition, Methods of Soil Analysis, Part.1, Amer. Soc. Agronomy, Inc, Publisher, Madison, Wisconsin, 699-742 p.
51. Mackenzie, R. C., 1957, The Differential Thermal Investigations of Clays, Mineral Soc. (Clay Mineral Group), London.
52. Yücel F. ve Çulfaz, A., Yerel ve Doğal Klinoptilolit Zeolitinin Fiziksel ve Kimyasal Özellikleri, TUBİTAK MAG-624, Ankara.
53. Taylor, S. A. and Jackson, R. D., 1965, Heat Capacity and Specific Head, Methods of Soil Analysis (Ed. Black, C. A.), Part.1,Amer. Soc. Agronomy, Inc., Publisher, Madison, Wisconsin, 345-348 p.
54. Bayer, L. D., 1956. Soil Physics, Ed.3 John Wiley and Sons, Inc, New York, 370 p.
55. Estermann, F., 1959, Medhods of Experimental Physics, Vol.1, Akademic Press, Inc, New York.
56. Eeastonr, A. J., 1972, Chemmical Analysis of Silicate Racks, Elsevier Publishing Camp., Amsterdam.
57. Sarıkaya, Y., 1980, Su Porozimetresi, TUBİTAK VII, Bilim Kong. Tebliği.
58. Sarıkaya Y.ve Ceylan, H., 1980, Keskin Kilinin Adsorpsiyon Özellikleri, TUBİTAK VII, Bilim Kong. Tebliği.

59. Vomocil, J. A., 1965, Porosity, Methods of Soil Analysis, (Ed. Black, C.A.), Part.1, Amer. Soc. Agronomy, Inc, Publisher Madison, Wisconsin, 299-305 p.
60. İnel, O., 1985, Kataliz Yatağı Olarak Kullanılan Bazı Gözenekli Maddelerin Çözelti Adsorpsiyonu Yöntemi İle Özgül Yüzey Alanlarının Belirlenmesi, A. Ü. Müh.-Mim.Fak.Dergisi, C.II, S.2, Eskişehir.
61. Young, D.M. and Crowel, A.D., 1962, Physical Adsoption of Gases, Butterworth, London.
62. Braunauer, S. D., The Adsorption of Gases and Vapours, Vol.1, Oxford Uni. Press, London.
63. Süer, K., Elektronik Devre Elemanları ve Devre Teorisi İ.D.M.M.A. Yay.No: 125, İstanbul.
64. Ekem, N., 1980, Yeni Bir Dipolmetre Yapım ve Bazı Benzen Türevlerinin Dipol Mometrelerinin Ölçülmesi (Doktora Tezi) E.D.M.M.A., Eskişehir.
65. Orhun. Ö., 1981, Amonyumhidrogensülfatın Dielektrik Özelliklerinin İncelenmesi (Doktora Tezi) E.D.M.M.A., Eskişehir.
66. Elbi, S., 1973, Elektrik Ölçü Aletleri ve Ölçme Metodları, C.1, İTÜ, Sayı : 947, İstanbul.
67. Önal, H., 1979, Ölçme Tekniği, C.1., İTÜ, Sayı: 1147, İstanbul.
68. Handbook of Chemistry and Physics, The Chemical Rubber Publishing Co. Cleveland, 1972.
69. Campbell, J. E., 1956, High Temparature Technology, Electre-Chemical Society, John Wiley and Sons.
70. Mackenz'e, R. C., 1970, Differantiel Thermal Analize, V.1., Fundamental Aspects, V.2T Aca. Press, New York.
71. Sarıkaya, Y., 1984, Killerde Gözenekliliğin Belirlenmesi, 1. Ulusal Kıl Sempozyumu, Adana, 121-132 p.
72. Fröhlich, H., 1958, Theory of Dielectrics, Dielectric Costant and Dielectric Loss, Oxford at the Clarendon Press.
73. Rasted, J. B., 1973, Aqueous Dielectrics, Chapman and Ball, London.

74. Kittel, C., 1961, Introduction to Solid State Physics, New York John Wiley and Sons, Inc. London.
75. Eisberg, D. and Kauzmann, W., 1969, The Structure and Propertion of Water, Oxford Univ. Press, New York, N.Y.
76. Taraev, B., 1975. Physics of Dielectric Materials, English Translation, Mir Publishers.
77. Kubo, B. and Nagamiya, T., 1968, Solid State Physics, Mc Graw-Hill Book CO. Inc., Japan.

