

**VERMİKÜLİTLERİN MİKRODALGA GENLEŞME
ÖZELLİKLERİ**

**MICROWAVE EXFOLIATION CHARACTERISTICS OF
VERMICULITES**

MUHAMMET KORHAN KAYA

Prof.Dr. İSMAİL GİRGIN

Tez Danışmanı

Hacettepe Üniversitesi

Lisansüstü Eğitim-Öğretim ve Sınav Yönetmeliğinin

Maden Mühendisliği Anabilim Dalı için Öngördüğü

YÜKSEK LİSANS TEZİ olarak hazırlanmıştır.

2017

MUHAMMET KORHAN KAYA'nın hazırladığı "**Vermikülitlerin Mikrodalga Genleşme Özellikleri**" adlı bu çalışma aşağıdaki jüri tarafından **MADEN MÜHENDİSLİĞİ ANABİLİM DALI'nda YÜKSEK LİSANS TEZİ** olarak kabul edilmiştir.

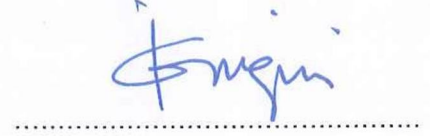
Prof.Dr. Müşerref ÖNAL

Başkan



Prof.Dr. İsmail GİRGİN

Danışman



Prof.Dr. Abdullah OBUT

Üye



Bu tez Hacettepe Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü tarafından **YÜKSEK LİSANS TEZİ** olarak onaylanmıştır.

Prof.Dr. Menemşe GÜMÜŞDERELİOĞLU

Fen Bilimleri Enstitüsü Müdürü

YAYINLAMA VE FİKRİ MÜLKİYET HAKLARI BEYANI

Enstitü tarafından onaylanan lisansüstü tezimin/raporumun tamamını veya herhangi bir kısmını, basılı (kağıt) ve elektronik formatta arşivleme ve aşağıda verilen koşullarla kullanıma açma iznini Hacettepe üniversitesine verdiğimi bildiririm. Bu izinle Üniversiteye verilen kullanım hakları dışındaki tüm fikri mülkiyet haklarım bende kalacak, tezimin tamamının ya da bir bölümünün gelecekteki çalışmalarda (makale, kitap, lisans ve patent vb.) kullanım hakları bana ait olacaktır.

Tezin kendi orijinal çalışmam olduğunu, başkalarının haklarını ihlal etmediğimi ve tezimin tek yetkili sahibi olduğumu beyan ve taahhüt ederim. Tezimde yer alan telif hakkı bulunan ve sahiplerinden yazılı izin alınarak kullanması zorunlu metinlerin yazılı izin alarak kullandığımı ve istenildiğinde suretlerini Üniversiteye teslim etmeyi taahhüt ederim.

Tezimin/Raporumun tamamı dünya çapında erişime açılabilir ve bir kısmı veya tamamının fotokopisi alınabilir.

(Bu seçenekle teziniz arama motorlarında indekslenebilecek, daha sonra tezinizin erişim statüsünün değiştirilmesini talep etmeniz ve kütüphane bu talebinizi yerine getirirse bile, tezinin arama motorlarının önbelleklerinde kalmaya devam edebilecektir.)

Tezimin/Raporumun tarihine kadar erişime açılmasını ve fotokopi alınmasını (İç Kapak, Özet, İçindekiler ve Kaynakça hariç) istemiyorum.

(Bu sürenin sonunda uzatma için başvuruda bulunmadığım takdirde, tezimin/raporumun tamamı her yerden erişime açılabilir, kaynak gösterilmek şartıyla bir kısmı ve ya tamamının fotokopisi alınabilir)

Tezimin/Raporumun tarihine kadar erişime açılmasını istemiyorum, ancak kaynak gösterilmek şartıyla bir kısmı veya tamamının fotokopisinin alınmasını onaylıyorum.

Serbest Seçenek/Yazarın Seçimi

29/03/2017

Muhammet Korhan Kaya



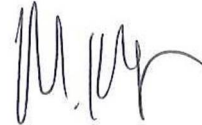
ETİK

Hacettepe Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, tez yazım kurallarına uygun olarak hazırladığım bu tez çalışmada;

- tez içindeki bütün bilgi ve belgeleri akademik kurallar çerçevesinde elde ettiğimi,
- görsel, işitsel ve yazılı tüm bilgi ve sonuçları bilimsel ahlak kurallarına uygun olarak sunduğumu,
- başkalarının eserlerinden yararlanılması durumunda ilgili eserlere bilimsel normlara uygun olarak atıfta bulunduğumu,
- atıfta bulunduğum eserlerin tümünü kaynak olarak gösterdiğimi,
- kullanılan verilerde herhangi bir tahrifat yapmadığımı,
- ve bu tezin herhangi bir bölümünü bu üniversite veya başka bir üniversitede başka bir tez çalışması olarak sunmadığımı

beyan ederim.

08/03/2017



MUHAMMET KORHAN KAYA

ÖZET

VERMİKÜLİTLERİN MİKRODALGA GENLEŞME ÖZELLİKLERİ

Muhammet Korhan KAYA

Yüksek Lisans, Maden Mühendisliği Bölümü

Tez Danışmanı: Prof. Dr. İsmail GİRGIN

Mart 2017, 41 sayfa

Bu çalışmada, farklı özelliklerdeki sekiz adet vermikülit ve bir adet flogopit numunesi ile ev tipi bir mikrodalga fırında güç ve süreye bağlı olarak genleşme davranımları belirlenmiştir. Söz konusu örnekler aynı koşullarda ısı genleştirme işlemine de tabi tutulmuşlar ve elde edilen sonuçlar dikkate alınarak ısı ve mikrodalga genleştirme davranımları arasındaki farklılıklar ortaya konulmaya çalışılmıştır.

-3,35 +2 mm tane boyu aralığında hazırlanan örnekler ve 2 mm boyutundaki flogopit örneği kullanılarak, seyyar alev beki ile ısı genleştirme deneyleri yapılmıştır. Bu deneyler, aynı alev ayar koşullarında (en yüksek sıcaklık 1060°C) 30 saniye süreyle gerçekleştirilmiş ve bazı genleşme potansiyeli devam eden örneklerde süre 65 saniyeye kadar uzatılmıştır. Deneylerde; genleşme öncesi ve genleşme sonrası birim hacim ağırlıkları belirlenerek bir değerlendirme yapılmıştır. Isı genleştirme deneylerinde birim hacim ağırlığı (BHA) sıralaması en yükseğe doğru U-1 < C-3 < T-1 < SA-1 < In-1 < SA-2 < C-2 < C-1 < SA-3 şeklinde gerçekleşmiştir. En iyi genleşme U-1 vermikülit örneğinde elde edilerek 80 kg/m³ BHA'lığında ürün elde edilmiştir. Vermikülitlerdeki veya hidrobiotitik vermikülitlerdeki flogopit miktarının artışıyla ısı genleşmeyi ve genleşme

süresini olumsuz yönde etkilediği belirlenmiştir. Isıl genişleme sonrası elde edilen BHA'lığı değerleri ile, genişleme sırasındaki ağırlık azalmasından ziyade ham örneklerin yanma kaybı değerleri arasında bir uyumluluk olduğu sonucuna varılmıştır.

Mikrodalga genişleme deneylerinde; 450W, 600W ve 800W güçlerinde 1, 3, 5 dakika sürelerle deneyler yapılmıştır. Mikrodalga genişleme sonucunda elde edilen BHA'lığı değerleri sıralaması ısıtma işleminden farklı olmuş (T-1 < C-3 < SA-1 < U-1 < SA-2 < In-1 < C-2 < C-1 < SA-3), en iyi sonuç 100 kg/m³ değerine ulaşılan T-1 nolu örnekten alınmıştır. Vermikülitlerdeki veya hidrobiyotik vermikülitlerdeki flogopit miktarının artışının mikrodalga genişlemeyi de olumsuz yönde etkilediği belirlenmiştir. Mikrodalga genişleme sonrası elde edilen BHA'lığı değerleri ile, YK'dan ziyade ağırlık azalması değerleri arasında bir uyumluluk olduğu sonucuna varılmıştır. Ayrıca, saf flogopit örneğinin (SA-3) hem alev hem de mikrodalga genişletmeye olumlu cevap vermediği anlaşılmıştır.

Anahtar Kelimeler: Vermikülit, Flogopit, Isıl genişleme, Mikrodalga genişleme, Mika

ABSTRACT

MICROWAVE EXFOLIATION CHARACTERISTICS OF VERMICULITES

Muhammet Korhan KAYA

Master of Science, Department of Mining Engineering

Supervisor: Prof. Dr. İsmail GİRGIN

March 2017, 41 pages

In this study, microwave exfoliation characteristics of eight vermiculite and one phlogopite sample were determined using a kitchen type microwave oven considering power and reaction time. Same samples were also expanded at flame and the results obtained were compared so as to determine the differences between the exfoliation behaviours.

Samples prepared at sizes $-3,35 +2$ mm and phlogopite sample at 2 mm were expanded at flame using a portable torch. These tests were conducted at the same flame conditions (maximum temperature 1060°C) for 30 seconds and for some samples up to 65 seconds if the exfoliation continued. Experimental results were evaluated by determining the bulk densities (BD) before and after exfoliation. In the flame expansion tests, BD values proceeding towards higher values were determined in the order $U-1 < C-3 < T-1 < SA-1 < In-1 < SA-2 < C-2 < C-1 < SA-3$. Best expansion was observed with vermiculite sample of U-1 with a BD of 80 kg/m^3 . Increase of phlogopite content in vermiculite or hydrobiotitic vermiculites was observed to affect the expansion behavior and the reaction time negatively. BD values of the expanded

samples were in better agreement with the loss on ignition values of the raw samples compared to the weight loss values during the expansion.

Microwave exfoliation tests were conducted at 450W, 600W and 800W for reaction times of 1, 3, 5 seconds. BD values obtained after microwave exfoliation were different from flame expanded samples (T-1 < C-3 < SA-1 < U-1 < SA-2 < In-1 < C-2 < C-1 < SA-3) and the best result was obtained for sample T-1 with a BD of 100 kg/m³. Increase of phlogopite content in vermiculite or hydrobiotitic vermiculites was also observed to decrease the microwave exfoliation characteristics. BD values of the microwave exfoliated samples, contrary to flame expansion, were in better agreement with the weight loss values during the exfoliation compared to the loss on ignition values of the raw samples. Also, pure phlogopite sample (SA-3) showed almost no reaction both for flame and microwave treatments.

Keywords: Vermiculite, Phlogopite, Flame expansion, Microwave exfoliation, Mica

TEŐEKKÜR

Bu alıőmanın gerekleőmesinde; baőta tez danıőmanım kıymetli hocam Prof. Dr. İsmail GİRGIN olmak üzere, Hacettepe Üniversitesi Maden Mühendislięi Anabilim Dalı'ndaki tüm hocalarıma teőekkür ve hürmetlerimi sunarım.

Ayrıca, sonsuz destekleri, sağladıkları imkanlar ve gösterdikleri sabır dolayısıyla annem Fahriye Kaya'ya, babam Muhyettin Kaya'ya ve kızkardeőim Feyza Keskin'e teőekkür ve sevgilerimi sunarım.

İÇİNDEKİLER

	<u>Sayfa</u>
ÖZET.....	i
ABSTRACT.....	iii
TEŞEKKÜR	v
İÇİNDEKİLER	vi
ÇİZELGELER	vii
ŞEKİLLER	viii
SİMGELER ve KISALTMALAR	ix
1. GİRİŞ	1
2. GENEL BİLGİLER	3
2.1. Mikrodalga ve Özellikleri	3
2.2. Mikrodalga Enerjinin Minerallere Uygulanması	5
2.3. Vermikülit, Özellikleri ve Kullanım Alanları	7
3. VERMİKÜLİT GENLEŞTİRME YÖNTEMLERİ	9
3.1. Isıl ve Kimyasal Genleştirme	9
3.2. Mikrodalga Genleştirme	10
4. DENEYSEL ÇALIŞMALAR ve DEĞERLENDİRME	12
4.1. Deney ve Analiz Numunelerinin Hazırlanması	12
4.2. Deney Numunelerinin Fiziksel, Kimyasal ve Mineralojik Özellikleri	12
4.3. Isıl Genleştirme Deneyleri	24
4.4. Mikrodalga Genleştirme Deneyleri	27
4.5. Deneysel Çalışmaların Toplu Değerlendirmesi	31
5. DENEYSEL SONUÇLAR ve TARTIŞMA	34
KAYNAKLAR	37
ÖZGEÇMİŞ	41

ÇİZELGELER

	<u>Sayfa</u>
Çizelge 2.1. Bazı Minerallerin Mikrodalga Davranımları	5
Çizelge 2.2. Bazı Mineraller İçin Mikrodalga Isıtmada Ulaşılan Sıcaklıklar	6
Çizelge 2.3. Tabakalı Yapıya Sahip Silikatların Sınıflandırması	7
Çizelge 2.4. Fillosilikat Minerallerin Genel Sınıflandırılması	8
Çizelge 4.1. Deneylerde Kullanılan Örnekler	12
Çizelge 4.2. Deneylerde Kullanılan Örneklerin Kimyasal Bileşimleri	13
Çizelge 4.3. TG Analizinde Deney Örneklerinde Gözlenen Ağırlık Azalmaları .	13
Çizelge 4.4. Alevde Genleştirme Deneyleri Sonuçları	25
Çizelge 4.5. 450W Gücünde Örneklerde Gözlenen Ağırlık Azalmaları ve BHA'lıkları	27
Çizelge 4.6. 600W Gücünde Örneklerde Gözlenen Ağırlık Azalmaları ve BHA'lıkları	27
Çizelge 4.7. 800W Gücünde Örneklerde Gözlenen Ağırlık Azalmaları ve BHA'lıkları	28

ŞEKİLLER

	<u>Sayfa</u>
Sekil 4.1. Örneklerde TG Analizinde Gözlenen Ağırlık Değişimleri	14
Şekil 4.2. T-1 Nolu Örneğin TG/DTA ve XRD Desenleri	15
Şekil 4.3. U-1 Nolu Örneğin TG/DTA ve XRD Desenleri	16
Şekil 4.4. C-3 Nolu Örneğin TG/DTA ve XRD Desenleri	17
Şekil 4.5. SA-2 Nolu Örneğin TG/DTA ve XRD Desenleri	18
Şekil 4.6. In-1 Nolu Örneğin TG/DTA ve XRD Desenleri	19
Şekil 4.7. C-2 Nolu Örneğin TG/DTA ve XRD Desenleri	20
Şekil 4.8. SA-1 Nolu Örneğin TG/DTA ve XRD Desenleri	21
Şekil 4.9. C-1 Nolu Örneğin TG/DTA ve XRD Desenleri	22
Şekil 4.10. SA-3 Nolu Örneğin TG/DTA ve XRD Desenleri	23
Şekil 4.11. Isıl Genleştirmede Kullanılan Alev Beki	24
Şekil 4.12. Isıl Genleştirme sonrası BHA, Ağırlık Azalması ve YK Değerleri	26
Şekil 4.13. Isıl Genleştirme Öncesi ve Sonrası BHA Değerleri	26
Şekil 4.14. Mikrodalga Genleştirmede (450 W, 5 dak.) BHA ve A.A. Değerleri ...	28
Şekil 4.15. Mikrodalga Genleştirmede (600 W, 5 dak.) BHA ve A.A. Değerleri ...	29
Şekil 4.16. Mikrodalga Genleştirmede (800 W, 5 dak.) BHA ve A.A. Değerleri ...	29
Şekil 4.17. Mikrodalga Genleştirmede 5 Dakikada Farklı Güçlerde Ulaşılan BHA Değerleri	30
Şekil 4.18. Isıl ve Mikrodalga Genleştirmede BHA'lıkları ve YK Arasındaki İlişki.	31
Şekil 4.19. Isıl ve Mikrodalga Genleştirmede BHA'lıkları ve İşlem Sırasında Gözlenen Ağırlık Azalmaları Arasındaki İlişki	32
Şekil 4.20. Isıl ve Mikrodalga Genleştirmede Ulaşılabilen BHA'lıkları ve TG Analizinde 100-1000°C Arasında Gözlenen Ağırlık Azalmaları Arasındaki İlişki	33

SİMGELER VE KISALTMALAR

Simgeler

ϵ'	Dielektrik Sabiti
ϵ''	Dielektrik Kayıp Faktörü
ϵ^*	Kompleks Dielektrik Sabiti
δ	Kayıp Açısı
D_p	Mikrodalga Yayılma Derinliği
λ_0	Mikrodalga Radyasyonun Dalga Boyu

Kısaltmalar

YK	Yanma Kaybı
BHA	Birim Hacim Ağırlığı
A.A.	Ağırlık Azalması
MW	Mikrodalga

1. GİRİŞ

Ticari anlamda “vermikülit” terimi ani bir şekilde yüksek sıcaklıklara ısıtıldığında genleşme özelliği gösteren mika grubuna dahil mineraller için kullanılmaktadır ve ısıtma sırasında tabakalar arasındaki suyun ani buharlaşması sonucunda tabakaların arası açılarak 8-12 katlık bir hacim artışı olmaktadır [1, 2]. Genleştirilmiş vermikülitler; düşük yoğunluk, kimyasal kararlılık, yüksek iyon değişimi ve adsorpsiyon, ateşe dayanım, yüksek ses ve ısı yalıtımı vb. özellikler göstermekte ve dolayısı ile de ilgili ticari ve endüstriyel uygulamalarda kullanım alanları bulmaktadırlar [1-4].

Vermikülitlerin klasik endüstriyel genleştirme yöntemi 870-1100°C arasındaki sıcaklıklarda çok kısa sürelerde gerçekleştirilen ısıtma işlemi dayanmaktadır. Isıl genleştirme gaz veya sıvı yakıtlar kullanılarak dikey veya yatay döner fırınlarda gerçekleştirilmektedir. Isıl genleştirme uygulamalarının; yüksek enerji tüketimi, zararlı gaz çıkışları (CO, CO₂, azot oksitler, sülfür oksitler), yüksek oranda toz emisyonu, büyük alan gereksinimi, proses kontrolünün çok iyi olmayışı, genleştirilmiş malzemenin soğuması için bekleme süresi gereksinimi gibi çeşitli dezavantajları bulunmaktadır. Bu dezavantajlar dikkate alınarak kimyasal genleştirme ve mikrodalga genleştirme konularında araştırmalar sürdürülmektedir.

Kimyasal genleştirme amacıyla; H₂SO₄, HNO₃, HCl, H₃PO₄, zayıf asitler vb. çeşitli reaktifler denenmiş ancak en iyi sonuçlar H₂O₂ ile elde edilmiştir [5-11]. Hidrojen peroksit ile genleştirme konusunda çok olumlu sonuçlar alınmış olmakla birlikte henüz kimyasal genleştirme yönteminin kullanıldığı ticari bir uygulama bulunmamaktadır.

Vermikülitlerin mikrodalga ile doğrudan ve/veya çeşitli kimyasal bileşiklerle etkileşimi takiben genleştirilmeleri konusunda ev tipi mikrodalga fırınlar kullanılarak yapılmış çalışmalar bulunmaktadır [12-16]. Mikrodalga ile genleştirmeden olumlu sonuçlar alınmakla birlikte; ev tipi fırınların sınırlı güçte olmaları, sürekli çalışma koşullarına uygun olmamaları, elektrik alanının üç boyutta düzensiz bir dağılım göstermesinden ötürü malzemelerin homojen olmayan bir şekilde ısınmaları ve boşlukta da çoklu sıcak noktalar (hotspots) oluşması nedenlerinden ötürü ev tipi mikrodalga fırınlar bilimsel çalışmalar için yeterli bulunmamıştır [17]. Bu nedenle de sürekli olarak çalışabilen endüstriyel ölçekli mikro dalga fırın dizaynları konusundaki çalışmalara ağırlık verilmiş ve bu konuda çeşitli patentler alınmıştır [18-21].

Isıl genleřtirmede tüketilen enerji çoęunlukla >1 Mwh/ton malzeme iken, mikrodalga genleřtirmedeki deęerler <150 kWh/ton deęerlerinde olmaktadır. Mikrodalga genleřtirmenin düşük enerji tüketimi yanında; daha az toz ve ses sorunu, seęimli ısıtma nedeniyle düşük kaliteli malzemelerde verim artışı ve daha homojen ürün eldesi imkanı, farklı özellikteki vermikülitleri aynı proseste deęerlendirebilme imkanı, genleřtirilmiş malzeme için soęutma süresinin daha kısa olması, düşük bakım giderleri, ani durma başlatma kolaylığı, daha az yer gereksinimi gibi oldukça fazla avantajları bulunmaktadır [21]. Bu nedenle, endüstriyel ölçekli sürekli çalışabilen mikrodalga fırın teknolojilerindeki gelişmelere baęlı olarak, mikrodalga genleřtirme teknolojisinin gelecekte tercih edilme potansiyelinin yüksek olacağı beklenmektedir.

Bu çalışmada, farklı özelliklerdeki sekiz adet vermikülit ve bir adet flogopit numunesi ile ev tipi bir mikrodalga fırında güç ve süreye baęlı olarak genleşme davranımları belirlenmesi hedeflenmiştir. Söz konusu örnekler aynı koşullarda ısı genleřtirme işlemine de tabi tutulmuşlar ve elde edilen sonuçlar dikkate alınarak ısı ve mikrodalga genleřtirme davranımları arasındaki farklılıklar ortaya konulmaya çalışılmıştır.

2. GENEL BİLGİLER

2.1. Mikrodalga ve Özellikleri

Mikrodalga enerji yüksek frekanslı dalgalar halinde hareket eden elektromanyetik enerji türüdür. Mikrodalga enerjinin dalga boyları 1 mm ile 1 m (ilgili frekanslar 300 MHz ve 300 GHz) arasında değişmektedir. Bu aralıktaki mikrodalgaların iletişim alanında (radar, televizyon, cep telefonları, uydu vb. uygulamalar) yaygın bir kullanımı bulunmaktadır [22]. Isıtma amacıyla kullanılmakta olan en uygun frekans aralığı 915 MHz – 2,45 GHz (ilgili dalga boyları 33.5 cm ve 12,2 cm) olup, bu frekans aralığı elektromanyetik spektrumda infrared ve radyo dalgaları bölgesinde bulunmaktadır. Bu frekans aralığı, iletişim servisleri ile etkileşim olmaması için, uluslararası anlaşmalara bağlı olarak belirlenmiştir [17]. Evsel uygulamalarda ise çoğunlukla 2,45 GHz kullanılmaktadır.

Mikrodalgaların elektrik ve manyetik bileşenleri bulunmaktadır. Mikrodalga enerji herhangi bir madde üzerine yönlendirildiğinde elektrik ve manyetik bileşenleri tarafından oluşan kuvvetler çok hızlı bir şekilde yön değiştirdikleri için (2,45 GHz'de saniyede $\sim 2,4 \times 10^9$) moleküller bu yön değişikliğine anında uyum sağlayamamakta ve ortaya çıkan sürtünme nedeniyle de ısınma olmaktadır [23]. Mikrodalgaların bir başka ısıtma mekanizması da iyonik iletkenliğe bağlı olarak oluşmaktadır. İyonlar içeren bir çözeltiliye mikrodalga enerji yönlendirildiğinde iyonlar yüklerine bağlı olarak hareket etmektedirler. Bu hareket sırasında iyonların çarpışmaları sonucunda kinetik enerjinin termal enerjiye dönüşmesine bağlı olarak ısınma olmaktadır. Çözeltideki iyon derişiminin artışı çarpışma sayısını arttırdığı için ısınma da daha fazla olmaktadır [24].

Mikrodalga alandaki davranımları dikkate alınarak maddeler başlıca üç kısımda ele alınmaktadır. Bunlar;

- a) Transparan veya düşük kayıplı maddeler yani herhangi bir kayba uğramadan içerisinden mikrodalgaların geçebildiği maddeler.
- b) Mikrodalgaları yansıtan maddeler.
- c) Absorplayıcı veya yüksek kayıplı maddeler yani mikrodalgaları absorplaması sonucunda elektromanyetik enerjiyi ısı olarak açığa çıkaran maddeler.

Mikrodalga alan içerisindeki herhangi bir maddenin dielektrik davranımı dielektrik sabiti (ϵ') ve dielektrik kayıp faktörü (ϵ'') ile ifade edilmektedir. Dielektrik sabiti

maddenin mikrodalga enerjisi depolama, bir başka ifade ile maddenin polarizlenme özelliğinin bir ölçüsüdür. Kayıp faktörü ise depolanmış enerjinin ısıya dönüşümünün bir ölçüsüdür [22, 23, 25]. Dielektrik sabiti ve dielektrik kayıp faktörü kompleks dielektrik sabitine (ϵ^*) bağlı olarak Eşitlik-1 ile ifade edilmektedir.

$$\epsilon^* = \epsilon' - j\epsilon'' \quad (1)$$

Kayıp faktörünün dielektrik sabitine oranı kayıp açısı (δ) olarak tanımlanır ve bu da herhangi bir maddenin elektrik alanından ne derecede etkilendiği ve depolanan elektromanyetik enerjinin ısıya dönüşümünün bir ölçüsüdür (Eşitlik-2).

$$\tan \delta = \frac{\epsilon''}{\epsilon'} \quad (2)$$

$\tan \delta$ 'nin değeri; elektromanyetik dalganın frekansı, sıcaklık, karışımın fiziksel durumu ve bileşimine bağlıdır. Örneğin, su için değerlendirme şu şekilde yapılabilir. Mikrodalga frekansı arttıkça dielektrik sabiti azalmakta fakat 3×10^8 ile 1×10^{10} Hz frekans aralığında dielektrik kayıp faktörü artmaktadır. Ortamda herhangi bir elektrolitin (i.e. NaCl) bulunması dielektrik sabiti'ni önemli ölçüde etkilememekte ancak dielektrik kayıp faktörü üzerinde, özellikle 3×10^8 ile 3×10^9 Hz aralığında, önemli bir etki yapmaktadır [26]. Dielektrik ısınma hızları $\tan \delta$ değeri yanında tepkime karışımının miktarı ve ortamın ısı kapasitesine de bağlıdır. Tepkime karışımının hacminin artışı ile mikrodalgalar absorpsiyon kayıp faktörüne uğramakta ve mikrodalgaların yayılma derinliği (D_p) de $\tan \delta$ 'ya bağlı olmaktadır (Eşitlik-3).

$$D_p = \lambda_0 \left(\frac{\epsilon''}{\epsilon'} \right)^{1/2} \quad (3)$$

Burada, λ_0 = Mikrodalga radyasyonun dalga boyudur.

Klasik ısıtmada, ısı maddeye termal elektromanyetik radyasyon şeklinde aktarılır ve infrared radyasyonda yayılma derinliği, katıların pek çoğunda, $\ll 10^{-4}$ m gibi oldukça düşük bir değerdedir. Bunun anlamı, malzemenin çok ince bir tabakasının ısınması ve geri kalan kısmının da ısı iletme özelliklerine bağlı olarak gerçekleşmesidir. Buna karşılık, mikrodalga frekans aralığında; frekans, kimyasal bileşim ve mikro yapıya bağlı olarak yayılma derinliği değeri m ile mm aralığında bir değişim göstermektedir [27]. Bu durumda da malzeme üzerindeki sıcaklık değişim derecesinin az olması nedeniyle daha homojen bir ısınma söz konusu olmaktadır.

2.2.Mikrodalga Enerjinin Minerallere Uygulanması

Mikrodalga radyasyonun minerallere uygulanabilirliği konusundaki ilk ciddi çalışmalar Chen vd. [28] tarafından başlatılmış ve 40 mineralin davranımları belirlenmiştir (Çizelge 2.1.).

Çizelge 2.1. Bazı Minerallerin Mikrodalga Davranımları [28]

Mineral	Güç, W	Davranım	Değişim (Tepkime)
Allanit	> 150	Isınma yok	Değişim yok
Arsenopirit	80	Isınma, kıvılcımlanma	S ve As buharları, kısmi ergime
Bornit	20	Kolay ısınma	Bir kısmında bornit-kalkopirit-digenit değişimi, bir kısmında değişim yok
Fergusonit	> 150	Isınma yok	Değişim yok
Galen	30	Kolay ısınma, ark oluşumu	Sinterlenme
Hematit	50	Kolay ısınma, yüksek sıcaklıkta ark oluşumu	Değişim yok
Kalkopirit	15	Kolay ısınma, sülfürlü gaz çıkışı	Cu-Fe sülfürler, pirit
Kassiterit	40	Kolay ısınma	Değişim yok
Kolumbit	60	Soğukken zor ısınma	Ergimiş Nb mineralleri, Silikatlarda değişim yok
Kovelin/Anilit	100	Zor ısınma, sülfürlü gaz çıkışı	(Cu,Fe) ₉ S ₅ bileşiminde sinterlenme
Manyetit	30	Kolay ısınma	Değişim yok
Monazit	> 150	Isınma yok	Değişim yok
Nikelin/Kobaltit	100	Zor ısınma	Kısmen ergime, değişim yok
Pirit	30	Kolay ısınma, sülfürlü gaz çıkışı	Pirotin oluşumu, S buharları
Pirotin	50	Kolay ısınma, yüksek sıcaklıkta ark oluşumu	Kısmen ergime, değişim yok
Pitchblende	50	Kolay ısınma	Kısmen ergime, değişim yok
Sfalerit (Yüksek	100	Soğukken zor ısınma	Wurtzite dönüşüm
Sfalerit (Düşük	> 150	Isınma yok	Değişim yok
Stibnit	> 100	Isınma yok	Değişim yok
Tennandit	100	Soğukken zor ısınma	Ergimiş kütle
Tetrahedrit	35	Kolay ısınma	Ergimiş Ag-Sb alaşımı

Mikrodalga radyasyonun minerallere uygulanması konusundaki çalışmalar dikkate alınarak, mikrodalga ile etkileştirildiğinde hiç ısı oluşturmayan ya da çok az ısı oluşturan ve önemli ısı oluşturan mineraller olmak üzere iki gruba ayrılacağı değerlendirilmiştir. Mikrodalgadan etkilenmeyen minerallerin özelliklerinde

önemli deęişmeler olmazken, etkilenen mineraller kararlı halde kalabilecekleri gibi ayrışarak farklı ürünlere de dönüşebilmektedirler.

Walkiewics vd. [29] tarafından 1-kW ve 2450-MHz gücünde ticari bir fırın kullanılarak yapılan çalışmada çok sayıda reaktif kalitede (reagent grade) bileşik ve doğal minerallerin mikrodalgaya karşı davranımları incelenmiş ve belli sürelerde ulaşılabilecek en yüksek sıcaklık deęerleri belirlenmiştir. Çizelge 2.2.'de çalışma konusu olan minerallere ilişkin ölçülebilen en yüksek sıcaklık deęerleri ve ulaşma süreleri verilmektedir.

Çizelge 2.2. Bazı Mineraller İçin Mikrodalga Isıtmada Ulaşılan Sıcaklıklar [29]

Mineral	Bileşim	Sıcaklık, °C	Süre, Dak
Albit	NaAlSi ₃ O ₈	69	7
Arizonit	Fe ₂ O ₃ ·3TiO ₂	290	10
Galen	PbS	956	7
Hematit	Fe ₂ O ₃	182	7
Kalkopirit	CuFeS ₂	920	1
Kalkozin	Cu ₂ S	746	7
Kromit	FeCr ₂ O ₄	155	7
Kuvarz	SiO ₂	79	7
Manyetit	Fe ₃ O ₄	1258	2.75
Mermer	CaCO ₃	74	4.25
Molibdenit	MoS ₂	192	7
Orpiment	As ₂ S ₃	92	4.50
Ortoklas	KAlSi ₃ O ₈	67	7
Pirit	FeS ₂	1019	6.75
Pirotin	Fe _{1-x} S	886	1.75
Sfalerit	ZnS	88	7
Sinabar	HgS	144	8.5
Tetrahedrit	Cu ₁₂ Sb ₄ S ₁₃	151	7
Zirkon	ZrSiO ₄	52	7

Mikrodalga enerjinin mineral özelliklerine etkisi konusunda yapılan çalışmaları; tane büyüklüğü-yüzey alanı-öğütülebilirlik [30- 33], manyetik özellikler [34- 36] metal oksitlerin indirgenmesi [37- 40], kömür [41- 46], seramik endüstrisi [47- 49] ile atık ve cürufklar [50,51] konularını içerecek şekilde sıralamak mümkündür.

2.3.Vermikülit, Özellikleri ve Kullanım Alanları

Mika grubu mineraller plakamsı yapıda ve mükemmel dilimlenme özelliği gösteren tabakalı sulu alüminyum silikat bileşikleridir. Kimyasal bileşim ve fiziksel özelliklerinde gözlenen farklılıklar dikkate alınarak çeşitli sınıflandırmalar yapılmakla birlikte, Çizelge 2.3.'de, mika grubu mineralleri de içeren, tabakalı yapıya sahip silikatlara ilişkin genel bir sınıflandırma verilmektedir [52].

Çizelge 2.3. Tabakalı Yapıya Sahip Silikatların Sınıflandırması [52]

Tabaka Tipi	Grup (x=tabaka yükü)	Alt Grup	Tür
2:1	Pirofillit-Talk x=0	Pirofillitler	Pirofillit
		Talklar	Talk
	Smektit veya Montmorillonit x=0.5-1	Dioktahedral Smektit veya Montmorillonit	Montmorillonit, Bedelit, Nontronit
		Trioktahedral Smektitler veya Saponitler	Saponit, Hektorit
	Vermikülit x=1-1.5	Dioktahedral Vermikülit	Dioktahedral Vermikülit
		Trioktahedral Vermikülit	Trioktahedral Vermikülit
	Mika x=2	Dioktahedral Mikalar	Muskovit, Paragonit
		Trioktahedral Mikalar	Biotit, Flogopit, Lepidolit
	Gevrek Mika x=4	Dioktahedral Gevrek Mikalar	Margarit
		Trioktahedral Gevrek Mikalar	Seybertit, Ksantofillit, Brandisit
2:1:1	Klorit x değişken	Dioktahedral Kloritler	
		Trioktahedral Kloritler	Penin, Klinoklor, Proklorit
1:1	Kaolinit-Serpantin x=0	Kaolinitler	Kaolinit, Halloisit
		Serpantinler	Krizotil, Lizardit, Antigorit

Mineralojik anlamda “vermikülit” 2:1 tabakalı, dioktahedral veya trioktahedral yapıda fillosilikat grubu minerallere verilen addır. İç tabakalarında su molekülleri ve değişebilir katyonlar içeren bu mineraller, mikanın hidrotermal alterasyonu sonucunda oluşmuştur [52]. Fillosilikat grubu mineraller; plakadaki (sheet) tetrahedral ve oktahedral sayısı, oktahedral konum durumu (di veya trioktahedral) ve her tabakadaki birim formül yüküne bağlı olarak sınıflandırılmaktadırlar (Çizelge 2.4.).

İç tabaka katyon içeriklerine göre ticari vermikülitler iki gruba ayrılmaktadırlar. Birinci grupta (type-1) iç tabakadaki temel katyonlar Mg^{+2} veya Mg^{+2} ve K^+ iyonlarından oluşmaktadır. İkinci gruptaki (type-2) temel katyonlar ise, Mg^{+2} bulunsun veya

bulunmasın, K^+ ve/veya Na^+ ve/veya Ca^{+2} iyonlarından oluşmaktadır [53]. Birinci gruptaki vermikülitler az miktarlarda mika tipi mineraller içerecek şekilde enstatin ($MgSiO_3$), ikinci gruptakiler ise az miktarda enstatin içerecek şekilde mika tipi minerallere dönüşmektedirler. İkinci grup vermikülitlerin genleşme özellikleri daha iyi olmakta ve dolayısı ile de yüzey alanları daha yüksek olmaktadır. Genleştirilmiş vermikülitler; düşük yoğunluk, kimyasal kararlılık, yüksek iyon değişimi ve adsorpsiyon, ateşe dayanım, yüksek ses ve ısı yalıtımı vb. özellikler göstermekte ve dolayısı ile de ilgili ticari ve endüstriyel uygulamalarda kullanım alanları bulmaktadırlar [1, 2, 4, 9].

Çizelge 2.4. Fillosilikat Minerallerin Genel Sınıflandırılması

Tabaka Tipi	Tabaka Yüğü	Trioktahedral	Dioktahedral
1 Oktahedra	0	Brusit, $Mg(OH)_2$	Jibsit, $Al(OH)_3$
1 tet. : 1 okt.	0	Serpentin, $Mg_3Si_2O_5(OH)_4$	Kaolinit, $Al_2Si_2O_5(OH)_4$
2 tet. : 1 okt.	0	Talk, $Mg_3Si_4O_{10}(OH)_2$	Pirofillit, $Al_2Si_4O_{10}(OH)_2$
2 tet. : 1 okt.	1	Flogopit, $KMg_3(AlSi_3O_{10})(OH)_2$	Muskovit, $KAl_2(AlSi_3O_{10})(OH)_2$
	1	Biotit, $KFe_3(AlSi_3O_{10})(OH)_2$	
	0.6-0.8	İllit, $K(Na,Ca) Al_{1.3}Fe_{0.4}Mn_{0.2}Si_{3.4}Al_{0.6}O_{10}(OH)_2$	
	0.6-0.9	Vermikülit	
	0.25-0.6	Smectit	

3. VERMİKÜLİT GENLEŞTİRME YÖNTEMLERİ

Vermikülitler; ısı, kimyasal ve mikrodalga yöntemler kullanılarak geliştirilebilmektedirler. Bu yöntemler arasında en eski ve en yaygın olarak kullanılan ticari uygulamalar “yüksek sıcaklıkta kalsinasyon” olarak da anılan ısı yöntemleridir.

3.1. Isıl ve Kimyasal Genleştirme

Vermikülitler için en yaygın olarak kullanılmakta olan genleştirme yöntemi kısa süreli “şok” veya “flash” ısıtmaya dayanmaktadır. Endüstriyel olarak genleştirme işlemi dikey veya yatay fırınlarda 870-1100°C arasındaki sıcaklıklarda bir kaç dakikalık ısıtma sürelerinde gerçekleşmektedir. Şok ısıtma sırasında tabakalar arasındaki suyun ani buharlaşması ve uzaklaşan buharın da tabakaların arasını açmasından dolayı 8-12 katlık bir hacim artışı olmaktadır [1, 2].

Genel olarak vermikülitlerin termal genleşme mekanizması tabakalar arasındaki suyun buharlaşmasına bağlı olarak ifade edilmekle birlikte, yapılan çalışmalar dikkate alındığında mekanizmanın sadece mekanistik özelliklere bağlı olarak açıklanamayacağı ve kimyasal bazı özelliklerin de önemli olabileceği görülmektedir. Örneğin, aynı sıcaklıklara yavaş ısıtma sonucunda çıkıldığında genleşme çok önemsiz olurken, ani ısıtma durumunda genleşme başarılı olmaktadır. Öte yandan, genleşmenin tane büyüklüğüne önemli ölçüde bağlı olduğu ve iri tanelerin çok daha iyi genleşebildiği bilinmektedir. Ayrıca, mika/vermikülit tabakalaşmasının gözlemlendiği örnekler, saf vermikülit örneklerle kıyasla, çok daha iyi genleşmektedirler. Örneğin, ticari olarak kullanılabilir nitelikteki vermikülitlerin çoğunluğu önemli oranlarda hidrobiotit içermektedirler. Dolayısı ile genel olarak kabul edilmiş termal genleşme mekanizmasının tüm bu özellikleri de kapsadığını söylemek mümkün değildir.

Katyon değişimi yoluyla vermikülitlerin genleşme özelliklerinde iyileştirmeler yapılabileceği konusunda yapılmış çalışmalar bulunmaktadır [54,55]. Bu çalışmalarda, katyon değişimi yoluyla Na⁺ veya NH₄⁺ katyonlarınca zengin hale getirilmiş vermikülitlerin genleşme sıcaklıklarının düşürülebileceği ortaya konmuştur.

Vermikülitler kimyasal yöntemlerle de geliştirilebilmektedirler. Vermikülit ve flogopit örneklerinde genleştirme amacıyla H₂SO₄, HNO₃, HCl, H₃PO₄, zayıf asitler vb. reaktifler denenmekle birlikte en iyi sonuçlar H₂O₂ kullanımında elde edilmiştir [5-11]. Vermikülitler ve hidrojen peroksit arasındaki tepkimeler incelenerek genleşme

mekanizması, hidrojen peroksitin parçalanması sonucu oluşan oksijen gazının silikat tabakalarını ayırması ve hidroksil gruplarının yapıdan ani uzaklaşması sonucunda tabakalar arasındaki ve iç tabaka katyonlarındaki dengenin bozulmasına bağlı olarak gerçekleştiği şeklinde açıklanmıştır [56].

3.2. Mikrodalga Genleştirme

Vermikülit genleştirmesinde mikrodalga kullanılabileceği ve polar moleküllerle etkileşimi takiben genleşmenin daha da iyileştirilebileceği konusunda yapılan çalışmalar sonucunda 1973 yılında bir patent alınmıştır [12]. Daha düşük sıcaklıklarda daha yüksek verim ve kalitede genleşmiş ürünlerin daha ekonomik olarak elde edilebilmesi amaçları doğrultusunda minerallerin mikrodalga geliştirilmesi [14] ile araştırma ve endüstriyel ölçekli fırın dizaynları [18- 20] konusunda da patentler bulunmaktadır.

Literatürde vermikülitlerin mikrodalga ile geliştirilmesi konusunda yapılmış çok fazla çalışma bulunmamaktadır. 2003 yılında yapılan bir çalışmada [13] vermikülit ve flogopitin mikrodalga genleşme özellikleri incelenmiştir. White Westinghouse (Model KM-90 VP, 2400 MHz) mutfak tipi bir mikrodalga fırın kullanılarak gerçekleştirilen bu çalışmada; su, hidrojen peroksit çözeltisi (%10, %20), 1N LiCl ve CaCl₂ çözeltileri ile ön işleme tabi tutulmuş örneklerin ham örnekler ile 400°C sıcaklığa ısıtılmış ham örneklerin farklı mikrodalga güçlerinde (600, 950 and 1300 W) ve farklı sürelerdeki genleşme eğilimleri belirlenmiştir. Sonuçta; vermikülit örneklerinin su, H₂O₂, Li ve Ca ile ön işleme tabi tutulmaları durumunda genleşmedeki iyileşmenin ham < su < 10% H₂O₂ < Ca < 20% H₂O₂ < Li sırasında olduğu belirlenmiştir. Flogopit örneğinde ise ön işlemler sonrasında herhangi bir iyileşme gözlenmediği ve 400°C sıcaklığa ısıldıktan sonra tüm örneklerin genleşme özelliklerini yitirdikleri değerlendirilmesinde bulunulmuştur.

WD 800B tipi mikrodalga fırın kullanılan bir başka çalışmada [15] %5-30 derişimi aralığındaki H₂O₂ çözeltileri ile ön işleme tabi tutulmuş kuzeybatı Çin bölgesi vermikülit örneğinin farklı güç (160-800 W) ve farklı işlem sürelerindeki (30-150 saniye) genleşme özellikleri incelenmiştir. Yapılan değerlendirmede, hidrojen peroksitle işlem görmüş örneklerin genleşmelerinin daha iyi olduğu ve en iyi sonuçların 800 W gücünde elde edildiği ifade edilmiştir.

Marcos ve Rodrigues [16] tarafından yapılan çalışmada farklı vermikülit örneklerinin mikrodalga genleşme özellikleri ev tipi bir fırın (SHARP R64sT, 2.45 GHz) kullanılarak incelenmiş ve elde edilen sonuçlar ısı genleştirme (1000°C) ve vakum altında su uzaklaştırma (dehydration) verileri ile kıyaslanmıştır. Genleşmenin; numune miktarı (tane büyüklüğü), ışınlama süresi ve tepkime kabının cinsine bağlı olduğu dikkate alınarak cam kapaklı-kapaksız Petri kapları, porselen kapaklı-kapaksız porselen kaplar ve kapaklı-kapaksız cam mikrodalga fırın tabakları kullanılarak 800W gücünde 10-600 saniye sürelerde deneyler yapılmıştır. Elde edilen veriler XRD ve taramalı elektron mikroskobu yöntemleri kullanılarak irdelenmeye çalışılmıştır.

Ev tipi mikrodalga fırınların gücü sınırlı olup, elektrik alanının üç boyutta düzensiz bir dağılım göstermesinden ötürü malzemeler homojen olmayan bir şekilde ısınmakta ve boşlukta da çoklu sıcak noktalar (hotspots) oluşmaktadır. Bu nedenlerden dolayı ev tipi mikrodalga fırınlar bilimsel çalışmalar için yeterli bulunmamaktadır [17]. Florunso vd. [21] tarafından yapılan çalışmada vermikülit genleştirmesinde kullanılmak amacıyla sürekli olarak çalışan (2.45 GHz) bir mikrodalga fırın dizaynı yapılmış ve çeşitli vermikülit örnekleri ile fırın performansı test edilmiştir. Bu çalışmada; mineral fazının mikrodalgaya saydam (transparent) olması nedeniyle, vermikülit yapısının iç tabakasındaki suyun seçimli olarak ısıtılması dikkate alınarak optimizasyon yapılmıştır. Mikro dalga etkileşiminde iç tabakadaki suyun ısınması sonucu oluşan buharın oluşturduğu basınçla tabakaların açıldığı ve mekanizmanın klasik ısı işleminde gerçekleşenle aynı olduğu değerlendirilmesinde bulunulmuştur.

4. DENEYSEL ÇALIŞMALAR ve DEĞERLENDİRME

Deneysel çalışmalarda; Türkiye, Çin, Güney Afrika, Hindistan ve Uganda orijinli sekiz adet vermikülit ve bir adet de flogopit örneği kullanılmıştır (Çizelge 4.1.).

Çizelge 4.1. Deneylerde Kullanılan Örnekler

Örnek Kod No	Ticari Tanımlama	Ülke
T-1	Vermikülit	Türkiye
U-1	Vermikülit	Uganda
C-3	Vermikülit	Çin
SA-2	Vermikülit	Güney Afrika
In-1	Vermikülit	Hindistan
C-2	Vermikülit	Çin
SA-1	Vermikülit	Güney Afrika
C-1	Vermikülit	Çin
SA-3	Flogopit	Güney Afrika

4.1. Deney ve Analiz Numunelerinin Hazırlanması

Mevcut örnekler 3,35 ve 2 mm'lik elekler kullanılarak sınıflandırılmış ve ayrılan - 3,35 +2 mm'lik fraksiyonlar deneysel çalışmalarda kullanılmıştır. Bu fraksiyonlardan alınan yaklaşık 15 gramlık örnekler havanda öğütülerek tane büyüklükleri 500 µm'nin altına indirilerek kimyasal, XRD ve TG/DTA analizlerinde kullanılmışlardır.

4.2. Deney Numunelerinin Fiziksel, Kimyasal ve Mineralojik Özellikleri

Deneylerde kullanılan örneklerin kimyasal analizleri ACME laboratuvarında (Kanada) yaptırılmış ve sonuçlar Çizelge 4.2.'de verilmiştir.

TG değerlendirmelerine göre belli sıcaklık aralıklarındaki (25-100, 100-200, 700-1000°C) ağırlık azalmaları, yanma kaybı (YK) değerleri ile birlikte, Çizelge 4.3.'de verilmiştir. Tüm örneklerde 100, 200, 700, 1000°C sıcaklıklardaki toplam TG ağırlık azalması değerleri kıyaslamalı olarak Şekil 4.1.'de gösterilmiştir.

Deneylerde kullanılan örneklerin TG/DTA ve XRD analizleri yapılarak mineralojik ve ısıl davranım özellikleri belirlenmeye çalışılmıştır. Tüm örneklerin TG/DTA ve XRD desenleri Şekil 4.2. – Şekil 4.10.'da verilmiştir.

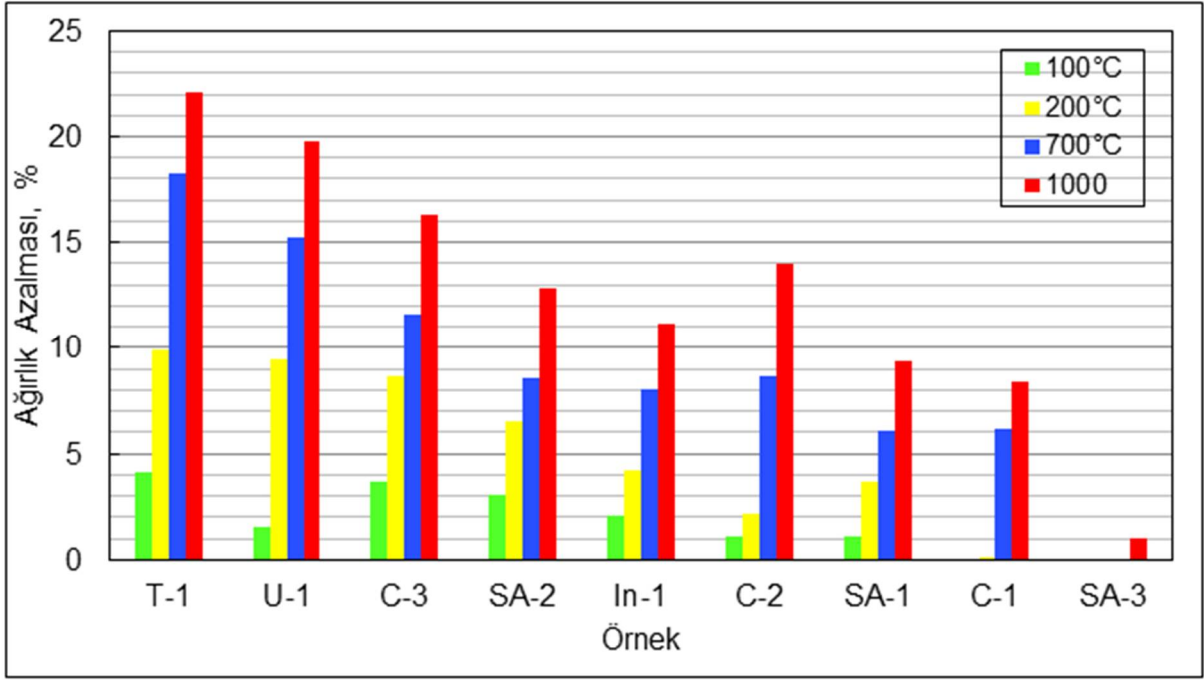
Çizelge 4.2. Deneylerde Kullanılan Örneklerin Kimyasal Bileşimleri

Element %	Örnekler								
	T-1	U-1	C-3	SA-2	In-1	C-2	SA-1	C-1	SA-3
SiO ₂	35,98	36,21	37,59	38,25	37,93	38,29	38,35	39,74	41,30
Al ₂ O ₃	14,92	12,88	14,07	12,18	15,20	15,70	9,22	10,51	10,49
Fe ₂ O ₃	13,32	8,00	7,69	5,48	13,22	16,92	8,17	11,90	6,61
MgO	14,64	22,20	22,26	23,56	15,22	9,72	21,80	16,72	24,89
CaO	3,91	0,34	2,49	2,51	1,02	2,09	3,33	7,75	0,62
Na ₂ O	0,16	0,05	0,05	1,70	0,86	0,39	0,12	0,26	0,08
K ₂ O	2,58	0,72	1,55	4,35	4,41	3,62	5,27	5,17	10,33
MnO	0,13	0,08	0,17	0,04	0,09	0,14	0,06	0,11	0,03
YK	11,40	17,80	13,60	9,80	9,90	9	11,70	6,10	4,60
Ba*	1493	251	411	2550	786	217	628	2281	758
Be*	<1	2	5	<1	3	2	1	<1	3
Cs*	9,30	1,40	3,80	4,80	2,6	21,80	11,70	2,8	21,40
Rb*	158,10	62,1	93,40	218,80	179,90	392,60	441,40	164,9	811,80
Sn*	3	<1	7	<1	2	4	<1	<1	1
La*	15	7,40	7,2	5,70	44,80	29,30	31,90	5,90	3
Pb*	4,3	0,90	1,3	1,20	2,60	2,40	1,90	1,20	1,20
Tl*	0,90	<0,1	0,50	0,30	0,40	1,70	0,50	0,30	0,80
Sr*	123,80	27,0	46,80	236,10	71,60	120,10	157,10	280,60	36,70

* ppm

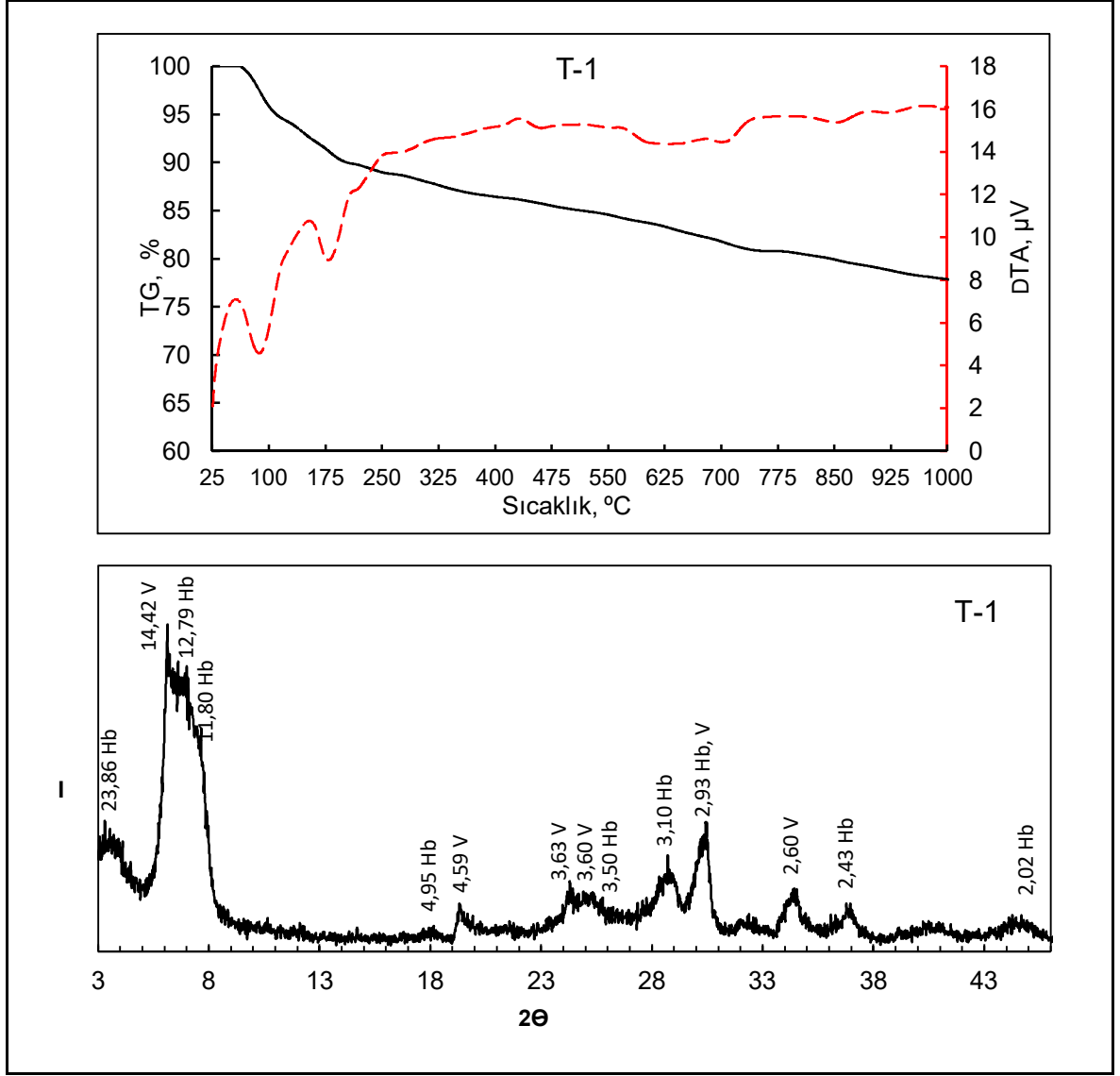
Çizelge 4.3. TG Analizinde Deney Örneklerinde Gözlenen Ağırlık Azalmaları

Sıcaklık Aralığı, °C	Ağırlık Azalması, %								
	T-1	U-1	C-3	SA-2	In-1	C-2	SA-1	C-1	SA-3
25-100	4,15	1,50	3,67	3,01	2,11	1,05	1,09	0,00	0,00
100-200	4,76	7,94	4,97	3,53	2,14	1,12	2,55	0,01	0,00
200-700	9,30	5,77	2,91	2,07	3,77	6,48	2,44	6,18	0,00
700-1000	3,92	4,56	4,73	4,22	3,17	5,36	3,30	2,19	1,03
Toplam	22,13	19,77	16,08	12,83	11,19	14,01	9,38	8,38	1,03
YK	11,40	17,80	13,60	9,80	9,90	9,00	11,70	6,10	4,60



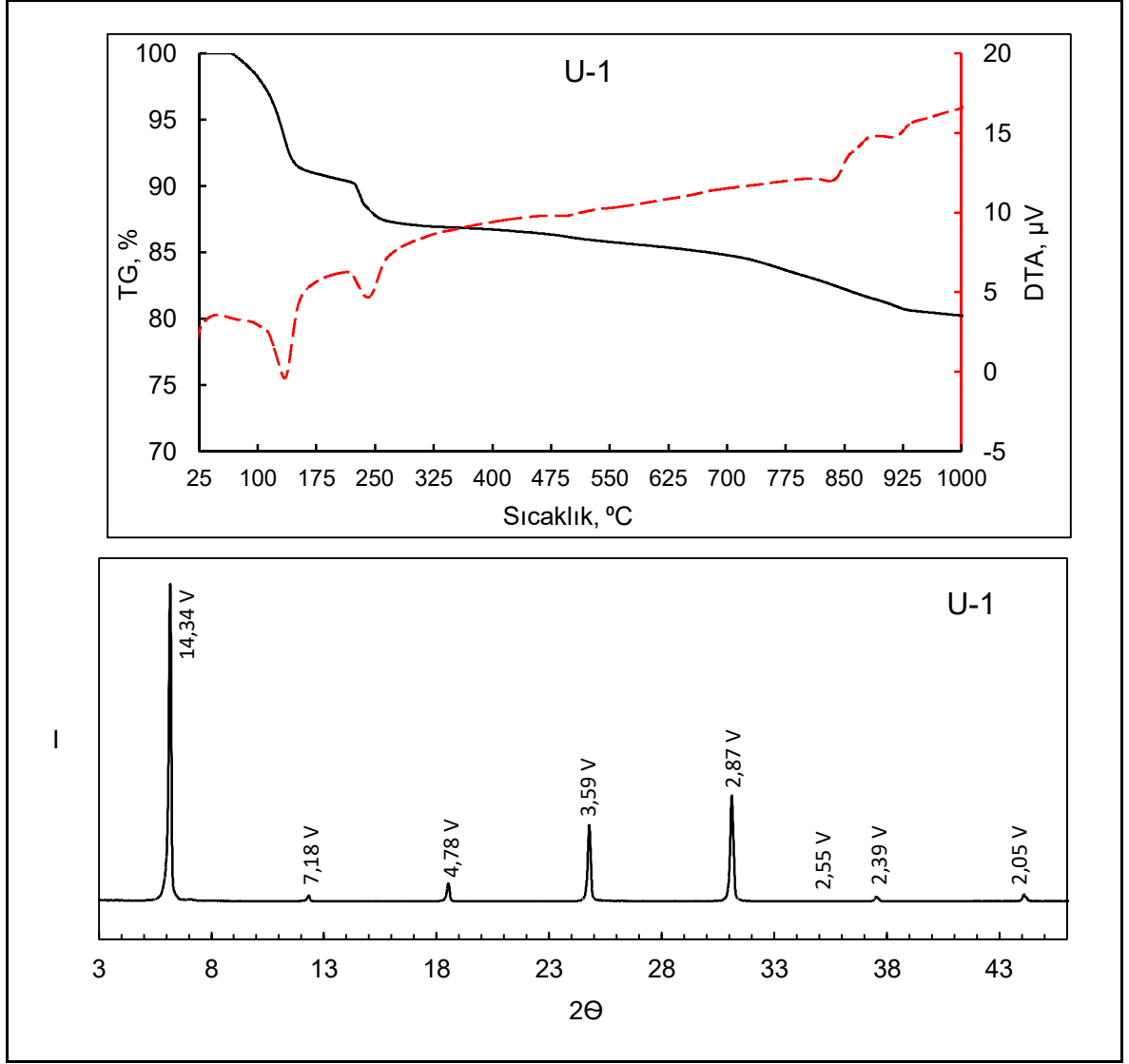
Sekil 4.1. Örneklerde TG Analizinde Gözlenen Ağırlık Değişimleri

T-1 Nolu örneğin (Şekil 4.2.) XRD deseninde $2\theta=4$ dolaylarında karakteristik hidrobiotit $[\text{Mg}_{2,3}\text{Fe}^{(+3)}_{0,6}\text{K}_{0,3}\text{Ca}_{0,1}\text{Si}_{2,8}\text{Al}_{1,2}\text{O}_{10}(\text{OH})_{1,8}\text{F}_{0,2}\cdot 3(\text{H}_2\text{O})]$ piki ve en şiddetli pikin gözleendiği bölgede de ($2\theta=6-8$) hidrobiotit ve vermikülit $[\text{Mg}_{0,7}(\text{Mg,Fe,Al})_6(\text{Si,Al})_8\text{O}_{20}(\text{OH})_4\cdot 8\text{H}_2\text{O}]$ ait pikler bulunmaktadır. Bu bölgedeki pik alanında ciddi bir genişleme olması örnekte K^+ ve Mg^{+2} gibi hidratize iç tabaka kationlarının varlığını ve düzenli bir biotit/vermikülit tabakalaşması olduğunu ($2\theta=7,84$) göstermektedir. Hidrobiotit olarak tanımlanan bu ara fazın biotitin vermikülit dönüşmesi sırasında oluştuğu ifade edilmektedir. TG eğrisi örnekte 200°C sıcaklığa kadar %8,91, $200-700^\circ\text{C}$ arasında %9,30 ve $700-1000^\circ\text{C}$ arasında da %3,92 olmak üzere toplam %22,13'lük bir ağırlık azalması olduğunu göstermektedir. Bu değer tüm örnekler arasında belirlenmiş en yüksek değer olup, YK değeri %11,40 olarak belirlenmiştir. DTA eğrisinde $60-200^\circ\text{C}$ arasındaki sıcaklık bölgesinde iki adet endotermik pik gözlenmektedir. Bu pikler, düşük sıcaklıklarda iç tabakadaki değişebilir kationların özelliklerine bağlı olarak bulunmakta olan suyun uzaklaşmasından kaynaklanmaktadır. Yaklaşık olarak $415-720^\circ\text{C}$ arasındaki yayvan endotermik pikler ise iç tabakada kalan suyun uzaklaşmasını göstermektedir. 720°C 'nin üzerindeki sıcaklıklarda gözlenen endotermik pikler ise hidroksil uzaklaşması ve buna bağlı olarak muhtemelen enstatin veya olivine benzer bir fazın oluşması şeklinde açıklanabilir.



Şekil 4.2. T-1 Nolu Örneğin TG/DTA ve XRD Desenleri

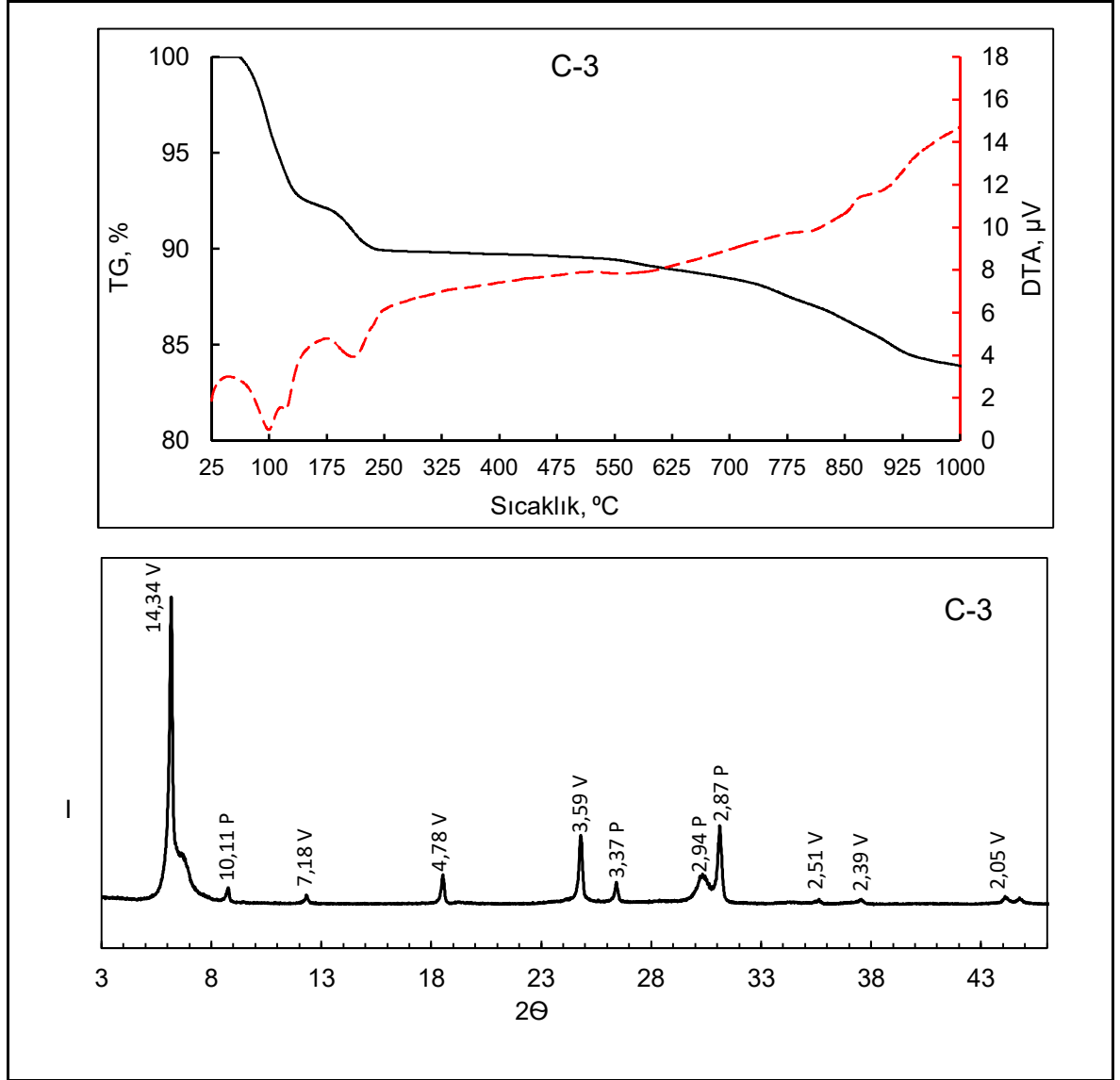
U-1 Nolu örneğin (Şekil 4.3.) XRD desenindeki tüm pikler ASTM Kart No:16-613 ile uyumlu olarak vermikülit varlığını göstermektedir. Örneğin kimyasal analiz sonucu da (Çizelge 4.2.), vermikülit bileşimini doğrular niteliktedir. TG eğrisi örnekte 200°C sıcaklığa kadar %9,44, 200-700°C arasında %5,77 ve 700-1000°C arasında da %4,56 olmak üzere toplam %19,77'lik bir ağırlık azalması olduğunu göstermektedir. Bu ağırlık azalması örnekler arasında en yüksek ikinci değer olup, belirlenen YK değeri (%17,80) ise en yüksek değer durumundadır. DTA eğrisinde, iç tabakadaki değişebilir katyonlara bağlı suyun uzaklaşması nedeniyle, 90-275°C arasındaki sıcaklık bölgesinde iki adet endotermik pik bulunmaktadır. 790-1000°C arasındaki endotermik pikler ise hidroksil uzaklaşması ve buna bağlı olarak olası faz değişimini göstermektedir.



Şekil 4.3. U-1 Nolu Örneğin TG/DTA ve XRD Desenleri

C-3 Nolu örneğin (Şekil 4.4.) XRD desenindeki piklerin önemli bir kısmı vermikülit pikleri ile uyum göstermekte ve az sayıda da flogopit [$\text{KMg}_3\text{Si}_3\text{AlO}_{10}(\text{F},\text{OH})_2$] pikleri bulunmaktadır. Vermikülitin en şiddetli pikinin gözleendiği bölgede birden fazla pik bulunmakta ve örnekte hidratize iç tabaka katyonlarının bulunduğuna işaret etmektedir. Kimyasal bileşimin U-1 kodlu örnekle büyük benzerlik gösterdiği fakat K^+ ve Ca^{+2} içeriklerinin daha yüksek olduğu görülmektedir. Bu örneğin vermikülit/az miktarda flogopit tabakalanması gösterdiğini ifade etmek mümkündür. TG eğrisi örnekte 200°C sıcaklığa kadar %8,64, 200-700°C arasında %2,91 ve 700-1000°C arasında da %4,73 olmak üzere toplam %16,08'lik bir ağırlık azalması olduğunu göstermektedir. Bu ağırlık azalması örnekler arasında en yüksek üçüncü değer olup, %13,60 olarak belirlenen YK değeri ise en yüksek ikinci değer durumundadır. DTA eğrisinde, nem ve iç tabakadaki değişebilir

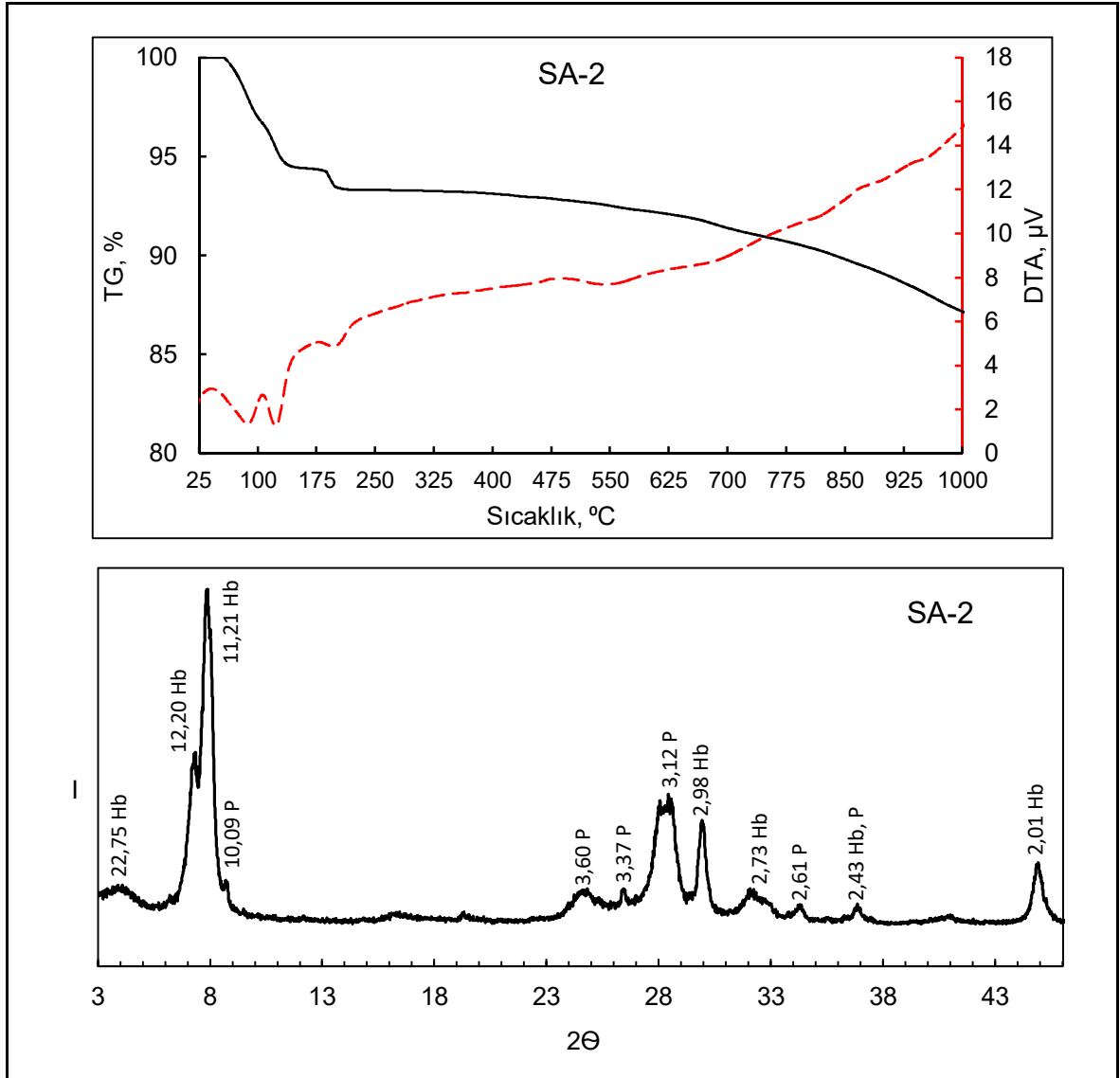
katyonlara bağılı suyun uzaklaşması nedeniyle, 60-235°C arasındaki sıcaklık bölgesinde üç adet endotermik pik bulunmaktadır. 535-586°C arasındaki yayvan endotermik pik iç tabakadaki suyun uzaklaşması, 780-930°C arasındaki iki endotermik ve arasında bir ekzotermik pik de hidroksil uzaklaşması ve buna bağılı olarak faz değişimine işaret etmektedir.



Şekil 4.4. C-3 Nolu Örneğin TG/DTA ve XRD Desenleri

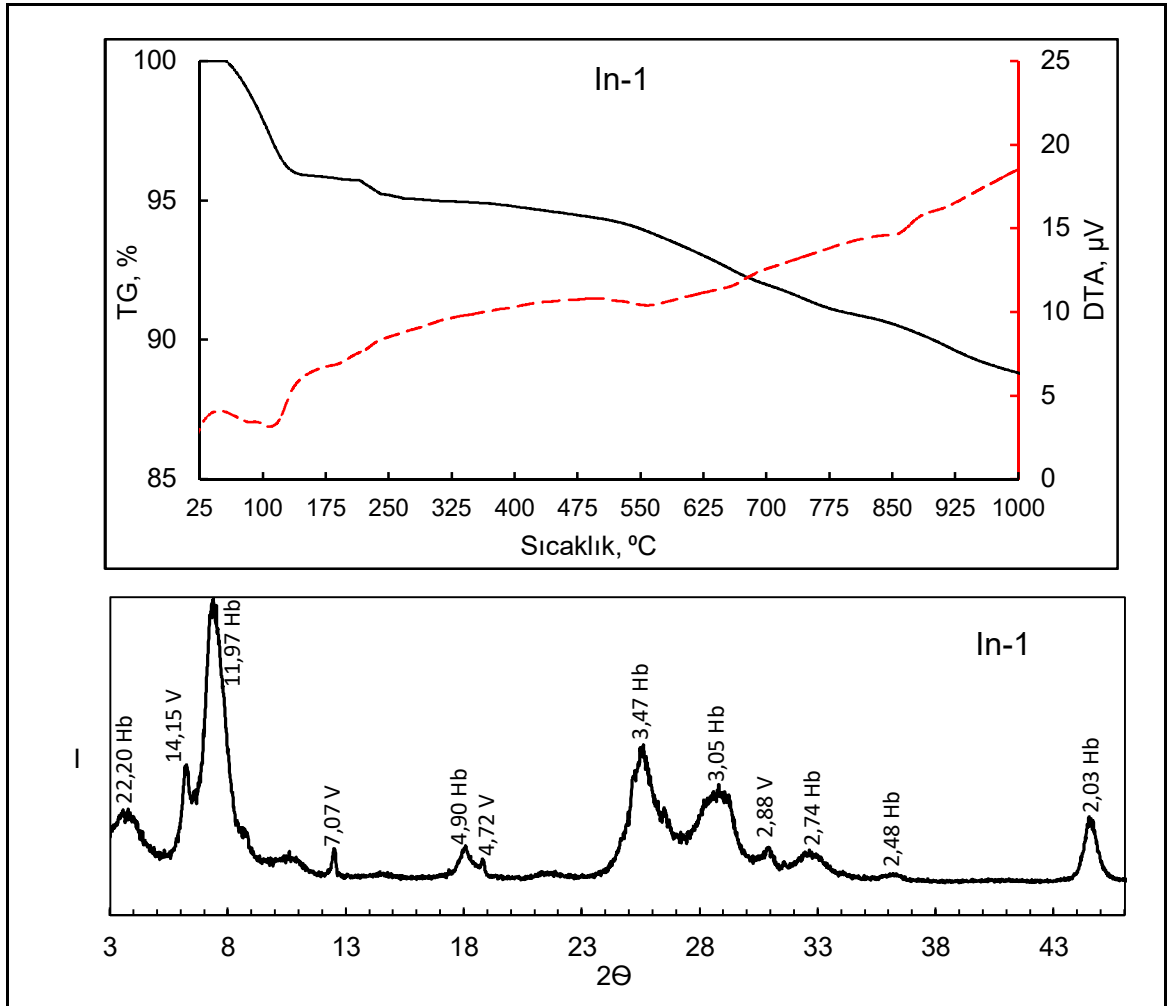
SA-2 Nolu örneğin (Şekil 4.5.) XRD deseninde $2\theta=4$ dolaylarında tipik hidrobiotit piki yanında, diğer hidrobiotit ve flogopit pikleri bulunmaktadır. En şiddetli pikin gözlemlendiği bölgede ($2\theta=6-9$) iki tanesi hidrobiotit ve bir tanesi de flogopite ait üç adet pik bulunmakta ve bu durum örnekte K^+ ve Mg^{+2} gibi hidratize iç tabaka katyonlarının bulunduğunu ve düzenli bir biotit/flogopit tabakalaşması olduğunu göstermektedir.

Kimyasal analiz sonuçları örneğin Mg içeriğinin en yüksek değerinde ve K içeriğinin de bir hayli yüksek olduğunu göstermektedir. TG eğrisi örnekte 200°C sıcaklığa kadar %6,54, 200-700°C arasında %2,07 ve 700-1000°C arasında da %4,22 olmak üzere toplam %12,83'lük bir ağırlık azalması olduğunu göstermektedir ve YK değeri de %9,80 olarak belirlenmiştir. DTA eğrisinde 37-212°C arasındaki sıcaklık bölgesinde üç adet endotermik pik gözlenmektedir. Bu pikler, nem ve düşük sıcaklıklarda iç tabakadaki değişebilir katyonların özelliklerine bağlı olarak bulunan suyun uzaklaşmasını ve 480-585°C arasındaki endotermik pik ise iç tabakadaki suyun kalan kısmının uzaklaşmasını göstermektedir. 772-1000°C arasındaki sıcaklıklarda gözlenen endotermik ve ekzotermik pikler ise hidroksil uzaklaşması ve buna bağlı olarak muhtemelen yeni faz oluşumunu göstermektedir.



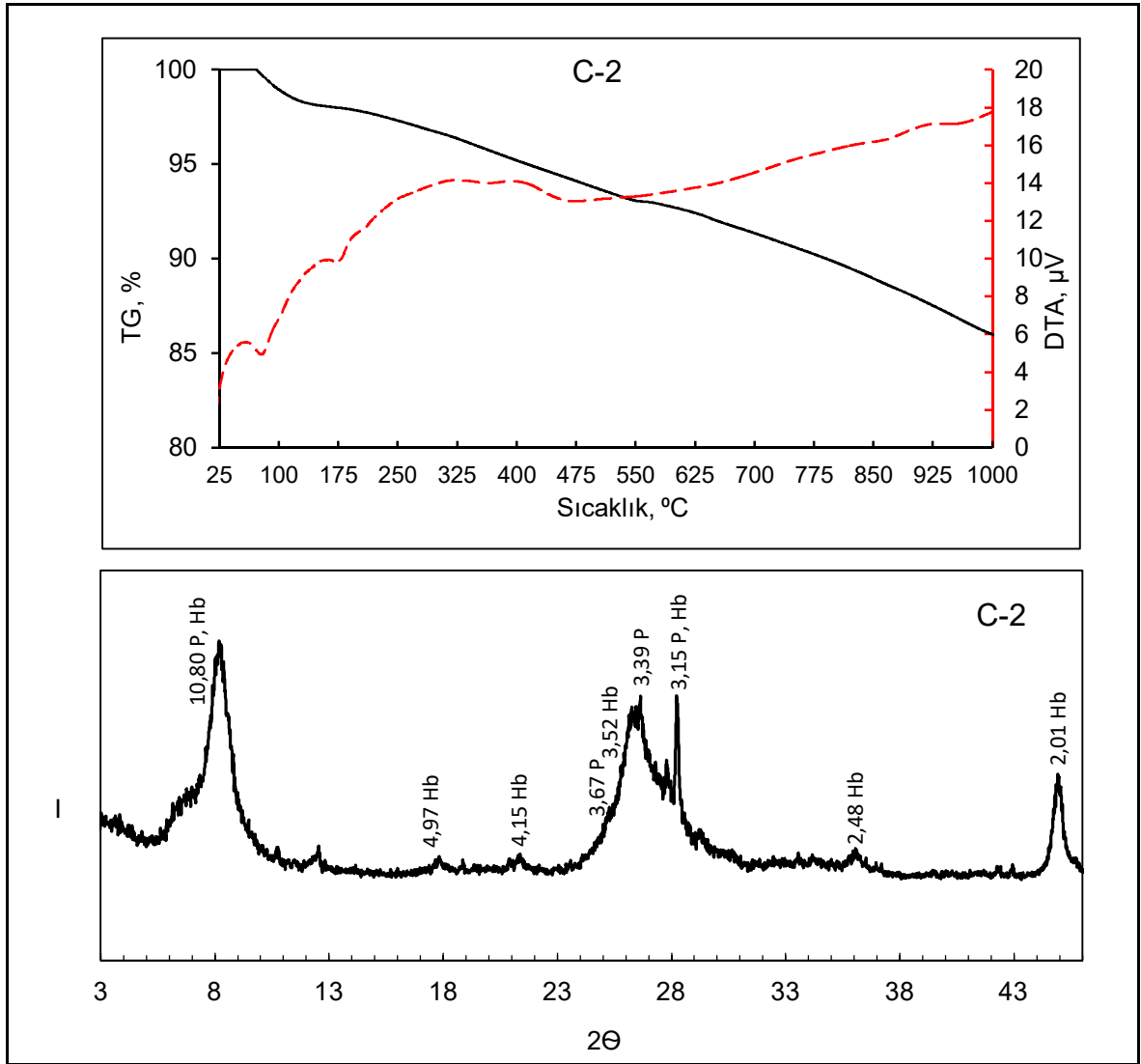
Şekil 4.5. SA-2 Nolu Örneğin TG/DTA ve XRD Desenleri

In-1 Nolu örneğin (Şekil 4.6.) XRD deseninde hidrobiotit yanında vermikülit pikleri de bulunmaktadır. En şiddetli pikin gözleendiği bölgede ($2\Theta=6-9$) üç adet pik bulunmaktadır. Bu durum örnekte K^+ ve Mg^{+2} gibi hidratize iç tabaka katyonlarının bulunduğunu göstermektedir. Bu örnekte hidrobiotit/vermikülit tabakalaşmasından söz etmek mümkündür. Kimyasal analiz sonuçları örneğin K içeriğinin oldukça yüksek (%4,41) olduğunu göstermektedir. TG eğrisine göre örnekte 200°C sıcaklığa kadar %4,25, 200-700°C arasında %3,77 ve 700-1000°C arasında da %3,17 olmak üzere toplam %11,19'luk bir ağırlık azalması olmaktadır. YK değeri %9,90 olarak belirlenmiştir. DTA eğrisinde 60-225°C arasındaki sıcaklık bölgesinde üç adet endotermik pik gözlenmektedir. Bu pikler, nem ve düşük sıcaklıklarda iç tabakadaki değişebilir katyonların özelliklerine bağlı olarak bulunan suyun uzaklaşmasını, 500-600°C arasındaki endotermik pik ise iç tabakadaki suyun diğer kısmının uzaklaşmasını göstermektedir. 800-900°C arasındaki sıcaklıklarda gözlenen endotermik pik ise hidroksil uzaklaşmasını göstermektedir.



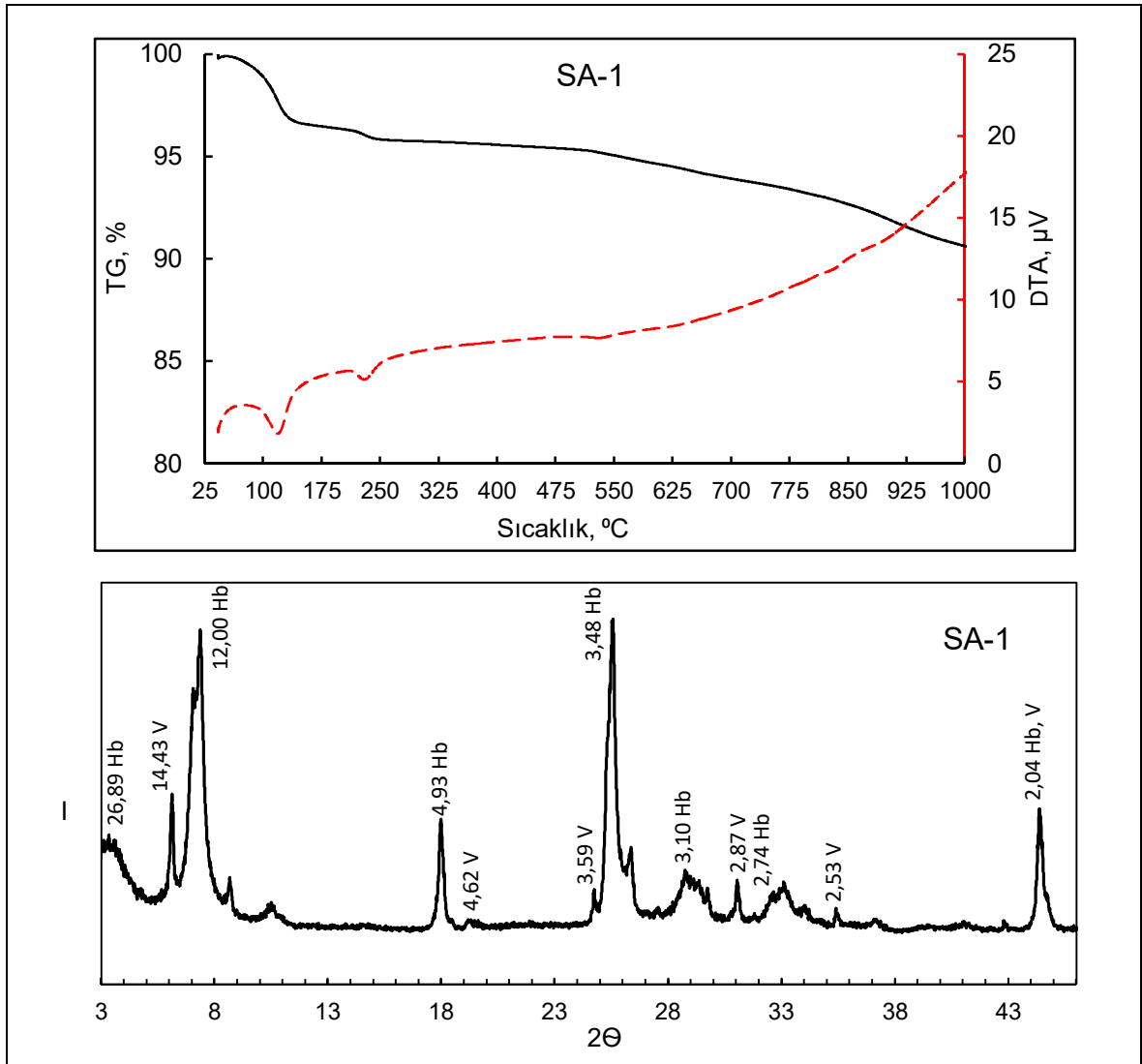
Şekil 4.6. In-1 Nolu Örneğin TG/DTA ve XRD Desenleri

C-2 Nolu örneğin (Şekil 4.7.) XRD deseninde hidrobiotit ve flogopit pikleri mevcuttur. En şiddetli pikin gözleendiği bölgede yayvan bir pik bulunmaktadır. Bu örnekte hidrobiotit/flogopit tabakalanması bulunmaktadır. TG eğrisi örnekte 200°C sıcaklığa kadar %2,17, 200-700°C arasında %6,48 ve 700-1000°C arasında da %5,36 olmak üzere toplam %14,01'lik bir ağırlık azalması olduğunu göstermektedir. YK değeri %9,00 olarak belirlenmiştir. DTA eğrisinde 42,7-176°C arasındaki sıcaklık bölgesinde iki adet endotermik pik gözlenmektedir. Bu pikler, nem ve düşük sıcaklıklarda iç tabakadaki değişebilir katyonların özelliklerine bağlı olarak bulunan suyun uzaklaşmasından kaynaklanmaktadır. 308-535°C arasındaki iki endotermik pik iç tabakadaki suyun diğer kısmının uzaklaşmasını göstermektedir. 800-983°C arasındaki sıcaklıklarda gözlenen iki endotermik pik ise hidroksil uzaklaşması ve buna bağlı olarak muhtemelen yeni bir fazın oluşması şeklinde açıklanabilir.



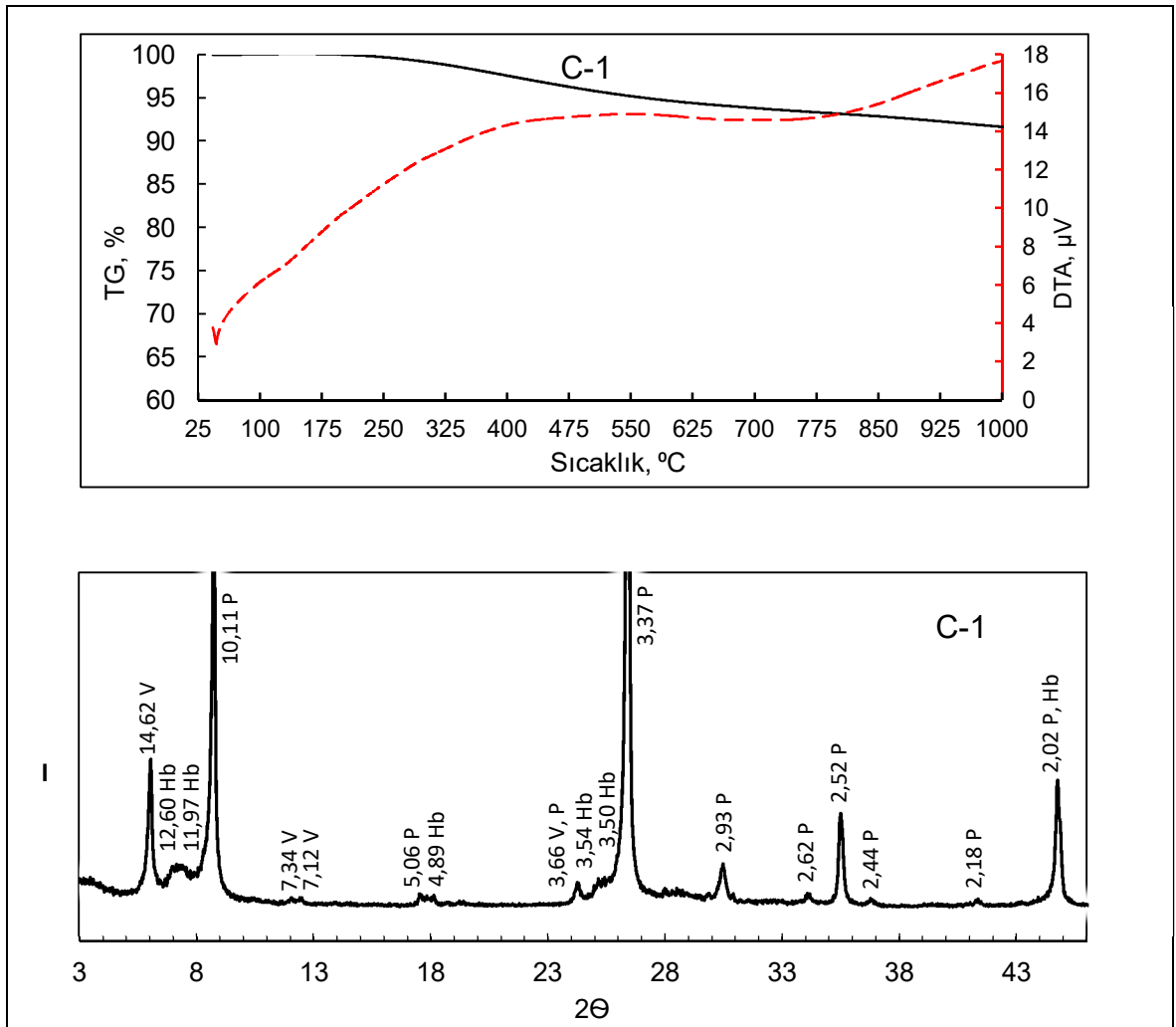
Şekil 4.7. C-2 Nolu Örneğin TG/DTA ve XRD Desenleri

SA-1 Nolu örneğin (Şekil 4.8.) XRD deseninde oldukça belirgin şekilde hidrobiotit ve vermikülit pikleri gözlenmektedir. Örnekte düzenli bir biotit/vermikülit tabakalaşması olduğunu söylemek mümkündür. Kimyasal analiz sonuçları örneğin K içeriğinin ikinci en yüksek değerinde (%5,27) olduğunu göstermektedir. TG eğrisi örnekte 200°C sıcaklığa kadar %3,64, 200-700°C arasında %2,44 ve 700-1000°C arasında da %3,30 olmak üzere toplam %9,38'lik bir ağırlık azalması olduğunu göstermektedir. YK değeri %11,70 olarak belirlenmiştir. DTA eğrisinde 80-250°C arasındaki sıcaklık bölgesinde iki adet endotermik pik gözlenmektedir. Bu pikler, nem ve düşük sıcaklıklarda iç tabakadaki değişebilir katyonların özelliklerine bağlı olarak bulunan suyun uzaklaşmasını, 506-538°C arasındaki zayıf endotermik pik iç tabakadaki suyun diğer kısmının uzaklaşmasını göstermektedir. 800°C'ın üzerindeki sıcaklıklardaki hidroksil uzaklaşması ve buna bağlı olarak olası faz değişimine ilişkin pikler çok net olarak gözlenmemektedir.



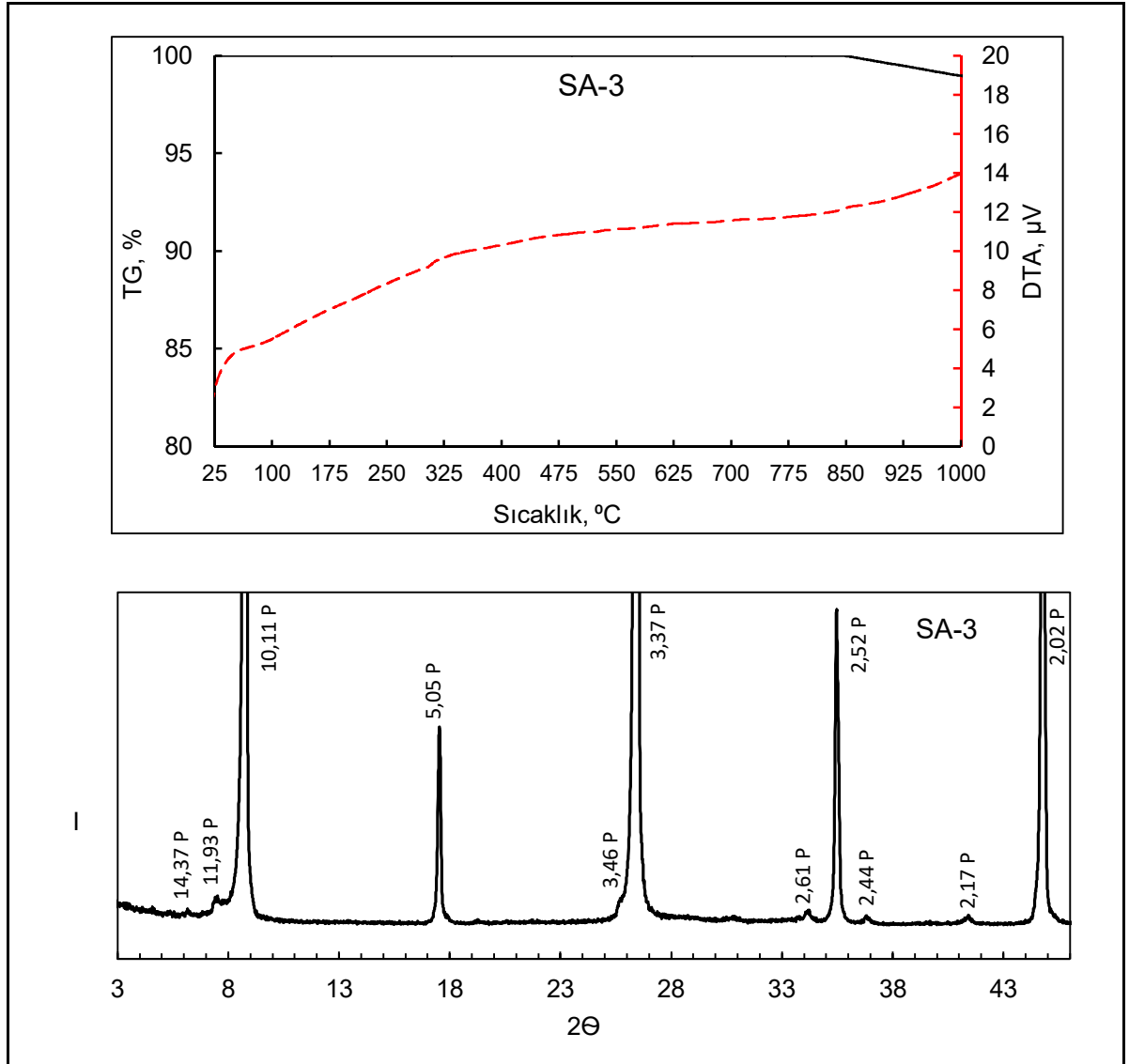
Şekil 4.8. SA-1 Nolu Örneğin TG/DTA ve XRD Desenleri

C-1 Nolu örneğin (Şekil 4.9.) XRD desenindeki piklerin önemli bir kısmı ASTM Kart No:16-35 ile uyumlu olarak flogopit ve aynı zamanda vermikülit ve hidrobiotit varlıklarını da göstermektedir. Örneğin kimyasal bileşimi incelendiğinde; kalsiyum içeriğinin en yüksek (%7,75), potasyum içeriğinin en yüksek üçüncü (%5,17) ve magnezyum içeriğinin de oldukça yüksek (%16,67) oldukları görülmektedir. Örneğin flogopit/vermikülit/hidrobiotit tabakalanması gösterdiği anlaşılmaktadır. TG eğrisi örnekte 200°C sıcaklığa kadar hemen hiç ağırlık azalması olmadığı (%0,01), 200-700°C arasında %6,18 ve 700-1000°C arasında da %2,19 olmak üzere toplam %8,38'lik bir ağırlık azalması olduğunu göstermektedir. YK değeri %6,10 olarak belirlenmiştir. YK değeri saf flogopit (SA-3) örneğinden sonra en düşük değerdedir. Örneğin DTA eğrisinde ise 500°C sıcaklığa kadar herhangi bir değişim gözlenmemekte ve 500-1000°C arasındaki sıcaklık bölgesinde ise yayvan bir endotermik pik gözlenmektedir.



Şekil 4.9. C-1 Nolu Örneğin TG/DTA ve XRD Desenleri

SA-3 Nolu örneğin (Şekil 4.10.) XRD desenindeki tüm pikler flogopit olduğunu göstermekte ve ASTM Kart No:16-352 ile tam bir uyum bulunmaktadır. Örneğin kimyasal bileşimi incelendiğinde; beklentiler doğrultusunda potasyum ve magnezyum içeriklerinin de oldukça yüksek oldukları görülmektedir. TG eğrisi örnekte 700°C sıcaklığa kadar herhangi bir ağırlık azalması olmadığı, 700-1000°C arasında ise %1,03'lük bir ağırlık azalması olduğunu göstermektedir. YK değeri %4,60 olarak belirlenmiştir. YK değeri tüm örnekler arasında en düşük değerdedir. Örneğin DTA eğrisinde ise 1000°C sıcaklığa kadar herhangi bir değişim gözlenmemektedir.



Şekil 4.10. SA-3 Nolu Örneğin TG/DTA ve XRD Desenleri

XRD ve kimyasal analiz değerlendirmeleri dikkate alındığında, deneysel çalışmalarda kullanılan örneklerin farklı karakterlerde olduğu görülmektedir. XRD

sonularına gre; U-1 ve SA-3 nolu rnekler sırasıyla vermiklit ve flogopit verileriyle tam uyum gstermektedirler. T-1, In-1 ve SA-1 nolu rnekler hidrobiotit-vermiklit, C-3 nolu rnek vermiklit-flogopit, SA-2 ve C-2 nolu rnekler hidrobiotit-flogopit, C-1 nolu rnek ise hidrobiotit-vermiklit-flogopit iermektedirler.

4.3. Isıl Genleřtirme Deneyleri

-3,35 +2 mm tane boyu aralığında hazırlanan rneklerden 3 gramlık tartımlar alınarak řamot bir tepsi ierisinde, 220 g'lık propan ilaveli butan gazı ieren tpe baėlı ayarlanabilir el tipi Bulin marka seyyar alev beki (řekil 4.11.) kullanılarak, ısıl genleřtirme deneyleri yapılmıřtır. Flogopit rneėi (SA-3) byk el rneklerinden kare řeklinde kesilerek ortalama tane byklė 2 mm olacak řekilde hazırlanmıřtır. Bu deneyler, aynı alev ayar kořullarında 30 saniye sreyle gerekleřtirilmiř ve bazı genleřme potansiyeli devam eden rneklerde sre 65 saniyeye kadar uzatılmıřtır. Alevin u noktasında llen en yksek sıcaklık 1060°C olarak belirlenmiřtir.



řekil 4.11. Isıl Genleřtirmede Kullanılan Alev Beki

Deneylerde; genleşme öncesi ve genleşme sonrası birim hacim ağırlıkları belirlenerek bir değerlendirme yapılmış ve genleştirme deneyleri toplu sonuçları Çizelge 4.4.'de verilmiştir.

Çizelge 4.4. Alevde Genleştirme Deneyleri Sonuçları

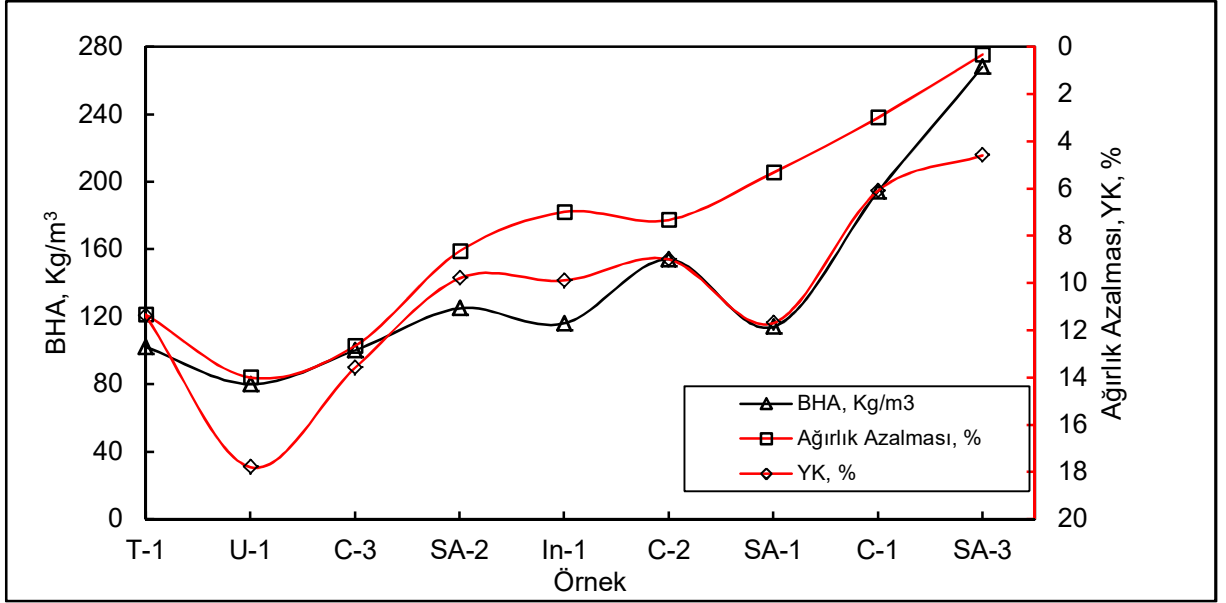
Örnek Kod No	Genleştirme Süresi, Sn	Doğal BHA, kg/m ³	Ağırlık Azalması, %	Genleşme Sonrası BHA, kg/m ³	Doğal BHA /Genleşme Sonrası BHA Oranı
T-1	30	800	11,33	102	7,84
U-1	35	600	14,00	80	7,50
C-3	30	680	12,67	100	6,80
SA-2	65	850	8,66	125	6,80
ln-1	30	750	7,00	116	6,47
C-2	30	889	7,33	154	5,77
SA-1	30	800	5,33	114	7,02
C-1	30	889	3,00	194	4,58
SA-3	30	461	0,33	268	1,72

Isıl genleştirmede; U-1 ve SA-2 Nolu örneklerde 30 saniyelik süre yeterli olmamış ve genleşme sırasıyla 35 ve 65 saniyelerde tamamlanabilmiştir. Isıl genleştirme deneylerinde en düşük BHA'lığı değeri U-1 Nolu vermikülit örneğinde ve en yüksek değer de SA-3 Nolu flogopit örneğinde elde edilmiştir. BHA'lığı sıralaması en yükseğe doğru U-1 < C-3 < T-1 < SA-1 < ln-1 < SA-2 < C-2 < C-1 < SA-3 şeklinde gerçekleşmiştir.

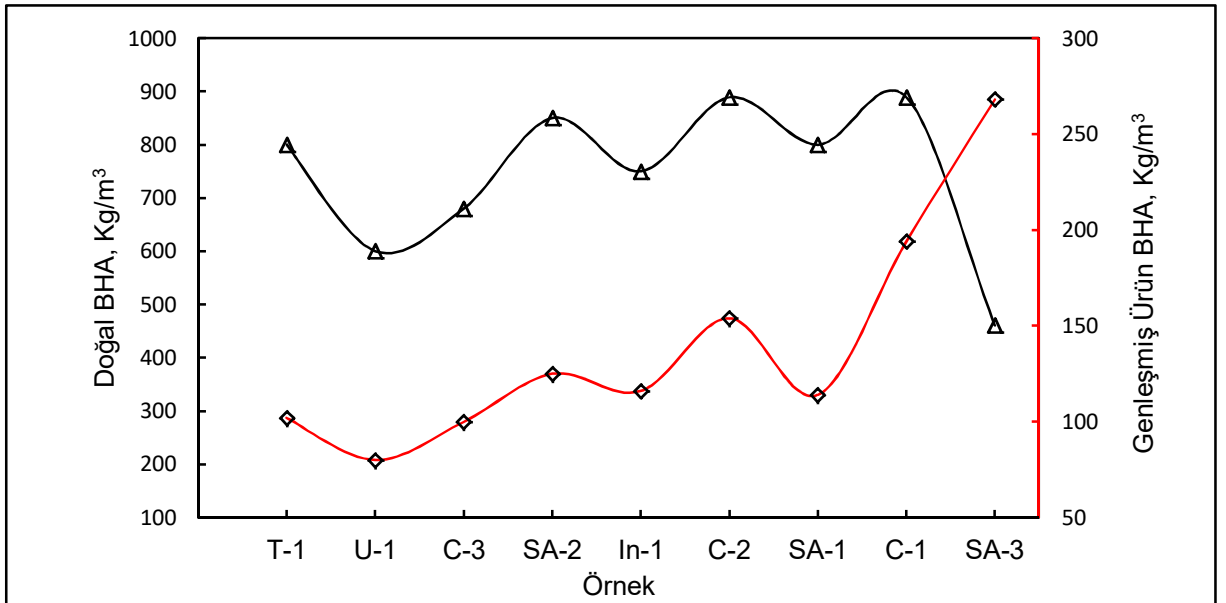
Isıl genleştirme sonucunda elde edilen BHA'lığı değerleri dikkate alındığında, oldukça saf vermikülitin (U-1) biraz daha uzun süre gerektirse de en iyi genleşmeyi gösterdiği ve flogopitin ise (SA-3) genleşme özelliğinin olmadığı görülmektedir. Az miktarda flogopit içeren vermikülit örneği (C-3) oldukça iyi bir genleşme göstermekte; daha sonraki sıralanma ise vermikülit-hidrobitit tabakalanması (T-1, ln-1, SA-1), hidrobitit-flogopit tabakalanması (SA-2, C-2) ve hidrobitit-vermikülit-flogopit (C-1) tabakalanması gösteren örnekler şeklinde gerçekleşmektedir.

Şekil 4.12.'de ısıl genleştirme sonrasındaki BHA'lıkları ile ağırlık azalmaları ve örneklerin yanma kaybı değerlerindeki, Şekil 4.13.'de de ısıl genleştirme öncesi ve sonrası BHA değerleri arasındaki değişimler gösterilmiştir. Genleşme sonrası ulaşılan BHA'lığı değerleri ile genleşme sırasında gözlenen ağırlık azalmaları ve yanma kaybı değerleri arasında genel anlamda bir uyum olduğunu söylemek mümkündür. En küçük doğal BHA'lığı değerine sahip olmakla birlikte, ısıl işlem sırasında en az ağırlık azalmasına uğrayan ve en düşük yanma kaybı değerine sahip olan SA-3 Nolu flogopit örneğinin genleşme derecesi ihmal edilebilir ölçülerdedir. Örneklerin doğal BHA'lıkları ve

Isıl genişleme sonucu elde edilen BHA'lıkları arasında, SA-3 flogopit ve C-1 (hidrobiotit-vermikülit-flogopit) örnekleri dışında, oldukça iyi bir uyum bulunmaktadır. Bu örneklerde; en yüksek Doğal BHA / Genleşme Sonrası BHA Oranı 7,84 ile T-1 Nolu örnekte gözlenirken bu oran diğer örneklerde 5,77-7,50 arasında değişmektedir. BHA'lıkları arasındaki oran C-1 Nolu örnekte 4,58 ve SA-3 Nolu örnekte de 1,72 değerlerine kadar düşmektedir.



Şekil 4.12. Isıl Genleştirme sonrası BHA, Ağırlık Azalması ve YK Değerleri



Şekil 4.13. Isıl Genleştirme Öncesi ve Sonrası BHA Değerleri

4.4. Mikrodalga Genleştirme Deneyleri

-3,35 +2 mm tane boyu aralığında ve SA-3 örneğinden de kare şeklinde ortalama tane büyüklüğü 2mm olan 4'er gramlık örnekler kullanılarak mikrodalga genleştirme deneyleri yapılmıştır. Mikrodalga genleştirme deneylerinde Samsung marka triple distribution sistemli (TDS) ve en fazla 800W gücüne kadar çıkabilen mutfak tipi bir mikrodalga fırın kullanılmıştır. Mikrodalga genleştirme deneyleri 450, 600 ve 800W değerlerinde ve 1, 3 ve 5 dakikalık sürelerde gerçekleştirilmiştir. Genleştirme sırasında örneklerde gözlenen ağırlık azalmaları ve BHA'lıkları Çizelge 4.5. - Çizelge 4.7.'de verilmiştir.

Çizelge 4.5. 450W Gücünde Örneklerde Gözlenen Ağırlık Azalmaları ve BHA'lıkları

Süre (Dak)	Ağırlık Azalması, %								
	T-1	U-1	C-3	SA-2	In-1	C-2	SA-1	C-1	SA-3
1	10,25	7,67	6,67	6,67	5,00	2,50	2,25	1,00	---
3	11,00	10,33	8,33	7,67	6,00	3,50	3,75	1,50	---
5	11,50	10,67	10,00	8,00	6,00	3,50	3,75	1,50	---
BHA, Kg/m ³									
0	800	600	680	850	750	889	800	889	461
1	112	163	187	233	237	389	301	440	461
3	107	141	172	231	235	386	226	438	461
5	104	141	159	230	235	386	240	438	461

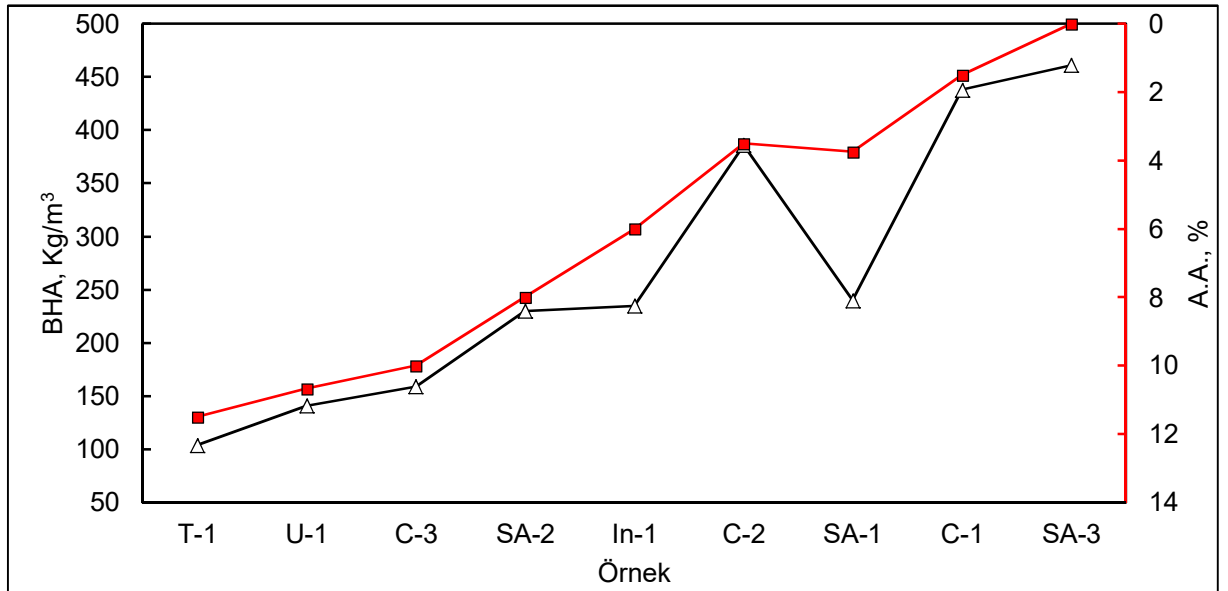
Çizelge 4.6. 600W Gücünde Örneklerde Gözlenen Ağırlık Azalmaları ve BHA'lıkları

Süre (Dak)	Ağırlık Azalması, %								
	T-1	U-1	C-3	SA-2	In-1	C-2	SA-1	C-1	SA-3
1	10,50	9,67	7,33	7,67	6,00	3,75	3,50	1,25	---
3	11,00	10,67	9,33	8,00	6,67	4,50	3,75	1,50	---
5	12,00	10,63	10,67	8,00	6,67	5,00	4,50	1,75	---
BHA, Kg/m ³									
0	800	600	680	850	750	889	800	889	461
1	105	159	174	213	201	385	175	395	461
3	105	158	151	197	187	382	167	394	461
5	103	141	149	197	187	345	159	393	461

Çizelge 4.7. 800W Gücünde Örneklerde Gözlenen Ağırlık Azalmaları ve BHA'lıkları

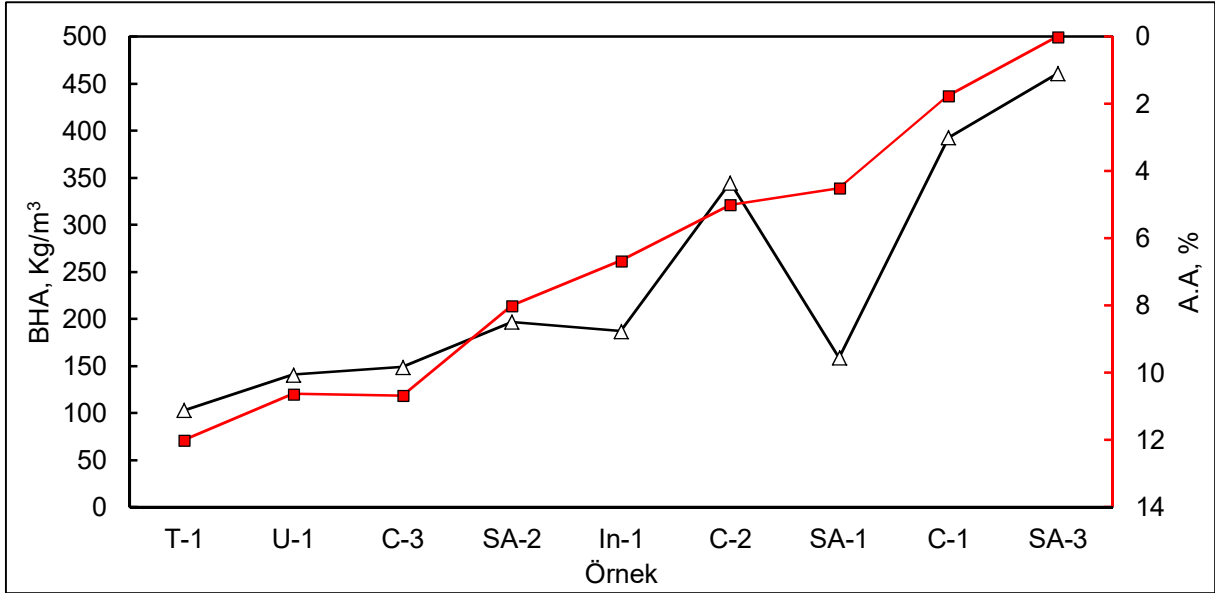
Süre (Dak)	Ağırlık Azalması, %								
	T-1	U-1	C-3	SA-2	In-1	C-2	SA-1	C-1	SA-3
1	12,25	10,67	10,00	7,67	6,67	4,25	4,25	1,50	---
3	12,25	10,33	10,67	8,33	7,33	5,00	4,75	2,25	---
5	12,25	11,00	11,67	9,33	7,67	5,00	4,75	2,50	0,22
BHA, Kg/m ³									
0	800	600	680	850	750	889	800	889	461
1	100	149	129	198	200	319	142	358	461
3	100	149	128	183	199	292	131	355	461
5	100	140	126	181	198	271	127	354	418

Şekil 4.14.'te 5 dakika süreyle 450W gücünde gerçekleştirilen mikrodalga genleştirme işlemi sonucunda örneklerde gözlenen ağırlık azalması ve ulaşılan BHA'lığı değerleri verilmiştir. Bu koşullarda yapılan deneylerde örneklerde gözlenen ağırlık azalmasına bağlı olarak ulaşılan BHA'lıkları arasında tam bir uyum bulunmakta ve BHA'lığı sıralaması en düşüğe doğru T-1 < U-1 < C-3 < SA-2 < In-1 < SA-1 < C-2 < C-1 şeklinde gerçekleşmiştir. SA-3 nolu flogopit örneğinde ise herhangi bir ağırlık değişimi olmamış ve BHA'lığı aynı kalmıştır.

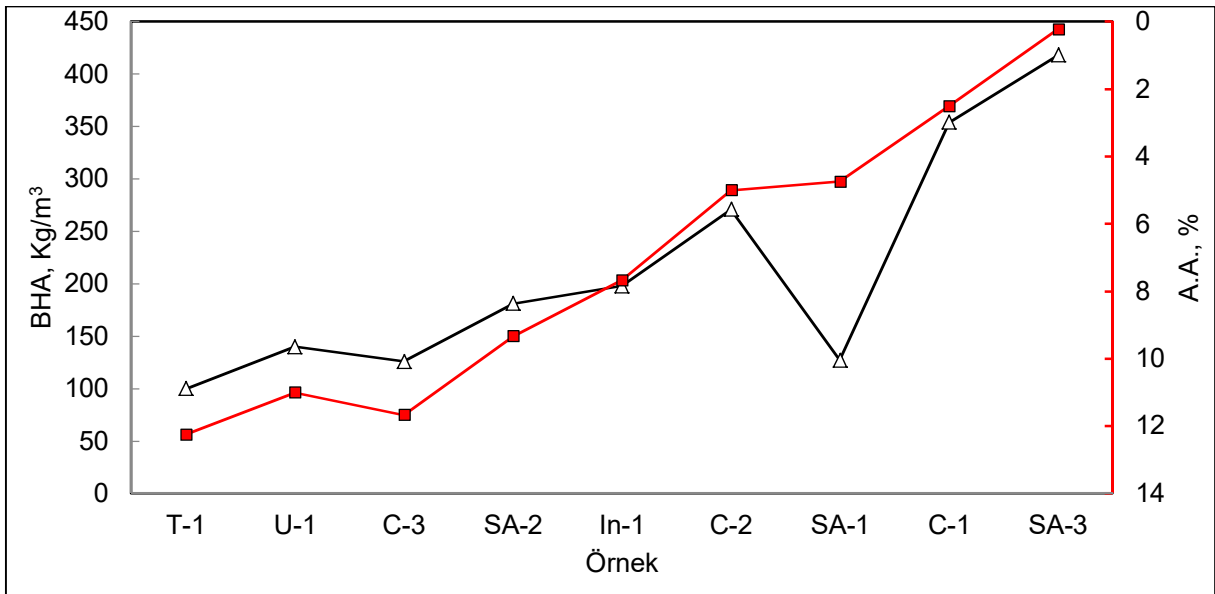


Şekil 4.14. Mikrodalga Genleştirmede (450 W, 5 dak.) BHA ve A.A. Değerleri

Şekil 4.15. ve Şekil 4.16.'da da beş dakikalık sürelerde sırasıyla 600W ve 800W koşullarında gözlenen ağırlık azalması ve BHA'lığı değerleri arasındaki ilişki gösterilmiştir.



Şekil 4.15. Mikrodalga Genleştirmede (600 W, 5 dak.) BHA ve A.A. Değerleri

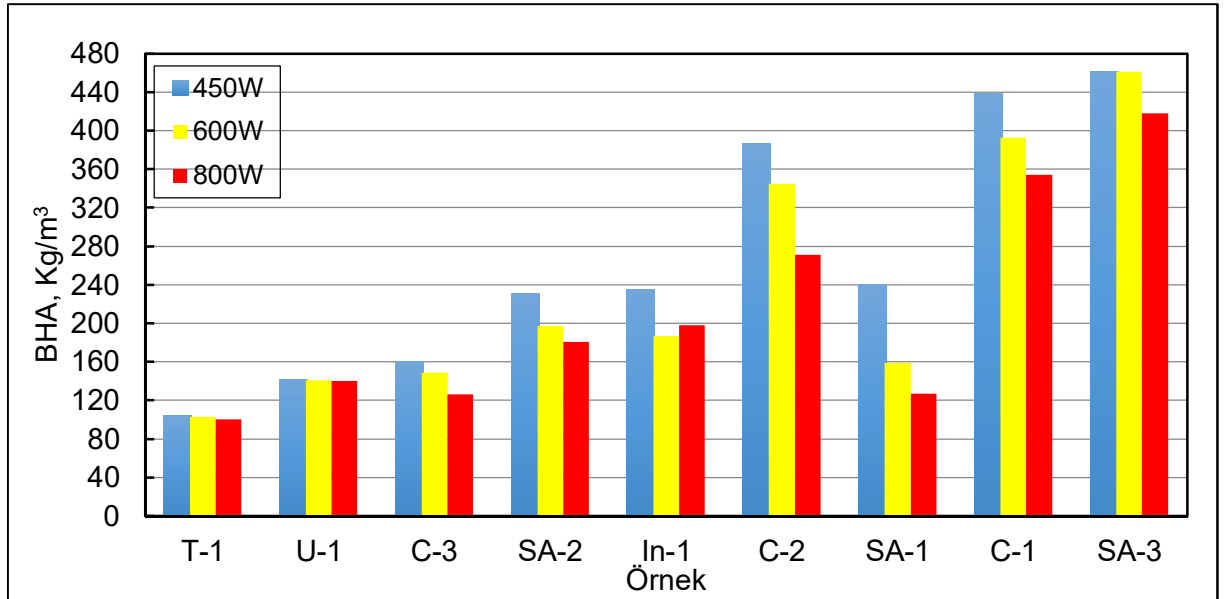


Şekil 4.16. Mikrodalga Genleştirmede (800 W, 5 dak.) BHA ve A.A. Değerleri

600 ve 800W koşullarında 5 dakika süreyle gerçekleştirilen mikrodalga genleştirme deneylerinde ağırlık azalması ve ulaşılan BHA'lığı değerleri arasında tam bir uyum olmadığı belirlenmiştir. Örneğin 600W gücünde ağırlık azalması büyükten

küçüğe doğru T-1 < C-3 < U-1 < SA-2 < In-1 < C-2 < SA-1 < C-1 olmasına karşılık, BHA'lığı sıralaması en yükseğe doğru T-1 < U-1 < C-3 < SA-1 < In-1 < SA-2 < C-2 < C-1 şeklinde sıralanmıştır. Uyumsuzluk; C-3 (flogopit içeren vermikülit), U-1 (vermikülit), SA-1 (hidrobiotit-vermikülit) ve SA-2 (hidrobiotit-flogopit) örneklerde gözlenmiş ve bu koşulda da SA-3 flogopit örneğinde ağırlık azalması olmamış ve BHA'lığı değişmemiştir. Benzer uyumsuzluk yalnızca SA-1 ve SA-2 nolu örnekleri içerecek şekilde 800W gücünde de gözlenmiş, ağırlık azalması büyükten küçüğe doğru T-1 < C-3 < U-1 < SA-2 < In-1 < C-2 < SA-1 < C-1 < SA-3 olurken, BHA'lığı sıralaması T-1 < C-3 < SA-1 < U-1 < SA-2 < In-1 < C-2 < C-1 < SA-3 şeklinde gerçekleşmiştir. 800W gücünde %0,22 gibi çok önemsiz olsa da SA-3 flogopit örneğinde de ağırlık azalması olmuştur.

Şekil 4.17.'de mikrodalga fırında 5 dakika süreyle 450W, 600W ve 800W güçlerinde gerçekleştirilen genişletme işlemleri sonrasında ulaşılabilen BHA'lığı değerleri toplu olarak verilmiştir.



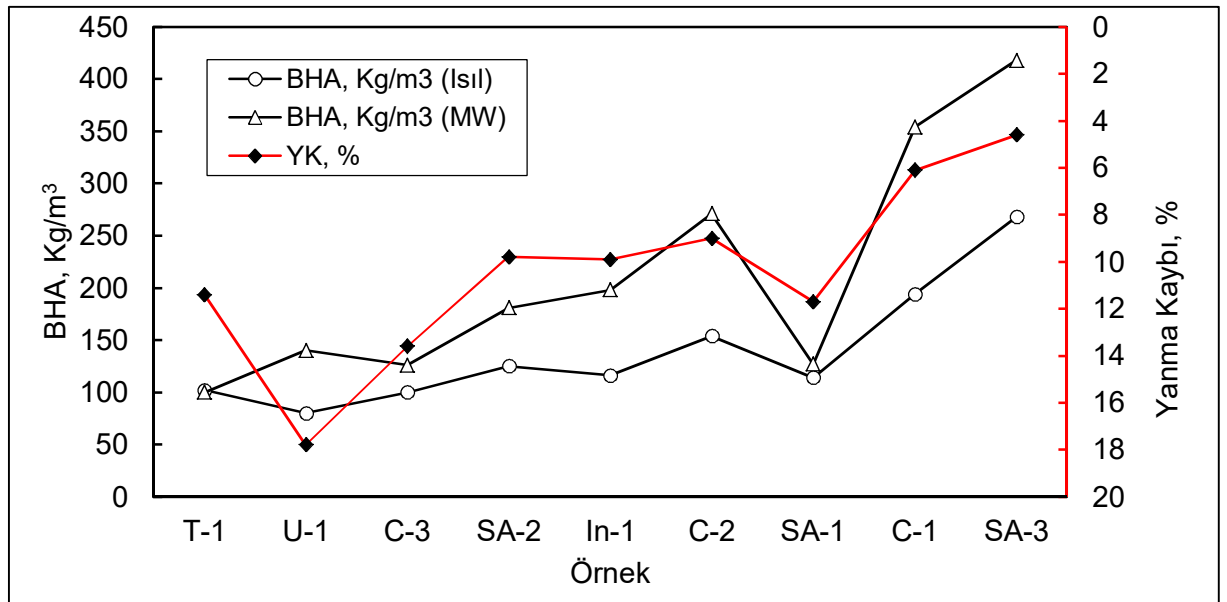
Şekil 4.17. Mikrodalga Genleştirmede 5 Dakikada Farklı Güçlerde Ulaşılan BHA Değerleri

Şekil 4.17.'den açıkça anlaşılacağı gibi, U-1 ve T-1 nolu örneklerde güç artışı önemli olmamakta ve 5 dakikalık süre sonunda yaklaşık aynı BHA'lığı değerlerine ulaşılabilmektedir. Flogopit içeren vermikülit ve hidrobiotit (C-3, SA-2, C-2), hidrobiotitik vermikülit (SA-1) ve flogopit içeren hidrobiotitik vermikülit örneklerinde güç artışı ile BHA değerlerinde düzenli azalmalar olmaktadır. Vermikülitce zengin C-3 ve hidrobiotitik vermikülit (SA-1) örneklerinde daha düşük BHA'lığı değerlerine ulaşılabilmektedir. In-1

nolu hidrobiyotitik vermikülit örneğinde ise farklı bir davranım gözlenmekte ve en düşük BHA'lığı değeri (187 kg/m^3) 600W gücünde elde edilmektedir. SA-3 nolu flogopit örneğinde 450W ve 600W güçlerinde herhangi bir etkileşim olmazken, 800W gücünde ancak 5 dakika sonunda çok az bir ağırlık azalması (%0,22) karşılığında BHA'lığında ihmal edilecek bir azalma olmaktadır.

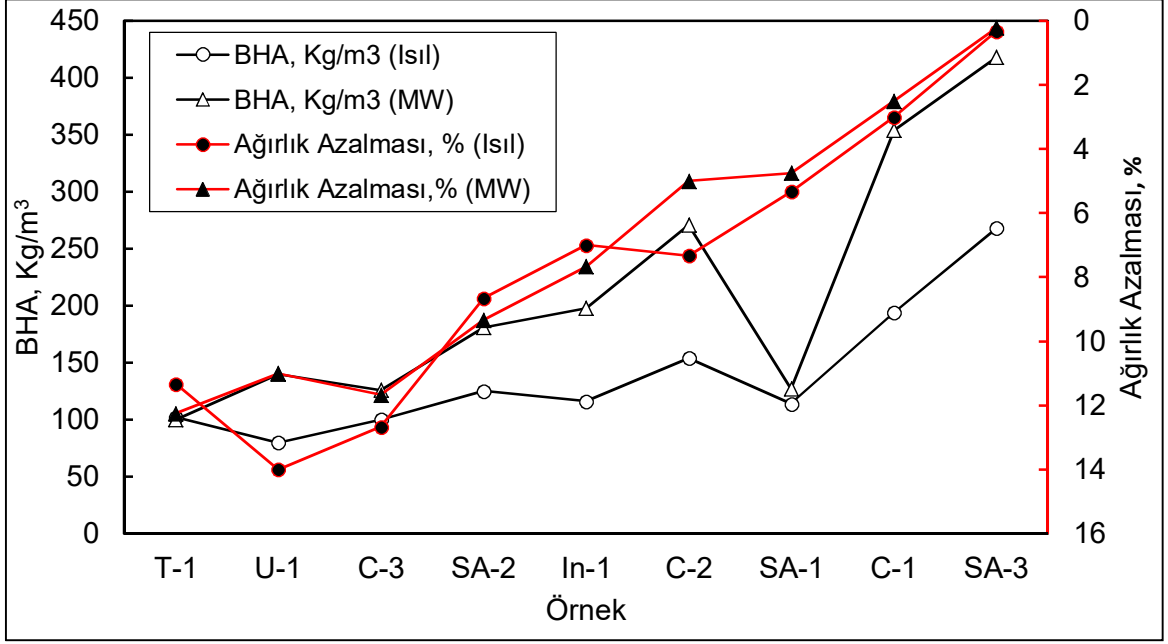
4.5. Deneysel Çalışmaların Toplu Değerlendirmesi

Isıl ve mikrodalga genleştirme (800W, 5 dak.) işlemleri sonucunda elde edilen ürünlerin BHA'lıkları ile örneklerin YK değerleri arasındaki ilişki Şekil 4.18.'de, aynı koşullarda genleştirme sırasında gözlenen ağırlık azalmalarına bağlı ilişki de Şekil 4.19.'da verilmiştir.



Şekil 4.18. Isıl ve Mikrodalga Genleştirmede BHA'lıkları ve YK Arasındaki İlişki

Genel olarak ısıl genleştirme sonucunda daha düşük BHA'lığı değerlerine ulaşılmakta; C-3 nolu örnekte bu farklılık daha az olurken, T-1 ve SA-1 nolu örneklerde ısıl ve mikrodalga genleştirme sonucunda ulaşılan BHA'lığı değerleri birbirine çok yakın olmaktadır. T-1 ve SA-1 nolu örneklerin YK değerleri de (sırasıyla %11,40 ve %11,70) birbirine çok yakın değerlerdedir. YK değerleri sırasıyla % 4,6 ve %6,1 olan SA-3 ve C-1 nolu örnekler hem mikrodalga hem de ısıl genleştirmede en kötü sonuçları vermektedirler. Örneğin, SA-3 nolu flogopit örneği mikrodalgadan hemen hiç etkilenmezken ($BHA=418 \text{ kg/m}^3$), ısıl işlem sonucunda BHA'lığı değeri 268 kg/m^3 değerine düşebilmektedir. C-1 nolu örnekte ise sırasıyla mikrodalga ve ısıl genleştirmede ulaşılabilen BHA'lığı değerleri 354 kg/m^3 ve 194 kg/m^3 olmaktadır.



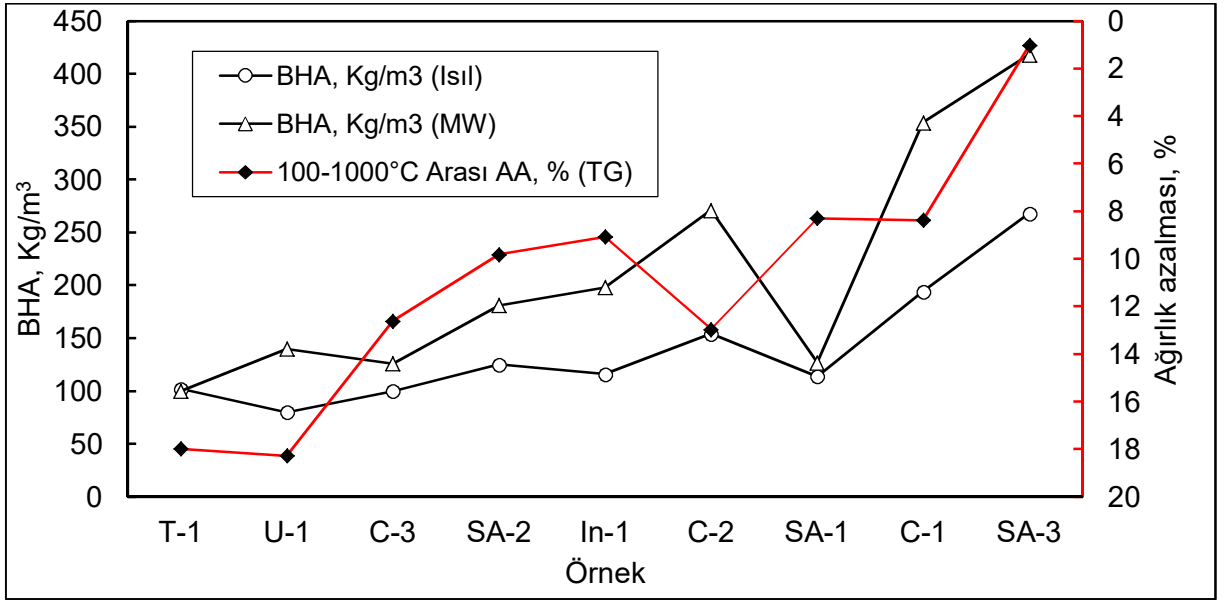
Şekil 4.19. Isıl ve Mikrodalga Genleştirmede BHA'lıkları ve İşlem Sırasında Gözlenen Ağırlık Azalmaları Arasındaki İlişki

Mikrodalga genleştirmede (800W, 5 dak) T-1, SA-2 ve In-1 nolu örneklerde, ısı genleştirmeye kıyasla, daha fazla ağırlık azalmaları olmakla birlikte, ısı genleştirmede ulaşılan BHA'lığı değerleri daha düşüktür. Isıl işlem sırasında en fazla ağırlık azalmasının olduğu U-1 nolu oldukça saf vermikülit örneği ile en düşük BHA'lığı değerine ulaşılabilen, ancak mikrodalga genleştirmede bu durum oluşmamaktadır. Isıl ve mikrodalga genleştirmede en az ağırlık azalması SA-3 nolu flogopit örneğinde olmakta ve onu C-1 nolu örnek takip etmektedir.

Isıl ve mikrodalga genleştirme (800W, 5 dak.) işlemleri sonucunda elde edilen ürünlerin BHA'lıkları ile termogravimetrik analiz değerlendirmelerinde 100-1000°C arasındaki sıcaklıklarda örneklerde gözlenen ağırlık azalmaları arasındaki ilişkiler Şekil 4.20.'de verilmiştir.

TG değerlendirmelerine göre 100-1000°C arasındaki sıcaklıklarda gözlenen ağırlık azalmaları dikkate alındığında en fazla ağırlık azalmasının gözlemlendiği T-1 ve U-1 nolu örneklerde ısı genleştirmede en düşük BHA'lığı değerlerine ulaşılmaktadır. C-2 nolu örnekte ağırlık azalması C-3, SA-2 ve In-1 nolu örneklere kıyasla daha fazla olmasına rağmen, ısı (154 kg/m³) ve özellikle mikrodalga (271 kg/m³) genleştirmede ulaşılan BHA'lığı değeri daha yüksektir. SA-1 nolu örnekteki ağırlık azalması oldukça düşük (%8,29) olmasına karşılık hem ısı (114 kg/m³) hem de mikrodalga

(127 kg/m³) genleştirmede ulaşılan BHA'lığı değerleri oldukça iyi ve birbirine yakın değerlerdedir.



Şekil 4.20. Isıl ve Mikrodalga Genleştirmede Ulaşılabilen BHA'lıkları ve TG Analizinde 100-1000°C Arasında Gözlenen Ağırlık Azalmaları Arasındaki İlişki

5. DENEYSEL SONUÇLAR ve TARTIŞMA

Isıl genleştirme deneyleri 1060°C'ye kadar çıkabilen ve vermikülitlerin genleşebilmesi için yeterli olabilecek bir alev sıcaklığında gerçekleştirilmiştir. Isıl genleştirmede 30 saniyelik bir süre genleşmenin tamamlanması için yeterli olurken, U-1 nolu örnek için 35 saniye ve SA-2 nolu örnek için ise bu süre 65 saniye olmuştur. XRD değerlendirmelerine göre SA-2 ve C-2 nolu örnekler hidrobiotit ve flogopit içermektedirler. Ancak, C-2 nolu örneğin genleşmesi için 30 saniye yeterli olurken, SA-2 nolu örnekte bu süre 65 saniyeye yükselmektedir. XRD ve kimyasal analiz sonuçları dikkate alındığında, SA-2 nolu örneğin demir içeriğinin daha düşük, buna karşılık potasyum ve özellikle magnezyum içeriğinin oldukça yüksek olduğu görülmektedir. Bir başka ifade ile SA-2 nolu örneğin ısıl genleşmede daha uzun bir süreye gereksinim duyulması flogopit içeriğinin daha yüksek olması şeklinde açıklanabilir. Aynı sıcaklık koşullarında gerçekleştirilen ısıl genleştirme deneyleri sonuçları dikkate alınarak;

- Saf flogopit örneğinin (SA-3) ısıl genleşme özelliği oldukça kötü olup, BHA'lığı 461 kg/m³ değerinden ancak 268 kg/m³ değerine indirilebilmekte ve genleştirme süresinin artırılması herhangi bir değişikliğe neden olmamaktadır.
- En iyi genleşme, XRD sonucuna göre en saf vermikülit bileşiminde olduğu düşünülen, U-1 nolu örnekle elde edilmiş ve BHA'lığı 80 kg/m³ gibi oldukça iyi bir değere ulaşmıştır. Ancak, genleşme 35 saniye gibi biraz daha uzun bir sürede tamamlanmıştır. Bu sonuç dikkate alınarak, oldukça saf vermikülitlerde yeterli sıcaklık yanında sürenin de oldukça önemli olduğunu söylemek mümkündür.
- Vermikülitlerdeki veya hidrobiotitik vermikülitlerdeki flogopit miktarının artışı ısıl genleşmeyi olumsuz yönde etkilemektedir. Örneğin, flogopit miktarı artışına göre, BHA'lığı sıralaması en yükseğe doğru C-3 < SA-2 < C-2 şeklinde olmaktadır. Örneklerdeki flogopit miktarı, SA-2 nolu örnekte gözleendiği gibi, ısıl genleştirme süresine de etki edebilmektedir.
- Hidrobiotitik vermikülitler (T-1, In-1, SA-1) ısıl genleştirmeye olumlu cevap vermekte ve her üç örnek için ulaşılan BHA'lığı değerleri 102-116 kg/m³ aralığında olmuştur.
- XRD deseninde hidrobiotit, vermikülit ve flogopit piklerinin gözleendiği ancak flogopit içeriğinin yüksek olduğu C-1 nolu örnek, saf flogopit örneğinden sonra, ısıl

genleşmede en kötü sonucu vermekte ve ancak BHA'lığı 194 kg/m³ değerine düşebilmektedir.

--- Isıl genleştirme sonrası elde edilen BHA'lığı değerleri ile ağırlık azalmasından ziyade YK değerleri arasında bir uyumluluk olduğu söylenebilir.

Mikrodalga genleştirme amacıyla; 450W, 600W ve 800W güçlerinde 1, 3, 5 dakika sürelerle deneyler yapılmış ve SA-3 nolu flogopit örneği dışındaki tüm örneklerde etkileşim olduğu görülmüştür. Mikrodalga genleştirmede (800W, 5 dak) T-1 dışındaki tüm diğer örnekler için ulaşılabilen BHA'lığı değerleri, ısıl işlemde elde edilenlerden daha yüksek değerlerde kalmıştır. Mikrodalga genleşme sonucunda elde edilen BHA'lığı değerleri sıralaması ısıl işlemdekinden farklı olmuş ve en iyi sonuç 100 kg/m³ değerine ulaşılan T-1 nolu örnekten alınmıştır. Isıl işleme kıyasla mikrodalga genleştirmede T-1, SA-2 ve In-1 nolu örneklerde (hidrobiotit içerikli örnekler) daha fazla ağırlık azalmaları olmakla birlikte, bu durum BHA'lığı değerlerine aynı oranlarda yansımamıştır. Aynı koşullarda (800W, 5 dak) gerçekleştirilen mikrodalga genleştirme deneyleri sonuçları dikkate alınarak;

--- Saf flogopit örneğinin (SA-3) mikrodalga genleşme özelliği ihmal edilebilir düzeyde olup, yalnızca 800W gücünde %0,22'lik bir ağırlık azalması sağlanarak BHA'lığı 461 kg/m³ değerinden ancak 418 kg/m³ değerine indirilebilmektedir.

--- En iyi genleşme, T-1 ve C-3 nolu örneklerde elde edilerek sırasıyla 100 kg/m³ ve 126 kg/m³ değerleri elde edilmiştir. Bu örneklerde işlem sırasında gözlenen ağırlık azalmaları da sırasıyla %12,25 ve %11,67 olarak en yüksek iki değer durumundadır. Ancak, tüm örneklerdeki ağırlık azalmaları ve BHA'lığı değerleri kıyaslandığında düzenli bir ilişki olmadığı görülmektedir.

--- Vermikülitlerdeki veya hidrobiotitik vermikülitlerdeki flogopit miktarının artışı mikrodalga genleşmeyi olumsuz yönde etkilemektedir. Örneğin, flogopit miktarı artışına göre, BHA'lığı sıralaması en yükseğe doğru C-3 < SA-2 < C-2 şeklinde olmaktadır.

--- XRD deseninde hidrobiotit, vermikülit ve flogopit piklerinin gözlemlendiği ancak flogopit içeriğinin yüksek olduğu C-1 nolu örnek, saf flogopit örneğinden sonra, mikrodalga genleşmede en kötü sonucu vermekte ve BHA'lığı değeri 354 kg/m³ gibi oldukça yüksek bir değerde kalmaktadır.

- Mikrodalga genleřtirmede T-1, SA-2 ve In-1 nolu rneklere, ısı genleřtirmeye kıyasla, daha fazla ađırlık azalması olmakla birlikte elde edilen BHA'lıđı deđerleri T-1 dıřında daha yksek deđerlerde kalmıřtır.
- Mikrodalga genleřtirme sonrası elde edilen BHA'lıđı deđerleri ile, YK'dan ziyade ađırlık azalması deđerleri arasında bir uyumluluk olduđu sylenebilir.

KAYNAKLAR

- [1] Rau, E., Vermiculite, *In SME Mineral Processing Handbook*, Ed. N.L.Weiss, Part 29, 21-22, **1985**.
- [2] Hindman, J.R., Vermiculite, *In Industrial Clay Mineral Minerals and Rocks*, Ed. D.D. Carr, SME, 1103-1111, **1994**.
- [3] Suquet, H., Chevalier, S., Marcilly, C., Barthomeuf, D., Preparation of porous materials by chemical activation of the Llano vermiculite, *Clay Minerals*, 26, 49-60, **1991**.
- [4] Marcos, C., Rodriguez, I., Expansion behaviour of commercial vermiculites at 1000°C, *Applied Clay Science*, 48, 492-498, **2010**.
- [5] Drosdoff M., Miles E.F., Action of hydrogen peroxide on weathered mica, *Soil Science*, 46, 391-395, **1938**.
- [6] Ruthruff R.F., Vermiculite and hydrobiotite, *American Mineralogist*, 26, 478-484, **1941**.
- [7] Myers, J.B., Vermiculite, *In Industrial Minerals and Rocks*, AIME, 889-895, **1963**.
- [8] Mamina, A. Kh., Kotel'nikova, E.N., Muromtsev, V.A., Influence of the structural perfection of phlogopite crystals on their cleavability by hydrogen peroxide, *Inorganic Materials*, 26, 2104-2107, **1990**.
- [9] Suquet, H., Chevalier, S., Marcilly, C., Barthomeuf, D., Preparation of porous materials by chemical activation of the Llano vermiculite, *Clay Minerals*, 26, 49-60, **1991**.
- [10] Üçgül, E., Girgin, İ., Chemical exfoliation characteristics of Karakoc phlogopite in hydrogen peroxide solution, *Turkish Journal of Chemistry*, 26, 431-439, **2002**.
- [11] Obut A., Girgin, İ., Hydrogen peroxide exfoliation of vermiculite and phlogopite, *Minerals Engineering*, 15, 683-687, **2002**.
- [12] Wada, T., Method for the expansion of vermiculite, *US Patent No: 3758415 A*, **1973**.
- [13] Obut, A., Girgin, İ., Yörükoğlu, A., Microwave exfoliation of vermiculite and phlogopite, *Clays and Clay Minerals*, 51 (4), 452-456, **2003**.
- [14] Shevelev, M., Sklyarevich, V., A method of expanding mineral ores using microwave radiation, *Patent No: WO2006127025A3*, **2006**.
- [15] Miao, Z., Peng, T., Xi, Y., Yang, W., Preparation of expanding vermiculite by chemical and microwave methods, *Advanced Materials Research*, 96, 155-160, **2010**.
- [16] Marcos, C., Rodrigues, I., Expansibility of vermiculites irradiated with microwaves, *Applied Clay Science*, 51, 33-37, **2011**.
- [17] Meredith, R., Engineers' Handbook of Industrial Microwave Heating, *The Institution of Engineering and Technology*, London, **1998**.
- [18] Collins, M.J., Manchester, D.P., Microwave heating apparatus for

laboratory analyses, *US Patent No: 4835354 A*, **1988**.

- [19] Jennings, W.E., Manchester, D.P., King, E.E., Barclay, D.A., Microwave apparatus for controlling power levels in individual multiple cells, *US Patent No:5796080 A*, **1995**.
- [20] Dodds, C., Dimitrakis, G., Kingman, S., Microwave processing of feedstock, such as exfoliating vermiculite and other minerals, and treating contaminated materials, *Patent No: EP2376399 A2*, **2009**.
- [21] Florunso, O., Dodds, C., Dimitrakis, G., Kingman, S., Continuous energy efficient exfoliation of vermiculit through microwave heating, *International Journal of Mineral Processing*, 114-117, 69-79, **2012**.
- [22] Thostenson, E.T., Chou, T.W., Microwave processing: fundamental and applications, *Composites Part A, Applied Science and Manufacturing*, 30, 1055-1071, **1999**.
- [23] Galema, S. A., *Microwave chemistry*, *Chemical Society Reviews*, 26,233-238,**1997**.
- [24] Schaefer, M.D., *Microwave Tempering of Shrimp with Susceptors*, Master Thesis, Virginia Polytechnic Institute and State University, Virginia, USA, **1999**.
- [25] Metaxas, A.C., Meredith, R.J., *Industrial Microwave Heating*, Peter Peregrinus, London,**1983**.
- [26] Mingos, D.M.P., Baghurst, D.R., Application of microwave dielectric heating effects to synthetic problems in chemistry, *Chemical Society Reviews*, 20, 1-47, **1991**.
- [27] Bykov, Yu.V., Rybakov, K.I., Semenov, V.E., Topical review. High-temperature microwave processing of materials, *Journal of Physics D: Applied Physics*, 34, 55-75, **2001**.
- [28] Chen, T.T., Dutrizac, J.E., Haque, K.E., Wyslouzil, W, The relative transparency of minerals to microwave radiation, *Canadian Metallurgical Quarterly*, 23(3), 349-351, **1984**.
- [29] Walkiewicz, J.W., Kazonich, G., McGill, S.L., Microwave heating characteristics of selected minerals and compounds, *Minerals and Metallurgical Processing*, 37, 39-42, **1988**.
- [30] Standish, N., Womer, H., Obuchowski, D.Y., Particle size effect in microwave heating of granular materials, *Powder Technology*, 66(3), 225-230, **1991**.
- [31] Harrison, P.C., Rowson, N.A., The effect of heat treatment on grindability of coal, *I. Chem E. Res. Event*, 268-271, **1996**.
- [32] Kingman, S.W., Rowson, N.A., Applications of microwave radiation to enhance performance of mineral separation processes, *Richard Mozley Symposium*, Falmouth, England, **1997**.
- [33] Delibalta, M.S., Toraman, O.Y., The effect of microwave energy on gridability of a Turkish high-ash coal, *Energy Science and Technology*, 3(2), 46-49, **2012** .

- [34] Florek, I., Lovas, M., Murova, I., Intensification of magnetic separation of chalcopryrite ore by microwave radiation, *Proceedings of the 4th Conference on Dielectric Heating and Microwaves*, Italy, **1997**.
- [35] Kingman, S.W., Corfield, G.M., Rowson, N.A., Effects of microwave radiation upon the mineralogy and magnetic processing of a massive Norwegian ilmenite ore, *Magnetic and Electrical Separation*, 9, 131-148, **1998**.
- [36] Srikant, S.S., Laxmi, T., Rao, D.S., Rao Bhima, R., Beneficiation studies on recovery and indepth characterization of ilmenite from red mud sediments of badlands topography of Ganjam Dist., Odisha, India, *International Journal of Mining Science and Technology*, 23(5), 725-731, **2013**.
- [37] Standish, N., Worner, H., Microwave application in the reduction of metal oxides with carbon, *International Journal of Microwave Power and Electromagnetic Energy*, 25(3), 177-180, **1990**.
- [38] Bhima, R.R., A novel approach in the beneficiation of ferruginous bauxite by microwave heating, *Minerals and Metallurgical Processing*, 301-306, **1996**.
- [39] Srikant, S.S., Mukherjee, P.S., Rao, B.R., Microwave reduction of placer ilmenite concentrate, *Proceedings of Mineral Processing Technology*, Uadipur (India), 6 pages, October **2011**.
- [40] Srikant, S.S., Mukherjee, P.S., Rao, B.R., Applications of microwave oven and microwave furnace heat resources on phase transformation: A case study on red sediment placer ilmenite, *National Conference on Recent Trends in Information and Communication Technology*, SRM University, pp 19, **2012**.
- [41] Zavitsanos, P.D., Coal desulphurisation using microwave energy, *US Patent EPA/600/7-78/089*, **1978**.
- [42] Hayashi, J.I., Kusakabe, K., Marooka, S., The role of microwave irradiation in coal desulphurization with molten caustic, *Fuel*, 69, 739-742, **1990**.
- [43] Viswanathan, M., Investigation on the effect of microwave pre-treatment on comminution/beneficiation and desulphurisation of coals, *11th International Coal Preparation Congress*, Tokyo, 151-155, **1990**.
- [44] Harrison, P.C., Rowson, N.A., The effect of heat treatment on the grindability of coals, *International Journal of Chemical Engineering*, 2, 580-582, **1995**.
- [45] [Rowson, N.A., Rice, N.M., Desulphurisation of coal using low power microwave energy, *Minerals Engineering*, 3(3/4), 363-368, **2002**.
- [46] Binner, E., Lester, E., Kingman, S., Dodds, C., Robinson, J., Wu, T., Wardle, P., Mathews, J.P., A review of microwave coal processing, *Journal of Microwave Power and Electromagnetic Energy*, 48(1), 35-60, **2014**.
- [47] Tripathi, S., Banerjee, G., Synthesis and mechanical properties of mullite from beach sand sillimanite: Effect of TiO₂, *European Journal of Ceramic*

Society, 18, 2081-2087, **1998**.

- [48] Fagury-Neto, E., Kiminami, R.H.G.A., Al₂O₃/mullite/SiC powders synthesized by microwave assisted carbothermal reduction of kaolin, *Ceramics International*, 27(7), 815-819, **2001**.
- [49] Ebadzadeh, T., Sarrafi, M.H., Salahi, E., Microwave-assisted synthesis and sintering of mullite, *Ceramics International*, 35(8), 3175-379, **2009**.
- [50] Hatton, B.D., Pickles, C.A., Microwave treatment of ferrous slag, *Proceedings of Steel Making Conference*, Chicago, 72, 435-442, **1994**.
- [51] Wicks, G.D., Clark, D.E., Schulz, R.L., Folz, D.C., Microwave technology for waste management applications including disposition of electronic circuitry, *Microwaves: Theory and Application in Material Processing*, 111, 79-89, **1995**.
- [52] Grim, R.E., Clay mineralogy, McGraw-Hill, New York, **1968**.
- [53] Marcos, C., Arango, Y.C., Rodriguez, I., X-ray diffraction studies of the thermal behaviour of commercial vermiculites, *Applied Clay Science*, 42 (3-4), 368-378, **2009**.
- [54] Muiambo, H.F., Focke, W.W., Atanasova, M., Westhuizen, I.V.D., Tiedt, L.R., Thermal properties of sodium-exchanged Palabora vermiculite, *Applied Clay Science*, 50, 51-57, **2010**.
- [55] Huo, X., Wu, L., Liao, L., Xia, Z., Wang, L., The effect of interlayer cations on the expansion of vermiculite, *Powder Technology*, 224, 241-246, **2012**.
- [56] Muromtsev, V.A., Zolotukhina, N.M., Mamina, A. Kh., X-ray, IR spectroscopic and chemical analysis of products of reaction between vermiculite and hydrogen peroxide solution, *Inorganic Materials*, 26, 868-871, **1990**.

ÖZGEÇMİŞ

Kimlik Bilgileri

Adı Soyadı: Muhammet Korhan KAYA

Doğum Yeri: İstanbul

Medeni Hali: Bekar

E-posta: korhankaya25@hotmail.com

Adresi: Turan Güneş Bulvarı, 863.Cadde, No:3/12, Çankaya, Ankara

Eğitim

Lisans: Hacettepe Üniversitesi Maden Mühendisliği Bölümü

Yüksek Lisans: Hacettepe Üniversitesi Maden Mühendisliği Bölümü

Yabancı Dil ve Düzeyi:

İngilizce – İyi Almanca – Orta

İş Deneyimi:

Özel bir firmada dış ticaret ve inşaat konularında görev yapmaktayım.

Deneyim Alanları:

İhracat, inşaat

Tezden Üretilmiş Projeler ve Bütçesi: -

Tezden Üretilmiş Yayınlar: -

Tezden Üretilmiş Tebliğ ve/veya Poster Sunumu ile Katıldığı Toplantılar: -



HACETTEPE ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ
YÜKSEK LİSANS/DOKTORA TEZ ÇALIŞMASI ORJİNALLİK RAPORU

HACETTEPE ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLER ENSTİTÜSÜ
MADEN MÜHENDİSLİĞİ ANABİLİM DALI BAŞKANLIĞI'NA

Tarih: 28/03/2017

Tez Başlığı: Vermikülitlerin Mikrodalga Genleşme Özellikleri

Yukarıda başlığı gösterilen tez çalışmamın a) Kapak sayfası, b) Giriş, c) Ana bölümler d) Sonuç kısımlarından oluşan toplam 38 sayfalık kısmına ilişkin, 28/03/2017 tarihinde tez danışmanım tarafından *Turnitin* adlı intihal tespit programından aşağıda belirtilen filtrelemeler uygulanarak alınmış olan orijinallik raporuna göre, tezin benzerlik oranı % 1 'dir.

Uygulanan filtrelemeler:

- 1- Kaynakça hariç
- 2- Alıntılar hariç
- 3- 5 kelimedenden daha az örtüşme içeren metin kısımları hariç

Hacettepe Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Tez Çalışması Orijinallik Raporu Alınması ve Kullanılması Uygulama Esasları'nı inceledim ve bu Uygulama Esasları'nda belirtilen azami benzerlik oranlarına göre tez çalışmamın herhangi bir intihal içermediğini; aksinin tespit edileceği muhtemel durumda doğabilecek her türlü hukuki sorumluluğu kabul ettiğimi ve yukarıda vermiş olduğum bilgilerin doğru olduğunu beyan ederim.

Gereğini saygılarımla arz ederim.

28/03/2017

Adı Soyadı: Muhammet Korhan Kaya
Öğrenci No: N12125916
Anabilim Dalı: Maden Mühendisliği
Programı: Maden Mühendisliği-Yüksek Lisans
Statüsü: Y.Lisans Doktora Bütünleşik Dr.

DANIŞMAN ONAYI

UYGUNDUR.

Prof.Dr. İsmail Girgin