



**T.C.
GAZİ ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**

**YÜKSEK
LİSANS
TEZİ**

**DIATOMİTİN DİELEKTRİK, ELEKTROKİNETİK VE
VİSKOELASTİK ÖZELLİKLERİNİN ARAŞTIRILMASI**

CEREN ÖZDEMİR

KİMYA ANA BİLİM DALI

TEMMUZ 2019



**DİATOMİTİN DİELEKTRİK, ELEKTROKİNETİK VE VİSKOELASTİK
ÖZELLİKLERİNİN ARAŞTIRILMASI**

Ceren ÖZDEMİR

**YÜKSEK LİSANS TEZİ
KİMYA ANA BİLİM DALI**

**GAZİ ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**

TEMMUZ 2019

Ceren ÖZDEMİR tarafından hazırlanan “DİATOMİTİN DİELEKTRİK, ELEKTROKİNETİK VE VİSKOELASTİK ÖZELLİKLERİNİN ARAŞTIRILMASI” adlı tez çalışması aşağıdaki jüri tarafından OY BİRLİĞİ ile Gazi Üniversitesi Kimya Ana Bilim Dalında YÜKSEK LİSANS TEZİ olarak kabul edilmiştir.

Danışman: Prof. Dr. Halil İbrahim ÜNAL

Kimya Ana Bilim Dalı, Gazi Üniversitesi

Bu tezin, kapsam ve kalite olarak Yüksek Lisans Tezi olduğunu onaylıyorum.

.....

Başkan: Prof. Dr. Meral KARAKIŞLA ŞAHİN

Kimya Ana Bilim Dalı, Ankara Üniversitesi

Bu tezin, kapsam ve kalite olarak Yüksek Lisans Tezi olduğunu onaylıyorum.

.....

Üye: Prof. Dr. Mehlika PULAT

Kimya Ana Bilim Dalı, Gazi Üniversitesi

Bu tezin, kapsam ve kalite olarak Yüksek Lisans Tezi olduğunu onaylıyorum.

.....

Tez Savunma Tarihi: 10/07/2019

Jüri tarafından kabul edilen bu tezin Yüksek Lisans Tezi olması için gerekli şartları yerine getirdiğini onaylıyorum.

.....

Prof. Dr. Sena YAŞYERLİ

Fen Bilimleri Enstitüsü Müdürü

ETİK BEYAN

Gazi Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Tez Yazım Kurallarına uygun olarak hazırladığım bu tez çalışmada;

- Tez içinde sunduğum verileri, bilgileri ve dokümanları akademik ve etik kurallar çerçevesinde elde ettiğimi,
- Tüm ilgi, belge, değerlendirme ve sonuçları bilimsel etik ve ahlak kurallarına uygun olarak sunduğumu,
- Tez çalışmada yararlandığım eserlerin tümüne uygun atıfta bulunarak kaynak gösterdiğimi,
- Kullanılan verilerde herhangi bir değişiklik yapmadığımı,
- Bu tezde sunduğum çalışmanın özgün olduğunu,

bildirir, aksi bir durumda aleyhime doğabilecek tüm hak kayıplarını kabullendiğimi beyan ederim.

Ceren ÖZDEMİR

10/07/2019

DİATOMİTİN DİELEKTRİK, ELEKTROKİNETİK VE VİSKOELASTİK ÖZELLİKLERİNİN ARAŞTIRILMASI

(Yüksek Lisans Tezi)

Ceren ÖZDEMİR

GAZİ ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

Temmuz 2019

ÖZET

Bu çalışmada, diatomit mineralinin çeşitli karakterizasyonlarının ardından dielektrik, elektrokinetik ve elektoreolojik (ER) özellikleri araştırıldı. Karakterizasyonlar XRD, TGA ve ATR-FTIR ölçümleri ile gerçekleştirildi. Su içinde hazırlanan diatomit dispersiyonların elektrokinetik özellikleri üzerine bir seri elektrolitler (NaCl, BaCl₂, AlCl₃, Na₂SO₄) içerisinde farklı derişimlerde dispersiyonlar hazırlanarak pH, derişim, yüzey aktif maddeler (setil trimetildiamonyum bromür, CTAB, sodyum dodesil sülfat, SDS, triton X100, TRITON-X) ve sıcaklık parametrelerinin etkileri araştırıldı. Ortamda sabit derişimde çeşitli elektrolitler varlığında ζ -potansiyeli değerleri incelendiğinde AlCl₃ varlığında artan pH ile ζ -potansiyel değerinin +50 mV'dan -30 mV aralığında değişerek pH = 8,5'de izoelektrik noktadan (İEN) geçtiği görüldü. Diatomit taneciklerin silikon yağı (SO) içinde dağıtılması ile hazırlanan diatomit/SO dispersiyon sisteminin dielektrik özellikleri incelenerek dielektrik sabiti, polarlanabilirliği ve durulma süreleri belirlendi. %10 V/V Diatomit/SO sisteminde dielektrik sabiti ve dielektrik kaybı değerlerinde belirli frekansta yüksek durulma piki gözlemlendi. Ardından Diatomit/SO dispersiyonların ER akış davranışları üzerine kayma hızı, kayma gerilimi, elektrik alan kuvveti gibi parametrelerin etkileri elektoreometre ile dış elektrik alan kuvveti altında incelendi. Diatomit/SO dispersiyon sistemlerinde akma gerilimi (τ_y) değeri E = 0 kV/mm τ_y = 1,5 Pa iken E = 3,5 kV/mm uygulandığında τ_y = 25 Pa değerine çıktığı görüldü. Viskozite değerlerinin E = 0 kV/mm iken η = 6 Pa.s, E = 3,5 kV/mm iken η = 100 Pa.s değerine çıktığı; kayma hızının artışına karşı viskozite değerlerinin η = 100 Pa.s değerinden η = 5 Pa.s değerine düştüğü görüldü. Bu sonuçlardan yola çıkarak diatomit/SO sisteminin uygulanan reolojik koşullar karşısında Newtonian olmayan ve kayma incelmeleri türünden viskoelastik akış davranışı gösterdiği sonucuna varıldı. Diatomit/SO dispersiyonların elastik modülü üzerine kayma gerilimi, frekans ve zamanın etkisi osilasyon testleri ile araştırılarak viskoelastik titreşim sönümlenme kapasiteleri tespit edildi. Ayrıca diatomit/SO dispersiyonlara sürünme-geri kazanım testleri uygulandı ve tersinir viskoelastik deformasyon gösterdikleri belirlendi. En yüksek % geri kazanım değeri E=3,5 kV/mm iken %25 olarak belirlendi.

Bilim Kodu : 20115

Anahtar Kelimeler : Diatomit, elektrokinetik, dielektrik, elektoreoloji

Sayfa Adedi : 51

Danışman : Prof. Dr. Halil İbrahim ÜNAL

INVESTIGATION OF DIELECTRIC, ELECTROKINETIC AND VISCOELASTIC CHARACTERISTICS OF DIATOMITE

(M. Sc. Thesis)

Ceren ÖZDEMİR

GAZİ UNIVERSITY

GRADUATE SCHOOL OF NATURAL AND APPLIED SCIENCES

July 2019

ABSTRACT

In this study, after various characterizations of diatomite mineral, dielectric, electrokinetic and electrorheological properties were investigated. Characterizations were carried out by XRD, TGA and ATR-FTIR measurements. Effects of a series of electrolytes (NaCl, BaCl₂, AlCl₃, Na₂SO₄) on electrokinetic properties of diatomite/H₂O dispersions were investigated as functions of concentrations, pH, surfactants (cetyl trimethyldiamonium bromide, CTAB, sodium dodecyl sulfate, SDS, triton X100, TRITON-X) and temperature. Interms of the electrolyts, with the presence of AlCl₃, ζ -potential values were observed to change from +50 mV to -30 mV by passing through an isoelectric point at pH = 8,5. Dielectric properties of diatomite/silicone oil (SO) dispersions were investigated and dielectric constant, polarizability and relaxation times were determined. 10 (V/V%) diatomite/SO system showed high relaxation peak at a specific frequency. Then, the effects of shear rate, shear stress and electric field strength on the electrooreological (ER) flow behaviors of diatomite/SO dispersions were examined with the electrorometer under external electric field strength. In diatomite/SO suspension systems, yield strength was observed to be $\tau_y = 1,5$ Pa, and $\tau_y = 25$ Pa when the electric field was increased from $E = 0$ kV/mm to $E = 3,5$ kV/mm. Viscosity values were observed to be $\eta = 5$ Pa s and $\eta = 100$ Pa s at $E = 0$ kV/mm to $E = 3,5$ kV/mm, respectively, with the increasing shear rate. It was concluded that, diatomite/SO dispersion systems shows non-Newtonian and shear thinning flow behavior. The effect of shear stress, frequency and time on the elastic modulus of diatomite/SO dispersions was investigated by viscoelastic measurements and the materials were decided to have vibration damping properties. Further, creep-recovery tests were applied to diatomite/SO dispersions and reversible viscoelastic deformation was observed. The highest recovery% was determined to be 25% at $E = 3,5$ kV/mm.

Science Code : 20115

Key Words : Diatomite, electrokinetic, dielectric, electrorheology

Page Numbers : 51

Supervisor : Prof. Dr. Halil İbrahim ÜNAL

TEŞEKKÜR

Yüksek lisans eğitimim boyunca değerli bilgi ve desteğini esirgemedi çalışmalarımla ilgili her türlü adımın planlanması, gerçekleştirilmesi ve sonuçlandırılması esasını öğretip, her aşamada yardımlarını ve bilgi birikimini paylaşarak yol gösteren, bir taraftan özel sektörde çalışıp aynı zamanda yüksek lisans çalışmalarımı devam ettirirken göstermiş olduğu sabır, anlayış ile güler yüzü ve samimiyetini benden esirgemeyen değerli hocam Sayın Prof. Dr. Halil İbrahim ÜNAL'a sonsuz teşekkürlerimi ve saygılarımı sunarım.

Tez çalışmalarımın gerçekleştirilmesinde laboratuvarında bulunan cihazların kullanımı konusunda ve sonuçların yorumlanmasında desteğini benden esirmeyen değerli hocam Dr. Öğretim Üyesi Ömer Yunus GÜMÜŞ'e teşekkür ederim.

Yüksek lisans eğitimimize beraber başladığım, ders ve tez dönemlerimde her zaman yanımda olan, yardımını ve desteğini esirgemeyen çok kıymetli arkadaşım Gökçe GÜVEN'e teşekkür ederim.

İÇİNDEKİLER

	Sayfa
ÖZET	iv
ABSTRACT	v
TEŞEKKÜR	vi
İÇİNDEKİLER	vii
ÇİZELGELERİN LİSTESİ	ix
ŞEKİLLERİN LİSTESİ	x
SİMGELER VE KISALTMALAR.....	iv
1. GİRİŞ	1
2. GENEL BİLGİLER.....	3
2.1. Diatomit.....	3
2.2. Dielektrik Özellikler	5
2.3. Elektrokinetik Özellikler	6
2.4. Elektoreoloji.....	9
3. DENEYSEL KISIM	13
3.1. Deneyde Kullanılan Kimyasal Malzemeler	13
3.2. Karakterizasyonda Kullanılan Aletler,Cihazlar ve Teknikler	13
3.2.1. Vakum etüvü	13
3.2.2. Fourier dönüşümlü kızılötesi spektrometresi (ATR-FTIR)	13
3.2.3. X-ışını kırınımı (XRD) cihazı.....	14
3.2.4. Termogravimetrik analiz (TGA) cihazı.....	14
3.2.5. Yoğunluk ölçümleri.....	14
3.2.6. Dört nokta iletkenlik ölçer ile iletkenlik ölçümleri	14
3.2.7. Tanecik boyutu ölçümleri.....	15

	Sayfa
3.2.8. Elektrokinetik ölçümler	15
3.2.9. Dispersiyonların hazırlanması	16
3.2.10. Dielektrik sabiti ölçümü	16
3.2.11. Çökelmeme kararlılığı ölçümleri	17
3.2.12. Elektoreoloji ölçümleri.....	18
4. SONUÇLARIN DEĞERLENDİRİLMESİ VE TARTIŞMA	19
4.1. ATR-FTIR Analizi Sonuçları.....	19
4.2. XRD Analiz Sonuçları.....	19
4.3. TGA Analiz Sonuçları	20
4.4. Yoğunluk Ölçüm Sonuçları	20
4.5. Dört Nokta İletkenlik Ölçüm Sonuçları.....	20
4.6. Tanecik Boyutu Ölçüm Sonuçları	21
4.7. Elektrokinetik Ölçüm Sonuçları.....	21
4.8. Dielektrik Sabiti Ölçüm Sonuçları	26
4.9. Çökelmeme Kararlılığı Ölçümü	29
4.10. Elektoreolojik Ölçüm Sonuçları.....	30
4.10.1. ER verimi üzerine derişimin etkisi.....	30
4.10.2. Elektrik alan tepki sürelerinin belirlenmesi	31
4.10.3. Kayma hızının kayma gerilimi ve viskozite üzerine etkisi.....	32
4.10.4. Viskoelastik (titreşim-sönümlleme) özelliklerin belirlenmesi.....	35
4.10.5. Sürünme ve geri kazanım özelliklerinin belirlenmesi.....	37
5. SONUÇLAR VE ÖNERİLER	43
KAYNAKLAR	44
ÖZGEÇMİŞ	51

ÇİZELGELERİN LİSTESİ

Çizelge	Sayfa
Çizelge 2.1. Diatomit örneklerinin kimyasal bileşim değerleri	4
Çizelge 3.1. Diatomit kimyasal bileşim değerleri.....	13
Çizelge 4.1. Deneysel olarak elde edilen dielektrik spekturumlarının Cole-Cole eşitliği ile sağlanması sonucu elde edilen dielektrik parametreleri	28
Çizelge 4.2. Diatomit/SO dispersiyon sistemi için% geri kazanılan gerinim değerleri .	42

ŞEKİLLERİN LİSTESİ

Şekil	Sayfa
Şekil 2.1. Diatomitin yüzey yapısı.	4
Şekil 2.2. Bir tanecik yüzeyinde zeta-potansiyelin oluşumu.....	7
Şekil 2.3. Zeta potansiyel-pH Değişimi.	8
Şekil 3.1. Bir dispersiyonda zamanla meydana gelen çökelmenin şematik gösterimi ..	18
Şekil 4.1. Diatomitin FTIR Spekturumu.	19
Şekil 4.2. Diatomitin XRD spekturumu.	20
Şekil 4.3. Diatomitin TGA Eğrisi.	21
Şekil 4.4. Diatomite ait dinamik ışık saçılımı diyagramı	22
Şekil 4.5. Diatomitin ζ -potansiyeline pH etkisi.	23
Şekil 4.6. Elektrolit derişiminin diatomit ζ -potansiyeli üzerine etkisi (pH=6,T=25°C)	24
Şekil 4.7. Yüzey aktif maddelerin ζ -potansiyeli üzerine etkisi	25
Şekil 4.8. Sıcaklığın diatomitin ζ -potansiyeli üzerine etkisi.	26
Şekil 4.9. ϕ =%10,%15,%20 Diatomit/SO sistemi için frekans-dielektrik sabiti spekturumu	27
Şekil 4.10. ϕ =%10,%15,%20 Diatomit/SO sistemi için frekans-dielektrik kayıp spekturumu	28
Şekil 4.11. ϕ =%5, ϕ =%10, ϕ =%15, ϕ =%20 Diatomit/SO sistemlerinin çökelmeme kararlılığı oranları.....	29
Şekil 4.12. ER verimi üzerine derişimin etkisi (ϕ =%5,%10,%15,%20).....	31
Şekil 4.13. Kayma geriliminin zamanla deęişimi (ϕ =%5,%10,%15,%20, Kayma hızı=1,0 s-1).....	32
Şekil 4.14. Diatomit/SO dispersiyon sistemi için kayma geriliminin kayma hızı ile deęişimi (ϕ =%10,T=25°C).....	34
Şekil 4.15. Diatomit/SO dispersiyon sistemi için viskozitenin kayma hızı ile deęişimi (ϕ =%10,T=25°C).	34

Şekil	Sayfa
Şekil 4.16. Diatomit/SO dispersiyon sisteminin çeşitli elektrik alan kuvvetleri altında kayma gerilimi ile elastik modülün değişimi ($\phi=10\%$, $T=25^\circ\text{C}$, $f=1\text{ Hz}$). ...	35
Şekil 4.17. Diatomit/SO dispersiyon sisteminin çeşitli elektrik alan kuvvetleri altında frekans ile G' ve G'' değerlerinin değişimi ($\phi=10\%$, $T=25^\circ\text{C}$).....	36
Şekil 4.18. Diatomit/SO dispersiyon sisteminin çeşitli elektrik alan kuvvetleri altında durulma modülü değerlerinin zamanla değişimi ($\phi=10\%$, $T=25^\circ\text{C}$). ...	37
Şekil 4.19. Bir viskoelastik malzemedeki sürünme-geri kazanım eğrisinin şematik gösterimi.....	38
Şekil 4.20. Diatomit/SO dispersiyon sistemi için sürünme-geri kazanım eğrileri ($E=0-3,5\text{ kV/mm}$, $\phi=10\%$, $T=25^\circ\text{C}$).....	40
Şekil 4.21. Diatomit/SO dispersiyon sistemi için sürünme-geri kazanım eğrileri ($E=0-3,5\text{ kV/mm}$, $\phi=10\%$, $T=25^\circ\text{C}$).....	41

SİMGELER VE KISALTMALAR

Bu çalışmada kullanılmış simgeler ve kısaltmalar, açıklamaları ile birlikte aşağıda sunulmuştur.

Simgeler	Açıklamalar
$^{\circ}\text{C}$	Derece Celcius
τ	Kayma gerilimi
γ	Kayma hızı
γ	Gerinim
S	Siemens
η	Viskozite
f	Frekans
G'	Elastik modülü
G''	Viskoz modülü
d	Yoğunluk
σ	İletkenlik
φ	Tanecik hacim kesri
ρ	Tanecikler arası mesafe
λ	Işın dalga boyu
Pa s	Paskal saniye
I	Akım
V	Potansiyel
$\zeta\text{-potansiyeli}$	Zeta-potansiyeli
U_E	Elektroforetik mobilite
ϵ'	Dielektrik sabiti
ϵ''	Dielektrik kayıp
t	Zaman
τ_y	Akma gerilimi

Simgeler**Açıklamalar****G(t)**

Durulma modülü

 $\gamma_c(t)$

Sürünme gerinimi

 γ_s

Anlık gerinim

 $\gamma_d(t)$

Geciken gerinim

 $\gamma_v(t)$

Viskoz akış gerinim

 $\gamma_R(t)$

Geri kazanılan gerinim

C_p

Kapasitans

 ω

Açısal frekans

R_p

Açısal frekans

s

Saniye

nm

Nanometre

eV

Elektron Volt

Kısaltmalar**Açıklamalar****CTAB**

Setiltrimetilamonyum bromür

dc

Doğru akım

E

Elektrik alan kuvveti

ER

Elektroreoloji

ERA

Elektroreolojik akışkanlar

İEN

İzoelektrik nokta

LCR metre

İndüktans, kapasitans ve direnç metre

SDS

Sodyum dodesil fosfat

SO

Silikon yağı

TGA

Termogravimetrik analiz

XRD

X-ışını kırınımı

Triton X-100

Polietilen glikol p-(1,1,3,3-tetrametilbütül)fenil eter

1. GİRİŞ

Son yıllarda mineral türü malzeme kullanımına yönelik olarak yapılan çalışmalar; sıcaklık, nem, pH, elektriksel veya manyetik alan gibi ortam değişikliklerine tepki verip, iletken hale gelerek, akış özelliklerini değiştirerek, titreşim sönümleme kabiliyeti göstererek yanıt veren akıllı malzemelerin kullanımı ve bu malzemelerden beklenen davranışların iyileştirilmesi üzerinedir [1].

Diatomit türü mineral malzemelerin kolloidal özelliklerinin belirlenmesi kullanım alanları açısından önemli olduğundan elektrokinetik özelliklerinin sulu ortamda araştırılarak çeşitli yüklere sahip elektrolitler ve anyonik, katyonik, iyonik olmayan yüzey aktif maddeler varlığında diatomitin elektrokinetik davranışlarının aydınlatılması endüstriyel önem arz etmektedir.

Diatomitin uygulanacak dış elektrik alan kuvveti altında akış özelliklerini değiştirip değiştirmeyeceğini belirlemek amacıyla dielektrik özelliklerinin aydınlatılması ve dielektrik sabiti, polarlanabilirlik ve durulma sürelerinin belirlenmesi gerekmektedir. Buradan elde edilecek sonuçlar ve yapılacak modifikasyon elektoreolojik (ER) çalışmalara ışık tutacaktır.

Elektoreolojik çalışmalarda dağılan fazı oluşturan taneciklerin dağıtıcı bir faz içinde dağıtılmasıyla hazırlanan dispersiyonlara dışarıdan maruz bırakılan bir elektrik alan kuvveti altında sıvının akışı ve bu akış sırasında göstereceği reolojik davranışlar incelenir. Bu tür akış davranışı sergileyen dispersiyon sistemleri elektoreolojik akışkanlar (ERA) olarak sınıflandırılır [2]. Literatürde ER akışkan hazırlamada dağılan faz olarak zeolitler, akrilat türü polimerler, iletken polimerler, silikatlar, titanat tuzları, grafen nanokompozitleri vb malzemeler rapor edilmiştir [3]. Bu çalışmalarda dispersiyon ortamı olarak silikon yağı, madeni yağ, parafin yağı, çeşitli halojenli hidrokarbonlar gibi yalıtkan yağlar kullanılmıştır.

Düşük viskoziteli dağıtıcı faz içinde daha yüksek dielektrik sabiti veya daha yüksek iletkenliğe sahip taneciklerin dağıtılmasıyla hazırlanan dispersiyonların elektrik alan

kuvveti etkisindeki indüklenmiş-akış davranışları dağılan fazın dielektrik sabiti veya iletkenliği ayarlanarak çeşitli elektrik alan kuvvetleri altında sistematik olarak incelenebildiğinden bu tür sıvılar akıllı akışkanlar olarak sınıflandırılır [4].

Ülkemiz için büyük bir öneme sahip diatomitlerin düşük yoğunluk, yüksek gözeneklilik, düşük ısı iletkenliği, yüksek erime noktası, sadece yüksek alkali çözeltilerde ve hidroflorik asitte çözünebilmesi gibi karakteristik özelliğe sahip olmasından dolayı pek çok kullanım alanı vardır. Bu hammaddenin ülke ekonomisine kazandırılması amacıyla çok yönlü araştırılması için FTIR, XRD, TGA gibi karakterizasyon teknikleri kullanılarak yapısının aydınlatılması yanı sıra dielektrik, elektrokinetik ve elektroeolojik özellikleri de incelenerek dielektrik sabiti, polarlanabilirliği, durulma süresi, koloidal kararlılığı ve viskoelastik titreşim sönümleme kapasitelerinin aydınlatılması önem arz etmektedir [5].

Bu çalışmada, ülkemizin doğal kaynaklarından olan diatomitin dielektrik, elektrokinetik, elektroeolojik, titreşim sönümleme ve sürünme-geri kazanım özellikleri çeşitli parametreler değiştirilerek araştırıldı, bu özelliklere etki eden faktörler belirlenmeye çalışıldı ve endüstriyel kullanım için optimum koşullar belirlenmeye çalışıldı.

2. GENEL BİLGİLER

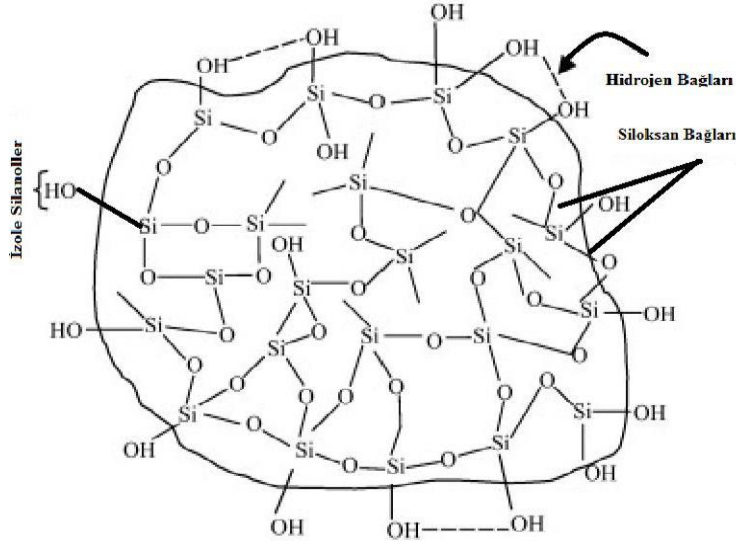
2.1. Diatomit

"Diatomit" veya "Diatome toprağı" olarak adlandırılmış olan bu organik kökenli mineral için kullanılan "Infusorial Earth", "Tripoli", "Tripolit" isimleri artık kullanılmamaktadır. Fransızca ve Almanca literatürde bu minerale "Kizelgur" olarak isimlendirilir. Olağanüstü özelliğe sahip diatomlar; gözenekli silika hidrat ($\text{SiO}_2 \cdot n\text{H}_2\text{O}$) barındıran ve birçok farklı desende hücre duvarlarına sahip eşsiz yapılardır [6]. Kaynaklarda Diatomit için aşağıdaki bilgiler verilmektedir: "Diatomit, algler sınıfından olan diatomelerin silisli kabuklarının fosilleşmesi ile oluşan bir sedimanter kayadır. Diatome, sudan elde ettiği silisten oluşan bir kabuk içerisindeki küçük bir protoplazmadır. Gelişmesini hızlandıran faktörler, erimiş silis ve temiz sular, sıg ve geniş havzalardır. Diatome türleri; tatlı sular ve denizlerde gelişmekte ve sayıları 16.000'e ulaşmaktadır. Ölen diatomelerin silisli kabukları diplerde birikerek diatomit yataklarını oluşturmaktadır [7]. Diatome kabuğu amorf silis ($\text{SiO}_2 \cdot n\text{H}_2\text{O}$) yapısındadır. Rezervler, genellikle organik kalıntılar, kum ve volkanik küller içerirler. Ticari değeri olan kayaçların %86-94'ü silistir. Kayaçların diğer kısmını ise alüminyum, demir ve kilden gelen alkaliler oluşturur [7]. Diatomit mineralleri, genellikle gevşektirler ve un gibi dağılırlar. Renkleri açık bej, beyaz ve gri arası değişir. Organik olarak zengin diatomitler kahverengi, siyah ve koyu yeşil renkli olarak doğada bulunabilirler" [8]. Diatomitin toplam gözenekliliğini, boşluklu iskeletlere sahip diatomlar ve diatom taneleri arasında kalan boşluklar oluşturur ve boşluk değeri %95'e kadar ulaşabilir. Boşluk değerlerine göre ağırlıklarının üç katına kadar su emebilirler [9]. Yapılmış birçok çalışmanın analiz sonuçları, diatomitin ana bileşeninin amorf silisyumdioksit olduğunu ortaya çıkarır. Amorf silikanın yüzey özelliği silanol gruplarının varlığına bağlıdır. Bu grupların yeterli derişimi yüzeyi hidrofilik yapar. Hidroksil grupları adsorplayıcılarla belirli reaksiyonlar boyunca, moleküler adsorpsiyonun merkezleri gibi davranır. Bu nedenle silika yüzeyinden hidroksil gruplarının ayrılması adsorpsiyonun azalmasına neden olur ve yüzey daha fazla hidrofobik özellik kazanır.

Yüzeydeki hidroksil grupları şöyle sınıflandırılmıştır:

- Soyutlanmış serbest ($\equiv\text{SiOH}$) silanol grupları
- İkili serbest ($=\text{Si}(\text{OH})_2$) silanol veya silandioller

-Birbirine yakın, hidrojen bağıyla bağlanmış hidroksil (-OH) grupları. Yüzey üzerinde ayrıca oksijen atomlarıyla –Si-O-Si köprüleri de mevcuttur [10].



Şekil 2.1. Diatomitin yüzey yapısı [11]

Diatomit yapısında, amorf silisten ($\text{SiO}_2 \cdot n\text{H}_2\text{O}$) oluşmuş hücre çeperlerinde kaynağına göre değişmekle birlikte çeşitli oranlarda Al, Fe, Ca, Mg, Na, K oksitleri de bulunmaktadır. Çizelge 2.1 de diatomit kimyasal bileşimleri derlenmiştir.

Çizelge 2.1. Diatomit örneklerinin kimyasal bileşim değerleri [12]

Kimyasal Bileşen	%En Az	%En Çok
SiO_2	65.42	87.48
Al_2O_3	0.81	3.42
Fe_2O_3	0.64	2.48
CaO	0.71	9.37
MgO	0.39	7.2

“Diatomit, sanayide birçok işlemde kullanılmaktadır ve tüketim alanları şöyle sıralanabilir: süzme malzemesi, ısı, ses, elektrik izolasyon malzemesi, katalizör taşıyıcı, birçok kimyasal maddelerin üretiminde silis kaynağı olarak, hafif yapı malzemesi ve refrakter imalatında, dolgu malzemesi olarak, absorban olarak, yüzey temizleyici olarak”. Ankara-Çankırı Bölgesi; Çankırı il sınırları içinde Çerkeş-Orta-Şabanözü ilçeleri, Ankara il sınırları içinde ise Güvem-Gürcüköy ile Ayaş’ın Başberket ve Gücügöz yatakları, İç Anadolu’nun güneydoğusu; Kayseri, Nevşehir ve Niğde illerinde, Batı Anadolu Bölgesi; Afyon-Seydiler, Kütahya-Alayunt, Uşak-Kayağıl bölgelerinde diatomit bolca bulunur [13].

2.2. Dielektrik Özellikler

Elektroreolojik akışkanların aktivite gösterebilmelerine ilişkin ileri sürülen çeşitli hipotezlerden bir tanesi de dağılan fazı oluşturan taneciklerin polarlanabilirlikleri üzerinedir. Dağılan fazı oluşturan taneciklerin dış elektrik alan kuvveti altındaki indüklenmiş polarlanabilirlikleri arttıkça akışkandan beklenen ER aktivite de artmaktadır. Bu nedenle ERA ları oluşturan dağılan fazdaki taneciklerin dış elektrik alan kuvveti uygulandığında gösterecekleri polarlanabilirlik değerleri ve dağıtıcı ortamın dielektrik özellikleri benzer çalışmalarda olduğu gibi bu çalışmada da araştırılması gereken parametrelerdendir. “Dağılan fazı oluşturan taneciklere dış elektrik alan uygulandığında, tanecik ve dağıtıcı sıvı yüzeyleri arası (Maxwell-Wagner), tanecikler arası dipol-dipol (Debye), atomik ve elektronik olmak üzere dört farklı indüklenmiş polarlanma gözlenir”. “Yüzeyler arası ve Debye polarizasyonu yavaş gerçekleşir ve ER etkinin oluşmasında bu polarizasyonlar rol aldığı literatürde rapor edilmiştir” [14]. Uygulanan dış elektrik alan kuvveti altındaki taneciklerin indüklenmiş polarizasyon hızı tanecikler arasında polarizasyon nedeniyle oluşan lifsi yapının gerçekleşmesi açısından önem arz etmektedir. Dağılan fazdaki taneciklerin indüklenmiş polarizasyon hızının yüksek olması taneciklerin bu polarlanabilirliklerinin tersinirliği açısından önemlidir. “Yapılan deneysel ve teorik çalışmalarda, durulma frekansının $100-10^5$ Hz aralığında olduğu polarizasyonların ER için uygun olduğu rapor edilmiştir” [15]. “Durulma frekansı, (λ) dielektrik kayıp faktörü eğrisinin maksimum yaparak bir pik verdiği frekans değeri olarak literatürde tanımlanmaktadır” [16].

“Kompleks dielektrik sabitinin (ϵ^*) gerçek kısım (ϵ') ve sanal kısım (ϵ'') olmak üzere iki bileşeninin olduğu Ikazaki ve arkadaşları tarafından ileri sürülmüştür” [16].

$$\epsilon^* = \epsilon' - i\epsilon'' \quad (2.1)$$

Dağılan fazı oluşturan taneciklerin polarlanabilirliklerinin bir ölçüsü olan ϵ' değerinin düşük ve yüksek frekanstaki değerleri arasındaki farkın $(\Delta\epsilon = \epsilon_0 - \epsilon_\infty)$ büyük olması bu taneciklerin indüklenmiş polarlanmayı tersinir ve hızlı olarak gösterebilmeleri için gereklidir.

ϵ'' ise polarizasyon süresi ile ilgilidir:

$$\lambda = 1 / (2\pi f_{\max}) \quad (2.2)$$

“Burada $f_{\max}$, ε'' spektrumunda oluşan pike karşılık gelen frekans değeridir. ER için uygun bir tepki süresi oluşması için $f_{\max}$ değerinin 100-10⁵ Hz frekans aralığında olması istenir.” “Yapılan deneysel çalışmalar bir ER akışkanı oluşturan dağılan fazdaki taneciklerin durulma süresi (λ) değerinin küçük ve $\Delta\varepsilon$ değerinin ise büyük olması gerektiğini literatürde rapor edilmiştir” [16].

Tüm bu parametrelerin diatomit/SO dispersiyon sisteminde dağılan fazı oluşturan diatomitin dielektrik özellikleri üzerine olan etkileri tez kapsamında araştırılmış, ulaşılan verilen mevcut teknik literatür ile kıyaslanmıştır.

2.3. Elektrokinetik Özellikler

“Elektrokinetik özelliklerin bir malzemenin hazırlanan kolloidal dispersiyonlarında Elektrokinetik Potansiyel veya Zeta (ζ)-Potansiyel olarak tanımlanan maddeye ait bir fiziksel büyüklüğün; tanecik büyüklüğü, dağıtıcı ortam, sıcaklık, pH, elektrolit türü (anyonik, katyonik), değeriği (mono, di, trivalent) ve miktarı, yüzey aktif madde türü (anyonik, katyonik, non-iyonik) ve miktarı ile değişiminin incelenmesine dayandığı literatürde rapor edilmiştir” [17,18].

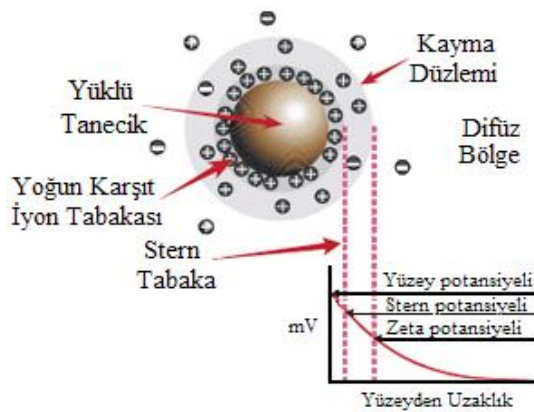
“Zeta potansiyel, dispersiyon içinde dağılan fazı oluşturan yüklü tanecikler ile bunların etrafındaki sulu (veya apolar) çözeltinin birbirlerine göre hareketlerinde, çözelti-tanecik arasındaki kayma yüzeyinden ölçülebilen potansiyel olarak literatürde tanımlanmıştır” [18,19]. Elektrokinetik veriler kullanılarak dispersiyonların bileşimleri optimize edilebilir, taneciklerin yüzey yükleri, kolloidal kararlılığı, dağılan fazdaki taneciklerin hidrodinamik çapları, oluşan elektriksel çift tabakanın kalınlığı hesaplanabilir. Dağılan fazı oluşturan tanecikler arasında van der Waals çekim kuvvetleri baskın olduğunda Lennard-Johns potansiyel enerji diyagramına göre dağılan fazı oluşturan tanecikler bir araya gelerek pıhtı oluşturabilir. Bu durumda taneciklerin topaklanmasından kaynaklı hidrodinamik çap büyümesi gözlenir. Yer çekimine karşı dirençleri azalan tanecikler dağılan fazdan koparak içinde bulunduğu kabın dibine çökebilir [20]. “Kolloidal sistemlerin ortam kararlılığı ile ilgili olarak, 1940 yılında dört bilim insanı (Derjaguin, Verwey, Landau ve Overbeek)

kolloidal sistemlerin kararlılığıyla ilgili olarak bir teori geliştirdiler”. “DVLO teorisi olarak bilinen bu teori süspansiyon içerisindeki taneciklerin kararlılığının toplam enerji fonksiyonuna (V_T) bağlı olduğunu önermiştir”. “Toplam enerji fonksiyonu dispersiyon içindeki bazı yarışmalı etkileşimlerin toplamıdır” [20].

$$V_T = V_\phi + V_i + V_s \quad (2.3)$$

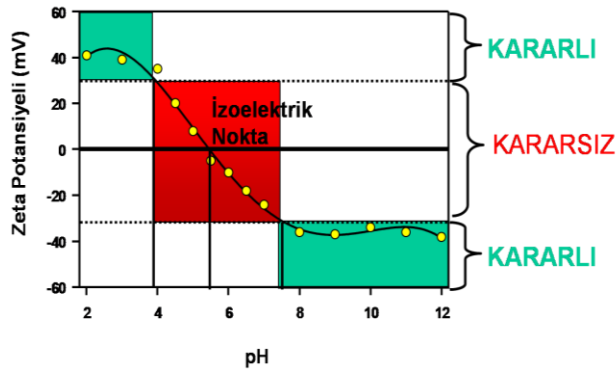
Bu eşitlikte, “ V_s çözücünden kaynaklanan, V_i itme, V_ϕ ise çekme potansiyel enerjileridir” [20].

Dağılan fazı oluşturan taneciklerin dispersion içindeki elektriksel durumları ile ilgili olarak elektriksel çift tabaka oluşum kuramı ileri sürülmüştür. “Bu kurama göre, dağılan fazdaki taneciğin etrafında bulunan yüzeyler arası bölgedeki iyon dağılımı, tanecik yüzeyindeki net yükün büyümesinden etkilenir”. “Tanecik net yükü arttığında tanecik yüzeyine yakın bölgede tanecik ile zıt yüklü iyon derişimi de artar”. “Bu şekilde tanecik ile etrafındaki zıt yüklü iyonlar arasındaki etkileşimler sonucu bir yapı oluşur”. “Oluşan bu yapı literatürde elektriksel çift tabaka olarak adlandırılmıştır”. “Tanecik etrafındaki sıvı ortamda bulunan iki kısım, iç kısımda iyonların kuvvetli bir şekilde bağlanarak oluşturduğu Stern Tabaka, dış kısımda ise daha zayıf iyon etkileşimleriyle oluşan Difüz Tabaka (Gouy Tabaka) olarak kayıtlarda geçmektedir.”. “Stern tabaka da kendi içinde iç ve dış Helmholtz Tabaka olmak üzere iki kısımdan oluşur” [21].



Şekil 2.2. Bir tanecik yüzeyinde zeta-potansiyelin oluşumu

Zeta-potansiyel değeri, bir kolloidal dispersiyonunun kolloidal kararlılığının belirlenmesinde en etkin parametrelerdendir. Dispersiyon içinde dağılan taneciklerin yükleri birbirinin benzeri olduğu durumda itme kuvvetleri baskın olacak ve ζ -potansiyel değerleri artacak ve elektrostatik itme kuvvetleri baskın olacağından Lennard-Johns potansiyel enerji diyagramında itme bölgesindeki kuvvetler baskın olacak, tanecikler bir araya gelerek pıhtı oluşturmamayıp kararmayacaklardır. “Literatürde bir kolloidal dispersiyonunun kolloidal olarak kararlı olabilmesi için ζ -potansiyel değerinin $+30\text{mV} \leq \zeta \leq -30\text{mV}$ aralığında olması gerektiği rapor edilmiştir” [22].



Şekil 2.3 Zeta potansiyel-pH Değişimi

ζ -Potansiyel değeri üzerine pH, elektrolit türü, kation ve anyonların değeri, ortamın iyon şiddeti, yüzey aktif madde türü ve miktarı ve sıcaklık parametreleri etkilidir. Su ile hazırlanan dispersiyonlarda ζ -potansiyeli değerinin ortaya çıkmasında pH seviyesi etkili bir faktördür. ζ -potansiyeli (-) değere sahip bir taneciğin bulunduğu sulu ortama ototitrator vasıtasıyla alkali miktarı artırıldığında ortamdaki OH^- iyon derişimi artacağından sistemin ζ -potansiyel değeri daha negatif potansiyellere kayar. Aynı dispersiyona asit ilave edilirse ortamda artacak H_3O^+ iyonları nedeniyle negatif iyon yükünün önce azalacağı ardından ise nötrleşeceği bir noktaya ulaşılır. Dispersiyon ortamında (+) yüklü iyonların sayısının (-) yüklü iyonların sayısına eşit olduğu pH değerine izoelektrik nokta (İEN) denir ve bu noktada dispersiyon içinde asılı duran taneciklerin ζ -potansiyeli değeri 0 mV olup minimum kolloidal kararlılığa karşılık gelir. Asit ilavesine devam edildiğinde askıda bulunan taneciğin etrafında pozitif yüklü bir tabaka oluşur ve ζ -potansiyeli eğrisi İEN den geçtikten sonra pozitif bölgeye kayar. Kolloidal dispersiyon içinde asılı durumdaki tanecik etrafında oluşan elektriksel çift tabakanın kalınlığı (κ^{-1}) dispersiyonun iyonik şiddetine bağlı olup bu iyonik şiddetten hesaplanabilir. Elektriksel çift tabaka kalınlığı kolloidal

dispersiyon ortamının iyonik şiddeti arttıkça sıkışarak azalır. Elektriksel çift tabaka kalınlığını koloidal dispersiyon ortamında bulunan iyonların değeri de etkiler. “ Al^{3+} gibi üç değerlikli bir iyonun, Na^+ gibi tek değerlikli bir iyonla göre elektriksel çift tabakayı daha çok sıkıştırdığı ve dispersiyonun ζ -potansiyeli değeri düşürdüğü literatürde rapor edilmiştir” [22]. Koloidal dispersiyon ortamındaki inorganik iyonların yüklü tanecik yüzeyleri ile iki yolla etkileşebildiği; bunlardan ilkinde spesifik olmayan adsorpsiyonun, ikincisinde ise spesifik adsorpsiyonun olabileceği ve bunlardan ilkinin İEN üzerinde hiçbir etkisi gözlenmezken ikincisinin İEN nin değerinde değişmesine sebep olabileceği rapor edilmiştir. adsorpsiyonudur. Tüm bu parametrelerin etkileri tez çalışması kapsamında hazırlanan diatomit/su dispersiyon sistemleri için araştırılmış, sonuçlar literatür ile tartışılmıştır.

2.4. Elektroeoloji

Reoloji maddenin akışı ve bu akış esnasında uygulanan dış kuvvetler varlığında uğradığı deformasyonlar ile ilgilenen bilim dalıdır. Bu akış deformasyonları dışarıdan uygulanan elektrik alan kuvveti vasıtasıyla gerçekleşir ve oluşan deformasyonlar çeşitli parametrelerin fonksiyonu olarak ölçülür ise buna da elektroeoloji (ER) denir [23].

Elektroeolojik akışkanlar (ERA), çeşitli yalıtkan yağların içerisinde dağıtılmış, tanecik boyutları birkaç yüz nm den 100 μm ye kadar değişebilen büyüklükte, indüklenmiş polarizasyon gösterebilen tanecikler içeren bir dispersiyon sistemidir. Bu nedenle ERA lar, elektrik alan kuvvetine maruz kaldığında dağılan fazdaki taneciklerin indüklenmiş polarizasyonları, iletken olmaları, elektriksel çift tabaka oluşturmaları, dielektrik özelliklerinin değişmesi gibi nedenlerle akış özelliklerini tersinir olarak değiştirebilen maddelerdir [24]. Yalıtkan bir dispersiyon sıvısı içinde indüklenmiş polarizasyon gösterebilen tanecikler ile hazırlanan ER akışkanlar, içinde dağıldıkları sıvıdan daha yüksek elektriksel iletkenlik değeri ve dielektrik sabitine sahip olduklarından uygulanan dış elektrik alan kuvvetini algılayarak viskoz akış davranışlarını değiştirmekte, elastik ve viskoz modülleri değişmekte, sürünme-geri kazanım davranışları sergileyebilmektedir. Bu dış faktörler değiştiğinde akış-deformasyon özellikleri ayarlanabildiğinden bu tür malzemeler akıllı malzemeler olarak sınıflandırılır. Üstün performanslı bir ER akışkandan beklenen özellikler: dış elektrik alan kuvvetini mili saniye gibi kısa sürede algılama, bu

algılamanın tersinirliği, dış elektrik alan uygulanmadan önceki vizkozitesinin çok düşük olması, elektrik alan uygulandığındaki viskozitesinin çok yüksek olması, düşük ve yüksek sıcaklık direncinin, mekanik ve kimyasal dayanımının ve koloidal kararlılığının yüksek olmasıdır. Bu tür özelliklere sahip ERA lar gösterdikleri yüksek performans nedeniyle pek çok mühendislik uygulamasında kullanılmaktadır [25]. ERA'lar da elektrik alan maruziyeti altında görülen faz dönüşümleri literatürde şu şekilde açıklanır: “Elektrik alan altında dağılan tanecikler indüklenmiş polarizasyon gösterirler ve elektrotlar arasında uygulanan alan doğrultusunda yönlendirilerek lifsi zincir ya da kolon yapıları oluştururlar”. “Süspansiyonlara uygulanan elektrik alan kuvvetinin etkisiyle hemen hemen tüm tanecikler zıt yüklü kutuplarının yan yana dizildiği bir yapı oluşturur. Bu zıt kutuplar arasındaki çekim kuvveti parçacıkları birbirine yapıştırır.” “Birbirini izleyen parçacıklar tıpkı ipe dizilen zincirler gibi uç uca eklenerek sıralanır.” “Elektroreolojik bir akışkan içerisinde parçacıklar tarafından oluşturulan zincirler akışkan kabının bir ucundan diğer ucuna doğru hızla büyür. ” “Elektroreolojik etki bu zincirlerden meydana gelen kayma geriliminden kaynaklanır” [26]. “ER özellik dağılan fazın boyutuna, en:boy oranına (aspect ratio), yüzey özelliklerine ve polarlanabilirliğine oldukça bağlıdır.” “Dağılan fazın boyutu ve geometrisinin ER etkinin mekanizmasını açıklamada oldukça kullanışlı olduğu literatürde rapor edilmiştir” [26].

ER etki üzerine etki eden önemli parametreler

“ER etkinin uygulanan elektrik alan kuvveti [27,28], elektrik alan frekansı [29,30], kayma hızı, tanecik iletkenliği [31,32], tanecik dielektrik özelliği [33,34], tanecik hacim kesri [35], sıcaklık [36,37], tanecik boyutu [38], promoter [39,40] ve koloidal kararlılık gibi parametrelere bağlı olduğu çeşitli literatürlerde rapor edilmiştir”.

ER akışkanların verimi

ER verimi, elektrik alan uygulanması ile viskozitede meydana gelen bağıl artış olarak ifade edilir. ER etkinin pratik uygulamaları için aranan özellik, akışkanın en düşük elektrik alanda mümkün olabilen en yüksek elektro-viskoziteye (elektrik alan zorlanmış viskozite) sahip olabilmesidir [35]. ER viskozite,

$$\Delta\eta = \eta_{\varepsilon} - \eta_0 \quad (2.4)$$

$$\text{ER verimi} = \frac{\Delta\eta\varepsilon}{\eta_0} \quad (2.5)$$

şeklinde ifade edilir.

Bu eşitlikte,

η_{ε} = süspansiyonun elektrik alan varlığında viskozitesi, η_0 = süspansiyonun elektrik alan yokluğunda viskozitesi dir. η_{ε} değeri, belli bir tanecik derişiminde uygulanan elektrik alanla birlikte, taneciklerden oluşan zincir benzeri yapıların kayma değerindeki dirence bağlıdır. Tanecikler yokken taşıyıcı sıvının η_0 ve η_{ε} viskoziteleri ihmal edilebilir ve elektrik alan kuvveti sıfır olduğunda ortamın ER verimi = $(\eta_{\varepsilon}-\eta_0)/\eta_0 = 0$ dır. Ortama tanecikler ilave edildiğinde, ER etki pozitifse η_{ε} değeri η_0 değerinden daha büyük olacaktır. ($\eta_{\varepsilon}>\eta_0$). Çünkü elektrik alan varlığında tanecikler arasında zincir yapısı olduğundan viskozite artacak dolayısıyla ER verimi>0 olacaktır [41].

ER akışkanların endüstriyel kullanım alanları

Bir ERA da dış elektrik alan kuvveti tesiriyle seri, tesirli ve geri dönüşümlü bir şekilde sıvı durumdan katımsı duruma ve dış elektrik alan kuvveti kaldırıldığında tekrar akışkan hale tersinir olarak geçebilmesi mekanik hareketlerin iletimi ve kontrolünde kullanıma olanak sağlar. ERA ların endüstriyel kullanım alanları ile ilgili literatürde “Debriyaj [42], fren [43], titreşim sönümleyen sistemler [44], hareket sağlayan sistemler [45], hidrolik valfler ve robot kontrol [46] sistemleri gibi alanlar rapor edilmiş olup, birçok prototip ER cihazı üretildiği, gerçek teknolojik uygulamalarının yapıldığı ve bu konularda patentlerin alındığı rapor edilmiştir”. “Bu cihazlar arasında titreşim azaltıcı sistemler oldukça yoğun ilgi görmektedir.” “ERA ların titreşim sönümleyici sıvı olarak kullanıldığı teknolojik alanlar robot kolları, mil yatak sönümleyicileri, sismik kontrol sistemleri olarak rapor edilmiştir” [47].

Bu parametrelerin diatomit/SO dispersiyonların ER özelliklerine etkileri ve titreşim sönümleme kapasitesi bu tez çalışması kapsamında araştırılmış ve deney verileri literatür ile kıyaslanmıştır.

3. DENEYSEL KISIM

3.1. Deneyde Kullanılan Kimyasal Maddeler

<u>Kimyasal Madde</u>	<u>Üretici</u>
NaCl ($\geq 99,5$, e.n:801°C)	Sigma Aldrich
BaCl ₂ ($\geq 99,9$, e.n:963°C, d=3,856 g/mL)	Sigma Aldrich
AlCl ₃ ($\geq 99,9$, e.n:190°C)	Sigma Aldrich
Na ₂ SO ₄ (≥ 99 , e.n:884°C, d=2,68 g/ml)	Sigma Aldrich
Setiltrimetilamonyum bromür [(C ₁₆ H ₃₃)N(CH ₃) ₃ Br, >%99, e.n :248-251°C]	Merck
Sodyum dodesil sülfat (CH ₃ (CH ₂) ₁₁ OSO ₃ Na, %90, e.n :204-207°C)	Merck
Triton X100 (Polietilen glikol tert-oktilpenil eter, t-Oct-C ₆ H ₄ -(OCH ₂ CH ₂) _n OH ,n=9-10)	Fluka
Silikon yağı ([-Si(CH ₃) ₂ O-) _n , $\eta = 1$ Pa s, d=0,967 g/mL)	Sigma Aldrich

Diatomit, Ankara-Kızılcahamam yöresinden MTA tarafından çıkartılmış olup, Çizelge 3.1 de verilen kimyasal bileşime sahiptir, vakum etüvde 70°C de 24 saat kurutulduktan sonra kullanıldı.

Çizelge 3.1. Diatomit kimyasal bileşim değerleri

SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	CaO	MgO	Na ₂ O ₃	K ₂ O	TiO ₂	P ₂ O ₅	Ateş kaybı
88,32	3,47	0,48	0,42	0,26	0,17	0,28	0,18	0,10	5,84

3.2. Karakterizasyonda Kullanılan Aletler, Cihazlar ve Teknikler

3.2.1. Vakum etüvü

Memmert Model (Almanya), vakum ve sıcaklık kontrollü.

3.2.2. ATR-FTIR spektrometresi

Diatomit örneğinin Fourier Dönüştümlü Kızılötesi Spektrometre ölçümleri $400-4000\text{ cm}^{-1}$ dalga boyu aralığında NICOLET marka IS50 model FTIR Spektrometre (Lif ve Polimer Mühendisliği, Bursa Teknik Üniversitesi) kullanılarak doğrudan alındı.

3.2.3. X-ışını kırınımı (XRD) cihazı

Toz halindeki diatomit örneği GNR APD 2000 PRO model (İtalya) X-ışınları kırınımı cihazı ile dalga boyu $\lambda = 0,15406\text{ nm}$ olan $\text{CuK}\alpha$ ışınlarının birinci mertebeden kırınım açıları ölçülerek XRD desenleri belirlendi (Radyasyon kaynağı tüp voltajı 40 kV, tüp akımı 40 mA, tarama hızı 6°s^{-1} ve tarama aralığı $2^\circ \leq 2\theta \leq 80^\circ$) (Fotonik Uygulama ve Araştırma Merkezi, Gazi Üniversitesi)

3.2.4. Termogravimetrik analiz (TGA) cihazı

Diatomit örneğinin ısı etkisi ile yapıda meydana gelen deformasyonlar ve kütlesindeki azalmalar, $10^\circ\text{C}\text{ dakika}^{-1}$ ısıtma hızında, $\text{O}_2(\text{g})$ atmosferinde, $25-900^\circ\text{C}$ arasında, Perkin Elmer marka STA6000 model termal analiz cihazı ile incelendi (Lif ve Polimer Mühendisliği, Bursa Teknik Üniversitesi).

3.2.5. Yoğunluk ölçümleri

Diatomitin yoğunluk değeri 0,06 g ve 0,1 g tartılan örnekler, 1toncm^{-2} basınç ile preslenerek 0,0403 cm ve 0,0688 cm kalınlığında pelletler haline getirildikten sonra pellet oluşturulan diskin çapı kullanılarak $V = \pi r^2 h$ formülü ile hacim değerinin bulunmasının ardından $d=m/v$ formülünden faydalanılarak tespit edilmiştir .

3.2.6. Dört nokta iletkenlik ölçümü

Pellet haline getirilen örneklerin iletkenlik değerleri, FPP-460A model dört nokta iletkenlik ölçer cihazı (Entek-Elektronik) ile van der Pauw tarafından geliştirilen dört nokta tekniği kullanılarak tespit edildi. Bu teknikte sıkıştırılarak pellet haline getirilen ve böylece belirli bir kalınlık ve alanlarda hazırlanan örneklerin yüzeyine dört elektrot değdirilir. İçteki iki

elektroda belirli potansiyeller uygulanırken diğer ikisinden de akım ölçülür. Örneklerin iletkenliği Eş 3.1 kullanılarak hesaplanabilir:

$$\sigma = \frac{1}{\frac{\pi}{\ln 2} dk \frac{V}{I}} \quad (3.1)$$

Bu eşitlikte, σ : İletkenlik (S.cm-1), d : Numunenin kalınlığı, I : Numuneden geçen akım, V : Numuneye uygulanan potansiyel ve k : orantı sabitidir.

Ölçümler için, 0,06 g standart kütlede tartılan numuneler, 1 ton.cm⁻² basınç altında sıkıştırılarak 1,3 cm çapında silindirik pelletler haline getirildi. Daha sonra numunelerin kalınlıkları dijital kumpas ile ölçüldü. Bu şekilde hazırlanan numunelerin iletkenlikleri de dört nokta iletkenlik ölçer cihazında örneklerin kalınlık değerleri tanımlanıp cihazın yazılımı kullanılarak oda sıcaklığında ölçüldü. Ölçümler örneklerin farklı noktalarından en az 5 kez yapıldı ve ortalama değer verildi.

3.2.7. Tanecik boyutu ölçümleri

0,01 g diatomit örneği 10⁻³ M NaCl çözeltisi içerisinde ultarsonik dalga uygulayarak dağıtıldıktan sonra hidrodinamik tanecik boyutu ölçümleri Lazer Doppler Elektroforez tekniği ile çalışan Malvern Nano-ZS marka, 18 mm çapında He-Ne ışık kaynağına ($\lambda = 633$ nm) sahip dinamik ışık saçılımı cihazı ile tanecik boyutu ölçüm modunda gerçekleştirildi.

3.2.8. Elektrokinetik ölçümler

Lazer Doppler Elektroforez tekniği ile çalışan Malvern Nano-ZS marka zeta potansiyeli tanecik boyutu ölçüm cihazı ile ζ -potansiyeli ölçümleri gerçekleştirildi. Elektrotlar yardımı ile elektrik alan (E) uygulanabilen bir hücreye koloidal çözelti konulduğunda çözelti içindeki tanecikler iyon yüklerinin zıt işaretindeki elektroda doğru yönelir. Hareket hızı arttıkça ζ -potansiyeli değeri de artar. Parçaçıkların bu hareket ve hızları ölçülür ve Henry denklemi (3.3) kullanılarak ζ -potansiyeline çevrilir.

$$U = \frac{V}{E} \quad (3.2)$$

U: Mobilite, V: Hız, E: Elektrik alan

Henry denklemi;

$$U_E = \frac{2\varepsilon\zeta f(k\alpha)}{3\eta} \quad (3.3)$$

Bu eşitlikte: U_E : elektroforetik mobilite, ε : dielektrik sabiti, ζ : zeta potansiyeli, $f(k\alpha)$: Henry fonksiyonu, η : ortamın viskozitesidir.

Deneyler sırasında sulu ortamda hazırlanan diatomit dispersiyonları üzerine NaCl, BaCl₂, AlCl₃ ve Na₂SO₄ elektrolitlerinden belirli derişimlerde hazırlandı, ultrasonik dalga uygulayarak homojenize edildi, ardından zeta-sizer cihazının haznesine konuldu, oto titratör ünitesinden 0,01 M HCl(aq) ve NaOH(aq) otomatik olarak dispersiyon içine çekildi ve farklı pH larda zeta-potansiyelleri ölçüldü.

3.2.9. Dispersiyonların hazırlanması

Ölçümlerde kullanılacak diatomit örneği 24 saat 70°C’de vakumlu etüvde kuruması sağlandı ve ardından silikon yağı içinde belirli hacim kesirlerinde [ϕ =%5,%10,%15,%20 (v/v)] hazırlanarak; çökelmeme kararlılığı, dielektrik ve ER çalışmalarında kullanıldı.

3.2.10. Dielektrik sabiti ölçümü

Diatomit numunelerin dielektrik özellikleri 20 Hz-2 MHz aralığında frekans uygulayabilen, Agilent marka E4980A Precision Model Empedans Analizörü/LCR Metre ile 16452A model (Japonya) sıvı numune test aparatı kullanılarak 25°C sabit sıcaklık ve 1 V sabit AC voltajda Cp-Rp modunda ölçüldü. Ölçümler sonucu elde edilen verilerden aşağıdaki eşitlikler yardımı ile dielektrik sabiti (ε') ve dielektrik kayıp değerleri (ε'') frekansa bağlı olarak hesaplandı. Ölçümler en az 3 kez tekrarlandı. Bir malzemede, polarizasyon olayının derecesini ε' göstermektedir. Bir malzemede, ε' polarizasyon olayının derecesini göstermektedir. Dış elektrik alan maruziyetiyle numunede oluşan dipollerin büyüklüğü ve yoğunluğu polarizasyon derecesini etkiler. Dielektrik sabiti iki

elektrik yük arasındaki elektrostatik çekim kuvvetini azaltan bir miktardır. Aynı zamanda, bir alanın etkisi altında dış elektrik bölgede ne kadar enerji depolandığını gösterir. Bağlı dielektrik sabiti (ϵ_r) malzemenin dielektrik sabitinin (ϵ) boşluğun dielektrik sabitine ($\epsilon_0 = 8,854 \times 10^{-12}$ F/m) oranını verir ve kompleks değerlerle gösterilir.

$$\epsilon_r = \frac{\epsilon}{\epsilon_0} \quad (3.4)$$

$$\epsilon_r = \epsilon_r' - i\epsilon_r'' \quad (3.5)$$

LCR (indüktans, kapasitans ve direnç) metre iki paralel elektrot arasına konulan malzemenin kapasitansını ölçerek bağlı dielektrik sabitini belirlemede kapasitans metodunu kullanır. Buna göre ölçülen kapasitans ve elektrot boyutlarından malzemenin dielektrik sabitinin gerçek (dielektrik sabiti, ϵ') ve sanal (dielektrik kayıp, ϵ'') kısımları hesaplanabilir.

$$\epsilon_r' = \frac{dC_p}{A\epsilon_0} \quad (3.6)$$

$$\epsilon_r'' = \frac{dC_p}{\omega R_p A \epsilon_0} \quad (3.7)$$

Burada, C_p : kapasitans, d : elektrotlar arası mesafe, A : elektrot alanı, ω : açısal frekans ($2\pi f$), ve R_p : dirençtir.

Diatomit/SO dispersiyon sistemleri için dielektrik parametrelerinden durulma süresi (λ) aşağıdaki formülden hesaplanmıştır.

$$\lambda = 1 / (2\pi f_{\max}) \quad (3.8)$$

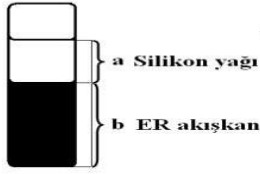
$f_{\max}$, ϵ'' spektrumunda oluşan durulma pikine karşılık gelen frekans değeridir.

3.2.11. Çökelmeme kararlılığı ölçümleri

Kolloidal kararlılık elektoreolojik çalışmalarda sağlıklı veri elde etmek için önemli parametrelerden biridir. ER akışkanlarının çökelmeme kararlılığı yer çekimine ve çevresel

etkilere karşı dayanıklılığı artırarak dispersiyonların endüstriyel alanda kullanımlarını artırmaktadır. SO içerisinde %5,%10,%15 ve %20 hacim kesrinde hazırlanan dispersiyon numuneleri, 25°C oda sıcaklığında 30 gün süreyle bekletilerek zaman içinde homojen dispersiyonda meydana gelen faz ayrımı dijital kumpas yardımıyla ölçüldü ve eşitlik (3.9) yardımı ile çökelme kararlılığı oranları hesaplandı.

$$\text{Çökelme Oranı} = \frac{b}{(a+b)} \times 100 \quad (3.9)$$



Şekil 3.1. Bir dispersiyonda zamanla meydana gelen çökelmenin şematik gösterimi

3.2.12. Elektoreoloji ölçümleri

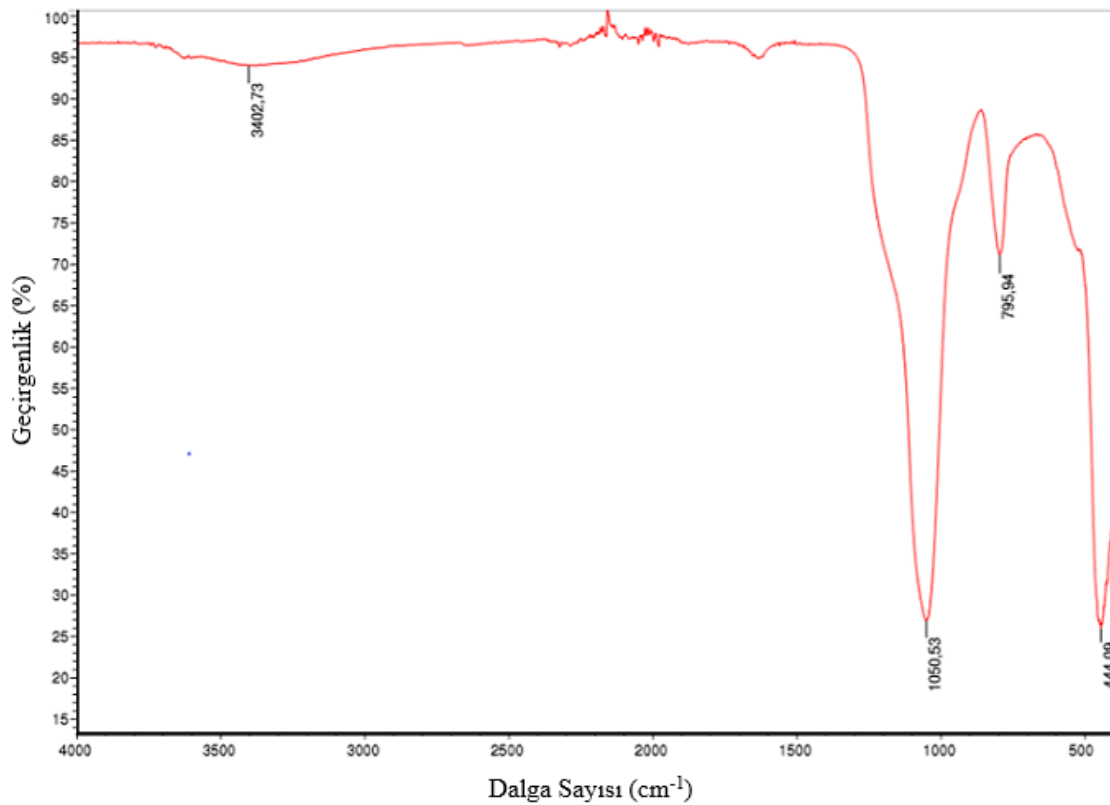
SO içerisinde hazırlanan diatomit dispersiyonlarının elektoreolojik özellikleri ER aktivitelerinin belirlenmesi ile elektrik alan kuvveti,kayma hızı,derişim, frekans ve zamanın etkileri incelenerek araştırıldı. Ölçümler için Thermo-Haake RS600 model, 0,001-1500 s⁻¹ arasında kayma hızı uygulayabilen, 35 mm çapında paralel plakalı tork elektoreometre kullanıldı. Elektrik alan (E=0-3,5kV/mm) dc güç kaynağı ile bilgisayar kontrollü olarak sağlandı.(Fug Electronics, Almanya). Dış elektrik alan uygulamak için 0–12 kV aralığında güç üretebilen Fug Electronics HCL 14 model (Almanya) yüksek gerilim kaynağı, sıcaklık kontrolleri için ise Thermo Haake TC 501 ısıtma ünitesi (ABD) ve Thermo Haake Phoenix 75 (ABD) soğutma üniteleri kullanıldı.%5,%10,%15 ve %20 hacim kesrinde hazırlanan diatomit/SO dispersiyonların elektoreolojik özellikleri ilk paragrafta yer alan parametrelere bağlı olarak incelenerek sonuçlar yorumlandı.

4. SONUÇLARIN DEĞERLENDİRİLMESİ VE TARTIŞMA

Bu tez çalışmasında, akıllı malzeme olarak kullanılabileceği öngörülen diatomit taneciklerinin çeşitli karakterizasyon yöntemleri ile incelenmesinin yanı sıra elektrokinetik, dielektrik ve elektoreolojik özellikleri araştırılmış ve sonuçları aşağıda sunulmuştur.

4.1. ATR-FTIR Analizi Sonuçları

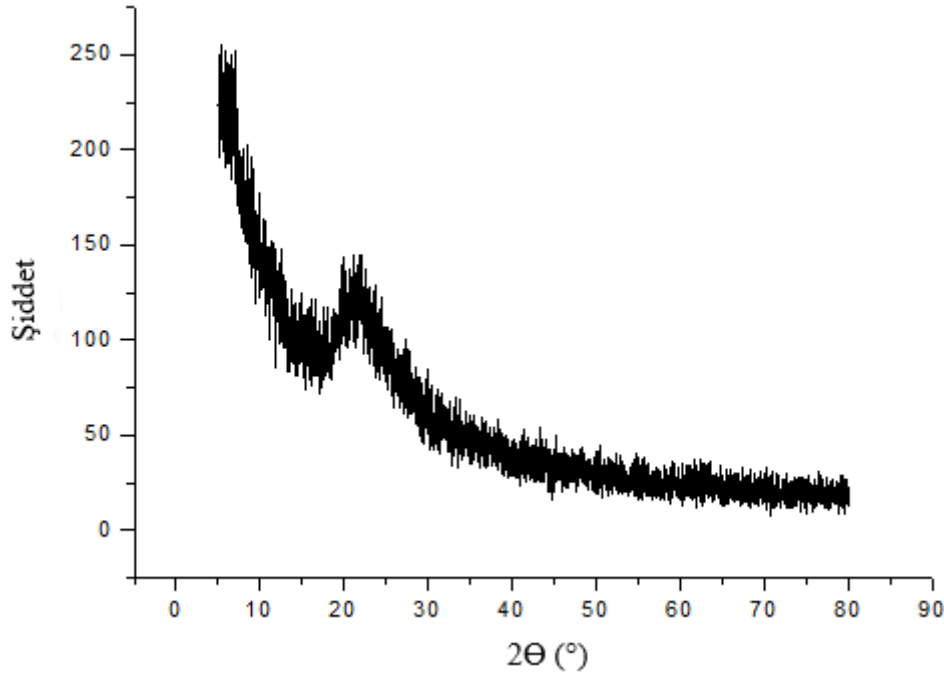
Diatomit örneğinin yapısında bulunan fonksiyonel grupların tayini FTIR ile yapılmış ve elde edilen FTIR spektrumu Şekil 4.1. de sunulmaktadır. Diatomitin ana bantları 3403, 1051, 796, 444 cm^{-1} 'de sırasıyla; Si-OH grubuna ait hidroksil ve yüzeye fiziksel olarak bağlı su moleküllerinin titreşim frekansı, [48] siloksan (Si-O-Si) grubuna gerilme titreşim bandı, Si-O-Si grubunun Si-O gerilme titreşim bandı, Si-O-Si titreşim bandından kaynaklanmaktadır [49]. Diatomitin karakteristik pikleri; 1051 cm^{-1} 'de Si-O-Si titreşimleri, 796 cm^{-1} 'de -OH piklerine aittir.



Şekil 4.1. Diatomitin FTIR Spekturumu

4.2. XRD Analizi Sonuçları

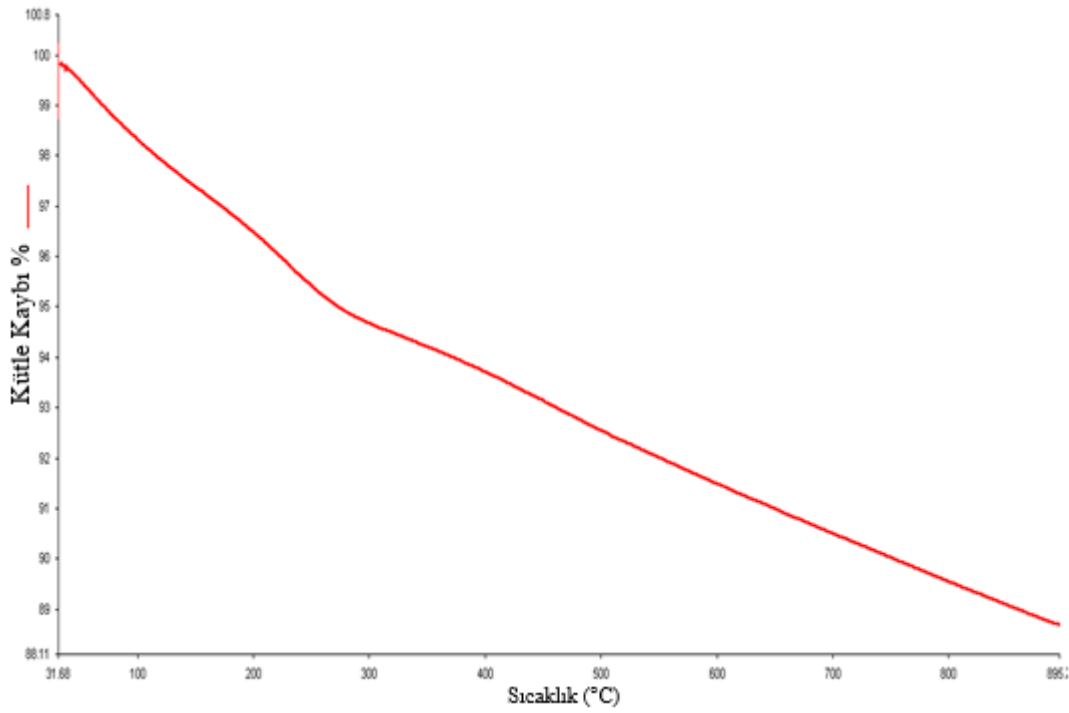
Şekil 4.2. de görülen diatomit numunesine ait kırınım deseninde (2θ) 16° - 35° arasında büyük geniş pikler; diatomitin geniş bir amorf yapıya sahip olduğunu göstermiştir. $2\theta \sim 27^\circ$ 'de SiO_2 pikleri görülmektedir [50].



Şekil 4.2. Diatomitin XRD spekturumu

4.3. TGA Analizi Sonuçları

Şekil 4.3.'de diatomit örneğine ait TGA eğrisi görülmektedir. TGA eğrisi iki farklı sıcaklıkta kütle kaybı göstermektedir. Gözlenen ilk kütle kaybı 100°C 'nin altında; diatomit yüzeyine fiziksel olarak bağlı bulunan su moleküllerinin ayrılmasından, ikinci kütle kaybı ise yapı içindeki suyun yanında yüzeydeki hidroksil gruplarının ayrılmasından kaynaklanmakta olup, literatür ile uyumlu olarak toplam %2,5 kütle kaybı gözlenmiştir [51]. TGA da gözlenen bu yapı FTIR verileriyle kıyaslandığında bir uyumun olduğu ve diatomit yapısında çok az miktarda muhtelif formlarda H_2O moleküllerinin bulunduğunu göstermiştir.



Şekil 4.3. Diatomitin TGA Eğrisi

4.4. Yoğunluk Ölçüm Sonuçları

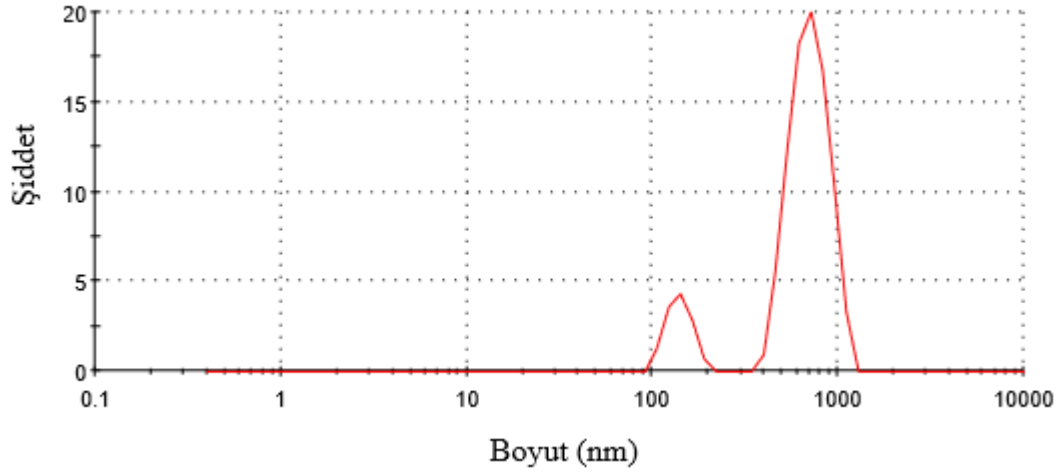
Silindirik pellet haline getirildikten sonra önce hacmi hesaplanan numunenin $d=m/v$ formülünden yoğunluk değeri hesaplanmış ve 3 ölçüm ortalaması 0.95 g/cm^3 olarak belirlenmiştir.

4.5. Dört Nokta İletkenlik Ölçümü Sonuçları

Yaklaşık 702 nm boyutlarındaki diatomit toz taneciklerin 1 tonluk pres altında sıkıştırılmasıyla hazırlanan silindirik pellet disk ile dört nokta (Four-probe) iletkenlik ölçümü deneyleri yapılmış ve diatomit taneciklerin iletkenlik değeri $5,24 \times 10^{-5} \text{ S cm}^{-1}$ olarak hesaplanmıştır. Literatürde düşük iletkenlik değeri diatomitin porozif yapısı ve düşük yoğunluk değeri ile izah edilmektedir [52].

4.6. Tanecik Boyutu Ölçüm Sonuçları

Diatomit taneciklerin hidrodinamik çapları 1×10^{-3} M NaCl(aq) varlığında dinamik ışık saçılımı cihazı yardımıyla ölçülmüş ve ortalama tanecik boyutu 702 ± 42 nm olarak belirlenmiştir.



Şekil 4.4. Diatomite ait dinamik ışık saçılımı diyagramı

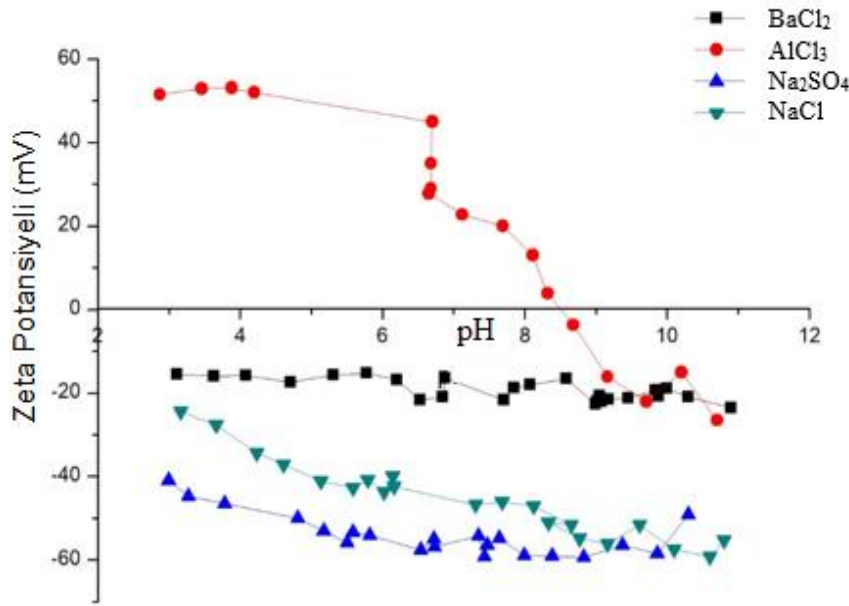
4.7. Elektrokinetik Ölçüm Sonuçları

Ortam pH değişikliğinin diatomitin ζ -potansiyeli üzerine etkisi Şekil 4.5.'de verilmiştir. Dispersiyon ortamında sabit derişimde çeşitli tuzlar varlığında diatomit(aq) dispersiyonların ζ -potansiyeli değerleri incelendiğinde AlCl_3 varlığında ζ -potansiyel değerinin artan pH ile +50 mV kararlı pozitif bölgeden -30 mV negatif bölge aralığında değişerek pH = 8,5'de İEN den geçtiği görülmüştür. Bu sonuç ortamdaki katyon değerliğindeki artış ile ζ -potansiyel değerlerinin 0 mV a doğru yaklaştırdığı sonucuna ulaşıldı. Bu durum katyon değerliğinin (1+) dan (3+) ya yükselmesi ile dispersiyon ortamının iyonik şiddetin artmasına ve bunun da elektriksel çift tabaka kalınlığını (κ^{-1}) sıkıştırdığını göstermektedir. İyon yükü (Z) ve derişimi (c) arttıkça κ^{-1} değeri artmaktadır. Eşitlik 4.1 ile hesaplanmıştır [53].

$$\kappa^{-1} = 0.3041 / Zc^{1/2} \quad (4.1)$$

$$\kappa^{-1}\text{Na}^+ = 9.5 > \kappa^{-1}\text{Ba}^{2+} = 4.75 > \kappa^{-1}\text{Al}^{3+} = 3.17$$

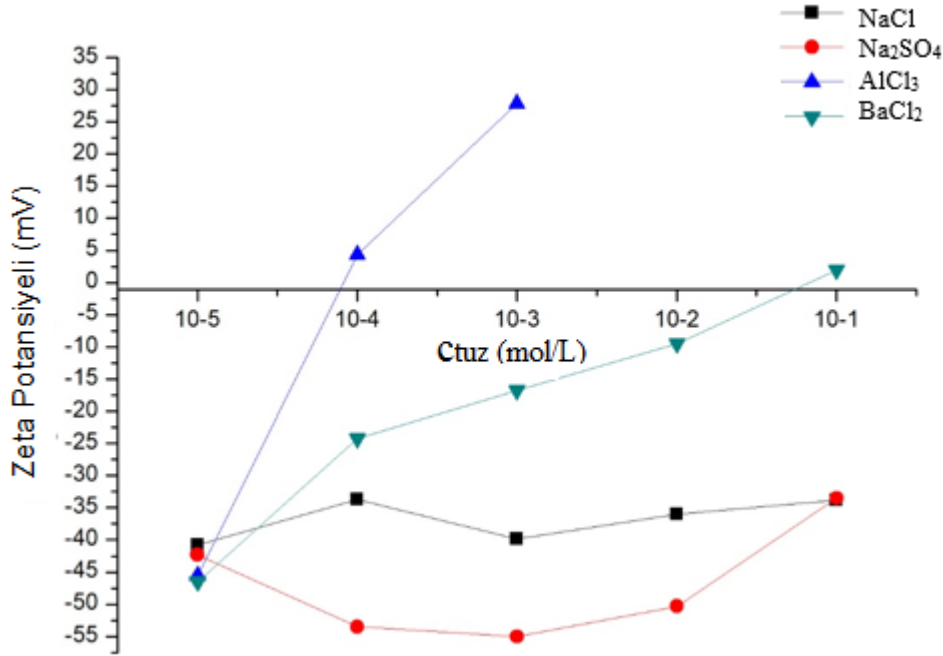
BaCl₂ varlığında ζ -potansiyel -18 mV değerinde kararsız bölgede sabit kalmış pH değişimi ζ -potansiyel değerini değiştirmemiştir. NaCl varlığında ζ -potansiyel -22mV'dan -55mV aralığında değişim göstermiş İEN'dan geçmemiştir. Na₂SO₄ varlığında ζ -potansiyel -40 mV ve -50 mV aralığında değişim göstermiş İEN'dan geçmemiştir. $+30 \text{ mV} \leq \zeta \leq -30 \text{ mV}$ koşulu sağlanmış ve böylece bu bölgede kolloidal kararlılığa ulaştığı tespit edilmiştir.



Şekil 4.5. Diatomitin ζ -potansiyeline pH etkisi

Elektrolit derişiminin ζ -potansiyeline etkisi: Diatomit dispersiyonların birbirinden farklı değerliklerdeki anyonik ve katyonik elektrolitler (NaCl, Na₂SO₄, BaCl₂, AlCl₃) içerisinde belirli derişimlerde dağıtılarak hazırlanan dispersiyonlarının ζ -potansiyeli değerlerine etkileri Şekil 4.6.'de verilmiştir. Bu elektrolitlerden monovalent NaCl_(aq) derişimindeki artış incelenen örneklerin ζ -potansiyeli değerlerini negatif bölgede tutmuştur. Tanecik yüzey yüklerinin negatif olduğu görülmüştür. Na(SO₄)_{2(aq)} tuzunun çözülmesiyle dispersiyon ortamına salınan SO₄²⁻ iyonlarının diatomit_(aq) dispersiyonların ζ -potansiyeli değerlerini kararlı negatif bölgede tuttuğu ve yüzey yükünü değiştirmedeği görüldü. BaCl₂ iyonlarının derişimindeki artış ζ -potansiyeli değerlerini -46 mV negatif bölgeden, +3 mV pozitif bölgeye kaydırıldığı, 0.01 M BaCl_{2(aq)} derişiminden sonra diatomit taneciklerin yüzey yükü işaretini değiştirerek pozitif ζ -potansiyeli bölgesine kaydırıldığı gözlemlendi. Ortamdaki AlCl₃ iyonlarının derişimlerindeki artış yüzey yükü negatif olan numunelerin ζ -potansiyeli değerlerini -44 mV'dan +27 mV değerlerine çıkarmıştır. AlCl₃ için pH = 6

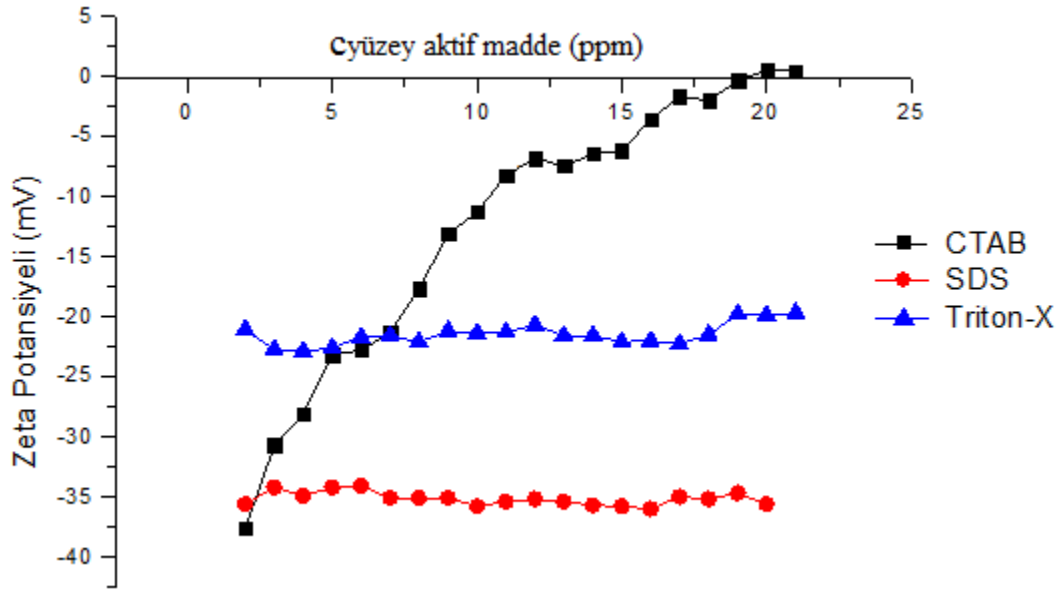
değerinden sonra ζ -potansiyeli değerlerinde azalma gözlemlendiğinden bundan sonraki ζ -potansiyeli ölçümleri pH 6 da yapıldı.



Şekil 4.6. Elektrolit derişiminin diatomit ζ -potansiyeli üzerine etkisi (pH = 6, T = 25°C)

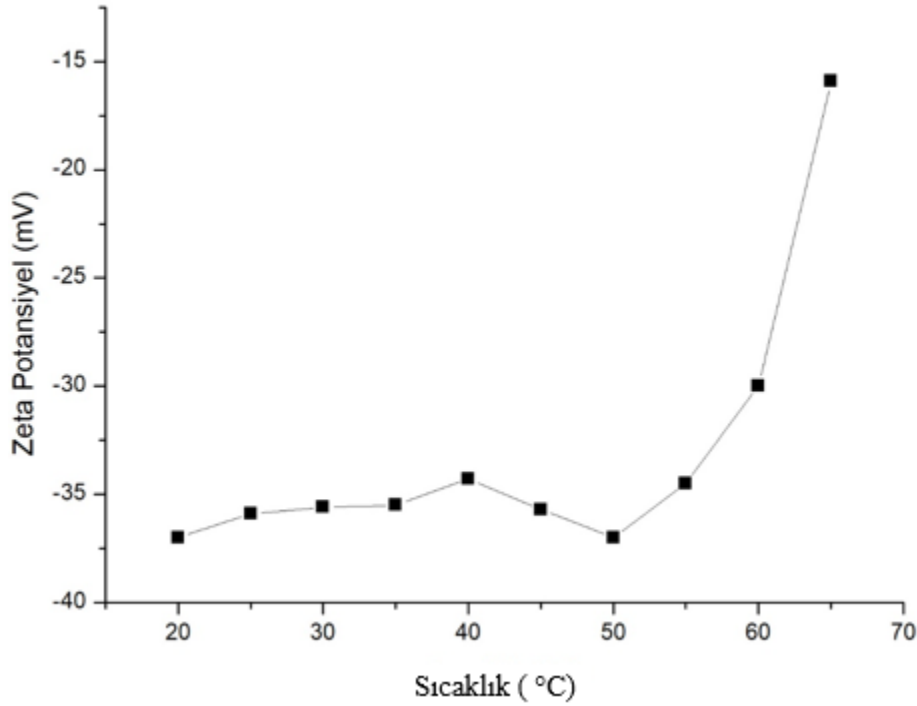
Yüzey aktif maddelerin ζ -potansiyeli üzerine etkisi: Diatomit taneciklerinin ζ -potansiyeli üzerine anyonik (sodyum dodesil sülfat, SDS), kationik (setiltrimetil amonyum bromür, CTAB) ve non-iyonik (Triton-X100) yüzey aktif maddelerinin etkileri incelenmiş ve sonuçlar Şekil 4.6.'de verilmiştir. Triton-X ortamında dağıtılmış diatomit taneciklerinin ζ -potansiyeli değerlerinin -25 mV civarında olduğu ve artan yüzey aktif madde derişimine rağmen pek değişmediği gözlemlendi. Bu durum Triton-X in nötral yapısı dikkate alındığında diatomit taneciklerin yüzey yükünü değiştirmediklerinden beklenen bir sonuçtur. SDS ortamındaki ζ -potansiyeli değerleri ise yaklaşık -38 mv civarında bir seyir izledi. Artan SDS iyon derişimi ile birlikte negatif yüklü sülfat iyonlarının sayısı dispersiyon ortamında artmasına rağmen, çalışılan ortam pH değeri 6 olduğundan ortamda bulunan hidronyum iyonları SDS nin negatif yüklü sülfat iyonlarının etrafını sarıp, nötralize etmiş ve diatomit taneciklerin etrafında negatif yüklü elektriksel çift tabakanın oluşumunu engellemiş olabilir. CTAB ortamında ζ -potansiyeli değerlerinin -40 mV değerinden başlayıp, artan CTAB derişimi ile daha pozitif bölgeye kaydığı, 20 ppm de İEN den geçtikten sonra 21 ppm de yaklaşık +2 mV ζ -potansiyeli değerine ulaştığı görüldü. Bu durum CTAB yapısındaki artı yüklü azot iyonu etrafındaki eksi yüklü Br⁻ iyonlarının yine ortam pH (pH

= 6) nedeniyle nötrale olduğunu ve artı yüklü CTAB molekülünün diatomit tanecikleri etrafında yine artı yüklü bir elektriksel çift tabaka oluşturmaya neden olduğunu gösterdi. Literatürde kil mineralleri sınıflarından olan montmorillonit için yapılan elektrokinetik çalışmalarda yüzey aktif maddelerin etkisi incelendiğinde diatomit ile benzer sonuçlar elde edildiği raporlanmıştır [54].



Şekil 4.7. Yüzey aktif maddelerin ζ -potansiyeli üzerine etkisi (pH = 6)

Sıcaklığın ζ -potansiyeli üzerine etkisi: Diatomit tanecikleri için sıcaklığın ζ -potansiyeli üzerine etkisi 10^{-3} M NaCl elektrolit derişimde 20°C - 65°C arasında ζ -potansiyeli değerleri ölçümleri ile değerlendirilmiş ve ölçüm verileri grafik haline getirilerek Şekil 4.8.'de verilmiştir. 50°C 'ye kadar negatif yüzey yüklerinde değişme olmazken 50°C 'den sonra ζ -potansiyeli değerlerinde artış görülmüş olup yüzey yüklerinin yine negatif olduğu belirlenmiştir. Bir dispersiyonun sıcaklığındaki değişim, dispersiyon içinde asılı durumdaki taneciklerin göstereceği Brown hareketlerinin oluşumu ve büyüklüğü, dispersiyonun viskozitesinin değişimi, iyon adsorpsiyonu, dielektrik sabiti gibi çeşitli değişkenlerin üzerinde etkin faktörlerden birisidir [55]. Bir dispersiyonun sıcaklığının artması, dispersiyondaki asılı tanecikler etrafında oluşan elektriksel çift tabakanın kalınlığının ve ortam viskozitesinin azalmasına sebep olur; bu ise dağıtıcı ortam ve iyonlaşan tanecikler arasındaki dengeyi değiştirerek, ζ -potansiyeli artışına neden olur ve koloidal kararlılığın azalmasıyla neticelenir.



Şekil 4.8. Sıcaklığın diatomitin ζ -potansiyeli üzerine etkisi (pH = 6)

4.8. Dielektrik Sabiti Ölçüm Sonuçları

Diatomit/SO sistemleri için dielektrik sabiti (ϵ') ve dielektrik kaybı (ϵ'') değerlerinin frekansla değişiminden elde edilen dielektrik spektrumları; $\phi = \%10$, $\phi = \%15$ ve $\phi = \%20$ hacim kesirleri için , Şekil 4.9. ve Şekil 4.10. da gösterilmiştir.

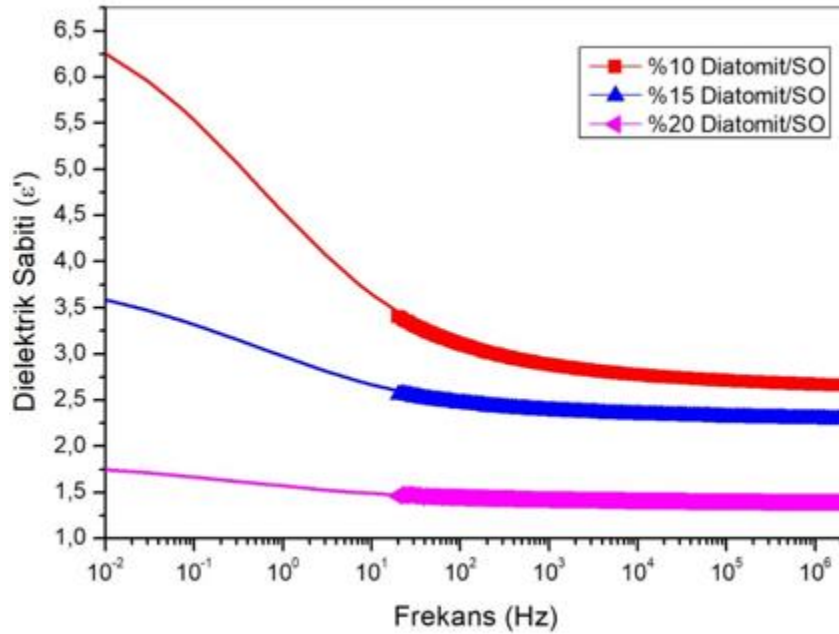
Polarizasyon derecesi, dispersiyon ortamında dağılmış olan taneciklerin oluşturduğu ER akışkanların davranışını açıklamada etkilidir. ϵ' ve ϵ'' tanecikleri bir arada tutan etkileşim kuvvetleri ile ilişkili olduğundan polarizasyon olayını açıklanmasında önemli parametrelerdendir. ϵ' değeri polarizasyon kuvvetinin bir ölçüsüdür ve $f = 0$ Hz deki ϵ' değeri ile $f = \infty$ Hz'deki ϵ' değeri arasındaki fark ($\Delta\epsilon' = \epsilon'_0 - \epsilon'_\infty$) arttıkça malzemede polarlanabilirlik de artmaktadır. $\Delta\epsilon'$ değeri teorik olarak Cole-Cole eşitliğinden hesaplanabilmektedir.

Cole-Cole eşitliği:

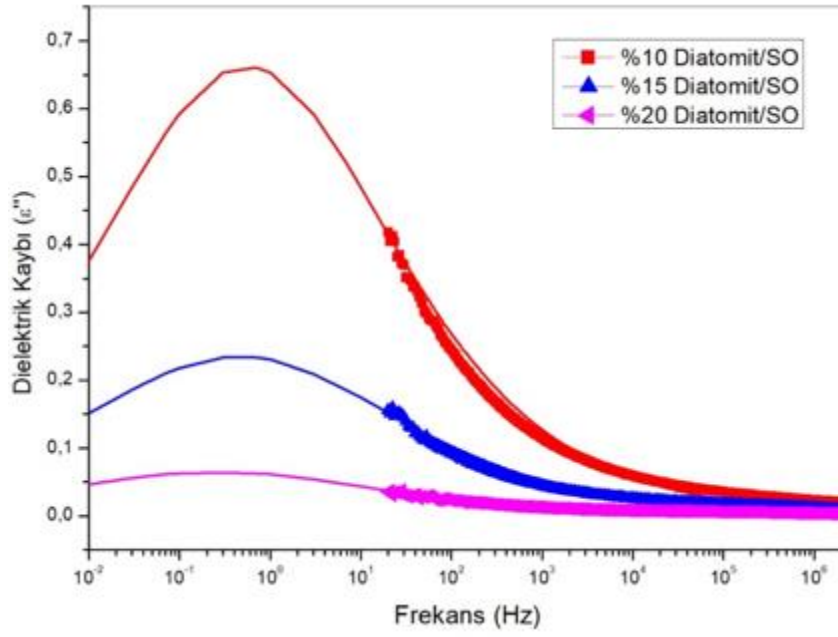
$$\epsilon^* = \epsilon' - i\epsilon'' = \epsilon_\infty + \frac{\epsilon_s - \epsilon_\infty}{1 + (i\omega\lambda)^{1-\alpha}} \quad (4.2)$$

ϵ_{∞} : Dielektrik geçirgenliğin $\infty \rightarrow \omega$ 'daki değeri, ω : açısal frekans, λ : durulma zamanıdır.

Dielektrik kaybı (ϵ'') ise polarizasyon hızı ile ilişkilidir. Polarizasyon hızı ise ER etkinin oluşmasında bir diğer önemli parametredir. 10^2 – 10^5 Hz arasında görülen durulma piki (f - ϵ'' grafiğinde oluşan pikin maksimum değeri) ER sıvılar için optimum değer olduğu değerlendirilmektedir [56]. Tekrarlanan ölçümler sonucunda elde edilen grafiğe göre (Şekil 4.8) %10, %15 ve %20 diatomit/SO sistemlerinde $\Delta\epsilon'$ değerleri sırasıyla 3,60, 1,30 ve 0,36 olarak hesaplanmıştır. Bu sonuçlara göre ER etkinin %10 diatomit/SO sisteminde daha iyi olabileceği anlaşılmaktadır. Dispersiyon sistemlerin dielektrik kaybı değerleri incelendiğinde (Şekil 4.9) %10, %15 ve %20 diatomit/SO dispersiyon sistemleri için durulma (relaksasyon) piklerinin sırasıyla 0,9, 0,7 ve 0,5 Hz'de oluştuğu görülmektedir. Bu sonuçlardan diatomit/SO dispersiyon sistemlerinin uygulanan elektrik alan kuvvetine gösterecekleri tepki sürelerinin oldukça yakın olduğu sonucuna varılmıştır. %10 diatomit/SO sisteminde polarlanabilirlik fazla olduğundan ER çalışmalarında bu dispersiyon sisteminin en iyi ER verimini verceği öngörülmüştür. Daha sonra ER çalışmalardan elde edilen sonuçlar da bunun doğruluğunu kanıtlamıştır.



Şekil 4.9. ϕ = %10, %15, %20 diatomit/SO sistemi için frekans-dielektrik sabiti spekturumu



Şekil 4.10. $\phi = \%10, \%15, \%20$ diatomit/SO sistemi için frekans-dielektrik kayıp spektrumu

Çizelge 4.1. Deneysel olarak elde edilen dielektrik spektrumlarının Cole-Cole eşitliği ile sağlanması sonucu elde edilen dielektrik parametreleri

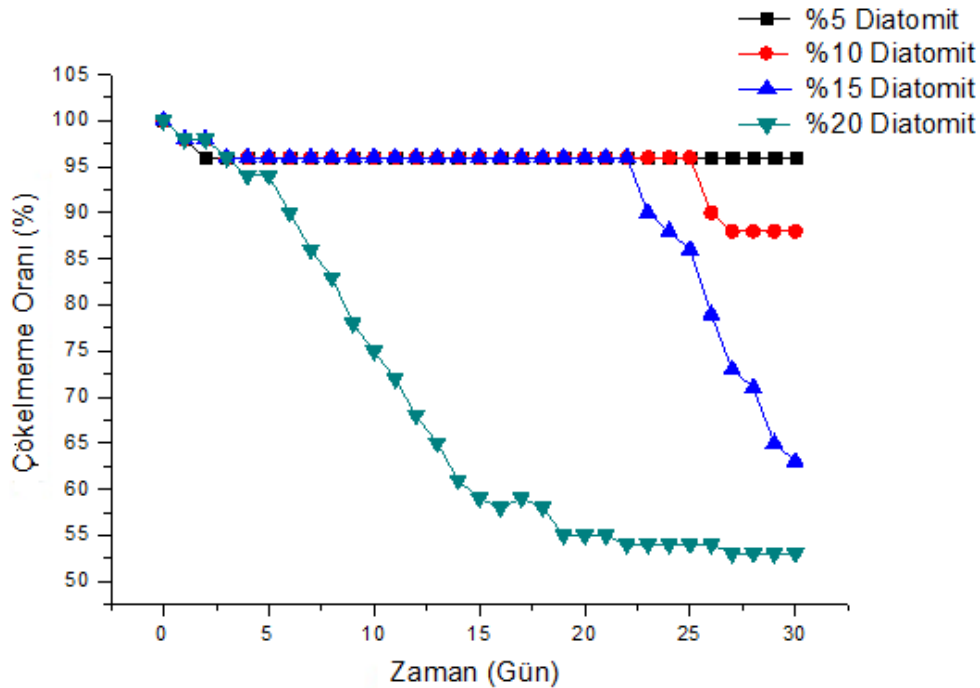
Numune	ϵ_0	ϵ_∞	$\Delta\epsilon$	λ (s)	α
$\phi = \%10$ Diatomit/SO	6,26	2,66	3,60	0,29	0,62
$\phi = \%15$ Diatomit/SO	3,59	2,29	1,30	0,35	0,65
$\phi = \%20$ Diatomit/SO	1,75	1,39	0,36	0,60	0,66

“Cole-Cole eşitliği ile dielektrik parametreleri incelendiğinde $\Delta\epsilon$ değeri tanecikler arasındaki elektrostatik etkileşim ile ilgili olan polarizasyon derecesini gösterir” [57]. Çizelge 4.2’de görüldüğü gibi $\phi = \%10$ diatomit/SO dispersiyon sisteminde polarizasyon hızı en yüksektir. Durulma zamanı (λ) arttıkça polarizasyon hızı azalır. Durulma zamanı değerleri incelendiğinde en düşük (λ) değeri $\phi = \%10$ diatomit/SO dispersiyon sisteminde tespit edilmiştir. “Dielektrik kayıp durulma piki, elektrik alan altında uygun polarizasyon tepkisine ve bu uygun polarizasyon tepkisi de tanecikler arası kararlı etkileşimlere veya dispers taneciklerin zincir yapısı oluşturmaya yol açar” [58]. Buna istinaden ER çalışmaları sırasında $\phi = \%10$ diatomit/SO dispersiyon sisteminin dış elektrik alan kuvvetine daha seri cevap verip elektreometrenin alt ve üst plakaları arasında daha erken

ve daha kararlı lif yapısı oluşturabileceği öngörülebilir. Şekil 4.9'dan ise $\phi=10\%$ diatomit/SO dispersiyon sistemi için durulma piklerinin $100-1 \times 10^5$ Hz aralığında meydana gelmemesi ER uygulamalarda istenilen zincir yapısının oluşacağı ancak beklenenden kısmen yavaş bir süreç olacağı anlaşılmaktadır. Benzer dielektrik davranışı Y Sun ve arkadaşları tarafından diatomit/SO sistemi üzerine yapılan çalışmada da rapor edilmiştir [52].

4.9. Çökelme Kararlılığı Sonuçları

Silikon yağı içerisinde $\phi=5\%$, $\phi=10\%$, $\phi=15\%$, $\phi=20\%$ hacim kesirlerinde hazırlanan diatomit tanecikleri 25°C oda sıcaklığında 30 gün süreyle bekletilmiştir. Şekil 4.11. de görüldüğü gibi yüzde derişim arttıkça dispersiyonların çökelme kararlılıkları azalmaktadır. Diatomit/SO sistemlerinde en yüksek çökelme kararlılığı $\phi=5\%$ ve $\phi=10\%$ hacim kesirindeki dispersiyonlarda sırası ile 30 gün ve 26 gün olarak gözlenmiştir. Elektrokinetik çalışmalarda da görüldüğü gibi yüzey yükü negatif olan diatomit/SO sistemlerinde 5% hacim kesirindeki dispersiyonda elektrostatik itme kuvvetleri baskın olduğu için taneciklerin bir araya gelip çökelme olasılıkları azalmaktadır. [59].



Şekil 4.11. $\phi=5\%$, $\phi=10\%$, $\phi=15\%$, $\phi=20\%$ diatomit/SO Sistemlerinin Çökelme kararlılığı oranları

4.10. Elektoreolojik Ölçüm Sonuçları

4.10.1. ER verimi üzerine derişimin etkisi

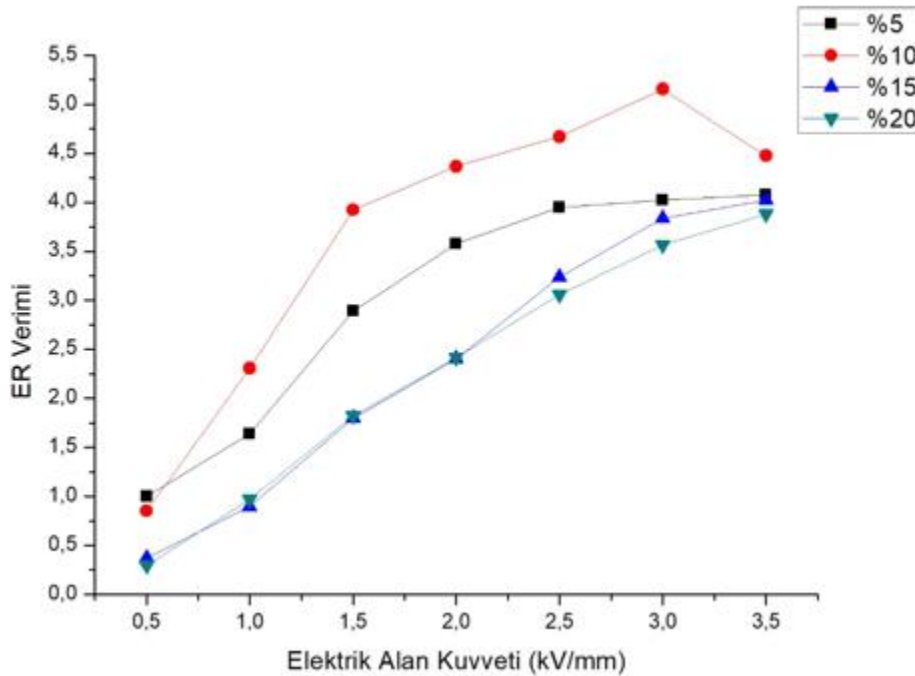
ER verimi eşitlik 2.5 de ifade edildiği gibi dış elektrik alan kuvveti altında oluşan viskozite farkının $E = 0$ kV/mm ikenki değerine bölümü ile elde edilen bir niceliktir. ER veriminin değeri genellikle ERA içindeki taneciklerin akış davranış özelliklerinden ve indüklenmiş polarlanabilirliklerinden etkilenir. Kolloidal dispersiyonun derişimi arttıkça birim hacimdeki dağılmış tanecik hacim kesri artacağından elektrik alan indüklenmiş viskozite değerleri artar, $\eta_E = 0$ kV/mm ve $\eta_E \neq 0$ kV/mm değerleri arasındaki fark artar, bu artış da nihayetinde dispersiyonun ER veriminde artışa götürür. Ancak bazı çalışmalarda ER verimindeki bu artışın belli bir derişim değerinden sonra ER veriminde azalmaya sebep olabileceği rapor edilmiştir [60].

ER verimi üzerine, dört farklı derişimde (V/V: %5, %10, %15, %20,) hazırlanan diatomit/SO dispersiyonların etkisi incelendi. Şekil 4.12’de görüldüğü gibi $E = 3,0$ kV/mm dış elektrik alan kuvveti altında ER verimi (ERV) aşağıdaki şekilde değişmiştir: $ERV(5\%) = 4,0 < ERV(10\%) = 5,0 > ERV(15\%) = 3,5 > ERV(20\%) = 3,0$. Bu sonuçlardan, diatomit/SO dispersiyon sisteminin uygulanan elektrik alan kuvvetini algılayarak viskozitesini artırdığı ve akıllı bir malzeme olduğu anlaşıldı. Dielektrik analizlerinde en yüksek $\Delta\epsilon'$ değeri %10’luk dispersiyon sisteminde görüldüğünden, bu sonuçların birbirleri ile uyumlu olduğu düşünülmektedir. Bu sonuçlardan, maksimum ER verimi %10’luk derişimde 5,0 olarak gözlemlendiğinden, elektoreometre ile yapılan diğer çalışmalarda %10’luk derişimle hazırlanan ER verimi en yüksek ve kolloidal kararlılığı en yüksek (26. günde %95 çökelmemeye kararlılığı) dispersiyonlar kullanıldı.

Lengalova ve arkadaşlarının yapmış olduğu bir çalışmada [61], kütlece %5–25 oranlarında hazırlanan polianilin/SO süspansiyonların tanecik derişiminin, ER verimi üzerine etkisi araştırılmış, artan derişimle ER veriminin %15 derişime kadar arttığı daha sonra sabit kaldığı rapor edilmiştir. Aynı çalışmada optimum ER verimin tanecik hacim kesrinin yüksek olduğu değerlerde gözlemlendiği tespit edilmiştir. Tanecik derişimi arttıkça dispersiyonların viskozitesi de artar. Ancak derişim %10’un üzerine çıktığında ER verimde

bir azalma görülmektedir. Bu duruma derişim arttıkça taneciklerin birbirine yaklaşması ve tanecikler arası elektriksel çift tabakanın örtüşmesi neden olabilir [62].

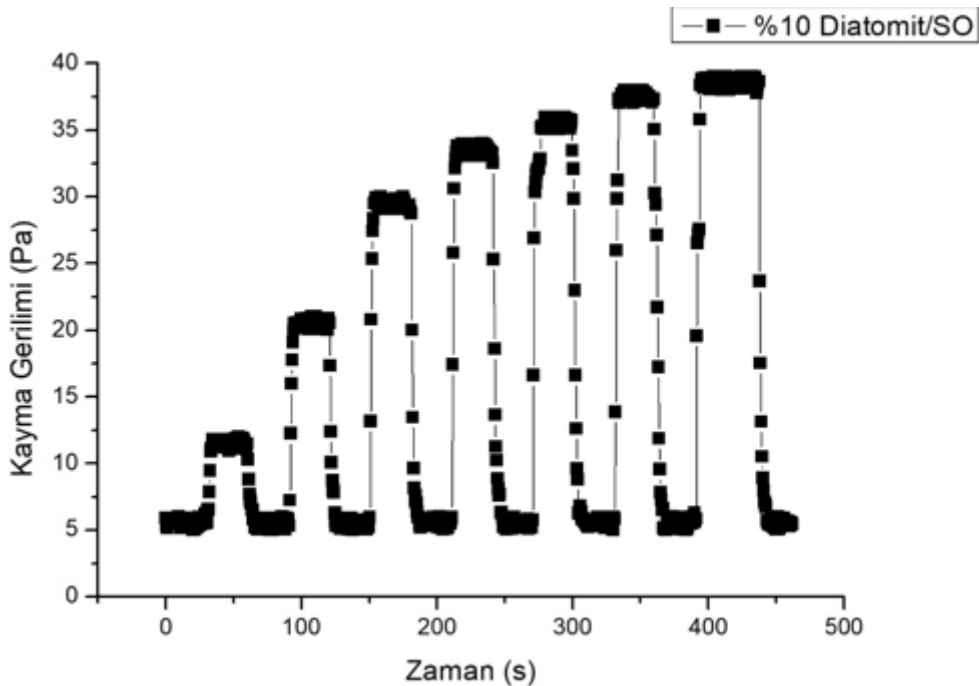
Derişim %5'den %10 çıkartıldığında birim hacimdeki diatomit tanecik sayısı arttığından uygulanan elektrik alan kuvveti altında diatomit taneciklerin polarlanabilirlikleri artacak, bu da ER verimini beklenildiği şekilde artıracaktır (eşitlik 2.5). Ancak, birim hacimdeki diatomit tanecik sayısı %15 ve %20 olarak artırıldığında dispersiyonların koloidal kararlılıkları azalmakta (Şekil 4.11 de görüldüğü gibi) ve ölçüm sırasında elektreometrenin plakaları arasına elektrik alan uygulandığında teorik olarak beklenilenden daha az sayıda diatomit tanecikleri polarize olmakta, bu da ER verimin azalmasına neden olmaktadır. Li ve Zhou yaptıkları çalışmada silikon yağı içerisinde hazırlanan süspansiyonların viskozitesinin derişim ile arttığı, ancak optimum derişimden sonra süspansiyonların viskozitelerinde azalmaların olduğu rapor edilmiştir [63]. Sepiyolit/SO süspansiyon sistemi ile yapılan çalışmada ise en yüksek viskozite oranına %15 derişimde erişildiği raporlanmıştır [64].



Şekil 4.12. ER verimi üzerine derişimin etkisi (ϕ = %5, %10, %15, %20)

4.10.2. Elektrik alan kuvvetine tepki sürelerinin belirlenmesi

Bir malzemenin elektoreolojik akışkan özelliği gösterebilmesi için elektrik alan kuvvetini algılaması ve bu kuvvet altında verdiği tepki süresi önemlidir. Diatomit/SO dispersiyon sistemi $\phi = \%10$ hacim kesrinde hazırlanmış ve kayma gerilimi değerleri çeşitli elektrik alan etkisi ile zamana bağlı olarak irdelenmiş ve deneysel veriler Şekil 4.13’de gösterilmiştir. Ölçüm sonuçlarına göre reometredeki plakalar arasındaki elektrik alan kuvveti etkisiyle kayma gerilim değerleri anında artma göstermiş olup taneciklerin bir araya gelerek lifsi yapı oluşturmalarının zaman aldığı görülmüştür. Kayma gerilimi ve elektrik alan kuvvetinin birbirleri ile orantılı olduğu, elektrik alan kuvveti etkisi uzaklaştırıldığında tanecikleri bir arada tutan etkileşim kuvvetlerinin zamanla azaldığı görülmüştür. Diatomit/SO dispersiyon sisteminin yapılan tepki süresi ölçümlerine verdiği tepkilerden sistemin uygulanan dış elektrik alan kuvvetini milisaniye mertebesinde algıladığı, elektrik alan kuvveti uzaklaştırıldığında tekrar milisaniye mertebesinde bunu da algıladığı ve başlangıç kayma gerilimi değerine düştüğü, bu nedenle akıllı bir malzeme olarak davrandığı anlaşıldı. Diatomit/poliakrilonitril kompozit taneciklerinin oluşturduğu dispersiyonların elektrik alan kuvvetine tepki süreleri üzerine yapılan bir çalışmada da benzer tepki süresi davranışları rapor edilmiştir [65].

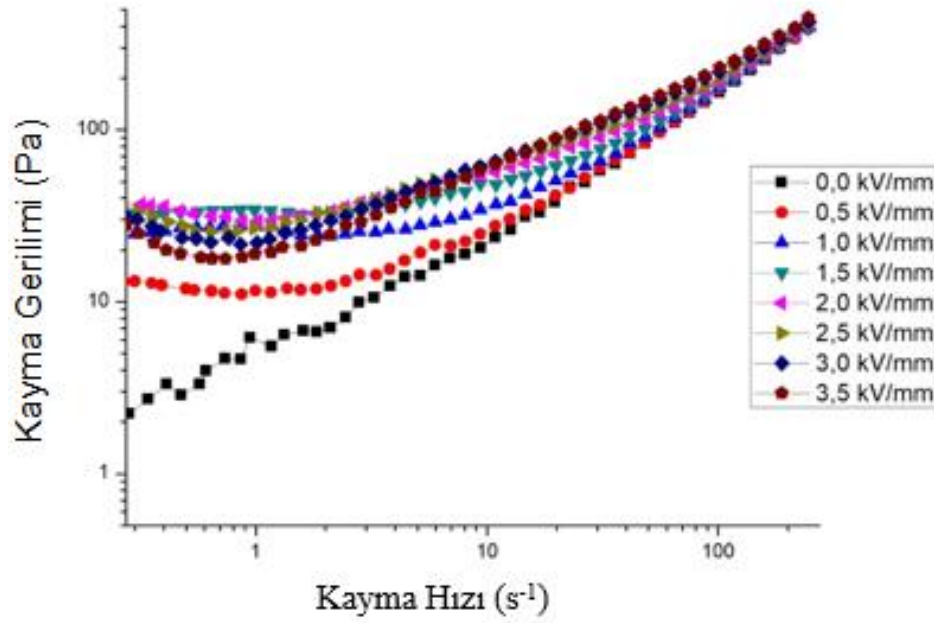


Şekil 4.13. Kayma geriliminin zamanla değişimi ($\phi = \%10$, Kayma hızı = $1,0 \text{ s}^{-1}$)

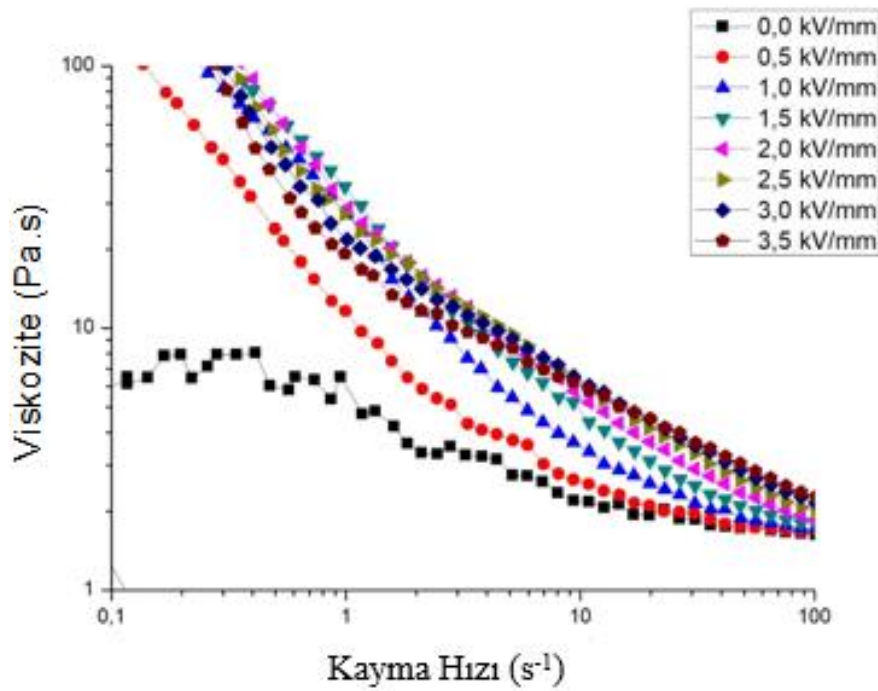
4.10.3. Kayma hızının kayma gerilimi ve viskozite üzerine etkisi

Diatomit/SO dispersiyon sisteminin akış davranışlarını belirlemek için kayma hızının kayma gerilimi ve viskozite üzerine etkisi farklı elektrik alan etkisi ile incelenmiş ve sonuçlar Şekil 4.14. ve Şekil 4.15.'de verilmiştir. Şekil 4.14.'de kayma hızı ile kayma geriliminin doğru orantılı olduğu görülmüştür. Şekil 4,15'de kayma hızının artışına karşı viskozite değerinin azalması Newtonian olmayan akışkanlarda görülen davranış biçimidir. “ER sıvıların $E = 0$ kV/mm ve $E \neq 0$ kV/mm durumları için katımsı-sıvımsı geçişi nedeniyle elektrik alan kuvveti altında akma gerilimi (τ_y) değişimini izleyip ER aktivitesini belirlemek önemlidir” [64]. Şekil 4.14'da görüldüğü gibi diatomit/SO dispersiyon sistemlerinde akma gerilimi değeri $E = 0$ kV/mm $\tau_y = 1,5$ Pa iken $E = 3,5$ kV/mm değerinde $\tau_y = 25$ Pa değerine çıktığı görülmektedir. Kayma hızına karşı elde edilen yüksek kayma gerilimi değerine istinaden diatomit/SO dispersiyonun Bingham türü akış davranışı sergilediği söylenebilir. Bu durumun “elektrik alan kuvveti altında reolojik karakteristikleri etkileyen tipik indüklenen polarizasyon kuvvetleri olduğu rapor edilmiştir” [65]. “Kayma gerilimi, bir malzemede akışın başlaması için gerekli minimum gerilim değerini ve sıvının akma göstermeden önce dış deformasyonlara karşı direnme gücünün bir ölçüsüdür” [65].

Şekil 4.15'de kayma hızının elektrik alan kuvvetleri altında viskozite değerleri $E = 0$ kV/mm iken $\eta = 6$ Pa.s, $E = 3,5$ kV/mm değerinde $\eta = 100$ Pa.s değerine çıktığı; kayma hızının artışına karşı viskozite değerleri $\eta = 100$ Pa.s değerinden $\eta = 5$ Pa.s değerine düştüğü görülmektedir. Kayma hızı arttıkça süspansiyon içerisindeki viskoz kuvvetlerin etkisi artar ve bu artışa paralel olarak süspansiyon yapısal iskeletinde meydana gelecek bozunma da artabilir. Buna göre yüksek kayma hızında viskoz kuvvetler baskındır ve süspansiyonun yapısı elektrik alan kuvvetinin büyüklüğünden bağımsız hale gelir. Bu yüzden elektrik alan etkisi ile oluşmuş olan süspansiyonun yapısı daha kolay bozulur ve viskozite artışı da daha az olur. Pavlinek ve arkadaşları da çeşitli silisyum tanecikleri ile yaptıkları çalışmalarda benzer sonuçlar rapor etmişlerdir [66]. Sepiyolit/SO sisteminin oluşturduğu süspansiyonlar ile yapılan çalışmalarda da viskozitenin kayma hızı ile azaldığı ve bu azalmanın elektrik alan kuvveti varlığında daha büyük olduğu belirtilmiştir [67].



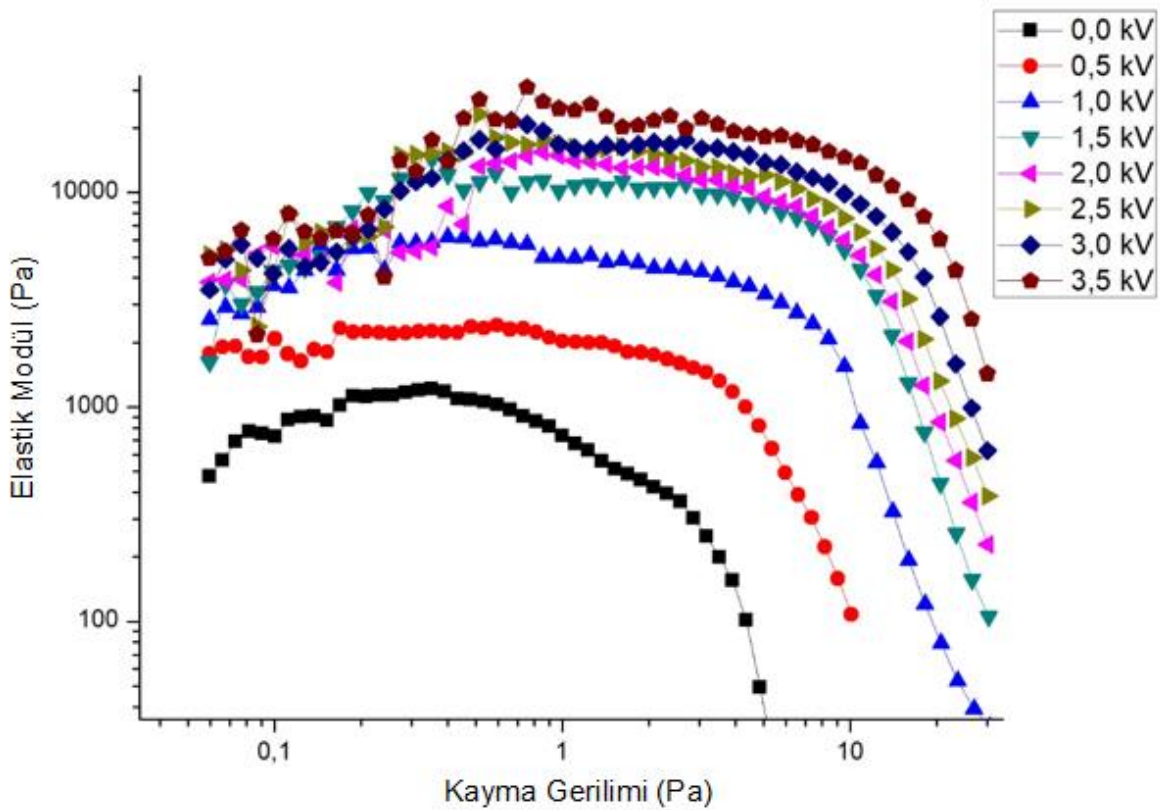
Şekil 4.14. Diatomit/SO dispersiyon sistemi için kayma geriliminin kayma hızı ile değişimi ($\phi = \%10$, $T = 25^{\circ}C$)



Şekil 4.15. Diatomit/SO dispersiyon sistemi için viskozitenin kayma hızı ile değişimi ($\phi = \%10$, $T = 25^{\circ}C$)

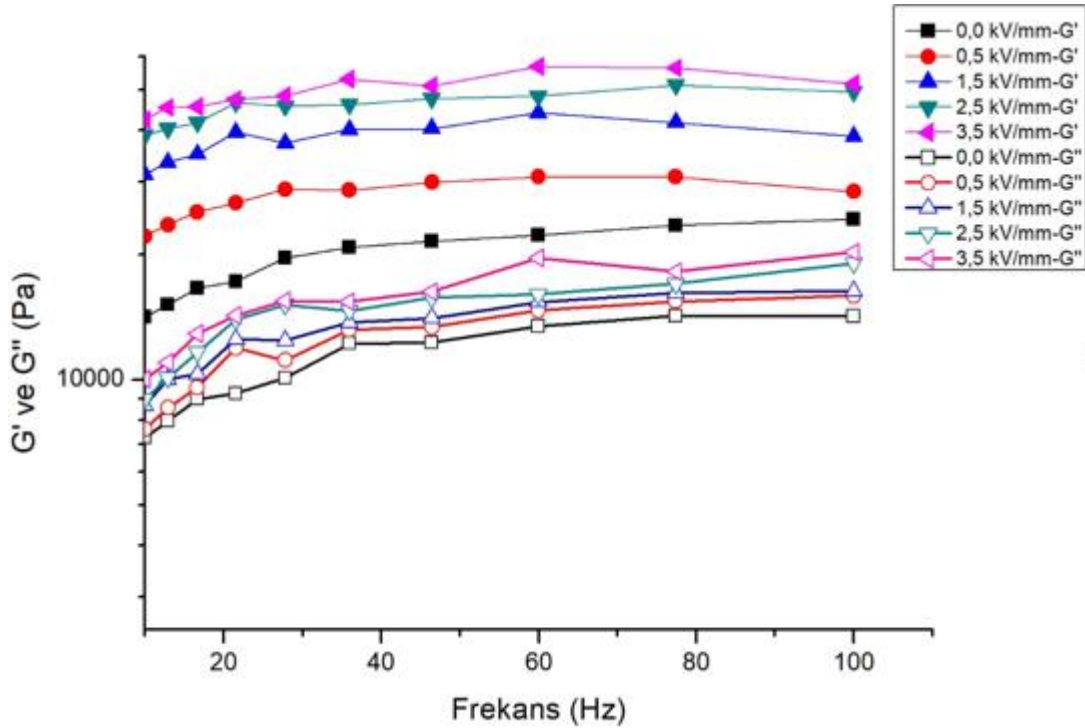
4.10.4. Viskoelastik (Titreşim-Sönümleme) özelliklerinin belirlenmesi

Viskoelastik (Titreşim-Sönümleme) özelliklerinin belirlenmesi için kayma gerilimleri olan dispersiyon sistemlerinin depolama modülünün (G') lineer olarak değişen kısmı, $E = 0,5-3,5 \text{ kVmm}^{-1}$ ($E = 1 \text{ kV}$ 'lik artışlarla) $\phi = \%10$ hacim kesrinde diatomit/SO dispersiyon sistemi için farklı elektrik alan kuvvetleri etkisi ile ve sabit frekansta viskoelastik ölçümler ile incelenmiştir. Ardından lineer viskoelastik bölgede yürütülen deneyler ile ulaşılan veriler Şekil 4.16 de verilmiştir. Elektrik alan yokken ($E = 0 \text{ kV/mm}$) depolama modülü (G') çok küçük değerlerden başlamış ve kayma gerilimi arttıkça düşmeye başlamıştır. Elektrik alan kuvvetine maruziyet arttıkça daha kuvvetli dağılan fazı oluşturan diatomit tanecikleri arasında indüklenmiş polarizasyon kuvvetlerinin artması nedeniyle zincir yapısının oluştuğu ve bunun da G' değerlerini arttırdığı anlaşılmıştır. Artan kayma gerilimi değerleri ile G' değerlerinde gözlenen azalmalar elektrik alan varlığında indüklenmiş polarizasyon kuvvetleri nedeniyle oluşan lifsi yapının bozunmaya başladığını, malzemenin elastik bir malzeme gibi davranma özelliğini yitirmeye başladığı ve viskoz yapılı malzeme gibi akış davranışı gösterdiği sonucuna ulaşılmıştır.



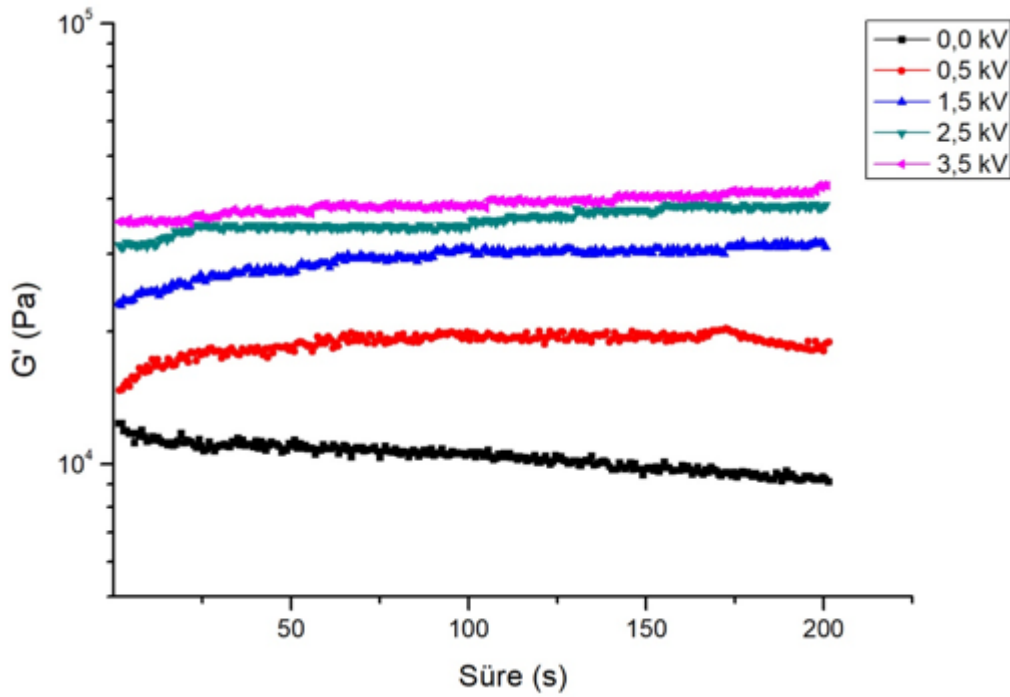
Şekil 4.16. Diatomit/SO dispersiyon sisteminin çeşitli elektrik alan kuvvetleri altında kayma gerilimi ile elastik modülün değişimi ($\phi = \%10, T = 25^\circ\text{C}, f = 1 \text{ Hz}$)

Diatomit/SO dispersiyon sisteminin G' ve G'' değerlerinin frekans ile değişimi farklı elektrik alan etkileri altında lineer viskoelastik bölgede 1-100 Hz aralığında incelenmiştir. Yapılan ölçümler neticesinde, G' ve G'' değerlerinin frekans ile doğru orantılı olduğu, artan dış elektrik alan kuvvetinin etkisi ile G' değerlerinin arttığı, malzemenin elastik karakterinin ortaya çıktığı, diatomit tanecikleri arasındaki indüklenmiş polarizasyonların arttığı, güçlü lifsi yapıların oluştuğu ve G' değerlerinin belirgin bir şekilde G'' değerlerine baskın hale geldiği gözlemlendi.



Şekil 4.17. Diatomit/SO dispersiyon sisteminin çeşitli elektrik alan kuvvetleri altında frekans ile G' ve G'' değerlerinin değişimi ($\phi = \%10$, $T = 25^\circ\text{C}$)

Şekil 4.18.'de diatomit/SO dispersiyon sistemleri için elastik modülün zamanla değişimi yer almaktadır. Yapılan ölçümler neticesinde diatomit/SO sisteminin elastik modül değerlerinin artan elektrik alan kuvveti ile çok az arttığı ve genellikle 0-200 s zaman diliminde sabit kaldığı gözlemlenmiştir. Bu durum diatomit/SO sistemindeki diatomit taneciklerin indüklenmiş polarizasyon nedeniyle oluşturduğu elastik karakterdeki lifsi yapının uygulanan $\tau = 5$ Pa gerilim altında bozunmadığını ve tanecikler arasında oluşan elektrostatik çekim kuvvetlerinin uygulanan deformasyona direndiğini göstermiştir [68].



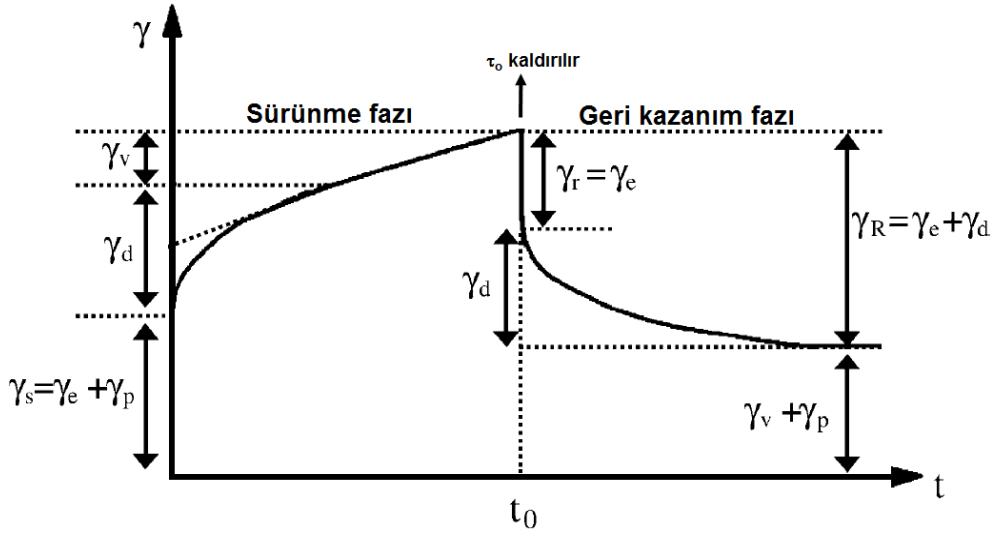
Şekil 4.18. Diatomit/SO dispersiyon sisteminin çeşitli elektrik alan kuvvetleri altında durulma modülü değerlerinin zamanla değişimi ($\tau = 5$ Pa, $\phi = \%10$, $T = 25^\circ\text{C}$)

4.10.5. Sürünme ve Sürünme-Geri Kazanım Özelliklerinin Belirlenmesi

Bir malzemenin zamana bağlı deformasyonu sürünme-geri kazanım testleri ile belirlenir. Bu test sırasında sabit sıcaklıkta test altındaki numuneye belirli bir gerilim ($\tau \neq 0$ Pa) uygulanır ve belirli bir süredeki gerinim kayıt altına alınır. Ardından numuneye uygulanan gerilim $\tau = 0$ Pa değerine düşürülerek gerinimdeki geri kazanımlar veya kalıcı deformasyonlar tespit edilir.

Hem elastik hem de viskoz deformasyonların gözlendiği ideal bir viskoelastik malzeme için tipik bir sürünme-geri kazanım grafiği Şekil 4.19 de verilmiştir. Eğri sürünme ve geri kazanım olmak üzere iki fazdan oluşur. Bu fazlardaki değişime üç bileşenin katkısı vardır:

$$\gamma_c(t) = \gamma_s + \gamma_d(t) + \gamma_v(t) \quad (4.3)$$



Şekil 4.19. Bir viskoelastik malzemede sürünme-geri kazanım eğrisinin şematik gösterimi

“Bu eşitlikte, $\gamma_C(t)$ sürünme gerinimi, γ_s anlık gerinim, $\gamma_d(t)$ geciken gerinim ve $\gamma_v(t)$ viskoz akış gerinimidir.” [69] Viskoelastik numunenin tersinir elastik karakterini yansıtan γ_s , geri kazanım fazında γ_e olarak ifade edilir. Eşitlikteki γ_d parametresi geciken elastik gerinimi gösterir. Eşitlikteki γ_v parametresi, numunedeki viskoz gerinime karşılık gelir, artan gerilim ile lineer artış gösterir ve tersinmezdir. Lineer deformasyon davranışı göstermeyen viskoelastik malzemede ise γ_s elastik ve plastik bileşenleri içerir ve geri kazanım fazında γ_v gibi geri kazanılamaz. Numunenin üzerindeki gerilim kaldırıldığında ise ($\tau = 0$ Pa) malzeme toparlanmaya başlar ve ardından anlık elastik geri kazanım hemen, geciken elastik geri kazanım ise yavaş yavaş ortaya çıkar. Bu şekilde zaman içinde geri kazanılan gerinim $\gamma_R(t)$ Eş. 4.4 den hesaplanabilir:

$$\gamma_R(t) = \gamma_e + \gamma_d(t) \quad (4.4)$$

“Lineer viskoelastik malzemelerde γ_s gerilim kaldırıldığı zaman tamamen geri kazanılır ($\gamma_s = \gamma_e$). Ancak lineer olmayan viskoelastik malzemelerde γ_s elastik (γ_e) ve plastik (γ_p) bileşenleri içerir ($\gamma_s = \gamma_e + \gamma_p$) ve γ_v gibi gerilim kaldırıldığında geri kazanılamaz.” [69]

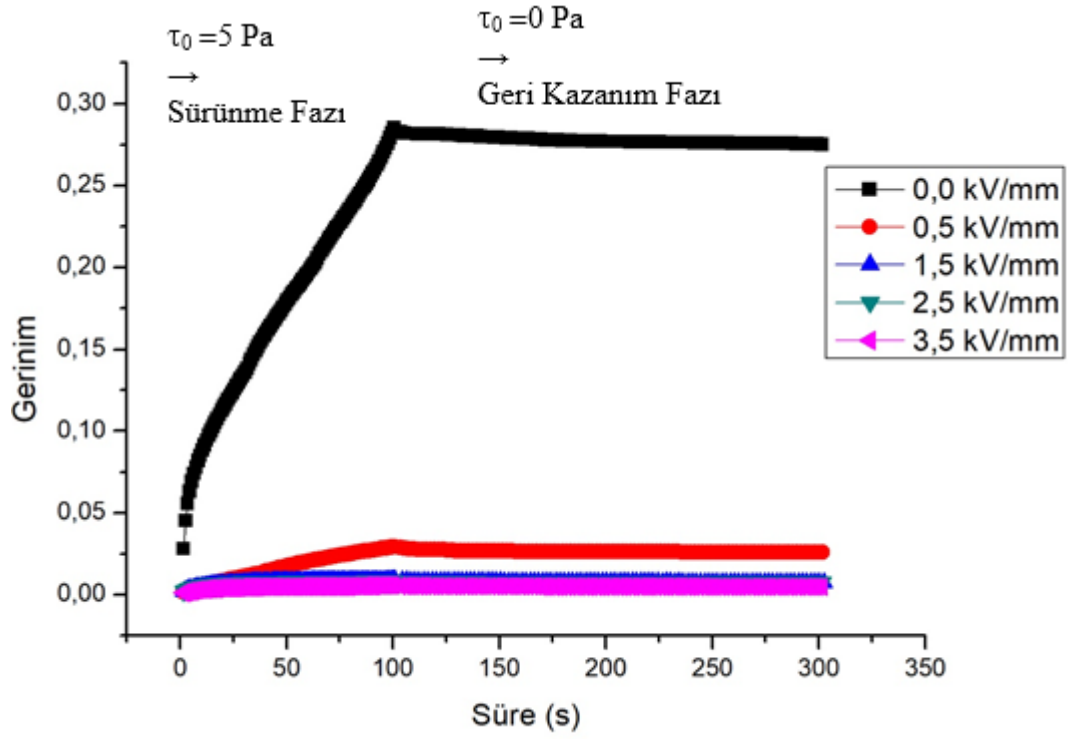
Diatomit/SO dispersiyon sisteminin sürünme ve sürünme-geri kazanım deneyleri için belirli elektrik alan kuvvetleri etkisinde yapıdaki bozulma ve bozulma-geri kazanım özellikleri incelenmiştir. Testlerde, $t = 100$ s süre ile $\tau_0 = 5$ Pa sabit gerilim altında ve zamanla malzeme yapısında oluşan bozunma ölçülmüş ardından gerilim etkisi sıfırlanarak

($\tau = 0$ Pa) zaman ile malzemedeki gerinim tespit edilmiş, veriler Şekil 4.19 da topluca ve Şekil 4.20’de de her bir elektrik alan kuvveti için ayrı ayrı verilmiştir.

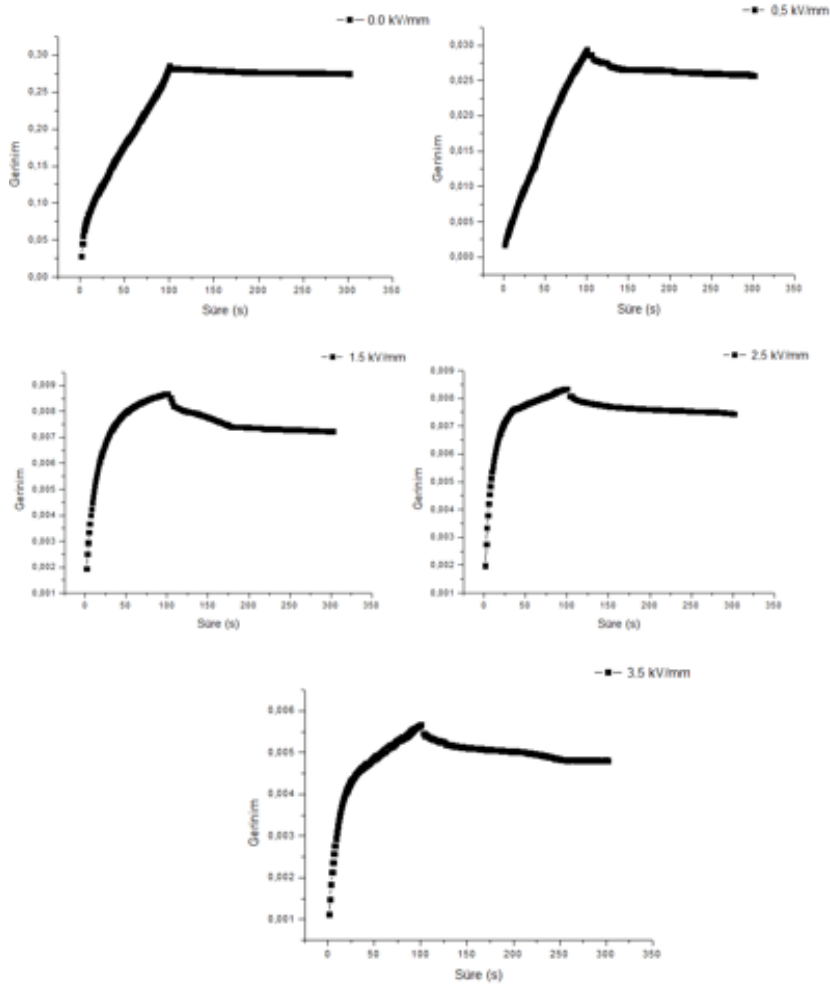
Diatomit/SO dispersiyon sisteminde $\tau = 5$ Pa ve $E = 0$ kV/mm koşullarında, gerilim uygulandığı sürece beklenildiği şekilde gerinim değerleri lineer olarak artış göstermiş ve gerilim $\tau = 0$ Pa olarak uygulandığında ise, mevcut gerinimin sabit kaldığı gözlenmiştir. Bu tür reolojik davranış tipik bir Newtonian akışkanın davranışı olduğundan diatomit/SO dispersiyon sisteminin dış elektrik alan uygulanmadığında saf Newtonian akış gösterdiğini ifade etmektedir.

Diatomit/SO dispersiyon sistemi dış elektrik alan kuvveti etkisi ile diatomit taneciklerinin indüklenmiş polarizasyon gösterdiği, tanecikler arasında çekim kuvvetlerinin baskın hale geldiği, taneciklerin birbirine yaklaştığı ve bu sık istiflenmenin artan dış elektrik alan kuvveti ile arttığı, bunun neticesinde malzemedeki oluşan gerinim miktarında azalmanın meydana geldiği ve geri kazanılan gerinim değerlerinde ise artmaların oluştuğu görülmüştür.

“Sürünme ölçümleri sırasında, malzemeye izotermal şartlarda anlık sabit gerilim uygulanıp gerinimdeki artışın uygulanan süre boyunca ölçüleceği ve uygulanan gerilim kaldırıldığında, zamana bağlı bazı deformasyonların geri kazanılabileceği literatürde rapor edilmiştir”. “Malzemelerin moleküler yapısının, gerilimin büyüklüğünün, gerilimin uygulanma süresinin, sıcaklık ve malzemelerin morfolojik yapısının amorf veya kristalin olmasının malzemelerin sürünme-geri kazanım testine göstereceği tepkiyi etkileyen parametreler olduğu literatürde rapor edilmiştir” [69].



Şekil 4.20 Diatomit/SO dispersiyon sistemi için sürünme-geri kazanım eğrileri ($E = 0-3.5$ kV/mm, $\phi = \%10$, $T = 25^\circ\text{C}$)



Şekil 4.21 Diatomit/SO dispersiyon sistemi için sürünme-geri kazanım eğrileri (E = 0-3,5 kV/mm, ϕ = %10, T = 25°C)

Diatomit/SO dispersiyon sistemi için % geri kazanılan gerinimler (χ) Eşitlik 4.5'den hesaplanarak Çizelge 4.2'de belirtilmiştir.

$$\% \chi = \frac{\gamma_i - \gamma_f}{\gamma_i} \times 100 \quad (4.5)$$

“Bu eşitlikte; γ_i : uygulanan gerilimin kaldırılmasından önceki toplam gerinim, γ_f : gerinim kaldırıldıktan sonraki belirlenen son gerinimi ifade etmektedir.” [69].

Çizelge 4.2. Diatomit/SO dispersiyon sistemi için % geri kazanılan gerinim değerleri

Geri kazanılan gerinim: χ (%)				
E = 0 kV/mm	E = 0,5 kV/mm	E = 1,5 kV/mm	E = 2,5 kV/mm	E = 3,5 kV/mm
0	12	16	22	25

Çizelge 4.2’de görüldüğü gibi uygulanan dış elektrik alan kuvveti artırıldıkça, diatomit tanecikleri arasında oluşan sık istiflenme nedeniyle % geri kazanım ($\% \chi$) değerlerinin arttığı gözlenmiştir. Bu durum uygulanan dış elektrik alan kuvvetinin etkisinde kalan diatomit taneciklerinin elektoreometrenin plakaları arasında oluşturduğu lifsi yapının korunmasına atfedilebilir. Yapılan sürünme-geri kazanım testleri, diatomit/SO dispersiyon sisteminin uygulanan dış elektrik alan kuvvetine anlık tepki verdiğini ve deformasyon ve geri kazanım özelliklerinin dış elektrik alanın büyüklüğüne bağlı olarak değiştiğini, bu nedenle sistemin akıllı bir malzeme gibi davrandığını gösterdi. Araştırılan diatomit/SO dispersiyon sistemleri için $\tau = 5$ Pa gerilim altında, elektrik alan kuvveti etkisinde ve elektrik alan kuvveti olmadığı durum karşılaştırıldığında $E = 0$ kV/mm’de gerinim değerinde bir azalma gözlenmiştir. Bu tespit de materyalin elektrik alan kuvveti etkisi ile oluşan bozulmayı kaydettiği ve bu özelliği ile endüstriyel uygulamalarda kullanılabilecek akıllı malzemeler olarak sınıflandırılabilceğini göstermiştir. Kolemanit ve polinden/kolemanit sisemi için de benzer sonuçlar literatürde yer almaktadır [70].

5. SONUÇLAR VE ÖNERİLER

- Bu tez çalışması ile önce diatomit mineralinin iletkenlik, yoğunluk, tanecik boyutu ölçümleri yapılarak fiziksel özellikleri belirlenmiş olup TGA, ATR-FTIR ve XRD teknikleri ile karakterize edilerek yapıları aydınlatıldı.
- Diatomit/SO dispersiyon sistemi üzerine yapılan çökelmeme kararlılığı, elektrokinetik, dielektrik ve elektoreolojik çalışmaların tamamı birlikte değerlendirildiğinde %10 luk dispersiyon sisteminin 26. günde %95 çökelmeme kararlılığı göstererek yeterince koloidal kararlı olduğu tespit edildi.
- Na₂SO₄ ortamında en yüksek koloidal kararlılık ve ζ -potansiyeli (-40 mV- -50mV) değerine ulaştığı görüldü.
- %10 luk dispersiyon sisteminin dielektrik özelliklerinin ER çalışmalar için uygun olduğu sonucuna ulaşıldı.
- ER çalışmalardan, sistemin kayma incelmesi türünden viskoelastik davranış gösterdiği, en yüksek ER veriminin %10 hacim kesrinde gözlendiği, elastiklik modülü değerlerinin viskoz modül değerlerinden yüksek olduğu ve titreşim sönümleme kapasitesinin bulunduğu, ayrıca sürünme-geri kazanım testlerinden ise en fazla geri kazanımın $\phi = \%10$, $T = 25\text{ }^{\circ}\text{C}$ ve $E=3,5\text{ kV/mm}$ iken %25 olarak gözlendiği belirlendi.
- Bu sonuçlar diatomit kilin akıllı bir malzeme olduğunu ve aktif titreşim sönümleme gerektiren süspansiyon sistemlerinde endüstriyel olarak kullanılabileceğini gösterdi.

KAYNAKLAR

1. Taş, B., Çetin, M., (2012). Biyolojik Orijinli Tek Doğal Mineral: Diyatomit. *Tübbas Bilim Dergisi*, 5 (2), 28-46.
2. Choi, H. J., Jhon, M. S. (2009). Electrorheology of Polymers and Nanocomposites, *Soft Matter*, 5, 1562-1567.
3. Yılmaz, H., Unal, H. I., Yavuz, M., Arık, H., (2003). Diyatomit ve Diyatomit/Poliakrilonitril Kompozitlerinden Hazırlanan Süspansiyonların Elektoreolojik Özelliklerinin İncelenmesi. *Gazi Üniversitesi Fen Bilimleri Dergisi*, 16(3), 473-482, 2003.
4. Choi, H. J., Jhon, M. S. (2009). Electrorheology of Polymers and Nanocomposites, *Soft Matter*, 5, 1562-1567.
5. Miretzky, P., Cirelli, A. F., (2011). Fluoride Removal from Water by Chitosan Derivates and Composites. A Review. *Journal of Fluorine Chemistry*, 132(4), 132-231.
6. Miretzky, P., Cirelli, A. F., (2011). Fluoride Removal from Water by Chitosan Derivates and Composites. A Review. *Journal of Fluorine Chemistry*, 132(4), 231-240.
7. Özbey, G., Atamer, N. (1987). *Kizelgur (diatomit) hakkında bazı bilgiler*, 10. Türkiye Madencilik Bilimsel Teknik Kongresi, Ankara, 493-502.
8. DPT, (2001). Sekizinci Beşyıllık Kalkınma Planı *Madencilik Özel İhtisas Komisyonu Raporu, Çalışma Kurulu Raporu* (Koordinatör: Pınar ÖZEL - DPT), Ankara, DPT: 2621-ÖK: 632, 48-55.
9. Bozkurt, R., (2012) *Endüstriyel Hammaddeler*, Eskişehir: Anadolu Üniversitesi Mühendislik Mimarlık Fakültesi Yayınları, 97, 31-38.
10. Bozkurt, R., (2012) *Endüstriyel Hammaddeler*, Eskişehir: Anadolu Üniversitesi Mühendislik Mimarlık Fakültesi Yayınları, 97, 74-81,
11. Zhuravlev., L., (2000). The surface chemistry of amorphous silica. Zhuravlev model. *Colloids and Surfaces*. 173, 1-38.
12. Al-Degs, Y., Khraisheh, M. A. M. and Tutunji, M.F., (2001). Sorption of Lead Ions on Diatomite and Manganese Oxides Modified Diatomite. *Water Research*, 35, 3724-3728.
13. Taş, B., Çetin, M., (2012). Biyolojik Orijinli Tek Doğal Mineral: Diyatomit. *Tübbas Bilim Dergisi*, 5 (2), 28-46.

14. Sun, Y., Thomas, M., Masounave, J. (2009). An experimental investigation of the dielectric properties of electrorheological fluids. *Smart Materials & Structures*, 18(2), 9-46.
15. Block, H., Kelly, J.P., Qin, A., Watson, T. (1990). Materials and mechanisms in electrorheology. *Langmuir*, 6(1), 6-14.
16. Ikazaki, F., Kawai, A., Uchida, K., Kawakami, T., Edamura, K., Sakurai, K., Anzai, H., Asako, Y. (1998). Mechanisms of electrorheology: the effect of the dielectric property. *Journal of Physics D-Applied Physics*, 31(3), 336-347.
17. Çetin, B., Unal, H. İ., Erol, O. (2012). Synthesis, characterization, and electrokinetic properties of polyindene/colemanite conducting composite. *Clays and Clay Minerals*, 60(3), 300-314.
18. Shaw, D. J. (1970) *Introduction to colloid and surface chemistry*. Buttenvorths, Second Edition, 231.
19. Atak, S.(1979). *Kalsit ve şelit in flotasyon özellikleri*. Doktora Tezi, İstanbul Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul, 79.
20. Fuerstnau, D. N., Chander, S. (1985). Thermodynamics of flotation, advances in mineral processin. *Arbiter Symposium*, New Orleans, Louisiana, 121-136 .
21. Blaiszik, B.J., Sottos N.R., White S.R. (2008). Nanocapsules for self-healing materials. *Composites. Science and. Technology*, 68, 97.
22. Gao, Z.W., Zhao, X.P. (2005). Guest-controlling effects on ER behaviors of cyclodextrin polymer. *Journal of Colloidal and Interface Science*, 289, 56-62.
23. Hao, T. (2001). Electrorheological Fluids. *Advanced Materials*, 13(24), 1847-1857.
24. Choi, H. J., Jhon, M. S. (2009). Electrorheology of Polymers and Nanocomposites, *Soft Matter*, 5, 1562-1567.
25. Xia, J., Xiang X., Zhao X. (2010). Coaxial cable-like polyaniline titania nanofibers: facile synthesis and low power electrorheological fluid application. *Journal of Materials Chemistry*, 20, 7096-7099.
26. Stangroom, J. E. (1983), Electrorheological Fluids, *Physics Technology*, 14(6), 290-296.
27. Xu, Y., Liang, R-F. (1991). Electrorheological properties of semiconducting polymerbased suspensions, *Journal of Rheology*, 35 (7), 1355-1373.

28. Yilmaz, H., Degirmenci, M., Unal, H. I. (2006). Electrorheological properties of PMMA-b-PSt copolymer suspensions, *Journal of Colloid and Interface Science*, 293, 489-495.
29. Hao, T. (1998). The Interfacial Polarization Induced Electrorheological Effect, *Journal of Colloid And Interface Science*, 206, 240-246.
30. Winslow, W. M. (1947). Method and Means for Translating Electrical Impulses Into Mechanical Force, *United Stated Patent*, 2417850.
31. Weiss, K. D., Nixon, D. A., Carlson, J. D., Margida, A. J. (1994). ER Fluid Inks: a Rainbow of Possibilities, *Polymer Preprints*, 35 (2), 325-326.
32. Kawai, A., Uchida, K., Kamiya, K., Gotoh, A., Yoda, S., Urabe, F., Ikazaki, F. (1996). Effect of Dielectric Property of Hydrous Dispersoid on Electrorheology, *International Journal of Modern Physics B*, 10 (23-24), 2849-2855.
33. Ikazaki, F., Kawai, A., Uchida, K., Kawakami, T., Sakurai, K., Anzai, H., Asako, Y. (1998). Mechanisms of Electrorheology: the Effect of the Dielectric Property, *Journal of Physics D: Applied Physics*, 31, 336 .
34. Hao, T., Y. Chen, H., Xu, Z. M., Xu, Y. Z., Huang, Y. (1994). Percolation Transition in Electrorheological Fluids, *Chinese Journal of Polymer Science*, 12, 97-105 .
35. Treasurer, U. Y., Filisko, F. E., Radzilowski, L. H. (1991). Polyelectrolytes as Inclusions in Electrorheologically Active Materials: Effect of Chemical Characteristics on ER Activity, *Journal of Rheology*, 35 (6), 1051-1068
36. Conrad, H., Sprecher, A. F., Choi, Y., Chen, Y. (1991). The temperature dependence of the electrical properties and strength of electrorheological fluids, *Journal of Rheology*, 35 (7), 1393-1410.
37. Hao, T. (2001). Electrorheological Fluids, *Advanced Material*, 13(24), 1847-1857.
38. Uejima, H. (1972). Dielectric mechanism and rheological properties of electrofluids, *Japanase Journal of Applied Physics*, 11, 319-326.
39. Lengalova, A., Pavlinek, V., Saha, P. (2003). Quadrato, O., Stejskal, J., The Effect Of Dispersed Particle Size And Shape On The Electrorheological Behaviour of Suspensions, *Colloids And Surfaces*, 227, 1-8.
40. Lengalova, A., Pavlinek, V., Saha, P., Quadrato, O., Kitano, T., Stejskal, J. (2003) Influence Of Particle Concentration On The Electrorheological Efficiency Of Polyaniline Suspensions, *European Polymer Journal*, 39, 641-645.

41. Papadopoulos, C. A. (1998). Brakes and clutches using ER fluids, *Mechatronics*, 8, 719-726.
42. Choi, S. B., Cueong, C. C., Kim, G. W. (1999). Feedback control of tension in a moving tape using an ER brake actuator, *Mechatronics*, 7, 53-66.
43. Park, W. C., Choi, S. B., Suh, M. S. (1999). Material characteristics of an ER fluid and its influence on damping forces of an damper Part I: material characteristics, *Materials and Design*, 20, 317-323.
44. Dlodlo, Z. B., Brookfield, D. J. (1999). Compensator-based position control of an electrorheological actuator, *Mechatronics*, 9, 895-917.
45. Nicholas, S. H. (1991). Electro-rheological Fuel Injector, *United States Patent*, 5019119.
46. Hao, T. (2002). Electrorheological Suspensions, *Advances in Colloid and Interface Science*, 97, 1-35.
47. Chaisena, A., Rangsriwatananon, K., (2004). Effects Of Thermal And Acid Treatments On Some Physico-Chemical Properties Of Lampang Diatomite. *Suranaree Journal of Science and Technology*, 59, 1474-1479.
48. Zaitoon, B., Yousef, R., Musleh, S. (2011). Modification Of Jordanian Diatomite And Its Use For The Removal Of Some Organic Pollutants From Water. *Oriental Journal Of Chemistry* , 27 (4), P1357-1374.
49. Ren, Z., Gao, H., Liu, X., Zhang, H., (2015). Effects of fluxes on the structure and filtration properties of diatomite filter aids. *International Journal of Mineral Processing*, 130, 28-33.
50. Zhuravlev., L., (2000). The surface chemistry of amorphous silica. Zhuravlev model. *Colloids and Surfaces*. 173 , 1-38.
51. Taş, B., Çetin, M., (2012). Biyolojik Orijinli Tek Doğal Mineral: Diyatomit. *Tübbav Bilim Dergisi*, 5 (2), 28-46.
52. Sun, Y., Thomas, M., Masounave, J. (2009). An experimental investigation of the dielectric properties of electrorheological fluids. *Smart Materials & Structures*, 18(2), 9.
53. Block, H., Kelly, J.P., Qin, A., Watson, T. (1990). Materials and mechanisms in electrorheology. *Langmuir*, 6(1), 6-14.
54. Ikazaki, F., Kawai, A., Uchida, K., Kawakami, T., Edamura, K., Sakurai, K., Anzai, H., Asako, Y. (1998). Mechanisms of electrorheology: the effect of the dielectric property. *Journal of Physics D-Applied Physics*, 31(3), 336-347.

55. Sever, E., Unal, H.I. (2015). Colloidal properties of surface functionalized nanocubeTiO₂/poly(3-octylthiophene) core/shell conducting nanocomposite. *Applied Surface Science*, 355, 1028-1036.
56. Ikazaki, F., Kawai, A., Uchida, K., Kawakami, T., Edamura, K., Sakurai, K., Anzai, H., Asako, Y. (1998). Mechanisms of electrorheology: the effect of the dielectric property. *Journal of Physics D-Applied Physics*, 31(3), 336-347.
57. Wei, C., Zhu Y., Jin Y., Yang X. (2008). Fabrication and characterization of mesoporous TiO₂/ polypyrrole-based nanocomposite for electrorheological fluid. *Materials Research Bulletin*, 43, 3263-3269.
58. Yılmaz, H., Unal, H.I., Yavuz, M., Arık, H., (2003). Diyatomit ve Diyatomit/Poliakrilonitril Kompozitlerinden Hazırlanan Süspansiyonların Elektroeolojik Özelliklerinin İncelenmesi. *Gazi Üniversitesi Fen Bilimleri Dergisi*, 16(3), 473-482.
59. Ozkan, S., (2014). *Poli(3-Aminofenilboronik asit) Sentezi, Karakterizasyonu, Dielektrik, Elektrokinetik ve Elektroeolojik Özelliklerinin Araştırılması*. Yüksek Lisans Tezi, Gazi Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Ankara, 62
60. Lengalova, A., Pavlinek, V., Saha, P., Quadrat, O., Kitano, T., Stejskal, J. (2003). Influence Of Particle Concentration On The Electrorheological Efficiency Of Polyaniline Suspensions, *European Polymer Journal*, 39, 641-645.
61. Block, H. and Kelly, J.P. (1988). Elektroeology, *Journal of Physics D:Applied Physics.*, 21, 1661.
62. Li, J., Zhou, L., Liu,H. (1998), The electrorheological dettermination of the particle materials adsorbedwith strong rare earth electrolyte, *Solid StateCom*, 107,561.
63. Ünal, H. İ., Yavuz, M. and Yılmaz, H. (2001), Sepiyolit süspansiyonlarının elektroeolojik özelliklerinin incelenmesi, *Gazi Üniversitesi Fen Bilimleri Dergisi*, 14, 999.
64. Gercek, B., Yavuz, M., Yılmaz, H., Sari, B., Unal, H. I. (2007). Comparison of electrorheological properties of some polyaniline derivatives, *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, 299, 124-132.
65. Pavlinek, V, Quadrat,O,. Porsch,B. And Saha,P. (1999). Electrorheological behaviour of suspensions of various surface-modified porous silica particles, *Colloids and Surfaces*, 155, 241.
66. Unal, H. I., Yavuz, M and Yılmaz, H. (2001). Sepiyolit süspansiyonların elektroeolojik özelliklerinin incelenmesi, *Gazi Üniversitesi Fen Bilimleri Dergisi*, 14, 999.

67. Ozkan, S., (2014). *Poli(3-Aminofenilboronik asit) Sentezi, Karakterizasyonu, Dielektrik, Elektrokinetik ve Elektoreolojik Özelliklerinin Araştırılması*. Yüksek Lisans Tezi, Gazi Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Ankara, 62.
68. Lengalova, A., Pavlinek, V., Saha, P., Quadrat, O., Kitano, T., Stejskal, J. (2003). Influence Of Particle Concentration On The Electrorheological Efficiency Of Polyaniline Suspensions, *European Polymer Journal*, 39, 641-645.
69. Chotpattananont, D., Sirivat, A., Jamieson, A. M. (2006). Creep and Recovery behaviors of a polythiophene-based electrorheological fluid. *Polymer*, 47, 35683575.
70. Cetin, B., Unal H. I. ve Erol O. (2012). The Negative and Positive Electrorheological Behavior and Vibration Damping Characteristics of Colemanite and Polyindene/Colemanite Conducting Composite. *Smart Materials and Structures*, 21(12), 125011- 125022.

ÖZGEÇMİŞ

Kişisel Bilgiler

Soyadı, adı : ÖZDEMİR, Ceren
 Uyuğu : T.C.
 Doğum tarihi ve yeri : 30.04.1992, Ankara
 Medeni hali : Bekar
 Telefon : 0 (544) 267 83 77
 e-mail : ceren_7711@hotmail.com



Eğitim

Derece	Eğitim Birimi	Mezuniyet Tarihi
Yüksek lisans	Gazi Üniversitesi / Kimya Bölümü	Devam ediyor
Lisans	Hacettepe Üniversitesi / Kimya Bölümü	2015
Lise	Pursaklar Lisesi	2010

İş Deneyimi

Yıl	Yer	Görev
2019-Halen	Gen İlaç ve Sağlık Ürünleri A.Ş.	Ar-Ge Uzmanı
2017-2019	Centurion İlaç Sanayi ve Turizm A.Ş.	Ar-Ge Uzmanı
2016-2017	TürkTıpSan A.Ş.	Kalite Kontrol Analisti

Yabancı Dil

İngilizce

Yayınlar

ISAS 2019- 3rd International Symposium on Innovative Approaches in Scientific Studies, sempozyumunda ‘‘A Comprehensive Study on Electrokinetic Properties of Diatomite Aqueous Suspensions’’ başlıklı bildiri sunumu (19-21 Nisan 2019, Ankara)

Hobiler

Fotoğraf çekmek, seyahat etmek



GAZİ GELECEKTİR..

