

KALSİT MİNERALİNİN ŞEKİL, PÜRÜZLÜLÜK VE İSLANABİLİRLİĞİNİN KARAİTERİZASYONU

Characterization of Shape, Roughness and Wettability of Caicite Mineral

Uğur ULUSOY²
Meftunî YEKELER^{1*}
Cahit HİÇYILMAZ^{1*}

ÖZET

Bu çalışmada; bilyalı, çubuklu ve otojen değirmenlerde öğütülmüş kalsit tanelerinin şekil özellikleri taramalı elektron mikroskobu kullanılarak araştırılmış ve iki boyutlu olarak tane izdüşümlerinin ana eksenleri ölçülerek uzama ve yuvarlaklık gibi şekil tanımlayıcılarıyla ifade edilmiştir. Yüzey pürüzlülüğü değerleri iki farklı ölçüm tekniği ile tayin edilmiştir. Tanelerin Branauer-Emmet-Teller yüzey alanına dayanan ilk ölçüm hesaplanmış yüzey pürüzlülüğü, R_{BET} ile ifade edilmiştir. İkinci ölçüm ise Surtronic 3⁺ enstrümanı kullanarak pelet formuna getirilmiş tanelerin yüzey pürüzlülüğü, R_a parametresi ile ifade edilmiştir. Öğütülmüş kalsit ürünlerinin ıslanabilirlik karakteristikleri (γ_c) sırasıyla EMDEE MicroFLOT Agitator ve Rame-Hart goniometer kullanarak mikroflotasyon ve temas açısı ölçüm teknikleriyle belirlenmiştir. Son olarak, kalsit numunesinin şekil, pürüzlülük ve ıslanabilirlik özellikleri arasında bazı korelasyonlar bulunmuştur. Sonuçlar, çalışılan kalsit minerali için, uzamanın ıslanabilirliği azalttığını, yuvarlaklık ve pürüzlülüğü ise artırdığını göstermiştir.

Anahtar Sözcükler: Uzama, Yuvarlaklık, Pürüzlülük, İslanabilirlik, Öğütme, Kalsit.

ABSTRACT

In this study, shape characteristics of caicite particles ground by ball, rod and autogenous mills were investigated using SEM and expressed by the shape descriptors such as elongation and roundness by measuring major and minor axes of the silhouette of the particle in two dimensions. Surface roughness values were determined by two measurement techniques. The first measurement, which was based on BET surface area of particles, was stated in terms of the calculated surface roughness (R_{BET}) values. The second measurement was stated as the parameters of R_a values on the pelleted surfaces of the particles by using Surtronic 3⁺ instrument. The wettability characteristics (γ_c) of ground caicite products were determined by microflotation and contact angle measurement techniques using the EMDEE MicroFLOT Agitator and Rame-Hart goniometer, respectively. Finally, some correlations were established between the shape properties, surface roughness values and the wettability characteristics of the caicite samples. The results revealed that elongation and smoothness decreased the wettability, while roundness and roughness caused an increase in wettability for caicite mineral.

Keywords: Elongation, Roundness, Roughness, Wettability, Grinding, Caicite.

² Dr., Cumhuriyet Üniversitesi Maden Mühendisliği Bölümü, 58140 SİVAS, ulusoy@cumhuriyet.edu.tr

^{*} Prof.Dr., Cumhuriyet Üniversitesi Maden Mühendisliği Bölümü, 58140 SİVAS

^{***} Prof.Dr., Orta Doğu Teknik Üniversitesi Maden Mühendisliği Bölümü, 06531 ANKARA

1. GİRİŞ

Yüzeylerde önemli değişimlere yolaçan ve mineral, metalürji, enerji ve kimya endüstrilerinde önemli bir birim işlem olan mekanik öğütmenin genellikle konvansiyonel (bilyalı, çubuklu) ve otojen değirmenlerde yapıldığı iyi bilinmektedir.

Bilyalı ve çubuklu değirmenlerde darbeyle boyut küçültme etkindir. Aşındırma (abrasion) ise öğütme şarjı ve astarların aşınmasına neden olduğundan negatif bir faktördür. Otojen değirmenlerde ise serbestleşme esasen düşük hızlardaki aşındırma yüzündendir, darbe ve atrisyon (attrition) şeklinde aşındırma daha az önem arz etmekte hatta bazı durumlarda, beslenen cevherin özelliğine bağlı olarak öğütme işlemine zararlı olmaktadır (Digre, 1988).

Bilyalı değirmenlerde öğütme bilyaların ve cevher tanelerinin nokta temasıyla yapılmaktayken, çubuklu değirmende gerçekleşen öğütme hareketi cevher taneleri üzerine çubukların bir hat boyunca temas etmesiyle oluşmaktadır. Otojen değirmenlerde ise cevher içindeki kırılmalar esasen çelik öğütme ortamına kıyasla daha hafif hareket yüzünden tane veya kristal sınırlarında yapılmaktadır. Bu durum genellikle aşırı öğütmeyi en aza indirdiğinden minerallerin serbestleşmesi için istenen bir işlemdir (Wills, 1981).

Uygarlık çimento, toprak, tuğla, harç, boya, cam ve metaller gibi taneler üzerine kurulmuştur. Endüstrinin kullandığı malzemelerin büyük çoğunluğu tane formundadır (Meloy, 1980). Mineral taneleri giderek küçüldükçe, onların yüzeyleri de büyük önem arz etmektedir. Yüzey özellikleri ince-tane zenginleştirme uygulamalarını açıkça etkileyecektir. Boyut küçültme de bir yeni yüzey yaratma prosesi örneğidir. Arayüzey alanı arttıkça proses üzerindeki etkisi de artacaktır.

Özgül yüzey alanı; tane boyu, karakterizasyon ve pürüzlülüğün yararlı bir ölçüsüdür. Branauer-Emmett-Teller (BET) ve diğer gaz adsorpsiyon teknikleriyle ölçülen tanelerin yüzey alanları onların yüzey pürüzlülüklerini de kantitatif olarak karakterize etmektedir.

Cevher hazırlama ve diğer uygulamalarda taneler sisteminin davranışı, birincil olarak tanelerin fiziksel özellikleriyle (boyut, şekil, yüzey alanı, gözenek yapısı) ve mevcut farklı katı-sıvı arayüzeylerin yapısıyla etkilenmektedir. Fiziksel

ve arayüzey özelliklerinin karakterizasyonu yeni proseslerin, tesislerin ve dizaynlarının ve rutin tesis uygulamalarının geliştirilmesinin bütüncül bir parçası olmalıdır. Yüzey kompozisyonu ve yapısı, ayırmanın başarılması için flotasyon gibi yüzey özelliklerindeki farklılıkların kullanıldığı birim işlemlerdeki minerallerin davranışını önemli ölçüde etkilemektedir (Chander ve Hogg, 1988).

Öğütme ve proses süresince elde edilen ürünlerin şekil ve morfolojisi, minerallerin öğütme ve zenginleştirmede nasıl davranabileceklerini ve aynı zamanda minerallerin prosese nasıl cevap vereceklerini tahmin etmek için karakterize edilmelidir. Böylece ekipman ve devreler verimi optimize etmek için tasarlanabilmektedir (Petruk, 1989).

Yüzey pürüzlülüğü, malzeme bilminde birçok araştırmacının çok yoğun ilgisini çekmiş ve belki de katıların yüzeylerinin en göze çarpan özelliğidir (Underwood, 1989; Russ, 1990). Tanelerin pürüzlülüğü BET azot adsorpsiyonu ölçümüyle tahmin edilebilmektedir. Numunenin gerçek yüzey alanı topografik sınırlarıyla temsil edilmiş yüzeyin geometrik yapısı ile öngörülebilir. Yüzey alanı ölçülerek yüzeyin pürüzlülüğü karakterize edilebilmektedir (Lange vd., 1993).

Katıların veya mineral tanelerinin ıslanmasının flotasyon, aglomerasyon, sıvı-katı ayrımı ve tozdan arındırma gibi birçok teknolojik prosesi etkileyen önemli bir parametre olduğu bilinmektedir (Fuerstenau ve Williams, 1987). Benzer olarak, ıslanma özellikleri taneler proseslerin davranışını ve performansını da etkilemektedir. Minerallerin ıslanma davranışını değerlendirmek için iyi bilinen temas açısı ölçümü ve flotasyon yöntemleri kullanılmaktadır (Zisman, 1964; Williams ve Fuerstenau, 1987).

Küçük tanelerin ıslanma davranışı birçok doğal olayda ve endüstriyel uygulamada önemlidir. Cevher hazırlama, pigment, boya, kozmetik ve eczacılık endüstrilerinin tümü, katı-sıvı temas açısıyla karakterize edilen tane ıslanabilirliği bilgisine gereksinim duymaktadırlar (Preuss ve Butt, 1998).

Köpük flotasyonu gibi üç fazlı sistemlerde, verimler tane boyu ve hidrofobiteye bağlıdır. Genelde, belirli boyutta taneler için, üzerinde flotasyonun kuvvetli olduğu bir kritik temas açısı vardır (Subrahmanyam vd., 1996). Kritik ıslanma yüzey gerilimi (γ_c) bir mineral yüzeyini karakterize

etmede etkili bir parametre olarak dikkate alınabilir. Bununla birlikte, flotasyona uygulandığında, mineral ayrımları için termodinamik flotasyon kriterinin test edilmesinde doğrudan bir yol sunmaktadır (Andrade vd., 1985; Laskowski, 1986; Yazar, 1988).

Kalsit; metalürji, kimya, inşaat ve tarım endüstrileri için önemli bir hammadde olan tuz-tipi bir mineraldir. Bu mineralin zenginleştirilmesinde en önemli proses oksidril kollektörlerle (sodyum oleat vs.) flotasyonudur (Abramov, 2000). Buna ek olarak, kalsitin kırılma ve flotasyonla ilgili proseslerde çok önemli olan tane şekli, yüzey pürüzlülüğü ve ıslanabilirlik özelliklerinin de belirlenmesi gerekmektedir. Bu nedenle, bu çalışma sadece uzama, yuvarlaklık, yüzey pürüzlülüğü ve ıslanabilirlik gibi özelliklerin tespit edilmesini kapsamamakta, bu şekil, pürüzlülük özellikleriyle kritik ıslanma yüzey gerilimi diye bilinen ıslanma parametresi (γ_c) arasındaki mümkün korelasyonları da ortaya koymaktadır (Ulusoy, 2003).

2. TEORİ

2.1. Tane Şekli

Endüstriyel malzemelerde taneler çok nadir küresel şekildedirler. Bu küresel olmayan tanelerin farklı teknolojiler üzerindeki etkisi değişmekte ve numunenin gerçek özellikleri hakkındaki bilgilerde farklılıklara yol açmaktadır. Birçok alandaki uygulamalar tanelerin boyutuna ek olarak şekli ile ilgili bilgiye de ihtiyaç duymaktadır.

Tanelerin şekli, tanımlama ve analizde yardımcı olmakta, bir tozun fizikokimyasal özelliklerini etkilemekte, proses formasyonunu açıklamakta ve tozun davranışını etkilemektedir (Medalia, 1980).

Tane şeklinin karakterizasyonu hem akademik hem de endüstriyel çevrelerde, seramik, metalurjik, vd. mühendislik dalları ve hemen hemen tüm uygulamalı bilimlerde çok önemli olan bir analitik tekniktir (Meloy, 1988).

Tanelerin davranışında şekil bir faktör olduğundan, farklı öğütme ürünlerinin şekillerindeki farklılıklar da, taneleri içeren herhangi bir proseste veya mineral kazanım

sistemlerinde önem arz etmektedir (Durney ve Meloy, 1986).

Tane şeklini tahmin etmek için kullanılan yöntemler aspect oranı, uzama oranı ve dairesellik belirleme gibi basit yaklaşımlardan (Schneiderhöhn, 1954; Tsubaki ve Jimbo, 1979; Hausner, 1966) Fourier analizinin kullanımı gibi sofistike yöntemlere kadar kullanılmaktadır (Ehrlichvd., 1980).

Bir tanenin şekli hakkında bir fikri birçok farklı parametre verebilir. Boyut küçültme çalışmalarıyla bağlantılı olarak en çok ilgi çeken özellik belirli bir boyuttaki tanelerin uzama ve yuvarlaklık derecesidir.

2.2. Yüzey Pürüzlülüğü

Katıların birçoğu kesilerek, biçilerek, cilalanarak veya kimyasal olarak işlenerek hazırlanmıştır. Tüm bu yöntemler yüzeyi pürüzlü kılmaktadır. Hogg (1980) yüzey özelliklerinin belirlenmesinde, yüzeyin tarihçesinin (öğütme, kimyasal veya diğer bir etkiye maruz kalma) katının gerçek kimyasal veya mineralojik kompozisyonundan daha önemli olduğunu belirtmiştir. Yüzey pürüzlülüğü tablet yapımında, adsorpsiyon ve tane-tane etkileşimlerinde önemli bir faktördür.

2.2.1. BET Yüzey Pürüzlülüğü (R_bET)

Temiz bir katı yüzeyi bir gaz ile tepkimeye sokulduğunda gaz molekülleri yüzeye tutulmakta ve adsorbe olmuş tabakalar oluşmaktadır. Sabit şartlar altında, adsorpsiyon miktarı, katının toplam yüzey alanıyla orantılıdır (Hogg, 1980; Allen, 1997).

Adsorpsiyon çalışmasında en önemli adım Brunauer, Emmett ve Teller tarafından katı yüzeyler üzerine gazların çok tabakalı adsorpsiyonu için derivasyonlarla (türetme) atılmıştır. Çok tabakalı adsorpsiyon teorisi BET denklemi olarak genellikle bilinmektedir ki, gaz adsorpsiyon ve yüzey alanı ölçüm çalışmalarında merkezi konum almıştır (Ailen, 1997).

BET yöntemi kullanılan (genelde sıvı azot) gaz moleküllerinin ulaşabildiği tüm alanı ölçebilmektedir. Tanelerin pürüzlülüğü BET gaz adsorpsiyon ölçümü kullanılarak tahmin edilebilir. Hesaplanmış yüzey pürüzlülüğü (R_bET) değeri aşağıdaki (1) nolu bağıntı ile elde edilebilir (Jaycock ve Parfitt, 1981).

$$R_{BET} = A_B \cdot d \cdot \left(\frac{D}{6} \right) \quad (1)$$

Burada;

A_B : Ölçülmüş BET yüzey alanı (cm^2/g)
 d : katı yoğunluğu (g/cm^3)
 D : tane çapı (cm).

2.2.2. Surtronic 3⁺ Enstrümanı İle Yüzey Pürüzlülüğünün (R_a) Doğrudan Ölçümü

Pürüzlülük ölçümünde kullanılan bir başka yaygın yöntem de Surtronic 3⁺ (Rank-Taylor Hobson Ltd.) ölçümüdür. Laboratuvar kullanımı için uygun, yüzey yapısını ölçebilen portatif bir Talysurf tipi aygıt olan Surtronic 3⁺ ölçümünde pürüzlülük evrensel olarak tanınan ve en yaygın kullanılan R_a olarak adlandırılan uluslararası ortalama pürüzlülük parametresi ile ifade edilmektedir.

2.3. Islanabilirlik

Minerallerin flotasyon yöntemiyle zenginleştirilmesi, işlenecek katı veya minerallerin ıslanabilirlik farklılıklarına dayanmaktadır. Mineral yüzeylerinin ıslanabilirlik karakteristikleri yüzey kimyası tabanlı proseslerde selektiviteyi sağlamak için onların kritik ıslanma yüzey gerilimi (γ_c) değerleriyle ifade edilebilmektedir (Yekeler ve Yazar, 1994). Katıların hidrofobitesini tahmin etmek için kullanılan bir çok teknik bulunmaktadır. Bunlardan en önemli iki tanesi flotasyon ve temas açısı ölçüm tekniğidir.

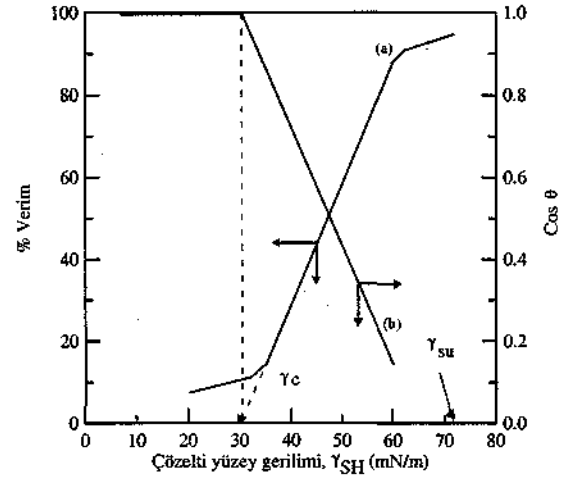
2.3.1. Flotasyon Tekniği

Mikroflotasyon yöntemi küçük tanelerin (-250 mikron) ıslanma karakteristiklerini belirlemek için elverişli bir yöntemdir. Bu teknik genellikle, minerallerin ıslanma özellikleri üzerinde çeşitli çözelti değişkenlerinin etkisini kullanmaktadır.

Flotasyonla verilen (toz halde) bir mineralin kritik ıslanma yüzey gerilimi % $R=0$ ' da $\gamma_{LV} = \gamma_c$ yi veren çözelti yüzey gerilimine karşı (γ_{SH}) % verimin değişimi grafikte (Şekil 1) çizilerek belirlenmektedir. Böylece, $\gamma_{SH} \wedge \gamma_c$ ise mineral çözelti tarafından ıslanacaktır.

Burada;

R : Verim (%)
 γ_{LV} : Çözelti yüzey gerilimi (mN/m)
 γ_c : Mineralin kritik ıslanma yüzey gerilimi (mN/m).



Şekil 1. Kritik ıslanma yüzey gerilimi (γ_c) değerlerinin iki farklı teknikle belirlenmesi: (a) Mikroflotasyon Tekniği (b) Temas Açısı Ölçüm tekniği.

2.3.2. Temas Açısı Tekniği

Temas açısı, minerallerin flotasyonla kontrolünde yüzey kimyasal heterojenlikleri, yüzey pürüzlülüğü ve tane boyutunun etkisinin tanımlanmasında önemlidir (Kitchener, 1992).

Temas açıları genellikle, bir mineral yüzeyi üzerinde su damlası veya bir kabarcık temasının yaptığı açının hava veya sıvı fazdan ölçüldüğü "yerleştirilen damla= sessile drop" veya "tutsak hava kabarcığı=captive bubble technique" teknikleriyle tespit edilmektedir (Subrahmanyam vd., 1996).

Tanelerin temas açılarını ölçmek için bir çok yöntem bulunmaktadır. Bunlar statik ve dinamik olduğu kadar doğrudan veya dolaylı da olabilmektedir. Doğrudan yöntemlerden bir tanesi de üst yüzeyi düzleştirilmiş sıkıştırılmış bir pelet kullanmaktır (Laskowski, 1986).

Verilen bir mineralin temas açısı yöntemiyle kritik ıslanma yüzey gerilimi (γ_c), sıfır temas açısı veren ($\cos \theta = 1$) çözelti yüzey (γ_{SH}) geriliminin

cos 6' a karşı deęiřimi grafikte (řekil 1) çizilerek belirlenmektedir. Bu durumda, YSH < Ye ise mineral çözelti tarafından ıslatılmaktadır.

3. MALZEME VE YÖNTEM

3.1. Mineral

Bu çalışmada, % 99,14 CaCO₃ içeren Nięde yöresinden getirilen kalsit numunesi kullanılmıřtır (Çizelge 1). Örneęin Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) ile belirlenen kimyasal ve XRD ile belirlenen mineralojik kompozisyonu řekil 2' de verilmekte ve numunenin řekil ve morfolojik testlerde tane řeklinin mineral kompozisyonundan etkilenmeyecek kadar saf olduęunu göstermektedir.

Çizelge 1. Deneylerde Kullanılan Kalsit Mineralinin Kimyasal Analizi

Bileřenler	% Aęırlık
CaCO ₃	99,14
SiO ₂	0,30
MgO	0,31
R ₂ O ₃	0,25

3.2. Öęütme Testleri

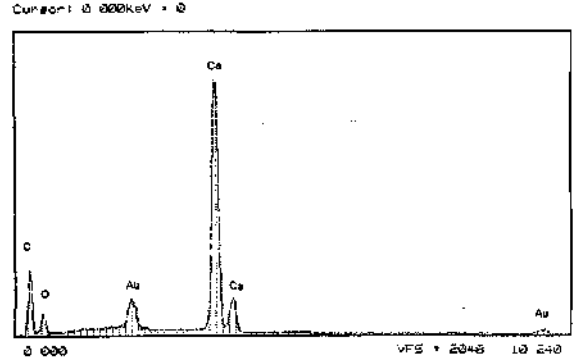
Tüm öęütme testleri kuru řartlarda çalışılmıřtır. Bilyalı deęirmen öęütmesi için 200 mm çapında ve 184 mm uzunluęunda laboratuvar ölçekli bir bilyalı deęirmen ile birlikte 30 mm ve 26 mm çaplara sahip yaklaşık 5.475 gr paslanmaz çelik bilya kullanılmıřtır. Deęirmene beslenen malzeme 374,2 g aęırlıęında ve -850+600 //m boyutundadır.

Çubuklu deęirmen öęütme testleri 200x280 mm laboratuvar ölçekli bir çubuklu deęirmende yapılmıřtır. Çubuklu öęütme süresince, öęütme ortamı olarak 22,600 kg aęırlıęında, 29, 24 ve 19 mm çaplarında paslanmaz çelik çubuklar kullanılmıřtır. Besleme boyutu ve miktarı sırasıyla -4.750+3.350 μ m ve 759,6 g'dır.

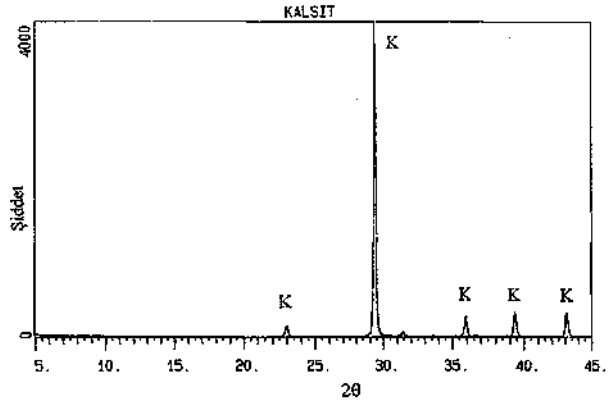
Otojen öęütme için ise, 420x225 mm lastik astarlı laboratuvar ölçekli otojen deęirmen kullanılmıřtır. Otojen öęütme teřtleri için -80+50 mm (3.000 g) öęütme medyası ve -10.000+1.000 //m (2.000 g) besleme malzemesi kullanılmıřtır.

Bilyalı ve çubuklu deęirmen ile öęütmede optimum öęütme süresi olarak belirlenmiř olan

16 dakika ve otojen deęirmende 128 dakika öęütmede yaklaşık olarak aynı tane boyutlu malzeme (-250//m) elde edilmiřtir. řekil 3' te verildięi gibi, belirlenen optimum öęütme sürelerinde öęütölmüř, büyük oranda 250 //m tane boyutundan ince malzeme içeren numuneler daha sonra 45 //m' luk elekten elenerek -250+45 //m tane boyu aralıęında malzemeler řekil 4' te gösterildięi gibi sonraki SEM, BET, Surtronic 3⁺ ve ıslanabilirlik testlerinde kullanılmak üzere hazırlanmıřtır.



(a)



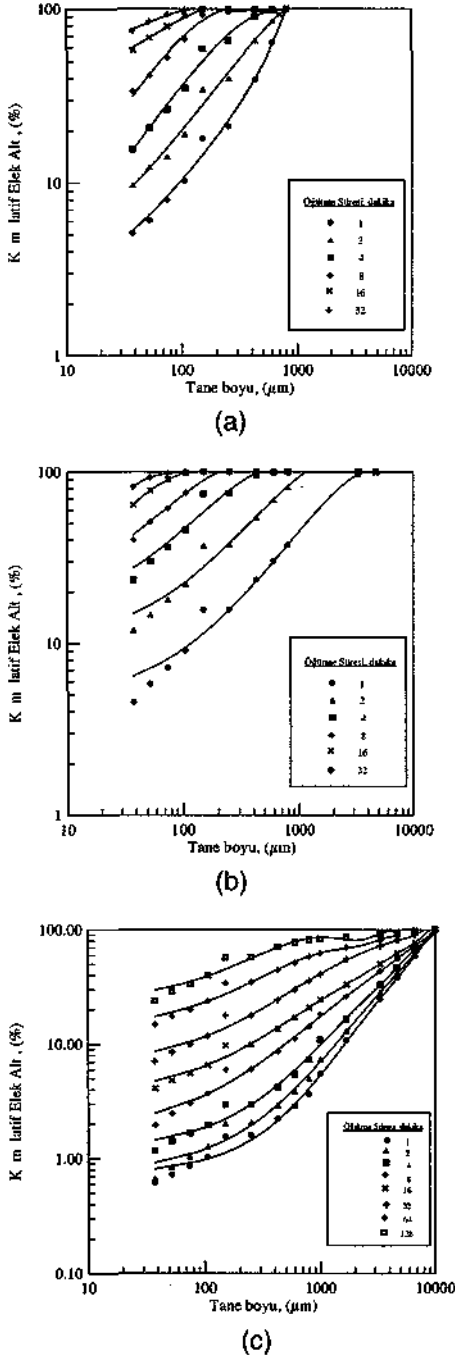
(b)

řekil 2. Deneylerde kullanılan kalsit mineralinin (a) kimyasal (SEM), (b) mineralojik kompozisyonu (XRD).

3.3. Tanelerin řekil (2-D)Karakterizasyonu

Farklı ortamlarda öęütölmüř (bilyalı, çubuklu ve otojen) kalsit mineralinin řekil özelliklerini iki

boyutlu (2-D) olarak belirlemek için Jeol JSM-6400 SEM kullanılmıştır. SEM ölçümleri için önceki kısımda da belirtildiği gibi-250+45//m



Şekil 3. Farklı değirmenlerde öğütülmüş kalsit mineralinin tane boyut dağılımı: (a) bilyalı değirmen, (b) çubuklu değirmen, (c) otojen değirmen.

boyutunda tanelerden oluşan fraksiyon kullanılmıştır. Temsili olarak alınmış her numune küçük plakalara dökülerek iletkenliğin sağlanması amacıyla altınla kaplanmıştır. Mikroskopla uygun büyütme yapılarak her numuneye ait farklı bölgelerden 4 adet toplu resim (mikrograf) çekilmiştir. Her bir mikrograf daha sonra bir tarayıcı yardımıyla dijital görüntüleme (jpeg formatında) dönüştürülmüştür.

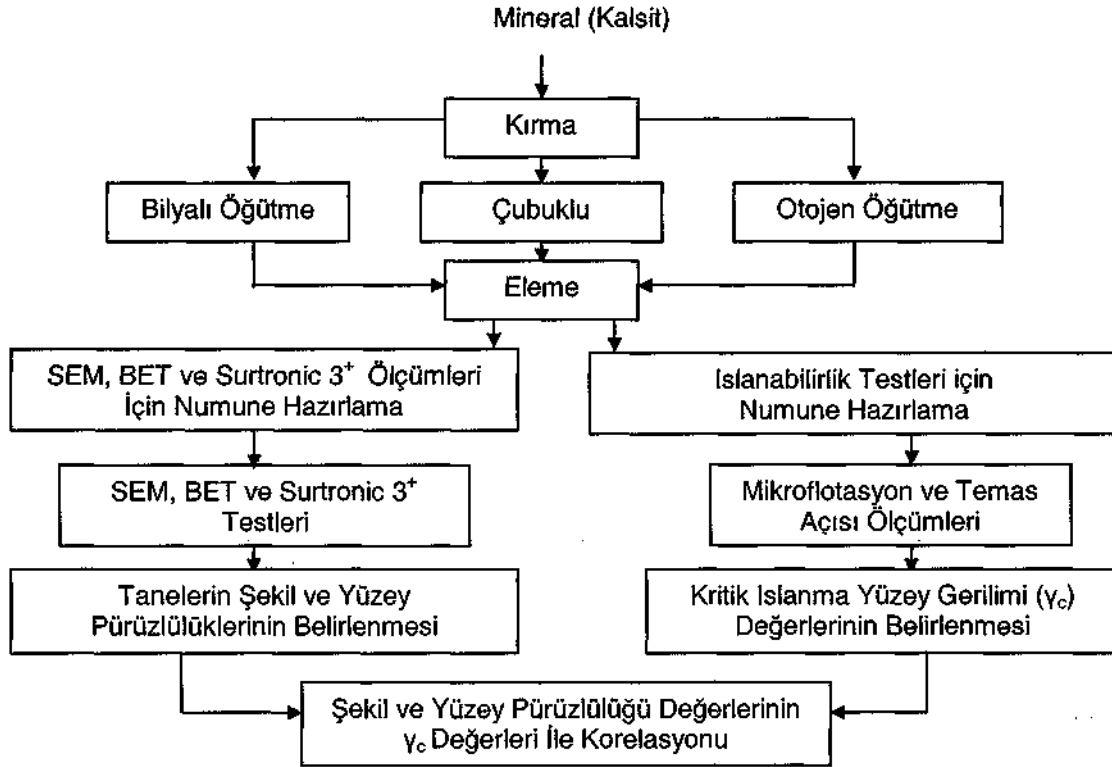
Tanelerin eksenlerinin ölçülmesi için COREL Draw 10,0 bilgisayar programı kullanılmıştır. Her bir görüntü bu programa alınarak (import) görüntüler üzerinde hassas bir eksen ölçümü yapılabilmesi için yaklaşık % 400 büyütmeyle çalışılmıştır. Her görüntüde sınırlar içinde kalan, birbiri üzerine binmemiş ve sınırları net olarak görülebilen taneler ele alınmıştır. Tanelerin şekil özelliklerinin karakterizasyonu tanelerin izdüşümleri veya silüetlerinin analizine dayanmaktadır. Tanenin izdüşümünün elips şeklinde olduğu varsayılarak (Forssberg ve Zhai, 1985), Şekil 5' te görüldüğü gibi her bir tanenin uzun (L) ve kısa (W) eksenleri mm cinsinden ölçülüp Microsoft Excel bilgisayar programına veri olarak aktarılmıştır. Her bir tanenin her bir eksenine ait 5 ölçüm alındıktan sonra her eksen için 5 değerlerin ortalaması bulunmuş, görüntülerin ölçekleri dikkate alınarak gerçek uzunluk ve genişlik değerleri mikron cinsinden hesaplanmıştır. Böylece şekilsel parametrelerin hesaplanması için temel oluşturacak L ve W değerleri bulunmuştur.

Aynı prosedür her bir öğütme ürününden yaklaşık 139 tane için uygulanmıştır. Böylece, aşağıdaki eşitlik 2 ve 3' te gösterildiği gibi uzunluk ve genişlik temel alınarak tane izdüşümünün alan (A) ve çevre (P) değerleri hesaplanabilmektedir (Beyer, 1978).

$$A = \frac{\pi LW}{4} \quad (2)$$

$$P = \frac{\pi}{2} \left[\frac{3}{2}(L + W) - \sqrt{LW} \right] \quad (3)$$

Bu temel değerlere göre uzama ve yuvarlaklık gibi 2 şekil parametresi (bağıntı 4 ve 5) farklı değirmenlerde öğütülmüş tanelerin şekil karakterizasyonu için kullanılmıştır (Heywood, 1947; Hausner, 1966; Hagerman vd., 1980; Serra, 1972; Forssberg ve Zhai, 1985).

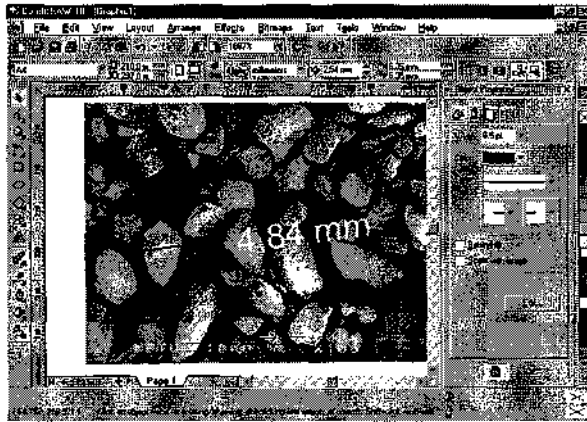


Şekil 4. Bu çalışmada izlenen deneysel prosedür.

Yuvarlaklık, daire için maksimum değer olan 1 değerini almakta ve uzama azaldıkça artmaktadır. Bir başka deyişle, bu fonksiyon azaldıkça tane izdüşümü daha da yuvarlaklaşmaktadır.

$$(E) = \frac{L}{W} \quad (4)$$

$$(R) = \frac{4\pi A}{P^2} \quad (5)$$



Şekil 5. COREL Draw programı kullanarak bir SEM micrografı üzerinde tane izdüşümlerinin ana eksenlerinin ölçülmesi.

Burada;

- L : tane izdüşümünün uzunluğu (μm)
- W : tane izdüşümünün genişliği (μm)
- A : tane izdüşümünün alanı (μm²).
- P : tane izdüşümünün çevresi (μm)
- E : tane izdüşümünün uzama özelliği
- R : tane izdüşümünün yuvarlaklık özelliği

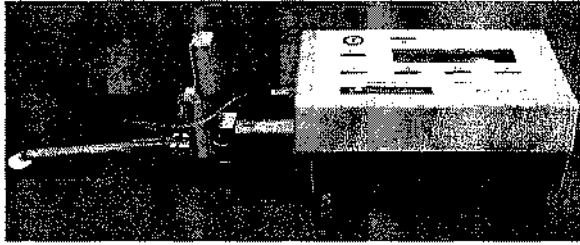
3.4. BET Yüzey Alanı Ölçümüyle Yüzey Pürüzlülüğünün (R_sET) Hesaplanması

Bilyalı, çubuklu ve otojen değirmenlerde öğütülmüş tanelerin yüzey alanları BET gaz (% 30 N₂ ve % 70 He gaz karışımı) adsorpsiyon tekniği kullanan Micromeritics Flowsorb II 2300 enstrümanı ile ölçülmüştür.

Her öğütme ürününe ait 3 numuneyle ölçüm alınarak bu değerlerin ortalaması alınmış ve o ürüne ait yüzey alanı değeri hesaplanmıştır. Jaycock ve Parfitt (1981)' e göre yüzey pürüzlülüğü belirli boyutta tanenin özgül yüzey alanının aynı boyutlu düz yüzeyli tanelerin özgül yüzey alanına oranıdır. Bu ifadeden yola çıkarak tanelerin yüzey pürüzlülükleri (1) nolu bağıntı yardımıyla BET yüzey alanı ölçümünden hesaplanmaktadır. BET ölçümü için kullanılan tanelerin boyutu -250+45 //m'dur. Bağınıtdaki D değeri olarak 250 ve 45 *pim* değerlerinin aritmetik ortalaması olan 148//m alınmıştır.

3.5. Surtronic 3⁺ İle Pürüzlülük Ölçümü

Pelet formuna getirilmiş tanelerin yüzey pürüzlülüklerini tayin etmek için, bir mikroprosesöre sahip Surtronic 3⁺ HB-103 portatif stylus-tipi pürüzlülük ölçer (Şekil 6) kullanılmıştır.



Şekil 6. Doğrudan yüzey pürüzlülüğü ölçümlerinde kullanılan Surtronic 3⁺ enstrümanı (Rank Taylor-Hobson Ltd., 1992).

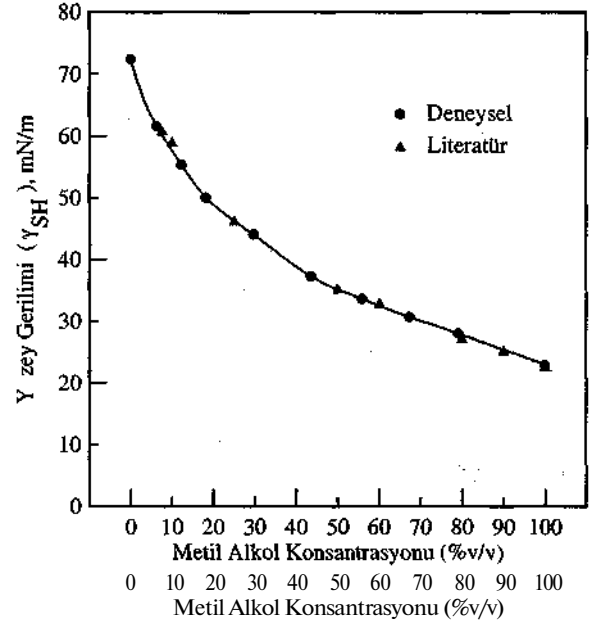
Bu mikroprosesör yüzey üzerinde belirli bir mesafede bir düzlem boyunca hareket ederken yüzeyde varolan pürüzlerin içerisine girip çıkmakta ve yüzeyin pürüzlülük profilini R_a parametresi ile ifade ederek mikron düzeyinde çıkarmaktadır (Anon, 1992). Bu yüzey pürüzlülüğü ölçüm yöntemi direk mekanik yapısı özelliği ile büyük bir avantaja sahiptir. Her bir öğütme ürününe ait 3 pelet yüzeyi üzerinde ölçüm yapıp elde edilen yüzey pürüzlülük değerlerinin aritmetik ortalaması alınmıştır.

3.6. İslanahililik Testleri

3.6.1. Çözeltiler

Kritik ıslanma yüzey gerilimi (γ_c) değerlerini elde etmek için farklı konsantrasyonlarda (%w/w) metanol çözeltileri hazırlanmıştır (Yarar ve

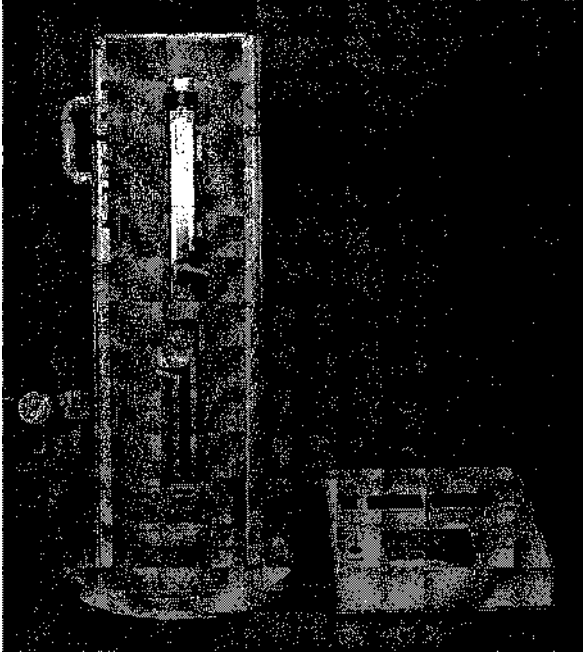
Kaoma, 1984). Methanol-safsu karışımıyla hazırlanan çözeltilerin yüzey gerilimleri (YSH) damla-ağırlık ölçümü tekniğiyle belirlenmiştir (Padday, 1968). Tespit edilen yüzey gerilimi değerleriyle literatürdeki değerlerin birbiriyle uyumlu olduğu Şekil 7' den açıkça görülmektedir.



Şekil 7. Hazırlanan metil alkol çözeltilerinin yüzey gerilimlerinin konsantrasyon ile değişimi

3.6.2. Mikroflotasyon Testleri

Kesikli olarak çalışılan mikroflotasyon testleri Şekil 8' de gösterilen küçük miktarlarda numune gereksinimi ve kontrollü deneysel şartları altında yüksek tekrarlanabilirlik avantajlarına sahip olan EMDEE MicroFLOT enstrümanı (Chudacek, 1990) kullanılarak yapılmıştır. 0,5 g -250+45 //m mineral numunesi 60 ml' lik bir beher içinde yüzey gerilimi önceden belirlenmiş çözeltili ve 5×10^{-7} M sodyum oleat ile birlikte 3 dakika koşullandırılmıştır. Koşullandırılan çözeltili test tüpüne alınarak cihaza yerleştirildikten sonra test tüpü 40 kez düşey konumda yukarı-aşağı cihaz tarafından otomatik olarak sallandıktan sonra tüp cihazdan çıkarılıp yüzen ürün vakum pompası yardımıyla konsantre beherine alınmıştır. Konsantre ve artık ayrı ayrı etüvde uygun sıcaklıkta (105 °C) kurutulup hassas terazide tartılarak ağırlıkça flotasyon verimi yüzde olarak hesaplanmıştır. Yüzde verim değerleri üç başarılı tekrar sonrasında aritmetik ortalamayla bulunmuştur. Daha sonra % verim değerlerine karşılık YSH değerlerinin değişimi çizilerek γ_c



Şekil 8. Çalışılan Kalsit mineralinin kritik ıslanma yüzey gerilimi (γ_{cm}) değerlerini mikroflotasyon yöntemiyle belirlemek için kullanılan EMDEE Microflot enstrümanı.

değeri ve ıslanma verisi elde edilmiştir (Şekil 1).

3.5.3. Temas Açısı Ölçümleri

Kalsit minerali için kritik ıslanma yüzey gerilimi (γ_e) değerleri sessile drop yöntemi kullanan Rame-Heart Inc.'in 100 NRL modelindeki Contact Angle Goniometer cihazı kullanılarak belirlenmiştir.

3 dakika manyetik karıştırıcıda 5×10^{-7} M Sodyum oleat ile koşullandırılan $-250+45$ //m boyutundaki her bir öğütme ürününden biriktirilen kalsit numunelerinin etüvde nemi büyük oranda uçurulduktan sonra yaklaşık 1,5 gr'lık malzeme (malzemenin miktarı ve sıkıştırma oranı sabit tutulmuştur) presle sıkıştırılarak 1,25 cm çapında peletler haline getirilmiştir. Hazırlanan her bir pelet goniometre platformuna yerleştirilip üzerine damlalıkla yüzey gerilimi bilinen metanol çözeltisinden 1 damla (damla büyüklüğü hep aynı olacak şekilde) damlatılmıştır. Damlanın görüntüsü üzerine goniometrenin mikroskobu odaklanarak, pelet yüzeyindeki damlanın her iki kenarından temas açısı okunmuştur. Okunan değerlerin aritmetik ortalaması alınmıştır. Her bir numuneden üç ölçüm alınıp bunların ortalaması bulunup bu değerlerin kosinüsüne karşı YSH

değerlerinin değişimi çizilerek γ_e değeri elde edilmiş ve ıslanma verisi olarak elde edilmiştir (Şekil 1).

4. DENEY SONUÇLARI VE TARTIŞMA

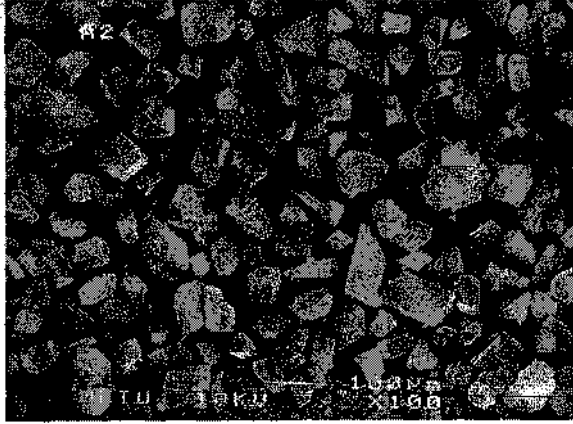
Farklı değirmenlerde öğütülmüş kalsit mineralinin şekil parametreleri SEM kullanılarak belirlenmiş ve Çizelge 2'de verilmiştir. Ortalama olarak 197 adet partikülün ölçümünden sonra alan ve çevre değerleri bağıntı (2) ve (3) kullanılarak hesaplanmıştır. Uzama ve yuvarlaklık değerleri (4) ve (5) nolu bağıntılarda verildiği gibi hesaplanmıştır. Çizelge 2'den açıkça görüldüğü gibi, farklı değirmenlerde öğütülmüş kalsit taneleri üzerinde ölçülen ortalama uzama değerleri 1,412-1,608 arasında değişmiştir. Otojen değirmende öğütülmüş kalsit taneleri en yüksek uzama değerine sahip olurken, çubuklu değirmen en düşük uzama değerine sahip taneler üretmiştir. Yuvarlaklık değerlerine baktığımızda ise 0,920-0,957 değerleri arasında değişmiş olduğu ve en yüksek değerlerin çubuklu değirmen ürünlerinde, en düşük değerlerin de otojen değirmen ürünlerinde olduğu görülmektedir. Bir başka ifadeyle, Şekil 9' da gösterildiği gibi, çubuklu değirmen ürünleri daha yuvarlak, otojen değirmen ürünleri ise daha uzun tane şekillerine sahiptir. Bu bulgunun otojen, bilyalı ve çubuklu değirmenlerin öğütme süresince farklı kırma mekanizmaları sayesinde ortaya çıktığı düşünülmektedir. Burada; bulunan şekil özelliklerine ait değerler o fraksiyonu temsil eden ortalama değerler olduğu unutulmamalıdır. Başka bir deyişle, otojen değirmen ürünlerinin hepsi uzun veya çubuklu değirmen ürünlerinin ise hepsi yuvarlak tanelerden oluşmamaktadır.

BET tekniği ile ölçülen farklı değirmenlerde öğütülmüş kalsit ürünlerinin yüzey alanı değerleri ve bağıntı (1) yardımıyla hesaplanan pürüzlülük değerleri (RBET) Çizelge 3' de verilmiştir. Çizelgeden görüldüğü gibi, (RBET) değerleri 15,98 ile 19,98 arasında değişmiş ve çubuklu değirmen diğer ürünlere göre daha yüksek pürüzlülük değerlerine sahip taneler üretmiştir. En düşük (RBET) değerleri ise otojen değirmen ürünlerinde görülmüştür.

Çizelge 3 aynı zamanda Surtronic 3⁺ enstrümanı ile doğrudan ölçülmüş yüzey pürüzlülüğü (R_a) değerlerini de göstermektedir. Farklı değirmenlerde öğütülmüş kalsit minerali

Çizelge 2. SEM Çalışması (İki Boyutlu) İle Belirlenmiş Farklı Değirmenlerde Öğütülmüş Kalsit Mineralinin Şekil Özellikleri

Değirmen Ürünü	Ölçülen Tane	L (//m)	W (jım)	A (A/m) ²	P (//m)	E	R
Bilyalı Değirmen	206	78,810	54,980	3401,231	211,727	1,434	0,953
Çubuklu Değirmen	201	79,150	56,040	3481,919	213,810	1,412	0,957
Otojen değirmen	185	86,150	53,590	3624,171	222,411	1,608	0,920



(a)



(b)

Şekil 9. Farklı değirmenlerde öğütülmüş kalsit mineraline ait SEM mikrografları.

(a) 16 dakika öğütülmüş çubuklu değirmen ürünü (x100), (b) 128 dakika öğütülmüş otojen değirmen ürünü (x100)

ürünlerinden oluşturulan pelet yüzeylerinde ölçülen R_a değerleri 2,90-3,54 jım arasında değişmiştir. Elde edilen R_{aET} değerlerine benzer olarak, en düşük R_a değeri otojen öğütme ürünlerinde, en yüksek değer ise çubuklu değirmen ürünlerinde görülmüştür. Bir başka

deyişle, otojen öğütme kalsit için daha pürüzsüz taneler üretirken, daha pürüzlü tanelerin ise çubuklu değirmenlerde üretilmiştir. Bu da, çalışılan kalsit mineralinin bu üç farklı öğütme ortamındaki davranışı yüzündendir.

Değirmen ürünlerinin mikroflotasyon ve temas açısı yöntemleriyle belirlenmiş kritik ıslanma yüzey gerilimi (γ_c) değerleri, sırasıyla 45,0-54,0 mN/m ve 26,0-30,0 mN/m arasında değişmiştir Çizelge 4 ve Şekil 10, otojen değirmende öğütülmüş kalsit mineralinin mikroflotasyon tekniği ile (γ_c) değerinin belirlenmesini göstermektedir. Aynı şekilde Şekil 11 de temas açısı yöntemi ile (γ_c) değerinin belirlenmesine bir örnektir.

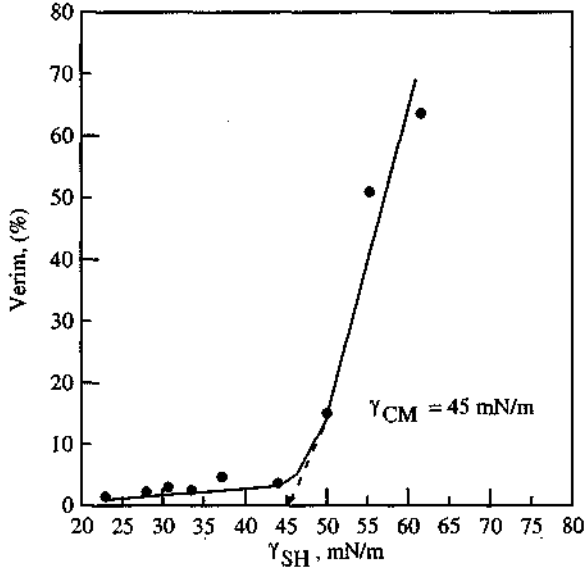
Çizelge 3. Farklı Değirmenlerde Öğütülmüş Kalsit Mineralinin Ölçülmüş BET Yüzey Alanı (ABET). Hesaplanmış Yüzey Pürüzlülüğü (R_{BET}) ve Surtronic 3⁺ ile Ölçülmüş Yüzey Pürüzlülüğü (R_a) Değerleri.

Değirmen Ürünü	ABET (m ² /gr)	R_{BET} (//m)
Bilyalı Değirmen	0,27	17,98
Çubuklu Değirmen	0,30	19,98
Otojen Değirmen	0,24	15,98

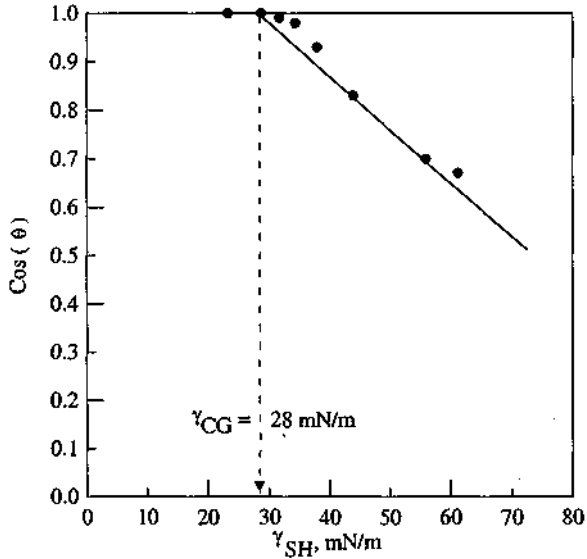
Çizelge 4. Farklı Değirmenlerde Öğütülmüş Kalsit Mineralinin Mikroflotasyon (γ_{CM}) ve Temas Açısı (γ_{CG}) Yöntemiyle Ölçülmüş Kritik Islanma Yüzey Gerilimi (γ_c) Değerleri.

Değirmen Ürünü	γ_{CM} (mN/m)	γ_{CG} (mN/m)
Bilyalı	50,0	28,0
Çubuklu	54,0	30,0
Otojen	45,0	26,0

Çizelge 4' ten açıkça görüldüğü gibi, her iki yöntemle de en yüksek ıslanabilirlik derecesi çubuklu değirmen ürününe ait iken, otojen



Şekil 10. Otojen değirmende öğütülmüş kalsitin flotasyon yöntemiyle γ_c değerinin belirlenmesi. (Kalsit minerali 5×10^{-7} M sodyum oleat ile muamele edilmiştir)



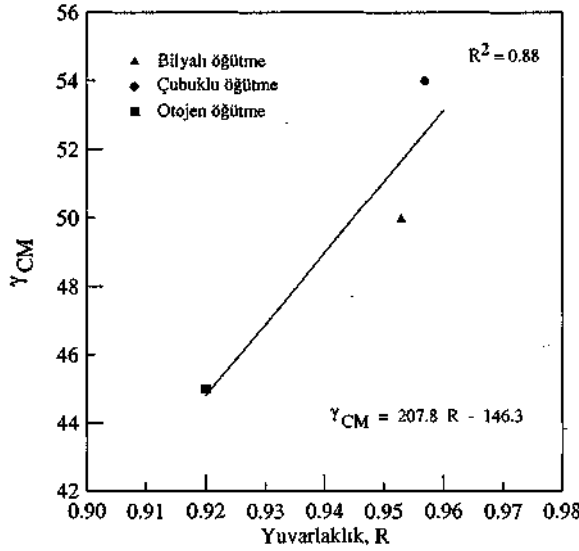
Şekil 11. Bilyalı değirmende öğütülmüş kalsitin γ_c değerinin temas açısı ölçüm yöntemiyle belirlenmesi. (Kalsit minerali 5×10^{-7} M sodyum oleat ile muamele edilmiştir)

değirmen ürünleri en düşük ıslanabilirlik derecesine sahiptir. Bir başka deyişle, otojen değirmende öğütülmüş kalsit mineralinin hidrofobisitesi diğer ürünlere kıyasla daha yüksektir. Bu bulgular literatürde daha önce

bildirilen bulgularla uyumlu bulunmuştur (Yekeler ve Özkan, 2002; Özkan ve Yekeler, 2003).

SEM ile iki boyutlu olarak tane izdüşümleri üzerinden ölçülen şekil parametreleriyle (Çizelge 2) mikroflotasyon ve temas açısı ölçüm teknikleriyle bulunan (γ_c) değerleri (Çizelge 4) arasındaki ilişkiler incelenmiş ve 0,83'ün üzerinde R^2 değerlerine sahip korelasyonlar kurulmuştur. Şekil 12, kurulan korelasyonlara örnek olarak, yuvarlaklık (R) ile (γ_c) değerleri arasındaki korelasyonu göstermektedir. Şekil 12 ve Çizelge 5' ten görüldüğü üzere, kritik ıslanma yüzey gerilimi değerleri artan R değerleriyle artmakta buna karşın, artan E değerleriyle azalmaktadır. Yani, tane yüzeyleri daha düşük yuvarlaklık ve daha yüksek uzama değerlerine sahip olduklarında daha çok hidrofobik olmaktadır. Bu nedenle, çalışılan kalsit minerali için, daha uzun taneler flotasyon işlemine daha uygun olmaktadır. Bu sonuçlar da aşağıda verilen literatürle uyumludur (Princen, 1969; Huh ve Mason, 1974; Anfruns ve Kitchener, 1977; Hoberg ve Schneider, 1978; Schulze, 1984; Forssberg ve Zhai, 1985; Wotruba vd., 1991; Yarar ve Aksu, 1997; Ulusoy vd., 2003). Bunun nedeninin prizmatik tanelerin yuvarlak olan tanelere kıyasla daha güçlü adhezyon kuvvetine sahip olması ve sonucunda daha büyük temas alanı ve daha uzun temas çizgilerine sahip olması olduğu düşünülmektedir (Oliver ve ark., 1977).

Her iki teknikle belirlenen (γ_c) değerleri ile hem doğrudan hem de hesapla tespit edilen (R_{bET} ve R_a) pürüzlülük değerleri arasında iyi bir ($R^2=1,00$) korelasyon kurulmuştur (bak., Çizelge 3). Bulunan ilişkiler Çizelge 5' te gösterilmekte ve ıslanabilirlik derecesinin pürüzlülükle doğru orantılı olarak arttığı sonucuna varılmıştır. Bu da, düşük yüzey pürüzlülüğünün tanelerin daha hidrofobik (daha düşük γ_c değerleri) davranmasına yol açtığını göstermektedir. Bu bulgu da, aşağıdaki araştırmacıların çalışmalarıyla uyumluluk arz etmektedir (Forssberg ve Zhai, 1985; Yarar ve Aksu, 1997; Oliver vd., 1980; Ulusoy, 1996; Hiçyılmaz vd., 1997). Bulunan korelasyon denklemleri ve korelasyon katsayıları (R^2) Çizelge 5' te verilmiştir.



Şekil 12. Farklı değirmenlerde öğütülmüş kalsitin yuvarlaklık özelliği ile flotasyon yöntemiyle belirlenmiş y_c değerinin değişimi.

Çizelge 5. Kalsit Mineralinin Şekil Özellikleri ve Yüzey Pürüzlülük Değerleriyle Y_c Değerleri Arasında Kurulan Korelasyonlar

Korelasyon Denklemi	R^2
$Y_{CM} = 207,8 R - 146,3$	0,88
$Y_{CM} = -39,4 E + 108,1$	0,88
$Y_{CM} = 2,3 R_B ET + 9,2$	1,00
$Y_{CM} = 14,1 R_a + 4,3$	1,00
$Y_{CG} = 89,7 R - 56,7$	0,83
$Y_{CG} = -17,0 E + 53,2$	0,83
$Y_{CG} = R_{BET} + 10,0$	1,00
$Y_{CQ} = 6,2 R_a + 7,9$	1,00

(Y_{CI} mikroflotasyon yöntemiyle belirlenmiş kritik ıslanma yüzey gerilimi değerleri, Y_{CG} : temas açısı yöntemiyle belirlenmiş kritik ıslanma yüzey gerilimi değerleri).

5. SONUÇ

Farklı değirmenlerde öğütülmüş kalsit minerali için uzama ve yuvarlaklık (E , R) gibi tane şekil özellikleri, hesaplanmış, doğrudan (R_{BET} , R_a) yüzey pürüzlülükleri ve ıslanabildikleri (Y_{CM} , Y_{CG}) karakterize edilmiştir.

Karakterize edilen yüzey özellikleri (uzama, yuvarlaklık ve pürüzlülük) ve ıslanabilirlik değerleri arasında " $y_c = a$ (yüzey özelliği) + b " tipinde korelasyonlar kurulmuştur.

- Tane izdüşümlerinin uzama değerleri arttıkça ıslanabilirlik dereceleri azalmıştır, diğer bir deyişle, tane şekli küresellikten uzaklaştıkça hidrofobisitesi artmıştır.
- Buna karşın, tanelerin ıslanabildikleri artan yuvarlaklık değerleriyle artmıştır. Başka Bir deyişle, yuvarlak tanelerin yüzeylilikleri uzun tanelere göre daha düşük bulunmuştur.

Kalsit tanelerinin yüzey pürüzlülüklerinin artması ıslanma derecelerini de artırmıştır.

Değirmen tipinden bağımsız olarak, daha yuvarlak ve pürüzlü tanelerin yüzeyleri daha yüksek ıslanabilirliğe sahip olurken, daha uzun ve pürüzsüz tanelerin yüzeylerinin daha düşük Y_c değerlerine sahip olması, onların flotasyona daha uygun olduklarını göstermiştir.

KATKI BELİRTME

Yazarlar bu çalışmaya sağladıkları kısmi finansal destekleri için TÜBİTAK ve CÜBAP (Cumhuriyet Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Komisyonu)'a teşekkür ederler.

KAYNAKLAR

- Anon, 1992; "Rank Taylor Hobson Co., Surtronic 3⁺ Operating Instructions", Eylül, RTH-HB-103.
- Abramov, A. A., 2000. "Regularities of Hydrophobisation and Flotation of Salt-like Minerals", Masacci, P. (Ed.), XXI. Uluslararası Cevher Hazırlama Kongresi, Roma, İtalya, B8a 120-130.
- Allen, T., 1997; "Partide Size Measurement", 5th Edition, Chapman&Hall.
- Andrade, J. D., Smith, L. M. ve Gregonis, D. E., 1985; "Surface and Interfacial Aspects of Biomedical Polymers", in: Andrade, J. D. (Ed.), Surface Chemistry and Physic, Plenum Press, New York, 249-292.
- Anfruns, J. F. ve Kitchener, J. A., 1977; "Rate of Capture of Small Particles in Flotation", Trans. Inst. of Mining and Metallurgy. Sec. C. 86, 19-15.
- Beyer, W. H., 1978; in: Handbook of Mathematical Sciences, CRC Press, Florida.

- Chander, S. ve Hogg, R., 1988; "Physical and Surface Characterization For Mineral Processing", Minerals and Metallurgical Processing, Ağustos, 152-161.
- Chudacek, M. W., 1990; "Emdee Microflot Floatability Test", M.D. Research Company Pty. Limited, North Ryde, Australia, Rapor No. TN-MDC20-37, Haziran, 1-12.
- Digre, M., 1988; "Development in Autogenous Grinding", II. Uluslararası Cevher Hazırlama Sempozyumu, Türkiye, 3-20.
- Durney, T. E., Meloy, T. P., 1986; "Partide Shape Effects Due to Crushing Method and Size", International Journal of Mineral Processing, 16,109-123.
- Ehrlich, R., Braun, P. J., Yarus, J. M., and Przygocki, R. S., 1980; J. Sediment. Petrol., 475
- Forsberg, E. ve Zhai, H., 1985; "Shape and Surface Properties of Particles Liberated by Autogenous Grinding", Scand. J. Metallurgy, 1, (14), 25-32.
- Fuerstenau, D. W. ve Williams, M. C., 1987; "A New Method for characterization of Surface Energy of Hydrophobic Particles", Part. Charact., 4,7-13.
- Hagerman, T. H., Black, K. ve Lilliesköld, 1980; "Shape and Surface of Mineral Grains Tested for Mortar and Concrete Purposes Through Image Analysis", Swedish Council for Building Research, D.26.
- Hausner, H. H., 1966; "Characterization of the Powder Particle Shape", Planseeberichte, Pulvermetall. 14, (2), 75-84.
- Heywood, H., 1947; "The Scope of Particle Size Analysis and Standardization", Institution of Chemical Engineers, Londra, 25.
- Hiçyılmaz, C. Bilgen, S. Akdoğan, G. Ulusoy, U.,1997; "Role of Shape and Morphological Properties of Particles on Floatability-Pyrite Example", in: Balkan Kongresi, 26-30 Mayıs, Vatra Dornei, Romanya, 127-133.
- Hoberg, H. ve Schneider, F. U., 1978; "Zur Flotation Feints Verteilter Metallphasen Aus Vorre Duzierten", Erzen. Freib. Forsch. HA. 593, 149-160.
- Hogg, R., 1980; "Characterization of Mineral Surfaces", in: Somasundaran, P. (Ed.), Fine Particle Processing, Society of Mining Engineers of AIME, NewYork, 1, 492-524.
- Huh, C. ve Mason, S. G., 1974; "The Flotation of Axisymmetric Particles at Horizontal Liquid Interfaces", Journal of Colloid and Interface Science, 47, (2), 271-289.
- Jaycock, M. J. ve Parfitt, G. D., 1981; "Chemistry of Interfaces", Ellis Horwood Publ., 156-161.
- Kitchener, J. A., 1992; "Colloid Chemistry in Mineral Processing", Laskowski, J. S. ve Ralston J. (Ed.), Elsevier, Amsterdam.
- Lange, D. A., Jennings, H. M, ve Shah, S. P., 1993; "Analysis of Surface Roughness Using Confocal Microscopy", Journal of Materials Science, 28, 3879-3884.
- Laskowski, J., 1986; "The Relationship Between Floatability and Hydrophobicity", in: Somasundaran, P., (Ed.), Advances in Mineral Processing, Littleton, Co. SME, USA, 189-208.
- Medalia, A. I., 1980; "Chapter 4: Three-Dimensional Shape Parameters", In: Beddow, J. K. ve Meloy, T., (Ed.). Testing and Characterization of Powders and Fine Particles, Heyden, Londra.
- Meloy, T. P., 1980; "Particle Shape Characterization: Recent Developments (Review)", in: Beddow, J. K., Meloy, T. (Ed.), Testing and Characterization of Powders and Fine Particles, Heyden, Londra.
- Meloy, T. P., 1988; "Geometry for Characterizing, Fractured Particle Shape", Powder Technology, 55, 285-291.
- Oliver, J. F., Huh, C. ve Mason, S. G., 1977; "Resistance to Spreading of Liquids by Sharp Edges", Journal of Colloid and Interface Science, 59,568-581.
- Oliver, J. F., Huh, C. ve Mason, S. G., 1980; "An Experimental Study of Some Effects of Solid Surface Roughness on Wetting", Colloids and Surfaces, 1,79-104.
- Özkan, A. ve Yekeler, M., 2003; "A New Microcolumn Flotation Cell for Determining the Wettability and Floatability of Minerals", Journal of Colloids&Interface Science, 261, 476-480.

- Padday, J. F., 1968; "Surface and Colloid Science", in: Matijevic, E. (Ed.), Surface and Colloid Science New York.
- Petruk, W., 1989; "Short Course on Image Analysis Applied to Mineralogy and Earth Sciences", Mineralogical Ass. Kanada, Ottawa.
- Preuss, M. ve Butt, H. J., 1988; "Measuring the Contact Angle of Individual Colloid Particles", Journal of Colloid and Interface Science, 208, 468-477.
- Princen, H., 1969; "The Equilibrium Shape of Interfaces" in: Matijevic, E. (Ed.), Surface and Colloid Science. Bd 2, New York.
- Russ, J. C, 1990; JOM, 16 Ekim.
- Schulze, H. J., 1984; "Physico-Chemical Elementary Process in Flotation", Amsterdam-178-181.
- Schneiderhöhn, P., 1954; Heidlb. Beitr. Miner. Petrogr., 4,172.
- Serra, J., 1972; J. Micr. Part., 1, (133), 93-103.
- Subrahmanyam, T. U., Prestidge, C. A. ve Ralston, J., 1996; "Contact Angle and Surface Analysis Studies of Sphalerite Particles", Minerals Engineering, 9, (7), 727-741.
- Tsubaki, J. and Jimbo, G., 1979; "A Proposed New Characterization of Particle Shape and its Application", Powder Technology. 22, 161-169.
- Ulusoy, U., 1996; "Yüksek Lisans Tezi", ODTÜ, ODTÜ, Ankara, Özet Bölümü, siii-iv ve 50-53.
- Ulusoy, U., 2003; "Doktora tezi", Cumhuriyet Üniversitesi, Sivas, 3.Bölüm, 69-87 ve 145-185.
- Ulusoy, U., Yekeler, M., Hiçyılmaz, C, 2003; "Determination of the Shape, Morphological and Wettability Properties of Quartz and Their Correlations", Minerals Engineering, 16, 951-964.
- Underwood, E. E., 1989; "Proceedings of the 7th International Conference on Fracture", Salama, K., (Ed.), Pergamon Press, Oxford, 3391,1989.
- Williams M. C. ve Fuerstenau, D. W., 1987; "A Simple Flotation Method for Rapidly Assessing the Hydrophobicity of Coal Particles", Int. J. Min. Proc, 20, 153-157.
- Wills, B. A., 1981; "Mineral Processing Technology", 3. Baskı, Pergamon Press.
- Wotruba, H., Hoberg, H. ve Schneider, F. U., 1991; "Investigation on the Separation of Microlithe and Zircon. The Influence of Particle Shape on Floatability". Preprints, in: XVII. Uluslararası Cevher Hazırlama Kongresi, Dresden, Almanya, 83.
- Yarar, B. ve Aksu, S., 1997; "Quantification of the Roles of Surface Heterogeneity and Roughness in the Establishment of the Critical Surface Tension of Wetting of Hydrophobic Solids", in: XX. Uluslararası Cevher Hazırlama Kongresi, Aachen, Almanya, 21-26 Eylül, 3, 41-51.
- Yarar, B. ve Kaoma, J., 1984; "Estimating of the Critical Surface Tension of Wetting of Hydrophobic Solids by Flotation", Colloids and Surfaces, 11,426-429.
- Yarar, B., 1988; "Gamma Flotation: A new Approach to Flotation, Using Liquid-vapor Surface Tension Control", in: Castro, S. H. ve Alvarez, J. (Ed.), Developments in Mineral Processing: Froth Flotation, Elsevier, Amsterdam, 41-64.
- Yekeler, M. ve Özkan, A., 2002; "Determination of the Breakage and Wetting Parameters of Calcite and Their Correlations", Part. Part. Syst. Charact., 19, 419-425.
- Yekeler, M. ve Yarar, B., 1994; "Critical Surface Tension of Wetting of low Surface Energy Minerals and Their Separations by Gamma Flotation: Realgar, Talc, Stibnite and Sulfur", SME Annual Meeting, New Mexico, USA, 17-94.
- Zisman, W. A., 1964; "Relation of Equilibrium Contact Angle to Liquid and Solid Constitution in Contact Angle, Wettability and Adhesion", Gould, R. F., (Ed.) Advances in Chemistry Series No.43. American Chem. Soc. 1-51.