

## Elektron Mikroskopta Kil Minerallerinin Tayini

### I. Giriş

Elektron mikroskop elektron ışınlarıyla çalışan bir optik cihazdır. Halen petrografik determinasyonlarda kullandığımız polarisan mikroskoplar azami 1000 defa büyüttükleri halde bir Elektron mikroskop 320.000 defa büyütebilmektedir. Bu büyütme muhtelif merceklerin yardımıyla 750, 1500, 2500, 5000, 8000 ve 16000 olmak üzere 6 derecede elde edilir. Ayrıca bir oküller vasıtasıyla 20 defa büyütülmekle görüntü 320.000 defa büyütülmüş olur.

Elektron mikroskoplar, elektrostatik mikroskop ve magnetik elektron mikroskop olmak üzere iki türdür.

Almanya'da Siemens, Amerika'da R. C. A., Hollanda'da Philips, Rusya'da UdssR, Fransada O. P. L., İngiltere'de Metropolitan Vichers Electrical Firmalarının yaptıkları Elektron mikroskoplar elektro magnetik, Almanya'da A. E. G. Zeiss Firmasının Elektron mikroskopu elektrostatik'tir. (A. Ü. Veteriner Fakültesi Bakterioloji Enstitüsüne ait Elektron mikroskop elektrostatik'tir)

### I. 1 — Elektron Mikroskopun Türkiye'de Kullanıldığı Yerler

Elektron mikroskop Türkiye'de ilk defa 1953 yılında A. Ü. Veteriner Fakültesi Bakterioloji Enstitüsüne getirilmiş bilimsel araştırmalara girilmiştir.

Bilâhara A. Ü. Tıp Fakültesi ve İ. Ü. Tıp Fakültesine alınmış ve tıp alanında araştırmalara girilmiştir.

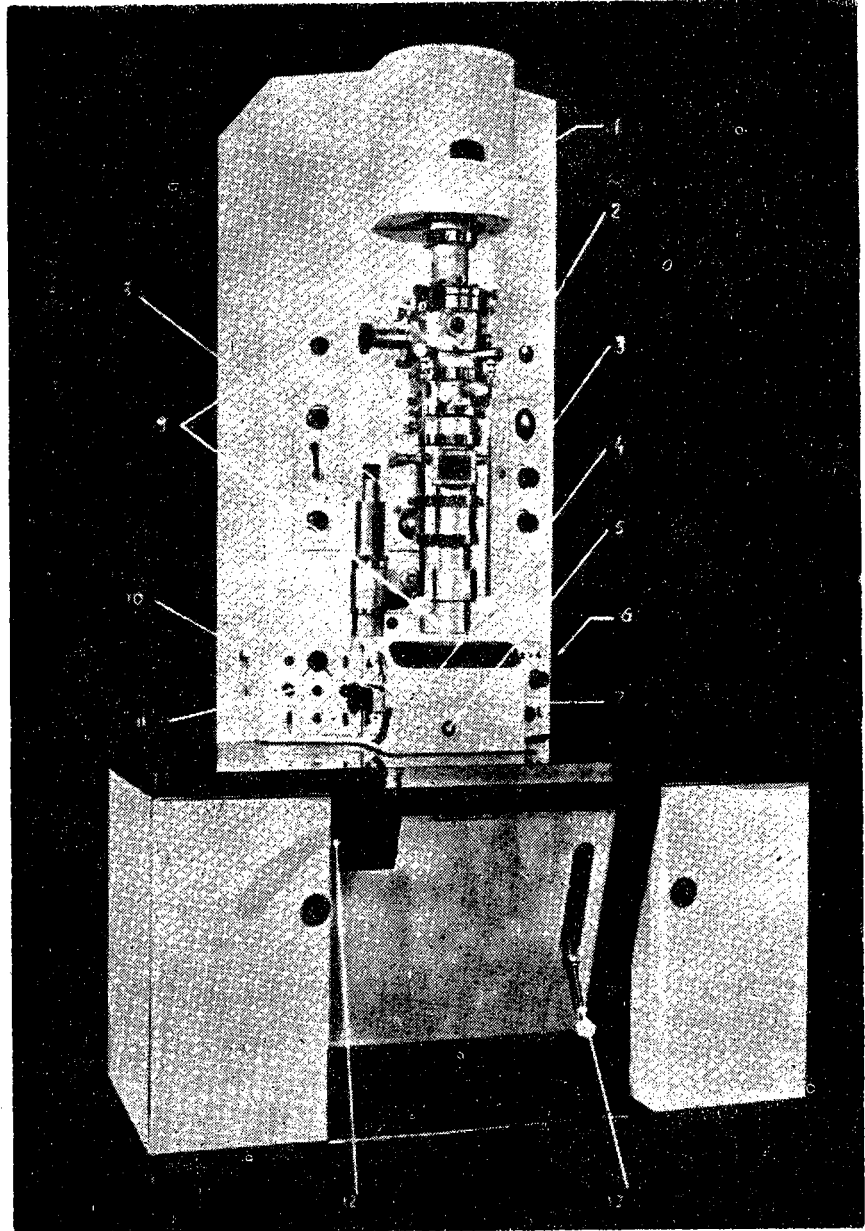
Elektron mikroskopun petrografik çalışma alanında kullanılabilmesinin ilk adım olarak kil mineralleri üzerinde bu kısımdaki çalışmalar yapılmıştır.

### I. 2 — Elektron Mikroskoptan İstifade Edilen Sahalar

Elektron mikroskop normal mikroskopla tetkik imkânı olmayan çok küçük maddelerin tetkikinde kullanılır.

Hazırlayan :  
Gülsevin AKIN  
(Jeolog)

Boya sanayiinde maddelerin kolloid taneceklerinin fiziki ve kimyevi vasıflarının tesbiti; kauçuk sanayiinde moleküllerinin büyüklüğü; selüloz sanayiindeki araştırmalar; toz



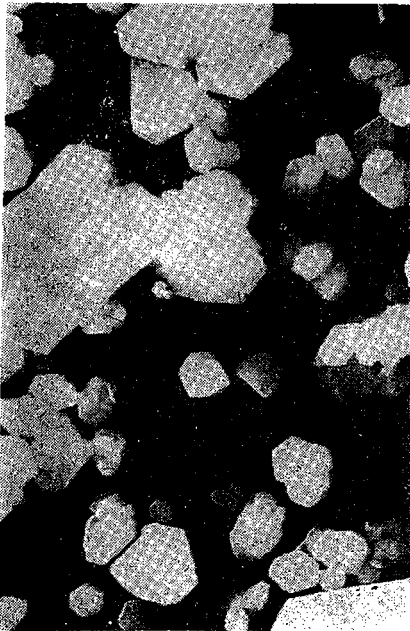
1. — Katod başlığı 2. — Yüksek volt göz lambası 3. — Voltaj düğmesi 4. — Foto kutusu 5. — Poz düğmesi 6. — Kontrast ayarı düğmesi 7. — Amper ayarı düğmesi 8. — Bağlama bileziği 9. — Mikroskop tüpü 10. — Ana ceryan kolu 11. — Vakum kontrol düğmesi 12. — Foto cam çıkış tablası 13. — Foto cam hareket kolu.

ve duman halindeki kolloidlerin büyüklük ve şekilleri; porselen sanayiinde porselen kalitesinin tesbiti; maden sanayiinde termik, kimyevi ve elektrokimi mevzularındaki çalışmalar ile tıp ve biyoloji dallarındaki araştırmalar ancak Elektron mikroskopla mümkündür.

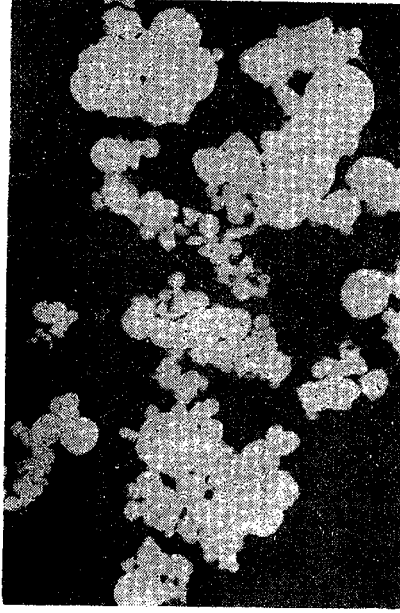
Kil mineralleri hakkındaki görüşer Elektron mikroskopun varlığı ile tamamen değişmiştir. Elektron mikroskopun yardımı ile kilin bir mineral agregatı olduğu meydana çıkmıştır.

Kil mineralleri çok ince taneli kolloid halde olmalarından dolayı adi mikroskopta tayinleri yapılamadığı gibi, şebekelerinin birbirine benzemesi yüzünden çok defa rötgen ışınlarıyla da tam tayinleri kolay olmaz. Elektron mikroskopun kullanılmasıyla değişen kil minerallerinin partiküllerinin şekillerinin tam determinasyonu kristal strüktürü ve kil komponentlerinin partiküllerinin büyüklüğü ve sıralanışı aydınlatılmıştır.

Elektron mikroskopta kil mineralleri üzerindeki ilk çalışmalar, kil minerallerinin partiküllerinden elektron ışınlarını direk olarak (hiç bir muamele görmeden) geçirilmesiyle yapılmakta idi.



**Kaolinite**



**Allophane**

Sonraki çalışmalarda hazırlanmış preparatlar gölge metodu ile birimlerinin inceliğini daha iyi göstermekte ve partiküllerin aksine zeminin kontrastı artmaktadır.

## II. Aletin Çalıştırılması

Elektron mikroskopta elektron ışınları, katod olarak kullanılan volfram tel üzerine 3-4 voltluk bir ceryan verilmesiyle elde edilir. Elektron ışınlarının istenilen istikamette sevk edilebilmesi için alet yüksek vakumda çalışır. Özel bir madenden yapılmış merceklerle 50.000 volt ceryan vermekle elektrostatik alan meydana gelir. Böylece muhtelif merceklerin yardımıyla preparatın görüntüsü ekran üzerinde 750, 1500, 2500, 5000, 8000 ve 16000 olmak üzere büyütülür. Ekranda teşekkül eden görüntü, ayrıca bir oküller vasıtasıyla de 20 defa büyütülmekle 320.000 defa büyütülmüş olur.

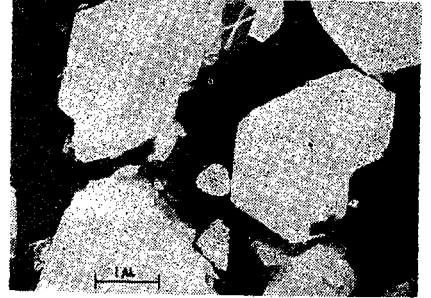
Alet çalışırken rotasyon ve difüzyon pompaların yardımı ile yüksek vakum temin edilir. Göz lambaları ile vakum kontrol edildikten sonra preparatın muayenesine geçilir. Elektron mikroskopun özel lâmlar üzerinde hazırlanmış olan preparat muayeneden evvel gölgeleme cihazında platina, palledium veya al-

tin gibi ağır madenlerle gölgelenmekle kontrast artırılmış olur.

Gölgelenmiş olan preparat muayene için özel kutusuna konur ve kutu ile birlikte preparat alet üzerindeki lâm sandığı içersine yerleştirilir. Özel düğmesi açılarak yüksek voltaj üreten lâmbaların ısınması sağlanır. Bir dakika gibi kısa bir müddet zarfında lâmbaların ısınmasını müteakip aletin yüksek gerilim düğmesi çevrilerek merceklerle 50.000 volt gerilim verilir. Aynı zamanda katod düğmesi çevrilerek katoda da gerilim verilmiş olur.

Bu şekilde katoddan çıkan elektron ışınları preparatın görüntüsünü ekran üzerine düşürür. Lüzumlu mercekler çevrilerek görüntü istenilen derecede büyütülür.

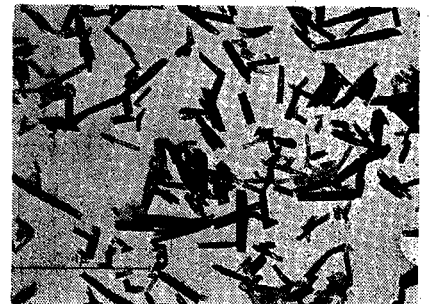
Görüntünün resmi çekilmek istenildiği takdirde içersine 6 x 9 cm. ebadında 24 cam alan fotoğraf kutusunun önündeki düğme çevrilme-



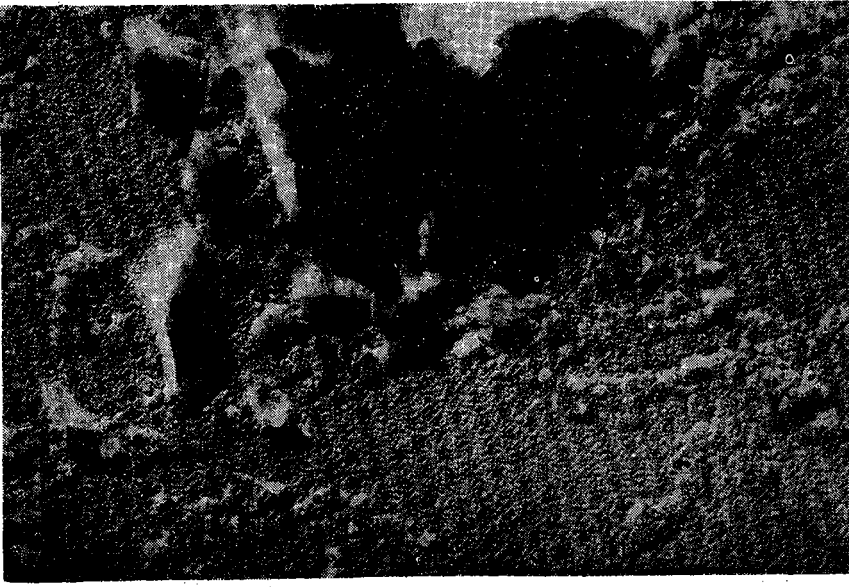
**Dickite**

poz verilir. Resmi çekilen camlar fotoğraf kutusunun altındaki kolun 4 defa aşağı yukarı hareket ettirilmesi ile dışarı alınır.

Bu şekilde resmi çekilen camlar aleti hiç açmadan alınabildiği gibi alet ile çalışma esnasında fasilasız



**Halloysite**

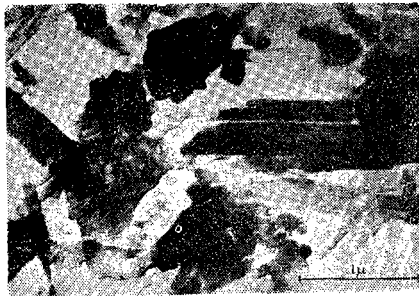


Montmorillonit

olarak 24 resim çekmek mümkün olur.

### III. Preparat Hazırlama Tekniği

Elektron mikroskopta preparat hazırlama usulleri, muayenesi yapılacak materyalin cinsine göre değişir. Elektron mikroskopta net bir resim elde edebilmek için laminın 1/10 mikrondan aşağı kalınlıkta olması lâzımdır. Resmin niteliğinde yalnız Elektron mikroskopun ayar bozukluğu değil iyi kristallenmemiş maddelerden yapılacak olan preparatlarından tam netlik husule gelmez. Muayene edilecek materyalin flü görülmesi lâkın strüktür bozukluğundan ileri gelir. Kalın olan laklarda fazla amper kullanılması gerektiği için resim net olmadığı gibi lakda çabuk yanar. Böyle kalın laklar da preparat üzerine fazla amper düşeceğin-



Illit

den ekseri preparatta lekeler görülür.

Elektron mikroskopta muayeneleri yapılacak preparatlar umumiyetle Âmil Asetatda titre edilmiş kolloidium lakları Elektron mikroskopun lamına yerleştirildikten sonra hazırlanır. Kolloidumlu foliyelerin (lakların) hazırlanması basittir. Âmil Asetat ile doyurulmuş tozsuz sakın bir suyun üzerine % 1 ilâ 2 kolloidium Amil Asetat veya Aseton mayiinden bir damla damlatılır. Kolloidum eriyiğinin suya nazaran gerilim yüzeyi değişik olduğundan su üzerinde derhal bir filim teşekkül eder. Lak mahlulu buharlaştıkça film değişik renkler gösterir. Neticede tamamen renksiz şekle geçer. Bu durumda film ancak yandan bakılmakla farkedilebilir. Bu usulde hazırlanacak lak için delikleri 0.1 mm, genişliğinde lamlar kullanılır. Muayenesi yapılacak materyal laklanmış lam üzerine muhtelif şekillerde kullanılabilir. Bunun için muayenesi yapılacak materyal suda veyahut lakın erimiyeceği diğer bir sıvı içerisinde süspansiyon haline getirilir. Bundan sonra süspansiyonun bir damlası laklı preparatın üzerine konur. Kurutulduktan sonra muayenesi yapılır. Muayenesi yapılacak maddenin uygun konsentrasyonu denemelerle tesbit edilir. Umumiyetle bakteri, vi-

rüs ve bu gibi tıbbi preparatlar bu usul ile hazırlanır.

Bazı maddelerde toz halinde veya madenlerde olduğu gibi vakum içerisinde duman haline getirilmekle preparat hazırlanır.

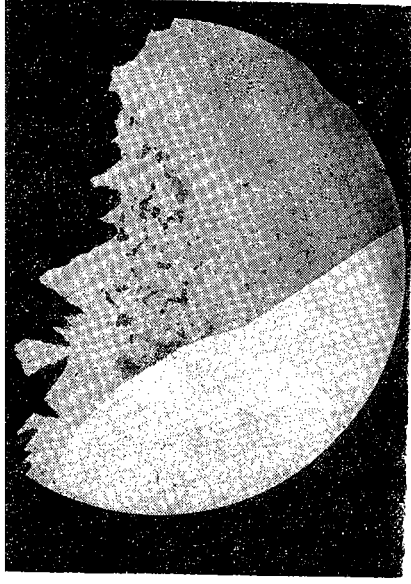
Preparatın elektron mikroskopta muayenesi esnasında lakın kıvrılması veya yırtılması tamamen önlenemez. Fakat muayene edilecek materyalin fazla yoğun olmaması ve muayene esnasında Elektron mikroskopun düşük amper ile başlangıçta çahştırılmasıyla bu yırtılma nisbeten azalır.

Diğer bir lak hazırlama usulü de formvar kullanarak yapılan hazırlamadır. Formvardaki laklar kolloidiuma nazaran daha dayanıklıdır. Adi mikroskop lamaları üzerine lak dökülür. Lamin çok iyi temizlenmiş olması gerektir. Lak % 0.1 - 0.3 diklor etanda eritilmiş formvar eriğinden dökülür. Mahlul uçurulduktan sonra cam üzerinde ince bir lak tabakası ayırt edilmiş olur. Böylece suyun yüzeyinde yüzmekte olan kareler şeklinde bu lak safhacıkları Elektron mikroskopun lamaları tarafından avlanarak üzerlerine yerleştirilmeleri sağlanır.

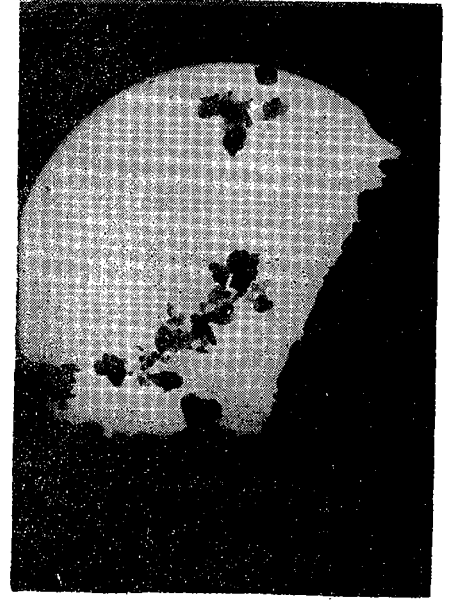
600° gibi yüksek derecedeki maddelerin muayeneleri için lak alüminyum hidroksitle hazırlanır. Alü-



Kaolinit



Hallosit



Hallosit ve illit

maddenin şekli veya yapı elementleri tesbit edilebilir.

Kolloidal mahlulleri içerisindeki konsantrasyon tayini için ridel usulü kullanılır. Bu usulde solisyon ince toz haline getirilip elektrik veya termik sahalarda lam üzerinde püskürtülür. Bu takdirde mikroskopta tozun içindeki tortu veya kristalleri gösteren ve oraal yüksek bir büyültmelerde görülebilen lekeler meydana gelebilir. Buradaki koloid parçaların sayılması ve leke büyüklüklerinin tesbiti ve bunların miktarlarının hesaplanması ile kolloid mahlulun konsantrasyonu hesaplanır.

Çeşitli usullerle hazırlanan laklar üzerine muayene edilecek suspansiyondan bir damla konulduktan sonra kurutma cihazında kurutulur. Sonra preparatlar gölgeleme cihazında gölgelendirilerek elektron mikroskopta muayeneye hazırlanmış olur.

Şayet muayene edilecek materyal, yanmış duman halinde ise, laklı preparat yanmakta olan materyalın dumanları üzerine tutulmakla preparat hazırlanmış olur. Molibden kristalleri bu şekilde elde edilir.

#### IV. Elektron Mikroskopta Kil Minerallerinin Tayini

Elektron mikroskopta kil minerallerinin tayini için formvarda lak hazırlanır. Sulandırılmış numuneden (1/10 mikrondan kalın olmaması şartıyla) lak üzerine konur. Gölge metodunda berilyum veya uranyum ile gölgeleme yapılır. Elektron mikroskop azami 320.000 defa büyütülmek cinsi tayin edilir. Müteakip paragraflarda muhtelif cins kil minerallerinin Elektron mikroskoptaki özellikleri özetlenecek ve fotoğrafları verilecektir. Bu kısımdaki bilgi ve fotoğraflar (Mc Graw-Hill seviyesinde the Geological Sciences) tan derlenmiştir.

#### IV. 1 — Kaolinite :

Elektron mikroskopta iyi kristallenmiş olanları 6 köşeli fleykler (pul) şeklinde görülür. Genel olarak bir eksen üzerinde uzanır. Uzunluğu (010) veya (110) yüzeylerinde para-

leldir. Köşelerinin bazıları fleyk yüzüne dik olacağı yerde çarpıktır. Nadiyen parçacıklar ikizlidir. Kristallize olmuş kaolinitlerde tanecikler daha az belirli 6 köşeli fleykler gösterirler. Fleyklerin kenarları düzgün değildir ve heksagonal görünüş kaba olarak belirir.

Anoksit tipi heksagonal fleykler halindedir. Fakat umumiyetle şekilsizdir. Muhtelif kaolinit numunelerinin



Hallosit



Hallosit ve illit

maksimum boyut olarak fleyk yüzlerinin 0.3 den 4 mikrona kadar ve kalınlıkları 0.05 den 2 mikrona kadar değiştiğini göstermiştir. Daha büyük tane boyutlarına sahip kristallerde mevcut olabilir. Fakat Elektron mikroskobun hazırlanma safhasında bazı büyük kristaller parçalanabilir. Mesela flint killeri çok iri boyutlu ve güzel kristallenmiş bir nevi kaolinittir.

#### IV. 2 — Allophane :

Amorf olup belli ve katı tane-ciklerden ibaret değildir. Elektron mikroskopta yuvarlak kütleler üzerinde rastgele boşluklar görülür.

#### IV. 3 — Dickite :

Umumiyetle bir istikamette uzanım gösteren fleyk şekilli 6 kenarlı ve iyi teşekkül etmiş durumdadır. Boyutları 2.5 - 8 mikrona, kalınlık olarak 0.07 den 0.25 mikrona kadar değişir. Dickit kristalleri normal mikroskopta etüd edilecek kadar büyüktür.

#### IV. 4 — Nacrite :

Elektron mikroskopta pek az nacrite numunesi şekilsiz yuvarlak ve fleyk şeklinde tane-cikler halinde görülür. Bazı parçacıklarda ise kaba heksagonal şekilde görülür. Fleyklerin çapı umumiyetle bir mikrondan azdır. Kalınlık 0.025 ilâ 0.15 mikron arasında değişir.

#### IV. 5 — Halloysite :

Bazı araştırmacılar halloysite'in kaolinitten oldukça farklı morfolojiye sahip olduğunu göstermiştir. Halloysite fleyk şeklinde uzamış şekildedir. Elektron mikroskopta bu tane-ciklerinin kırılmış uçlarının görünüşü bu tezi kuvvetlendirir. Bazen halloysite tane-ciklerinin tüp şeklinde mi yoksa fleyk şeklinde mi olduğunu belirtmek zordur. Zira tane-cikler kıvrılıp kenarlarında yuvarlama yapılabilir. Halloysite tüplerinin boyutları dış çap 0.04 - 0.19 mikrona kadar ortalama 0.07 mikron olacak şekilde, iç çaplar 0.04 - 0.02 ortalama olmak üzere 1 mikrona kadar değişir.



**Hallosite**  
Ölçek : 1/10000

#### IV. 6 — Montmorillonit :

Elektron mikroskopta montmorillonit son derece küçük ve şekilsiz sabunı yığın bir kütle gösterir. (Tek parçacıkları ilgilendiren detaylar daha henüz açığa çıkartılmamıştır.) Fakat daha büyük tane-ciklerin görünüşü düzgün bir şekle sahip olmayan fleyklerin üst üste yığılması şeklinde görülmektedir. Bazı tane-ciklerin kalınlığı 0.002 mikrondur. Buradan şu netice çıkartılır ki bazı montmorillonitler izafi olarak birim hücre kalınlıklarına kadar kırılabilir. Fleykler şekilsizdir ve boyutlarını tahmin etmek çok güçtür. Fakat kalınlıkları boyutlarının 10 - 100 misli kadardır. Bazı araştırmacılara göre Na montmorillonitlerin oldukça devamlı nebular halinde filme benzer bileşiminde ve umumiyetle birbirini 120° de kesen çatlaklar halinde görünür.

H. montmorillonit belirli heksagonal dış şekle sahip ve çapı 300 A. civarında, kalınlığı 50 - 80 A. civarında bir agregata mozayigi gibi görünür.

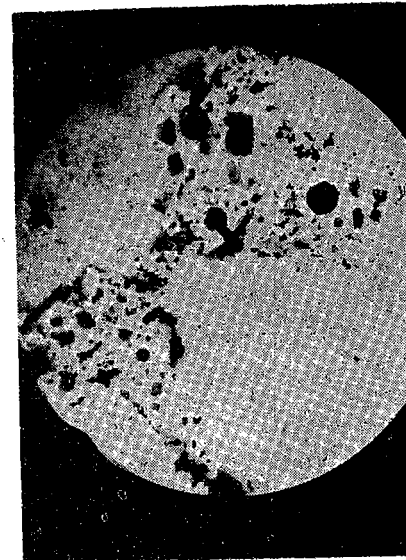
Ca. montmorillonit hazırlanan suspansiyona ilâve edildikçe boyutu artar. Şekilsiz agregalar halinde görünür. Katyon değişimi kapasitesine eşit Ca. iyonu konsantrasyonda lateral olarak olduğu gibi kalınlıkça da agregalar büyür.

Nontronit Elektron mikroskopta montmorillonit grubunun demir bakımından zengin tipinin bir uzamış şekillerden ibaret olduğunu göstermiştir. Bununla beraber fleykler, iğneler rotlarda mevcuttur. Bazı numunelerde tane-cikler maksimum boyuta paralel strisin gösterirler. Çubukların uzunluğu bir kaç mikrona erişebilir ve umumiyetle genişliğin 5 mislidir. Montmorillonit grubu Mg bakımından zengin bazı tüpleri eşit boyutlu fleyk şeklinde Al. bakımından zengin montmorillonitlerde olduğu gibi tane-ciklerden bileşmiştir. Bununla beraber hectorit, florin taşıyan Mg. bakımından zengin montmorillonit ince çubuk halinde bulunur ve benzerliği agregalar haline geldiği zaman kaybederler. Bu çubukların uzunluğu takriben 1 mikron ve genişliği de 0.1 mikron civarındadır. En ufak çubuklar 12 - 16 A kalınlığındadır.

Sauconite geniş çubuklar halinde görünür. Kalınlığı takriben 50 A kadardır.

#### IV. 7 — Illit :

Ufak kötü belirlenmiş fleykle ve umumiyetle şekilsiz agregalar halinde gruplanmış halde görünür. Fleyklerin bazıları belirli heksagonal şekle sahiptir. En inceleri 30 A. ka



**Muhtelif cins kil mineralleri**  
Ölçek : 1/10000

lınlığındadır. Fleyklerin bir çoğu 0.1 den 0.3 mikrona kadar değişen çapa sahiptirler. Bazı illitler heksagonal şekil göstermez. Bunlar şekilsiz fakat iyi belirlenmiş dış görünüşe sahiptir. Karakteristik olarak uniform kalınlığa sahiptir. Elektron mikroskopta bazı montmorillonit tiplerine benzer. Fakat tanecikler daha büyük ve daha kalındırlar. Daha iyi belirli kenarlara sahiptirler. Farklı şekil olarak çubuk şeklinde de bulunabilirler. Fakat diğer illitlerin aynı özellikleri gösterirler.

#### V. Kil Numuneleri Üzerinde Veteriner Fakültesinde Yapılan Elektron Mikroskop Çalışmaları

Kilyos, Paşabağçe ve Topser

mintikalarından alınan kil numuneleri Elektron mikroskopta tetkik edilmiş ve fotoğrafları çekilmiştir.

#### V. 1 — Kilyos Kili :

Numune bej renkli kaolinittir. 6 köşeli fleykler bir kısım kristallerde bariz, bir kısmında ise daha az belirli ve hatta şekilsizdir.

#### V. 2 — Paşabağçe Kili :

Numune kırmızı renkli hallosittir. Fazla miktarda demir mevcuttur. Uzunmuş tüp şeklinde kristaller olduğu gibi yuvarlanmış, kırılmış fleyk şeklini veren kristallerde vardır. Fotoğrafın orta kısmındaki ince uzun kristaller tüp şeklindeki hallosit kristalidir.

#### V. 3 — Topser Kili :

Sarı renkli kildir. Fe mevcuttur. Numunede hallosit ve illit kristalleri mevcuttur. Fotoğraf (A) tüp şeklindeki kristaller hallosittir. Fotoğraf (B) kısmen heksagonal şekilde ve şekilsiz agregalar halindeki kristaller ise illit kristalleridir.

#### Résumé :

Dans cet article en trouvera la mode d'empolie du microscope électronique, la préparation de l'échantillon et l'étude des minéraux d'argile par le microscope électronique. A ce stade on pourra, grâce aux photos prises au microscope, différencier les cristaux des argiles de différente structure.

**betebe**  
**MOZAİKLERİ**  
**İNŞAATTA DEKORASYONDA**  
**TEL: 222 111**