

**KATEKOLÜN SULU ÇÖZELTİLERDEN
ELEKTROKİMYASAL POLİMERİZASYON İLE
GİDERİLMESİ**

OSMAN CEM ALTINCI

**MERSİN ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**

**KİMYA MÜHENDİSLİĞİ
ANA BİLİM DALI**

YÜKSEK LİSANS TEZİ

**MERSİN
TEMMUZ – 2016**

**KATEKOLÜN SULU ÇÖZELTİLERDEN
ELEKTROKİMYASAL POLİMERİZASYON İLE
GİDERİLMESİ**

OSMAN CEM ALTINCI

**MERSİN ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**

**KİMYA MÜHENDİSLİĞİ
ANA BİLİM DALI**

YÜKSEK LİSANS TEZİ

**Danışman
Doç. Dr. Bahadır Kürşad KÖRBAHTİ**

**MERSİN
TEMMUZ – 2016**

Osman Cem ALTINCI tarafından Doç.Dr. Bahadır Kürşad KÖRBAHTİ danışmanlığında hazırlanan "Katekolün Sulu Çözeltilerden Elektrokimyasal Polimerizasyon İle Giderilmesi" başlıklı bu çalışma aşağıda imzaları bulunan jüri üyeleri tarafından oy birliği ile Yüksek Lisans Tezi olarak kabul edilmiştir.

İmza

Doç.Dr. Bahadır Kürşad KÖRBAHTİ

Doç.Dr. Feridun DEMİR

• Yrd.Doç.Dr. Ferda GÖNEN

Bahadır Kürşad Körbahtî
Feridun Demir
Ferda Gönen

Yukarıdaki Jüri kararı Fen Bilimleri Enstitüsü Yönetim Kurulu'nun 05.../08/2016 tarih ve 2016.29 /..: 839.. sayılı kararıyla onaylanmıştır.



Bu tezde kullanılan özgün bilgiler, şekil, çizelge ve fotoğraflardan kaynak göstermeden alıntı yapmak 5846 sayılı Fikir ve Sanat Eserleri Kanunu hükümlerine tabidir.

KATEKOLÜN SULU ÇÖZELTİLERDEN ELEKTROKİMYASAL POLİMERİZASYON İLE GİDERİLMESİ

Osman Cem ALTINCI

ÖZ

Kimyasal kirleticilerin endüstriyel atıksularda en fazla bulunan türleri fenol ve türevleridir. Fenol ve türevleri birçok kimyasal proseste, ürün ve hammadde olarak ya da endüstriyel atıklar içinde bulunurlar. Fenollerin çoğu toksik bileşiktir ve bir kısmı tehlikeli atık bir kısmı ise kanserojen olarak sınıflandırılmıştır. Bu yüzden katekol içeren AB sınıflandırmasında tehlikeli kategorisinde yer alan endüstriyel atıksu etkili bir biçimde arıtılmalıdır. Bu tezde katekolün sulu çözeltilerden elektrokimyasal polimerizasyon ile giderimi amaçlanmıştır. Katekol çözeltisine başlatıcı olarak amonyum persülfat elektrolit olarak ilave edilmiştir. Çalışmada katekol derişimi, amonyum persülfat derişimi ve reaksiyon sıcaklığının elektrokimyasal polimerizasyona etkisi araştırılmıştır. Deneysel çalışmada çalışma elektrodu olarak karbon, yardımcı elektrot olarak platin, referans elektrot olarak Ag/AgCl kullanılmıştır. Çalışmada katekolün elektrokimyasal polimerizasyonla giderimi başarıyla sağlanmıştır. Optimum işletim koşulları cevap yüzey yöntemi uygulanarak 4 g/L katekol derişimi, 9.5 g/L amonyum persülfat derişimi ve 30°C olarak belirlenmiştir.

Anahtar Kelimeler: Katekol, Elektrokimyasal Polimerizasyon, Atıksu arıtımı, Optimizasyon, Cevap Yüzey Yöntemi.

Danışman: Doç. Dr. Bahadır Kürşad KÖRBAHTİ, Mersin Üniversitesi, Kimya Mühendisliği Ana Bilim Dalı.

REMOVAL OF CATECHOL FROM AQUEOUS SOLUTIONS BY ELECTROCHEMICAL POLYMERIZATION

Osman Cem ALTINCI

ABSTRACT

The major chemical pollutants that can be found in industrial wastewater are phenols and its derivatives. Phenols and its derivatives can be found in chemical processes as a product, raw material or in the wastes of industrial facilities. Most of phenols are toxic and some of them are classified as hazardous in EU classification and should be treated with an effective method. The aim of this study is the removal of catechol from aqueous solutions by electrochemical polymerization. Ammonium persulfate was added into the catechol solution as an initiator. In this study, the effects of operating parameters such as catechol concentration, ammonium persulfate concentration and reaction temperature were investigated on the electrochemical polymerization. In this study carbon was used as working electrode, Ag/AgCl was used as reference electrode and platinum was used as auxiliary electrode. The electrochemical polymerization of catechol was successfully accomplished in the study. Optimum operating conditions were determined as 4 g/L catechol concentration, 9.5 g/L ammonium persulfate concentration and 30°C reaction temperature by the application response surface methodology (RSM).

Key Words: Catechol, Electrochemical Polymerization, Wastewater treatment, Optimization, Response Surface Methodology.

Advisor: Associate Professor Dr. Bahadır Kürşad KÖRBAHTİ, Chemical Engineering Department, Mersin University.

TEŞEKKÜR

Bu çalışmayı yüksek lisans tezi olarak planlayan ve yürütülmesi esnasında ilgi gösteren ve değerli bilgi ve deneyimlerini esirgemeyen hocam Sayın Doç. Dr. Bahadır Kürşad KÖRBAHTİ'ye sonsuz teşekkürlerimi sunarım.

Manevi desteklerini hep yanımda hissettiğim başta Kimya Mühendisliği Anabilim Dalı Başkanı Sayın Prof. Dr. Ayla ÖZER olmak üzere, tüm saygı değer Kimya Mühendisliği Bölümü hocalarıma ve arkadaşlarıma Sabri KALKAN ve Mustafa Ceyhun ERDEM'e teşekkür ederim.

Çalışmalarımız sırasında bilgi ve yardımlarını esirgemeyen Mersin Üniversitesi Kimya öğretim üyelerinden Prof. Dr. Ahmet Murat GİZİR'e ve Prof. Dr. Recep ÖZEN'e ve Mersin Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projesi(BAP)'ne teşekkür ederim.

Osmaniye Korkut Ata Üniversitesi Kimya Mühendisliği Anabilim Dalı Başkanı Sayın Doç. Dr. Feridun DEMİR'e ve Arş. Gör. Dr. Ahmet Fırat KARABULUT'a gösterdikleri ilgi, destek ve sabır için teşekkür ederim.

Eğitim hayatım boyunca bana maddi ve manevi desteklerini hiçbir zaman esirgemeyen, beni yetiştiren, bulunduğum yerde olmamı sağlayan annem, babam ve kardeşlerime çok teşekkür ediyorum.

Osman Cem ALTINCI

İÇİNDEKİLER

Sayfa

ÖZ	i
ABSTRACT	ii
TEŞEKKÜR	iii
İÇİNDEKİLER	iv
ÇİZELGELER DİZİNİ	vii
ŞEKİLLER DİZİNİ	ix
SİMGELER VE KISALTMALAR DİZİNİ	xi
1. GİRİŞ	1
2. KAYNAK ARAŞTIRMALARI	2
2.1. FENOL VE TÜREVLERİ.....	2
2.1.1. Katekol.....	3
2.1.2. Fenol ve Türevlerinin Kaynakları ve Kullanım Alanı.....	4
2.1.3. Fenol ve Türevlerinin Canlılar Üzerindeki Etkileri.....	6
2.2. POLİMERLER.....	7
2.2.1. Polimerlerin Sentezi.....	7
2.2.2. Kondenzasyon Polimerizasyonu.....	8
2.2.3. Katılma (Zincir) Polimerizasyonu.....	9
2.3. ELEKTROKİMYASAL POLİMERİZASYON.....	9
2.3.1. Voltametri.....	11
2.3.2. Çalışma Elektrodu.....	12
2.3.3. Referans Elektrot.....	12
2.3.4. Yardımcı Elektrot (Karşıt Elektrot).....	13
2.4. FENOL VE TÜREVLERİNİN GİDERİLMESİ İLE İLGİLİ LİTERATÜRDE YER ALAN ÇALIŞMALAR.....	13
2.5. KATEKOL VE FENOL POLİMERİZASYONU İLE İLGİLİ LİTERATÜRDE YER ALAN ÇALIŞMALAR.....	17
2.6. CEVAP YÜZEY YÖNTEMİ.....	19

3. MATERYAL VE YÖNTEM	21
3.1. DENEYLERİN PLANLANMASI.....	21
3.2. DENEY SİSTEMİ VE DENEYSEL ÇALIŞMA.....	21
3.3. ANALİZLER	24
3.3.1. HPLC Analizi.....	24
3.3.2. FTIR Analizi	24
3.3.3. SEM Analizi.....	25
4. BULGULAR VE TARTIŞMA	26
4.1. APS DERİŞİMİNİN KATEKOLÜN ELEKTROKİMYASALPOLİMERİZASYONUNA ETKİSİ.....	26
4.2. REAKSİYON SICAKLIĞININ KATEKOLÜN ELEKTROKİMYASAL POLİMERİZASYONUNA ETKİSİ	33
4.3. KATEKOL DERİŞİMİNİN KATEKOLÜN ELEKTROKİMYASAL POLİMERİZASYONUNA ETKİSİ	38
4.4. İŞLETİM PARAMETRELERİNİN CEVAP YÜZEY YÖNTEMİ İLE OPTİMİZASYONU	43
4.4.1. Katekol Giderimi İçin Cevap Yüzey Modeli	43
4.4.2. Polimer Dönüşümü için Cevap Yüzey Modeli	45
4.4.3. Seçimlilik İçin Cevap Yüzey Modeli.....	47
5. SONUÇLAR VE ÖNERİLER	50
KAYNAKLAR	52
EKLER	60
ÖZGEÇMİŞ	70

ÇİZELGELER DİZİNİ

Sayfa

Çizelge 2.1. Katekolün fiziksel ve kimyasal özellikleri.....	4
Çizelge 2.2. Fenol ve türevlerinin dünyadaki üretim miktarı	5
Çizelge 2.3. Çeşitli endüstrilerin atıksularında bulunan fenol derişimleri.....	6
Çizelge 3.1. Katekolün elektrokimyasal polimerizasyonunda deney tasarımı	21
Çizelge 4.1. APS derişiminin katekolün elektrokimyasal polimerizasyonuna etkisi	26
Çizelge 4.2. Reaksiyon sıcaklığının katekolün elektrokimyasal polimerizasyonuna etkisi	33
Çizelge 4.3. Katekol derişiminin katekolün elektrokimyasal polimerizasyonuna etkisi	38

ŞEKİLLER DİZİNİ

Sayfa

Şekil 2.1. Fenolün moleküler yapısı.....	2
Şekil 2.2. Katekolün moleküler yapısı	4
Şekil 2.3. Polimerizasyon reaksiyonu	7
Şekil 2.4. Kondenzasyon reaksiyonu ile etil asetat oluşumu	9
Şekil 2.5. Fenole bağlı substite gruplar	11
Şekil 2.6. Elektrokimyasal polimerizasyon ile fenol üretimi için önerilen mekanizma	11
Şekil 2.7. Üç faktörlü (k=3) için merkezi kompozit taşınımı	20
Şekil 3.1. Kesikli elektrokimyasal reaktör sistemi.....	22
Şekil 3.2. Shimadzu Prominence LC-20AD-sıvı kromatografi cihazı.....	24
Şekil 4.1. Katekol monomerinin FTIR spektrumu.....	27
Şekil 4.2. Katekolün elektrokimyasal polimerizasyonunda elde edilen polimerlerin FTIR spektrumu ((A) Katekol derişimi: 6 g/L, APS derişimi: 2 g/L, Sıcaklık: 40°C; (B) Katekol derişimi: 6 g/L, APS derişimi: 6 g/L, Sıcaklık: 40°C; (C) Katekol: derişimi: 6 g/L, APS derişimi: 10 g/L, Sıcaklık: 40°C).....	28
Şekil 4.3. Katekolün elektrokimyasal polimerizasyonunda elde edilen polimerlerin SEM görüntüsü (10000x) ((A) Katekol derişimi: 6 g/L, APS derişimi: 2 g/L, Sıcaklık: 40°C; (B) Katekol derişimi: 6 g/L, APS derişimi: 6 g/L, Sıcaklık: 40°C; (C) Katekol derişimi: 10 g/L, APS derişimi: 6 g/L, Sıcaklık: 40°C).....	31
Şekil 4.4. Katekolün elektrokimyasal polimerizasyonunda elde edilen polimerlerin SEM görüntüsü (25000x) ((A) Katekol derişimi: 6 g/L, APS derişimi: 2 g/L, Sıcaklık: 40°C; (B) Katekol derişimi: 6 g/L, APS derişimi: 6 g/L, Sıcaklık: 40°C; (C) Katekol derişimi: 6 g/L, APS derişimi: 10 g/L, Sıcaklık: 40°C).....	32
Şekil 4.5. Katekolün elektrokimyasal polimerizasyonunda elde edilen polimerlerin FTIR spektrumu ((A) Katekol derişimi: 6 g/L, APS derişimi: 6 g/L, Sıcaklık: 20°C; (B) Katekol derişimi: 6 g/L, APS derişimi: 6 g/L, Sıcaklık: 40°C; (C) Katekol: derişimi: 6 g/L, APS derişimi: 6 g/L, Sıcaklık: 60°C).....	35

Şekil 4.6. Katekolün elektrokimyasal polimerizasyonunda elde edilen polimerlerin SEM görüntüsü (10000x) ((A) Katekol derişimi: 6 g/L, APS derişimi: 6 g/L, Sıcaklık: 20°C; (B) Katekol derişimi: 6 g/L, APS derişimi: 6 g/L, Sıcaklık: 40°C; (C) Katekol: derişimi: 6 g/L, APS derişimi: 6 g/L, Sıcaklık: 60°C).....36

Şekil 4.7. Katekolün elektrokimyasal polimerizasyonunda elde edilen polimerlerin SEM görüntüsü (25000x) ((A) Katekol derişimi: 6 g/L, APS derişimi: 6 g/L, Sıcaklık: 20°C; (B) Katekol derişimi: 6 g/L, APS derişimi: 6 g/L, Sıcaklık: 40°C; (C) Katekol: derişimi: 6 g/L, APS derişimi: 6 g/L, Sıcaklık: 60°C).....37

Şekil 4.8. Katekolün elektrokimyasal polimerizasyonunda elde edilen polimerlerin FTIR spektrumu ((A) Katekol derişimi: 2 g/L, APS derişimi: 6 g/L, Sıcaklık: 40°C; (B) Katekol derişimi: 6 g/L, APS derişimi: 6 g/L, Sıcaklık: 40°C; (C) Katekol: derişimi: 10 g/L, APS derişimi: 6 g/L, Sıcaklık: 40°C).....40

Şekil 4.9. Katekolün elektrokimyasal polimerizasyonunda elde edilen polimerlerin SEM görüntüsü (10000x) ((A) Katekol derişimi: 2 g/L, APS derişimi: 6 g/L, Sıcaklık: 40°C; (B) Katekol derişimi: 6 g/L, APS derişimi: 6 g/L, Sıcaklık: 40°C; (C) Katekol: derişimi: 10 g/L, APS derişimi: 6 g/L, Sıcaklık: 40°C).....41

Şekil 4.10. Katekolün elektrokimyasal polimerizasyonunda elde edilen polimerlerin SEM görüntüsü (25000x) ((A) Katekol derişimi: 2 g/L, APS derişimi: 6 g/L, Sıcaklık: 40°C; (B) Katekol derişimi: 6 g/L, APS derişimi: 6 g/L, Sıcaklık: 40°C; (C) Katekol: derişimi: 10 g/L, APS derişimi: 6 g/L, Sıcaklık: 40°C).....42

Şekil 4.11. Katekol derişimi ve APS derişiminin katekol giderimine etkisi (Reaksiyon sıcaklığı: 40°C)44

Şekil 4.12. APS derişimi ve reaksiyon sıcaklığının katekol giderimine etkisi (Katekol derişimi: 6 g/L).....45

Şekil 4.13. APS derişimi ve katekol derişiminin polimer dönüşümüne etkisi (Reaksiyon sıcaklığı: 40°C)46

Şekil 4.14. APS derişimi ve deney sıcaklığının polimer dönüşümüne etkisi (Katekol derişimi:6 g/L).....47

Şekil 4.15. Katekol derişiminin ve APS derişiminin seçimliliğe etkisi (Katekol derişimi: 6 g/L).....48

Şekil 4.16. APS derişimi ve deney sıcaklığının seçimliliğe etkisi (Katekol derişimi: 6 g/L).....49

SİMGELER VE KISALTMALAR DİZİNİ

APS	Amonyum Persülfat
RSM	Cevap Yüzey Yöntemi
FTIR	Fourier Dönüşümlü Kızılötesi Spektroskopisi
C_{K0}	Katekolün başlangıç derişimi, mg/L
$C_{K\text{Son}}$	Katekolün elektrokimyasal polimerizasyondan sonraki derişimi, mg/L
SEM	Taramalı Elektron Mikroskopi
R^2	Regrasyon Katsayısı
HPLC	Yüksek Performanslı Sıvı Kromatografisi

1. GİRİŞ

Petrokimya, petrol rafinerileri, seramik, çelik fabrikası, kömür dönüşüm prosesleri ve ilaç endüstrilerinin atıksularında bulunan ve deniz, göl, akarsu gibi alıcı sulara verilen fenol ve fenol türevleri bileşikler en önemli kirleticilerdendir. Fenol ve fenol türevi bileşikler kararludur, toksik ve kanserojen özelliklerinin yanı sıra tehlikeli ve zehirli bileşikler olup zararlı kirleticiler olarak adlandırılırlar. Ayrıca atıksularla alıcı sulara verilen fenol ve türevlerinin sularda kötü koku ve tada sebep olduğu da bilinmektedir. Toksik organik kirletici olarak tanımlanan fenol ve türevlerini içeren atıksuların alıcı sulara verilmeden önce su deşarj standartlarına göre limit değerlerine azaltılması gerekmektedir.

Fenol ve türevlerinin atıksulardan ve sulu çözeltilerden giderilmesinde adsorpsiyon, kimyasal oksidasyon, çözücü ekstraksiyonu, biyolojik arıtım, distilasyon, ters osmoz ve elektrokimyasal yöntemler uygulanmaktadır.

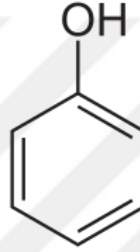
Katekol $C_6H_4(OH)_2$ formülüne sahip fenol türevi bir bileşiktir. Benzen bileşiğine (C_6H_6) orto pozisyonunda iki adet OH grubunun bağlanmasıyla oluşur. Bir fenol türevi olan katekolün tüketilen miktarının %50'si böcek ilacı üretiminde, %35-40'ı parfüm ve ilaç üretiminde, %10-15'i polimerizasyon inhibitörü ve diğer kimyasalların üretiminde ve birçok endüstride antioksidan olarak kullanılmaktadır [Dou, 1990; Asfour vd., 1985; Lewis, 1993]. Katekol fenolden daha toksik bir bileşik olup; 50 $\mu\text{g/L}$ gibi çok düşük derişimlerinde bile alyuvarlara zarar verebilmektedir [Bukowska ve Kowalaska, 2004].

Bu tez çalışması kapsamında bir fenol türevi olan katekolün sulu çözeltilerden elektrokimyasal polimerizasyon yöntemi ile giderimi amaçlanmış; giderime katekol derişimi, amonyum persülfat (APS) derişimi ve sıcaklık gibi işletim koşullarının etkisi araştırılmıştır. Ayrıca katekolün elektrokimyasal polimerizasyonu ile sentezlenen polimerlerin FTIR ve SEM analizleri ile karakterizasyonu gerçekleştirilmiştir.

2. KAYNAK ARAŞTIRMALARI

2.1. FENOL VE TÜREVLERİ

Fenoller benzen halkasına bağlı bir veya birden fazla hidroksil grubu bulunduran bileşiklerdir [Yorulmaz, 2009]. Fenoller benzenin hidroksil türevleri olarak isimlendirilirler. Fenol, C_6H_5OH formülüne sahip önemli bir endüstriyel maddedir, aromatik bir bileşiktir ve demir çelik endüstrileri, petrol, pestisit, boya, çözücü, polikarbonat, naylon, deterjan ve ilaç endüstrisinde kullanılmaktadır. Fenol ilk kez 1834 yılında taş kömürü katranında bulunduğu için karbon asidi olarak adlandırılmıştır [Dinçyürek, 2006]. Şekil 2.1’de fenolün moleküler yapısı verilmiştir.



Şekil 2.1. Fenolün moleküler yapısı (C_6H_5OH)

Fenol evsel ve endüstriyel atıksularda, doğal sularda ve içme suyu temini amacıyla kullanılan sularda mevcut olabilir. Bu tür suların klorlanması kokulu ve hoş olmayan tatta klorofenollerin oluşmasına sebep olur. Fenol ve türevleri yükseltgenebilir bileşikler oldukları için sudaki çözülmüş oksijen miktarını azaltırlar. Fenol ve türevleri bilinen en toksik organik kirleticilerindendir, bu nedenle atıksular ile alıcı sulara verilmeden önce derişimlerinin limit değerlere azaltılması gerekmektedir. Fenol ve türevleri insanoğlunun yüzyıllardır kullandığı bilinen en eski dezenfektanlardan biridir. Fenolün bütün türevleri (katekol, resorsinol, hidrokinon) mikroorganizma öldürücü olup bu özellik benzen halkasında alkil grubu olduğu zaman daha da artmaktadır [Dinçyürek, 2006].

Fenol hem doğal hem de insan aktiviteleri sonucu oluşan bir bileşiktir. Fenoller doğal olarak bazı gıdaların içinde insan ve hayvan atıklarında ve vücutta metabolizma ürünü olarak; endüstride kömürün damıtılmasından ve yağ

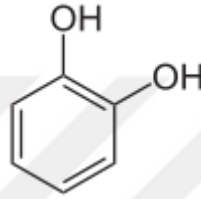
rafinerilerinden oluşmaktadır. Evsel atıksularda normal olarak 0,07-0,10 mg/L gibi düşük derişimlerde bulunur. Fenolik atık maddeler deęişen miktarlarda bir, iki ya da daha fazla sayıda hidroksil grubunda bulunan fenoller, aldehytleri, ketonları, alkoller, organik asitleri, karbondioksit ve amonyak gibi gazları, siyanürleri içerebilir [Dinçyürek, 2006]. Fenoller insanlar ve suda yaşayan canlılar için zehirli maddelerdir [Dabrowski vd., 2005; Aksu ve Yener, 2001]. Fenollü sular klorlandıktan sonra suda yaşayan canlılara doğrudan zehirleyici olarak etki ederler. Bu sularda avlanan balıkların etlerinde hoş olmayan kokular mevcuttur [Dinçyürek, 2006].

Fenol ve türevleri çok kararlı bileşikler olduklarından toksik ve kanserojen maddelerdir [Schie ve Young, 2000; Ishtchenko vd., 2003; Yang ve Lee 2007; Saravanan vd., 2008]. Fenoller saf halde renksiz ve kristal yapılı maddelerdir. Fenolün kendine has bir kokusu vardır, hava ve ışıktan etkilendiğinde kırmızı renk gösterirler. Fenol grubunu içeren bileşikler zayıf asit özellięi gösterirler. Fenoller ve alkoller sıklıkla birbirine karıştırılan bileşiklerdir. Fenoller yapılarında OH grubu bulundurmalarına rağmen alkol deęillerdir, alkollerden farklı özellikleri mevcuttur ve alkollerden daha asidiktir [Dinçyürek, 2006].

2.1.1. Katekol

Katekol $C_6H_4(OH)_2$ formülüne sahip bir fenol türevi renksiz bir bileşiktir. Bu renksiz bileşik eser miktarda doğal olarak oluşur. Genelde pirokatekol, o-hidroksifenol ya da 1,2-dihidroksibenzen olarak bilinir. Benzen bileşimine (C_6H_6) orto pozisyonunda iki adet OH grubunun bağlanmasıyla oluşur. Katekol üreten ülkelerin başında Amerika, İngiltere ve İtalya gelmektedir. Katekolün %50'si böcek ilacı üretiminde, %35-40'ı parfüm ve ilaç üretiminde, %10-15'i polimerizasyon inhibitörü ve dięer kimyasalların üretiminde ve birçok endüstride antioksidan olarak kullanılmaktadır [Dou, 1990; Asfour vd. 1985; Lewis, 1993]. Katekol kimya laboratuvarlarında birçok iyon tayininde kullanılır. Katekol boya, ilaç ve kozmetik gibi birçok sanayinin atıksuyunda bulunmaktadır [Schweigert vd., 2001]. Katekol ve resorsinol sentetik kömür yakıtının dönüşüm proseslerinde birkaç mg/L'den 1000 mg/L'e kadar deęişik derişimlerde bulunmaktadır [Phutdhawong vd., 2000].

Katekolün diğer fenol türevleri gibi suda bulunması su kaynakları üzerinde kötü ve olumsuz bir etkiye sahiptir, katekol toksik bir bileşik olduğu için karaciğerin faaliyetlerini azaltır, kemik iliğinde birikir ve tüm vücuda zarar verir [Irons, 1985]. Katekol toksik özelliğinden dolayı kanser ve bazı hastalıkların oluşumunu başlatabilir [Cavaliere ve Li, 2003]. Katekol fenolden daha toksik bir bileşiktir ve 50 µg/L gibi çok düşük derişimlerinde bile alyuvarlara zarar verebilir [Bukowska ve Kowalaska, 2004]. Şekil 2.2’de katekolün moleküler yapısı ve Çizelge 2.1’de katekolün fiziksel ve kimyasal özellikleri verilmiştir.



Şekil 2.2. Katekolün moleküler yapısı $C_6H_4(OH)_2$

Çizelge 2.1. Katekolün fiziksel ve kimyasal özellikleri [Wojcieszynska vd., 2012]

Kimyasal formülü	$C_6H_6O_2$
IUPAC ismi	Benzen-1,2-diol; pirokatekol; 1,2benzendiol; 2-hidroksifenol; 1,2-dihidroksibenzen; o-benzendiol; o-dihidroksibenzen
Yoğunluk (katı)	1,344 g/cm ³
CAS No	120-80-9
Molekül ağırlığı	110,1 g/mol
Görünüşü	Beyaz kristal şeklinde
Erime noktası	105°C
Kaynama noktası	245,5°C
Sudaki çözünürlülüğü	430 g/L

2.1.2. Fenol ve Türevlerinin Kaynakları ve Kullanım Alanı

Fenolün Türkiye’deki ve dünyadaki en önemli kullanım alanı fenolik reçine üretimidir. Kâğıt endüstrisi, kauçuk işleme endüstrisi, izolasyon ve sürtünmeye dayalı malzeme üretiminde fenolik reçineden yararlanılmaktadır. Boya ve ilaç endüstrisinde kullanılan klorofenoller, reçineler, antioksidan ve plastik üretiminde kullanılan alkil fenoller ve yüzey aktif maddeler fenolden elde edilen önemli maddelerdir. Fenol dezenfektan olarak göz ve burun damlaları, ağrı kesici

merhemler, boğaz pastilleri ve spreylere gibi tıbbi malzemelerin içerisinde bulunmaktadır [Çaylak, 2007]. Fenol ve türevlerinin dünyadaki üretim miktarları Çizelge 2.2’de verilmiştir.

Çizelge 2.2. Fenol ve türevlerinin dünyadaki üretim miktarı [Varagnat ve Poulenc, 2005]

Fenol ve türevleri	Dünyadaki üretimi (ton)	Proses
Hidrokinon	45000-50000	Anilin oksidasyon Fenol hidroksilasyon
Resorsinol	30000-35000	p-diisopropil benzen Hidroperoksidasyon Benzendisulfonyk asit Alkali füzyon
Katekol	25000-30000	m-diisopropil benzen Hidroperoksidasyon Fenol hidroksidasyon

Fenol ve türevleri bileşikler, petrol rafinerileri, kimya tesisleri, patlayıcı üretim tesisleri, reçine üretim tesisleri ve kok fırınları endüstrisi, uçak bakımı, dökümhane işlemleri, sentetik elyaf (orlon) üretimi, kostik hava temizleyici, kâğıt işleme tesisi, kauçuk iyileştirme tesisleri, çorap fabrikaları, tekstil fabrikaları, fiberglas üretim tesisleri, demir-çelik fabrikaları ve havagazı üretim tesisleri atıksularında bulunmaktadır [USEPA, 1974]. Çeşitli endüstrilerin atıksularında bulunan fenol derişimleri Çizelge 2.3’de sunulmuştur.

Çizelge 2.3. Çeşitli endüstrilerin atıksularında bulunan fenol derişimleri

Endüstriyel kaynak	Fenol konsantrasyonu (mg/L)	Kaynak
Sentetik fenol, plastik, reçineler	369	[Schumaker ve Zanitsch, 1972]
Fenolik reçineler	1270-1345	[Jorgensen, 1976]
p-nitrofenol (reçine üretimi)	2400-25000	[Fletcher vd., 1972]
Fiberglas üretimi	40-400	[USEPA, 1974]
Fiberglas yalıtımı (devirdaym sistem)	240-2564	[Cawley, 1980]
Boya üretimi	1,1	[Wurm, 1968]
Benzen rafinerileri	210	[Capestany vd., 1975]
Benzoik asit, benzaldehit, fenol (Toluen oksidasyon)	700-1220	[Kaleta, 2006]

2.1.3. Fenol ve Türevlerinin Canlılar Üzerindeki Etkileri

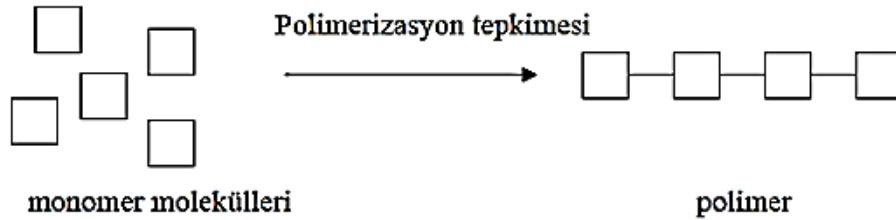
Fenoller zehirli bileşikler oldukları için tüm canlı hücre türlerine zarar verirler. Fenollerin öldürücü dozları deri tarafından absorplanabilir. Fenol varlığı (0.001-0.1 mg/L) suda hoş olmayan tat ve koku olarak anlaşılabilir. Fenol içeren suların içilmesi şiddetli böbrek ağrılarına, ağır sarsıntılara ve hatta ölümlere sebep olabilir. Klor içeren fenollerin zehirli etkisi ise izomere bağlı olarak değişim gösterir. Klorlu fenollerin çoğu deride ve gözde oldukça tahriş edici özelliğe sahiptir ve zehirleyici miktarları deri tarafından absorplanabilir. Fenol ve türevleri zehirli maddeler olduğu için hayvansal dokular üzerinde yakıcı etkileri vardır, bundan dolayı kullanılırken deriye temas ettirilmemeli ve buharları solunmamalıdır. Fenol içeren atıksular çok zehirlidir ve fenol derişimi 2 mg/L nin üzerinde balıklar için zehirleyici etki oluşturur. 96 saat süreyle fenol derişiminin 10-100 mg/L olması suda yaşayan canlıların ölmesine sebep olabilir [Dinçyürek, 2006].

İnsanlar fenole ağız yolu, solunum yolu ve deri yolu ile maruz kalabilirler. İnsanların fenole en çok maruz kaldığı yer endüstride kullanılması nedeniyle mesleki ortamlardır. İnsanlar bunun yanı sıra toplumda tüketilen bazı ürünler, tıbbi preparatlar ve gıdalar, sigara dumanı ve içme suyu ile de fenole maruz kalabilirler. Fenole solunum yolu ve deri yolu ile yüksek dozlarda maruz kalınması durumunda

insanlarda deri ve gözde tahriş edici etkisi yüksektir. İnsanlarda ağız yolu ile yüksek dozda (1 gram düzeyinde) fenol alınmasının çok ciddi toksik etkilere neden olabildiği ve hatta ölümcül etki gösterdiği bilinmektedir. Bütün bu nedenlerle fenolik bileşikler içeren atıksuların çevreye bırakılmadan önce arıtılması gerekir [Çaylak, 2007].

2.2. POLİMERLER

Birbirlerine kovalent bağlarla bağlanarak büyük moleküller meydana getirebilen küçük mol kütleli kimyasal maddelere monomer adı verilmektedir [Saçak, 2002]. Polimerler çok sayıda monomerin birbirlerine kovalent bağlarla bağlanarak oluşturduğu büyük moleküllerdir. Polimer zinciri monomere benzeyen atomlardan meydana gelirse homopolimer, iki ya da daha çok monomerdan meydana gelirse kopolimer denir [Beşergil, 2003]. Polimer kelimesinin kökündeki "poli" çok ve "meros" küçük parça anlamına gelmektedir. Monomerlerin birbirleriyle bağlanarak polimer oluşturduğu kimyasal reaksiyona polimerizasyon adı verilir [Topal, 2012]. Basit bir polimerizasyon reaksiyonu Şekil 2.3'de verilmiştir.



Şekil 2.3. Polimerizasyon Reaksiyonu

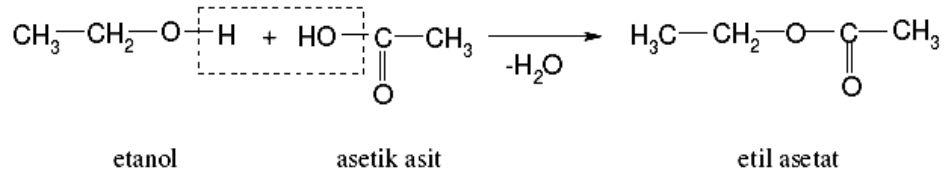
2.2.1. Polimerlerin Sentezi

Polimerlerin sentezinde gerçekleştirilen kimyasal reaksiyonlar genel işleyiş mekanizmaları açısından iki temel polimerizasyon yöntemi altında incelenir. Birincisi basamaklı (kondenzasyon) polimerizasyondur. Bu polimerizasyon yöntemiyle üretilen polimerlere kondenzasyon polimeri adı verilmektedir. İkinci sentez metodu ise katılma polimerizasyonudur. Bu yöntemle elde edilen polimerlere katılma polimeri adı verilmektedir [Saçak, 2002].

2.2.2. Kondenzasyon Polimerizasyonu

Kondenzasyon polimerizasyonu genel itibariyle yapısında fonksiyonel grupları bulunan iki molekülün aralarından küçük bir molekül ayrılarak birleşmesi şeklinde gerçekleşir. Kondenzasyon reaksiyonlarında $-OH$, $-COOH$, $-NH_2$ gibi fonksiyonel gruplar taşıyan iki ayrı molekül birleşir ve bu birleşme sırasında yapıdan H_2O , NH_3 , HCl gibi küçük bir molekül ayrılır. Bir molekülün kimyasal reaksiyonlarda yer alan kısmına fonksiyonel grup adı verilmektedir [Saçak, 2002]. Kondenzasyon polimerizasyon reaksiyonları kondenzasyon polimerlerin laboratuvarında üretimine en uygun polimerlerdir. Kondenzasyon polimerizasyon yöntemi kullanılarak poliester, poliamit, poliüretan ve polikarbonat üretilebilir. Kondenzasyon polimerizasyonda zincir büyümesi adım adım ve yavaş gerçekleşmektedir. Kondenzasyon polimerizasyonda ilk reaksiyon iki monomerin birleşmesi şeklinde gerçekleşmektedir, ardından oluşan bu dimer ya kendisi gibi başka bir dimerle ya da monomerle reaksiyona girmekte ve polimerizasyon benzer reaksiyonların yinelenmesiyle yürümektedir. Bu sentez yapısından dolayı polimer molekülünün büyüme hızı yavaştır. Polimerizasyonun ilk başlarında ortamda monomer tükenir, yüksek mol kütleli ürün ancak polimerizasyonun sonlarına doğru elde edilebilmektedir. Kondenzasyon polimerin zincirleri boyunca tekrar eden karakteristik bağlar bulunmaktadır. Kondenzasyon polimerleri bu bağların kimyasal yapısı göz önüne alınıp kendi aralarında kategorilere ayrılmaktadır [Beşergil, 2003 ve Saçak, 2002].

Kondenzasyon polimerizasyonunu katılma polimerizasyonundan ayıran en belirgin özelliği, farklı büyüklükteki bütün moleküllerin polimerizasyon sırasında birbiriyle reaksiyona girmesidir [Saçak, 2002]. Şekil 2.4'de kondenzasyon reaksiyonu ile etil asetat oluşumu verilmiştir.



Şekil 2.4. Kondenzasyon reaksiyonu ile etil asetat oluşumu

Bu reaksiyon sırasında bir su molekülü açığa çıkar. Ürün olan etil asetatın üzerinde aynı koşullarda reaksiyona girebilecek fonksiyonel grup kalmadığı için yeniden etanol veya asetik asitle reaksiyona girmez [Topal, 2012].

2.2.3. Katılma (Zincir) Polimerizasyonu

Katılma, zincir reaksiyonlarıyla monomerlerin doğrudan doğruya polimer moleküllerine girmeleriyle meydana gelmektedir. Hızlı zincir büyümesinden dolayı polimerizasyonun her aşamasında, yalnızca yüksek mol kütleli polimer ve reaksiyona girmemiş monomerler bulunur [Saçak, 2002].

Katılma polimerizasyonunda polimerizasyonun başlaması için ilk olarak radikallerin oluşması gerekmektedir, radikal oluşturmak için ise başlatıcı kimyasallar gerekmektedir. Radikaller bir kez oluştuğundan sonra bir radikal grup başka bir monomere eklenerek bu monomeri reaktif hale getirir. Daha sonra bu reaktif monomer (yani yeni radikal grup) başka bir monomere bağlanır ve bu böylece devam ederek polimer zincirinin büyümesi gerçekleşir [Topal, 2012].

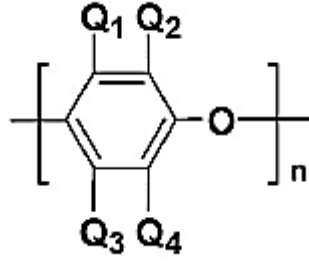
2.3. ELEKTROKİMYASAL POLİMERİZASYON

Elektrokimyasal polimerizasyon, çalışma elektroduna bir potansiyel uygulanıp, bir destek elektrolit çözeltisi içerisinde çözünen monomerin yükseltgenmesiyle meydana gelen radikal katyonların oluşumunu kapsamaktadır. Elektrokimyasal polimerizasyon iletken polimerler üretmek için kullanılan standart yükseltgeme yöntemidir ve bu yöntem kullanılarak polimer film üretmek mümkündür. Dış potansiyel uygulanmasıyla, reaktif radikal katyon üretilir. İlk yükseltgenme basamağından sonra, polimerin oluşması iki adımda

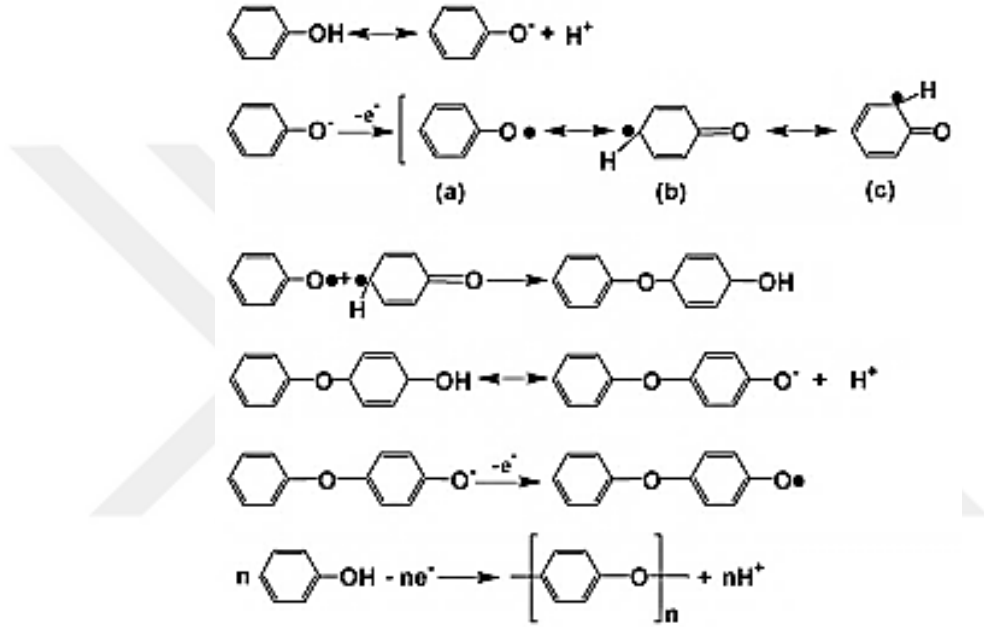
gerçekleşmektedir. İlk adımda monomer katyon radikali nötr monomerle birleşir ve ikinci yükseltgeme basamağından sonra nötr dimer meydana gelmektedir. İkinci adımda ise, nötr dimer oluşmasını sağlayan iki proton kaybından sonra iki katyon radikalının birleşmesi gerçekleşmektedir. Bu iki adımdan sonra nötr dimerin yükseltgenmesiyle bu süreç aktif polimer film tabakası çalışma elektrodu üzerinde birikene kadar devam etmektedir. Elektrokimyasal polimerizasyon yöntemiyle üretilmiş polimerler yükseltgenmiş haldedirler. Elektrokimyasal polimerizasyonun verimliliği monomerden elektron uzaklaştırabilmesine bağlıdır [Soğancı, 2014].

Elektrokimyasal polimerizasyon çalışma elektrodu, referans elektrot ve yardımcı elektrottan oluşan üçlü elektrot sistemi ve destek elektroliti içeren bir hücrede gerçekleşir. Elektrokimyasal polimerizasyon diğer yöntemlere göre nispeten daha basit olması ve elektrot yüzeyinde hızlı polimerizasyon gerçekleşmesinden dolayı daha çok tercih edilmektedir. Elektrokimyasal polimerizasyon yöntemi kullanılarak (polipirol, politiyofen, polianilin, polifenilen oksit pirol) gibi çeşitli kompozitler üretilir [Sönmez, 2010]. Elektrokimyasal polimerizasyonun kimyasal polimerizasyona göre avantajları başlama ve bitiş basamaklarını kontrol edebilmektir. Bundan dolayı kimyasal polimerizasyona göre daha saf ve kirlilikten arınmış ürünler elde edilebilmektedir [Batır, 2009]. Bao vd., (2010)'nun önerdikleri mekanizmada fenolün elektrokimyasal polimerizasyonu fenolik radikal ve fenolik radikal çiftlerini içermektedir. Sulu bir çözeltide fenat anyonları ve katyonları bulunmaktadır. Fenat anyonları elektriksel çekimle anot yüzeyine girerler ve bir elektron kaybederler. Fenol radikallerinin her biri bir çift haline gelerek dimerleri meydana getirirler. Doğru anodik elektrot potansiyelinde fenol anyonları elektronlarını kaybedip fenol radikallerini üretirler, bu işlem anot yüzeyi polifenolle kaplanıncaya kadar devam eder.

Şekil 2.5'de fenole bağlı süstitüye gruplar ve Şekil 2.6'da polifenolün elektrokimyasal polimerizasyon ile üretilmesi için önerilen mekanizma verilmiştir.



Şekil 2.5. Fenole bağlı süstitüye gruplar



Şekil 2.6. Elektrokimyasal polimerizasyonla fenol üretimi için önerilen mekanizma [Bao vd. 2010]

2.3.1. Voltametri

Voltametri çalışma elektrodunun polarize olduğu şartlar altında uygulanan potansiyelin bir fonksiyonu olarak akımın ölçülmesinden faydalanarak analit hakkında bilgi edinilen analitik bir yöntemdir. Voltametri çalışma prensibi bir elektrokimyasal hücrede çalışma elektrodu ile referans elektrot arasında değeri zamanla değiştirilen potansiyel uygulamasının sonucunda meydana gelen akımın üç elektrotlu hücrelerde çalışma elektrodu ile yardımcı elektrot, iki elektrotlu hücrelerde ise çalışma elektrodu ile karşılaştırma elektrodu arasında ölçülmesi ilkesine dayanır [Aydoğan, 2014].

2.3.2. Çalışma Elektrodu

Zaman içerisinde analit derişimindeki deęişimlerle potansiyeli doęrusal olarak deęişen elektrotta çalışma elektrodu adı verilmektedir. Çalışma elektrodu üzerinde elektrokimyasal reaksiyonun meydana geldięi elektrottur ve görevi elektrokimyasal ölçüm bölgesini oluşturmaktır. Çalışma elektrodu üzerinde maddelerin indirgenmesinden dolayı oluşan akıma katodik akım, maddelerin yükseltgenmesinden dolayı oluşan akıma da anodik akım adı verilir [Çekirdek, 2005].

Çalışma elektrodunun her biri farklı potansiyel aralıklarında çalışmaktadır. Bu çalışma aralıkları kullanılan elektrot türüne, çözücüye ve pH'ye baęlı olarak deęişkenlik göstermektedir [Şen, 2014]. Çalışma elektrodu iletken olmalı, çalışılan potansiyel aralığında inert olmalı ve negatif potansiyel sınırı yüksek olmalıdır.

Voltametrde krom, altın, nikel, bakır, paladyum, indiyum kalay oksit (ITO), camsı karbon, platin, altın, grafit, karbon, karbon pasta gibi elektrotlar çalışma elektrotları olarak kullanılmaktadır [Cruz, 1997; Hao vd., 2003; Laranjeira vd, 1997].

2.3.3. Referans Elektrot

Potansiyeli deney süresince deęişmeyen (sabit kalan) elektrotta referans elektrot denir. Referans elektrodun işlevi çalışma elektrodunun potansiyelini kontrol etmek ve çalışma elektrodunun potansiyelini doęru şekilde ölçmektir. Referans elektrodun potansiyeli yeterince sabit olup elektrokimyasal hücrede potansiyeli ölçülen dięer elektrolara göre bir karşılaştırma görevi görür. Referans elektrodun potansiyelindeki deęişim akım, zaman ve dięer deęişkenlerdeki deęişmelerden çok az miktarda etkilenmektedir. Referans elektrodunun direnci çok yüksek olduęu için referans elektrot üzerinden hiç akım geçmez, tüm akım yardımcı (karşıt) elektrottan çalışma elektroduna doęru akar [Asıldıę, 2006].

Deneysel çalışmalarda referans elektrot olarak en çok Ag/AgCl (gümüş/gümüş klorür) elektrot ve Hg/Hg₂Cl₂ (Kalomel) elektrot kullanılır. Civa sülfat, civa oksit, bakır sülfat gibi referans elektrot çeşitleri de bulunmaktadır. Ag/AgCl

elektrodu ucu AgCl ile kaplanmış telin 1 M AgCl veya KCl ile doyurulmuş çözeltisi içerisine daldırılmasıyla meydana gelir [Aydoğan, 2004].

2.3.4. Yardımcı Elektrot (Karşıt Elektrot)

Yardımcı elektrot helezon şeklinde sarılmış bir Pt tel ya da bir civa havuzu şeklinde olmaktadır. Yardımcı elektrodun görevi elektronlar için kaynak veya havuz oluşturmak ve dış devreden akım geçmesini sağlamaktır. Yardımcı elektrot aynı zamanda sinyal kaynağından gelen elektriğin çözelti içerisinde geçerek çalışma elektroduna aktarılmasını sağlar. Yardımcı elektrodun çalışma elektrodundaki reaksiyona etkisi olmaz, görevi sadece çalışma elektrodunu elektronlarla beslemektir [Asıladağ, 2006].

2.4. FENOL VE TÜREVLERİNİN GİDERİLMESİ İLE İLGİLİ LİTERATÜRDE YER ALAN ÇALIŞMALAR

Fenolik kirleticiler petrol, tekstil, demir çelik, kâğıt üretim tesisi gibi birçok endüstrinin atıksuyunda bulunmaktadır [Freeman, 1995]. Fenolik kirleticilerin atıksulardan giderimi için fiziksel, kimyasal ve biyolojik arıtım yöntemleri olmak üzere üç temel yöntem bulunmaktadır [Hao vd., 2000]. Bu yöntemler arasında fiziksel adsorpsiyon en etkili, en ucuz ve en çok kullanılan yöntemdir [Roostaei ve Tezel, 2004]. Fiziksel, kimyasal ve biyolojik arıtım yöntemleri endüstriyel ölçekli tesislerde başarıyla uygulanmakta ve oldukça iyi arıtım verimlerinin elde edildiği bildirilmektedir [Sokol, 1986]. Yüksek derişimlerde fenol içeren atıksulardan fenolü gidermek için NaOH ile ekstraksiyon, aktif karbon ile adsorpsiyon, kimyasal oksidasyon, polimerizasyon gibi çeşitli ayırma işlemleri uygulanmaktadır.

Ali ve Saeed (2015), sulu ortamdan adsorpsiyon yöntemiyle fenol giderimini amaçlamışlar ve çalışmada adsorbent olarak alkali hidrolizlenmiş muz kabuğu, işlenmemiş muz kabuğu, asitle hidrolizlenmiş muz kabuğu, ağartılmış muz kabuğu ve aşılınmış muz kabuğu kullanmışlardır. Araştırmacılar 50-90 mg/L fenol derişiminde çalışmışlar ve fenol derişiminin artmasıyla adsorpsiyonun arttığını belirtmişlerdir.

Shakir vd. (2008), katekolün sulu çözeltilerden adsorpsiyonla giderimini amaçladıkları çalışmada farklı pH (7-13) değerlerinin katekol giderimine etkisini araştırmışlardır. Araştırmacılar pH'nin 9,9'dan yüksek değerlerinde fenolün %99 adsorplandığını belirlemişlerdir.

Singh ve Balomajumder (2016), adsorpsiyon yöntemiyle fenol ve siyanürün sulu çözeltilerden giderimini amaçlamışlar, çalışmada farklı pH (4-12) ve sıcaklık (20°C-40°C) değerlerinin fenol ve siyanür giderimine olan etkisini araştırmışlardır. Araştırmacılar yaptıkları çalışmalar sonucunda fenol giderimini 300 mg/L derişiminde ve pH=8 değerinde %71.43, siyanür giderimini 30 mg/L siyanür derişiminde ve pH=8 değerinde %86.8 olarak elde etmişlerdir.

Feng vd. (2015), aktif karbon kullanarak sulu çözeltilerden fenol giderimini amaçlamışlar ve farklı pH (2-11) değerlerinin fenol giderimine etkisini araştırmışlardır. Araştırmacılar en yüksek fenol giderimini pH=5 değerinde %99.52 olarak elde etmişler ve pH=5 üzerindeki değerlerde fenol gideriminin azaldığını belirtmişlerdir.

Yadav vd. (2016), sulu çözeltilerden fenol giderimini amaçladıkları yaş hava oksidasyonu yöntemiyle araştırmışlar ve sıcaklığın fenol giderimine etkisini incelemişlerdir. Araştırmacılar fenol giderimini 3.5 saat süre sonunda 160°C sıcaklıkta %100, 140°C sıcaklıkta %90 ve 120°C sıcaklıkta %83 olarak elde etmişlerdir.

Masuda vd. (2001), sulu çözeltilerden polimerizasyon yöntemiyle fenol giderimini amaçlamışlar ve farklı pH (3-11) ve sıcaklıkta (0°C-70°C) 100 mg/L derişimindeki fenolün giderimine etkisini araştırmışlardır. Araştırmacılar deneysel çalışmalarında *Coprinus cinereus peroxidase*'i katalizör olarak kullanmışlardır. Araştırmacılar çalışmada en yüksek fenol giderimini pH=9 değerinde %99,5 olarak belirlemişler ve sıcaklık artışının fenol giderimini olumsuz yönde etkilediğini belirtmişlerdir.

Escalona vd. (2014), sulu çözeltilerden bisfenolün enzim polimerizasyonu ile giderilmesini amaçladıkları çalışmada farklı pH (4-12) değerlerinin bisfenolün giderimine etkisini incelemişlerdir. Araştırmacılar en yüksek bisfenol gideriminin pH=7 değerinde olduğunu belirlemişlerdir.

Hou vd. (2015), karbon aerogel elektrot kullanarak yaptıkları çalışmada bisfenol A'nın elektrokimyasal polimerizasyonla giderimini araştırmışlardır. Araştırmacılar bisfenol A'nın nötr çözeltide alkali çözeltilere göre daha kolay polimerleştiği ve bisfenol A'nın gideriminin %80 olduğunu belirtmişlerdir.

Roonasi ve Azam (2016), atıksulardan fenol giderimini heterojen kataliz yöntemiyle araştırmışlar, çalışmalarında farklı pH değerlerinin (3, 6, 9) fenol giderimine etkisini incelemişlerdir. Araştırmacılar çalışmalarında en yüksek fenol giderimini pH=6 değerinde %80 olarak elde etmişlerdir.

Al-Muhtaseb ve Khraisheh (2015), bakır doplanmış titanyum dioksit katalizör kullanarak atıksulardan fenol giderimini amaçlamışlar ve fenol giderimini başlangıç fenol konsantrasyonu 50 mg/L, pH=6,3 ve T=25°C'de gerçekleştirmişlerdir. Araştırmacılar yaptıkları deneysel çalışmalarda farklı çözücüler kullanmışlar ve etil alkol kullanarak yaptıkları deneyde degradasyon hızını izopropil alkol kullanarak yapılan deneyden daha düşük elde etmişlerdir. Araştırmacılar başlangıç fenol konsantrasyonu 50 mg/L olarak uyguladığında etil alkol-su (1.8:1) ile son fenol derişimini 32 mg/L; etil alkol-hidroklorik asit (1.8:0.06) ile son fenol derişimini 27 mg/L, etil alkol-hidroklorik asit (1.8:0.03) ile son fenol derişimini 20 mg/L olarak belirlemişlerdir.

Kuramitz vd. (2002), p-nonilfenolün sulu çözeltilerden elektrokimyasal yöntemle giderilmesini amaçlamışlar ve sodyum sülfat elektrolit ile karbon fiber elektrot kullanmışlardır. Araştırmacılar sodyum sülfat konsantrasyonunun fenol giderimi üzerindeki etkisini incelemişler, 0.1M sodyum sülfat kullandıklarında 1 saat sonra giderim veriminin %100 olduğunu belirtmişlerdir.

Kuramitz vd. (2004), bisfenol A'nın sulu çözeltilerden anodik polimerizasyonla giderimini amaçladıkları deneysel çalışmada karbon tipi fiber elektrot kullanmışlardır. Araştırmacılar bisfenol A'nın konsantrasyonu arttıkça gideriminin azaldığını belirtmişlerdir.

Liu vd. (2002), sulu çözeltilerden adsorpsiyonla fenol giderimini amaçladıkları çalışmada farklı pH ve sıcaklığın fenol giderimine etkisini incelemişlerdir. Araştırmacılar pH değeri 6-11 arasında ve 40°C-90°C sıcaklıkta gerçekleştirdikleri çalışmada en yüksek fenol gideriminin pH=9 değerinde olduğunu ve sıcaklık artışının fenol giderimini azalttığını belirlemişlerdir.

Mohammadzadeh vd. (2004), atıksulardan fenol giderimini yarı kesikli ozon sistemiyle amaçladıkları çalışmada farklı pH değerlerinin fenol giderimi üzerine etkisini incelemişlerdir. Araştırmacılar en yüksek fenol gideriminin pH=11 değerinde %99,5 olduğunu belirlemişlerdir.

Vasudevan (2014), fenolün sulu çözeltilerden giderimini elektrokoagülasyon yöntemiyle araştırmış ve çalışmada anot olarak çelik ve katot olarak da grafit kullanmıştır. Araştırmacı yaptığı deneysel çalışmalarda farklı pH ve sıcaklık değerinin fenol giderimine etkisini incelemiştir. 2-4-6-8-10 pH değerleri için fenol giderimleri sırasıyla %92, %88, %70, %52, %38 olarak elde edilmiştir. 30°C, 40°C, 50°C, 60°C sıcaklık koşullarında gerçekleştirilen çalışmalarda dönüşüm değerleri sırasıyla %92, %94, %96, %98 olarak belirlenmiştir.

Liu vd. (2014), fenol ve katekolün sulu çözeltilerden adsorpsiyonla giderimini amaçladıkları çalışmada farklı pH (2, 6, 10) değerlerinin katekol giderimi üzerine etkisini araştırmışlardır. Araştırmacılar katekol giderimini pH=10 değerinde %65, pH=6 değerinde %30, pH=2 değerinde %10 olarak elde etmişler ve katekol gideriminin fenol gideriminden yüksek olduğunu belirtmişlerdir.

Aghapour vd. (2015), atıksulardan katekol giderimini katalitik ozonlama yöntemiyle araştırmışlar ve çalışmada başlangıç katekol derişimini 1560 mg/L olarak

uygulamışlardır. Araştırmacılar yaptıkları çalışmalar sonucunda %51 katekol giderimi elde etmişlerdir.

Tahar ve Saval (2009 a), karbon elektrot kullanarak elektrokimyasal yöntemle fenol giderimini alkali çözeltisi içerisinde incelemişler ve çalışmalarında oksidasyon pik değerinin 40°C-60°C arasında arttığını, siklik voltamogram grafiğinde gözlenen pik değerlerinde sıcaklık değerlerinin arttıkça akım yönünde bir artış gerçekleştiğini, yüksek sıcaklık ve düşük akım değerlerinde daha iyi sonuçlar elde ettiklerini belirtmişlerdir.

Hou vd. (2015), elektrokimyasal yöntemle bisfenolün giderilmesini amaçladıkları çalışmada camsı karbon elektrot ve karbon aerogel elektrot kullanmışlardır. Araştırmacılar camsı elektrot kullanıldığında ilk döngüden ikinci döngüye geçildiğinde oksidasyon pikinde akımın azaldığını, camsı karbon elektrot kullandığında camsı karbon elektrot yüzeyinde elektrokimyasal oksidasyonun sürekli olarak yürümediğini belirlemişlerdir. Araştırmacılar tarama hızı artırıldığında akım değerinin de arttığını ve döngüsel voltametri de dikdörtgen şeklinde yapı görüldüğünü belirtmişlerdir.

2.5. KATEKOL VE FENOL POLİMERİZASYONU İLGİLİ LİTERATÜRDE YER ALAN ÇALIŞMALAR

Fenol ve türevlerinin atıksulardan giderilmesinde literatürde kimyasal oksidasyon (Kavitha ve Palanivelu, 2004; Barros vd., 2003; Fan vd., 2003), adsorpsiyon (Al-Asheh vd., 2003; Vinod ve Anirudhan, 2002; Juang vd., 1996; Abburi, 2003), kimyasal koagülasyon (Tomaszewaka vd., 2004; Özbelge vd., 2002), solvent ekstraksiyon (Lazarova ve Boyadzhieva, 2004), membran teknoloji (Costa ve Rodrigues, 1985), iyon değişimi (Ku ve Lee, 2000; Juang ve Shiau, 1999; Lee vd., 2004; Ku ve Lee, 2000; Caetano vd., 2009; Ortega vd., 2014; Bertin vd., 2011) ve polimerizasyon (Masuda vd., 2001; Zhang vd., 2010; Aktaş ve Tanyolaç (2003 a, 2003 b); Aktaş (2005) ile ilgili çalışmalar mevcuttur.

Bao vd. (2010), fenolün elektrokimyasal polimerizasyonunda anot olarak 304 paslanmaz çelik ve elektrolit olarak sodyum sülfat kullanmışlardır. Araştırmacılar farklı tarama hızlarında gerçekleştirdikleri çalışmada tarama hızı değiştirildiğinde her seferinde paslanmaz çelik elektrot yüzeyinde sarı kahverengi film tabakası oluştuğunu, anot yüzeyinde polifenol oluşumu görüldüğünü ve en uygun elektrot potansiyelinin 1.45 Volt olarak belirlendiğini belirtmişlerdir.

Zhang vd. (2010), atıksulardan fenol ve 3-nitrofenol giderimini elektrokimyasal polimerizasyon yöntemiyle amaçlamışlar ve çalışmalarında GC elektrot ve polianilin elektrot kullanmışlardır. Araştırmacılar GC elektrot kullandıkları deneyde döngüsel voltogramların görsel olarak ilk çevrimlerinin birbirine benzediğini ancak daha sonraki çevrimlerinde döngüsel voltogramların benzemediğini belirtmişlerdir. Zhang vd. (2010), GC elektrotta elektrokimyasal polimerizasyonun ilk döngüden sonra devam etmediğini, fenol ve 3-nitrofenolün döngüsel voltamogram grafiklerinin benzer şekilde elde edildiğini belirlemişlerdir.

Tahar vd. (2009), fenolün elektrokimyasal polimerizasyonu için farklı elektrotlar kullanarak sıcaklığın etkisini incelemişlerdir. Araştırmacılar sıcaklık değerlerinin artışına bağlı olarak 85°C'deki fenolün 65°C'deki fenolden farklı geçirgenlik karakteristiğine sahip olduğunu, sıcaklık 65°C iken dönüşümün %15; sıcaklık 85°C iken dönüşümün %39 olduğunu belirlemişlerdir. Dönüşüm Ti/IrO₂ elektrot kullanıldığında %25; Pt elektrot kullanıldığında %32; Ta/B-PbO₂ elektrot kullanıldığında %39 olarak elde edilmiştir. Araştırmacılar SEM görüntülerine göre Nb/B-PbO₂ ile yapılan çalışmada elektrot yüzeyinin tamamen polimerik film tabakasıyla kaplandığını, Ta/BPbO₂ ile yapılan çalışmada elde edilen numunenin yüzeyinin Nb/B-PbO₂ ile yapılan deneyden elde edilen numuneye göre daha pürüzsüz olduğunu belirtmişlerdir.

Aktaş ve Tanyolaç (2003a, 2003b) ve Aktaş (2005), sıcaklık kontrollü deney sisteminde gerçekleştirdikleri katekolün polimerizasyonunda pH kontrolü için sodyum asetat çözeltisi ve aseton kullanmışlardır. En uygun koşulların pH=5 değerinde gerçekleştiği belirlenmiş; pH değerinin 5'den yukarı ve aşağı değerlerinde

reaksiyon hızının düştüğünü belirtmişlerdir. Araştırmacılar deney sıcaklığının artışının 45°C'den sonra reaksiyon hızını olumsuz yönde etkilediğini belirlemişlerdir.

2.6. CEVAP YÜZEY YÖNTEMİ

Cevap yüzey yöntemi mühendislik ve bilimsel proseslerle ilgili olan problemleri çözmek amacıyla kullanılan matematiksel ve istatistiksel bir tekniktir. Cevap yüzey yönteminde amaç optimum işletim parametrelerini belirlemek veya belirli işletim parametrelerinde bağımsız değişkenler için uygun bir çalışma bölgesi belirlemektir. Cevap yüzey yöntemi Box ve Draper tarafından 1987 yılında geliştirilmiştir. Cevap yüzey yöntemi en çok girdi değişkenlerinin ürünün ya da prosesin karakteristik özelliklerini belirlemede kullanılır. Cevap yüzey yönteminin bir diğer amacı da uygun bir yaklaşım fonksiyonu elde ederek prosesin gelecekteki cevabını tahmin eden ve en iyi cevabı verebilen optimum değerleri belirlemektir. Cevap; ölçümün performansı veya prosesin karakteristik özelliğidir. Bağımsız değişkenler; araştırmacının kontrolünde olan girdi değişkenlerinin seviyelerinin değişiminden etkilenen değerlere denir [Myers ve Montgomery, 2002].

Bazı proseslerde girdi değişkenleri ile cevap arasındaki ilişki bilinmektedir fakat bazı proseslerde bu ilişkinin yapısı bilinmez. Böyle bir durumda girdi değişkenleri ve cevap yüzeyi arasındaki ilişki birinci veya ikinci dereceden bir polinomla ifade edilmektedir.

Birinci ve daha yüksek dereceli polinomlar aşağıdaki şekilde ifade edilir. Eşitlik (2.1)'de y, yanıt; $x_1, x_2, x_3 \dots x_n$, tasarım değişkenleri; ε deneysel hata ve β_0 kayma değeridir.

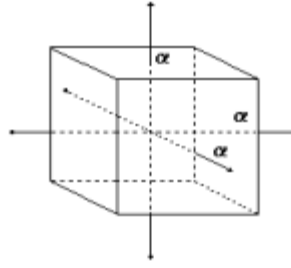
$$y = \beta_0 + \beta_1x_1 + \beta_2x_2 + \beta_1x_1^2 + \beta_{22}x_2^2 + \beta_{12}x_1x_2 + \varepsilon \quad (2.1)$$

İkinci dereceden bir cevap yüzey modeli oluşturulmasında merkezi deney tasarımı en çok kullanılan yöntemlerden birisidir. 2^k iki düzeyli faktöriyel ve $2k$ eksenel nokta ve n sayıda merkez noktadan oluşur. Burada k faktör sayısını göstermektedir. Modelde yer alan faktörlerin en az 3 değişkenli olması

gerekmektedir. Meydana getirilen ikinci derece modelin ana etkileri ve birinci dereceden etkileri 2^k denemesinden elde edilirken, merkez noktalar yardımıyla sistemin eğriselliği test edilir [Demirbükten, 2013].

İki düzeyli faktörler içeren deney tasarımları $2k$ faktöriyel deney tasarımları olarak adlandırılır ve birinci dereceden modellerdir. Faktör düzeyi üç olan deney tasarımları ikinci derece modeller olarak adlandırılır.

Cevap yüzey yönteminin bazı uygulamalarında birden fazla cevap değişkeninin optimizasyonu gerekebilir.



Şekil 2.7. Üç faktörlü ($k=3$) için merkezi kompozit tasarımı

3. MATERYAL VE YÖNTEM

3.1. DENEYLERİN PLANLANMASI

Elektrokimyasal reaksiyonların gerçekleştirildiği deneyler, cevap yüzey yöntemi kullanılarak, Design-Expert[®] 9.0 yazılımı ile tasarlanmış ve optimum işletim parametreleri cevap yüzey yöntemi kullanılarak belirlenmiştir. Bağımsız değişkenler olarak katekol derişimi 2-10 g/L, APS derişimi 2-10 g/L, ve reaksiyon sıcaklığı 20-60°C aralığında belirlenmiştir. Katekolün elektrokimyasal polimerizasyonu için deney tasarımı Çizelge 3.1’de sunulmuştur.

Çizelge 3.1. Katekolün elektrokimyasal polimerizasyonunda deney tasarımı

Deney No	Katekol (g/L)	APS (g/L)	Sıcaklık (°C)
1	6	6	60
2	10	10	20
3	6	6	40
4	6	6	40
5	6	10	40
6	6	6	20
7	6	6	40
8	2	2	20
9	10	6	40
10	6	6	40
11	6	6	40
12	10	2	60
13	2	6	40
14	6	2	40
15	2	10	60

3.2. DENEY SİSTEMİ VE DENEYSEL ÇALIŞMA

Deneylerin gerçekleştirildiği sistem kesikli işletilen elektrokimyasal reaktörden, PGZ 301 Dynamic EIS potansiyostattan, Heidolph MR3001K manyetik karıştırıcıdan, Masterflex L/S Cole Parmer 5206 model peristaltik pompadan ve Lauda Ecosilver Memmert Model ısıtmalı soğutmalı su banyosundan oluşmaktadır. Deney sisteminin fotoğrafı Şekil 3.1’de verilmiştir.

Deneysel çalışmalarda reaktör merkezine manyetik karıştırıcı yerleştirilerek 400 rpm hızında karıştırma yapılmıştır. Sıcaklık kontrolü, ısıtma/soğutma suyunun peristaltik pompa yardımıyla reaktör ceketinde dolaştırılmasıyla sağlanmıştır.



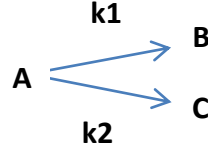
Şekil 3.1. Kesikli elektrokimyasal reaktör sistemi

Analiti belirli konsantrasyonlarda hazırlamak için katekol (Merck) ve amonyum persülfat (APS) (Sigma Aldrich) analitik terazide tartılıp 100 mL'lik balon jøjeye konulmuş, üzeri saf su ile 100 mL'ye tamamlanmış ve hazırlanan çözelti homojen olana kadar iyice çalkalanmıştır. Hazırlanan katekol+APS çözeltisi kesikli reaktöre ilave edilmiş ve ardından reaktör kapağı kapatılmıştır. Reaktör kapağı üzerindeki bölmelerden karbon çalışma elektrodu, Ag/AgCl referans elektrot ve Pt yardımcı elektrot çözelti içine girecek şekilde daldırılmıştır. Reaktör etrafındaki ceket sayesinde ısıtma ve soğutma yapılarak reaksiyon sıcaklığı istenilen değere ayarlanmıştır. Reaktörün ısıtıcı-soğutucu ceket arasında su bağlantısı kurularak deney başlatılmıştır. Deney başlatıldıktan sonra belli aralıklarda mikropipet yardımıyla kesikli reaktörden örnekler alınmış ve HPLC'de analizleri yapılmıştır. Katekol giderimi Eşitlik 3.1 ile hesaplanmıştır. Eşitlikte C_{K0} katekolün başlangıç derişimini, C_{Kson} katekolün elektrokimyasal polimerizasyondan sonraki derişimini belirtmektedir.

$$\text{Katekol giderimi} = \frac{(C_{k0} - C_{kson})}{(C_{K0})} \quad (3.1)$$

Seçimlilik; elektrokimyasal polimerizasyonda elde edilen polikatekol derişiminin oluşan reaksiyon yan ürünleri ve ara ürünlerin (dimer, trimer) derişimine oranıdır. Seçimlilik Eşitlik 3.2 ile hesaplanmıştır. Seçimlilik değeri değeri arttığında elde edilen ara ürün derişimi azalmıştır, azaldığında ise elde edilen ara ürünün

derişimi artmıştır. Eşitlikte [B] elde edilen polikatekolün derişimini, [C] reaksiyon yan ürünleri ve ara ürünlerinin derişimini belirtmektedir.



$$\text{Seçimlilik} = \frac{[B]}{[C]} \times 100 \quad (3.2)$$

Polimer dönüşümü; elektrokimyasal polimerizasyondan elde edilen polimer kütlesinin başlangıçtaki katekol kütlesine oranıdır ve Eşitlik 3.3 ile hesaplanmıştır. Eşitlikte M_A başlangıç katekol kütlesini, M_B elde edilen polimer kütlesini belirtmektedir.

$$\text{polimer dönüşümü} = \frac{M_B}{M_A} \times 100 \quad (3.3)$$

Kesikli reaktörde 120 dakika süresince gerçekleşen deneyin ardından reaktördeki çözelti bir behere alınarak oda sıcaklığında 72 saat bekletilmiştir. Bekletilen çözelti mavi etiketli süzgeç kâğıdı yardımıyla süzölmüş ve süzgeç kâğıdının üzerinde kalan kısım süzgeç kâğıdıyla beraber etüve konularak 60°C sıcaklıkta kurutulmuştur. Kurutulan süzgeç kâğıdı bir beherde 50 mL metanolde içerisindeki safsızlıkları gidermek için çözülmüş ve daha sonra beherdeki çözelti yeni bir mavi etiketli süzgeç kâğıdı yardımıyla süzölmüştür. Süzölen çözelti cam petri kabına alınmış ve 60°C sıcaklıktaki etüve konularak metanol buharlaştırılmıştır. Cam petri kabının tabanında oluşan polimer spatul yardımıyla sıyrılarak FTIR ve SEM analizleri yapılmıştır.

3.3. ANALİZLER

3.3.1. HPLC Analizi

Yüksek performanslı sıvı kromatografisi (HPLC) analizleri; SIL20-A otomatik örnekleyici (auto sampler), CBM-20Alite sistem kontrol edici, LC-20AD gradyan pompa, DGU-20A5 gaz giderici ünitesi (degasser), CTO-20A kolon fırını ve SPD-20A UV/Vis detektöre sahip Shimadzu Prominence LC-20AD sıvı kromatografi cihazında Inertsil ODS-3 (5 µm, 4.6x250 mm) kolon kullanılarak yapılmıştır (Şekil 3.2). Deneysel çalışmada mobil faz toplam 1 mL/dk akış hızında asetonitril ve su içeren ikili çözücü gradyan (50:50), enjeksiyon hacmi 30 mL, kolon sıcaklığı 40°C ve dalga boyu 254 nm olarak uygulanmıştır. Katekolün giderimini belirlemek amacıyla HPLC’de kalibrasyon doğrusu ($R^2=0.993$) oluşturulmuş ve belli aralıklarda reaksiyon ortamından alınan örneklerin katekol derişimi belirlenmiştir.



Şekil 3.2. Shimadzu Prominence LC-20AD sıvı kromatografi cihazı

3.3.2. FTIR Analizi

FTIR analizi Perkin Elmer FT-IR/FIR/NIR Spectrometer Frontier ATR model cihazda yapılmıştır.

3.3.3. SEM Analizi

Viallere konulan numuneler SEM analizi yapılmadan önce staplara alınmış, staplara alınan numuneler Holder (tutucu) yardımıyla Quorum marka Q150R model kaplama cihazında platinle elektriksel iletkenliğini artırmak amacıyla kaplanmıştır. Kaplanan numuneler Suppra 55 cihazına yerleştirilmiştir. Suppra 55 cihazına yerleştirilen numunelerin üzerlerine SEM analiz fotoğraflarını almak için elektron demeti gönderilmiştir. Numunelerin SEM analiz cihazında 1000, 10000, 20000, 30000, 40000, 25000, 50000, 100000 gibi çeşitli büyütme oranları kullanılarak SEM görüntüleri alınmıştır. SEM analiz cihazında dedektör olarak ikincil elektron görüntü (SE) dedektörü kullanılmıştır.



4. BULGULAR VE TARTIŞMA

Tez kapsamında kesikli bir sistemde katekolün yüksek derişimli sulu çözeltilerden elektrokimyasal polimerizasyon ile giderimi amaçlanmıştır. Deneysel çalışmalarda katekol derişimi 2 g/L, 6 g/L, 10 g/L; APS derişimi 2 g/L, 6 g/L, 10 g/L ve reaksiyon sıcaklığı 20°C, 40°C, 60°C olarak uygulanmıştır. Deneysel çalışmalarda elde edilen veriler katekol giderimi, elde edilen polimer kütlesi, polimer dönüşümü ve seçimlilik değerleri bakımından değerlendirilmiştir.

4.1. APS DERİŞİMİNİN KATEKOLÜN ELEKTROKİMYASAL POLİMERİZASYONUNA ETKİSİ

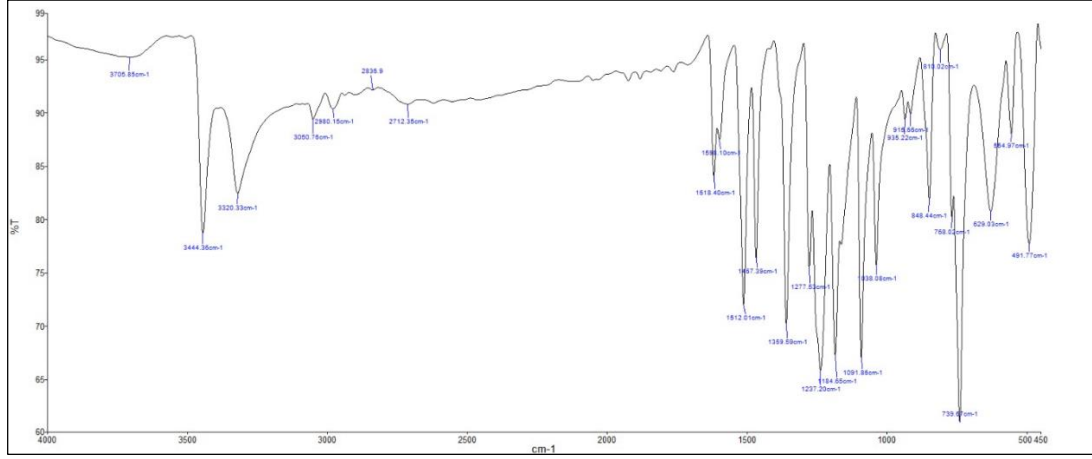
APS'nin başlatıcı olarak kullanıldığı kesikli sistemde gerçekleştirilen katekolün elektrokimyasal polimerizasyonunda katekol derişimi ve reaksiyon sıcaklığı sabit tutulup, farklı APS derişimlerinde elde edilen katekol giderimi, polimer kütlesi, polimer dönüşümü ve seçimlilik değerleri Çizelge 4.1'de verilmiştir.

Çizelge 4.1. APS derişiminin katekolün elektrokimyasal polimerizasyonuna etkisi

Katekol (g/L)	APS (g/L)	T (°C)	Katekol giderimi (%)	Polimer Kütlesi (mg)	Polimer Dönüşümü (%)	Seçimlilik (%)
6	2	40	65,16	4,80	0,84	1,30
6	6	40	65,99	51,08	9,95	17,14
6	10	40	77,63	117,70	21,20	37,57

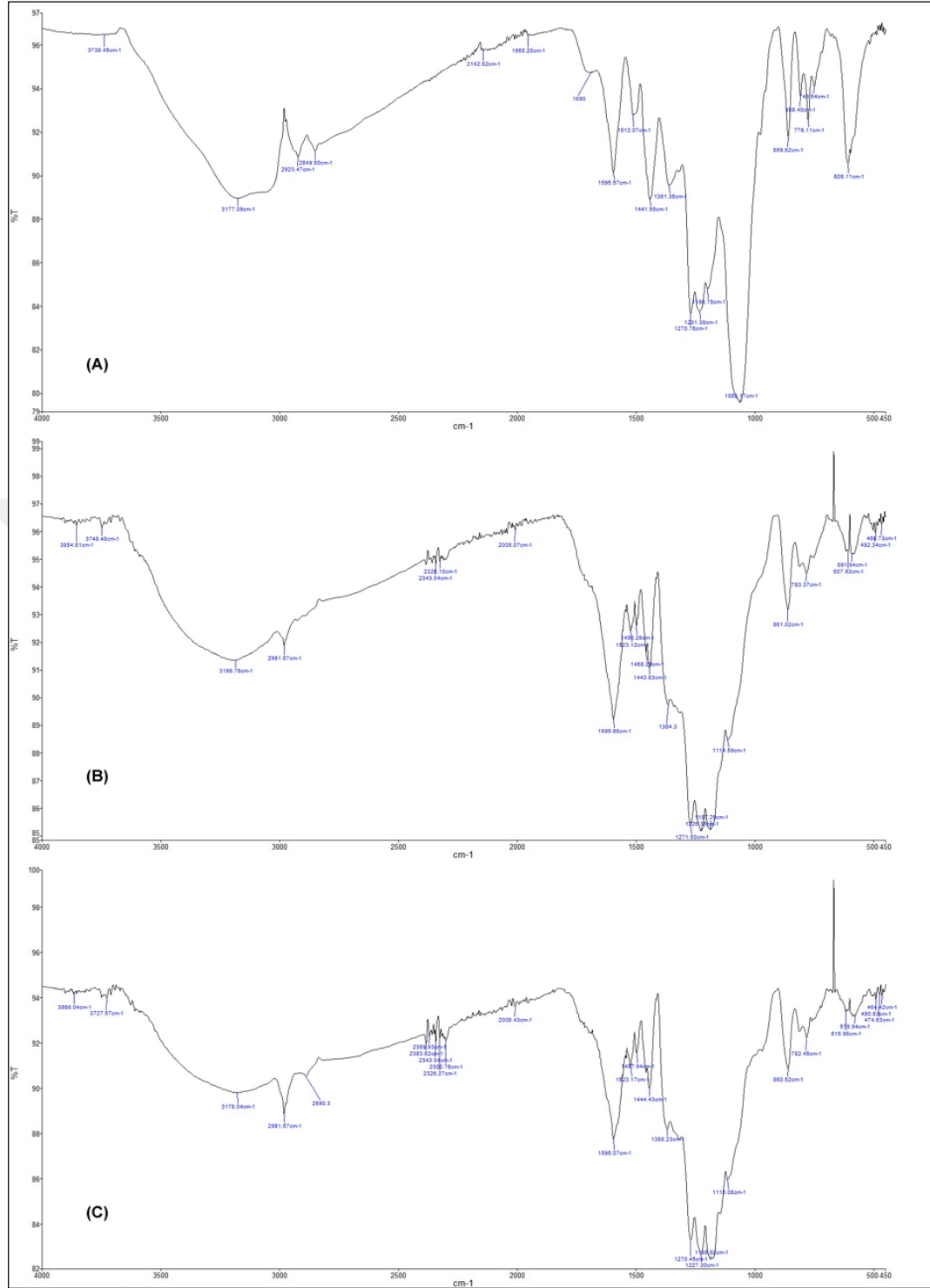
6 g/L katekol derişiminde ve 40°C reaksiyon sıcaklığında APS derişiminin 2 g/L'den 10 g/L'ye artırılması ile katekol gideriminin %65.16'dan %77.63'e, polimer kütlesinin 4.8 mg'dan 117.7 mg'a, polimer dönüşümünün %0.84'den %21.20'ye, seçimliliğin %1.30'dan %37.57'ye arttığı Çizelge 4.1'den görülmektedir. APS derişiminin artması sonucu ortamda oluşan polimer zinciri ve elde edilen polimer kütlesi artmıştır. APS derişiminin artmasıyla seçimlilik değerinin %1,30'dan %37,57'ye artması oluşan ara ürün miktarının azaldığını belirtmektedir.

Katekol monomerinin ve elde edilen polimerlerin yapısı ile ilgili FTIR spektrumları sırasıyla Şekil 4.1'de ve Şekil 4.2'de sunulmuştur.



Şekil 4.1. Katekol monomerinin FTIR spektrumu

Çalışmada elde edilen FTIR spektrumlarından katekol monomerinin yapısının tamamen değiştiği ve katekolden farklı malzemelerin sentezlendiği tespit edilmiştir. Sentezlenen polikatekolün yapısında bulunan elementlerin belirlenmesi amacıyla EDX (Energy Dispersive X-ray) analizleri yapılmış ve polimerin yapısında yaklaşık %72-77 (%wt) C ve %17-19 (%wt) O atomlarının bulunduğu belirlenmiştir.



Şekil 4.2. Katekolün elektrokimyasal polimerizasyonunda elde edilen polimerin FTIR spektrumu ((A) Katekol derişimi: 6 g/L, APS derişimi: 2 g/L, Sıcaklık: 40°C); (B) (Katekol derişimi: 6 g/L, APS derişimi: 6 g/L, Sıcaklık: 40°C); (C) (Katekol derişimi: 6 g/L, APS derişimi: 10 g/L, Sıcaklık: 40°C))

Şekil 4.2'de elde edilen polimerlerin FTIR spektrumu görülmektedir. APS derişiminin artışı ile 3700 cm^{-1} 'deki titreşimlerin şiddeti artmış ve 3200 cm^{-1} 'de görülen yayvan pikin genişliği artmıştır. APS derişiminin artması 700 cm^{-1} 'de yeni pikin oluşmasına ve yukarıya doğru pikin şiddetlenmesine yol açmıştır. APS derişiminin artması ile 1690 cm^{-1} 'de görülen pikin şiddeti azalmış ve 10 g/L derişiminde kaybolmuştur.

Hamamoto vd. (2009), fenol türevlerinin polimerizasyonu sonucu elde ettikleri polimerlerin FTIR spektrumlarını almışlar ve 3400 cm^{-1} 'de görülen geniş pikin fenolik -OH bağına ait olduğunu, $1190, 1240, 1610\text{ cm}^{-1}$ 'de görülen piklerin C-O-C bağına ait olduğunu belirtmişlerdir.

Bao vd. (2010), paslanmaz çelik anot kullanarak fenolün elektrokimyasal polimerizasyonunu gerçekleştirmişler ve elde ettikleri polimerlerin FTIR spektrumlarından 3430 cm^{-1} 'de görülen geniş pikin fenolik -OH bağına ait olduğunu, $3050-3100\text{ cm}^{-1}$ 'de görülen pikin aromatik C-H bağına ait olduğunu, $1490\text{ cm}^{-1}, 1608\text{ cm}^{-1}, 1647\text{ cm}^{-1}$ 'de görülen piklerin aromatik C-C bağına ait olduğunu belirtmişlerdir.

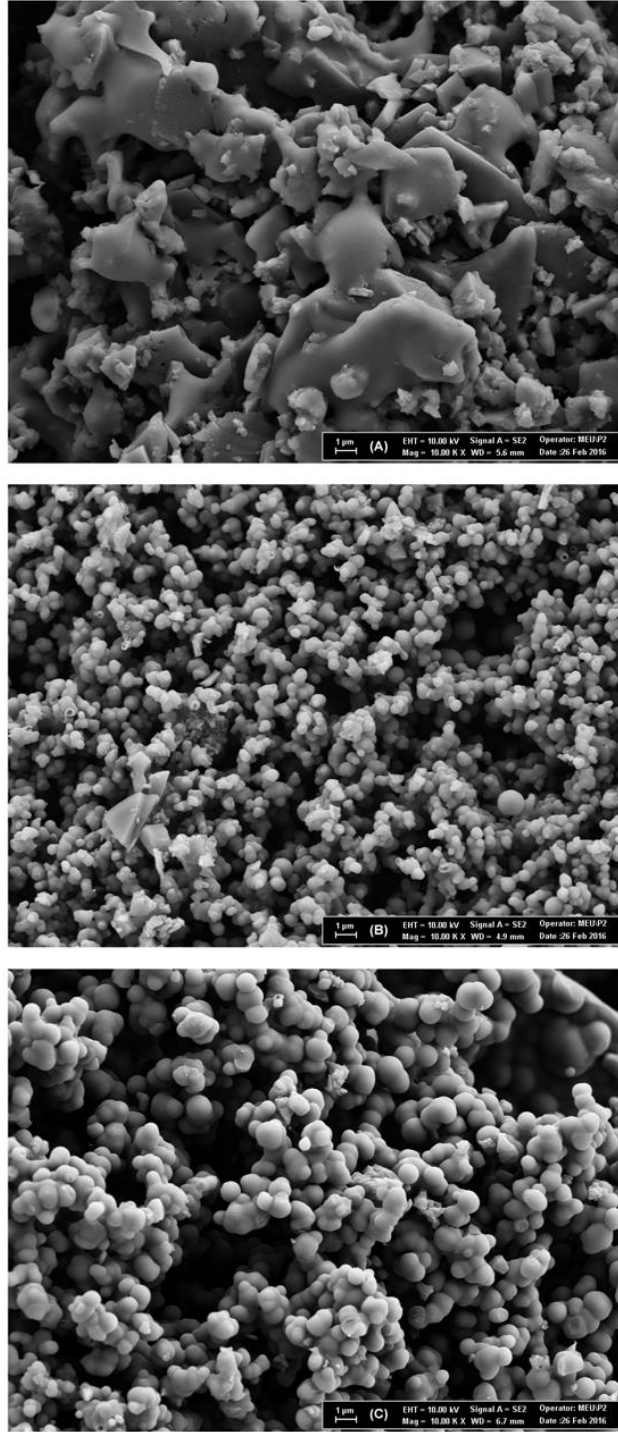
Zhang vd. (2010), yaptıkları deneysel çalışmada fenolün enzimatik polimerizasyonunu gerçekleştirmişler ve elde ettikleri polimerlerin FTIR spektrumlarından 3360 cm^{-1} 'de görülen pikin fenolik -OH bağına ait olduğunu, $692-754-833-1489-1589\text{ cm}^{-1}$ 'de görülen piklerin C-C ve C-H bağına ait olduğunu, 1209 cm^{-1} 'de görülen pikin C-O-C bağına ait olduğunu belirtmişlerdir.

Aktaş ve Tanyolaç (2003 a, 2003b), polikatekolü lakkaz enzimi kullanarak oksidatif polimerizasyonla üretmişler ve elde ettikleri polimerlerin FTIR spektrumlarından 3370 cm^{-1} 'de görülen geniş pikin fenolik -OH bağına ait olduğunu, 1400 cm^{-1} ve 1600 cm^{-1} 'de görülen piklerin aromatik C=C bağına ait olduğunu, 1260 cm^{-1} ve 1050 cm^{-1} 'de görülen piklerin C-O-C bağına ait olduğunu, 810 cm^{-1} ve 920 cm^{-1} 'de görülen piklerin =C-H bağına ait olduğunu belirtmişlerdir.

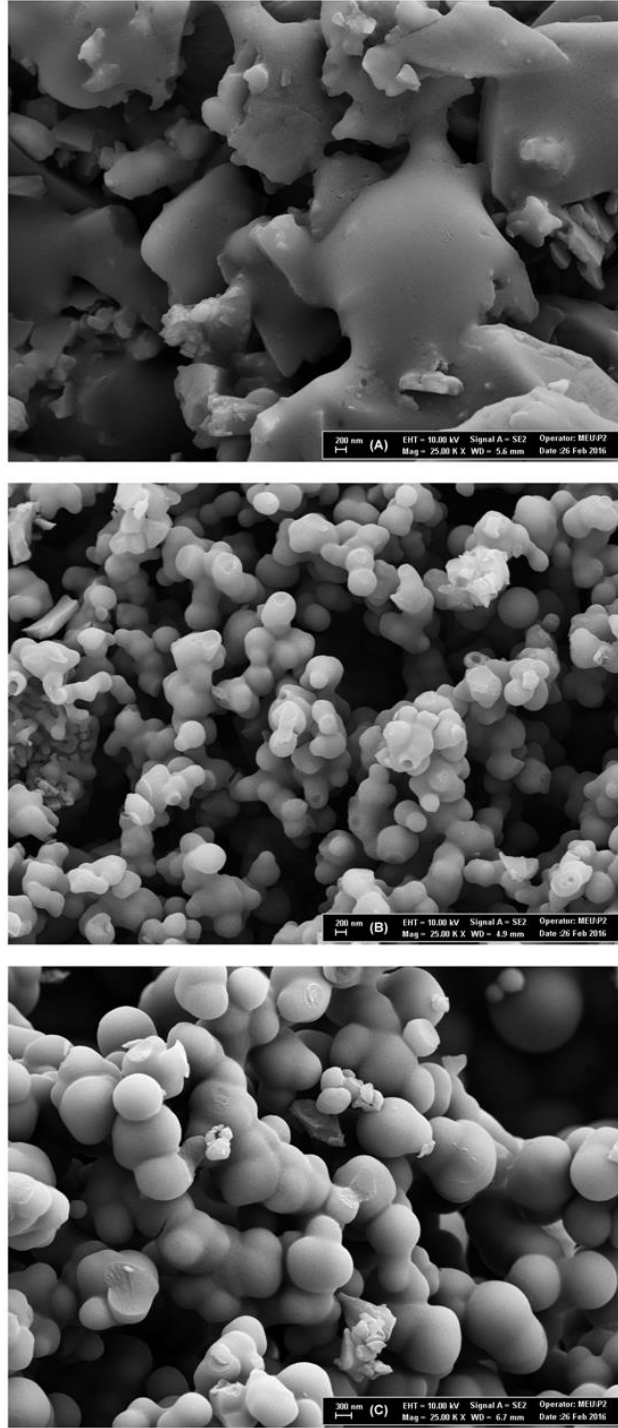
Elde edilen polimerlerin yüzey özelliklerinin incelenmesi amacıyla SEM analizleri yapılmış ve SEM görüntüleri farklı büyütme oranları ile Şekil 4.3'de (10000x) ve Şekil 4.4'de (25000x) sunulmuştur.

2 g/L APS derişiminden elde edilen polimerin SEM görüntüsünde yığın (birikme) şeklinde bir yapı görülmüştür. 6 g/L ve 10 g/L APS derişiminden elde edilen polimerlerin SEM görüntüsü homojen bir şekildedir ve zincir yapısı görülmektedir.

Elde edilen polimerlerin Şekil 4.4'de verilen SEM görüntülerine göre; polimerin kristal ve yığın şeklinde bir yapı gösterdiği Şekil(A)'dan, polimer zincir yapıda oluşmaya başladığı Şekil (B)'den, yüksek APS derişiminde elde edilen polimerin ise homojen bir yapıda olduğu Şekil(C)'den görülmektedir. APS derişiminin artması polimer zincirinin oluşumuna olumlu etki etmiştir.



Şekil 4.3. Katekolün elektrokimyasal polimerizasyonunda elde edilen polimerlerin SEM görüntüsü (10000x) ((A) Katekol derişimi: 6 g/L, APS derişimi: 2 g/L, Sıcaklık: 40°C; (B) Katekol derişimi: 6 g/L, APS derişimi: 6 g/L, Sıcaklık: 40°C; (C) Katekol derişimi: 6 g/L, APS derişimi: 10 g/L, Sıcaklık: 40°C)



Şekil 4.4. Katekolün elektrokimyasal polimerizasyonunda elde edilen polimerlerin SEM görüntüsü (25000x) ((A) Katekol derişimi: 6 g/L, APS derişimi: 2 g/L, Sıcaklık: 40°C; (B) Katekol derişimi: 6 g/L, APS derişimi: 6 g/L, Sıcaklık: 40°C; (C) Katekol derişimi: 6 g/L, APS derişimi: 10 g/L, Sıcaklık: 40°C)

4.2. REAKSİYON SICAKLIĞININ KATEKOLÜN ELEKTROKİMYASAL POLİMERİZASYONUNA ETKİSİ

Kesikli sistemde gerçekleştirilen katekolün elektrokimyasal polimerizasyonunda APS ve katekol derişimi sabit tutulup, reaksiyon sıcaklığı deęiştirildiğinde elde edilen katekol giderimi, polimer kütlesi, polimer dönüşümü ve seçimlilik deęeri Çizelge 4.2’de verilmiştir.

Çizelge 4.2. Reaksiyon sıcaklığının katekolün elektrokimyasal polimerizasyonuna etkisi

Katekol (g/L)	APS (g/L)	T (°C)	Katekol giderimi (%)	Polimer Kütlesi (mg)	Polimer Dönüşümü (%)	Seçimlilik (%)
6	6	20	61,68	56,10	10,09	19,56
6	6	40	65,99	51,08	9,95	17,14
6	6	60	68,95	56,30	9,92	16,80

6 g/L katekol ve 6 g/L APS derişiminde sıcaklık deęerinin 20°C’den 60°C’e artırılması ile katekol gideriminin %61.62’den %68.95’e, polimer kütlesinin 56.1 mg’dan 56.3 mg’a arttığı; polimer dönüşümünün %10.09’dan %9.92’ye azaldığı ve seçimliliğin %19.56’dan %16.80’e azaldığı Çizelge 4.2’den görülmektedir. Sıcaklık deęerinin artmasıyla seçimlilik deęerinin azalması oluşan ara ürün miktarının arttığını belirtmektedir.

Masuda vd. (2001), sulu çözeltiden elektrokimyasal polimerizasyon ile fenol giderimi amaçlamışlar ve 0°C-70°C reaksiyon sıcaklıklarında çalışmışlardır. Araştırmacılar sıcaklık deęerleri artırıldığında fenol gideriminin azaldığını, bu durumun polimerin düşük sıcaklıklarda daha az çözünürlüğe sahip olmasından dolayı olduğunu belirtmişlerdir.

Tezde elde edilen polimerlerin FTIR analizleri yapılmış ve FTIR spektrumları sırasıyla Şekil 4.5’de sunulmuştur.

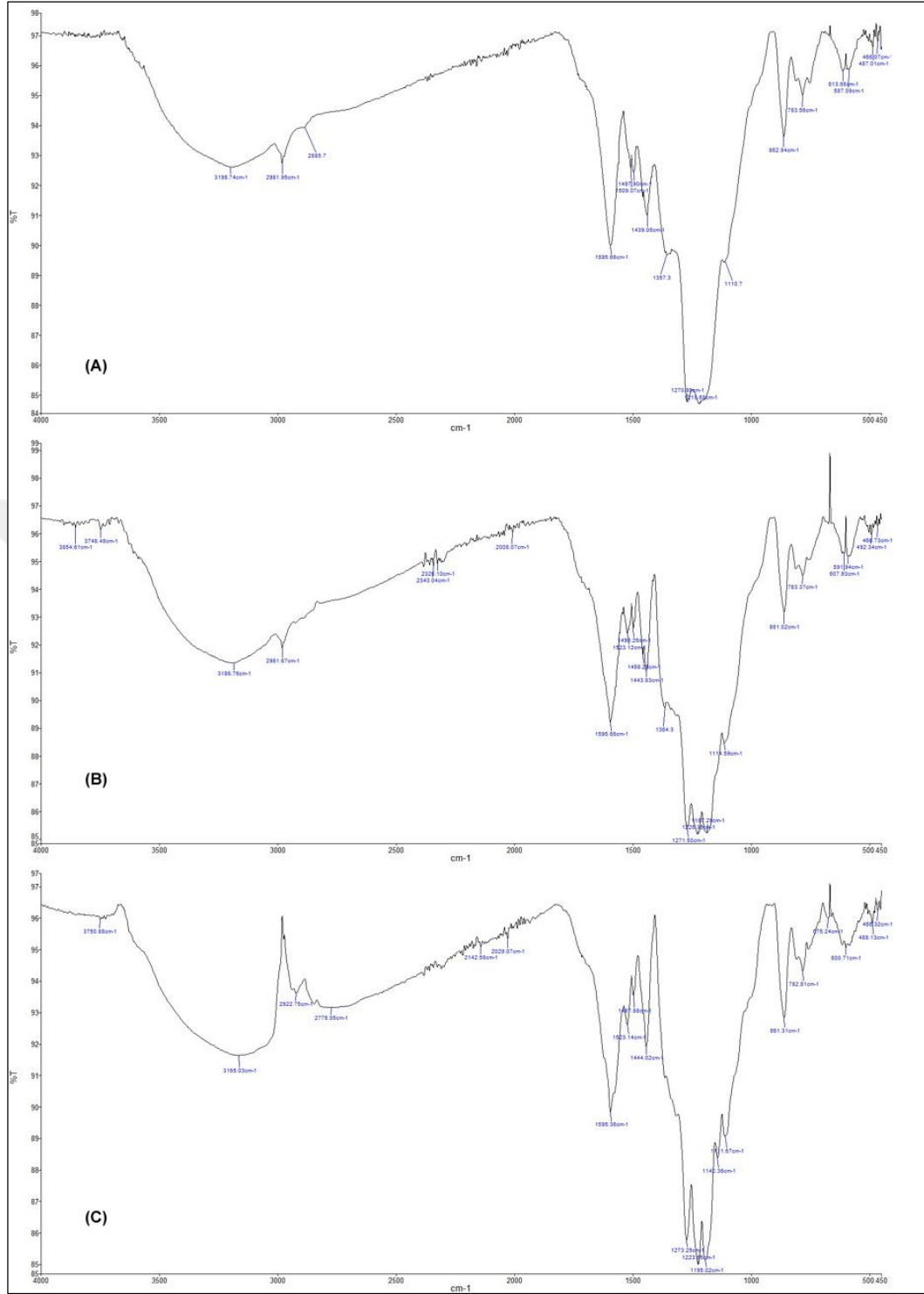
Şekil 4.5’de üretilen polimerlerin FTIR spektrumları görülmektedir. Reaksiyon sıcaklığının 20°C’den 40°C’ye artırılmasıyla 2900 cm⁻¹’de yeni piklerin

oluştugu gözlenmiştir. Reaksiyon sıcaklığının 40°C'den 60°C'ye artırılmasıyla 3400 cm⁻¹'de görülen OH pikinin daha şiddetli olduğu belirlenmiştir. Reaksiyon sıcaklığının 20°C'den 40°C'ye artmasıyla 3000 cm⁻¹'de görülen titreşimlerin azaldığı gözlenmiştir. Sıcaklık değerinin 20°C'den 40°C'ye artışı ile 700 cm⁻¹'de yukarı doğru pik olduğu; bu pikin reaksiyon sıcaklığının 40°C'den 60°C'ye çıkmasıyla şiddetinin arttığı belirlenmiştir.

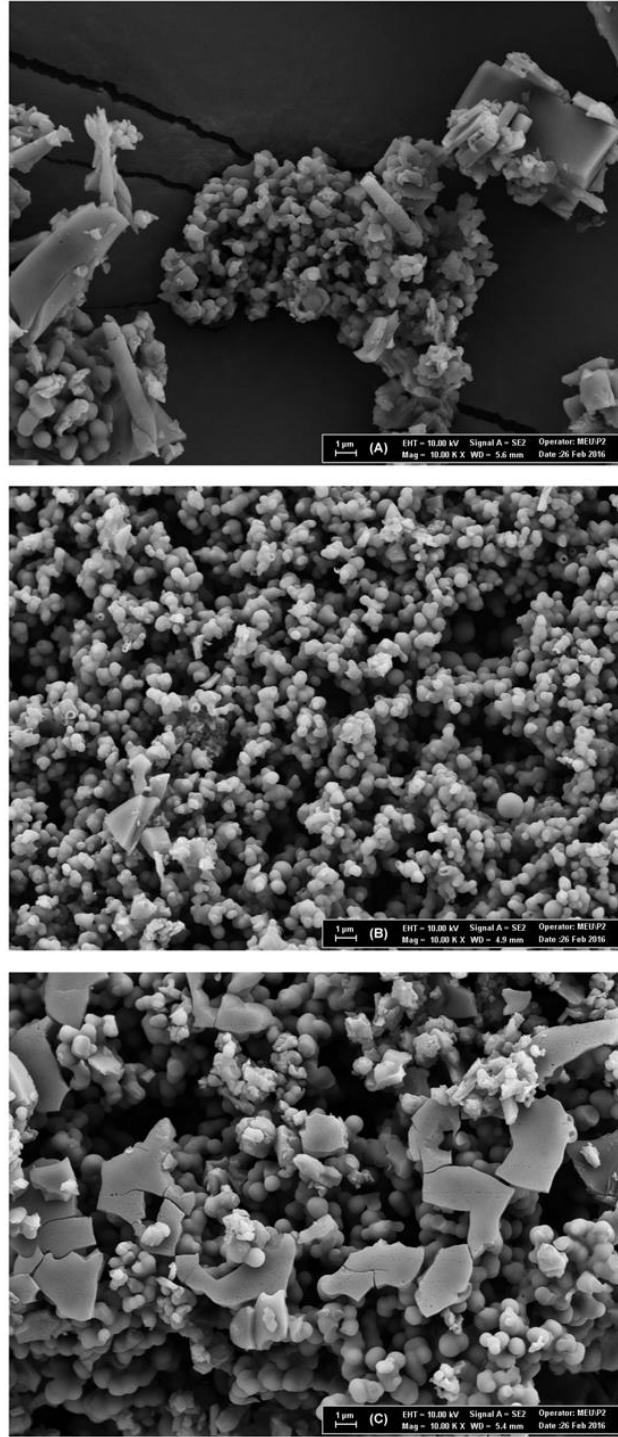
Elde edilen polimerlerin yüzey özelliklerinin incelenmesi amacıyla SEM analizleri yapılmış ve SEM görüntüleri farklı büyütme oranları ile Şekil 4.6'da (10000x) ve Şekil 4.7'de (25000x) sunulmuştur.

Elde edilen polimerlerin SEM görüntülerine göre polimerin heterojen ve yığın şeklinde yapı gösterdiği Şekil 4.6 (A)'da görülmektedir. Reaksiyon sıcaklığının 20°C'den 40°C'ye artırılması sonucunda Şekil 4.6 (B)'de polimerin zincir yapısı görülmüştür. Reaksiyon sıcaklığının 40°C'den 60°C'ye artması sonucu polimerin zincir yapısı bozulmuş ve heterojen bir yapı elde edilmiştir.

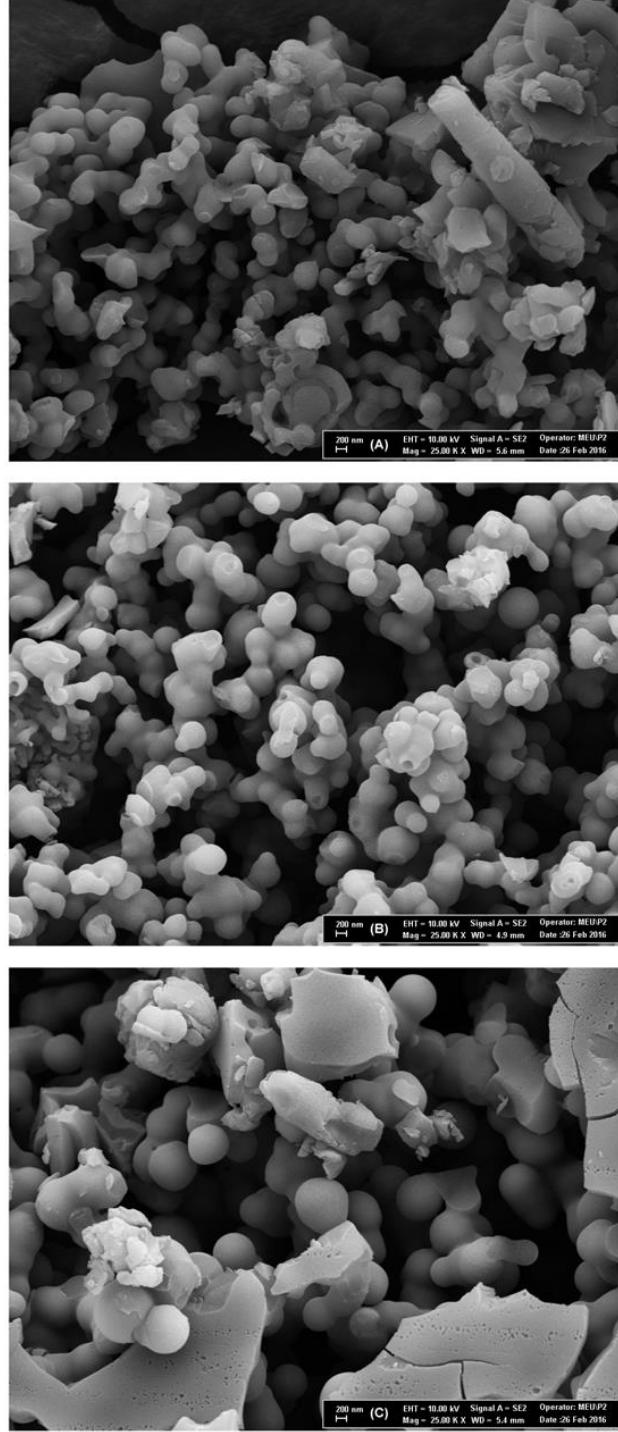
Elde edilen polimerlerin Şekil 4.7'de verilen SEM görüntülerine göre polimerin yığın ve heterojen bir yapı gösterdiği Şekil 4.7 (A)'da, kristal ve homojen bir yapı gösterdiği Şekil 4.7 (B)'de, yüksek sıcaklıkta elde edilen polimerin ise heterojen bir yapı gösterdiği Şekil 4.7 (C)'de görülmektedir. Sıcaklık değerinin 20°C'den 40°C'ye artırılması polimerdeki zincir yapısının daha belirgin şekilde ortaya çıktığını göstermiştir. Sıcaklık değerinin 40°C'den 60°C'ye artırılması zincir yapısının kısmen elde edilmesine ve heterojen bir yapının oluşmasına sebep olmuştur.



Şekil 4.5. Katekolün elektrokimyasal polimerizasyonunda elde edilen polimerin FTIR spektrumu ((A) Katekol derişimi: 6 g/L, APS derişimi: 6 g/L, Sıcaklık: 20°C; (B) Katekol derişimi: 6 g/L, APS derişimi: 6 g/L, Sıcaklık: 40°C; (C) Katekol derişimi: 6 g/L, APS derişimi: 6 g/L, Sıcaklık: 60°C))



Şekil 4.6. Katekolün elektrokimyasal polimerizasyonunda elde edilen polimerlerin SEM görüntüsü (10000x) ((A) Katekol derişimi: 6 g/L, APS derişimi: 6 g/L, Sıcaklık: 20°C; (B) Katekol derişimi: 6 g/L, APS derişimi: 6 g/L, Sıcaklık: 40°C; (C) Katekol derişimi: 6 g/L, APS derişimi: 6 g/L, Sıcaklık: 60°C)



Şekil 4.7. Katekolün elektrokimyasal polimerizasyonunda elde edilen polimerin SEM görüntüsü (25000x) ((A) Katekol derişimi: 6 g/L, APS derişimi: 6 g/L, Sıcaklık: 20°C; (B) Katekol derişimi: 6 g/L, APS derişimi: 6 g/L, Sıcaklık: 40°C; (C) Katekol derişimi: 6 g/L, APS derişimi: 6 g/L, Sıcaklık: 60°C)

4.3. KATEKOL DERİŞİMİNİN KATEKOLÜN ELEKTROKİMYASAL POLİMERİZASYONUNA ETKİSİ

Kesikli sistemde gerçekleştirilen katekolün elektrokimyasal polimerizasyonunda APS derişimi ve reaksiyon sıcaklığı sabit tutulup, farklı katekol derişimlerinde elde edilen katekol giderimi, polimer kütlesi, polimer dönüşümü ve seçimlilik değerleri Çizelge 4.3’de verilmiştir.

Çizelge 4.3. Katekol derişiminin katekolün elektrokimyasal polimerizasyonuna etkisi

Katekol (g/L)	APS (g/L)	T (°C)	Katekol giderimi (%)	Polimer Kütlesi (mg)	Polimer Dönüşümü (%)	Seçimlilik (%)
2	6	40	78,01	16,50	7,51	10,65
6	6	40	65,99	51,08	9,95	17,14
10	6	40	66,15	51,30	5,55	9,16

6 g/L APS derişiminde ve 40°C sıcaklıkta katekol derişiminin 2 g/L’den 10 g/L’ye artırılması ile katekol gideriminin %78.01’den %66.15’e, polimer dönüşümünün %7.51’den %5.55’e, seçimlilik değerinin %10.65’den %9.16’a düştüğü, polimer kütlesinin 16.5 mg’dan 51.3 mg’a arttığı Çizelge 4.3’den görülmektedir. Katekol derişiminin artırılması katekol giderim verimini azaltmıştır. Katekol derişiminin 2 g/L’den 10 g/L’ye artırılması ile seçimlilik değerinin azalması oluşan ara ürün miktarını artırmıştır.

Elde edilen polimerlerin FTIR analizleri yapılmış ve FTIR spektrumları Şekil 4.8’de sunulmuştur.

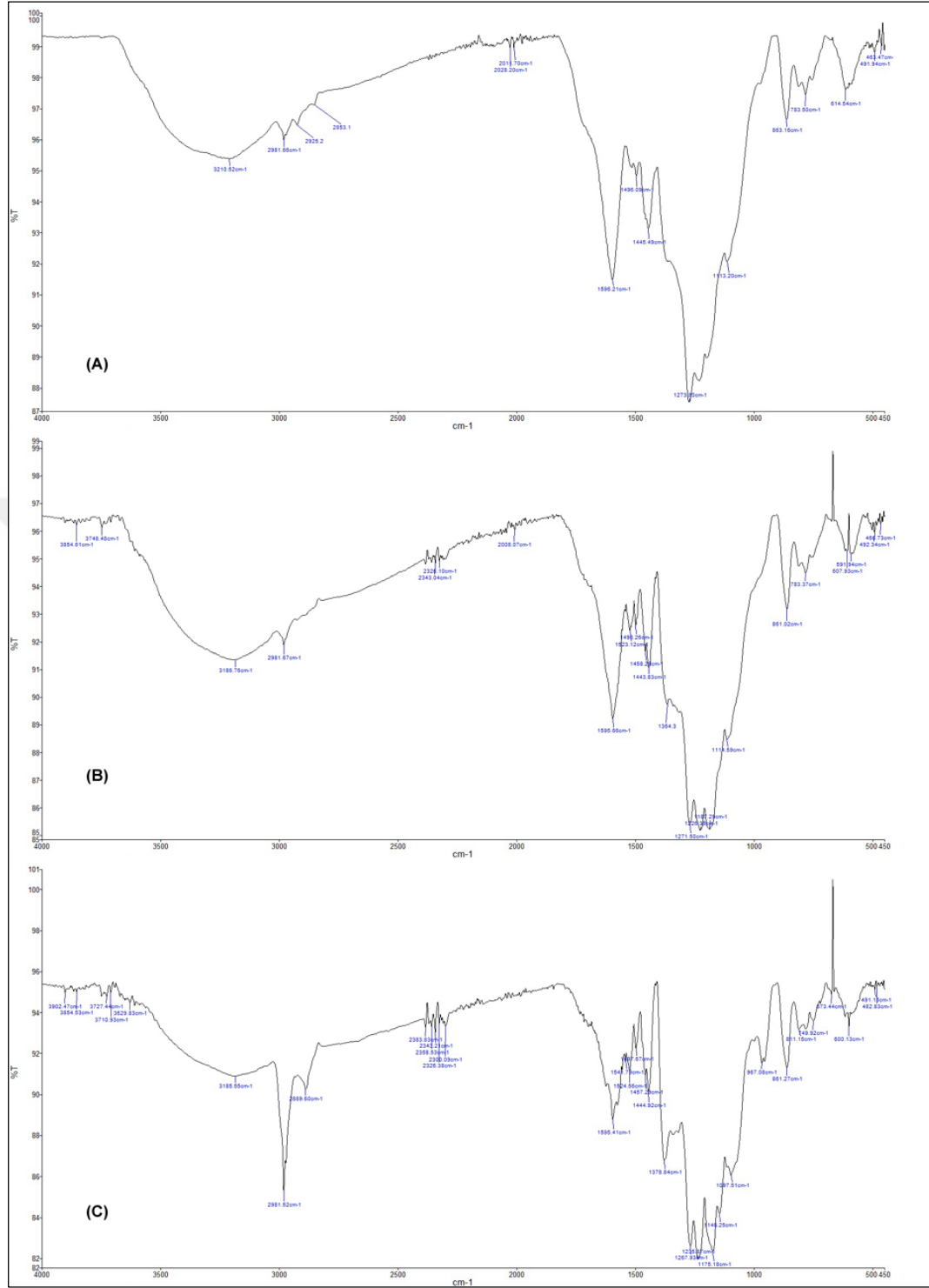
Şekil 4.8’de elde edilen polimerlerin FTIR spektrumu görülmektedir. Katekol derişiminin 2 g/L’den 10 g/L’ye artırılmasıyla 2981 cm⁻¹ görülen pikin çok keskin aşağıya doğru bir pik oluştuğu, 3900 cm⁻¹’de ve 2300 cm⁻¹’de titreşimlerin arttığı gözlenmiştir. Katekol derişiminin 2g/L’den 6 g/L’ye artırılmasıyla 2900 cm⁻¹’de görülen titreşimlerin azaldığı gözlenmiştir. Katekol derişiminin 6 g/L’den 10 g/L’ye artırılmasıyla 2300 cm⁻¹’de görülen titreşimlerin arttığı belirlenmiştir. Katekol

derişiminin 2 g/L'den 10 g/L'ye artırılması sonucu çok keskin yukarı doğru pik oluştuğu gözlenmiştir. Katekol derişiminin 2 g/L'den 6 g/L'ye artırılmasıyla 1500 cm^{-1} 'de görülen titreşimler artmıştır. Katekol derişiminin 2 g/L'den 10 g/L'ye artırılması sonucu 2921 cm^{-1} 'de görülen pik kaybolmuştur.

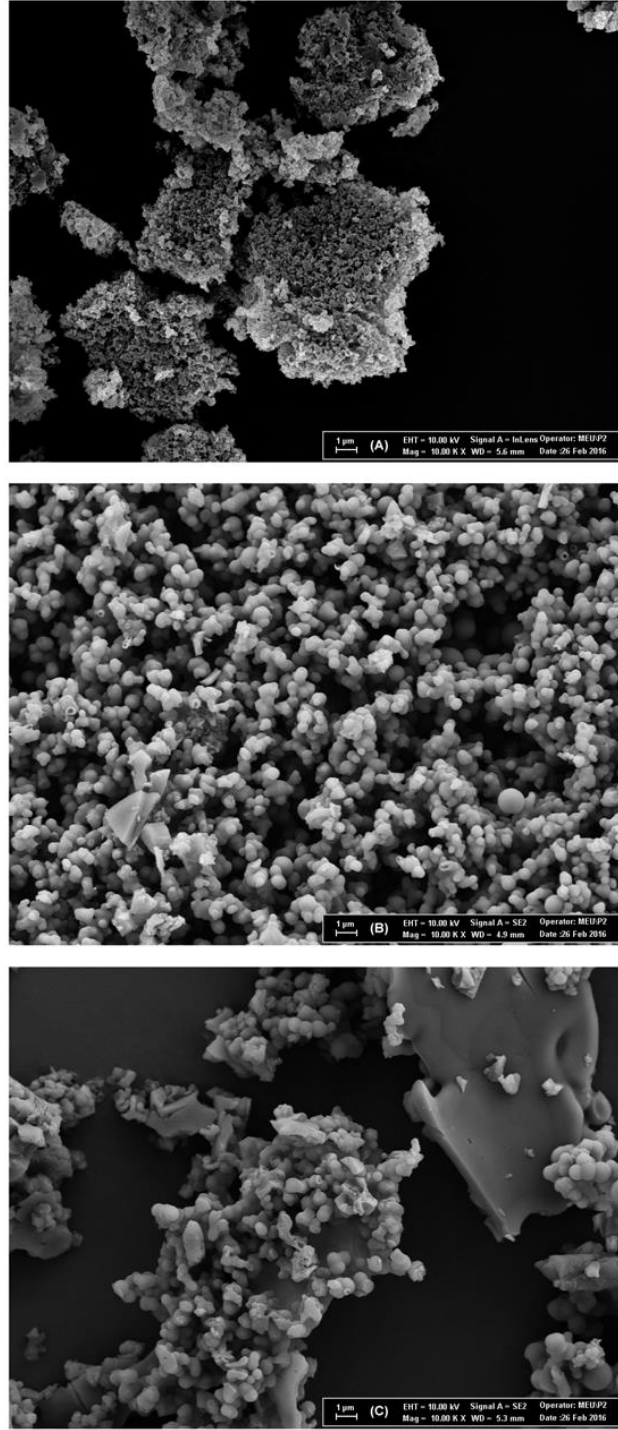
Elde edilen polimerlerin SEM analizleri yapılmış ve SEM görüntüleri farklı büyütme oranları ile Şekil 4.9'da (10000x) ve Şekil 4.10'da (25000x) sunulmuştur.

Şekil 4.9'da elde edilen polimerlerin SEM görüntüsüne göre Şekil 4.9 (A)'da yığın biçiminde, heterojen bir yapı görülmüştür. Katekol derişiminin 2 g/L'den 6 g/L'ye artması sonucu Şekil 4.9 (B)'de oluşan polimerin zincir yapısı görülmeye başlanmıştır. Katekol derişiminin 6 g/L'den 10 g/L'ye artması sonucu polimerin zincir yapısı bozulmuş ve heterojen bir yapı elde edilmiştir.

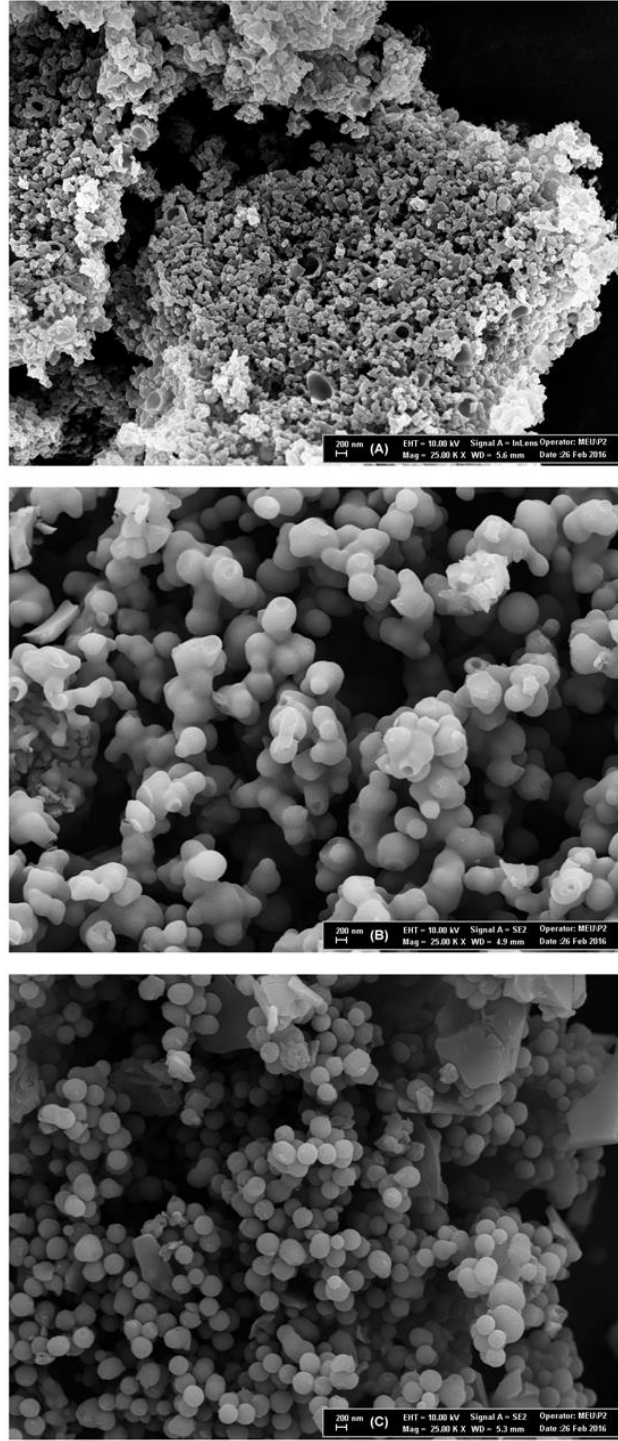
Elde edilen polimerlerin Şekil 4.10'da verilen SEM görüntülerine göre heterojen ve yığın şeklinde bir yapı gösterdiği Şekil 4.10 (A)'da, polimer zincirinin görülmeye başladığı Şekil 4.10 (B)'de, yüksek katekol derişiminde elde edilen polimerin yine heterojen bir yapıda olduğu Şekil 4.10 (C)'de görülmektedir.



Şekil 4.8. Katekolün elektrokimyasal polimerizasyonunda elde edilen polimerlerin FTIR spektrumu ((A) Katekol derişimi: 2 g/L, APS derişimi: 6 g/L, Sıcaklık: 40°C; (B) Katekol derişimi: 6 g/L, APS derişimi: 6 g/L, Sıcaklık: 40°C; (C) Katekol derişimi: 10 g/L, APS derişimi: 6 g/L, Sıcaklık: 40°C)



Şekil 4.9. Katekolün elektrokimyasal polimerizasyonunda elde edilen polimerlerin SEM görüntüsü (10000x) ((A) (Katekol derişimi: 2 g/L, APS derişimi: 6 g/L, Sıcaklık: 40°C) ; (B) (Katekol derişimi: 6 g/L, APS derişimi: 6 g/L, Sıcaklık: 40°C) ; (C) (Katekol derişimi: 10 g/L, APS derişimi: 6 g/L, Sıcaklık: 40°C)



Şekil 4.10. Katekolün elektrokimyasal polimerizasyonunda elde edilen polimerlerin SEM görüntüsü (25000x) ((A) (Katekol derişimi: 2 g/L, APS derişimi: 6 g/L, Sıcaklık: 40°C) ; (B) (Katekol derişimi: 6 g/L, APS derişimi: 6 g/L, Sıcaklık: 40°C) ; (C) (Katekol derişimi: 10 g/L, APS derişimi: 6 g/L, Sıcaklık: 40°C)

4.4. İŞLETİM PARAMETRELERİNİN CEVAP YÜZEY YÖNTEMİ İLE OPTİMİZASYONU

Cevap yüzey yönteminin uygulandığı, Design-Expert® 9.0 istatistiksel yazılımı kullanılarak planlanan kesikli sistem deneyleri sonucunda, katekol derişimi, APS derişimi ve sıcaklık işletim parametrelerinin etkileri belirlenmiştir.

Optimizasyon çalışmalarında elde edilen ikinci derece modellerin yaklaşım fonksiyonu eşitliklerinde (Eşitlik 4.1-4.3) y_1 , y_2 , y_3 sırasıyla katekol giderimi, polimer dönüşümü, seçimlilik değerini belirtmektedir. Eşitlik 4.1-4.3'te x_1 , x_2 , x_3 parametreleri sırasıyla katekol derişimi, APS derişimi, sıcaklığı tanımlamaktadır.

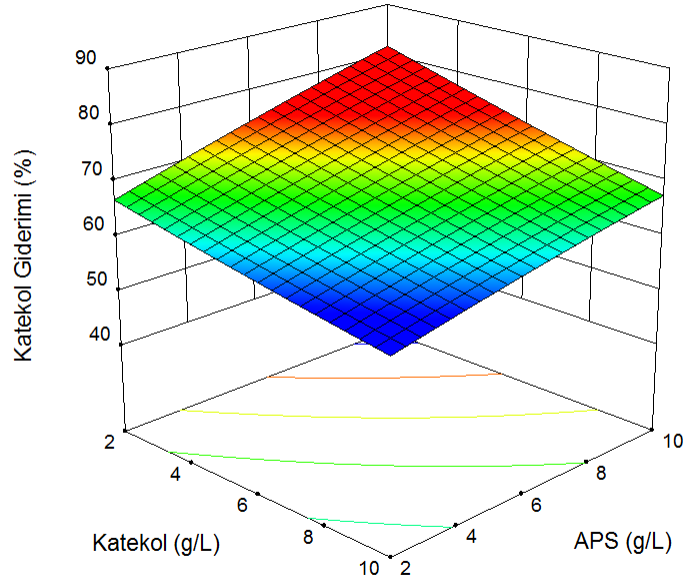
4.4.1. Katekol Giderimi için Cevap Yüzey Modeli

Katekolün elektrokimyasal polimerizasyonunda katekol giderimi için elde edilen yaklaşım fonksiyonu Eşitlik 4.1'de verilmiştir.

$$y_1 = +50,82895 - 6,52937x_1 - 4,48652x_2 + 0,99988x_3 - 0,082195 x_1x_2 + 0,13293x_1x_3 - 0,053507x_2x_3 + 0,018590x_1^2 - 0,024543x_2^2 - 0,024543x_3^2 \quad (4.1)$$

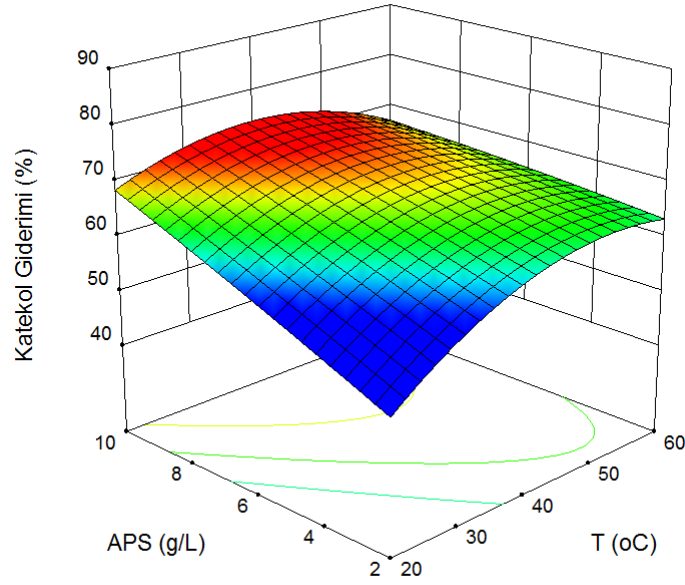
Katekol giderimi için cevap yüzey modelinin R^2 ve R^2_{adj} değerleri sırasıyla 0,7865 ve 0,4021 olarak hesaplanmıştır.

Katekol derişiminin ve APS derişiminin katekol giderimine etkisi Şekil 4.11'de verilmiştir. Katekol derişimi sabitken APS derişimi artışı ile katekol gideriminin arttığı gözlenmiştir. Deneysel çalışmada en yüksek katekol giderimi APS derişimi 8-10 g/L ve katekol derişimi 2-4 g/L değerlerinde %81 olarak belirlenmiştir.



Şekil 4.11. Katekol derişimi ve APS derişiminin katekol giderimine etkisi (Reaksiyon sıcaklığı: 40°C)

Şekil 4.12’de APS derişimi ve reaksiyon sıcaklığının katekol giderimine etkisi görülmektedir. Sıcaklık sabitken APS derişimi artırıldığında katekol gideriminin arttığı APS derişimi sabitken sıcaklık artırıldığında katekol gideriminin arttığı gözlenmiştir. Deneysel çalışmada reaksiyon sıcaklığı 30-40°C ve 8-10 g/L APS derişiminde en yüksek katekol giderimi %72 olarak belirlenmiştir.



Şekil 4.12. APS derişimi ve reaksiyon sıcaklığının katekol giderimine etkisi (Katekol derişimi: 6 g/L)

4.4.2. Polimer Dönüşümü için Cevap Yüzey Modeli

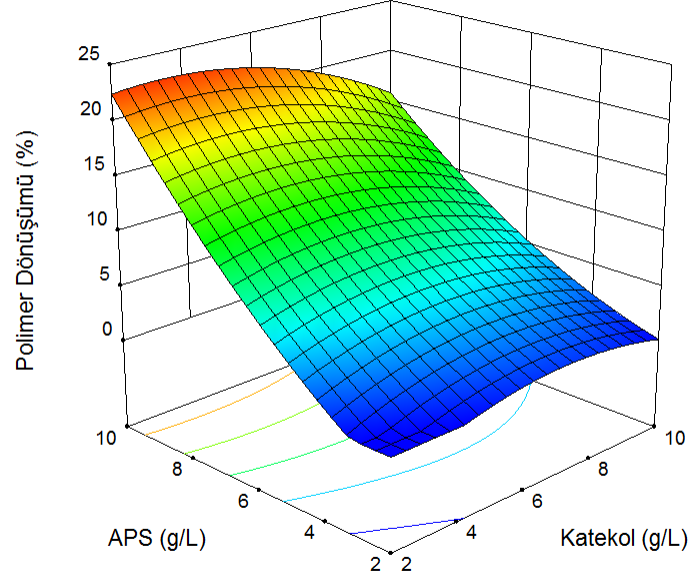
Katekolün elektrokimyasal polimerizasyonunda polimer dönüşümü için elde edilen yaklaşım fonksiyonu Eşitlik 4.2’de verilmiştir.

$$y_2 = -2,32718 + 2,22104x_1 + 1,43082x_2 - 1,43082x_2 - 0,30556x_3 - 0,14109x_1x_2 + 4,72121 \times 10^{-3} x_1x_3 + 0,010021x_2x_3 - 0,15069x_1^2 + 0,13001x_2^2 + 2,65945 \times 10^{-3} x_3^2 \quad (4.2)$$

Polimer dönüşümü için cevap yüzey modelinin R^2 ve R^2_{adj} değerleri sırasıyla 0,9907 ve 0,9738 olarak hesaplanmıştır.

Şekil 4.13’de APS derişimi ve katekol derişiminin polimer dönüşümüne etkisi görülmektedir. Katekol derişimi sabitken APS derişimi artırıldığında polimer dönüşümü artmıştır. APS deneylerde başlatıcı olarak kullanılmıştır ve başlatıcı miktarının artması oluşan polimer zincir uzunluğunu artırmakta ve dolayısıyla oluşan polimer miktarını (dönüşümünü) da artırmaktadır. En yüksek polimer dönüşümü 2-4

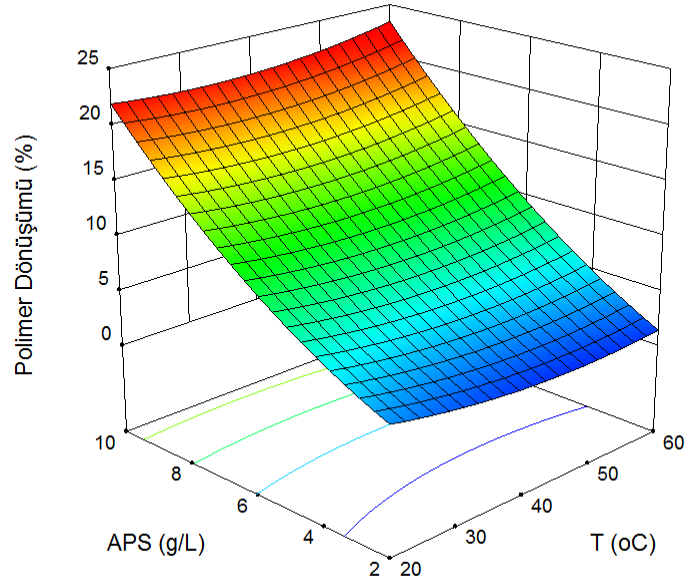
g/L katekol derişiminde, 9.5-10 g/L APS derişiminde %22 olarak elde edilmiştir. APS derişimi sabitken katekol derişimi artırıldığında polimer dönüşümü artmıştır.



Şekil 4.13. APS derişimi ve katekol derişiminin polimer dönüşümüne etkisi (Reaksiyon sıcaklığı: 40°C)

Kuramitz vd. (2004), bisfenol A'nın anodik polimerizasyonla giderimini araştırmış ve elektrot olarak karbon fiber, elektrolit olarak sodyum sülfat kullanmışlardır. Araştırmacılar elektrolit derişiminin artırılması ile fenol gideriminin arttığını belirlemişlerdir.

APS derişimi ve reaksiyon sıcaklığının polimer dönüşümüne etkisi Şekil 4.14'de görülmektedir. APS deneylerde başlatıcı olarak kullanılmış ve başlatıcı miktarının artması oluşan polimer zincir uzunluğunu artırıp oluşan polimer miktarının artmasını da sağlamıştır.



Şekil 4.14. APS derişimi ve reaksiyon sıcaklığının polimer dönüşümüne etkisi (Katekol derişimi: 6 g/L)

Tahar vd. (2009 b), fenolün elektrokimyasal polimerizasyonunu sulu çözeltilerde Ta/PbO₂ anot kullanarak gerçekleştirmişler ve farklı sıcaklık değerlerinin polimer dönüşümü üzerine etkisini incelemiştir. Deneysel çalışmalarda 25°C, 35°C, 50°C ve 65°C sıcaklık koşullarında polimer dönüşümünü sırasıyla %19, %19, %28 ve %38 olarak elde etmişlerdir.

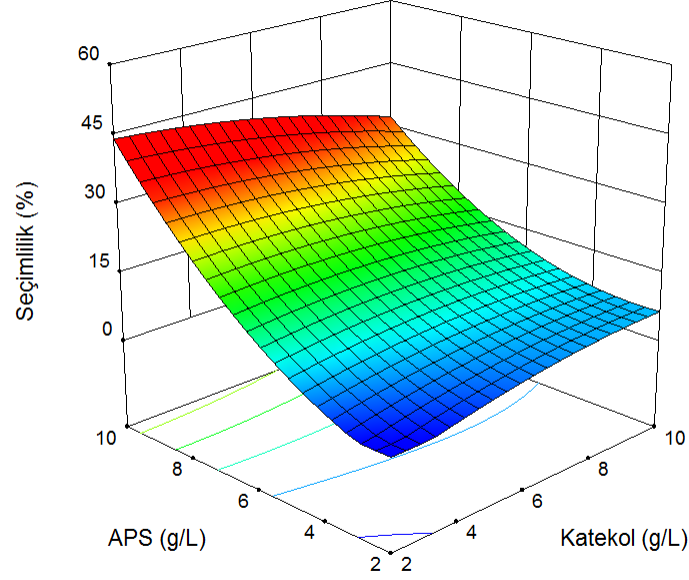
4.4.3. Seçimlilik için Cevap Yüzey Modeli

Katekolün elektrokimyasal polimerizasyonunda seçimlilik için elde edilen yaklaşım fonksiyonu Eşitlik 4.3'de verilmiştir.

$$y_3 = -2,97632 + 7,85041x_1 - 0,39056x_2 - 0,81201x_3 - 0,32045x_1x_2 - 0,11493x_1x_3 + 0,030313x_2x_3 - 0,12644x_1^2 + 0,46950x_2^2 + 0,015633x_3^2 \quad (4.3)$$

Seçimlilik için cevap yüzey modelinin R² ve R²_{adj} değerleri sırasıyla 0,9764 ve 0,9340 olarak hesaplanmıştır.

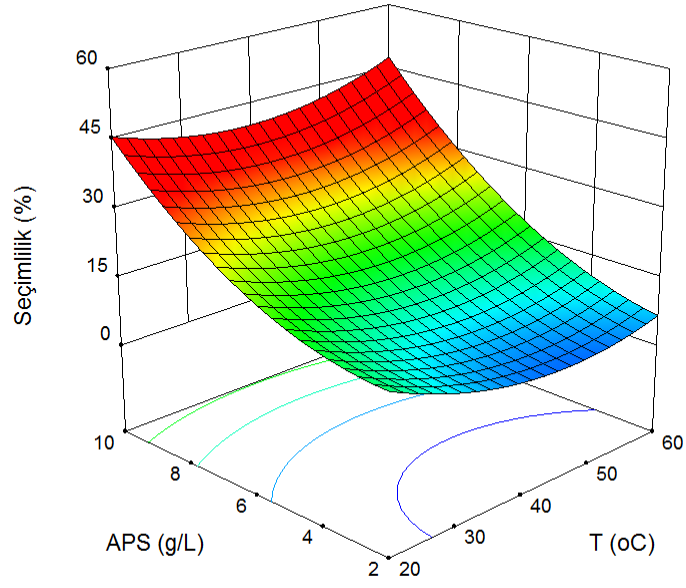
Şekil 4.15’de katekol derişimi ve APS derişiminin seçimliliğe etkisi görülmektedir.



Şekil 4.15. Katekol derişiminin ve APS derişiminin seçimliliğe etkisi (Reaksiyon sıcaklığı: 40°C)

En yüksek seçimlilik değeri 2-4 g/L katekol derişiminde 9.5-10 g/L APS derişiminde %45 olarak elde edilmiştir.

Şekil 4.16’da APS derişimi ve reaksiyon sıcaklığının seçimliliğe etkisi görülmektedir. En yüksek seçimlilik değeri 20-30°C sıcaklıkta ve 9-10 g/L APS derişiminde %45 olarak elde edilmiştir. Sıcaklık değeri sabitken APS derişimi artırıldığında seçimlilik değeri artmış; APS konsantrasyonu sabitken sıcaklık artırıldığında seçimlilik değeri azalmıştır.



Şekil 4.16. APS derişimi ve deney sıcaklığının seçimliliğe etkisi (Katekol derişimi: 6 g/L)

Şekil 4.11-4.16'da elde edilen verilerin değerlendirilmesi sonucunda katekolün yüksek derişimli sulu çözeltilerden elektrokimyasal polimerizasyon ile giderilmesi için optimum işletim koşulları 4 g/L katekol derişimi, 9.5 g/L APS derişimi ve 30°C reaksiyon sıcaklığı olarak belirlenmiştir.

5. SONUÇLAR VE ÖNERİLER

Fenol türevlerinden olan katekol plastik, kimya endüstrisi, boya ve fotoğrafçılık sektöründe sıklıkla kullanılmaktadır. Katekolün su içindeki konsantrasyonun çok düşük düzeyde bulunması bile olması hem çevre kirliliğine sebep olmakta hem de suda yaşayan canlılara ve ekosisteme önemli derecede zararlar vermektedir.

Bu çalışmada, toksik bir bileşik olan fenol türevi katekolün atıksulardan elektrokimyasal polimerizasyonla giderimi amaçlanmıştır. Çalışma kesikli bir reaktörde, başlatıcı olarak amonyum persülfat (APS) elektrolit varlığında gerçekleştirilmiştir. Katekol başlangıç derişimi, elektrolit derişimi ve reaksiyon sıcaklığı işletim parametrelerinin katekol giderimi, seçicilik, elde edilen polimer kütlesi ve polimer dönüşümü üzerindeki etkileri incelenmiştir.

- Çalışmada çalışma elektrodu olarak karbon, referans elektrot olarak Ag/AgCl, yardımcı elektrot olarak platin kullanılmıştır.
- Katekolün elektrokimyasal polimerizasyonu sonucu sentezlenen polimerin FTIR ve SEM analizi ile karakterizasyonu yapılmıştır.
- FTIR spektrumlarında APS derişiminin azaltılması ile katekole ait –OH grubunun genişliğinde azalma gözlenmiş, 1611 cm^{-1} 'de görülmesi gereken C=C bağına ait pik gözlenmemiş, 3800 cm^{-1} 'de titreşimler gözlenmiştir. Katekol derişiminin 2 g/L'den 10 g/L'ye artmasıyla 3000 cm^{-1} 'de çok keskin bir pik ortaya çıkmış, 3900 cm^{-1} 'de ve 2300 cm^{-1} 'de görülen titreşimler artmıştır. Katekol derişiminin 2 g/L'den 6 g/L'e artmasıyla 2900 cm^{-1} 'de görülen titreşimler ise azalmıştır. Reaksiyon sıcaklığının 20°C'den 40°C'ye artırılmasıyla 2900 cm^{-1} 'de yeni piklerin oluştuğu gözlenmiştir. Reaksiyon sıcaklığının 40°C'den 60°C'ye artırılmasıyla 3400 cm^{-1} 'de görülen OH pikinin daha şiddetli oluştuğu belirlenmiştir. Reaksiyon sıcaklığının 20°C'den 40°C'ye artmasıyla 3000 cm^{-1} 'de görülen titreşimlerin azaldığı gözlenmiştir. Sıcaklık değerinin 20°C'den 40°C'ye artışı ile 700 cm^{-1} 'de yukarı doğru pik

oluştugu; bu pikin reaksiyon sıcaklığının 40°C'den 60°C'ye çıkmasıyla şiddetinin arttığı belirlenmiştir.

- SEM görüntülerinde APS derişiminin artmasıyla kristal ve heterojen bir yapıdan polimerik yapı elde edildiği, sıcaklık değerinin artmasıyla polimerlerin yığın ve heterojen bir yapıdan homojen bir yapıya geçtiği, katekol derişiminin artmasıyla yine heterojen bir yapıya geçtiği belirlenmiştir.
- EDX analiz sonuçlarına göre elde edilen polikatekolün %72-77 C ve %17-19 O atomlarından oluştuğu belirlenmiştir.
- Katekolün elektrokimyasal polimerizasyonunda katekol derişimi sabitken amonyum persülfat konsantrasyonu artırıldığında katekol gideriminin azaldığı, katekol derişimi ve sıcaklık değeri sabitken APS derişiminin artırılması ile katekol giderimi, polimer kütlesini, polimer dönüşümü ve seçimlilik değerlerinin arttığı belirlenmiştir. Katekol ve APS derişimi sabitken sıcaklık değerinin artırılması ile katekol gideriminin arttığı, seçimlilik değerinin ise azaldığı belirlenmiştir.
- Design-Expert[®] istatistiksel tasarım programı kullanılarak planlanan kesikli sistem deneyleri sonucunda, katekol derişimi, APS derişimi ve reaksiyon sıcaklığı işletim koşulları karşılaştırıldığında katekol giderimi >%75, polimer dönüşümü >%20 ve seçimlilik değeri >%25 olan bölge seçilmiştir. Bu bölgede optimum deney koşulları katekol derişimi 4 g/L, amonyum persülfat (APS) derişimi 9.5 g/L ve reaksiyon sıcaklığı ise 30°C olarak belirlenmiştir.

Bu tez kapsamında elde edilen sonuçlardan yüksek derişimli katekolün atıksulardan uzaklaştırılmasında elektrokimyasal polimerizasyon yönteminin başarılı olduğunu belirlenmiştir. Bu çalışmanın sonuçlarından yüksek derişimlerde bulunan katekolü sulu çözeltilerden uzaklaştırmak ve çevre kirliliğini önlemek amacıyla tasarlanacak bir elektrokimyasal polimerizasyon prosesinin umut verici olacağı öngörülebilir.

KAYNAKLAR

- Abburi, K. "Adsorption of phenol and p-chlorophenol from their single and bisolute aqueous solutions on Amberlite" XAD-16 resin, *J. Hazard. Mater.* 105,143–156, (2003).
- Aghapour, A. A., Gholamreza, M. and Kamyar, Y., "Degradation and COD removal of catechol in wastewater using the catalytic ozonation process combined with the cyclic rotating-bed biological reactor" *Journal of Environmental Management* 157, 262-266, (2015).
- Aksu, Z. and Yener, J., "A comparative adsorption/biosorption study of mono chlorinated phenols onto various sorbents." *Waste Manage* 21: 695–702, (2001).
- Aktaş, N. and Tanyolaç, A., "Kinetics of laccase-catalyzed oxidative polymerization of catechol" *Journal of Molecular Catalysis B: Enzymatic* 22, 61–69, (2003a).
- Aktaş, N. and Tanyolaç, A., "Reaction conditions for laccase catalyzed polymerization of catechol" *Bioresource Technology* 87, 209–214, (2003b).
- Aktaş, N., "Optimization of biopolymerization rate by response surface methodology (RSM)" *Enzyme and Microbial Technology* 37, 441–447, (2005).
- Al-Asheh, S., Banat, F. and Abu-Aitah, L., "Adsorption of phenol using different types of activated bentonites", *Sep. Purif. Technol.* 33, 1–10, (2003).
- Ali, A. and Saeed, K. "Phenol removal from aqueous medium using chemically modified banana peels as low-cost adsorbent", (2015).
- Al-Muhtaseb, A. H. and Khraisheh, M., "Photocatalytic removal of phenol from refinery wastewater: Catalytic activity of Cu-doped titanium dioxide", *Journal of Water Process Engineering* 8, 82–90, (2015).
- Asfour, H.M., Fadali, O.A., Nassar, M.M. and El-Geundi, M.S., "Equilibrium studies on adsorption of basic dyes on hardwood", *J. Chem. Technol. Biotechnol.* 35A, 21–27, (1985).
- Asıldığ, M. "Laktik Asitin Fizikokimyasal Özelliklerinin Belirlenmesi" Çukurova Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Yüksek Lisans Tezi, 21 s., (2006).
- Aydoğan, H. "Bazı Antibiyotiklerin Voltametrik Davranışlarının İncelenmesi ve

Kantitasyon Koşullarının Belirlenmesi, Adnan Menderes Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, 5 s., (2014).

Bao, L., Rongchun, X. and Gang, W., "Electrochemical polymerization of phenol on 304 stainless steel anodes and subsequent coating structure analysis" *Electrochimica Acta* 55, 4030–4038, (2010).

Barros, L., Macedo, G., Netto, W. and Becerra, M., "Phenol removal by biological and photochemical–biological processes", *Afinidad* 60, 568–572, (2003).

Batır, G.G., "3-[(2,5-Dimetil-4-Brom)Fenil] Tiyofenin Elektrokimyasal Polimerizasyonu, Karakterizasyonu ve Glikoz Biyosensörü Olarak Geliştirilmesi" Süleyman Demirel Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Yüksek Lisans Tezi, 16 s., (2009).

Bertin, L., Ferri, F., Scoma, A., Marchetti, L. and Fava, F., "Recovery of high added value natural polyphenols from actual olive mill wastewater through solid phase extraction", *Chem. Eng. J.* 171, 1287–1293, (2011).

Beşergil, B., "Polimer Kimyası, Gazi Kitabevi, Ankara, 470 s., (2003).

Bukowska, B. and Kowalaska, S., "Phenol and catechol induce prehemolytic and hemolytic changes in human erythrocytes", *Toxicol. Lett.* 152, 73–84, (2004).

Caetano, M., Valderrama, C., Farran, A. and Cortina, J. L., "Phenol Removal from Aqueous Solution by Adsorption and Ion Exchange Mechanisms onto Polymeric Resins," *Journal of Colloid and Interface Science*, Vol. 388, No. 2, pp. 402-409, (2009).

Capestany, G. J. , McDaniels, J., and Opgrande, J. L., "The influence of Sulfate on the Biological Treatment of Phenol-Benzaldehyde Wastes," paper presented at the 48th Annual Water Pollution Control Federation Meeting, Miami Beach, FL (1975).

Cavalieri, E. L. and Li, K. M., "Catechol *ortho*-quinones: the electrophilic compounds that form depurinating DNA adducts and could initiate cancer and other diseases", *Carcinogenesis* 23, 1071–1077, (2003).

Cawley, W., *Treatability Manual*, vol. III. "Technologies for Control Removal of Pollutants", USEPA 600-8-80-0420, (1980).

Costa, C. and Rodrigues, A., Part I. "Phenol adsorption on polymeric adsorbents", *AIChE J.* 31, 1645–1654, (1985).

- Cruz, G.J., Morales, J., Ortega, M.M.C. and Olayo, R., "Synthesis of polyaniline films by plasma polymerization", *Synthetic Metals*, 88, 3: 213-218, (1997).
- Çaylak, E. "Ucuz Adsorban Kullanımıyla sulardan Cr(vi), Fenol ve Boyar Maddelerin Uzaklaştırılması", *Ege Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Yüksek Lisans Tezi*, 7 s., (2007).
- Çekirdek, P. "Voltametrik Metotlarla Ditiyofosfonat Anyonlarının Elektrokimyasal Davranışlarının İncelenmesi", *Ankara Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Doktora Tezi*, 8 s., (2005).
- Dabrowski, A., Podkoscilny, P., Hubicki, M. and Barczak, M., *Chemosphere* 58,1049, (2005).
- Demirbüken, P. "Resorsinolün Elektrokimyasal Degradasyonunun İncelenmesi" *Mersin Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Yüksek Lisans Tezi*, 23 s., (2013).
- Dinçyürek, Ö. "Termik Santral Uçucu Kül Tiplerinin Atıksulardaki Fenolün Adsorpsiyon Yöntemi İle Giderim Etkinliklerinin Karşılaştırılması", *Çukurova Üniversitesi Fen bilimleri Enstitüsü, Yüksek Lisans Tezi*, 9 s., (2006).
- Dou, J. L., *Occupational Medicine*, Prentice-Hall International, Inc., USA, (1990).
- Escalona, I., Grooth, J., Font, J. and Nijmeijer, K. "Removal of BPA by enzyme polymerization using NF membranes" *Journal of Membrane Science* 468,192–201, (2014).
- Fan, C., Sun, Y., Min, Y., Hao, X., Li, X. and Li, F., "Photocatalytic degradation of phenol in aqueous solution using TiO₂/Ti thin film photocatalyst", *Trans. Nonferr. Met. Soc. China* 13, 1008–1012, (2003).
- Feng, J., Kai, Q., Liangyu, P., Junping, L. and Shulian, X., "Using activated carbon prepared from *Typhaorientalis* Preslto remove phenol from aqueous solutions", (2015).
- Freeman, H. M., "Standard Handbook of Hazardous Waste Treatment and Disposal", 2nd ed., McGrawhill, New York, 105 s., (1995).
- Fletcher, G. W., Thomas, S. H., and Cross, D. E.. "Development and Operation of a

Closed Wastewater System for the Fiberglass Industry, ''paper presented at the 45th Annual Water Pollution Control Federation Meeting, Atlanta, GA, (1972).

Hao, O., Kim, J., H. and Chiang, P. C., "Decolorization of Wastewater", *Crit. Rev. Environ. Sci. Technol.*, Vol. 30, 449- 505, (2000).

Hao, Q., Kulikov, V., and Mirsky, V.M., "Investigation of contact and bulk resistance of conducting polymers by simultaneous two- and four-point technique'', *Sensors and Actuators B: Chemical*, 94, 3: 352-357, (2003).

Hamamoto, K., Hidetaka, K., Keisuke, O. and Katsutoshi, I. "Polymerization of phenol derivatives by the reduction of gold ions to gold metal'' *Reactive & Functional Polymers* 69, 694–697, (2009).

Hou, C. H., Huang, S.C., Huang, P.H.C. and Walter, D., "Removal of bisphenol A, from aqueous solutions by electrochemical polymerization on a carbon aerogel electrode'' ,*Journal of the Taiwan Institute of Chemical Engineers* 51,103–108, (2015).

Ishtchenko, V.V., Huddersman, K.D. and Vitkovskaya, R.F., Tereschchenko, L.Y., Romanova, E.P. and Rumynskaya, I.G. "A novel catalytic system for the oxidative destruction of toxic organic compounds in industrial wastewaters'' *Water Environ. J.*, 17(1), 13–18, (2003).

Irons, R.D., "Quinones as toxic metabolite of benzene'', *J. Toxicol. Environ. Health* 16 673–678, (1985).

Jorgensen, S. E., "Recovery of Phenols from Industrial Wastewater, ''*Prog. Water Technol.* 8, 65-79, (1976).

Juang, R., Wu, F. and Tseng, R., "Adsorption isotherms of phenolic compounds from aqueous solutions onto activated carbon fibers'', *J. Chem. Eng. Data* 41, 487–492, (1996).

Juang R. S. and Shiau, J., "Adsorption isotherms of phenols from water onto macroreticular resins'', *J. Hazard. Mater.* 70,171–183, (1999).

Kaletka, J., "Removal of phenol from aqueous solution by adsorption'', *Can. J. CivilEng.*33, 546-551, (2006).

- Kavitha, V. and Palanivelu, K., ‘‘The role of ferrous ion in fenton and photo fenton process for degradation of phenol’’, *Chemosphere* 55, 1235–1243, (2004).
- Kuramitz, H., Jun, S., Toshiaki, H. and Shunitz, T.,’’ Electrochemical removal of p-nonylphenol from dilute solutions using a carbon fiber anode’’, *Water Research* 36,3323–3329, (2002).
- Kuramitz, H., Minako, M. and Shunitz, T.,’’ Electrochemical removal of bisphenol A based on the anodic polymerization using a column type carbon fiber electrode’’, *Water Research* 38,2331–2338, (2004).
- Ku, Y., Lee, K. and Wang, W., ‘‘Removal of phenols form aqueous solutions by purolite A-510 resin’’, *Sep. Sci. Technol.* 39,911–923, (2004).
- Ku Y. and Lee, K. C., ‘‘Removal of phenol from aqueous solutions by XAD-4 resin’’, *J. Hazard. Mater.* 80,59–68, (2000).
- Laranjeira, J.M.G., Azevedo, De, W.M. and Araujo, De, M.C.U.’’ A Conductimetric System Based on Polyaniline for Determination of Ammonia in Fertilizers’’, *Analytical Letters*, 30, 12: 2189 – 2209, (1997).
- Lazarova, Z. and Boyadzhieva, S., ‘‘Treatment of phenol-containing aqueous solutions by membrane-based solvent extraction in coupled ultrafiltration modules’’, *Chem. Eng. J.* 100,129–138, (2004).
- Lewis, R. J. , Jr *Hawley’s Condensed Chemical Dictionary*, 12th Ed., New York, Van Nostrand Reinhold, 981 s., (1993).
- Lee J., W. Shim, J. Ko and Moon, H., ‘‘Adsorption equilibria, kinetics, and column dynamics of chlorophenols on a nonionic polymeric sorbent’’, *XAD-1600, Sep. Sci. Technol.* 39,2041–2065, (2004).
- Liu, J. Z., Hai, Y. S., Li-Ping Weng, Liang-Nian Ji’’ Increased thermostability and phenol removal efficiency by chemical modified horseradish peroxidase’’ *Journal of Molecular Catalysis B: Enzymatic* 18, 225–232, (2002).
- Liu, Y., Manglai, G., Zheng, G., Zhongxin, L., Yage, Y. and Laifu, L. ’’ Comparison between the removal of phenol and catechol by modified montmorillonite with two novel hydroxyl-containing Gemini surfactants’’ *Journal of Hazardous Materials* 267, 71– 80, (2014).
- Masuda, M., Akihiko, S. and Mikio, S.,’’Effect of reaction conditions on

phenol removal by polymerization and precipitation using *Coprinus cinereus peroxidase*” *Enzyme and Microbial Technology*, 295–300, (2001).

Mohammadzadeh, J.S.S., Khoshfetrat, A.B. and Kaynejad, M.A.,” Pilot scale system for removal of phenol in phenolic wastewater of olefin plant”, *Institution of Chemical Engineers Trans IChemE, Part B*, September (2004).

Myers, R.H. and Montgomery, D.C., *Response Surface Methodology: Process and Product Optimization Using Design Experiments*, John Wiley ve Sons, New York, İkinci Basım, 798s., (2002).

Ortega, M. D., Víctor, J. M., Ochando, P., Godaifa, H. and Martínez, A. F., “Final purification of synthetic olive oil mill wastewater treated by chemical oxidation using ion exchange: study of operating parameters”, *Chem. Eng. Process.* 85, 241–247, (2014).

Özbelge, T., Özbelge, Ö. and Baskaya, S., “Removal of phenolic compounds from rubber textile wastewaters by physicochemical methods”, *Chem. Eng. Process.* 41, 719–730, (2002).

Phutdhawong, W., Chovrwanoponpohn, S. and Buddhasukh, D., “Electrocoagulation and subsequent recovery of phenolic compounds”, *Anal. Sci.* 16, 1083–1084, (2000).

Roonasi, P. and Azam, Y. N., “A comparative study of a series of ferrite nanoparticles as heterogeneous catalysts for phenol removal at neutral pH”, (2016).

Roostaei, N. and Tezel, F. H., “Removal of Phenol from Aqueous Solutions by Adsorption”, *J. Environ. Manage.*, Vol. 70, 157-164, (2004).

Saçak, M., “*Polimer Kimyası*, Gazi kitabevi, 2nd ed., Ankara, 485 s., (2002).

Saravanan, P., Pakshirajan, K. and Saha, P., “Biodegradation of phenol and m cresol in a batch and fed batch operated internal loop airlift bioreactor by indigenous mixed microbial culture predominantly *Pseudomonas* sp”. *Bioresource Technology* 99, 8553–8558, (2008).

Schweigert, N., Alexander, J., Zehnder, J. and Eggen, R., “Chemical properties of catechols and their molecular modes of toxic action in cells from microorganisms to mammals”, *Environ. Microbiol.* 3, 81–91, (2001).

Schie, V. P.M. and Young, L.Y., “Biodegradation of phenol: mechanisms and applications. *Bioremediation* “*Journal* 4(1), 1–18, (2000).

Schumaker, T. P., and Zanitsch, R. H.. ”Physical/Chemical Treatment: A Solution Control to a Complex Waste Problem, ”paper presented at at the 45th Annual Water Pollution Control Federation Meeting, Atlanta, GA, (1972).

- Shakir, K., Ghoneimy, H. F., Elkafrawy, A. F., Beheir, G. and Refaat, M.,'' Removal of catechol from aqueous solutions by adsorption onto organophilic-bentonite'' *Journal of Hazardous Materials* 150, 765–773, (2008).
- Singh, N. and Balomajumder, C.,''Simultaneous removal of phenol and cyanide from aqueous solution by adsorption onto surface modified activated carbon prepared from coconut shell''*Journal of Water Process Engineering* 9, 233–245, (2016).
- Soğancı, T. '' Ferrosenil Ditiyofosfonat İçeren İletken Polimerlerin Sentezi ve Biyosensör Uygulamaları'' Pamukkale Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Yüksek Lisans Tezi, 14 s., (2014).
- Sokol, W., ''Oxidation of Phenol by P. Putida'', *Biotech. Bioeng.*, 32: 1065-1075, (1986).
- Sönmez, S. '' Klorür Katkılı Poliprolün Eser Düzeydeki Bakırın Katı Faz Ekstraksiyonunda Kullanımı'' Pamukkale Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Yüksek Lisans Tezi, 10 s., (2010).
- Şen, S.''' Tetra Sodyum ; 3-[[4-[[4-[6- Amino- 1- Hidroksi -3 –Sülfonato-2 Naftilazo)]- 6-Sülfonato-1-Naftil]Azo] Naftalin-1,5 Disülfonat (Direct Blue 71)'in Elektrokimyasal İndirgenme Davranışının Belirlenmesi'', Giresun Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Yüksek Lisans Tezi, 4 s., (2014.)
- Tahar, N. B. and Saval, A.,''Electropolymerization of phenol on a vitreous carbon electrode in alkaline aqueous solution at different temperatures''*Electrochimica Acta* 55, 465–469, (2009 a).
- Tahar, N. B. and Savall, A.,'' Electrochemical removal of phenol in alkaline solution. Contribution of the anodic polymerization on different electrode materials'' *Electrochimica Acta* 54, 4809–4816, (2009 b).
- Tahar, N. B., Ridha, A. and Saval, A.,''Electrochemical polymerisation of phenol in aqueous solution on a Ta/PbO₂ anode'', *J Appl Electrochem* 39: 663–669, (2009).
- Tomaszewska, M., Mozia, S. and Morawski, W., ''Removal of organic matter by coagulation enhanced with adsorption on PAC'', *Desalination* 162,79–87, (2004).
- Topal, Y. '' Azometin Grubu İçeren Yeni Monomerlerin Enzimatik Oksidatif Polimerizasyonu'', Niğde Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Yüksek Lisans Tezi, 12 s., (2012).
- USEPA, ''Development Document for Effluent Limitations Guidelines and New

Source Performance Standarts for the Insulation Fiberglass Manufacturing Segment of the Glass Manufacturing Point Source Category, ” 440/1-74-001-b, (1974).

Varagnat, J., Poulenc, R., " Hidrokinon, Resorsinol, Catechol", Kirk-Othmer Encyclopedia of Chemical Technology 4th Edition, 100 s., (2005).

Vasudevan, S., ”An efficient removal of phenol from water by peroxi electrocoagulation processes” Journal of Water Process Engineering 2,53–57, (2014).

Vinod, V. and Anirudhan, T., “Effect of experimental variables on phenol adsorption on activated carbon prepared from coconut husk by single-step steam pyrolysis: mass transfer process and equilibrium studies”, J. Sci. Ind. Res. 61, 128–138, (2002).

Wojcieszynska, D., Hupert, K. K., Jankowska, A. and Guzik, U. “Properties of catechol 2,3-dioxygenase from crude extract of *Stenotrophomonas maltophilia* strain KB₂ immobilized in calcium alginate hydrogels” Biochem. Eng. J. 66, 1, (2012).

Wurm, H. J., ”The Treatment of Phenolic Wastes, ” Proceedings of the 23rd Industrial Waste Conference, Purdue University, pp 1054-1073,(May 1968).

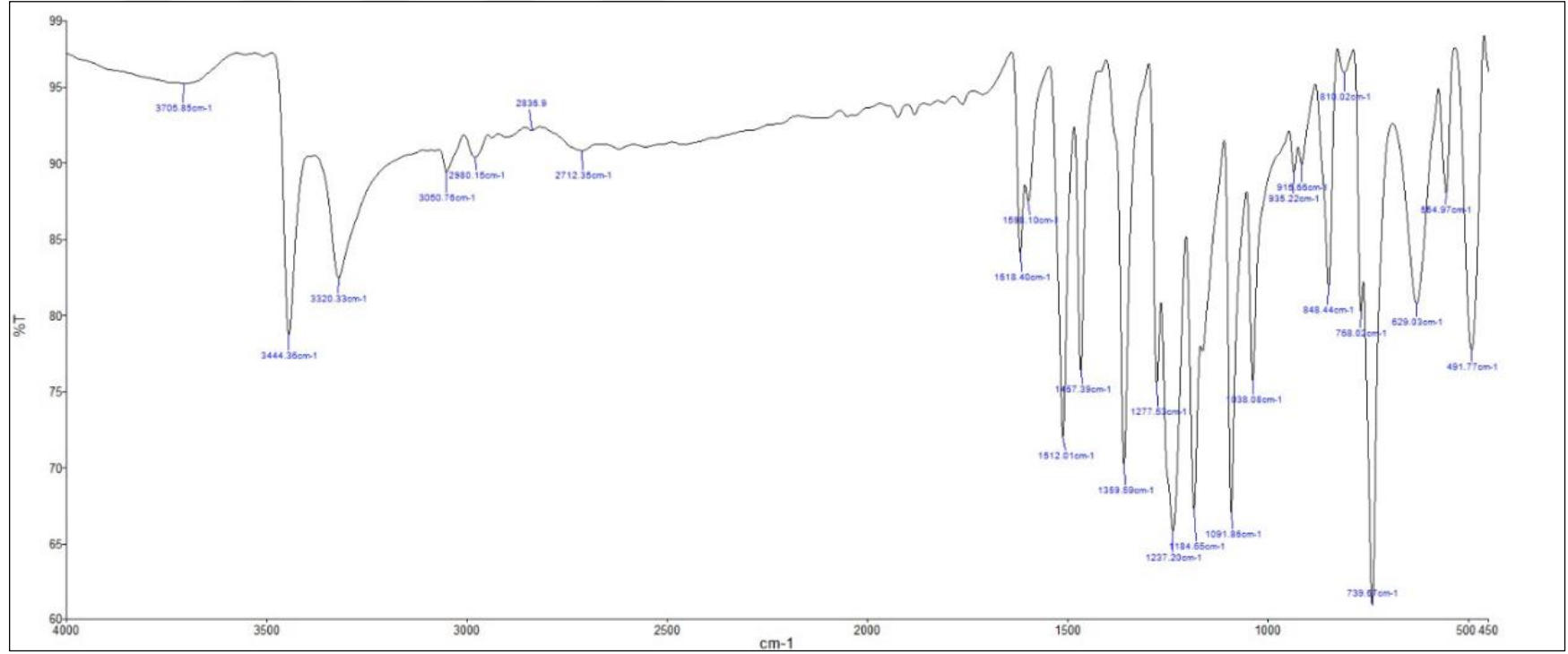
Yadav, A., Teja, A. K., and Verma, N., ”Removal of phenol from water by catalytic wet air oxidation using carbon bead supported iron nano particle containing carbon nanofibers in an especially configured reactor”, Journal of Environmental Chemical Engineering 4, 1504–1513, (2016).

Yang, C. and Lee, C., “Enrichment, isolation, and characterization of phenol degrading *Pseudomonas resinovorans* strain P-1 and *Brevibacillus* sp. Strain” P-6, (2007).

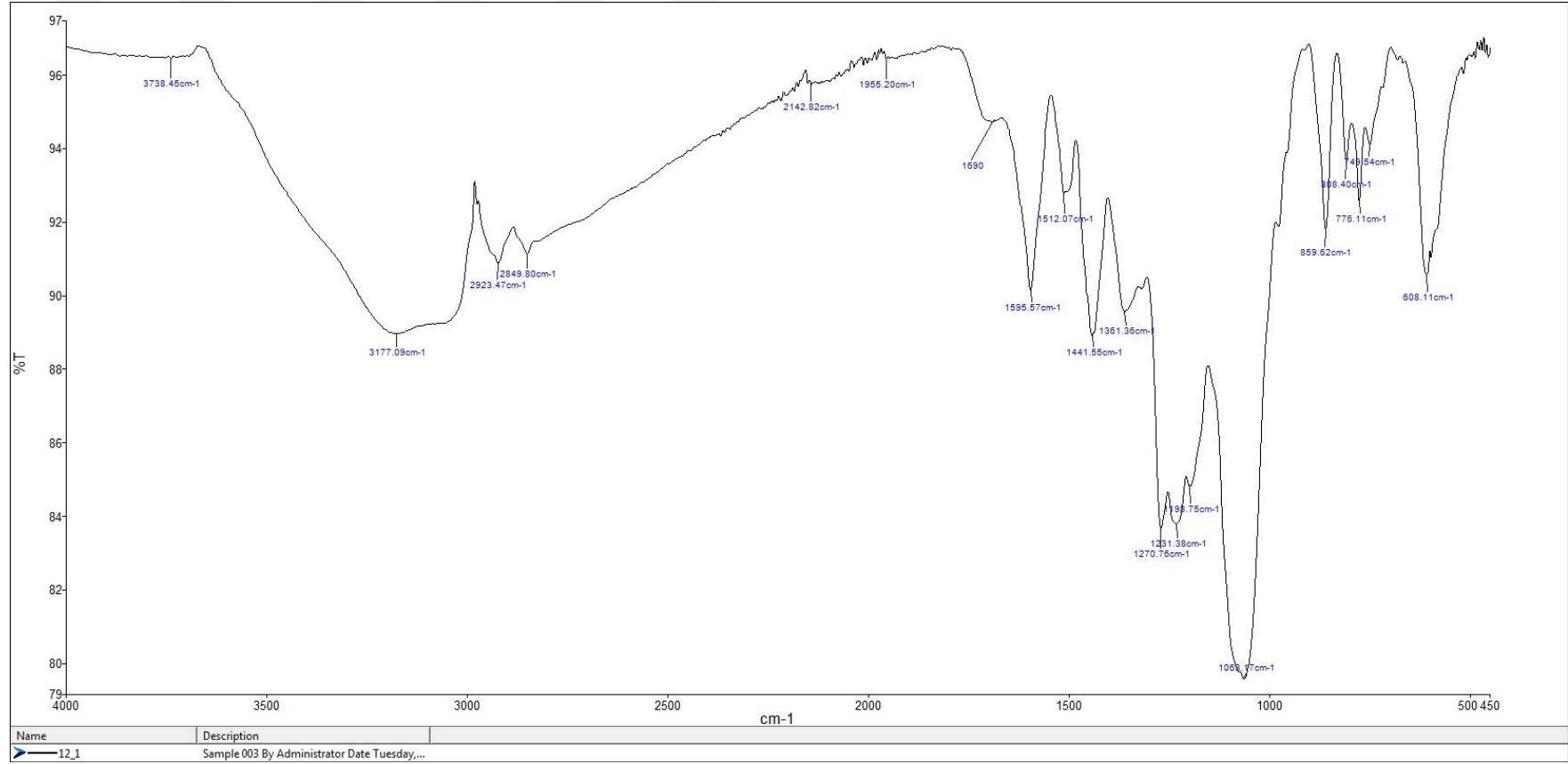
Yorulmaz, Y. “ Türk Zeytinyağlarının Fenolik, Sterol ve Trigliserit Yapılarının Belirlenmesi” Ankara Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Doktora Tezi, 3 s., (2009).

Zhang, Y., Li, Q., Cui, H., and Zhai, J., ”Removal of phenols from the aqueous solutions based on their electrochemical polymerization on the polyaniline electrode”, Electrochimica Acta 55, 7219–7224, (2010)

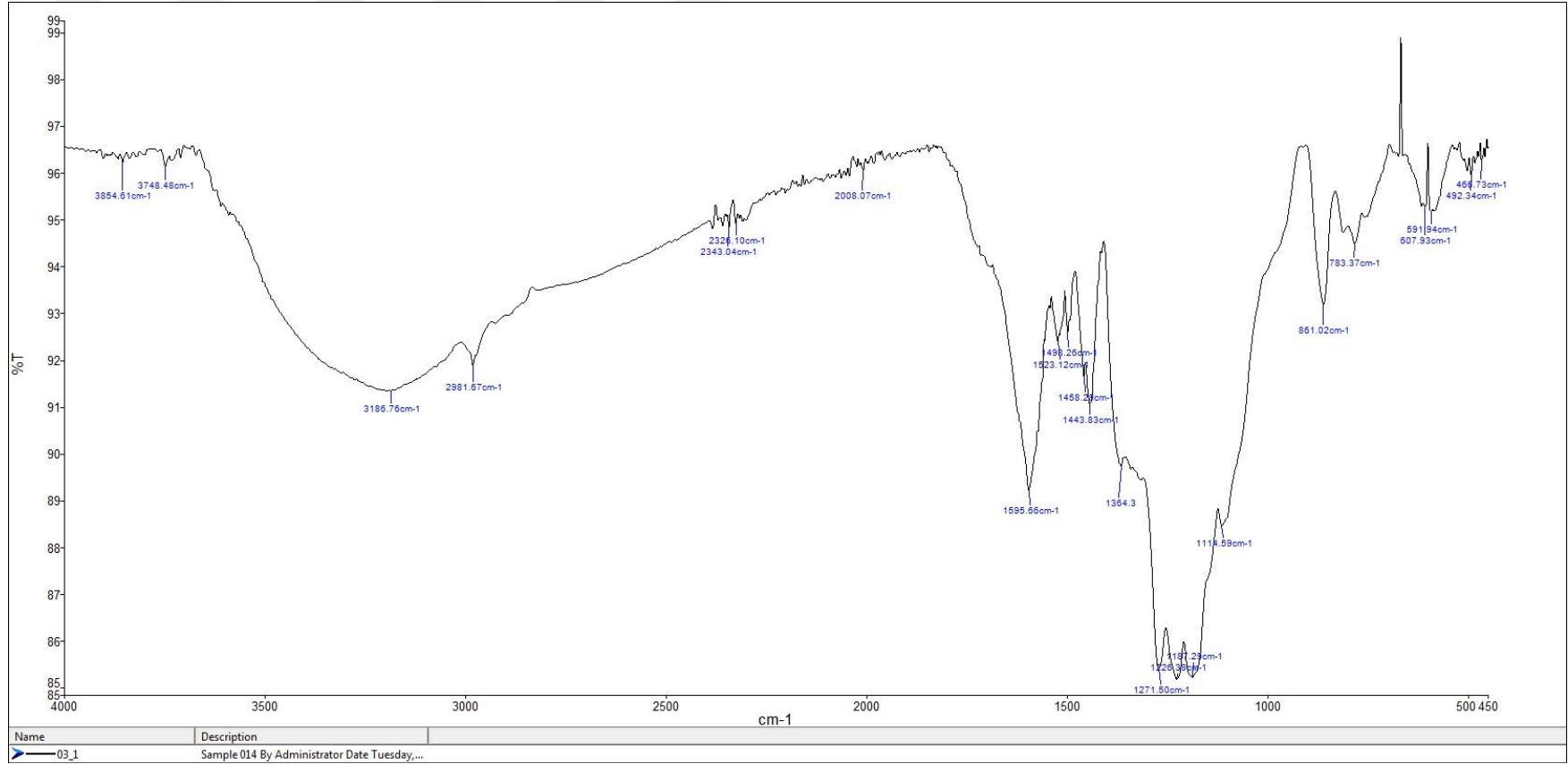
EKLER Elde edilen polimerlerin FTIR spektrumları



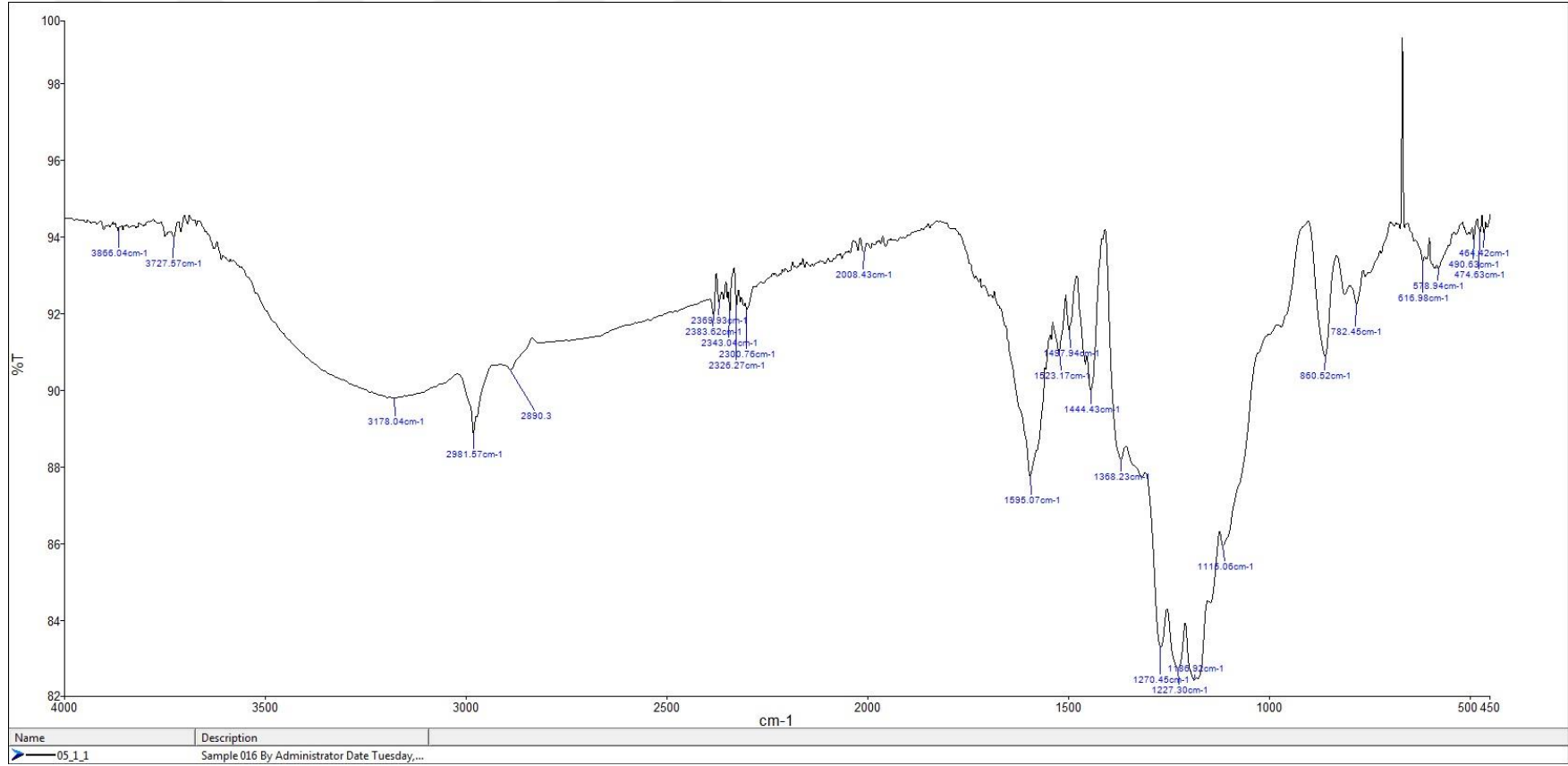
Ek 1. Katekol monomerinin FTIR spektrumu



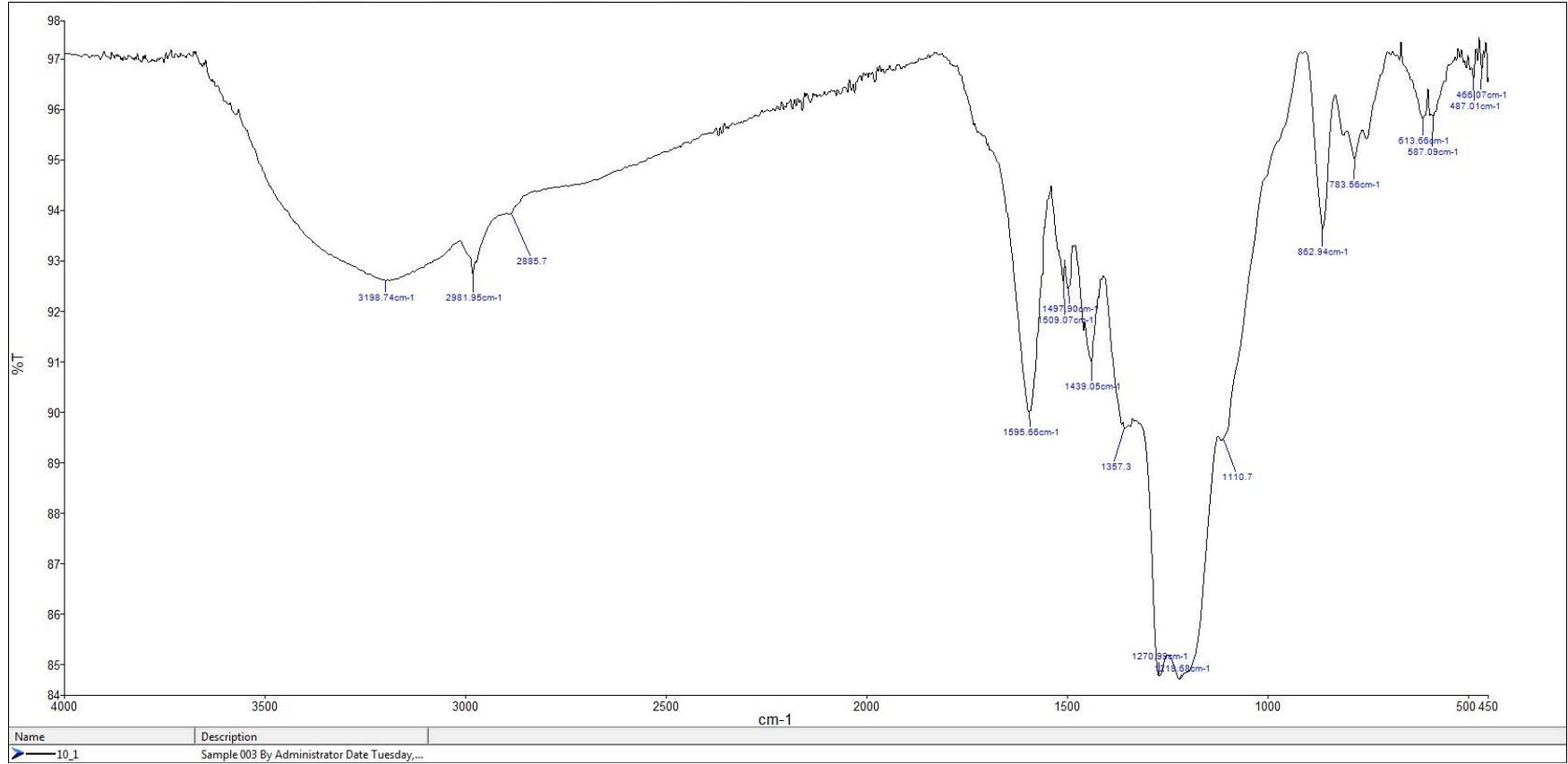
Ek 2. Katekolün elektrokimyasal polimerizasyonunda elde edilen polimerin FTIR spektrumu (Katekol derişimi: 6 g/L, APS derişimi: 2 g/L, Sıcaklık: 40°C)



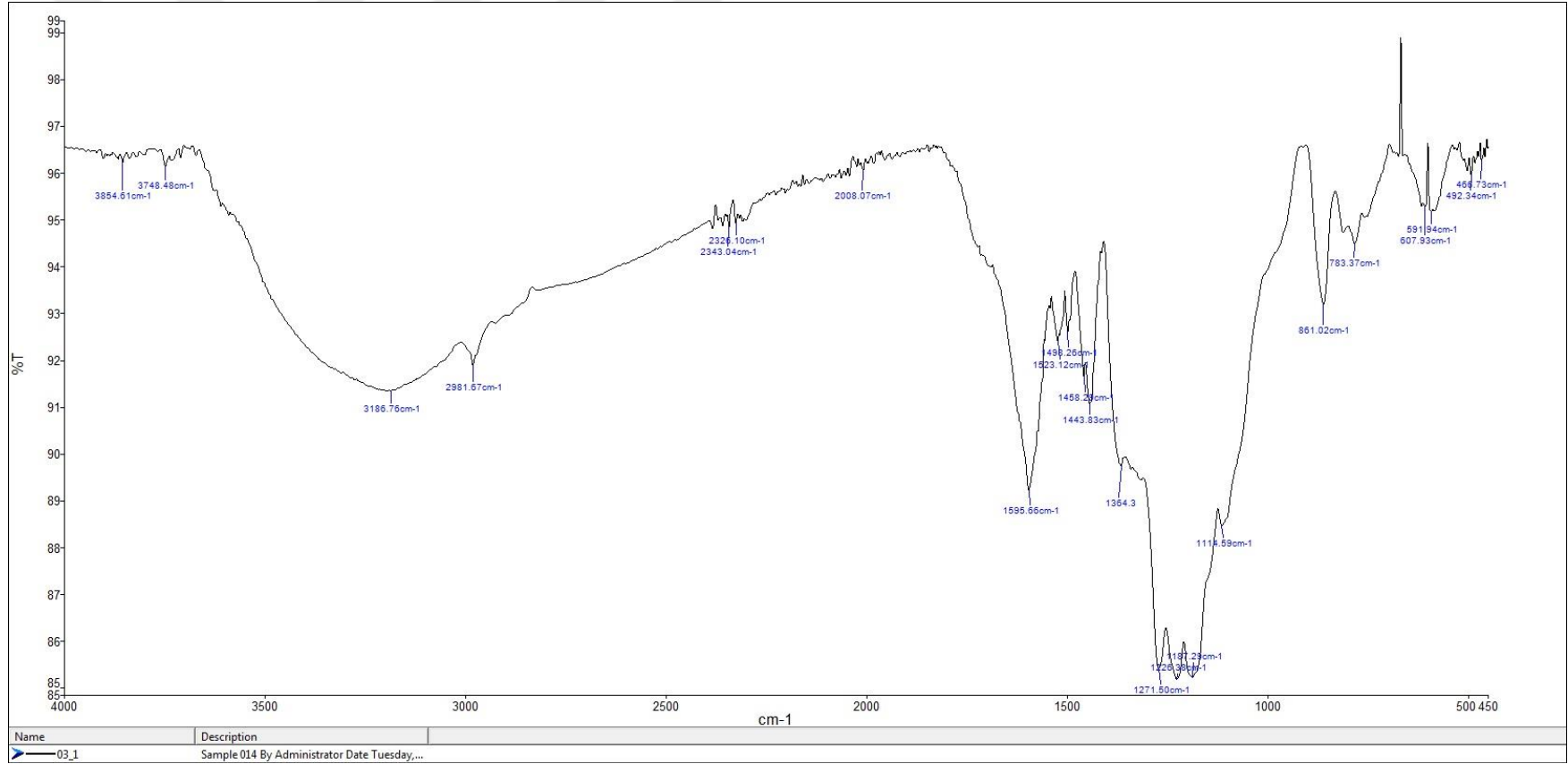
Ek 3. Katekolün elektrokimyasal polimerizasyonunda elde edilen polimerin FTIR spektrumu (Katekol derişimi: 6 g/L, APS derişimi: 6 g/L, Sıcaklık: 40°C)



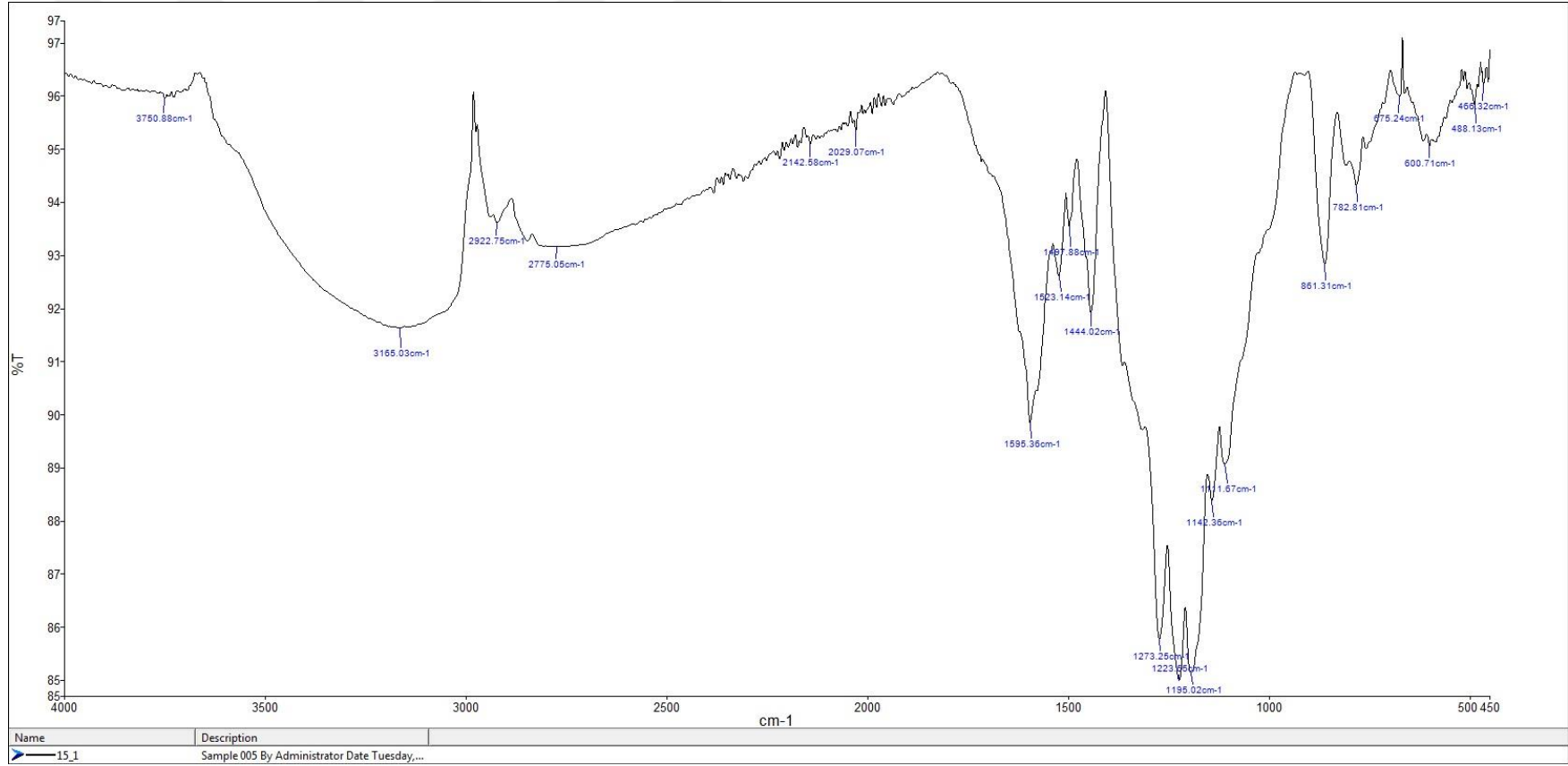
Ek 4. Katekolün elektrokimyasal polimerizasyonunda elde edilen polimerin FTIR spektrumu (Katekol derişimi: 6 g/L, APS derişimi: 10 g/L, Sıcaklık: 40°C)



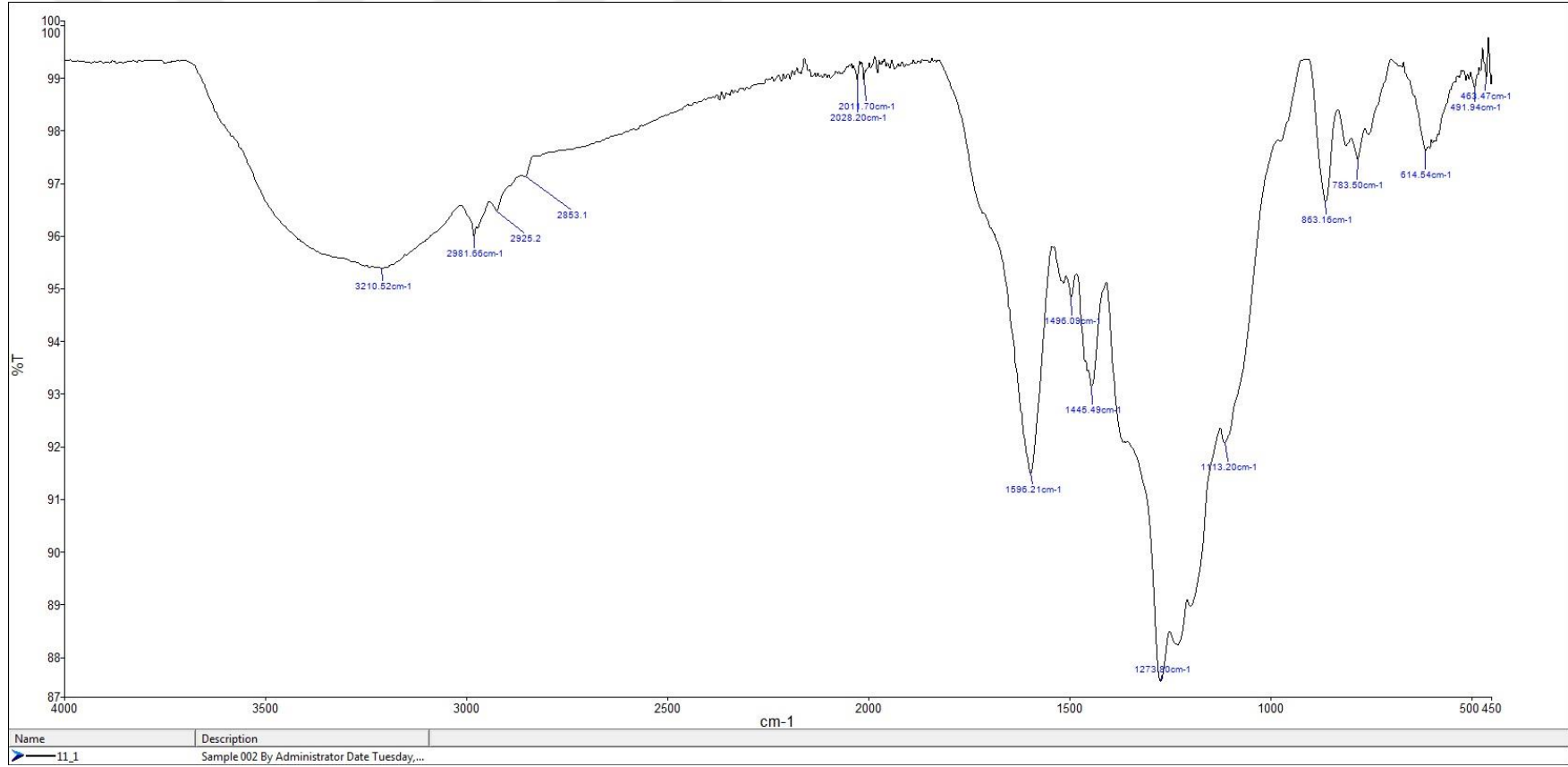
Ek 5 Katekolün elektrokimyasal polimerizasyonunda elde edilen polimerin FTIR spektrumu (Katekol derişimi: 6 g/L, APS derişimi: 6 g/L, Sıcaklık: 20°C)



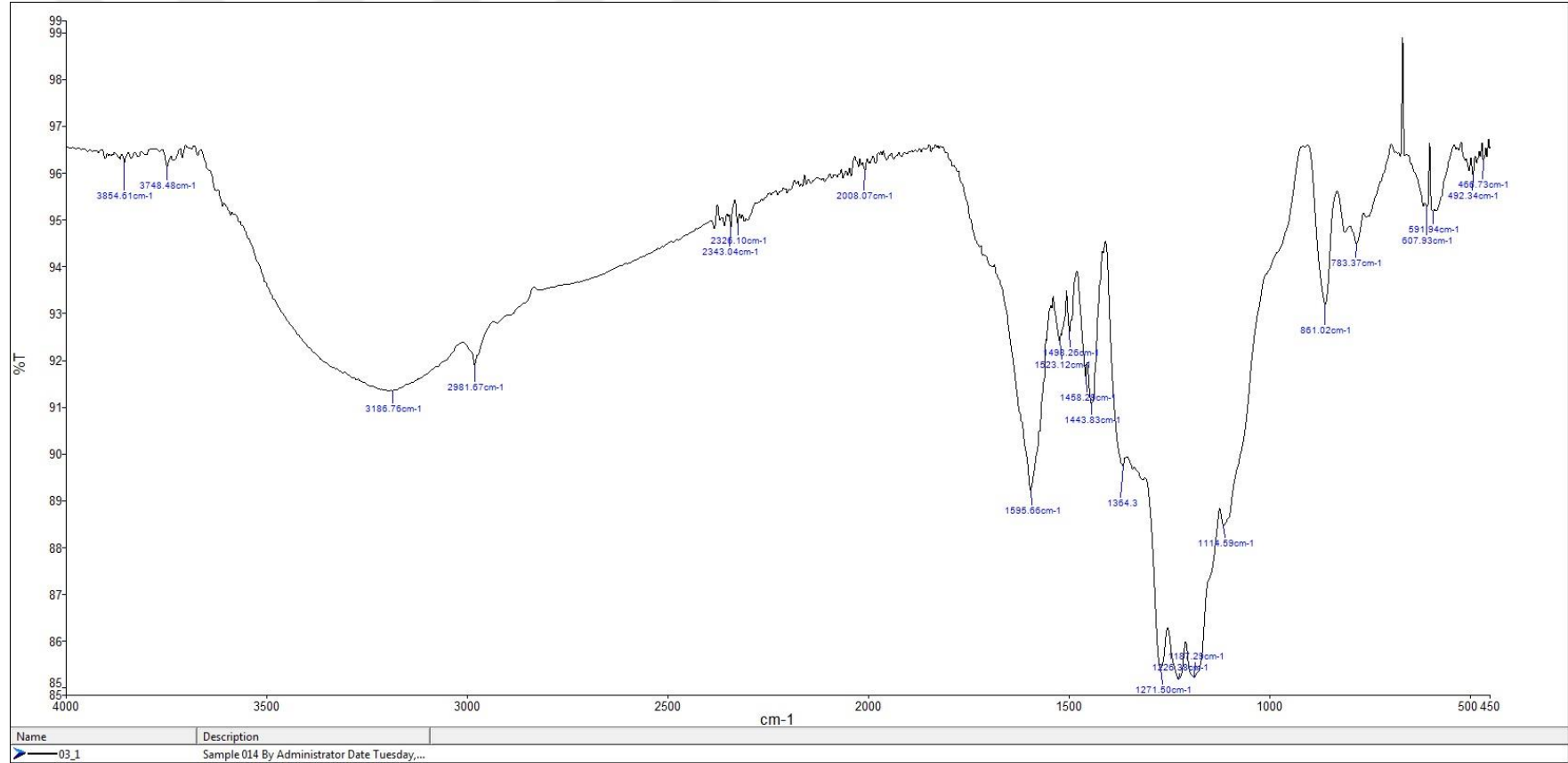
Ek 6. Katekolün elektrokimyasal polimerizasyonunda elde edilen polimerin FTIR spektrumu (Katekol derişimi: 6 g/L, APS derişimi: 6 g/L, Sıcaklık: 40°C)



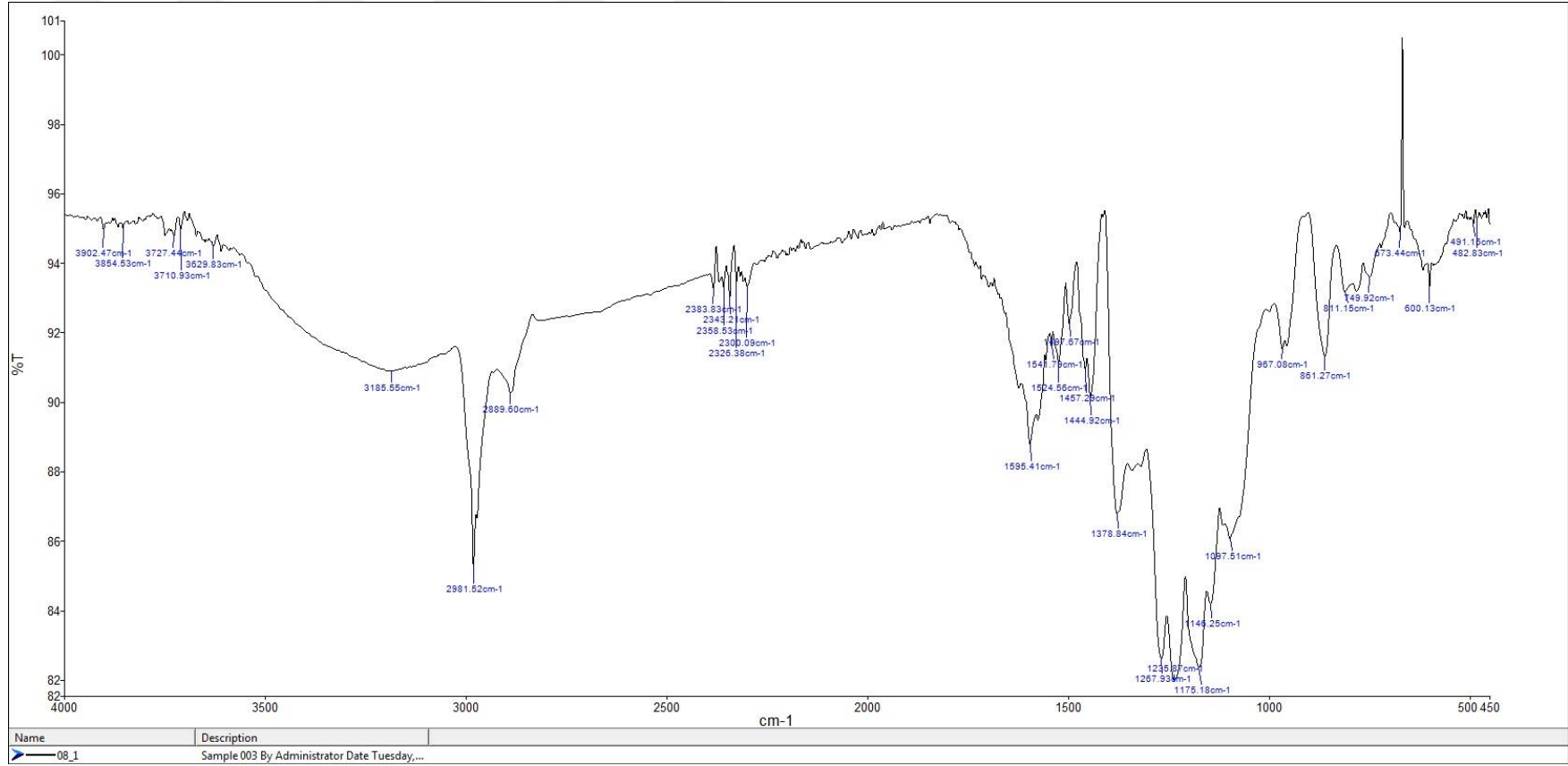
Ek 7. Katekolün elektrokimyasal polimerizasyonunda elde edilen polimerin FTIR spektrumu (Katekol derişimi: 6 g/L, APS derişimi: 6 g/L, Sıcaklık: 60°C)



Ek 8. Katekolün elektrokimyasal polimerizasyonunda elde edilen polimerlerin FTIR spektrumu (Katekol derişimi: 2 g/L, APS derişimi: 6 g/L, Sıcaklık: 40°C)



Ek 9. Katekolün elektrokimyasal polimerizasyonunda elde edilen polimerlerin FTIR spektrumu (Katekol derişimi: 6 g/L, APS derişimi: 6 g/L, Sıcaklık: 40°C)



Ek 10. Katekolün elektrokimyasal polimerizasyonunda elde edilen polimerlerin FTIR spektrumu (Katekol derişimi: 10 g/L, APS derişimi: 6 g/L, Sıcaklık: 40°C)

ÖZGEÇMİŞ

Adı Soyadı: Osman Cem ALTINCI

Doğum Tarihi: 17/02/1991

Öğrenim Durumu:

Derece	Bölüm/Program	Üniversite	Yıl
Lise	Fen	Fatih Sultan Lisesi	2005-2009
Lisans	Kimya Mühendisliği	Mersin Üniversitesi	2009-2013
Yüksek Lisans	Kimya Mühendisliği	Mersin Üniversitesi	2013-2016

Görevler:

Görev Unvanı	Görev Yeri	Yıl
Arş. Gör.	Osmaniye Korkut Ata Üniversitesi	2016- ...