

**T.C.
BALIKESİR ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ
KİMYA ANABİLİM DALI**



**POLİPROPİLEN/MODİFİYE DİATOMİT İLE HAZIRLANAN
KOMPOZİT FİMLERİN SENTEZİ VE KARAKTERİZASYONU**

YÜKSEK LİSANS TEZİ

ONUR ULUS

BALIKESİR, HAZİRAN - 2015

**T.C.
BALIKESİR ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ
KİMYA ANABİLİM DALI**



**POLİPROPİLEN/MODİFİYE DİATOMİT İLE HAZIRLANAN
KOMPOZİT FİMLERİN SENTEZİ VE KARAKTERİZASYONU**

YÜKSEK LİSANS TEZİ

ONUR ULUS

BALIKESİR, HAZİRAN - 2015

KABUL VE ONAY SAYFASI

Onur ULUS tarafından hazırlanan “**POLİPROPİLEN/MODİFİYE DİATOMİT İLE HAZIRLANAN KOMPOZİT FİMLERİN SENTEZİ VE KARAKTERİZASYONU**” adlı tez çalışmasının savunma sınavı 03.06.2015 tarihinde yapılmış olup aşağıda verilen jüri tarafından oy birliği / oy çokluğu ile Balıkesir Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Kimya Anabilim Dalı Yüksek Lisans Tezi olarak kabul edilmiştir.

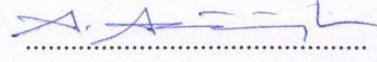
Jüri Üyeleri

İmza

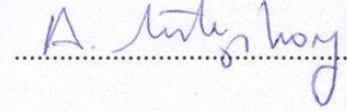
Danışman
Prof. Dr. Özkan DEMİRBAŞ



Üye
Prof. Dr. Akın AZİZOĞLU



Üye
Yrd. Doç. Dr. Aydın TÜRKYILMAZ



Jüri üyeleri tarafından kabul edilmiş olan bu tez Balıkesir Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Yönetim Kurulunca onanmıştır.

Fen Bilimleri Enstitüsü Müdürü

Doç. Dr. Necati ÖZDEMİR

.....

Bu tez çalışması Balıkesir Üniversitesi Rektörlüğü Bilimsel Araştırma Projeleri Birimi (BAP) tarafından 2015/202 no'lu proje ile desteklenmiştir.

ÖZET

**POLİPROPİLEN/MODİFİYE DİATOMİT İLE HAZIRLANAN KOMPOZİT
FİLMLEİN SENTEZİ VE KARAKTERİZASYONU
YÜKSEK LİSANS TEZİ
ONUR ULUS
BALIKESİR ÜNİVERSİTESİ FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ
KİMYA ANABİLİM DALI**

(TEZ DANIŞMANI: PROF. DR. ÖZKAN DEMİRBAŞ)

BALIKESİR, HAZİRAN - 2015

Yaşamımızın hemen her alanında kullanılan plastik eşyalar günlük hayatımızın vazgeçilmez birer parçalarıdır. Plastikler 1940'lı yıllardan itibaren camın, odunun, diğer inşaat malzemelerinin, metallerin yerini aldıklarından önemli olmaya başlamışlardır. Tüm dünyada, plastiğe olan ihtiyaç her geçen gün artmaktadır. Bilim insanları da bunun paralelinde ekonomik ve teknik yönden daha uygun malzemeler sentezleme yolunu seçmişlerdir. Farklı özelliklerdeki malzemelerin kombinasyonunun avantajları ile kompozit malzemeler üzerinde çalışma büyük önem kazanmıştır. Son zamanlarda farklı bileşen ve özelliklere sahip kompozit malzemelerin sentezi ve karakterizasyonlarında da önemli bir gelişme ve artış gerçekleşmektedir. Bu amaçla, bu çalışmada diatomit mineralinin polipropilen (PP) matrisi içerisinde eritme yöntemi kullanılarak bazı kompozit filmler sentezlendi. Oksit minerallerinin polimer matris ile yüzey etkileşimini arttırmak için benziltrimetilamonyumklorür (BTMAC), heksadesiltrimetilamonyumbromür (HTAB) ve benzoilchlorür gibi çeşitli modifiyer maddeler kullanılarak yüzey modifikasyonları yapıldı. Elde edilen kompozit filmler; fourier dönüşümlü infrared spektrofotometresi (FTIR), X-ışını kırınımı (XRD) ve termogravimetre (TG) cihazları ile karakterize edildi. Seçilen kompozitlerin morfolojik yapıları taramalı elektron mikroskobu (SEM) ile incelendi. Çekme-germe testi ve dinamik mekanik analizör (DMA) ile mekanik özellikleri incelendi. Karakterizasyona ait sonuçlardan benzoilchlorür kullanılarak gerçekleştirilen modifikasyon işleminin daha iyi olduğu bulundu. Mekanik testlerin sonucunda da %1 ve %2,5 oranında diatomit bileşen içeren kompozit filmlerin çekme mukavemetlerinin saf polipropilen filmine göre artış gösterdiği belirlendi.

ANAHTAR KELİMELEER: polipropilen, kil, modifikasyon, eritme yöntemi, kompozit

ABSTRACT

THE CHARACTERIZATION AND SYNTHESIS OF COMPOSITE FILMS PREPARED WITH POLYPROPYLENE/ MODIFIED DIATOMITE

MSC THESIS

ONUR ULUS

**BALIKESİR UNIVERSITY INSTITUTE OF SCIENCE
CHEMISTRY**

(SUPERVISOR: PROF. DR. ÖZKAN DEMİRBAŞ)

BALIKESİR, JUNE 2015

The plastic goods used in almost every areas are indispensable pieces of our daily life. Since 1940 years, the plastics have taken the place of glass, wood and other construction materials. Therefore, they have begun increasingly be important usage. The requirement for the plastic has been increasing day by day over the world. In this respect, scientists have a tendency towards to appropriate synthesizing way economically and technically. The work on the composite materials and advantages of having different functionality of materials combination become more of an issue. Recently, different components and different properties of composite materials have been in an important development of the synthesis and characterization. For this purpose, in this study some experiments were performed following that the diatomite mineral in a matrix of the polypropylene (PP) some composite films was synthesized by using the melting method. To increase the surface to interact with the polymer matrix of oxide minerals were performed surface modification using various modifier agents as benzyltrimethylammoniumchloride (BTMAC), hexadecyltrimethylammonium-bromide (HTAB) and benzoylchloride. The obtained composite films were characterized by devices through fourier transform infrared spectrometer (FTIR), X-ray diffraction (XRD) and termogravimetre (TG). Tensile testing and dynamic mechanical analysis (DMA) were evaluated. The results of the characterization, was found to be better than that of the modification process carried out using benzoyl chloride. It was determined that in the result of mechanical tests, the tensile strength of composite films containing diatomite component of %1 and %2,5 shows an increase against to polypropylene film.

KEYWORDS: polypropylene, clay, modification, melting method, composite

İÇİNDEKİLER

Sayfa

ÖZET	i
ABSTRACT	ii
İÇİNDEKİLER	iii
ŞEKİL LİSTESİ	v
TABLO LİSTESİ	vii
SEMBOL LİSTESİ	viii
ÖNSÖZ	ix
1. GİRİŞ	1
1.1 Endüstride Kullanılan Polimerler	1
1.1.1 Polipropilen, PP	2
1.1.2 Polietilen, PE.....	4
1.1.3 Polistiren, PS	5
1.1.4 Polivinilklorür, PVC	6
1.1.5 Poliesterler.....	7
1.2 Kil Mineralleri	8
1.2.1 Diatomit	8
1.2.2 Silika	9
1.2.3 Bentonit	10
1.2.4 Perlit	12
1.3 Modifikasyon.....	13
1.3.1 Modifiyer Maddeler	13
1.3.2 Silan Grupları İçeren Bileşikleri	13
1.4 Kompozit Malzemeler	15
1.4.1 Polimer-Polimer Kompozit Malzemeler	16
1.4.2 Polimer-Kil Kompozit Malzemeler	16
1.4.3 Polimer-Modifiye Kil Kompozit Malzemeler.....	17
1.5 Literatür Özeti	17
1.6 Çalışmanın Amacı	24
2. MATERYAL VE YÖNTEM	25
2.1 Materyaller	25
2.2 Kompozit Filmlerin Karakterizasyonu	26
2.3 Oksit Mineralinin Modifikasyonu	26
2.3.1 BTMAC ile Modifikasyon İşlemi	26
2.3.2 HTAB ile Modifikasyon İşlemi	27
2.3.3 Benzoilklorür ile Modifikasyon İşlemi	28
2.4 Polimer/Diatomit İçeren Kompozit Filmlerinin Hazırlanması.....	29
3. BULGULAR	32
3.1 FTIR Analizleri	32
3.1.1 PP/Diatomit İçeren Kompozit Filmlerinin FTIR Analizleri	32
3.1.2 PP/MD İçeren Kompozit Filmlerin FTIR Analizleri	34
3.2 XRD Analizleri.....	38
3.2.1 PP/MD-BTMAC Kompozit Filmlerinin XRD Analizleri.....	38
3.2.2 PP/MD-HTAB Kompozit Filmlerinin XRD Analizleri	39
3.2.3 PP/MD-BK Kompozit Filmlerinin XRD Analizleri	40
3.3 TG/DTA/DTG Analizleri	41

3.3.1	Saf PP'nin TG/DTA/DTG Analizleri.....	41
3.3.2	PP/Diatomit ve PP/MD Kompozit Filmlerinin TG/DTA/DTG Analizleri.....	42
3.4	SEM Görüntüleri	44
3.4.1	PP/Diatomit ve PP/MD İçeren Kompozit Filmlerinin SEM Görüntüleri.....	44
3.5	Mekanik Test Sonuçları.....	48
3.6	DMA Analizleri.....	50
4.	SONUÇ VE ÖNERİLER.....	52
4.1	FTIR Analizleri	52
4.1.1	PP/Diatomit İçeren Kompozit Filmlerinin FTIR Analizleri	52
4.1.2	PP/MD İçeren Kompozit Filmlerinin FTIR Analizleri	52
4.2	XRD Analizleri.....	54
4.2.1	PP/Diatomit ve PP/MD-BTMAC İçeren Kompozit Filmlerinin XRD Analizleri	54
4.2.2	PP/Diatomit ve PP/MD-HTAB İçeren Kompozit Filmlerinin XRD Analizleri	54
4.2.3	PP/Diatomit ve PP/MD-BK İçeren Kompozit Filmlerinin XRD Analizleri	55
4.3	TG/DTA/DTG Analizleri	55
4.4	SEM Analizleri.....	55
4.5	Mekanik Test Analizleri	56
4.6	DMA Analizleri.....	56
4.7	Genel Sonuçlar	57
5.	KAYNAKLAR	58

ŞEKİL LİSTESİ

Sayfa

Şekil 1.1: Polipropilen oluşumu	3
Şekil 1.2: Polietilen oluşumu	4
Şekil 1.3: Polistiren oluşumu	5
Şekil 1.4: Polivinilchlorür oluşumu	6
Şekil 1.5: Polietilentereftalat oluşumu	7
Şekil 1.6: Yüzey aktif maddelerin genel yapısı	15
Şekil 1.7: Benzoiklorür oluşumu	16
Şekil 2.1: a) Benziltrimetilamonyumklorür (BTMAC) b) Benzoiklorür (BK) c) Hekzadesiltrimetilamonyumbromür (HTAB)	25
Şekil 2.2: BTMAC ile oksit mineral modifikasyonu	27
Şekil 2.3: HTAB ile oksit mineral modifikasyonu	28
Şekil 2.4: Benzoiklorür ile oksit mineral modifikasyonu	29
Şekil 2.5: Kompozit film sentezinde kullanılan ekstruder cihazı	30
Şekil 2.6: Ekstruder cihazı	31
Şekil 3.1: PP/Diatomit kompozit filmlerinin FTIR Spektrumları	33
Şekil 3.2: PP/MD-BTMAC kompozitlerinin FTIR Spektrumları	35
Şekil 3.3: PP/MD-HTAB kompozitlerinin FTIR Spektrumları	36
Şekil 3.4: PP/MD-BK kompozitlerinin FTIR Spektrumları	37
Şekil 3.5: PP/MD-BTMAC XRD desenleri	38
Şekil 3.6: PP/MD-HTAB XRD desenleri	39
Şekil 3.7: PP/MD-BK XRD desenleri	40
Şekil 3.8: Saf PP'nin TG/DTA/DTG eğrileri	41
Şekil 3.9: %1 PP/Diatomit kompozit filmin TG/DTA/DTG eğrileri	42
Şekil 3.10: %1 PP/MD-BTMAC kompozit filmin TG/DTA/DTG eğrileri	43
Şekil 3.11: %1 PP/MD-HTAB kompozit filmin TG/DTA/DTG eğrileri	43
Şekil 3.12: %1 PP/MD-BK kompozit filmin TG/DTA/DTG eğrileri	44
Şekil 3.13: Saf PP filminin SEM görüntüsü	45
Şekil 3.14: %1 PP/diatomit filminin SEM görüntüsü	45
Şekil 3.15: %2,5 PP/diatomit filminin SEM görüntüsü	45

Şekil 3.16: %1 PP/MD-BTMAC filminin SEM görüntüsü.....	46
Şekil 3.17: %2,5 PP/MD-BTMAC filminin SEM görüntüsü.....	46
Şekil 3.18: %1 PP/MD-HTAB filminin SEM görüntüsü	46
Şekil 3.19: %2,5 PP/MD-HTAB filminin SEM görüntüsü	47
Şekil 3.20: %1 PP/MD-BK filminin SEM görüntüsü.....	47
Şekil 3.21: %2,5 PP/MD-BK filminin SEM görüntüsü.....	47
Şekil 3.22: Saf PP ve PP/diatomit filmlerinin çekme testi sonuçları.....	48
Şekil 3.23: Saf PP ve PP/MD-BTMAC filmlerinin çekme testi sonuçları	48
Şekil 3.24: Saf PP ve PP/MD-HTAB filmlerinin çekme testi sonuçları	49
Şekil 3.25: Saf PP ve PP/MD-BK filmlerinin çekme testi sonuçları.....	49
Şekil 3.26: Saf PP'nin DMA eğrileri.....	50
Şekil 3.27: %1 PP/Diatomit'in DMA eğrileri	50
Şekil 3.28: %2,5 PP/MD-BTMAC DMA eğrileri	51
Şekil 3.29: %1 PP/MD-BK DMA eğrileri.....	51

TABLO LİSTESİ

Sayfa

Tablo 1.1: Eritme yöntemi ile yapılan kompozit sentezleri için literatürdeki bazı çalışmalar	19
Tablo 1.2: Çözelti ortamında etkileştirme yöntemi ile yapılan kompozit sentezleri için literatürdeki bazı çalışmalar	21
Tablo 1.3: Yerinde polimerleşme yöntemi ile yapılan kompozit sentezleri için literatürdeki bazı çalışmalar	22

SEMBOL LİSTESİ

Sembol adı	Tanımı
PP	: Polipropilen
PE	: Polietilen
PS	: Polistiren
PVC	: Polivinil klorür
PET	: Polietilen tereftalat
POM	: Poliasetal
PMMA	: Polimetil metakrilat
PC	: Polikarbonat
AYPE	: Alçak yoğunluklu polietilen
LAYPE	: Lineer yoğunluklu polietilen
YYPE	: Yüksek yoğunluklu polietilen
KMK	: Kritik misel konsantrasyonu
PPC	: Polipropilen karbonat
OMTAB	: Organo modifiye montmorillonit kil
PLA	: Poli(laktik asit)
EMAA	: Metakrilik asit kopolimeri
MMT	: Montmorillonit
SHSD	: Ayçiçeği sapının tozu
WF	: Odunsu lif
PEMA	: Poli(etilen metakrilat)
PHEMA	: Poli(hidroksil metakrilat)
PVA	: Poli(vinil alkol)
3-APTS	: 3-aminopropiltrioksisilan
MTAB	: 2-metakriloiloksietil tetradesil dimetil amonyum bromür
VHAC	: Vinilbenzil dimetilhekzadesil amonyum klorür
MMA	: Metilmetakrilat
AINB	: Azobisizobütronitril
MTAB	: 2-metakriloiloksietil tetradesil dimetil amonyum bromür
VHAC	: Vinilbenzil dimetilhekzadesil amonyum klorür
DMSO	: Dimetil sülfoksit
RGO	: Grafen oksit
PTSA	: p-toluensülfonik asit
PTSS	: sodyum p-toluensülfat
BTMAC	: Benziltrimetilamonyumklorür
HTAB	: Hekzadesiltrimetilamonyumbromür
BK	: Benzoil klorür
MD	: Modifiye diatomit
FTIR	: Fourier dönüşümlü kızıl ötesi spektrometresi
DSC	: Diferansiyel taramalı kalorimetri
XRD	: X-ışınları kırınımı
TG	: Termogravimetri
SEM	: Taramalı elektron mikroskobu
DMA	: Dinamik mekanik analiz

ÖNSÖZ

Yüksek Lisans Tezimin başlangıcından bitimine kadar bilgi ve önerileriyle çalışmalarımı yönlendiren, planlayan ve çalışmalarım sırasında karşılaştığım tüm olumsuzluklarda her zaman yanımda olan, yardımlarını esirgemeyen Tez Danışmanım değerli hocam Prof. Dr. Özkan DEMİRBAŞ'a sonsuz teşekkür ediyorum.

Tez çalışmalarım boyunca yardımlarını eksik etmeyen ve her konuda destek olan Laborant Mevlüt ALNIAÇIK'a teşekkürlerimi sunarım.

Kompozit filmlerin mekanik testlerinin yapımında yardımcı olan Balıkesir Üniversitesi Merkez Araştırma Laboratuvarı'nda görevli Metin GÜL'e teşekkürlerimi sunarım.

Kompozit film numunelerinin XRD analizlerinin yapılmasında Balıkesir Üniversitesi Temel Bilimler Araştırma ve Uygulama Merkezi XRD cihaz sorumlusu Prof. Dr. Halil GÜLER'e ve cihaz görevlileri İhsan YEŞİL ve Doğukan YILMAZ'a yardımlarından dolayı teşekkürlerimi sunarım.

Kompozit film numunelerinin SEM, DMA ve TG/DTA/DTG analizlerinin yapılmasında yardımlarını esirgemeyen Çanakkale 18 Mart Üniversitesi Merkez Laboratuvarına teşekkürlerimi sunarım.

Tez çalışmalarımı birlikte yürüttüğüm, iyi ve kötü günlerimde her zaman yanımda olan kardeşim gibi gördüğüm Hasan ÇETİN'e teşekkürlerimi sunarım.

Bu günlere gelmemde manevi ve maddi desteklerini esirgemeyen ve hayatta oldukları süre boyunca yanımda olacaklarını hissettiren sevgili annem Emine ULUS ve babam Birol ULUS'a sonsuz teşekkürlerimi sunarım.

Balıkesir, 2015

Onur ULUS

1. GİRİŞ

1.1 Endüstride Kullanılan Polimerler

1839 yılında Goodyear'ın ham kauçuğun veya polimerlerin kükürtle birleştirilmesini yani vulkanizasyon işlemini bulmasıyla polimer endüstrisinin başladığı söylenebilir. 1930'lerden itibaren polimer endüstrisinde ki gelişmelere bağlı olarak plastik; tahta, demir, kağıt, cam ve benzeri şeylere karşı alternatif olarak ortaya çıkmıştır. Dünya üzerinde plastiğin üretimi ve tüketimi hızla artmıştır. Sanayinin diğer alanlarında kullanımı da aynı hızla gelişme göstermiştir. Hayatımızın her alanında karşılaştığımız plastik ürünlerin tüketimi ülkemizde 1 milyon ton civarındadır [1].

Polimerler; kolay şekillendirilebilen, kimyasal açıdan inert, korozyona karşı direnci ve termal özellikleri yüksek, hafif ve ucuz olan maddelerdir. Bu tür olumlu özelliklerinden dolayı endüstrinin pek çok dalında önemli kullanım alanı olan maddeler haline gelmiştir. Kolay işlenebilirliği, tasarım esnekliğinin ve estetik görüşlerinin iyi olmasından dolayı güçlendirilmiş termoplastiklere olan ilgi hızla artmaktadır. Örneğin; kırma indisi camdan daha fazla ve hafif olduğu için gözlük camları yerini polikarbonat gözlük camlarına bırakmıştır. Otomobillerde; lastikler, lastik fiberleri, döşemeler ve boya hariç yaklaşık 150 kg polimer madde bulunmaktadır. PVC kullanılarak yapılan pencere ve kapılar ısı yalıtımındaki avantajları nedeniyle yapıların büyük bir bölümünde kullanılmaktadır [2].

Etrafımıza dikkatli bakarsak polimerler ile ilgili çok daha farklı örneklerle karşılaşabiliriz. Teknolojinin ilerlemesiyle mevcut polimerler daha üstün özellikli olarak geliştirilmektedir. Bunun en yaygın olan örneklerinden biri ise polimer kompozit malzemelerdir [3].

Bilim adamları, polimerlerin niteliklerini geliştirmek için içerisine farklı maddeler ilave ederek daha üstün özellikli polimerler elde etmeye çalışmışlardır. Çeşitli dolgu maddelerinin polimerlere eklenmesi ile sertlik, esneklik, yanma direnci ve bariyer özelliklerin iyileştirilmesi sağlamıştır. Polimere yeni özellik eklemesi ile

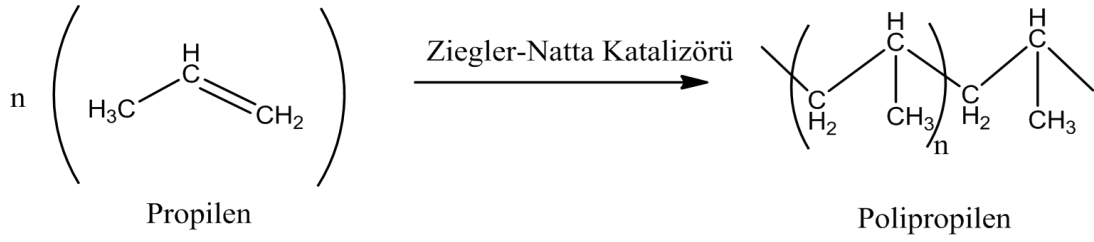
oluşacak ürün aynı zamanda polimerlerin opak ya da kırılğan olmasında neden olabilmektedir [3]. Dolgular katı halde ki katkı maddeleridir. Yapı olarak plastik matrislerden farklıdır. Polimerlerin içine özelliklerini iyileştirmek ve ya hacmini artırmak için katılırlar. İnert dolgu maddeleri, polimerlerin aynı zamanda hacmini artırırken fiyatını azaltırlar. Bu maddelerinin niteliklerini iyileştirmek için silan bağlayıcı ajanlar gibi yüzey modifiye edici maddelerde kullanılır [2].

Endüstri de yaygın olarak kullanılan polimerlerden bazıları; polipropilen (PP); otomotiv parçaları, akü kutuları, araç iç dekorasyonu, masa ve sandalye gibi mobilya üretiminde, polikarbonat (PC); tıbbi malzemeler ve saydam levhalarda, polietilen tereftalat (PET); su ve meşrubat şişelerinde, fotoğraf filmi, çeşitli kaplamalarda, polivinil klorür (PVC); pencere ve kapı yapımında, tel ve kablo izolasyonunda, poliasetal (POM); musluklar, aerosol vanalar ve fermuarlarda, polimetil metakrilat (PMMA); ışıklı ilanlar, aynalar ve lenslerde, alçak yoğunluklu polietilen (AYPE); ambalaj malzemelerinde, elektrik izolasyon kılıfları ve çeşitli filmlerde, lineer alçak yoğunluklu polietilen (LAYPE); boru üretiminde, tarım ve endüstri için çeşitli malzeme imalatında, yüksek yoğunluklu polietilen (YYPE); kimyasal madde kutularında, benzin tankları, süt ve çamaşır suyu kaplarında, bavul imalatında kullanılırlar [4].

1.1.1 Polipropilen, PP

Giulio Natta, 1954 yılında propilen polimerizasyonu sırasında metal alkil/ metal tuzları türü katalizörlerin stereospesifik etkisini kanıtlamasıyla ile polipropileni bulmuştur [5].

Propilen monomerinin yapısı $\text{CH}_2=\text{CH}-\text{CH}_3$ şeklindedir. Polimer, TiCl_3 yani Ziegler-Natta katalizörü etkisiyle yapısında ki çift bağ açılarak uçlarına $-\text{CH}_3$ ve $-\text{H}$ radikalleri bağlanır. Zincirin sonuna $-\text{H}$ radikalide bağlandığında zincirin oluşumu biter [6]. Polipropilen oluşumu şekil 1.1'de gösterilmiştir.



Şekil 1.1: Polipropilen oluşumunun şematik gösterimi [6].

1.1.1.1 Polipropilenin Özellikleri

Polipropilen yarı şeffaf, beyaz ve oda sıcaklığında katı halde bulunan bir termoplastiktir. Polipropilenin yoğunluğu 0.905 gr/cm^3 'tür. Bükülmelerden sonra dahi sertliğini korur. Isı ve ışığın etkisiyle bozulabilir. Morfolojisinin çok düzenli olması nedeni ile kolay bir şekilde renklendirilemez. Düşük su absorpsiyonuna sahiptir ve geçirgenliği azdır. İyi bir elektriksel dirence sahiptir. Hafif bir plastiktir. Mekanik özelliklerini yüksek sıcaklıklara kadar koruyabilmektedir. Darbe dayanımı yüksektir [6]. $-9,4^\circ\text{C}$ 'nin altında kırılğan, 60°C 'ye kadar kuvvetli asitlere ve bazlara karşı mukavemeti yüksektir. Klor, nitrik asit ve diğer kuvvetli oksitleyicilerden etkilenir. Bakterilere ve mantarlara dayanıklıdır. Yavaş yanar ve zehirsizdir. Elverişli şekilde modifiye edildiğinde iyi bir ısı dayanımına sahip olur. Nem alma oranı düşük, fiyatı ucuz, kolay işlenebilirdir [7].

Polipropilenin dezavantajları, hidrofobik olması (polaritesinin düşük olması) ve makro moleküllerinde üçlü karbon atomunun varlığından dolayı kolayca oksitlenebilmesidir. Fakat birçok film üreten firmalar için oksitlenme, polipropilen filmlerinin polaritesini artırmak amacıyla yüzey modifikasyon işlemlerinde avantaja dönüşmektedir. Polipropilenin fonksiyonel gruplar içeren monomerlerle kimyasal modifikasyonu gerçekleştirilerek polariteleri artırılabilmekte ve diğer polaritesi yüksek polimerlerle kimyasal uyumu sağlanabilmektedir. Bu da çeşitli polimerlerin karışımı ile üstün özelliklere sahip malzemelerinin hazırlanması ve değişik alanlarda kullanılmasını sağlamaktadır [7].

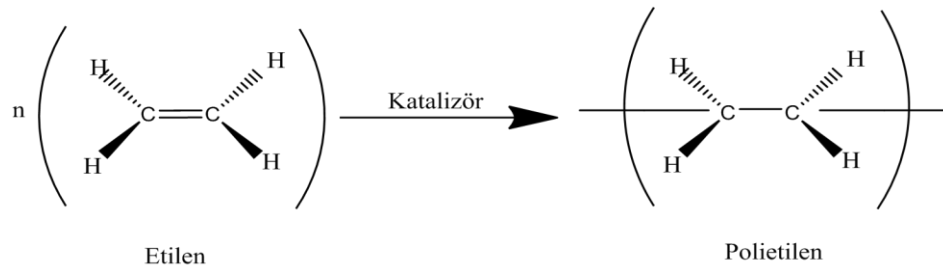
1.1.1.2 Polipropilenin Kullanım Alanları

Günümüzde dünya üzerinde 150'den fazla sentezlenmiş polipropilen çeşidi bulunmaktadır. Bu kadar çok türde üretilen polipropilenin olması polipropilenin kullanım alanlarını da arttırmıştır.

Polipropilen; otomobil parçası olarak, akü kabı üretiminde, gıda maddesi ve ilaç ambalajında, meşrubat şişesi kasalarında, plastik boru üretiminde, çeşitli ev aletleri, tel ve kablo kaplamalarında, laminasyon malzemesi olarak, halı ve yer döşemesi yapımında, halat ve çuval lifi üretiminde, laboratuvar donanımı ve oyuncak yapımında, radyatör ızgaralarında, sentetik çim yapımında, optik ve elektrik malzemelerin imalatında, levha ve profil yapımında kullanılmaktadır [8].

1.1.2 Polietilen, PE

Polietilen, 2010 yılı itibariyle Avrupa'daki plastik pazarında ilk 3'te yer alarak toplam talebin yaklaşık % 29'unu karşılmasıyla en yaygın kullanıma sahip olan polimer türüdür [9]. Etilenin polimerizasyonu ile üretilir. Polimerizasyon, uygulanan işleme göre radikal, anyonik veya katyonik mekanizma üzerinden yürür ve oluşturulan polimerler farklı özellik gösterirler [10].



Şekil 1.2: Polietilen oluşumunun şematik gösterimi [10].

Polietilen, farklı türlerde üretilmektedir. En önemli polietilen türleri üretim miktarlarına göre şöyle sıralanabilir [1]:

- ❖ Yüksek Yoğunluk Polietilen (HDPE veya YYPE),
- ❖ Düşük Yoğunluk Polietilen (LDPE veya AYPE),
- ❖ Lineer Düşük Yoğunluk Polietilen (LLDPE veya LAYPE).

1.1.2.1 Polietilenin Özellikleri

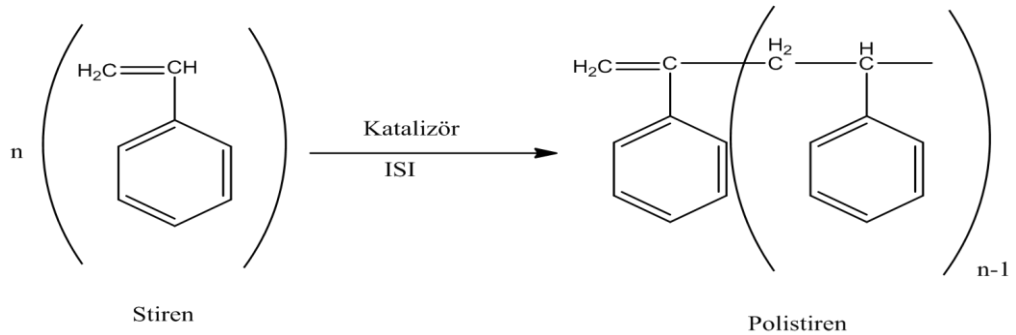
Polietilen yarı şeffaf ve süt beyazı bir termoplastiktir [10]. Genellikle polietilenler, düşük sürtünme katsayısı, sıfıra yakın nem emme özelliği olan, sağlam, asit-baz çözücülerine dayanıklı, dielektrik özellikleri üstün, çevre şartlarına dayanıklı ve kolay işlenebilir bir polimerdir [11,12].

Polimer zincirinde oluşan dallanmalar kristallik derecesini verir. Yüksek yoğunluklu ve lineer polietilen zincirinde dallanma az ve molekül yapısı doğrusaldır. Kristalinite, dallanmanın az olduğu moleküllerde daha fazladır. Polimerde kristallik artması sonucu kimyasal özellikleri iyileşir, gaz ve sıvılara karşı mukavemeti, mekaniksel özellikleri ve sertliği artar[1].

Polimerlerin ortalama molekül ağırlığı, erime akış indeksiyle belirlenir ve molekül ağırlığıyla ters orantılıdır. Yüksek molekül ağırlığına sahip tüm polimerlerin genellikle erime akış indeksi düşüktür. Bundan dolayı yüksek molekül ağırlıklı polietilenlerin sağlamlığı yüksek, erime akış indeksleri düşüktür [1].

1.1.3 Polistiren, PS

Polistiren üretimi ticari anlamda ilk Amerika Birleşik Devletleri'nde 1938 yılında gerçekleştirilmiştir. Stiren monomerinin polimerizasyonu ile elde edilen polimer, polistiren olarak adlandırılır [13]. Polistiren oluşumunun şematik gösterimi şekil 1.3'te belirtilmiştir.

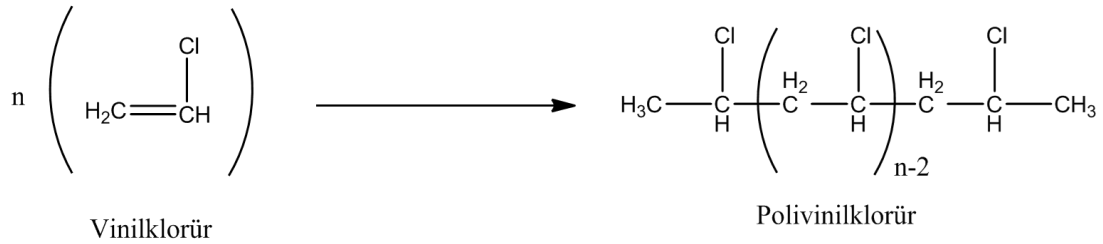


Şekil 1.3: Polistiren oluşumunun şematik gösterimi [10].

Polistirenin polimer zincirinde 700 ile 1300 monomer bulunmaktadır. 100°C'nin üstünde yumuşak ve akışkan, 100°C'nin altında katı ve şeffaf halde bulunmaktadır. Polistirenin akışkanlığının yüksek olması ve ısıl kararlılığa sahip olması polimeri ideal kılar. Böylece polistiren çok yaygın bir şekilde kullanılmaktadır. Polistirenin kullanım alanları; radyo ve televizyon kabinleri, buzdolabı parçaları, gıda ambalajları, dekoratif yapı malzemeleri, mutfak araçları ve oyuncak sanayisidir [13].

1.1.4 Polivinilklorür, PVC

Özgül ağırlığı, 1,4 gr/cm³ civarındadır. Yumuşak polivinilklorürün çekme dayanımı 140-240 kgf/cm² olduğundan yetersiz mekanik özelliklere sahiptir. Çeşitli dolgu malzemelerinin ilavesiyle rijit hale getirilmesiyle çekme dayanımı 400-500 kgf/cm² değerine ulaşmaktadır. Elektriksel yalıtımı ve fiziksel dayanımı yükselmektedir. Termoplastik olan polivinilklorür tüm plastik işleme yöntemlerine uygundur. Levha, boru, profil ve film olarak kolay olarak şekillendirilebilir [6].



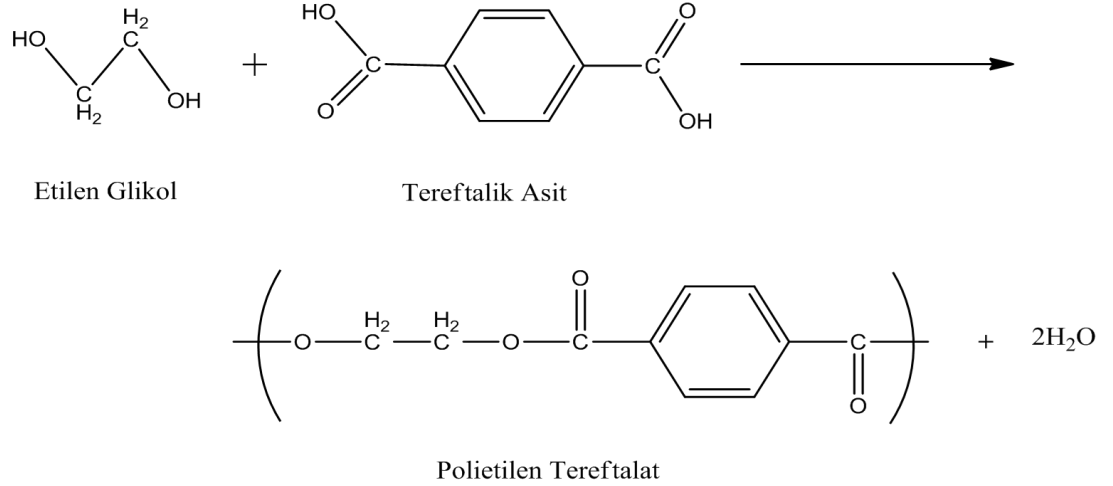
Şekil 1.4: Polivinilklorür oluşumunun şematik gösterimi [10].

Polivinilklorürün sert, yumuşak, opak ve saydam türleri bulunur ve genelde plastikleştirici malzemelerle birlikte kullanılarak ürünler meydana getirilmektedir. Üretim kolaylığı, çevre koşullarına karşı dirençli olması ve maliyetinin düşüklüğü gibi etmenler polivinilklorürün kablo yapımında oldukça yaygın kullanılmasını sağlamaktadır. Polivinilklorür; yer döşeme malzemeleri, su hortumları, yumuşak oyuncak bebekler, çeşitli plastik eşyaların yapımı gibi geniş uygulama alanlarına sahiptir [13].

1.1.5 Poliesterler

Poliester, bir dialkol ile dikarboksilik asidin kondenzasyon sonucu oluşan uzun zincirli polimerlere denir. Ester ($O=C-O-$) grubu, bu zincirde pek çok kez tekrarlanmasından dolayı poliester ismini almışlardır [14].

En çok üretilen poliester lifi; tereftalik asit ve etilen glikol reaksiyonu sonucu eriyikten lif çekme yöntemi ile üretilen polietilentereftalat (PET)'tir [15]. Polietilentereftalat (PET) poliesteri, Dickson ve Whinfield tarafından keşfedilmiş ve ticari amaçla ilk kez 1941 yılında üretilmiştir. Etilen glikolün, tereftalik asit veya tereftalik asit dimetil esteri ile kondensasyonundan oluşur [16]. Polietilentereftalat esaslı poliesterin genel formülü Şekil 1.5'de verilmiştir.



Şekil 1.5: Polietilentereftalat oluşumunun şematik gösterimi [15].

Polietilentereftlat esaslı poliester lifleri her türlü giyim eşyası olarak kullanılabilir. Çünkü alerjik bir durum yaratmaz ve deriyi tahriş etmez. Yün, pamuk ve keten gibi doğal liflerle karışım halinde kullanılabilirler. Buruşmaya dayanıklı, iyi görünümlü ve dayanımı yüksek çeşitli giyim eşyaları üretilebilir. Perdeler, balık ağları, yer döşemeleri, yangın hortumları, kemerler, transmisyon kayışları, yelken bezleri, dikiş ve ameliyat iplikleri poliester liflerinden yapılabilir [17].

1.2 Kil Mineralleri

Kil mineralleri, kil taşı ve magmatik kayaların aşınıp taşınması sonucu havzalarda birikmesi ile oluşur. Killer, ayrıışan kayalar ve birikme sırasındaki kimyasal şartlara göre farklılık gösterirler. Kil mineralleri, düşük basınç ve sıcaklıkta tabakalar halinde oluşur. Basıncın ve sıcaklığın düşük olması iri kristalli minerallerin gelişimini önlemektedir [18].

Kil mineralleri sulu alüminyum silikatlardır. Tabakalı silikatlar ve fillosilikatlar olarak sınıflandırılırlar. Tabakalı silikatlar, tetrahedral (T) ve oktahedral (O) tabakalardan oluşmaktadır [19]. Kil mineralleri bir tetrahedral ve bir oktahedral olarak iki tabakadan oluşur iken, üç tabakalı olanlar bir oktahedral ve iki tetrahedral tabakadan oluşur [20]. Tabakalı yapılarına bağlı olarak kil mineralleri su alınca şişer ve tabakaları birbirinden uzaklaşır bu da iç yüzeylerini değiştirir [18].

1.2.1 Diatomit

Diatomit, diatom olarak isimlendirilen tek hücreli alglerin fosilleşmesi ile oluşan bir çökeltidir. İngilizce "Diatomit" veya "Diatome toprağı" olarak adlandırılmış olan bu organik kökenli mineral için kullanılan "Infusorial Earth", "Tripoli", "Tripolit" isimleri artık kullanılmamaktadır. Fransızca ve Almanca literatürde ise bu minerale "Kizelgur" adı verilmiştir [21].

1.2.1.1 Diatomitin Bileşimi ve Özellikleri

Diatomit, alger sınıfından olan diatomelerin silisli kabuklarının fosilleşmesi ile oluşan bir sedimanter kayadır. Diatome, sudan elde ettiği silisten oluşan bir kabuk içerisinde ki küçük bir protoplazmadır. Gelişmesini hızlandıran faktörler, erimiş silis ve temiz sular, sığ ve geniş havzalardır. Diatome türleri; tatlı sular ve denizlerde gelişmekte ve sayıları 16.000'e ulaşmıştır. Ölen diatomelerin silisli kabukları diplerde birikerek diatomit yataklarını oluşturmaktadır [22].

Diatome kabuğu amorf silis ($\text{SiO}_2 \cdot n\text{H}_2\text{O}$) yapısındadır. Rezervler, genellikle organik kalıntılar, kum ve volkanik küller içerirler. Ticari değeri olan kayaların %86-94'ünü silistir. Kayaların diğer kısmını ise alüminyum, demir ve kilden gelen alkaliler oluşturur [22].

Genellikle gevşektirler ve un gibi dağılırlar. Renk açık bej, beyaz ve gri arası değişir. Organik olarak zengin diatomitler kahverengi, siyah ve koyu yeşil renkli olarak doğada bulunabilirler [23].

1.2.1.2 Diatomitin Kullanım Alanları

Diatomit, sanayide birçok işlemde kullanılmaktadır ve tüketim alanları şöyle sıralanabilir [24]:

- 1) Süzme malzemesi,
- 2) Isı, ses, elektrik izolasyon malzemesi,
- 3) Katalizör taşıyıcı,
- 4) Birçok kimyasal maddelerin üretiminde silis kaynağı olarak,
- 5) Hafif yapı malzemesi ve refrakter imalatında,
- 6) Dolgu malzemesi,
- 7) Absorbent,
- 8) Yüzey temizleyici olarak kullanılır.

Ayrıca çimentodaki su fazlalığını giderme ve homojenliği arttırmak amacıyla kullanılabilir. Diatomit, betona % 3 oranında ilave edildiğinde çekme direnci %10, basınç direnci ise % 20 oranında artırdığı belirlenmiştir [24].

1.2.2 Silika

Silisyumun (Si) oksijen ile bileşik oluşturması sonucu silika (SiO_2) ve birçok silikat bileşikleri meydana gelerek doğada geniş bir yer kaplarlar. Doğada kristal ve amorf yapıda bulunurlar.

Dünya üzerinde bulunan minerallerin %25'i silikat mineralleri grubuna dahildir. Bu mineraller kilden kuvarsa kadar geniş bir çeşitlilik içinde sınıflandırılmaktadır. Silikat mineralleri, Si^{4+} katyonu ile çevresinde yer alan dört O^{2-} anyonunun, $(\text{SiO}_4)^{4-}$ formülüne göre birleşmesiyle oluşur [25].

1.2.2.1 Silikanın Bileşimi ve Özellikleri

Silika, oda sıcaklığında kararlıdır ve daha yüksek sıcaklıklarda kuvars (SiO_2) haline gelir. Bileşimin sertliği 7, özgül ağırlığı 2.85 g.cm^{-3} , erime sıcaklığı 1785°C ve en yaygın bulunan minerallerden biridir. Kuvars; mat, renksiz, saydam veya kırmızı, pembe, mavi, beyaz gibi farklı renklerde bulunmaktadır [26].

1.2.2.2 Silikanın Kullanım Alanları

Silika, kolayca temin edilebilmesi ve kendine özgü özellikleriyle endüstride geniş bir kullanım alanına sahiptir. Silika, düşük iç sürtünmesine bağlı olarak iyi bir kaliteye sahiptir. Diğer silikat malzemelere göre kimyasal olarak son derece inerttir ve çok yüksek temel genleşme katsayına sahiptir.

Silikanın en çok tercih edildiği yerler:

- 1) Cam ve seramik hammaddesi,
- 2) Optik ve elektronik endüstrisidir [26].

1.2.3 Bentonit

MÖ 5.000 tarihlerinde bentonit, yünlerin yağını almak için kullanılmış, Kızılderililer de bentoniti sabun olarak kullanmışlardır ve daha sonralarda nemlendirilerek gıcirtı çıkarmasın diye kağını tekerleğine sürülmüştür. Ayrıca izolasyon malzemesi olarak kullanılmıştır [19].

Bentonit, polimere dolgu maddesi olarak kullanılmaya başlanmıştır. Polimerin sıcaklık savuşturma özelliğini artırır ve gaz geçirgenliğini düşürür. Böylece tutuşması

geciktirilmiş olmaktadır. Bentonit ile oluşturulan alev geciktiriciler ise elektrik prizi gibi ateşe dayanıklı ürünlerdir [19].

1.2.3.1 Bentonitin Özellikleri

Bentonit; ince taneli, yumuşak ve gözenekli yapıya sahiptir. Elde yumuşak ve yağlı bir hal alır, suda hemen dağılma özelliği gösterir. Beyaz, pembemsi, yeşilimsi sarı renkte olabilir. Bentonitin formülü $(\text{Na,Ca}) (\text{Al,Mg})_6 (\text{Si}_4\text{O}_{10})_3 (\text{OH})_6 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ [27].

Montmorillonit smektit olarak isimlendirilen şerit silikatların bir çeşididir. Bentonitin özelliklerinden en önemlisi suyu emmesi ve şişmesidir. Yüksek biçimlenme özelliğine sahiptir ve yapıştırıcı özelliği de vardır. Bentonitin yoğunluğu $2,2-2,7 \text{ g/cm}^3$ 'dür. Ateşe dayanıklı ve iyon değiştirme özelliği vardır [28].

1.2.3.2 Bentonitin Kullanım Alanları

Bentonit dolgu, sondaj ve zirai ilaç alanında ve en çok döküm sektöründe kullanılmaktadır. Bentonit; güzellik ve sağlıkta virüs tedavilerinde kullanımı artmaktadır. Çok çeşitli özellikler gösteren kalsiyum bentonit, sodyum bentonit, aktive edilmiş killer ve organik killer birçok alanda kullanılmaktadır. Yılda 3.5 milyon ton civarında tüketilmektedir [19].

Bentonitin endüstride en çok kullanıldığı yerler:

- 1- Döküm sektörü,
- 2- Petrol sondajları,
- 3- Çevre temizleme, arıtma,
- 4- İlaç, kozmetik ve tıbbi pazarlar,
- 5- Deterjanlar,
- 6- Boyalar, boyar maddeler ve cilalar,
- 7- Seramikler,
- 8- Alev geciktirici.

1.2.4 Perlit

Perlit, silisyum içeren doğal bir volkanik kayadır, ticari isim değildir. 20. yy başlarında araştırmacılar volkanik kayalardan farklı olarak, perlit içeren bazı kayaların, uygun bir sıcaklığa kadar ısıtıldığında hacminin dört ile yirmi kat arttığını gözlemişlerdir. Bu genleşme, ham perlit içinde bulunan %2-6 oranında sudan kaynaklanmaktadır. Ham perlit, hızlı bir şekilde 870⁰C üzerine kadar ısıtıldığında su moleküllerinin buhar fazına geçmesi ile patlar ve daha parlak tanecikler meydana gelir [29].

1.2.4.1 Perlitin Özellikleri

Perlitin rengi, parlak siyahtan şeffaf açık griye kadar değişir. Genleşen perlit ise tamamen gri veya beyaza yakın bir renk alır. Kırılma indisi ortalama değeri 1,497'dir. Polarize ışıkta perlit, camsı izotropik olup bazen hafif bir çift kırma gösterir [30].

X ışını analizleriyle perlitin en çok %4 oranında serbest silis içerdiği bulunmuştur. Perlitin yumuşama noktası 750-1100⁰C arasında, erime noktası ise 1250-1350⁰C arasındadır. Sıcak konsantre alkali ve hidroflorik asitte tamamen erir. Özgül ağırlık 2-2,2 g/cm³ ve sertliği mohs cetveline göre 5,5-7 g/cm³ arasında değişmektedir [30,31].

1.2.4.2 Perlitin Kullanım Alanları

Perlit, yalıtımı yüksek ve parlak renkli olmasından dolayı inşaatlarda duvar yapımında dolgu maddesi olarak tercih edilmektedir. Ayrıca bitki yetiştirme işlemlerinde, endüstri alanında plastiklerde kullanılmaktadır. Petrol, su, jeotermal kuyuların ve yüzme havuzları yapımında, %70'den fazla silika içerdiğinden sabun yapımında, parlatici ve temizleyici olarak diş macunları içerisinde bulunmaktadır. Adsorpsiyon olaylarında inert olduğu için mükemmel bir süzme yardımcı maddesi olarak kullanılmaktadır. Kimyasal reaksiyonlarda da katalizör olarak kullanılmaktadır [29].

1.3 Modifikasyon

Çeşitli yollarla kil yüzeyinin özelliklerinin değiştirilmesi ve yeni özellikler kazandırılması modifikasyon olarak tanımlanır. Hidrotermal, termal ve kimyasal olarak yüzey modifikasyonu üç farklı grupta incelenir [32]. Kilin yüzey yapısında oluşan değişiklikler kimyasal modifikasyon olarak adlandırılır. Killere fiziksel adsorbsiyon ile organik moleküllerin, kimyasal olarak kilin yüzeyine bağlanması başlıca kullanılan yöntemlerden biridir [33].

1.3.1 Modifiyer Maddeler

Modifikasyon işlemlerinde yüzeyleri modifiye etmek için çeşitli modifiyer maddeler kullanılmaktadır. Burada yüzeye etki edebilen yüzey aktif maddeler, silanlı bileşikler ve benzoilklorür gibi modifiyer maddeler seçilmiştir.

1.3.2 Silan Grupları İçeren Bileşikleri

Katkı maddelerinin ilavesi avantaj sağlamasına rağmen, katkı maddesi ve polimer arasındaki uyumsuzluk, polimerin mekanik özelliklerinde kayıplara yol açabilir. Polipropilen ve katkı maddesinin yüzeyler arasında ki özellikleri kompozitin özelliklerini etkilediğinden, yüzeyler arası özellikler; silan bağlayıcı ajanlar, titan bağlayıcı ajanlar ve yağlı asitleri yüzey modifiye edicilerle yapışmayı artırmak ve ıslanabilirlik özelliğini iyileştirmek için modifiye edilmelidir. Silan bağlayıcı ajanların etkisi üzerine yapılan çalışmalar, polimer kompozitlerinin mekanik ve yüzeyler arası özelliklerinde gelişmeler olduğunu ortaya koymuştur [34,35].

Silanlar genel olarak kullanılan $R-Si(OY)_3$ formülüne sahip dört-fonksiyonelli moleküllerdir. Burada R ve Y hidrolize olabilen etoksi veya metoksi gruplarıdır. Bununla birlikte, polimer ve katkı maddeleri ile etkileşim sağlayabilen ve hidroliz olmayan organo-fonksiyonel yani amino, metakrilat, merkapto veya vinil grupları da vardır [34]. Karışımların birçoğunda üç metoksi veya etoksi grupları merkez silikon atomuna bağlıdır ve bunlar Si-OH gruplarına hidroliz olurlar. Bu Si-OH grupları silika veya silikat yüzeylerine adsorbe edilebilirler. Silikata bağlı 4. grup olan R, bazen bir

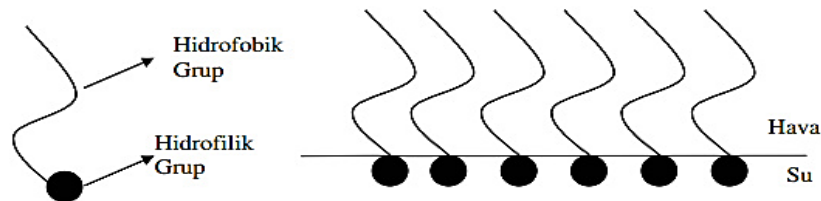
polimer molekülü ile birincil bir kimyasal bağ oluşturur. Böylece plastik matris ve güçlendirici arasındaki bağlayıcılığı artırır [36].

Silanol grupları, hidroliz reaksiyonu sonucu oluşur ve kondenzasyon reaksiyonları esnasında dolgu yüzeyine siloksan bağları ile bağlanarak hidroksil gruplarıyla reaksiyona girer. Silan bağlayıcı ajanlar bu reaksiyonların sonucunda, komponentler arasında bir bağ oluşturarak yüzeyler arasını modifiye ederler [34].

1.3.2.1 Yüzey Aktif Maddeler

Günlük hayatta kullandığımız yüzey aktif maddeler; deterjanlar, kozmetik vb. ürünlerden bazılarıdır. Birçok endüstriyel uygulamada örneğin; petrol geri kazanımında, metal teknolojisinde, tekstil proseslerinde, medikal uygulamalarda, tarım ve yiyecek uygulamalarında, elektronik baskı, biyoteknoloji, manyetik kayıt gibi ileri teknoloji alanlarında önemli rol oynayan maddelerdir [37].

Yüzey aktif maddelerin karakteristik yapısında hidrofobik (su sevmeyen) ve hidrofilik (suyu seven) baş grupları yer alır. Bu yapıları sayesinde sıvı/hava ara yüzeyine adsorblanarak yüzey gerilimini düşürürken aynı zamanda çözelti içerisinde de çeşitli türde kümeleşmelerin oluşmasını sağlarlar. Yüzey aktif maddelerin genel yapısı ve su-hava ara yüzeyindeki konfigürasyonu şekil 1.6'da gösterilmiştir. Bu özelliklerinden dolayı geniş uygulama alanına sahiptirler [38]. Yüzey aktif madde derişimi çözelti içerisinde arttıkça yüzey gerilimi azalmakta ve bu azalma limit bir değere kadar devam etmektedir. Limit yüzey gerilimine ulaşmayı sağlayan yüzey aktif madde derişimine kritik miselleşme konsantrasyonu (KMK) denir. Yüzey aktif maddeler, kritik miselleşme konsantrasyonu üzerindeki derişimlerde çözelti içerisinde çeşitli kümeleşmeler (misel, solucan miseller, vezikül) meydana getirirler [32].

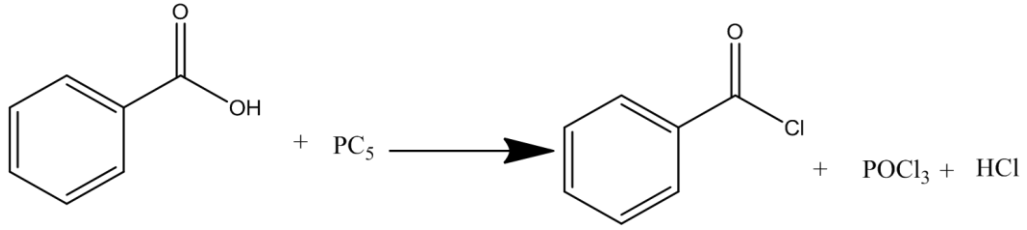


Şekil 1.6: Yüzey aktif maddelerin genel yapısı ve su-hava ara yüzeyindeki konfigürasyonu.

Yüzey aktif maddelerinin yapısında bulunan hidrofobik kuyruk genellikle uzun hidrokarbon, florokarbon veya siloksan zincirlerinden, hidrofilik baş grup ise iyonik veya yüksek polaritede ki maddelerden oluşur. Yaygın olarak yüzey aktif maddelerin sınıflandırılması hidrofilik baş grubun sahip olduğu yüke göre yapılır. Bu sınıflandırmaya yüzey aktif maddeler iyonik, noniyonik ve ikiz iyon olmak üzere üç gruba ayrılırlar [39].

1.3.2.2 Benzoilklorür

Benzoikasitin, fosforpentaklorür ile etkileşmesi sonucu elde edilen, formülü C_6H_5COCl ve kaynama noktası $198^{\circ}C$ olan keskin kokulu ve renksiz bir sıvıdır. Benzoilklorür oluşumu şekil 1.7’de gösterilmiştir.



Şekil 1.7: Benzoilklorür oluşumu [40].

1.4 Kompozit Malzemeler

Kompozit malzemeler, iki veya daha fazla sayıdaki malzemenin bir araya gelerek, kimyasal ve fiziksel özellikleri farklı malzemelerin üstün özelliklerini yeni oluşacak malzemeye kazandırmak amacıyla, sıcaklık ve basınç gibi dış etkiler yardımıyla, kimyasal ve mekanik bir bağ oluşumu sonrasında oluşan üstün özellikli malzemedir [41].

Kompozit malzeme, II. Dünya savaşı sırasında eldeki malzemelerin teknolojiyle beraber ihtiyaçlara cevap vermemesi sonucunda kompozit malzemelerin sentezi ve mekaniksel özellikleri üzerinde araştırma ve geliştirmeler hızla artmıştır. Kompozit malzemelerin geliştirilmesindeki ana amaç üretilen ve tasarlanan

sistemlerdeki ağırlık/dayanım oranının zamanla önem kazanmasıdır. Kompozitler, kullanıldıkları alanlarda üstün mekanik ve fiziksel özellikler elde etmek amacıyla kullanılmaktadırlar [41].

Kompozit malzemelerde aranan temel özellikler; yüksek mukavemet, yüksek rijitlik, iyi korozyon direnci, yüksek aşınma direnci, ısıya karşı yüksek direnç, yüksek ısı ve elektrik iletkenliği, düşük yoğunluk, estetik görünüm ve yüzey kalitesidir. Yeni oluşturulacak malzeme hangi özelliğin geliştirilmesi ve iyileştirilmesi isteniyorsa bu doğrultuda matris ve takviye elemanı seçilerek üretim yöntemi belirlenerek kompozit malzemenin oluşumu sağlanır. Kompozit malzemeleri, kullanılan matris malzemesine göre üç grupta toplayabiliriz; polimer matrisli, metal matrisli ve seramik matrisli kompozitler [41].

1.4.1 Polimer-Polimer Kompozit Malzemeler

K. Friedrich ve arkadaşları eritme yöntemiyle Polietilen tereftalat (PET) ve Polipropilen (PP) kullanılarak polimer-polimer kompozitlerini sentezlemişler, morfolojisi ve mekanik özelliklerini incelemişlerdir [42]. K. Jayanarayanan ve arkadaşları eritme yöntemiyle Polipropilen (PP) ve Polietilen tereftalat (PET) kullanılarak polimer-polimer kompozitlerini sentezlemişler ve morfolojik, statik ve dinamik mekanik özelliklerini incelemişlerdir [43].

1.4.2 Polimer-Kil Kompozit Malzemeler

P. Mareri ve arkadaşları eritme yöntemiyle Polipropilen (PP) ve kaolin polimer-kil nanokompozitleri sentezleyerek karakterize etmişlerdir ve mekaniksel özelliklerini incelemişlerdir [44]. X. Shi ve arkadaşı çözelti ortamında etkileştirme yöntemiyle Polipropilen karbonat (PPC) ve montmorillonit kullanarak polimer-kil nanokompozitlerini sentezlemişler ve karakterize etmişlerdir [45].

1.4.3 Polimer-Modifiye Kil Kompozit Malzemeler

G. Soyluboy ve arkadaşları eritme yöntemiyle yüksek yoğunluklu polietilen (HDPE) ve organokil (Cloisite 20A) polimer-kil nanokompozitleri sentezlenmiş ve termal ve reolojik özellikleri incelenmiş ve bu örneklerden hazırlanan filmlerin gaz geçirgenlikleri test edilmiştir [46]. A. Kurt ve arkadaşları poli(metil metakrilat) (PMMA)/organo modifiye montmorillonit kil (OMTAB) nanokompozitlerini yerinde polimerizasyon yöntemi ile hazırlandı ve polimer-modifiye kil nanokompozitlerinin karakterizasyonunu, termal ve optik özelliklerini incelendi [47].

1.5 Literatür Özeti

Eritme yöntemi kullanılarak yapılan literatürdeki bazı çalışmalar tablo 1.1’de gösterildi. Eritme yöntemiyle yapılan çalışmalarda matris maddesi olarak genellikle polipropilen (PP) kullanılmıştır. Dolgu maddeleri genellikle modifiye edilmiş kil ya da bitki tozları olarak seçilmiştir. Eritme yöntemiyle yapılan çalışmalar ekstruder cihazıyla yapılmış olup ve cihazın hazne sıcaklığı ve vida hızları genellikle belirtilmiştir. Kompozit ve nanokompozitlerin çeşitli karakterizasyon yöntemlerinin yanısıra mekanik özelliklerini gözlemek için de testler uygulanmıştır. Mekanik testlerden gerilme, eğilme testlerinin yanında elastikiyet ve darbe dayanıklılığı gibi özelliklerine de bakılmıştır.

Örneğin; G. Sui ve arkadaşları eritme yöntemiyle matris maddesi olarak polipropilen (PP), dolgu maddesi olarak modifiye montmorillonit (Cloisite 15A) ve SHSD (ayçiçeği gövdesinin tozu) kullanmıştır. Dolgu maddeleri kuarterner amonyum ile modifiye edilmiştir. %5 oranında matris ve dolgu maddesi ekstruder cihazında, 75 rpm hızında ve 200°C sıcaklıkta birleştirilerek kompozitler oluşturulmuştur. Oluşturulan kompozitlerin DSC, TGA ve FTIR ile karakterizasyonuna, eğilme testi ile mekanik özelliklerine bakılmıştır [48].

Çözelti ortamında etkileştirme yöntemi kullanılarak yapılan literatürdeki bazı çalışmalar tablo 1.2’de belirtilmiştir. Çözelti ortamında etkileştirme yöntemiyle yapılan çalışmalarda matris olarak farklı polimerler ve dolgu maddesi olarak genellikle modifiye edilmiş killer kullanılmıştır. Çözelti ortamında etkileştirme yönteminde

kullanılan çözücüler, polimerin çözünürlük parametresine göre seçilmiştir. Genellikle manyetik karıştırıcılarda ve ultrasonik banyolarda hazırlanmışlardır. Kompozit ve nanokompozitler birçok farklı yöntemle karakterize edilmişlerdir.

Yerinde polimerleşme yöntemi kullanılarak yapılan literatürdeki bazı çalışmalar tablo 1.3'de gösterilmiştir. Monomeren çıkılarak çeşitli başlatıcılar yardımıyla polimerizasyon sırasında matris maddelerin ilave edilmesi ile gerçekleşen kompozit ve nanokompozitler sentezlenmiştir. Monomer kullanılarak gerçekleştirilen sentezde matris madde olarak genellikle grafit oksitler, killer ya da gümüş nanopartiküller kullanılmıştır. Kompozit ve nanokompozitler çeşitli yöntemlerle karakterize edilmişlerdir.

Tablo 1.1: Eritme yöntemi ile yapılan kompozit sentezleri için literatürdeki bazı çalışmalar.

Matris	Dolgu Maddesi 1	Dolgu Maddesi 2	Modifiyer Madde	Extruder hızı ve hazne sıcaklığı	% Karışımı	Karakterizasyon	Mekanik Testler	Ref.
Polipropilen (PP)	Kaolin	-	Kuaterner amonyum	-	10, 20, 30, 40	SEM, DSC	Gerilme testi, darbe testi, elastikiyet modülü	[44]
Polipropilen (PP)	Modifiye Montmorillonit (Cloisite 15A)	SHSD (ayçiçeği gövdesinin tozu)	Kuaterner amonyum	75 rpm, 200 °C	5	DSC, TGA, FTIR	Eğilme testi ve modülü	[48]
Polipropilen (PP)	Chitosan (organokil)	-	Lignoselülozik fiber	50 rpm, 190 °C	10, 20, 30, 40	SEM, DSC, TGA, FTIR, GPC	Gerilme ve darbe testi, elastikiyet modülü	[49]
Polipropilen (PP)	Odunsu lif (WF)	Silika	-	50-200 rpm, 150 rpm, 180 °C	1	SEM	Gerilme testi	[50]
Polipropilen (PP)	Odunsu lif (WF) ve bileşenleri	-	-	150/160/180 °C 180 rpm	50	FTIR, XRD, WA, DSC, TGA, SEM	Gerilme testi, eğilme testi ve modülü, darbe testi, elastikiyet modülü	[51]

Tablo 1.1 (devamı): Eritme yöntemi ile yapılan kompozit sentezleri için literatürdeki bazı çalışmalar.

Matris	Dolgu Maddesi 1	Dolgu Maddesi 2	Modifiyer Madde	Extruder hızı ve hazne sıcaklığı	% Karışımı	Karakterizasyon	Mekanik Testler	Ref.
Poli(laktik asit) (PLA)	Odunsu lif (WF) ve bileşenleri	-	-	150/160/180 °C 180 rpm	50	FTIR, XRD, WA, DSC, TGA, SEM	Gerilme testi, eğilme testi ve modülü, darbe testi, elastikiyet modülü	[51]
Yüksek Yoğunluklu Polietilen (HDPE)	3 Farklı Montmorillonit (MMT)	Etilen/metakrilik asit kopolimeri (EMAA)	Heksesil trimetil amonyum klorür	190/195/205/210 °C	%3 MMT %1 EMMA	XRD, TEM, SEM	Gerilme testi, elastikiyet modülü, kopma ve uzama	[52]
Yüksek Yoğunluklu Polietilen (HDPE)	Montmorillonit	-	JSAc ve DOAc	200 rpm, 180 °C	2, 5, 10, 15	WAXD, TEM, TGA/DTG, HRR, FTIR,	gerilme ve eğilme testi, eğilme katsayısı, darbe testi,	[53]
β -Polipropilen (izotaktik PP)	Deniz kabuğu	-	Pimelik asit	150 rpm 160-200 °C	1, 3, 5	TG, WAXD, SEM, DSC	Çekme, eğilme ve darbe testleri	[54]

Tablo 1.2: Çözelti ortamında etkileştirme yöntemi ile yapılan kompozit sentezleri için literatürdeki bazı çalışmalar.

Matris	Dolgu Maddesi 1	Dolgu Maddesi 2	Çözücü	Modifiyer Madde	Karıştırıcı	Ultrasonik Banyo	Karakterizasyon	Ref.
Polipropilen karbonat (PPC)	Organofilik montmorillonit (OMMT)	-	Distile Su	CTAB	Mekanik karıştırıcı: 10 dk	10 dk	XRD, TEM, TGA, DSC, Gerilme testi, elastikiyet modülü	[45]
Polipropilen karbonat (PPC)	Grafit oksit	-	N, N-dimetil formamit	Tolien 2,4-di-izosiyanat	Mekanik karıştırıcı: 10 dk	30 dk	SEM, XRD, FTIR, TGA, DSC, DMA, Gerilme testi	[55]
1,4-Polibütadien kauçuğu	Bentonit	-	Petrol	Kuaterner amonyum	30 dk 60 °C	-	XRD, TGA, TEM, Gerilme testi	[56]
Poli(etilen metakrilat) PEMA, Poli(hidroksil metakrilat) PHEMA	Modifiye sepiyolit	-	Dietil eter-etil alkol karışımı (1:1)	3-aminopropil trietoksil silan (3-APTS)	Magnetik karıştırıcı: oda sıcaklığında 2 h	20 dk	FTIR, XRD, TEM, TG/DTG, SEM	[57]
Poli(vinil alkol) PVA	Sepiyolit	-	Distile Su	400 °C, 600 °C, 900 °C 'de sepiyolit kalsine edilmiş	Oda sıcaklığında 2 h	20 dk	FTIR, SEM, TEM, AFM, TG, UV	[58]

Tablo 1.3: Yerinde polimerleşme yöntemi ile yapılan kompozit sentezleri için literatürdeki bazı çalışmalar.

Monomer	Başlatıcı	Bağlayıcı	Dolgu Maddesi	Modifiyer Madde	Karıştırıcı	Karakterizasyon	Ref.
Metilmetakrilat (MMA)	Benzoil peroksit	-	Na-MMT	2-metakriloiloksietil tetradesil dimetil amonyum bromür (MTAB)	Magnetik karıştırıcı ile 1 saat süreyle	FTIR, XRD, TGA, UV-VIS, Ea	[47]
Stiren	Benzoil peroksit	-	Na-MMT	Vinilbenzil dimetilhekzadesil amonyum klorür (VHAC)	Magnetik karıştırıcı: Oda sıcaklığında 24 h	FTIR, XRD, TGA, UV-VIS, Ea	[59]
Metilmetakrilat (MMA)	Azobisizobütronitril (AIBN)	PMMA	Ag Nano parçacık	Ag hidrosolleri hazırlanabilmesi için, sodyum borohidrid (NaBH ₄), oleilamin ve kloroform	Ultrasonik banyo, Magnetik karıştırıcı: oda sıcaklığında gece boyunca	TEM, UV-VIS, ¹ H NMR, DSC, PDI, TG	[60]
Stiren	Azobisizobütronitril (AIBN)	-	Ag Nano parçacık	oleilamin ve kloroform	Magnetik karıştırıcı: 80 °C 19 h	ICP-AES, UV-VIS, TEM, FTIR, GPC, DSC, TGA	[61]

Tablo 1.3 (devamı): Yerinde polimerleşme yöntemi ile yapılan kompozit sentezleri için literatürdeki bazı çalışmalar.

Monomer	Başlatıcı	Bağlayıcı	Dolgu Maddesi	Modifiyer Madde	Karıştırıcı	Karakterizasyon	Ref.
Vinil asetat	Benzoil peroksit	-	Kaolinit	Dimetil sülfoksit (DMSO)	Oda sıcaklığında 24 h	FTIR, WXR, TEM, DSC, TGA	[62]
Pirol	Elektrokimyasal hücre (üç elektrod içinde doğru akım)	-	Grafen oksit (RGO)	Grafit oksit, Hummers metodu hidrazin monohidrat ve sodyum p-toluensülfat (PTSS) ile modifiye edilmiştir	-	Raman spektroskopisi, SEM, TEM, XPS, BET, CV, GCD, EIS	[63]
Pirol	Demir-klor çözeltisi, p-toluensülfonik asit (PTSA)	-	Softwood bleached sulfite pulp (NBSP)	-	Buz banyosu: 2 h	TGA, XPS, SEM-EDX, SEM	[64]

1.6 Çalışmanın Amacı

Bu çalışmada kompozit filmlerin sentezinde matris olarak dünyadaki en yaygın ikinci plastik hammadde olan, sağlamlığı, maliyet avantajı, kolay kalıba girmesi nedeniyle polipropilen seçildi. Yapılan literatür araştırmaları sonucunda, diatomitin ekstrüzyon yöntemi ile polipropilen/diatomit kompozit filmlerinin sentezinde daha önce hiç kullanılmadığı belirlendi. Literatürden, diatomitin yüzey özellikleri incelendiğinde yapının hidrofilik, polipropilenin ise hidrofobik olduğu görüldü. Diatomitin, polipropilen yapısı içerisinde etkileşime girerek karışabilmesi için suya olan ilgisi (hidrofilite) modifikasyon yöntemi kullanılarak azaltıldı, buna bağlı olarak apolar yapılara olan ilgisi (organofilite) yükseltildi. Bu amaçla BTMAC, HTAB ve BK gibi modifiyer maddeler kullanılarak diatomitin modifikasyonu gerçekleştirildi. Bu modifiyer maddelerin seçilmesinin nedeni literatürde kullanımlarına rastlanmaları ve daha önceden diatomite uygulanmamış olmalarıdır.

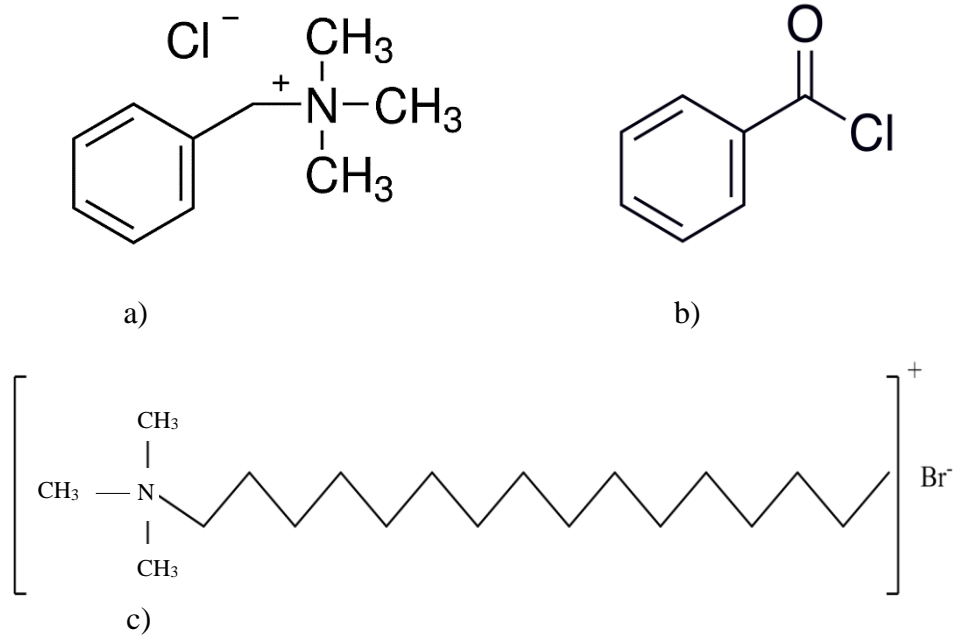
Ekstrüzyon yöntemi ile polipropilen içerisine belirli oranlarda saf diatomit ve modifiye diatomit mineralinin karıştırılması sonucu üretilen polimer matrisli kompozit filmlerin termal, mekanik ve morfolojik özelliklerinde ki değişiklikler incelendi. Modifiye diatomit mineralinin, kompozit filmlerin mukavemetine, ısıya dayanıklılığına ve viskoelastik özelliklerine nasıl etki ettiği araştırıldı. Gelişen plastik endüstrisinde otomotiv, uçak ve gemi gibi araçlarda yaygın olarak kullanılan polipropilenin, düşük maliyet ve yüksek mukavemet ile polipropilen/kil minerali ve polipropilen/modifiye kil minerali şeklindeki kompozitlerinin kullanım alanlarının artırılması amaçlandı.

2. MATERYAL VE YÖNTEM

2.1 Materyaller

Kompozit film sentezinde matris olarak kullanılan polipropilen (PP) PETKİM şirketinden temin edildi. Dolgu maddesi olarak kullanılan diatomit minerali ticari olarak satışı yapılan firmalardan satın alındı. Diatomit mineralinin tane boyutu, öğütme ve eleme ile 45-109 µm arasına getirildi.

Kullanılan organik çözücülerden, aseton; Merck, piridin ise Carlo Erba firmalarından temin edildi. Modifiyer maddelerden benziltrimetilamonyumklorür (BTMAC) ve benzoilchlorür (BK); Sigma-Aldrich, hegzadesiltrimetilamonyumbromür (HTAB); Alfa Aesar firmalarından satın alındı. Modifiyer moleküllerin açık yapıları şekil 2.1’de gösterildi.



Şekil 2.1: a) Benziltrimetilamonyumklorür (BTMAC) b) Benzoilchlorür (BK)
c) Hegzadesiltrimetilamonyumbromür (HTAB)

2.2 Kompozit Filmlerin Karakterizasyonu

Kompozit filmlerin yapı incelemesinde FTIR-ATR, XRD, morfolojisi için SEM, termal özelliklerinin incelenmesinde TG/DTA ve mekanik özelliklerinin incelenmesinde ise mekanik çekme cihazı ve dinamik mekanik analiz (DMA) cihazı kullanıldı.

XRD desen çekimleri: PAN analytic X'Pert PRO cihazında 5-70° arasında 28 dakika boyunca 40kV, 30 mA şartlar altında yapıldı.

FTIR-ATR analizleri: Perkin Elmer spektrum 65 model cihazı ile 4000-600 cm⁻¹ arasında yapıldı.

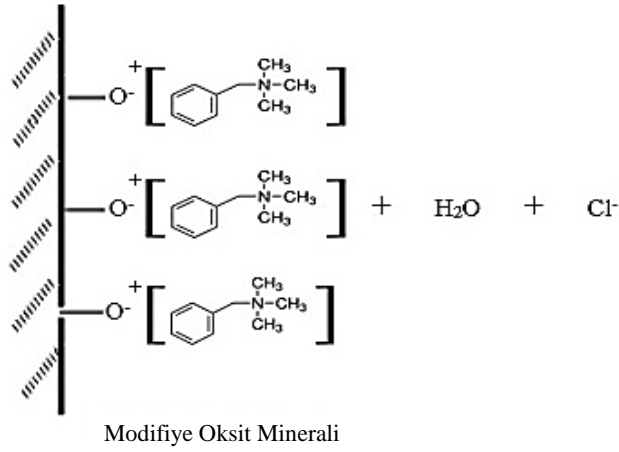
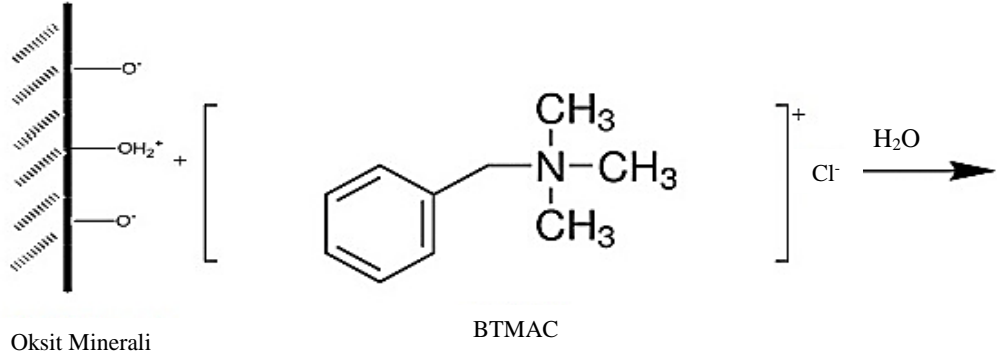
Çekme analizleri: Zwick/Roell Z250 mekanik çekme cihazı ile saniyede 2 mm çekme işlemi ile gerçekleştirildi.

2.3 Oksit Mineralinin Modifikasyonu

Polipropilenin (PP) oksit minerali ile etkileşebilmesi için, oksit mineralinin modifiye edilmesi gerekmektedir. Bu amaçla diatomitin modifiye edilmesinde BTMAC, HTAB ve BK kullanıldı.

2.3.1 BTMAC ile Modifikasyon İşlemi

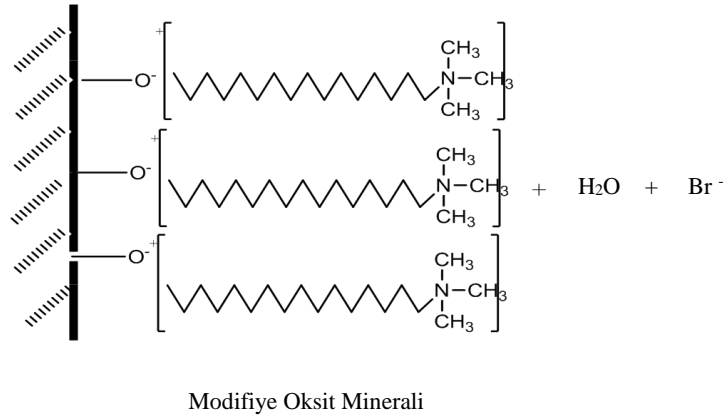
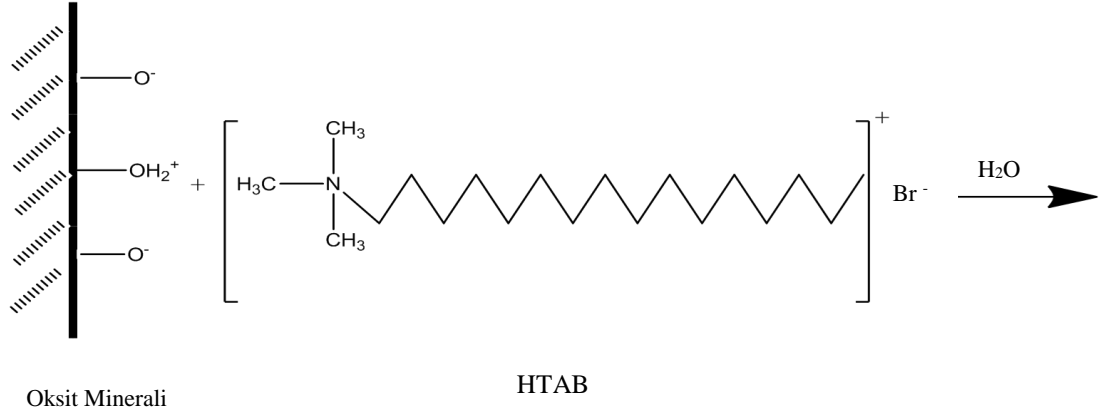
10⁻¹ M BTMAC çözeltisi içerisinde 5 g diatomit minerali 2,5 saat boyunca çalkalayıcı su banyosunda çalkalandı. Modifiye diatomit minerali, santrifüj işlemi ile süspansiyondan ayrıldı. Süzülen MD-BTMAC 45°C'de 1 gün boyunca etüvde kurutuldu. MD-BTMAC havanda öğütülerek 45-109 µm'lik eleklerden geçirdikten sonra kullanıma hazır hale getirildi. Modifikasyon işlemi şekil 2.2'de gösterilmiştir.



Şekil 2.2: BTMAC ile oksit mineral modifikasyonu.

2.3.2 HTAB ile Modifikasyon İşlemi

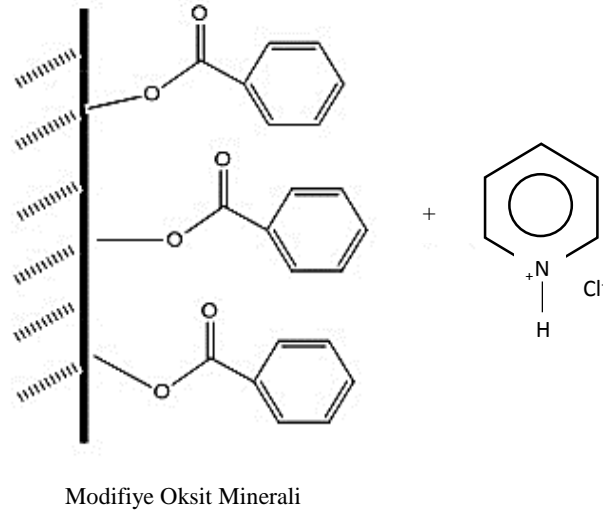
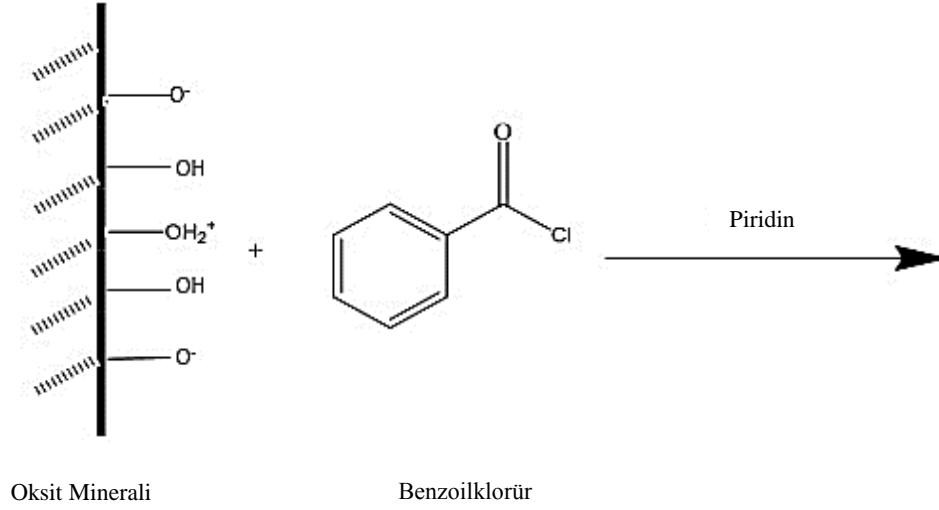
10^{-2} M HTAB çözeltisi hazırlandı ve 5 g diatomit minerali ile 60 dakika boyunca çalkalayıcı su banyosunda çalkalandı. Modifiye diatomit minerali, santrifüj işlemi ile süspansiyondan ayrıldı. Süzülen MD-HTAB 45°C 'de 1 gün süreyle etüvde kurutuldu. MD-HTAB havanda öğütülerek $45-109\ \mu\text{m}$ 'lik eleklerden geçirdikten sonra kullanıma hazır hale getirildi. Modifikasyon işlemi şekil 2.3'de gösterilmiştir.



Şekil 2.3: HTAB ile oksit mineral modifikasyonu.

2.3.3 Benzoiklorür ile Modifikasyon İşlemi

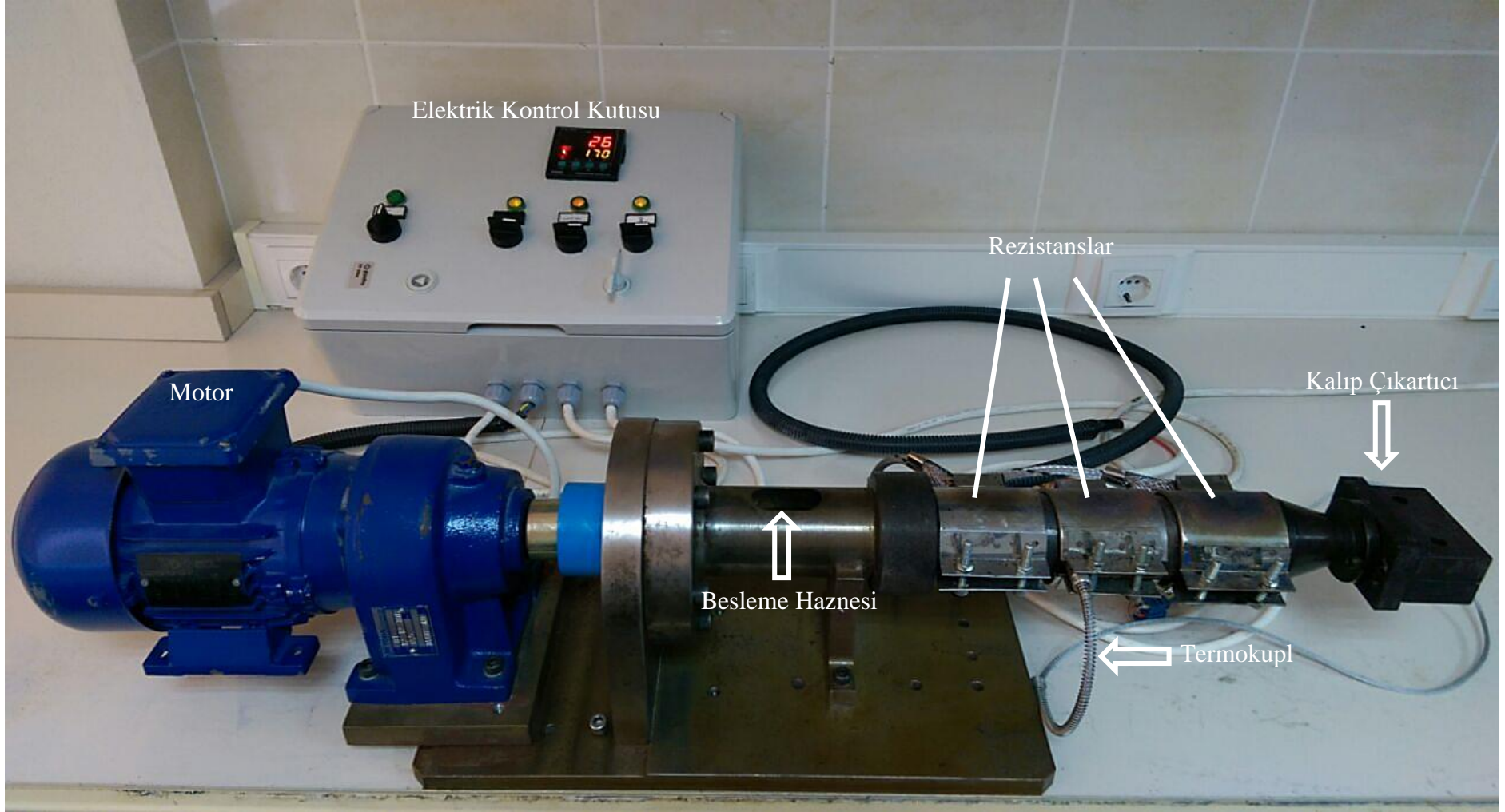
20 g diatomit üzerine 75 ml benzoiklorür ve 5 ml piridin ilave edildi. Reflaks düzeneğinde gerçekleştirilen modifikasyon işlemine 24 saat boyunca devam edildi. Oluşan süspansiyon gooch krozesi ile süzüldü ve 75 ml aseton ile yıkandı. Süzülen MD-BK 45°C’de 1 gün etüvde kurutuldu. MD-BK havanda öğütülerek 45-109 µm’lik eleklerden geçirildi ve kullanıma hazır hale getirildi. Modifikasyon işlemi şekil 2.4’de gösterilmiştir.



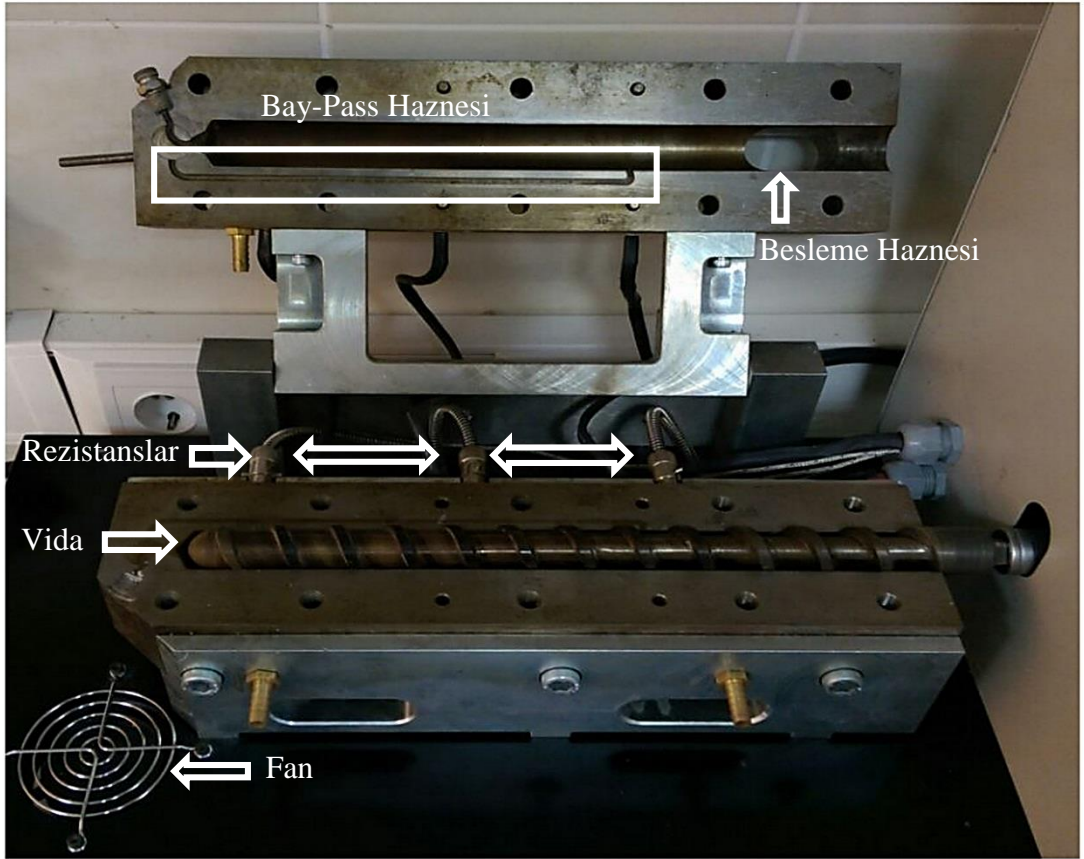
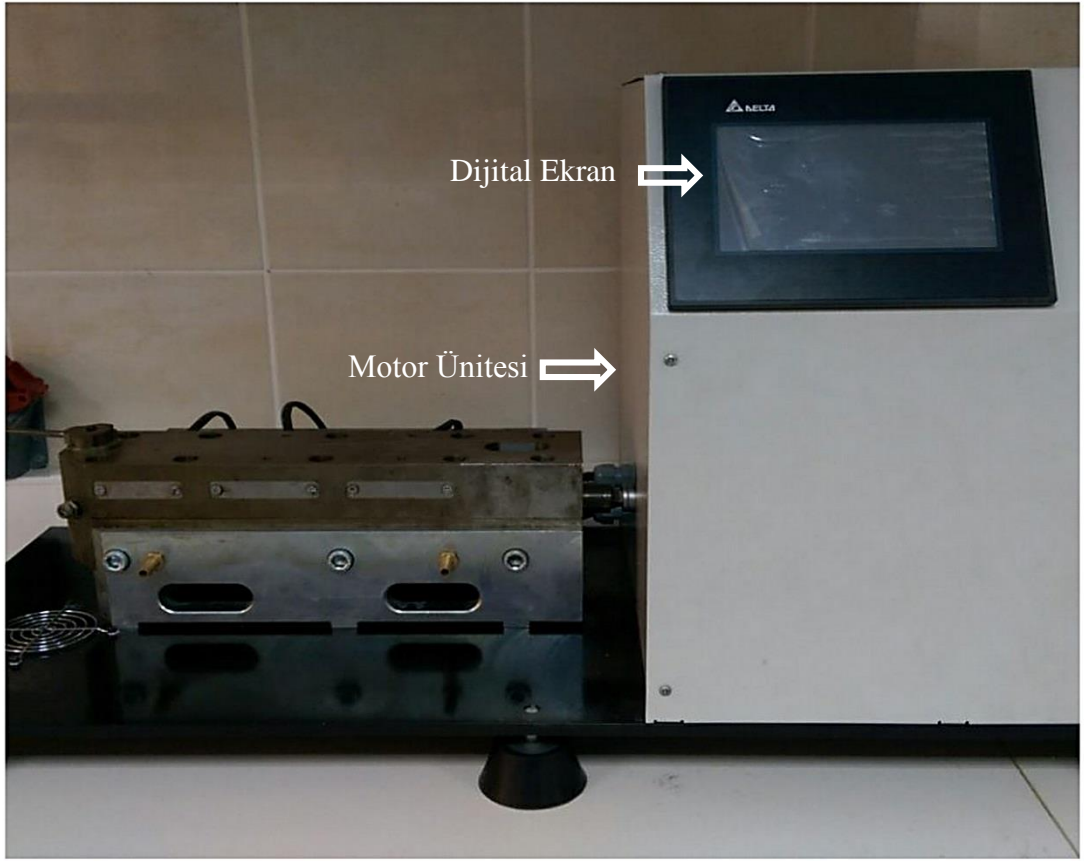
Şekil 2.4: Benzoilklorür ile oksit mineral modifikasyonu.

2.4 Polimer/Diatomit İçeren Kompozit Filmlerinin Hazırlanması

Çalışmada kullanılan PP/diatomit kompozit filmleri şekil 2.5’de gösterilen ekstruder cihazı ile 170-190°C aralığında hazırlandı. Kompozit filmler kütlece (w/w) %0 %1, %2.5, %5, %7.5, %10, %15, %20, ve %30 oranlarında hazırlanan karışımlar kullanılarak sentezlendi. Çalışmada kullanılan diğer ekstruder cihazı ise şekil 2.6’da gösterildi.



Şekil 2.5: Kompozit film sentezinde kullanılan ekstruder cihazı



Şekil 2.6: Ekstruder cihazı

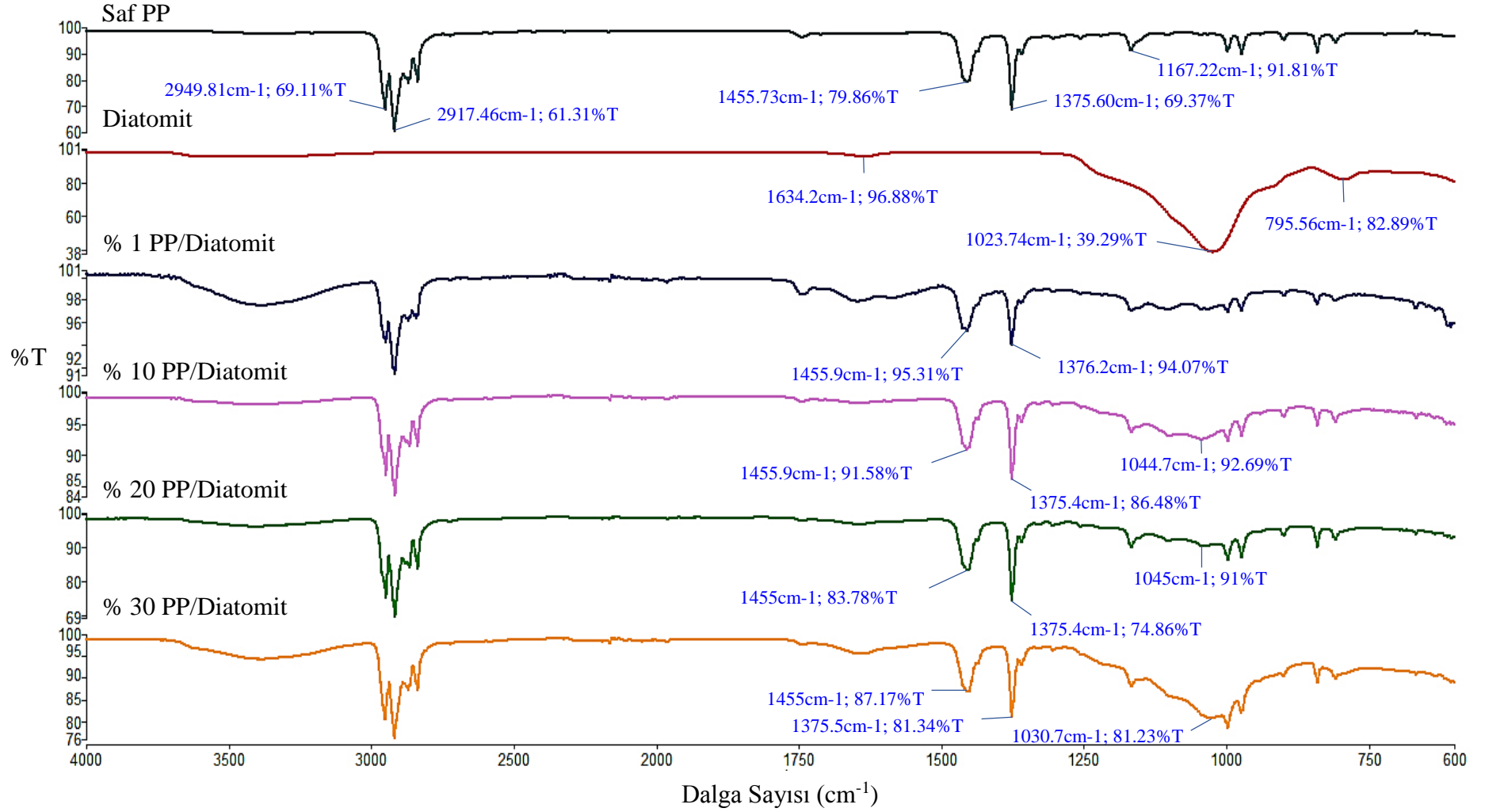
3. BULGULAR

3.1 FTIR Analizleri

FTIR analizleri saf PP, PP/diatomit ve PP/modifiye diatomit kompozit filmleri arasındaki etkileşimleri görmek amacıyla yapıldı. Spektrumlardan saf PP, diatomit, modifiyer maddeler, PP/diatomit ve PP/modifiye diatomit kompozit filmlerinin kütlece (w/w) %1, %10, %20 ve %30'lik oranlarında sentezlenen kompozit filmlerin karakteristik pikleri karşılaştırıldı.

3.1.1 PP/Diatomit İçeren Kompozit Filmlerinin FTIR Analizleri

FTIR analizleri, şekil 3.1'de saf PP, diatomit ve kütlece (w/w) %1, %10, %20 ve %30'luk sentezlenen PP/diatomit kompozit filmlerinin karakteristik pikleri karşılaştırıldı.



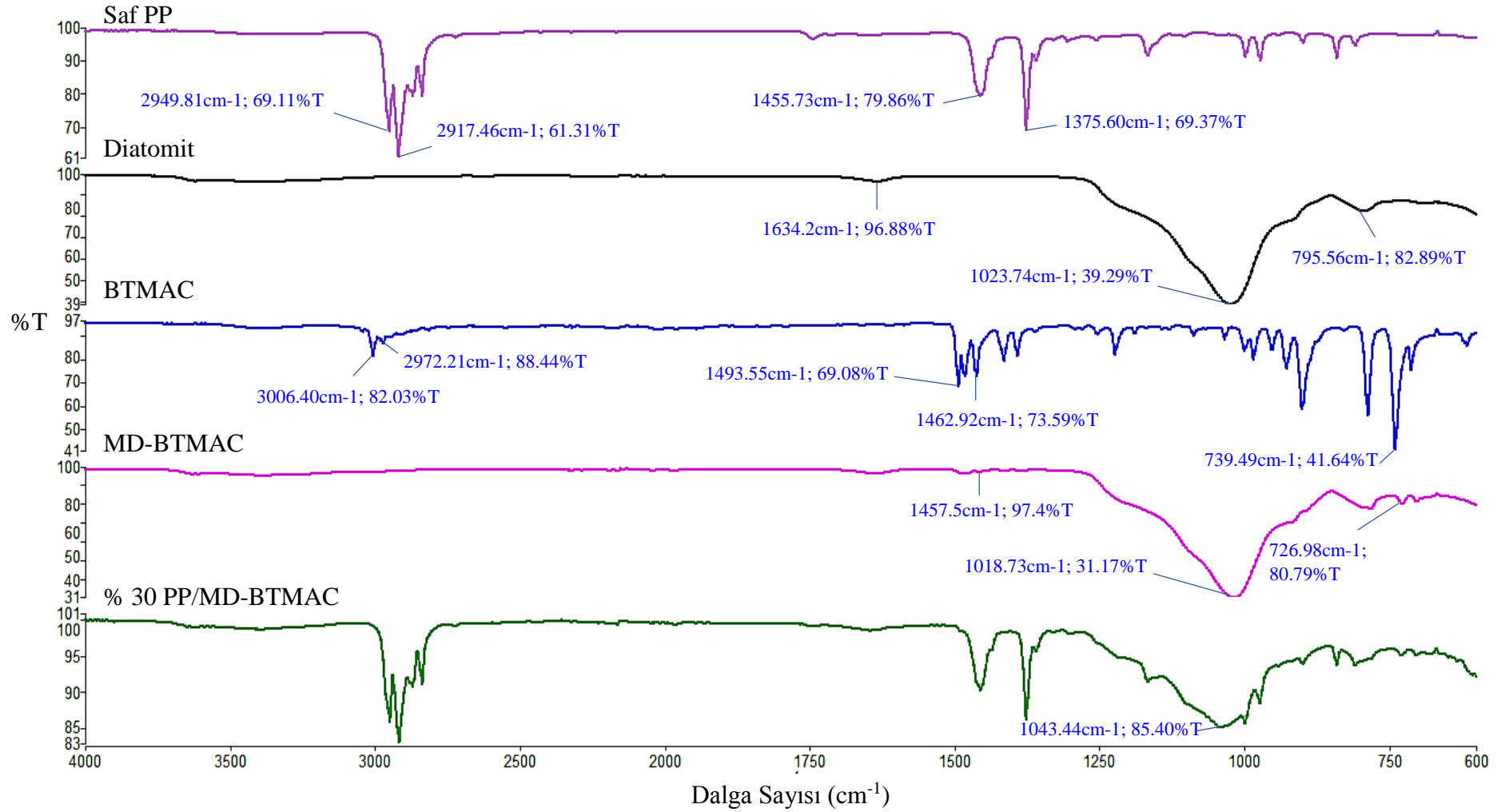
Şekil 3.1: Saf PP, diatomit ve PP/diatomit kompozit filmlerinin FTIR Spektrumları

3.1.2 PP/MD İeren Kompozit Filmlerin FTIR Analizleri

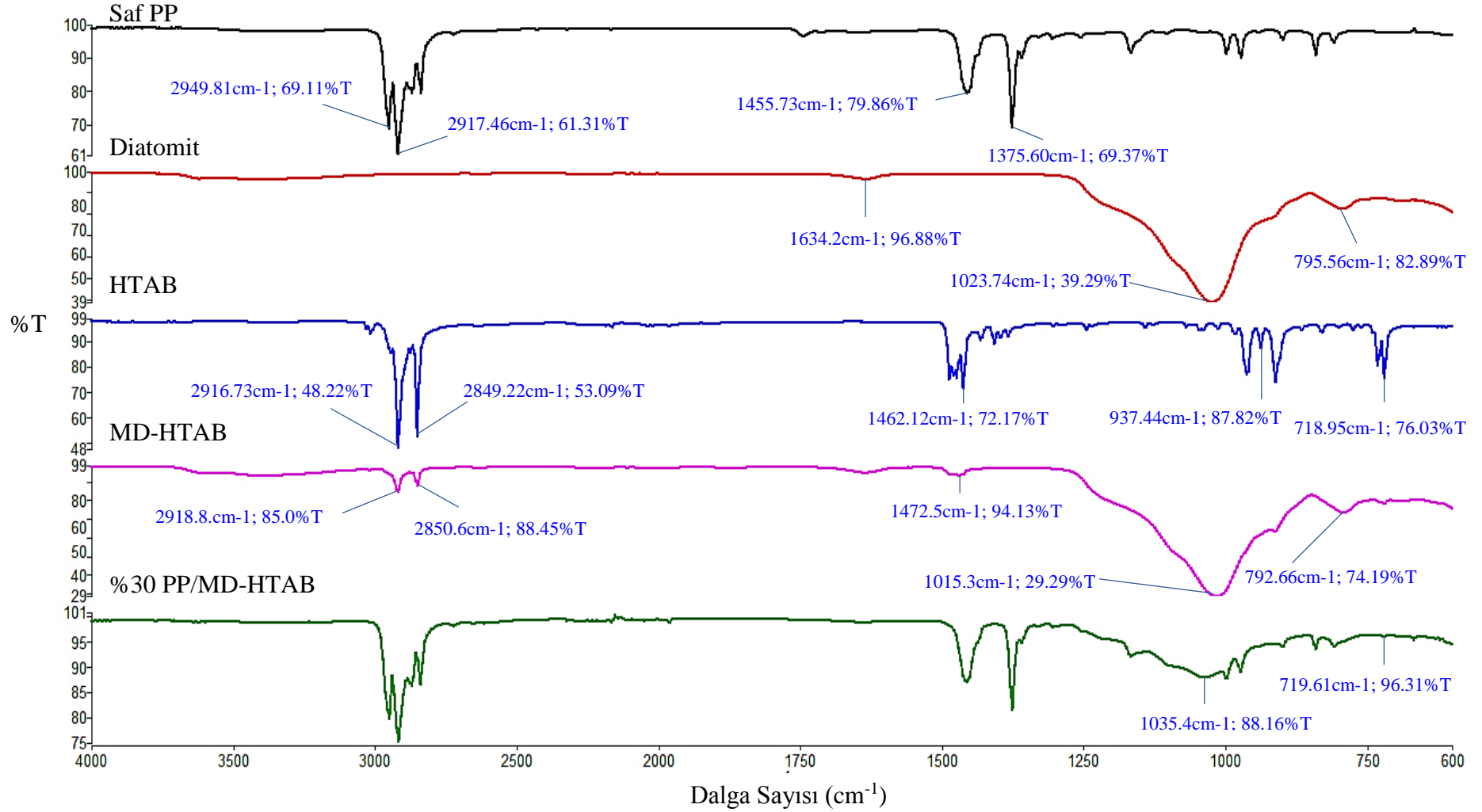
Őekil 3.2'de saf PP, diatomit, BTMAC, MD-BTMAC ve %30 PP/MD-BTMAC kompozit filmlerinin karakteristik pikleri karŐılaŐtırıldı.

Őekil 3.3'de saf PP, diatomit, HTAB, MD-HTAB ve %30 PP/MD-HTAB kompozit filmlerinin karakteristik pikleri karŐılaŐtırıldı.

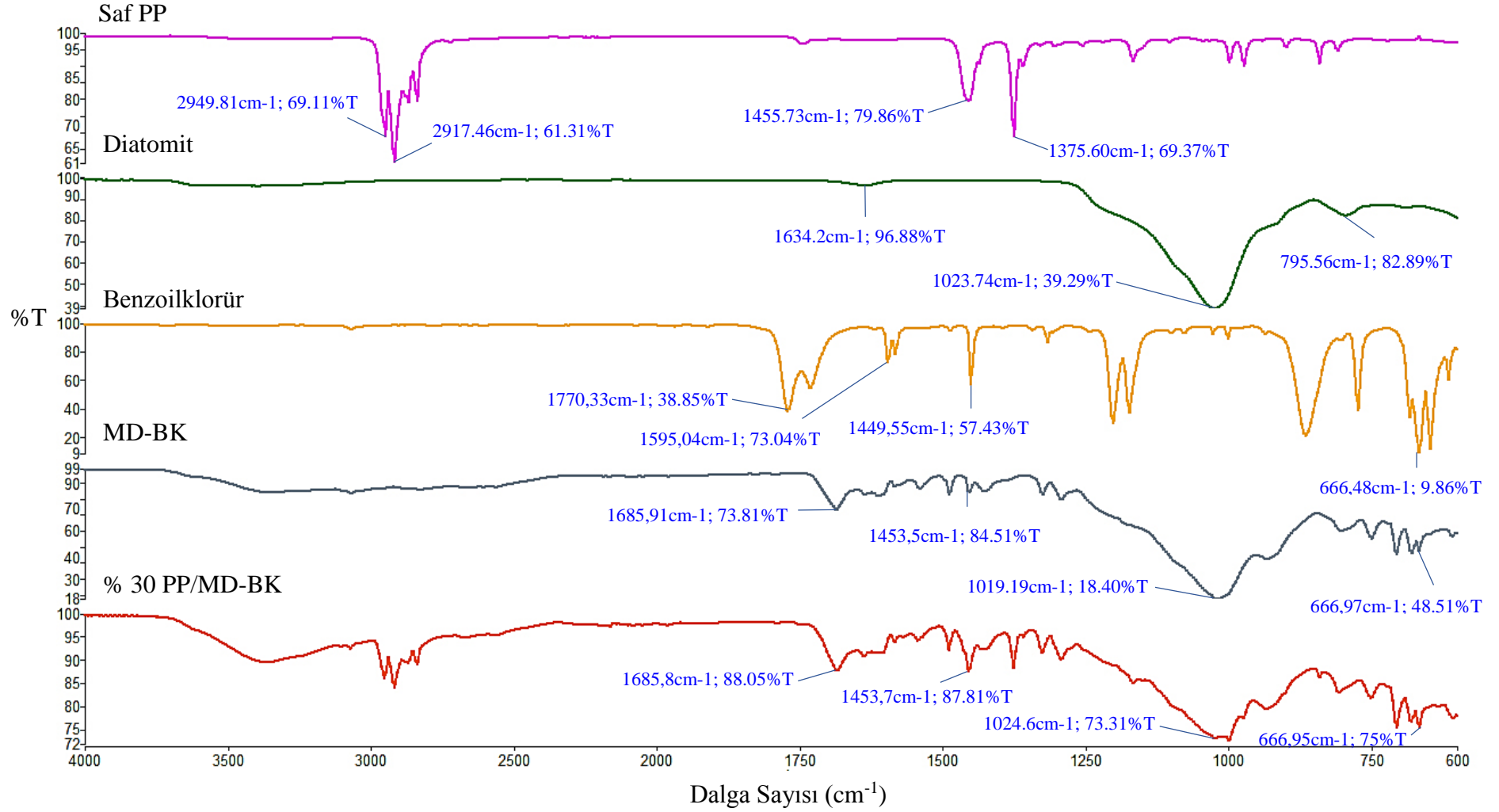
Őekil 3.4'de saf PP, diatomit, BK, MD-BK ve %30 PP/MD-BK kompozit filmlerinin karakteristik pikleri karŐılaŐtırıldı.



Şekil 3.2: Saf PP ve PP/MD-BTMAC kompozitlerinin FTIR Spektrumları



Şekil 3.3: Saf PP ve PP/MD-HTAB kompozitlerinin FTIR Spektrumları

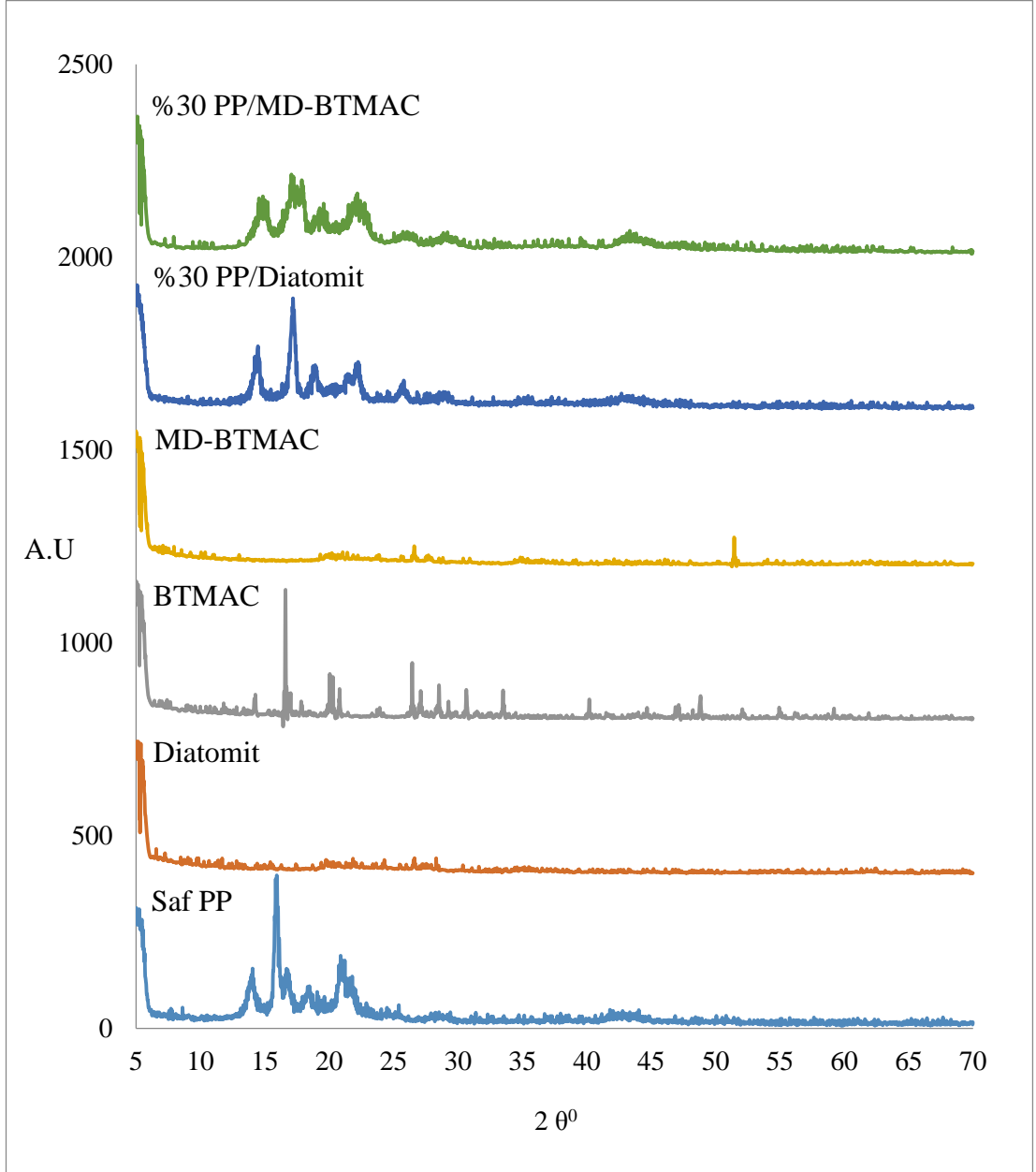


Şekil 3.4: Saf PP ve PP/MD-BK kompozitlerinin FTIR Spektrumları

3.2 XRD Analizleri

3.2.1 PP/MD-BTMAC Kompozit Filmlerinin XRD Analizleri

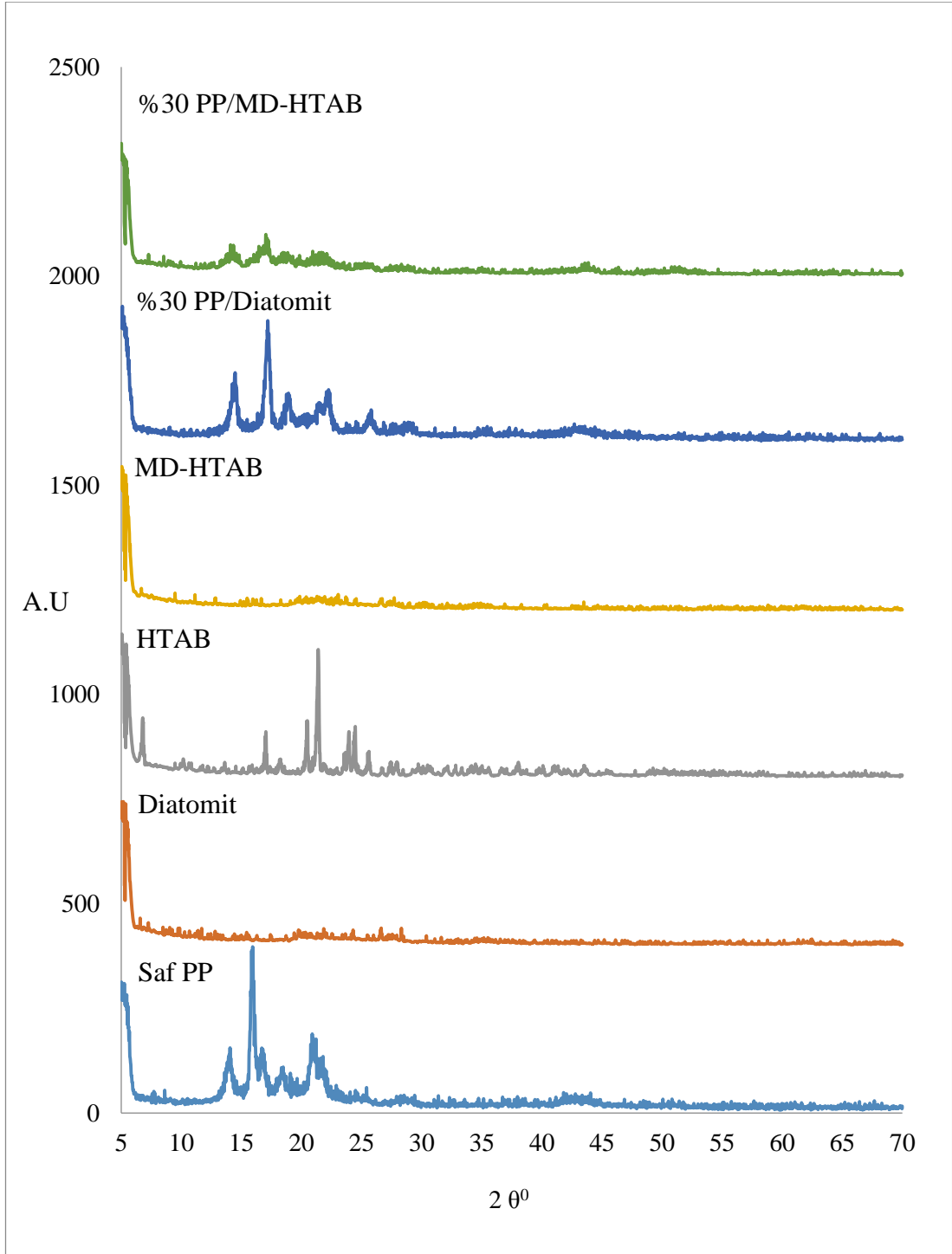
Saf PP, diatomit, BTMAC, MD-BTMAC ve %30 oranında hazırlanan PP/diatomit, PP/MD-BTMAC kompozit filmlerinin XRD desenleri şekil 3.5’de gösterildi.



Şekil 3.5: PP/MD-BTMAC XRD desenleri

3.2.2 PP/MD-HTAB Kompozit Filmlerinin XRD Analizleri

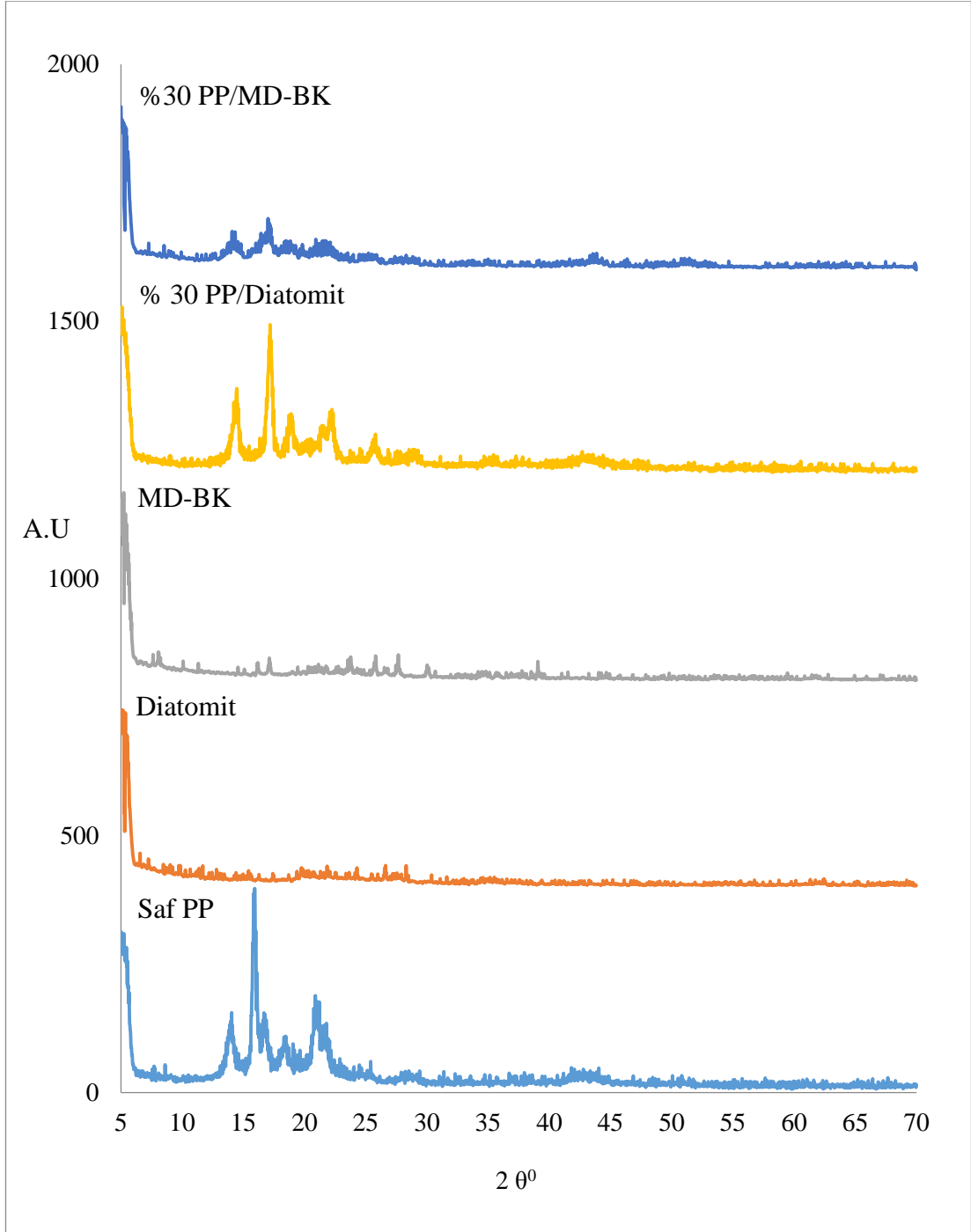
Saf PP, diatomit, HTAB, MD-HTAB ve %30 oranında hazırlanan PP/diatomit, PP/MD-HTAB kompozit filmlerinin XRD desenleri şekil 3.6'de gösterildi.



Şekil 3.6: PP/MD-HTAB XRD desenleri

3.2.3 PP/MD-BK Kompozit Filmlerinin XRD Analizleri

Saf PP, diatomit, BK, MD-BK ve %30 oranında hazırlanan PP/diatomit, PP/MD-BK kompozit filmlerinin XRD desenleri şekil 3.7’de gösterildi.

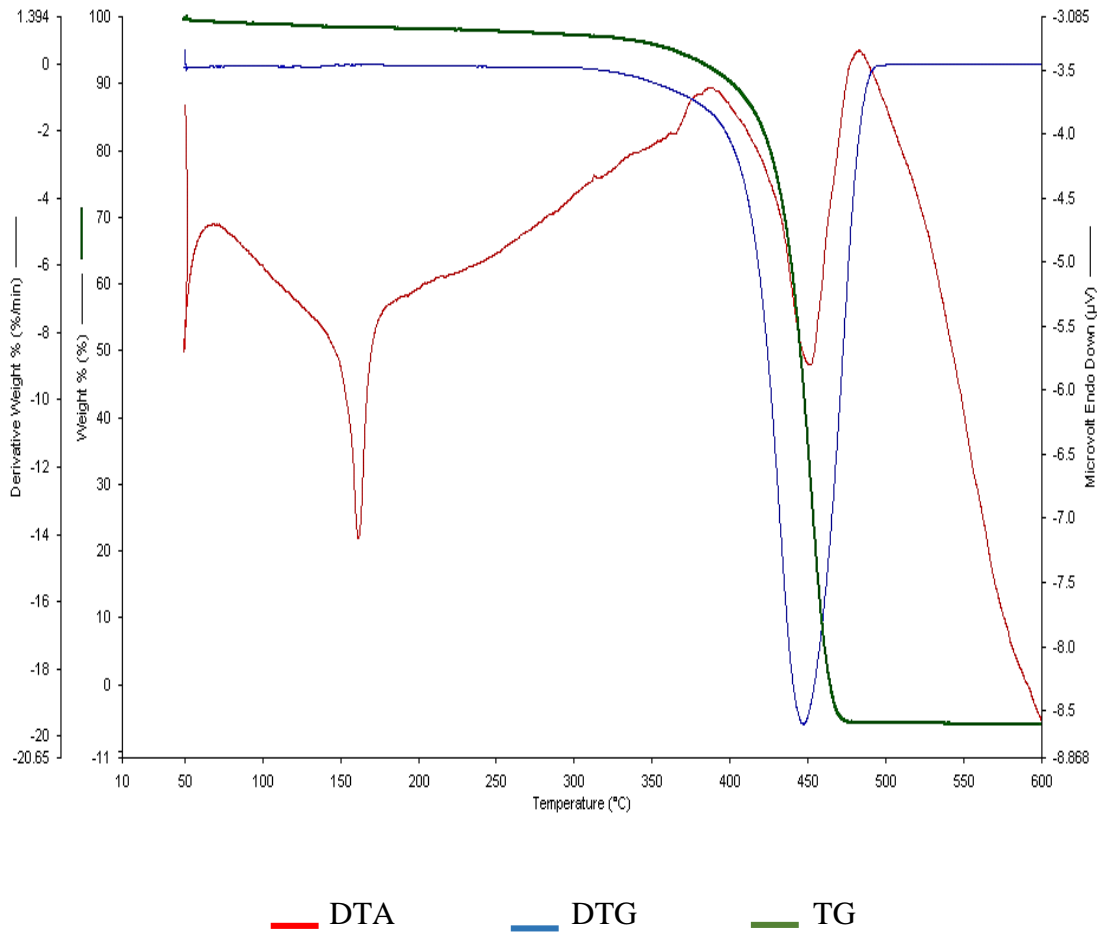


Şekil 3.7: PP/MD-BK XRD desenleri

3.3 TG/DTA/DTG Analizleri

3.3.1 Saf PP'nin TG/DTA/DTG Analizleri

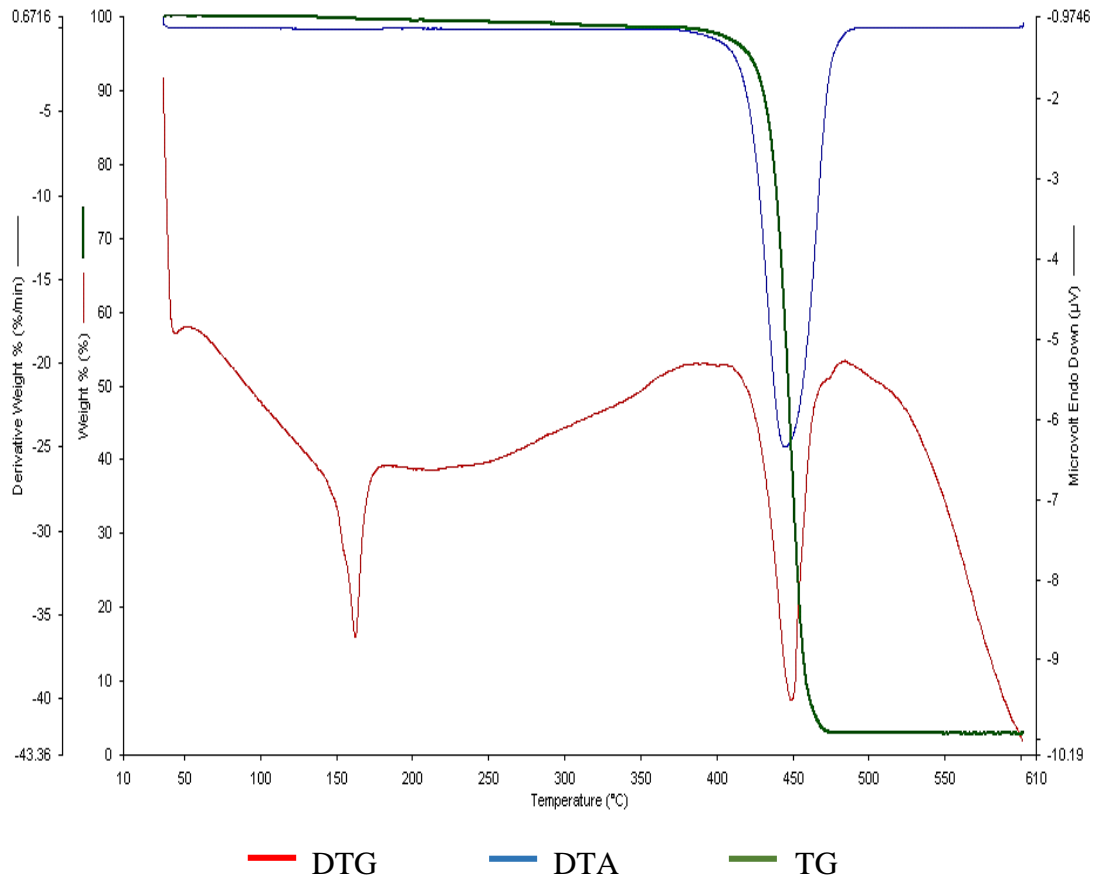
Film olarak sentezlenmiş saf PP'nin TG/DTA/DTG eğrileri şekil 3.8'de gösterildi.



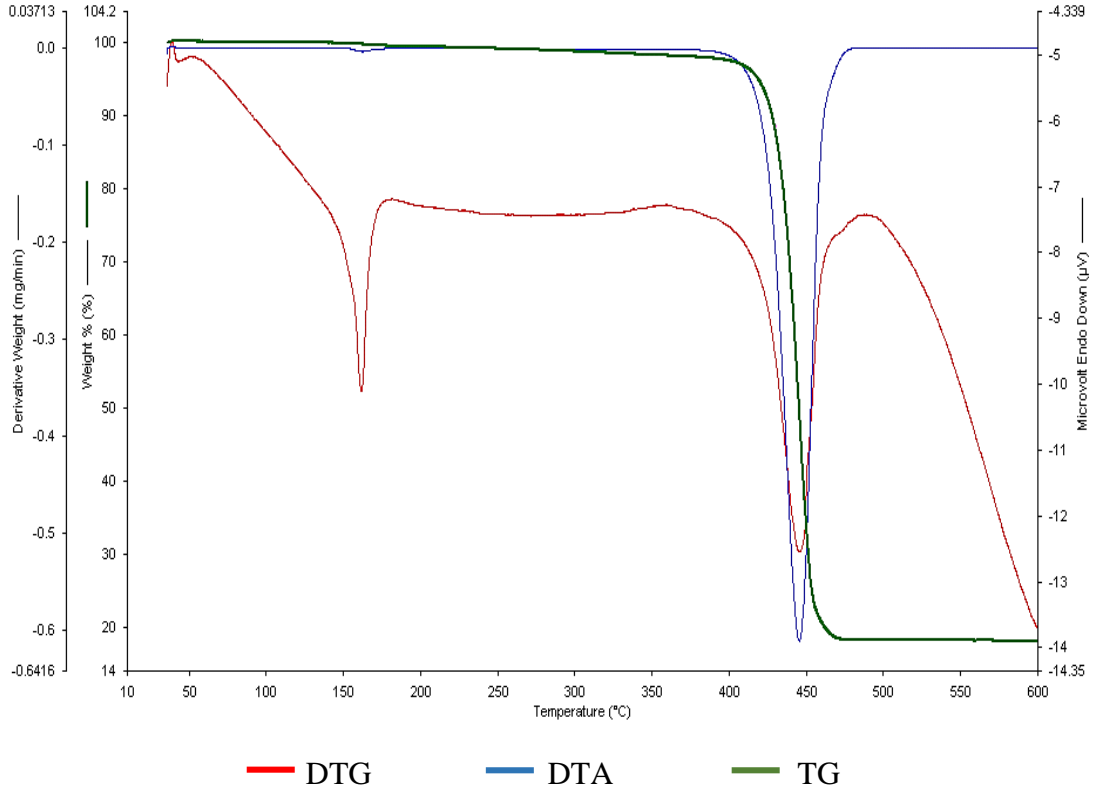
Şekil 3.8: Saf PP'nin TG/DTA/DTG eğrileri

3.3.2 PP/Diatomit ve PP/MD Kompozit Filmlerinin TG/DTA/DTG Analizleri

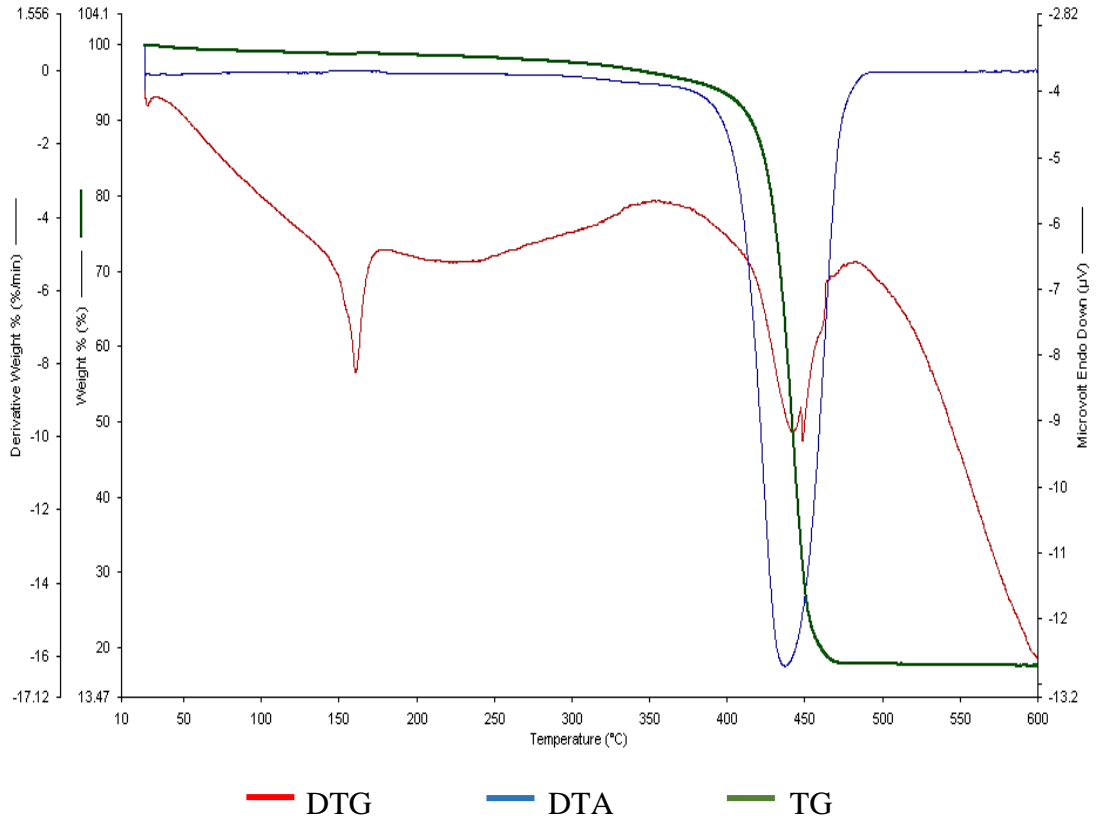
%1 PP/Diatomit olarak sentezlenmiş kompozit filmin TG/DTA/DTG eğrileri şekil 3.9'da, %1 PP/MD-BTMAC olarak sentezlenmiş kompozit filmin TG/DTA/DTG eğrileri şekil 3.10'de, %1 PP/MD-HTAB olarak sentezlenmiş kompozit filmin TG/DTA/DTG eğrileri şekil 3.11'de ve %1 PP/MD-BK olarak sentezlenmiş kompozit filmin TG/DTA/DTG eğrileri şekil 3.12'de gösterildi.



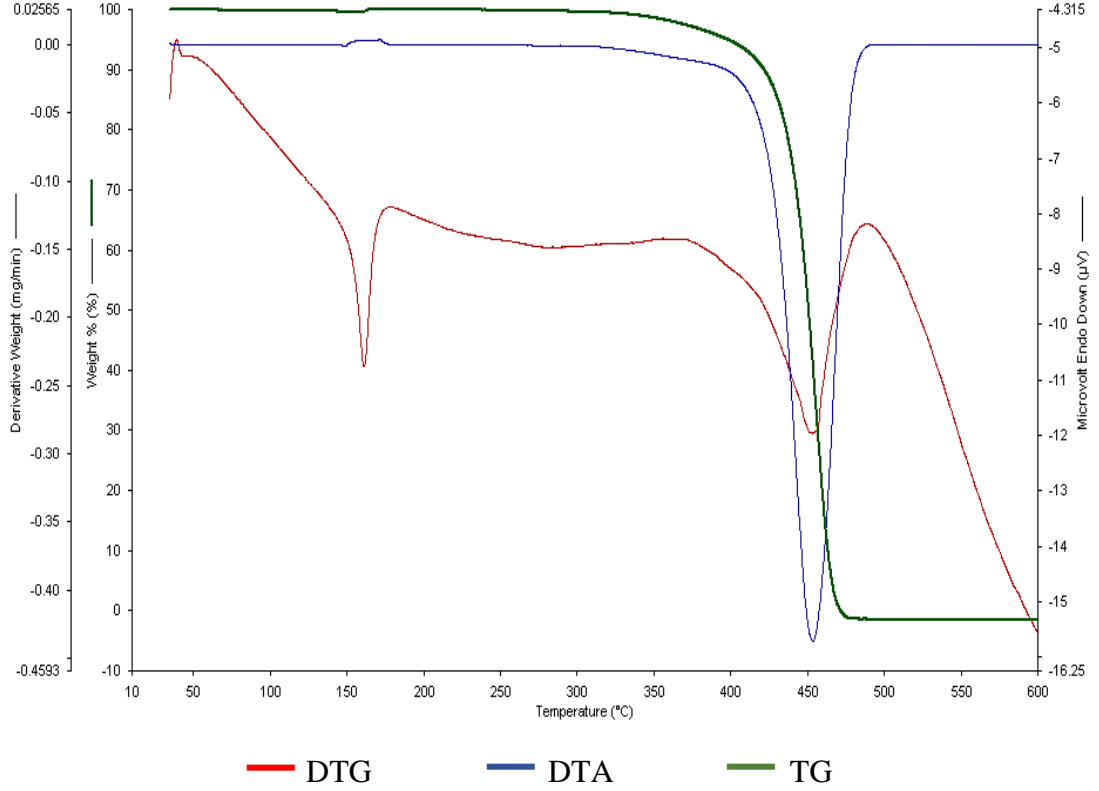
Şekil 3.9: %1 PP/Diatomit kompozit filmin TG/DTA/DTG eğrileri



Şekil 3.10: %1 PP/MD-BTMAC kompozit filmin TG/DTA/DTG eğrileri



Şekil 3.11: %1 PP/MD-HTAB kompozit filmin TG/DTA/DTG eğrileri

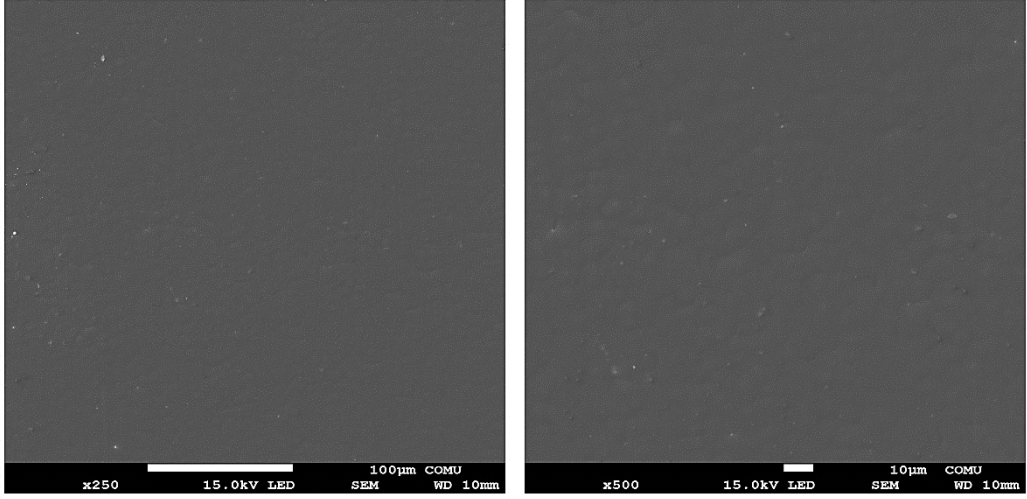


Şekil 3.12: %1 PP/MD-BK kompozit filmin TG/DTA/DTG eğrileri

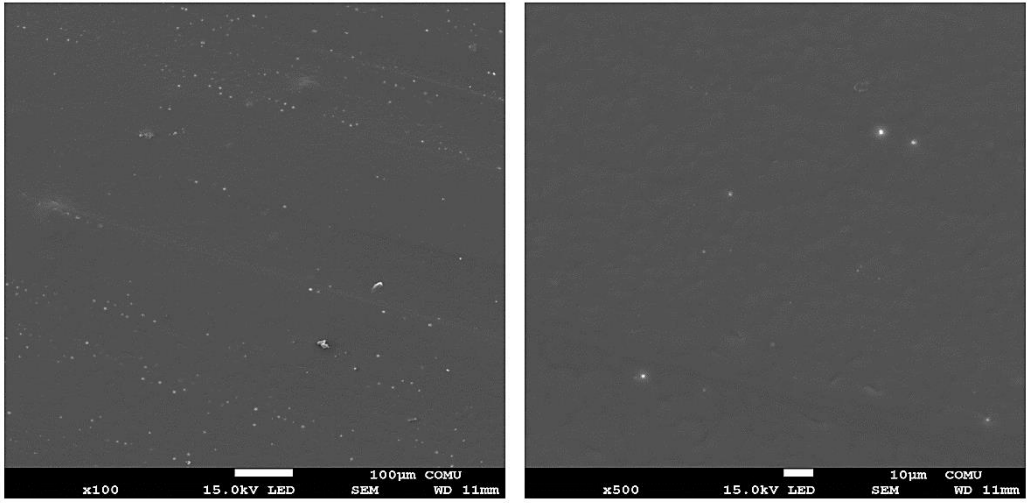
3.4 SEM Görüntüleri

3.4.1 PP/Diatomit ve PP/MD İçeren Kompozit Filmlerinin SEM Görüntüleri

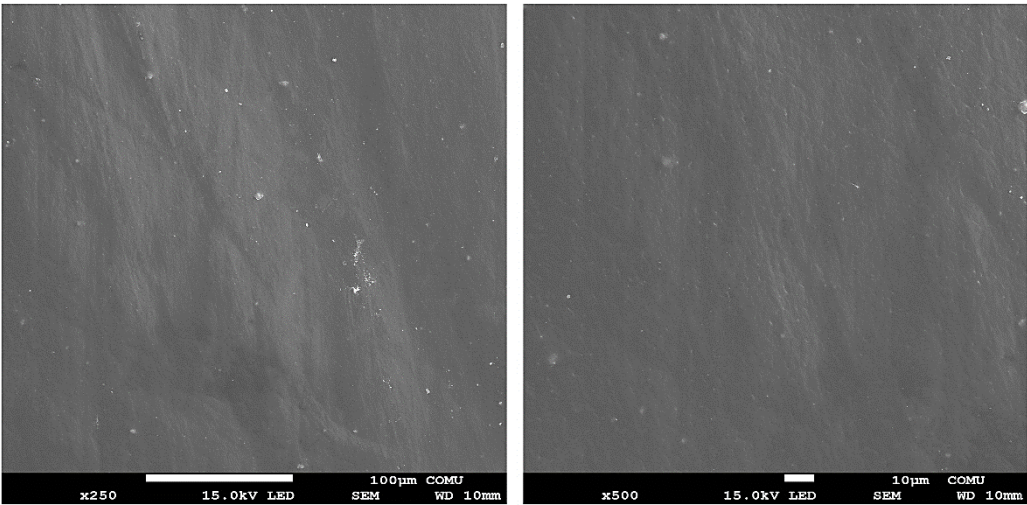
Film haline getirilmiş saf PP'nin SEM görüntüleri şekil 3.13'de, %1 ve %2,5 oranında hazırlanan PP/diatomit SEM görüntüleri sırasıyla şekil 3.14 ve 3.15'te, %1 ve %2,5 oranında hazırlanan PP/MD-BTMAC kompozit filmlerinin SEM görüntüleri sırasıyla şekil 3.16 ve 3.17'de, %1 ve %2,5 oranında hazırlanan PP/MD-HTAB kompozit filmlerinin SEM görüntüleri sırasıyla şekil 3.18 ve 3.19'da, %1 ve %2,5 oranında hazırlanan PP/MD-BK kompozit filmlerinin SEM görüntüleri sırasıyla şekil 3.20 ve 3.21'de gösterildi.



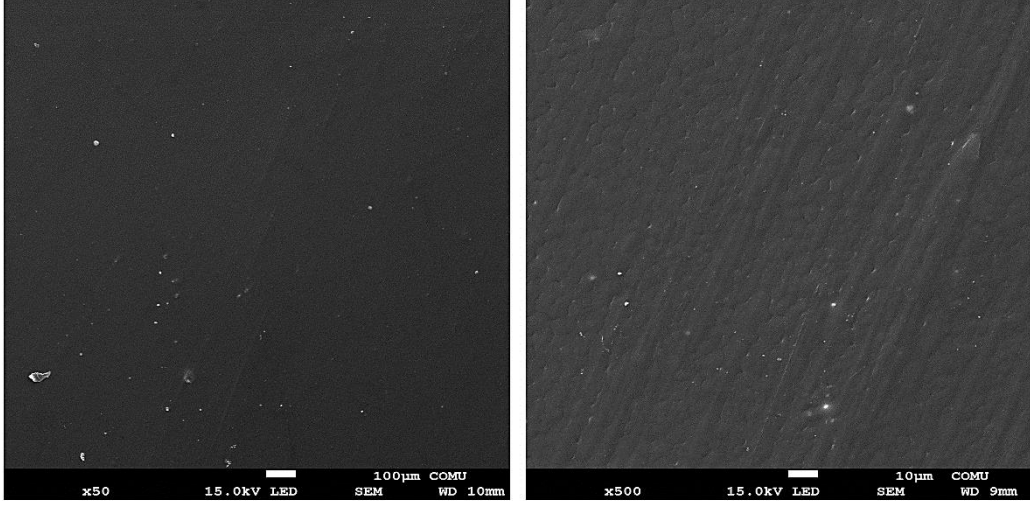
Şekil 3.13: Saf PP filminin SEM görüntüsü



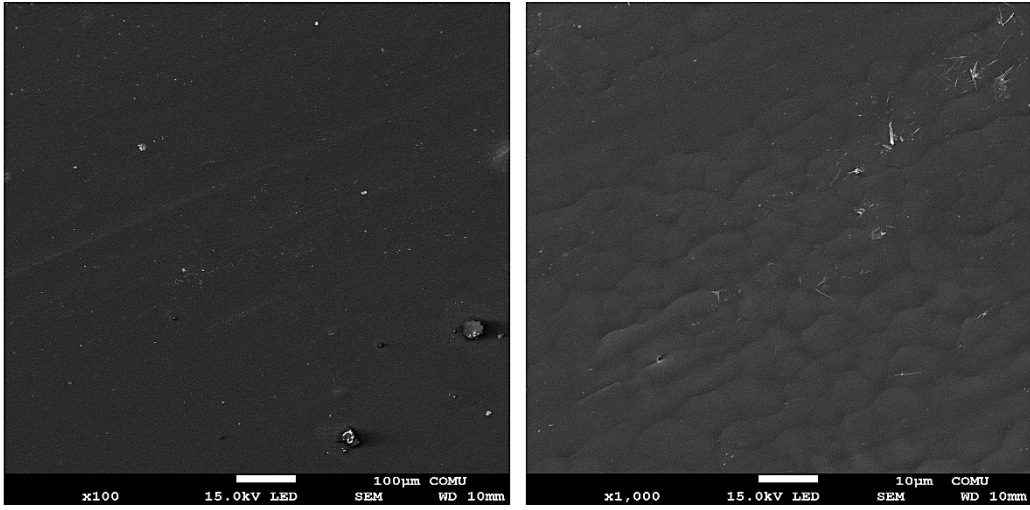
Şekil 3.14: %1 PP/diatomit filminin SEM görüntüsü



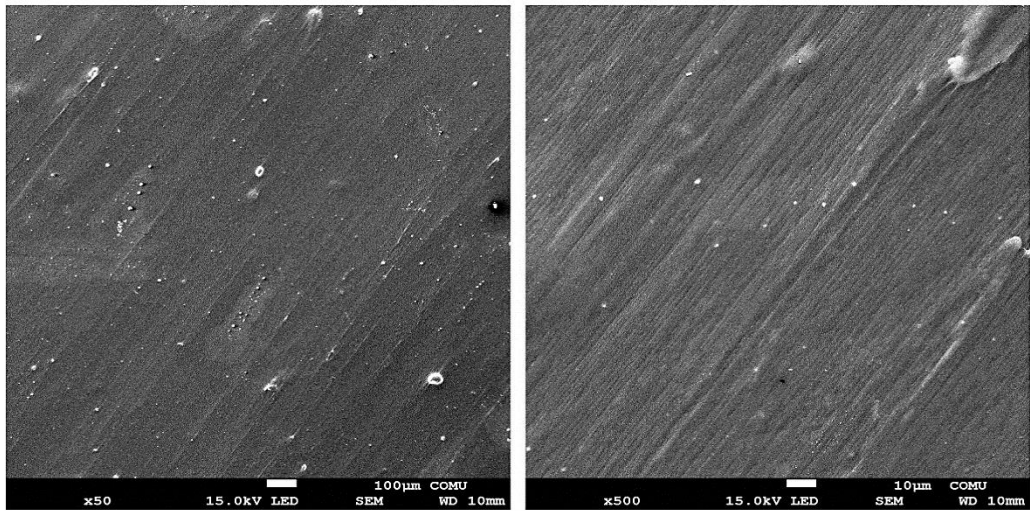
Şekil 3.15: %2,5 PP/diatomit filminin SEM görüntüsü



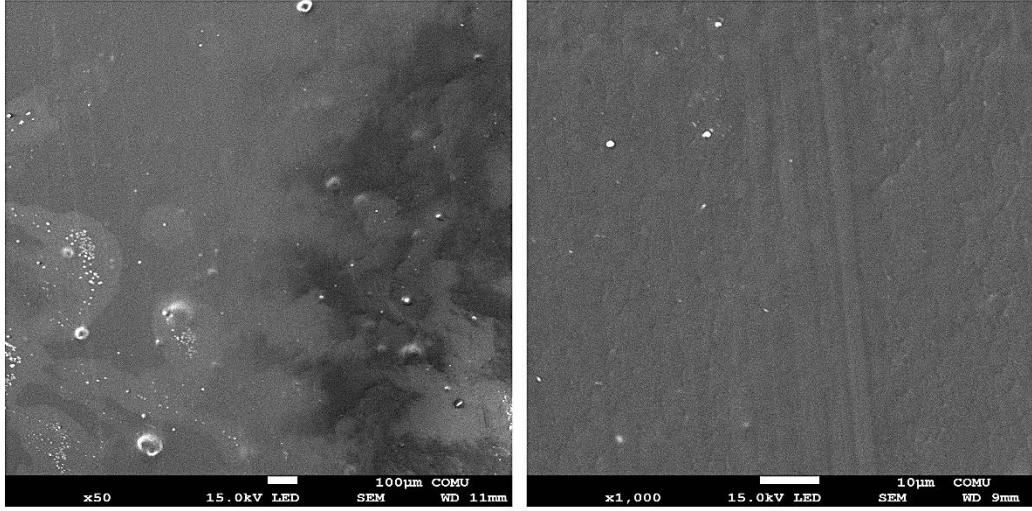
Şekil 3.16: %1 PP/MD-BTMAC filminin SEM görüntüsü



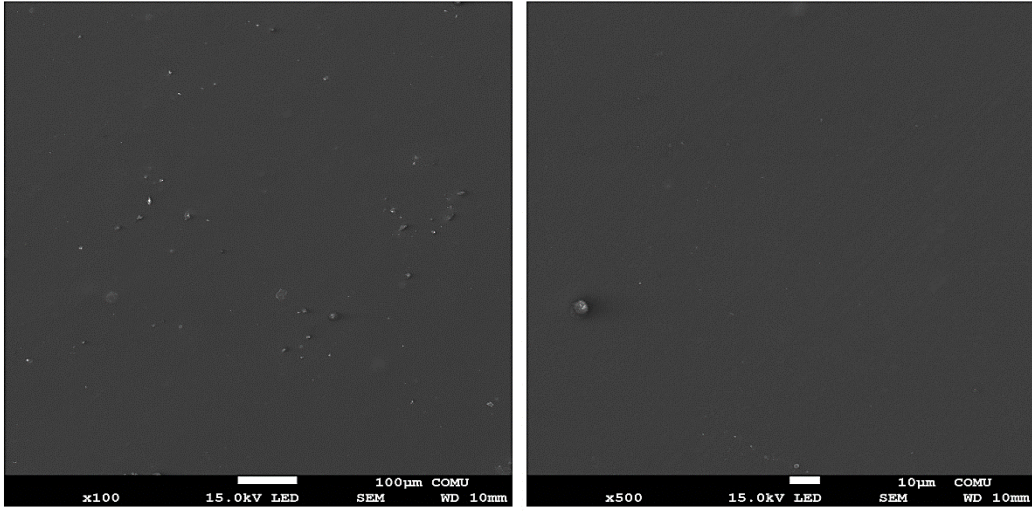
Şekil 3.17: %2,5 PP/MD-BTMAC filminin SEM görüntüsü



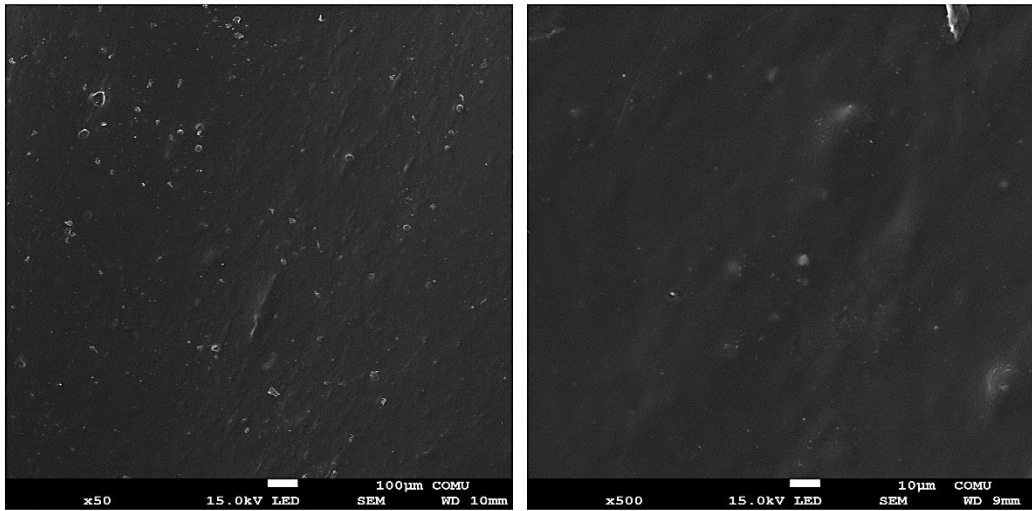
Şekil 3.18: %1 PP/MD-HTAB filminin SEM görüntüsü



Şekil 3.19: %2,5 PP/MD-HTAB filminin SEM görüntüsü



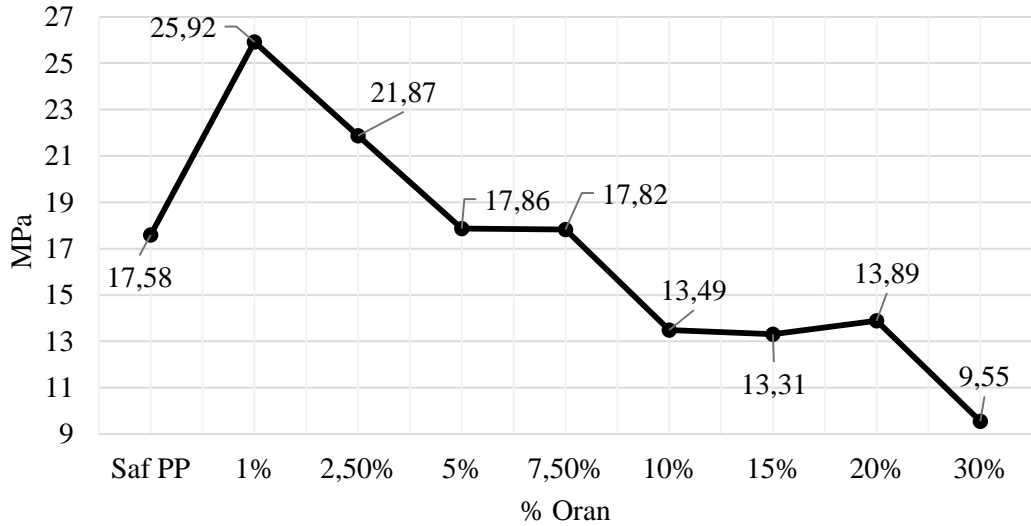
Şekil 3.20: %1 PP/MD-BK filminin SEM görüntüsü



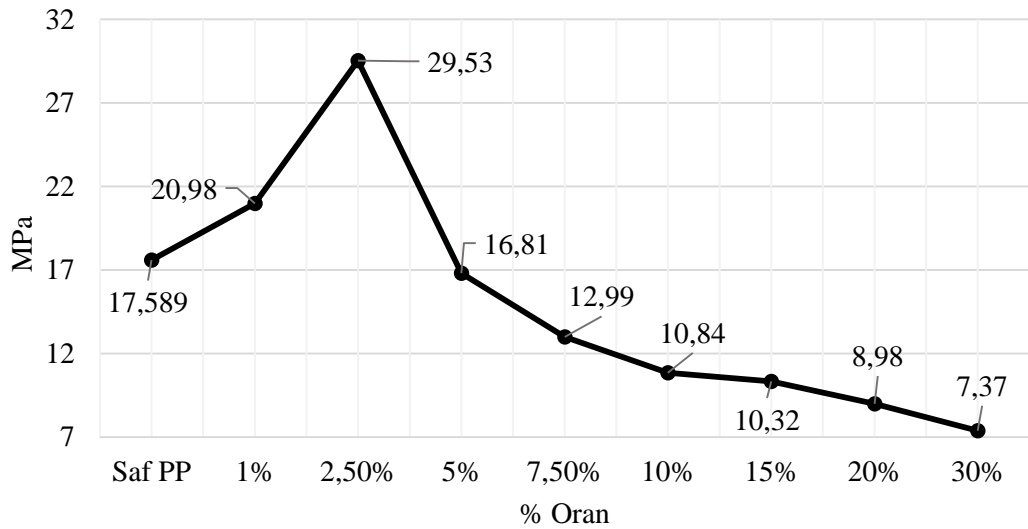
Şekil 3.21: %2,5 PP/MD-BK filminin SEM görüntüsü

3.5 Mekanik Test Sonuçları

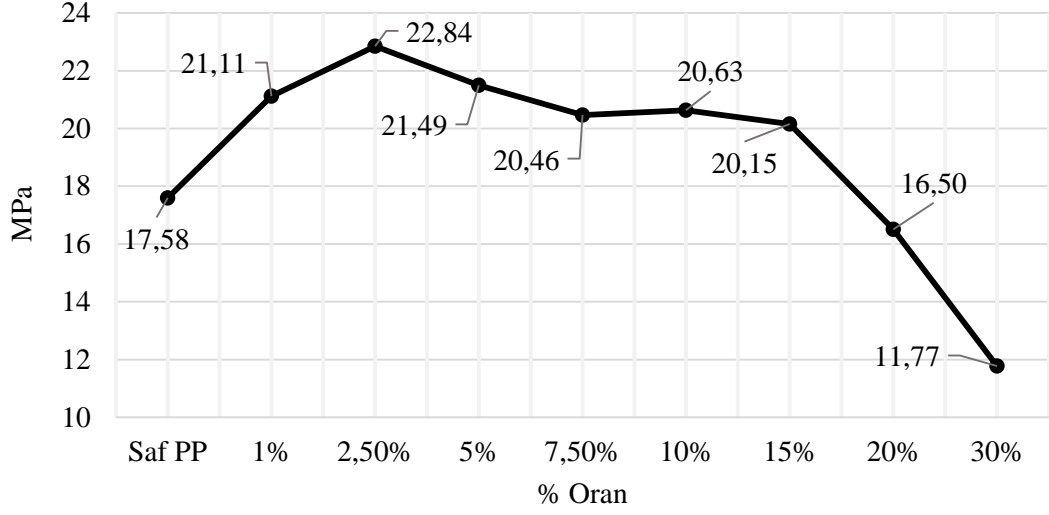
Film olarak sentezlenmiş saf PP ve kompozitlerin kütlece (w/w) %1, %2,5, %5, %7,5, %10, %15, %20 ve %30 oranındaki çekme testi sonuçları şekil 3.22’de PP/diatomit grafiği, şekil 3.23’de PP/MD-BTMAC grafiği, şekil 3.24’te PP/MD-HTAB grafiği ve şekil 3.25’te ki PP/MD-BK grafiği ile gösterildi.



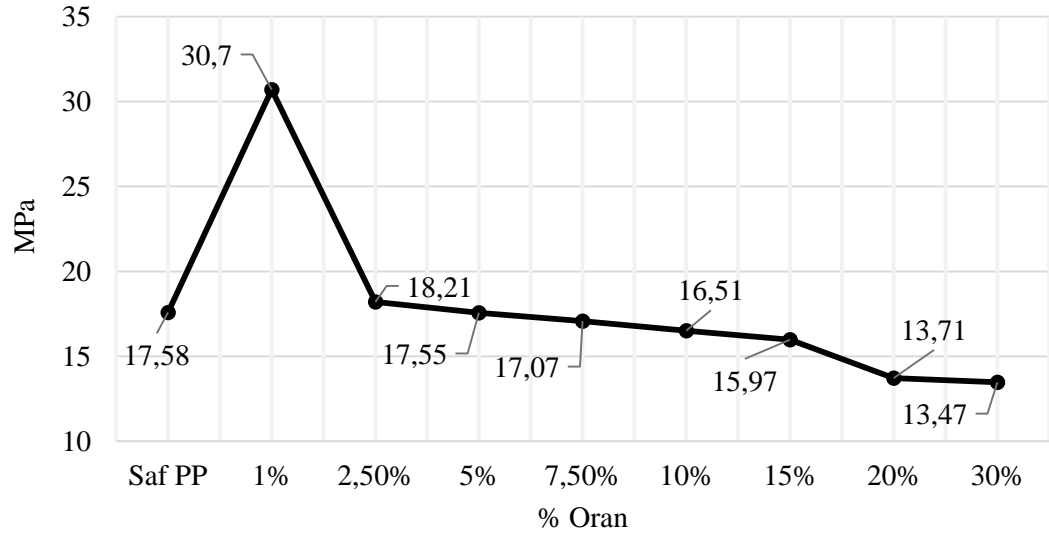
Şekil 3.22: PP/diatomit filmlerinin çekme testi sonuçları



Şekil 3.23: PP/MD-BTMAC filmlerinin çekme testi sonuçları



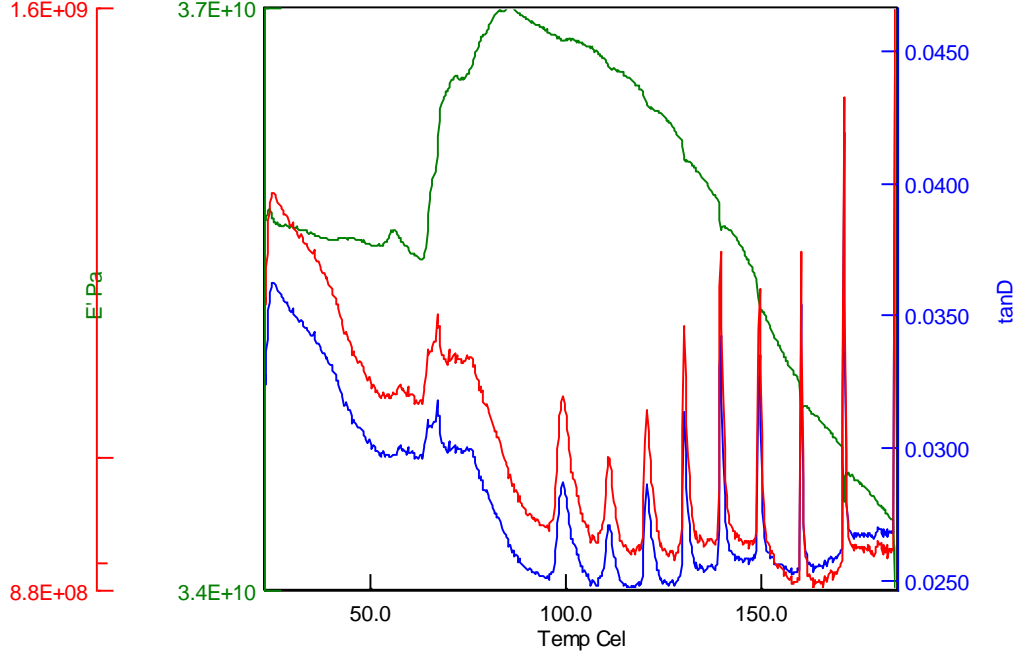
Şekil 3.24: PP/MD-HTAB filmlerinin çekme testi sonuçları



Şekil 3.25: PP/MD-BK filmlerinin çekme testi sonuçları

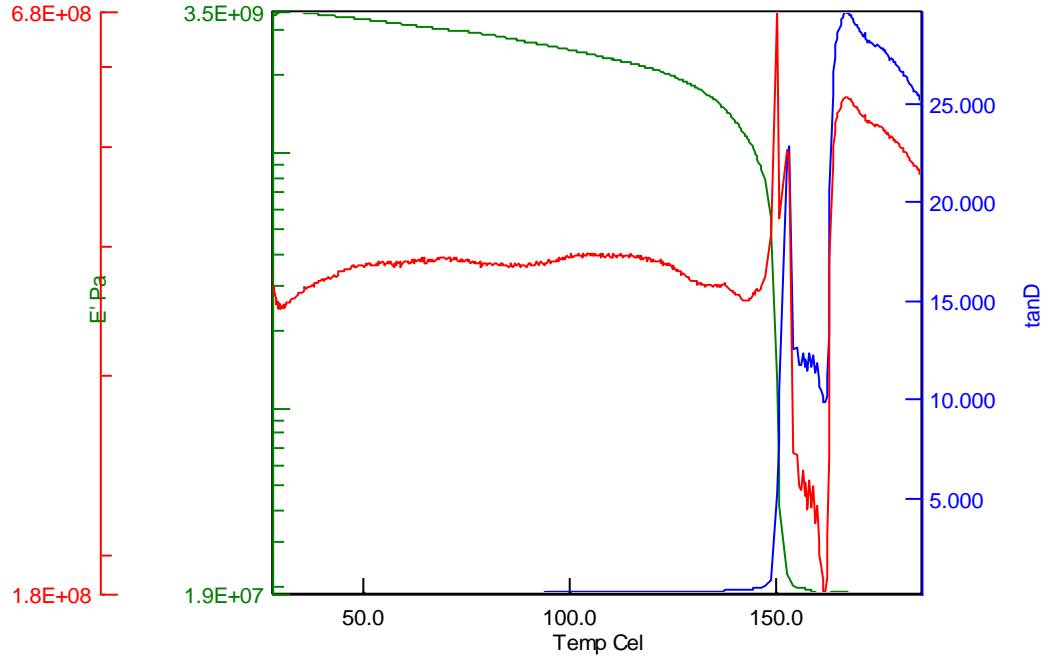
3.6 DMA Analizleri

Film olarak sentezlenmiş saf PP'nin DMA eğrileri şekil 3.26' da gösterildi.



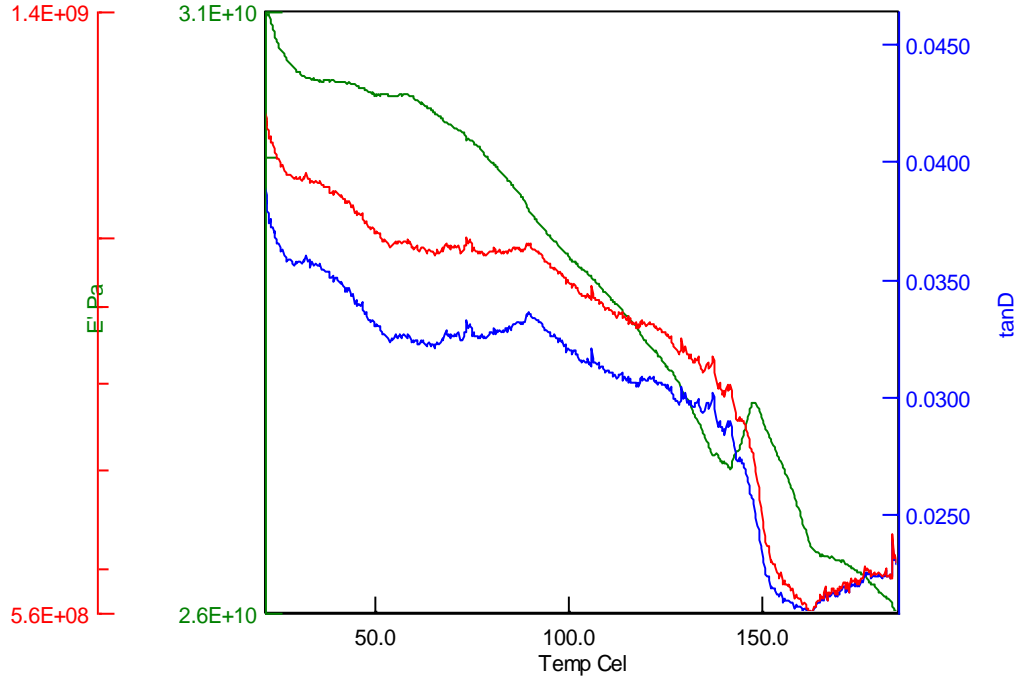
Şekil 3.26: Saf PP'nin DMA eğrileri

%1 PP/Diatomit olarak sentezlenmiş kompozitin DMA eğrileri şekil 3.27'de gösterildi.



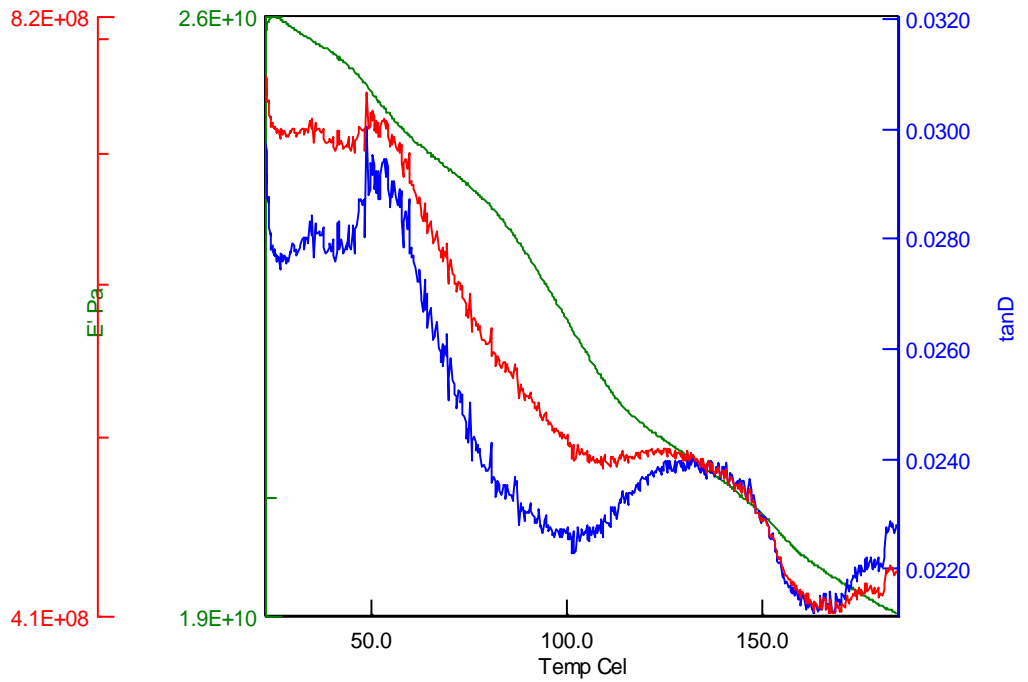
Şekil 3.27: %1 PP/diatomit'in DMA eğrileri

%2,5 PP/MD-BTMAC olarak sentezlenmiş kompozit filminin DMA eğrileri şekil 3.28’de gösterildi.



Şekil 3.28: %2,5 PP/MD-BTMAC DMA eğrileri

%1 PP/MD-BK olarak sentezlenmiş kompozit filminin DMA eğrileri şekil 3.29’de gösterildi.



Şekil 3.29: %1 PP/MD-BK DMA eğrileri

4. SONUÇ VE ÖNERİLER

4.1 FTIR Analizleri

4.1.1 PP/Diatomit İçeren Kompozit Filmlerinin FTIR Analizleri

Şekil 3.1’de saf PP, diatomitin ve %1, %10, %20 ve %30’luk oranında hazırlanan PP/diatomit kompozit filmlerine ait FTIR spektrumları gösterildi. Saf PP’nin karakteristik pikleri; 2949,81 cm^{-1} ve 2917,46 cm^{-1} C-H gerilmeleri, 1455,73 cm^{-1} -CH₂ eğilme, 1375,60 cm^{-1} -CH₃ eğilme, 1167,22 cm^{-1} C-C gerilmesine ait piklerdir. Diatomitin karakteristik pikleri; 1634,2 cm^{-1} ’de -OH titreşimleri, 1023,74 cm^{-1} ’de Si-O-Si titreşimleri, 795,56 cm^{-1} ’de -OH piklerine aittir.

Kütlece (w/w) %1-%30 oranında hazırlanan PP/diatomit kompozit filmlerine ait FTIR spektrumlarından elde edilen pik değerleri ise 2949,81 cm^{-1} ve 2917,46 cm^{-1} C-H gerilmeleri, 1455,73 cm^{-1} ’de -CH₂ eğilme, 1375,60 cm^{-1} -CH₃ eğilme, 1030,7 cm^{-1} ’de Si-O-Si titreşimleri gözlemlendi. FTIR spektrumlarında kompozit filmlerindeki kütlece (w/w) diatomit oranı arttıkça doğal olarak Si-O-Si titreşimi ait piklerin şiddeti arttı. Bu da PP ve diatomit ile hazırlanan kompozit filmlerinin birbiriyle etkileşimin arttığını gösterdi.

4.1.2 PP/MD İçeren Kompozit Filmlerinin FTIR Analizleri

4.1.2.1 PP/MD-BTMAC İçeren Kompozit Filmlerin FTIR Analizleri

Şekil 3.2’de saf PP, diatomit, BTMAC ve kütlece (w/w) %30 oranında hazırlanan PP/MD-BTMAC kompozit filmlerine ait FTIR spektrumları gösterildi. Saf PP ve diatomitin karakteristik pikleri ile ilgili durum bölüm 4.1.1’de anlatıldı. Şekil 3.2’de gösterilen BTMAC’ın karakteristik pikleri, 3006,40 cm^{-1} aromatik C-H

gerilmesi, 2900 cm^{-1} civarında ki pikler $\text{N}^+\text{-CH}_3$ 'de ki C-H gerilmeleri, 1493,55-1462,92 cm^{-1} 'de ki pikler C=C gerilmesi ve 739.49 cm^{-1} 'de C-N⁺ gerilmeleridir.

Şekil 3.2'de kütlece (w/w) %30 PP/MD-BTMAC kompozit filmin spektrumunda polipropilene ait 2950,16 cm^{-1} ve 2917,56 cm^{-1} karakteristik pikler, diatomite ait 1043,44 cm^{-1} karakteristik piki ve BTMAC'e ait 727,98 cm^{-1} karakteristik piki gözlemlendi. Sonuç olarak; BTMAC, diatomit ve PP, hazırlanan kompozit filmlerin içerisinde birbirleriyle etkileştikleri söylenebilir.

4.1.2.2 PP/MD-HTAB İçeren Kompozit Filmlerin FTIR Analizleri

Şekil 3.3'de saf PP, diatomit, HTAB ve kütlece (w/w) %30 oranında hazırlanan PP/MD-HTAB kompozit filmlerine ait FTIR spektrumları gösterildi. Saf PP ve diatomitin karakteristik pikleri ile ilgili durum bölüm 4.1.1'de anlatıldı. Şekil 3.3'de HTAB'ın spektrumdaki karakteristik pikleri, 2900 cm^{-1} civarındaki pikler $\text{N}^+\text{-CH}_3$ 'deki C-H gerilmeleri, 1400 cm^{-1} civarındaki pikler -CH_2 gerilmeleri ve 937,44 cm^{-1} 'de C-N⁺ gerilmeleri gösterildiği şekildedir.

Şekil 3.3'de kütlece (w/w) %30 PP/MD-HTAB kompozit filmin spektrumunda polipropilene ait 2950,52 cm^{-1} ve 2917,69 cm^{-1} karakteristik pikleri, diatomite ait 1035,4 cm^{-1} karakteristik piki ve HTAB'a ait 719,61 cm^{-1} piki gözlemlendi. Sonuç olarak; HTAB, diatomit ve PP, hazırlanan kompozit filmlerin içerisinde birbirleriyle etkileştikleri söylenebilir.

4.1.2.3 PP/MD-BK Minerali İçeren Kompozit Filmlerin FTIR Analizleri

Şekil 3.4'de saf PP, diatomit, benzoilchlorür ve kütlece (w/w) %30 oranında hazırlanan PP/MD-BK kompozit filmlerine ait FTIR spektrumları gösterilmiştir. Saf PP ve diatomitin karakteristik pikleri ile ilgili durum bölüm 4.1.1'de anlatıldı. Şekil 3.4'de benzoilchlorürün spektrumdaki karakteristik pikleri, 1595,04 cm^{-1} 'de C=C gerilme titreşimleri, 1486,34-1449,55 cm^{-1} 'de aromatik =C-H ve C=C gerilme titreşimleri, 1343,00 cm^{-1} 'de C=C düzlem içi titreşimleri, 666,48 cm^{-1} C-Cl pikleri gösterildiği şekildedir.

Kütlece (w/w) %30 PP/MD-BK kompozit filminin spektrumu da şekil 3.1’de ki kütlece (w/w) %30 oranındaki PP/diatomit kompozit filminin spektrumundan farklı olarak benzoilklorürden gelen $666,95\text{ cm}^{-1}$ ’de C-O-C gerilmeleri gözlemlendi. Sonuç olarak; BK, diatomit ve PP, hazırlanan kompozit filmlerin içerisinde birbirleriyle etkileştikleri söylenebilir.

4.2 XRD Analizleri

4.2.1 PP/Diatomit ve PP/MD-BTMAC İçeren Kompozit Filmlerinin XRD Analizleri

Şekil 3.5’te ki grafikte saf PP, diatomit, BTMAC, MD-BTMAC, kütlece (w/w) %30 oranında hazırlanan PP/diatomit ve PP/MD-BTMAC kompozit filmlerine ait XRD desenleri gösterildi. Şekil 3.5’de saf PP’ye ait XRD deseninde yaklaşık olarak $2\theta=14.05^{\circ}$, $2\theta=16.43^{\circ}$, $2\theta=18.53^{\circ}$, $2\theta=21.21^{\circ}$ ’de olmak üzere karakteristik pikler gözlemlendi. Elde edilen diatomitin XRD desenlerinden amorf yapıda olduğu gözlemlendi. Kütlece (w/w) %30 MD-BTMAC içeren kompozit film örneklerinin XRD desenlerinde saf PP’ye ait karakteristik değerler bulundu ve desenlerde önemli bir değişim gözlenmedi.

4.2.2 PP/Diatomit ve PP/MD-HTAB İçeren Kompozit Filmlerinin XRD Analizleri

Şekil 3.6’de ki grafikte saf PP, diatomit, HTAB, MD-HTAB, kütlece (w/w) %30 oranında hazırlanan PP/diatomit ve PP/MD-HTAB kompozit filmlerine ait XRD desenleri gösterildi. Şekil 3.6’de saf PP’ye ait XRD deseninde yaklaşık olarak $2\theta=14.05^{\circ}$, $2\theta=16.43^{\circ}$, $2\theta=18.53^{\circ}$, $2\theta=21.21^{\circ}$ ’de olmak üzere karakteristik pikler gözlemlendi. Elde edilen diatomitin XRD desenlerinden amorf yapıda olduğu gözlemlendi. Kütlece (w/w) %30 MD-HTAB içeren kompozit film örneklerinin XRD desenlerinde saf PP’ye ait karakteristik değerler bulundu ve desenlerde önemli bir değişim gözlenmedi.

4.2.3 PP/Diatomit ve PP/MD-BK İçeren Kompozit Filmlerinin XRD Analizleri

Şekil 3.7’de ki grafikte saf PP, diatomit, MD-BK, kütlece (w/w) %30 oranında hazırlanan PP/diatomit ve PP/MD-BK kompozit filmlerine ait XRD desenleri gösterildi. Şekil 3.7’de saf PP’ye ait XRD deseninde yaklaşık olarak $2\theta=14.05^{\circ}$, $2\theta=16.43^{\circ}$, $2\theta=18.53^{\circ}$, $2\theta=21.21^{\circ}$ de olmak üzere karakteristik pikler gözlemlendi. Elde edilen diatomitin XRD desenlerinden amorf yapıda olduğu gözlemlendi. Kütlece (w/w) %30 MD-BK içeren kompozit film örneklerinin XRD desenlerinde saf PP’ye ait karakteristik değerler bulundu ve desenlerde önemli bir değişim gözlemlenmedi.

4.3 TG/DTA/DTG Analizleri

Şekil 3.8’de termal gravimetrik analiz sonucunda elde edilen TG eğrilerinde saf PP’nin 350°C ’den sonra yaklaşık olarak 470°C ’ye kadar kütlede %100 civarında önemli bir kaybın olduğu gözlemlendi. İncelenen bu sıcaklık aralığında ($350-470^{\circ}\text{C}$) saf PP’nin yanması sonucu tek basamakta kütle kaybının gerçekleştiği ve ortamda hiçbir kalıntının olmadığı düşünüldü. 470°C ’den sonra yanma işlemi tamamlanmış ve belirgin bir kütle kaybı gözlemlenmemiştir. PP’nin kütlece (w/w) %1 oranlarında diatomit ve MD ilave edilerek sentezlenen kompozit filmlerine ait kütle kaybı eğrilerinde büyük kütle kayıplarının yaklaşık $370-470^{\circ}\text{C}$ aralığında tek basamakta olduğu gözlemlendi. Bu sıcaklık aralığındaki kütle kayıpları saf PP’nin TG eğrilerine benzer olarak değiştiği görüldü. Kütlece (w/w) %100 kaybın olmaması ortamda yanmadan kalan diatomit bulunduğu sonucu varıldı. Kompozit filmlere ait TG eğrilerinde genel olarak $0-350^{\circ}\text{C}$ arasında da %1-5 arasında bir değişimin olduğu gözlemlendi. Bu azalmanın nedeni de diatomit mineralinin yüzeyinde veya iç kısımlarında adsorbe olan suyun uzaklaşması sebebiyle olduğu düşünülmektedir.

4.4 SEM Analizleri

Şekil 3.13’de saf PP, şekil 3.13-20’de PP/diatomit ve PP/MD kompozit filmlerinin kütlece (w/w) %1 ve %2,5 oranıyla $10\ \mu\text{m}$ ve $100\ \mu\text{m}$ ’da ki SEM görüntüleri verildi.

SEM analizleri sonucunda kompozit filmlerin yüzey morfolojilerinde, kütlece (w/w) %1 ve %2,5 oranına bağlı olarak diatomit ve MD'in PP içerisinde artarak dağılması sonucu tanecikler polimer içine gömülmüş olduğu ve homojen halde dağıldığı gözlemlendi.

4.5 Mekanik Test Analizleri

Şekil 3.22'de saf PP ve PP/diatomit filmleri ve şekil 3.23-3.25 PP/MD filmlerine ait çekme mukavemeti sonuçları verildi. Grafiklerden görüldüğü gibi saf PP filmin çekme mukavemet değeri 17,58 MPa'dır. PP/diatomit ile hazırlanan kompozit filmlerinin artan kütlece (w/w) %1'de oranında maksimum çekme mukavemetine ulaştığı ve kütlece (w/w) %1'den sonra belirgin bir azalma olduğu, kırılabilirliği arttığı ve mukavemetin buna bağlı olarak azaldığı gözlemlendi.

PP/MD ile hazırlanan kompozit filmlerinin çekme mukavemet sonuçlarında genellikle kütlece (w/w) %1 ve %2,5 oranında hazırlanan kompozitlerin çekme mukavemetleri saf PP filmine göre yüksek değerlere sahiptir. Bu durum modifikasyon işlemi sonrasında diatomit ile PP etkileşiminin artması sonucu ile olduğu açıklanabilir. Kütlece (w/w) %1 ve %2,5'dan sonra kırılabilirlikte ki artışa bağlı olarak çekme mukavemeti değerlerinde azalma gözlemlendi.

Sonuç olarak kütlece (w/w) %1 ve %2,5 oranında hazırlanan kompozitlerin çekme mukavemetleri saf PP'ye göre yüksektir. Kütlece (w/w) %1 oranında hazırlanan kompozitlerden PP/MD-BK kompozit filminin çekme mukavemetinin en yüksek olduğu bulundu. Ayrıca PP/MD-HTAB kompozit filmleri kütlece (w/w) %15 oranına kadar saf PP'ye göre yüksek mukavemet sağladığı ve %15'den sonra kırılabilirliği artmaya başladığı gözlemlendi.

4.6 DMA Analizleri

Mekanik testlere paralel olarak DMA testleri de yapıldı. TanD eğrilerinin maksimum olduğu noktadaki sıcaklık değeri malzemenin camsı geçiş sıcaklığını verir. Analizlere ait eğrilerde ki değişimler polimer zincirlerinin esnekliğindeki değişimleri yansıtmaktadır.

Şekil 3.26'da saf PP ve şekil 3.27-3.29'da kütlece (w/w) belli oranlarda PP/diatomit ve PP/MD olarak sentezlenen polimer kompozitlerin dinamik mekanik analiz (DMA) grafikleri verildi. Polipropilene ait camsı geçiş sıcaklığı literatürde 253K (-20°C) olduğu belirtilmiştir. Bu çalışmada, dinamik mekanik analiz (DMA) oda sıcaklığından itibaren 200°C'ye kadar yapıldı ve camsı geçiş sıcaklıkları gözlenemedi. Ancak sentezlenen polimer kompozitlerin viskoelastik özellikleri değiştiği gözlemlendi.

4.7 Genel Sonuçlar

- FTIR analizi sonucu elde edilen spektrumlarda ki karakteristik piklerin dalga sayılarına bakıldığında diatomitin BTMAC, HTAB ve BK ile etkileşime girerek modifiye olduğunu ve modifiye diatomitin polipropilen ile etkileştiğini gözlemledik.
- XRD analizi ile diatomitin amorf yapılı bir kil minerali olduğunu gözlemledik.
- Termal gravimetrik analiz ile PP/MD kompozit filmlerinin çok az bir miktarda ısıl dayanıklılık kazandığı ve 470°C'den sonra tamamen yandığını gözlemledik.
- SEM analizleri ile PP/diatomit ve PP/MD kompozit filmlerinin morfolojik yapısı incelenerek malzemenin genel olarak homojen olarak karıştığı ve diatomitin polipropilen yüzeyine gömüldüğü gözlemledik.
- Mekanik çekme testi sonucunda, kütlece (w/w) %1 oranında PP/MD-BK kompozit filminin çekme mukavemeti saf PP ve diğer kompozit filmlere göre daha yüksek olduğu ve diatomitin benzoilklorür ile en iyi şekilde etkileştiğini gözlemledik.
- Dinamik ve mekanik analiz grafiklerinden, PP/MD kompozit filmlerinin viskoelastik özelliklerinin değiştiğini gözlemledik.

5. KAYNAKLAR

- [1] Açıkgöz, M., “Termoplastik polimerler üzerine peroksit etkisi ve reolojik davranışlarının incelenmesi”, Yüksek Lisans Tezi, *Celal Bayar Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, Kimya Anabilim Dalı, Manisa, (2014).
- [2] Kodal, M., “Polipropilen ve dolgu maddeleri ile hazırlanan karışımların fiziksel ve kimyasal özelliklerinin incelenmesi”, Yüksek Lisans Tezi, *Kocaeli Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, Kimya Mühendisliği Anabilim Dalı, Kocaeli, (2009).
- [3] Yalçınkaya, S. E., “Nanokil - polimer kompozitlerinin sentez ve karakterizasyonu”, Yüksek Lisans Tezi, *Ankara Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, Kimya Mühendisliği Anabilim Dalı, Ankara, (2008).
- [4] Savaşçı, Ö.T., Uyanık, N. ve Akovalı, G., *Plastikler ve plastik teknolojisi*, İstanbul: Çantay Kitabevi, (1998).
- [5] Roff, W. J., *Fibres, plastics and rubbers*, First edition, London: Butterworths Scientific Publications, 10-11, 21-28, (1971).
- [6] Ezdeşir, A., Erbay, E., Taşkıran, İ., Yağcı, M. A., Cöbek, M., Bilgiç, T., *Polimerler*, 2. Baskı, İstanbul: Pagev Yayınları, 57-71, (1999).
- [7] Altungöz, E., “Reaktif ekstrüzyon yöntemiyle polipropilen/fonksiyonel kopolimer/organik montmorillonit kil nanomalzemelerinin hazırlanması”, Yüksek Lisans Tezi, *Hacettepe Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, Kimya Mühendisliği Anabilim Dalı, Ankara, (2012).
- [8] Ekşi, O., “Plastik esaslı malzemelerin ısı ile şekil verme özelliklerinin incelenmesi”, Yüksek Lisans Tezi, *Trakya Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, Makine Mühendisliği Ana Bilim Dalı, Edirne, (2007).
- [9] PlasticsEurope, “An analysis of European plastics production, demand and recovery for 2010”, *Plastics - the Facts*, (2011).

- [10] Beşergil, B., *Polimer kimyası*, Ankara: Gazi Kitabevi, (2008).
- [11] Akkurt, S., “Plastik malzeme bilgisi”, İstanbul: Birsen Yayınevi, 96-112, (1991).
- [12] DPT, Sekizinci Beşyillik Kalkınma Planı “*Plastik Ürünleri Sanayii Özel İhtisas Komisyonu Raporu*”, Ankara, DPT: 2547-ÖİK: 563, (2001).
- [13] Yaşar H., *Plastikler dünyası*, 2. Baskı, Ankara: MMO Yayınları, (2001).
- [14] Uğur, Ş.S., “Poliesterin dispers boyarmaddelerle boyama yöntemlerinin karşılaştırılması”, Yüksek Lisans Tezi, *Süleyman Demirel Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, Tekstil Mühendisliği Anabilim Dalı, Isparta, (2004).
- [15] Seventekin, N., *Kimyasal lifler*, İzmir: Ege Üniversitesi Yayınları, (2003).
- [16] Başer,İ., *Elyaf bilgisi*, İstanbul: Marmara Üniversitesi Yayınları, 67, 139-141, (2002).
- [17] Mangut, M., Karahan, N., *Tekstil lifleri*, Bursa: Ekin Yayınevi, 259-264, (2008).
- [18] Kalay, B., “Sulu çözeltilerden Cu^{+2} 'nin kaolinit yüzeyine adsorpsiyonu”, Yüksek Lisans Tezi, *Balıkesir Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, Kimya Anabilim Dalı, Balıkesir, (2006).
- [19] Kadioğlu, E., “Endüstride kullanılan bazı polimer-kil kompozitlerinin sentezi ve karakterizasyonu”, Yüksek Lisans Tezi, *Balıkesir Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, Kimya Anabilim Dalı, Balıkesir, (2014).
- [20] Yılmaz, Z., “Hidrotermal yöntemlerle kaolinin’in dekompozisyonu”, Yüksek Lisans Tezi, *Balıkesir Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, Kimya Anabilim Dalı, Balıkesir, (2004).
- [21] Özbey, G., Atamer, N., “Kizelgur (diatomit) hakkında bazı bilgiler”, 10. Türkiye Madencilik Bilimsel Teknik Kongresi, Ankara, 493-502, (1987).
- [22] DPT, Sekizinci Beşyillik Kalkınma Planı “*Madencilik Özel İhtisas Komisyonu Raporu, Çalışma Kurulu Raporu (Koordinatör: Pınar ÖZEL – DPT)*”, Ankara, DPT: 2621-ÖK: 632: 48-55, (2001).

- [23] Uygun, A., “Diyatomit jeolojisi ve yararlanma olanakları”, Madencilik, Eylül sayısı, TMMOB Maden Mühendisleri Odası Yayını, Ankara, 31-38, (1976).
- [24] DPT, 7. Beş Yıllık Kalkınma Planı, “Asbest, Bentonit, Fluorit, Diatomit (Kizelgur), Kalsit, Kıymetli ve Yarı-Kıymetli Taşlar (Süs Taşları), Lityum, Titanyum, Zirkonyum ve Hafniyum, Madencilik Özel İhtisas Komisyonu Raporu”, Cilt-2, DPT:2421-ÖİK: 480, Ankara, (1996).
- [25] Perkins, D., *Mineralogy*, New Jersey: Prentice-Hall Dnc., 8, (2002).
- [26] Açıklan, N., “Türkiye’de ve dünyada diyatomit”, M.T.A Genel Müdürlüğü, F.E.D., Ankara, (1991).
- [27] Yaylalı, G., Değirmenci, S., Sirin, B.ve Akarlar-DÖKTAS, N., “Türkiye’de döküm bentonitlerinin 2000’lerde iyileştirilmesi”, *Metalurji Dergisi*, Sayı 126, Sayfa 13.
- [28] Türkiye Bentonit Envanteri, MTA Yayını No:184, sayfa 2, (1982).
- [29] Demirbaş, Ö., “Viktorya mavisinin perlit yüzeyine asorpsiyonu”, Yüksek Lisans Tezi, *Balıkesir Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, Kimya Anabilim Dalı, Balıkesir, (2001).
- [30] Klinefelter, T.D., “Perlit hakkında bazı teknik bilgiler”, M.T.A. Rap. No:687, Ankara, (1960).
- [31] “Etiper-perlit ürünleri ile yalıtım”, Etibank, Ankara, (1984).
- [32] Faramawy, S., El-Fadly, A. M., El-Naggar, A. Y. and Youssef, A. M., “Surface-modified silica gels as solid stationary phases in gas chromatography”, *Surface Coatings Technology*, 90, 53-63 (1997).
- [33] Erdemoğlu, M., Şener, Ş., Sayıklan, H., “Pirofillit kullanılarak metalik ve organik kirliliklerin sulu ortamlardan uzaklaştırılması [online]”, (1 Eylül 2014), http://www.maden.org.tr/resimler/ekler/ca289d2a4acd14c_ek.pdf, (2004).

- [34] Metin, D., Tihminliođlu, F., Balköse, D. ve Ülkü, S., “The effect of interfacial interactions on the mechanical properties of polypropylene/natural zeolite composites”, *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 35, 23-32, (2004).
- [35] Gonzales, J., Albano, C., Ichazo, M. and Diaz, B., “Effects of coupling agents on mechanical and morphological behavior of the PP/HDPE blend with two different CaCO₃”, *European Polymer Journal*, 38, 2465-2475, (2002).
- [36] Gachter, R. and Müller, H., *Plastics additives handbook*, Fourth edition, Munich: Hanser/Gardner Publications, 525-561, (1993).
- [37] Kye-Hong, K., ong-Un, K., Kyung-Hee, L. and Noh-Hee, J., “Mixed micellization of anionic ammonium dodecyl sulfate and cationic octadecyl trimethyl ammonium chloride”, *Bulletin of the Korean Chemical Society*, 22 (9), 1009-1014, (2001).
- [38] Zhao, G.X. and Zhu, B.Y., “Surfactant adsorption and aggregation”, *J. Dispersion Science and Technology*, 16(5), 305-332, (1995).
- [39] Rosen, M. J., *Surfactants and interfacial phenomena*, 2nd Edition, New York: John Walley and Sons, (1989).
- [40] Solomons, T. W. G.,Fryhle, C. B., *Organik kimya*, 7.Basım, (Çev: G. Oktay ve Y. Yıldırım), Literatür Yayıncılık, (2002).
- [41] Şahin, Y., *Kompozit malzemelere giriş*, Ankara: Gazi Kitabevi, (2000).
- [42] Friedrich, K., Evstatiev, M., Fakirov, S., Evstatiev, O., Ishii, M. and Harrass, M., “Microfibrillar reinforced composites from PET/PP blends: processing, morphology and mechanical properties”, *Composites Science and Technology*, 65 (1), 107-116, (2005).
- [43] Jayanarayanan, K., Thomas, S. and Joseph, K., “Morphology, static and dynamic mechanical properties of in situ microfibrillar composites based on polypropylene/poly (ethylene terephthalate) blends”, *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 39 (2), 164-175, (2008).

- [44] Mareri, P., Bastide, S., Binda, N. and Crespy, A., “Mechanical behaviour of polypropylene composites containing fine mineral filler: Effect of filler surface treatment”, *Composites Science and Technology*, 58, 747-752, (1998).
- [45] Shi, X. and Gan, Z., “Preparation and characterization of poly(propylene carbonate)/montmorillonite nanocomposites by solution intercalation”, *European Polymer Journal*, 43 (12), 4852–4858, (2007).
- [46] Soyubol, G., Durmuş, A., Ercan, N., Kaşgöz, A., “ HDPE / kil nano-kompozitlerinin hazırlanması, termal, reolojik ve gaz geçirgenlik özelliklerinin incelenmesi”, *9.Ulusal Kimya Mühendisliği Kongresi*, Ankara, (2010).
- [47] Kurt, A., Çağlayan, Z. ve Bektaş, H. S., “Preparation of poly(methyl methacrylate)/clay nanocomposites and investigation of some physical properties”, *Sigma*, 32, 71-80, (2014).
- [48] Sui, G., Fuqua, M.A., Ulven, C.A. and Zhong, W.H., “A plant fiber reinforced polymer composite prepared by a twin-screw extruder”, *Bioresource Technology*, 100, 1246–1251, (2009).
- [49] Amri, F., Husseinsyah, S. and Hussin, K., “Mechanical, morphological and thermal properties of chitosan filled polypropylene composites: The effect of binary modifying agents”, *Composites: Part A*, 46, 89-95, (2013).
- [50] Zhang, Z.-X., Gao, C., Xin, Z. X. and Kim, J. K., “Effects of extruder parameters and silica on physico-mechanical and foaming properties of PP/wood fiber composites”, *Composites: Part B*, 43, 2047–205, (2012).
- [51] Liu, R., Peng, Y., Cao, J. and Chen, Y., “Comparison on properties of lignocellulosic flour/polymer composites by using wood, cellulose, and lignin flours as fillers”, *Composites Science and Technology*, 103, 1-7, (2014).

- [52] Pettarin, V., Frontini, P.M., Rodriguez, V.J.R., Dias, M. L. and Diaz, F. V., “Polyethylene/(organo-montmorillonite) composites modified with ethylene/methacrylic acid copolymer: morphology and mechanical properties”, *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 39 (12), 1822–1828, (2008).
- [53] Zhao, C., Qin, H., Gong, F., Feng, M., Zhang, S. and Yang, M., “Mechanical, thermal and flammability properties of polyethylene/clay nanocomposites”, *Polymer Degradation and Stability*, 87 (1), 183–189, (2005).
- [54] Lin, Z., Guan, Z., Chen, C., Cao, L., Wang, Y., Gao, S., et al., “Preparation, structures and properties of shell/polypropylene biocomposites”, *Thermochimica Acta*, 551 (10), 149-154, (2013).
- [55] Bian, J., Wei, X.W., Lin, H.L., Gong, S.J., Zhang, H. and Guan, Z.P., “Preparation and characterization of modified graphite oxide/poly(propylene carbonate) composites by solution intercalation”, *Polymer Degradation and Stability*, 96 (10), 1833–1840, (2011).
- [56] Gu, Z., Song, G., Liu, W., Wang, B. and Li, J., “Preparation and properties of organo-montmorillonite/cis-1,4-polybutadiene rubber nanocomposites by solution intercalation”, *Applied Clay Science*, 96 (1-2), 50-53, (2009).
- [57] Alkan, M., Benlikaya, R., ve Kaya, İ., “Preparation and characterization of sepiolite-poly(ethyl methacrylate) and poly(2-hydroxyethyl methacrylate) nanocomposites”, *Polymer Composites*, 30 (11), 1585-1594 (2009).
- [58] Alkan, M. ve Benlikaya, R., “Poly(vinyl alcohol) nanocomposites with sepiolite and heat-treated sepiolites”, *Journal of Applied Polymer Science*, Vol. 112, 3764-3774, (2009).
- [59] Kurt, A., Yavuz, R. ve Bozdağ G., “Polistiren-kil nanokompozitlerin sentezi, termal ve optik özelliklerinin incelenmesi”, *Adıyaman Üniversitesi Fen Bilimleri Dergisi*, 3 (2), 58-70, (2013).

- [60] Vodnik, V.V., Bozanic, D.K, Dzunuzonic, E. and Nedeljkovic, J.M., “Thermal and optical properties of silver-poly(methylmethacrylate) nanocomposites prepared by in-situ radical polymerization”, *European Polymer Journal*, 46, 137-144, (2010).
- [61] Vukoje, I. D., Vodnik, V.V., Džunuzović, J. V., Džunuzović, E. S., Marinović-Cincović, M. T. and Jeremić, K., et al., “Characterization of silver/polystyrene nanocomposites prepared by in situ bulk radical polymerization”, *Materials Research Bulletin*, 49, 434-439, (2014).
- [62] Jia, X., Li, Y., Zhang, B., Cheng, Q. and Zhang, S., “Preparation of poly(vinyl alcohol)/kaolinite nanocomposites via in situ polymerization”, *Materials Research Bulletin*, 43 (3), 611-617, (2008).
- [63] Wang, J., Xu, Y., Zhu, J. and Ren, P., “Electrochemical in situ polymerization of reduced graphene oxide/polypyrrole composite with high power density”, *Journal of Power Sources*, 208, 138-143, (2012).
- [64] Li, J., Qian, X., Chen, J., Ding, C. and An, X., “Conductivity decay of cellulose-polypyrrole conductive paper composite prepared by in situ polymerization method”, *Contents Polymers*, 82, 504-509, (2010).