

**SİLAN BİLEŞİKLERİYLE KIRKA BOR
ATIKLARININ YÜZEY MODİFİKASYONU
YÜKSEK LİSANS TEZİ
Oğuzhan EVCİN
Danışman
Doç. Dr. M. Serhat BAŞPINAR**

**METALURJİ VE MALZEME MÜHENDİSLİĞİ
ANABİLİM DALI**

AĞUSTOS 2019

AFYON KOCATEPE ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

YÜKSEK LİSANS TEZİ

**SİLAN BİLEŞİKLERİYLE KIRKA BOR ATIKLARININ YÜZEY
MODİFİKASYONU**

Oğuzhan EVCİN

Danışman

Doç. Dr. M. Serhat BAŞPINAR

METALURJİ VE MALZEME MÜHENDİSLİĞİ ANABİLİM DALI

Ağustos 2019

TEZ ONAY SAYFASI

OĞUZHAN EVCİN tarafından hazırlanan “Silan Bileşikleriyle Kırka Bor Atıklarının Yüzey Modifikasyonu” adlı tez çalışması lisansüstü eğitim ve öğretim yönetmeliğinin ilgili maddeleri uyarınca 12/06/2019 tarihinde aşağıdaki jüri tarafından **oy birliği** ile Afyon Kocatepe Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü **Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Anabilim Dalı’nda YÜKSEK LİSANS TEZİ** olarak kabul edilmiştir.

Danışman : Doç. Dr. M. Serhat BAŞPINAR

Başkan : Dr. Öğr. Üyesi İbrahim BULDUK
Uşak Üniversitesi SağlıkYüksekokulu

Üye : Doç. Dr. M. Serhat BAŞPINAR
AKÜ Teknoloji Fakültesi

Üye : Dr. Öğr. Üyesi Süleyman AKPINAR
AKÜ Mühendislik Fakültesi

İmza

Afyon Kocatepe Üniversitesi
Fen Bilimleri Enstitüsü Yönetim Kurulu’nun
...../...../..... tarih ve
..... sayılı kararıyla onaylanmıştır.

Prof. Dr. İbrahim EROL
Enstitü Müdürü

BİLİMSEL ETİK BİLDİRİM SAYFASI
Afyon Kocatepe Üniversitesi

Fen Bilimleri Enstitüsü, tez yazım kurallarına uygun olarak hazırladığım bu tez çalışmada;

- Tez içindeki bütün bilgi ve belgeleri akademik kurallar çerçevesinde elde ettiğimi,
- Görsel, işitsel ve yazılı tüm bilgi ve sonuçları bilimsel ahlak kurallarına uygun olarak sunduğumu,
- Başkalarının eserlerinden yararlanılması durumunda ilgili eserlere bilimsel normlara uygun olarak atıfta bulunduğumu,
- Atıfta bulunduğum eserlerin tümünü kaynak olarak gösterdiğimi,
- Kullanılan verilerde herhangi bir tahrifat yapmadığımı,
- Ve bu tezin herhangi bir bölümünü bu üniversite veya başka bir üniversitede başka bir tez çalışması olarak sunmadığımı

beyan ederim.

01/08/2019



İmza
Oğuzhan EVCİN

ÖZET

Yüksek Lisans Tezi

SİLAN BİLEŞİKLERİYLE KIRKA BOR ATIKLARININ YÜZEY MODİFİKASYONU

Oğuzhan EVCİN

Afyon Kocatepe Üniversitesi

Fen Bilimleri Enstitüsü

Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Anabilim Dalı

Danışman: Doç. Dr. M. Serhat BAŞPINAR

Bu çalışmada; Kırka Bor Atıkları 3 farklı silan bileşiğinin (3-Aminopropil) trimetoksisilan, 3- (Metakriloiloksi) propil trimetoksisilan ve N- (2-Aminoetil) -3-aminopropil trimetoksisilan) 1mL, 2,5 mL, 5 mL ve 10 mL olmak üzere farklı miktarlarında, 1 sa, 6 sa ve 12 sa olmak üzere 3 farklı sürede 750 rpm’de manyetik karıştırıcıda karıştırılarak yaş yöntemle yüzeyleri modifiye edilmiştir. Daha sonra karışım siyah band filtre kağıdından süzülerek çözücüsünden ayrıştırılmıştır. Filtre kağıdı üzerindeki kek önce oda sıcaklığında 24 saat, sonra etüvde 60°C sıcaklıkta 24 sa, 48 sa ve 72 sa sürede kurutulmuştur. Kurutulan modifiye tozların bir kısmı tek eksenli preste silindirik tablet haline getirilerek temas açıları ölçülmüştür. Kalan tozların ise FTIR, XRD, SEM analizleri yapıldıktan sonra iki farklı polimer ile (RTV2 ve Epoksi) % 1, 2, 3, 4 ve 5 (w/w) oranlarında (0,4 g, 0,8 g, 1,2 g, 1,6 g ve 2,0 g) karıştırılarak şekillendirilmiştir. Polimer kompozitlerin de temas açıları ölçülerek yüzey modifikasyon işlemi değerlendirilmiştir.

2019, x + 78 sayfa

Anahtar Kelimeler: Sol-jel, Silan, Modifikasyon, Yüzey Kaplama, Polimer, Kompozit,
Temas Açısı

ABSTRACT

M.Sc Thesis

SURFACE MODIFICATION OF KIRKA BORON WASTES BY SILAN COMPOUNDS

Oğuzhan EVCİN

Afyon Kocatepe University

Graduate School of Natural and Applied Sciences

Department of Metallurgy and Material Engineering

Supervisor: Assoc. Prof. M. Serhat BAŞPINAR

In this study; Kırka Boron Waste has been modified with 1 mL, 2.5 mL, 5 mL and 10 mL in different amounts of 3 different silane compounds [(3-Aminopropyl) trimethoxysilane, 3- (Methacryloyloxy) propyl trimethoxysilane and N- (2-Aminoethyl) -3-aminopropyl trimethoxysilane) for 1 h, 6 h and 12 h 3 different times at 750 rpm in magnetic stirrer. The mixture was then filtered through a black band filter paper and extracted from the solvent. The cake on the filter paper was firstly dried at room temperature for 24 hours, then at a temperature of 60 ° C in the oven for 24 h, 48 h and 72 h. The contact angles were measured shaping some of the dried powdered powder into a cylindrical tablet in a one-axis press. Remaning powders were characterized by FTIR, XRD, SEM. Then powders added to two different polymers (RTV2 and Epoxy) in 1, 2, 3, 4 and 5% (w / w) ratios (0.4 g, 0.8 g, 1.2 g, 1.6 g and 2.0 g). The contact angles of the polymer composites were measured and the surface modification process was evaluated.

2019, x + 78 pages

Keywords: Sol-gel, Silan, Modification, Surface coating, Polymer, Composite, Contact angle.

TEŞEKKÜR

Bu araştırmada birlikte çalışma imkânı vermesi, çalışma konusunun belirlenmesi ve sonucun hazırlanması konusunda yapmış olduğu katkılardan ötürü öncelikle tez danışmanım Doç Dr. M. Serhat BAŞPINAR'a, deneysel çalışmamda yön gösteren Dr. Öğr. Üyesi Süleyman AKPINAR'a, araştırma ve yazım aşamasında verdiği maddi ve manevi desteklerden ötürü babam Doç. Dr. Atilla EVCİN'e, ve aileme teşekkür ediyorum.

Oğuzhan EVCİN
AFYONKARAHİSAR, 2019

İÇİNDEKİLER DİZİNİ

	Sayfa
ÖZET	iv
ABSTRACT	vi
TEŞEKKÜR	vii
İÇİNDEKİLER DİZİNİ.....	viii
SİMGELER VE KISALTMALAR DİZİNİ	x
ŞEKİLLER DİZİNİ	xi
ÇİZELGELER DİZİNİ.....	xiii
RESİMLER DİZİNİ	xiv
1. GİRİŞ	1
2. LİTERATÜR BİLGİLERİ	3
2.1 Bor Elementi.....	3
2.2 Bor Mineralleri	3
2.3 Bor Minerallerinin Başlıca Kullanım Alanları	4
2.4 Kırka Bor İşletmesi	5
2.5 Bor Atıklarının Değerlendirilmesi.....	7
2.6 Yüzey Modifikasyonu	9
2.6.1 Kuru Kaplama Yöntemi ile Yüzey Modifikasyonu	9
2.6.3 Yaş Kaplama Yöntemi İle Yüzey Modifikasyonu	10
2.7 Silan Bileşikleri	14
2.7.1 İnorganik Substatlara Silan Bağlanması	17
2.7.2 Yüzey Modifikasyonu İçin Silan Seçme	19
3. MATERYAL VE METOT	22
3.1 Kullanılan Malzemeler	22
3.2 Silanlarla Kırka Bor Atığının Modifikasyonu	24
3.3 Modifiye Tozlara Yapılan Analizler	28
3.3.1 FTIR Analizi	29
3.3.2 DTA/TG Analizi	29
3.3.3 Mineralojik Analizi (X-Işını Kırınımı, XRD).....	31
3.3.4 Mikro Yapı Analizi (SEM)	31
3.3.5 Temas Açısı Analizi.....	32

4. BULGULAR	34
4.1. FTIR Analiz Sonuçları	35
4.2 DTA/TG Analiz Sonuçları	39
4.3 XRD Analiz Sonuçları.....	43
4.4 SEM Analiz Sonuçları.....	45
4.4 Temas Açısı Ölçüm Sonuçları.....	51
5. TARTIŞMA VE SONUÇ	68
6. KAYNAKLAR	72
ÖZGEÇMİŞ.....	78

SİMGELER VE KISALTMALAR DİZİNİ

Simgeler

GPa	Gigapaskal
Kg	Kilogram
m	Metre
mg	Miligram
mm	Milimetre
MPa	Megapaskal
°C	Santigrat Derece
µm	Mikrometre

Kısaltmalar

AFM	Atomik Güç Mikroskobu
ASTM	Amerikan Malzeme Test Birliği
SEM	Taramalı Elektron Mikroskobu
SR	Silikon Kauçuk

ŞEKİLLER DİZİNİ

	Sayfa
Şekil 2.1 Silan molekülleri.....	15
Şekil 2.2 Silanların bağlayıcılık mekanizması.....	15
Şekil 2.3 Silan dolgululu epoksi reçinenin SEM görüntüsü.....	16
Şekil 2.4 Alkoksisisilanların Hidrolizi.....	17
Şekil 2.5 İnorganik Yüzeye Bağlanma.....	18
Şekil 2.6 Silanların polimer yüzeyine bağlanması.....	19
Şekil 3.1 Silanların moleküler gösterimi.....	22
Şekil 3.2 Manyetik karıştırıcıda modifikasyon.....	26
Şekil 3.3 Filtrasyon işlemi.....	26
Şekil 3.4 Kurutma aşaması.....	27
Şekil 3.5 Kurutulan numuneler.....	27
Şekil 3.6 Modifiye edilmiş tozlarla karıştırılmış polimerler.....	28
Şekil 4.1 Katkısız Bor FTIR analizi.....	35
Şekil 4.2 3 Aptes FTIR analizi.....	36
Şekil 4.3 N2A3ATM FTIR analizi.....	37
Şekil 4.4 TMSPM FTIR analizi.....	38
Şekil 4.5 Katkısız bor atığı DTA/TG Analiz sonuçları.....	39
Şekil 4.6 3 Aptes DTA/TG Analiz sonuçları.....	40
Şekil 4.7 N2A3ATM DTA/TG Analiz sonuçları.....	41
Şekil 4.8 TMSPM DTA/TG Analiz sonuçları.....	42
Şekil 4.9 Katkısız Bor Atığı XRD analizi.....	43
Şekil 4.10 3 Aptes XRD analizi.....	44
Şekil 4.11 N2A3ATM XRD analizi.....	44
Şekil 4.12 TMSPM XRD analizi.....	45
Şekil 4.13 1 mL 3-APTES ile yapılan modifiye tozların epoksi temas açıları.....	56
Şekil 4.14 2,5 mL 3-APTES ile yapılan modifiye tozların epoksi temas açıları.....	56
Şekil 4.15 1 mL N2A3ATM ile yapılan modifiye tozların epoksi temas açıları.....	58
Şekil 4.16 2,5 mL N2A3ATM ile yapılan modifiye tozların epoksi temas açıları.....	58
Şekil 4.17 1 mL TMSPM ile yapılan modifiye tozların epoksi temas açıları.....	60
Şekil 4.18 2,5 mL TMSPM ile yapılan modifiye tozların epoksi temas açıları.....	60
Şekil 4.19 1 mL 3-APTES ile yapılan modifiye tozların silikon temas açıları.....	62

Şekil 4.20	2,5 mL 3-APTES ile yapılan modifiye tozların silikon temas açıları.....	62
Şekil 4.21	1 mL N2A3ATM ile yapılan modifiye tozların silikon temas açıları.....	64
Şekil 4.22	2,5 mL N2A3ATM ile yapılan modifiye tozların silikon temas açıları.....	64
Şekil 4.23	1 mL TMSPM ile yapılan modifiye tozların silikon temas açıları.....	66
Şekil 4.24	2,5 mL TMSPM ile yapılan modifiye tozların silikon temas açıları.....	66

ÇİZELGELER DİZİNİ

	Sayfa
Çizelge 2.1 Bor Elementinin Fiziksel Özellikleri.....	3
Çizelge 2.2 Bor Mineral ve Ürünlerinin Kullanıldığı Sanayii Dalları.....	5
Çizelge 2.3 Kuru kaplama yöntemi ile yüzey modifikasyonu çalışmaları.....	13
Çizelge 2.4 Yaş kaplama yöntemi ile yüzey modifikasyonu çalışmaları.....	14
Çizelge 2.5 Silanlardaki farklı yerdeğiştiricilerin karakteristiği.....	20
Çizelge 2.6 Temel polimerler için uygun silanlar	21
Çizelge 3.1 Kırka Bor atığı XRF analiz sonucu	22
Çizelge 3.2 Kırka Bor atığı XRD faz analiz sonucu.....	22
Çizelge 3.3 Silan Bileşiklerinin teknik özellikleri.....	23
Çizelge 3.4 RTV2 silikon polimerinin özellikleri.....	23
Çizelge 3.5 Teknobond 350 teknik özellikleri	24
Çizelge 3.6 Kırka bor atıklarının modifikasyon şartları	25
Çizelge 4.1 Modifiye edilen tozların ağırlık değişimi.....	34
Çizelge 4.2 3-APTES ile Modifiye edilen tozların su ile temas açısı değerleri.....	52
Çizelge 4.3 N2A3ATM ile Modifiye edilen tozların su ile temas açısı değerleri.....	53
Çizelge 4.4 TMSPM ile Modifiye edilen tozların su ile temas açısı değerleri.....	54
Çizelge 4.5 3-APTES ile modifiye edilmiş tozları içeren Epoksi temas açıları.....	55
Çizelge 4.6 N2A3ATM ile modifiye edilmiş tozları içeren Epoksi temas açıları.....	57
Çizelge 4.7 TMSPM ile modifiye edilmiş tozları içeren Epoksi temas açıları.....	59
Çizelge 4.8 3-APTES ile modifiye edilmiş tozları içeren Silikon temas açıları.....	61
Çizelge 4.9 N2A3ATM ile modifiye edilmiş tozları içeren Silikon temas açıları.....	63
Çizelge 4.10 TMSPM ile modifiye edilmiş tozları içeren Silikon temas açıları.....	65

RESİMLER DİZİNİ

	Sayfa
Resim 2.1 Kırka Bor İşletme Müdürlüğü sahası.....	6
Resim 2.2 Kırka Bor İşletme Müdürlüğü Atık Barajları.....	8
Resim 3.1 FTIR cihazı.....	29
Resim 3.2 DTA/TG Cihazı.....	30
Resim 3.3 Shimadzu XRD-6000 markalı XRD Cihazı.....	31
Resim 3.4 LEO 1430vp markalı SEM	32
Resim 3.5 Temas açısı ölçüm cihazı.....	33
Resim 4.1 TMSPM Tozların SEM görüntüleri (1T-2T-3T).....	46
Resim 4.2 TMSPM Tozların SEM görüntüleri (2T-4T-5T).....	46
Resim 4.3 3 Aptes Tozların SEM görüntüleri (1A-2A-3A).....	48
Resim 4.4 3 Aptes Tozların SEM görüntüleri (2A-4A-5A).....	49
Resim 4.5 N2A3ATM Tozların SEM görüntüleri (1N-2N-3N).....	50
Resim 4.6 N2A3ATM Tozların SEM görüntüleri (4N-2N-5N).....	51

1. GİRİŞ

Teknolojinin gün geçtikçe gelişmesinin sonucu olarak zorlaşan çalışma koşullarında kullanılan makine ve malzemeler; özellikle aşınma, korozyon, erozyon, yorulma, oksidasyon ve yüksek sıcaklığa dayanım gibi talepleri istenildiği kadar yerine getirememektedir..

Hammadde rezervlerinin sürekli azalması yükselen maliyetler aşınma ve korozyon sebebiyle ekonomik kayıplar alternatif malzeme konusunda gereksinimi hızlandırmıştır. Bunun sonucu dikkatler süper alaşım, plastik, kompozit, sermet ve seramik gibi malzeme grupları üzerine yoğunlaşmıştır.

Malzemelerin fiziksel ve kimyasal özelliklerinde çalışma ortamının etkisi olmaktadır.

- Daha uzun ömürlü ve kaliteli malzeme üretmek,
- Çalışma ortamındaki olumsuz şartları malzeme üzerindeki etkisini azaltmak ve
- Malzemelerin özelliklerini iyileştirmek

amacıyla metalik ve metalik olmayan yüzey geliştirme ve kaplama yöntemleri geliştirilmiştir.

Malzemelerin yüzey özelliklerini değiştirerek; yeni mühendislik özellikleri kazandırmak ya da dekoratif açıdan çekici kılmak, insanoğlunun eski çağlardan beri süregelen amaçlarından birisi olmuştur.

Günümüzde malzemelerin yüzeylerinin geliştirilmesi yönünde yapılan işlemler “yüzey ve altlık malzemenin tasarımını bir arada ele alan ve bu ikisinin tek başlarına sağlayamayacağı özellikleri ekonomik olarak sağlayabilen işlemler” olarak tanımlanır ve bilim olarak “**Yüzey Mühendisliği**” adını alır. Yüzey Mühendisliği disiplinler arası bir tanıma sahiptir. Yüzey mühendisliği teknolojileri, sorunu çözme kabiliyeti yanında; katma değer sağlamaya da haizdir. Malzeme tasarımı, özellikleri, yüzey mühendisliği teknolojileri ve endüstriyel sektörler arasındaki ilişki aşağıdaki şekilde gösterilmiştir.

Yüzey Mühendisliği teknolojilerinin avantajları ;

- Malzeme performansında artış
- Maliyette azalma
- Fonksiyonellikte iyileşme
- Mühendislik sorunlarına çözüm getirme
- Nadir malzeme kaynaklarının dönüşümü
- Güç tüketiminde azalma
- Verimde artış sayılabilir.

Bu tez çalışmasında, kırka bor atıklarının 3 farklı silan bağlayıcı bileşikleriyle, farklı miktar, farklı karıştırma süresinde modifikasyonu ile yüzey özelliklerinin incelenmesi ve silikon polimeri ile Epoksi polimeriyle farklı oranlarda katkılandırılıp şekillendirilmesi, tozların ve polimer kompozitlerinin karakterizasyonu amaçlanmıştır.

2. LİTERATÜR BİLGİLERİ

2.1 Bor Elementi

Periyodik sistemde üçüncü grubun başında bulunan atom numarası 5 olan bor elementi, kütle numarası 10 ve 11 olmak üzere iki kararlı izotopundan oluşur. Bor, biri amorf ve altısı kristalin polimorf olmak üzere, çeşitli allotropik formlarda bulunur. Alfa rombohedral kristal yapısı 1200 °C üzerinde bozulur ve 1500 °C’de beta rombohedral biçiminde oluşur. Amorf form yaklaşık 1000 °C üzerinde beta rombohedrale dönüşür ve her türlü saf bor ergime noktasının üzerinde ısıtılıp yeniden kristalleştirildiğinde beta rombohedral forma dönüşür (Evcin 2010).

Bor elementinin kimyasal özellikleri, morfolojisine ve tane büyüklüğüne bağlıdır. Mikron boyutundaki amorf bor kolaylıkla ve bazen şiddetli olarak reaksiyona girerken kristalin bor kolay reaksiyon vermez. Bor yüksek sıcaklıkta su ile reaksiyona girerek borik asit ve bazı diğer ürünleri oluşturur (Evcin 2010). Bor elementinin literatürde yer alan bazı fiziksel özellikleri Tablo 2.1.’de verilmiştir (Ulusal Bor Araştırma Enstitüsü 2016).

Çizelge 2.1 Bor Elementinin Fiziksel Özellikleri.

Özellik	Değer
Atomik Kütle (g/mol)	10,811
Kaynama Noktası (°C)	4002
Sertlik (HV)	9,3
Ergime Noktası (°C)	2300

2.2 Bor Mineralleri

Doğada 200’den fazla bor oksit içeren mineral bulunmaktadır. Bor mineralleri alkali, toprak alkali, bor oksit (B₂O₃) ve su içeriklerine, ayrıca kristal yapılarına göre farklı isim alırlar. Bu minerallerden yalnızca bazıları (tinkal, kolemanit, üleksit, sasolit, pandemit, havlit ve kernit) ticari öneme sahiptir. Aslında endüstride kullanılan

boratların % 90'ını üç mineral oluşturur. Bunlar; sodyum boratlı tinkal, sodyum ve kalsiyum boratlı üleksit ve kalsiyum boratlı kolemanittir (Kister and Helvacı 1994).

Endüstride kullanılan bor ürünleri, üretim aşamaları ve prosesleri ile kullanım alanları dikkate alınarak; ham bor, konsantre bor, rafine bor ve özel bor ürünleri olmak üzere dört grupta sınıflandırılabilir. Borun mineral yataklarından çıkarılması sonucu elde edilen ve herhangi bir zenginleştirme ve sınıflandırma gibi proseslere tabi tutulmamış türüne ham bor (tinkal, kolemanit, üleksit, pandemit vb.), ham borun cevher hazırlama ve zenginleştirme işlemine tabi tutularak B_2O_3 içeriğinin yükseltilmesiyle direkt veya endirekt olarak kullanılabilir duruma getirilmesi ile elde edilen bor türüne konsantre bor (konsantre tinkal, konsantre kolemanit, öğütülmüş kolemanit vb.), uygun yapıdaki ham veya konsantre bor cevherinin kimyasal reaksiyona tabi tutularak yabancı minerallerin uzaklaştırılması yada kimyasal bir reaksiyon sonucu oluşan yabancı maddelerin arındırılmasına yönelik uygulanan rafinasyon işlemleri sonucu üretilen bora rafine bor (boraks dekahidrat, boraks pentahidrat, borik asit vb.), rafine bor ürünlerinin daha ileri rafinasyona ve/veya metalürjik-kimyasal bir işleme tabi tutulmasıyla elde edilen ürünlere özel bor ürünü (çinko borat, bor nitrür, bor karbür vb.) adı verilir (Helvacı 2005, Hawthorne *et al.* 1996).

2.3 Bor Minerallerinin Başlıca Kullanım Alanları

Çok geniş ve çeşitli alanlarda ticari olarak kullanılan bor mineralleri ve ürünlerinin kullanım alanları giderek genişlemektedir. Kullanım alanları Tablo 2.2.'de verilmiştir (Evcin 2010).

İlerleyen teknolojiler bor kullanımını ve bora olan bağımlılığı artırmakta dolayısıyla borun stratejik mineral olma özelliği gitgide belirgin hale gelmektedir. Dünyada üretilen bor minerallerinin % 10 civarı bir bölümü direkt mineral olarak, geriye kalan kısmı rafine ürünler elde etmek için kullanılmaktadır (Uzun 2002).

ABD, Batı Avrupa ve Japonya'da bor mineralleri ve ürünlerinin kullanım oranları birbirinden farklıdır. ABD'de en yüksek tüketim fiberglas izolasyon sanayindedir. Batı

Avrupa’da ise sabun ve deterjan sanayi bor tüketiminde ileridedir. Japonya’da en büyük bor tüketimi tekstil ve fiberglas sanayindedir (Evcin 2010).

Çizelge 2.2 Bor Mineral ve Ürünlerinin Kullanıldığı Sanayii Dalları.

Sanayi	Örnek
Cam Sanayii	Borosilikat camları, izole cam elyafı düz camlar
Seramik Sanayii	Emaye ve sır porselen boyaları
Nükleer Sanayii	Reaktör kontrol çubukları, nükleer atık depolayıcı
Uzay ve Havacılık Sanayii	Sürtünmeye-aşınmaya ve ısıya dayanıklı malzemeler
Askeri ve Zırhlı Araçlar	Zırh plakalar
Elektronik–Elektrik Sanayiinde	Elektrik kondansatörleri, yarı iletkenler
İletişim Araçlarında	Cep telefonları, modemler, televizyonlar
İnşaat Çimento Sektöründe	Mukavemet artırıcı ve yalıtım amaçlı olarak
Metalürji	Paslanmaz ve alaşımlı çelik, lehimleme
Enerji Sektörü	Güneş enerjisinin depolanması, güneş pilleri
Otomobil Sanayii	Hava yastıklarında, hidroliklerde, plastik aksamda
İlaç ve Kozmetik Sanayii	Dezenfekte ediciler, antiseptikler, diş macunları
Tıp	Alerjik hastalıklarda, psikiyatride
Kimya Sanayii	Kimyasalların indirgenmesi, elektrolitik işlemler
Temizleme ve Beyazlatma Sanayii	Toz deterjanlar, toz beyazlatıcılar, parlaticılar
Tarım Sektörü	Gübreler böcek-bitki öldürücüler
Kauçuk ve Plastik Sanayii	Naylon, plastik malzemeler
Koruyucu	Boya ve vernik kurutucularında
Patlayıcı Maddeler	Fişek
Diğer Kullanım Alanları	Fotoğrafçılık, zımpara ve aşındırıcılar, yapıştırıcılar, spor malzemeleri, mumyalama, manyetik cihazlar, kompozit malzemeler

2.4 Kırka Bor İşletmesi

Eskişehir’e bağlı Kırka’da 1970 yılında Kırka Sodyum Tuzu Şantiye Şefliği olarak kurulan ve 1998 yılındaki yapılandırmalar ile Kırka Bor İşletme Müdürlüğü adını alan tesis; bor ve bor ürünleri başta olmak üzere madencilik, kimya, metalürji ve lojistik alanlarında faaliyet göstermektedir (Resim 2.1). Dünya tıkal rezervleri arasında en

büyük paya sahip olan Kırka – Sarıkaya formasyonu dünya rezervlerinin yaklaşık %20'sini (%18) oluşturmaktadır. Aynı zamanda Türkiye'deki bor rezervlerinin de %25'ini oluşturmaktadır.



Resim 2.1 Kırka Bor İşletme Müdürlüğü sahası.

Kırka Bor İşletme Müdürlüğü'nün tinkal yıllık üretimi 3 milyon tona yakın miktardadır. Kırka – Sarıkaya Boraks yatağından açık ocak yöntemiyle yapılan madencilik faaliyetlerinde elde edilen tinkal; Kırka Bor İşletme Müdürlüğü'nde boraks pentahidrat, boraks dekahidrat, susuz boraks, kalsine tinkal ve borlu temizlik ürünü olan Etimatik'e dönüştürülerek kullanım için hazır hale gelmektedir. Tinkal cevherinden üretilen yüksek katma değerli boraks pentahidrat ve boraks dekahidrat; yangın söndürücü, yapıştırıcı, tarım ilacı, gübre, çamaşır suyu, sabun ve tekstil boyaları gibi birçok üründe kullanılmaktadır. Ayrıca tesis bünyesinde yüksek verimli hale getirilen susuz boraks; sert camlar, izolasyon cam yünü, metalürjik olarak ergitici kaynak ve lehim malzemelerinin kullanımında etkilidir. Pek çok sektör ve endüstride yaygın şekilde kullanılan susuz boraks, bünyesine katıldığı ürünün dayanıklı ve sürdürülebilir hale gelmesini sağlamaktadır.

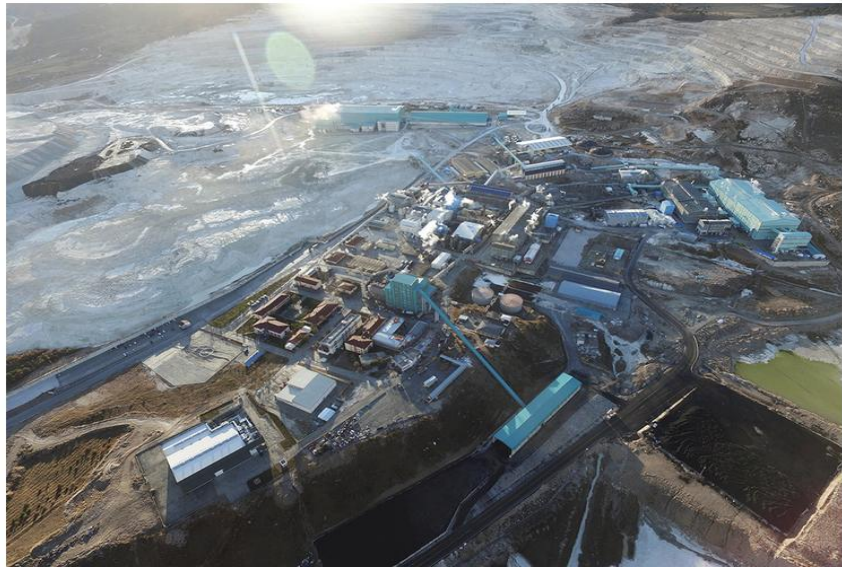
2.5 Bor Atıklarının Değerlendirilmesi

Bor atıklarının sektörel olarak dağılımı farklı mineraller içerirken, Balıkesir-Bigadiç atıkları, montmorillonit, jips ve kalsit içermektedir (Bozkurt 1989, Çolak 1997). Bor atıklarının kil yönünden zengin olması, bu atıkların değerlendirilmesine yönelik bilimsel çalışmaları; seramik başta olmak üzere, tuğla ve çimento sektörüne yönlendirmiştir. Bu çalışmalarda, bor atıklarından yeni bir ürün elde etmenin yanında, bu ürünlerin özellikleri üzerindeki etkisine yer verilmesi dikkat çekilmesi gereken başka bir husustur. Son günlerde artan çevre bilinci madencilik sektöründe de kendisini hissettirmiş, madencilik faaliyetleri sonucu oluşan atıkların çevreye zarar vermeden bertaraf edilmesi hususunda çeşitli yönetmelikler ve standartlar getirilmiştir.

Bor atıklarının uygun yöntemlerle çeşitli sektörlerde değerlendirilmesi sonucunda;

- Atıkların stoklanmasından doğan sorunlar ve stoklama maliyeti azalacak,
- Çevreyi kirleten unsurlar en az düzeye indirgenecek,
- Bor atıklarının değerlendirilmesi sonucu üretilen yeni ürünler ülke ekonomisine ek kazanç sağlayacaktır.

Türkiye'de ticari öneme sahip bor minerallerinden Kırka tinkal minerali, birbirine yakın miktarlarda montmorillonit ve dolomit içeren gri killer ile dolomitçe zengin beyaz killerden ve kalsitten oluşmaktadır. (Sabah ve Yeşilkaya 2000) Bursa- Kestelek bor işletmelerindeki kolemanit atıkları ile Kütahya-Emet-Hisarcık işletmesindeki kolemanit atıkları montmorillonit, kalsit, klorit ve biyotit gibi. Resim 2.2' de Kırka Bor İşletme Tesisleri ve atık barajı görülmektedir.



Resim 2.2 Kırka Bor İşletme Müdürlüğü Atık Barajları.

2.6 Yüzey Modifikasyonu

Yüzey modifikasyonu, partiküllere doğasında olmayan bazı özelliklerin kazandırılmasına veya modifiye edilerek geliştirilmesine yönelik bir işlemdir (Otles 2008). Yüzey modifikasyonu, partikül özelliklerinin modifiye edilmesi veya partikülün işlevselliğinin artırılması ve yeni kompozit partiküllerin eldesi için kullanılır. Geliştirilebilir veya değiştirilebilir yüzey özelliklerine bazı örnekler akışkanlık, dağılılabirlik, çözünürlük, ıslatılabilirlik (hidrofobik/hidrofilik özellikleri), elektrostatik, elektrik, manyetik, optik, renk, lezzet, tat, partikül şekli / küresellik, sinterleşme ve katı faz reaktivitesidir (Yoshihara *et al.* 1999).

Yüzey modifikasyonu; ilaç, gıda, kozmetik, seramik, elektronik ve özel kimyasallar dahil olmak üzere bir çok endüstride, arzu edilen son kullanım özelliklerine sahip kompozit (hibrit) malzemelerin sentezi için kullanılmaktadır. Günümüzde çoğu ticari tozların üretimi sol-jel, yaş kimyasal çöktürme, püskürtme ve kaplama (akışkan yatakta, daldırma veya döner disk ile) gibi çeşitli yaş yöntemler ile gerçekleştirilmektedir. Yaş kaplama prosesi esas olarak partikül ve çevresi arasında bir bariyer tabakası ya da film oluşturulması için kullanılmaktadır. Kaplama malzemesi, genellikle organik bir çözücü ya da sulu süspansiyon içinde çözünmüş bir çözeltiden oluşur. Organik çözücüler genellikle çok uçucudur. Bu uçucu bileşenlerin atmosferik sise, göz tahrişine ve solunum problemlerine ve hatta bazılarının kanserojen etkiye neden olan fotokimyasal sis oluşumuna öncülük ettiği öne sürülmektedir. Yaş kaplama yöntemlerinin bu çevresel sakıncaları partiküllerin yüzey modifikasyonuna yönelik kaplanması için araştırmacıları alternatif yöntemler bulmaya zorlamıştır (Otles 2008).

2.6.1 Kuru Kaplama Yöntemi ile Yüzey Modifikasyonu

Kuru yöntem ile yüzey modifikasyonunda, çözücü ve bağlayıcı kullanılmadan mikron boyutundaki partiküller üzerine mikron altı incelikte partiküller için mekanik kuvvetler (mekanik etki, kayma vb.) yardımı ile kaplanır. Kuru yöntem ile yüzey modifikasyonu yüksek maliyetli veya nadir bulunan malzeme kullanımını azaltması ve solvent uzaklaştırma gibi işlem adımlarının olmaması dolayısıyla yaş yönteme göre önemli

avantajlar sağlar. Kuru partikül kaplama yönteminin bir başka önemli avantajı da; çevre açısından genellikle yaş kaplamada mevcut olan, organik ya da sulu atık üretiminin olmamasıdır (Yoshihara *et al.* 1999).

Kuru yöntem ile yüzey modifikasyonunda, nispeten büyük partikül boyutuna sahip taneler (1-500 μm), yeni işlevler oluşturmak veya başlangıç özelliklerinin geliştirilmesi için mekanik olarak ince taneler (0.1-50 μm) ile kaplanır (Yoshihara *et al.* 1999). Kaplama maddesi partikül boyutu çok küçük olması, kaplanan tanelere sıkıca bağlanabilmesi için yeterince güçlü Van der Waals etkileşimleri sağlar. Kaplamanın kesikli veya sürekliliği; işlem süresi, mekanik hareket, kaplama maddesinin kaplanan partikül kütlesine oranı ve kullanılan partikül fiziksel özellikleri içeren çeşitli çalışma koşullarına bağlı olarak elde edilebilir (Pfeffer *et al.* 2011).

Kuru kaplama prosesinde yüksek mekanik kuvvetlerin istenildiği durumlarda mekano-füzyon, hibridizör ve döndürerek karıştırma, düşük mekanik kuvvetlerin istenildiği durumlarda ise manyetik destekli çarpma ile kaplama, Teta Composer, V-Blender ve döner akışkan yatak kaplama gibi kullanılan birçok yöntem ve cihaz bulunmaktadır. Farklı alanlarda kuru kaplama prosesinin birçok uygulaması bulunmaktadır. Akışkanlığın iyileştirilmesi amacıyla yönelik olarak PMMA partiküllerinin TiO_2 ile (mekano-füzyon yöntemi) kaplanması, su afinitesi için silikanın selülozla (manyetik destekli çarpma ile) ve glikozla (teta composer ile) kaplanması, kompozit proteinlerin ayırma kapasitesini arttırmak için hidroksiapatitin polietilenle (hibridizör ile) kaplanması, akışkanlık ve ıslatılabilirlik özelliklerin modifikasyonuna yönelik olarak silika jelin magnezyum stearatla (döndürerek karıştırma ve hibridizör ile) kaplanması farklı alanlardaki çeşitli uygulamalara örnek verilebilir (Ottewill 2008).

2.6.3 Yaş Kaplama Yöntemi İle Yüzey Modifikasyonu

Katı yüzeylerin ıslatılabilirliği yüzey enerjisi ve yüzey morfolojisi ile yakından ilişkilidir (Zhang *et al.* 2014). Yüzey enerjisi çok düşük olduğunda hidrofobik (su itici) bir yüzey elde edilebilir. Ayrıca, daha büyük yüzey pürüzlülüğü de hidrofobikliği artırabilir. Dolayısıyla, hidrofobik bir yüzey eldesi için iki temel yol vardır. (I) yüzey

enerjisi yüzey kimyasal bileşimi ayarlanarak değiştirilebilir. CF₃ veya CH₃ grupları gibi bazı yüzey kimyasal bileşimleri yüzey enerjisini azaltarak katı yüzeyin hidrofobikliğini artırır. (II) yüzey pürüzlülüğü yüzey morfolojisinin ayarlanması ile değiştirilebilir (Zhang *et al.* 2014).

Yüzey enerjisini azaltıcı reaktif bir kimyasal ile yüzey özelliklerini değiştirerek hidrofobik bir yüzey oluşturmak için pek çok yöntem vardır. Yağ asitleri ve türevleri, surfektantlar, reçine, çeşitli organo-metalik bileşikler, titanat ve silan gibi çeşitli organik yüzey modifiye edici maddeler ile partikül yüzeyi üzerindeki hidroksil gruplarının miktarı azaltılarak, hidrofilik türler hidrofobikler ile değiştirebilir (Yusoff vd., 2010). Yaygın olarak kullanılan bazı gruplar için yüzey enerjisi; -CF₃ < -CF₂ < -CH₃ < -CH₂ sırasına göre değişir. Florlu bileşikler su iticilik özelliğinin geliştirilmesi için fayda sağlarken insan sağlığı ve çevre açısından potansiyel risk taşır. Flor bileşikleri kullanmadan yüzey enerjisini düşürmek için etkin yöntemlerden biri uzun zincirli hidrofobik silan gibi kimyasal maddeler kullanmaktır (Wankhede *et al.* 2013).

R-SiX₃ genel yapısı ile karakterize edilen silikon esaslı silan kimyasalları; hidrolitik olarak kararlı bir şekilde silikona bağlı bir organik fonksiyonel R grubu ve çeşitli formlarda hidroksil gruplar ile reaksiyona girerek metanol veya etanol açığa çıkaran metoksi veya etoksi gibi hidrolize olabilen alkil grupları temsil eden X grubundan oluşur. R grubu alkil, aromatik, organo-fonksiyonel veya bunların kombinasyonu şeklinde olabilen ve hidrolize edilemeyen bir organik parçadır. X grubu ise inorganik yüzeyler, pigmentler veya dolgu maddelerine bağlanarak kaplama bütünlüğü ve yapışmayı artırır (Witucki 1993, Demirbaş *et al.* 2007). Silan grupları içerisinde klorosilanlar en reaktif silan grupları olup hidroliz esnasında CH kaybı söz konusudur. Metoksi silanlar orta seviyede reaktif olup hidrolizi sonrasında toksin özellikteki metanol açığa çıkarırlar. Etoksi silanlar daha az reaktif olup hidroliz sonrası toksin olmayan etanol açığa çıkarır (MacMillan 1997). Silanların seçimi; kimyasal reaksiyon, çözünürlük karakteristikleri, yapısal özellikler ve organo-silanların termal kararlılığının matris yapısındaki aynı parametrelerle uyumluluğunu gerektirir (Hu *et al.* 2011).

Silanların yüksek reaktivitesi reaksiyon kontrolünde dezavantajlı olabilir. Reaksiyon hızı ve miktarı; sıcaklık, solvent, silan türü, su içeriği, reaksiyon süresi gibi çeşitli faktörlere bağlıdır ve bu koşullara bağlı olarak hassasiyet gösterebilir. Yüzeydeki ve çözeltideki su konsantrasyonu silan tabakasının oluşumundaki en önemli faktörlerden birisidir (Li *et al.* 2010).

Silanlarla yüzey modifikasyonu yukarıda bahsedilen işlem hassasiyetleri nedeni ile oldukça zor ve uzun bir süreçtir. Silan kimyasallarına alternatif olarak daha ucuz ve daha kısa işlem sürelerinde yüzey modifikasyonunun gerçekleştirildiği bir diğer kimyasal grup ise stearik asit ve çeşitli metal stearatların oluşturduğu yağ asitleridir. Yağ asitleri kullanılarak çeşitli inorganik oksitlerin yüzey modifikasyonuna yönelik literatürde bir takım çalışmalar mevcuttur. Bu çalışmalarda yağ asitleri yağ yöntem ile yüzey modifikasyonu için su, etanol, tolüen, hekzan gibi solventler içerisinde çözelti haline getirildikten sonra belirli sıcaklık ve sürelerde partikül yüzeylerine kaplanabilmektedir.

Literatürde kuru ve yağ yöntem ile yüzey modifikasyonuna yönelik yer alan bazı çalışmaların özetleri Çizelge 2.3 ve 2.4’de verilmiştir.

Çizelge 2.3 Kuru kaplama yöntemi ile yüzey modifikasyonu çalışmaları.

Malzeme	Özellik	Kaplama maddesi	Amaç	Karakterizasyon	Referans
Kalsit	*Yüzey alanı=3.3 m ² /g	Stearik asit	Yüzey modifikasyon mekanizmasının incelenmesi	FTIR, XPS	Gilbert vd. (2000)
	*Yüzey alanı=13m ² /g *O.Tane boyutu= 0.8 µm	Stearik asit, Mg, Ca ve Zn stearat	Yüzey modifikasyon mekanizmasının incelenmesi	FTIR, WAXS, XPS, DSC	Gilbert vd. (2001)
	*Yüzey alanı=2.18 m ² /g *O.Tane boyutu= 5.24µm	Stearik asit	Hidrofobiklik	Temas açısı, Flotasyon testleri	Jeong vd. (2009)
	*Yüzey alanı=4.8 m ² /g *O.Tane boyutu= 6.2 µm	Stearik asit	Hidrofobiklik	TGA, Flotasyon testi	Mihajlovic vd. (2013)
	*Yüzey alanı=4.7 m ² /g *Yüzey alanı=13.2 m ² /g	Stearik asit	Yüzey modifikasyon mekanizmasının incelenmesi	FTIR, XPS	Gilbert vd. (2000)
Mg hidroksit	*Yüzey alanı=17.33 m ² /g *O.Tane boyutu= 0.55µm	Stearik asit, Mg, Ca ve Zn stearat	Yüzey modifikasyon mekanizmasının incelenmesi	FTIR, WAXS, XPS, DSC	Gilbert vd. (2001)
Talk	*Yüzey alanı=5.2 m ² /g *O.Tane boyutu= 7 µm	Silika	Hidrofobiklik	Temas açısı, SEM, Dispersiyon kinetiği	Lefebvre vd. (2011)
Silika jel	*O.Tane boyutu=55 µm	Mg-stearat	Hidrofobiklik	Temas açısı, ESEM, Akıcılık testi	Ouabbas vd. (2009)

Çizelge 2.4 Yaş kaplama yöntemi ile yüzey modifikasyonu çalışmaları.

Malzeme	Özellik	Kaplama maddesi	Solvent	Amaç	Karakterizasyon	Referans
Kalsit	*Yüzey alanı= 0,97m ² /g *O Tane boyutu= 3,58 µm	Sodyum oleat	Su	Mekano aktivasyon yöntemi ile yüzey modifikasyonu	Flotasyon testi, FTIR, TGA	Yoğurtcuoğlu ve Uçurum (2011).
	*Yüzey alanı=0,275 m ² /g *O Tane boyutu=16,33 µm	Sodyum stearat	Su	Mekano aktivasyon yöntemi ile yüzey modifikasyonu	Flotasyon testi, IR, XPS	Ding vd. (2007).
	*Yüzey alanı=0,275 m ² /g *O Tane boyutu=16,33 µm	Sodyum stearat	Su	Mekano aktivasyon yöntemi ile yüzey modifikasyonu	Flotasyon testi, IR, XPS	Ding vd. (2013).
	*Tane boyutu <5 µm	Stearik asit	Kloroform	Hidrofobiklik	Flotasyon testi, XRD, TGA	Mihajlovic vd. (2009).
	*Tane boyutu <15 µm	Stearik asit	Kloroform	Yüzey modifikasyon mekanizmasının incelenmesi	Yağ adsorpsiyonu, çözünürlük testleri	Zhou vd. (2013).
Wollastonit	*O Tane boyutu=20 mm	Sodyum stearat	Su	Hidrofobiklik	FTIR, SEM, Tane boyutu, Temas açısı	Hou vd. (2013).
	*Yüzey alanı=0,28 m ² /g *O Tane boyutu=16,31 µm	Titanat (NT2)	Su	Fizikokimyasal ve uygulama özelliklerinin incelenmesi	Tane boyutu, IR Temas açısı	Ding vd. (2011).
	*Yüzey alanı=8,21m ² /g *O Tane boyutu=0,16 µm	Stearik asit	Su	Hidrofobiklik	FTIR, TEM, Reolojik ölçüm	Liu vd. (2011).
Hidroksi-apatit	*Tane boyutu <1 µm	Stearik asit	Etanol, aseton	Yüzey özelliklerinin iyileştirilmesi	XRD, FTIR, TEM, ICP	Li ve Weng (2008).
Magnezyum hidroksit	*O Tane boyutu=10µm	Stearik asit	Su	Farklı organik ortamlarda dispersiyonun incelenmesi	FTIR, XPS, Reolojik ölçümler	Zhang vd. (2007)

O:Ortalama

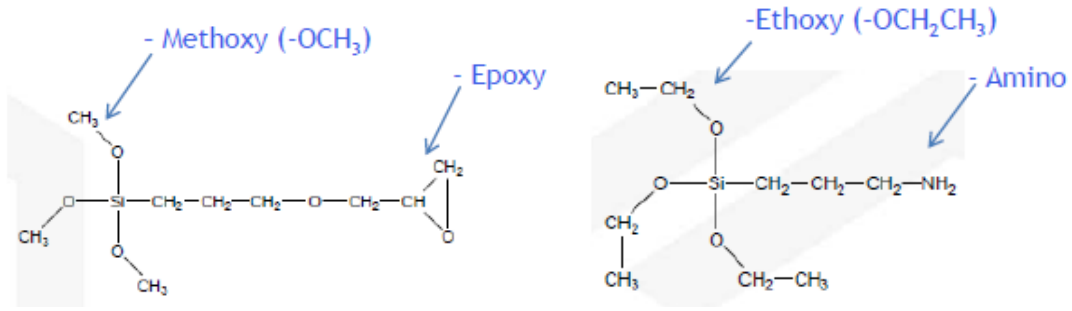
2.7 Silan Bileşikleri

Silan bağlayıcıları, silikon bazlı kimyasallar olup, aynı molekül içinde iki tip reaktivite içerir :- inorganik ve organik. Tipik genel formülü (RO)₃SiCH₂CH₂CH₂-X dir.

Burada RO metoksi, etoksi, asetoksi gibi hidrolize edilebilir grup ve X amino, metakriloksi, Epoksi gibi bir organofonksiyonel gruptur (Şekil 2.1).

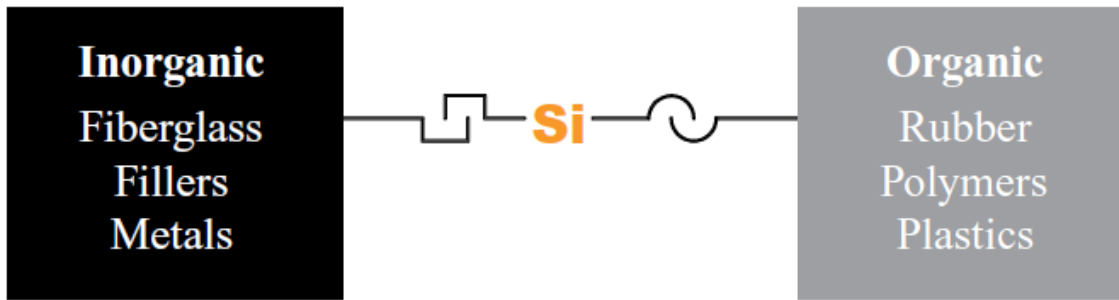
FG = Fonksiyonel Grup (Organik Tip) örneğin -Vinil, - Glisidoksi (Epoksi), -Amino, - Metakriloksi, vb.

OR = Alkoksi, Asetoksi, Oksim, örneğin -Metoksi (-OCH₃), -Etoksi (-OCH₂CH₃), vb.



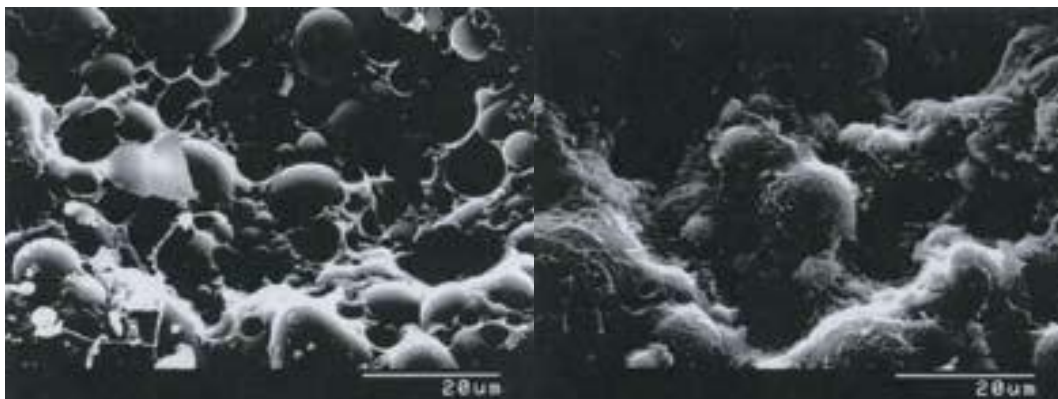
Şekil 2.1 Silan molekülleri (İnt.Kyn.1).

Bir silan bağlayıcı madde, bir inorganik altlık (cam, metal yada mineral gibi) ve bir organik malzeme (organik polimer, kaplama ve yapıştırıcı gibi) arasında birbirine benzemez iki malzemeyi yapıştırmak veya birleştirmek için arayüzeyde görev alır. Bağlayıcılık mekanizması basitleştirilerek Şekil 2.2’de sunulmuştur.



Şekil 2.2 Silanların bağlayıcılık mekanizması.

Silika dolgulu epoksi reçinenin SEM görüntüsü Şekil 2.3’de verilmiştir.



Silansız

Silanlı

Şekil 2.3 Silan dolgulu epoksi reçinenin SEM görüntüsü.

Organik polimerler cam fiberler veya mineralleri ile takviye edildiğinde, polimer ve inorganik substrat arasındaki arayüz veya interfaz bölgesi, fiziksel ve kimyasal faktörlerin karmaşık bir etkileşimi içinde yer alır. Bu faktörler adhezyon, fiziksel dayanım, genleşme katsayısı, konsantrasyon gradyanları ve ürün özelliklerinin tutulması ile ilgilidir.

Adhezyonu etkileyen yıkıcı kuvvet, inorganik takviyenin hidrofilik yüzeyine suyun geçmesidir. Su, arayüze saldırır, polimer ile takviye arasındaki bağı tahrip eder, ancak “gerçek” bir bağlayıcı madde inorganik ve organik maddeler arasındaki arayüzde suya dayanıklı bir bağ oluşturur.

Silan bağlayıcı ajanları, yalnızca bağlanma mukavemetini arttırmak için değil, aynı zamanda daha da önemlisi, bileşik yaşlanma ve kullanım sırasında arayüze yapışmayı önleme için de eşsiz kimyasal ve fiziksel özelliklere sahiptir. Bağlayıcı ajan zayıf şekilde bağlanan iki yüzey arasında sabit bir bağ sağlar. Yukarıdaki şekilde, (kırılma yüzeyinin bir SEM görüntüsü vasıtasıyla) silan içeren ve silan içermeyen bir silika dolgulu epoksi reçinesi arasındaki adhezyon farkı görülmektedir.

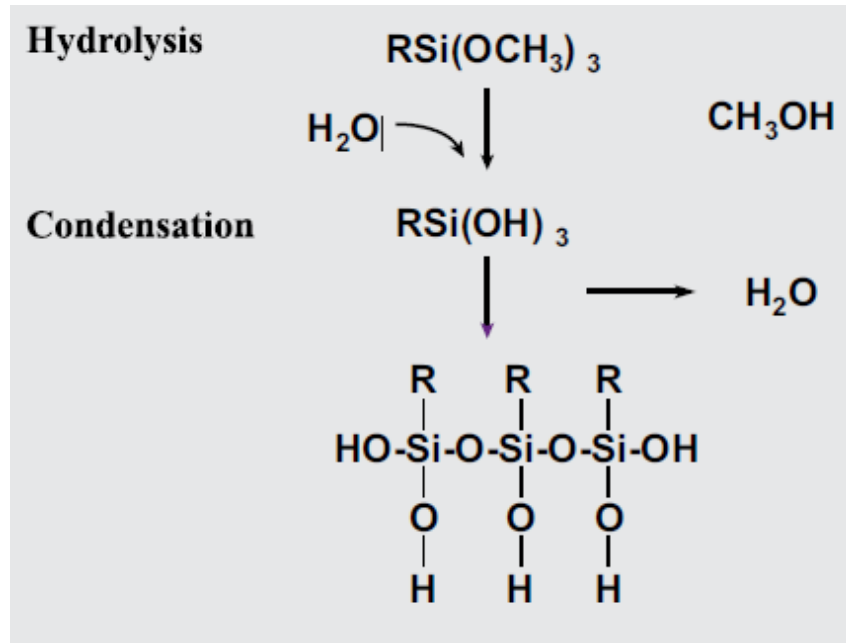
Silan ile silika parçacıkları üzerindeki epoksi kaplama belirgindir; silan olmadan, epoksi matrisinde temiz silika parçacıkları görülebilir. Kompozitlerde, bükülme mukavemetinde önemli bir artış, doğru silan birleştirme maddesinin kullanılmasıyla mümkündür. Silan bağlayıcı ajanlar ayrıca kaplamaların ve adheziflerin bağlanma mukavemetini, neme ve diğer olumsuz çevresel koşullara karşı dirençlerini artırır.

Silan bağlayıcı ajanların sağlayabileceği diğer yararlar şunlardır:

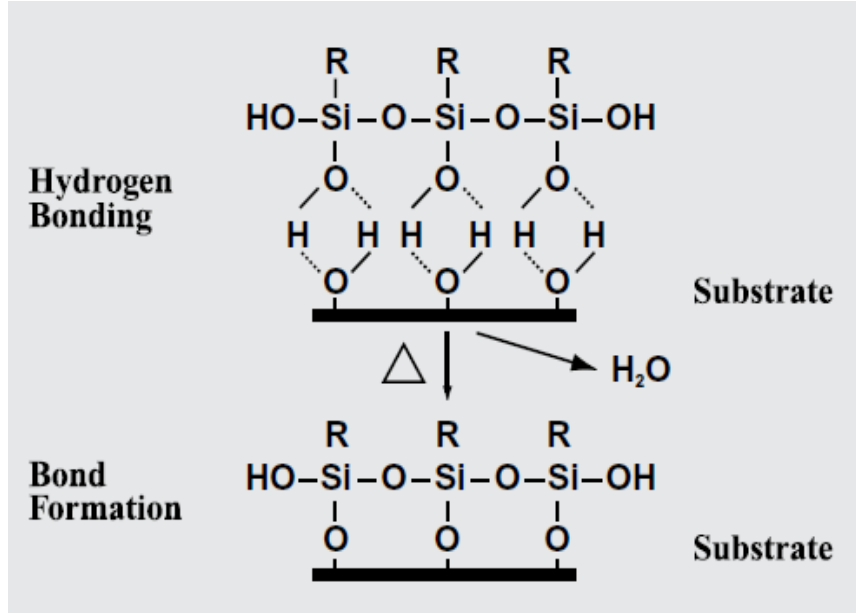
- İnorganik yüzeylerin daha iyi ıslatılması
- Bileşim sırasında daha düşük viskozite
- Kompozitlerde daha pürüzsüz yüzeyler
- Termoset kompozitlerin daha az katalizör inhibisyonu
- Daha net takviyeli plastikler (Krayden 2009).

2.7.1 İnorganik Substatlara Silan Bağlanması

Silikon üzerinde üç inorganik reaktif grup içeren silan bağlayıcılar (genellikle metoksi, etoksi veya asetoksi) çoğu inorganik substrat üzerindeki metal hidroksil gruplarına iyi bir şekilde yapışacaktır, özellikle substrat yapısında silikon, alüminyum veya ağır bir metal içeriyorsa. Silikondaki alkoksi grupları, su ilavesiyle veya inorganik yüzey üzerinde kalan sudan dolayı silanollere hidrolize olur. Daha sonra silanoller, bir oksan bağı oluşturmak ve suyu elimine etmek için inorganik yüzey üzerindeki metal hidroksil grupları ile koordine edilir (Şekil 2.4-2.5).



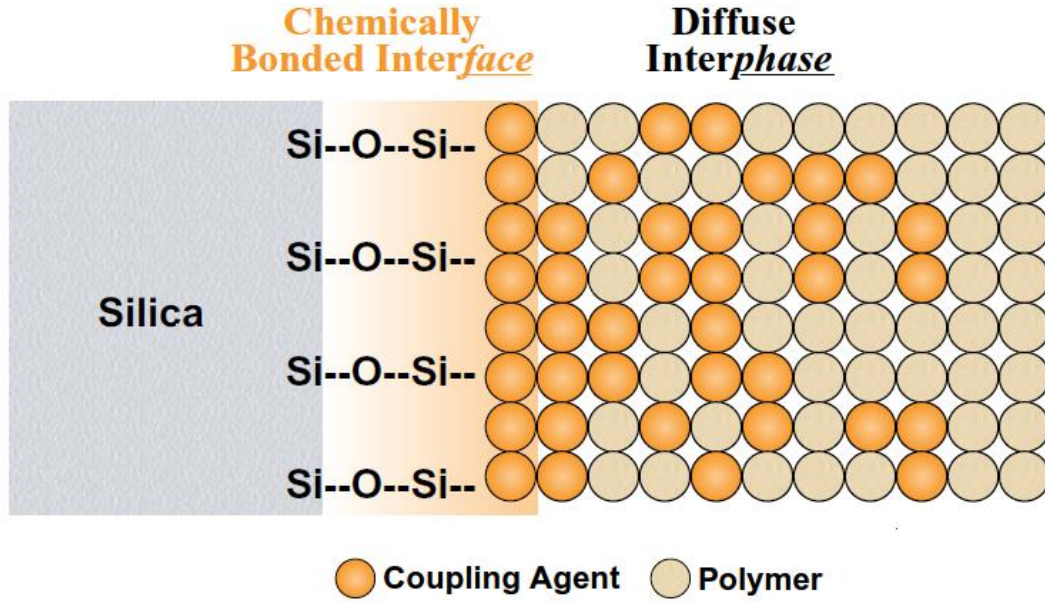
Şekil 2.4 Alkoksisilanların Hidrolizi.



Şekil 2.5 İnorganik Yüzeye Bağlanma.

Silan molekülleri ayrıca yüzeydeki silan bağlayıcıların multimoleküler bir yapısını vermek için birbirleriyle reaksiyona girerler. Yüzeye genellikle birden fazla katman veya tek katmanlı eşdeğer silan uygulanır. Bu, yüzeyden daha fazla yayılan inorganik yüzeye yakın sıkı bir siloksan ağı ile sonuçlanır.

Organik polimere bağlanma karışıktır. Bir termoset polimerinin reaktivitesi silanın reaktivitesi ile eşleştirilmelidir. Örneğin, bir epoksisilan veya amino-silan, bir epoksi reçinesine bağlanacaktır; bir aminosilan fenolik bir reçineye bağlanacaktır; ve bir metakrilat silan, stiren çapraz bağlanma yoluyla doymamış bir polyester reçinesine bağlanacaktır. Termoplastik polimerlerle, silan birleştirme maddesine bağlanma, interfaz bölgesinde inter-difüzyon ve iç içe geçen ağ (IPN) oluşumu ile açıklanabilir (Şekil 2.6).



Şekil 2.6 Silanların polimer yüzeyine bağlanması.

IPN oluşumunu optimize etmek için silan ve reçinenin uyumlu olması önemlidir. Bir yöntem, iki malzemenin kimyasal özelliklerine eşleştirmektir. Bu, optimum özelliklere sahip iyi bir bileşik oluşturma şansını artırmaya yardımcı olacaktır. Reaktivitenin önemli bir rol oynadığı termoset polimerlerde bile, kimyasal yapı eşleştirmesi kompozitin fiziksel özelliklerini geliştirir (Krayden 2009).

2.7.2 Yüzey Modifikasyonu İçin Silan Seçme

Silan yüzey modifikasyon seçimini etkileyen faktörler:

- Yüzey hidroksil gruplarının konsantrasyonu
- Yüzey hidroksil gruplarının tipi
- Oluşturulan bağın hidrolitik kararlılığı
- Substratın veya substrat özelliklerinin fiziksel boyutları

Silanlar substrat yüzeyi ile reaksiyona girdiğinde ve uygun yüzey enerjisine sahip maksimum erişilebilir alan sayısını gösterdiğinde, yüzey modifikasyonu maksimize edilir. Ek bir husus, interfaz bölgesinin fiziksel ve kimyasal özellikleridir. Ara faz,

modül gibi fiziksel özelliklerine veya su / hidroksil içeriği gibi kimyasal özelliklerine bağlı olarak toplam sistem özelliklerini yükseltebilir veya düşürebilir.

Hidroksil içeren substratlar, konsantrasyon ve mevcut hidroksil gruplarının cinsine göre büyük ölçüde değişir. Nötr koşullar altında depolanan taze kaynaşmış substratlar minimum sayıda hidroksile sahiptir. Nemli havada yaşlanan hidrolitik olarak türetilmiş oksitler, bağlanmayı etkileyebilecek önemli miktarda fiziksel olarak adsorbe edilmiş suya sahiptir. Hidrojen bağlı benzer silanoller, silan birleştirme maddeleriyle daha kolay reaksiyona girerken izole edilmiş veya serbest hidroksiller isteksizce reaksiyona girer.

Üç alkoksi grubuna sahip silanlar substrat modifikasyonu için olağan başlangıç noktasıdır. Bu malzemeler polimerik filmler olarak birikme eğilimindedir, toplam kapsamı etkiler ve organik fonksiyonelliğin ortaya çıkmasını maksimuma çıkarır. Kompozitler, yapıştırıcılar, sızdırmazlık malzemeleri, kaplamalarda kullanılan başlıca malzemelerdir. Çok tabakalı biriktirme kullanımında asıl sınırlamalar, çok tabakalı biriktirme tarafından üretilen interfaz boyutlarının substratın boyuna yaklaşabileceği nano parçacıklar veya nano kompozitler için önemlidir. Alkoksisisilanlardan kalan (yoğunlaşmamış) hidroksil grupları da aktiviteye müdahale edebilir. Monoalkoksi-silanlar, biriktirme bir mono tabaka ile sınırlı olduğundan nano özellikli yüzeyler için sıkça kullanılan bir alternatif sağlar.

Eğer oksan bağının silan ve substrat arasındaki hidrolitik stabilitesi zayıfsa veya uygulama agresif bir sulu ortamda ise, dipodal silan genellikle önemli performans iyileştirmeleri sergiler. Bu malzemeler daha sıkı ağlar oluşturur ve 105 kat daha fazla hidroliz direnci gösterebilir, bu da özellikle astar boya uygulamaları için uygun olur (Plueddemann 1982).

Çizelge 2.5 Silanlardaki farklı yerdeğiştiricilerin karakteristiği (Krayden 2009).

Organosilan R-Si(OMe) ₃	R cinsi	“R” özelliği
Me		Hidrofobik, Organophilic
Ph		Hidrofobik, Organophilic, Thermal Stabil
i-Bu		Hidrofobik, Organophilic
Oktil		Hidrofobik, Organophilic
-NH(CH ₂) ₃ NH ₂		Hidrofilik, Organoreactiv
Epoksi		Hidrofilik, Organoreactiv
Methakril		Hidrofobik, Organoreactive

Çizelge 2.6 Temel polimerler için uygun silanlar (İnt.Kyn.2).

Temel Polimer	Organik Grup – Silan							
	Amino	Epoksi	Sülfür	Merkapto	Metakril	Vinil	Ureido	Florin
Akrilik								
Akrilik								
Lateks								
Bütül								
Selüloz								
Epoksi								
Flor								
Melamin								
Neopren								
Nitril								
Fenolik								
Poliamid								
Polyester								
Polieter								
Poliofelin								
Polisülfür								
Poliüretan								
PUD								
Silikon								
SBR								
Emülsiyonu								
SBS								
Vinil								

	Genellikle Etkili / En iyi Seçim
	Alternatif / İkinci Seçim
	Sadece Belirli Silanlarla Etkili
	Uygun Değil

3. MATERYAL VE METOT

3.1 Kullanılan Malzemeler

- Kırka Bor Atığı: Kırka Bor İşletme Müdürlüğü Katı Atıkları

Kırka bor atığı katı çamur formunda% 17-25 yüzey nemli olarak temin edilmiş ve 250 µm altında öğütülmüştür. Atığa ait XRF analiz sonucu Çizelge 3.1’de, XRD sonucu Çizelge 3.2’de verilmiştir.

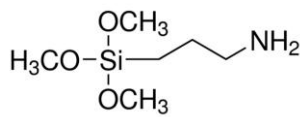
Çizelge 3.1 Kırka Bor atığı XRF analiz sonucu.

%B ₂ O ₃	%SiO ₂	%CaO	%MgO	%Na ₂ O	%Al ₂ O ₃
5-8	10-17	10-17	15-20	2-6	0,1-1
%SrO	%Fe ₂ O ₃	%K ₂ O	%SO ₄	%K.K.	
0,2-1,5	0,03-0,3	0,1-0,7	0,05-0,3	30-45	

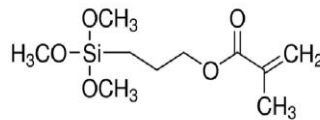
Çizelge 3.2 Kırka Bor atığı XRD faz analiz sonucu.

Mineral Adı	Formülü
Tinkal	Na ₂ B ₄ O ₇ 10H ₂ O
Dolomit	CaMg (CO ₃) ₂
Smectite (Montmorillonit)	Na ₂ O 3(Al,Mg) ₂ Si ₄ O ₁₀ (OH) ₂ XH ₂ O

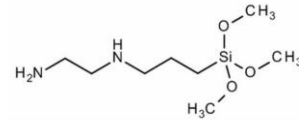
- Silan Bileşikleri (Şekil 3.1, Çizelge 3.3)
 - (3-Aminopropil) trimetoksisilan, (3- (Trimetoksisilil) propilamin)
 - 3- (Metakriloiloksi) propil trimetoksisilan, (3- (Trimetoksililil) propil metakrilat)
 - N- (2-Aminoetil) -3-aminopropil trimetoksisilan, (N- (2-Aminoetil) -3-aminopropil trimetoksisilan)



(a) 3-APTOS



(b) TMSPM



(c) N2A3ATM

Şekil 3.1 Silanların moleküler gösterimi.

Çizelge 3.3 Silan Bileşiklerinin Teknik Özellikleri.

Silan Kısaltma	Silan Adı	Formül	Safılık %	Mw	KN°C	Yoğunluk g/cm ³
3-APTES	(3-Aminopropil) trimetoksisilan	H ₂ N(CH ₂) ₃ Si(OCH ₃) ₃	97	179.29	91-92	1,027
TMSPM	3- (Metakriloiloksi) propil trimetoksisilan	H ₂ C=C(CH ₃)CO ₂ (C H ₂) ₃ Si(OCH ₃) ₃	98	248.35	190	1,045
N2A3AT M	N-(2-Aminoetil)-3-aminopropil trimetoksisilan	C ₈ H ₂₂ N ₂ O ₃ Si		222.36	261-263	1,02

- Silikon Polimeri RTV2

RTV-2 çok yüksek akışkanlığa ve işlenebilirliğe sahip oda sıcaklığında işlem yapılan iki bileşenli silikon olarak bilinmektedir. %1-%5 sertleştirici ajan ile karıştırıldığında, 30 dakikada işlem yapılabilir fakat 4-8 saatte şekillenir. RTV2 polimerine ait teknik özellikler Çizelge 3.4 ‘de verilmiştir. (İnt.Kyn.3)

Çizelge 3.4 RTV2 silikon polimerinin özellikleri.

Ayrı ayrı	Birim	RTV2 Kalıp Silikonu
Görünüş		Beyaz
Viskozite 25 °C	mPa.s	15000 - 17000
Karışım		RTV2A:99 – RTV2B:1
Yoğunluk	g/cm ³	1,08
Operasyon Zamanı (25°C)	Dakika	30
Kürleme Zamanı (25°C)	Saat	4-8
Gerilme Mukavemeti	Kgf/cm ²	>25
Uzama Dayanımı	%	%411
Yırtılma Dayanımı	Kgf/cm ²	>20
Sertlik	Shore A	20

- Epoksi Polimeri : Teknobond 350

Polimer olarak düşük viskoziteye sahip, çift bileşenli, şeffaf epoksi döküm reçinesi kullanılmıştır. Epoksiye ait teknik özellikler Çizelge 3.5 ‘de verilmiştir.

Çizelge 3.5 Teknobond 350 teknik özellikleri.

Özellik	Değer
Renk	Şeffaf
Yoğunluk	A bileşeni için 1,08 kg/lt + 0,2 B bileşeni için 1,02 kg/lt + 0,2
Alevlenme Noktası	180°C
Karışım Oranı	10 gr A / 6 gr B
Uygulama Süresi	45 dakika (+20°C de)
Tam Mukavemet	1 hafta
Ambalaj	15 kilogramlık ambalajlar halinde
Raf Ömrü	Orijinal ambalajında 12 ay (+5°C üstünde depolanmalı)

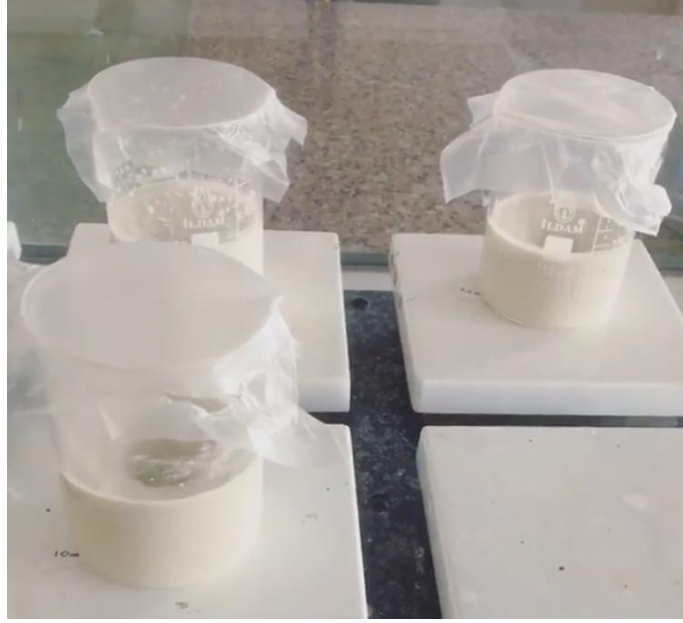
3.2 Silanlarla Kırka Bor Atığının Modifikasyonu

Öncelikle silanlarla Kırka Bor Atıklarının Modifikasyonu için etkili olacak parametreler seçilmiştir. Bunlar Silan miktarı, Karıştırma süresi ve Bor atığı miktarıdır. Buna göre Çizelge 3.6’da verilen bileşimlerde modifikasyonlar yapılmıştır.

Bu çalışmadaki amaç kırka bor atıklarının silan bileşikleriyle yüzey modifikasyonun gözlenmesidir. Başlangıç malzemeleri olarak kırka bor atığı, silan bileşikleri (3 Aptes, N2A3ATM, TMSPM) ve saf su kullanılmıştır. Silan bileşikleri 1 mL, 2,5 mL, 5 mL ve 10 mL olmak üzere farklı miktarlarda alınmıştır ve saf su, bor atığı ile beraber 250 mL’lik beherde karışımlar oluşturulmuştur. Karışımlar 1 saat, 6 saat, 12 saat olmak üzere farklı saatlerde manyetik karıştırıcı kullanılarak 750 rpm. hızda karıştırılmıştır (Şekil 3.2).

Çizelge 3.6 Kırka bor atıklarının modifikasyon şartları.

Silan Tipi	Karışım Süresi	Silan Miktarı	Bor Atığı Miktarı	Saf Su Miktarı
3-APTES	1 saat	1 mL	10,004	99,611
		2,5 mL	10,006	99,621
		5 mL	10,005	99,630
		10 mL	10,005	99,613
	6 saat	1 mL	10,005	99,658
		2,5 mL	10,005	99,655
		5 mL	10,005	99,662
		10 mL	10,004	99,651
	12 saat	1 mL	10,005	99,656
		2,5 mL	10,004	99,657
		5 mL	10,005	99,629
		10 mL	10,003	99,643
TMSPM	1 saat	1 mL	10,005	99,628
		2,5 mL	10,006	99,623
		5 mL	10,006	99,626
		10 mL	10,007	99,620
	6 saat	1 mL	10,007	99,658
		2,5 mL	10,006	99,642
		5 mL	10,005	99,658
		10 mL	10,005	99,670
	12 saat	1 mL	10,005	99,638
		2,5 mL	10,003	99,638
		5 mL	10,002	99,636
		10 mL	10,002	99,628
N2A3ATM	1 saat	1 mL	10,006	99,620
		2,5 mL	10,006	99,615
		5 mL	10,005	99,618
		10 mL	10,005	99,623
	6 saat	1 mL	10,004	99,642
		2,5 mL	10,005	99,659
		5 mL	10,004	99,686
		10 mL	10,004	99,649
	12 saat	1 mL	10,003	99,664
		2,5 mL	10,005	99,656
		5 mL	10,004	99,684
		10 mL	10,005	99,676



Şekil 3.2 Manyetik karıştırıcıda modifikasyon.

Karıştırılma işlemi sonrası ürünler siyah bantlı filtre kağıdıyla oda sıcaklığında filtre edilip, filtrasyon işlemi sonrasında oda sıcaklığında 24 saat kurumaya bırakılmıştır (Şekil 3.3).



Şekil 3.3 Filtrasyon işlemi.

Oda sıcaklığında kurutma işlemi tamamlandıktan sonra etüvde 60°C sıcaklıkta numuneler sabit tartıma gelesiyeye ve nemini tamamen bırakıncaya dek 24-48-72 saat kurutulmuştur (Şekil 3.4-3.5).



Şekil 3.4 Kurutma aşaması.



Şekil 3.5 Kurutulmuş numuneler.

Oda sıcaklığında ve etüvde kurutulan numunelerin tartımları, ağırlıklarındaki değişimler ve en son toz olarak elde edilen miktarlar tabloda verilmiştir. Kurutulan numuneler tartımları alındıktan sonra havanda ezilerek toz haline getirilmiştir. Ve tozların XRD, SEM analizleri yapılmıştır. Zamana ve miktara bağlı değişimler incelenmiştir.

Elde edilen tozlar Epoksi Teknobond 350 ve RTV 2 Silikon ile %1-2-3-4-5 oranların karşılık gelecek şekilde 40 gramlık hazırlanan karışımlarda sırasıyla 0,4-0,8-1,2-1,6 ve 2 gram modifiye toz polimerlere eklenmiştir. Polimerler çift bileşenli olup epoksi için 100:60 (ağırlıkça) RTV 2 silikon için 99:1 (ağırlıkça) miktarlar alınarak karıştırılıp, sertleşmeleri beklenmiştir.



Şekil 3.6 Modifiye edilmiş tozlarla karıştırılmış polimerler.

3.3 Modifiye Tozlara Yapılan Analizler

Kaplanan numunelere uygulanan analizler aşağıda verilmiştir.

- FTIR
- DTA/TG

- XRD Analizi
- SEM Analizi
- Temas Açısı Analizi

3.3.1 FTIR Analizi

Polimerik, organik ve inorganik malzemelerin FTIR (Fourier Transform Infrared Spectrometer) spektrumları alınarak malzemeleri oluşturan bileşiklerin anyon ve katyonlarını kalitatif ve kantitatif olarak çalışması yapılmaktadır. IR ölçümleri 4000-400 cm^{-1} aralığında maddelerin KBr ile pelletleri hazırlanarak oda sıcaklığında Shimadzu marka IRPrestige-21 model FT-IR spektrometresi kullanılarak alınmıştır.



Resim 3.1 FTIR cihazı.

3.3.2 DTA/TG Analizi

Tozların termal özellikleri, O₂ atmosferinde 20 °C - 1 dakika ısıtma hızında TG-DSC (Netzsch STA449F3) ile karakterize edilmiştir. Resim 3.2, Netzsch marka DSC cihazını göstermektedir. Netzsch marka DSC cihazı yönteminde malzeme ve referans maddesine aynı sıcaklık programı uygulanırken malzemede bir değişiklik olması halinde, malzemeyi veya referansa bir elektrik devresi yardımı ile dışarıdan ısı eklenerek her ikisinin de aynı sıcaklıkta kalması sağlanır. DSC eğrileri, eklenen eğrilerin ısının

sıcaklığa karşı çizilen grafikleridir. Bu grafikte gözlemlenen pikin altında kalan alan tepkimede emilen veya açığa çıkan ısıyla, pik yükseklikleri de tepkime hızı ile doğru orantılıdır. dH pozitif ise (endotermik), malzeme ısıtıcısına ısı eklenir ve pozitif bir sinyal elde edilir. dH negatif ise (ekzotermik), referans ısıtıcısına ısı eklenir ve bir negatif sinyal elde edilir. Bu piklerin integrali numunenin aldığı veya verdiği ısı miktarına bağlıdır. DSC yalnız entalpi değişiminin olduğu olaylara karşı değil, aynı zamanda numune ile referansın ısı kapasiteleri arasındaki farka karşı da çok duyarlıdır. Ayrıca cihaz ile DSC-TG, DTA-TG ve iri malzemeler için (en fazla 5 cm³ lük hacmi dolduracak numuneler için) sadece TG gibi üç farklı analiz yapılabilmektedir. (İnt.Kyn.4)

Cihaz ile, kütle değişimi, dekompozisyon, termal kararlılık, oksidasyon, dönüşüm entalpisi, spesifik ısı (Cp), faz geçiş sıcaklıkları, cam geçiş sıcaklığı, kristalizasyon davranışları, vb. analizler yapılabilmektedir.



Resim 3.2 DTA/TG Cihazı.

3.3.3 Mineralojik Analizi (X-Işını Kırınımı, XRD)

İlgili çalışmada SiO_2 -HA, Diatomit-HA ve Biyoaktif cam-HA katkılı tozlar ile kaplanmış olan Ti-6Al-4V altlıklar ve katkısız HA ile kaplanan altlıkların yüzeylerinde, beklenen fazın oluşup oluşmadığını anlamak amacıyla XRD analizi yapılmıştır. Bu analizde, bakır X-ışını tüpü kullanılmış olup analiz 40 kV voltaj ve 30 mA akım değerlerinde yapılmıştır. Tarama 20-90 derece aralığında olup tarama modu devamlı mod, tarama hızı dakikada 2 derece olarak sabitlenmiştir. Analiz, Afyon Kocatepe Üniversitesi Teknoloji Uygulama ve Araştırma Merkezinde bulunan Shimadzu XRD-6000 markalı cihaz (Resim 3.3) ile yapılmıştır.



Resim 3.3 Shimadzu XRD-6000 markalı XRD Cihazı.

3.3.4 Mikro Yapı Analizi (SEM)

SEM-EDX incelemesi yapılabilmesi için tarama yapılacak yüzeyin iletken olması yani elektron akışını sağlayabilmesi gerekir. Mofiyeye edilmiş tozlar SEM-EDX analizini olumsuz etkilememesi için yüzeyi Baltec Sputtering marka cihazla karbonla kaplama Baltec Sputtering markalı kaplama cihazında karbon kaplanmıştır.

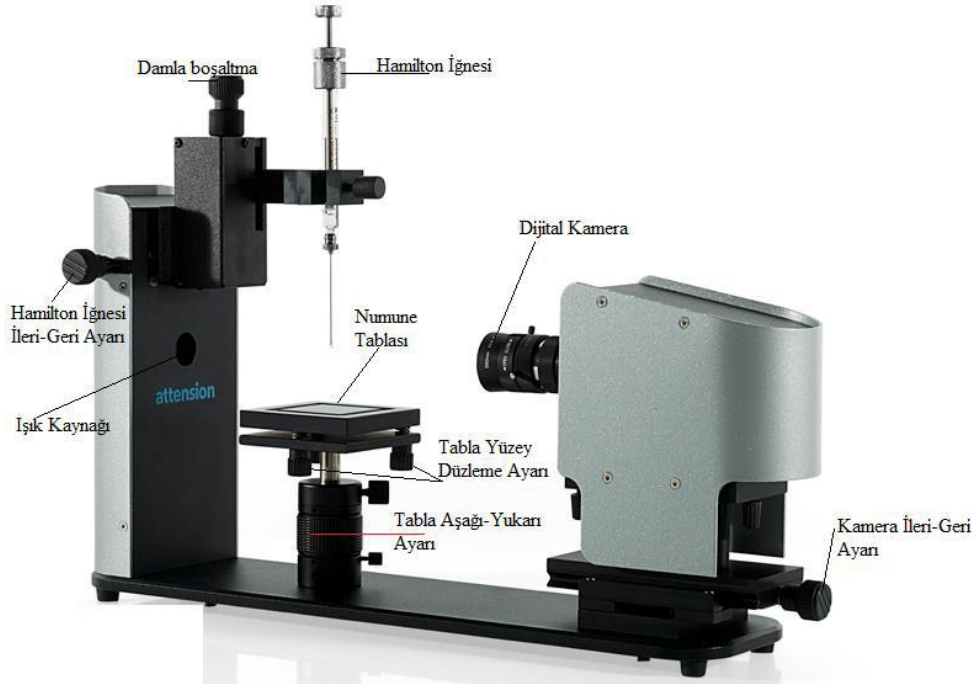
Numunelerin mikroyapı analizleri ise Afyon Kocatepe Üniversitesi Teknoloji Uygulama ve Araştırma Merkezinde bulunan LEO 1430 VP markalı SEM cihazında yapılmıştır (Resim 3.4).



Resim 3.4 LEO 1430vp markalı SEM.

3.3.5 Temas Açı Analizi

Temas açısı analizi, desikatörden çıkartılan tablet numunelerin üzerinde “KSV Attension” marka “ThetaLite TL 101 Optical Tensiometer” cihazı ile damla yayılımı (Sessile Drop) yöntemiyle gerçekleştirilmiştir. Bu cihaz, yüzey gerilimi (veya enerjisi) belli olan sıvının Hamilton mikroişırına vasıtasıyla katı yüzeye damlatılarak bu damlanın katı yüzeyde oluşturduğu temas açısının optik kamera ile görüntülenmesi ve sonrasında bu görüntü üzerinde dijital goniometre yardımıyla temas açısının ölçülmesi prensibine göre çalışmaktadır (Resim 3.4).



Resim 3.5 Temas açısı ölçüm cihazı.

Sıvı yüzeye damlatıldıktan hemen sonra (milisaniye aralıklarında) 10 farklı görüntüsü alınıp kaydedilir. Sonra alınan her görüntüdeki su damlasının yüzeye yaptığı temas açısı bulunur. Bu açı sıvı damlasının her iki yönde yaptığı açının ortalamasıdır. Sonrasında diğer görüntülerin de temas açıları ölçülerek bütün bu ölçümlerin aritmetik ortalaması alınır. Bu şekilde Tablet yüzeyinde farklı 3 noktadaki temas açısı bulunarak bu açıların tekrardan ortalaması alınır ve bu sayede o tablet numunesinin nihai temas açısı bulunur (Arsoy 2014).

4. BULGULAR

Modifiye tozlar filtrasyondan ve kurutmadan sonra tek tek tartılmış ve ağırlığındaki kayıplar kaydedilmiş ve Çizelge 4.1 'de verilmiştir.

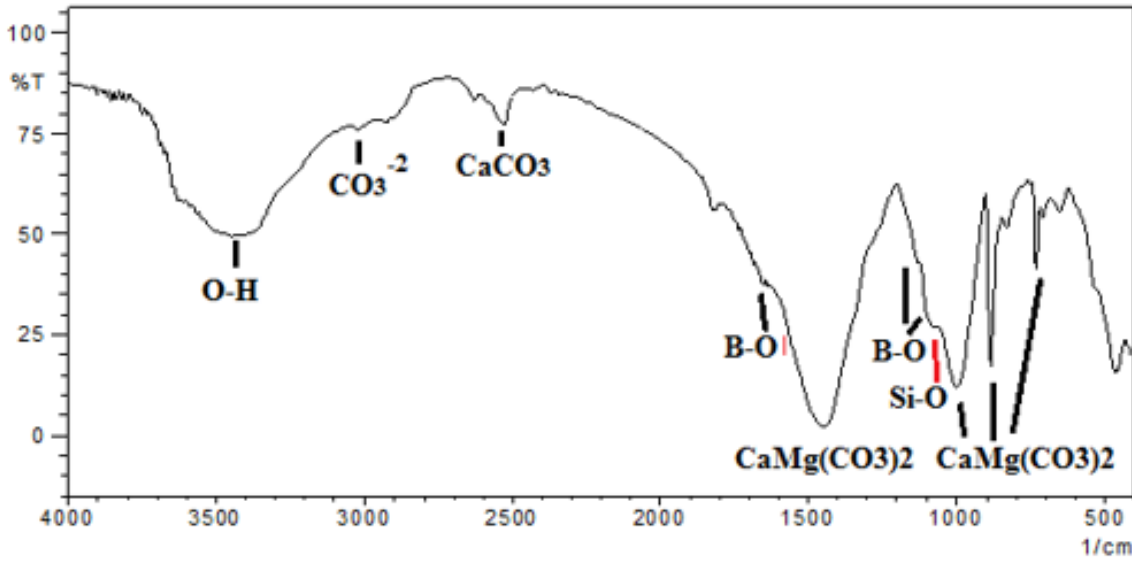
Çizelge 4.1 Modifiye edilen tozların ağırlık değişimi.

Silan Tipi	Karışım Süresi	Silan Miktarı	Oda Sıc. Kuruma Sonrası Miktar	Etüvde Kuruma Sonrası Miktar	Elde Edilen Toz Miktarı
3-APTES	1 saat	1 mL	8,435	8,120	8,028
		2,5 mL	8,667	8,346	8,230
		5 mL	9,230	8,910	8,734
		10 mL	9,080	8,724	8,518
	6 saat	1 mL	8,198	7,914	7,774
		2,5 mL	9,110	8,823	8,619
		5 mL	9,127	8,802	8,780
		10 mL	9,015	8,697	8,517
	12 saat	1 mL	8,012	7,654	7,570
		2,5 mL	8,458	8,122	8,052
		5 mL	9,118	8,718	8,558
		10 mL	9,227	8,712	8,585
	1 saat	1 mL	10,163	8,655	8,006
		2,5 mL	10,254	9,116	8,447
		5 mL	13,754	10,548	9,465
		10 mL	15,017	12,917	11,962
TMSPM	6 saat	1 mL	9,563	8,234	7,910
		2,5 mL	11,121	9,119	8,749
		5 mL	13,087	9,942	9,564
		10 mL	14,986	12,872	11,303
	12 saat	1 mL	9,340	8,865	7,899
		2,5 mL	9,975	9,036	8,319
		5 mL	12,987	10,125	9,182
		10 mL	13,461	10,867	9,989
	1 saat	1 mL	8,744	8,325	8,206
		2,5 mL	8,910	8,511	8,352
		5 mL	8,586	8,298	8,182
		10 mL	9,024	8,510	8,373
N2A3ATM	6 saat	1 mL	8,554	8,115	8,003
		2,5 mL	8,711	8,396	8,248
		5 mL	9,398	9,095	8,857
		10 mL	8,768	8,457	8,325
	12 saat	1 mL	8,652	8,284	8,199
		2,5 mL	9,021	8,554	8,428
		5 mL	9,487	9,138	8,964
		10 mL	9,559	9,124	8,919

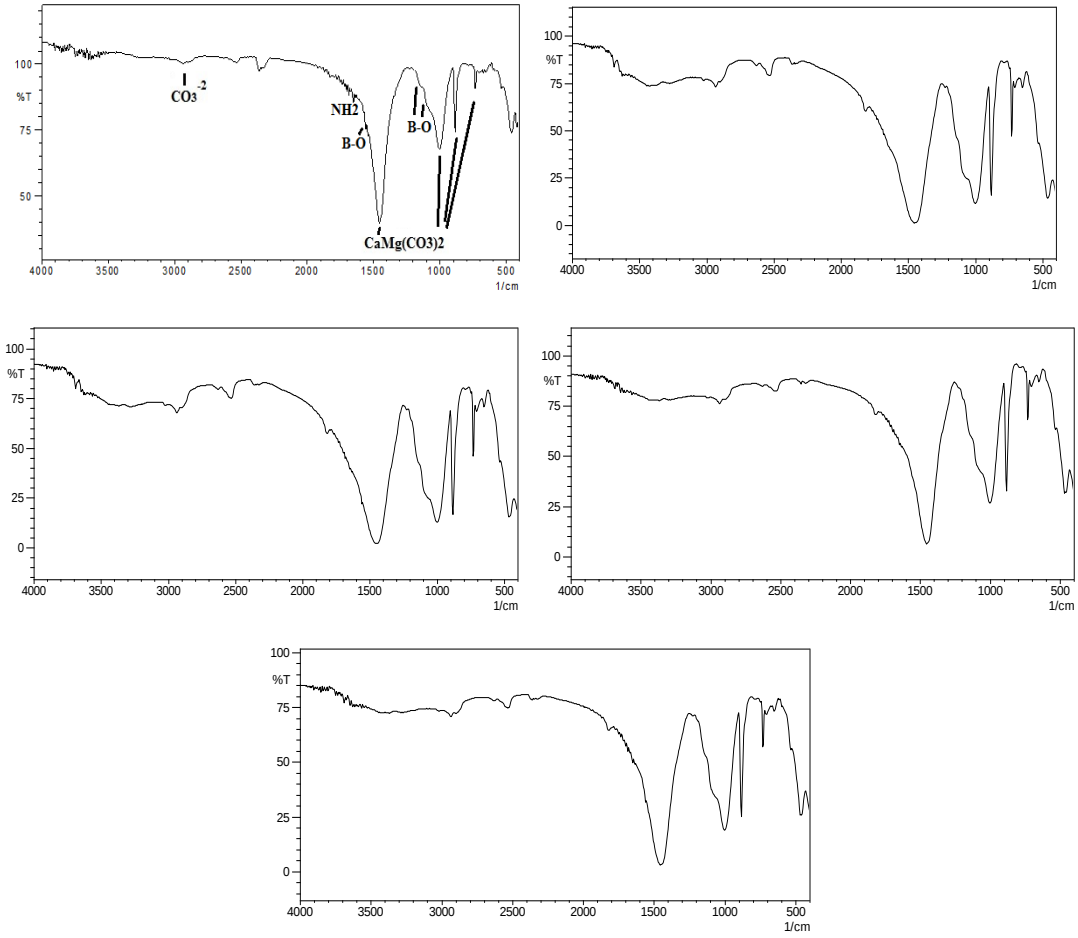
Çizelge 4.1’de verilen ağırlıkların başlangıç toz miktarından fazla olmasının nedenlerinden birisi modifikasyon sırasında çözünmesi, filtrasyon sırasında filtre kağıdına yapışması olduğu düşünülmektedir.

4.1 FTIR Analiz Sonuçları

Katkısız Bor FTIR analizi Şekil 4.1’de verilmiştir. Spektrumda 3300-3500 band aralığında O-H bağı görülmektedir. Katkısız Bor Atığının yapısında dolomit ve kalsit mineralleri vardır. 2400-2600 bandındaki zirveler kalsit (CaCO_3) yapısından kaynaklanır. 500 ile 1000 bandı arasındaki zirveler ise dolomit ($\text{CaMg}(\text{CO}_3)_2$) yapısından kaynaklanır. 1150 ile 1650 bandı arasındaki zirveler ise B-O bağının gerilmesinden dolayı görülmektedir.

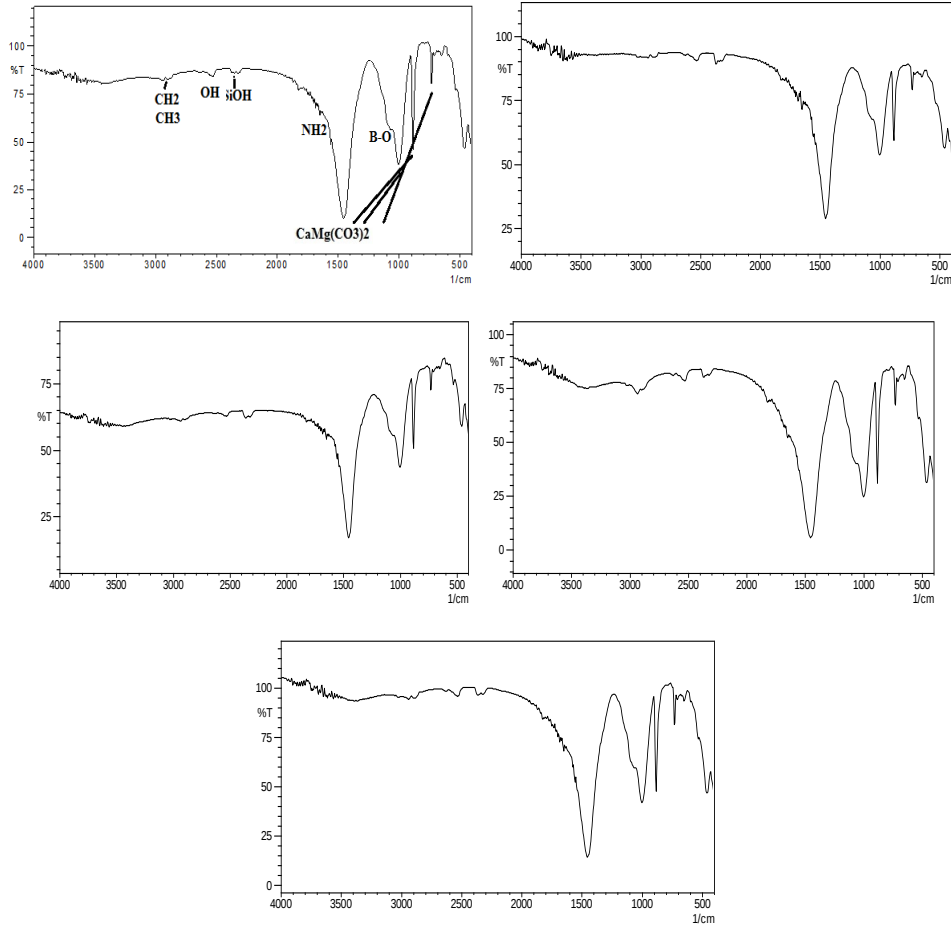


Şekil 4.1 Katkısız Bor FTIR.



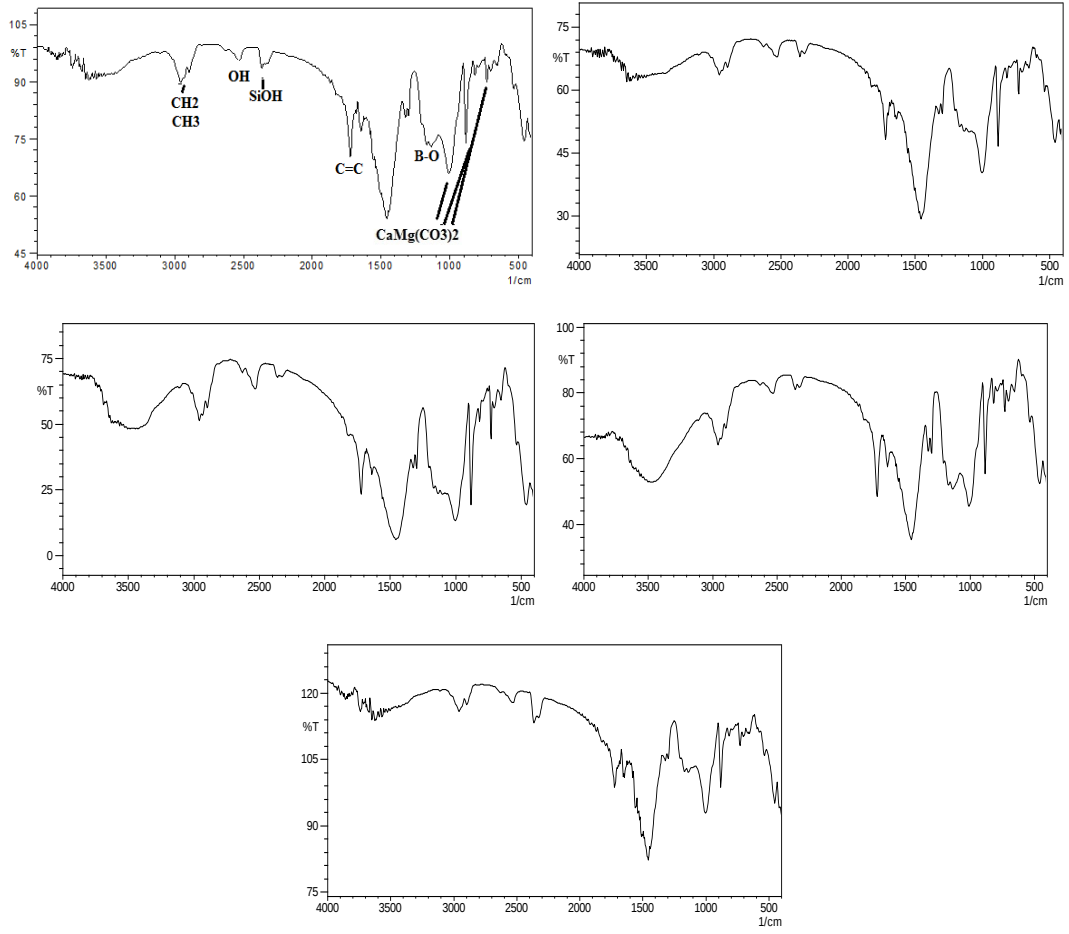
Şekil 4.2 3 Aptes FTIR (1 sa. 2,5 mL, 1 sa 5 mL, 1 sa 10 mL).

3 Aptes ile modifiye edilmiş bor atıklarının FTIR spektrumları Şekil 4.2’de verilmiştir. Spektrumda 1560 – 1640 bant aralığında güçlü N-H bağı görülmektedir. Literatürde de görüldüğü gibi katkısız bor FTIR spektrumunda da görüldüğü gibi B-O (tinkal) ve dolomit de yapıda görülmektedir (Yazıcı ve Çetinkaya 2018). Modifiye için kullanılan 3 Aptes silan bileşiği miktarının artması spektrumlarda farklılığa neden olmamıştır.



Şekil 4.3 N2A3ATM FTIR (1 sa 5 mL, 6 sa 5 mL, 12 sa 5 mL).

N2A3ATM ile modifiye edilmiş bor atıklarının FTIR spektrumları Şekil 4.3’de verilmiştir. Spektrumda 2975 – 3080 bant aralığında orta güçlükte C-H bağı ve 1560 – 1640 bant aralığında güçlü N-H bağı ve B – O (tinkal) ile dolomit görülmektedir (Rubio *et al.* 2018). N2A3ATM ile modifiye edilmiş tozlarda da kullanılan silan miktarının artması spektrumlarda farklılığa neden olmamıştır.

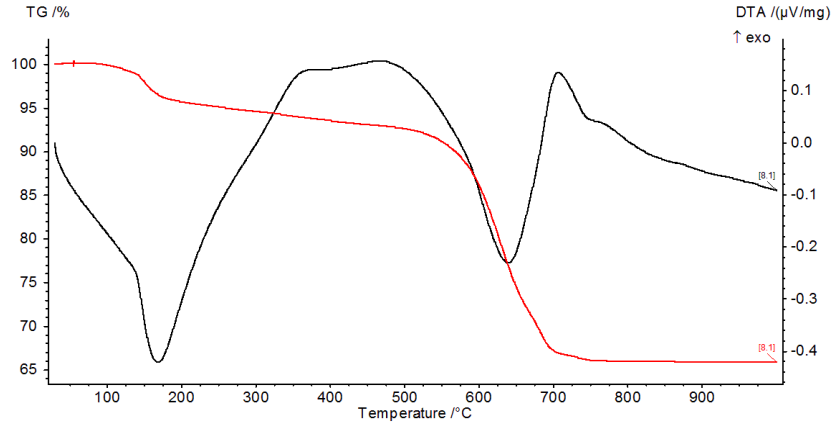


Şekil 4.4 TMSPM FTIR (12 sa 2,5 mL, 12 sa 5 mL, 12 sa 10 mL).

TMSPM ile modifiye edilmiş bor atıklarının FTIR spektrumları Şekil 4.4’de verilmiştir. Spektrumda 1645 – 1670 bant aralığında orta güçlükte C=C bağı ve 2975 – 3080 bant aralığında orta güçlükte C-H bağı görülmektedir. Yine katkısız bor FTIR spektrumunda görüldüğü gibi B-O (tinkal) ve dolomit de yapıda görülmektedir (Rodriguez *et al.* 1999).

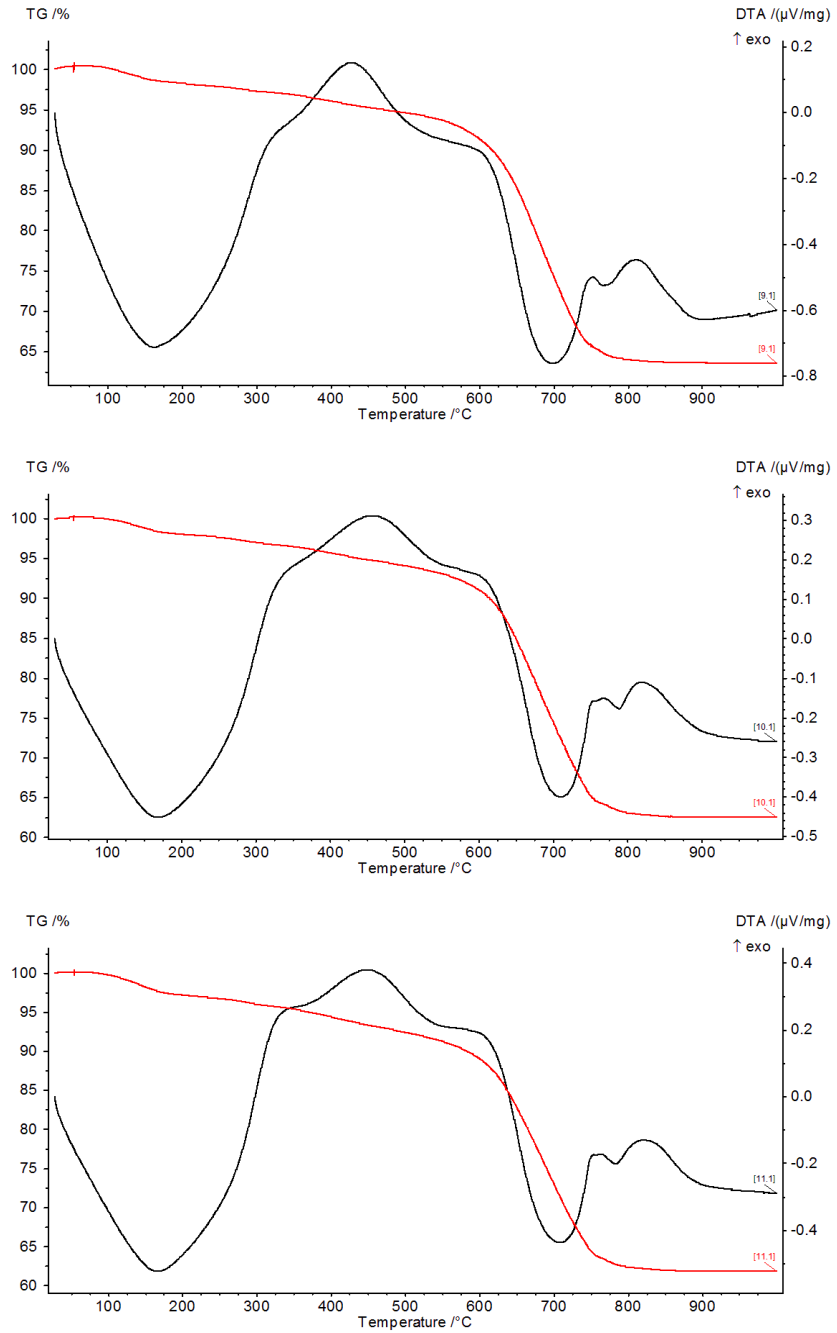
4.2 DTA/TG Analiz Sonuçları

Katkısız bor atığı DTA/TG analizi Şekil 4.5'te verilmiştir. Şekilde üç bozunma basamağı görülmektedir. 100°C civarındaki ilk ağırlık kaybı yaklaşık olarak %4 civarında olup adsorbe su moleküllerinin kaybı nedeniyledir. İkinci ağırlık kaybı %5 olup 110 – 190°C aralığındadır. Bu azalma 500°C civarında %7 ağırlık kaybıyla sonlanmaktadır. Bu malzemenin dehidroksilasyonuna atıf olunur. Üçüncü ağırlık kaybı 500 – 750°C aralığında %33'tür. Bu da kalsit ve dolomit ayrışımı prosesi nedeniyledir (Yazıcı *et al.* 2018).



Şekil 4.5 Katkısız bor atığı DTA/TG Analiz sonuçları (1 sa. 2,5 mL, 1 sa 5 mL, 1 sa 10 mL).

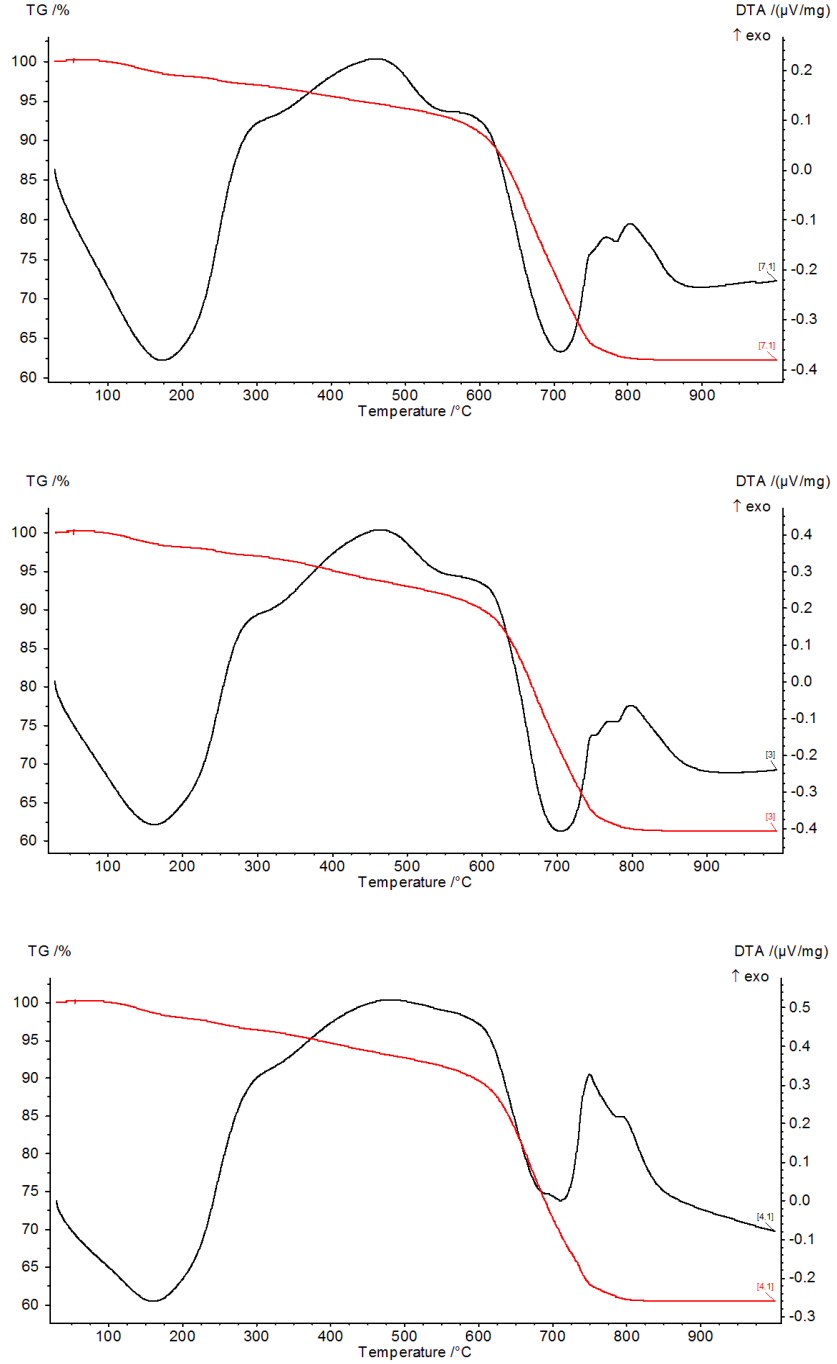
3 Aptes ile modifiye edilen tozların DTA/TG analizleri Şekil 4.6'da verilmiştir. 3 Aptes ile kaplı bor atığının termogravimetrik analizinden ağırlık kaybının 200°C'e kadar literatürlerde de rapor edildiği gibi gözenekli matrisde tutuklu bulunan su ve etanol gibi küçük molekülleri uzaklaşması gerçekleşir. 200°C'den sonraki 750°C'ye kadar devam eden ağırlık kaybının nedeni organik ligantların parçalanmasıdır (Şekil 4.6). Burada 3 Aptes kaplaması taneciklerin yüzeyinden uzaklaşmaya başlar (Salili *et al.* 2015).



Şekil 4.6 3 Aptes DTA/TG Analiz sonuçları (1 sa. 2,5 mL, 1 sa 5 mL, 1 sa 10 mL).

N2A3ATM ile modifiye edilen tozların DTA/TG analizi Şekil 4.7’de verilmiştir. Üç bozunma basamağı görülmektedir. 100°C civarındaki ilk ağırlık kaybı %3 civarında olup adsorbe su moleküllerinin kaybı nedeniyledir. İkinci ağırlık kaybı 300-600°C aralığında olup %15 civarındadır. Bu malzemenin dehidroksilasyonuna atıf olunur (Yazıcı 2018). Üçüncü ağırlık kaybı ise 600-750°C arasında olup %40’tır. Bu da kalsit

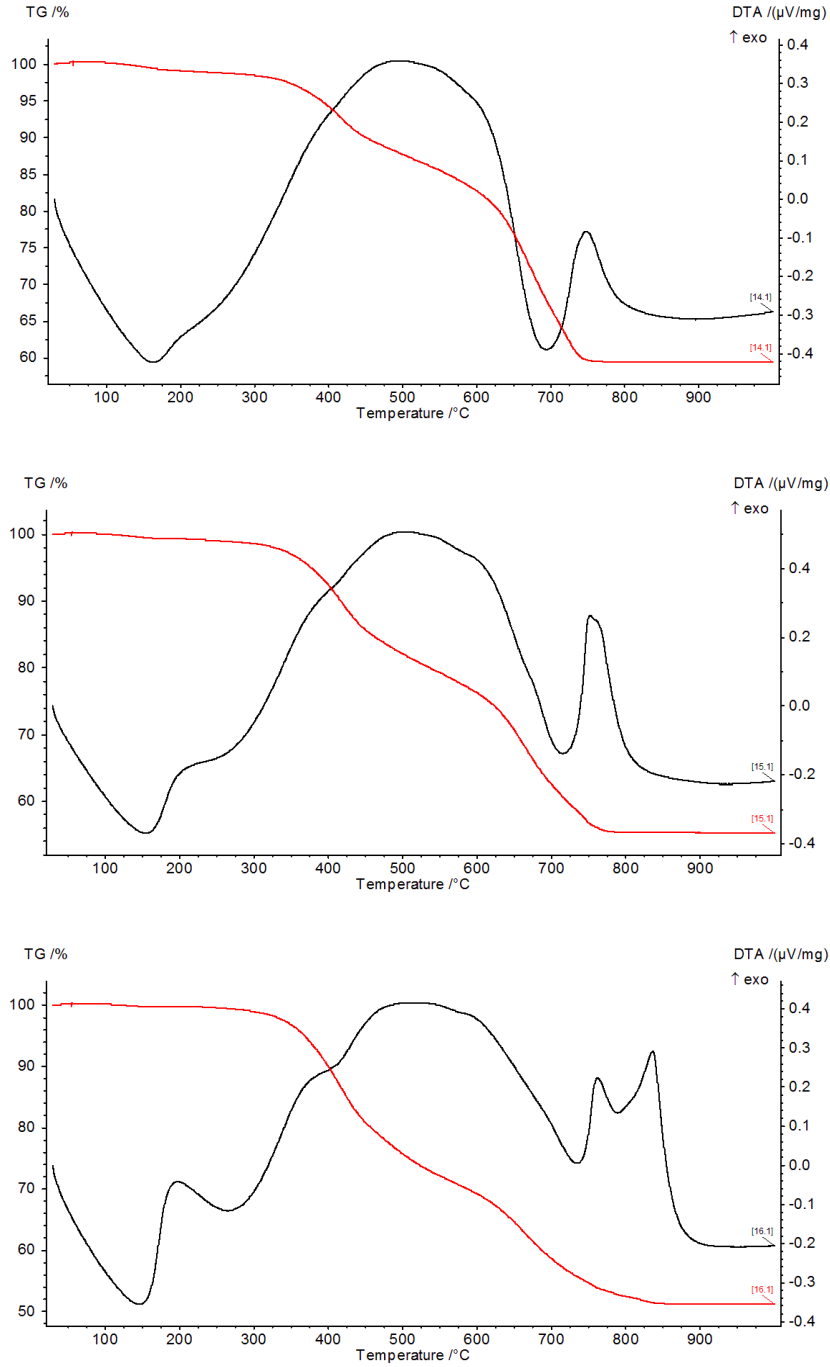
ve dolomit ayrışımı prosesi ve organik ligantların parçalanması nedeniyledir (Salili *et al.* 2015).



Şekil 4.7 N2A3ATM DTA/TG Analiz sonuçları (1 sa 5 mL, 6 sa 5 mL, 12 sa 5 mL).

TMSPM ile modifiye edilen tozların DTA/TG analizi Şekil 4.8’de verilmiştir. Benzer şekilde üç bozunma basamağı burada da görülmektedir. 100°C civarındaki ilk ağırlık

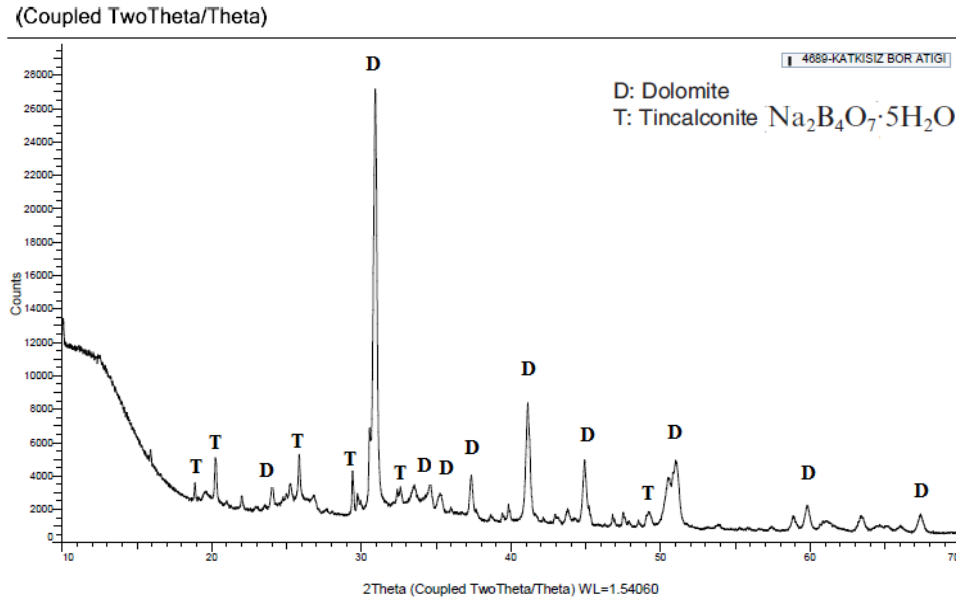
kaybı yaklaşık olarak %2 civarında olup adsorbe su moleküllerinin kaybı nedeniyledir. İkinci ağırlık kaybı %10 olup 300 – 450°C aralığındadır. Bu malzemenin dehidroksilasyonuna atıf olunur (Yazıcı 2018). Üçüncü ağırlık kaybı 500 – 750°C aralığında %40'tır. Bu da kalsit ve dolomit ayrışımı prosesi ve organik ligantların parçalanması nedeniyledir (Salili *et al.* 2015).



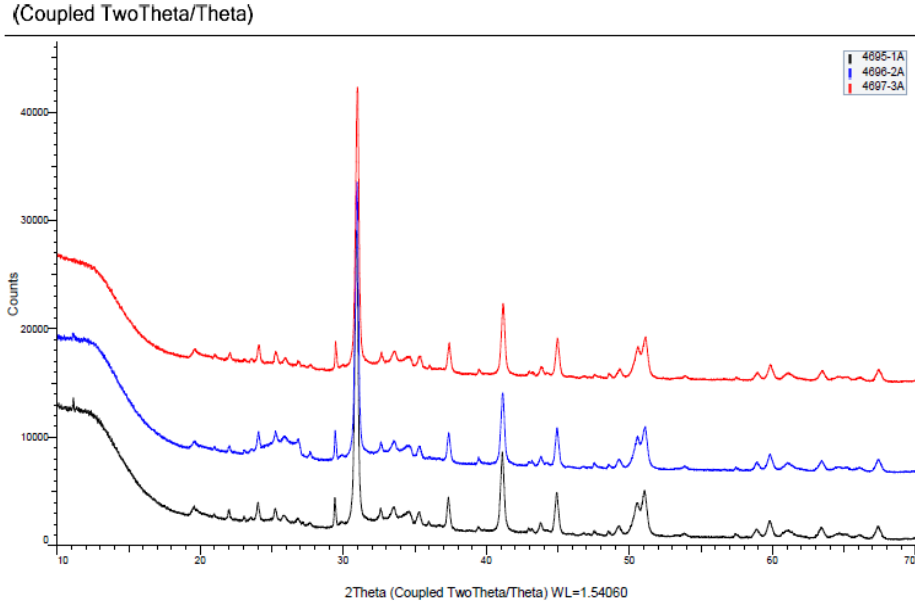
Şekil 4.8 TMSPM DTA/TG Analiz sonuçları (12 sa 2,5 mL, 12 sa 5 mL, 12 sa 10 mL).

4.3 XRD Analiz Sonuçları

Tozların kristal yapıları, toz X-ışını difraksiyonu (XRD, Bruker D 8 Advance) ile, dalga boyu = 1.5406 olan Cu-K α X-ışınları kullanılarak karakterize edilmiş ve veriler 2 θ , 20° ila 70° aralığında 0.1972°'lık bir adımla alınmıştır. Katkısız bor atığı XRD analizi Şekil 4.9'da verilmiştir. Yapıdaki Tinkal ($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) ve Dolomit ($\text{CaMg}(\text{CO}_3)_2$) görülmektedir.

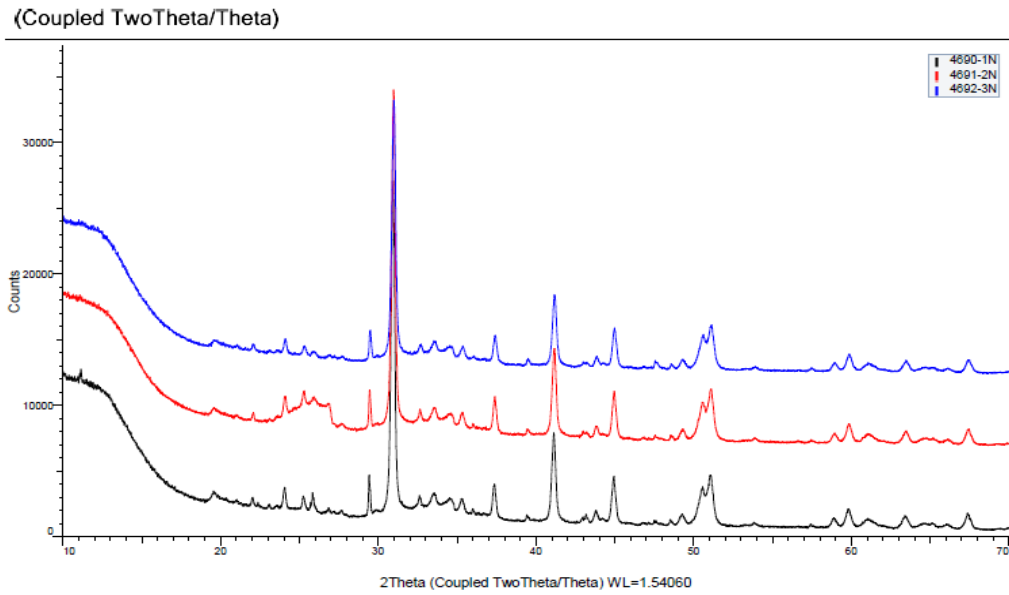


Şekil 4.9 Katkısız Bor Atığı XRD analizi.



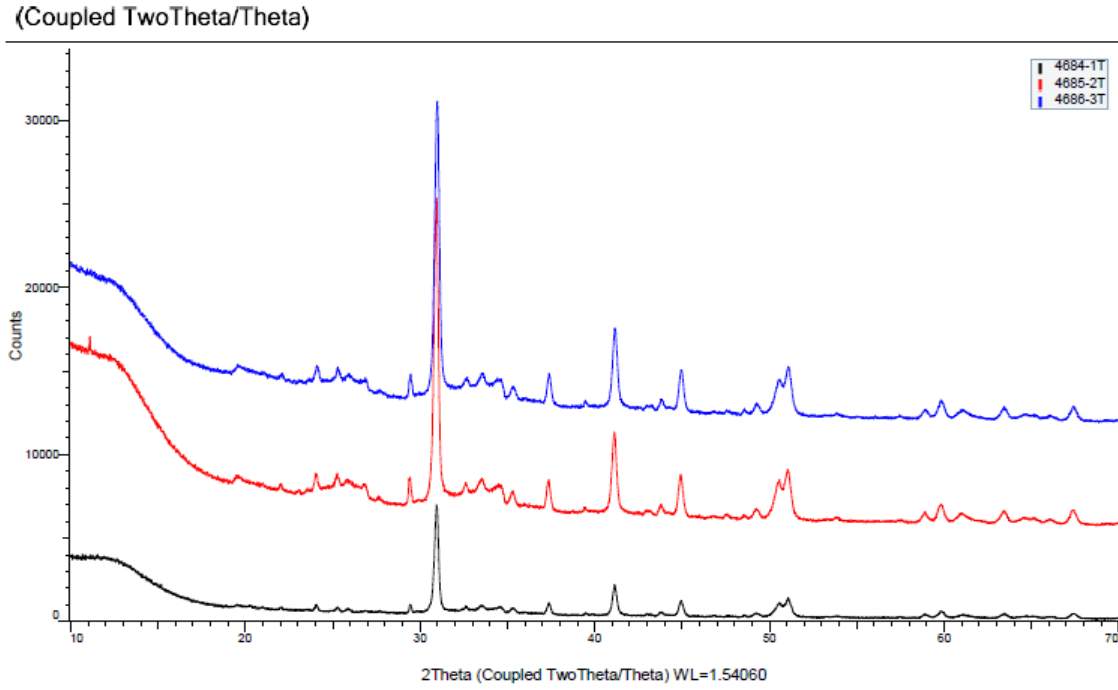
Şekil 4.10 3 Aptes XRD analizi (1 sa. 2,5 mL, 1 sa 5 mL, 1 sa 10 mL).

Şekil 4.10’da 3 Aptes farklı miktarlarıyla modifiye edilmiş bor atığı tozlarının X ışınları diyagramı görülmektedir. Şekil 4.9’deki katkısız bor atığı XRD paternlerinden farklı bir patern ortaya çıkmamıştır. Bu da modifikasyon işleminden sonra bor atığının inorganik kristal yapısında herhangi bir değişikliğe neden olmadığını göstermektedir. Bu durum literatürdeki çalışmayla desteklenmiştir (Luan *et al.* 2005).



Şekil 4.11 N2A3ATM XRD analizi (1 sa 5 mL, 6 sa 5 mL, 12 sa 5 mL).

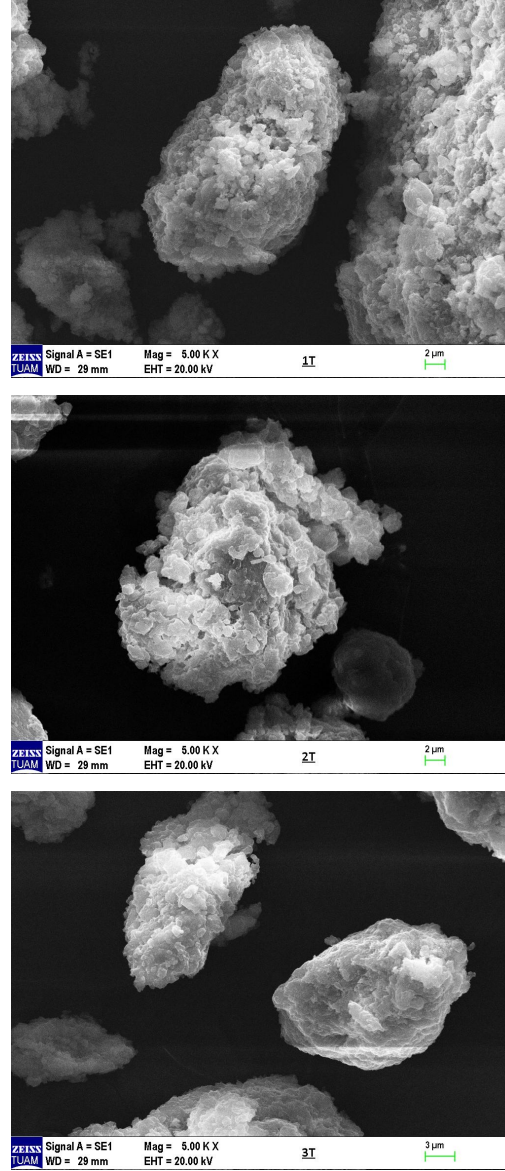
Şekil 4.11 ve Şekil 4.12’de sırasıyla N2A3ATM ve TMSPM silan bileşikleriyle farklı miktarlarıyla modifiye edilmiş bor atığı tozlarının X ışınları diyagramı görülmektedir. Her iki analizi incelediğimizde de katkısız bor atığı XRD paternlerinden farklı bir patern ortaya çıkmamıştır. Bu da modifikasyon prosesinden sonra bor atığının inorganik kristal yapısında herhangi bir değişikliğe neden olmadığını göstermektedir. Bu durum literatürdeki çalışmayla desteklenmiştir (Luan *et al.* 2005).



Şekil 4.12 TMSPM XRD analizi (12 sa 2,5 mL, 12 sa 5 mL, 12 sa 10 mL).

4.4 SEM Analiz Sonuçları

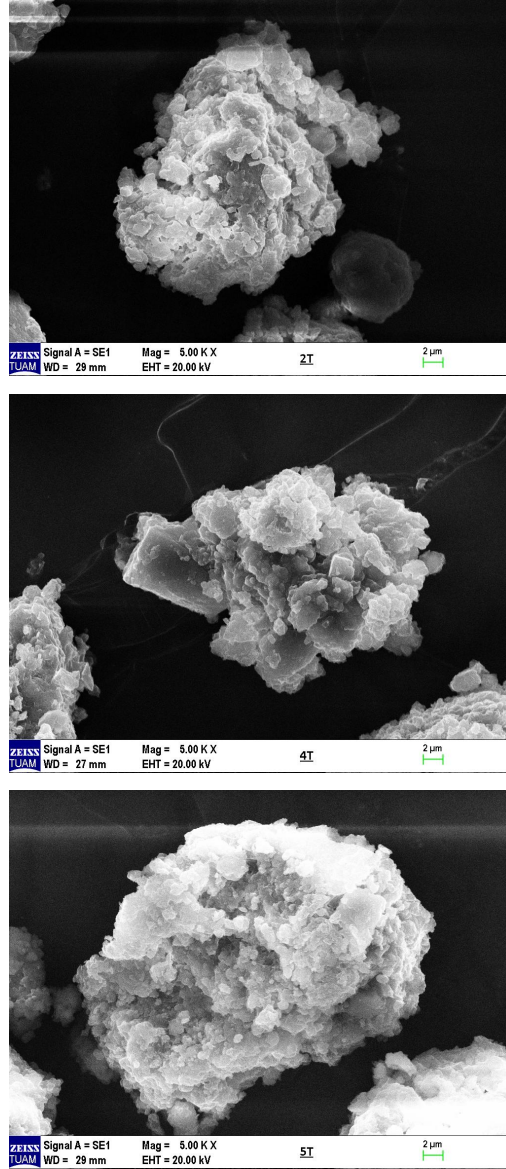
Modifiye olmuş ve olmamış tozların morfolojik analizi SEM-EDX (LEO 1430 VP) ile görüntüleri alınmış ve TMSMP’ye ait tozların SEM’leri Resim 4.1-4.2’de, 3APTES’e ait tozların SEM’leri Resim 4.3-4.4’de ve N2A3ATM’ye ait tozların SEM’leri 4.5-4.6’da verilmiştir.



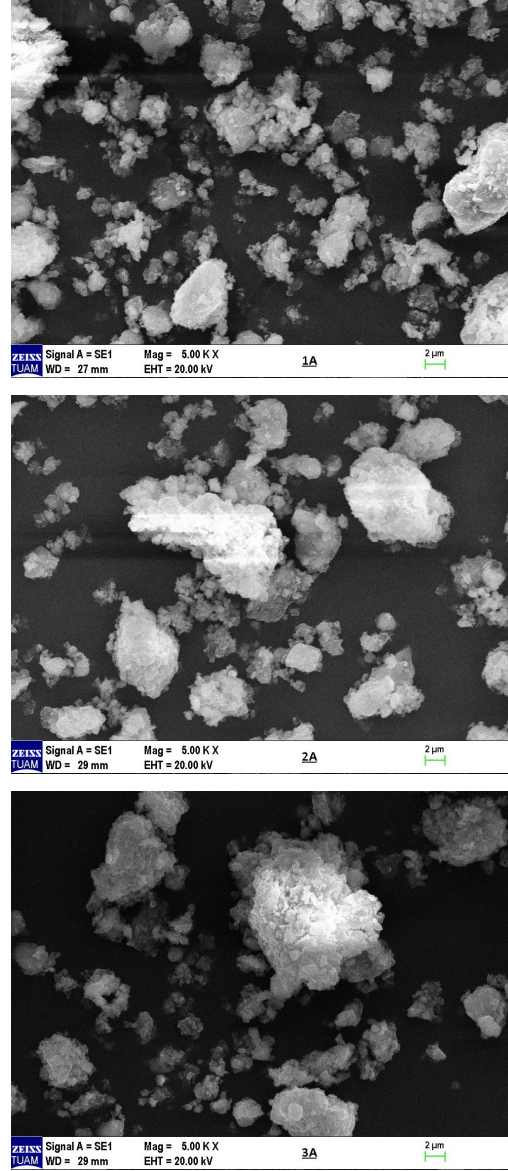
Resim 4.1 TMSPM 1 saat karıştırma süresi, 1T: 2,5 mL, 2T: 5 mL ve 3T: 10 mL Tozların SEM görüntüleri.

Farklı miktarlarda TMSPM kullanılarak yapılan modifikasyonda bor atığı tozlarının aglomera olduğu Resim 4.1'den görülmektedir. Özellikle 5 mL ve 10 mL TMSPM kullanılarak modifiye edilmiş bor atığı tozları kurutma aşamasında hem oda sıcaklığında hem de etüvde 60°C'de kurumayıp nemli kaldığı görülmüştür. Aslında SEM fotoğraflarında görülen aglomera tanelerin boyutu tamamen kurutulmuş numunelerin dağıtılması amacıyla yapılan öğütme işlemine bağlıdır. Daha fazla süre öğütülmüş olanlar daha küçük tane boyutuna sahiptir. Resim 4.2'de de modifiye prosesi sırasında farklı karıştırma süreleri uygulanan TMSPM kullanılan tozların SEM

görüntülerini görmekteyiz. Karıştırma süresinin tozların sem görüntüleri üzerinde farklılık gösterdiğini söyleyemeyiz.

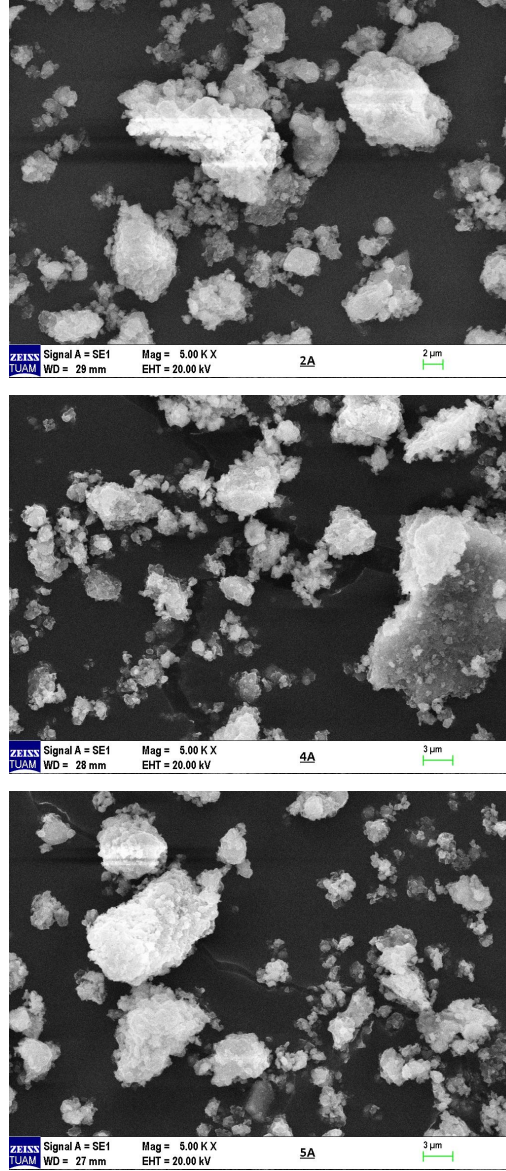


Resim 4.2 TMSPM için karıştırma süresinin etkisini gösteren, Tozların SEM görüntüleri (2T: 1 sa, 4T: 6 sa ve 5T: 12 sa).

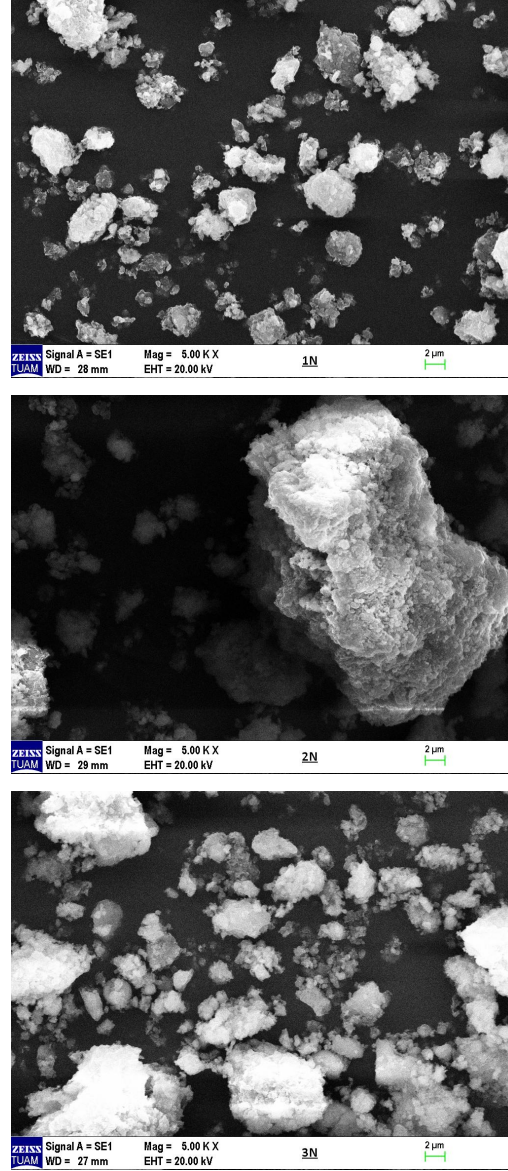


Resim 4.3 3-APTES 1 saat karıştırma süresi, 1A: 2,5 mL, 2A: 5 mL ve 3A: 10 mL Tozların SEM görüntüleri.

Resim 4.3’de farklı miktarlarda 3 Aptes kullanılarak 1 saat karıştırılarak modifiye edilmiş tozların SEM görüntülerini görmekteyiz. TMSPM kullanılan tozlardaki kadar aglomera yapıda olmadığını söyleyebiliriz. Resim 4.4’de de modifiye prosesi sırasında farklı karıştırma süreleri uygulanan 3 Aptes kullanılan tozların SEM görüntülerini görmekteyiz. Karıştırma süresinin ve kullanılan silan miktarının tozların sem görüntüleri üzerinde farklılık gösterdiğini söyleyemeyiz.

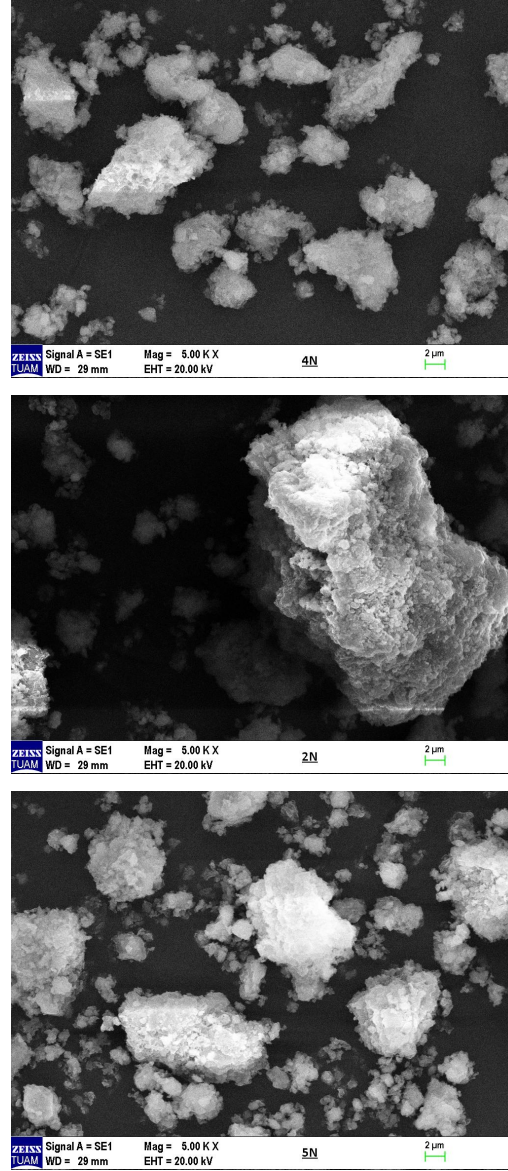


Resim 4.4 3-APTES için karıştırma süresinin etkisini gösteren, Tozların SEM görüntüleri (2A : 1 sa, 4A: 6 sa ve 5A: 12 sa).



Resim 4.5 N2A3ATM 1 saat karıştırma süresi, 1N: 2,5 mL, 2N: 5 mL ve 3N: 10 mL Tozların SEM görüntüleri.

Resim 4.5’de farklı miktarlarda N2A3ATM kullanılarak 1 saat karıştırılarak modifiye edilmiş tozların SEM görüntülerini görmekteyiz. N2A3ATM için de TMSPM kullanılan tozlardaki kadar aglomera yapıda olmadığını söyleyebiliriz. Resim 4.6’da da modifiye prosesi sırasında farklı karıştırma süreleri uygulanan N2A3ATM kullanılan tozların SEM görüntülerini görmekteyiz. Karıştırma süresinin ve kullanılan silan miktarının tozların sem görüntüleri üzerinde farklılık gösterdiğini söyleyemeyiz.

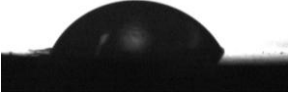


Resim 4.6 N2A3ATM için karıştırma süresinin etkisini gösteren , Tozların SEM görüntüleri (4N : 1 sa, 2N: 6 sa ve 5N: 12 sa).

4.4 Temas Açısı Ölçüm Sonuçları

Modifiye edilen tozların su ile temas açısı değerleri Çizelge 4.2 - 4.3 - 4.4'te verilmiştir.

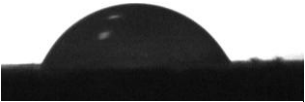
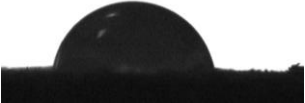
Çizelge 4.2 3-APTES ile Modifiye edilen tozların su ile temas açısı değerleri.

Silan	Karıştırma Süresi saat	Silan Mik. mL	CA(L)	CA(R)	CA(M)	Std. Sapma	Resim
1A1	1	1 mL	80,06	79,32	79,69	0,21	
1A2	1	2,5 mL	61,85	60,85	61,26	0,83	
1A5	1	5 mL	77,45	76,70	77,07	0,28	
1A10	1	10 mL	58,87	59,70	59,28	0,29	
6A1	6	1 mL	42,88	40,25	41,56	0,28	
6A2	6	2,5 mL	44,83	41,81	43,32	0,82	
6A5	6	5 mL	46,74	49,79	48,27	0,41	
6A10	6	10 mL	62,72	57,31	60,02	4,68	
12A1	12	1 mL	49,67	52,17	50,92	0,16	
12A2	12	2,5 mL	46,21	46,28	46,24	0,76	
12A5	12	5 mL	46,62	47,28	46,95	0,34	
12A10	12	10 mL	47,96	47,59	47,78	0,42	

Çizelge 4.3 N2AATM ile Modifiye edilen tozların su ile temas açısı değerleri.

Silan	Karıştırma Süresi saat	Silan Mik. mL	CA(L)	CA(R)	CA(M)	Std. Sapma	Resim
1N1	1	1 mL	57,70	55,41	56,56	0,24	
1N2	1	2,5 mL	41,21	43,89	42,55	0,18	
1N5	1	5 mL	33,31	33,34	33,33	0,90	
1N10	1	10 mL	50,06	44,57	47,32	0,70	
6N1	6	1 mL	35,76	38,27	37,02	0,98	
6N2	6	2,5 mL	43,37	39,38	41,37	1,12	
6N5	6	5 mL	70,21	69,37	69,79	7,75	
6N10	6	10 mL	66,87	65,50	66,18	3,26	
12N1	12	1 mL	41,63	45,03	43,33	0,61	
12N2	12	2,5 mL	33,76	30,56	32,15	0,55	
12N5	12	5 mL	61,61	56,95	59,28	1,45	
12N10	12	10 mL	48,79	42,75	45,77	1,87	

Çizelge 4.4 TMSPM ile Modifiye edilen tozların su ile temas açısı değerleri.

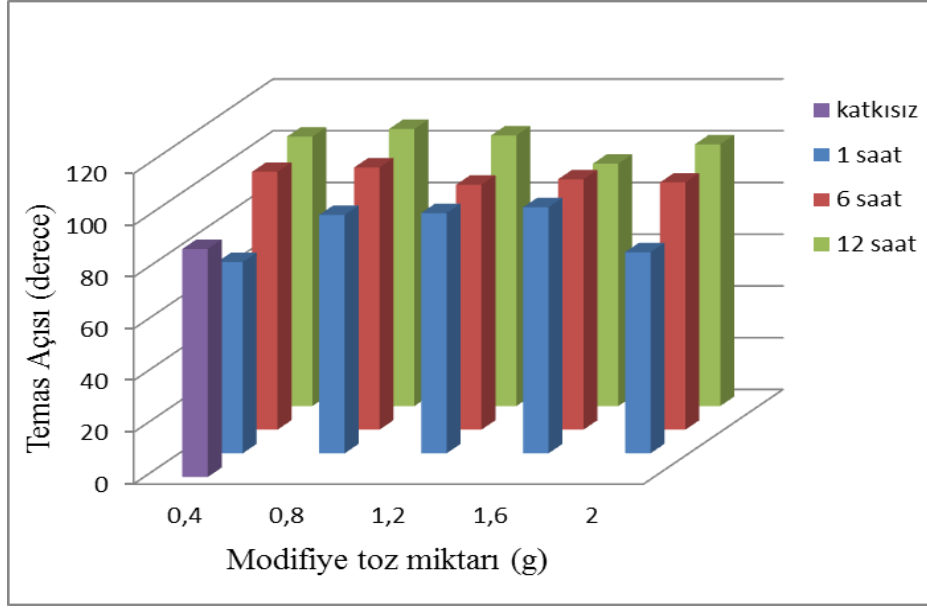
Sılan	Karıştırma Süresi saat	Sılan Mik. mL	CA(L)	CA(R)	CA(M)	Std. sapma	Resim
1T1	1	1 mL	54,16	58,58	56,37	0,13	
1T2	1	2,5 mL	71,52	76,99	74,25	0,74	
1T5	1	5 mL	84,60	88,15	86,38	0,50	
1T10	1	10 mL	89,75	91,52	90,63	0,47	
6T1	6	1 mL	65,03	64,13	64,58	0,97	
6T2	6	2,5 mL	78,07	67,86	62,96	1,62	
6T5	6	5 mL	70,83	71,46	71,15	0,15	
6T10	6	10 mL	86,01	84,49	85,25	0,44	
12T1	12	1 mL	81,03	79,53	80,28	0,17	
12T2	12	2,5 mL	92,60	90,80	91,70	0,34	
12T5	12	5 mL	78,64	74,52	76,58	0,36	
12T10	12	10 mL	77,15	74,59	75,87	0,20	

3 Aptes ile modifiye edilmiş tozları içeren Epoksilerin temas açıları Çizelge 4.5'te verilmiştir. En iyi sonuçlar 12 saatlik karışımlarda görülmektedir.

Çizelge 4.5 3-APTES ile modifiye edilmiş tozları içeren Epoksi temas açıları.

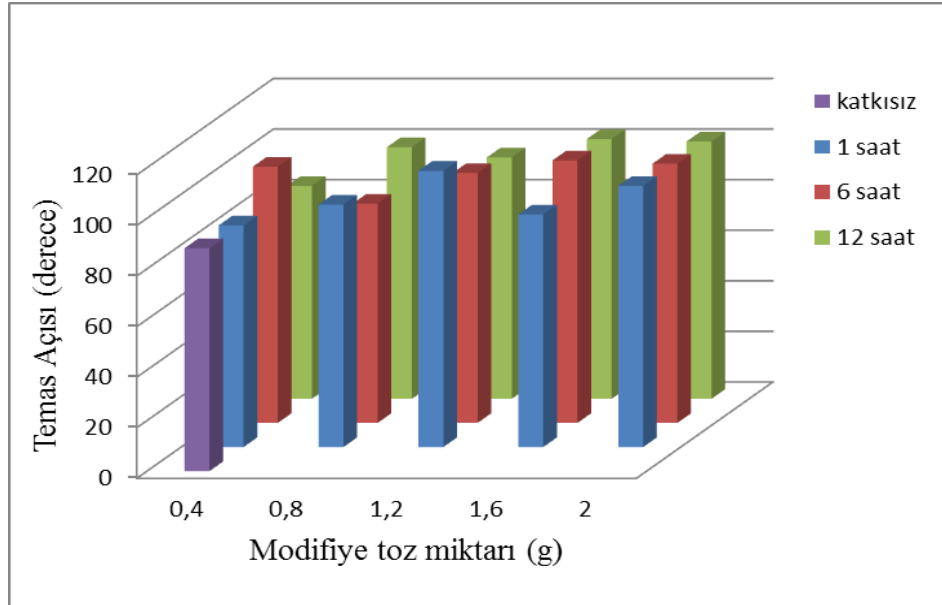
Örnekler	CA(L)	CA(R)	CA(M)	STD
E	88,88	87,41	88,14	0,17
E1A1a	74,46	73,42	73,94	1,57
E1A1b	91,97	92,29	92,13	2,63
E1A1c	93,27	92,45	92,86	0,75
E1A1d	95,71	94,48	95,09	0,30
E1A1e	77,45	78,05	77,75	1,26
E1A2a	88,54	86,75	87,65	1,32
E1A2b	96,05	95,73	95,89	1,00
E1A2c	108,87	109,60	109,24	0,12
E1A2d	91,87	92,08	91,98	2,92
E1A2e	104,74	101,72	103,23	0,27
E6A1a	100,84	98,50	99,67	0,65
E6A1b	102,23	100,40	101,32	2,25
E6A1c	94,55	94,77	94,66	0,23
E6A1d	96,82	96,67	96,75	1,24
E6A1e	96,89	94,21	95,55	1,53
E6A2a	101,86	100,77	101,32	0,30
E6A2b	86,95	86,51	86,73	0,27
E6A2c	98,75	98,91	98,83	0,07
E6A2d	104,45	103,19	103,82	0,11
E6A2e	102,96	102,01	102,49	0,08
E12A1a	104,81	103,41	104,11	0,48
E12A1b	107,45	106,63	107,04	0,53
E12A1c	105,43	103,63	104,53	0,38
E12A1d	93,26	94,04	93,65	0,07
E12A1e	101,66	100,60	101,13	2,62
E12A2a	84,67	83,76	84,21	0,52
E12A2b	99,64	99,35	99,50	0,49
E12A2c	94,97	95,90	95,44	1,08
E12A2d	102,75	102,68	102,71	3,04
E12A2e	102,26	101,30	101,78	0,48

Kodlamada E: Epoksi, 1: 1saat 6: 6 saat 12: 12saat karıştırma süresini
a:0,4 g b: 0,8 g c: 1,2 g ve d: 2,0 g toz katkısını göstermektedir.



Şekil 4.13 1 mL 3-APTES ile yapılan modifiye tozların epoksi temas açıları.

3 Aptes ile modifiye edilmiş tozların epoksi temas açıları Şekil 4.13 ve Şekil 4.14'te verilmiştir. 1 mL 3 Aptes ile modifiye edilen tozlar için en iyi sonuçlar 12 saatlik karışımlarda ve 1,2 gr modifiye toz kullanılmış epoksilerde elde edilmiştir. 2,5 mL 3 Aptes ile modifiye edilen tozlar için ise en iyi sonuçlar 12 saatlik karışımlarda ve 1,6 gr modifiye toz kullanılmış epoksilerde elde edilmiştir. Miktar farkının etkisi de görülmektedir fakat karıştırma süresi kadar etkili değildir.

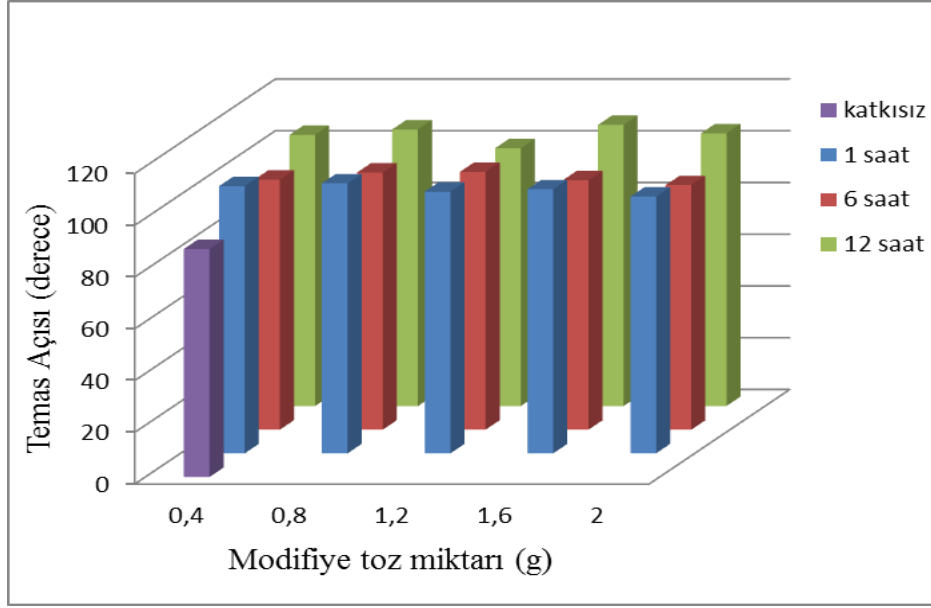


Şekil 4.14 2,5 mL 3-APTES ile yapılan modifiye tozların epoksi temas açıları.

N2A3ATM ile modifiye edilmiş tozları içeren Epoksi temas açıları Çizelge 4.6’da verilmiştir. En iyi sonuçlar 6 saatlik karışımlardan elde edilmiştir. Epoksi ile karıştırılan modifiye edilmiş toz miktarının artmasının temas açısına fazla etkisi görülmemektedir.

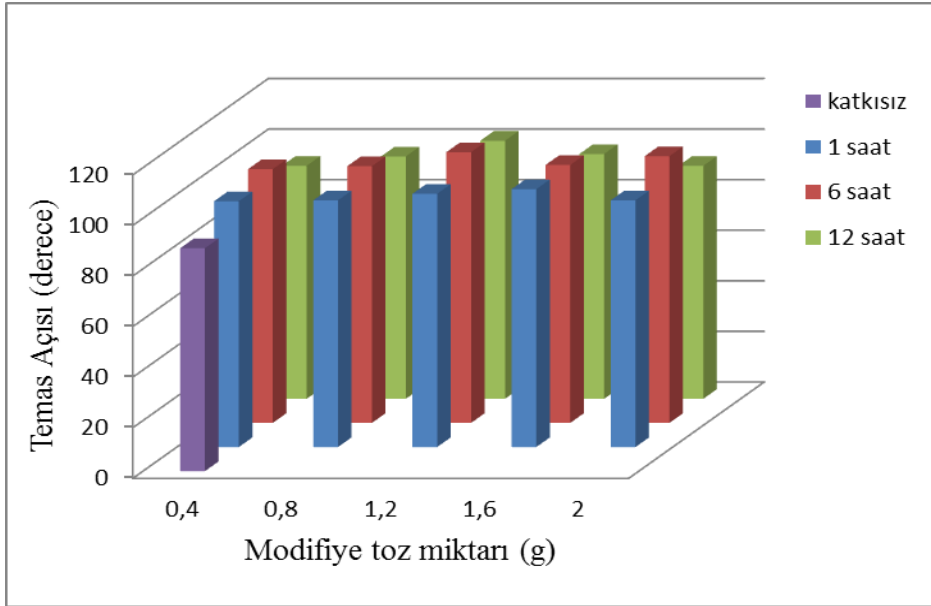
Çizelge 4.6 N2A3ATM ile modifiye edilmiş tozları içeren Epoksi temas açıları.

Örnekler	CA(L)	CA(R)	CA(M)	STD
E	88,88	87,41	88,14	0,17
E1N1a	103,05	103,45	103,25	0,24
E1N1b	103,99	104,70	104,34	0,22
E1N1c	101,50	100,76	101,13	1,49
E1N1d	102,11	102,00	102,05	0,16
E1N1e	100,04	98,42	99,20	0,12
E1N2a	97,69	96,73	97,21	0,18
E1N2b	97,22	97,86	97,54	0,17
E1N2c	100,46	99,82	100,14	0,23
E1N2d	101,65	102,29	101,97	0,19
E1N2e	98,04	97,09	97,56	0,34
E6N1a	97,91	95,33	96,62	0,17
E6N1b	98,83	99,95	99,39	0,29
E6N1c	98,24	101,03	99,64	0,19
E6N1d	95,07	97,70	96,39	0,44
E6N1e	94,78	94,24	94,51	1,07
E6N2a	101,45	99,25	100,35	0,12
E6N2b	101,70	101,31	101,50	0,21
E6N2c	106,68	107,43	107,06	0,53
E6N2d	101,78	102,21	102,00	0,14
E6N2e	106,07	104,85	105,46	1,87
E12N1a	105,23	104,67	104,80	0,42
E12N1b	107,63	106,17	106,90	0,59
E12N1c	100,12	99,15	99,64	2,01
E12N1d	110,01	107,28	108,64	3,75
E12N1e	105,10	105,63	105,37	0,28
E12N2a	92,55	91,56	92,15	0,24
E12N2b	97,16	94,54	95,85	0,59
E12N2c	101,42	102,67	102,05	1,01
E12N2d	96,99	96,63	96,81	0,07
E12N2e	91,72	92,56	92,14	0,51



Şekil 4.15 1 mL N2A3ATM ile yapılan modifiye tozların epoksi temas açıları.

1 mL N2A3ATM ile yapılan modifiye tozların epoksi temas açıları Şekil 4.15'te verilmiştir. Modifiye toz miktarının temas açısını etkilememiştir, karıştırma süresi etkisi belirgindir. 1 mL N2A3ATM ile modifiye edilmiş tozların epoksi temas açıları için en iyi sonuçlar 12 saatlik karışımlardan elde edilmiştir. 2,5 mL N2A3ATM ile modifiye edilmiş tozların epoksi temas açıları Şekil 4.16'da verilmiştir. Miktar farkı etkisi çok azdır. Karıştırma süresi etkilidir, en iyi sonuçlar 12 saatlik karışımlarda görülmüştür.

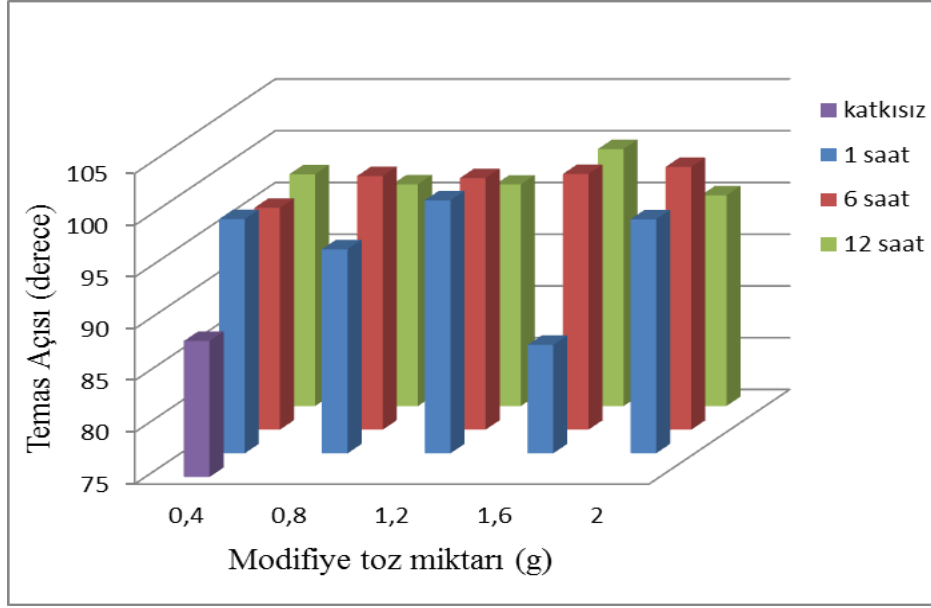


Şekil 4.16 2,5 mL N2A3ATM ile yapılan modifiye tozların epoksi temas açıları.

TSMSPM ile modifiye edilmiş tozların Epoksi temas açıları Çizelge 4.7’de verilmiştir. En iyi sonuçlar çizelgede de görüldüğü gibi 12 saatlik karışımlardan elde edilmiştir.

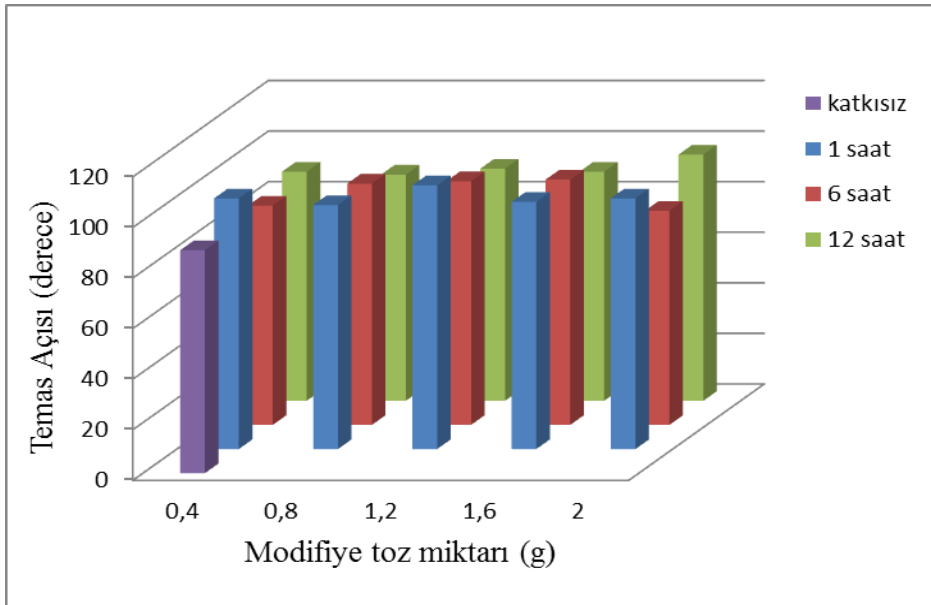
Çizelge 4.7 TSMSPM ile modifiye edilmiş tozları içeren Epoksi temas açıları.

Örnekler	CA(L)	CA(R)	CA(M)	STD
E1T1a	97,17	98,09	97,63	0,35
E1T1b	96,25	93,19	94,72	0,39
E1T1c	99,66	99,23	99,45	3,27
E1T1d	85,83	85,14	85,48	0,12
E1T1e	97,41	97,81	97,61	0,28
E1T2a	98,90	99,37	99,13	0,39
E1T2b	96,96	96,04	96,50	0,15
E1T2c	103,97	104,57	104,27	0,30
E1T2d	99,05	96,40	97,72	0,09
E1T2e	98,20	100,06	99,13	0,47
E6T1a	96,27	96,59	96,43	0,20
E6T1b	99,19	99,89	99,51	0,20
E6T1c	98,92	99,70	99,31	0,16
E6T1d	99,10	100,31	99,70	1,60
E6T1e	100,73	100,05	100,39	0,12
E6T2a	86,79	86,69	86,74	0,10
E6T2b	95,34	95,52	95,43	0,24
E6T2c	96,67	96,10	96,38	0,59
E6T2d	98,19	95,76	96,98	0,24
E6T2e	86,13	83,10	84,62	0,26
E12T1a	95,51	99,28	97,40	0,31
E12T1b	96,57	96,28	96,42	0,26
E12T1c	96,63	96,17	96,40	0,26
E12T1d	99,35	100,31	99,83	0,10
E12T1e	95,50	95,20	95,35	0,19
E12T2a	90,47	90,69	90,58	0,33
E12T2b	88,11	90,81	89,46	0,24
E12T2c	92,01	91,51	91,76	0,20
E12T2d	89,21	91,95	90,58	0,44
E12T2e	97,21	97,55	97,38	0,24



Şekil 4.17 1 mL TMSPM ile yapılan modifiye tozların epoksi temas açıları.

1 mL TMSPM ile yapılan modifiye tozların epoksi temas açıları Şekil 4.17’de verilmiştir. 1 mL TMSPM ile modifiye edilmiş toz kullanılan epoksiler için miktar farkı temas açılarında fazla etkili değildir. 6 ve 12 saatlik karışımlarda iyi sonuçlar elde edilmiştir. 2,5 mL TMSPM ile modifiye edilmiş toz kullanılan epoksi temas açıları ise Şekil 4.18’de verilmiştir. Şekil 4.18’e baktığımızda en iyi sonuçların 12 saatlik karışımlardan elde edildiği görülmektedir. Modifiye toz miktar farkının etkisi çok azdır.

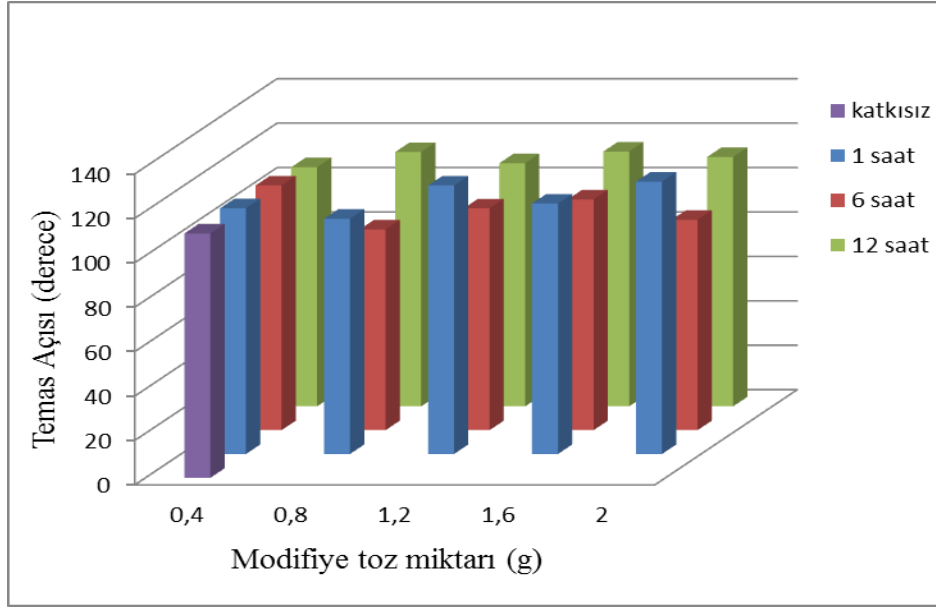


Şekil 4.18 2,5 mL TMSPM ile yapılan modifiye tozların epoksi temas açıları.

3-APTES ile modifiye edilmiş tozları içeren Silikon temas açıları Çizelge 4.8’de verilmiştir.

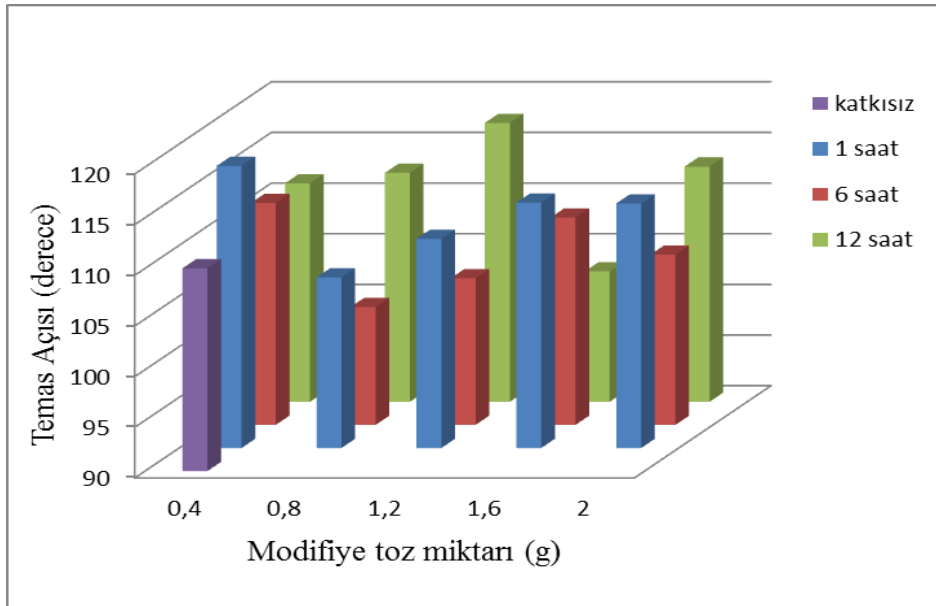
Çizelge 4.8 3-APTES ile modifiye edilmiş tozları içeren Silikon temas açıları.

Örnekler	CA(L)	CA(R)	CA(M)	STD
S	110,16	109,86	110,01	2,15
S1A1a	111,57	109,63	110,60	1,66
S1A1b	106,19	105,55	105,87	0,53
S1A1c	120,62	121,09	120,85	0,56
S1A1d	112,28	113,19	112,73	0,42
S1A1e	122,98	122,25	122,61	0,12
S1A2a	117,26	118,41	117,84	1,08
S1A2b	105,37	108,30	106,84	1,34
S1A2c	110,45	110,80	110,63	1,50
S1A2d	112,74	115,69	114,21	1,04
S1A2e	114,08	114,20	114,14	1,57
S6A1a	11,60	108,75	110,17	1,54
S6A1b	89,91	90,75	90,33	3,95
S6A1c	100,24	99,44	99,84	0,37
S6A1d	105,67	102,03	103,85	1,59
S6A1e	94,23	95,17	94,70	1,75
S6A2a	112,41	111,38	111,90	1,29
S6A2b	102,60	100,69	101,65	1,44
S6A2c	105,82	103,12	104,47	0,62
S6A2d	110,74	110,18	110,46	2,26
S6A2e	107,14	106,48	106,81	1,25
S12A1a	106,74	108,48	107,64	0,85
S12A1b	113,68	115,33	114,50	3,25
S12A1c	109,32	109,55	109,44	1,39
S12A1d	117,02	112,36	114,69	0,38
S12A1e	109,21	115,36	112,29	3,55
S12A2a	110,68	112,47	111,57	0,26
S12A2b	114,91	110,29	112,60	2,17
S12A2c	117,94	117,12	117,53	1,80
S12A2d	103,26	102,47	102,87	0,82
S12A2e	114,05	112,39	113,22	1,50



Şekil 4.19 1 mL 3-APTES ile yapılan modifiye tozların silikon temas açıları.

Şekil 4.19 ve Şekil 4.20’de sırasıyla 1 mL 3-APTES ile yapılan modifiye tozların silikon temas açıları ve 2,5 mL 3 Aptes ile yapılan modifiye tozların temas açıları verilmiştir. Her iki sonuca da baktığımızda epoksi ile karıştırılan modifiye toz miktarının artmasının temas açısına etkisi çok azdır. Karışım süresi etkili olmuştur. En iyi sonuçlar modifiye sırasında 12 saatlik karıştırılan tozların kullanıldığı silikonlarda görülmüştür.

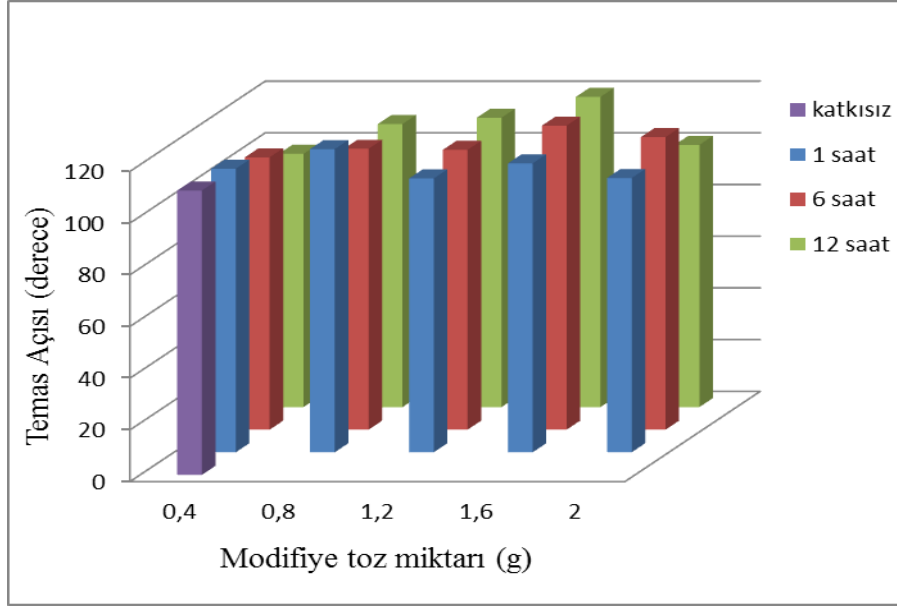


Şekil 4.20 2,5 mL 3-APTES ile yapılan modifiye tozların silikon temas açıları.

N2A3ATM ile modifiye edilmiş tozları içeren Silikon temas açıları Çizelge 4.9’da verilmiştir.

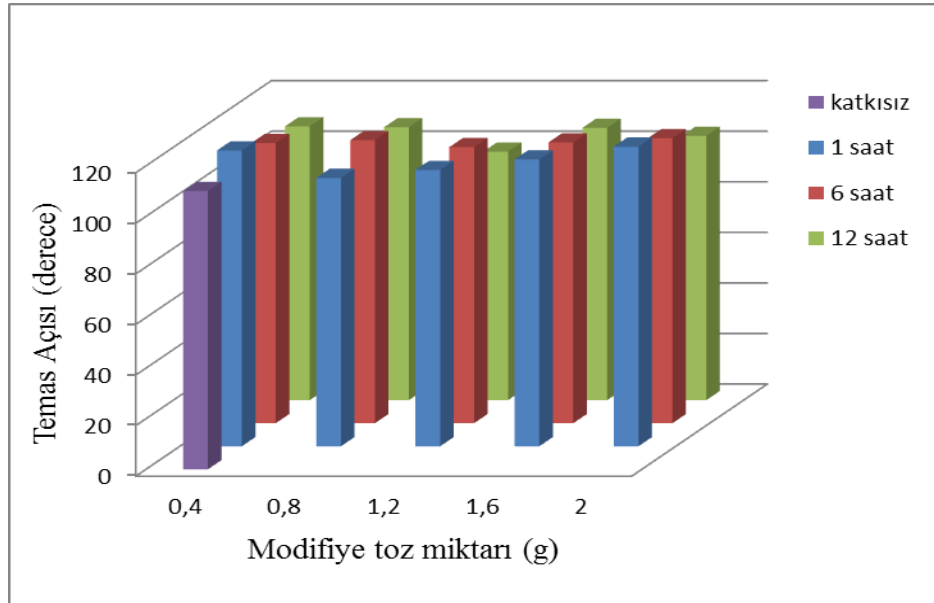
Çizelge 4.9 N2A3ATM ile modifiye edilmiş tozları içeren Silikon temas açıları.

Örnekler	CA(L)	CA(R)	CA(M)	STD
S	110,16	109,86	110,01	2,15
S1N1a	109,87	109,53	109,70	0,36
S1N1b	117,97	116,60	117,28	1,94
S1N1c	107,25	104,59	105,92	1,02
S1N1d	111,90	111,65	111,78	2,76
S1N1e	106,07	106,11	106,09	0,69
S1N2a	116,46	117,54	117,00	0,47
S1N2b	106,14	106,09	106,11	0,55
S1N2c	109,76	108,73	109,24	0,99
S1N2d	114,61	112,26	113,44	0,88
S1N2e	118,31	118,64	118,48	1,16
S6N1a	105,67	105,09	105,37	0,99
S6N1b	108,33	109,02	108,67	1,42
S6N1c	108,48	108,02	108,25	1,66
S6N1d	118,17	117,05	117,61	0,77
S6N1e	113,41	112,95	113,18	2,08
S6N2a	111,18	110,31	110,74	2,10
S6N2b	110,08	113,76	111,92	0,52
S6N2c	110,03	108,29	109,16	2,56
S6N2d	111,33	110,76	111,05	1,01
S6N2e	112,67	113,67	112,67	0,94
S12N1a	98,27	97,69	97,98	0,08
S12N1b	109,61	109,37	109,49	0,83
S12N1c	111,79	112,06	111,93	2,47
S12N1d	121,51	118,44	119,98	2,46
S12N1e	102,00	100,85	101,43	2,35
S12N2a	107,46	109,07	108,27	3,38
S12N2b	107,56	108,32	107,94	2,07
S12N2c	96,91	99,65	98,28	0,68
S12N2d	107,74	107,63	107,69	0,63
S12N2e	106,03	102,95	104,49	2,43



Şekil 4.21 1 mL N2A3ATM ile yapılan modifiye tozların silikon temas açıları.

1 mL N2A3ATM ile yapılan modifiye tozların silikon temas açıları Şekil 4.21’de verilmiştir. Modifiye toz miktarının temas açısına fazla etki ettiği söylenemez. Karıştırma süresi etkili olmuştur ve en iyi sonuçlar 12 saatlik karışımlardan elde edilmiştir. 2,5 mL N2A3ATM ile yapılan modifiye tozların silikon temas açıları Şekil 4.22’de verilmiştir. Modifiye toz miktarının artmasının etki ettiği söylenemez fakat karıştırma süresi etkili olmuştur. En iyi sonuçlar 12 saatlik karışımlardan elde edilmiştir.

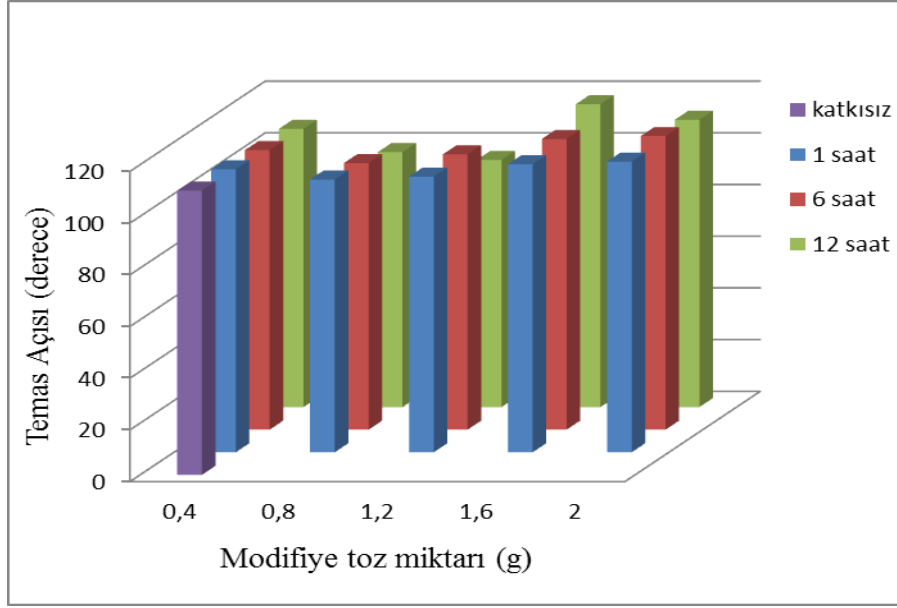


Şekil 4.22 2,5 mL N2A3ATM ile yapılan modifiye tozların silikon temas açıları.

TMSPM ile modifiye edilmiş tozları içeren Silikon temas açıları Çizelge 4.10'da verilmiştir.

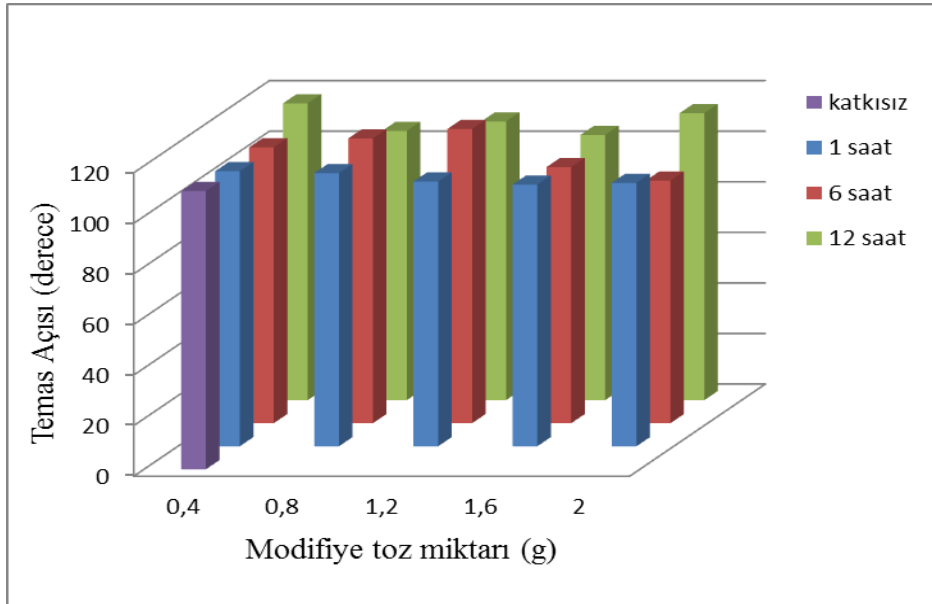
Çizelge 4.10 TMSPM ile modifiye edilmiş tozları içeren Silikon temas açıları.

Örnekler	CA(L)	CA(R)	CA(M)	STD
S	110,16	109,86	110,01	2,15
S1T1a	109,85	109,13	109,49	0,65
S1T1b	105,98	105,07	105,52	1,80
S1T1c	106,07	107,22	106,64	2,75
S1T1d	111,63	111,30	111,46	2,07
S1T1e	112,63	112,29	112,46	0,47
S1T2a	107,83	109,66	108,74	1,07
S1T2b	108,11	107,88	107,99	2,50
S1T2c	104,59	104,71	104,65	2,83
S1T2d	102,55	104,40	103,48	3,32
S1T2e	104,67	103,63	104,15	1,65
S6T1a	108,18	108,13	108,16	1,81
S6T1b	103,93	102,35	103,14	2,09
S6T1c	105,61	107,45	106,53	2,22
S6T1d	111,85	113,12	112,49	2,12
S6T1e	112,28	114,92	113,60	2,76
S6T2a	109,15	108,99	109,07	0,30
S6T2b	111,68	113,53	112,60	2,51
S6T2c	117,70	115,00	116,35	1,73
S6T2d	101,38	101,19	101,28	1,31
S6T2e	95,24	96,57	95,91	1,70
S12T1a	108,00	107,23	107,62	4,88
S12T1b	100,99	99,28	98,63	1,52
S12T1c	96,29	94,91	95,60	3,11
S12T1d	117,09	117,23	117,16	0,28
S12T1e	109,97	112,28	111,13	1,60
S12T2a	117,07	117,69	117,38	3,66
S12T2b	107,84	105,13	106,48	0,26
S12T2c	111,39	109,02	110,20	0,23
S12T2d	100,41	109,35	104,88	0,61
S12T2e	111,82	115,18	113,50	1,71



Şekil 4.23 1 mL TMSPM ile yapılan modifiye tozların silikon temas açıları.

Şekil 4.23 ve Şekilde 4.24'te sırasıyla 1 mL TMSPM ile yapılan modifiye tozların silikon temas açıları ve 2,5 mL TMSPM ile yapılan modifiye tozların silikon temas açıları verilmiştir . Modifiye toz miktarının artmasının fazla etki ettiği söylenemez fakat karıştırma süresi etkili olmuştur. En iyi sonuçlar her iki grup için de 12 saatlik karıştırma süresi uygulanan modifiye tozları içeren Silikonlardan elde edilmiştir.



Şekil 4.24 2,5 mL TMSPM ile yapılan modifiye tozların silikon temas açıları.

Elde edilen tüm sonuçları değerlendirdiğimizde, katkılı epoksi ve silikon temas açılarıнын katkısız epoksi ve silikonlara göre daha büyük olduğunu yani modifiye edilen tozların ilavesinin temas açısını yükseltici etkide bulunduđu gözlemlenmiştir. Her iki polimer için en iyi sonuçlar silan katkısıyla 12 saat karıştırılarak modifiye edilmiş tozların ilave edildiđi polimerlerde elde edilmiştir. Polimerlere ilave edilen modifiye edilmiş toz miktarının artmasının veya azalmasının temas açısına belirgin biçimde etki etmedikleri gözlemlenmiştir.

5. TARTIŞMA VE SONUÇ

Kırka Bor İşletmesi için büyük bir çevresel sorun teşkil eden Bor atıklarının gitgide daha fazla depolama havuzları gerektirmesi, yıllık bakımlarının artması, katma değerli ürün haline dönüştürülmesi amacıyla üç farklı silan (3-APTES, TMSPM ve N2A3ATM), dört farklı miktarda (1 mL, 2,5 mL, 5 mL ve 10 mL) alınarak bor atığıyla manyetik karıştırıcıda 1 sa, 6 sa ve 12 sa karıştırılarak, filter edilmiş ve etüvde kurutulmuştur. Silan bileşikleriyle yüzey modifikasyonunun olup olmadığı temas açısı ölçümleriyle test edilmiş olup sonuçlardan modifiye tozların elde edildiği anlaşılmıştır. Modifiye tozlar FTIR, DTA/TG, XRD ve SEM ile karakterize edilmiştir. Bu modifiye tozlar ayrıca iki farklı polimer (Epoksi Teknobond 350 ve RTV2) içerisine %1, 2, 3, 4 ve 5 (w) oranlarında katılarak şekillendirilmiş ve temas açıları ölçülmüştür.

FTIR analizi sonuçlarına baktığımızda Katkısız Bor FTIR spektrumunda 3300-3500 bant aralığında O-H bağı görülmektedir. Katkısız Bor atığının yapısında dolomit ve kalsit mineralleri vardır. 2400-2600 bandındaki zirveler kalsit (CaCO_3) yapısından kaynaklanır. 500 ile 1000 bandı arasındaki zirveler ise dolomit ($\text{CaMg}(\text{CO}_3)_2$) yapısından kaynaklanır. 1150 ile 1650 bandı arasındaki zirveler ise B-O bağının gerilmesinden dolayı görülmektedir.

3 Aptes ile modifiye edilmiş bor atıklarının FTIR spektrumlarında 1560 – 1640 bant aralığında güçlü N-H bağı görülmektedir. Aynı zamanda B-O (tinkal) ve dolomit de yapıda görülmektedir.

N2A3ATM ile modifiye edilmiş bor atıklarının FTIR spektrumlarında da 2975 – 3080 bant aralığında orta güçlü C-H bağı görülmektedir ve 1560 – 1640 bant aralığında güçlü N-H bağı görülmemiştir.

TMSPM ile modifiye edilmiş bor atıklarının FTIR spektrumunda ise 1645 – 1670 bant aralığında orta güçlükte C=C bağı ve 2975 – 3080 bant aralığında orta güçlükte C-H bağı görülmektedir. Her üç silan bileşiğinin kullanıldığı modifiye tozlara baktığımızda

üçünde de yapıda B-O (tinkal) ve dolomit görülmektedir ve miktar farkı ile karıştırma süresindeki farklılıklar spektrumlarda farklılık oluşturmamıştır.

Katkısız bor atığı DTA/TG analizinde üç bozunma basamağı görülmektedir. 100°C civarındaki ilk ağırlık kaybı yaklaşık olarak %4 civarında olup adsorbe su moleküllerinin kaybı nedeniyledir. İkinci ağırlık kaybı %5 olup 110–190°C aralığındadır. Bu azalma 500°C civarında %7 ağırlık kaybıyla sonlanmaktadır. Bu malzemenin dehidroksilasyonuna atıf olunur. Üçüncü ağırlık kaybı 500 – 750°C aralığında %33'tür. Bu da kalsit ve dolomit ayrışımı prosesi nedeniyledir.

3 Aptes ile modifiye edilen tozların DTA/TG analizlerine baktığımızdaysa 3 Aptes ile kaplı bor atığının ağırlık kaybının 200°C'e kadar gözenekli matrisde tutuklu bulunan su ve ethanol gibi küçük molekülleri uzaklaşması gerçekleşir. 200°C'den sonraki 750°C'ye kadar devam eden ağırlık kaybının nedeni organik ligantların parçalanmasıdır ve 3 Aptes kaplaması taneciklerin yüzeyinden uzaklaşmaya başlar.

N2A3ATM ile modifiye edilen tozların DTA/TG analizinde ise üç bozunma basamağı görülmektedir. 100°C civarındaki ilk ağırlık kaybı %3 civarında olup adsorbe su moleküllerinin kaybı nedeniyledir. İkinci ağırlık kaybı 300-600°C aralığında olup %15 civarındadır. Üçüncü ağırlık kaybı ise 600-750°C arasında olup %40'tır. Bu da kalsit ve dolomit ayrışımı prosesi ve organik ligantların parçalanması nedeniyledir.

TMSPM ile modifiye edilen tozların DTA/TG analizine baktığımızda da benzer şekilde üç bozunma basamağı burada da görülmektedir. 100°C civarındaki ilk ağırlık kaybı yaklaşık olarak %2 civarında olup adsorbe su moleküllerinin kaybı nedeniyledir. İkinci ağırlık kaybı %10 olup 300 – 450°C aralığındadır. Üçüncü ağırlık kaybı 500 – 750°C aralığında %40'tır. Bu da aynı şekilde kalsit ve dolomit ayrışımı prosesi ve organik ligantların parçalanması nedeniyledir.

XRD analiz sonuçlarına baktığımızda katkısız bor atığı XRD analizinde yapıdaki Tinkal ($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) ve Dolomit ($\text{CaMg}(\text{CO}_3)_2$) görülmektedir.

3 Aptes, TMSPM ve N2A3ATM ile ayrı ayrı modifiye edilmiş tozların XRD paternlerinde ise katkısız bor atığı XRD paternlerinden farklı bir patern ortaya çıkmamıştır. Bu da modifikasyon işleminden sonra bor atığının inorganic kristal yapısında herhangi bir değişikliğe neden olmadığını göstermektedir.

SEM görüntülerini incelediğimizde ise farklı miktarlarda TMSPM kullanılarak yapılan modifikasyonda bor atığı tozlarının aglomera olduğu gözlenmektedir. Özellikle 5 mL ve 10 mL TMSPM kullanılarak modifiye edilmiş bor atığı tozları kurutma aşamasında hem oda sıcaklığında hem de etüvde 60°C’de kurumayıp nemli kaldığı görülmüştür.

3 Aptes ile N2A3ATM’de ise TMSPM’deki gibi tozların agromega olmadığını görmekteyiz. Aslında SEM fotoğraflarında görülen aglomera tanelerin boyutu tamamen kurutulmuş numunelerin dağıtılması amacıyla yapılan öğütme işlemine bağlıdır. Daha fazla süre öğütülmüş olanlar daha küçük tane boyutuna sahiptir. Karıştırma süresinin ve modifiye edilirken kullanılan silan bileşiği miktarının tozların sem görüntüleri üzerinde farklılık gösterdiğini söyleyemeyiz.

Temas açılarına baktığımızda ise silanla modifiye edilmiş bor atığı ile katkısız bor atığının temas açısı karşılaştırıldığında silanların temas açısı üzerindeki etkisi net olarak gözlemlenmektedir. Ayrıca sonuçlara baktığımızda karıştırma süresi ve silan miktarının temas açısına fazla etki etmediği, silan cinsinin temas açısı üzerinde etkili olduğunu görmekteyiz. En iyi temas açısı sonuçları TMSPM kullanılan tozlarda elde edilmiştir.

Silanla modifiye edilmiş toz kullanılan polimer kompozitlerin temas açısına baktığımızda Epoksi için, kompozit hazırlanırken kullanılan modifiye toz miktarının ve tozdaki silan miktarının artmasının temas açısı üzerinde etkisi olmadığını fakat karıştırma süresinin etkili olduğunu söyleyebiliriz. Karıştırma süresi arttıkça temas açısı yükselmektedir ve en yüksek sonuçlar 12 saatlik karışımlarda elde edilmiştir. Silan açısından kıyasladığımızda ise en iyi sonuçları N2A3ATM ile modifiye edilmiş toz kullanılan epoksilerde görmekteyiz.

RTV2 Silikon için baktığımızda ise yine epokside olduğu gibi kullanılan tozların ve tozlardaki silan miktarının artmasının temas açısı üzerinde etkisi olmadığı görülmektedir. Fakat toz modifiye edilirken ki karıştırma süresinin yine etkili olduğunu söyleyebiliriz. Karıştırma süresi arttıkça temas açısı yükselmektedir ve en iyi sonuçları 12 saatlik karışımlardan elde edilmiştir. Silan açısından kıyasladığımızda ise RTV2 Silikon için en iyi sonuçların 3-Aptes ile modifiye edilmiş tozlardan elde edildiği gözlemlenmektedir. Temas açısı sonuçlarına genel olarak baktığımızda üç tip silanla modifiye edilen tozların polimerlerle kompozit malzeme oluşturması sonucu istenilen hidrofobik yüzey elde edilmiştir.

6. KAYNAKLAR

- Agrawal, S. K., (1990). Waste Management: A Systems Perspective. *Industrial Management & Data Systems*, **90**: 5.
- Arslan, M. (2007). Emet Borik Asit Ürününün Üretim Sürecinin İyileştirme Analizi. Yüksek Lisans Tezi, Afyon Kocatepe Üniversitesi, Afyonkarahisar.
- Aytekin, V. (1995). Maden Mühendisliğine Giriş. Dokuz Eylül Üniversitesi Mühendislik Fakültesi Yayınları, 167-271.
- Bozkurt, R. (1989). Minerolojik incelemelerin cevher zenginleştirmedeki rolüne iki örnek. *Anadolu Üniversitesi Mühendislik - Mimarlık Fakültesi Dergisi*, **1**: 15-21.
- Buluttekin, M.B. (2008). Bor Madeni Ekonomisi: Türkiye'nin Bor Piyasasındaki Yeri. 2. Ulusal İktisat Kongresi, İzmir.
- Chang, F., He, X., Fu, X., Huang, Q., Qiu, Y. (2014). Preparation and characterization of modified starch granules with high hydrophobicity and flowability. *Food Chemistry*, **152**: 177–183.
- Çolak, M. (1997). Etibank Kırka Boraks İşletmesi atıklarının Turgutlu killeri ile tuğla-kiremit denemesi. 8. Ulusal Kil Sempozyumu, Dumlupınar Üniversitesi, Kütahya.
- Demirbaş, Ö., Alkan, M., Doğan, M., Turhan, Y., Namlı, H., Turan, P. (2007). Electrokinetic and adsorption properties of sepiolite modified by 3-aminopropyltriethoxysilane. *Journal of Hazardous Materials*, **149**: 650–656.
- Ding, H., Lu, S., Deng, Y., Du, C.X. (2007). Mechano-activated surface modification of calcium carbonate in wet stirred mill and its properties. *Transactions of Nonferrous Metals*, **318**: 1100–1104.
- Ding, H., Lu, S.C., Du, G.X. (2011). Surface modification of wollastonite by the mechano-activated method and its properties. *International Journal of Minerals, Metallurgy and Materials*. **1**: 83–88.
- Ding, H., Zhou, H., Zheng, Y.X., Wang, M.M. (2013). Effect of sodium stearate on grinding behaviour of calcium carbonate in wet stirred mill. *Materials Research Innovations*, **17**: 292–296.
- Erkal.F., Girgin, İ. (1992). Etibank Emet kolemanit işletmesi kaba artıklarının konsantre üretimi amacıyla değerlendirilmesi. 4. Uluslararası Cevher Hazırlama Sempozyumu, Antalya.

- Erdin, E. (1980). Çöp ve Katı Atıkların Isıl Değeri. VII. Bilim Kongresi, Ankara.
- Erdin, E. (1993). Çevre Bilimleri ve Terminolojisi Terimler Sözlüğü. DEÜ Mühendislik Fakültesi Çevre Mühendisliği Bölümü, İzmir.
- Evcin, A. (2010). CaSO₄ İçerikli Bor Minerali İşlem Atıklarının Yapı Malzemesi Olarak Değerlendirilmesi. Afyon Kocatepe Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projesi Sonuç Raporu, Afyonkarahisar.
- Gilbert, M., Petiraksakul P. and Mathieson I. (2001). Characterisation of stearate-stearic acid coated fillers. *Materials Science and Technology*, **17**: 1472-1478.
- Gilbert, M., Sutherland, I., Guest, A. (2000). Characterization of coated particulate fillers. *Journal of Materials Science*, **35**: 391–397.
- Güyağüler, T. (2001). Türkiye Bor Potansiyeli, 4 Endüstriyel Hammaddeler Sempozyumu, İzmir, Türkiye.
- Hagerty D.J., Pavoni, J.L. ve Heer, J.E. (1973). Solid Waste Management, Van Nostrand Reinhold Company, USA.
- Hawthorne, F.C. Burns, P.C., Grice, J.D. (1996). The Crystal Chemistry of Boron, Boron Mineralogy, Petrology and Geology. *Mineral Society American, MSA Reviews in Mineralogy* **33**: 2.
- Helvacı, C. (2005). Borates, Encyclopedia of Geology, Elsevier 11-13.
- Hou, X., Ding, H., Liang, Y., Zheng, Y.X., Yang, Z.D., Luo, H.N. (2013). Mechanism of surface hydrophobicity modification of wollastonite powder. *Materials Research Innovations*, **17**: 260–266.
- Hu, Y., Xiong, P., Yang, X. (2011). Synthesis and Characterization of Surface-Modified Tourmaline with Aluminic Ester. *IEIT Journal of Adaptive & Dynamic Computing*, **1**: 6–11.
- J. Liao, G. Du, X. Qiao, D. Hao. (2011). Surface modification of diatomite by stearic acid and its effects on reinforcing for natural rubber/styrene butadiene rubber blend. *Journal of the Chinese Ceramic Society*, **39**: 641-645.
- Jacqueline, I. K. (2007). Kirk-Othmer Encyclopedia of Chemical Technology.
- Jeong, S.B., Yang, Y.C., Chae, Y.B., Kim, B.G., (2009). Characteristics of the treated ground calcium carbonate powder with stearic acid using the dry process coating system. *Materials Transactions*, **2**: 409-414.

- Kanimozhi, D., Ratha Bai, V. (2012). Analysis of Bioactive Components of Ethanolic Extract of Coriandrum Sativum L. *International Journal of Research in Business Studies*, **2**: 97-110.
- Lefebvre, G., Galet, L., Chamayou, A. (2011). Dry coating of talc particles: Effect of material and process modifications on their wettability and dispersibility. *Particle Technology and Fluidization*, **57**: 79-86.
- Li, G.J., Fan, S.R., Wang, K., Ren, X.L., Mu, X.W. (2010). Modification of TiO₂ with titanate coupling agent and its impact on the crystallization behaviour of polybutyleneterephthalate. *Iranian Polymer Journal*, **19**: 115–121.
- Li, Y., Weng, W. (2008). Surface modification of hydroxyapatite by stearic acid: characterization and in vitro behaviours. *Journal of Materials Science: Materials in Medicine*, **19**: 19–25.
- Liu, W., Xie, Z., Yang, X., Wu, Y., Jia, C., Bo, T., Wang, L. (2011). Surface modification mechanism of stearic acid to zirconia powders induced by ball milling for water-based injection molding. *Journal of the American Ceramic Society*, **94**: 1327–1330.
- Luan, Z., Fournier, J.A., Wooten, J.B., Miser D.E. (2005). Preparation and characterization of (3-aminopropyl)triethoxysilane-modified mesoporous SBA-15 silica molecular sieves. *Microporous and Mesoporous Materials*, **83**: 150-158.
- Mihajlovic, S.R., Vucinic, D.R., Sekulic, Z T., Milicevic, S.Z., Kolonja, B.M. (2013). Mechanism of stearic acid adsorption to calcite. *Powder Technology*, **245**: 208–216.
- Mihajlovic, S., Sekulic, Z., Dakovic, A., Vucinic, D. (2009). Surface properties of natural calcite filler treated with stearic acid. *Ceramics – Silikáty*, **53**: 268–275.
- Oktar, T.Ö. (1992). Çevre Kirliliği Sorunu ve Katı Atıkların Ekonomik Değerlendirilmesi. İnsan ve Çevre Sempozyumu, İnsan ve Çevre, İnsanlığa Hizmet Vakfı Yayınları, İstanbul
- Oskar, A., Tommy, T. (2011). Development of two methods to evaluate lubricating greases using a rheometer. B.Sc. Thesis, Chalmers University of Technology, Chemical Engineering, Göteborg.
- Otles, M.S. (2008). Modification of surface properties of biopowders by dry particle coating. PhD Thesis, Université de Toulouse, INPT.

- Ouabbas, Y., Chamayou, A., Galet, L., Baron, M., Thomas, G., Grosseau, P., Guilhot, B. (2009). Surface modification of silica particles by dry coating: characterization and powder ageing. *Powder Technology*, **190**: 200–209.
- Pfeffer, R., Dave, R.N., Dongguang, W., Ramlakhan, M. (2001). Synthesis of engineered particulates with tailored properties using dry particle coating. *Powder Technology*, **117**: 40–67.
- Rodriguez, A., Liso, M. J., Rubio, F., Rubio, J., Oteo, J. L. (1999). Study of reaction of γ -methacryloxypropyltrimethoxysilane (γ -mps) with slate surfaces. *Journal of Material Science*, **34**: 3867-3873.
- Rubio, J., Mazo, M.A., İlana, A.M., Tamayo, A. (2018). FT-IR study of the hydrolysis and condensation of 3-(2-Amino-ethylamino)propyl-trimethoxy silane. *Boletin De La Sociedad Espanola De Ceramica Y Vidrio*, **57**: 160-168.
- Sabah, E., Yeşilkaya, L., (2000). Farklı tipte polimerlerle Kırka boraks işletmesi tinal konsantratörü atıklarının çökelme davranışlarının incelenmesi. *Cevher Hazırlama*, **3**: 1-12.
- Salili, S.M., Ataie, A., Barati, M.R., Sadighi, Z. (2015). Characterisation of mechano-thermally synthesized Curie temperature adjusted La_{0.8}Sr_{0.2}MnO₃ nanoparticles coated with (3-aminopropyl) triethoxysilane. *Material Characterisation*, **106**: 78-85.
- Sönmez, N. (2009). Granit Kesim Atıklarının Değerlendirilmesi, Lisans Tezi, Afyon Kocatepe Üniversitesi, Afyonkarahisar.
- Tchobanoglous, G., Theisen, H., Eliossen, R., (1977). Solid Wastes: Engineering Principles and Management Issues, McGraw-Hill.
- Ullmann, F. (1995). Wolfgang Gerhartz Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry.
- Uzun, H.A. (2002). Borlama İle Yüzeyleri Sertleştirilen Çeliklerin Aşınma ve Korozyona Karşı Dayanımları. Doktora Tezi, Süleyman Demirel Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Isparta.
- Wankhede, R.G., Thanawala, K., Khanna, A., Birbillis, N. (2013). Development of hydrophobic non-fluorine sol-gel coatings on aluminium using long chain alkyl silane precursor. *Journal of Materials Science and Engineering*, **3**: 224-31.

- Witucki, G.L. (1993). A Silane Primer: Chemistry and Applications of Alkoxy Silanes. *Journal of Coatings Technology*, **65**: 57–60.
- Yaman, C., Maraşoğlu, M., (1998). Bor minerali atıklarından üretilen camsı maddenin olası kullanım alanları. 4.Seramik Kongresi, Anadolu Üniversitesi, Eskişehir, 97-102.
- Yazıcı, D.T., Çetinkaya, H. (2018). Evoulution of Borone industrial solid waster in composite materials. *Composite Interfaces*, **25**: 13-25.
- Wang, Y., Lee, W.C. (2003). Characterization and treatment of calcium carbonate: A comparative study. *Polymer Composites*, **24**: 119–131.
- Yoğurtcuoğlu, E., Uçurum, M. (2011). Surface modification of calcite by wet-stirred ball milling and its properties. *Powder Technology*, **214**: 47–53.
- Yoshihara, I., Pieper, W. (1999). Hybridization technology for surface modification of powders without binders. *Swiss Pharma*, **6**: 21.
- Yusoff, S.M., Ahmad, M.S.B., Akil, H.M., Ariffin, K.S., Ariffin, A. (2010). Contact angle of untreated-treated kaolin and its correlation with the mechanical properties of PP–kaolin composites. *Journal of Reinforced Plastics and Composites*, **29**: 3442–3449.
- Zeki, A. (1985). Etibank Boraks Fabrikası Atıklarından, Ham Boraks, Saf Boraks, Borik Asit, Perborat Üretim Şartlarının Araştırılması. Lisans Tezi, İstanbul Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul.
- Zhang, F., Zhang, H., Su, Z. (2007). Surface treatment of magnesium hydroxide to improve its dispersion in organic phase by the ultrasonic technique. *Applications of Surface Science*, **253**: 7393–7397.
- Zhang, Y., Fang, F., Wang, C., Wang, L., Wang, X., Chu X., Li, J., Fang, X., Wei, Z., Wang, X. (2014). Hydrophobic modification of ZnO nanostructures surface using silane coupling agent. *Polymer Composites*, **6**: 1204–1211.
- Zhou, X., Fan, Z., Jin, D., Qiu, H., Yang, J. (2013). Comparative study of the modification of mineral powder by titanate and stearic acid and preliminary investigation for their mechanism. *Journal of Materials and Applications*, **2**: 29–32.

İnternet Kaynakları

- 1) <https://www.brb-international.com/uploads/products/brb-silanes-presentation.pdf>, 01.08.2019
- 2) <http://www.famastechnology.com/famastechnology.com/ABOUT.html>, 01.08.2019
- 3) <http://www.kologlugroup.com/pdf/kalipsilikonlari/Poltem-RTV-2-Kalip-Silikonu-620.pdf>, 01.08.2019
- 4) <https://tuam.aku.edu.tr/termal-analiz>, 01.08.2019

ÖZGEÇMİŞ

Adı Soyadı : Oğuzhan EVCİN
Doğum Yeri ve Tarihi : Akşehir - 24.04.1991
Yabancı Dili : İngilizce
İletişim (Telefon/e-posta) : (+90 507 278 94 06 / oguzevcin@gmail.com)

Eğitim Durumu (Kurum ve Yıl)

Lise : Afyon Milli Piyango Anadolu Lisesi, (2005-2010)
Lisans : Afyon Kocatepe Üniversitesi, Malzeme Bilimi ve Mühendisliği Bölümü, (2010-2015)
Yüksek Lisans : Afyon Kocatepe Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Anabilim Dalı, (2016-2019)

Çalıştığı Kurum/Kurumlar ve Yıl : Efes Metalurji (2015-2016)
Gürel Mermer (2016)

Yayınları (SCI ve diğer) : Oğuz EVCİN, Atilla EVCİN, Nalan Çiçek BEZİR, İskender AKKURT, Kadir GÜNOĞLU and Bahri ERSOY, Production of Barite and Boroncarbide Doped Radiation Shielding Polymer Composite Panel, 2nd International Conference on Computational and Experimental Science and Engineering, (ICCESSEN-2015) 14-19 October 2015, p 428, ANTALYA-TURKEY

O. Evcin, A. Evcin, N.Ç. Bezir, İ. Akkurt, K. Günoğlu, B. Ersoy, *Production of Barite and Boroncarbide Doped Radiation Shielding Polymer Composite Panels*, ACTA PHYSICA POLONICA A, Vol. 132 (2017) page 1145-1148, <https://doi.org/10.12693/APhysPolA.132.1145>