

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



**MODİFİYE EDİLMİŞ SİLİKA İLE HAZIRLANAN
POLİPROPİLEN KOMPOZİT FİLMLEİN SENTEZİ VE
KARAKTERİZASYONU**

YÜKSEK LİSANS TEZİ

HASAN ÇETİN

BALIKESİR, MAYIS - 2015

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



**MODİFİYE EDİLMİŞ SİLİKA İLE HAZIRLANAN
POLİPROPİLEN KOMPOZİT FİMLERİN SENTEZİ VE
KARAKTERİZASYONU**

YÜKSEK LİSANS TEZİ

HASAN ÇETİN

BALIKESİR, MAYIS - 2015

KABUL VE ONAY SAYFASI

Hasan ÇETİN tarafından hazırlanan “**MODİFİYE EDİLMİŞ SİLİKA İLE HAZIRLANAN POLİPROPİLEN KOMPOZİT FİMLERİN SENTEZİ VE KARAKTERİZASYONU**” adlı tez çalışmasının savunma sınavı 03 Haziran 2015 tarihinde yapılmış olup aşağıda verilen jüri tarafından oy birliği / oy çokluğu ile Balıkesir Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Kimya Anabilim Dalı Yüksek Lisans Tezi olarak kabul edilmiştir.


Jüri Üyeleri

İmza

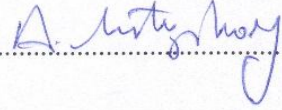
Danışman
Prof. Dr. Özkan DEMİRBAŞ



Üye
Prof. Dr. Akın AZİZOĞLU



Üye
Yrd. Doç. Dr. Aydın TÜRKYILMAZ



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

Fen Bilimleri Enstitüsü Müdürü

Doç. Dr. Necati ÖZDEMİR



Bu tez çalışması Balıkesir Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Birimi (BAP) tarafından 2015/203 no'lu proje ile desteklenmiştir.

ÖZET

MODİFİYE EDİLMİŞ SİLİKA İLE HAZIRLANAN POLİPROPİLEN KOMPOZİT FİLMLEİN SENTEZİ VE KARAKTERİZASYONU

YÜKSEK LİSANS TEZİ

HASAN ÇETİN

BALIKESİR ÜNİVERSİTESİ FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

KİMYA ANABİLİM DALI

(TEZ DANIŞMANI: PROF. DR. ÖZKAN DEMİRBAŞ)

BALIKESİR, MAYIS - 2015

Gelişen teknolojinin bir sonucu olarak ihtiyaçların artması ile kompozit malzemelerin üretimine başlamıştır Bugün bile bu malzemelerin iyileştirme çabaları devam etmektedir. Farklı oranlarda matris ve dolgu karışımları ile bir kompozit üretiminde çeşitli avantajlar elde edilmektedir. Son yıllarda farklı bileşen ve özelliklere sahip kompozit malzemelerin sentezi ve karakterizasyonlarında da önemli bir artış yaşanmaktadır. Bu çalışmada; polipropilen-kil kompozitlerinin; sentezi, karakterizasyon teknikleri ve mekanik özellikleri araştırıldı. Ekstrüzyon yöntemi ile polipropilen/silika kompozit filmleri sentezlendi. Oksit mineraline, polimer matrisi ile yüzey etkileşimi artırmak için modifikasyon işlemi uygulandı. Modifiyer maddeler benzil trimetil amonyum klorid (BTMAC), hegzadesil trimetil amonyum bromür (HTAB) ve benzoilklorürdür. Polimer/oksit minerali ve polimer/modifiye oksit minerali şeklinde sentezlenen kompozit filmler; Fourier dönüşümlü infrared spektrofotometresi (FTIR), X-ışını kırınımı (XRD) ve termogravimetre (TG) ile karakterize edildi. Seçilen bazı kompozitlerin morfolojik yapıları taramalı elektron mikroskobu (SEM) ile incelendi. Çekme-germe testi ve dinamik mekanik analizi (DMA) ile mekanik özellikleri incelendi. Sonuç olarak, benzoilklorür ile modifiye edilen kompozitlerin daha iyi etkileştiği görüldü. Ayrıca %1 ve %2,5 oranlarında elde edilen kompozitlerin mekanik testlerinde saf PP'ye göre mukavemetin daha yüksek olduğu görüldü.

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

ABSTRACT

THE CHARACTERIZATION AND SYNTHESIS OF POLYPROPYLENE COMPOSITE FILMS PREPARED WITH MODIFIED SILICA

MSC THESIS

HASAN ÇETİN

**BALIKESİR UNIVERSITY INSTITUTE OF SCIENCE
CHEMISTRY**

(SUPERVISOR: PROF. DR. ÖZKAN DEMİRBAŞ)

BALIKESİR, MAY 2015

With the increase of needs as a result of developing technology has started production of composite materials. Even today these materials are being continued improvement efforts. Various advantages in producing a composite with the matrix and filler mixtures in different proportions are obtained. Recently, different components and different properties of composite materials have been in an important development of the synthesis and characterization. In this study, polypropylene-clay composites; synthesis, characterization techniques and mechanical properties were investigated. Polypropylene / silica composite film was synthesized with extrusion process. The oxide minerals was applied the modification process to increase the surface interaction with the polymer matrix. Modified agents, benzyl trimetil ammonium klorid, (BTMAC), hekza desil trimetil amonyum bromide (HTAB) and benzoylchloride. Synthesized composite films as the polymer / oxide mineral and the polymer /modified mineral oxide were characterized with fourier transform infrared spectrophotometer (FTIR), X-ray diffraction (XRD) and thermogravimetry (TG). Selected morphology of some composites were analyzed with scanning electron microscope (SEM). The mechanical properties were investigated with tensile testing and dynamic mechanical analysis (DMA). As a result, the benzoyl chloride with modified composite was seen as a better interaction. Also %1 and %2,5 of the composites obtained mechanical tests, the resistance compared to pure PP was observed higher.

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

İÇİNDEKİLER

Sayfa

ÖZET	i
ABSTRACT	ii
İÇİNDEKİLER	iii
ŞEKİL LİSTESİ	v
TABLO LİSTESİ	vii
SEMBOL LİSTESİ	viii
ÖNSÖZ	ix
1. GİRİŞ	1
1.1 Endüstriyel Polimerler	1
1.1.1 Polipropilen, PP	2
1.1.2 Polietilen, PE	4
1.1.3 Polistiren, PS	6
1.1.4 Polivinilklorür, PVC.....	7
1.1.5 Poliesterler	7
1.1.6 Poliamidler, PA (Naylonlar).....	9
1.2 Kil Mineralleri	10
1.2.1 Kil Minerallerinin Yapısı	11
1.2.2 Silika.....	12
1.2.3 Diatomit.....	13
1.2.4 Bentonit	14
1.2.5 Perlit	14
1.3 Modifikasyon	15
1.3.1 Modifiyer Maddeler.....	15
1.3.2 Silan Grupları İçeren Bileşikleri.....	16
1.4 Kompozit Malzemeler	18
1.5 Literatür Özeti	19
1.6 Çalışmanın Amacı.....	24
2. MATERYAL VE YÖNTEM	25
2.1 Materyaller	25
2.2 Polimer/Silika Minerali İçeren Kompozit Filmlerin Hazırlanması	26
2.3 Oksit Mineralinin Modifikasyonu.....	29
2.3.1 BTMAC ile Modifikasyon İşlemi	29
2.3.2 HTAB ile Modifikasyon İşlemi.....	30
2.3.3 BK ile Modifikasyon İşlemi	30
2.4 Kompozit Karakterizasyonu	31
3. BULGULAR	32
3.1 FTIR Analizleri	32
3.1.1 PP/Silika İçeren Kompozit Filmlerin FTIR Analizleri.....	32
3.1.2 PP/MS İçeren Kompozit Filmlerin FTIR Analizleri	34

3.2	XRD Analizleri	38
3.2.1	PP/MS-BTMAC İçeren Kompozit Filmlerin XRD Analizleri.....	38
3.2.2	PP/MS-HTAB İçeren Kompozit Filmlerin XRD Analizleri	39
3.2.3	PP/MS-BK İçeren Kompozit Filmlerin XRD Analizleri.....	40
3.3	TG/DTA/DTG Analizleri.....	41
3.3.1	Saf PP'nin TG/DTA/DTG Analizleri.....	41
3.3.2	PP/Silika ve PP/MS İçeren Kompozit Filmlerin TG/DTA/DTG Analizleri	41
3.4	SEM Görüntüleri.....	46
3.4.1	PP/Silika ve PP/MS İçeren Kompozit Filmlerin SEM Görüntüleri	46
3.5	Mekanik Test Sonuçları	50
3.6	DMA Analizleri	53
4.	SONUÇ VE ÖNERİLER	56
4.1	FTIR-ATR Analizleri.....	56
4.1.1	PP/Silika İçeren Kompozit Filmlerinin FTIR Analizleri	56
4.1.2	PP/MS İçeren Kompozit Filmlerinin FTIR Analizleri	57
4.2	XRD Analizleri	58
4.2.1	PP/Silika ve PP/MS-BTMAC İçeren Kompozit Filmlerinin XRD Analizleri.....	58
4.2.2	PP/Silika ve PP/MS-HTAB İçeren Kompozit Filmlerinin XRD Analizleri.....	59
4.2.3	PP/Silika ve PP/MS-BK İçeren Kompozit Filmlerinin XRD Analizleri.....	59
4.3	TG/DTA Analizleri.....	60
4.4	SEM Analizleri	60
4.5	Mekanik Test Analizleri	61
4.6	DMA Analizleri	62
4.7	Sonuçlar	62
5.	KAYNAKLAR.....	64

ŞEKİL LİSTESİ

	<u>Sayfa</u>
Şekil 1.1: Polipropilen yapısı.....	2
Şekil 1.2: İzotaktik Polietilen	3
Şekil 1.3: Ataktik Polietilen.....	4
Şekil 1.4: Sindiotaktik polipropilen.....	4
Şekil 1.5: Etilenin Polimerizasyonu	5
Şekil 1.6: Farklı polietilen türlerine ait molekül yapıları	5
Şekil 1.7: Polistirenin polimerizasyonu	6
Şekil 1.8: Polivinilchlorür oluşumunun şematik gösterimi	7
Şekil 1.9: Poliesterin genel formülü	8
Şekil 1.10: Nylon 66 oluşumunun şematik gösterimi.....	9
Şekil 1.11: Silikanın yapısı.....	11
Şekil 1.12: Yüzey aktif maddelerinin yüzeye adsorpsiyonu	17
Şekil 1.13: Benzoilchlorür oluşumunun şematik gösterimi	18
Şekil 2.1: a) Benziltrimetilamonyumchlorür (BTMAC) b) Benzoilchlorür (BK) c) Hekzadesiltrimetilamonyumbromür (HTAB).	25
Şekil 2.2: Kompozit film sentezinde kullanılan ekstruder cihazı	27
Şekil 2.3: Çalışmada kullanılan diğer ekstruder cihazı	28
Şekil 2.4: BTMAC ile silika mineralinin modifikasyonu.....	29
Şekil 2.5: HTAB ile silika mineralinin modifikasyonu	30
Şekil 2.6: BK ile silika mineralinin modifikasyonu	31
Şekil 3.1: PP/Silika kompozit filmlerinin FTIR spektrumları.....	33
Şekil 3.2: PP/MS-BTMAC kompozitlerinin FTIR spektrumları.....	35
Şekil 3.3: PP/MS-HTAB kompozitlerinin FTIR spektrumları	36
Şekil 3.4: PP/MS-BK kompozitlerinin FTIR spektrumları	37
Şekil 3.5: PP/MS-BTMAC kompozitlerinin XRD desenleri.....	38
Şekil 3.6: PP/MS-HTAB kompozitlerinin XRD desenleri	39
Şekil 3.7: PP/MS-BK kompozitlerinin XRD desenleri	40
Şekil 3.8: Saf PP'nin TG/DTA/DTG eğrileri	41
Şekil 3.9: %1 PP/Silika kompozit filminin TG/DTA/DTG eğrileri	42

Şekil 3.10: %2,5 PP/Silika kompozit filminin TG/DTA/DTG eğrileri	43
Şekil 3.11: %1 PP/MS-BTMAC kompozit filminin TG/DTA/DTG eğrileri	43
Şekil 3.12: %2,5 PP/MS-BTMAC kompozit filminin TG/DTA/DTG eğrileri	44
Şekil 3.13: %1 PP/MS-HTAB kompozit filminin TG/DTA/DTG eğrileri	44
Şekil 3.14: %2,5 PP/MS-HTAB kompozit filminin TG/DTA/DTG eğrileri	45
Şekil 3.15: %1 PP/MS-BK kompozit filminin TG/DTA/DTG eğrileri.....	45
Şekil 3.16: %2,5 PP/MS-BK kompozit filminin TG/DTA/DTG eğrileri.....	46
Şekil 3.17: Saf PP filminin SEM görüntüsü	47
Şekil 3.18: %1 PP/silika filminin SEM görüntüsü	47
Şekil 3.19: %2,5 PP/silika filminin SEM görüntüsü	47
Şekil 3.20: %1 PP/MS-BTMAC filminin SEM görüntüsü.....	48
Şekil 3.21: %2,5 PP/MS-BTMAC filminin SEM görüntüsü.....	48
Şekil 3.22: %1 PP/MS-HTAB filminin SEM görüntüsü.....	49
Şekil 3.23: %2,5 PP/MS-HTAB filminin SEM görüntüsü	49
Şekil 3.24: %1 PP/MS-BK filminin SEM görüntüsü	50
Şekil 3.25: %2,5 PP/MS-BK filminin SEM görüntüsü	50
Şekil 3.26: Saf PP ve PP/silika filmlerinin çekme testi sonuçları	51
Şekil 3.27: Saf PP ve PP/MS-BTMAC filmlerinin çekme testi sonuçları.....	51
Şekil 3.28: Saf PP ve PP/MS-HTAB filmlerinin çekme testi sonuçları	52
Şekil 3.29: Saf PP ve PP/MS-BK filmlerinin çekme testi sonuçları	52
Şekil 3.30: Saf PP'nin DMA eğrileri.....	53
Şekil 3.31: %2,5 PP/Silika filminin DMA eğrileri	54
Şekil 3.32: %1 PP/MS-HTAB filminin DMA eğrileri	54
Şekil 3.33: %2,5 PP/MS-HTAB filminin DMA eğrileri	55
Şekil 3.34: %1 PP/MS-BK filminin DMA eğrileri.....	55

TABLO LİSTESİ

	<u>Sayfa</u>
Tablo 1.1: Eritme yöntemiyle yapılan kompozit ve nanokompozit sentezlerinin literatürdeki bazı çalışmalar.....	20
Tablo 1.2: Çözelti ortamında etkileştirme yöntemiyle yapılan kompozit ve nanokompozit sentezlerinin literatürdeki bazı çalışmalar.....	21
Tablo 1.3: Yerinde polimerleşme yöntemiyle yapılan kompozit sentezlerinin literatürdeki bazı çalışmalar.....	22

SEMBOL LİSTESİ

Sembol adı	Tanımı
PP	: Polipropilen
PE	: Polietilen
PS	: Polistiren
PVC	: Polivinil klorür
ABS	: Akrlonitril – butadien – stiren kopolimeri
PA	: Poliamid
KMK	: Kritik misel konsantrasyonu
CEC	: Katyon Değişim Kapasitesi
BTMAC	: Benziltrimetilamonyum klorür
HTAB	: Hekzadesiltrimetilamonyumbromür
BK	: Benzoil klorür
MS	: Modifiye edilmiş silika
MS-BTMAC	: Benziltrimetilamonyum klorür ile modifiye edilmiş silika
MS-HTAB	: Hekzadesiltrimetilamonyumbromür ile modifiye edilmiş silika
MS-BK	: Benzoil klorür ile modifiye edilmiş silika
FTIR	: Fourier dönüşümlü kızıl ötesi spektrometresi
PLM	: Polarize Işık Mikroskobu
DSC	: Diferansiyel taramalı kalorimetri
XRD	: X-ışınları kırınımı
TG	: Termogravimetri
SEM	: Taramalı elektron mikroskobu
DMA	: Dinamik mekanik analiz
UV	: Ultra viyole
TEM	: Taramalı elektron mikroskobu
PET	: Polietilen Tereftalat
PEVA	: Poli(etilen-co-vinilasetat)
PEMA	: Poli (etilen metakrilat)
HEMA	: Poli (hidroksil metakrilat)
PMMA	: Polimetilmetakrilat
3-APTS	: 3-aminopropiltrioksilan
PANI	: Polianilin
NMP	: 1-Metil-pirrolidon
PVA	: Polivinil alkol
MWCNT	: Çok duvarlı karbon nanotüp
AINB	: Azobisizobütronitril
DVB	: Divinil benzene
MMA	: Metilmetakrilat
MMT	: Montmorillonit
PLA	: Polilaktasit
WEG	: Su emme indeksi
DMSO	: Dimetil sülfoksit

ÖNSÖZ

Yüksek lisans tez danışmanlığımı üstlenerek araştırma çalışmamın planlanmasında ve yürütülmesinde, çalışmamın her aşamasında bilgi ve deneyimleriyle bana yol gösteren tez danışmanım Prof. Dr. Özkan DEMİRBAŞ'a sonsuz teşekkür ediyorum.

Lisans ve Yüksek Lisans eğitimim boyunca desteklerini esirgemeyen ve tez çalışmam boyunca tüm sıkıntılarında yardımcı olan Laborant Mevlüt ALNIAÇIK'a teşekkürlerimi sunarım.

XRD analizlerin yapılmasında yardımlarını esirgemeyen Balıkesir Üniversitesi Temel Bilimler Araştırma ve Uygulama Merkezi XRD cihaz sorumlusu Prof. Dr. Halil GÜLER'e ve cihaz görevlileri İhsan YEŞİL ve Doğukan YILMAZ'a teşekkürlerimi sunarım.

Mekanik analizlerin yapılmasında yardımlarını esirgemeyen Balıkesir Üniversitesi Merkez Araştırma Laboratuvarı'nda görevli Metin GÜL'e teşekkürlerimi sunarım.

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

Tez çalışmalarım boyunca bilgi ve tecrübenin yanında hayatın bana kazandırdığı manevi kardeşim Onur ULUS'a teşekkürlerimi sunarım.

Her zaman yanımda olup maddi manevi desteklerini esirgemeyen ve bugünlere gelmemde en büyük destekçilerim olan annem Ganime ÇETİN'e, babam Şaban ÇETİN'e, ablam Zeynep Sağdıç'a ve abim Emin ÇETİN'e sonsuz teşekkür ediyorum.

Balıkesir, 2015

Hasan ÇETİN

1. GİRİŞ

Endüstriyel ihtiyaçların gelişmesiyle iyileştirilmiş malzemelere olan ihtiyaç gün geçtikçe hızla artmaktadır. Yüksek dayanım, yüksek ısıl sönümlenme özelliği, yüksek ısıl deformasyon sıcaklığı, kolay üretilebilirlik ve düşük fiyatlar nedeniyle kompozit malzemeler daha çok ilgi çekmektedir. Günümüzde kompozit malzemeler taşıma, paketlenme, depolama ve elektronik gibi çeşitli sektörlerde kullanılmaktadır. 1950'li yıllarda çalışmalar başlamış ve ilk olarak 1989 yılında Toyota Araştırma Grubu'nun naylon6/kil nanokompozitlerini elde ederek ürünün termal kararlılığını büyük oranda artırması ile polimer/kil kompozitleri büyük bir ilgi görmüştür.

Kil mineralleri küçük tanecik boyutu ve tabakalar arası mesafesinin artırılabilmesinden dolayı nanokompozitlerde ve polimerlerde dolgu maddesi olarak kullanılmaktadır. Kil, polimerlerin termal, mekanik ve yanmazlık özelliklerini geliştirirken gaz geçirgenliğini de azaltmaktadır. Kolay elde edilebilir olması, iyon değişim kapasitesi, yüzey alanı, işlenebilirlik özelliklerinin fazla olması ve maliyetin düşük olması killerin polimer kompozitlerde kullanılmalarının tercih sebepleri arasındadır. Değişik türlerde kil yapıları bulunmaktadır [1].

1.1 Endüstriyel Polimerler

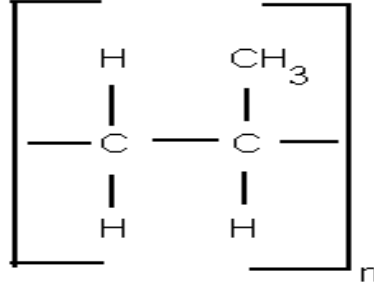
Polimerler, hayatımızda büyük bir öneme sahiptir. Tekstil, ambalajlama, yapı ürünleri, taşıma araçları, sağlık ve daha birçok farklı sektörde yaygın bir şekilde kullanılmaktadır.

Polimer gelişimi 1930'lu yıllarda başlamış ve günümüzde de hızla gelişerek devam etmektedir. Teknoloji ilerledikçe daha farklı polimer tipleri bulunmakta ya da mevcut polimerlerin özellikleri geliştirilmektedir. Geliştirme yollarından biri ise polimer kompozit malzemelerdir. Bilim insanları, polimerlerin özelliklerini iyileştirmek için yapıya farklı parçacıklar katarak sertlik, bariyer özellikleri, yanma direnci, esneklik gibi özelliklerin iyileşmesini sağlamıştır [2].

1.1.1 Polipropilen, PP

Polipropilen, 1954 yılında G.Natta tarafından propilenin polimerizasyonu sırasında metal alkil/metal tuzları tipi katalizörlerin bir stereospesifik etkisi olduğunu keşfetmesiyle bulunmuştur. İlk kez 1957’de “Motecatini” tarafından endüstriyel kullanıma sunulmuştur. 1968’lere kadar kullanım alanlarının artması ve maliyetinin düşürülmesini sağlayan çalışmalar sürmüş ve bu tarihten sonrada üretim ve kullanımı hızla artmıştır [3].

Monomer propilenin moleküler yapısı $CH_2 = CH-CH_3$ şeklindedir. Ziegler-Natta katalizörleri olarak bilinen $TiCl_3$ katalizörü etkisinde aradaki çift bağ açılarak açık kalan uçlara $-CH_3$ ve $-H$ radikallerinin bağlanmasıyla polimer oluşur. Oluşan zincirin sonuna $-H$ radikali bağlandığı zaman zincir oluşumu sonlanır [4].



Şekil 1.1: Polipropilenin yapısı.

Polipropilen, propilen monomerinin, kontrol edilen ısı ve basınç altında koordinasyon katalizörleriyle polimerleştirilmesiyle elde edilir. Kimyasal solventlere karşı aşırı derecede dirençlidir [2].

Polipropilen, mutfak eşyası, halat, otomobil tamponu, çeşitli paketleme uygulamaları ve medikal sektörde birbirinden farklı amaçlar için kullanılır. Yapısı gereği polar grup içermez ve hidrofobik yapıya sahiptir [1].

Polipropilen’in bazı avantajları aşağıda verilmektedir.

- düşük yoğunluk
- düşük fiyat
- mükemmel kimyasal dayanım

- yüksek erime noktası
- iyi bir rijitlik/tokluk dengesi
- birçok üretim metoduna uygun
- birçok özel çeşit oluşturabilme imkanı
- mükemmel dielektrik özellikleri

Polipropilen'in bazı dezavantajları da aşağıda yer almaktadır.

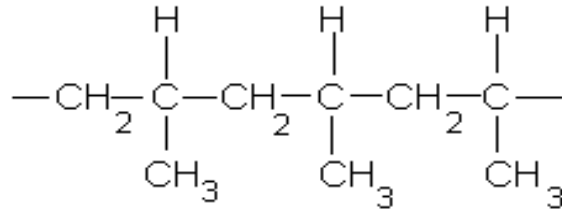
- yanmaya eğilim
- düşük sıcaklık kırılabilirliği
- orta düzeyde rijitlik
- baskı, boyama ve yapıştırma zorluğu
- düşük ultraviyole dayanımı
- düşük ekstrüder çıktısı (özellikle yumuşak/amorf malzemelere göre)
- kötü optik özellikler
- düşük eriyik dayanımı

Dezavantaj olarak sayılan özelliklerin çoğu uygun üretim metodu ve katkılar yardımı ile sorun olmaktan çıkartılabilir [5].

Polimer zincirlerinin konfigürasyonuna göre; izotaktik, ataktik ya da sindiotaktik şekilde olabilir [4].

1.1.1.1 İzotaktik Polipropilen

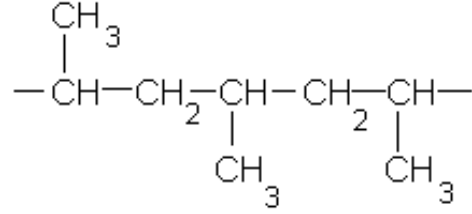
-CH₃ radikallerinin tümü üç boyutlu düzlemde tek bir tarafta sıralanırlar. Diğer düzlemde ise -H radikalleri vardır. Kristal yapıda bir polimerdir [4].



Şekil 1.2: İzotaktik Polipropilen.

1.1.1.2 Ataktik Polipropilen

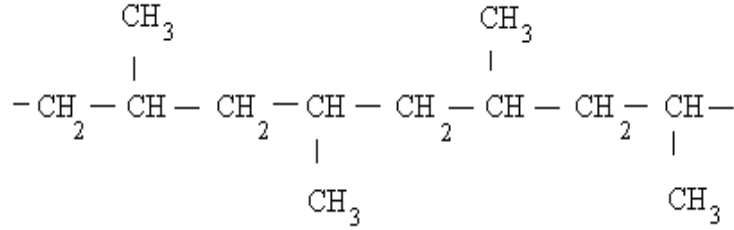
-CH₃ radikalleri üç boyutlu düzlemde rastgele sıralanmıştır. Amorf yapıda bir polimerdir ve heptan, hekzan gibi çözücülerde çözünürler [4].



Şekil 1.3: Ataktik polipropilen.

1.1.1.3 Sindiotaktik Polipropilen

-CH₃ radikalleri üç boyutlu düzlemde bir üstte bir altta yer alacak şekilde dizilirler. Kristal yapıdadır ve ksilende çözülür [4].



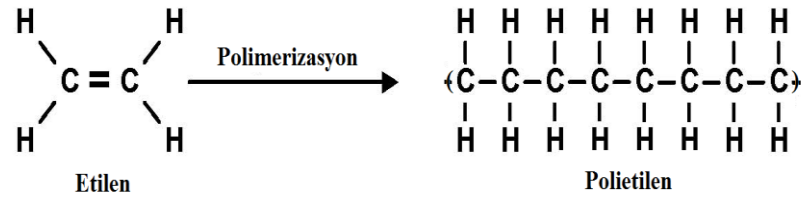
Şekil 1.4: Sindiotaktik polipropilen.

1.1.2 Polietilen, PE

Polietilen termoplastikler arasında en çok ve en geniş kullanıma sahip polimerdir. Mekanik dayanıklılığı, kolay işlenebilmesi, kimyasal dayanımı, aşınma direnci, elektriksel özellikleri, darbe dayanımı, düşük sürtünme katsayısı, sıfıra yakın nem absorpsiyonu ve düşük maliyeti en önemli avantajlarıdır.

Polietilenin laboratuvarındaki ilk keşfi 1898 yılında Hans von Pechmann tarafından diazometan bileşiğine ısı işlem uygularken yanlışlıkla gerçekleştirilmiştir.

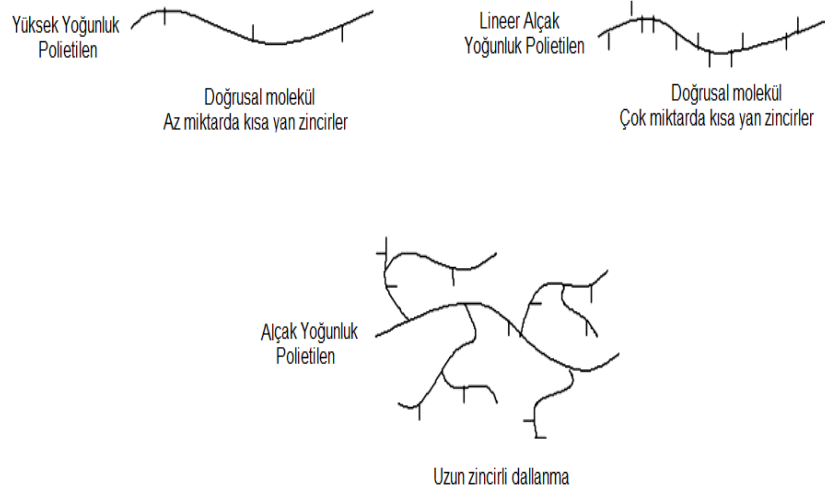
35 yıl sonra PE endüstriyel uygulaması da yanlılıkla yüksek ısı ve basınç işlemi uygularken gerçekleşmiştir. 1950'li yıllarda K. Ziegler'in düşük basınç altında polimerleşme tepkimesini gerçekleştirebilmesiyle, bu yöntem 1970'li yıllarda polietilenin bütün çeşitlerinde kullanılabilir hale getirilmiş ve kullanımı yaygınlaşmıştır. Polietilen farklı basınç ve sıcaklıklarda farklı ürün özellikleri olabilecek şekilde polimerleştirilir, geniş bir çeşitlilikte üretilmektedir. Üretilen PE çeşitlerinin mekanik özellikleri ve kimyasal dayanımı gibi faktörler bu malzemelerin çeşitli alanlarda kullanımını sağlar [6].



Şekil 1.5: Etilenin polimerizasyonu [7].

Polietilen sağlam, kimyasal solventlere karşı dayanıklı, dielektrik özellikleri üstün, çevre şartlarına dayanıklı ve kolay işlenebilir özelliktedir [8].

Polietilen yöntemine göre çok farklı çeşitlerde üretilebilmektedir. Üretim miktarlarına göre en önemli polietilen türleri Alçak Yoğunluk Polietilen, Lineer Alçak Yoğunluk Polietilen ve Yüksek Yoğunluk Polietilendir. Bu türlerin molekül yapıları Şekil 1.6' da verilmiştir [7].

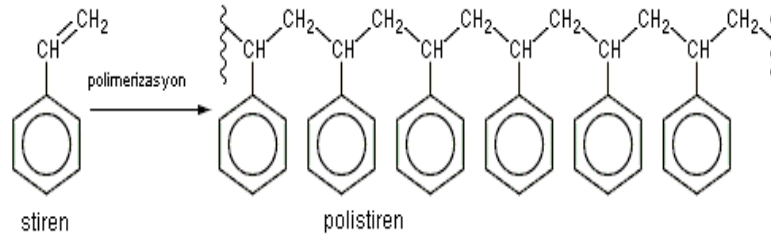


Şekil 1.6: Farklı polietilen türlerine ait molekül yapıları.

1.1.3 Polistiren, PS

Stiren, 145 °C’ de kaynayan ve bu sıcaklıkta başlatıcı olmadan hızla polimerleşen bir sıvıdır. Polistiren zinciri 750 ile 1300 monomer biriminden meydana gelen, 100°C’nin altında şeffaf ve katı, 100 °C’ nin üzerinde yumuşayıp akışkan hale dönüşen ve kolayca kalıplanıp şekillendirilebilen bir plastiktir [9].

Monomeri stiren'dir. Plastik endüstrisinde PS kısaltması ile kullanılır. PS, oda sıcaklığında katı halde bulunur. Fakat enjeksiyon veya ekstrüzyon yolu ile işlenirken yüksek sıcaklıklarda eriyik hale getirilir. Daha sonra soğutularak tekrar katılaştırılması sağlanır[10].



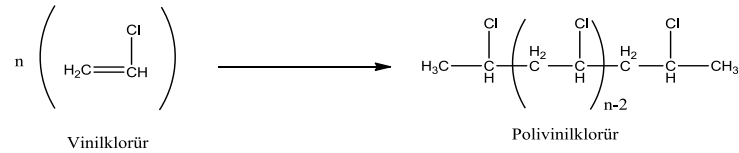
Şekil 1.7: Polistirenin polimerizasyonu [11].

UV ışınlarına iyi direnç gösterir, iyi darbe ve gerilme direnci, düşük fiyat ve işleme kolaylığı vardır. Asit alkali ve tuzlara karşı da üstün bir direnç gösterir. İzolasyon malzemesi olarak, ince cidarlı kaplarda, soğutma kulelerinde, boru köpük, kauçuk, çeşitli aletler, otomobil parçaları, paneller ve elektronik aletlerin plastik kısımlarında ve tek kullanımlık bardak, tabak, yoğurt kapları ve ayran kaplarında sıklıkla kullanılır [10].

Amorf polimer olan polistiren parlayan bir berraklık, sertlik, kolay işlenebilme ve çok iyi renklendirme kabiliyeti gibi dikkat çeken özelliklere sahiptir. Bu özelliklere bağlı olarak homopolimer ve kopolimer şeklinde üretilir. Homopolimer genel-amaçlı ve darbe mukavemetli; kopolimerler ise kristal berraklığında, darbe mukavemetli ve cam ile kuvvetlendirilmiş şeklinde üretilmektedirler [12].

1.1.4 Polivinilklorür, PVC

Uluslararası kısaltılmış ismi PVC olan polivinil klorür, oldukça geniş kullanım alanına sahiptir. Kimya endüstrisinde en değerli ürünlerden biridir. Dünya’da PVC’nin % 50’den fazlası yapı sektöründe kullanılır. Bina malzemesi olarak kullanılan PVC ucuzdur ve kolay monte edilebilir. Son yıllarda, PVC geleneksel yapı malzemeleri olan ahşap, beton ve kilin birçok alanda yerini almıştır. PVC’nin kullanım alanları arasında, kapı ve pencere profilleri, vinil cephe kaplaması, boru ve tesisat malzemeleri, elektrik kabloları, döşeme, hobi malzemeleri sayılabilir. Esnek ve ucuz olması nedeni ile malzeme su ve atık su endüstrisinde boru hatları için çok yaygın olarak kullanılır. PVC, monomer haldeki vinil klorürün polimerizasyonu ile üretilir [10].



Şekil 1.8: Polivinilklorür oluşumunun şematik gösterimi [13].

Vinil polimer ve kopolimerleri arasında polivinilklorür (PVC) en çok kullanılanıdır. PVC çeşitli yumuşatıcı, kuvvetlendirici stabilizatör, darbe değiştirici ve yağlayıcı maddelerle takviye edilerek değişik özelliklere sahip olarak elde edilir. Bu bakımdan rijid ve esnek olmak üzere iki önemli sınıf oluştururlar; ayrıca saydam ve opak gibi çeşitleri vardır. Bunun yanı sıra darbe ve yırtılma mukavemetini, eğilme sıcaklığını ve işleme kabiliyetini iyileştirmek için ABS, akrilik, poliüretan gibi polimerlerle harmanlanır [14].

1.1.5 Poliesterler

Poliester, genel olarak bir dialkol ile bir dikarboksilik asidin kondenzasyon ürünü olan uzun zincirli polimer olup, bu zincirde ester (-COO-) grubu çok sayıda tekrarlanır. Bu yüzden poliester ismini alırlar [15]. Esas olarak bir dialkol (etilen glikol) ile tereftalik asit yada dimetil tereftalat gibi bir dikarboksilik asitin esterleşmesi sonucu oluşan uzun zincirli polimere denir.

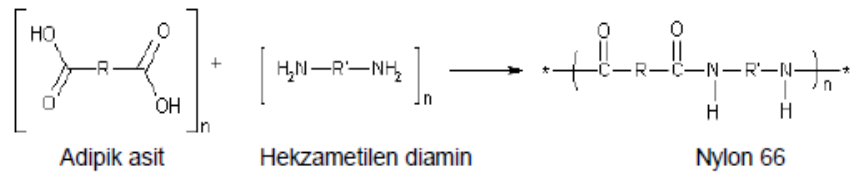
Poliester, doymuş ve doymamış tür olarak iki sınıfa ayrılır. Doymamış poliester cam tabakalarında veya cam liflerinde takviye malzemesi olarak kullanılır. Bunun dışında elektriksel ve mekanik dayanımı yeterli küçük elektriksel elemanlar yapmak için yaygın olarak kullanılır. Doymamış poliesterler fiber ve film yapımında kullanılır. Poliester fiber, elektriksel amaçlı kağıt, halı ve giysi yapımında kullanılır. Film poliester ise motor, kondansatör ve transformatörlerdeki kablo ve yalıtılmış tellerde kullanılır. Poliester film çoğunlukla kağıt yapımında kullanılır.

Endüstriyel frekanslarda poliesterin dielektrik kaybı çok düşüktür. Poliesterin dielektrik kaybı sıcaklık arttıkça azalır. Poliesterin hava koşullarına karşı direnci yüksektir. İyi dielektrik özelliklerine ve yüksek yüzeysel dayanımına sahip olup kimyasal etkilere karşı dayanıklı bir malzemedir [17].

1.1.6 Poliamidler, PA (Naylonlar)

Poliamid; 1928 yılında sentezlenen, öneminin anlaşılmadan 12 yıl kadar literatür yaprakları arasında kalmış, ancak İkinci Dünya Savaşı sırasında ipek kaynaklarının Japonya'nın elinde olması sebebiyle paraşüt yapamayan ABD tarafından çalışmalar canlandırılarak ipeğe alternatif olarak geliştirilmiş ve endüstrinin hizmetine sunulmuştur. Poliamid çeşitleri; sanayide ve piyasada Nylon 6, Nylon 66, Nylon 6.10 vb. şekilde adlandırılmaktadır. Bunların dayandığı noktalar poliamidin elde edilmesi sırasında kullanılan diasit ve diaminlerdeki karbon sayısıdır.

Poliamidler (PA) ya da naylonlar polimer zincirinin tekrarlanan bölümü olarak amid grubu içeren, kondenzasyon yolu ile sentezlenmiş lineer, termoplastik polimerlerdir [10].



Şekil 1.10: Nylon 66 oluşumunun şematik gösterimi

Naylonun özellikleri çeşitlerine bağlı olarak çok geniştir. Genelde bu malzemelerin çok iyi yorulma mukavemeti, düşük sürtünme katsayısı ve oldukça iyi darbe mukavemeti, iyi kimyasal dirençleri ve elektrik özellikleri vardır. Polimerizasyon sırasında kontrol edilebilen kristalinite derecesi naylonun rijitliğini, mukavemetini ve ısıya karşı dayanıklılığını etkiler. Genellikle düşük kristalinite derecesi tokluğu, uzamayı ve darbe mukavemetini yükseltir, fakat çekme mukavemetini ve rijitliğini azaltır [12,14].

Nylon 6 ve Nylon 66 poliamidleri, esnek ambalaj imalatında sıkça kullanılırlar. Ayrıca günlük hayatımızda kullandığımız; giysi, tayt, diş fırçası, misina, halı, hava yastığı, elektrik kabloları, otomobil parçaları, paraşüt, çadır gibi eşyalar da birer poliamid ürünüdür [10].

1.2 Kil Mineralleri

Kil, toprağın en küçük bileşeni olup, ince taneli mineraller içeren malzemelerdir. Kil minerali ise, boyutları 2 mikronun altında belirli bir kristal yapıya sahip; görünümü yaprak veya pul şeklinde olan, kile gerçek özelliğini veren, kilin gerçek bileşenidir. Kaolonit, smektit, sepiyolit gibi malzemeler önemli kil mineralidir. Önceleri amorf yapıda oldukları düşünülen kil minerallerinin 1930'da Hendricks ve daha sonra 1931'de Kelly tarafından X-ışınları cihazında yaptıkları çalışmalar sonrasında kristal yapıda oldukları anlaşılmıştır[18].

Kil, yapısı nedeniyle su çekme özeliğine sahiptir ve bu özeliğinden dolayı her zaman nemlidir. Kilin neminin uzaklaştırılması uzun ve titizlikle yapılması gereken bir işlemdir [2]. Killerin sıkı istiflenme, plastiklik ve hacimce genişleyip daralma gibi özellikleri, tabakalı yapısından kaynaklanmaktadır [1].

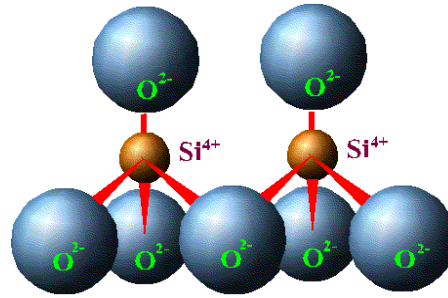
Kil mineralleri 2, 3 veya 4 tabakalı olabilir. Tabaka sayısına göre kil minerallerinin iç yüzeyi değişir. Tabakalı yapısından dolayı kil mineralleri su alınca şişer ve tabakalar birbirinden belirli mesafeye kadar uzaklaşır. Böylece kil minerallerinin yüzeyleri (iç yüzey) artmış olur [19].

İki tabakalı kil minerallerinde birim hücre, bir oktahedral ve bir tetrahedral katmandan oluşurken, üç tabakalı kil minerallerinde ise iki tetrahedral ve bir oktahedral katmandan oluşur. Karışık tipte olanlarda ise oktahedral ve tetrahedral katman sayısı farklı olabilir [20]. İki tabakalı kil mineralinde tabakalar arasındaki elektrik çekim kuvveti sebebiyle tabakaların aralarının açılması mümkün değildir [1].

1.2.1 Kil Minerallerinin Yapısı

Killerin özellikleri, büyük oranda kristal yapılarına bağlıdır. Kristal yapı üzerindeki çalışmalar birbirinden farklı iki yapısal birim ortaya çıkarmıştır. Yapı birimlerinden birincisi; merkezde Al, Fe veya Mg atomlarından biri, köşelerde ise merkez atomdan eşit uzaklıkta O veya OH iyonlarını içeren düzgün sekizyüzlü oktahedral yapıdır. Bu düzgün sekizyüzlüler birleşerek bir tabaka oluştururlar. Böylece oluşan tabaka içerisindeki atomlar eğer Al ise $Al_2(OH)_6$ formülü ile gösterilen gibsit veya alümina, Mg ise $Mg(OH)_6$ formülü ile gösterilen brusit ortaya çıkar.

Diğer yapı birimi, merkezde Si atomu köşelerde ise O veya OH iyonlarını içeren düzgün dörtyüzlü yani tetrahedral yapıdır. Bu düzgün dört yüzlüler altıgen biçimi sıralanarak silika adı verilen ve bileşimi $Si_4O_6(OH)_4$ olan bir tabaka oluştururlar.



Şekil 1.11: Silikanın yapısı.

Doğal halde, farklı özellikteki pek çok kil minerali genellikle birbiriyle karışmış halde bulunur. Bunlardan montmorillonit ve illit karışık halde bulunursa bentonit adını alır [21].

1.2.2 Silika

Bilinen elementler içinde oksijenden sonra en yaygın olarak bulunan silisyum (Si) pek çok oksit mineralinin yapısında yer alır. Silisyum temelde oksijen ile silika (SiO_2) ve çeşitli silikatları (SiO_2 bileşikleri) oluşturur. Silika; kristal ve kristal olmayan çok çeşitli yapılarıyla doğada bulunurlar.

Yerkabuğunda bilinen minerallerin % 25'i ve yaygın minerallerin de % 40'ı silikat mineralleri grubuna girer. Silikat grubu mineralleri, Si^{4+} katyonu ile etrafında yer alan dört O^{2-} anyonunun oluşturduğu, $(\text{SiO}_4)^{4-}$ temel formülü ile ifade edilen yapı taşlarının birbiriyle birleşmesiyle oluşurlar. [22].

1.2.2.1 Silikanın Bileşimi ve Özellikleri

Atmosfer basıncı ve oda sıcaklığında kararlı olan silika polimorfu hali daha yüksek sıcaklıklarda kuvars haline gelir. Kuvars mekanik etkenlerle aşınmaz ve su içinde çözünmez. Bu özellikleri sebebiyle de dünya üzerinde en çok bulunan moleküldür.

Kuvars (SiO_2), sertliği 7, özgül ağırlığı 2.85 g/cm^3 , erime sıcaklığı 1785°C olan ve yerkabuğunda en yaygın bulunan minerallerdendir. Kuvars saydam veya mat, renksiz veya beyaz, kırmızı, pembe, mavi, mor gibi farklı renklerde bulunabilir [23].

1.2.2.2 Silikanın Kullanım Alanları

Silikanın kendine has özellikleri ve doğada bolca bulunması gibi özellikleri nedeniyle endüstride geniş bir kullanım alanına sahiptir. İç sürtünmesinin düşük olması silikaya kaliteli bir özellik kazandırır. Ayrıca diğer silikat malzemelere göre çok yüksek termal genişleme katsayısına sahiptir ve kimyasal olarak son derece inerttir.

Silikanın endüstride en çok kullanıldığı yerler, cam ve seramik hammaddesi, elektronik ve optik endüstrisi olarak sıralanabilir [23].

Silikatlar; tetrahedral silikatlar (*Olivin*), çift tetrahedral silikatlar (*Akermanit*), zincir yapılı silikatlar (*Diopsit*, *Tremolit*), tabakalı silikatlar (*Talk*), halka silikatlar (*Tremolit*) ve kafes yapılı silikatlar (*Kuvars*) olarak yapılarına göre sınıflandırılırlar. Bu farklılık silikat tetrahedrallerinin farklı bileşimlerinden kaynaklanmaktadır. Ayrıca silikatların sınıflandırılması oksijen paylaşımına göre yapılmıştır [22].

1.2.3 Diatomit

Diatomit, algler sınıfından su canlıları olan diatomelerin silisli kabuklarının birikimiyle oluşmuş fosil karakterli bir sedimanter kayadır. Diatome, içinde yaşadığı çevrenin suyundan temin ettiği silisten yapılmış kabuk veya kavkı içinde yerleşmiş çok küçük bir protoplazmadır. Ölen diatomelerin dibe çökmüş kabukları zamanla birikerek diatomit yataklarını oluşturur. Diatome kavkısı amorf silis ($\text{SiO}_2 \cdot x\text{H}_2\text{O}$) yapısındadır [24].

Diatomitin rengi; beyaz, gri, sarı, esmerimsi ve yeşil olup organik madde içeriği diatomite renk verir. Az organik madde içeren diatomitlerde renk beyaz açık toz gri iken bu oranın %30'a kadar çıktığı yerlerde, koyu yeşil, gri, hatta siyah renklerde olabilir [25,26].

Diatomit, sanayide filtre ve süzme yardımcı malzemeleri, dolgu ve izolasyon malzemeleri, aşındırıcı, katalizör taşıyıcı, hafif yapı malzemesi gibi önemli kullanım alanlarına sahiptir. Ayrıca fonksiyonel dolgu işlemlerinde malzemenin özelliklerini geliştirerek performansını artırmak için kullanılmaktadır. Bunun için diatomitin hafiflik, dayanıklılık, kimyasal inörtlük, ısı-ses-elektrik izolasyon kabiliyeti, yüksek gözeneklilik ve emicilik özelliklerinden yararlanılmaktadır. Diatomit fonksiyonel dolgu işlemi için boya, plastik, lastik, kağıt, ilaç, kozmetik, cila, kibrit, diş macunu ve kimya sanayileri gibi alanlarda kullanılmaktadır [27].

1.2.4 Bentonit

Bentonit, en az %85 montmorillonit içeren yumuşak, koloidal özellikli bir alüminyum hidrosilikattır. Esas minerali montmorillonit olan killer için kullanılan bir isimdir. Su ile karıştırıldığında hacminin birkaç katı şişer. Yoğunluğu yaklaşık 2,5 g/cm tür. Bentonit volkanik külün yerinde ayrışmasıyla oluşur ve büyük oranda montmorillonit kil minerali içerir. Çokça su emip şişer.

Bentonit, sanayi, tarım, madencilik ve mühendislik jeolojisinde kullanılan çok yönlü bir kildir. Ticari olarak sondaj çamurunda, katalist, boya, plastik dolgu vb. alanlarda kullanılır. Düşük maliyeti ve ülkemizde bolca bulunuşu sebebiyle bentonite olan talep artar [28].

1.2.5 Perlit

Perlit asidik bir volkanik camdır. Perlit ismi bazı perlit tiplerinin kırıldığı zaman inci parlaklığında küçük küreler elde edilmesi nedeni ile inci anlamına gelen perle kelimesinden türetilmiştir. Perlit, ısıyla genleşme özelliği olan genleştirildiğinde çok hafif ve gözenekli bir hale geçen bir kayadır.

Ham perlitin rengi saydam açık griden parlak siyaha kadar değişir, genleştiğinde ise renk tamamen beyazlaşır. Perlitte en önemli özellik % 2 ile 6 oranında değişen içeriğindeki sudur ve bu su perlitin kararlılığını sağlamaktadır [29].

Perlit en yaygın inşaat sektöründe kullanılır. Perlit genellikle %70'den daha fazla silika içerdiği için adsorpsiyon özelliği gösterir. Kimyasal açıdan inert olduğu için birçok proseste süzme yardımcı maddesi olarak kullanılır. Genleşmiş perlit ise, bitki öldürücü ilaç, böcek öldürücü ve kimyasal gübreler için bir taşıyıcı olarak kullanılmaktadır. Genleşmiş perlit boyada, cilalamada, plastiklerde, reçinelerde ve kauçuklarda dolgu maddesi olarak ve kimyasal reaksiyonlarda katalizör olarak kullanılır [30].

1.3 Modifikasyon

Killer, organik polimer yapısı içerisinde dağılmazlar. Kil ve polimer yapısı arasındaki yüzey gerilim farkı, kil taneciklerinin polimer içindeki dispersiyonuna engel oluşturur. Bu nanokompozit içerisinde kullanmadan önce, kil için kimyasal modifikasyon gerekmektedir. Kilin, polimer yapısı içerisinde karışabilmesi için suya olan ilgisi (hidrofilite) azaltılmış, organik yapılara olan ilgisi (organofilite) yükseltilmiş olmalıdır [31].

Modifikasyon, çeşitli yollarla killerin yüzeyinin özelliklerinin değiştirilmesidir [32]. Kil mineralleri için uygulanabilen birçok yüzey modifikasyon yöntemi bulunur. Killere fiziksel adsorbsiyonla çeşitli organik moleküllerin tutturulması ve kil yüzeyine kimyasal olarak organik molekül bağlanması yaygın olarak kullanılan başlıca yöntemlerdir [33].

Kil tabakaları hidrofilik ve çoğu polimer hidrofobiktir. Polimer ve kilin etkileşimini arttırmak için; doğal kile katyonik organik gruplarla iyon değişimi işlemi uygulanarak hidrofilik tabaka yüzeyleri organofilik hale getirilir. Kilin katyon değiştirme kapasitesine (CEC, cation exchange capacity, meq/g) bağlı olarak, organik bileşiklerin suda ya da organik çözücülerdeki çözeltileri ile muamele edilerek iyon değişimi gerçekleştirilir [10]. Bu modifikasyondan sonra kil, organo kil olarak adlandırılır [34]. Organokil elde edilmesinde uygulanan başlıca işlem; kilin, katyonik yüzey aktif maddelerle iyon değiştirme reaksiyonları gerçekleştirilmesidir [31]. Bu işlem sırasında tabakaların yüzey enerjileri düşürülür, kil yüzeylerinin fizikokimyasal yapısı değişir. Aynı zamanda tabakalar arası doğal mesafe bir miktar (~0,9-1,0nm) açılır. Sonraki proses adımlarında, elde edilen organo-kil tabakaları arasına polimer zincirlerinin difüzyonu kolaylaştırılmış olur [34].

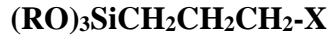
1.3.1 Modifiyer Maddeler

Modifikasyon işlemlerinde çeşitli modifiyer maddeler kullanılmaktadır. Modifiyer maddeler, modifiye edilecek yüzeye etki edebilecek şekilde seçilirler. Bu çalışmada modifiyer madde olarak silanlı bileşikler, yüzey aktif maddeler ve benzoilklorür (C_6H_5COCl) olarak seçilmiştir.

Genellikle uzun hidrokarbon zincirlerin sonunda bulunan amonyum iyonu kullanılır. Alkil amonyum iyonları, tabakalar arasında yerleşmiş iyonlarla çok kolay yer değiştirdikleri için daha çok tercih edilirler [34]. Organokil eldesinde kullanılan alkil amonyum tuzlarının üstünlükleri; farklı R grubuna sahip artı yük içermeleri, ucuz olmaları, birçok alkil amonyum katyonunun olması ve bunların kullanımı ile farklı yüzey özelliklerine sahip organokiller elde edilmesi gibi sıralanabilir [31].

1.3.2 Silan Grupları İçeren Bileşikler

Aynı molekülde organik ve inorganik olmak üzere iki tip reaktivlik içeren silikon bazlı kimyasallardır. Genel yapıları şu şekildedir:



RO; hidroliz grubu (metoksi, etoksi, asetoksi) ve X; amino, metakriloksi, epoksi gibi organo işlevsel grubu simgeler. Silan kaplama ajanı, inorganik malzeme (cam, metal veya mineral gibi) ile organik malzeme (organik 21 polimer, plastikler gibi) arasındaki arafazda önemli rol oynar [35].

Silanlar sayısız organik polimerlerle bağ yapabilme özelliğine sahiptir. Bu özellikleriyle organik bileşikler ile inorganik bileşikler arasında köprü görevini üstlenirler [36].

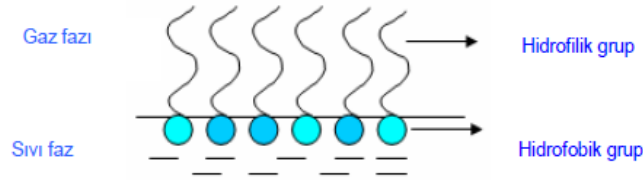
Kompozitlerde, doğru silan kaplama ajanı kullanımı ile çekme dayanımında ciddi bir artış gözlenebilir. Aynı zamanda silan kaplama ajanları yapışma ve kaplamaların bağ dayanımını, neme ve elverişsiz çevre koşullarına karşı direncini artırır. Silan kaplama ajanı kullanımının diğer yararları olarak; inorganik malzemelerin daha iyi ıslatabilmesi, düşük viskozite ve termoset kompozitlerde daha az katalizör kullanımı sayılabilir [35].

Silanlar tekstil sektörü, plastik sektörü, cam sektörü, conta üretim sektörü, sentetik reçine üretimi, boya sektörü vb. birçok sektörde kullanılmaktadır. Kumaşlarda pürüzsüz ve parlak yüzey elde edilmesinde silandan faydalanılmaktadır. Cam sektöründe ve diğer sektörlerde yüksek polimerizasyon özelliğinden dolayı dolgu maddesi olarak ve su itici özelliğinden faydalanılmaktadır. Özellikle sentetik

tutkallarda tutkalın yapışma özelliğini artırarak mekanik özelliklerin iyileştirilmesini ve bu sayede de su iticilik özelliklerinin de artmasını sağlamaktadır [36].

1.3.2.1 Yüzey Aktif Maddeler

Yüzey aktif maddeleri (**Surface Active Agent**) yani surfaktantlar; yapılarında suyu seven hidrofilik bir baş grup ve suyu sevmeyen hidrofobik bir kuyruk grubu içeren amfifilik yapıdaki moleküllerdir [37]. Genellikle yüzeye adsorplanma eğilimi gösterirler ve bu özellikleri sebebiyle yüzey aktif madde adını almışlardır [38].



Şekil 1.12: Yüzey aktif maddelerinin yüzeye adsorpsiyonu.

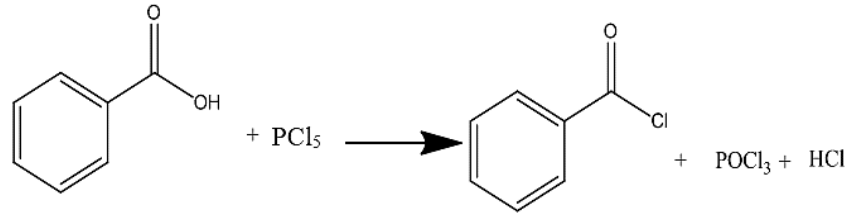
Su içerisinde kendi kendine organize olabilen yüzey aktif maddelerin en önemli karakteristik özelliği uzun hidrokarbon zincirlerine ve polar gruplarına sahip olmasıdır. Uzun hidrokarbon zinciri molekülün suyu sevmeyen (hidrofobik) kısmını teşkil eder ve yüzey aktif özelliği sağlar, polar grup ise molekülün suyu seven (hidrofilik) kısmını oluşturur ve suda çözünmeyi sağlar [39]. Yüzey aktif madde moleküllerinin hidrofobik kısımlar iç bölgede, hidrofilik kısımlar ise dış yüzeyde su ile temas halinde olacak şekilde meydana getirdikleri kümeler misel adını almaktadır.

Misel oluşumu yüzey aktif maddenin derişimi belli bir değeri aştığında gerçekleşir. Yüzey aktif madde molekülleri artık yüzeyde adsorplanacak yer bulamadıkları için çözeltinin içine doğru ilerleyerek misel oluştururlar. Bu şekilde misel oluşumunun başladığı derişim kritik misel konsantrasyonu (KMK) olarak adlandırılır ve çözelti içerisindeki maddenin monomerik ya da kümeleşmiş olmasına bağlı olan herhangi bir fiziksel özelliğin derişimle değişimi incelenerek tespit edilebilir. En yaygın olarak kullanılan teknikler yüzey gerilimi, bulanıklık, difüzyon, iletkenlik, ozmotik basınç, çözünürleştirme ve floresans yöntemleridir. KMK bu fiziksel özelliklerin yüzey aktif madde derişimine karşı grafiğe geçirilmesi halinde bir kırılma noktası olarak gözlenir [40].

Yüzey aktif maddeleri günümüzde kimya endüstrisinde, eczacılık, petrokimya, temizlik ürünleri, madencilik gibi birçok alanda kullanılmaktadır. Bu alanların yanı sıra biyoteknoloji, nanoteknoloji ve magnetik kayıt gibi yüksek teknoloji gerektiren alanlarda da yüzey aktif maddelerin kullanılması her geçen gün artmaktadır [37].

1.3.2.2 Benzoilklorür

Kaynama noktası 198°C olan benzoikasit ile fosforpentaklorür etkileşmesiyle elde edilen renksiz ve keskin kokulu bir sıvıdır. Kapalı formülü C_6H_5COCl şeklindedir.



Şekil 1.13: Benzoilklorür oluşumunun şematik gösterimi [41].

1.4 Kompozit Malzemeler

Kompozitler en az iki farklı malzemenin bir araya gelerek yapısal bir bütünlük oluşturduğu ve sonuçta kendisini oluşturan malzemelerden daha üstün mekanik ve fiziksel özelliklere sahip olan çok yönlü ürünlerdir [42].

Kompozit malzemeler matris ve takviye edici olmak üzere iki bileşenden oluşurlar. Takviye edici, kompozitin mekanik dayanıklılığında sorumludur. Matris bileşeni ise, takviye maddesini bir arada tutar. Ayrıca takviye ediciyi dış etkilere karşı korur, ayrıca kompozitin şeklini belirler. Genel olarak kompozit malzemelerde matris sünek, hafif ve düşük dayanımlı, takviye edici ise rijit, yüksek dayanım ve sertliğe sahip olmaktadır [43].

Kompozit malzemelerin avantajları ve dezavantajları aşağıdaki gibidir [44].

Kompozit Malzemelerin Avantajları;

- Farklı mekanik özellikler elde etmek için farklı katmanlardan ve farklı oranlardaki birleşimi ile kompozit malzeme üretilebilir.
- Kompozit malzemeler kimyasallara ve korozyona karşı dayanıklıdır.
- Karmaşık parçaların tek olarak üretilebilmesi ile parça sayısı azalırken, üretim süresi kısalmaktadır.
- Yüksek dayanıklılık/ yoğunluk oranı.
- Yüksek modül/ağırlık oranı.

Kompozit Malzemelerin Dezavantajları;

- Hammaddenin pahalı olması,
- Malzemenin kalitesi üretim yöntemlerinin kalitesine bağlı olması,
- Kompozitlerin kırılğan (gevrek) malzeme olmaları, kolaylıkla zarar görmeleri ve onarılmalarının yeni problemler yaratması,
- Malzemelerin raf ömürlerinin sınırlı olması ve bazı tür kompozitlerin soğutulmuş olarak saklanması zorunluluğu,
- Kompozitlerin onarılmadan önce çok iyi olarak temizlenmeleri ve kurutulmalarının zorunluluğu.

Uçak, helikopter, gemi gibi araçlarda, tıpta, spor aletlerinde, tekstil, otomotiv ve kimya endüstrisi gibi çok çeşitli alanlarda kompozit malzemelerin uygulamaları görülmektedir [45].

1.5 Literatür Özeti

Eritme yöntemiyle yapılan literatürdeki bazı çalışmalar Tablo 1.1’de gösterilmiştir. Bu yöntemdeki çalışmalar ekstruder cihazıyla yapılmıştır ve cihazın kovan sıcaklığı ve vida hızları genellikle belirtilmiştir. Kompozit ve nanokompozitlerin çeşitli karakterizasyon yöntemlerinin yanında mekanik testleri de yapılmıştır.

Çözelti ortamında etkileştirme yöntemiyle yapılan literatürdeki bazı çalışmalar Tablo 1.2’de gösterilmiştir. Bu yöntemle yapılan çalışmalarda çeşitli polimer ve dolgu maddeleri kullanılmıştır. Dolgu maddeleri genellikle modifiye

edilmiş killer kullanılmıştır. Çözücüler polimerlerin çözünürlük parametrelerine göre seçilmişlerdir. Genellikle magnetik karıştırıcılar ve ultasonik banyoda hazırlanmıştır. Kompozit ve nanokompozitler çeşitli yöntemlerle karakterize edilmişlerdir.

Yerinde polimerleşme yöntemiyle yapılan literatürdeki bazı çalışmalar Tablo 1.3'de gösterilmiştir. Monomerdan çıkılarak çeşitli başlatıcılar yardımıyla polimerizasyon sırasında çeşitli matris maddelerin eklenmesiyle gerçekleşmiş ve kompozit ve nanokompozitler sentezlenmiştir. Sentezlenen kompozit ve nanokompozitler çeşitli yöntemlerle karakterize edilmişlerdir.

G. Papageorgiou ve arkadaşları eritme yöntemi kullanarak polimer kompozitler elde etmişlerdir. Polimer matris olarak Polietilen Tereftalat (PET), dolgu maddesi olarak ise Kunipia ve Laponite kullanmışlardır. Modifiyer madde olarak ise heksadesiltrimetilamonyumbromür (HTAB) kullanmışlardır. Ekstruder cihazında 30 rpm hız ve 270⁰C sıcaklıkta %2,5 oranında filmler elde etmişlerdir. Elde edilen filmleri XRD, DSC, PLM analizleriyle karakterize etmişler [46].

L. Zu ve arkadaşları çözelti ortamında etkileştirme yöntemiyle Polipropilen (PP) ve silika kullanarak kompozitler sentezlemişlerdir. Çözücü olarak etanol kullanmış ve amonyum hidroksit ile 25 °C 24 saat karıştırarak modifiye etmişlerdir. Elde edilen kompozitleri SEM, TEM, TGA, DSC, XRD, NTA (nanopartikül izleme analizi) yöntemleriyle karakterize etmişlerdir [51].

A. Patole ve arkadaşları, Stiren monomerinden çıkılarak Azobisizobütronitril (AIBN) başlatıcı olarak kullanılmış ve polimerizasyon sırasında Çok duvarlı karbon nanotüp (MWCNT) ve grafen matris maddelerinin eklenerek kompozitler sentezlenmiştir. Bağlayıcı olarak Divinil benzen (DVB) kullanılmıştır. MWCNT' in grafen üzerine tutunabilmesi için SDS ve 1-pentol modifiyer olarak kullanılmıştır. Yağ banyosunda 85 ⁰C' de 4 saat boyunca karıştırılmış, daha sonra Ultrasonik banyoda 4 saat boyunca 0 °C sıcaklık ve Azot atmosferinde kurutulmuştur. Elde edilen kompozitler FT-IR, UV-Vis, SEM, TEM, DTA/TG, DSC, GPC, Micro-Raman yöntemleriyle karakterize edilmiştir [56].

Tablo 1.1: Eritme yöntemiyle yapılan kompozit ve nanokompozit sentezlerinin literatürdeki bazı çalışmaları.

Matris	Dolgu Maddesi 1	Dolgu Maddesi 2	Modifikasyon Yöntemi	Extruder hızı ve kovan sıcaklığı	% Karışımı	Karakterizasyon	Mekanik Testler	Ref.
Polietilen Tereftalat (PET)	Kunipia	Laponite	hekzadesiltrim etilamonyum bromür (HTAB)	30 rpm 270°C	2,5	XRD, DSC, PLM	-	[46]
Polipropilen (PP)	Chitosan (organokil)	-	Lignoselülozik fiber	50 rpm, 190°C	10, 20, 30, 40	SEM, TGA/DTG, DSC, FT-IR, GPC	Gerilme testi, darbe testi, elastikiyet modülü	[47]
Polietilen (PE)	Poli(etilen-co-vinilasetat) (PEVA)	Modifiye Montmorillonit	Oktadesil amonyum	60 rpm, 150°C	5	SEM, TEM, XRD	-	[48]
Polipropilen (PP)	Cloisite® 20A (MMT)	-	Kuarterner amonyum	120 rpm 170°C	1, 3, 5	WAXS, TG, TEM, DSC	-	[49]
Polilaktikasit (PLA)	Tapyoka nişastası (TS)	Cloisite 10A, Cloisite 25A, Cloisite 93A, Cloisite 15A	Kuarterner amonyum	120 rpm 120°C/150°C/ 170°C	3	XRD, SEM, DSC,	Elastikiyet, Su emme indeksi (WEG), suda çözünürlük indeksi	[50]
Polietilen (PE)	Poli(etilen-co-vinilasetat) (PEVA)	Modifiye Montmorillonit MTC18	Oktadesil amonyum iyonları	150°C	5, 10	FT-IR, SEM, TEM, XRD, TGA-DT	-	[48]

Tablo 1.2: Çözelti ortamında etkileştirme yöntemiyle yapılan kompozit ve nanokompozit sentezlerinin literatürdeki bazı çalışmaları.

Matris Maddesi	Dolgu Maddesi 1	Dolgu Maddesi 2	Çözücü	Modifikasyon İşlemleri	Karıştırıcı	Ultrasonik Banyo	Karakterizasyon	Ref.
Polipropilen (PP)	Silika	-	Etanol	Amonyum Hidroksit	25 °C 24 saat	-	SEM, TEM, TGA, DSC, XRD, NTA (nanopartikül izleme analizi)	[51]
Poli(etilen metakrilat) PEMA, Poli(hidroksil metakrilat) PHEMA	Modifiye sepiyolit	-	Dietil eter-etil alkol karışımı (1:1)	3-aminopropil trietoksil silan (3-APTS)	Magnetik karıştırıcı, oda sıcaklığı 2 saat	20 dk	FTIR-ATR, XRD, TEM, SEM, TG/DTG	[52]
Polianilin (PANI)	ZnO	-	1-Metil-pirrolidon (NMP)	Polivinil alkol (PVA)	1 saat	6 saat 70°C	UV, SEM	[53]
Polivinilalkol PVA	Sepiyolit	-	Distile Su	400°C, 600°C, 900°C'de kalsine edilmiş sepiyolit	Oda sıcaklığı, 2 saat	20 dk	FT-IR, SEM, TEM, TG/DTG, UV-Vis,	[54]
Poli(stiren-b-(etilen-co-butilen)-b-stiren) SEBS	Çok duvarlı karbon nanatüp (MWCNT)	-	100 ml toluen	-	-	1 saat	TGA, SEM	[55]

Tablo 1.3: Yerinde polimerleşme yöntemiyle yapılan kompozit sentezlerinin literatürdeki bazı çalışmaları.

Monomer	Polimerizasyon başlatıcı	Bağlayıcı Madde	Dolgu Maddesi	Modifikasyon işlemi	Karıştırıcı	Karakterizasyon	Ref.
Stiren	Azobisisobüronitril (AIBN)	Divinil benzen (DVB)	Çok duvarlı karbon nanotüp (MWCNT), grafen	MWCNT' in grafen üzerine tutunabilmesi için SDS ve 1-pentol	Ultrasonik banyo: 4 h, 0°C, Azot Atm, Yağ banyosu: 4 h, 85 °C	FT-IR, UV-Vis, Sem, Tem, DTA/TG, DSC, GPC, Micro-Raman,	[56]
Metilmetakrilat (MMA)	Azobisisobüronitril (AIBN)	Polimetilmetakrilat PMMA	Ag Nanoparçalar	Sodyum borhidrid (NaBH ₄), oleilamin ve kloroform	Ultrasonik banyo, Magnetik karıştırıcı: oda sıcaklığı gece boyu	UV-visible, DSC, TEM, TG, PDI, ¹ H NMR,	[57]
Metilmetakrilat (MMA)	1,1-azo-bis (1sikloheksan karbonitril)	-	ZnO	-	Ultrasonik banyo 20 dk Oda sıcaklığı	FT-IR,SEM, XRD,DTG, UV-visible, ¹ H NMR, DSC, STEM, 3D-DLS-SLS spektrometre	[58]
Vinil asetat	Benzoil peroksit	-	Kaolinit	Dimetil sülfoksit (DMSO)	Oda sıcaklığı, 24 saat	FTIR, WXR, TEM, DSC, TGA	[59]

1.6 Çalışmanın Amacı

Kompozit malzemeler üretimi eldeki mevcut malzemelerin tek başlarına teknoloji karşısında belli ihtiyaçlara cevap verememesi ile başlamış ve günümüzde de bu malzemelerin üretimi ve mekanik özellikleri üzerine araştırma ve geliştirme faaliyetleri genişleyerek devam etmiştir. Kompozit malzemelerin kullanımı ise uçak, otomotiv, gemi gibi araçlarda, tıpta, spor aletleri, tekstil ve kimya endüstrisi gibi çeşitli alanlarda görülmektedir.

Bu çalışmada; matris olarak polipropilen, dolgu maddesi ise silika olan kompozit filmler hazırlanacaktır. Matris olarak seçilen polipropilen, endüstride en çok kullanılan polimerlerden oluşu, ucuz maliyeti ve kolay işlenebilirliği gibi özellikleriyle tercih edilmiştir. Silika minerallerinin polimer matris ile yüzey etkileşimini arttırmak için BTMAC, HTAB ve benzoilklorür (BK) modifiyer maddeleri kullanılarak silikaya modifikasyon işlemi uygulanacaktır. Silika mineralinin modifikasyonu ile polipropilen-silika birlikteliğinin daha kuvvetli bir hale geleceği düşünülerek, polipropilen/MS kompozitlerinin termal ve mekanik özelliklerinin de karakterizasyonları yapılacaktır. Ayrıca, PP/silika ve PP/MS minerali şeklinde sentezlenen kompozit filmlerin termal ve mekanik özelliklerindeki değişimler incelenecektir.

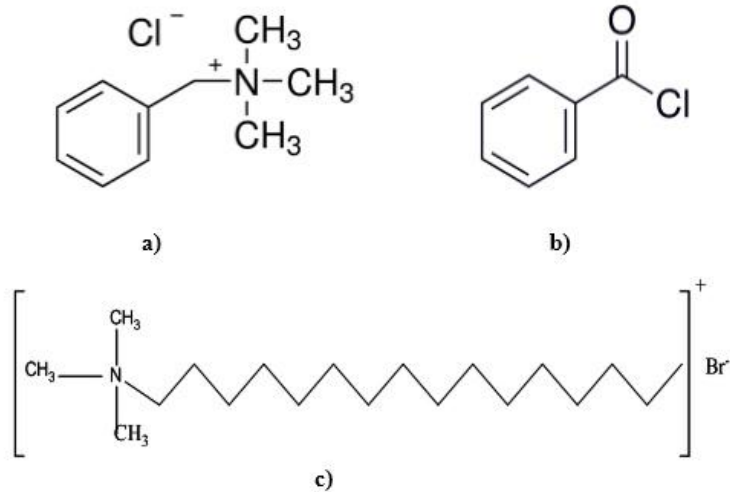
Yaygın olarak kullanılan polimerlerden biri olan polipropilen, polipropilen/silika ve polipropilen/MS şeklindeki kompozit filmlerinde kullanılacaktır. Kompozitteki bileşenlerin ucuz, kolay elde edilebilir ve uygulanan yöntemlerin basit olması da bu çalışmanın sürekli sistemlere uygulanabilirliği ve endüstriyel malzemelerde kullanılabilirliğinin artırılması amaçlanmıştır.

2. MATERYAL VE YÖNTEM

2.1 Materyaller

Kompozit filmlerin sentezinde matris olarak polipropilen (PP), dolgu maddesi olarak silika minerali kullanıldı. Çalışmada kullanılan polipropilen (PP) PETKİM şirketinden temin edildi. Silika ise ticari olarak satışı yapılan firmalardan satın alındı. Çalışma boyunca kullanılan silika mineralinin boyutu deneylerde kullanılmak üzere öğütme ve eleme ile 45-109 µm arasındaki tane boyutuna getirildi.

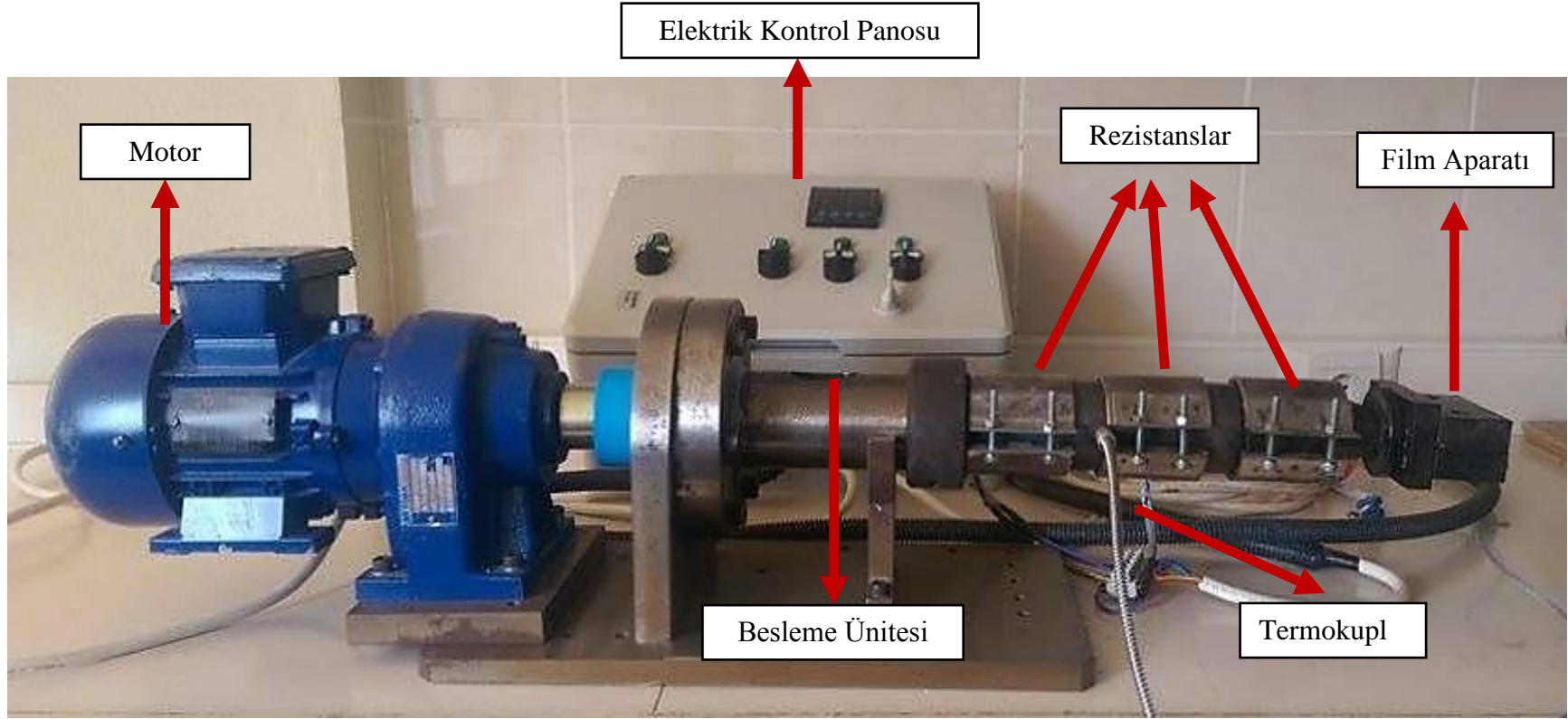
Kullanılan organik çözücüler aseton ve piridin olup; aseton; Merck, piridin ise Carlo Erba firmalarından temin edildi. Modifiyer madde olarak ise benzoilklorür (BK), benziltrimetilamonyumklorür (BTMAC) ve hegzadesiltrimetilamonyumbromür (HTAB) kullanıldı. Benzoilklorür (BK) ve benziltrimetilamonyumklorid (BTMAC); Sigma-Aldrich, hegzadesiltrimetilamonyumbromür (HTAB); Alfa Aesar firmalarından satın alındı. Çalışmada kullanılan modifiyer maddelerin açık yapıları şekil 2.1’de gösterildi.



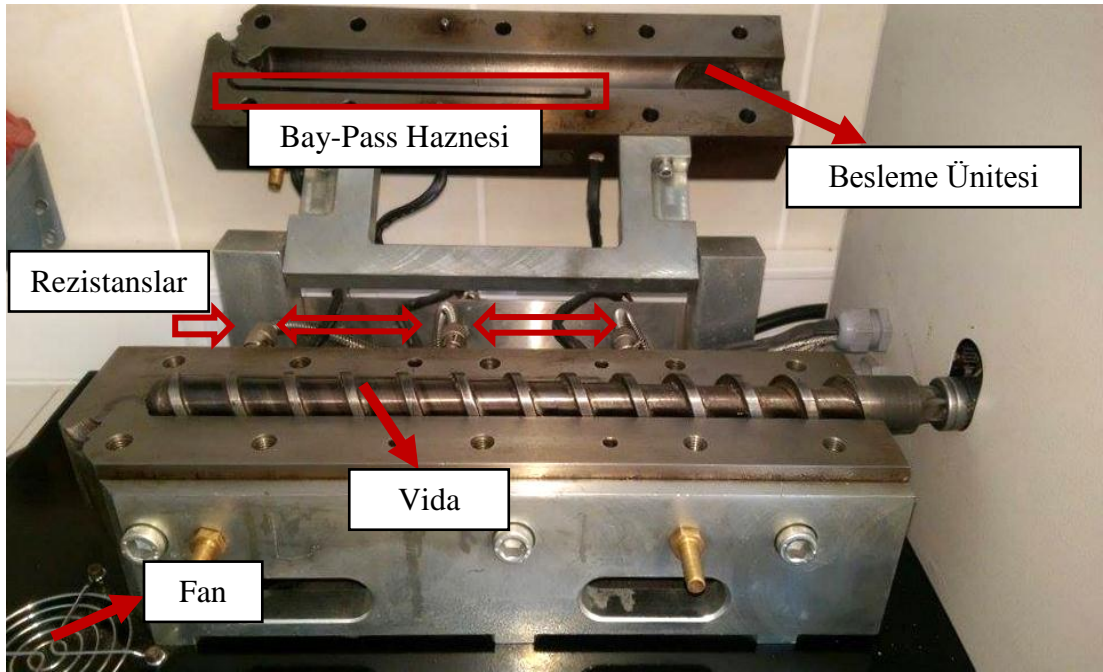
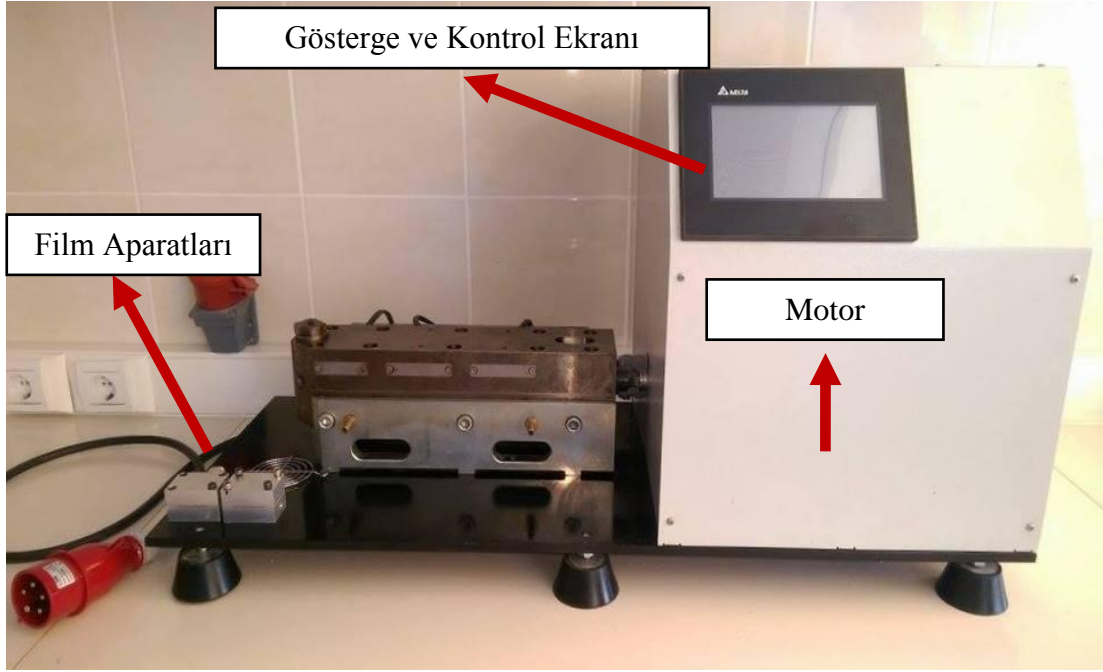
Şekil 2.1: a) Benziltrimetilamonyumklorür (BTMAC) b) Benzoilklorür (BK)
c) Hegzadesiltrimetilamonyumbromür (HTAB).

2.2 Polimer/Silika Minerali İeren Kompozit Filmlerin Hazırlanması

Bu tez alıřmasında ekstrüzyon yöntemi kullanılarak polimer kompozitler sentezlendi. alıřmada kullanılan PP/silika kompozit filmler Őekil 2.2’de gösterilen ekstruder cihazı ile 170-190°C’de hazırlandı. Kompozit filmler kütlege (w/w) %1, %2.5, %5, %7.5, %10, %15, %20, ve %30 oranlarında hazırlanan karıřımlar kullanılarak sentezlendi. alıřmada kullanılan diđer ekstruder cihazı ise Őekil 2.3’te gösterildi.



Şekil 2.2: Kompozit film sentezinde kullanılan ekstruder cihazı.



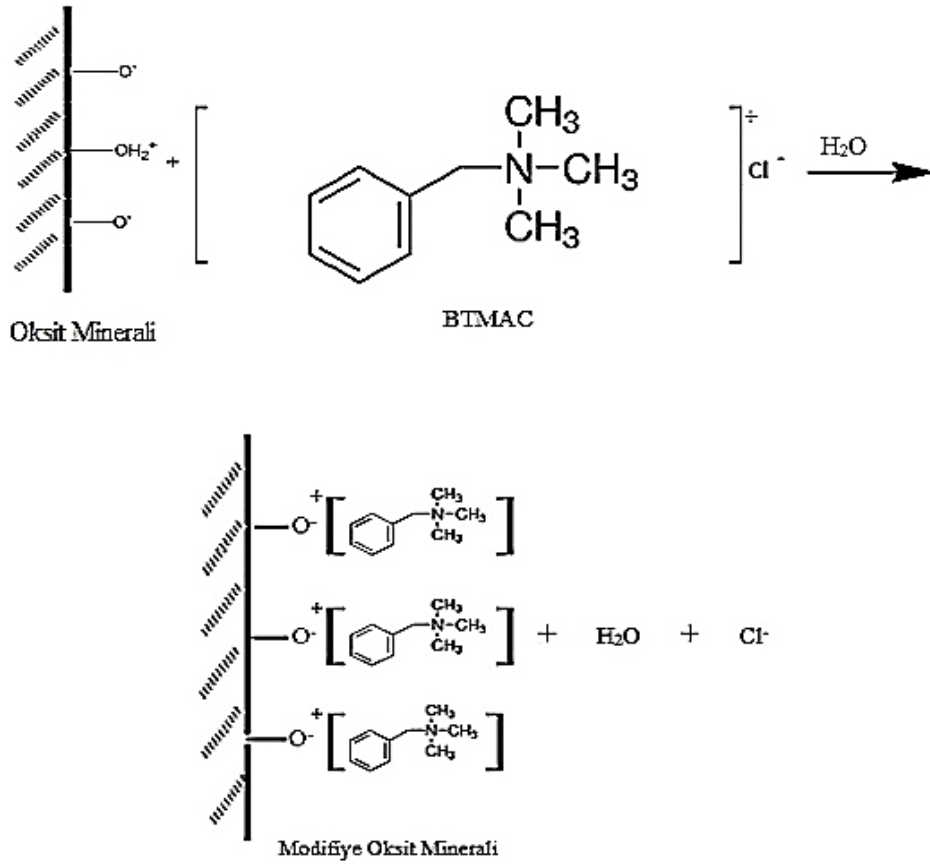
Şekil 2.3: Çalışmada kullanılan diğer ekstruder cihazı.

2.3 Oksit Mineralinin Modifikasyonu

Polimer ile oksit minerali etkileşebilmesi için oksit mineralinin modifiye edilmesi gerekir. Bu amaçla çalışmada kullanılan silika mineralinin modifiye edilmesinde BTMAC, HTAB ve BK kullanıldı.

2.3.1 BTMAC ile Modifikasyon İşlemi

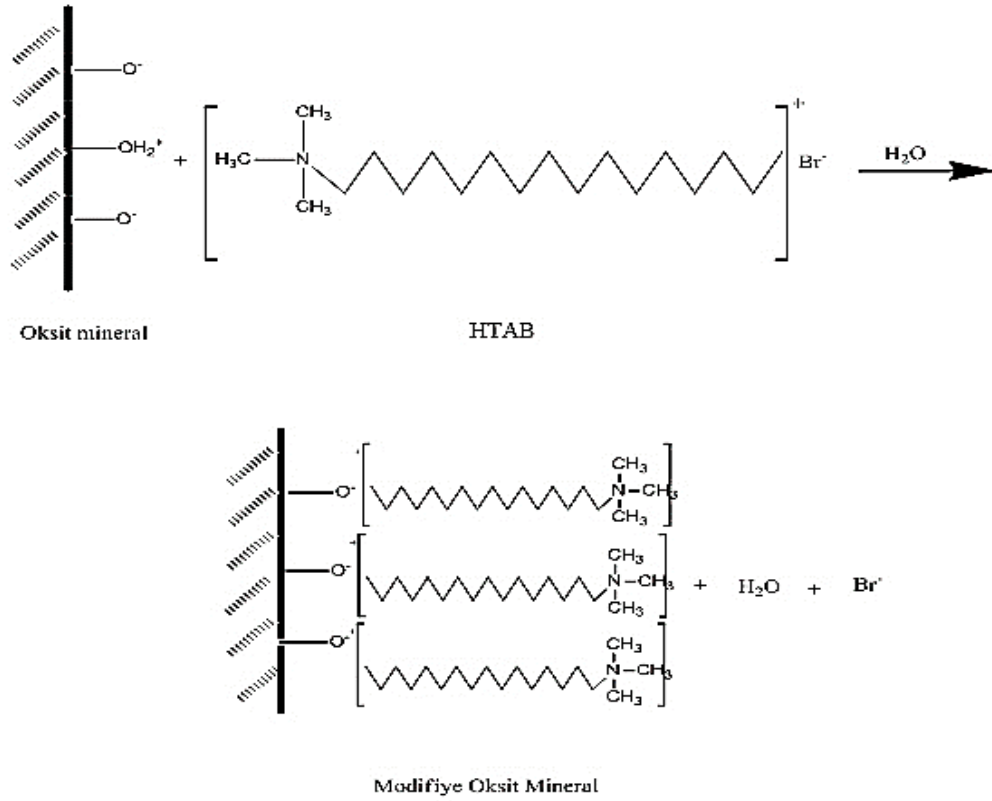
1×10^{-1} M BTMAC çözeltisi içerisinde 5 g silika minerali ilave edildi ve 2,5 saat çalkalayıcı su banyosunda çalkalandı. Modifiye silika (MS-BTMAC), santrifüj işlemi ile süspansiyondan ayrıldı. Süzülen MS-BTMAC $45\text{ }^{\circ}\text{C}$ 'de 1 gün boyunca etüvde bekletilerek kurutuldu. MS-BTMAC havanda öğütülerek $45\text{-}109\text{ }\mu\text{m}$ 'lik elekten geçirildikten sonra kullanıma hazır hale getirildi. Şekil 2.4'te BTMAC ile yapılan modifikasyon işlemi gösterildi.



Şekil 2.4: BTMAC ile silika mineralinin modifikasyonu.

2.3.2 HTAB ile Modifikasyon İşlemi

1×10^{-2} M HTAB çözeltisi içerisine 5 g silika minerali edildi ve 1 saat çalkalayıcı su banyosunda çalkalandı. Modifiye silika (MS-HTAB), santrifüj işlemi ile süspansiyondan ayrıldı. Süzülen MS-HTAB 45°C 'de 1 gün boyunca etüvde bekletilerek kurutuldu. MS-HTAB havanda öğütülerek $45-109 \mu\text{m}$ 'lik elekten geçirildikten sonra kullanıma hazır hale getirildi. Şekil 2.5'te HTAB ile yapılan modifikasyon işlemi gösterildi.

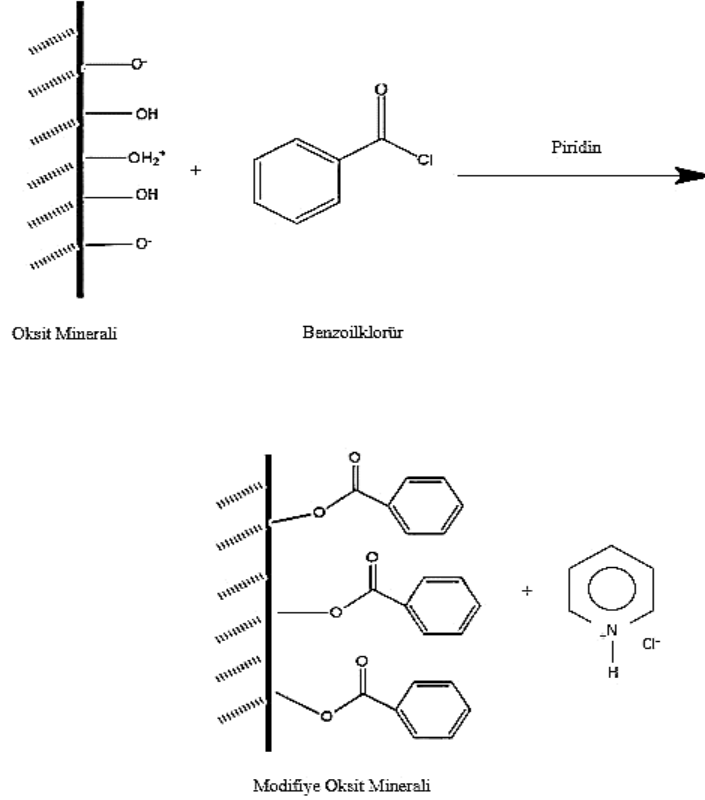


Şekil 2.5: HTAB ile silika mineralinin modifikasyonu.

2.3.3 BK ile Modifikasyon İşlemi

20 g silika minerali üzerine 75 ml BK ve 5 ml piridin ilave edildi ve reflaks düzeneğine kondu. Reflaks düzeyinde gerçekleştirilen modifikasyon işlemine 24 saat boyunca devam edildi. Oluşan süspansiyon gooch krozesi ile süzüldü ve 75 ml aseton ile yıkandı. Süzülen MS-BK, 45°C 'deki etüvde 1 gün boyunca kurutuldu.

Elde edilen MS-BK havanda öğütülerek 45-109 µm'lik elekten geçirildi ve kullanıma hazır hale getirildi. Şekil 2.6'da benzoilklorür (BK) ile yapılan modifikasyon işlemi gösterildi.



Şekil 2.6: Benzoilklorür ile silika mineralinin modifikasyonu.

2.4 Kompozit Karakterizasyonu

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

XRD desen çekimleri: PAN analytic X'Pert PRO cihazında 5-70° arasında 28 dakika boyunca 40kV, 30 mA şartlar altında yapıldı. FTIR analizleri: Perkin Elmer spektrum 65 model cihazı ile 4000-600 cm^{-1} arasında yapıldı. Çekme analizleri: Zwick/Roell Z250 mekanik çekme cihazı ile 2mm/s olarak yapıldı.

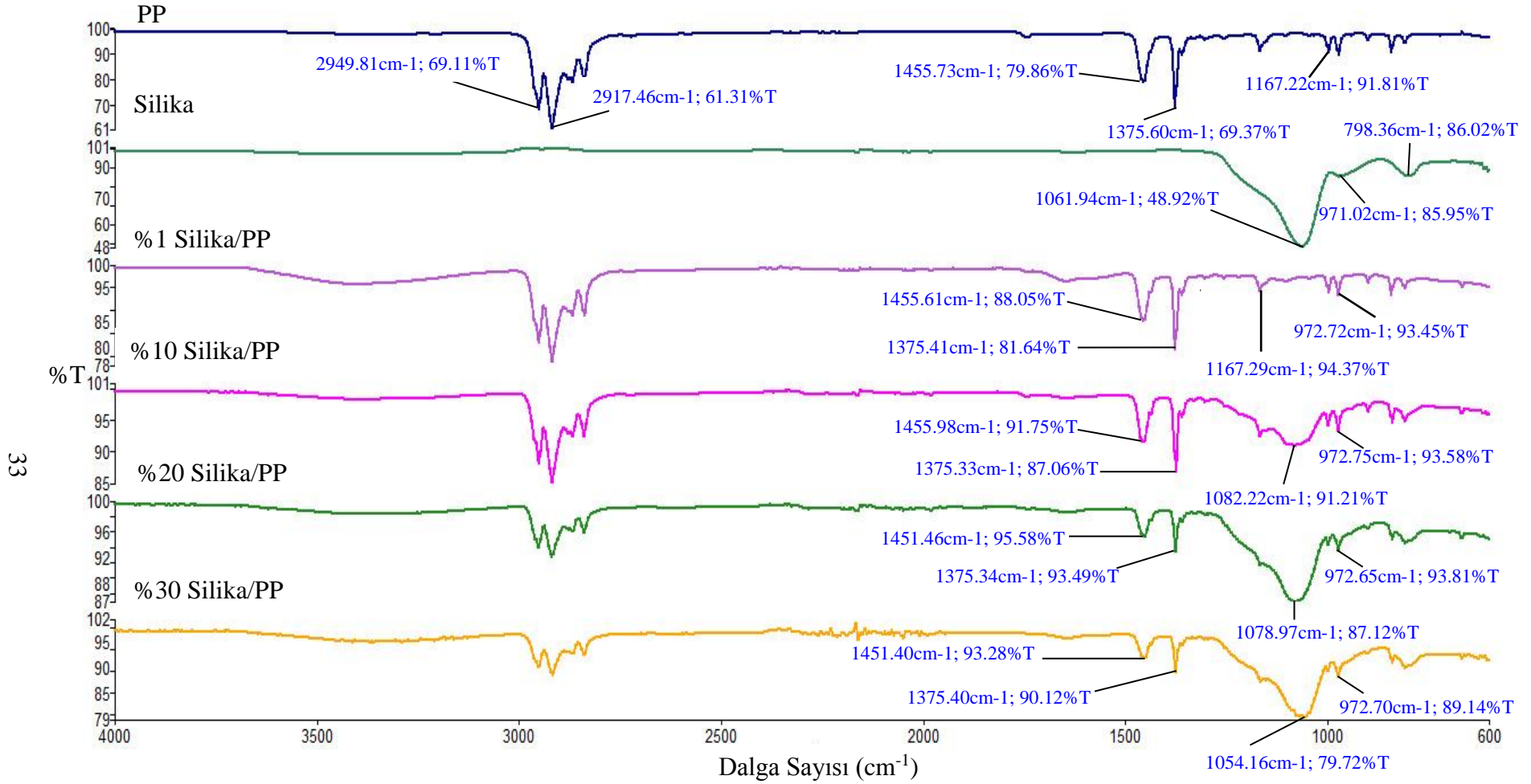
3. BULGULAR

3.1 FTIR Analizleri

FT-IR analizleri, saf PP, PP/silika ve PP/MS kompozit filmleri arasındaki etkileşimleri görmek amacıyla yapıldı. Spektrumlarda saf PP, silika, modifiyer maddeler, PP/silika ve PP/MS kompozit filmlerinin kütlece (w/w) %1, %2,5 %5, %7,5 %10, %15, %20 ve %30'lik oranlarında sentezlenen kompozit filmleri ile karakteristik pikleri karşılaştırıldı.

3.1.1 PP/Silika İçeren Kompozit Filmlerin FTIR Analizleri

FT-IR analizleri, şekil 3.1'de saf PP, silika ve kütlece (w/w) %1, %10, %20 ve %30 oranlarında sentezlenen PP/silika kompozit filmlerinin karakteristik pikleri karşılaştırıldı.



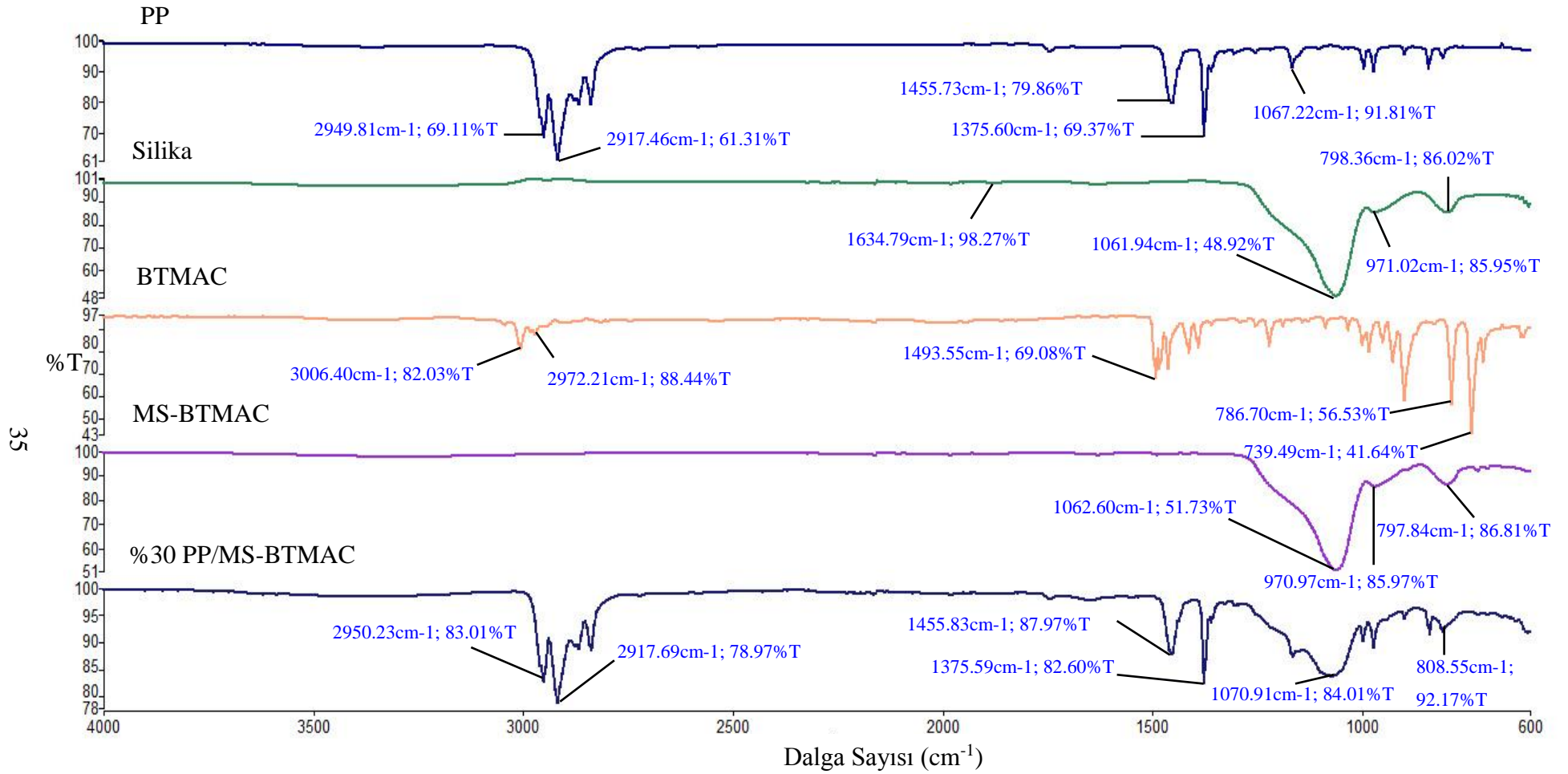
Şekil 3.1: PP/silika kompozitlerinin FTIR Spektrumları.

3.1.2 PP/MS İeren Kompozit Filmlerin FTIR Analizleri

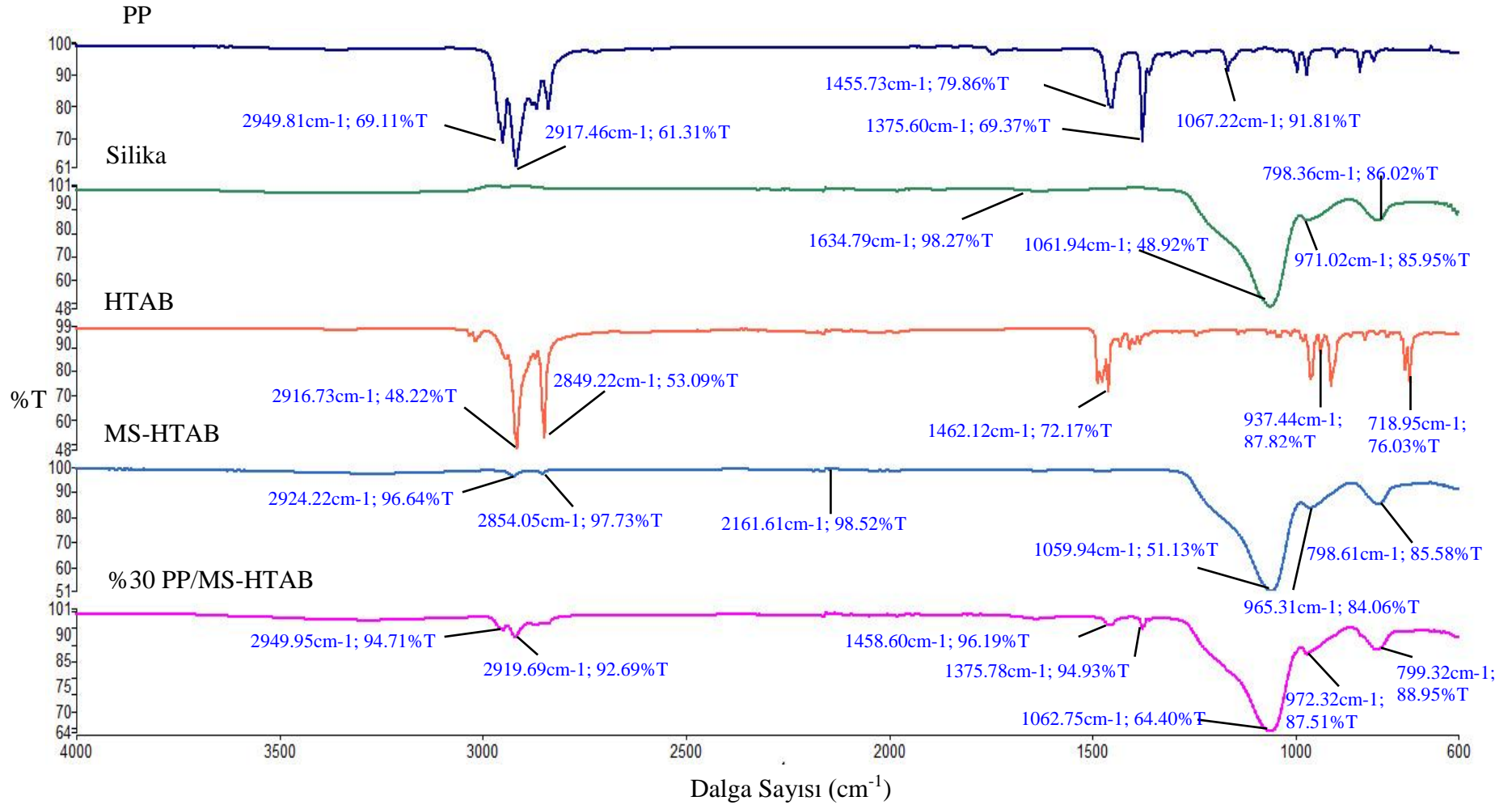
Őekil 3.2’de saf PP, silika, BTMAC, MS-BTMAC ve %30 PP/MS-BTMAC kompozit filmlerinin karakteristik pikleri karŐılaŐtırıldı.

Őekil 3.3’de saf PP, silika, HTAB, MS-HTAB ve %30 PP/MS-HTAB kompozit filmlerinin karakteristik pikleri karŐılaŐtırıldı.

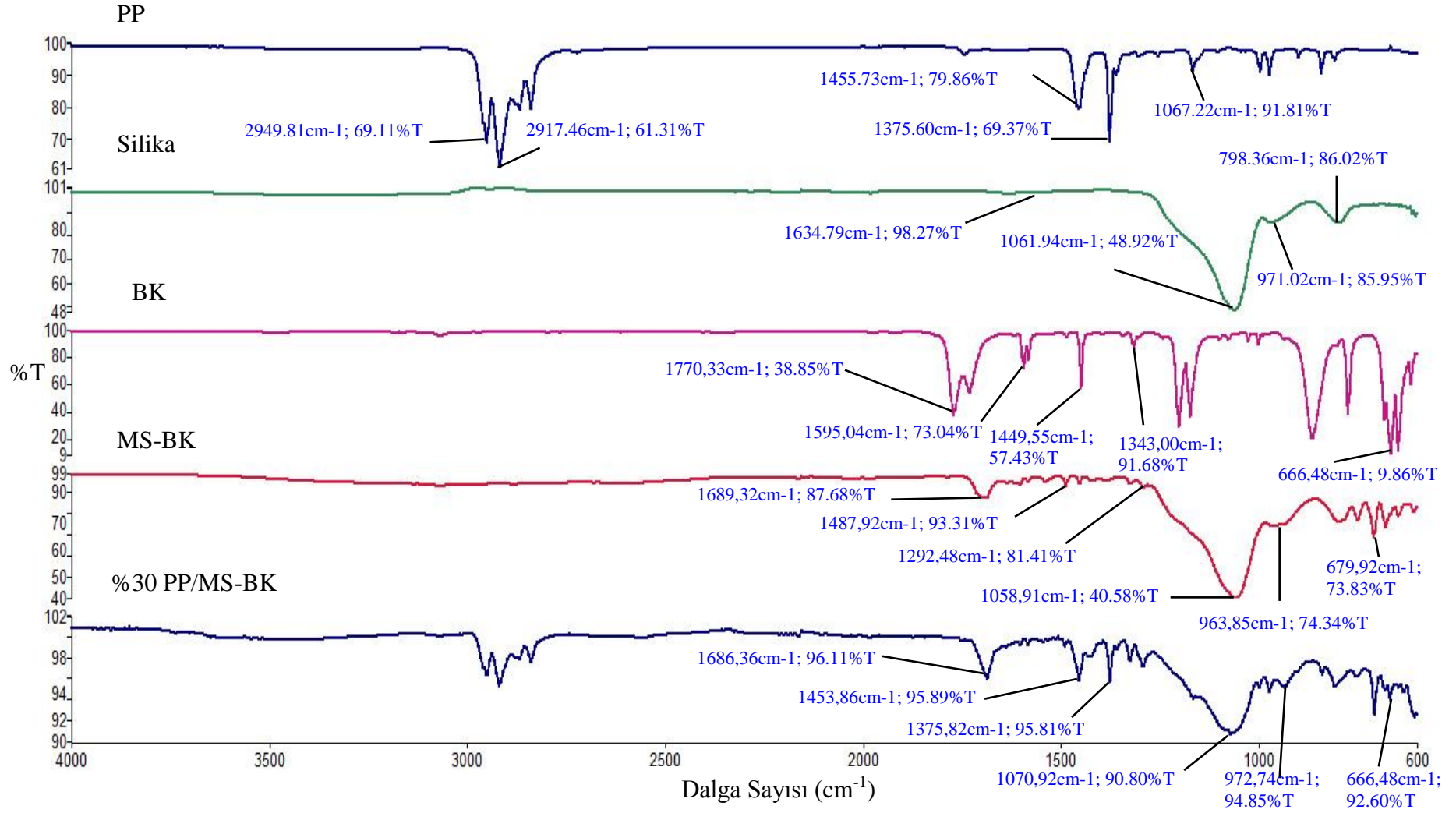
Őekil 3.4’de saf PP, silika, BK, MS-BK ve %30 PP/MS-BK kompozit filmlerinin karakteristik pikleri karŐılaŐtırıldı.



Şekil 3.2: PP/MS-BTMAC kompozitlerinin FTIR Spektrumları.



Şekil 3.3: PP/MS-HTAB kompozitlerinin FTIR Spektrumları.

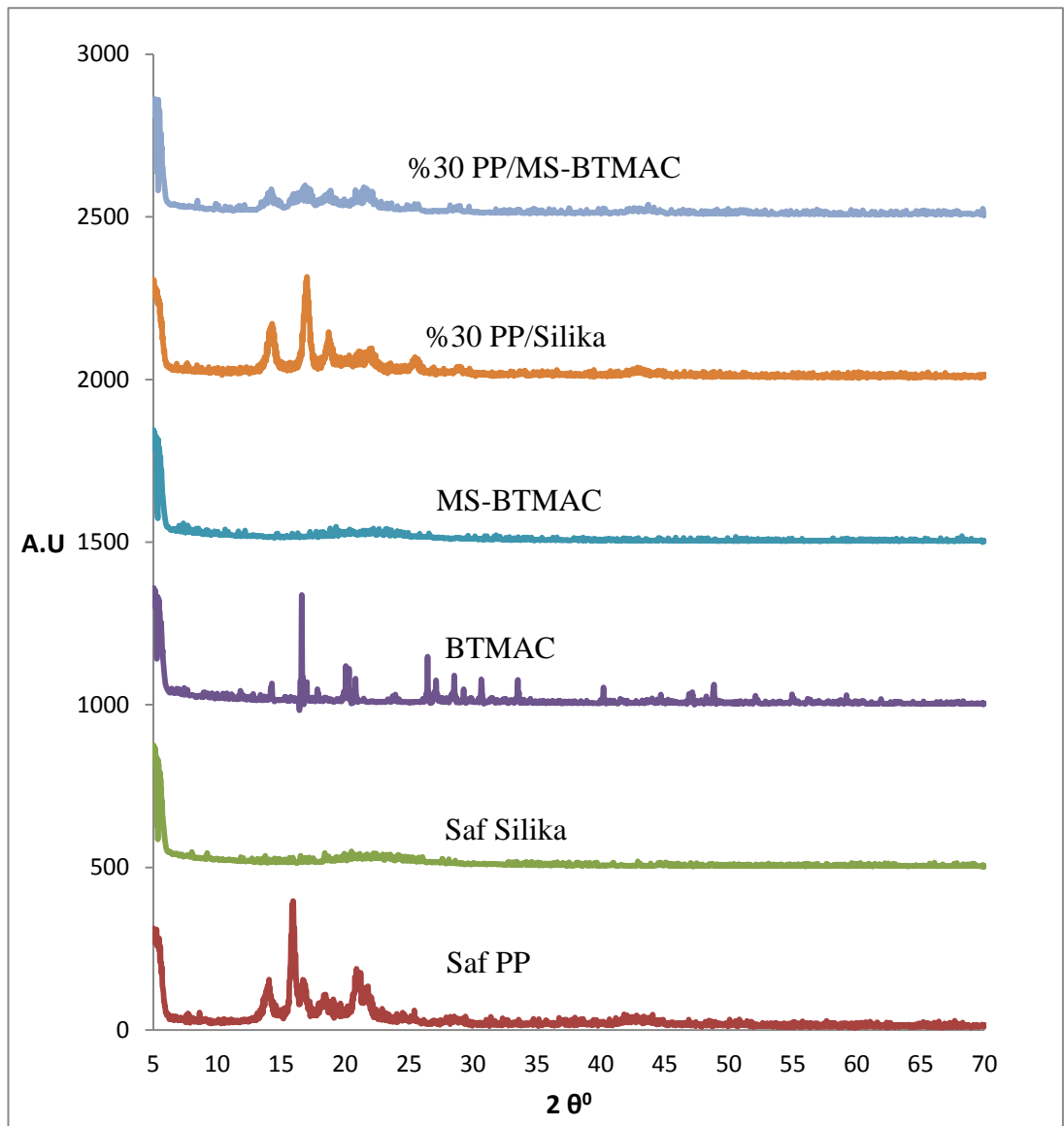


Şekil 3.4: PP/MS-BK kompozitlerinin FTIR Spektrumları.

3.2 XRD Analizleri

3.2.1 PP/MS-BTMAC İçeren Kompozit Filmlerin XRD Analizleri

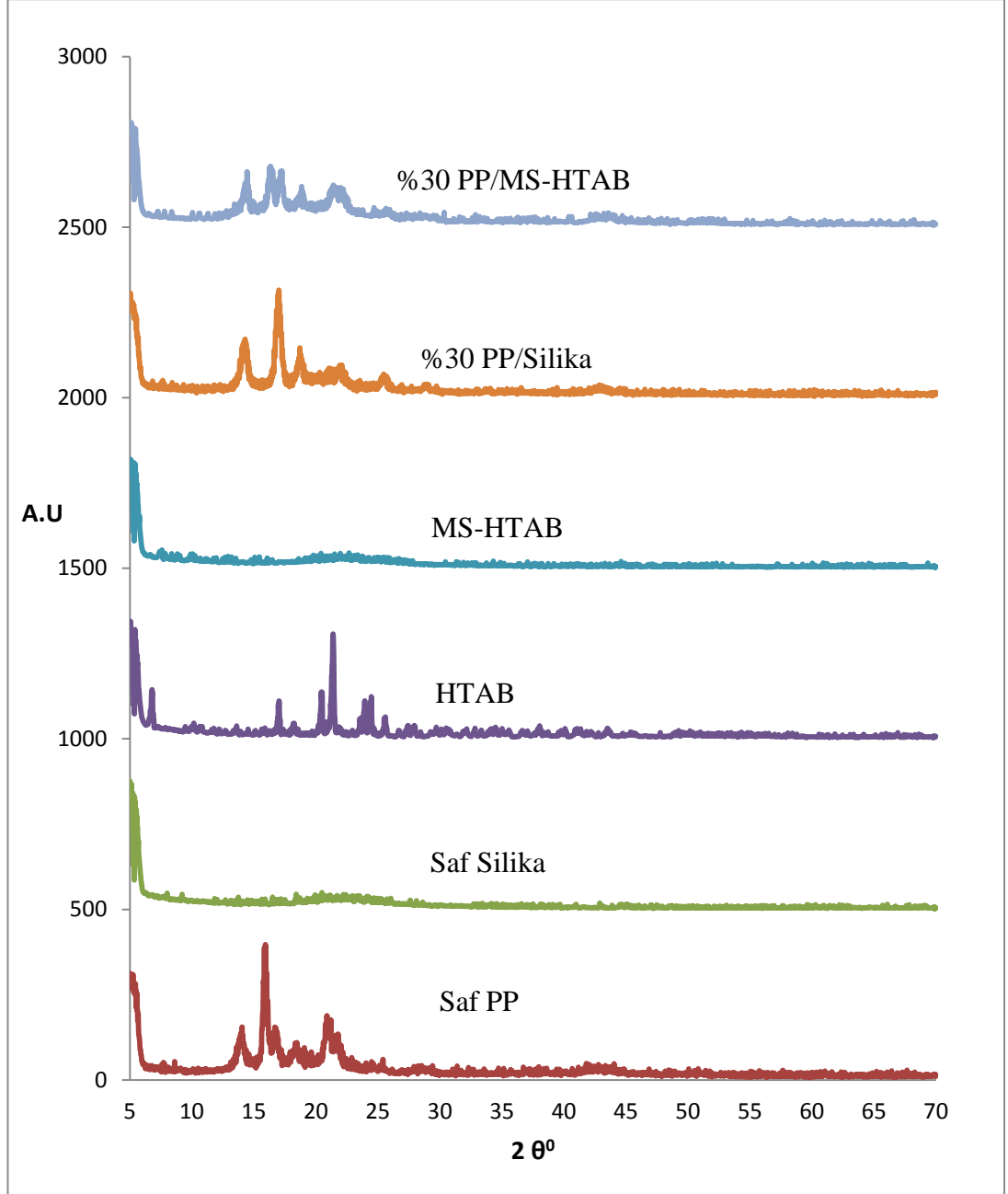
Saf PP, silika, BTMAC, MS-BTMAC, %30 oranında hazırlanan PP/Silika ve %30 oranında hazırlanan PP/MS-BTMAC'ın XRD desenleri şekil 3.5'de gösterildi.



Şekil 3.5: PP/MS-BTMAC kompozitlerinin XRD desenleri.

3.2.2 PP/MS-HTAB İçeren Kompozit Filmlerin XRD Analizleri

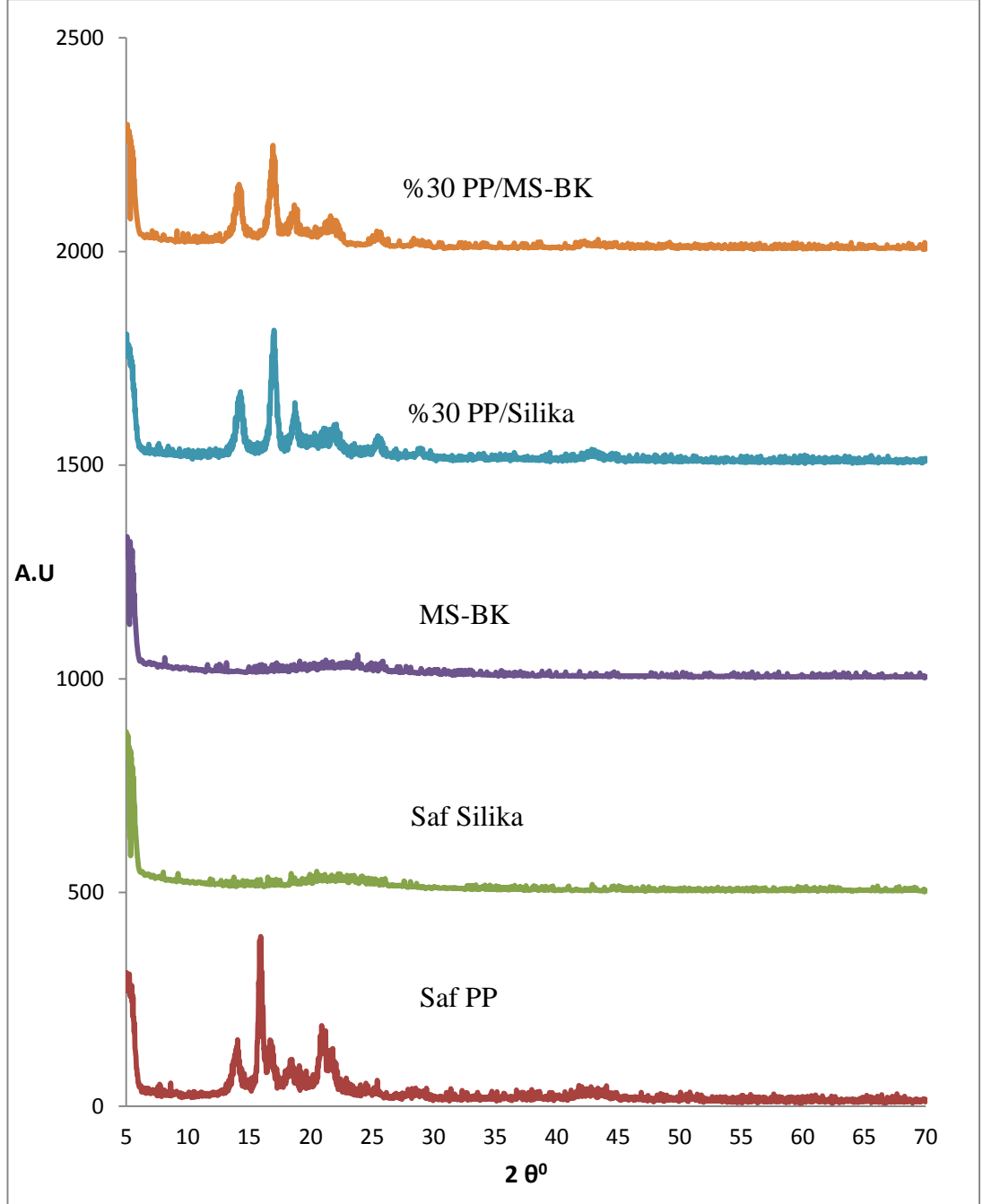
Saf PP, silika, HTAB, MS-HTAB, %30 oranında hazırlanan PP/Silika ve %30 oranında hazırlanan PP/MS-HTAB'ın XRD desenleri şekil 3.6'de gösterildi.



Şekil 3.6: PP/MS-HTAB kompozitlerinin XRD desenleri.

3.2.3 PP/MS-BK İçeren Kompozit Filmlerin XRD Analizleri

Saf PP, silika, BK, MS-BK ve %30 oranında hazırlanan PP/Silika, PP/MS-BK'nın XRD desenleri şekil 3.7'de gösterildi.

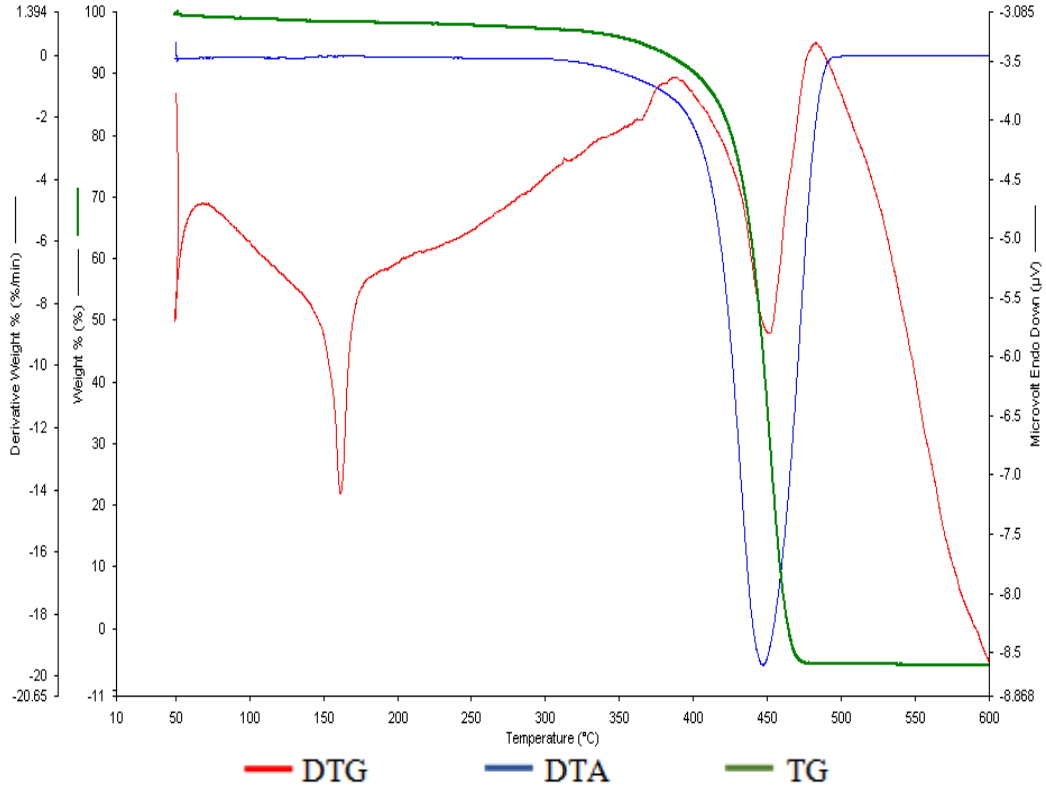


Şekil 3.7: PP/MS-BK kompozitlerinin XRD desenleri.

3.3 TG/DTA/DTG Analizleri

3.3.1 Saf PP'nin TG/DTA/DTG Analizleri

Film olarak sentezlenen Saf PP'nin TG/DTA/DTG eğrileri şekil 3.8'de gösterildi.



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

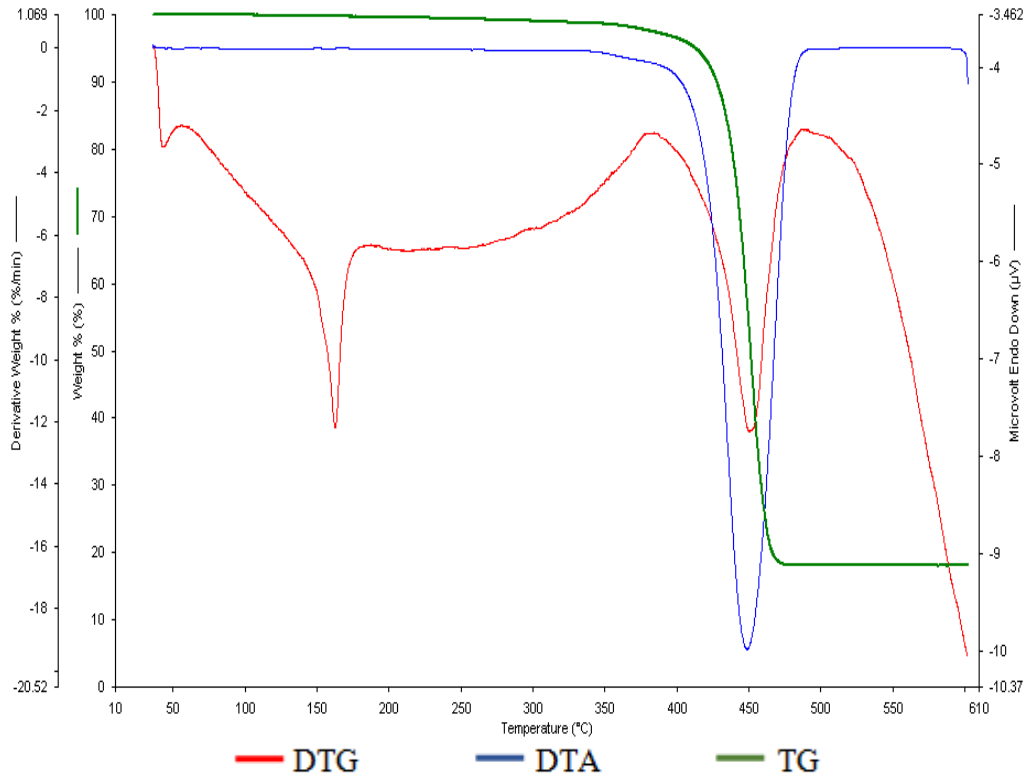
3.3.2 PP/Silika ve PP/MS İçeren Kompozit Filmlerin TG/DTA/DTG Analizleri

Kütlece (w/w) %1 PP/Silika olarak sentezlenen kompozitin TG/DTA/DTG eğrileri şekil 3.9'da, kütlece (w/w) % 2,5 PP/Silika olarak sentezlenen kompozitin TG/DTA/DTG eğrileri de şekil 3.10'da gösterildi.

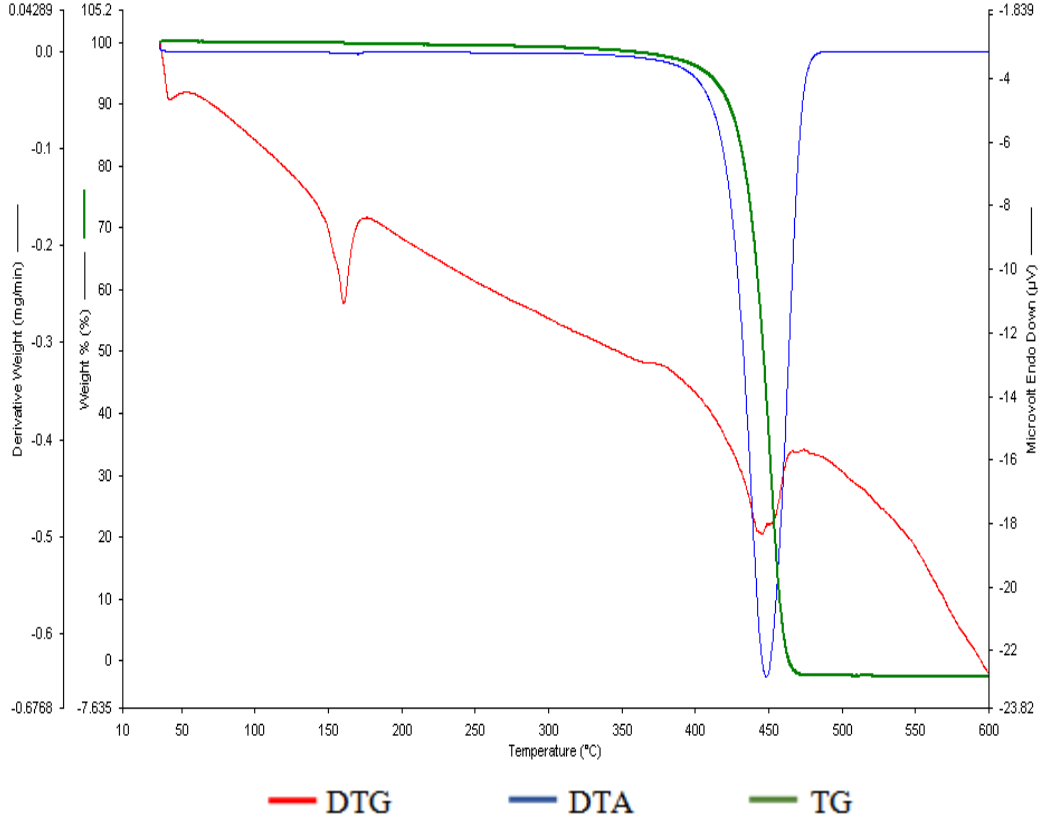
Kütlece (w/w) %1 PP/MS-BTMAC olarak sentezlenen kompozit filmin TG/DTA/DTG eğrileri şekil 3.11’de, kütlece (w/w) %2,5 PP/MS-BTMAC olarak sentezlenen kompozit filminin TG/DTA/DTG eğrileri şekil 3.12’de gösterildi.

Kütlece (w/w) %1 PP/MS-HTAB olarak sentezlenen kompozit filminin TG/DTA/DTG eğrileri şekil 3.13’de, kütlece (w/w) %2,5 PP/MS-HTAB olarak sentezlenen kompozit filminin TG/DTA/DTG eğrileri şekil 3.14’de gösterildi.

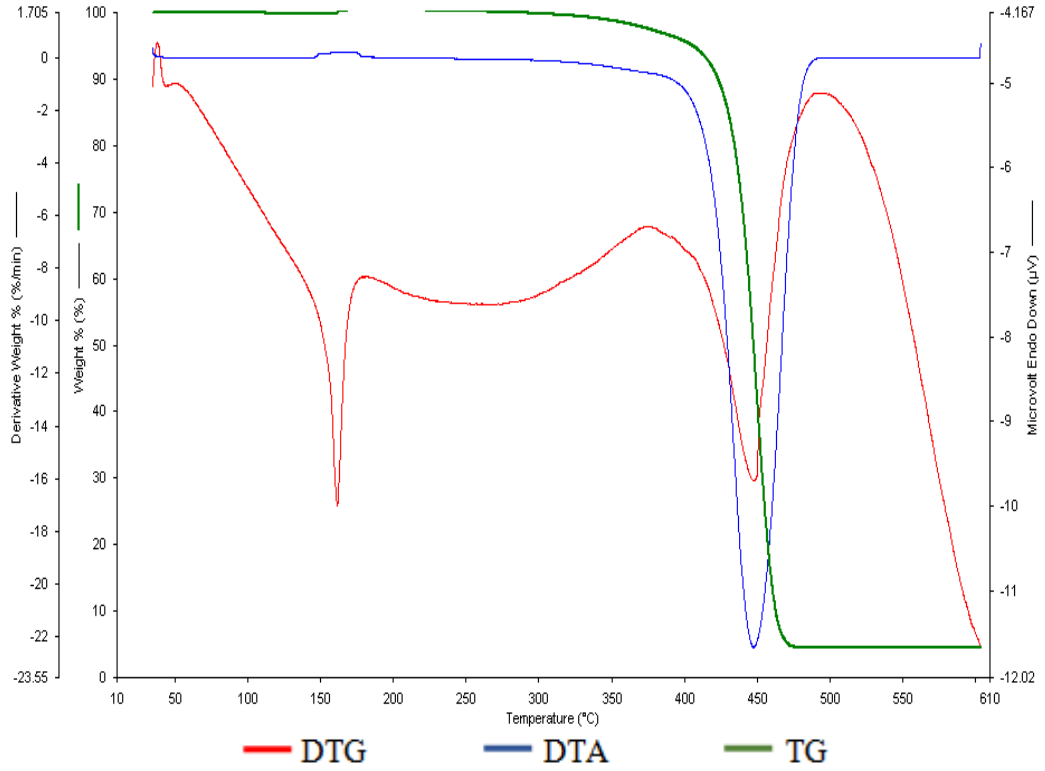
Kütlece (w/w) %1 PP/MS-BK olarak sentezlenen kompozit filminin TG/DTA/DTG eğrileri şekil 3.15’de, kütlece (w/w) %2,5 PP/MS-BK olarak sentezlenen kompozit filminin TG/DTA/DTG eğrileri şekil 3.16’da gösterildi.



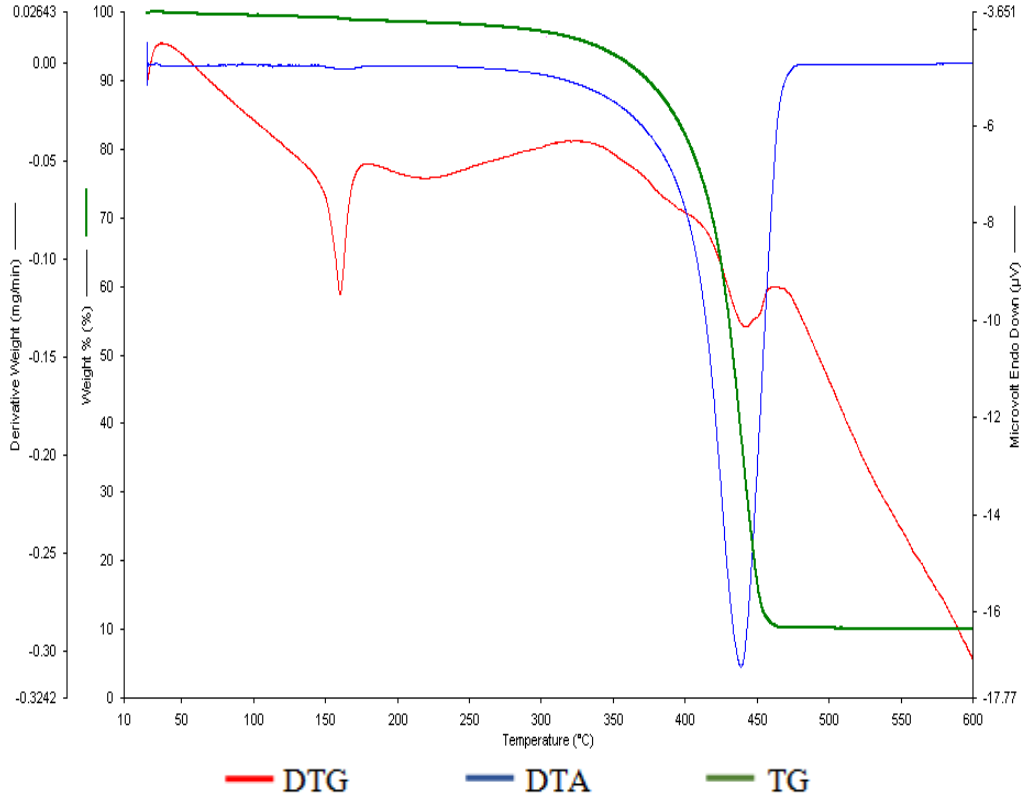
Şekil 3.9: % 1 PP/Silika kompozit filmin TG/DTA/DTG eğrileri.



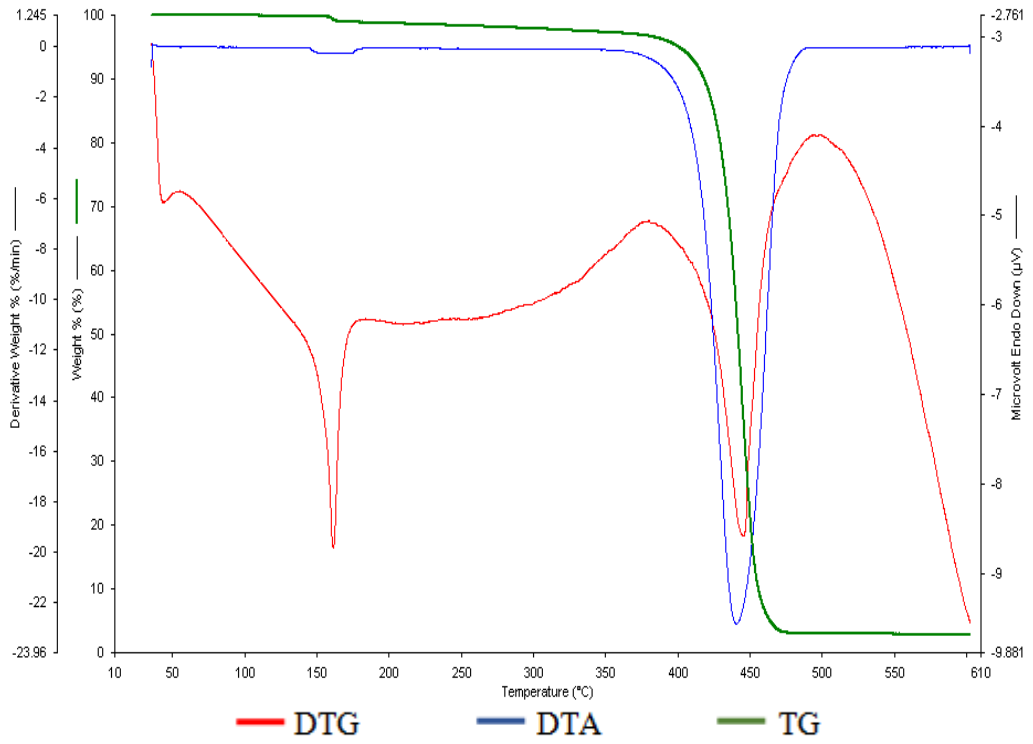
Şekil 3.10: % 2,5 PP/Silika kompozit filmin TG/DTA/DTG eğrileri.



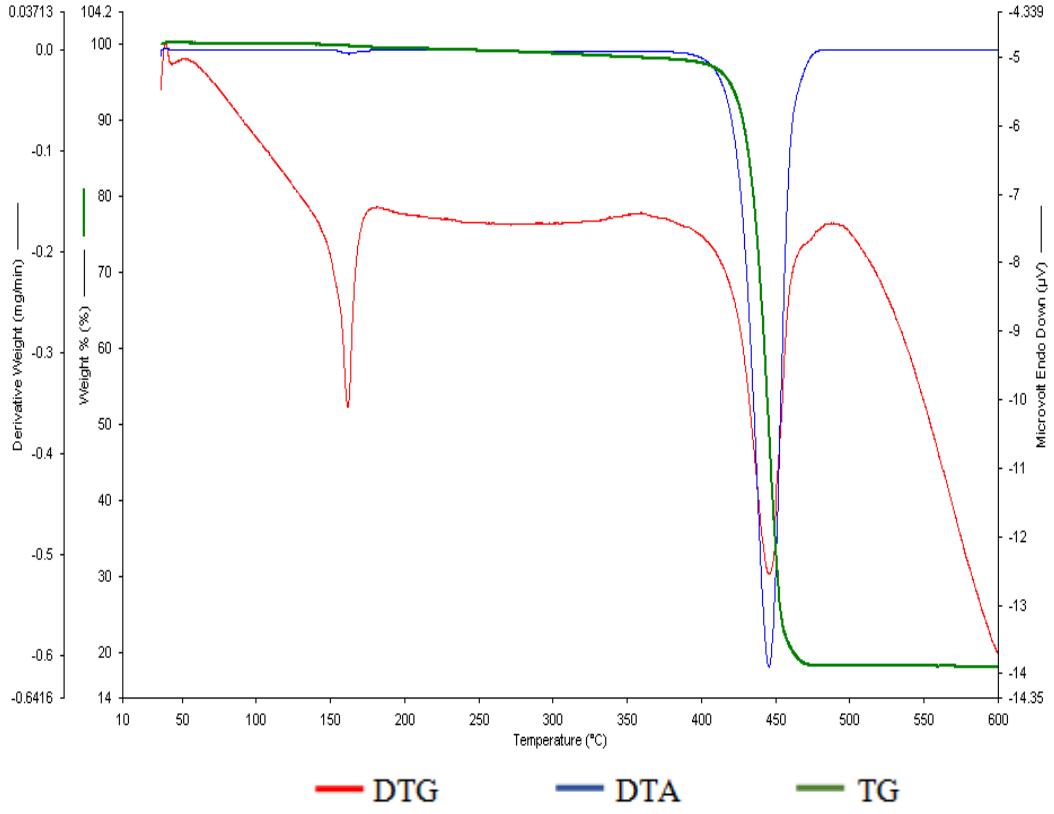
Şekil 3.11: %1 PP/MS-BTMAC kompozit filmin TG/DTA/DTG eğrileri.



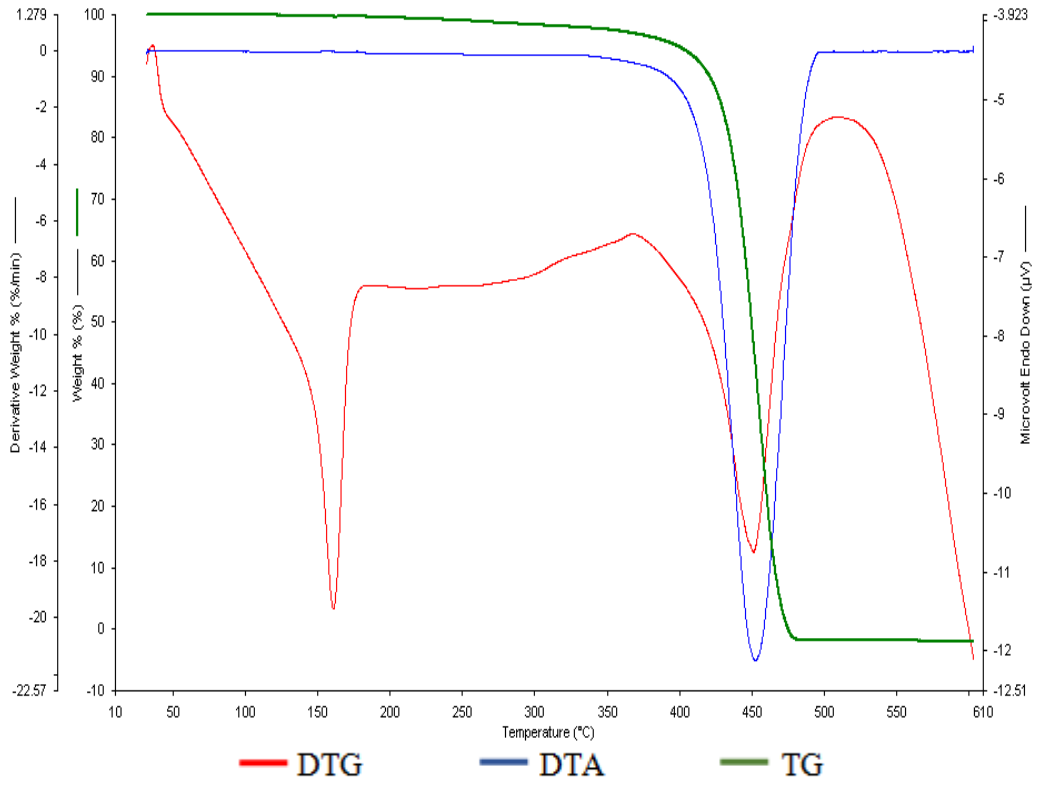
Şekil 3.12: %2,5 PP/MS-BTMAC kompozit filmin TG/DTA/DTG eğrileri.



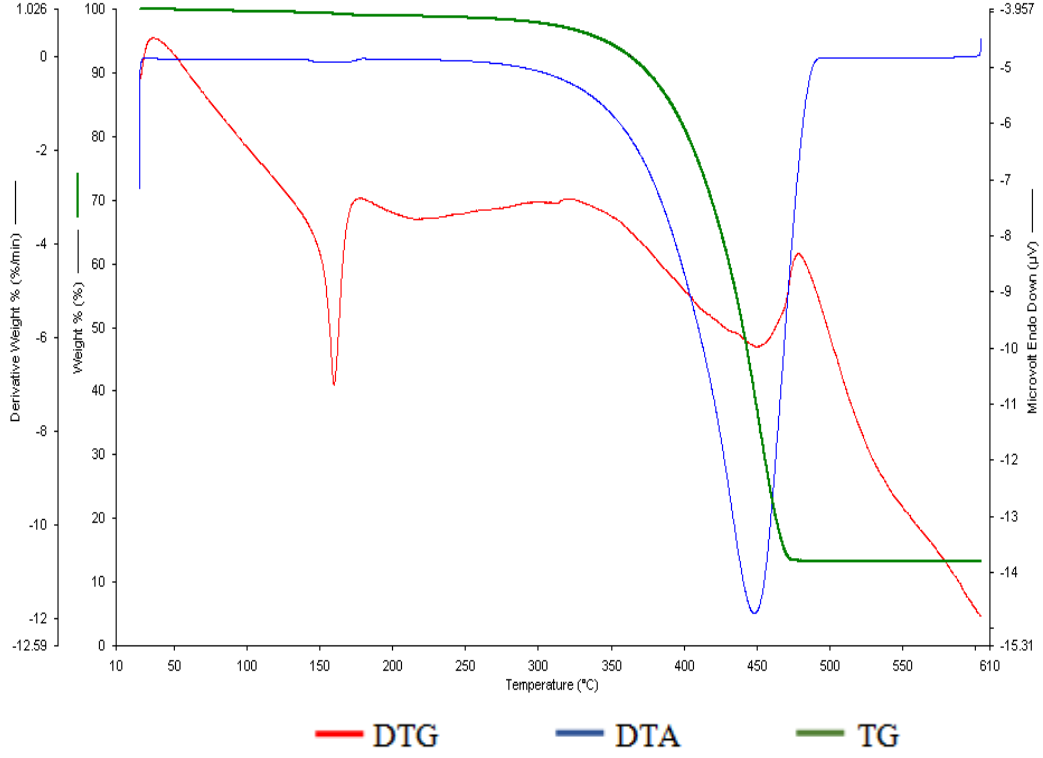
Şekil 3.13: %1 PP/MS-HTAB kompozit filmin TG/DTA/DTG eğrileri.



Şekil 3.14: %2,5 PP/MS-HTAB kompozit filmin TG/DTA/DTG eğrileri.



Şekil 3.15: %1 PP/MS-BK kompozit filmin TG/DTA/DTG eğrileri.



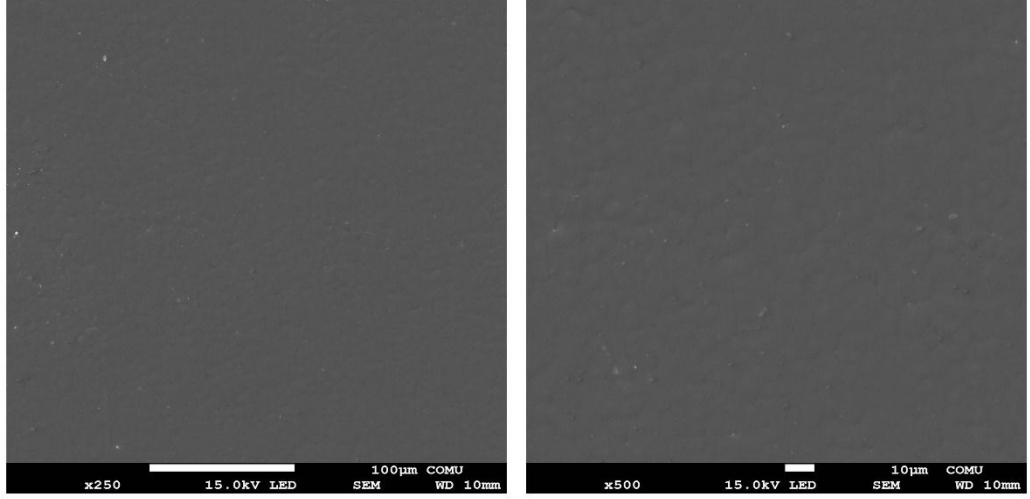
Şekil 3.16: %2,5 PP/MS-BK kompozit filmin TG/DTA/DTG eğrileri.

3.4 SEM Görüntüleri

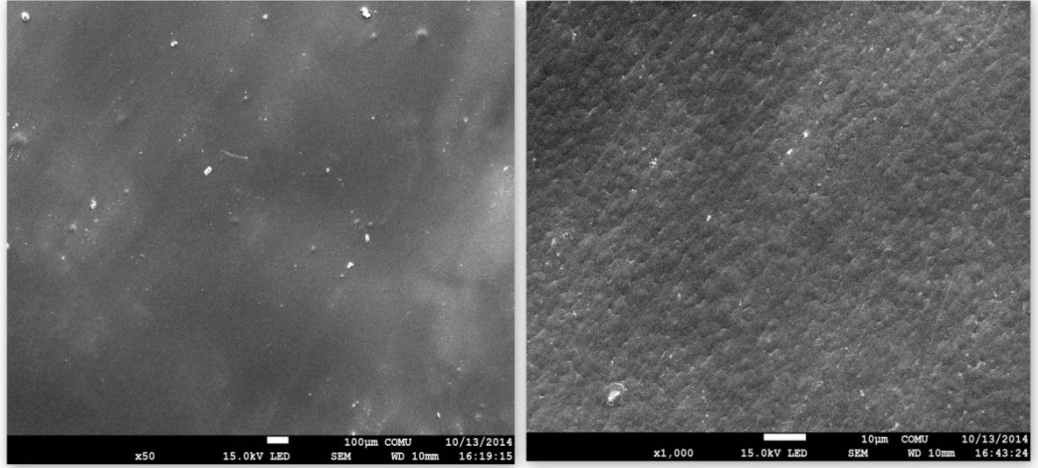
3.4.1 PP/Silika ve PP/MS İçeren Kompozit Filmlerin SEM Görüntüleri

Film haline getirilmiş saf PP'nin SEM görüntüleri şekil 3.17'de, kütlece (w/w) %1 ve %2,5 oranında hazırlanan PP/Silika SEM görüntüleri sırasıyla şekil 3.18 ve 3.19'da gösterildi.

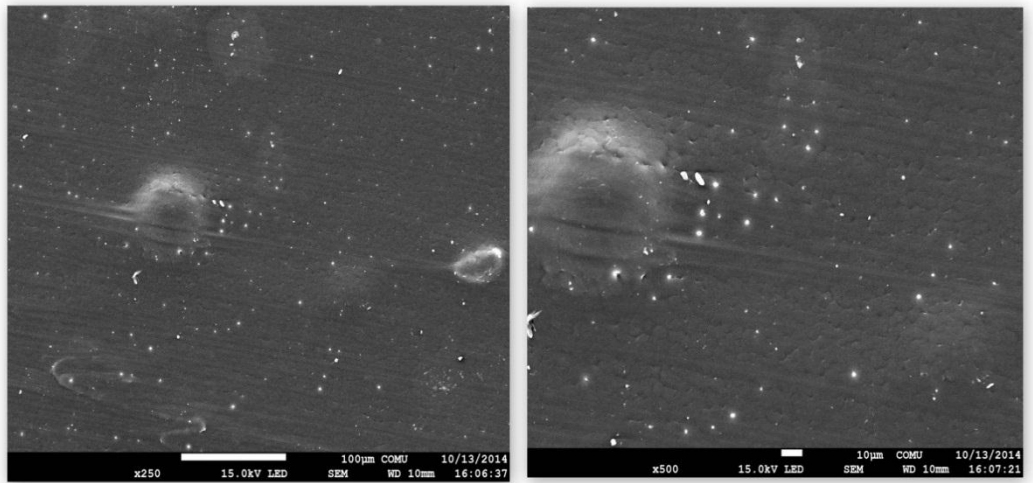
Kütlece (w/w) %1 ve %2,5 oranında hazırlanan PP/MS-BTMAC kompozit filmlerinin SEM görüntüleri sırasıyla şekil 3.20 ve 3.21'de, kütlece (w/w) %1 ve %2,5 oranında hazırlanan PP/MS-HTAB kompozit filmlerinin SEM görüntüleri sırasıyla şekil 3.22 ve 3.23'de, kütlece (w/w) %1 ve %2,5 oranında hazırlanan PP/MS-BK kompozit filmlerinin SEM görüntüleri sırasıyla şekil 3.24 ve 3.25'te gösterildi.



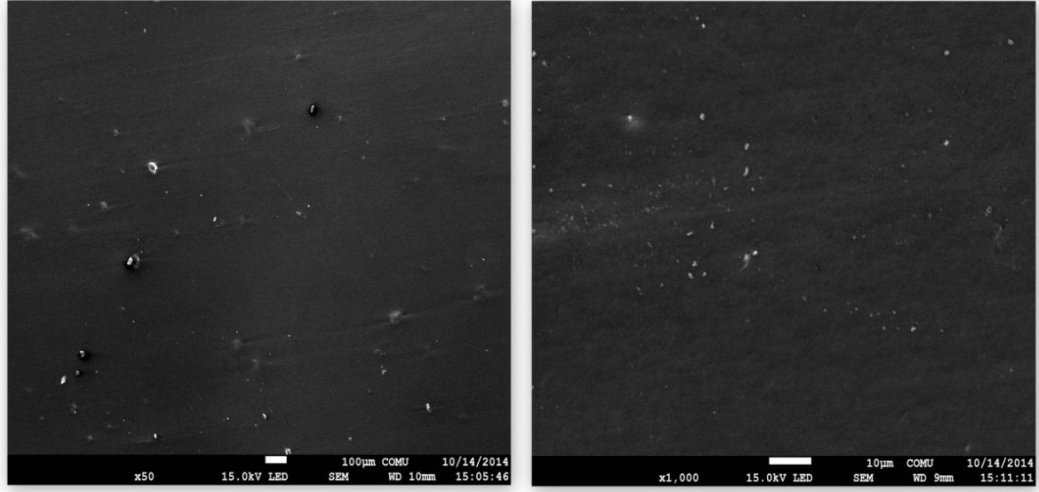
Şekil 3.17: Saf PP filminin SEM görüntüsü.



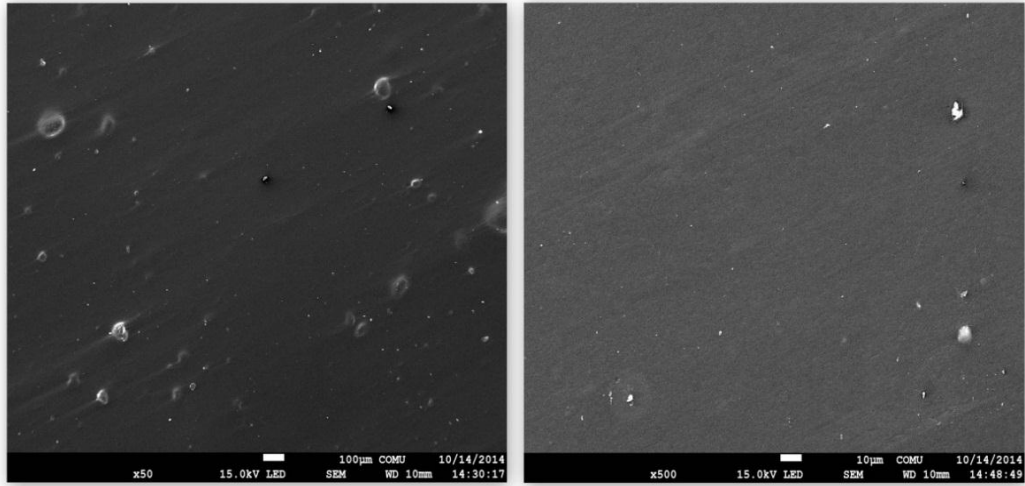
Şekil 3.18: %1 PP/Silika filminin SEM görüntüsü.



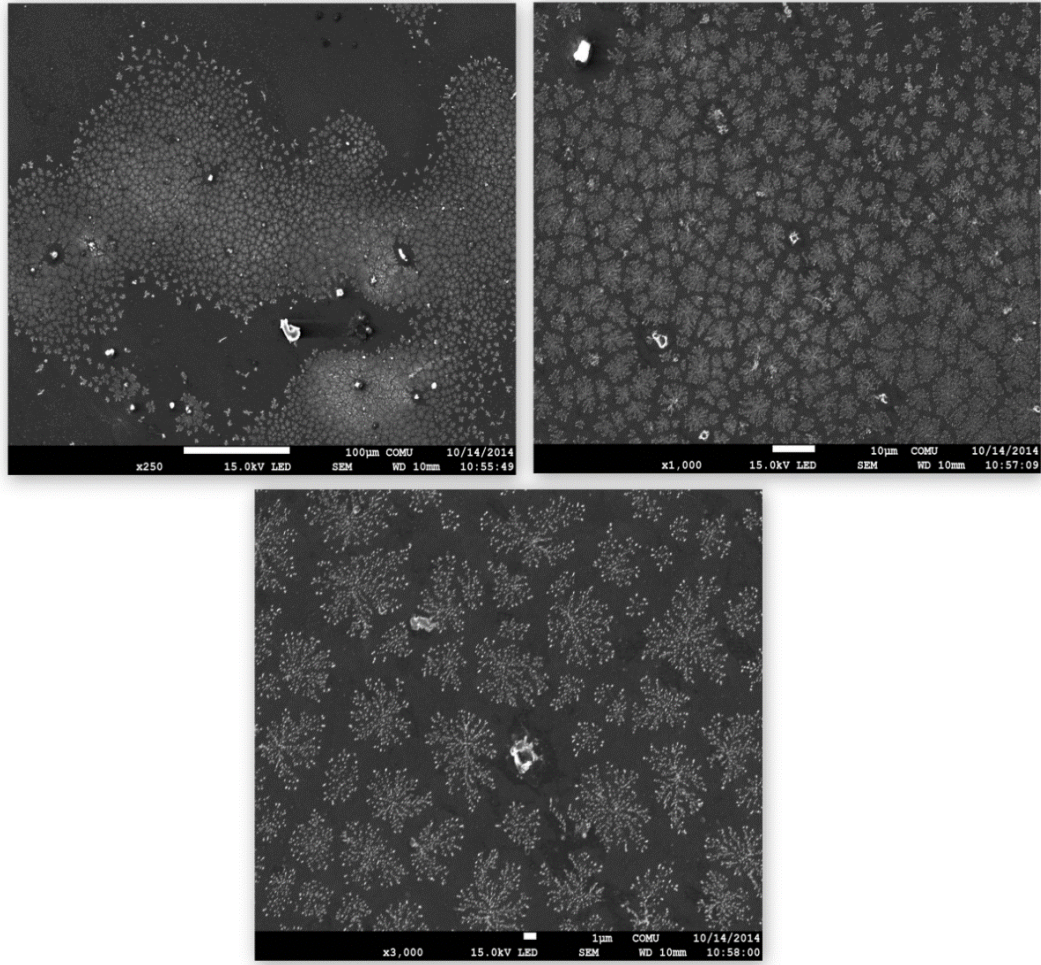
Şekil 3.19: %2,5 PP/Silika filminin SEM görüntüsü.



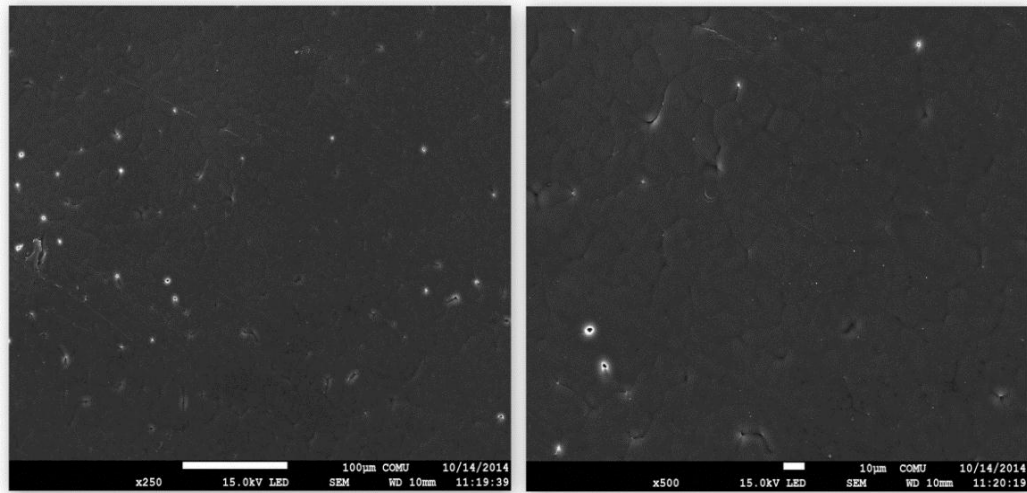
Şekil 3.20: %1 PP/MS-BTMAC filminin SEM görüntüsü.



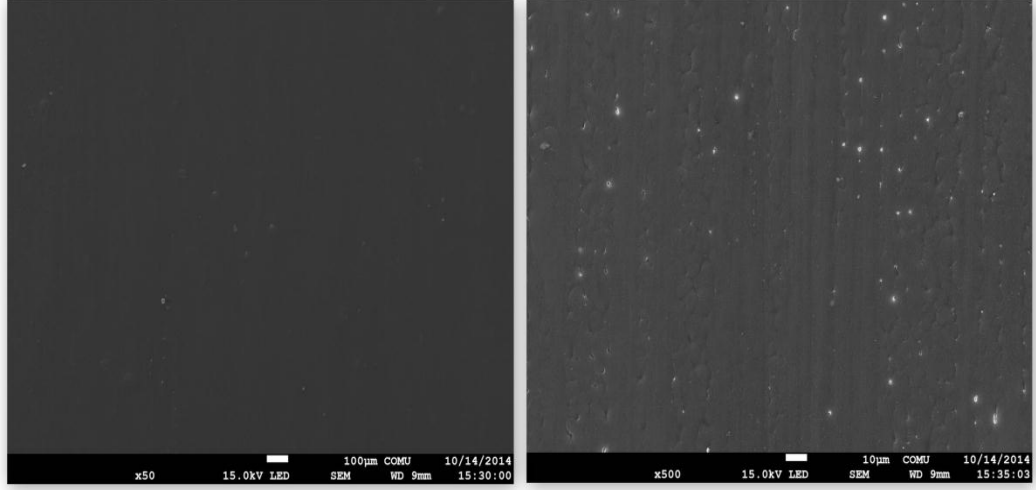
Şekil 3.21: %2,5 PP/MS-BTMAC filminin SEM görüntüsü.



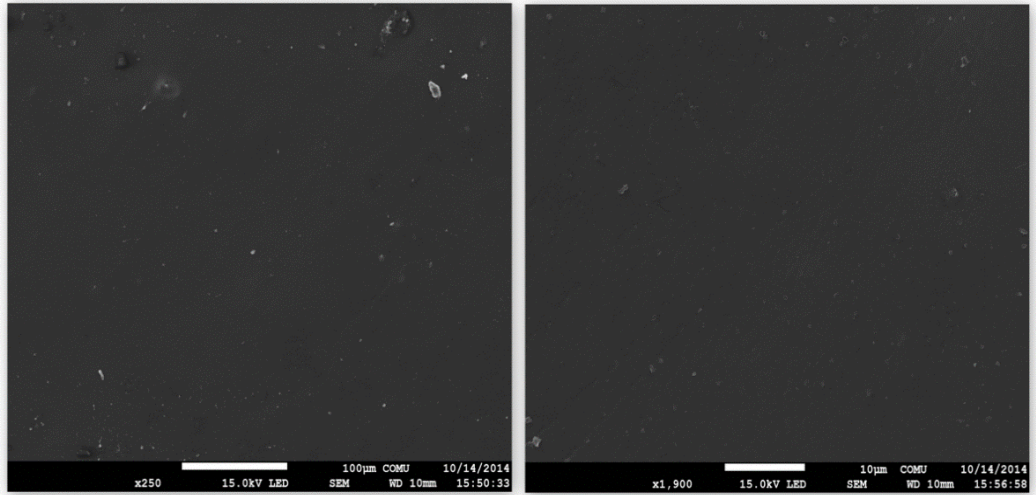
Şekil 3.22: %1 PP/MS-HTAB filminin SEM görüntüsü.



Şekil 3.23: %2,5 PP/MS-HTAB filminin SEM görüntüsü.



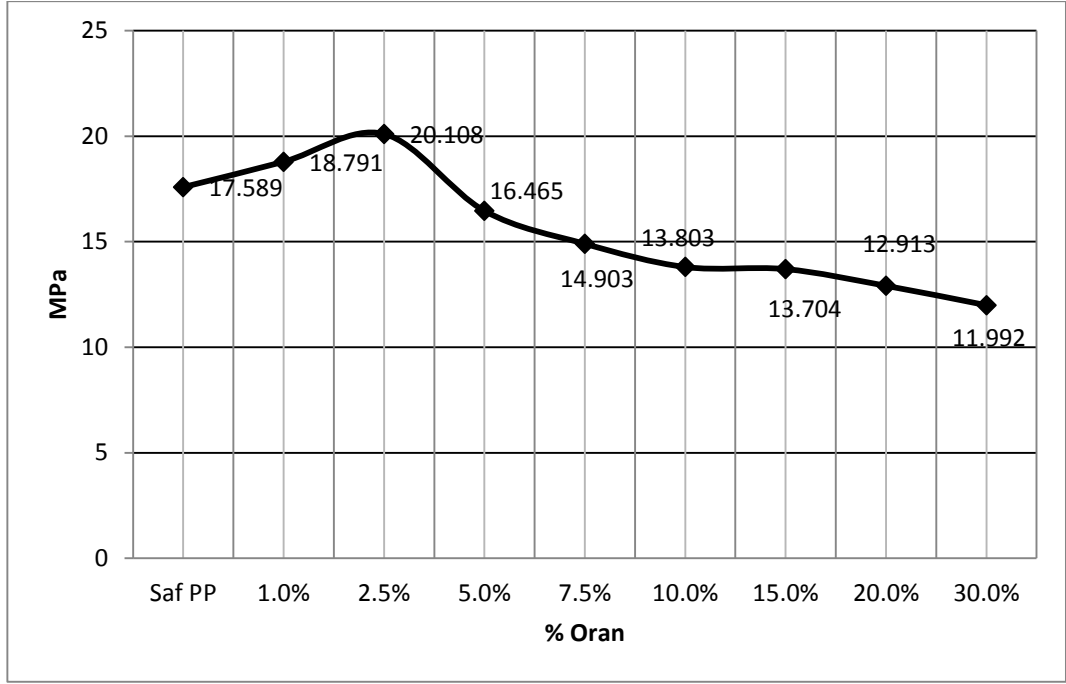
Şekil 3.24: %1 PP/MS-BK filminin SEM görüntüsü.



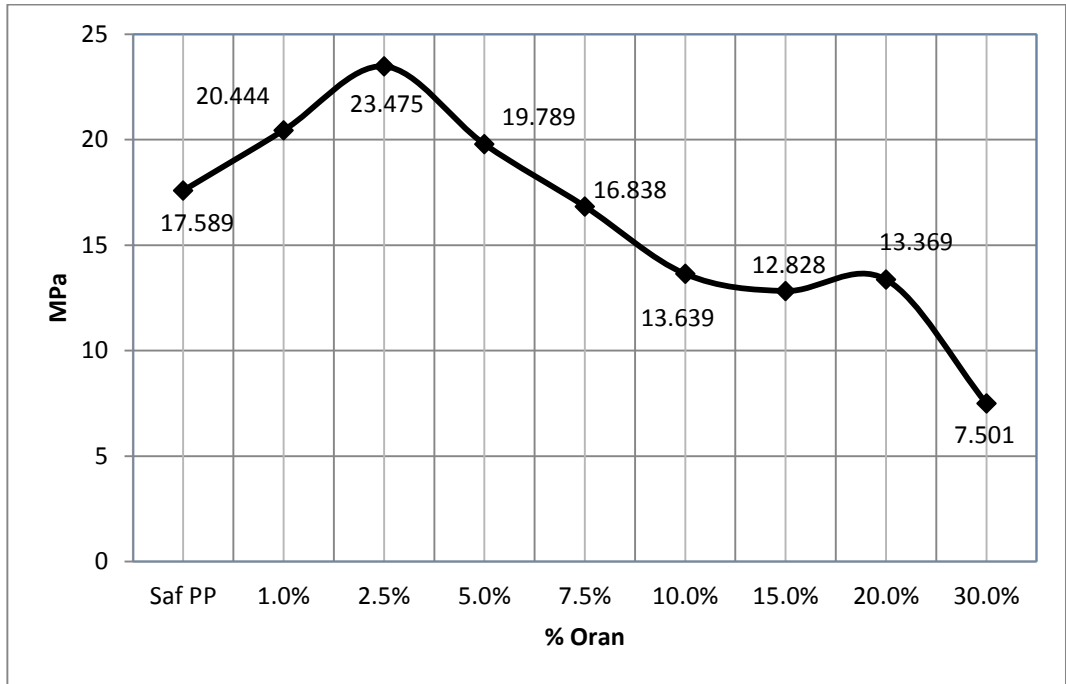
Şekil 3.25: %2,5 PP/MS-BK filminin SEM görüntüsü.

3.5 Mekanik Test Sonuçları

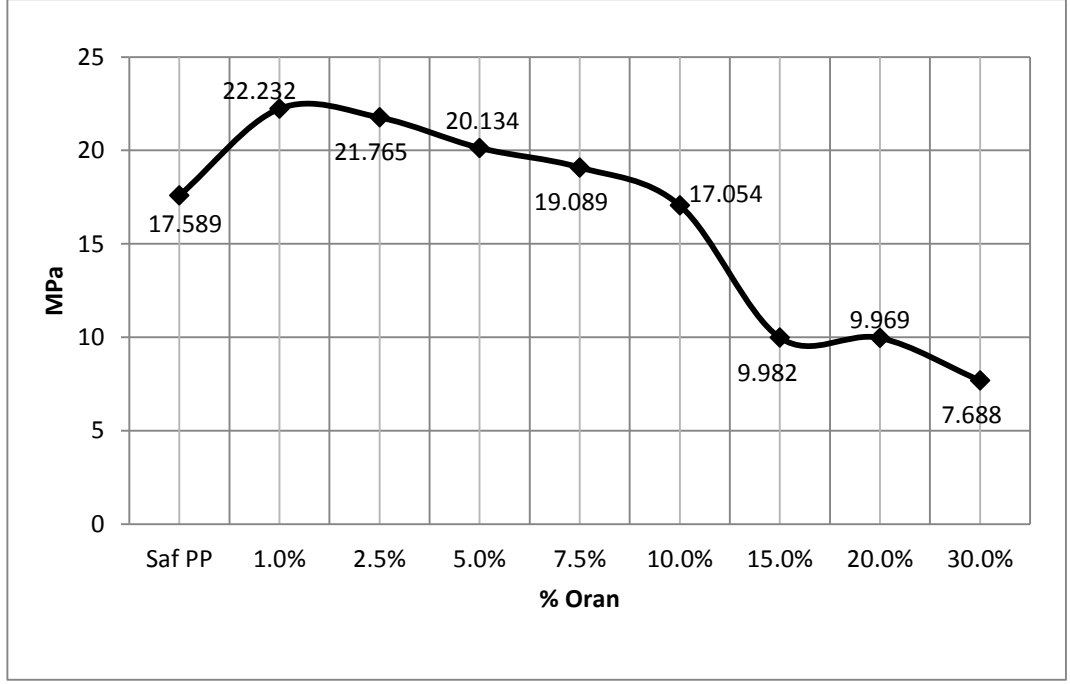
Film olarak sentezlenmiş saf PP ve kompozitlerin kütlece (w/w) %1, %2,5, %5, %7,5, %10, %15, %20, ve %30 oranındaki çekme testi sonuçları grafikler halinde gösterildi. Şekil 3.26’da PP/Silika grafiği, şekil 3.27’de PP/MS-BTMAC grafiği, şekil 3.28’de PP/MS-HTAB grafiği ve şekil 3.29’da PP/MS-BK grafiği ile gösterildi.



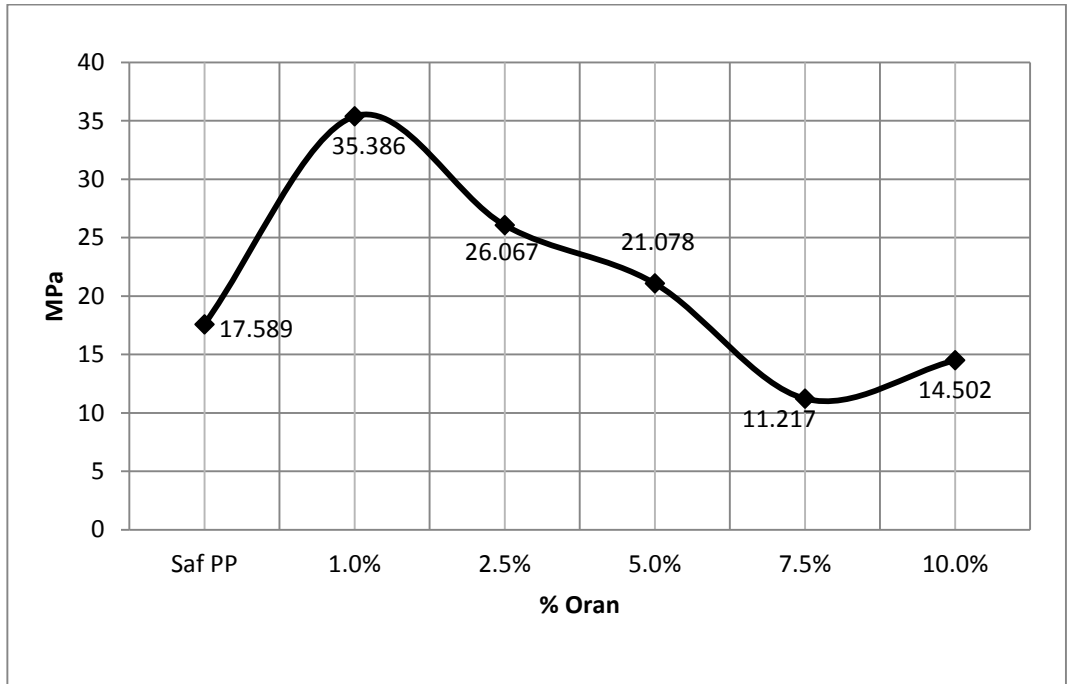
Şekil 3.26: PP/silika filmlerinin çekme testi sonuçları.



Şekil 3.27: PP/MS-BTMAC filmlerinin çekme testi sonuçları.



Şekil 3.28: PP/MS-HTAB filmlerinin çekme testi sonuçları.



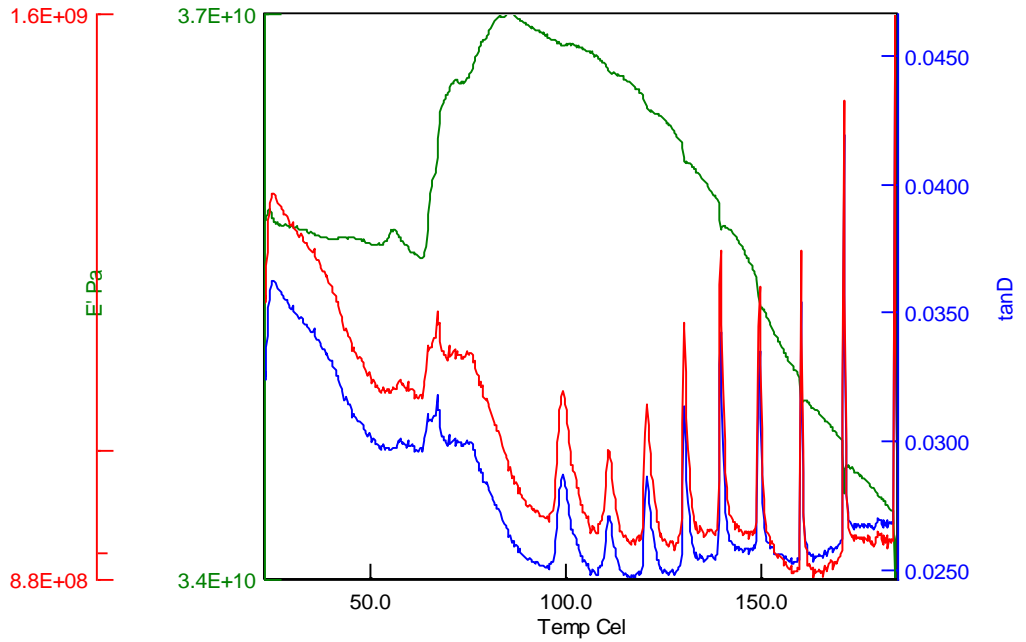
Şekil 3.29: PP/MS-BK filmlerinin çekme testi sonuçları.

3.6 DMA Analizleri

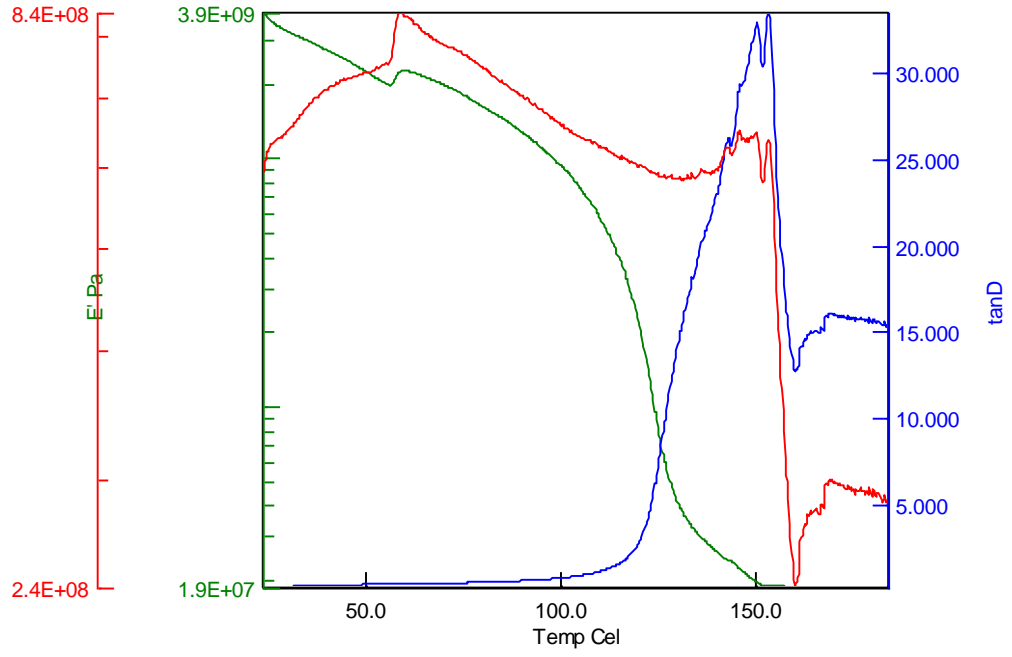
Film olarak sentezlenmiş saf PP'nin DMA eğrileri şekil 3.30'da, kütlece (w/w) %2,5 PP/Silika olarak sentezlenmiş kompozitin DMA eğrileri ise şekil 3.31'de gösterildi.

Kütlece (w/w) %1 PP/MS-HTAB olarak sentezlenmiş kompozit filminin DMA eğrileri şekil 3.32'de, kütlece (w/w) %2,5 PP/MS-HTAB olarak sentezlenmiş kompozit filminin DMA eğrileri ise şekil 3.33'de gösterildi.

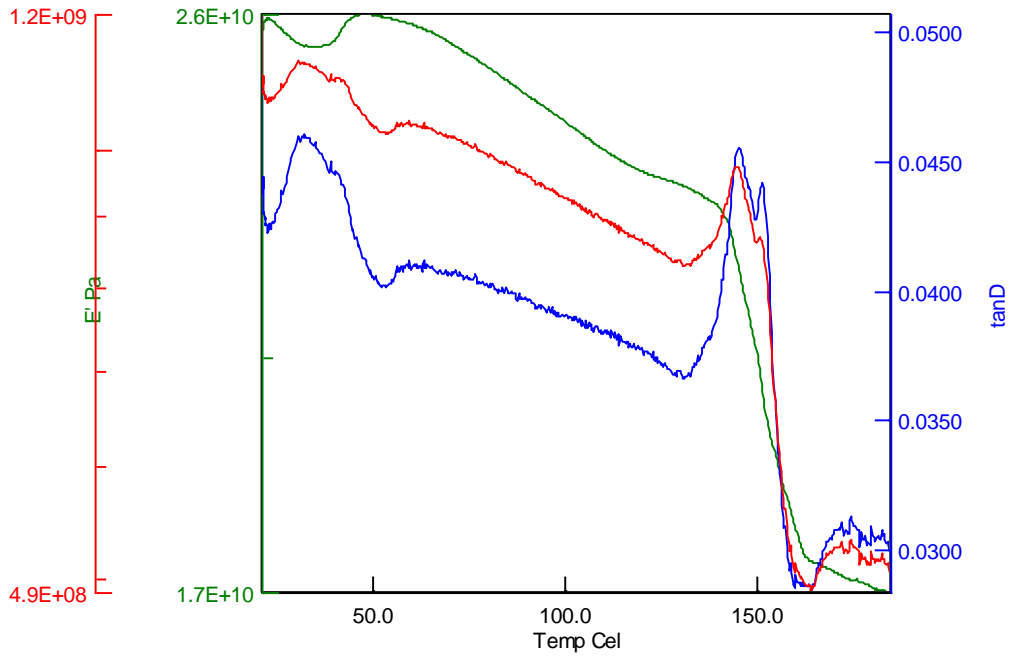
Kütlece (w/w) %1 PP/MS-BK olarak sentezlenmiş kompozit filminin DMA eğrileri şekil 3.34'de gösterildi.



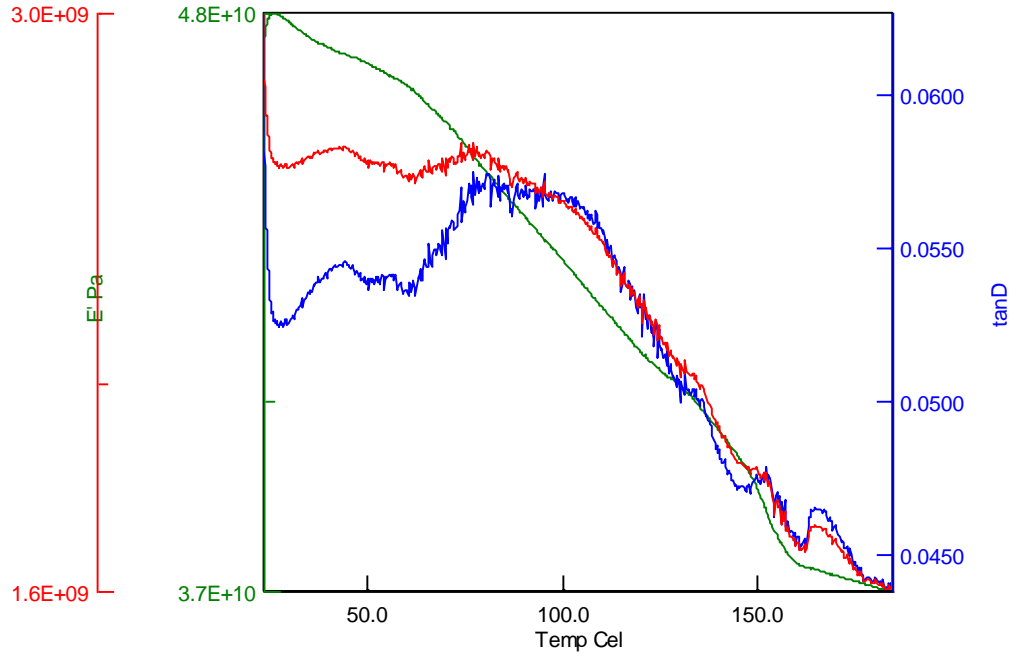
Şekil 3.30: Saf PP'nin DMA eğrileri.



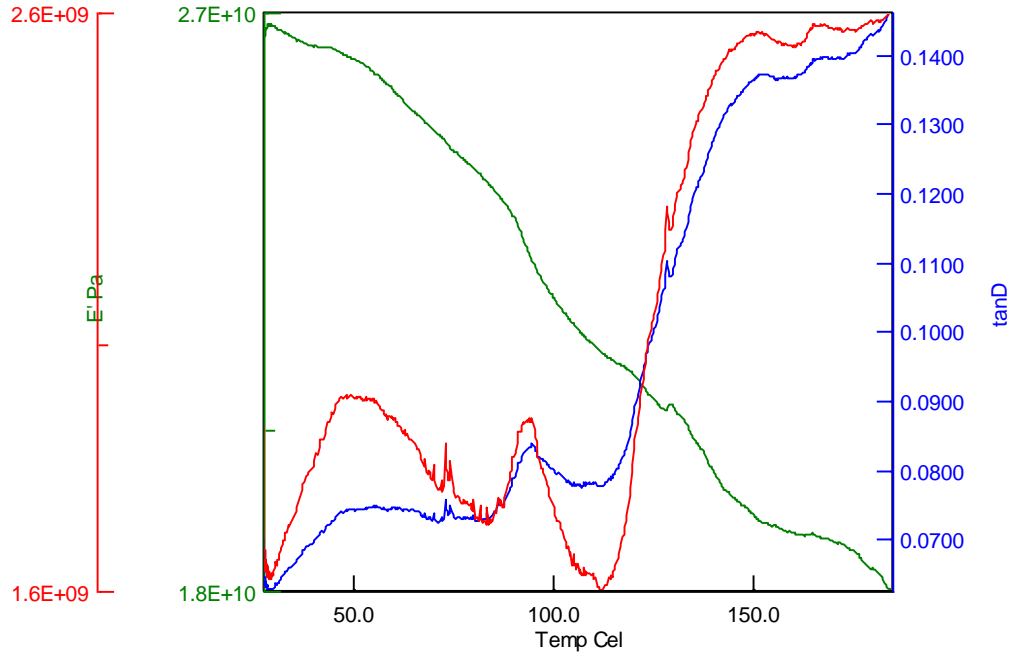
Şekil 3.31: %2,5 PP/Silika kompozit filminin DMA eğrileri.



Şekil 3.32: %1 PP/MS-HTAB kompozit filminin DMA eğrileri.



Şekil 3.33: %2,5 PP/MS-HTAB kompozit filminin DMA eğrileri.



Şekil 3.34: %1 PP/MS-BK kompozit filminin DMA eğrileri.

4. SONUÇ VE ÖNERİLER

4.1 FTIR-ATR Analizleri

4.1.1 PP/Silika İçeren Kompozit Filmlerinin FTIR Analizleri

Şekil 3.1’de saf PP, silikanın ve %1, %10, %20 ve %30’luk oranında hazırlanan PP/silika kompozit filmlerine ait FTIR spektrumları gösterildi.

Saf PP’nin karakteristik pikleri; 2949,81 cm^{-1} ve 2917,46 cm^{-1} C-H gerilmeleri, 1455,73 cm^{-1} –CH₂ eğilme titreşimleri, 1375,60 cm^{-1} –CH₃ eğilme titreşimleri, 1067,22 cm^{-1} C-C gerilme titreşimleridir.

Silikanın karakteristik pikleri; 1061,94 cm^{-1} Si-O-Si gerilme titreşimleri, 971,02 cm^{-1} Si-OH gerilme titreşimleri ve 798,36 cm^{-1} Si-O eğilme titreşimleridir.

Kütlece (w/w) %1-%30 oranında hazırlanan PP/silika kompozit filmlerine ait FTIR spektrumlarından elde edilen pik değerleri ise, 2949,81 cm^{-1} ve 2917,46 cm^{-1} C-H gerilme titreşimleri, 1455,73 cm^{-1} –CH₂ eğilme titreşimleri, 1375,60 cm^{-1} –CH₃ eğilme titreşimleri, 1054.16 cm^{-1} ’de Si-O-Si titreşimleridir.

Sonuç olarak, kompozit filmlerin kütlece (w/w) silika oranı arttıkça silikanın karakteristik piki olan Si-O-Si titreşim piklerinin şiddetinin artarak daha belirgin hale geldiği görüldü. Bu ise, PP/silika kompozit filmlerinde PP ile silikanın birbiriyle etkileşimin arttığı gösterdi.

4.1.2 PP/MS İçeren Kompozit Filmlerinin FTIR Analizleri

4.1.2.1 PP/MS-BTMAC İçeren Kompozit Filmlerin FTIR Analizleri

Şekil 3.2’de saf PP, silika, BTMAC ve kütlece (w/w) %30 oranında hazırlanan PP/MS-BTMAC kompozit filmlerine ait FTIR spektrumları gösterildi. Saf PP ve silikanın karakteristik pikleri bölüm 4.1.1’de anlatıldı.

Şekil 3.2’de gösterilen spektrumdaki BTMAC’a ait karakteristik pikler, 3006,40 cm^{-1} aromatik C-H gerilme titreşimleri, 2970 cm^{-1} civarındaki pikler N^+ - CH_3 ’deki C-H gerilme titreşimleri, 1493,55 cm^{-1} civarındaki pikler C=C gerilme titreşimleri ve 739,44 cm^{-1} ’de C-N⁺ gerilme titreşimleridir.

Şekil 3.2’de kütlece (w/w) %30 PP/MS-BTMAC kompozit filmin spektrumunda PP’ye ait 2950,23 cm^{-1} ve 2917,69 cm^{-1} karakteristik pikler, silikaya ait 1070,91 cm^{-1} karakteristik piki ve BTMAC’e ait 808,55 cm^{-1} karakteristik piki gözlemlendi. Sonuç olarak; PP ve MS-BTMAC, hazırlanan kompozit filmlerin içerisinde birbirleriyle etkileştikleri görüldü.

4.1.2.2 PP/MS-HTAB İçeren Kompozit Filmlerin FTIR Analizleri

Şekil 3.3’de saf PP, silika, HTAB ve kütlece (w/w) %30 oranında hazırlanan PP/MS-HTAB kompozit filmlerine ait FTIR spektrumları gösterildi. Saf PP ve silikaya ait karakteristik pikler bölüm 4.1.1’de anlatıldı.

Şekil 3.3’de spektrumdaki HTAB’ın karakteristik pikleri, 2900 cm^{-1} civarındaki pikler N^+ - CH_3 ’deki C-H gerilmeleri, 1400 cm^{-1} civarındaki pikler $-\text{CH}_2$ gerilmeleri ve 937,44 cm^{-1} ’de C-N⁺ gerilmelerine ait piklerdir.

Şekil 3.3’de gösterilen kütlece (w/w) %30 PP/MS-HTAB kompozit filmin spektrumunda PP’ye ait 2949,95 cm^{-1} ve 2919,69 cm^{-1} karakteristik pikleri, silikaya ait 1062,75 cm^{-1} karakteristik piki ve HTAB’a ait 799,32 cm^{-1} karakteristik piki gözlemlendi. Sonuç olarak; PP ve MS-HTAB, hazırlanan kompozit filmlerin içerisinde birbirleriyle etkileştikleri görüldü.

4.1.2.3 PP/MS-BK İçeren Kompozit Filmlerin FTIR Analizleri

Şekil 3.4'de saf PP, silika, BK ve kütlece (w/w) %30 oranında hazırlanan PP/MS-BK kompozit filmlerine ait FTIR spektrumları gösterildi. Saf PP ve silikaya ait karakteristik pikler bölüm 4.1.1'de anlatıldı.

Şekil 3.4'de BK'nın spektrumundaki karakteristik pikleri, 1595,04 cm^{-1} 'de C=C gerilme titreşimleri, 1449,55 cm^{-1} 'de aromatik =C-H ve C=C gerilme titreşimleri, 1343,00 cm^{-1} 'de C=C düzlem içi titreşimleri, 666,48 cm^{-1} C-Cl titreşimlerine ait piklerdir.

Kütlece (w/w) %30 PP/MS-BK kompozit filminin spektrumunda, şekil 3.1'de gösterilen kütlece (w/w) %30 oranındaki PP/silika kompozit filminin spektrumundan farklı olarak BK'dan gelen 1375,82 cm^{-1} 'de C=O gerilmeleri ve 666,48 cm^{-1} 'de C-O-C gerilmeleri gözlemlendi. Sonuç olarak PP/MS-BK kompozit filmlerine ait spektrumlarına bakılarak PP ve MS-BK arasında etkileşimlerin olduğu görüldü.

4.2 XRD Analizleri

4.2.1 PP/Silika ve PP/MS-BTMAC İçeren Kompozit Filmlerinin XRD Analizleri

Şekil 3.5'de ki grafikte saf PP, silika, BTMAC, MS-BTMAC, kütlece (w/w) %30 oranında hazırlanan PP/silika ve PP/MS-BTMAC kompozit filmlerine ait XRD desenleri gösterildi.

Saf PP'ye ait XRD desenine bakıldığında yaklaşık olarak $2\theta=14.05^\circ$, $2\theta=16.43^\circ$, $2\theta=18.53^\circ$, $2\theta=21.21^\circ$ 'de olmak üzere karakteristik pikler gözlemlendi. Silika mineralinin XRD desenine bakıldığında amorf yapılı olduğu ve modifikasyon işlemi sonucunda mineralin XRD desenlerinde önemli bir değişim olmadığı görüldü. Kütlece (w/w) %30 oranındaki PP/MS-BTMAC kompozit film örneklerinin XRD desenlerinde de saf PP'ye ait karakteristik pikler gözlemlendi. Dolayısıyla kristal yapılarında bir değişim olmadı.

4.2.2 PP/Silika ve PP/MS-HTAB İeren Kompozit Filmlerinin XRD Analizleri

Şekil 3.6'de ki grafikte saf PP, silika, HTAB, MS-HTAB, küttelece (w/w) %30 oranında hazırlanan PP/silika ve PP/MS-HTAB kompozit filmlerine ait XRD desenleri gösterildi.

Şekil 3.6'de saf PP'ye ait XRD desenine bakıldığında yaklaşık olarak $2\theta=14.05^{\circ}$, $2\theta=16.43^{\circ}$, $2\theta=18.53^{\circ}$, $2\theta=21.21^{\circ}$ de olmak üzere karakteristik pikler gözlemlendi. Silika mineralinin XRD desenine bakıldığında amorf yapılı olduğu ve modifikasyon işlemi sonucunda mineralin XRD desenlerinde önemli bir deęişim olmadığı görüldü. Küttelece (w/w) %30 MS-HTAB içeren kompozit film örneklerinin XRD desenlerinde de saf PP'ye ait karakteristik pikler gözlemlendi. Sonuç olarak, PP/MS-HTAB kompozit filmlerin kristal yapılarında önemli bir deęişim görülmedi.

4.2.3 PP/Silika ve PP/MS-BK İeren Kompozit Filmlerinin XRD Analizleri

Şekil 3.7'de ki grafikte saf PP, silika, MS-BK, küttelece (w/w) %30 oranında hazırlanan PP/silika ve PP/MS-BK kompozit filmlerine ait XRD desenleri gösterildi.

Şekil 3.7'de saf PP'ye ait XRD desenine bakıldığında yaklaşık olarak $2\theta=14.05^{\circ}$, $2\theta=16.43^{\circ}$, $2\theta=18.53^{\circ}$, $2\theta=21.21^{\circ}$ de olmak üzere karakteristik pikler görüldü. Silika mineralinin XRD deseninde ise amorf yapılı olduğu ve modifikasyon işlemi sonucunda mineralin XRD desenlerinde önemli bir deęişim olmadığı görüldü. Küttelece (w/w) %30 oranında MS-BK içeren kompozit film örneklerinin XRD desenlerinde de saf PP'ye ait karakteristik pikler gözlemlendi. Sonuç olarak, PP/MS-BK kompozit filmlerinin kristal yapılarında önemli bir deęişim görülmedi.

4.3 TG/DTA Analizleri

Şekil 3.8’de termal gravimetrik analiz sonucunda elde edilen TG eğrilerinde saf PP’nin 350 °C’den sonra yaklaşık olarak 470 °C’ye kadar kütlede %100’e yakın kaybın olduğu görüldü. Bu sıcaklık aralığında (350-470°C) saf PP’nin tek basamakta kalıntı bırakmadan tamamen yanması sonucu kütle kaybının gerçekleştiği görüldü.

PP’nin kütlece (w/w) oranlarında silika mineralleri ilave edilerek sentezlenen çeşitli kompozit filmlerine ait kütle kaybı eğrilerinde kütle kayıplarının 370-480 °C aralığında en fazla olduğu gözlemlendi. Bu sıcaklık aralığında kompozit içerisindeki PP’nin kalıntı bırakmadan yandığı ve geriye kalan kütlede silika minerali olduğu görüldü. Yine bu sıcaklık aralığında kompozitlerdeki kütle kayıplarının saf PP’nin TG eğrilerine benzer şekilde değiştiği gözlemlendi. Kütlece (w/w) orana bağlı olarak 370-480 °C aralığındaki kütle kaybının %87-92 civarında değiştiği görülmektedir. Genel olarak 0-300 °C arasında ise, %1-5 arasında bir değişimin olduğu görüldü. Bu azalmanın nedeni, silika mineralinin yüzeyinde veya iç kısımlarında adsorbe olan suyun uzaklaşmasıdır.

4.4 SEM Analizleri

Şekil 3.17’de saf PP, şekil 3.18-25’de kütlece (w/w) %1 ve %2,5 oranıyla PP/silika ve PP/MS kompozit filmlerine ait 10 µm ve 100 µm’deki SEM görüntüleri verildi.

Genel olarak kompozitlere bakıldığında kütlece (w/w) %1 ve %2,5 oranına bağlı olarak PP içerisinde silika ve MS'nin artarak dağıldığı ve bu dağılım sonucu kompozitlerin yüzey morfolojisinde saf PP filmine göre önemli değişiklikler gözlemlendi. SEM görüntülerinde silika taneciklerinin PP filminin içerisindeki gömülü ve yüzeyde tutunarak dağıldığı görüldü. %1 PP/MS-BK kompozit filminin SEM görüntüsü diğer kompozit filmlerine göre daha az gözenekli yapıya sahip olduğu ve daha az kırılğan olduğu söylenebilir. Bu durum çekme dayanımını da destekler.

Şekil 3.22’de kütlece (w/w) %1 oranında MS-HTAB’ın PP filmi içindeki dağılımı verildi. Modifiyer maddenin misel oluşturduğu ve PP ile MS-HTAB minerali arasında etkileşimin meydana geldiği gözlemlendi. Böylece film daha kırılğan bir hale geldi.

4.5 Mekanik Test Analizleri

Şekil 3.26’da saf PP ve PP/silika mineralinin filmleri ve şekil 3.27-3.29’da PP/modifiye silika mineralinin filmlerine ait çekme mukavemeti sonuçları verildi.

Saf PP filminin çekme mukavemet değeri 17,58 MPa olarak ölçüldü. PP/silika minarelleri ile hazırlanan kompozitlerde en yüksek mukavemet değerleri %1 oranında olduğu ve kütlece (w/w) oran arttıkça çekme mukavemetlerinde belirgin bir azalma gözlemlendi. Bu mukavemetlerin azalması, kütlece (w/w) oranın artması ile gözenekli yapının artması, dolayısıyla yapının daha kırılğan olmasındandır. Gözenekli ve kırılğan bir yapıya sahip olan kompozit filmlerin daha düşük mukavemet göstermesi beklenir.

PP/MS minerali ile hazırlanan kompozit filmlerinin çekme mukavemet sonuçlarında bakıldığında, saf PP filmine göre yüksek değerlere sahip çekme mukavemetleri genellikle kütlece (w/w) %1 ve %2,5 oranında hazırlanan kompozitlerde görüldü. Bu durum modifikasyon işlemi sonucunda silika ile PP etkileşiminin artması sonucu ile açıklanabilir. Kütlece (w/w) oran arttıkça çekme mukavemet değerlerindeki azalma ise, yapının kırılğanlığının artmasıyla açıklanabilir.

Sonuç olarak kütlece (w/w) %1 ve %2,5 oranında hazırlanan kompozitlerin çekme mukavemetleri saf PP’ye göre daha yüksektir. Kütlece (w/w) %1 oranında hazırlanan kompozitlerden PP/MS-BK kompozit filminin çekme mukavemeti en yüksek olduğu bulundu. Ayrıca PP/MS-HTAB kompozit filmleri kütlece (w/w) %7,5 oranına kadar saf PP’ye göre yüksek mukavemet sağladığı gözlemlendi. Bu orandan sonra ise mukavemet değerleri düşerek kompozit filmlerin kırılğanlığı artmaya başlamıştır.

4.6 DMA Analizleri

Saf PP'nin DMA analizi şekil 3.30'da, kütlece (w/w) belli oranlarda PP/Silika ve PP/Modifiye Silika olarak sentezlenmiş kompozitlerin DMA analizleri şekil 3.31- 3.34'de gösterildi.

Literatürde Polipropilene ait camsı geçiş sıcaklığı 253°K (-20°C) olarak belirtilmiştir. DMA ölçümleri laboratuvar sıcaklığından başlanarak 200°C aralığında yapıldı. Oda sıcaklığından daha düşük sıcaklıklarda ölçüm alınamadığı için kompozitlerin camsı geçiş sıcaklıkları belirlenemedi. Genel olarak kompozitlere ait DMA grafiklerine bakıldığında Saf PP'ye göre viskoelastik özelliklerinde artış gözlemlendi.

4.7 Sonuçlar

Yapılan bu tez çalışmasında özet olarak aşağıdaki sonuçlar elde edildi.

PP/silika olarak hazırlanan kompozit filmlerinin FTIR analizleri sonucunda elde edilen spektrumlardan PP ve silika mineralleri arasında etkileşimlerin olduğu görüldü. BTMAC, HTAB ve benzoilklorür ile modifiye edilen oksit minerallerinin PP ile hazırlanan modifiye kompozit filmlerinin FTIR analizleri sonucunda elde edilen spektrumlardan, etkileşimlerin olduğu bulundu. PP/MS-BTMAC ve PP/MS-HTAB ile hazırlanan kompozit filmlerindeki etkileşimlere göre, PP/MS-BK ile hazırlanan kompozit filmlerindeki etkileşimlerin daha kuvvetli olduğu görüldü.

XRD analizleri sonucunda silikanın amorf yapıda olduğu görüldü. PP/Silika ve PP/MS kompozit filmlerinin XRD analizleri sonucunda elde edilen desenlerde önemli bir değişim gözlenmedi.

PP/Silika ve PP/MS kompozit filmlerinin termal gravimetrik analizlerinden elde edilen (TGA) eğrilerinden genel olarak büyük kütle kayıplarının kayıplarının 370-480 °C'de olduğu ve kütlece (w/w) orana bağlı olarak bu sıcaklık aralığındaki kütle kaybının %87-92 arasında değişim gösterdiği bulundu.

SEM görüntülerinde silika taneciklerinin PP filminin içerisindeki gömülü ve yüzeyde tutunarak dağıldığı görüldü. PP/MS ile sentezlenen kompozit filmlerin yüzey morfolojilerine bakıldığında ise düşük oranlarda modifikasyon işlemi öncesine göre daha az kırılğan bir yapının oluştuğu gözlemlendi. Oran arttıkça yapının daha kırılğan bir hal aldığı görüldü.

Mekanik test analizlerinin sonucunda ise kütlece (w/w) %1 ve %2,5 oranında hazırlanan PP/MS kompozit filmlerinin çekme mukavemetlerinin en yüksek olduğu bulundu. Ayrıca kütlece (w/w) %1 oranında PP/MS-BK kompozit filminin çekme mukavemeti saf PP ve diğer kompozit filmlere göre daha yüksek olduğu görüldü. Silikanın benzoilklorür ile en iyi şekilde etkileştiğini gözlemlendi.

Sonuç olarak bu çalışmada, endüstriyel bir polimer olan polipropilen ile silika minerali kullanılarak kompozit filmler sentezlenmiş ve bunların karakterizasyonları yapılmıştır. Saf PP filmlerine göre, kompozit filmler fiziksel, termal ve mekanik olarak daha üstün özellikler göstermiştir. Çalışmada sentezlenen PP/Silika ve PP/MS kompozit filmlerinde kullanılan bileşenlerin ucuz, kolay elde edilebilir ve uygulanan yöntemlerin basit olması da bu çalışmanın sürekli sistemlere uygulanabileceğinin ve endüstriyel malzemelerin hazırlanmasında kullanılabilir olacağını göstermektedir.

5. KAYNAKLAR

- [1] Zengin, F., “Polipropilen / montmorillonit esaslı polimer / kil nano-kompozitlerinde dolgu-matriks etkileşiminin iyileştirilmesi”, Yüksek Lisans Tezi, *Hacettepe Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, Kimya Anabilim Dalı, Ankara, (2010).
- [2] Yalçinkaya, S. E., “Nanokil – polimer kompozitlerinin sentez ve karakterizasyonu”, Yüksek Lisans Tezi, *Ankara Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, Kimya Mühendisliği Anabilim Dalı, Ankara, (2008).
- [3] Necipoğlu, A., “Polipropilen – kil nanokompozitlerin hazırlanması ve gaz geçirgenlik özelliklerinin incelenmesi”, Yüksek Lisans Tezi, *Yıldız Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, Kimya Mühendisliği Anabilim Dalı, İstanbul, (2011).
- [4] Kodal, M., “Polipropilen ve dolgu maddeleri ile hazırlanan karışımların fiziksel ve kimyasal özelliklerinin incelenmesi”, Yüksek Lisans Tezi, *Kocaeli Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, Kimya Mühendisliği Anabilim Dalı, Kocaeli, (2009).
- [5] Kansu, Y., “Cam küre, CaCO₃ ve talk dolgulu polipropilen hibrit kompozitlerin mekanik ve fiziksel özelliklerinin incelenmesi”, Yüksek Lisans Tezi, *Marmara Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, Kimya Anabilim Dalı, İstanbul, (2005).
- [6] Yurdakul, K., “Kalsiyum karbonat (CaCO₃) dolgulu polietilen filmlerin hazırlanması ve geçirgenlik özelliklerinin incelenmesi”, Yüksek Lisans Tezi, *İstanbul Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, Kimya Mühendisliği Anabilim Dalı, İstanbul, (2011).
- [7] Çengel, Ö., “Peroksitlerin alçak yoğunluklu polietilen (aype) üzerine etkisi, mekanik ve fiziksel özelliklerinin incelenmesi”, Yüksek Lisans Tezi, *Celal Bayar Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, Kimya Anabilim Dalı, Manisa, (2013).

- [8] Açıkgöz, M., “Termoplastik polimerler üzerine peroksit etkisi ve reolojik davranışlarının incelenmesi”, Yüksek Lisans Tezi, *Celal Bayar Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, Kimya Anabilim Dalı, Manisa, (2014).
- [9] Öney, F., “Polistiren kil nanokompozitin sentezi ve karakterizasyonu”, Yüksek Lisans Tezi, *Gazi Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, Kimya Mühendisliği Anabilim Dalı, Ankara, (2011).
- [10] Durak, Y., “Bazı polimerler, alternatif yakıt kaynakları ve ikili karışımlarının yanma kinetiklerinin termogravimetrik analiz yöntemiyle incelenmesi”, Yüksek Lisans Tezi, *Hacettepe Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, Kimya Mühendisliği Anabilim Dalı, Ankara, (2007).
- [11] Cengiz, İ., “Polietilen ve polipropilen esaslı ürünlerin, plastik enjeksiyon işlem parametreleri ve termodinamik yöntemlerle ısı yayılımının incelenmesi”, Yüksek Lisans Tezi, *Kastamonu Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, Fizik Anabilim Dalı, Kastamonu, (2012).
- [12] Akkurt, S., “Plastik Malzeme Bilgisi”, İstanbul: Birsen Yayınevi, 96-112, (1991).
- [13] Beşergil, B., *Polimer Kimyası*, Ankara: Gazi Kitabevi, (2008).
- [14] Alsaç, C., “Polivinilklorür ve polietilen çift katmanlı ambalaj malzemesinin özelliklerine termoform kalıplama parametrelerinin etkileri”, Yüksek Lisans Tezi, *Marmara Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, Metal Eğitimi Anabilim Dalı, İstanbul, (2008).
- [15] Yüce, İ., “Poliester/yün iplik karışımlarının boyanması”, Yüksek Lisans Tezi, *Marmara Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, Tekstil Eğitimi Anabilim Dalı, İstanbul, (2010).
- [16] Tamer, B. Y., “Doymamış poliester esaslı polihipe malzemelerinin özellikleri üzerine reaksiyon koşullarının etkilerinin incelenmesi”, Yüksek Lisans Tezi, *Yıldız Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, Kimya Anabilim Dalı, İstanbul, (2008).

- [17] Metin, N., “Akrilik asitli poliestere reçinesi üzerine sulu çözeltilerden U(VI) iyonlarının adsorpsiyonu”, Yüksek Lisans Tezi, *İstanbul Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, Kimya Anabilim Dalı, İstanbul, (2010).
- [18] Tezcan, F., “Aljinat/kil biyopolimer nanokompozit filmlerin eldesi ve karakterizasyonu”, Yüksek Lisans Tezi, *İstanbul Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, Kimya Anabilim Dalı, İstanbul, (2008).
- [19] Kalay, B., “Sulu çözeltilerden Cu^{+2} 'nin kaolinit yüzeyine adsorpsiyonu”, Yüksek Lisans Tezi, *Balıkesir Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, Kimya Anabilim Dalı, Balıkesir, (2006).
- [20] Yılmaz, Z., “Hidrotermal yöntemlerle kaolinin'in dekompozisyonu”, Yüksek Lisans Tezi, *Balıkesir Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, Kimya Anabilim Dalı, Balıkesir, (2004).
- [21] Yanatma, S., “Kontrollü polimerizasyon yöntemiyle organik / anorganik polimerik kompozit malzemelerin sentezi ve karakterizasyonu”, Yüksek Lisans Tezi, *İnönü Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, Kimya Anabilim Dalı, Malatya, (2011).
- [22] Perkins, D., *Mineralogy*, New Jersey: Prentice-Hall Dnc., 8, (2002).
- [23] Açıkalm, N., “Türkiye’de ve Dünyada Diatomit”, *M.T.A Genel Müdürlüğü, F.E.D.*, 1-30, Ankara, (1991).
- [24] DPT, 2001. Sekizinci Besyillik Kalkınma Planı Madencilik Özel İhtisas Komisyonu Raporu, Çalışma Kurulu Raporu (Koordinatör: Pınar ÖZEL – DPT), Ankara, DPT: 2621-ÖK: 632: 48-55.
- [25] Kaddey, L.F., *Diatomit-İndüstriyel Rocks and Minerals*, (Çev: L. Okay), M.T.A, Rap. No:1206, (1978).
- [26] Çelik, E. ve Uygun, A., “Endüstriyel Hammadde Diatomit”, *Yeryuvarı ve İnsan, T.J.K.*, 3(2), 46-53, (1979).

- [27] DPT, 7. Beş Yıllık Kalkınma Planı, “Asbest, Bentonit, Fluorit, Diatomit (Kizelgur), Kalsit, Kıymetli ve Yarı-Kıymetli Taşlar (Süs Taşları), Lityum, Titanyum, Zirkonyum ve Hafniyum, Madencilik Özel İhtisas Komisyonu Raporu”, Cilt-2, DPT:2421-ÖİK: 480, Ankara, (1996).
- [28] Turan, B., “Bazı organik kirliliklerin yüzey aktif madde modifiye edilmiş killerle uzaklaştırılması”, Yüksek Lisans Tezi, *Yıldız Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, Analitik Kimya Anabilim Dalı, İstanbul, (2009).
- [29] DPT, 8. Beş Yıllık Kalkınma Planı, “Yapı Malzemeleri III (Pomza-Perlit-Vermikülit-Flogopit-Genleşen Killer) ÖİK Endüstriyel Hammaddeler Alt Komisyon Raporu”, 24-49 (2004).
- [30] Elmas, A., “Çinkonun perlit ve kitosan modifiye perlit ile adsorpsiyonu ve adsorpsiyon özelliklerinin karşılaştırılması”, Yüksek Lisans Tezi, *İstanbul Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, Kimya Mühendisliği Anabilim Dalı, İstanbul, (2014).
- [31] Karagöz, T., “Poliiolefin-kil nanokompozitler için modifiye organo killerin sentezi ve karakterizasyonu”, Yüksek Lisans Tezi, *İstanbul Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, Kimya Mühendisliği Anabilim Dalı, İstanbul, (2009).
- [32] Faramawy, S., El-Fadly, A. M., El-Naggar, A. Y. and Youssef, A. M., “Surface - modified silica gels as solid stationary phases in gas chromatography”, *Surface Coatings Technology*, 90, 53-63 (1997).
- [33] Erdemoğlu, M., Şener, Ş., Sayıklan, H., Pirofillit kullanılarak metalik ve organik kirliliklerin sulu ortamlardan uzaklaştırılması [online], (20 Kasım 2014), http://www.maden.org.tr/resimler/ekler/ca289d2a4acd14c_ek.pdf, (2004).
- [34] İşgüder, G., “Uyumsuz poliolefin-poliester harmanlarına kil ilavesinin harman özelliklerine etkisi”, Yüksek Lisans Tezi, *İstanbul Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, Kimya Mühendisliği Anabilim Dalı, İstanbul, (2010).

- [35] Şamilođlu, M.C., “Silan kaplamalı kısa cam elyaf poliester kompozitlerin mekanik ve termal özelliklerinin karakterizasyonu”, Yüksek Lisans Tezi, *Gazi Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, Kimya Mühendisliđi Anabilim Dalı, Ankara, (2007).
- [36] Kelleci, O., “Silan ile modifiye edilen üreformaldehit kullanılarak üretilmiş yongalevhaların fiziksel ve mekanik özelliklerinin belirlenmesi”, Yüksek Lisans Tezi, *Bartın Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, Orman Endüstri Mühendisliđi Anabilim Dalı, Bartın, (2013).
- [37] Uslu, B., “Akciđer yüzey aktif maddelerinin hibrit yüzey aktif maddeleri ile etkileşimi”, Yüksek Lisans Tezi, *Hacettepe Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, Kimya Mühendisliđi Anabilim Dalı, Ankara, (2009).
- [38] Tanacı, H., “Akciđer yüzey aktif maddeleri - hibrit yüzey aktif maddeleri karışımlarının kan proteinleri ile etkileşimi”, Yüksek Lisans Tezi, *Hacettepe Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, Kimya Mühendisliđi Anabilim Dalı, Ankara, (2009).
- [39] Batıgöç, Ç., “Yüzey aktif maddelerin etkileşimlerinin ve fiziksel özelliklerinin incelenmesi”, Doktora Tezi, *Trakya Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, Kimya Anabilim Dalı, Edirne, (2010).
- [40] Büker, E., “Misel destekli ultrafiltrasyonun ayırma etkinliđinin arttırılması”, Yüksek Lisans Tezi, *Gazi Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, Kimya Anabilim Dalı, Ankara, (2010).
- [41] Solomons, T. W. G., Fryhle, C. B., *Organik Kimya*, 7.Basım, (Çev: G. Oktay ve Y. Yıldırım), Literatür Yayıncılık, (2002).
- [42] Özcan, M., “Polimer - talaş kompozitlerin hazırlanması ve mekanik özelliklerinin incelenmesi”, Yüksek Lisans Tezi, *İstanbul Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, Kimya Mühendisliđi Anabilim Dalı, İstanbul, (2010).

- [43] Arpacı, D. K., “Polistiren / çinko oksit nanokompozit sentezi ve karakterizasyonu”, Yüksek Lisans Tezi, *Gazi Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, Kimya Mühendisliği Anabilim Dalı, Ankara, (2014).
- [44] Yıldırım, A., “Öğütülmüş fındık kabuğunun polipropilen matrisli kompozitlerde kullanılabilirliği”, Yüksek Lisans Tezi, *Marmara Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, Metal Eğitimi Anabilim Dalı, İstanbul, (2007).
- [45] Sahin, Y., *Kompozit Malzemelere Giriş*, Ankara: Seçkin Yayıncılık San. ve Tic. A.S., 424s, (2006)
- [46] Papageorgiou, G. Z., Karandrea, E., Giliopoulos, D., Papageorgiou, D. G., Ladavos, A., Katerinopoulou A., et all, “Effect of clay structure and type of organomodifier on the thermal properties of poly(ethylene terephthalate) based nanocomposites”, *Thermochimica Acta*, 576, 84– 96, (2014).
- [47] Amri, F., Husseinsyah, S. and Hussin, K., “Mechanical, morphological and thermal properties of chitosann filled polypropylene composites: The effect of binary modifying agents”, *Composites: Part A*, 46, 89-95, (2013).
- [48] Zanetti, M., Bracco, P.ve Costa, L., “Thermal degradation behaviour of PE/clay nanocomposites”, *Polymer Degradation and Stability*. 85, 657-665, (2004).
- [49] Fitaroni, L. B., de Lima, J. A., Cruz, S. A. and Waldman, W. R., “Thermal stability of polypropyleneemontmorillonite clay nanocomposites: Limitation of the thermogravimetric analysis”, *Polymer Degradation and Stability*, 111, 102-108, (2015).
- [50] Lee, S. Y., Chen, H. and Hanna, M. A., “Preparation and characterization of tapioca starch–poly(lactic acid) nanocomposite foams by melt intercalation based on clay type”, *Industrial Crops and Products*, 28, 95–106, (2008).
- [51] Zu, L., Li, R., Jin, L., Lian, H., Liu, Y. and Cui, X.,” Preparation and characterization of polypropylene/silica composite particle with interpenetrating network via hot emulsion sol–gel approach”, *Materials International*, 24, 42–49, (2014).

- [52] Alkan, M., Benlikaya, R., ve Kaya, İ., “Preparation and characterization of sepiolite-poly(ethyl methacrylate) and poly(2-hydroxyethyl methacrylate) nanocomposites”, *Polymer Composites*, 30 (11), 1585-1594 (2009).
- [53] Bidadi, H., Olad, A., Parhizkar, M., Mohammadi Aref, S. and Ghafouri, M., “Nonlinear properties of ZnO-polymer composites prepared by solution-casting method”, *Vacuum*, 87, 50-54, (2013).
- [54] Alkan, M. ve Benlikaya, R., “Poly(vinyl alcohol) Nanocomposites with Sepiolite and Heat-Treated Sepiolites”, *Journal of Applied Polymer Science*, Vol. 112, 3764-3774, (2009).
- [55] Matzeu, G., Pucci, A., Savi, S., Romanelli, M. ve Di Francesco, F., “A temperature sensor based on a MWCNT/SEBS nanocomposite”, *Sensors and Actuators A*, 178, 94-99, (2012).
- [56] Patole, A. S., Patole, S. P., Jung, S.-Y., Yoo, J.-B., An, J.-H. ve Kim, T.-H. “Self assembled graphene/carbon nanotube/polystyrene hybrid nanocomposite by insitu microemulsion polymerization”, *European Polymer Journal*, 48, 252-259, (2012).
- [57] Vodnik, V. V., Bozanic, D. K, Dzunuzonic, E. ve Nedeljkovic, J. M., “Thermal and optical properties of silver-poly(methylmethacrylate) nanocomposites prepared by in-situ radical polymerization”, *European Polymer Journal*, 46, 137-144, (2010).
- [58] Anzlovar, A., Orel, Z. C. ve Zigon, M., “Poly(methyl methacrylate) composite prepared by in situ polymerization using organophilic nano-to-submicrometer zinc oxide particles”, *European Polymer Journal*, 46, 1216-1224, (2010).
- [59] Jia, X., Li, Y., Zhang, B., Cheng, Q. and Zhang, S., “Preparation of poly(vinyl alcohol)/kaolinite nanocomposites via in situ polymerization”, *Materials Research Bulletin*, 43 (3), 611-617, (2008).