

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



**ENDÜSTRİDE KULLANILAN BAZI POLİMER/OKSİT
MİNERALİ KOMPOZİT FİMLERİNİN SENTEZİ VE
KARAKTERİZASYONU**

YÜKSEK LİSANS TEZİ

EMİNE KADIOĞLU

BALIKESİR, MART - 2014

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



**ENDÜSTRİDE KULLANILAN BAZI POLİMER/OKSİT
MİNERALİ KOMPOZİT FİMLERİNİN SENTEZİ VE
KARAKTERİZASYONU**

YÜKSEK LİSANS TEZİ

EMİNE KADIOĞLU

BALIKESİR, MART - 2014

KABUL VE ONAY SAYFASI

EMİNE KADIOĞLU tarafından hazırlanan "ENDÜSTRİDE KULLANILAN BAZI POLİMER/OKSİT MİNERALİ KOMPOZİT FİMLERİNİN SENTEZİ VE KARAKTERİZASYONU" adlı tez çalışmasının savunma sınavı 12.03.2014 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. Selahattin YILMAZ


.....

Üye
PROF. DR. Akın AZİZOĞLU


.....

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

Fen Bilimleri Enstitüsü Müdürü

PROF. DR. Cihan ÖZGÜR

.....

ÖZET

**ENDÜSTRİDE KULLANILAN BAZI POLİMER/OKSİT MİNERALİ
KOMPOZİT FİMLERİNİN SENTEZİ VE KARAKTERİZASYONU
YÜKSEK LİSANS TEZİ
EMİNE KADIOĞLU
BALIKESİR ÜNİVERSİTESİ FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ
KİMYA ANABİLİM DALI**

(TEZ DANIŞMANI: PROF. DR. ÖZKAN DEMİRBAŞ)

BALIKESİR, MART - 2014

Bilim adamları çağın yenilikleri ile birlikte mevcut malzemelerin özelliklerinden, bilimin gelişmesi paralelinde günün şartlarına uyacak şekilde gerek ekonomik gerekse teknik yönden daha uygun malzemeler sentezleme yolunu seçmişlerdir. Böylece malzemeyi oluşturan ve bileşenlerin özellikleri farklı olan kombinasyonların verdikleri avantaj ile kompozit malzemeler üzerindeki çalışmalar büyük bir önem kazanmıştır. Son yıllarda farklı bileşen ve özelliklere sahip kompozit malzemelerin sentezi ve karakterizasyonlarında da önemli bir gelişme ve artış yaşanmaktadır. Bu amaçla, bu çalışmada bentonit, silika ve diatomit gibi oksit minerallerinin polietilen (PE) matrisi içerisindeki kompozit filmleri eritme yöntemi kullanılarak sentezlendi. Oksit minerallerinin polimer matrisi ile yüzey etkileşimini arttırmak için 3-aminopropiltrioksilan (3-APTS), setiltrimetilamonyumbromür (CTAB) ve benzoilklorür gibi çeşitli modifiyer malzemeler kullanıldı. Elde edilen kompozit filmler X-ışını kırınımı (XRD), Fourier dönüşümlü infrared spektrofotometresi (FTIR) ve termogravimetre (TG) ile karakterize edildi. Seçilen bazı kompozitlerin morfolojik yapıları taramalı elektron mikroskobu (SEM) ile incelendi. Oksit minerallerinin modifikasyon işlemleri sonucunda elde edilen FTIR spektrumlarından benzoilklorür kullanılarak gerçekleştirilen modifikasyon işleminin daha iyi olduğu, SEM görüntülerinden ise kompozit filmlerdeki kütlece oksit mineralinin oranının artmasıyla film yüzeylerindeki homojen görünümün gözenekli ve kırılmalı bir görünüme doğru geçiş gösterdiği gözlemlenmiştir. Modifiye edilmiş oksit mineralleri kullanılarak sentezlenen kompozit filmlerindeki mineral yüzdesinin artmasıyla film yüzeylerinde gözenekli ve kırılmalı yapıların fazla oluşmadığı, bunun sonucu olarak mineral ve polimer matrisin birbirleriyle etkileşimlerinin arttığı ortaya çıkmıştır. Çalışmada ayrıca, bazı kompozit filmlerinin bazı mekanik özellikleri incelendi. Kompozit filmler üzerine yapılan testlerden oksit minerali oranı %5 olan filmlerin çekme mukavemetlerinin saf polietilen filmine göre artış gösterdiği bulundu.

ANAHTAR KELİMELER: polietilen, eritme yöntemi, kompozit, kil, modifikasyon

ABSTRACT

**THE CHARACTERIZATION AND SYNTHESIS OF SOME
POLYMERS/OXIDE MINERAL COMPOSITE FILMS USED IN
INDUSTRY
MSC THESIS
EMINE KADIOĞLU
BALIKESİR UNIVERSITY INSTITUTE OF SCIENCE
CHEMISTRY**

(SUPERVISOR: PROF. DR. ÖZKAN DEMİRBAŞ)

BALIKESİR, MARCH 2014

Scientists, in conjunction with innovation, using the properties of existing materials, in parallel with the development of science so as to comply with the terms of the day, from both the economic and technical aspects of the pathways chose the more suitable materials. Thus, the properties of materials and components that make up the different advantages of the combinations with their work on composite materials have gained great importance. In recent years composite materials having different components and characteristics important in the development of the synthesis and characterization has been increasing. For this purpose, in this study oxide minerals such as bentonite, diatomite and silica within the matrix of the polyethylene (PE) composite films were synthesized using melting method. To increase the surface interaction of oxide minerals with the polymer matrix, 3-aminopropyltrimethoxysilane (3-APTS), cetyltrimethylammoniumbromid (CTAB) and benzoylchloride were used as materials of various modifiers. The obtained composite films were characterized by X - ray diffraction (XRD), Fourier transform infrared spectrometer (FTIR) and thermogravimetry (TG). Morphology of the selected composites was evaluated by scanning electron microscopy (SEM). FTIR spectrum of the modification process carried out using benzoylchloride was found to be better. From SEM images, the composite films with increasing mass ratio of the mineral oxide film surface have porous and fragile surface. Synthesized using modified oxide minerals composite films with increasing percentage of the mineral in the film surface is not formed over the porous and fragile structures, mineral and polymer matrix as a result of the interaction was found that increased. The study also some mechanical properties of the composite films were investigated. The tensile strength of the composite films, oxide mineral containing 5%, was found to be increased compared to pure polyethylene film.

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

İÇİNDEKİLER

Sayfa

ÖZET	i
ABSTRACT	ii
İÇİNDEKİLER	iii
ŞEKİL LİSTESİ	vi
TABLO LİSTESİ	x
SEMBOL LİSTESİ	xi
ÖNSÖZ	xii
1. GİRİŞ	1
1.1 Endüstriyel Polimerler	1
1.1.1 Polietilen, PE	2
1.1.1.1 Ultra Yüksek Molekül Ağırlıklı Polietilen (UHMPE veya UYMPE)	3
1.1.1.2 Yüksek Yoğunluklu Polietilen (HDPE veya YYPE)	3
1.1.1.3 Alçak Yoğunluklu Polietilen (LDPE veya AYPE)	3
1.1.1.4 Polietilenin Özellikleri	4
1.1.2 Polipropilen, PP	5
1.1.2.1 Polipropilenin Özellikleri	5
1.1.3 Polivinilklorür, PVC	6
1.1.3.1 Polivinilklorürün Özellikleri	6
1.1.4 Polistiren, PS	7
1.1.5 Poliesterler	7
1.2 Kil Mineralleri	8
1.2.1 Diatomit	8
1.2.1.1 Diatomitin Bileşimi ve Özellikleri	9
1.2.1.2 Diatomitin Kullanım Alanları	9
1.2.2 Silika	10
1.2.2.1 Silikanın Bileşimi ve Özellikleri	11
1.2.2.2 Silikanın Kullanım Alanları	11
1.2.3 Bentonit	12
1.2.3.1 Bentonitin Bileşim Özellikleri	12
1.2.3.2 Bentonitin Kullanım Alanları	13
1.3 Modifikasyon	14
1.3.1 Modifiyer Maddeler	15
1.3.2 Silan Grupları İçeren Bileşikler	15
1.3.2.1 Yüzey Aktif Maddeler	15
1.3.2.2 Benzoilklorür	16
1.4 Kompozit Malzemeler	17
1.4.1 Polimer-Polimer Kompozit Malzemeler	18
1.4.2 Polimer-Kil Kompozit Malzemeler	18
1.4.3 Polimer-Modifiye Kil Kompozit Malzemeler	18
1.5 Literatür Özeti	19
2. MATERYAL VE YÖNTEM	28
2.1 Materyaller	28
2.2 Kompozit Karakterizasyonu	28
2.3 Oksit Mineralinin Modifikasyonu	29

2.3.1	3-APTS ile Modifikasyon İşlemi	29
2.3.2	CTAB ile Modifikasyon İşlemi	30
2.3.3	Benzoiklorür ile Modifikasyon İşlemi	31
2.4	Polimer/Oksit Minerali İçeren Kompozit Filmlerinin Hazırlanması	32
3.	BULGULAR	34
3.1	FTIR-ATR Analizleri	34
3.1.1	PE/Oksit Minerali İçeren Kompozit Filmlerinin FTIR-ATR Analizleri	34
3.1.2	PE/Modifiye Oksit Minerali İçeren Kompozit Filmlerinin FTIR-ATR Analizleri	38
3.1.2.1	PE/CTAB-Oksit Minerali İçeren Kompozit Filmlerinin FTIR-ATR Analizleri	38
3.1.2.2	PE/3-APTS-Oksit Minerali İçeren Kompozit Filmlerinin FTIR-ATR Analizleri	42
3.1.2.3	PE/Benzoiklorür-Oksit Minerali İçeren Kompozit Filmlerinin FTIR-ATR Analizleri	46
3.2	XRD Analizleri	50
3.2.1	PE/Bentonit ve PE/Modifiye-Bentonit İçeren Kompozit Filmlerinin XRD Analizleri	50
3.2.2	PE/Silika ve PE/Modifiye-Silika İçeren Kompozit Filmlerinin XRD Analizleri	51
3.2.3	PE/Diatomit ve PE/Modifiye-Diatomit İçeren Kompozit Filmlerinin XRD Analizleri	52
3.3	TG/DTA/DTG Analizleri	53
3.3.1	Saf PE'nin TG/DTA/DTG Analizleri	53
3.3.2	PE/Diatomit ve PE/Modifiye-Diatomit Kompozit Filmlerinin TG/DTA/DTG Analizleri	54
3.3.3	PE/Modifiye-Bentonit İçeren Kompozit Filmlerinin TG/DTA/DTG Analizleri	56
3.4	SEM ve Dijital Görüntüleri	57
3.4.1	PE/Bentonit ve PE/Modifiye-Bentonit İçeren Kompozit Filmlerinin SEM ve Dijital Görüntüleri	57
3.4.2	PE/Silika ve PE/Modifiye-Silika İçeren Kompozit Filmlerinin SEM ve Dijital Görüntüleri	64
3.4.3	PE/Diatomit ve PE/Modifiye-Diatomit İçeren Kompozit Filmlerinin SEM ve Dijital Görüntüleri	70
3.5	Mekanik Test Sonuçları	76
4.	SONUÇ VE ÖNERİLER	78
4.1	FTIR-ATR Analizleri	78
4.1.1	PE/Oksit Minerali İçeren Kompozit Filmlerinin FTIR-ATR Analizleri	78
4.1.2	PE/Modifiye Oksit Minerali İçeren Kompozit Filmlerinin FTIR-ATR Analizleri	80
4.1.2.1	PE/CTAB-Oksit Minerali İçeren Kompozit Filmlerinin FTIR-ATR Analizleri	80
4.1.2.2	PE/3-APTS-Oksit Minerali İçeren Kompozit Filmlerinin FTIR-ATR Analizleri	81
4.1.2.3	PE/Benzoiklorür-Oksit Minerali İçeren Kompozit Filmlerinin FTIR-ATR Analizleri	82
4.2	XRD Analizleri	83

4.2.1	PE/Bentonit ve PE/Modifiye Bentonit İçeren Kompozit Filmlerinin XRD Analizleri	83
4.2.2	PE/Silika ve PE/Modifiye Silika İçeren Kompozit Filmlerinin XRD Analizleri	84
4.2.3	PE/Diatomit ve PE/Modifiye Diatomit İçeren Kompozit Filmlerinin XRD Analizleri	84
4.3	TG/DTA Analizleri	85
4.4	SEM Analizleri	85
4.4.1	PE/Bentonit ve PE/Modifiye Bentonit İçeren Kompozit Filmlerinin SEM ve Dijital Görüntüleri	85
4.4.2	PE/Silika ve PE/Modifiye Oksit Minerali-Silika İçeren Kompozit Filmlerinin SEM ve Dijital Görüntüleri	86
4.4.3	PE/Diatomit ve PE/Modifiye Diatomit İçeren Kompozit Filmlerinin SEM ve Dijital Görüntüleri	87
4.5	Mekanik Test Analizleri	88
5.	KAYNAKLAR.....	90

ŞEKİL LİSTESİ

	<u>Sayfa</u>
Şekil 1.1: Polietilen oluşumu	2
Şekil 1.2: Polipropilen oluşumu	5
Şekil 1.3: Polivinilklorür oluşumu.....	6
Şekil 1.4: Polistiren oluşumu	7
Şekil 1.5: Polietilentereftlat oluşumu	8
Şekil 1.6: Benzoiklorür oluşumu	16
Şekil 2.1: 3-aminopropiltrioksilan (3-APTS).....	29
Şekil 2.2: 3-APTS ile oksit mineral modifikasyonu	30
Şekil 2.3: Setiltrimetilamonyumbromür (CTAB).....	30
Şekil 2.4: CTAB ile oksit mineral modifikasyonu	31
Şekil 2.5: Benzoiklorür ile oksit mineral modifikasyonu.....	32
Şekil 2.6: Kompozit film sentezinde kullanılan ekstruder cihazı	33
Şekil 3.1: PE/Bentonit kompozit filmin FTIR Spektrumu	35
Şekil 3.2: PE/Silika kompozit filmin FTIR Spektrumu.....	36
Şekil 3.3: PE/Diatomit kompozit filmin FTIR Spektrumu	37
Şekil 3.4: PE/CTAB-bentonit kompozit filmin FTIR Spektrumu	39
Şekil 3.5: PE/CTAB-silika kompozit filmin FTIR Spektrumu	40
Şekil 3.6: PE/CTAB-diatomit kompozit filmin FTIR Spektrumu.....	41
Şekil 3.7: PE/3-APTS-bentonit kompozit filmin FTIR Spektrumu	43
Şekil 3.8: PE/3-APTS-silika kompozit filmin FTIR Spektrumu	44
Şekil 3.9: PE/3-APTS-diatomit kompozit filmin FTIR Spektrumu	45
Şekil 3.10: PE/Benzoiklorür-bentonit kompozit filmin FTIR Spektrumu	47
Şekil 3.11: PE/Benzoiklorür-silika kompozit filmin FTIR Spektrumu	48
Şekil 3.12: PE/Benzoiklorür-diatomit kompozit filmin FTIR Spektrumu	49
Şekil 3.13: Bentonit XRD desenleri	50
Şekil 3.14: Silika XRD desenleri.....	51
Şekil 3.15: Diatomit XRD desenleri.....	52
Şekil 3.16: Saf PE kompozit filmin DTA/DTG/TG eğrileri.....	53

Şekil 3.17: %30 PE/diatomit kompozit filmin DTA/DTG/TG eğrileri	54
Şekil 3.18: %30 PE/3-APTS-diatomit kompozit filmin DTA/DTG/TG eğrileri...	55
Şekil 3.19: %30 PE/CTAB-diatomit kompozit filmin DTA/DTG/TG eğrileri	55
Şekil 3.20: %30 PE/3-APTS-bentonit kompozit filmin DTA/DTG/TG eğrileri...	56
Şekil 3.21: %30 PE/CTAB-bentonit kompozit filmin DTA/DTG/TG eğrileri	57
Şekil 3.22: :a) Saf PE filminin SEM görüntüsü, b) Saf PE filminin dijital görüntüsü.....	58
Şekil 3.23: a) %5 PE/bentonit filmin SEM görüntüsü, b) %5 PE/bentonit filminin dijitalgörüntüsü c) %20 PE/bentonit filmin SEM görüntüsü, d) %20 PE/bentonit filminin dijital görüntüsü, e) %30 PE/bentonit filmin SEM görüntüsü, f) %30 PE/bentonit filminin dijital görüntüsü, g) %40 PE/bentonit filminin SEM görüntüsü, h) %40 PE/bentonit filminin dijital görüntüsü	58
Şekil 3.24: a) %5 PE/3-APTS-bentonit filmin SEM görüntüsü, b) %5 PE/3-APTS-bentonit filminin dijital görüntüsü, c) %20 PE/3-APTS-bentonit filmin SEM görüntüsü, d) %20 PE/3-APTS-bentonit filminin dijital görüntüsü, e) %30 PE/3-APTS-bentonit filmin SEM görüntüsü, f) %30 PE/3-APTS-bentonit filmin dijitalgörüntüsü, g) %40 PE/3-APTS-bentonit filminin SEM görüntüsü, h) %40 PE/3-APTS-bentonit filminin dijital görüntüsü	60
Şekil 3.25: a) %5 PE/CTAB-bentonit filmin SEM görüntüsü, b) %5 PE/CTAB-bentonit filminin dijital görüntüsü, c) %20 PE/CTAB-bentonit filmin SEM görüntüsü, d) %20 PE/CTAB-bentonit filminin dijital görüntüsü, e) %30 PE/CTAB-bentonit filmin SEM görüntüsü, f) %30 PE/CTAB-bentonit filmin dijitalgörüntüsü, g) %40 PE/CTAB-bentonit filminin SEM görüntüsü, h) %40 PE/CTAB-bentonit filminin dijital görüntüsü.....	61
Şekil 3.26: a) %5 PE/Benzoiklorür-bentonit filmin SEM görüntüsü, b) %5 PE/Benzoiklorür-bentonit filminin dijital görüntüsü, c) %20 PE/Benzoiklorür-bentonit filmin SEM görüntüsü, d) %20 PE/Benzoiklorür-bentonit filminin dijital görüntüsü, e) %30 PE/Benzoiklorür-bentonit filmin SEM görüntüsü, f) %30 PE/Benzoiklorür-bentonit filmin dijitalgörüntüsü, g) %40 PE/Benzoiklorür-bentonit filminin SEM görüntüsü, h) %40 PE/Benzoiklorür-bentonit filminin dijital görüntüsü	62
Şekil 3.27: a) %5 PE/silika filmin SEM görüntüsü, b) %5 PE/silika filminin dijital görüntüsü c) %20 PE/silika filmin SEM görüntüsü, d) %20 PE/silika filminin dijital görüntüsü, e) %30 PE/silika filmin SEM görüntüsü, f) %30 PE/silika	

filminin dijital görüntüsü, g) %40 PE/silika filminin SEM görüntüsü, h) %40 PE/silika filminin dijital görüntüsü	64
Şekil 3.28: a) %5 PE/3-APTS-silika filmin SEM görüntüsü, b) %5 PE/3-APTS-silika filminin dijital görüntüsü, c) %20 PE/3-APTS-silika filmin SEM görüntüsü, d) %20 PE/3-APTS-silika filminin dijital görüntüsü, e) %30 PE/3-APTS-silika filmin SEM görüntüsü, f) %40 PE/3-APTS-silika filminin SEM görüntüsü, g) %40 PE/3-APTS-silika filminin dijital görüntüsü	66
Şekil 3.29: a) %5 PE/CTAB-silika filmin SEM görüntüsü, b) %5 PE/CTAB-silika filminin dijital görüntüsü, c) %20 PE/CTAB-silika filmin SEM görüntüsü, d) %30 PE/CTAB-silika filmin SEM görüntüsü, e) %40 PE/CTAB-silika filminin SEM görüntüsü, f) %40 PE/CTAB-silika filminin dijital görüntüsü	67
Şekil 3.30: a) %5 PE/Benzoiklorür-silika filmin SEM görüntüsü, b) %5 PE/Benzoiklorür-silika filminin dijital görüntüsü, c) %20 PE/Benzoiklorür-silika filmin SEM görüntüsü, d) %20 PE/Benzoiklorür-silika filminin dijital görüntüsü, e) %30 PE/Benzoiklorür-silika filmin SEM görüntüsü, f) %30 PE/Benzoiklorür-silika filminin dijital görüntüsü, g) %40 PE/Benzoiklorür-silika filminin SEM görüntüsü, h) %40 PE/Benzoiklorür-silika filminin dijital görüntüsü.....	68
Şekil 3.31: a) %5 PE/Diatomit filmin SEM görüntüsü, b) %5 PE/Diatomit filminin dijital görüntüsü, c) %20 PE/Diatomit filmin SEM görüntüsü, d) %20 PE/Diatomit filminin dijital görüntüsü, e) %30 PE/Diatomit filmin SEM görüntüsü, f) %30 PE/Diatomit filminin dijital görüntüsü, g) %40 PE/Diatomit filminin SEM görüntüsü, h) %40 PE/Diatomit filminin dijital görüntüsü.....	70
Şekil 3.32: a) %5 PE/3-APTS-Diatomit filmin SEM görüntüsü, b) %5 PE/3-APTS-Diatomit filminin dijital görüntüsü, c) %20 PE/3-APTS-Diatomit filmin SEM görüntüsü, d) %20 PE/3-APTS-Diatomit filminin dijital görüntüsü, e) %30 PE/3-APTS-Diatomit filmin SEM görüntüsü, f) %30 PE/3-APTS-Diatomit filminin dijital görüntüsü, g) %40 PE/3-APTS-Diatomit filminin SEM görüntüsü, h) %40 PE/3-APTS-Diatomit filminin dijital görüntüsü	72
Şekil 3.33: a) %5 PE/CTAB-Diatomit filmin SEM görüntüsü, b) %5 PE/CTAB-Diatomit filminin dijital görüntüsü, c) %20 PE/CTAB-Diatomit filmin SEM görüntüsü, d) %20 PE/CTAB-Diatomit filminin dijital görüntüsü, e) %30 PE/CTAB-Diatomit filmin SEM görüntüsü, f) %30 PE/CTAB-Diatomit filminin dijital görüntüsü, g) %40 PE/CTAB-Diatomit filminin SEM görüntüsü, h) %40 PE/CTAB-Diatomit filminin dijital görüntüsü	73

Şekil 3.34: a) %5 PE/Benzoiklorür-Diatomit filmin SEM görüntüsü, b) %5 PE/Benzoiklorür-Diatomit filminin dijital görüntüsü, c) %20 PE/Benzoiklorür-Diatomit filmin SEM görüntüsü, d) %20 PE/Benzoiklorür-Diatomit filminin dijital görüntüsü, e) %30 PE/Benzoiklorür-Diatomit filmin SEM görüntüsü, f) %30 PE/Benzoiklorür-Diatomit filminin dijital görüntüsü, g) %40 PE/Benzoiklorür-Diatomit filminin SEM görüntüsü, h) %40 PE/Benzoiklorür-Diatomit filminin dijital görüntüsü74

TABLO LİSTESİ

	<u>Sayfa</u>
Tablo 1.1 : Eritme yöntemiyle yapılan kompozit ve nankompozitlerinin literatürdeki bazı çalışmalar	20
Tablo 1.2 : Çözelti ortamında etkinleştirme yöntemiyle yapılan kompozit ve nanokompozit sentezlerinin literatürdeki bazı çalışmalar	22
Tablo 1.3 : Yerinde polimerleşme yöntemiyle yapılan kompozit ve nanokompozit sentezlerinin literatürdeki bazı çalışmalar	25
Tablo 3.1 : Kompozitlerin çekme mukavemet test sonuçları.....	76

SEMBOL LİSTESİ

Sembol adı	Tanımı
PE	: Polietilen
POM	: Poliasetal
PMMA	: Polimetil metakrilat
PC	: Polikarbonat
AYPE	: Alçak yoğunluklu polietilen
LAYPE	: Lineer yoğunluklu polietilen
YYPE	: Yüksek yoğunluklu polietilen
PP	: Polipropilen
PET	: Polietilen tereftalat
PS	: Polistiren
PEVA	: Polietilen-co-vinilasetat
PEDOT	: Poli(3,4-etilendioksifen)
PSS	: Polietilen sülfanat
PSf	: polisulfon
PHEMA	: Polihidroksil metakrilat
SEBS	: Poli(stiren-b-(etilen-co-butilen)-b-stiren)
MMA	: Metilmetakrilat
AINB	: Azobisizobütronitril
DVB	: Divinil benzen
PTSA	: p-toluensülfonik asit
MWCNT	: çok duvarlı karbon nanotüp
MMT	: Montmorillat
3-APTS	: 3-aminopropiltrioksilan
CTAB	: Setilmetilamonyumbromid
kmk	: Kritik misel konsantrasyonu
SHSD	: Ayçiçeği sapının tozu
XRD	: X-ışınları kırınımı
FTIR	: Fourier dönüşümlü kızıl ötesi spektrometresi
TG	: Termogravimetri
SEM	: Taramalı elektron mikroskobu

ÖNSÖZ

Tezimin tüm aşamalarını planlayan ve çalışmalarım sırasında karşılaştığım tüm olumsuzluklarda her zaman yanımda olan desteğini esirgemeyen danışman hocam Prof. Dr. Özkan DEMİRBAŞ'a sonsuz teşekkür ediyorum.

Ekstruder cihazının yapımındaki katkılarından dolayı Dizayn Makine ailesinden Uğur KOÇAK'a ve Acar Elektrik ve Resistans İmalat Sanayinden Veysel ACAR'a teşekkür ederim.

Kompozit filmlerin dijital görüntülerinin çekimlerinde yardımlarını esirgemeyen Doç. Dr. Serdar SAK'a, XRD ölçümleri alan Devran UYSAL'a, SEM görüntülerini alan Fatih DAYI'ya teşekkür ederim.

Tez çalışmalarım süresince manevi yardımlarını eksik etmeyen ve deneysel çalışmalarım boyunca destek olan Arş. Gör. Dr. Pınar TURAN BEYLİ hocama teşekkür ederim.

Üniversite hayatımın büyük kısmında her zaman yanımda olan ve deneysel çalışmalarım ile ilgili kullandığım tüm cihazlarla ilgili tüm sorunların giderilmesinde büyük bir özveriyle yardımcı olan Laborant Mevlüt ALNİAÇIK'a teşekkür ederim.

Hayatımın büyük bir kısmını beraber geçirdiğim beni dinleyen, anlayan ve tüm kaptislerimi çeken canım ablam Fatma KADIOĞLU'na ve hayatımın her anında yanımda olan, her zaman destekleyen ve benim buralara kadar gelmem de çok büyük emeği olan canım annem Ayşe KADIOĞLU ve canım babam Cemil KADIOĞLU'na sonsuz teşekkürlerimi sunarım.

Balıkesir, 2014

EMİNE KADIOĞLU

1. GİRİŞ

1.1 Endüstriyel Polimerler

Günlük hayatımızın ve endüstrinin ayrılmaz bir parçası haline gelmiş olan polimerler, malzeme olarak çok değişik ve çeşitli özelliklere sahiptir. Bazı polimerlerden elektriksel olarak yararlanılmaktadır. Başka bazı polimerlerden ise optik ve termal özellikleri nedeni ile malzeme olarak önem taşır. Buna karşılık bir başka grup, mekanik veya biyokimyasal özellikleri nedeni ile tercih edilmektedir. Her ne olursa olsun, polimer maddelerin kendilerine özgü veya diğer malzemelerin yerine geçen alanlarda kullanılmalarına yol açan temel özellikleri, mekanik özellikleridir ve bu özellikleri esas alınarak malzeme bilimi açısından sınıflandırılırlar [1].

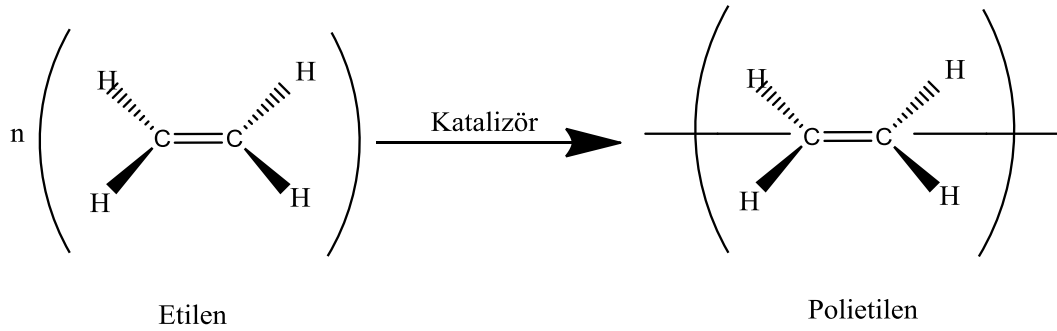
Polimer maddelerin yapı ve performans özelliklerinin polimer kimyacılarının ve mühendislerince giderek daha iyi anlaşılması sonucu olarak daha iyi ve istenilene uygun özelliklerde polimer maddelerin tasarlanıp sentezleri yapılabilmektedir. Bütün bu çalışmaların hedefi polimer maddeleri gerektiğinde; çelik kadar sağlam, tüy kadar hafif, cam kadar saydam, kuartz kadar ısıya dayanıklı ve kağıt kadar ucuz ve ekonomik hale getirebilmektir .

Yaygın olarak kullanılan endüstriyel polimerlerden bazıları; poliasetal (POM); musluklar, aerosol vanalar, fermuarlarda, polimetil metakrilat (PMMA); lensler, aynalar, ışıklı ilanlarda, polikarbonat (PC); şişe, tıbbi malzemeler, saydam levhalarda, alçak yoğunluklu polietilen (AYPE); elektrik izolasyon kılıfları, çeşitli filmler, çeşitli ambalaj malzemelerinde, lineer alçak yoğunluklu polietilen (LAYPE); tarım ve endüstri için çeşitli malzeme imalatı, boru, flanş vs. üretimi, yüksek yoğunluklu polietilen (YYPE); benzin tankları, kimyasal madde, süt, çamaşır suyu kap ve şişeler, bavul, valiz, çanta imalatında, polipropilen (PP); araba iç dekorasyonu ve bazı otomotiv parçaları, akü kutuları, masa, sandalye gibi mobilya üretiminde, polietilen tereftalat (PET); su, meşrubat, fotoğraf filmi, çeşitli

kaplamalarda, polivinil klorür (PVC); müzik plakları, pencere pervazı, tel ve kablo izolasyonunda kullanılırlar [1].

1.1.1 Polietilen, PE

Polietilen süt beyazı ve yarı şeffaf bir termoplastiktir. Etilenin polimerizasyonu ile üretilir ve polimerizasyon işlemi, uygulanan işleme göre radikal, anyonik veya kationik mekanizma üzerinden yürür; elde edilen polimerler birbirinden farklı özellikler gösterir [2].



Şekil 1.1: Polietilen oluşumunun şematik gösterimi [2]

Polietilenin mekanik özellikleri polimer zincirlerinin uzunluğuna ve dallanma derecelerine, kristal yapıya ve molekül ağırlığına göre değişir. Kısa zincirli ürünler kırılkan ve balmumu yapılıdır, uzun zincirli yapılar sert plastiklerdir. poliolefinin yoğunluğu arttıkça yumuşama noktası, bulanıklık ve yağlara dayanıklılık özellikleri de artar. Polietilenin mekanik özelliklerine bağlı olarak aşağıda belirtilen sınıflara ayrılırlar.

- Ultra yüksek molekül ağırlıklı polietilen (UHMPE veya UYMPE),
- Yüksek yoğunluklu polietilen (HDPE veya YYPE),
- Alçak yoğunluklu polietilen (LDPE veya AYPE),
- Lineer alçak yoğunluklu polietilen (LLDPE veya LAYPE)

1.1.1.1 Ultra Yüksek Molekül Ağırlıklı Polietilen (UHMPE veya UYMPE)

UHMPE sınıfına giren polietilenin molekül ağırlıkları milyonlar seviyesindedir. Yüksek molekül ağırlıklarının anlamı polimer zincirlerinin kristal yapı içinde çok sıkı bir biçimde yerleştiği veya paketlenildiği sert polimerdir [2].

1.1.1.2 Yüksek Yoğunluklu Polietilen (HDPE veya YYPE)

HDPE'nin yoğunluğu $0.94-0.97 \text{ g/cm}^3$ arasında değişir. Molekül morfolojisi LDPE'den farklıdır. Uzun karbon zincirleri üzerinde dallanmalar yok denecek kadar az olduğundan kristal veya yarı-kristal bir polimerdir. Bu nedenle moleküler kuvveti şiddetlidir ve polimerin gerilme kuvveti yüksektir. Dallanmaların belirli seviyeler altında tutulması özel katalizörlerle örneğin; Ziegler-Natta katalizörleri gibi ve reaksiyon koşullarıyla sağlanır. Yapısal özellikleri HDPE'nin daha sıkı, sert ve kuvvetli olmasını sağlar. Darbeye dayanıklı tanklar, paketleme malzemeleri, borular v.s. alarında kullanılır [2].

1.1.1.3 Alçak Yoğunluklu Polietilen (LDPE veya AYPE)

LDPE'nin yoğunluğu $0.91-0.93 \text{ g/cm}^3$ arasında değişir. Polimer zincirlerinde bulunan fazla uzun dallanmalar nedeniyle amorf yapıdadır, esnektir, kopmaya karşı çok dirençlidir ve kimyasal maddelerden etkilenmez; moleküller arası kuvvetler zayıftır ve dipol-tesirle oluşan dipol etkileşimi düşüktür. Bu özellikler polimerin gerilme kuvvetini düşürür, çekilebilirliğini yükseltir. LDPE talebi en fazla olan polimerlerden biridir. Aynı zamanda ucuzdur, şişe, valiz, dondurulmuş yiyecek paketleri, oyuncaklar v.s. gibi pek çok plastik ürünün elde edilmesinde kullanılır [2,3,4].

1.1.1.4 Lineer Alçak Yoğunluklu Polietilen (LLDPE veya LAYPE)

Polietilenin kokusuz, pelletler halinde satılan, bir çok ürüne dönüştürülebilir, inert ve kararlı halidir. Kimyasal maddelere dayanıklıdır ve en yaygın kullanım alanı film üretimidir [2].

1.1.1.4 Polietilenin Özellikleri

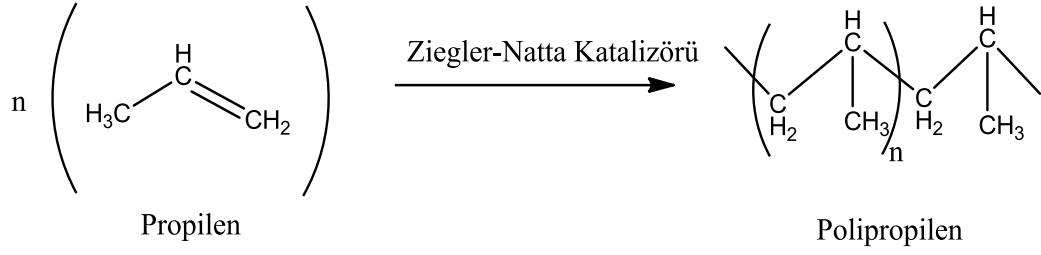
Polietilen çok ucuz, kimyasal olarak kararlı kaynak yapılması nispeten kolay, gerilmeye karşı mukavemetli ve dayanıklı olup düşük sıcaklıklara hassas değildir. Geniş bir sıcaklık aralığında kullanılmasının yanı sıra su buharına karşı mükemmel bir bariyerdir. Buna karşılık gaz, aroma ve yağ geçirgenliği açısından vasat özelliktedir. Bariyer özellikleri yoğunluğun artması ile birlikte artan kristal derecesi dayanıklılık, sertlik ve erime sıcaklığına bağlı olarak artar. Ancak buna karşın yoğunluğun artması, darbe dayanımını, ışık geçirgenliğini, düşük sıcaklıklara olan hassasiyeti ve gerilim çatlama değerlerini olumsuz yönde etkiler [1].

Alçak yoğunluklu polietilen (AYPE) ucuz bir ürün olup genellikle film, kaplama ve laminatlerde kullanılır. Liner alçak yoğunluklu polietilen (LAYPE) ise daha dayanımlı ve bunun sonucunda kalınlığının azaltılabilmesi mümkün olması, kaynaklama için daha yüksek sıcaklıklara olan dayanımlı olması nedeniyle AYPE yerine geçerek artan oranda kullanılmaktadır. Tipik uygulamaları arasında buzdolabı torbaları, alışveriş torbaları, ağır eşyaları taşımaya uygun çuvalların ağız kısımları, laminatlar ve esnek filmler, sayılabilir.

Yüksek yoğunluklu polietilen (YYPE), hayvansal yağ et paketlenmesi ve aroma geçirmeme, şekil kararlılığının çok iyi olması sandık gibi enjeksiyon kalıplamayla üretilmiş ürünler, ısı dayanımının iyi olması otoklavlarda sterilize edilen süt şişeleri gibi özelliklerin istenildiği uygulamalarda kullanılır. Yüksek molekül ağırlıklı polietilen (HMPE) ise özellikle küçük ve bükülmez poşet yapımında kullanılır.

1.1.2 Polipropilen, PP

Polipropilen, propilenin polimerizasyonu ile elde edilen yarı kristal yapıya sahip bir polimerdir. Sıkı, sert, dayanıklı ve kimyasal maddelere karşı dirençlidir. Polipropilen elyaftan filme kadar uygulaması olan çok yönlü bir polimerdir. Uygulama alanları arasında ip, fiber, bagaj, halı, paketleme filmleri v.s. ürünler sayılabilir [2,5].



Şekil 1.2: Polipropilen oluşumunun şematik gösterimi [2]

1.1.2.1 Polipropilenin Özellikleri

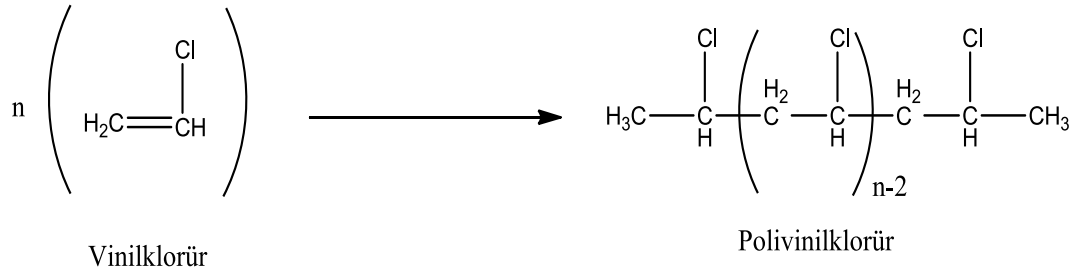
Polipropilen bağıl yoğunluğu 0.905 g/cm^3 olan bir polimerdir. Mum beyazı görünümü seet bir ürün olup yüksek mekanik özelliklere sahiptir. Mekanik özelliklerini nispeten yüksek sıcaklıklarda da korur. Darbe dayanımı yüksek olmakla beraber düşük sıcaklıklarda üretim ve deney koşullarına bağlı olarak değişim gösterir[6].

İstenilen özelliklerini ancak $0 \text{ }^\circ\text{C}$ 'ye kadar koruyabilmesi nedeniyle standart polipropilen film ambalaj uygulamalarında ender olarak kullanılır. Ambalaj malzemesi olarak en yaygın olarak kullanılan ekmek ambalajlanmasıdır[1].

Polipropilen birçok makine ve beyaz eşya parçaları ile otomotiv sanayinde kopolimer olarak akümülatör gövdesi yapımında kullanılır. Sağlık hizmetleri için birçok hastane araç gereçleri, elektrik alanında kablo, ayakkabı sanayinde topuk, ince ve kalın lif, halat, boru, levha ve köpük malzeme yapımında PP'den yararlanılır[6].

1.1.3 Polivinil klorür, PVC

Polivinil klorür, vinil klorürden elde edilen amorf bir termoplastiktir. Polivinil klorür beyaz veya açık sarı renki toz polimerdir. Hafif, uzun ömürlüdür, sudan etkilenmez. Karbon atomlarına bağlı %53-55 klor içerir. Bu da polivinil klorürün sert ve yanmaya dayanıklı bir plastik olmasını sağlar [2,7].



Şekil 1.3: Polivinil klorür oluşumunun şematik gösterimi [2]

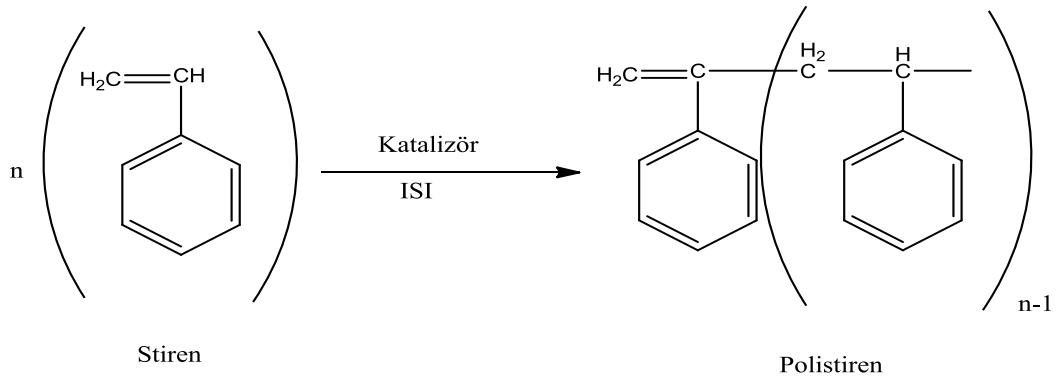
Polivinil klorür çok kullanılan bir plastiktir. Sanayide sıvı taşıma boruları, yerleşim alanlarında su ve atık su boruları, profiller, çok çeşitli amaçlı şişeler, yağmurluklar, eldiven, kompakt disk ve bilgisayar kasaları, v.s. gibi sayılamamak kadar fazla ürün yapımında kullanılır. Polivinil klorür sert ve sıkı bir maddedir, fakat plastikleştiriciler ilave edildiğinde çok esnekleşir. Asitlere, tuzlara ve pek çok petrol ürünlerine dayanıklıdır, fakat aromatik hidrokarbonlar, klorlu bileşikler ve organik maddelerden etkilenirler. Mantar üremesine izin vermez, polietilene kıyasla hava geçirgenliği daha düşüktür ve değişik renklerde üretilebilir [2,7,8].

1.1.3.1 Polivinil klorürün Özellikleri

Polivinil klorür, özellikleri dengeli olan uygun fiyatlı, gazlara aromaya ve yağa karşı iyi bariyer oluşturan bir malzeme olup tek başına su buharı geçirmeme işlevini de gerçekleştirebilir [1]. Polivinil klorür halojen içerdiğinden dolayı yanmaya karşı dirençlidir. Açık alevle temasa geldiğinde yanmamaktadır. Kablo izolasyonunda plastikleştiriciler katılarak kauçuk gibi kullanılır. Trikrezil fosfat, dioktil ftalat, dibütil sebasat, polipropilen glikol, plastikleştirici olarak vinil monomerler katılır ve kauçuksu özellik verirler [8].

1.1.4 Polistiren, PS

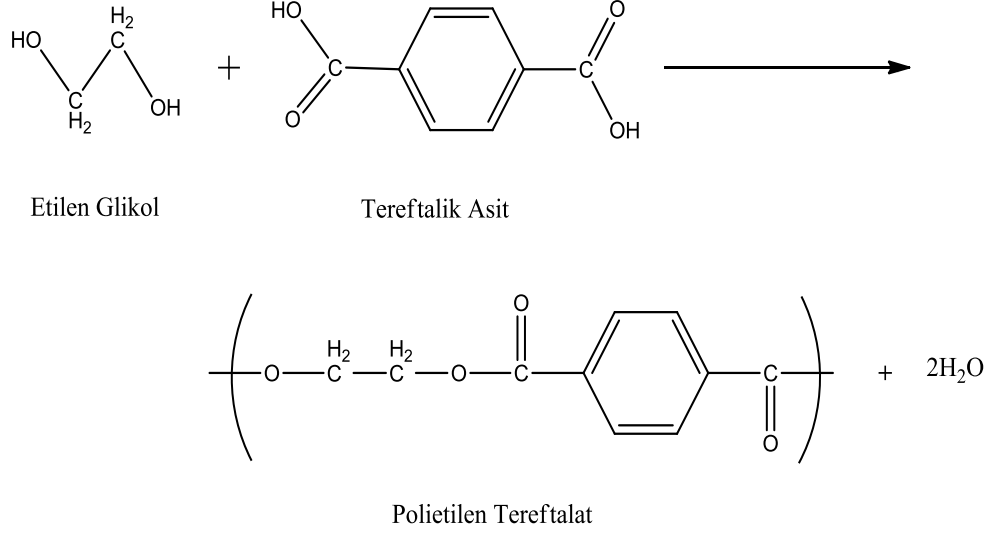
Stiren ortam sıcaklığında bile çok kolaylıkla polimerleşebilen bir monomerdur. Ancak bu koşullarda polimerizasyonun tamamlanması aylarca sürer. Sıcaklığın artması polimerizasyonu hızlandırır. Örneğin 150 °C’de polimerizasyon süreci sadece birkaç saattir. Isının yükseltilmesiyle beraber bir başlatıcı ilave edildiğinde reaksiyon dah kısa sürede biter. Yüksek moleköl ağırlıklı ve dayanıklı ürün elde etmek, yan reaksiyonları azaltmak için reaksiyonların çoğu orta derecelerdeki sıcaklıklarda ve bir başlatıcıyla yapılır [2].



Şekil 1.4: Polistiren oluşumunun şematik gösterimi [2]

1.1.5 Poliesterler

Poliesterler ana zincirlerde ester fonksiyonel grupları içeren polimerleridir. En önemli ticari poliester poletilen tereftalattır (PET). Etilen glikol ile teftalik asitin (TPA) veya dimetil tereftalatın (DMT) kondensasyon polimerizasyonuyla elde edilir. Poliester üretimi sırasında esterleştirme reaksiyonuyla önce bis-(2-hidroksietil)-tereftalat (BHET) monomeri elde edilir; yan ürünle DMT prosesinde metanol, TPA prosesinde sudur. Elde edilen monomer BHET polimerleştirilerek PET reçinesi üretilir [2].



Şekil 1.5: Polietilentereftlat oluşumunun şematik gösterimi [2]

1.2 Kil Mineralleri

Kil mineralleri sulu alüminyum silikatlardır ve fillosilikatlar ya da tabakalı silikatlar olarak sınıflandırılırlar[9]. Tabakalı silikatlar, tetrahedral (T) ve oktahedral (O) tabakalardan oluşmaktadır. Tetrahedral koordinasyona sahip katmanda Si^{+4} başta olmak üzere katmanlar arası sübsitüsyon sonucu Fe^{+3} ve Al^{+3} iyonları da bulunabilmektedir. Oktahedral koordinasyonuna sahip katmanda başta Al^{+3} , Mg^{+2} ve Fe^{+2} olmak üzere Fe^{+3} , Ti^{+2} , Zn^{+2} ve Cr^{+3} iyonları da yer alabilmektedir. Oktahedral tabakası yalnızca oksijen değil, aynı zamanda diğer oktahedral birimlerle paylaşılan hidroksil gruplarını içermektedir. Hidroksil anyon birimleri bazı kil yapılarında belli oranda F^- ve Cl^- iyonlarıyla yer değiştirebilmektedir [10].

1.2.1 Diatomit

Aktif diatomit üretiminde kullanılan hammadde Almanca '*Kieselgur*', ve İngilizce '*Diatomite*' olarak adlandırılan endüstriyel bir minareldir. Libya kaynaklı diatomitler resmi dökümanlarda '*Tripoli*', Danimarka'nın killi diatomitleri ise '*maler toprağı*' olarak adlandırılmaktadır [10].

1.2.1.1 Diatomitin Bileşimi ve Özellikleri

Diatomit, algler sınıfından su canlıları olan diatomelerin silisli kabuklarının birikmesiyle oluşmuş fosil karakterli bir sedimanter kayadır. Diatome içinde yaşadığı çevre suyunda temin ettiği silisten yapılmış kabuk veya kavkı içinde yerleşmiş çok küçük protoplazmadır. Geniş ve sığ havzalar, çok miktarda suda erimiş silis ve temiz sular, gelişmesini sağlayan ve hızlandıran faktörlerdir. Sayıları 16.000'e ulaşan farklı diatome çeşitleri tatlı sularda, denizlerde veya hafif tuzlu sularda gelişmektedirler. Ölen diatomlerin dibe çöken kabukları birikerek diatomit yataklarını oluşturmaktadır. Çok aktif diatome kolonileri yılda birkaç milimetre kalınlık yaratacak bir çökeltme hızına ulaşabilmektedirler. Diatomeler bugün de denizlerde ve göllerde yaşamlarını sürdürmektedirler [11].

Diatome kavkısı amorf silis ($\text{SiO}_2 \cdot n\text{H}_2\text{O}$) yapısındadır. Rezervler, oluşma ortamının yapısı ve şartlarına bağlı olarak, genellikle kil, volkanik kül, kum ve organik kalıntılar ihtiva ederler. Ticari değere haiz kayaçların %86-94 ünü silis, geri kalan kısmını ise alüminyum, demir ve muhtevadaki kilden gelen alkaliler tamamlar [11].

Diatomitin rengi; beyaz, gri, sarı, esmerimsi ve yeşil olup organik madde içeriği diatomite vermesi bakımından önemli bir etkidir. Az organik madde içeren diatomitlerde renk beyaz açık toz geri iken bu oranın %30'a kadar çıktığı yerlerde, koyu yeşil, gri, hatta siyah renklerde olması olağandır [12,13].

1.2.1.2 Diatomitin Kullanım Alanları

Diatomit sanayide doğal diatomit, kalsine diatomit ve beyaz kalsine (*Flaks Kalsine*) diatomit olarak pazarlanır. Her üç tip kendi aralarında sanayinin gereksinimleri doğrultusunda tane boyutları, fiziksel ve kimyasal özelliklerine göre değişik üretici firmalara ait çeşitli gruplara ayrılırlar [14].

Diatomiti ürünleri, sanayide kullanım alanlarının önem sırası şu şekilde sıralanabilir:

- 1) Filtre ve süzme yardımcı malzemeleri
- 2) Dolgu malzemeleri
- 3) İzolasyon (ısı, ses, elektrik) malzemeleri
- 4) Aşındırıcı
- 5) Katalizör taşıyıcı
- 6) Hafif yapı malzemesi
- 7) Refakter malzemesi

Diğer kullanım alanları çimento sanayinde su fazlasının giderilmesi ve homojeniteyi sağlamak için kullanılan diatomite beton %3 oranında katıldığında betonun basınç direncini %20, çekme direncini %10 oranında arttırmaktadır. Deterjan, temizleyici, zararlı bitki ve mantar öldürücü ve seramik yapımında da kullanılan bir hammaddedir.

1.2.2 Silika

Bilinen elementler içinde oksijenden sonra en yaygın olarak bulunan silisyum (Si) pek çok oksit mineral yapısında görülmektedir. Silisyum temelde oksijen ile bileşik oluşturarak, silika (SiO_2) ve çeşitli silikatları (SiO_2 bileşikleri) oluşturup doğada geniş bir dağılım göstermektedir. Silika; doğada kristal ve kristal olmayan yapılarda bulunmaktadır.

Yerkabuğunda bilinen minerallerin %25'i ve yaygın minerallerin de %40'ı silikat mineralleri grubuna girer. Bu mineraller kilden kuvarsa kadar geniş bir yelpaze içinde sınıflandırılmaktadır. Silikat grubu mineralleri, Si^{4+} kasyonu ile etrafında yer alan dört O^{2-} anyonunun oluşturduğu, $(\text{SiO}_4)^{4-}$ temel formülü ile ifade edilen yapı taşlarının birbiriyle birleşmesine göre oluşurlar [15].

1.2.2.1 Silikanın Bileşimi ve Özellikleri

Atmosfer basıncı ve oda sıcaklığında kararlı olan silika polimerfu hali daha yüksek sıcaklıklarda kuvars haline gelir. Kuvars mekanik etkenlerle aşınmamasından ve su içinde çözünmemesinden ötürü dünya üzerinde en çok bulunan moleküldür. Kuvars (SiO_2) bileşimin de, sertliği 7, özgül ağırlığı 2.85 g.cm^{-3} , erime sıcaklığı $1785 \text{ }^\circ\text{C}$ olan ve yerkabuğunda en yaygın bulunan minerallerdendir. Ayrıca kuvvetli yapısı içerisinde son derece az iyonik değişiklikler vardır. Kuvars saydam ve mat, renksiz veya beyaz, kırmızı, pembe, mavi, mor gibi farklı renklerde bulunabilmektedir [16].

1.2.2.2 Silikanın Kullanım Alanları

Silika, Dünyanın her yerinde bulunabilmesi ve kendisine özgü özellikleriyle endüstri de son derece geniş bir kullanım alanı bulur. Silikanın son derece düşük iç sürtünmesine bağlı olarak kaliteli bir özelliği vardır. Bunun yanında diğer silikat malzemelere göre çok yüksek temel genleşme katsayısına sahiptir ve kimyasal olarak son derece inerttir.

Silikanın endüstride en çok kullanıldığı yerler:

- 1) Cam ve seramik hammaddesi
- 2) Elektronik ve optik endüstrisi (sentetik tek kristal kuvars) olarak sıralanabilir [16].

Silikatlar, tetrahedral silikatlar (*Olivin*), çift tetrahedral silikatlar (*Akermanit*), Zincir yapılı silikatlar (*Diopsit*, *Termolit*), tabakalı silikatlar (*Talk*), halka silikatlar (*Tremolit*) ve kafes yapılı silikatlar (*Kuvars*) olarak yapılarına göre sınıflandırılırlar. Bu karışık farklılık silikat tetrahedrallerinin farklı bileşimlerinden kaynaklanmaktadır. Ayrıca silikatların sınıflandırılması oksijen paylaşımına göre yapılmıştır [15].

1.2.3 Bentonit

Bentonit, smektit gruptan bir kil mineralidir ve esas olarak montmorillonitten oluşmuştur. Smektit kil minerali suyu veya organik molekülleri emdiğinden şişer ve aynı zamanda önemli bir iyon deęiştiricidir.

Bentonit, ilk kez, MÖ 5.000 yıllarında Kıbrıs'ta yünlerin yağını almak için kullanıldı. Nemlendirilmiş bentonit gıcirtı çıkarsın diye kağını tekerleğine sürüldü. İzolasyon malzemesi olarak kullanıldı. Kızılderililer bentoniti sabun olarak kullandılar [17].

Bentonitin en yeni gelişen kullanım alanı ise polimer katkısı olarak kullanılmasıdır. Bentonit katkısıyla polimerin gaz engelleme ve sıcaklık savuşturma özellięi artırılarak polimerin alev alması ve tutuşması geçiktirilmektedir. Bentonittten üretilen alev geçiktiriciler örneęin plastikten elektrik prizi gibi sığaęa ve aleve dayanıklılık isteyen ürünlerde kullanılmaktadır [17].

12 Eylül 2005 tarihinde, bentonitlerle, HIV (Aids) ve grip virüslerinin önlendięini gösteren deney sonuçları Amcol firmasınca dünyaya duyuldu [18].

1.2.3.1 Bentonitin Bileşim Özellikleri

Doęal şekli, tane incelięi ve ham haliyle bentonit, yumuşak bir kayadır. Kırılmaya elverişli, ele yumuşak ve yağlı bir izlenim verir ve ağızda (tükürükte) hemen daęılma özellięi gösterir. Rengi beyaz, hafif sarı, sarı, bej, pembemsi, yeşilimtırak sarı ve açık pembe olabilir. Bentonitin teorik formülü $(\text{Na}_{0.7})(\text{Al}_{3.3}\text{Mg}_{0.7}\text{Si}_8\text{O}_{20}(\text{OH})_4 n\text{H}_2\text{O})$ den oluşmaktadır [19].

Montmorillonit smektit olarak adlandırılan şerit silikatlar ailesinin bir türüdür. Bentonitin en önemli özellięi şişmesi ve suyu emmesidir. Bentonit ince tanelidir ve gözenekli bir yapıya sahiptir. Bentonit, yoğunluęu $2.2-2.7 \text{ g/cm}^3$, su emince şişen ve yüksek biçimlenme özellięine (plastisiteye) sahip olan doęal bir

kildir. Bentonitin yapıştırıcı özelliği vardır. Ateşe ve sığađa dayanıklıdır, iyon deđiştirme özelliđine sahiptir [20].

Bentonitin kristal yapısı, řerit řeklinde ve üç katlıdır. Bu katlar, dizilmiş sekizyüzlü ve dörtyüzlüden oluşmuştur. Dörtyüzlünün merkezinde Silisyum sekizyüzlünün merkezinde ise Al, Mg, Ca, Fe, Li vb gibi katyonlar bulunur. İnce taneli ve gözenekli bir yapıya sahip olan bentonit, nanoteknolojinin benzersiz bir elemanıdır.

En önemli özelliklerinden biri suyu emince, kabarıp şişmesi, jelimsi bir kitle meydana getirmesidir. % 1-2 ölçüsünde bentonit, su içine konularak kuvvetli şekilde çalkalanırsa, dibe çökmeden suda askıda kalır.

Bentoniti kıvamlılık (tikotropi) özelliđi, su ile temasa geçtiđinde jel, çalkalandıđında sıvı hala gelebilme özelliđidir. Çok deđişik renklere gözlenebilen bentonitin iyon (katyon) deđiştirme kapasitesi oldukça yüksektir. Süspansiyon halindeki koloid bentonit taneleri negatif yüklüdür [20].

Bentonit, sindirim sistemindeki bakterileri, parazitleri ve toksinleri mıknatıs gibi çeken bir süger özelliđine sahiptir. Nano Bentonit, HIV (Aids) ve grip virüslerini yok etmektedir.

1.2.3.2 Bentonitin Kullanım Alanları

Döküm sektörü bentonitin en çok kullanıldıđı alan olup yıllık tüketimi 3.5 milyon tona ulaşmaktadır. Daha sonra ise sondaj, dolgu ve zirai ilaç alanında kullanılmaktadır. Her sektör için kullanım amacı farklı olup dolasıyla bentonitten istenen özellikler de farklı olmaktadır. Bentonitin sađlık, güzellik ve tıpta virüs tedavisinde kullanımı da hızla gelişen alanlardır. Çok çeşitli özellikler gösteren sodyum bentonit, kalsiyum bentonit, aktive edilmiş killer, organik killer 1000 ürün ve uygulamada kullanılmaktadır [21].

Bentonitin endüstride en çok kullanıldığı yerler :

- 1- Döküm sektörü
- 2- Pelet yapımı
- 3- İnşaat Mühendisliği ve uygulamaları
- 4- Çevre temizleme/ Atık Arıtma
- 5- Petrol Sondajları
- 6- Yemelik yağ ve gıda pazarları
- 7- Tarım ve hayvancılık
- 8- İlaç, kozmetik ve tıbbi pazarlar
- 9- Deterjanlar
- 10- Boyalar, boyar maddeler ve cilalar
- 11- Kedi kumu
- 12- Kağıt
- 13- Seramikler
- 14- Katalizör
- 15- Alev geciktirici.

1.3 Modifikasyon

Modifikasyon, çeşitli yollarla killerin yüzeyinin özelliklerinin değiştirilmesi olarak tanımlanabilir. Yüzey modifikasyonu termal (ısı işlem), hidrotermal ve kimyasal yolla olmak üzere üç grupta incelenebilir [22]. Kil yüzeyinin kimyasal bileşiminde meydana gelen değişiklikler kimyasal modifikasyon olarak adlandırılır. Kil mineralleri için uygulanabilen birçok yüzey modifikasyon yöntemi bulunmakla birlikte bunlardan killere fiziksel adsorbsiyonla çeşitli organik moleküllerin tutturulması ve kil yüzeyine kimyasal olarak organik molekül bağlanması yaygın olarak kullanılan başlıca yöntemlerdir [23].

1.3.1 Modifiyer Maddeler

Modifikasyon işlemlerinde çeşitli modifiyer maddeler kullanılmaktadır. Modifiye etmek istediğimiz yüzeye etki edebilecek şekilde seçilirler. Burada uygun modifiyer madde olarak silanlı bileşikler, yüzey aktif maddeler ve benzoilklorür (C_6H_5COCl) olarak seçilmiştir.

1.3.2 Silan Grupları İçeren Bileşikleri

Silan, kil yüzeyi ve polimer ile reaksiyona giren genel kimyasal formülü $XSi-R$ olan multifonksiyonel bir moleküldür. Genellikle R polimer matris ile, X ise sulu çözeltide hidrolize uğrayıp silanol grupları meydana getirerek kil yüzeyindeki hidroksil grupları ile reaksiyona girmektedir. R ve fonksiyonel grupların istenilen kondenzasyon sıcaklıklarında polimerin fonksiyonel grupları ile etkileşime girmesi önem teşkil etmektedir. Ayrıca X grupları, selüloz yüzeyinde bulunan OH grupları ve silan arasında reaksiyonu sağlayacak şekilde hidrolize uğramalıdır. Silan kaplı kil yüzeyi polimer ile temas ettiğinde, kil yüzeyindeki R grupları polimer matristedeki fonksiyonel gruplar ile reaksiyona girerek stabil bir kovalent bağ meydana getirir [24, 25]. Killerin silan ile modifikasyonu kompozitin arayüzey dayanımını ve mekanik özelliklerini artırır.

1.3.2.1 Yüzey Aktif Maddeler

Yüzey aktif maddeler (süpfektanlar) büyük moleküllerdir. Sabun ve deterjan endüstrisi atık su deşarjlarında büyük miktarlarda bulunurlar. Ancak yüzey aktif madde molekülleri su içerisinde belli ölçüde çözünürdür ve gerek atık su arıtma tesislerinde ve gerekse alıcı su ortamlarında yüzeyde köpük oluşmasına neden olurlar. Yüzey aktif maddelerin hava-su ara yüzeyinde toplanmaya ve birikmeye eğilimleri olduğundan atık suyun havalandırılması aşamasında (biyolojik süreçte) yüzey aktif maddeler hava kabarcıklarının üzerinde kümeleşir ve oldukça kararlı köpükler oluştururlar [26].

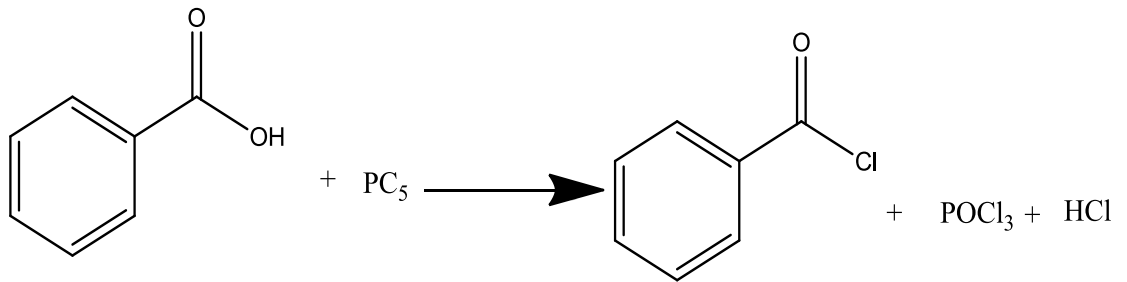
Yüzey aktif maddeler belli bir yüzey aktivitesine sahip olduklarından suda çözüldüklerinde düşük konsantrasyonlarda bile olsalar içerisinde çözüldükleri çözücülerin yüzey enerjisini ani olarak ve büyük ölçüde değiştirirler ve çoğunlukla düşürürler. Çözücü sıvının yüzey veya arayüzey özelliğini belirgin bir şekilde değiştirirler.

Yüzey aktif madde molekülleri, belli konsantrasyonlarda yumaklaşarak misel adı verilen yapılar oluştururlar. Bu konsantrasyonlara kritik misel konsantrasyonu (kmc) denir ve her yüzey aktif maddenin kendine has bir kmc'si vardır.

Yüzey aktif madde moleküllerinin başlıca fiziksel özellikleri yüzey gerilimi, yüzey viskozitesi ve fazlar arasındaki elektriksel potansiyel farklarında ölçülebilen değişikliklerdir. Endüstriyel açıdan da önem taşıyan diğer özellikleri ise ıslatma, deterjan etkisi, yayılma ve dağılma, hidrotropi (çözündürme), emülsiyon oluşturma (sıvı-sıvı karışımı) ve köpüklenme olarak sıralanabilir.

1.3.2.2 Benzoilklorür

Formülü C_6H_5COCl , kaynama noktası $198\text{ }^{\circ}C$ olan benzoikasitin fosforpentaklorürün etkileşmesiyle elde edilen renksiz ve keskin kokulu bir sıvıdır.



Şekil 1.6: Benzoilklorür oluşumunun şematik gösterimi [27]

1.4 Kompozit Malzemeler

Kompozit malzeme, iki ya da fazla sayıdaki, az ya da çok farklı yapıdaki malzemenin en iyi özelliklerini, yeni ve tek bir malzemede toplamak amacıyla bir araya getirilmesi ile oluşmuş malzemelerdir. Bu malzemeler, malzemeyi oluşturan öge özelliklerinden daha üstün özellik göstermektedir ve belirli bir amaca yönelik tasarlanırlar.

Bir kompozit malzeme bir matriks ana fazı ile bunun içinde dağılmış daha az oranda kullanılan takviye elemanından oluşmaktadır. Kompozitler kullanılan matriks malzemesine göre plastik, metal ve seramik matriksli kompozitler olmak üzere üç ana gruba ayrılırlar [28].

Kompozit malzemeler nispeten yeni bir alan olup II. Dünya Savaşı esnasında mevcut bazı geleneksel malzemelerin tek başlarına karşısında belli ihtiyaçlara cevap veremez hale gelmesi ile başlamış ve o zamandan beri de bu malzemelerin üretimi ve mekanik özellikleri üzerine araştırma ve geliştirme faaliyetleri genişleyerek devam etmiştir. Uçak, helikopter, gemi gibi araçlarda, uzay yapıtlarında, tıpta, spor aletlerinde, tekstil, otomotiv ve kimya endüstrisi gibi çok çeşitli alanlarda kompozit malzemelerin uygulamaları görülmektedir [28].

Kompozit malzemeler oluşturularak daha yüksek mukavemet, daha iyi rijitlik, daha iyi korozyon ve aşınma direnci, hafiflik, yüksek yorulma ömrü ve ısıya dayanıklılık gibi özellikler kazanılabilir. Gerçekte tüm bu özellikler aynı anda sağlanamaz. Kullanım alanlarına göre ihtiyaç duyulan özellik artırılır. Böylece; uygun kompozit malzemeler kullanılan matriks ve fiberin özelliklerini taşıyacak şekilde elde edilebilir.

1.4.1 Polimer-Polimer Kompozit Malzemeler

D. Bhattacharyya ve arkadaşları eritme yöntemiyle Polietilen (PE) ve Polietilen teraftalat (PET) kullanılarak polimer-polimer kompozitlerini sentezlemişler ve oksijen geçirgenliklerini incelemişlerdir [29]. Marco Zanetti ve arkadaşları eritme yöntemiyle Polietilen (PE) ve Poli(etilen-co-vinil asetat) kullanarak polimer-polimer kompozitlerini sentezlemişler ve karakterize etmişlerdir [30].

1.4.2 Polimer-Kil Kompozit Malzemeler

Sung-Po Liu ve arkadaşları eritme yöntemiyle Poliamid-6 ve montmorillat polimer-kil nanokompozitleri sentezlenmiş ve mekaniksel özelliklerine bakılmıştır [31]. T.K. Maji ve arkadaşları çözelti ortamında etkinleşme yöntemiyle HDPE, LDPE, PP ve PVC polimer karışımının içerisine *Nal (Phargamites Karka)* bitkisini matriks olarak kullanmışlardır. Polimer-kil nanokompozitlerini karakterizasyon etmişlerdir ve termal, mekaniksel, dayanıklılık ve nem tutuculuk özelliklerine bakılmıştır [32]. M. Alkan ve arkadaşı çözelti ortamında etkileştirme yöntemiyle Polivinil alkol ve sepiyoliti kullanarak polimer-kil nanokompozitlerini sentezlemişler ve karakterize etmişlerdir [33].

1.4.3 Polimer-Modifiye Kil Kompozit Malzemeler

Marco Zanetti ve arkadaşları eritme yöntemiyle Polietilen (PE) ve modifiye edilmiş montmorillatı kullanılarak polimer-modifiye kil nanokompozitlerini sentezlemişler ve karakterize etmişlerdir [30]. Alkan ve arkadaşı çözelti ortamında etkileştirme yöntemiyle Poli(vinil alkol) ve modifiye edilmiş sepiyoliti kullanarak polimer-modifiye kil nanokompozitlerini sentezlemişler ve karakterize etmişlerdir [31]. R. Benlikaya ve arkadaşları çözelti ortamında etkileştirme yöntemiyle Poli(etilen metakrilat) ve modifiye edilmiş sepiyoliti kullanarak polimer-modifiye kil nanokompozitlerini sentezlemişler ve karakterize etmişlerdir [34].

1.5 Literatür Özeti

Eritme yöntemiyle yapılan literatürdeki bazı çalışmalar Tablo 1.1'de gösterilmiştir. Eritme yöntemiyle yapılan çalışmalarda matriks madde olarak genellikle PE ve türevleri ve PP kullanılmıştır. Dolgu maddeleri genellikle birden fazla olarak kullanılmıştır. Dolgu maddeleri genellikle modifiye edilmiş kil ya da bitki tozları ve polimer maddeler olarak seçilmiştir. Eritme yöntemiyle yapılan çalışmalar ekstruder cihazıyla yapılmıştır ve cihazın kovan sıcaklığı ve vida hızları genellikle belirtilmiştir. Kompozit ve nanokompozitlerin çeşitli karakterizasyon yöntemlerinin yanında mekanik testleri de yapılmıştır. Mekanik testlerden gerilme, eğilme testlerinin yanında saklama modülü, aşınma dayanıklılığı gibi özelliklerine de bakılmıştır.

Çözelti ortamında etkileştirme yöntemiyle yapılan literatürdeki bazı çalışmalar Tablo 1.2'de gösterilmiştir. Çözelti ortamında etkileştirme yöntemiyle yapılan çalışmalarda çeşitli polimer maddeler kullanılmıştır. Dolgu maddeleri genellikle modifiye edilmiş kil ve karbon nanotüpler kullanılmıştır. Çözelti ortamında etkileştirme yönteminde çözücüler önemli rol oynamaktadırlar. 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. Monomerden çıkılarak çeşitli başlatıcılar yardımıyla polimerizasyon sırasında çeşitli matriks maddelerin eklenmesiyle gerçekleşen kompozit ve nanokompozitler sentezlenmiştir. Çeşitli monomer kullanılarak gerçekleştirilen sentezde matriks madde olarak genellikle grafitoksitler, çinkooksitler ya da karbon nanotüpler kullanılmıştır. Kompozit ve nanokompozitler çeşitli yöntemlerle karakterize edilmişlerdir.

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

Matriks	Dolgu Maddesi 1	Dolgu Maddesi 2	Modifikasyon Yöntemi	Extruder hızı ve kovan sıcaklığı	% Karışımı	Karakterizasyon	Mekanik Testler	Ref.
Poliamid-6	Montmorillonit	-	Metildihidroksi etilhidrojenat amonyum	-	3, 5	SEM, TEM, XRD	Gerilme ve eğilme testi, aşınma dayanıklılığı, shore sertliği	[31]
Düşük yoğunluklu Polietilen (LDPE) Polipropilen (PP)	Talaş tozu	Temiz Cam elyafı, geri dönüştürülmüş Cam elyafı	-	3000 rpm, 130 °C-160 °C	Temiz Cam elyaf geri dönüştürülmüş Cam elyaf 10,20 Talaş tozu 20, 30, 35, 40, 45, 50, 65	SEM	Eğilme testi, adsorpsiyon	[35]
Polipropilen (PP)	Modifiye Montmorillonit (Cloisite 15A)	SHSD (ayçiçeği sapının tozu)	Dimetil hidrojenat uzun kuarter amonyum	7, 5 rpm, 200 °C	5	DSC, TGA, FT-IR	Eğilme testi, modülü	[36]

Tablo 1.1-(devam): Eritme yöntemiyle yapılan kompozit ve nanokompozit sentezlerinin literatürdeki bazı çalışmaları

Matriks	Dolgu Maddesi 1	Dolgu Maddesi 2	Modifikasyon Yöntemi	Extruder hızı ve kovan sıcaklığı	% Karışımı	Karakterizasyon	Mekanik Testler	Ref.
Polipropilen (PP)	Odunsu lif (WF)	silika	-	50-200 rpm, 150 rpm, 180	1	SEM	Gerilme testi	[37]
Polietilen (PE)	Poli(etilen-co-vinilasetat) (PEVA)	Mod. Montmorillonit	Oktadesil amonyum	60 rpm, 150 °C	5	SEM,TEM, XRD	-	[30]
Yüksek Yoğunluklu Polietilen (HDPE)	Karbon	-	-	12 rpm, 190 °C	2, 4, 8	DSC, SEM	Saklama modülü, loss modülü, akma dayanıklılığı, gerilme testi	[38]
Polietilen (PE)	Poli(etilen-co-vinilasetat) (PEVA)	Modifiye Montmorillonit MTC18	Oktadesil amonyum iyonları	150 °C	5,10	SEM,TEM, XRD, TGA-DT, FT-IR	-	[30]
Polipropilen (PP)	Chitosan (organokil)	-	Lignoselülozik fiber	50 rpm, 190 °C	10, 20, 30, 40	SEM, TGA/DTG, DSC, FT-IR, GPC	Strese karşı gerilme izleri, gerilme testi, darbe testi, elastikiyet katsayısı	[39]

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

Matriks Maddesi	Dolgu Maddesi 1	Dolgu Maddesi 2	Çözücü	Modifikasyon İşlemleri	Karıştırıcı	Ultrasonik Banyo	Karakterizasyon	Ref.
Poli(vinil alkol) PVA	Sepiyolit	-	Distile Su	400 °C, 600 °C, 900 °C 'de sepiyolit kalsine edilmiş	Oda sıcaklığında 2 h	20 dk	FT-IR, SEM, TEM, AFM, TG/DTG, UV-visible	[33]
Poli(3,4-etilendioksithifen poli(stiren sülfanat) (PEDOT-PSS)	Çok duvarlı karbon nanotüp (MWCNT)	Chitosan	Distile su, asetik asit	-	23 °C, 10 dk	5 dk	FESEM, TEM, gerilme testi, gerilme modülü, sertlik testi	[40]
Grafen	Fe ₃ O ₄	-	200 ml sulu çözeltisi, (NH ₄) ₂ Fe(SO ₄) ₂ .6 H ₂ O ve (NH ₄)Fe(SO ₄) ₂ .12 H ₂ O	Grafit oksit Hummer metodu ile modifiye edilmiş	Mekanik karıştırıcı: 50 °C ,	10 dk	XRD, SEM, Magnetometer	[41]
Poli(vinilidene florür)	Montmorillonit	-	aseton/DMAc (7:3, w/w)	Kuater amin	Magnetik karıştırıcı: 4 h Mekanik karıştırıcı: 24 h	Oda sıcaklığında 48 h	SEM, XRD, DSC, TGA	[42]

Tablo 1.2-(devamı): Çözelti ortamında etkileştirme yöntemiyle yapılan kompozit ve nanokompozit sentezlerinin literatürdeki bazı çalışmaları

Matriks Maddesi	Dolgu Maddesi 1	Dolgu Maddesi 2	Çözücü	Modifikasyon İşlemleri	Karıştırıcı	Ultrasonik Banyo	Karakterizasyon	Ref.
Poli(dimetil siloksan)	Cloisite 30B, Nanomer 1.30P	-	THF	-	-	10 dk	FT-IR, XRD HRTEM, SEM, TGA, Gerilme testi, IGA, GC	[43]
Polisulfon (PSf)	modifiye MMT	LiCl	DMAc (Dimetil asetamid)	Alkil kuater amonyum tuzu	Magnetik karıştırıcı: oda sıcaklığında 30 dk, 60 °C, 12 h, Oda sıcaklığında 24 h	5 dk	TEM, SEM, XRD, geçirgenlik akı (PWF), gözeneklilik (P), gerilme testi, Sıvı-sıvı değiştirme porozimetresi (LLDP)	[44]
Poli(etilen metakrilat) PEMA, Poli(hidroksil metakrilat) PHEMA	Modifiye sepiyolit	-	Dietil eter-etil alkol karışımı (1:1)	3-aminopropil trietoksil silan (3-APTS)	Magnetik karıştırıcı: oda sıcaklığında 2 h	20 dk	FTIR-ATR, XRD, TEM, TG/DTG, SEM	[34]

Tablo 1.2-(devamı): Çözelti ortamında etkileştirme yöntemiyle yapılan kompozit ve nanokompozit sentezlerinin literatürdeki bazı çalışmaları

Matriks Maddesi	Dolgu Maddesi 1	Dolgu Maddesi 2	Çözücü	Modifikasyon İşlemleri	Karıştırıcı	Ultrasonik Banyo	Karakterizasyon	Ref.
HDPE, LDPE, PP, PVC	Modifiye edilmiş Nals (Pharmagmites karka)	Nanomer (kil)	Ksilen, THF, uyumlaştırıcı olarak: PE-co-GMA	aminopropil trietoksil silan, oktadesil amin	Magnetik karıştırıcı: oda sıcaklığında 1 h, 130 C 1 h, 120 C 1 h	1 h	XRD, TEM, FTIR, SEM, TGA, dayanıklılık özelliklerine ve nem tutucu özelliği	[32]
Poli(stiren-b-(etilen-co-butilen)-b-stiren) SEBS	Çok duvarlı karbon nanatüp (MWCNT)	-	100 ml toluen	-	-	1 h	TGA, SEM	[45]
Çok duvarlı karbon nanatüp (MWCNT)	chitosan	-	50 ml distile su içerisinde birkaç damla asetik asit	-	-	4 h	SEM, FT-IR, TGA, yüzey alanı analizi	[46]
Polikarbonat (PC)	Çok duvarlı karbon nanatüp (MWCNT)	-	THF	-	-	20 dk	TEM, SEM, DMA, Reolojik ölçümleri, elektriksel conductivity ölçümleri	[47]

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	Azobisisobütronitril (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	Sem, FT-IR, Tem, UV-visible, Micro-Raman, DTA/TG, DSC, GPC	[48]
Metilmetakrilat (MMA)	Azobisisobütronitril (AIBN)	PMMA	Ag Nano parçacık	Ag hidrosolleri hazırlanabilmesi için, sodyum borohidrid (NaBH ₄), oleilamin ve kloroform	Ultrasonik banyo, Magnetik karıştırıcı: oda sıcaklığında gece boyunca	Tem, UV-visible, ¹ H NMR, DSC, PDI, TG	[49]
Pirol	Demir-klor çözeltisi, p-toluensülfonik asit (PTSA)	-	Softwood bleachedn sulfite pulp (NBSP)	-	Buz banyosu: 2 h	TGA, XPS, Sem-EDX, Sem	[50]

Tablo 1.3-(devamı): Yerinde polimerleşme yöntemiyle yapılan kompozit sentezlerinin literatürdeki bazı çalışmaları

Monomer	Polimerizasyon başlatıcı	Bağlayıcı Madde	Dolgu Maddesi	Modifikasyon işlemi	Karıştırıcı	Karakterizasyon	Ref.
Metilmetakrilat (MMA)	1,1-azo-bis(1 sikloheksan karbonitril)	-	ZnO	-	Ultrasonik banyo: 20 dk Oda sıcaklığında	FT-IR, SEM, STEM, 3D-DLS-SLS spektrometre, XRD, DTG, UV-visible, ¹ H NMR, DSC	[51]
Metilmetakrilat (MMA)	Benzoil peroksit	-	Grafite oksit (GO)/ DMF	Grafite oksit, Hummers metodu hidrazin monohidrat ile modifiye edilmiştir	Mekanik karıştırıcı: 6 h 80 °C Azot atm	SEM, ¹ H NMR, ¹³ C NMR, FT-IR, HPLC, GPS, XRD, CP/MT, TGA, DSC, DMA gerilme testi, saklama modülü	[52]
Pirol	Elektrokimyasal hücre (üç elektrod içinde doğru akım)	-	Grafen oksit (RGO)	Grafite oksit, Hummers metodu hidrazin monohidrat ve sodyum p-toluensülfat (PTSS) ile modifiye edilmiştir	-	SEM, TEM, XPS, BET, CV, GCD, EIS, Raman spektroskopisi	[53]

1.6 Çalışmanın Amacı

Son yıllarda gelişen teknoloji ile birlikte geleneksel malzemelerin tek başlarına belli ihtiyaçlara karşılık verememesinden dolayı, buna alternatif olarak kompozit malzemelerin üretimine başlanılmıştır. Günümüzde halen kompozit malzemelerin termal ve mekaniksel özellikleri üzerine araştırma ve geliştirme faaliyetleri artarak devam etmektedir. Kompozit malzemelerin kullanım alanları uçak, otomotiv, gemi gibi araçlarda, tıpta, spor aletleri, tekstil ve kimya endüstrisi gibi çeşitli alanlarda görülmektedir. Kompozit malzemelerde kullanılan matriks ve dolgu maddesinin özelliklerine göre bu malzemelerin, yüksek mukavemet, sertlik, korozyon ve aşınma direnci, hafiflik ve ısıya dayanıklılık özelliklerinin geliştirilmesi pek çok çalışmanın hedefi olmaktadır.

Yapılan bu çalışmada kompozit malzemelerin sentezinde matriks maddesi olarak polietilen, dolgu maddesi olarak da diatomit, silika ve bentonit gibi oksit mineralleri kullanılmıştır. Aynı zamanda çeşitli modifikasyon yöntemleri kullanılarak oksit minerallerinin modifikasyonu gerçekleştirilmiştir. Modifikasyonda CTAB, 3-APTS ve benzoilklorür gibi maddeler modifiyer olarak seçilmiştir. Polimer/oksit minerali ve polimer/modifiye oksit minerali olarak sentezlenen kompozit malzemelerin termal ve mekaniksel özelliklerindeki önemli değişme ve gelişmelerin belirlenmesi de bu çalışmanın en önemli hedeflerinden biri olmuştur. Aynı zamanda ülkemizde rezervi bol olan bu minerallerin uygulama alanlarının da bu sayede artacağı düşünülmüştür. Bu minerallerinin modifikasyonu ile polimer-oksit mineralinin birlikteliğinin daha kuvvetli bir hale geleceği düşünülerek, polimer/modifiye kil kompozitlerinin termal ve mekaniksel özelliklerinin de karakterizasyonları yapılmıştır. Özellikle gelişen plastik sanayinde yaygın olarak kullanılan polietilenin, polietilen/oksit minerali ve polietilen/modifiye oksit minerali şeklindeki kompozitlerinin kullanım alanlarının artırılması da çalışmanın amaçları arasında yer almıştır.

2. MATERYAL VE YÖNTEM

2.1 Materyaller

Kompozit film sentezinde matris madde olarak kullanılan Polietilen (PE) PETKim'den temin edilmiştir. Dolgu maddesi olarak kullanılan silika, diatomit ve bentonit analitik saflıktadır ve ticari olarak satışı yapılan firmalardan temin edilmiştir. Oksit mineralinin boyutu öğütme ve eleme ile 45-109 µm arasındaki tane boyutuna getirilmiştir.

Kullanılan organik çözücülerden, aseton; Merck, toulon; Sigma-Aldrich, piridin ise Carlo Erba firmalarından temin edilmiştir. Modifiyer maddelerden 3-aminopropiltrietoksisilan (3-APTS) ve benzoilklorür; Sigma-Aldrich, setiltrimetilamonyumbromür (CTAB); Merck firmalarından temin edilmiştir.

2.2 Kompozit Karakterizasyonu

Kompozit filmlerin yapı incelemesinde XRD, FTIR-ATR, SEM ve dijital görüntüsünden, termal özelliklerinin incelenmesinde TG/DTA ve mekanik özelliklerinin incelenmesinde ise çekme basma cihazı kullanıldı.

XRD desen çekimleri: PAN analytic X'Pert PRP cihazında 10-40° arasında 2°/dak tarama hızıyla 40kV, 30 mA şartlar altında çekildi.

FTIR-ATR analizleri: Perkin Elmer spektrum 65 model cihazı ile 4000-650 cm⁻¹ arasında yapıldı.

SEM analizleri: Neo Scope JCM-500 masa üstü SEM cihazı ile kompozit malzemelerin yapı incelenmesi yapıldı.

TG/DTA/DTG analizleri: SII Exstar 700 TG-DTA cihazı ile yapıldı.

Çekme analizleri: Alşa 20 tonluk hidrolik çekme basma cihazı ile yapıldı.

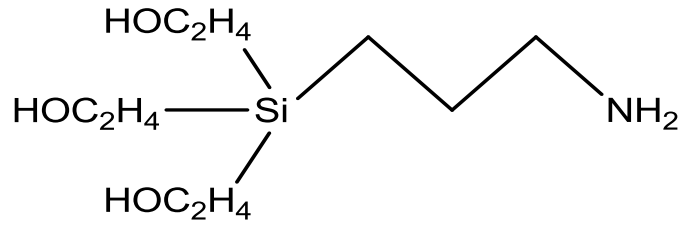
Dijital çekimleri: Pentax KS-DSLR marka ile yapıldı.

2.3 Oksit Mineralinin Modifikasyonu

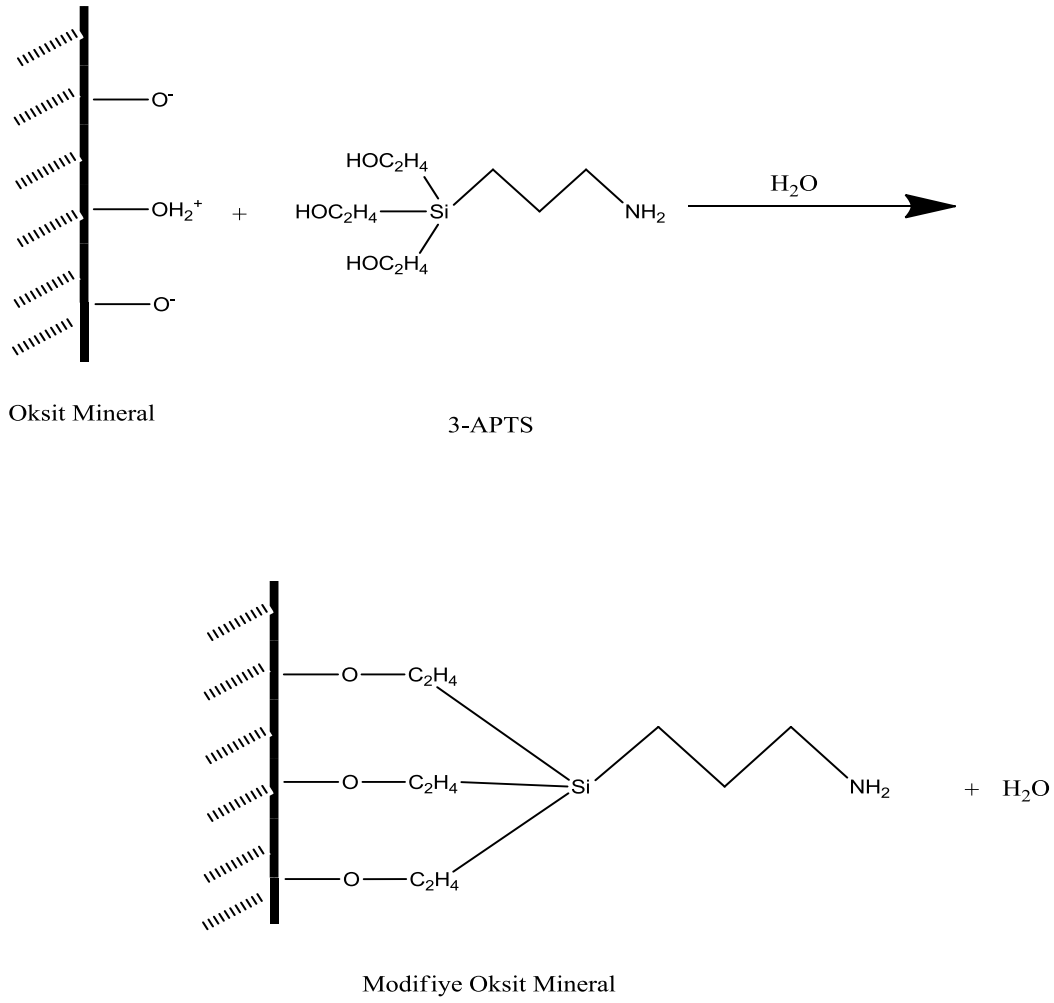
Polietilenin (PE) oksit minerali ile etkileşebilmesi için oksit minerali modifiye edilmesi gerekmektedir. Silika, bentonit ve diatomit oksit minerali modifiye edilmesi için 3-APTS, CTAB ve benzoilklorür kullanılmıştır.

2.3.1 3-APTS ile Modifikasyon İşlemi

10 g oksit minerali, 100 ml deiyonize su ve 5 ml 3-APTS 60 °C'de bir saat boyunca ultrasonik banyoda reaksiyonun gerçekleşmesi için tutuldu. Bir saatin sonunda ultrasonik banyodan alınan süspansiyon gooch krozesi ile süzüldü ve deiyonize su ile yıkanan kil 60 °C'deki etüvde tamamen kuruyana kadar bekletildi. Modifiye edilmiş oksit minerali daha sonra havanda tekrar öğütülerek 109-45 µm'lik eleklerden geçirilerek kullanıma hazır hale getirildi.



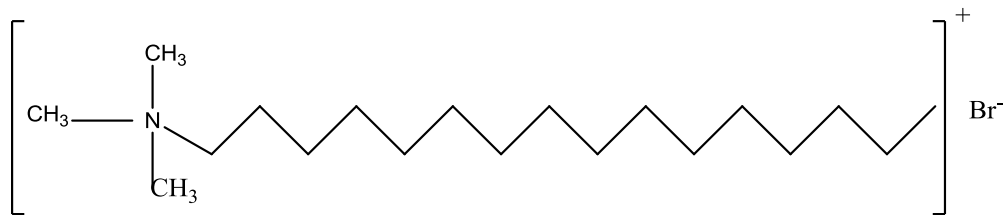
Şekil 2.1: 3-aminopropiltrietoksisilan (3-APTS)



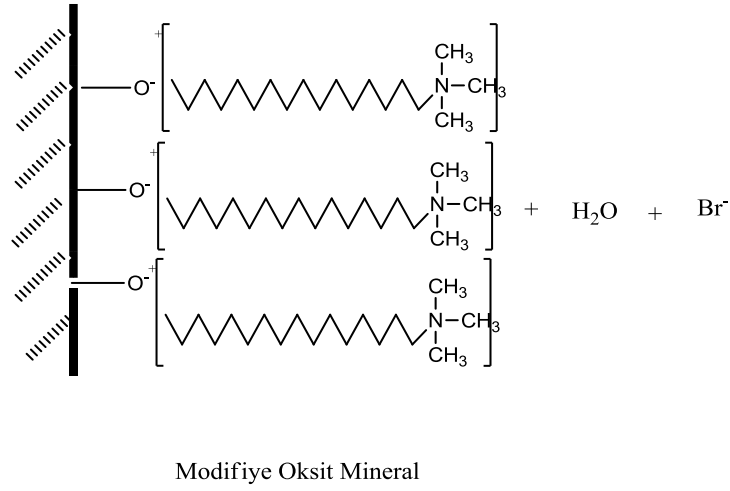
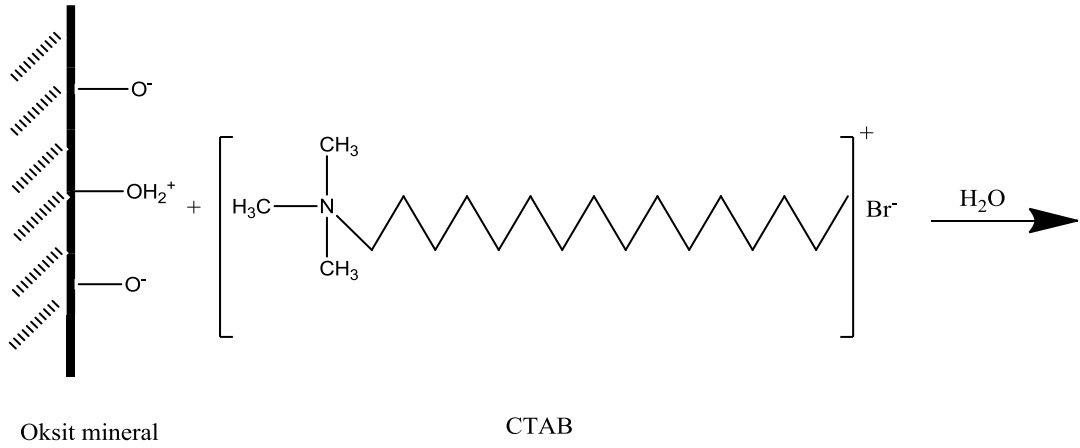
Şekil 2.2: 3-APTS ile oksit mineral modifikasyonu

2.3.2 CTAB ile Modifikasyon İşlemi

10^{-4} M CTAB çözeltisi hazırlanıp 5 g oksit minerali ile 24 saat boyunca çalkalayacağı su banyosunda çalkalandı. Diatomit ve silika oksit minerali mavi bantlı süzgeç kağıdı ile süzülürken, bentonit minerali ise santrifüjlenerek mineralin çökmesiyle elde edilmiştir. Süzülen oksit mineralleri $50\text{ }^{\circ}\text{C}$ 'deki etüvde kurutuldu. Modifiye edilmiş oksit mineraller havanda öğütülerek $109\text{-}45\text{ }\mu\text{m}$ 'lik eleklerden geçirdikten sonra kullanıma hazır hale getirildi.



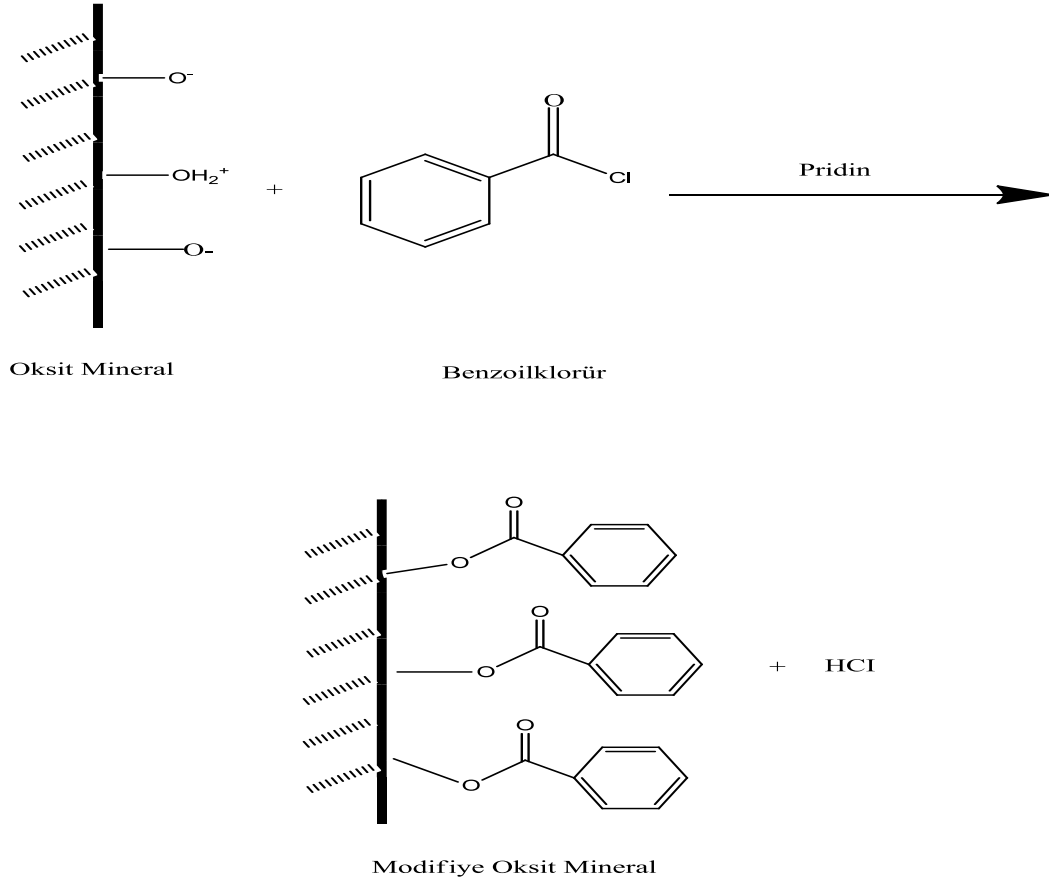
Şekil 2.3: Setiltrimetilamonyumbromür (CTAB)



Şekil 2.4: CTAB ile oksit mineral modifikasyonu

2.3.3 Benzoiklorür ile Modifikasyon İşlemi

15 g oksit minerali üzerine 75 ml benzoiklorür ilave edildikten sonra 5 ml piridin ilave edildi. Reflaks düzeyinde gerçekleştirilen modifikasyon işlemi 24 saat boyunca karıştırıldı. Oluşan süspansiyon gooch krozesi ile süzüldü ve 75 ml aseton ile yıkandı. Süzülen oksit minerali 50 °C'deki etüvde kurutuldu. Modifiye edilmiş oksit minerali havanda öğütülerek 109-45 µm'lik eleklerden geçirilerek kullanıma hazır hale getirildi.



Şekil 2.5: Benzoiklorür ile oksit mineral modifikasyonu

2.4 Polimer/Oksit Minerali İçeren Kompozit Filmlerinin Hazırlanması

Çalışmada kullanılan PE/oksit minerali kompozit filmleri çalışma ekibimiz tarafından tasarlanıp yaptırılan şekil 2.1' de gösterilen ekstruder cihazı ile 120 ± 20 °C'de sentezlendi. Kompozit filmler kütlece (w/w) %1, %2.5, %5, %10, %20, %30, %40 ve %50 oranında sentezlenen filmlerde dolgu maddesi olarak oksit mineral kullanıldı.



Şekil 2.6: Kompozit film sentezinde kullanılan ekstruder cihazı

3. BULGULAR

3.1 FTIR-ATR Analizleri

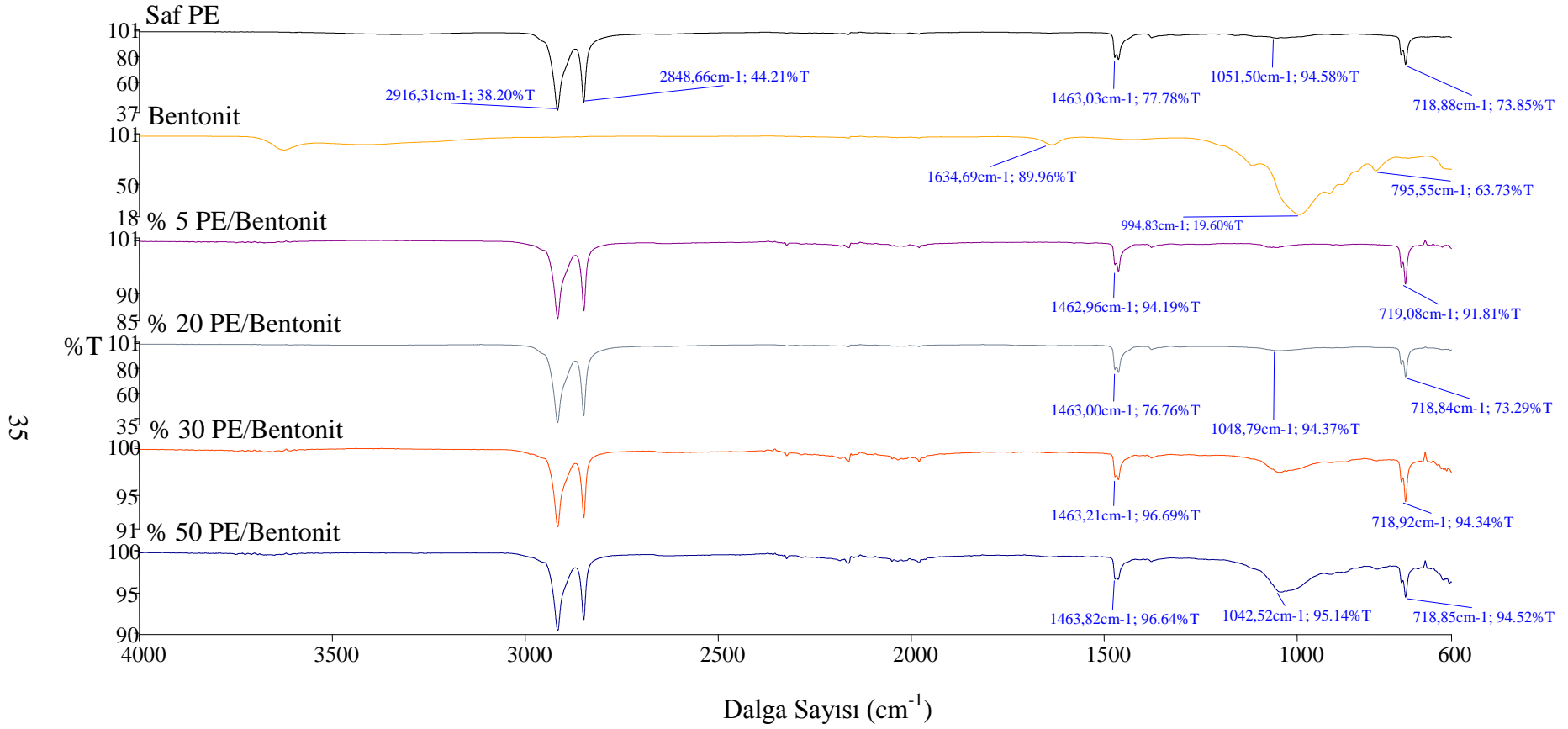
FT-IR analizleri PE/oksit minerali kompozit filmleri ve PE/modifiye oksit minerali kompozit filmleri arasındaki etkileşimi görmek amacıyla yapılmıştır. Saf PE, analitik saflıktaki oksit minerali, modifiyer maddeler, PE/oksit minerali ve PE/modifiye oksit minerali kompozit filmlerinin kütlece (w/w) %5, %20, %30 ve %50'lik oranlarında sentezlenen kompozit filmlerinin karakteristik pikleri ile karşılaştırılmıştır.

3.1.1 PE/Oksit Minerali İçeren Kompozit Filmlerinin FTIR-ATR Analizleri

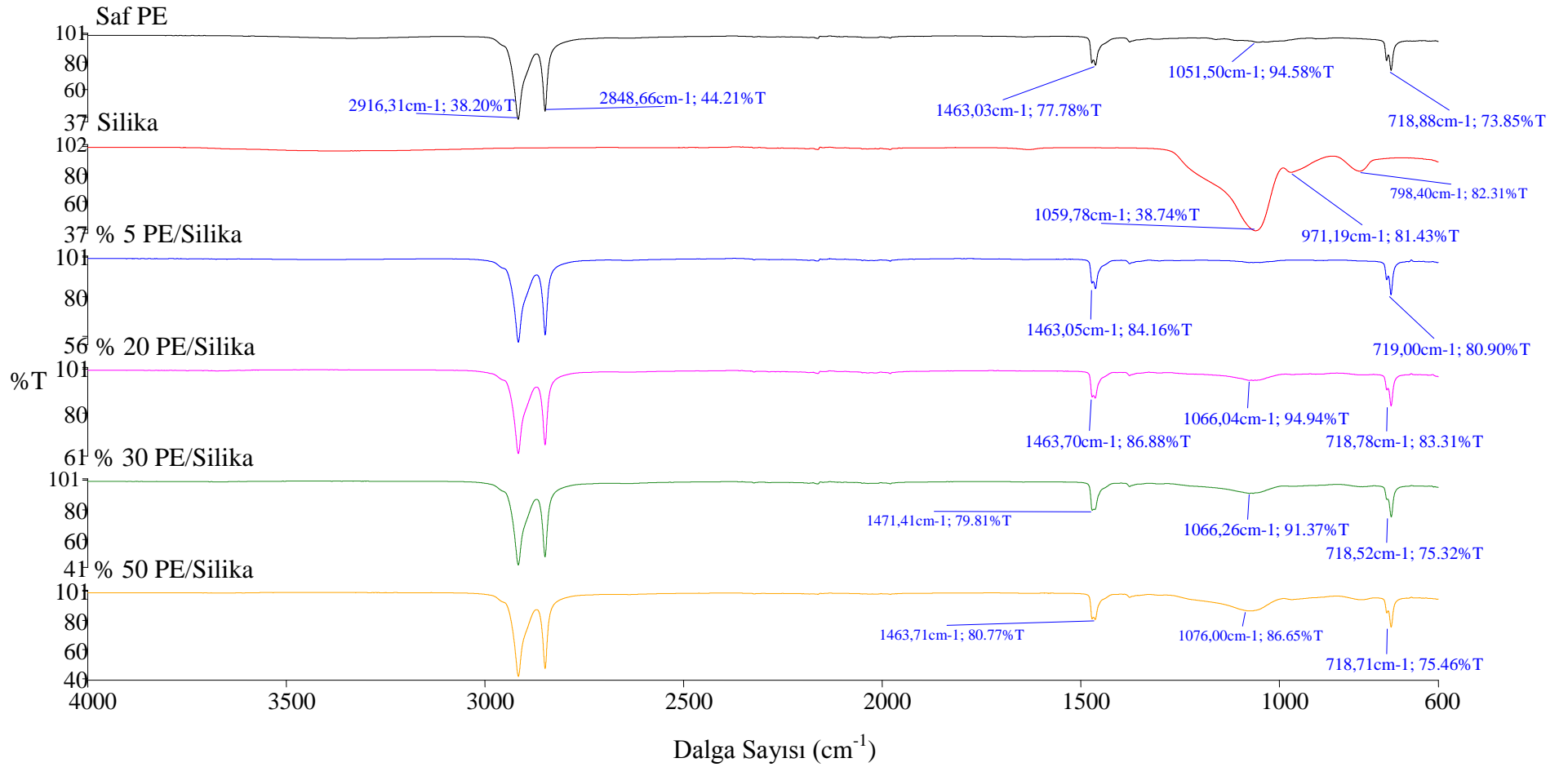
FTIR-ATR analizleri, şekil 3'de saf PE, analitik saflıktaki bentonit ve kütlece (w/w) %5, %20, %30 ve %50'lik olarak sentezlenen PE/bentonit kompozit filmlerinin karakteristik pikleri ile karşılaştırılmıştır.

Şekil 3.2'de saf PE, analitik saflıktaki silika ve %5, %20, %30 ve %50'lik olarak sentezlenen PE/silika kompozit filmlerinin karakteristik pikleri ile karşılaştırılmıştır.

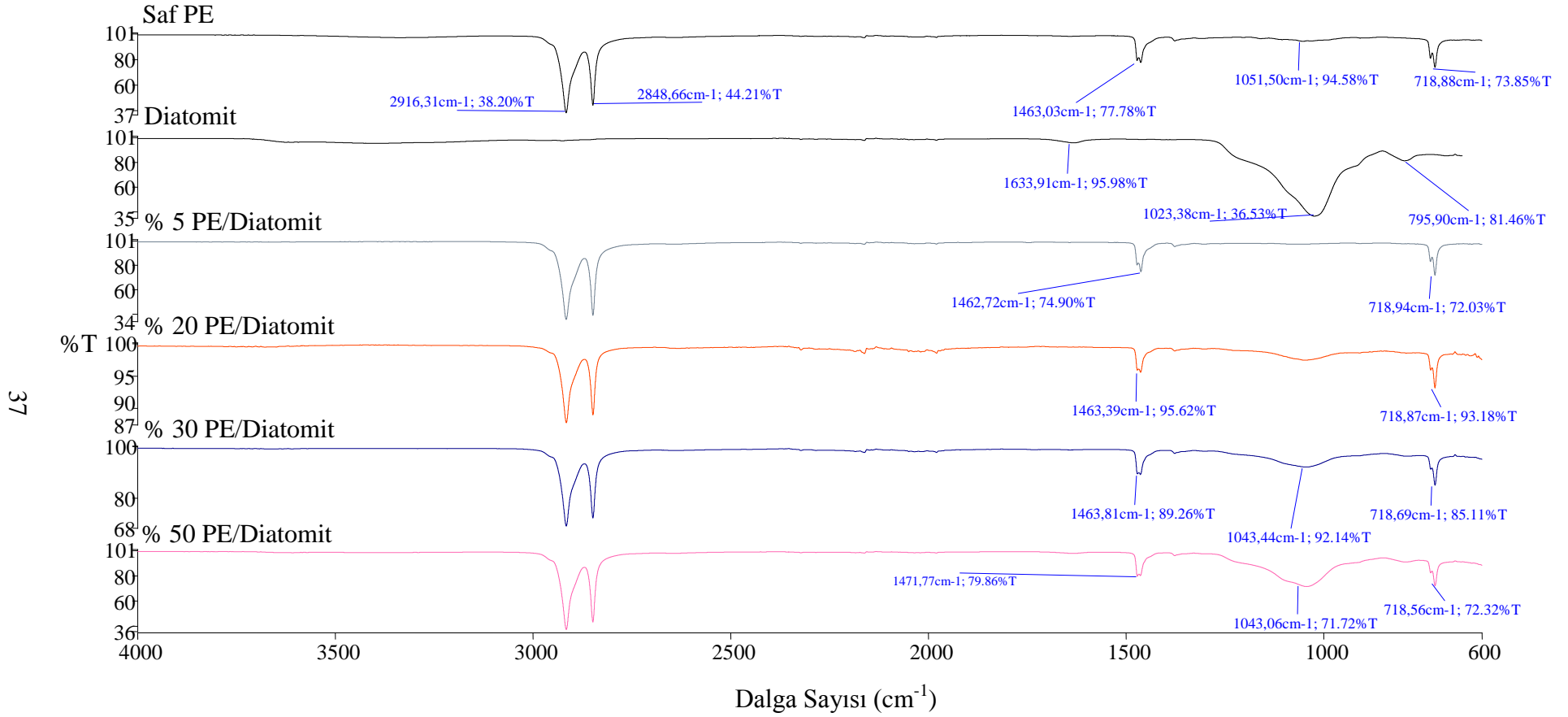
Şekil 3.3'de saf PE, analitik saflıktaki diatomit ve %5, %20, %30 ve %50'lik olarak sentezlenen PE/diatomit kompozit filmlerinin karakteristik pikleri ile karşılaştırılmıştır.



Şekil 3.1: PE/Bentonit kompozit filmlerinin FTIR Spektremleri



Şekil 3.2: PE/Silika kompozi filmlerinin FTIR Spekturumları



Şekil 3.3: PE/Diatomit kompozit filmlerinin FTIR Spektremleri

3.1.2 PE/Modifiye Oksit Minerali İeren Kompozit Filmlerinin FTIR-ATR Analizleri

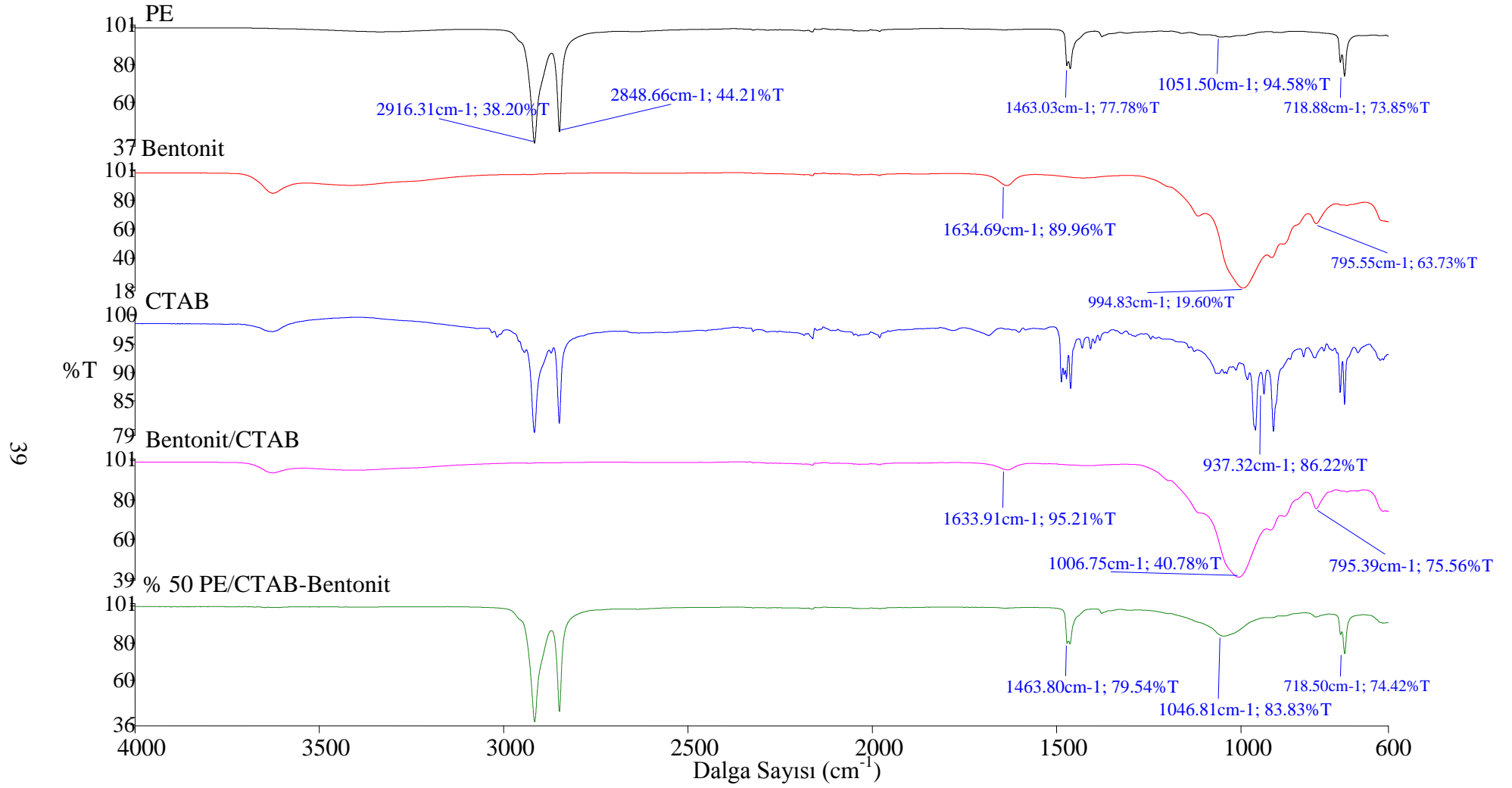
Oksit minerali modifiye etmek iin CTAB, 3-APTS ve benzoilklorür kullanıldı. PE ve modifiye oksit minerali arasındaki etkileşimlere bakıldı.

3.1.2.1 PE/CTAB-Oksit Minerali İeren Kompozit Filmlerinin FTIR-ATR Analizleri

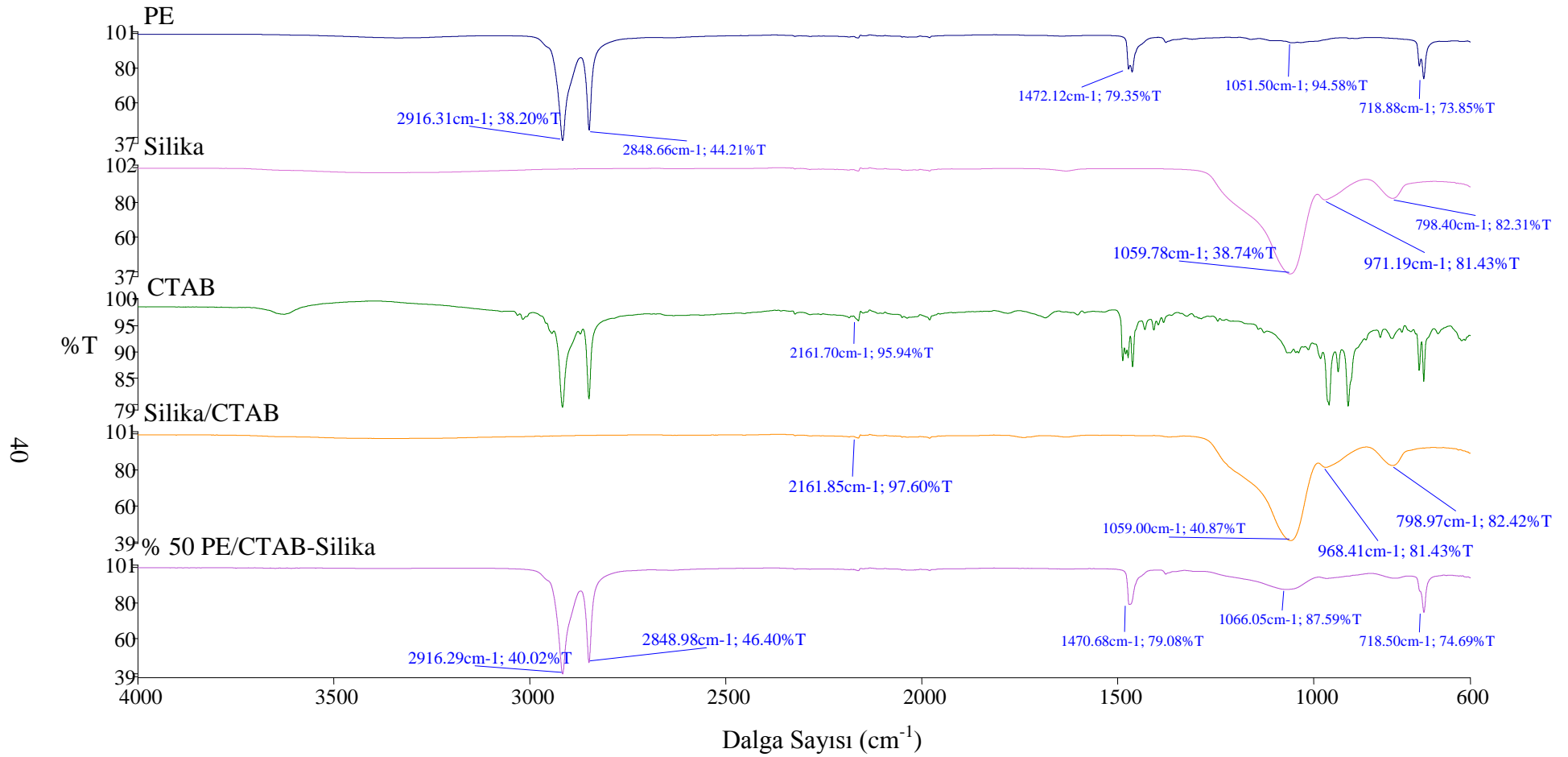
FTIR-ATR analizleri Őekil 3.4’de saf PE, analitik saflıktaki bentonit, CTAB, CTAB ile modifiye edilmiş bentonit ve %50 PE/CTAB-bentonit kompozit filmin karakteristik pikleri ile karşılaştırılmıştır.

Őekil 3.5’de saf PE, analitik saflıktaki silika, CTAB, CTAB ile modifiye edilmiş silika ve %50 PE/CTAB-silika kompozit filmin karakteristik pikleri ile karşılaştırılmıştır.

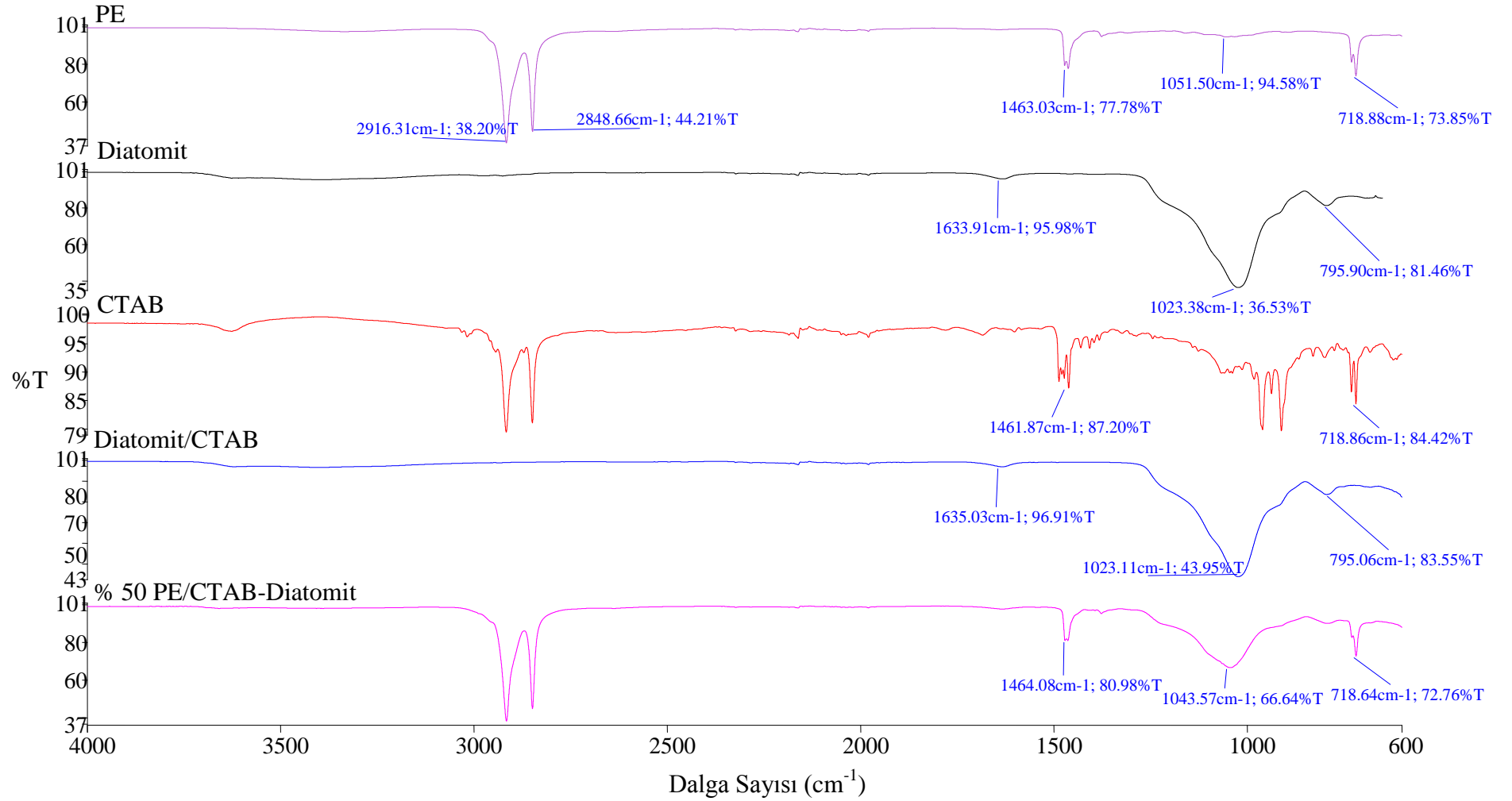
Őekil 3.6’de PE, analitik saflıktaki diatomit, ctab, ctab ile modifiye edilmiş diatomit ve %50 PE/CTAB-diatomit kompozit filmin karakteristik pikleri ile karşılaştırılmıştır.



Şekil 3.4: PE/CTAB-Bentonit kompozitinin IR Spekturuları



Şekil 3.5: PE/CTAB-Silika kompozitinin FTIR Spekturumları



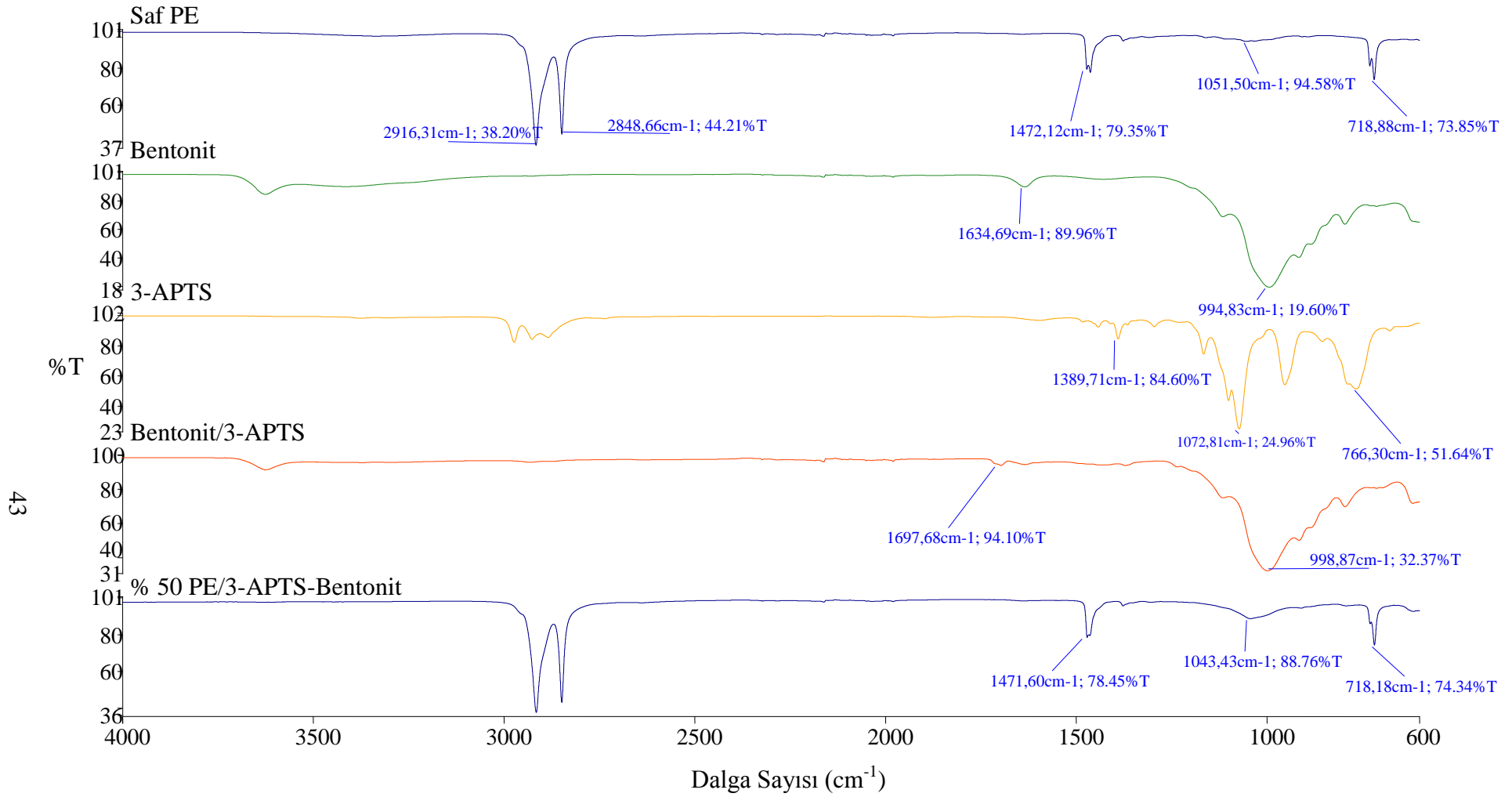
Şekil 3.6: PE/CTAB-Diatomit kompozitinin FTIR Spekturumları

3.1.2.2 PE/3-APTS-Oksit Minerali İeren Kompozit Filmlerinin FTIR-ATR Analizleri

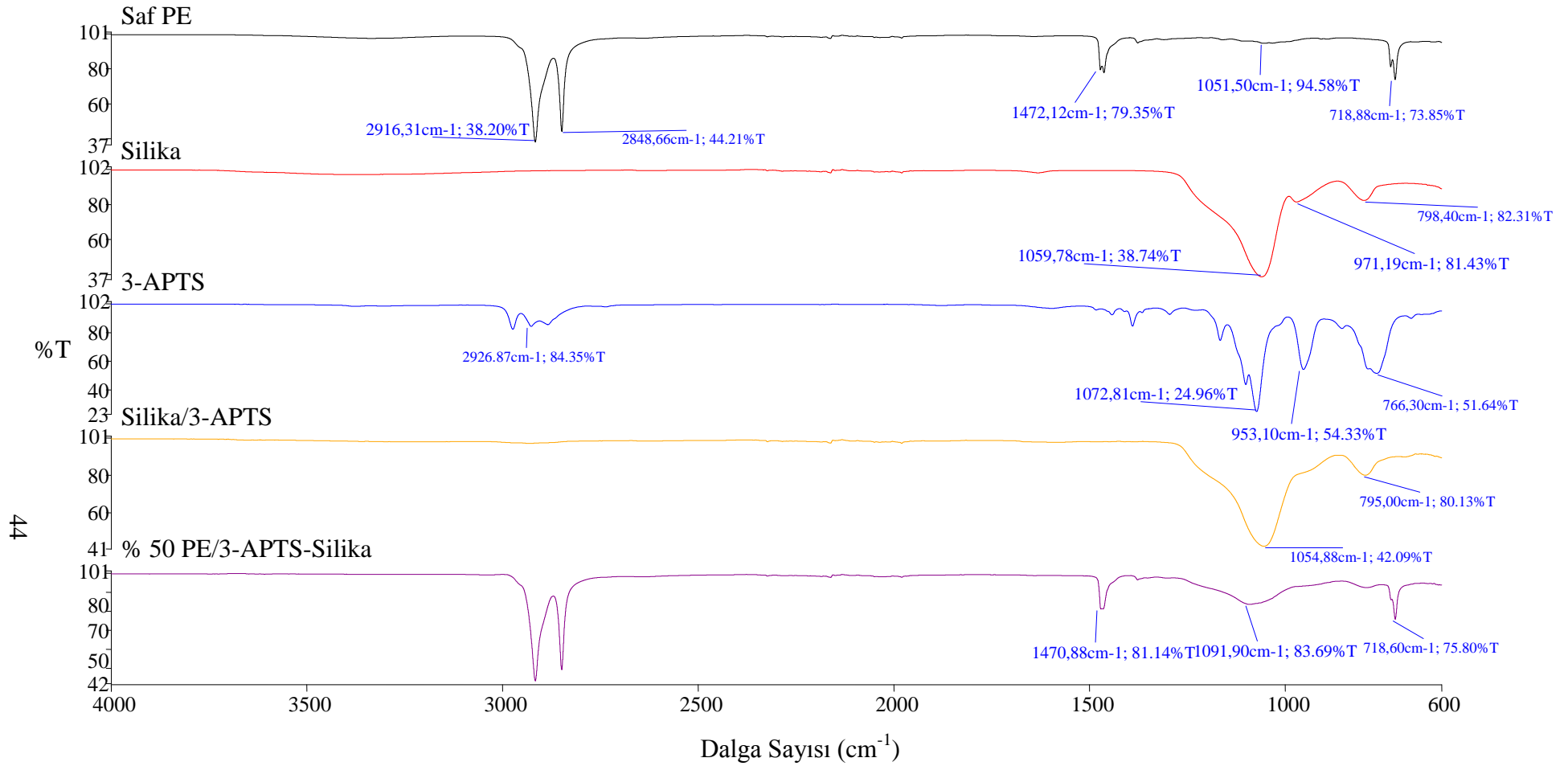
FTIR-ATR analizleri Őekil 3.7’de PE, analitik saflıktaki bentonit, 3-APTS, 3-APTS ile modifiye edilmiŐ bentonit ve %50 PE/3-APTS-bentonit kompozit filminin karakteristik pikleri ile karŐılaŐtırılmıŐtır.

Őekil 3.8’de PE, analitik saflıktaki silika, 3-APTS, 3-APTS ile modifiye edilmiŐ silika ve %50 PE/3-APTS -silika kompozit filmin karakteristik pikleri ile karŐılaŐtırılmıŐtır.

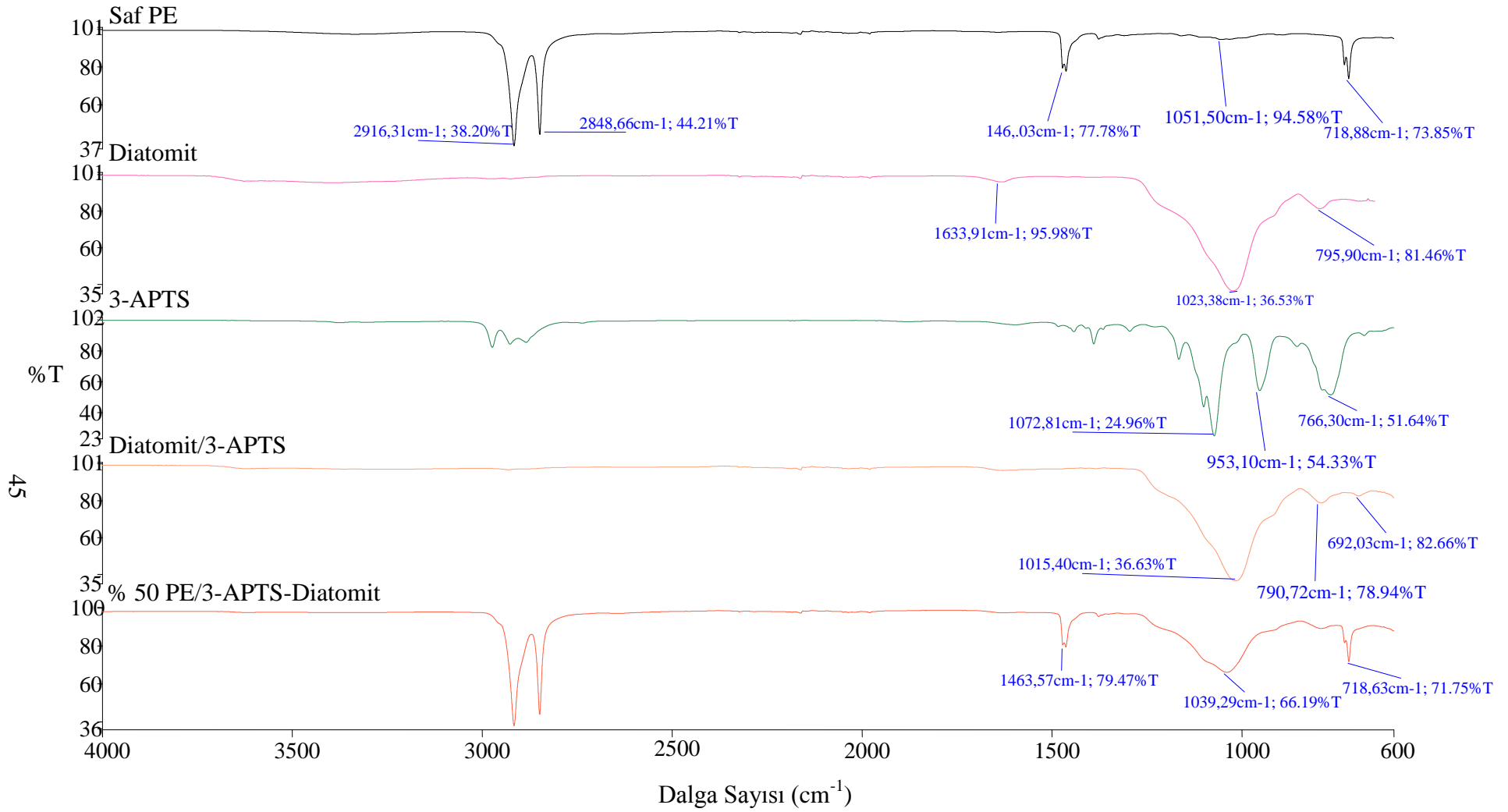
Őekil 3.9’da PE, analitik saflıktaki diatomit, 3-APTS, 3-APTS ile modifiye edilmiŐ diatomit ve %50 PE/3-APTS-diatomit kompozit filminin karakteristik pikleri ile karŐılaŐtırılmıŐtır.



Şekil 3.7: PE/3-APTS-Bentonit kompozit filmlerinin FTIR Spekturumları



Şekil 3.8: PE/3-APTS-Silika kompozit filmlerinin FTIR Spekturumları



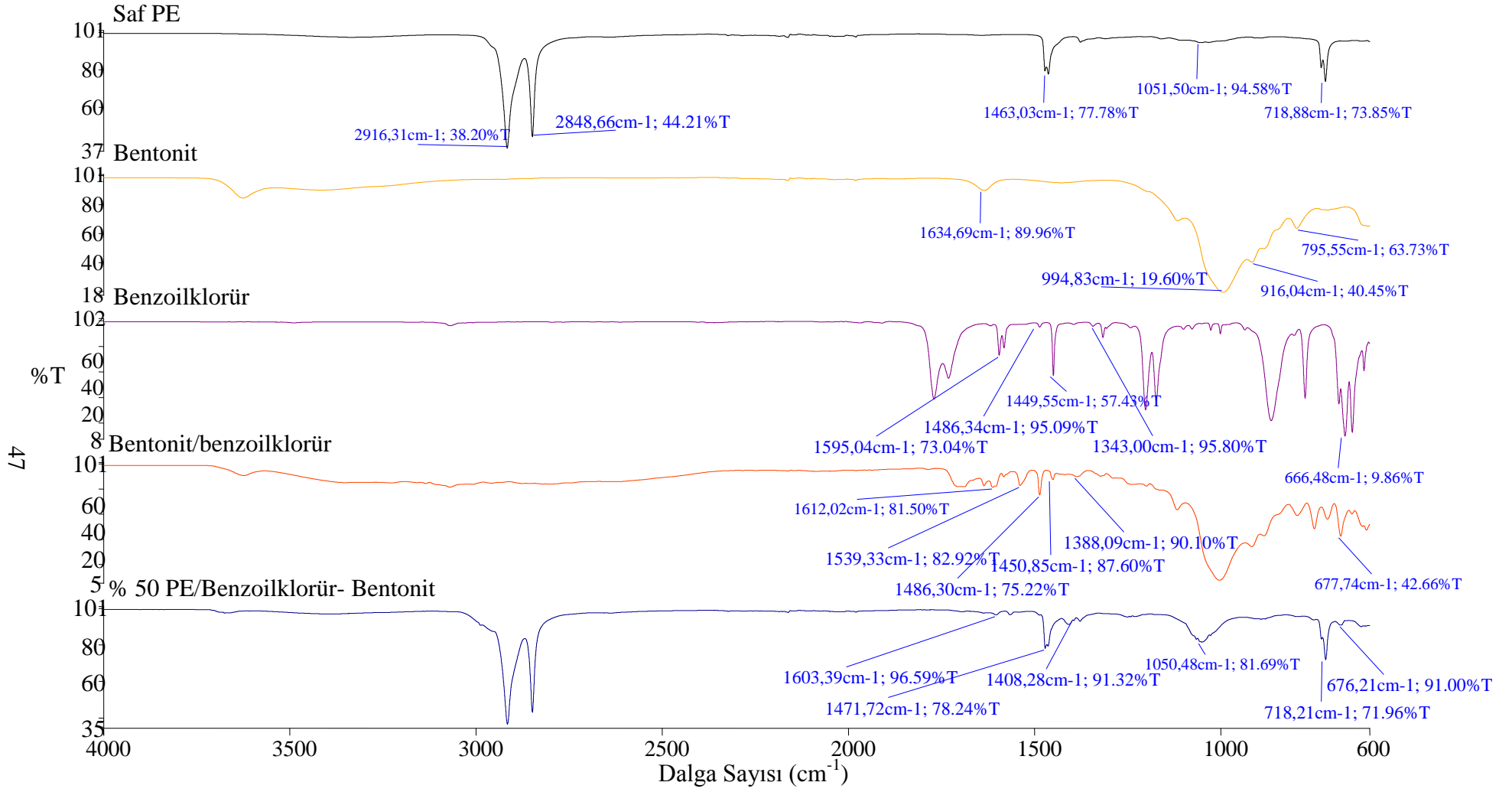
Şekil 3.9: PE/3-APTS-Diatomit kompozit filmlerinin FTIR Spekturumları

3.1.2.3 PE/Benzoiklorür-Oksit Minerali İçeren Kompozit Filmlerinin FTIR-ATR Analizleri

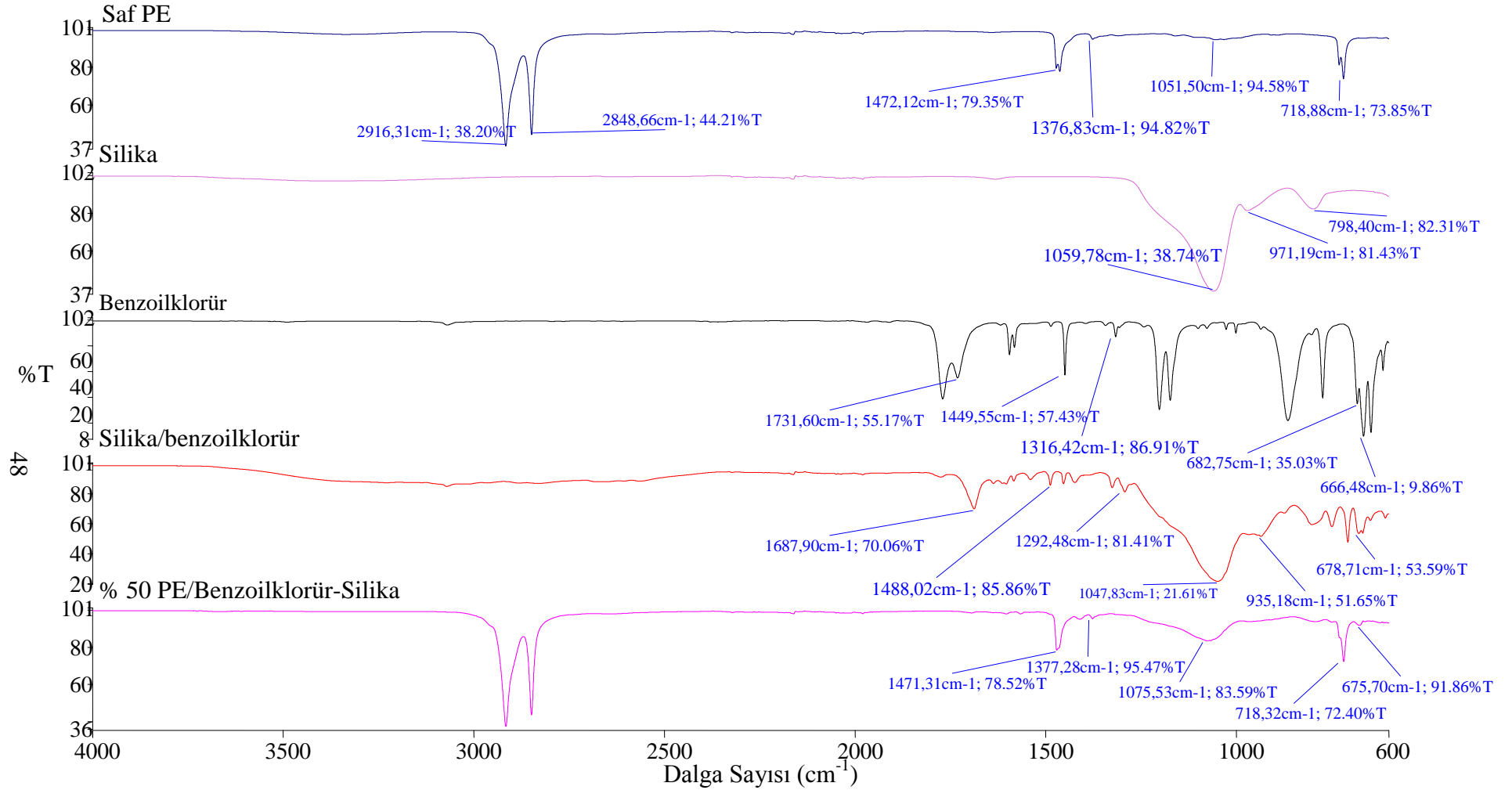
FTIR-ATR analizleri şekil 3.10'da saf PE, analitik saflıktaki bentonit, benzoiklorür, benzoiklorür ile modifiye edilmiş bentonit ve %50 PE/benzoiklorür-bentonit kompozit filminin karakteristik pikleri ile karşılaştırılmıştır.

FTIR-ATR analizleri şekil 3.11'de saf PE, analitik saflıktaki silika, benzoiklorür, benzoiklorür ile modifiye edilmiş silika ve %50 PE/benzoiklorür-silika kompozit filminin karakteristik pikleri ile karşılaştırılmıştır.

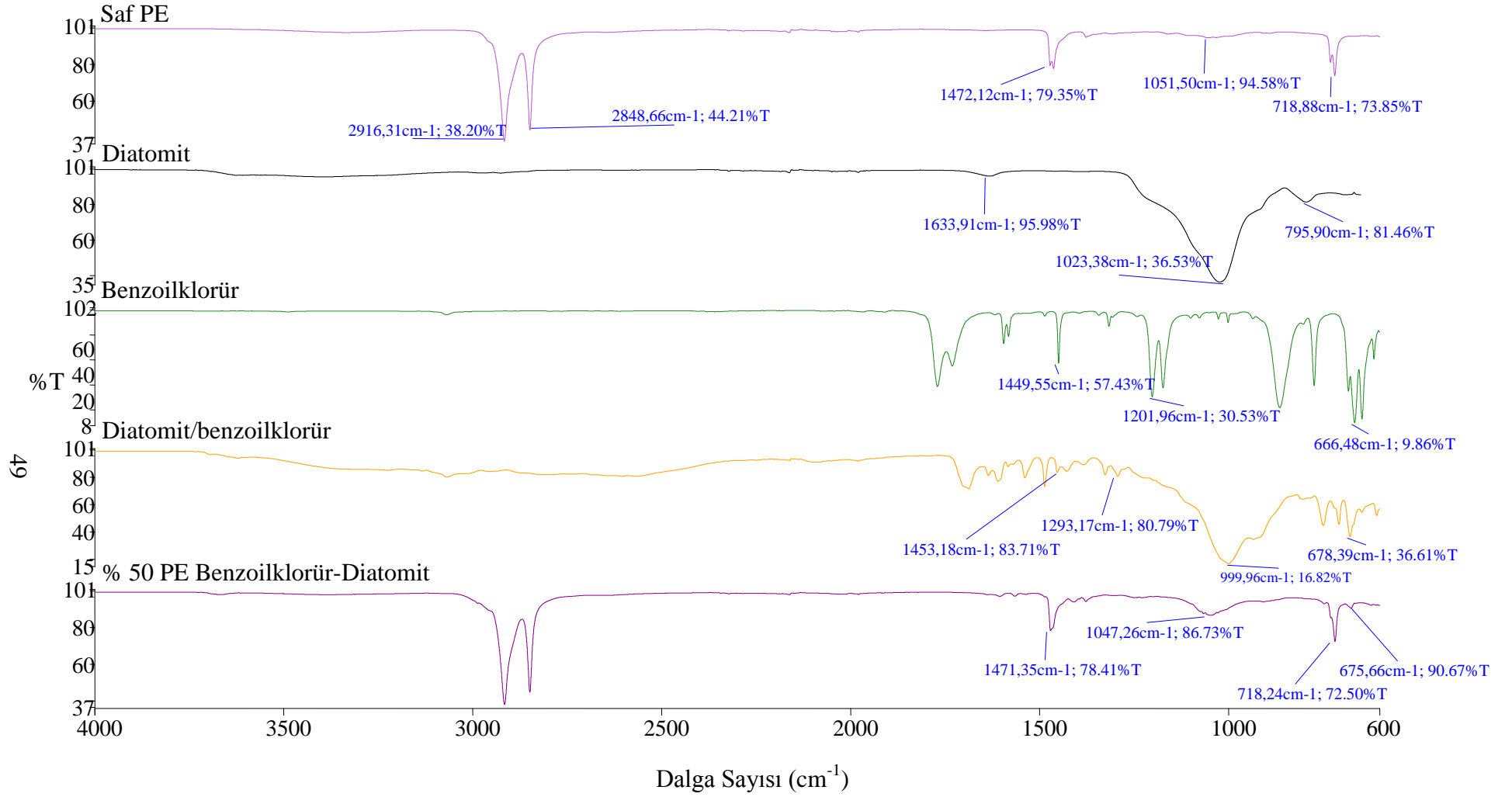
FTIR-ATR analizleri şekil 3.12'de saf PE, analitik saflıktaki diatomit, benzoiklorür, benzoiklorür ile modifiye edilmiş diatomit ve %50 PE/benzoiklorür-diatomit kompozit filminin karakteristik pikleri ile karşılaştırılmıştır.



Şekil 3.10: PE/Benzoiklorür-Bentonit kompozit filmlerinin FTIR Spekturumları



Şekil 3.11: PE/Benzoiklorür-Silika kompozit filmlerinin FTIR Spekturumları

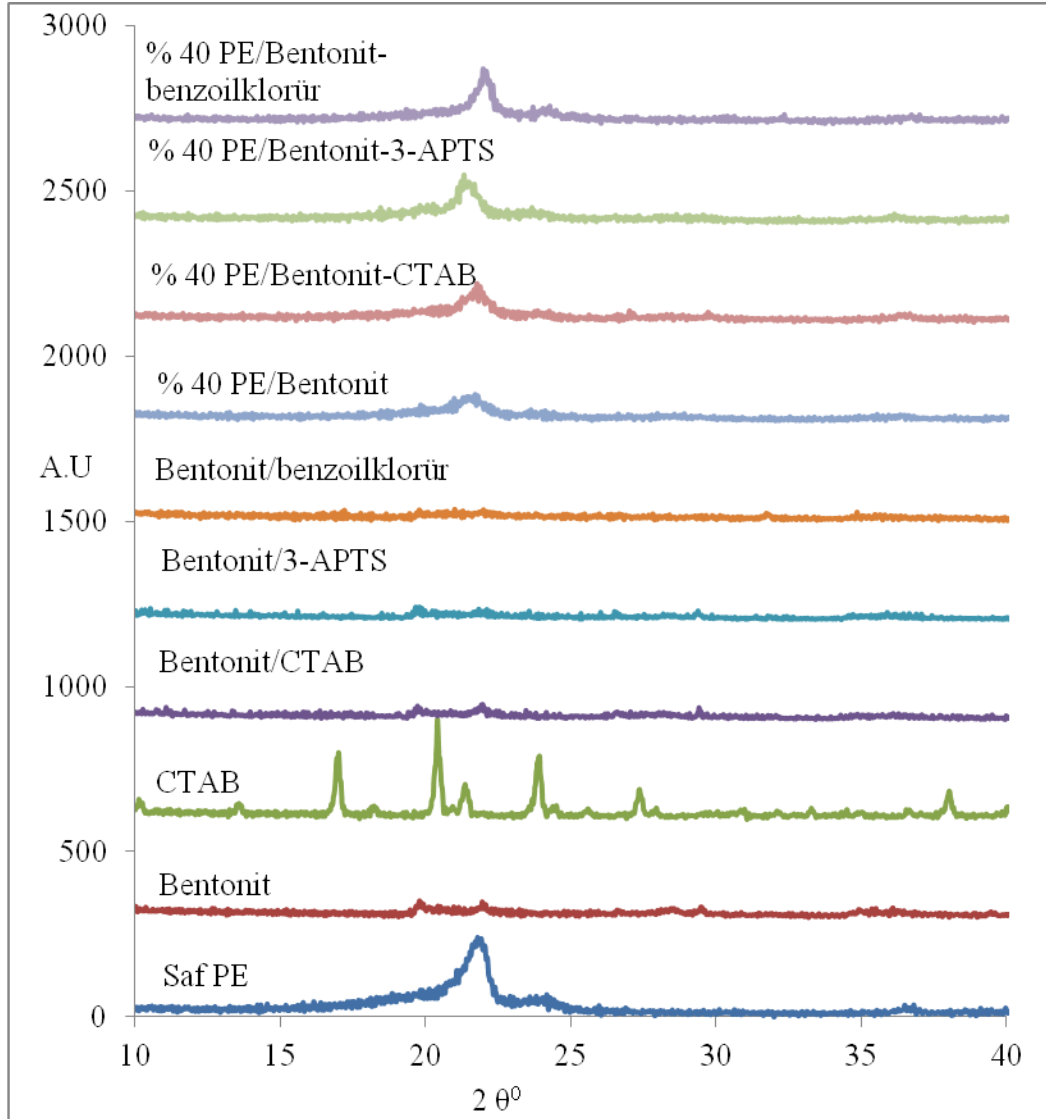


Şekil 3.12: PE/Benzoiklorür-Diatomit kompozit filmlerinin FTIR Spekturumları

3.2 XRD Analizleri

3.2.1 PE/Bentonit ve PE/Modifiye-Bentonit İçeren Kompozit Filmlerinin XRD Analizleri

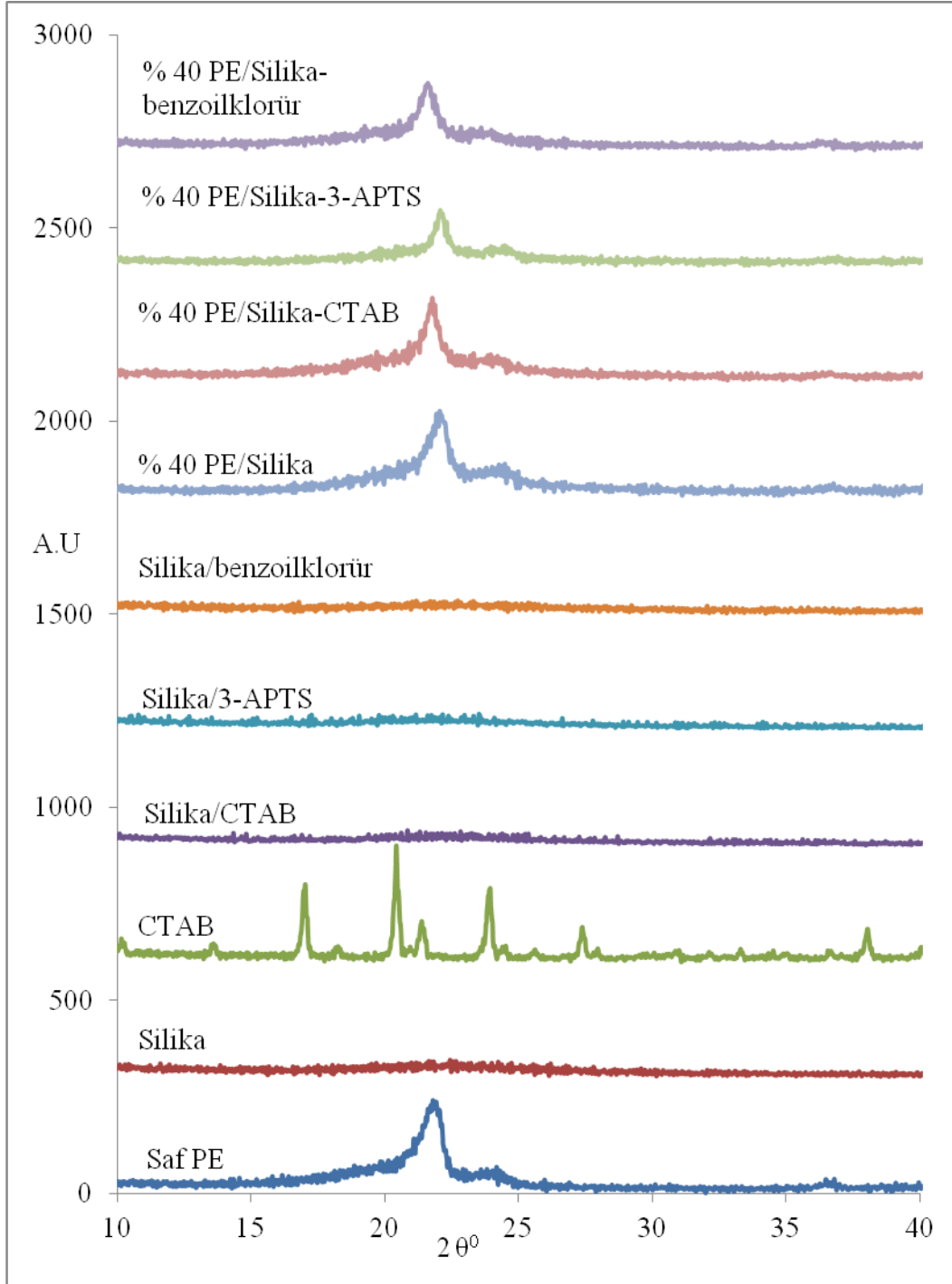
Saf PE, analitik saflıktaki bentonit, CTAB, CTAB ile modifiye edilmiş bentonit, 3-APTS ile modifiye edilmiş bentonit, benzoiklorür ile modifiye edilmiş bentonit ve %40 oranında hazırlanmış PE/bentonit, PE/CTAB-bentonit, PE/3-APTS-bentonit ve PE/benzoiklorür-bentonitin XRD desenleri şekil 3.13’de gösterilmiştir.



Şekil 3.13: Bentonit XRD desenleri

3.2.2 PE/Silika ve PE/Modifiye-Silika İçeren Kompozit Filmlerinin XRD Analizleri

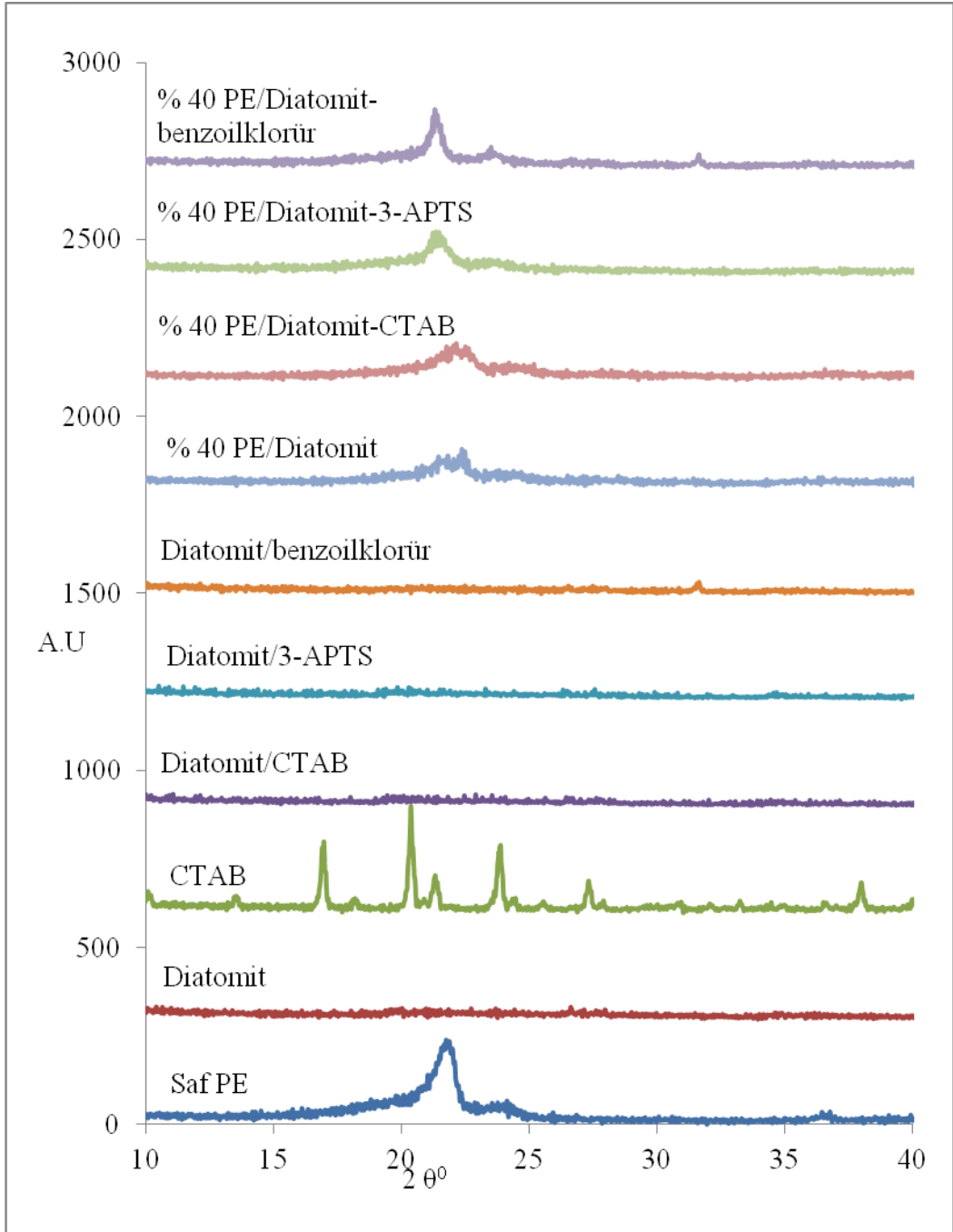
Saf PE, analitik saflıktaki silika, CTAB, CTAB ile modifiye edilmiş silika, 3-APTS ile modifiye edilmiş silika, benzoilklorür ile modifiye edilmiş silika ve %40 oranında hazırlanmış PE/silika, PE/CTAB-silika, PE/3-APTS-silika ve PE/benzoilklorür-silika XRD desenleri şekil 3.14’de gösterilmiştir



Şekil 3.14: Silika XRD desenleri

3.2.3 PE/Diatomit ve PE/Modifiye-Diatomit İçeren Kompozit Filmlerinin XRD Analizleri

Saf PE, analitik saflıktaki diatomit, CTAB, CTAB ile modifiye edilmiş diatomit, 3-APTS ile modifiye edilmiş diatomit, benzoilklorür ile modifiye edilmiş diatomit ve %40 oranında hazırlanmış PE/ diatomit, PE/CTAB-diatomit, PE/3-APTS-diatomit ve PE/benzoilklorür-diatomit kompozit filmlerinin XRD desenleri şekil 3.15’de gösterilmiştir.

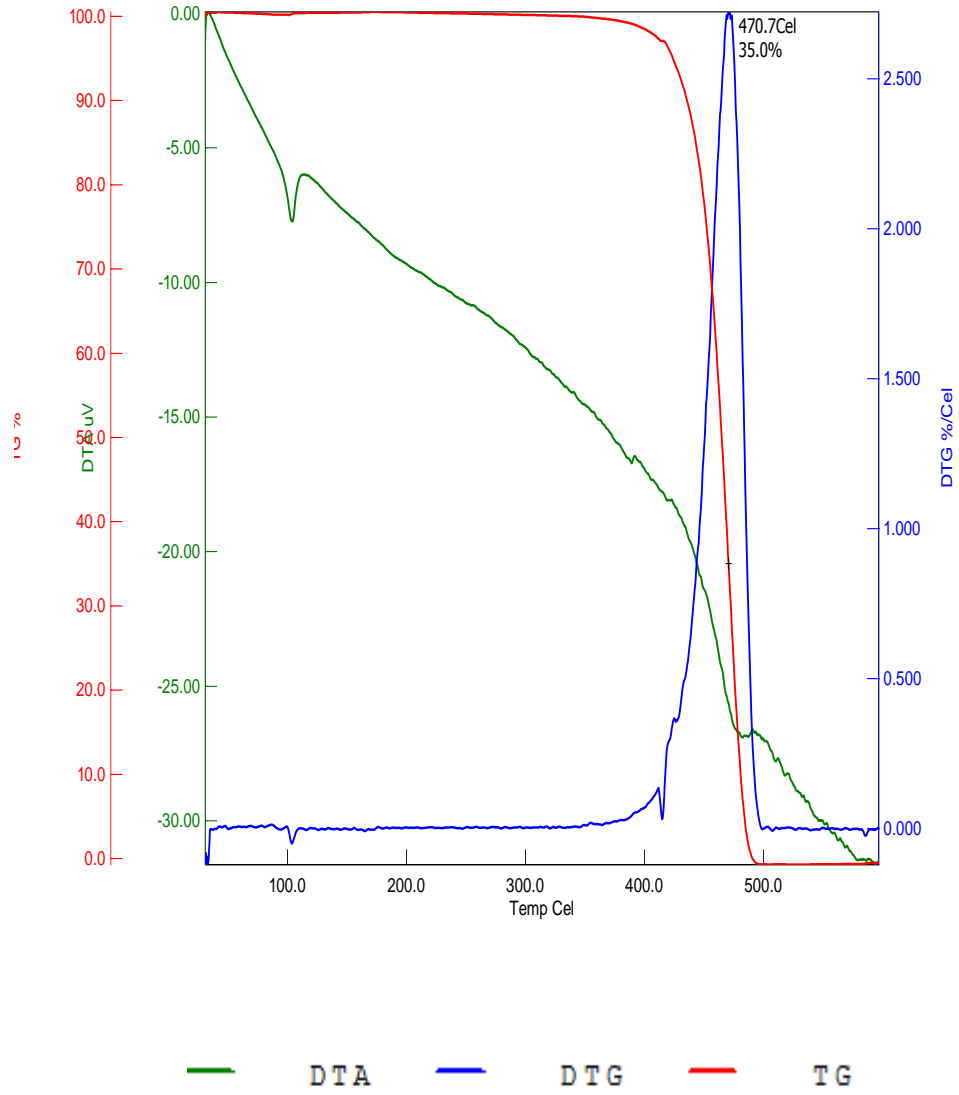


Şekil 3.15: Diatomit XRD desenleri

3.3 TG/DTA/DTG Analizleri

3.3.1 Saf PE'nin TG/DTA/DTG Analizleri

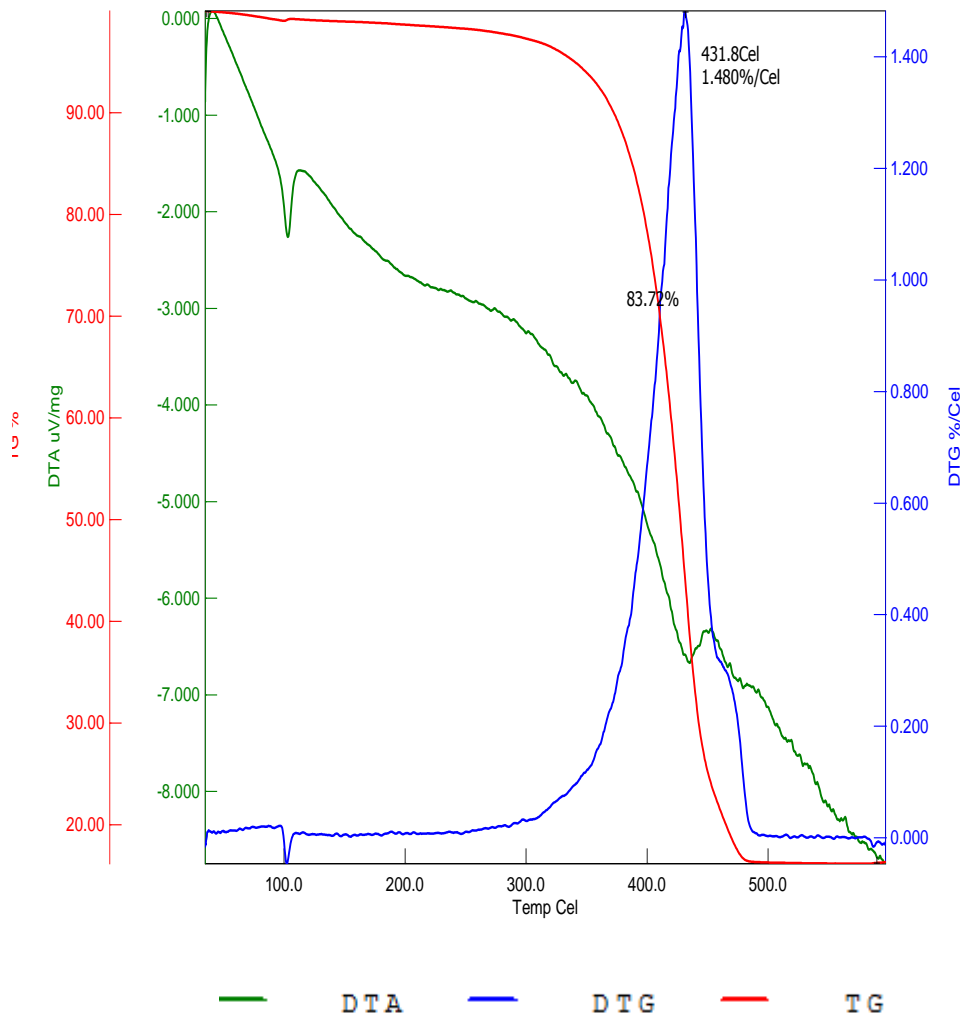
Film olarak sentezlenmiş saf PE'nin TG /DTG eğrileri şekil 3.16'da gösterilmektedir.



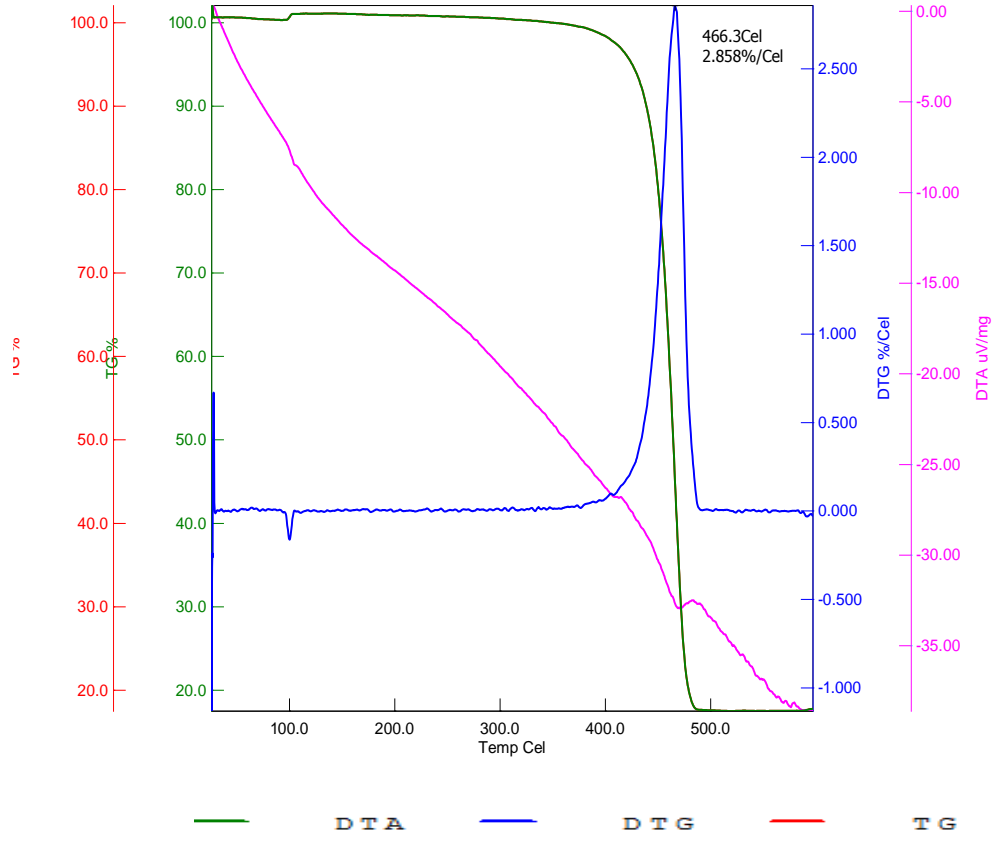
Şekil 3.16: Saf PE'nin DTA/DTG/TG eğrileri

3.3.2 PE/Diatomit ve PE/Modifiye-Diatomit Kompozit Filmlerinin TG/DTA/DTG Analizleri

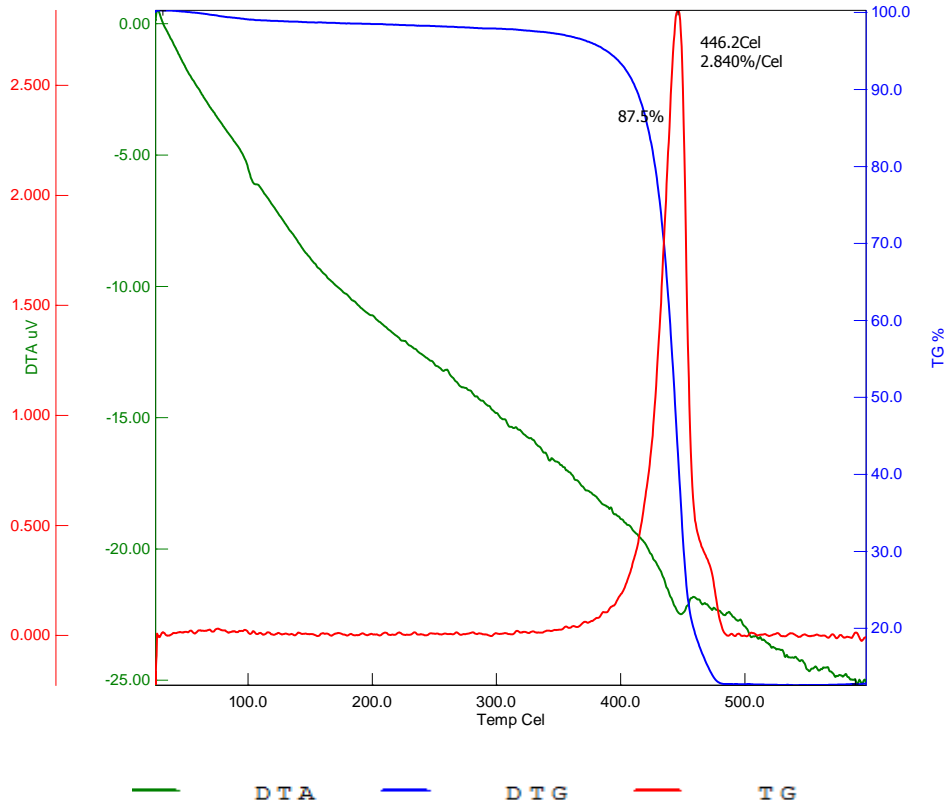
%30 PE/Diatomit olarak sentezlenmiş kompozitin TG/DTA/DTG eğrileri şekil 3.17’de, %30 PE/3-APTS-diatomit olarak sentezlenmiş kompozit filminin TG/DTA/DTG eğrileri şekil 3.18’de ve %30 PE/CTAB-diatomit olarak sentezlenmiş kompozit filminin TG/DTA/DTG eğrileri şekil 3.19’da gösterilmektedir.



Şekil 3.17: %30 PE/Diatomit kompozit filmin DTA/DTG/TG eğrileri



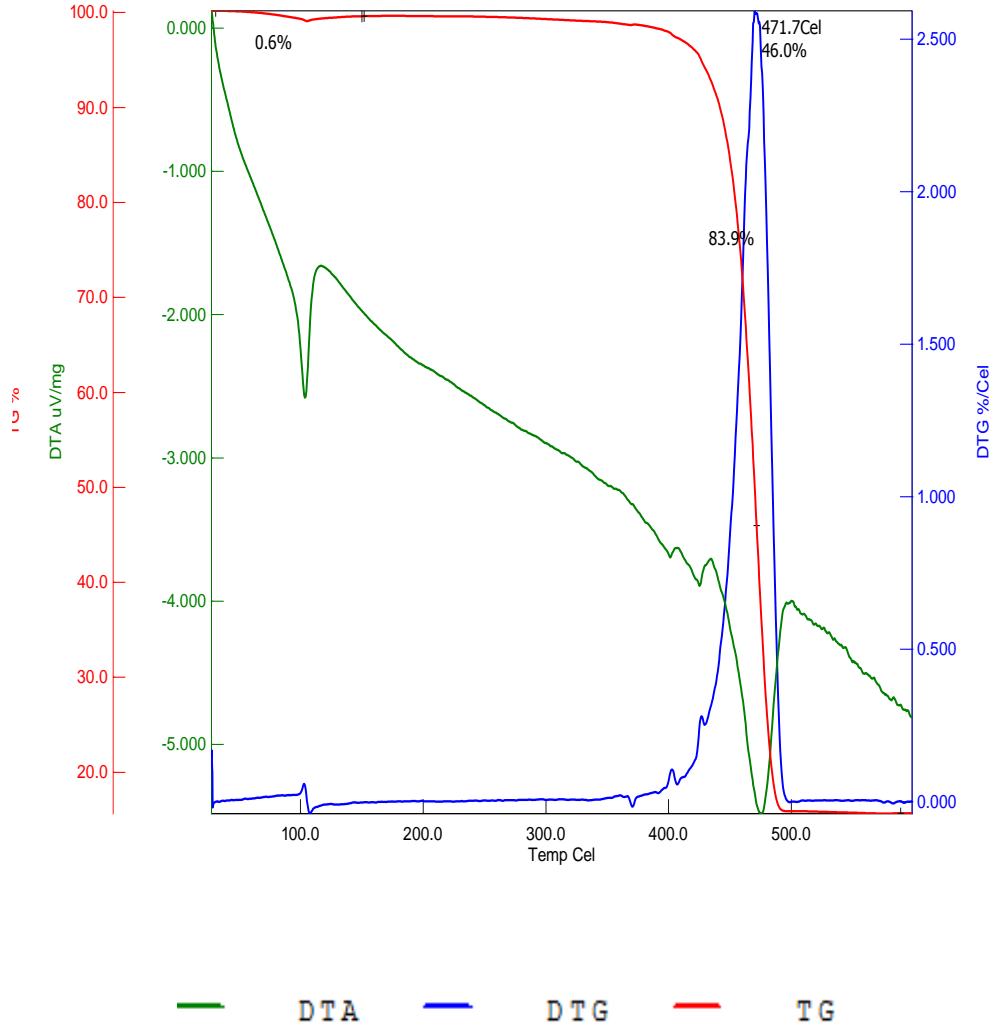
Şekil 3.18: %30 PE/3-APTS-Diatomit kompozit filmin DTA/DTG/TG eğrileri



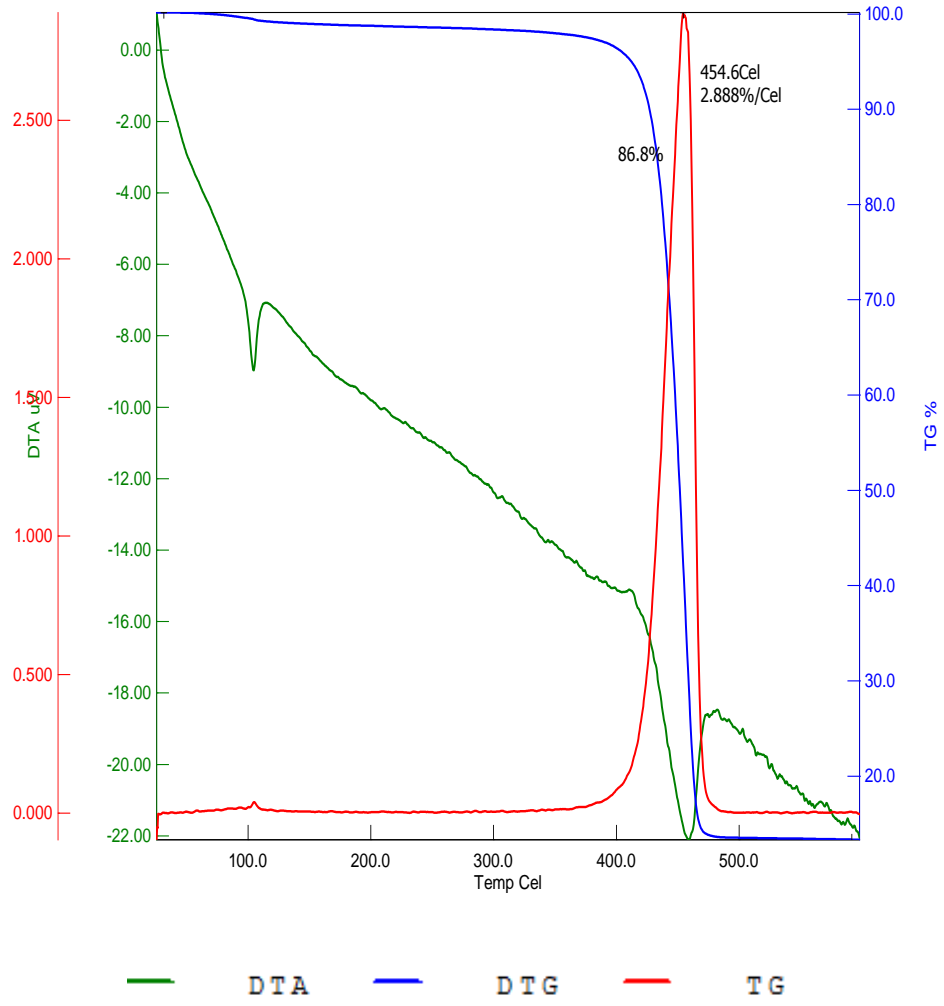
Şekil 3.19: %30 PE/CTAB-Diatomit kompozit filmin DTA/DTG/TG eğrileri

3.3.3 PE/Modifiye-Bentonit İçeren Kompozit Filmlerinin TG/DTA/DTG Analizleri

%30 PE/3-APTS-bentonit olarak sentezlenmiş kompozitin TG/DTA/DTG eğrileri şekil 3.20’de ve %30 PE/CTAB-bentonit olarak sentezlenmiş kompozit filmlerinin TG/DTA/DTG eğrileri şekil 3.21’de gösterilmektedir.



Şekil 3.20: %30 PE/3-APTS-Bentonit kompozit filmin DTA/DTG/TG eğrileri

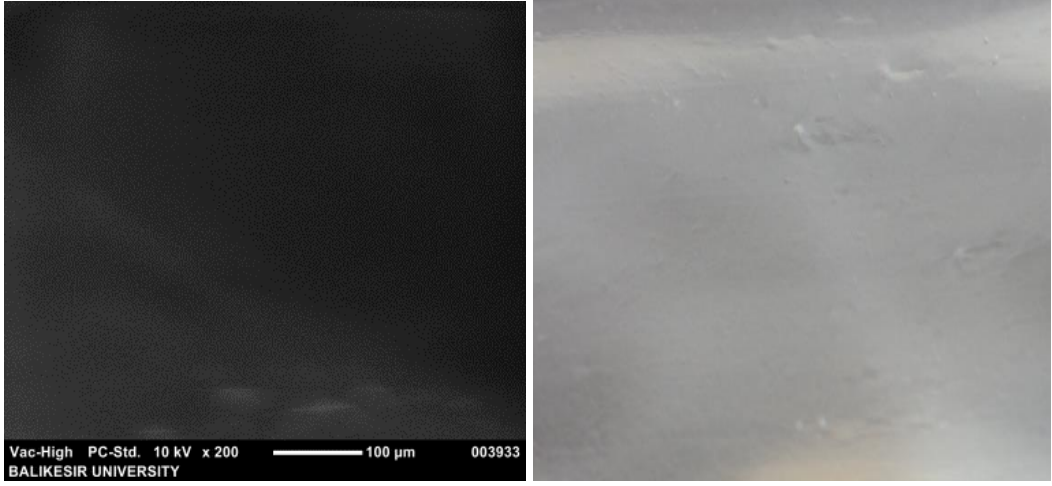


Şekil 3.21: %30 PE/CTAB-Bentonit kompozit filmin DTA/DTG/TG eğrileri

3.4 SEM ve Dijital Görüntüleri

3.4.1 PE/Bentonit ve PE/Modifiye-Bentonit İçeren Kompozit Filmlerinin SEM ve Dijital Görüntüleri

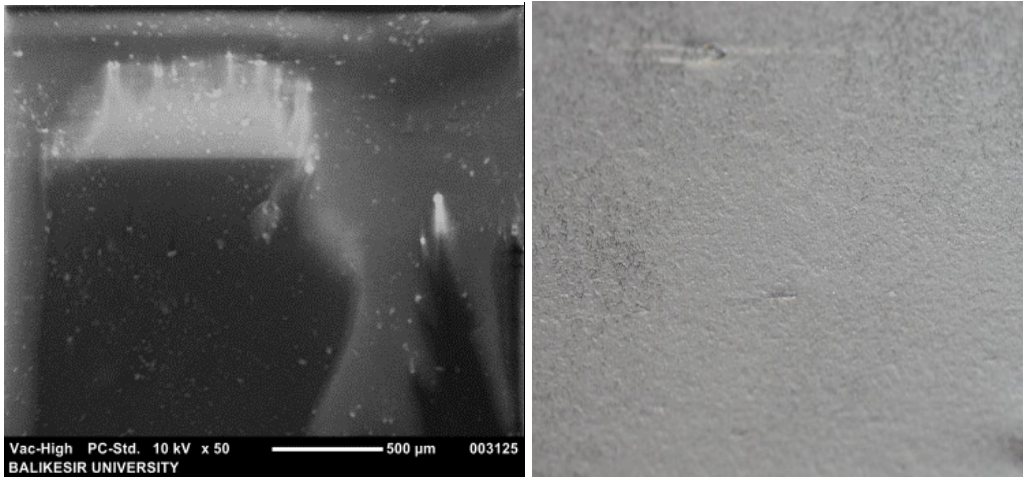
Film haline getirilmiş PE'nin SEM ve dijital görüntüleri şekil 3.22'de ve %5, %20, %30 ve %40 oranında hazırlanmış PE/bentonit ve PE/modifiye-bentonit kompozit filmlerinin SEM görüntüleri ve dijital görüntüleri şekil 3.23, şekil 3.24, şekil 3.25 ve şekil 3.26'da gösterilmiştir.



a)

b)

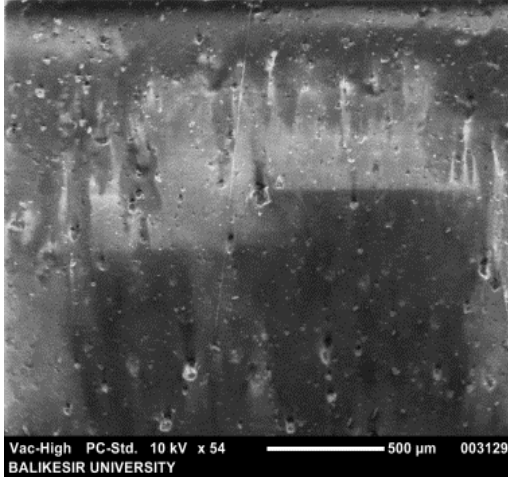
Şekil 3.22: a)Saf PE filmini SEM görüntüsü b) Saf PE filminin dijital görüntüsü



a)

b)

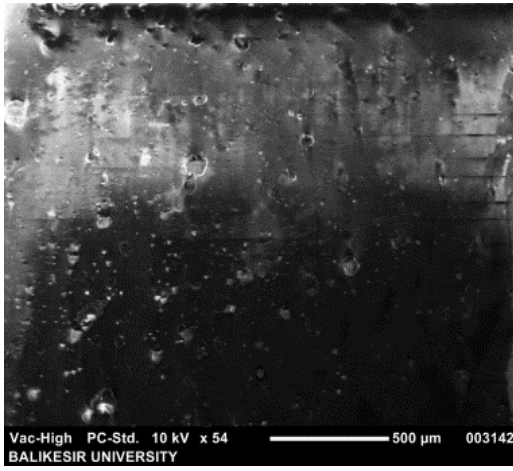
Şekil 3.23: a) %5 PE/bentonit filmin SEM görüntüsü, b) %5 PE/bentonit filminin dijitalgörüntüsü



c)



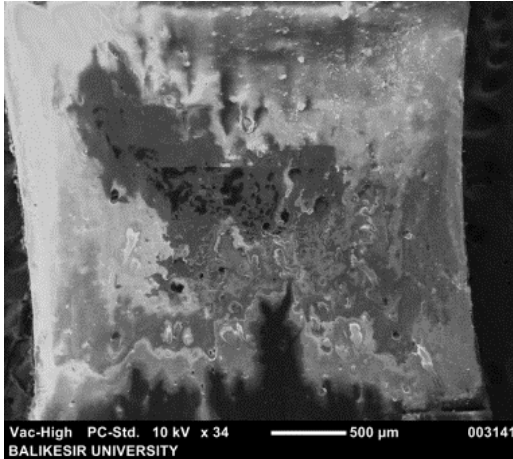
d)



e)



f)

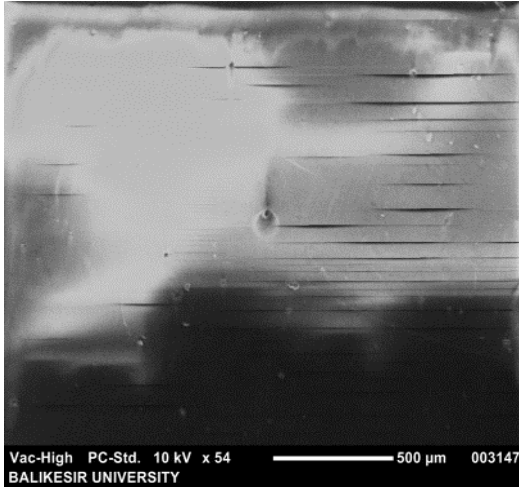


g)



h)

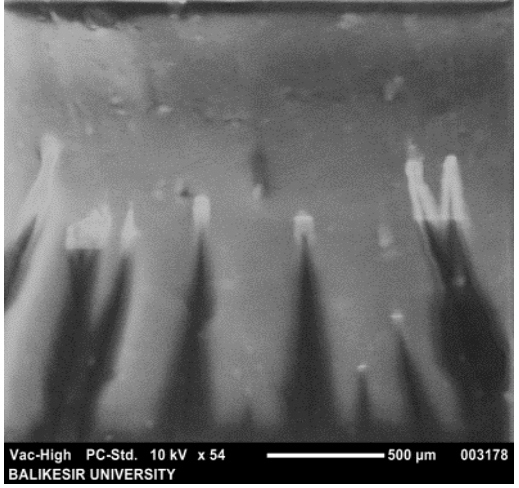
Şekil 3.23 (devamı): a) %5 PE/bentonit filmin SEM görüntüsü, b) %5 PE/bentonit filminin dijitalgörüntüsü c) %20 PE/bentonit filmin SEM görüntüsü, d) %20 PE/bentonit filminin dijital görüntüsü, e) %30 PE/bentonit filmin SEM görüntüsü, f) %30 PE/bentonit filminin dijital görüntüsü, g) %40 PE/bentonit filminin SEM görüntüsü, h) %40 PE/bentonit filminin dijitalgörüntüsü



a)



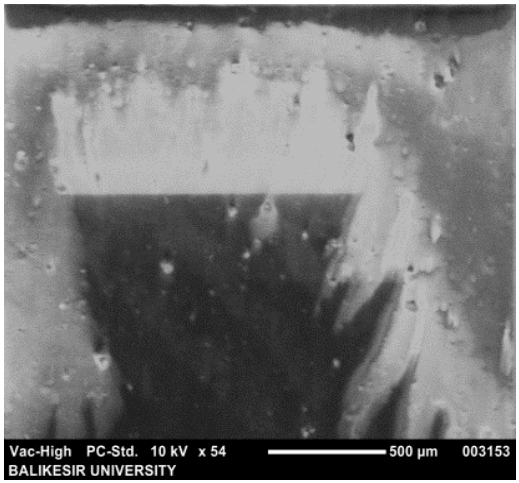
b)



c)



d)

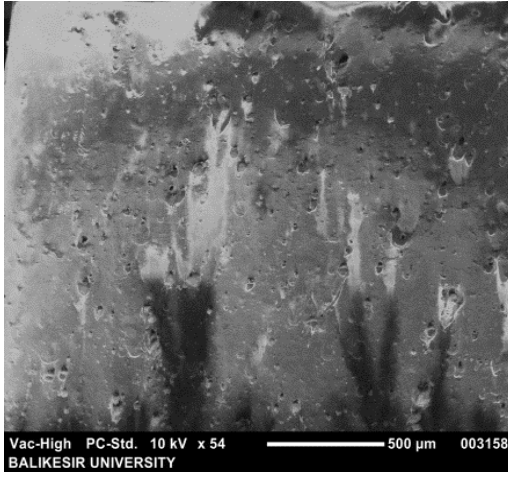


e)



f)

Şekil 3.24: a) %5 PE/3-APTS-bentonit filmin SEM görüntüsü, b) %5 PE/3-APTS-bentonit filminin dijital görüntüsü, c) %20 PE/3-APTS-bentonit filmin SEM görüntüsü, d) %20 PE/3-APTS-bentonit filminin dijital görüntüsü, e) %30 PE/3-APTS-bentonit filmin SEM görüntüsü, f) %30 PE/3-APTS-bentonit filmin dijitalgörüntüsü

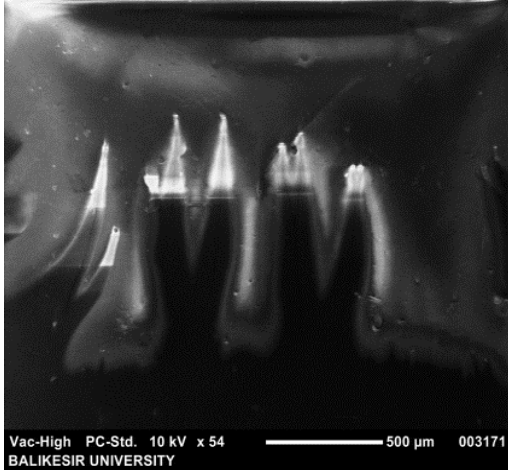


g)

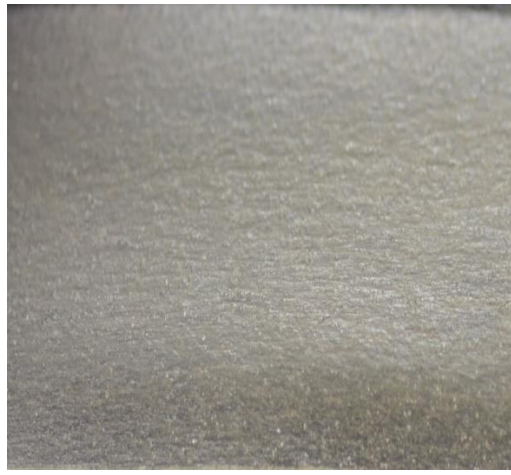


h)

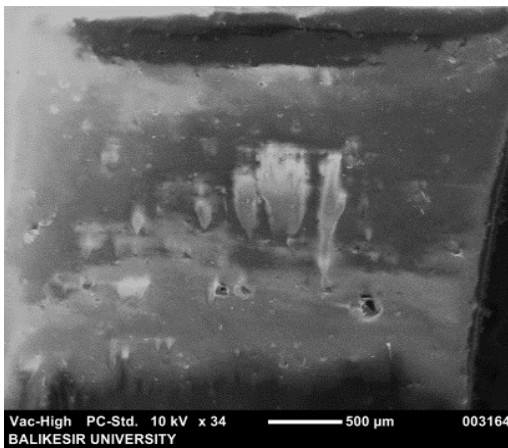
Şekil 3.24 (devamı): g) %40 PE/bentonit filminin SEM görüntüsü, h) %40 PE/bentonit filminin dijitalgörüntüsü



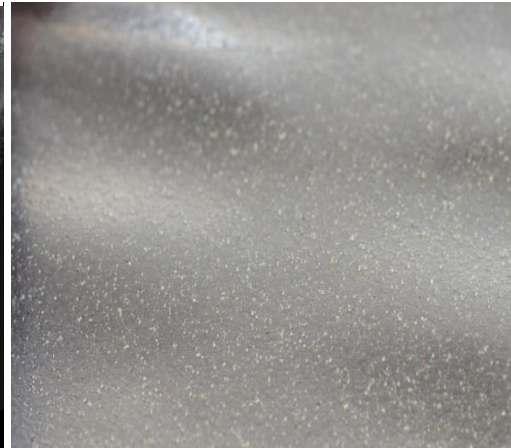
a)



b)

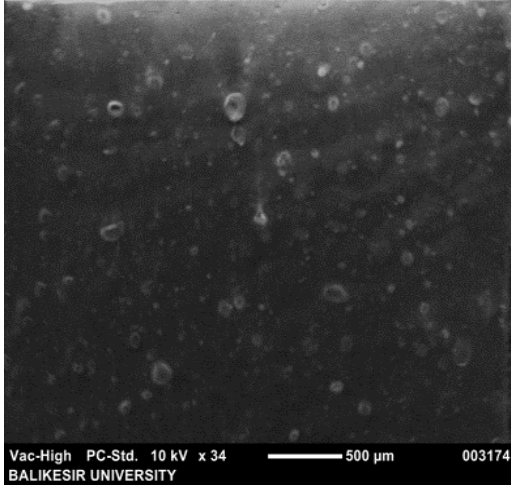


c)



d)

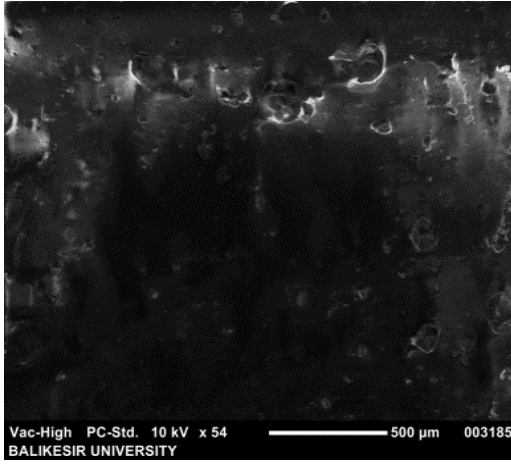
Şekil 3.25: a) %5 PE/3CTAB-bentonit filmin SEM görüntüsü, b) %5 PE/CTAB-bentonit filminin dijital görüntüsü, c) %20 PE/CTAB-bentonit filmin SEM görüntüsü, d) %20 PE/CTAB-bentonit filminin dijital görüntüsü



e)



f)

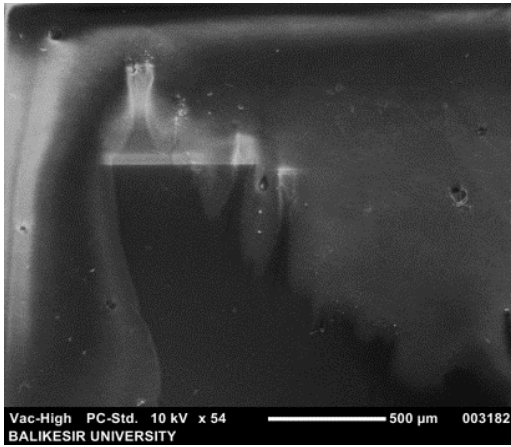


g)



h)

Şekil 3.25 (devamı): e) %30 PE/3CTAB-bentonit filmin SEM görüntüsü, f) %30 PE/CTAB-bentonit filminin dijital görüntüsü, g) %40 PE/CTAB-bentonit filmin SEM görüntüsü, h) %40 PE/CTAB-bentonit filminin dijital görüntüsü

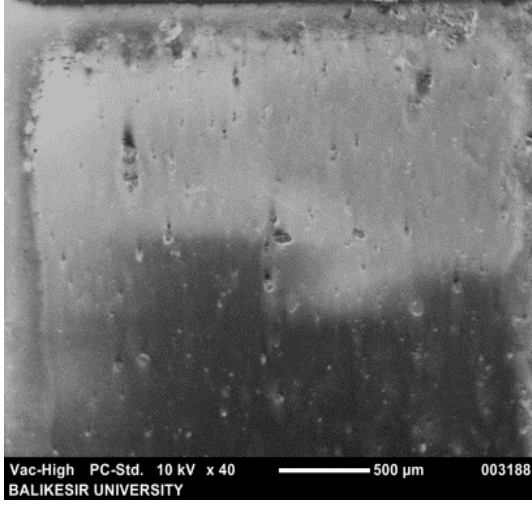


a)



b)

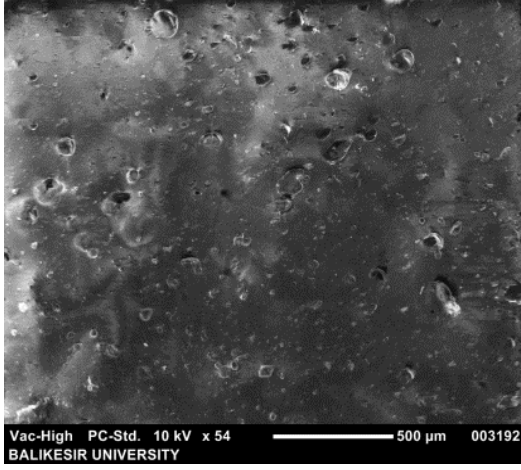
Şekil 3.26: a) %5 PE/Benzoiklorür-bentonit filmin SEM görüntüsü, b) %5 PE/Benzoiklorür-bentonit filminin dijital görüntüsü



c)



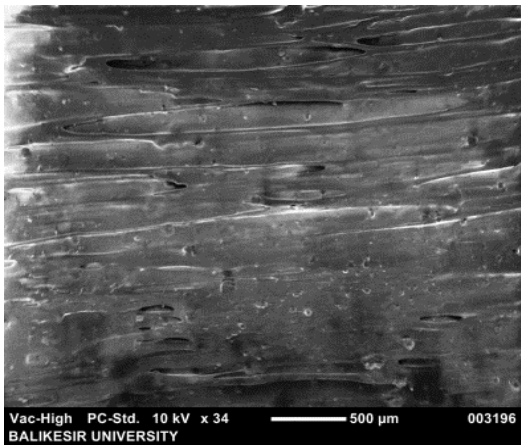
d)



e)



f)



g)

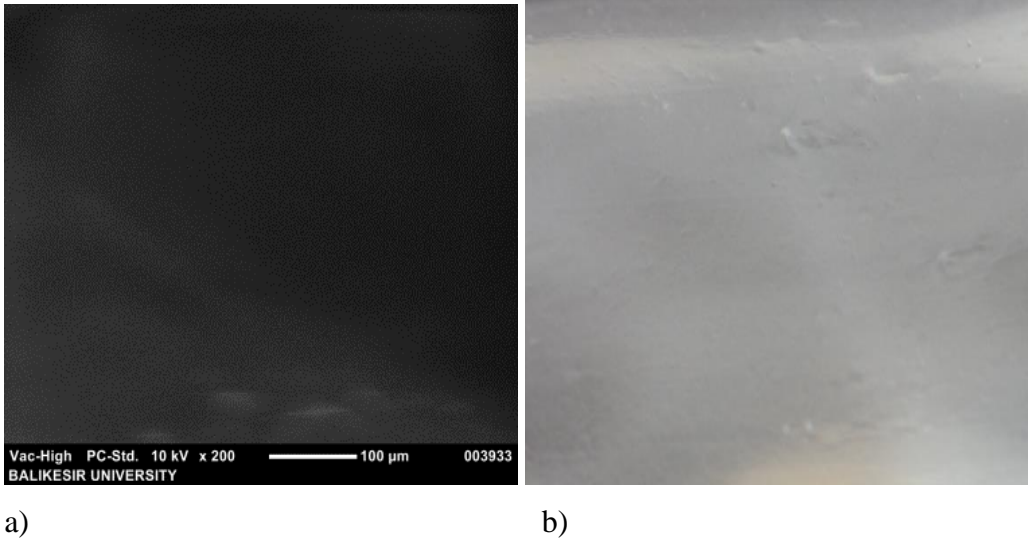


h)

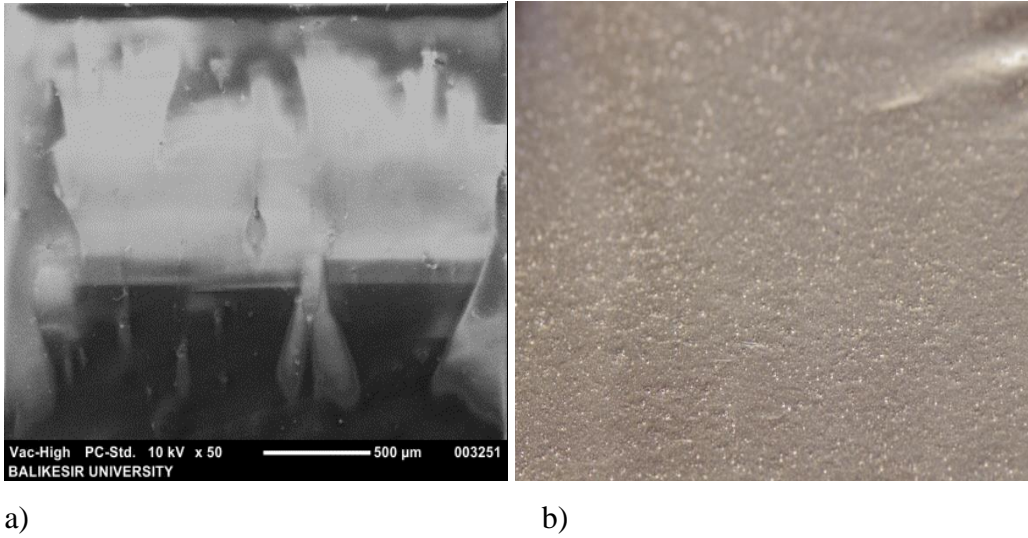
Şekil 3.26 (devamı): c) %20 PE/Benzoilchlorür-bentonit filmin SEM görüntüsü, d) %20 PE/Benzoilchlorür-bentonit filminin dijital görüntüsü, e) %30 PE/Benzoilchlorür-bentonit filmin SEM görüntüsü, f) %30 PE/Benzoilchlorür-bentonit filminin dijital görüntüsü, g) %40 PE/Benzoilchlorür-bentonit filmin SEM görüntüsü, h) %40 PE/Benzoilchlorür-bentonit filminin dijital görüntüsü

3.4.2 PE/Silika ve PE/Modifiye-Silika İçeren Kompozit Filmlerin SEM ve Dijital Görüntüleri

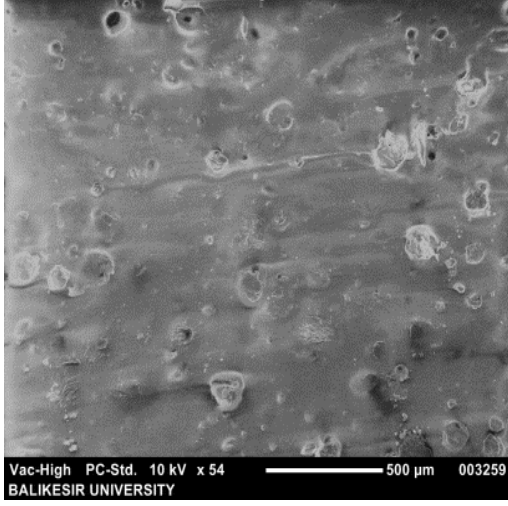
Film haline getirilmiş PE'nin SEM ve dijital görüntüleri şekil 3.22'de ve %5, %20,%30 ve %40 oranında hazırlanmış PE/silika ve PE/modifiye-silika kompozitlerinin SEM ve dijital görüntüleri şekil 3.27, şekil 3.28, şekil 3.29 ve şekil 3.30'da gösterilmiştir.



Şekil 3.22: a)Saf PE filmini SEM görüntüsü b) Saf PE filminin dijital görüntüsü



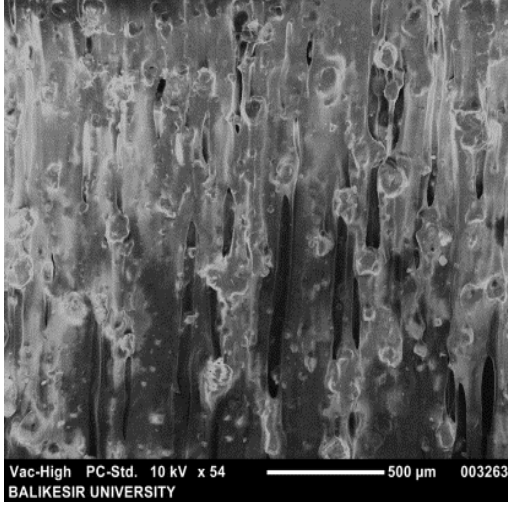
Şekil 3.27: a) %5 PE/Silika filmin SEM görüntüsü, b) %5 PE/Silika filminin dijital görüntüsü



c)



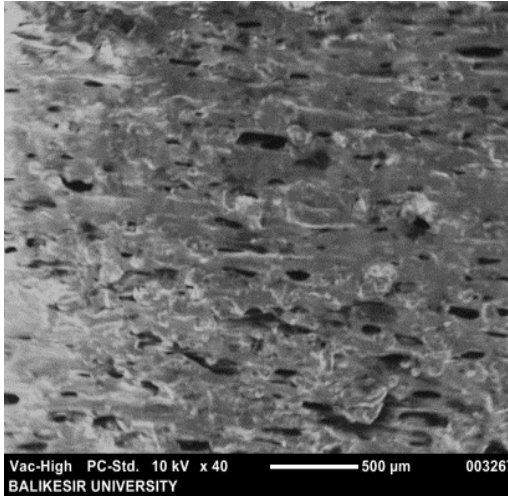
d)



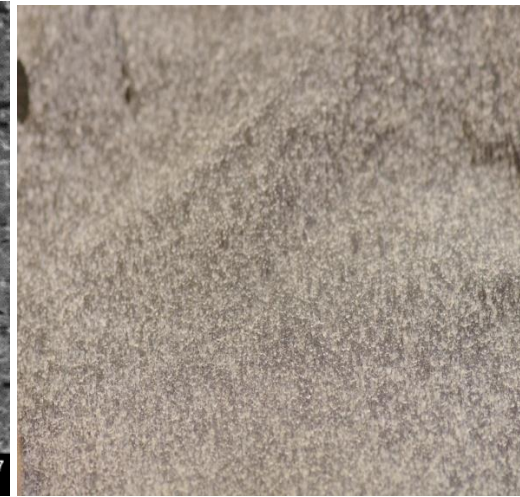
e)



f)

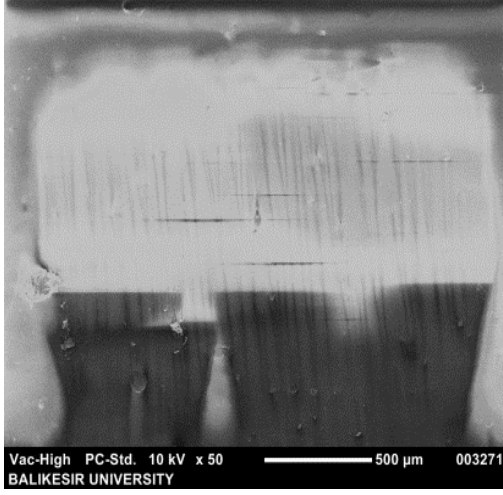


g)

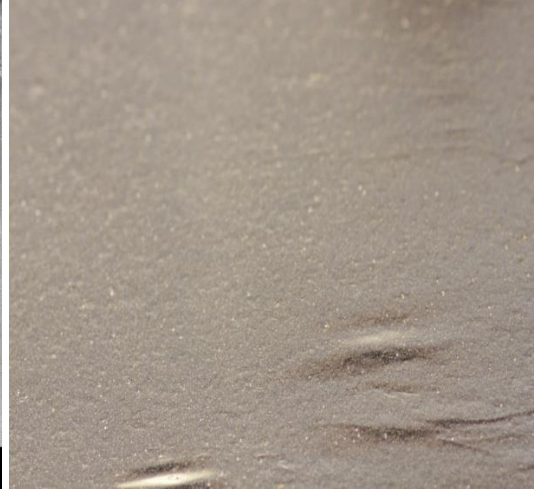


h)

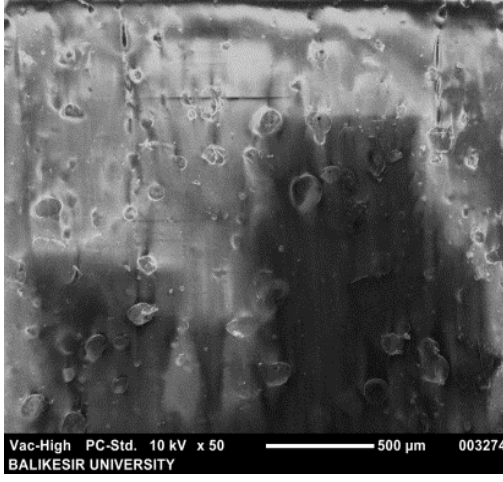
Şekil 3.27 (devamı): c) %20 PE/Silika filmin SEM görüntüsü, d) %20 PE/Silika filminin dijital görüntüsü, e) %30 PE/Silika filmin SEM görüntüsü, f) %30 PE/Silika filminin dijital görüntüsü, g) %40 PE/Silika filmin SEM görüntüsü, h) %40 PE/Silika filminin dijital görüntüsü



a)



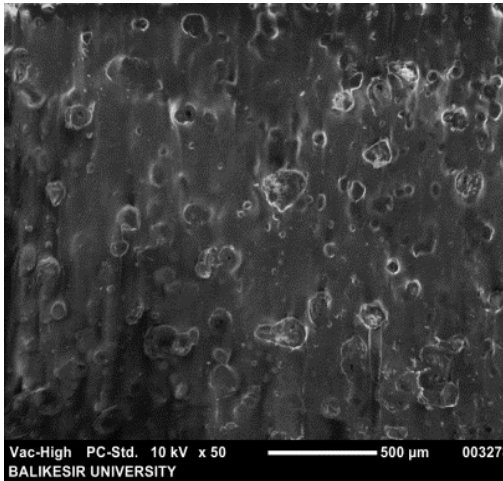
b)



c)

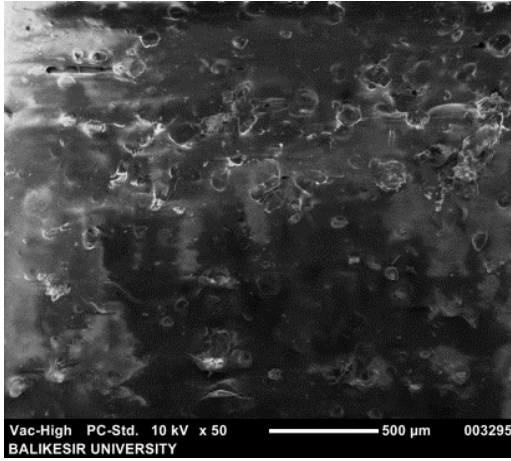


d)



e)

Şekil 3.28: a) %5 PE/3-APTS-Silika filmin SEM görüntüsü, b) %5 PE/3-APTS-Silika filminin dijital görüntüsü, c) %20 PE/3-APTS-Silika filmin SEM görüntüsü, d) %20 PE/3-APTS-Silika filminin dijital görüntüsü, e) %30 PE/3-APTS-Silika filmin SEM görüntüsü

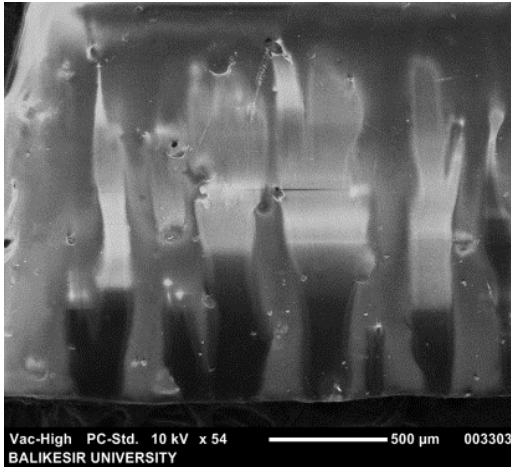


f)



g)

Şekil 3,28 (devamı): f) %40 PE/3-APTS-Silika filmin SEM görüntüsü, g) %40 PE/3-APTS-Silika filminin dijital görüntüsü



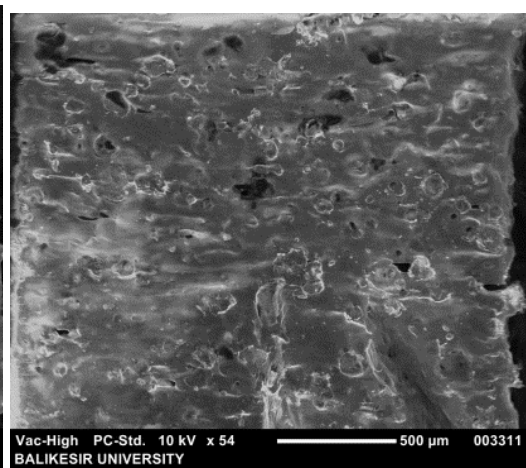
a)



b)

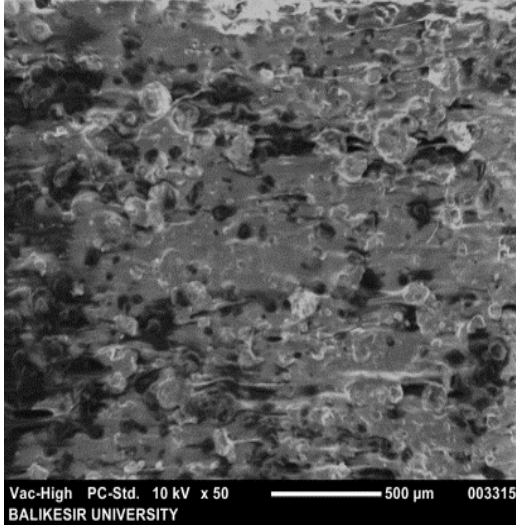


c)



d)

Şekil 3,29: a) %5 PE/3-CTAB-Silika filmin SEM görüntüsü, b) %5 PE/3-CTAB-Silika filminin dijital görüntüsü, c) %20 PE/3-CTAB-Silika filmin SEM görüntüsü, d) %30 PE/3-CTAB-Silika filmin SEM görüntüsü

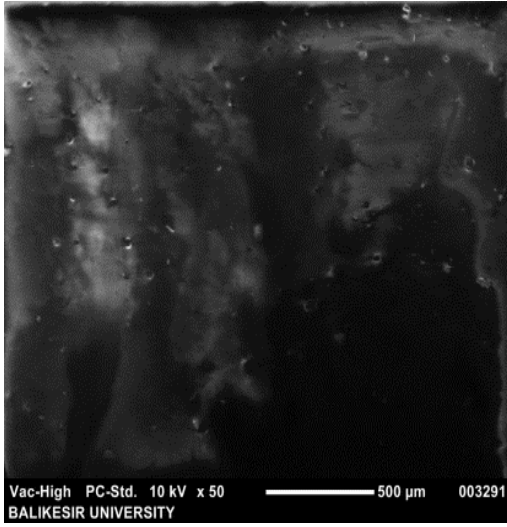


e)



f)

Şekil 3.29 (devamı): e) %40 PE/CTAB-Silika filmin SEM görüntüsü, f) %40 PE/CTAB-Silika filminin dijital görüntüsü

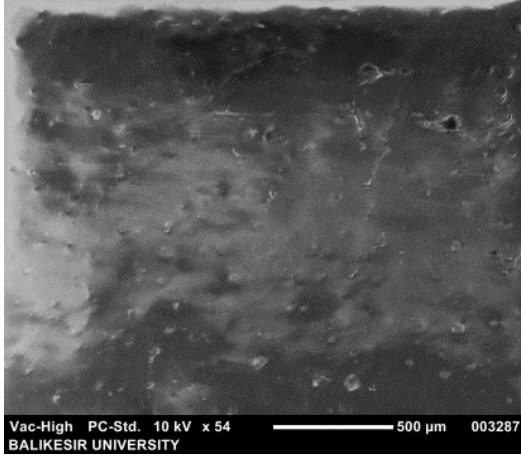


a)



b)

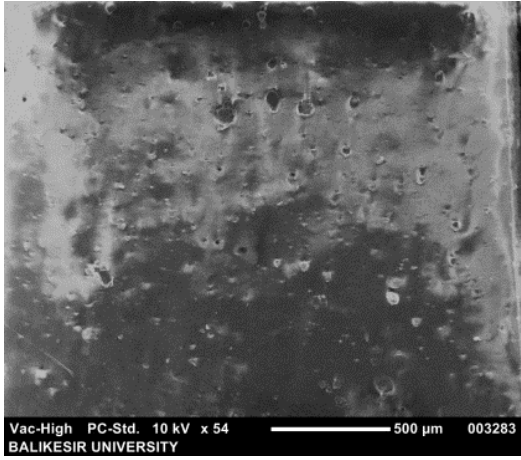
Şekil 3.30: a) %5 PE/Benzoiklorür-Silika filmin SEM görüntüsü, b) %5 PE/Benzoiklorür-Silika filminin dijital görüntüsü



c)



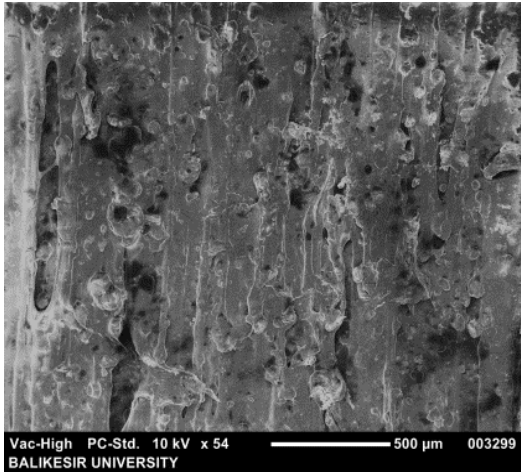
d)



e)



f)



g)

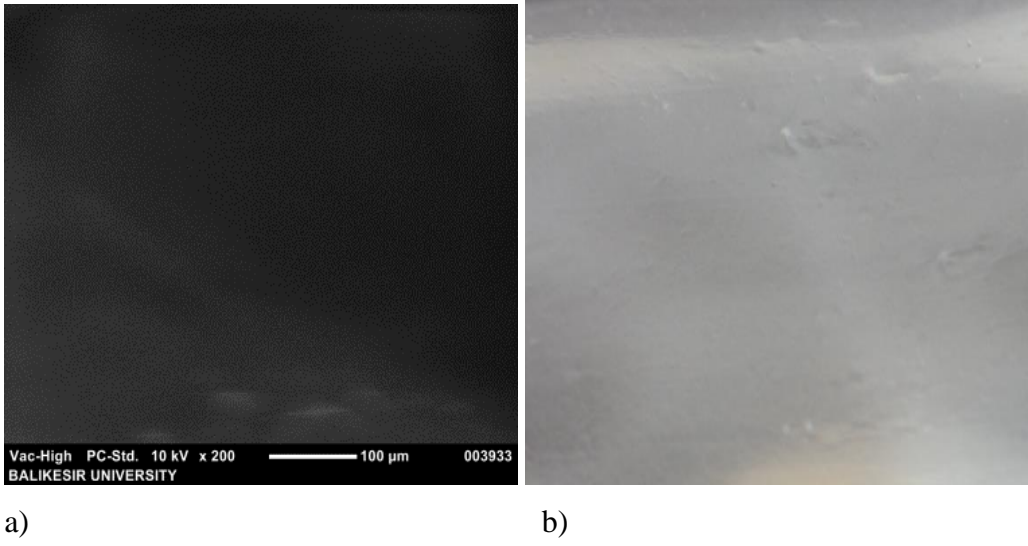


h)

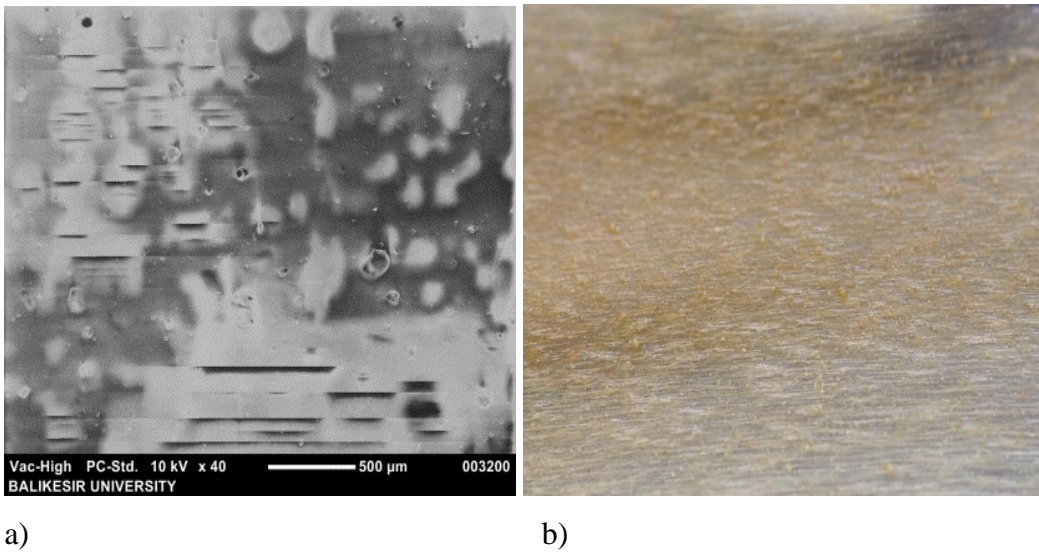
Şekil 3.30 (devamı): c) %20 PE/Benzoiklorür-Silika filmin SEM görüntüsü, d) %20 PE/Benzoiklorür-Silika filminin dijital görüntüsü, e) %30 PE/Benzoiklorür-Silika filmin SEM görüntüsü, f) %30 PE/Benzoiklorür-Silika filminin dijital görüntüsü, g) %40 PE/Benzoiklorür-Silika filmin SEM görüntüsü, h) %40 PE/Benzoiklorür-Silika filminin dijital görüntüsü

3.4.3 PE/Diatomit ve PE/Modifiye-Diatomit İçeren Kompozit Filmlerinin SEM ve Dijital Görüntüleri

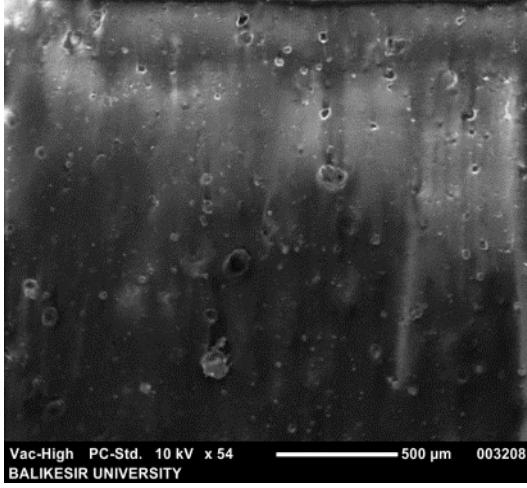
Film haline getirilmiş PE'nin SEM ve dijital görüntüleri şekil 3.22'de ve %5, %20,%30 ve %40 oranında hazırlanmış PE/diatomit ve PE/modifiye-diatomit kompozitlerinin SEM ve dijital görüntüleri şekil 3.31, şekil 3.32, şekil 3.33 ve şekil 3.34'de gösterilmiştir.



Şekil 3.22: a)Saf PE filmini SEM görüntüsü b) Saf PE filminin dijital görüntüsü



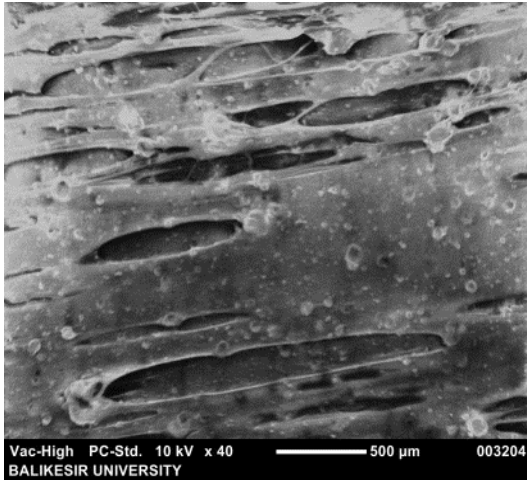
Şekil 3.31: a) %5 PE/Diatomit filmin SEM görüntüsü, b) %5 PE/Diatomit filminin dijital görüntüsü



c)



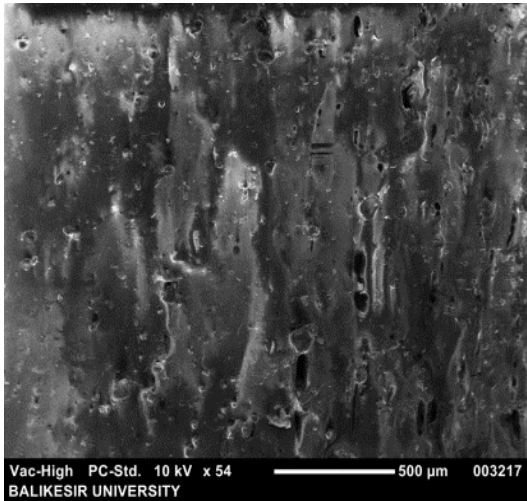
d)



e)



f)

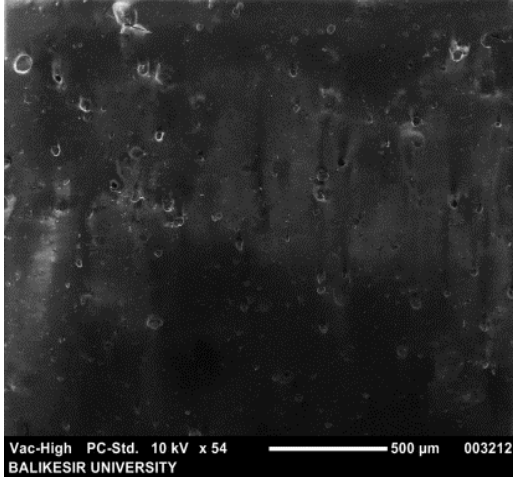


g)



h)

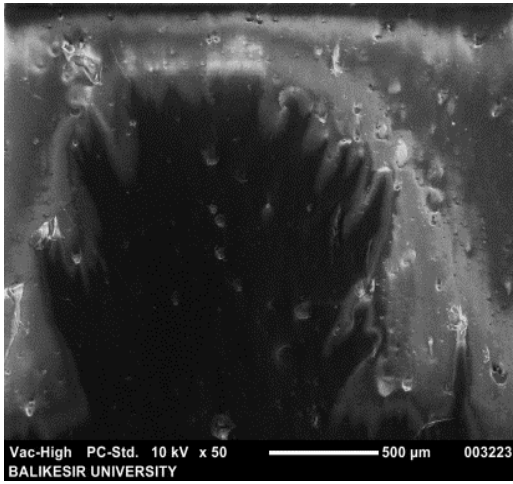
Şekil 3.31 (devamı): c) %20 PE/Diatomit filmin SEM görüntüsü, d) %20 PE/Diatomit filminin dijital görüntüsü, e) %30 PE/Diatomit filmin SEM görüntüsü, f) %30 PE/Diatomit filminin dijital görüntüsü, g) %40 PE/Diatomit filmin SEM görüntüsü, h) %40 PE/Diatomit filminin dijital görüntüsü



a)



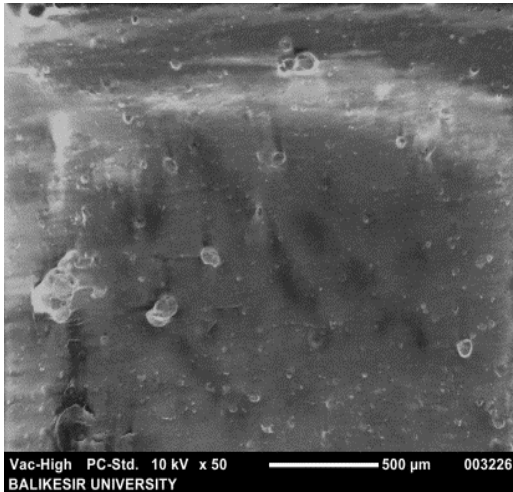
b)



c)



d)

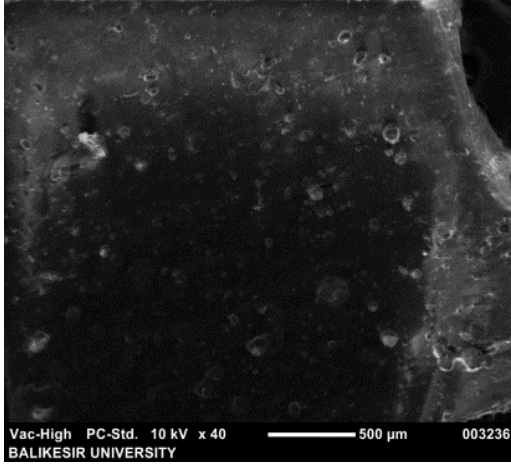


e)



f)

Şekil 3.32: a) %5 PE/3-APTS-Diatomit filmin SEM görüntüsü, b) %5 PE/3-APTS-Diatomit filminin dijital görüntüsü, c) %20 PE/3-APTS-Diatomit filmin SEM görüntüsü, d) %20 PE/3-APTS-Diatomit filminin dijital görüntüsü, e) %30 PE/3-APTS-Diatomit filmin SEM görüntüsü, f) %30 PE/3-APTS-Diatomit filminin dijital görüntüsü

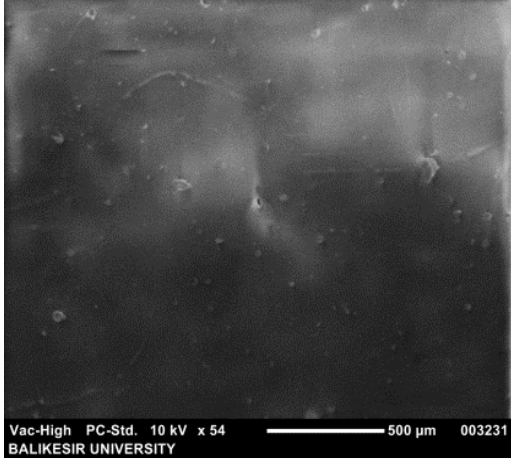


g)



h)

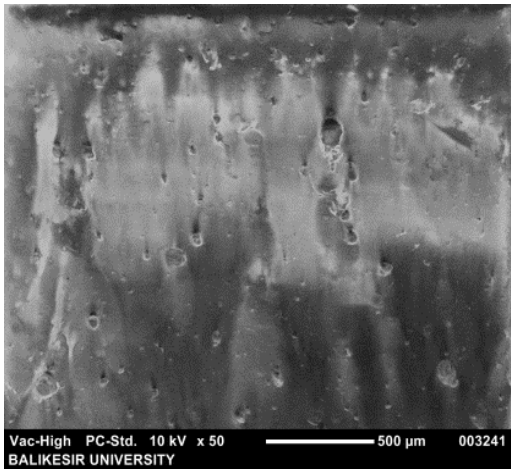
Şekil 3.32 (devamı): g) %40 PE/3-APTS-Diatomit filmin SEM görüntüsü, h) %40 PE/3-APTS-Diatomit filminin dijital görüntüsü



a)



b)

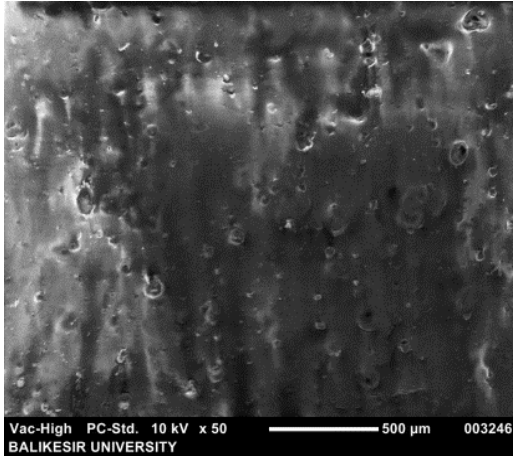


c)



d)

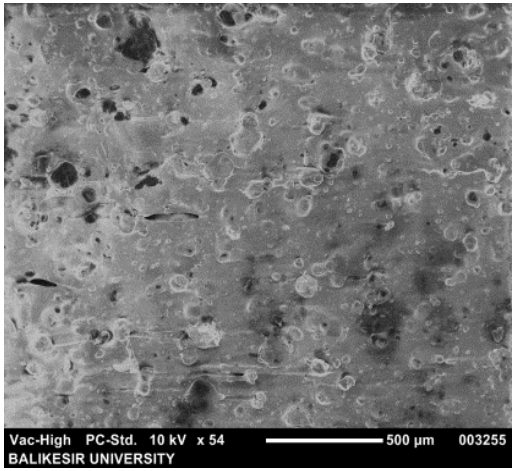
Şekil 3.33: a) %5 PE/CTAB-Diatomit filmin SEM görüntüsü, b) %5 PE/CTAB-Diatomit filminin dijital görüntüsü, c) %20 PE/CTAB-Diatomit filmin SEM görüntüsü, d) %20 PE/CTAB-Diatomit filminin dijital görüntüsü



e)



f)

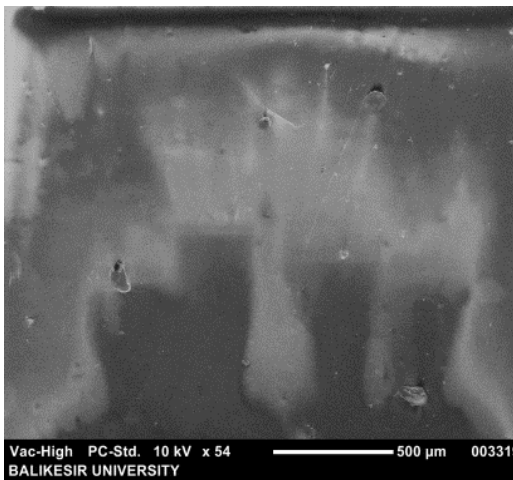


g)



h)

Şekil 3.33 (devamı): e) %30 PE/CTAB-Diatomit filmin SEM görüntüsü, f) %30 PE/CTAB-Diatomit filminin dijital görüntüsü, g) %40 PE/CTAB-Diatomit filmin SEM görüntüsü, h) %40 PE/CTAB-Diatomit filminin dijital görüntüsü

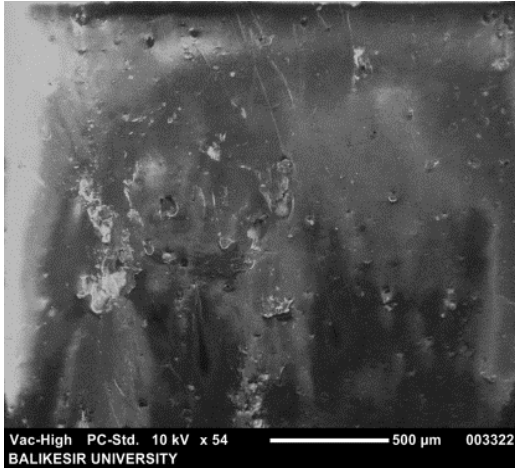


a)



b)

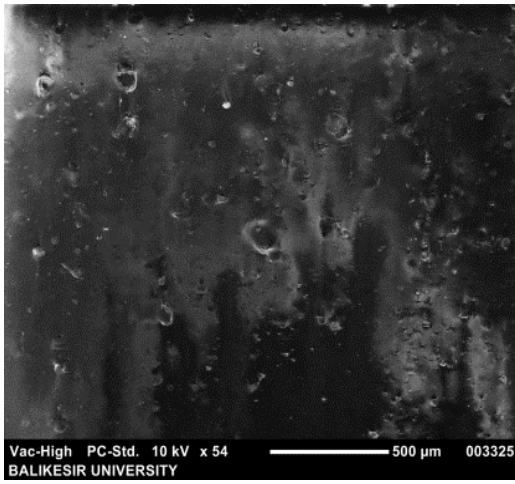
Şekil 3.34 : a) %5 PE/Benzoiklorür-Diatomit filmin SEM görüntüsü, b) %5 PE/Benzoiklorür-Diatomit filminin dijital görüntüsü



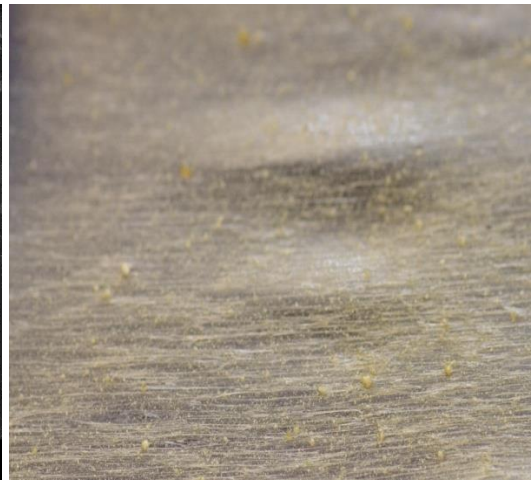
c)



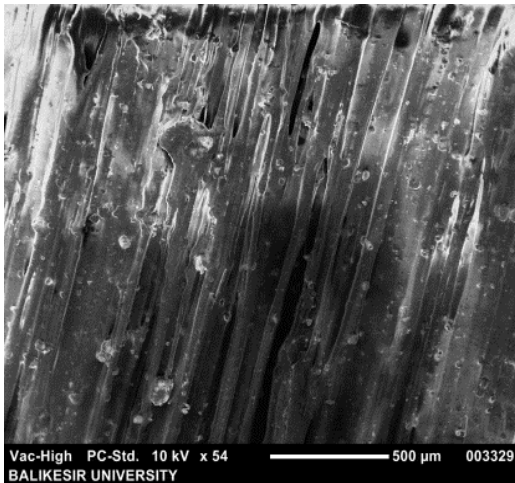
d)



e)



f)



g)



h)

Şekil 3.34 (devamı): c) %20 PE/Benzoiklorür-Diatomit filmin SEM görüntüsü, d) %20 PE/Benzoiklorür-Diatomit filminin dijital görüntüsü, e) %30 PE/Benzoiklorür-Diatomit filmin SEM görüntüsü, f) %30 PE/Benzoiklorür-Diatomit filminin dijital görüntüsü, g) %40 PE/Benzoiklorür-Diatomit filmin SEM görüntüsü, h) %40 PE/Benzoiklorür-Diatomit filminin dijital görüntüsü

3.5 Mekanik Test Sonuçları

Film olarak sentezlenmiş kompozitlerin çekme test sonuçları Tablo 3.1’de gösterilmiştir. Cihaz kompozitleri dakikada 2 mm çekecek şekilde ayarlanmıştır. Çekme mukavemeti ise megapaskal (MPa) olarak ölçülmüştür.

Tablo 3.1: Bazı kompozit filmlerinin çekme mukavemeti testi sonuçları

No	Örnek Adı	Çekme Mukavemeti (MPa)
1	Film PE	66,70
2	%5 (w/w) PE/Silika	77,60
3	%20 (w/w) PE/Silika	34,60
4	%30 (w/w) PE/Silika	34,00
5	%40 (w/w) PE/Silika	13,70
6	%5 (w/w) PE/Silan-Silika	219,70
7	%20 (w/w) PE/Silan-Silika	46,40
8	%30 (w/w) PE/Silan-Silika	25,80
9	%40 (w/w) PE/Silan-Silika	25,90
10	%5 (w/w) PE/Ctab-Silika	248,10
11	%20 (w/w) PE/Ctab-Silika	57,60
12	%30 (w/w) PE/Ctab-Silika	57,50
13	%40 (w/w) PE/Ctab-Silika	11,82
14	%5 (w/w) PE/Benzoiklorür-Silika	125,70
15	%20 (w/w) PE/Benzoiklorür-Silika	42,50
16	%30 (w/w) PE/Benzoiklorür-Silika	48,83
17	%40 (w/w) PE/Benzoiklorür-Silika	34,82
18	%5 (w/w) PE/Bentonit	121,09
19	%20 (w/w) PE/Bentonit	59,00
20	%40 (w/w) PE/Bentonit	49,60
21	%5 (w/w) PE/Silan-Bentonit	107,60
22	%20 (w/w) PE/Silan-Bentonit	78,60
23	%30 (w/w) PE/Silan-Bentonit	38,80
24	%40 (w/w) PE/Silan-Bentonit	78,20
25	%5 (w/w) PE/Ctab-Bentonit	237,30
26	%20 (w/w) PE/Ctab-Bentonit	74,90
27	%5 (w/w) PE/Benzoiklorür-Bentonit	78,10
28	%20 (w/w) PE/Benzoiklorür-Bentonit	49,60
29	%40 (w/w) PE/Benzoiklorür-Bentonit	68,52
30	%5 (w/w) PE/Diatomit	111,35
31	%30 (w/w) PE/Diatomit	38,13
32	%40 (w/w) PE/Diatomit	33,68

Tablo 3.1-(devamı): Bazı kompozit filmlerinin çekme mukavemeti testi sonuçları

33	%5 (w/w) PE/Silan-Diatomit	39,90
34	%20 (w/w) PE/Silan-Diatomit	52,20
35	%30 (w/w) PE/Silan-Diatomit	19,50
36	%40 (w/w) PE/Silan-Diatomit	16,00
37	%5 (w/w) PE/Ctab-Diatomit	55,67
38	%20 (w/w) PE/Ctab-Diatomit	20,17
39	%30 (w/w) PE/Ctab-Diatomit	31,20
40	%40 (w/w) PE/Ctab-Diatomit	19,16
41	%5 (w/w) PE/Benzoiklorür-Diatomit	413,20
42	%20 (w/w) PE/Benzoiklorür-Diatomit	98,99
43	%30 (w/w) PE/ Benzoiklorür -Diatomit	35,90
44	%40 (w/w) PE/ Benzoiklorür -Diatomit	21,40

4. SONUÇ VE ÖNERİLER

4.1 FTIR-ATR Analizleri

4.1.1 PE/Oksit Minerali İçeren Kompozit Filmlerinin FTIR-ATR Analizleri

Şekil 3.1’de saf PE, bentonit ve kütlece (w/w) %5, %20, %30 ve %50 oranında hazırlanmış PE/bentonit kompozit filmlerine ait FTIR spektrumları gösterilmiştir. Saf PE karakteristik pikleri şu şekilde sıralanmıştır: 2916,31 cm^{-1} –CH₂, 2848,66 cm^{-1} –CH₃, 1463,03 cm^{-1} –CH₂ titreşimlerine, 1051,50 cm^{-1} C-C ve 718,88 cm^{-1} -CH₂ etkileşimine ait değerlerdir. Bentonitin karakteristik pikleri; 1634,69 cm^{-1} ’de sudaki –OH deformasyonu, 1115,63 cm^{-1} yüksek frekanslı SiO pikine, 994,83 cm^{-1} Si-O gerilme, 795,55 cm^{-1} Si-O kuvars germe piklerine aittir. Kütlece (w/w) %5-%50 oranında hazırlanan PE/bentonit kompozit filmlerine ait FTIR spektrumlarından elde edilen pik değerleri ise; 2916,31 cm^{-1} ’de –CH₂, 2848,66 cm^{-1} ’de –CH₃ piklerini, 1463,82 cm^{-1} –CH₂ titreşimlerini, 1042,52 cm^{-1} Si-O gerilme ve 718,85 cm^{-1} ’de ise –CH₂ pikleri gözlenmiştir. FTIR spektrumlarında kompozit filmlerindeki kütlece (w/w) bentonit oranı arttıkça doğal olarak Si-O gerilme titreşimleri daha belirgin hale gelmiştir. Ayrıca saf bentonitin spektrumunda gözlenen 994,83 cm^{-1} ’de ki Si-O gerilme titreşimleri ait değerinde kompozit filmlerinde 1040-1048 cm^{-1} arasındaki değerlere kaydığı gözlenmiştir. Bu durum PE ile bentonitin hazırlanan kompozit filmleri içerisinde birbirleriyle etkileşimin arttığı göstermiştir.

Şekil 3.2’de saf PE, silika ve %5, %20, %30 ve %50 oranında hazırlanmış PE/silika kompozit filmlerine ait FTIR spektrumu gösterilmiştir. Saf PE karakteristik pikleri yukarıdaki paragrafta anlatılmıştır. Silikanın karakteristik pikleri; 1059,78 cm^{-1} Si-O-Si gerilmelerine, 971,19 cm^{-1} Si-OH gerilmelerine ve 798,40 cm^{-1} Si-O eğilme titreşim piklerine aittir. Kütlece (w/w) %5-%50 oranında hazırlanan PE/silika kompozit filmlerine ait FTIR spektrumlarından elde edilen

pik deęerleri ise 2916,31 cm⁻¹'de -CH₂, 2848,66 cm⁻¹'de -CH₃, 1463,71 cm⁻¹'de -CH₂ titreşimlerine, 1076,00 cm⁻¹'de Si-O-Si gerilmeleri ve 718,71 cm⁻¹'de -CH₂ pikleri gözlenmiştir. FTIR spektrumlarında kompozit filmlerindeki kütlece (w/w) silika oranı arttıkça doğal olarak Si-O-Si gerilmeleri daha belirgin hale gelmiştir. Ayrıca saf silikanın spektrumunda gözlenen 1059,78 cm⁻¹'de ki Si-O-Si gerilmelerine ait deęerinde kompozit filmlerinde 1066-1076 cm⁻¹ arasındaki deęerlere kaydığı gözlenmiştir. Bu durum PE ve silikayla hazırlanan kompozit filmleri içerisinde birbiriyle etkileşimin arttığı göstermiştir.

Şekil 3.3'te saf PE, diatomitin ve %5, %20, %30 ve %50 oranında hazırlanmış PE/diatomit kompozit filmlerine ait FTIR spektrumları gösterilmiştir. Saf PE karakteristik pikleri ilk paragrafta anlatılmıştır. Diatomitin karakteristik pikleri; 1633.91 cm⁻¹'de -OH titreşimleri, 1023.38 cm⁻¹'de Si-O-Si titreşimleri, 795.90 cm⁻¹'de -OH piklerine aittir. Kütlece (w/w) %5-%50 oranında hazırlanan PE/diatomit kompozit filmlerine ait FTIR spektrumlarından elde edilen pik deęerleri ise 2916.31 cm⁻¹'de -CH₂, 2848.66 cm⁻¹'de -CH₃, 1471.77 cm⁻¹'de -CH₂ titreşimlerine, 1043.06 cm⁻¹'de Si-O-Si titreşimleri ve 718.56 cm⁻¹'de -CH₂ pikleri gözlenmiştir. FTIR spektrumlarında kompozit filmlerindeki kütlece (w/w) diatomit oranı arttıkça doğal olarak Si-O-Si titreşimi daha belirgin hale gelmiştir. Ayrıca saf silikanın spektrumunda gözlenen 1023.38 cm⁻¹'de Si-O-Si titreşimine ait deęerinde kompozit filmlerinde 1043 cm⁻¹'de ki deęere kaydığı gözlenmiştir. Bu durum PE ve diatomitle hazırlanan kompozit filmleri içerisinde birbiriyle etkileşimin arttığı göstermiştir.

4.1.2 PE/Modifiye Oksit Minerali İçeren Kompozit Filmlerinin FTIR-ATR Analizleri

4.1.2.1 PE/CTAB-Oksit Minerali İçeren Kompozit Filmlerinin FTIR-ATR Analizleri

Şekil 3.4’de saf PE, bentonit, CTAB ve kütlece (w/w) %50 oranında hazırlanmış PE/CTAB-bentonit kompozit filmlerine ait FTIR spektrumları gösterilmiştir. Saf PE ve bentonit karakteristik pikleri ile ilgili durum bölüm 4.1.1’de anlatılmıştır. Şekil 3.4’de CTAB’ın spektrumdaki karakteristik pikleri, 2900 cm^{-1} civarındaki pikler $\text{N}^+\text{-CH}_3$ ’deki C-H gerilmeleri, 1400 cm^{-1} civarındaki pikler -CH_2 gerilmeleri ve 937,32 cm^{-1} ’de C- N^+ gerilmeleri gösterildiği şekildedir. CTAB ile modifiye edilmiş bentonitin aynı şekildeki spektrumu saf bentonitin spektrumuna benzemektedir. Ancak saf bentonite ait 994,83 cm^{-1} ’de gözlenen pik 1006,75 cm^{-1} değerine kaymıştır. Kütlece (w/w) %50 PE/CTAB-bentonit kompozit filmin spektrumunu da Şekil 3.1’de ki kütlece (w/w) %50 oranındaki PE/bentonit kompozit filminin spektrumu ile benzeşmektedir.

Şekil 3.4’de saf PE, silika, CTAB ve kütlece (w/w) %50 oranında hazırlanmış PE/CTAB-silika kompozit filmlerine ait FTIR spektrumları gösterilmiştir. Saf PE ve silika karakteristik pikleri ile ilgili durum bölüm 4.1.1’de anlatılmıştır. CTAB’ın spektrumuna ait karakteristik pikleri yukarıdaki ilk paragrafta anlatılmıştır. CTAB ile modifiye edilmiş silikanın aynı şekildeki spektrumu saf silikanın spektrumuna benzemektedir. Kütlece (w/w) %50 PE/CTAB-silika kompozit filmin spektrumunu da Şekil 3.2’de ki kütlece (w/w) %50 oranındaki PE/silika kompozit filminin spektrumu ile benzeşmektedir.

Şekil 3.5’de saf PE, diatomit, CTAB ve kütlece (w/w) %50 oranında hazırlanmış PE/CTAB-diatomit kompozit filmlerine ait FTIR spektrumları gösterilmiştir. Saf PE ve diatomitin karakteristik pikleri ile ilgili durum bölüm 4.1.1’de anlatılmıştır. CTAB’ın spektrumuna ait karakteristik pikleri yukarıdaki ilk paragrafta anlatılmıştır. CTAB ile modifiye edilmiş diatomitin aynı şekildeki spektrumu saf diatomitin spektrumuna benzemektedir. Kütlece (w/w) %50 PE/CTAB-diatomit kompozit filmin spektrumunu da şekil 3.3’de ki kütlece (w/w)

%50 oranındaki PE/diatomit kompozit filminin spektrumu ile benzeşmektedir. Sonuç olarak CTAB ile modifiye edilen oksit minerallerinin PE ile hazırlanan kompozit filmlerine ait spektrumlarında CTAB ile etkileşimlerin az olduğunu söylenebilir.

4.1.2.2 PE/3-APTS-Oksit Minerali İçeren Kompozit Filmlerinin FTIR-ATR Analizleri

Şekil 3.7’de saf PE, bentonit, 3-APTS ve kütlece (w/w) %50 oranında hazırlanmış PE/3-APTS-bentonit kompozit filmlerine ait FTIR spektrumları gösterilmiştir. Saf PE ve bentonit karakteristik pikleri ile ilgili durum bölüm 4.1.1’de anlatılmıştır. Şekil 3.7’de 3-APTS’in spektrumunda karakteristik pikler, 1389,71 cm^{-1} ’de C-H titreşimleri, 1072,81 cm^{-1} ’de C-N gerilme titreşimleri ve 766,30 cm^{-1} ’de Si-CH₃ bağındaki -CH₂ sallanma titreşimlerine ait pik görülmektedir. 3-APTS ile modifiye edilmiş bentonitin aynı şekildeki spektrumu saf bentonitin spektrumuna benzemektedir. Ancak saf bentonite ait 994,83 cm^{-1} ’de gözlenen pik 998,87 cm^{-1} değerine kaymıştır. Kütlece (w/w) %50 PE/3-APTS-bentonit kompozit filmin spektrumu da Şekil 3.1’de ki kütlece (w/w) %50 oranındaki PE/bentonit kompozit filminin spektrumu ile benzeşmektedir.

Şekil 3.8’de saf PE, silika, 3-APTS ve kütlece (w/w) %50 oranında hazırlanmış PE/3-APTS-silika kompozit filmlerine ait FTIR spektrumları gösterilmiştir. Saf PE ve silika karakteristik pikleri ile ilgili durum bölüm 4.1.1’de anlatılmıştır. 3-APTS’in spektrumuna ait karakteristik pikleri yukarıdaki ilk paragrafta anlatılmıştır. 3-APTS ile modifiye edilmiş silikanın aynı şekildeki spektrumu saf silikanın spektrumuna benzemektedir. Ancak saf silikaya ait 1059,78 cm^{-1} ’de gözlenen pik 1054,88 cm^{-1} değerine kaymıştır. Kütlece (w/w) %50 PE/3-APTS-silika kompozit filmin spektrumu da Şekil 3.2’de ki kütlece (w/w) %50 oranındaki PE/silika kompozit filminin spektrumu ile benzeşmektedir.

Şekil 3.9’da saf PE, diatomit, 3-APTS ve kütlece (w/w) %50 oranında hazırlanmış PE/3-APTS-diatomit kompozit filmlerine ait FTIR spektrumları gösterilmiştir. Saf PE ve diatomitin karakteristik pikleri ile ilgili durum bölüm 4.1.1’de anlatılmıştır. 3-APTS’in spektrumuna ait karakteristik pikleri bu

bölümdeki ilk paragrafta anlatılmıştır. 3-APTS ile modifiye edilmiş diatomitin aynı şekildeki spektrumu saf diatomitin spektrumuna benzemektedir. Ancak saf diatomite ait $1023,38 \text{ cm}^{-1}$ 'de gözlenen pik $1015,40 \text{ cm}^{-1}$ değerine kaymıştır. Kütlece (w/w) %50 PE/3-APTS-diatomit kompozit filmin spektrumu da şekil 3.3'de ki kütlece (w/w) %50 oranındaki PE/diatomit kompozit filminin spektrumu ile benzeşmektedir. Sonuç olarak 3-APTS ile modifiye edilen oksit minerallerinin PE ile hazırlanan kompozit filmlerine ait spektrumlarında CTAB ile etkileşimlerin az olduğunu söylenebilir.

4.1.2.3 PE/Benzoiklorür-Oksit Minerali İçeren Kompozit Filmlerinin FTIR-ATR Analizleri

Şekil 3.10'da saf PE, bentonit, benzoiklorür ve kütlece (w/w) %50 oranında hazırlanmış PE/benzoiklorür-bentonit kompozit filmlerine ait FTIR spektrumları gösterilmiştir. Saf PE ve bentonit karakteristik pikleri ile ilgili durum bölüm 4.1.1'de anlatılmıştır. Şekil 3.10'da benzoiklorürün spektrumdaki karakteristik pikleri, $1595,04 \text{ cm}^{-1}$ 'de C=C gerilme titreşimleri, $1486,34-1449,55 \text{ cm}^{-1}$ 'de aromatik =C-H ve C=C gerilme titreşimleri, $1343,00 \text{ cm}^{-1}$ 'de C=C düzlem içi titreşimleri, $666,48 \text{ cm}^{-1}$ C-Cl pikleri gösterildiği şekildedir. Benzoiklorür ile modifiye edilmiş bentonitin aynı spektrumdaki bentonitin spektrumlarında farklılıklar meydana gelmiştir. Böylelikle bentonitin benzoiklorür ile modifiye olduğunu söyleyebiliriz. Kütlece (w/w) %50 PE/benzoiklorür-bentonit kompozit filmin spektrumu da Şekil 3.1'de ki kütlece (w/w) %50 oranındaki PE/bentonit kompozit filminin spektrumundan farklı olarak benzoiklorürden gelen $1603,39 \text{ cm}^{-1}$ 'de C=O gerilmeleri ve $676,21 \text{ cm}^{-1}$ 'de C-O-C gerilmeleri gözlenmiştir.

Şekil 3.11'de saf PE, silika, benzoiklorür ve kütlece (w/w) %50 oranında hazırlanmış PE/benzoiklorür-silika kompozit filmlerine ait FTIR spektrumları gösterilmiştir. Saf PE ve silika karakteristik pikleri ile ilgili durum bölüm 4.1.1'de anlatılmıştır. Benzoiklorürün spektrumuna ait karakteristik pikleri bu bölümde ilk paragrafta anlatılmıştır. Benzoiklorür ile modifiye edilmiş silikanın aynı spektrumdaki silika spektrumlarında farklılıklar meydana gelmiştir. Böylelikle silikanın benzoiklorür ile modifiye olduğunu söyleyebiliriz. Kütlece (w/w) %50

PE/benzoiklorür-silika kompozit filmin spektrumunu da Şekil 3.2’de ki kütlece (w/w) %50 oranındaki PE/silika kompozit filminin spektrumundan farklı olarak benzoiklorürden gelen $1377,28\text{ cm}^{-1}$ ’de C=O gerilmeleri ve $675,70\text{ cm}^{-1}$ ’de C-O-C gerilmeleri gözlenmiştir.

Şekil 3.12’de saf PE, diatomit, benzoiklorür ve kütlece (w/w) %50 oranında hazırlanmış PE/benzoiklorür-diatomit kompozit filmlerine ait FTIR spektrumları gösterilmiştir. Saf PE ve diatomitin karakteristik pikleri ile ilgili durum bölüm 4.1.1’de anlatılmıştır. Benzoiklorürün spektrumuna ait karakteristik pikleri bu bölümde ki ilk paragrafta anlatılmıştır. Benzoiklorür ile modifiye edilmiş diatomitin aynı spektrumdaki diatomit spektrumlarında farklılıklar meydana gelmiştir. Böylelikle diatomitin benzoiklorür ile modifiye olduğunu söyleyebiliriz. Kütlece (w/w) %50 PE/benzoiklorür-diatomit kompozit filmin spektrumunu da şekil 3.3’de ki kütlece (w/w) %50 oranındaki PE/diatomit kompozit filminin spektrumundan farklı olarak benzoiklorürden gelen $675,66\text{ cm}^{-1}$ ’de C-O-C gerilmeleri gözlenmiştir. Sonuç olarak benzoiklorür ile modifiye edilen oksit minerallerinin PE ile hazırlanan kompozit filmlerine ait spektrumlarında benzoiklorür ile etkileşimlerin olduğu söylenebilir.

4.2 XRD Analizleri

4.2.1 PE/Bentonit ve PE/Modifiye Bentonit İçeren Kompozit Filmlerinin XRD Analizleri

Şekil 3.13’de ki grafikte saf PE, bentonit, CTAB, CTAB ile 3-APTS ve benzoiklorür ile modifiye edilmiş bentonit minerali kütlece (w/w) %40 oranında hazırlanmış PE/bentonit, PE/CTAB-bentonit, PE/3-APTS-bentonit, PE/benzoiklorür-bentonit kompozit filmlerine ait XRD desenleri gösterilmiştir. Bentonit mineralinin XRD deseninde amorf yapı olduğu gözlenmiştir. Modifikasyon işlemi sonucunda minerallerin XRD desenlerinde önemli bir değişim olmamıştır. Şekil 3.13’de saf PE’ye ait XRD deseninde yaklaşık olarak $2\theta=21,63^{\circ}$ ve $2\theta=24,00^{\circ}$ ’de olmak üzere karakteristik pikler gözlenmiştir. Kütlece (w/w) %40 modifiyer oksit mineral içeren kompozit film örneklerinin XRD

desenlerinde de saf PE'ye ait karakteristik değerler bulunmaktadır. Bentonit ile gerçekleştirilen kompozit filmlerinin XRD analizleri sonucunda elde edilen desenlerde önemli bir değişim gözlenmemektedir.

4.2.2 PE/Silika ve PE/Modifiye Silika İçeren Kompozit Filmlerinin XRD Analizleri

Şekil 3.14'de ki grafikte saf PE, silika, CTAB, CTAB ile 3-APTS ve benzoilklorür ile modifiye edilmiş silika minerali kütlece (w/w) %40 oranında hazırlanmış PE/silika, PE/CTAB-silika, PE/3-APTS-silika, PE/benzoilklorür-silika kompozit filmlerine ait XRD desenleri gösterilmiştir. Silika oksit mineralinin XRD deseninde amorf yapılı olduğu gözlenmiştir. Modifikasyon işlemi sonucunda minerallerin XRD desenlerinde önemli bir değişim olmamıştır. Şekil 3.14'de saf PE'ye ait XRD deseninde yaklaşık olarak $2\theta=21,63^{\circ}$ ve $2\theta=24,00^{\circ}$ de olmak üzere karakteristik pikler gözlenmiştir. Kütlece (w/w) %40 modifiyer oksit mineral içeren kompozit film örneklerinin XRD desenlerinde de saf PE'ye ait karakteristik değerler bulunmaktadır. Silika ile gerçekleştirilen kompozit filmlerinin XRD analizleri sonucunda elde edilen desenlerde önemli bir değişim gözlenmemektedir.

4.2.3 PE/Diatomit ve PE/Modifiye Diatomit İçeren Kompozit Filmlerinin XRD Analizleri

Şekil 3.15'de ki grafikte saf PE, diatomit , CTAB, CTAB ile 3-APTS ve benzoilklorür ile modifiye edilmiş diatomit oksit minerali kütlece (w/w) %40 oranında hazırlanmış PE/diatomit, PE/CTAB-diatomit, PE/3-APTS-diatomit, PE/benzoilklorür-diatomit kompozit filmlerine ait XRD desenleri gösterilmiştir. Diatomit oksit mineralinin XRD deseninde amorf yapılı olduğu gözlenmiştir. Modifikasyon işlemi sonucunda mineralin XRD desenlerinde önemli bir değişim olmamıştır. Şekil 3.14'de saf PE'ye ait XRD deseninde yaklaşık olarak $2\theta=21,63^{\circ}$ ve $2\theta=24,00^{\circ}$ de olmak üzere karakteristik pikler gözlenmiştir. Kütlece (w/w) %40 modifiyer oksit mineral içeren kompozit film örneklerinin XRD desenlerinde

de saf PE'ye ait karakteristik deęerler bulunmaktadır. Diatomit ile geręekleřtirilen kompozit filmlerinin XRD analizleri sonucunda elde edilen desenlerde önemli bir deęiřim gözlenmemektedir.

4.3 TG/DTA Analizleri

řekil 3.16-21'de termal gravimetrik analiz sonucunda elde edilen kütle kaybı eęrilerinde saf PE'nin 300 °C'den sonra yaklaşık olarak 500 °C'ye kadar kütle kaybında önemli bir kaybın olmadığı gözlenmiřtir. Bu kütle kaybı yaklaşık olarak %90'nın üzerinde olmaktadır. İncelenen bu sıcaklık aralıęında (300-500 °C) saf PE'nin yanması sonucu kütle kaybının geręekleřtięi düşünölmüřtür. 500 °C'den sonra yanma iřlemi tamamlanmıř ve belirgin bir kütle kaybı gözlenmemiřtir. PE'nin çeřitli kütlece (w/w) oranlarında oksit mineralleri ilave edilerek sentezlenen kompozit filmlerine ait kütle kaybı eęrilerinde de saf PE'de olduęu gibi genel olarak büyük kütle kayıplarının 300-500 °C aralıęında olduęu gözlenmiřtir. Kütlece (w/w) orana baęlı olarak bu sıcaklık aralıęındaki kütle kaybının yüzdelerik miktarı %83-87 arasında deęiřmektedir. Kompozit filmlerine ait kütle kaybı eęrilerinde genel olarak 0-300 °C arasında da%1-5 arasında bir deęiřimin olduęu gözlenmiřtir. Bu azalmanın nedeni de oksit minerallerinin yüzeyinde veya ię kısımlarında adsorbe olan suyun uzaklařması sebebiyle olduęu düşünölmektedir.

4.4 SEM Analizleri

4.4.1 PE/Bentonit ve PE/Modifiye Bentonit İęeren Kompozit Filmlerinin SEM ve Dijital Görüntüleri

řekil 3.22'de saf PE, řekil 3.23-26'da PE/bentonit ve PE/modifiye bentonit kompozit filmlerinin SEM ve dijital görüntüleri verilmiřtir. SEM görüntülerinde PE/bentonit kompozit filmlerinin artan kütlece (w/w) oranıyla görüntülerde önemli deęiřmeler gözlenmiřtir. řekil 3.23'de bentonitin PE ięerisine artan kütlece (w/w) miktara baęlı olarak artarak daęıldıęı

gözlenmektedir. Bu dağılım sonucu saf PE filme göre yüzey morfolojisinde önemli değişiklikler olmuştur. Şekil 3.23'deki SEM görüntülerinden PE tabaka içerisindeki bentonit tanecikleri gözlenebilmektedir. Ayrıca kütlece (w/w) oran arttıkça yapının daha kırılğan ve gözenekliliği arttığı da söylenebilir. Şekil 3.24-26'da 3-APTS, CTAB ve benzoilklorür ile modifiye edilen bentonitin PE filmleri içerisindeki dağılımları görülmektedir. Şekil 3.23'e benzer olarak kütlece (w/w) modifiye edilmiş mineral oranı arttıkça saf PE göre yüzey morfolojisinde önemli değişiklikler gözlenmiştir. Ancak modifikasyon işlemi sonucunda kompozit filmlerinin daha az kırılğan ve daha az gözenekli yapıya sahip olduğu söylenebilir. Bu durum modifikasyon işlemi sonucunda PE tabaka ile modifiyer arasındaki etkileşimin meydana gelmesi ile modifiyer arasındaki etkileşimin meydana gelmesi ile açıklanabilir. Sonuç olarak bentonitin modifikasyon işlemi sonucunda PE ile sentezlenen kompozit filmlerin yüzey morfolojilerine bakıldığında modifikasyon işlemi öncesine göre daha homojen ve az gözenekli bir yapının oluştuğu düşünülebilir.

4.4.2 PE/Silika ve PE/Modifiye Oksit Minerali-Silika İçeren Kompozit Filmlerinin SEM ve Dijital Görüntüleri

Şekil 3.22'de saf PE, şekil 3.27-30'da PE/silika ve PE/modifiye silika kompozit filmlerinin SEM görüntüleri verilmiştir. SEM görüntülerinde PE/ silika kompozit filmlerinin artan kütlece (w/w) oranıyla görüntülerde önemli değişimler gözlenmiştir. Şekil 3.27'de silikanın PE içerisine artan kütlece (w/w) miktara bağlı olarak artarak dağıldığı gözlenmektedir. Bu dağılım sonucu saf PE filme göre yüzey morfolojisinde önemli değişiklikler olmuştur. Şekil 3.27'de ki SEM ve dijital görüntülerinden PE tabaka içerisindeki silika tanecikleri gözlenebilmektedir. Ayrıca kütlece (w/w) oran arttıkça yapının daha kırılğan ve gözenekliliği arttığı da söylenebilir. Şekil 3.28-30'da 3-APTS, CTAB ve benzoilklorür ile modifiye edilen silikanın PE filmleri içerisindeki dağılımları görülmektedir. Şekil 3.27'ye benzer olarak kütlece (w/w) modifiye edilmiş mineral oranı arttıkça saf PE göre yüzey morfolojisinde önemli değişiklikler gözlenmiştir. Ancak modifikasyon işlemi sonucunda kompozit filmlerinin daha az kırılğan ve daha az gözenekli yapıya sahip olduğu söylenebilir. Bu durum

modifikasyon işlemi sonucunda PE tabaka ile modifiyer arasındaki etkileşimin meydana gelmesi ile modifiyer arasındaki etkileşimin meydana gelmesi ile açıklanabilir. Sonuç olarak silikanın modifikasyon işlemi sonucunda PE ile sentezlenen kompozit filmlerin yüzey morfolojilerine bakıldığında modifikasyon işlemi öncesine göre daha homojen ve az gözenekli bir yapının oluştuğu düşünülebilir.

4.4.3 PE/Diatomit ve PE/Modifiye Diatomit İçeren Kompozit Filmlerinin SEM ve Dijital Görüntüleri

Şekil 3.22’de saf PE, şekil 3.31-34’de PE/diatomit ve PE/modifiye diatomit kompozit filmlerinin SEM ve dijital görüntüleri verilmiştir. SEM görüntülerinde PE/diatomit kompozit filmlerinin artan kütlece (w/w) oranıyla görüntülerde önemli değişimler gözlenmiştir. Şekil 3.31’de diatomit PE içerisine artan kütlece (w/w) miktara bağlı olarak artarak dağıldığı gözlenmektedir. Bu dağılım sonucu saf PE filme göre yüzey morfolojisinde önemli değişiklikler olmuştur. Şekil 3.31’de ki SEM ve dijital görüntülerinden PE tabaka içerisindeki diatomit tanecikleri gözlenebilmektedir. Ayrıca kütlece (w/w) oran arttıkça yapının daha kırılkan ve gözenekliliği arttığı da söylenebilir. Şekil 3.32-34’de 3-APTS, CTAB ve benzoilklorür ile modifiye edilen diatomitin PE filmleri içerisindeki dağılımları görülmektedir. Şekil 3.31’e benzer olarak kütlece (w/w) modifiye edilmiş mineral oranı arttıkça saf PE göre yüzey morfolojisinde önemli değişiklikler gözlenmiştir. Ancak modifikasyon işlemi sonucunda kompozit filmlerinin daha az kırılkan ve daha az gözenekli yapıya sahip olduğu söylenebilir. Bu durum modifikasyon işlemi sonucunda PE tabaka ile modifiyer arasındaki etkileşimin meydana gelmesi ile modifiyer arasındaki etkileşimin meydana gelmesi ile açıklanabilir. Sonuç olarak diatomitin modifikasyon işlemi sonucunda PE ile sentezlenen kompozit filmlerin yüzey morfolojilerine bakıldığında modifikasyon işlemi öncesine göre daha homojen ve az gözenekli bir yapının oluştuğu düşünülebilir.

4.5 Mekanik Test Analizleri

Tablo 3.1’de saf PE, PE/oksit mineralleri ve PE/modifiye oksit minerallerin filmlerine ait çekme mukavemeti test sonuçları verilmiştir. Tablodan görüldüğü gibi saf PE filmin çekme mukavemet değeri 66,70 MPa kadardır. PE/oksit minareleri ile hazırlanan kompozit filmlerinin artan kütlece (w/w) orana göre çekme mukavemetlerinde belirgin bir azalma gözlenmiştir. Bu durum SEM görüntületinden de anlaşıldığı gibi artan kütlece (w/w) oran ile yüzeyin daha kırılğan ve gözenekli yapının artmasıyla açıklanabilir. Kırılğan ve gözenekli yapıda olan kompozit filmlerin doğal olarak daha kolay kopacaktır. PE/modifiye oksit mineralleri ile hazırlanan kompozit filmlerinin çekme mukavemet sonuçlarında yaklaşık olarak kütlece (w/w) %5 oranında hazırlanan filmlerin basınç değerleri saf PE filmlerine göre oldukça yüksek değerlere sahiptir. Bu durum SEM görüntülerinde açıklandığı gibi modifikasyon işlemi sonucunda mineral ile PE etkileşimin artması sonucu ile olduğu şeklinde açıklanabilir. Ancak burada da kütlece (w/w) oran arttıkça çekme mukavemet değerlerinde azalma olmuştur. Bu azalmada yapının kırılğanlığının artmasıyla açıklanabilir. Sonuç olarak kütlece (w/w) %5 oranında hazırlanan PE/modifiye oksit minrali kompozit filmlerinin çekme mukavemetlerinin en yüksek olduğu bulunmuştur.

Yapılan bu çalışmada özet olarak aşağıdaki sonuçlar elde edildi:

- PE/oksit minerali bileşenleri ile hazırlanan kompozit filmlerinin FTIR analizleri sonucunda elde edilen spektrumlardan PE ve oksit mineralleri arasında etkileşimlerin olduğu,
- CTAB ve 3-APTS ile modifiye edilen oksit mineralinin PE ile hazırlanan kompozit filmlerinde etkileşimlerin az, benzoilklorür ile modifiye edilen oksit minerallerinin PE ile hazırlanan kompozit filmlerindeki etkileşimlerin daha fazla olduğu,
- CTAB, 3-APTS ve benzoilklorür ile modifiye edilen oksit minerallerinin PE ile hazırlanan modifiye kompozit filmlerinin FTIR analizleri sonucunda elde edilen spektrumlardan, etkileşimlerin olduğu bulundu.
- Bentonit, silika ve diatomitin PE ile gerçekleştirilen kompozit filmlerinin XRD analizleri sonucunda elde edilen desenlerde önemli bir değişim gözlenmemektedir.
- PE/oksit minerali ve PE/modifiye oksit minerali kompozit filmlerinin termal gravimetrik analizlerinden elde edilen (TGA) eğrilerinden genel olarak büyük kütle kayıplarının 300-500 °C’de olduğu ve kütlece (w/w)

orana baęlı olarak bu sıcaklık aralıęındaki ktle kaybının %83-87 arasında deęişim gösterdięi bulundu.

- SEM grntlerinden bentonit, silika ve diatomitin, PE ile hazırlanan kompozit filmlerinin yzey morfolojilerinde nemli deęişmeler olduęu gzlenmiřtir. Modifikasyon iřlemi sonucunda PE ile sentezlenen kompozit filmlerin yzey morfolojilerine bakıldıęında ise modifikasyon iřlemi ncesine gre daha homojen ve az gzenekli ve daha az kırılğan bir yapının olduęu gzlenmiřtir.
- ekme mukavemet test analizlerinin sonucunda ise ktlece (w/w) %5 oranında hazırlanan PE/modifiye oksit minerali kompozit filmlerinin ekme mukavemetlerinin en yksek olduęu bulunmuřtur.

Sonuç olarak bu alıřmada, endstriyel bir polimer olan polietilen kullanılarak eřitli oksit mineralleri ile kompozit filmleri sentezlenmiř ve bunların karakterizasyonları yapılmıřtır. Saf PE filmlerine gre, kompozit filmler fiziksel, termal ve mekanik olarak daha stn zellikler gstermiřtir. Sentezi yapılan, modifiye edilmiř yada edilmemiř kompozit filmlerinde kullanılan bileřenlerin ucuz, kolay elde edilebilir ve uygulanan yntemlerin basit olması da bu alıřmanın srekli sistemlere uygulanabileceęinin ve endstriyel malzemelerin hazırlanmasında kullanılabilir olacaęını gstermektedir.

5. KAYNAKLAR

- [1] Savaşçı, Ö.T, Uyanık, N. ve Akovalı, G., *Plastikler ve Plastik Teknolojisi*, İstanbul: Çantay Kitabevi, (1998).
- [2] Beşergil, B., *Polimer Kimyası*, Ankara: Gazi Kitabevi, (2008).
- [3] Bilgiç, T., *Polimerler –I Bölüm 2: Polietilen*, 3.Baskı, PAGEV Yayınları, (2006).
- [4] Smith, W. F., *Malzeme Bilimi ve Mühendisliği*, 3.Basım, Çeviren: Nihat G. Kınıkoğlu Ekim, (2006).
- [5] Mead, L. J. and Baker, A. M., *Handbook of Plastics Technologies*, USA: The McGraw Hill Companies, (2006).
- [6] Yaşar, H., *Plastikler Dünyası*, 2. Baskı, Ankara: MMO Yayınları, (3-89,97,107,112,115,116,118,119,121,123,125,127,131,132), (2001).
- [7] Aydın. H., “PVC Üretimi ve Katkı Maddeleri”, Bitirme Tezi, *Osmangazi Üniversitesi Fen Edebiyat Fakültesi*, Kimya Anabilim Dalı, Eskişehir, (2004).
- [8] Hazer , B., *Polimer Teknolojisi*, Trabzon: KATÜ Matbaası, (1993).
- [9] Moore, D. N. ve Reynolds, JR, R. C., *X-Ray Diffraction and the identification and analysis of clay minerals*, Second Edition, Oxford Newyork: Oxford University Pres, 104, 167, (1997).
- [10] Velde, B., *Introduction to clay minerals*, First Edition, London: Chapman&Hall, 45, 46, 86, (1992).
- [11] 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.
- [12] Kaddey, L.F., *Diyatomit-İndüstriyel Rocks and Minerals*, (Çev: L. Okay), M.T.A, Rap. No:1206, (1978).

- [13] Çelik, E. ve Uygun, A., “Endüstriyel Hammadde Diyatomit”, *Yeryuvarı ve İnsan, T.J.K.*, 3(2), 46-53, (1979).
- [14] Bircan, A., “Türkiye Diyatomit Envanteri”, M.T.A.E, Yayın No:138, Ankara, (1968).
- [15] Perkins, D., *Mineralogy*, New Jersey: Prentice-Hall Dnc., 8, (2002).
- [16] Açıklan, N., “Türkiye’de ve Dünyada Diyatomit”, *M.T.A Genel Müdürlüğü, F.E.D.*, syf 1-30, Ankara, (1991).
- [17] Avrupa Bentonit Üreticileri Derneği, (20 Haziran 2013), www.ima-eu.org/eubaindex.htm.
- [18] Amcol firmasının bildirisi , (20 Haziran 2013), www.amcol.com/presentations/AMCOL%20RETROSCREEN%20MALTA%20Poster.pdf
- [19] Yaylalı, G., Değirmenci, S., Sirin, B.ve Akarlar-DÖKTAS, N., “Türkiye’de Döküm Bentonitlerinin 2000’lerde İyileştirilmesi”, *Metalurji Dergisi*, Sayı 126, Sayfa 13.
- [20] Türkiye Bentonit Envanteri, MTA Yayını No:184, sayfa 2, 1982.
- [21] Avrupa Bentonit Üreticileri Derneği, (20 Haziran 2013) <http://www.ima-eu.org/en/uses.htm>.
- [22] Faramawy, S., El-Fadly, A. M., El-Naggar, A. Y. ve Youssef, A. M., *Surface Coatings Technology*, 90, 53-63 (1997).
- [23] Erdemoğlu, M., Şener, Ş., Sayıklan, H., Pirofillit kullanılarak metalik ve organik kirliliklerin sulu ortamlardan uzaklaştırılması [online], (20 Haziran 2013), http://www.maden.org.tr/resimler/ekler/ca289d2a4acd14c_ek.pdf, (2004).
- [24] Mittal, K.C., *Silane and Other Coupling Agents*, Hollanda: VSPBV, (1992).

- [25] George, J., Sreekala, M.S. ve Thomas, S., “A Review on Interface Modification and Characterization of Natural Fiber Reinforced Plastic Composites”, *Polymer Engineering and Science*, 41(9), 1471-1485, (2001).
- [26] Tchobanoglous, G., Burton, F.L., *Wastewater Engineering Treatment: Disposal and Reuse*, Third Edition, International Edition, Metcalf & Eddy, 1334s, (1991).
- [27] Solomons, T. W. G., Fryhle, C. B., *Organik Kimya*, 7. Basım, Çeviri Editörü: Gürol Oktay, Yılmaz Yıldırım, (2002)
- [28] Sahin, Y., *Kompozit Malzemelere Giriş*, Ankara: Seçkin Yayıncılık San. ve Tic. A.S., 424s, (2006)
- [29] Shields, R.J., Bhattacharyya, D. ve Fakirov, S., “Oxygen permeability analysis of microfibril reinforced composites from PE/PET blends”, *Composites: Part A* 39, 940–949, (2008).
- [30] Zanetti, M., Bracco, P. ve Costa, L., “Thermal degradation behaviour of PE/clay nanocomposites”, *Polymer Degradation and Stability*. 85, 657-665, (2004).
- [31] Liu, S.-P., Hwang, S.-S., Yeh, J.-M. ve Hung, C.-C., “Mechanical properties of polyamide-6/montmorillonite nanocomposites—Prepared by the twin-screw extruder mixed technique”, *International Communications in Heat and Mass Transfer*, 38, 37–43, (2011).
- [32] Deka, B.K. ve Maji, T.K., “Effect on coupling agent and nanoclay on properties of HDPE, LDPE, PP VE PVC blend and Phargamites karka nanocomposite”, *Composites Science and Technology* 70, 1755-1761, (2010).
- [33] 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).
- [34] Benlikaya, R., Alkan, M. ve Kaya, İ., “Preparation and Characterization of Sepiolite-Poly(ethyl methacrylate) and Poly(2-hydroxyethyl methacrylate)

Nanocomposite”, *Society of Plastic Engineers*, Published online in Wiley InterScience (www.interscience.wiley.com), (2008).

- [35] Valtente, M., Sarasin, F., Marra, F., Tirillo, J. ve Giovanni Pulci, “Hybrid Recycled glass fiber/wood flour thermoplastic composites: Manufacturing and mechanical characterization”, *Composites: Part A*, 42, 649-657, (2011).
- [36] Sui, G., Fuqua, M.A., Ulven, C.A. ve Zhong, W.H., “A plant fiber reinforced polymer composite prepared by a twin-screw extruder”, *Bioresource Technology*, 100, 1246–1251, (2009).
- [37] Zhang, Z.-X., Gao, C., Xin, Z. X. ve Kim, J. K.; “Effects of extruder parameters and silica on physico-mechanical and foaming properties of PP/wood fiber composites”, *Composites: Part B*, 43, 2047–205, (2012).
- [38] Fouad, H., Elleithy, R., Al-Zahrani, S.M. ve Ali, M.A., “Characterization and processing of High Density Polyethylene/carbon nano-composites”, *Materials and Design*, 32, 1974–1980, (2011).
- [39] Amri, F., Hussein, S. ve Hussin, K., “Mechanical, morphological and thermal properties of chitosan filled polypropylene composites: The effect of binary modifying agents”, *Composites: Part A*, 46, 89-95, (2013).
- [40] Wu, T., Pan, Y., Bao, H. ve Li, L., “Preparation and properties of chitosan nanocomposite films reinforced by Poly(3,4-ethylenedioxythiophene)-poly(styrene sulfonate) Treated carbon nanotubes”, *Materials Chemistry and Physics*, 129, 932-938, (2011).
- [41] Wang, C., Feng, C., Gao, Y., Ma, X., Wu, Q. ve Wang, Z., “Preparation of a graphene-based magnetic nanocomposite for the removal of an organic dye from aqueous solution”, *Chemical Engineering Journal*, 173, 92– 97, (2011).
- [42] Prasanth, R., Shubha, N., Hng, H. H. ve Srinivasan, M., “Effect of nano-clay on ionic conductivity and electrochemical properties of poly(vinylidene fluoride) based nanocomposite porous polymer membranes and their

- application as polymer electrolyte in lithium ion batteries”, *European Polymer Journal*, 49, 307–318, (2013).
- [43] Garg, P., Singh, R.P. ve Choudhary, V., “Pervaporation separation of organic azeotrope using poly(dimethyl siloxane)/clay nanocomposite membranes”, *Separation and Purification Technology*, 80, 435–444, (2011).
- [44] Ma, Y., Shi, F., Zhao, W., Wu, M., Zhang, J., Ma, J. ve Gao, C., “Preparation and characterization of PSf/clay nanocomposite membranes with LiCl as a pore forming additive”, *Desalination*, 303, 39–47, (2012).
- [45] 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).
- [46] Salam, M. A., Makki, M. S.I. ve Abdelaal, M. Y.A., “Preparation and characterization of multi-walled carbon nanotubes/chitosan nanocomposite and its application for the removal of heavy metals from aqueous solution”, *Journal of Alloys and Compounds*, 509, 2582-2587, (2011).
- [47] Yan, X., Gong, Z., Gong, J., Gao, S., Zhang, Z. ve Wang, B., “Investigation of the rheological and conductive properties of multi-walled carbon nanotube/polycarbonate composites by positron annihilation techniques”, *Carbon*, 50, 2899-2907, (2012).
- [48] 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 in situ microemulsion polymerization”, *European Polymer Journal*, 48, 252-259, (2012).
- [49] 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).

- [50] Li, J., Qian, X., Chen, J., Ding, C. ve An, X., “Conductivity decay of cellulose-polypyrrole conductive paper composite prepared by in situ polymerization method”, *Contents Polymers*, 82, 504-509, (2010).
- [51] 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).
- [52] Potts, J. R., Lee, S. H., Alam, T. M., An, J., Stoller, M. D., Piner, R. D. ve Ruoff, R. S., “Thermomechanical properties of chemically modified graphene/poly(methyl methacrylate) composites made by in situ polymerization”, *CARBON*, 49, 2615-2623, (2011).
- [53] Wang, J., Xu, Y., Zhu, J. ve Ren, P., “Electrochemical in situ polymerization of reduced graphene oxide/polypyrrole composite with high power density”, *Journal of Power Sources*, 208, 138-143, (2012).