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

PVB/POMZA VE PVB/SKORYA KOMPOZİTLERİNİN HAZIRLANMASI VE KARAKTERİZASYONU

ŞENGÜL HEPÖZ

YÜKSEK LİSANS TEZİ

Jüri Üyeleri : **Doç. Dr. Pınar TURAN BEYLİ (Tez Danışmanı)**
Prof. Dr. Yasemin TURHAN
Doç. Dr. Sema ÇARIKÇI

BALIKESİR, TEMMUZ- 2023

ETİK BEYAN

Balıkesir Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Tez Yazım Kurallarına uygun olarak tarafımca hazırlanan "PVB/POMZA VE PVB/SKORYA KOMPOZİTLERİNİN HAZIRLANMASI VE KARAKTERİZASYONU" başlıklı tezde;

- Tüm bilgi ve belgeleri akademik kurallar çerçevesinde elde ettiğimi,
- Kullanılan veriler ve sonuçlarda herhangi bir değişiklik yapmadığımı,
- Tüm bilgi ve sonuçları bilimsel araştırma ve etik ilkelere uygun şekilde sunduğumu,
- Yararlandığım eserlere atıfta bulunarak kaynak gösterdiğimi,

beyan eder, aksinin ortaya çıkması durumunda her türlü yasal sonucu kabul ederim.

Şengül HEPÖZ

(imza)

ÖZET

PVB/POMZA VE PVB/SKORYA KOMPOZİTLERİNİN HAZIRLANMASI VE KARAKTERİZASYONU

YÜKSEK LİSANS TEZİ

ŞENGÜL HEPÖZ

BALIKESİR ÜNİVERSİTESİ FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

KİMYA ANABİLİM DALI

(TEZ DANIŞMANI: DOÇ. DR. PINAR TURAN BEYLİ)

BALIKESİR, TEMMUZ - 2023

Bu çalışmada optik özellikleri nedeniyle birçok alanda kullanıma sahip olan polivinil bütiral polimerine yeni özellikler kazandırmak amacıyla asidik pomza, bazik pomza ve skorya doğal volkanik kayaçları 1 mikronun altındaki tane boyutlarında eklenmiş ve yeni oluşan kompozitlerin ışık geçirgenliği ile termogravimetrik analizleri yapılmıştır. Asidik pomza, bazik pomza ve skorya doğal volkanik kayaçları için boyut indirgeme yöntemi olan su içinde bekletip çökmeyen kısmın santrifüjle sudan ayrılması, bu malzemelere oldukça uygun ve uygulaması kolay bir yöntem olmuştur. Bu volkanik kayaçların tabakalı yapıları nedeniyle kolay kırılmaları, basit bir öğütme sonrası birçok partikülün boyutunun inmesini sağlamıştır. Ayrıca partiküllerin su tutmaması nedeniyle kuruduktan sonra birbirine yapışmaması da uygulanan yöntemin rahat bir şekilde işlenmesi için uygun bir zemin oluşturmuştur. PVB polimeri görünür bölgede yaklaşık %85 ışık geçirgenliğine sahip fakat UV ışık geçirgenliği az olan bir polimerdir. Bu çalışmada kullanılan partiküller PVB'in saydamlığını ve ışık geçirgenliğini tanecik yüzdesine göre %10'dan %90'a kadar çok farklı oranlarda hem görünür hem de UV bölgede azaltmış ve yarı saydam renkli malzemeler oluşturmuşlardır. Termal olarak sıcaklıktan etkilenmeyen volkanik kayaç partikülleri olan asidik pomza, bazik pomza ve skorya; polimerin termal bozunma mekanizmasını etkilememiştir. Bu haliyle kompozitler, renkli cam yapımına oldukça uygundur.

ANAHTAR KELİMELER: bazik ve asidik pomza, skorya, polivinil bütiral, SEM-elementel analiz, ışık geçirgenlik analizi, termogravimetrik analiz.

Bilim Kod / Kodları : 20107, 20112 Sayfa Sayısı : 46

ABSTRACT

PREPARATION AND CHARACTERIZATION OF PVB/PUMICE AND PVB/SKORIA COMPOSITES
MSC THESIS
ŞENGÜL HEPÖZ
BALIKESIR UNIVERSITY INSTITUTE OF SCIENCES
CHEMISTRY
(SUPERVISOR: DOÇ. DR. PINAR TURAN BEYLİ)

BALIKESİR, JULY - 2023

Polyvinyl butyral (PVB), a resin, is being stronger in binding, sharper in optical clarity, and being able for providing flexibility and toughness. Polyvinyl butyral is served as a material of interlayer in laminated automotive safety glass to prevent glass fragments from being spread out on sudden, damaging and breaking and to make safe from heat or light, resulting of UV radiations or solar energy by diminishing their effects. Volcanic rock is a material primarily composed of aluminum silicate in a crystalline or amorphous form. Volcanic rocks commonly come in the form of scoria and pumice. In this work, PVB/pumice and PVB/scoria composites were synthesized at different particle and mass ratio and characterized using UV-visible light transmittance and thermogravimetric analysis. Also, morphologic and elemental analysis of pumice and scoria were performed using SEM-EDX. Volcanic rocks used in this work are chemically inert and thermally stable. As a result, they did not affect the thermal degradation of PVB. But they decreased the light transparency of the polymer. %0.1 filler content of volcanic rock particles in PVB had very low effect as %10, respectively. But the maximum weight ratio which is % 10 filler content was decreased the transmittance percentage to almost %10 for visible area and to zero for UV region. As a result, these composites can be use as a colored glass fabrication. Also the volcanic rock particles are all natural found in nature and can be discarding to the nature without zero hazards not like dyes which are very toxic to the nature.

KEYWORDS: Pumice, scoria, polyvinly butyral, transmitance, SEM-EDX, TG.
Science Code / Codes : 20107, 20112 Page Number : 46

İÇİNDEKİLER

Sayfa

ÖZET ..... **i**
ABSTRACT ..... **ii**
İÇİNDEKİLER ..... **iii**
ŞEKİL LİSTESİ ..... **iv**
TABLO LİSTESİ ..... **v**
ÖNSÖZ ..... **vi**
1. GİRİŞ **1**
1.1 Polivinil Bütiral 2
1.2 Kompozit Fabrikasyonu 3
1.2.1 Eriyik Karıştırma Yöntemi 4
1.2.2 Çözelti Karıştırma Yöntemi 4
1.3 Pomza ve Skorya 4
1.4 Literatür Özeti 5
1.5 Çalışmanın Amacı 10
2. MATERYAL METOD **11**
2.1 Malzemeler 11
2.2 Metod 11
2.2.1 Takviye Edici Materyalde Boyut Eldesi 11
2.2.2 PVB/pomza ve PVB/skorya Kompozitlerinin Sentezi 12
2.2.3 Polimer Filmlerin ve Takviye Edici Materyallerin Karakterizasyonu 13
2.2.3.1 SEM-EDX Elementel Analiz 13
2.2.3.2 Partikül Boyutu 13
2.2.3.3 Işık Geçirgenliği Analizi 14
2.2.3.4 Termogravimetrik Analiz (TG) 14
3. BULGULAR ve TARTIŞMA **14**
3.1 SEM-EDX Elementel Analiz 14
3.1.1 Asidik Pomza Elementel Analiz 16
3.1.2 Bazik Pomza Elementel Analiz 17
3.1.3 Skoryanın Elementel Analiz 19
3.2 Tane Boyutu Analizi 21
3.3 Işık Geçirgenliği Analizi 26
3.4 Termogravimetrik Analiz 36
4. SONUÇLAR **40**
5. KAYNAKLAR (IEEE) **42**
ÖZGEÇMİŞ **46**

ŞEKİL LİSTESİ

Sayfa

Şekil 1.1: Polivinil bütiral sentezi ……2
Şekil 1.2: Polivinil bütiralin tekrar eden biriminin yapısı…….3
Şekil 2.1: Çalışmada kullanılan dolgu materyalleri…….10
Şekil 3.1: Asidik pomzanın a) 0-150 mikron b) 0-38 mikron tane boyutlarının SEM görüntüleri…….15
Şekil 3.2: Asidik pomza (1)'in a) SEM görüntüsü, b) EDX analizi……16
Şekil 3.3: Bazik pomza (1)'in SEM görüntüsü……17
Şekil 3.4: Bazik pomza (1)'in EDX analizi…… 18
Şekil 3.5: Skorya (1)'in SEM görüntüsü……..……...…19
Şekil 3.6: Skorya (1)'in EDX analizi……...……20
Şekil 3.7: Asidik Pomza (1) tane boyutu analizi……...…22
Şekil 3.8: Asidik Pomza (2) tane boyutu analizi……..22
Şekil 3.9: Asidik Pomza(3) tane boyutu analizi……...…23
Şekil 3.10: Bazik Pomza (1) tane boyutu analizi…….……....23
Şekil 3.11: Bazik Pomza (2) tane boyutu analizi…….…..……..24
Şekil 3.12: Bazik Pomza (3) tane boyutu analizi……24
Şekil 3.13: Skorya. (1) tane boyutu analizi……...…...…..…..25
Şekil 3.14: Skorya (2) tane boyutu analizi……..…….…....25
Şekil 3.15: Skorya (3) tane boyutu analizi…….....26
Şekil 3.16: a) Asidik pomza, **b)** Bazik pomza ve **c)** Skorya dolgu materyallerinin (1) numaralı en büyük tane boyutlarıyla hazırlanmış farklı kütlece yüzdelerdeki PVB kompozitlerinin saydamlığını gösteren resimleri…….27
Şekil 3.17: Saf PVB filmi ve %0,1 oranında takviye edici materyale sahip kompozit filmlerin lamine camla birlikte ölçülmüş yüzde transmitans grafikleri…….…..29
Şekil 3.18: Saf PVB filmi ve %1 oranında takviye edici materyale sahip kompozit filmlerin lamine camla birlikte ölçülmüş yüzde transmitans grafikleri……..…….30
Şekil 3.19: Saf PVB filmi ve %5 oranında takviye edici materyale sahip kompozit filmlerin lamine camla birlikte ölçülmüş yüzde transmitans grafikleri…….……..31
Şekil 3.20: Saf PVB filmi ve %10 oranında takviye edici materyale sahip kompozit filmlerin lamine camla birlikte ölçülmüş yüzde transmitans grafikleri…….……..32
Şekil 3.21: Saf PVB ve PVB/skorya (%1) camlı filmlerin farklı tane boyutlarının transmitans grafikleri ve resimleri……33
Şekil 3.22: Saf PVB ve PVB/bazik pomza (%1) camlı filmlerin farklı tane boyutlarının transmitans grafikleri ve resimleri……34
Şekil 3.23: Saf PVB ve PVB/asidik pomza (%1) camlı filmlerin farklı tane boyutlarının transmitans grafikleri ve resimleri……35
Şekil 3.24: Saf PVB filmi ve farklı yüzdelerde asidik pomza kütlesine sahip kompozit filmlerin TG eğrileri ve bu eğrilerin hesaplanmış……..…….…37
Şekil 3.25: Saf PVB filmi ve farklı yüzdelerde bazik pomza kütlesine sahip kompozit filmlerin TG eğrileri ve bu eğrilerin hesaplanmış verileri……..….38
Şekil 3.26: Saf PVB filmi ve farklı yüzdelerde skorya kütlesine sahip kompozit filmlerin TG eğrileri ve bu eğrilerin hesaplanmış verileri…….……..…39

TABLO LİSTESİ

Sayfa

Tablo 2.1: Asidik pomza, bazik pomza ve skoryanın su içinde çökmesi için beklenen süreler ve ölçülen tane boyutları……..…12
Tablo2.2: Sentezlenen PVB filmlerinin kütlece yüzdeleri…….……...13
Tablo 3.1: Asidik pomza, bazik pomza ve skoryanın ölçülen tane boyutları…....21

ÖNSÖZ

Covid-19 pandemisiyle beraber değişen eğitim-öğretim durumunun etkilerini en az şekilde hissetmemi sağlayan, laboratuvar çalışma koşulları ve prensipleri konusunda desteğini üzerimden esirgemeyen danışmanım Doç. Dr. Pınar TURAN BEYLİ'ye teşekkürlerimi sunarım. Yükseklisans eğitimi konusunda beni cesaretlendiren Prof. Dr. Ruhan BENLİKAYA'ya, laboratuvar çalışmaları boyunca sunduğu imkanlar için Fen Edebiyat Fakültesi dekanlığına teşekkür ederim. Tez çalışmam süresince yanımda olan aileme özellikle anne ve babama teşekkürü borç bilirim.

Balıkesir, 2023 **Şengül HEPÖZ**

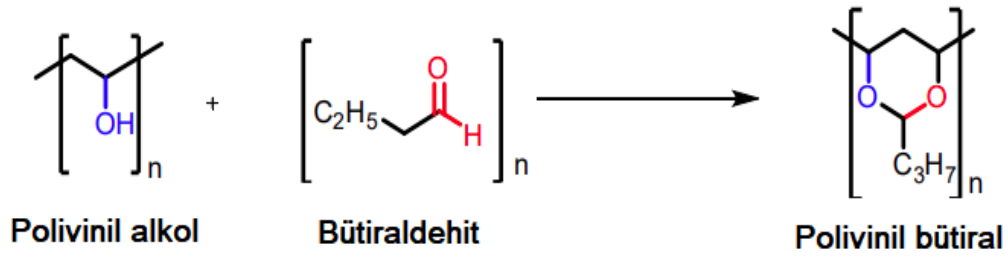
1. GİRİŞ

Kompozit malzemeler, insanlığın başlangıcından bu yana her zaman insanoğlunun hayatında yer almıştır. Çevremizde çok sayıda kompozit bulunur. İki veya daha fazla malzemenin bir araya getirilmesiyle elde edilen herhangi bir malzeme, tek tek bileşenlerin toplamından daha güçlü bir yapıya sahip olur ve bu malzemeler kompozit olarak belirtilir. Doğal kaynaklarda bulunan ayrıca kimyagerler tarafından günlük kullanım malzemesi için laboratuvarda sentezlenen çok çeşitli kompozitler çevremizde mevcuttur. Kompozitler ile çalışılan malzemelerin bileşen boyutuna göre isimlendirilmesi, onları mikro veya nano olarak adlandırılmasıyla başlanır. Kompozit malzeme sadece herhangi bir bileşenin en iyi özelliğini elde etmek için oluşturulur, kompozit formda önceki formundan farklı özellikler gösterir ve kullanımı daha avantajlıdır.

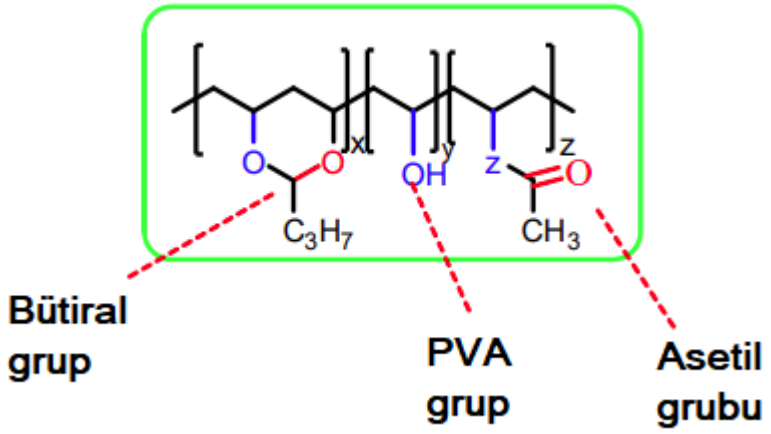
Polimerler düşük maliyeti, hafif olması ve kolay üretim süreci ile geniş çapta kullanılır. Bu süreç yüksek performanslı polimerlerin gelişiminde 10 yıldan daha fazla süredir devam etmektedir. Yapılarındaki iyonik karakter sayesinde inorganik materyaller, manyetizma ve iletkenlik gibi fiziksel özellikler kazandırırlar. Ne yazık ki, üretimin pahalı olması, işlemenin ve şekillendirmenin zor olması üretimini ve kullanımını kısıtlar. Polimer matriksine eklenen bu inorganik materyaller, yeni özellikler sahip orijinal bir kompozit oluşturur. Bu partiküller ilk olarak mikrometre ölçülerde mevcutken, onların nanometre boyutuna düşürülmesi bu partiküllerin yeni bağlanma özelliklerine olanak verir. En fazla kullanılan polimer matriksler (amorf termoplastikler, polimetil metakrilat (PMMA), polikarbonat (PC), polistiren (PS)) ve termosetlerdir. Bu malzemelere inorganik katkı maddelerinin farklı çeşitleri özellikle oksitler (örn. SiO_2, TiO_2, CeO_2, ZnO, ITO, ATO, ferrik oksit), yarı iletkenler (örn., CdS, PbS, CdTe, CdSe), mineraller (örn. killer, $CaCO_3$), metal ve metal alaşımları (örn. Au, Ag, Cu, Ge, Fe) ilave edilir [2].

1.1 Polivinil Bütiral

Polivinil bütiral (PVB), bağlayıcılığı güçlü, optik berraklığı keskin, esneklik ve dayanıklık sağlayabilen bir reçinedir. Bu düzensiz kopolimer tamamen amorf yapıda olup asidik ortamda polivinil alkol ve butiraldehitten sentezlenmektedir. PVB'nin düzensiz yapısı, çok yüksek alkol içeriği dışında belirgin kristalliği olmayan camsı bir polimer ile sonuçlanır. PVB'nin butiral, hidroksil ve asetil gruplarını baskın oranda içermesi polihidroksi ve poliasetal olduğunu simgeler. Bu durum polivinil butiralin yapısı farklı grupları temsil etmektedir. PVB'de bulunan gruplar arasındaki vinil alkol grubu hidrofiliktir, vinil butiral grubu ise hidrofobiktir. Bu gruplar, elektrografik işlemde organik fotoiletkenler için polimer yapıştırıcı ve bağlayıcıların destekleyicileri gibi davranır. PVB'nin apolar ve polar bileşenleri diğer makromoleküllerle etkileşime girebilir ve bu nedenle hem hidrofilik hem de hidrofobik bileşenlerle uyumlu olabilir. Herhangi bir monomer bileşeninin yüzde değişimi, polimerin hidrofilikliğini veya hidrofobikliğini engellemeye sevk edebilir. Bu nedenle, vinil alkol ve vinil butiral kısımlarının moleküller arası etkileşimi oldukça önemlidir. Aynı zamanda bu durum PVB'nin farklı gruplara sahip polimerlerle karışma potansiyeli olan bir kopolimer olarak kullanımını da kolaylaştırabilir [1].



Şekil 1.1: Polivinil bütiral sentezi [1]



Şekil 1.2: Polivinil bütiralin tekrar eden biriminin yapısı [1]

Polivinil bütiral, güvenlik camlarında cam parçalarının ani dağılmasını, zarar görmesini ve kırılmasını önlemek UV ışınlarından veya güneş enerjisinden kaynaklanan ısı ve ışık etkilerini azaltarak koruma altına almak amacıyla ara katman malzemesi olarak kullanılır. PVB mikro gözenekli bir yapıdır ve bu nedenle ultra filtrasyon membranda da kullanılabilir.

1.2 Kompozit Fabrikasyonu

Kompozit üretiminde iyi dağılmış izole edilmiş parçacıkları polimere dahil etmek zordur. Ancak, yüksek özgül yüzey alanı ve yüzeydeki polar grupların etkileşimleri nedeniyle partiküller bir araya toplanıp çökme eğilimindedirler. Partiküllerin direkt polimere karıştırılması, en basit kompozit sentezleme yöntemidir. Polimerin özelliğine göre iki karıştırma yöntemi bulunmaktadır: eriyik karıştırma veya çözelti karıştırma.

Eriyik karıştırma, parçacıkların bir eriyik polimer içinde entegre edilmesinden oluşurken, çözelti karıştırmada polimer matrisi çözücü içinde çözündürülür ve parçacıklar eklenir. Eriyik karıştırma yöntemi, ekstrüzyon, yüksek kesme hızlarında karıştırma ve termal püskürtme gibi farklı işlemlerle gerçekleştirilebilir. Bunların ana avantajı özellikle ekstrüzyon ile üretilebilecek çok sayıda kompozitlerin olmasıdır. Eriyik karıştırmanın dezavantajları eriyik işleme için gerekli olan yüksek sıcaklıklar nedeniyle partiküllerin arasındaki zayıf dağılımların, polimer matrisinin veya yüzey değiştiricilerin matrislerin bozulmasıdır [2].

1.2.1 Eriyik Karıştırma Yöntemi

Bu yöntemin bir diğer adı ekstrüzyon yöntemidir. Polimerler metal bıçaklı karıştırıcıları olan bir ekstrüzyon cihazında erime sıcaklığına yakın bir sıcaklıkta yumuşatıldıktan sonra içine boyutları indirgene tozlar eklenerek aynı sıcaklıkta homojen olana kadar karıştırılmaya devam edilir. Cihazın içindeki kompozit materyalin çıkış kısmına ince film kalıbı konularak istenilen kalınlıkta filmler elde edilir. Bu yöntem sanayide en çok tercih edilen yöntemdir. Maliyeti azaltırken ürün elde etme süresini kısaltmaktadır. Fakat her polimere uygun bir yöntem değildir. Bazı polimerler sıcaklık ile bozunurlar veya yüksek mekanik karıştırma yapılarına zarar verebilir.

1.2.2 Çözelti Karıştırma Yöntemi

Bu yöntemde polimer uygun bir çözücü içerisinde çözündükten sonra, aynı çözücüde çözünmeyen boyutu indirgenmiş takviye edici materyal ultrasonik banyo yardımıyla tanecikleri birbirinden ayrıldıktan sonra bir araya getirilip yaklaşık 1 gün karıştırılır. Karışım bir petri kabına alınır ve uygun sıcaklıkta çözücüsü tamamen buharlaşana kadar kurutulur. Bu yöntem daha çok az miktarda sentez yapılacağı zamanlarda, sıcaklıkla bozunan polimerler için veya deneysel çalışmalarda tercih edilmektedir.

1.3 Pomza ve Skorya

Volkanik kaya, esas olarak kristalden veya amorf bir formda alüminyum silikattan oluşan bir malzemedir. Volkanik kayaçlar, temizleyici maddeler ve parlatma bileşikleri de dahil olmak üzere çeşitli endüstriyel amaçlar için kullanılabilir, asfaltta bileşen olarak ve tarımda gübre olarak kullanılabilirler. Ek olarak, boyama, inşaat, yalıtım ve dolgu araçları, güneş pili ve volkanik gaz rezervuarları için de kullanılabilirler. Volkanik kayaçların gerekli uygulaması, kimyasal ve mineral bileşimine ek olarak geometrik şekle (partikül büyüklüğü ve yüzey alanı) bağlıdır. Volkanik kayaçların çoğunda minör oranlarda çok çeşitli silika, alümina, demir oksitler ve diğer oksitler bulunur. Volkanik kayaçların mineralojik bileşimi ve özellikleri magmanın kökenine ve patlama koşullarına bağlıdır.Volkanik kayaçlar genellikle skorya ve pomza şeklindedir. Pomza gözenekli veya veziküler bir yapıya sahip siyahtan beyaza kadar renklere sahipken, skorya siyahtan hafif kırmızıya kadar değişen renklere sahiptir [3].

"Ponza" veya "Pomza" İtalyanca'dan gelmektedir. Farklı dillerde farklı isimleri Fransızca'da "Ponce" olarak adlandırılır, İngilizce'de orta olanlar "Ponza" dır , doğal olarak küçük olanlar "Pumisit", Almanca'da büyük olanlara "Bimstein", miniklere de "Bims" denir. Türkçede "Sünger taşı", "Topuk taşı" olarak bilinir. Dünyanın pomza rezervleri 16 milyar tondan fazla, ABD en büyük rezervlere sahipken, Türkiye toplam pomza rezervleri bakımından ikinci sırada yer almaktadır [4].

1.4 Literatür Özeti

Uzun yıllar boyunca PVB mekanik özellikler, partiküllere yapışma, dielektrik özellikleri ve nem direnci nedeniyle polimer matrisi olarak büyük bir ilgi görmüştür.

Shu-Yu-Liu Grafen/Polianilin gömülü PVB (GPANI) ile oluşturulan kompozit filmindeki GPANI %1'den az olan konsantrasyonu için kompozit filmdeki dalga boyu bölgesi (380-780 nm) boyunca %96 dan fazla tek tip geçirgenlik sağlamış ve yüksek optik şeffaflık sayesinde filmin ekran entagrasyonu için uygun olduğunu belirtmişlerdir. Ayrıca GPANI mikropartiküllerinin ayrık dağılımı nedeniyle film yüzeyine dik doğrultuda iletkenlik gözlemlemiş fakat film yüzeyine paralel yönde iletken olmadığını saptamışlardır [5].

Peng Zhou ve arkadaşları hazırladıkları SiC/PVB kompozit granülleri ile şekil, boyut, dağılım ve akışkanlık ile ilgili parametreler incelemiş olup standart miktarda PVB ilavesi ile akışkanlık ve yayılma performansının iyi olduğu, dalga boylarının 500 nm altında iyi bir lazer emici özellik gösterdiği ve boyut dağılım özelliğinin eklenen bağlacı ile iyileştiğini saptamışlardır [6].

M. Hajian ve arkadaşları PVB/Grafen ile oluşturduğu %0.1-%0.6 konsantrasyonlu PVB kompozitlerinin konsantrasyon artışı ile gerilim katsayısı, gerilim gücünü ve çekme dayanımının arttığı fakat kopma uzamasının azaldığını tespit etmişlerdir [7].

M.S Amin ve arkadaşları, ağır metallerin uzaklaştırılmasında sıradan porlant çimentosu/pomza ile hazırlanan kompozitlerin, yüksek dozda ağır metal kullanıldığında (Ni^{2+} ve Co^{2+}) iyonları için daha yüksek immobilizasyon değerleri gösterdiğini ayrıca pomza miktarının artışı ile basınç dayanımının azaldığını saptamışlardır [8].

Bahri Ersoy ve arkadaşları asidik pomzanın karakterizasyonunun belirlenmesi üzerine yaptığı çalışmada partikül boyutu azaldıkça toplam gözenek hacmi ve toplam gözenek yüzey alanın da önemli ölçüde azaldığını, pomzanın ısıl kararlılığını yaklaşık 900 °C'ye kadar koruduğunu, pH 1.8 ile 11.4 arasında bir negatif yüzey yükü olduğunu ve Cl^{-}, Br^{-} $SO_4^{2-,}$ Na^{+}, $Al(OH)^{2+}$ ve Ca^{2+} iyonlarından absorbe edemediği fakat $C_{16}H_{33}(CH3)_3N^{+}$, Al^{3+} ve $Al(OH)^{2+}$ katyonlarını adsorbe edebildiğini ve H^{+} ve OH^{-} iyonlar asidik pomza için potansiyel belirleyici iyonlar olduğunu tespit etmişlerdir [9].

Manammel ve arkadaşları Polivinil alkol/Polivinilprilidon pomza kompozitlerinin ile termal, mekanik ve elektriksel özelliklerini incelemiş pomza kütle yüzdesindeki artışla birlikte camsı geçiş sıcaklığının düştüğünü gözlemlemişlerdir [10].

Özden Yenigün, PVB sistemine karbonnanotüp takviyesi yapıldığında zincir dinamiğinin değiştiğini saf PVB nin yörünge çapının daha dar bir dağılıma sahip olduğunu, karbon nanotüp ilavesi ile bu dağılımın genişlediğini ifade etmiştir. Yapılan çalışma sonucunda ayrıca saf PVB nin camsı geçiş sıcaklığını 349 K civarında karbon nanotüp takviyesi sonucunda camsı geçiş sıcaklığının 3 ^{o}C arttığını tespit etmiştir [11].

Sedat Karaman ve arkadaşları, alçıya ilave edilen pomza ve ayçiçek sapının kompozit malzemenin ısı yalıtım özelliğini iyileştirdiğini ancak malzemenin birim ağırlığının düşürülmesi eğilme ve mekanik direncini azalttığını su emme kapasitesini arttırdığını her türlü yüke ve suya karşı korunması gerektiğini saptamıştır [12].

Shamsudin N. Syaqira, %80 PVB ve %20 SPF (şeker hurma elyafı) içeren lamine kompozitin ölçümü sonucu sertlik değerinin oldukça yüksek olduğunu tespit etmiştir. PVB oranının çok fazla arttırılması, yüksek çekme gerilmesine neden olduğu belirtilmiş çekme testi için, modülün artan PVB oranı ile yüksek bağlanma gücü ve esnekliği nedeniyle uzun kesim SPF, kısa kesime göre daha iyi su direnci gösterdiğini bu sonuçlara göre bileşim binalardaki ön camlar ve cam paneller için uygun olan malzemenin (%20 SPF-%80 PVB-kısa kesim elyafı) olduğunu tespit etmiştir [13].

Kutlay Sever ve arkadaşları, polipropilenin mekanik, viskoelastik, termal, morfolojik, kristalografik ve termomekanik davranışları incelenmiş kompozitler, yüksek hızlı bir termo kinetik karıştırıcı ve sıkıştırma kalıplama kullanılarak polipropilene ağırlıkça %0-40 pomza taşı eklenerek üretilen kompozitlerden pomza tozunun ağırlıkça %10'u polipropilen ile doldurulduğunda en yüksek çekme ve eğilme mukavemeti değerleri sırasıyla 26.5 ve 46.4 Mpadır polipropilenin başlangıç bozunma sıcaklığı pomza tozu yüklenmesiyle 39°C arttırdığı ve polipropilenin kristallenmesinde önemli bir artışa yol açtığı gözlenmiştir. Polipropilenin termal iletkenliğinin pomza tozu ile artış gösterdiği bildirilmiştir [14].

Thamer Alomayri ve Hasan Asaedi, doğal liflerin veya nano dolgu maddelerinin uygun şekilde eklenmesinin, jeopolimer kompozitlerin ve nanokompozitlerin nem direnci üzerinde artış gösterdiğini tespit etmişlerdir [15].

Dengchao Liu ve Shubo Deng, $ZrO(OH)_2$/karbonnanotüp(CNT) nanokompoziti, Langmuir izotermine göre sırasıyla 78.2 ve 124.6 mg/g maksimum adsorpsiyon kapasiteleri ile hem As(III) hem de As(V) için yüksek adsorpsiyon gösterdiği gözlemlenmiş olup 10 µg/L'lik denge konsantrasyonunda $ZrO(OH)_2$/CNT'lerin adsorpsiyon kapasiteleri, pH 7'de As(III) için 2.0 mg/g ve As(V) için 7.2 mg/g olarak ölçülmüş bununla beraber As(III) ve As(V)'in $ZrO(OH)_2$/CNT'ler üzerindeki adsorpsiyon oranları $ZrO(OH)_2$ nanoparçacıklarından daha yüksek olduğu saptanmıştır. Bu değerler $ZrO(OH)_2$/CNT nanokompoziti, As(III) ve As(V)'in içme suyundan uzaklaştırılması için umut verici bir uygulama potansiyeli göstermektedir [16].

Benzer bir çalışma fenolün maksimum verim giderimi için yapılmıştır. Maryam Heydari ve arkadaşları adsorbanları karakterize etmek için Fourier transform kızılötesi spektroskopisi (FTIR), X-ışını kırınımı (XRD) ve taramalı elektron mikroskobu (SEM) kullanılmış ham pomza ve manganez içeren pomza kompoziti için verim sırasıyla %89.14 ve %100 olarak elde edilmiştir. Elde edilen veriler, pH'ın farklı değişkenler arasında fenol giderimi üzerinde etkili bir parametre olduğunu göstermiştir. İzotermler ve kinetik modeller kullanılarak verilerin değerlendirilmesi, her iki adsorban için Langmuir izotermi ile desteklenmiştir. Elde edilen verilere göre, pomza kompozitlerinin atık su standartlarını karşılamak için fenolün uzaklaştırılmasının verimliliği artırabileceği gözlemlenmiştir [17].

Deniz İzlen ÇİFÇİ, biyolojik olarak işlenmiş tekstil ürünleri ile hazırlanan Fe-Cu pomza kompoziti %3,5 Fe,%3,5 Cu içeren atık su UV/Fenton oksidasyon ile incelenmiştir. Yüksek renk giderme 3-5 g/L Fe-Cu-Pomzad elde edilmiş. Çalışma sonucunda Fe-Cu-Pomza kullanılarak UV/Fenton benzeri oksidasyon işleminin renk elde etme açısından çok uygun bir işlem olduğu görülmüş biyolojik olarak işlenmiş tekstilin organik madde giderimi ve atık suyun iyileştirilmesi için uygun olduğu tespit edilmiştir [18].

Jose D. Ambrosio, verimli ve basitleştirilmiş bir işleme stratejisi polivinil butiral (PVB)/odun unu (WF) geri dönüştürülmüş kompoziti incelenmiş ve PVB'nin termostabilitesinin kompozit işleme penceresi için sınırlayıcı faktör olduğu ve odun unu ve PVB'nin önceden kurutulmasının hidrolitik bozunmayı önlemek için önemli bir faktör olduğunu görmüştür. Odun unu eklenmesiyle bağıl ve gerçek yoğunluk lineer olarak arttığını saf PVB'nin sertliği 18 Shore D'dir ve %55 WF içeren kompozit, %230 artışla 60 Shore D sertliğine sahip olduğu tespit edilmiştir. Ayrıca WF'nin dahil edilmesi PVB sönümleme etkisini azalttığı ancak cam geçiş sıcaklığını önemli ölçüde değiştirmediği gözlemlenmiştir. Bu çalışma, geri dönüştürülmüş malzemelerden esnek ve doğal bir kompozitin basit ve ekonomik açıdan çekici bir şekilde üretilmesi amaçlandığında oldukça olumludur [19].

A. K Dhaliwal ve J. N Saman, PVB'yi ve cam geri dönüşüm ünitelerinden geri kazanılan geri dönüştürülmüş malzemeleri karakterize etmek için bir dizi termal analitik teknik kullanılmıştır. İncelenen dereceler arasında PVB amorf bir kauçuk olduğundan, cam geçiş sıcaklığının plastikleştirici içeriğine göre değiştiği gözlemlenmiştir [20].

Xiaoqing Xu, polivinil butiral (PVB) lamine camda, plakanın malzeme özellikleri ile birlikte bol miktarda darbe bilgisi içerebilen dinamik yüklemeye tabi radyal çoklu çatlama olayı aynı kurulumu açıklayan sayısal bir simülasyon 3B modeli önerilerek genişletilmiş, çatlak problemini incelemek için sonlu elemanlar yöntemi (XFEM) ile deney sonuçları doğrulanmıştır. PVB ara tabakasının, cam kırma DSIF'lerinde çok önemli bir rol oynadığı kanıtlanmıştır. Bu çalışma PVB lamine camdaki radyal çoklu çatlak üzerindeki temel çatlak yayılma mekanizmasının açıklanması darbe bilgisi çıkarma ve çatlamaya dayanıklı yapı tasarımı ve malzeme seçimi için rehberlik sağlayabilmektedir [21].

Jayakrishnan P ve M.T.Ramesan, erime sıcaklığı ve cam geçiş sıcaklığının Polivinil alkol(PVA) deki pomza parçacıklarının ağırlık yüzdesi ile artış gösterdiği tespit edildi. Pomza ve dolgu ilavesi ile iletkenlik ve dielektrik özelliklerin azaldığı bulundu. İlave pomza ile DSC analizinden pomza ve PVA arasındaki moleküller arası etkileşimi gösterilmiştir. Kimyasal olarak modifiye edilmiş pomza/PVA kompozitinin genel özellikleri PVA/modifiye edilmemiş pomza örneklerinden daha yüksek olduğu tespit edilmiştir [22].

1.5 Çalışmanın Amacı

Bu çalışmada, sanayide kullanılan polivinil bütiral polimerinin farklı tane boyutlarındaki asidik pomza, bazik pomza ve skorya takviye edici materyalleri ile kompozitleri oluşturulmuş ve bu materyallerin ışık geçirgenliği, sıcaklıkla bozunma ve termal iletkenlik gibi bazı özelliklerinin ne yönde değiştiği incelenmiştir. Polivinil bütiral polimeri, özellikle cam sanayinde, kırılmaz camların yapılmasında kullanılan tek polimerdir. Bu nedenle camların kullanıldığı her sektörde mesela otomotiv ve inşaat sektöründe çok önemli ve fazla kullanım alanına sahip bir polimerdir. Genellikle takviye edici materyal kullanılmadan tercih edilmektedir. Camların renkli olması için ise polimerden bağımsız olarak camın dış yüzeyine kaplanan filmler veya camın içine karıştırılan boyar maddeler ile renklendirme yapılmaktadır. Günümüzde yurtdışı kaynaklı birkaç firma, bentonit gibi doğal kaynakları kullanarak polivinil bütirale ekleyerek renkli cam yapmaya başlamıştır. Fakat henüz pomza ve skoya tozları ile yapılmış ürünler mevcut değildir. Bu volkanik kayaçlar, kil minerallerinden daha kullanışlıdırlar. Çalışmada bu kayaçların seçilmesinin en önemli nedenleri, bunların son derece inert olması yani kimyasal reaksiyona girme isteğinin oldukça az olmasıdır, ve bu durum bu kayaçların yüzyıllar boyunca bozunmadan kalmasını sağlar. Aynı zamanda nem tutma özellikleri de yoktur. Suyu sevmeyen polimerlerle karıştığında kompozitin kararlılığı için iyi bir özelliktir. Güneş ışığı veya dış etkenlerden de etkilenmezler. Yani, oluşan kompozitdeki polimeri kimyasal olarak etkilemeyeceği gibi, herhangibir son kullanma tarihi de olmayacaktır. Özellikle güneş altında bozunan boyar maddelere çok iyi bir alternatiftir. Ayrıca toksik değildir. Kullanılan malzeme bozulup çöpe atıldığında ya da geri dönüşümde hiçbir zararlı etki oluşturmayacaktır. Doğadan gelip aynen doğaya geri dönebilir. Boyar maddelerin doğal yaşama olan toksik etkileri düşünüldüğünde oldukça faydalı bir materyalle karşı karşıya olduğumuz görülmektedir. Tüm bu nedenlerden dolayı, üretilen bu yeni malzemelerin, polivinil bütiralin kullanım alanlarını arttıracağı düşünülmektedir.

2. MATERYAL METOD

2.1 Malzemeler

Bu çalışmadaki asidik pomza, tane boyutu 2-3 cm olacak şekilde Nevşehir ilindeki Soylu Grup Madenciliğe ait bir ocaktan, siyah pomza ve skorya ise, Kayseri'deki bir ocaktan alınmıştır. Polivinil bütiral ise yüksek saflıkta ve toz halinde kullanılmıştır.

Asidik Pomza Bazik Pomza Skorya

Şekil 2.1: Çalışmada kullanılan dolgu materyalleri [23,24]

2.2 Metod

2.2.1 Takviye Edici Materyalde Boyut Eldesi

Retsch marka bilyeli öğütücüde pomza taşları direkt 20 dakika boyunca öğütülmüş, öğütülen partiküller bir beher içerisindeki suda çalkalanıp çökmeye bırakılmıştır. Yaklaşık iki saat sonra üst kısımdan çekilerek santrifüj işlemiyle katı sıvı ayrılmış ve katı kısım kurutularak kullanılmıştır. Tüm katı partiküllerinin tane boyutu analizi su içinde yapılmıştır.

Tablo 2.1: Asidik pomza, bazik pomza ve skoryanın su içinde çökmesi için beklenen süreler ve ölçülen tane boyutları

Numune	Çökmesi için beklenen süre
Asidik Pomza (1)	2 saat
Asidik Pomza (2)	6 saat
Asidik Pomza (3)	20 saat
Bazik Pomza (1)	2 saat
Bazik Pomza (2)	6 saat
Bazik Pomza (3)	20 saat
Skorya(1)	2 saat
Skorya(2)	6 saat
Skorya(3)	20 saat

2.2.2 PVB/pomza ve PVB/skorya Kompozitlerinin Sentezi

Eriyik karıştırma yöntemi ve çözelti karıştırma yöntemine alternatif olarak bir mekanik karıştırma yöntemi uygulandı. Eriyik karıştırma yöntemi ile PVB direkt etüve alındığında yapışma eğilimi gösterdi ve üzerine takviye edici materyal ilave edildiğinde homojen görünüme ulaşmadı. Bu nedenle kompozit eldesi için ilk olarak temiz bir havan içinde Tablo 1.1' de boyutları analiz edilmiş farklı miktarlardaki pomza ve skorya tozları 10 dakika dövülerek yapışmış tanecikler birbirinden ayrıldı. Havan temizlenip kurutulduktan sonra her bir tozun üzerine 5 g PVB karıştırılarak 10 dakika daha havanda dövüldü. Elde edilen karışım teflon petri kabının alt yüzeyine düz ve boşluk kalmayacak bir şekilde yayıldı ve polimerin erime sıcaklığına yakın bir değer olan 100 ^{0}C deki etüve üzerine teflon bir petri kabı daha koyularak 30 dakika bekletildi. 30 dakika sonra her iki yüzeyi de düz olması için bu karışım ters çevirilip 30 dakika daha bekletildi. Sonuçta polimer dolgu materyali toz karışımı 60 dakika sonunda sert bir polimer filme dönüşmüş oldu. Referans olarak kullanılmak üzere, takviye edici materyal eklenmemiş saf 5 g PVB de aynı işlemlerden geçirildi. Elde edilen bu filmler diğer aşamalarda başka hiçbir işleme uğramadan direkt kullanıldı.

Tablo 2.2: Sentezlenen PVB filmlerinin kütlece yüzdeleri

Filmler	PVB/dolgu materyali kütlece yüzdesi
PVB/asidik pomza	% 0,1 % 1 % 5 % 10
PVB/bazik pomza	% 0,1 % 1 % 5 % 10
PVB/skorya	% 0,1 % 1 % 5 % 10

2.2.3 Polimer Filmlerin ve Takviye Edici Materyallerin Karakterizasyonu

2.2.3.1 SEM-EDX Elementel Analiz

1 mikronun altında üç farklı tane boyutu ile elde edilen dolgu materyallerinin SEM-EDX analizlerini yapmak için (1) numaralı örnekleri tercih edilmiştir. ZEISS marka elektron mikroskobu ile yapılan ölçümlerde örnekler altın paladyum ile kaplanarak analiz edilmiştir. X ışını dedektörü ile de elementel analiz yapılmıştır.

2.2.3.2 Partikül Boyutu

Farklı boyutlarda hazırlanan pomza ve skorya tozları suya konulmuş ve ultrasonik banyoda homojenize edilmiştir. Bu analiz Malvern marka nano-Zetasizer cihazı kullanılarak yapılmıştır.

2.2.3.3 Işık Geçirgenliği Analizi

Polimer filmlerin ışık geçirgenliği analizi için, filmler iki adet mikroskop lamının arasına sıkıştırılıp kağıda sarılmış ve manyetik ısıtıcının üstüne konulmuş mermer iki bloğun arasına yerleştirilmiştir. Üzerlerindeki mermer ağırlık hem kaymasını önlerken hem de sıcaklığın sabitlenmesine yardımcı olmuştur. Film içeren camlar 110 ^{o}C'de 20 dakika ısıtılmıştır. Sonuç olarak iki lam, arasındaki film sayesinde birbirine yapışırken içindeki kompozit de saydam bir görüntüye kavuşmuştur. PerkinElmer marka spektrofotometreye ekli katı UV ölçüm cihazı ile analiz yapılmıştır.

2.2.3.4 Termogravimetrik Analiz (TG)

Sentezlenen polimer filmlerin sıcaklıkla bozunma analizi PerkinElmer Diamond simultane DT/TGA cihazı kullanılarak 15 ºC'lik sıcaklık artışları ile 30-600 ºC aralığında ve azot atmosferinde gerçekleştirilmiştir.

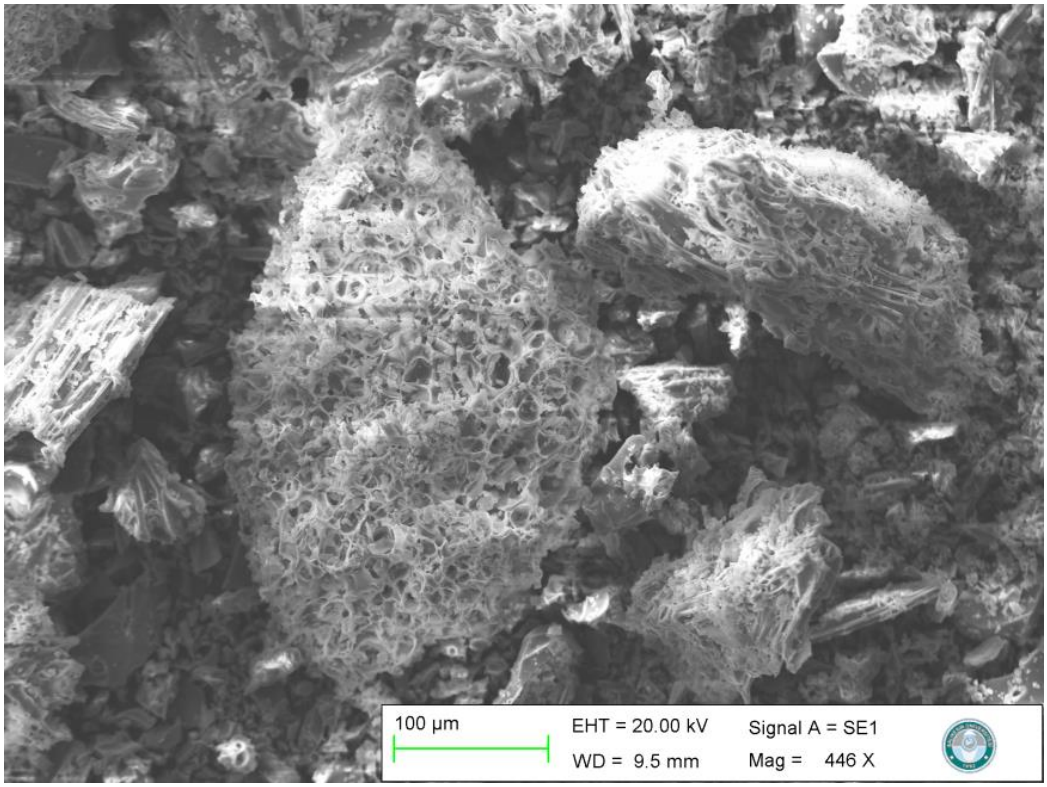
3. BULGULAR ve TARTIŞMA

Birbirinden farklı tane boyutlarındaki partiküllerin ve bunlarla hazırlanan PVB kompozitlerinin karakterizasyonu sonucu elde dilen bulgular bu kısımda incelenmektedir.

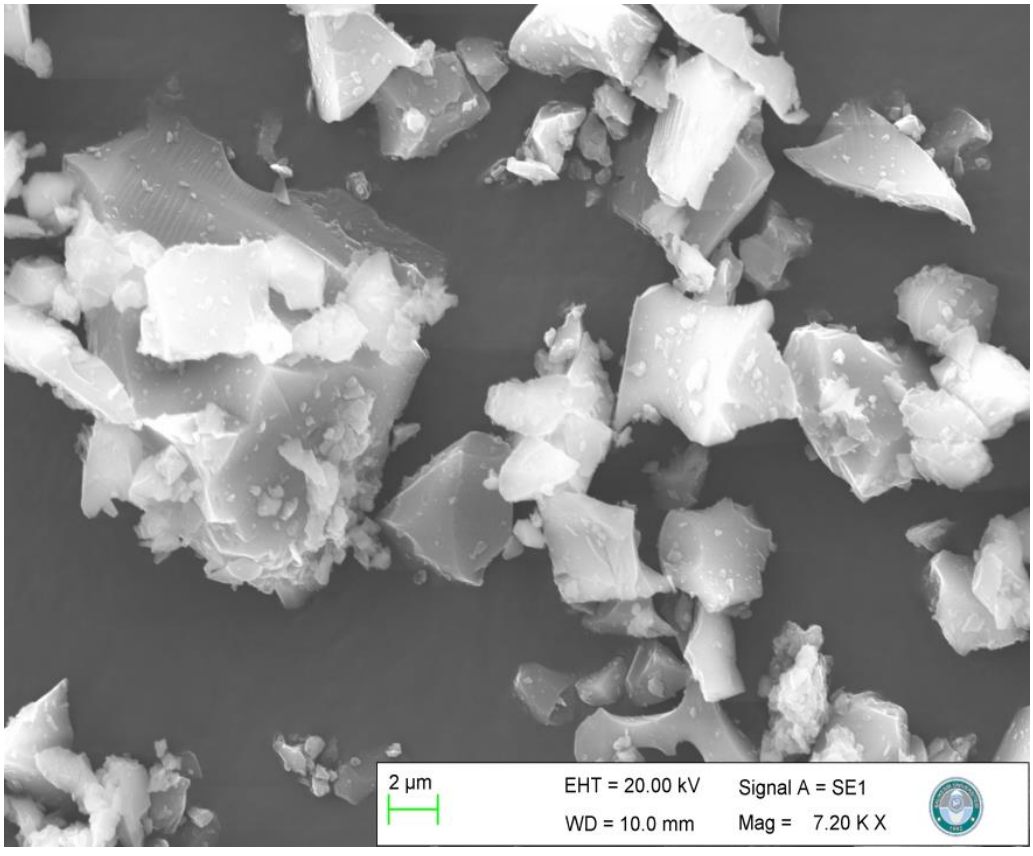
3.1 SEM-EDX Elementel Analiz

Taramalı elektron mikroskobu (SEM) ile yapılan analiz odaklanmış bir elektron demeti ile numune yüzeyini tarayarak görüntü elde edebilmektedir. En büyük tane boyutuna sahip takviye edici materyallerin SEM resimleri ve elementel analizleri bu kısımda verilmiştir. Şekil 3.1.a'da verilen asidik pomzanın 0-150 mikron ve 0-38 mikron tane boyutlarının SEM görüntüleri incelendiğinde, tabakaların kırılması sonucu pomzanın gözenekli yapısının tamamen kaybolduğu görülmektedir. Şekil 3.1.b' deki görüntüde taneciklerin öğütüldüğünde kolay kırılmasını sağlayan tabakalı yapının çizgileri net bir şekilde görülebilmektedir. Enerji dağıtıcı X-ışını spektroskopisi ile numunelerin elementel bileşimi daha nicel bir şekilde elde edilebilmektedir.

a)



b)

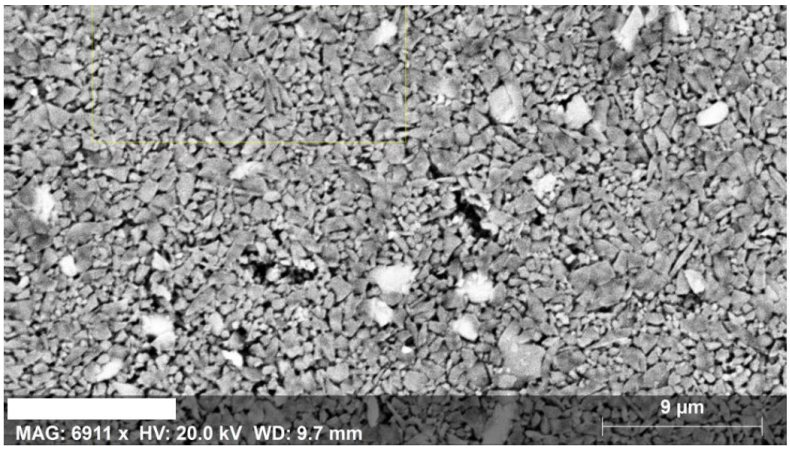


Şekil 3.1: Asidik pomzanın a) 0-150 mikron b) 0-38 mikron tane boyutlarının SEM görüntüleri.

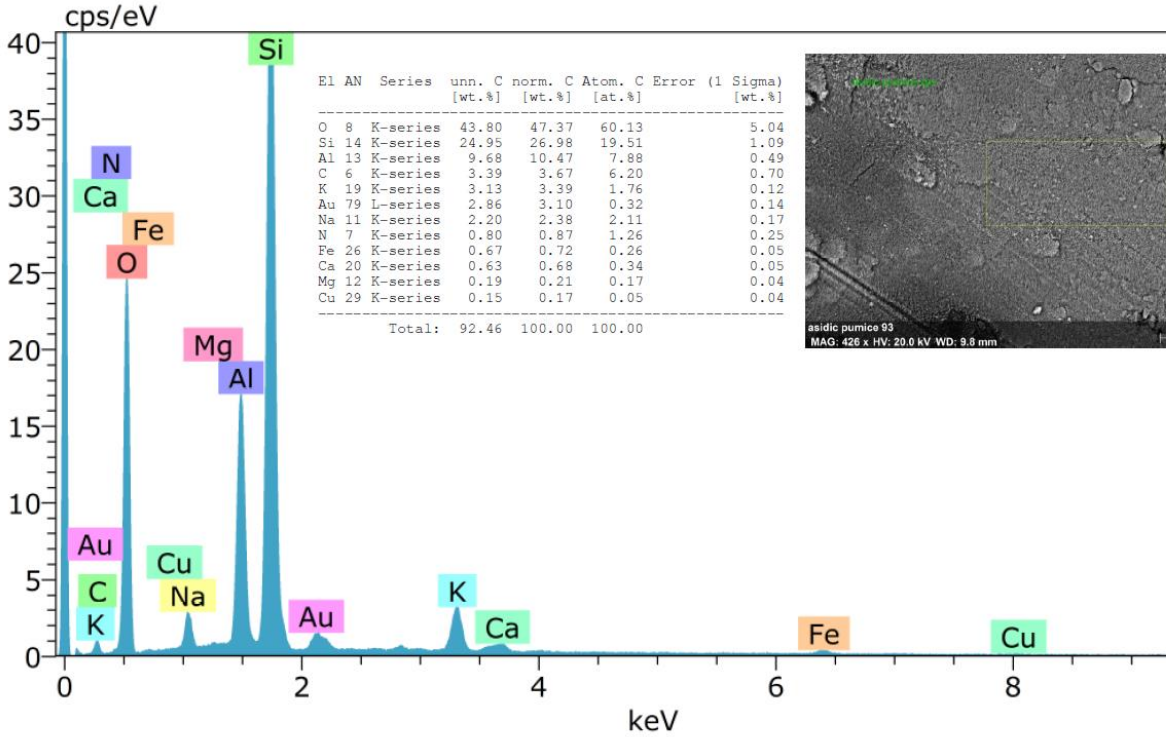
3.1.1 Asidik Pomza Elementel Analiz

Asidik pomzanın SEM görüntüsü ve elemental analiz grafiği Şekil 3.2'de verilmiştir. Grafiğe baktığımızda, yüksek mikrarda silisyum ve oksijen içerdiği, alüminyum oranının da oldukça fazla olduğu görülmektedir. Bunların yanında da az miktarlarda potasyum, sodyum, demir, kalsiyum, magnezyum ve bakır elementlerini içerdiği görülmüştür.

a)



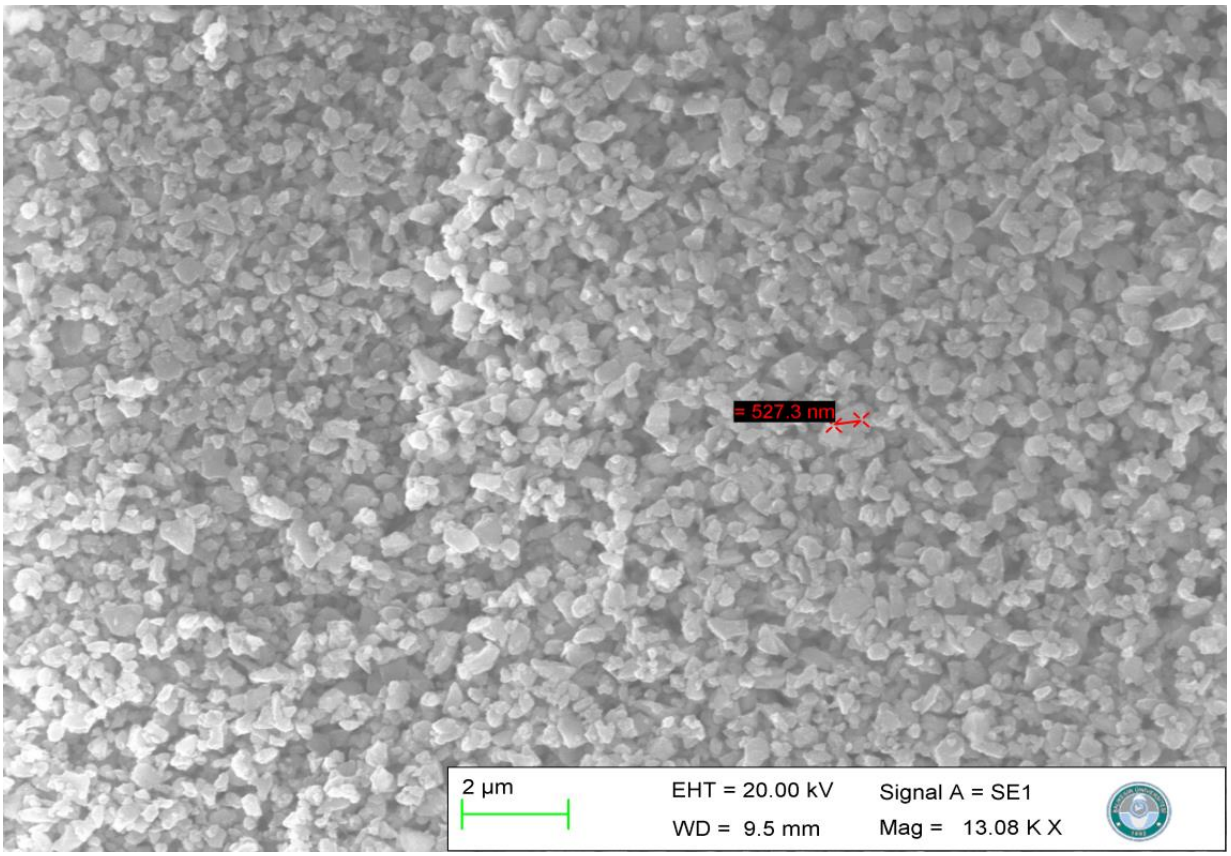
b)



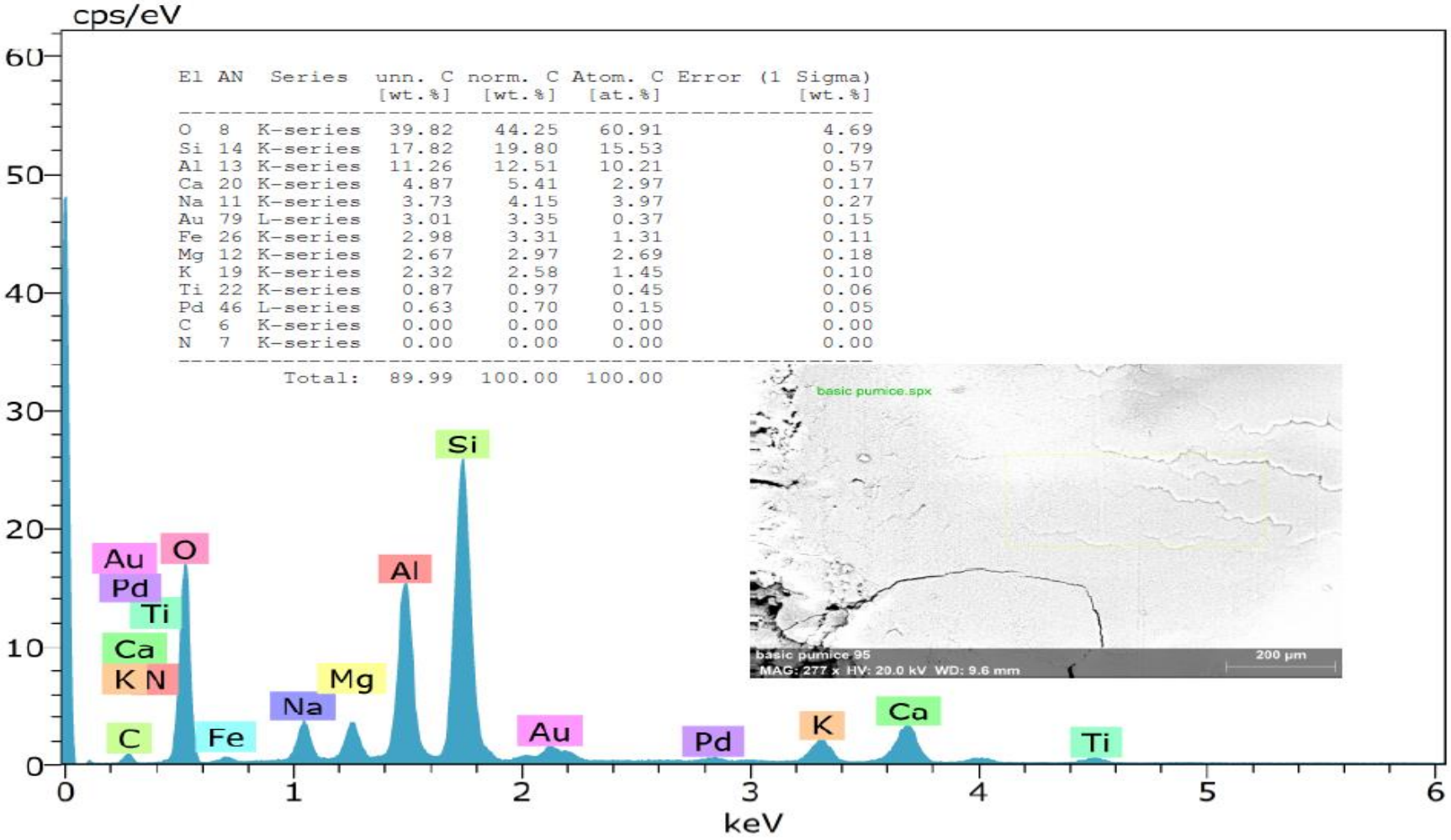
Şekil 3.2: Asidik pomza (1)'in a) SEM görüntüsü, b) EDX analizi

3.1.2 Bazik Pomza Elementel Analiz

Bazik pomzanın taneciklerin SEM görüntüsü ve elemental analiz grafiği, Şekil 3.3 ve 3.4'de verilmiştir. Tozların içeriğinde silisyum, oksijen ve alüminyum en yüksek orana sahipken; kalsiyum, sodyum, magnezyum, demir, bakır gibi miktarı az olan elementler mevcuttur.



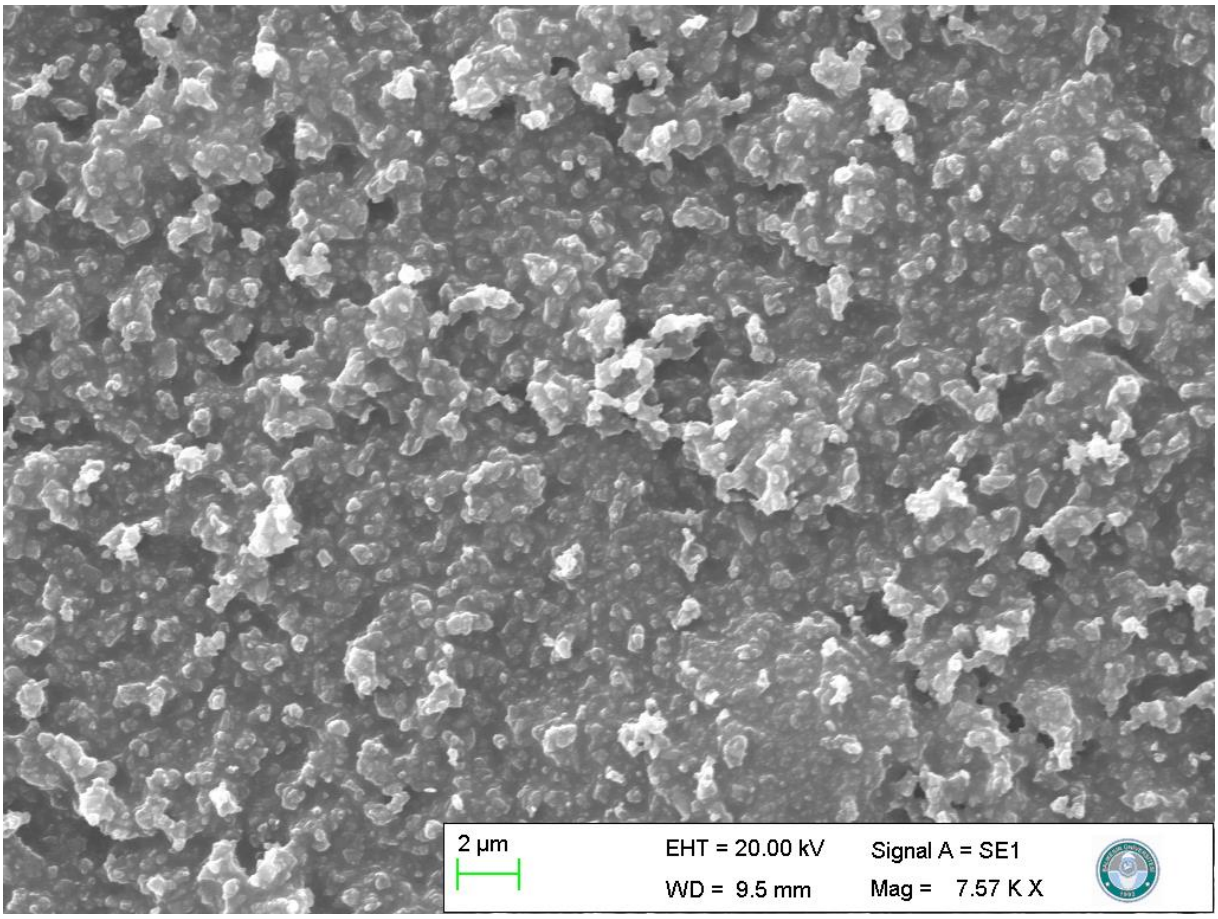
Şekil 3.3: Bazik pomza (1)'in SEM görüntüsü



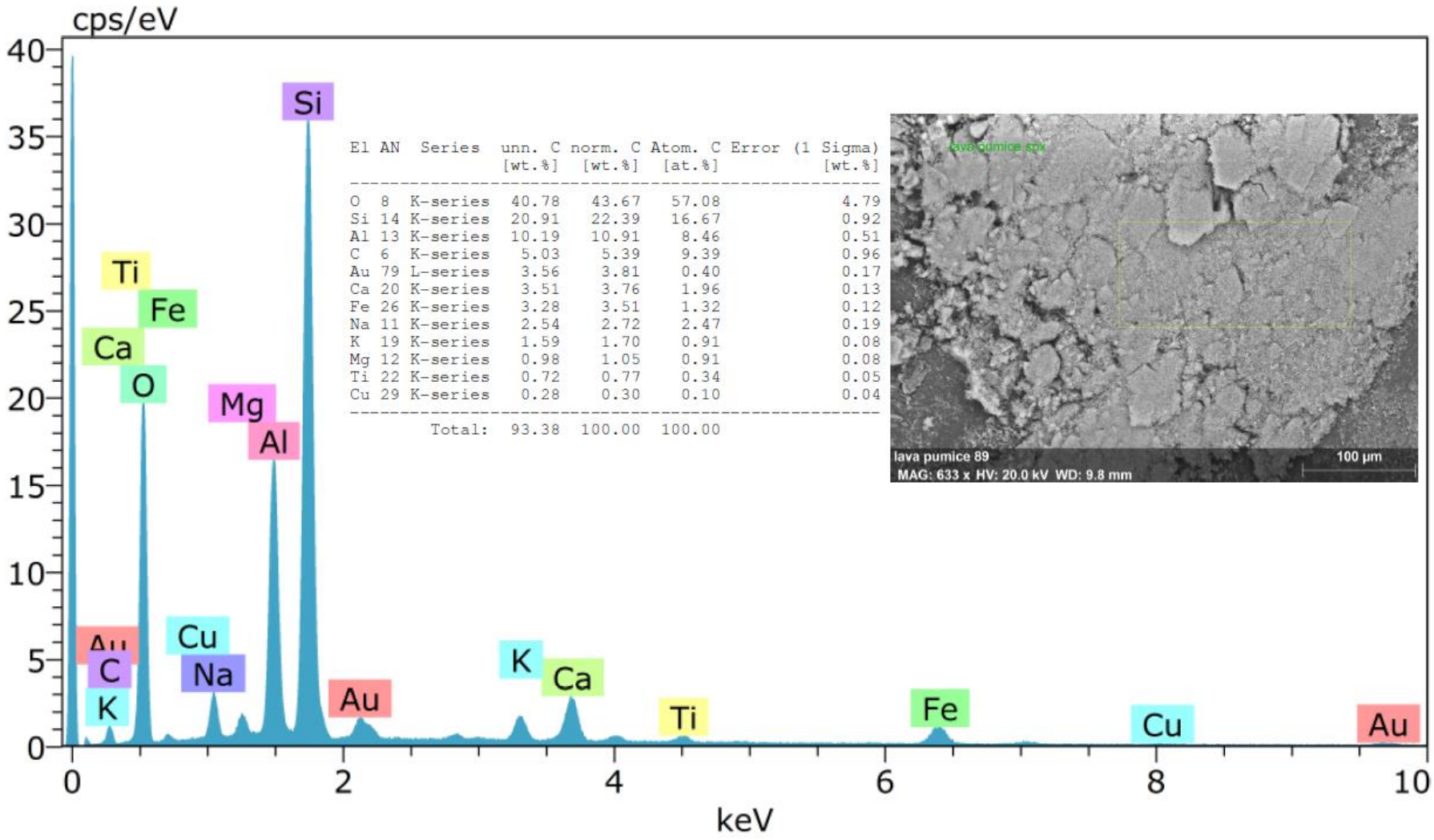
Şekil 3.4: Bazik pomza (1)'in EDX analizi

3.1.3 Skoryanın Elementel Analiz

Skorya, SEM görüntüsü ve elemental analiz grafiği, Şekil 3.5 ve 3.6'da verilmiştir. Pomzada olduğu gibi, tozların içeriğinde silisyum, oksijen ve alüminyum en yüksek orana sahipken; kalsiyum, sodyum, magnezyum, demir, bakır gibi miktarı az olan elementler mevcuttur.



Şekil 3.5: Skorya (1)'in SEM görüntüsü



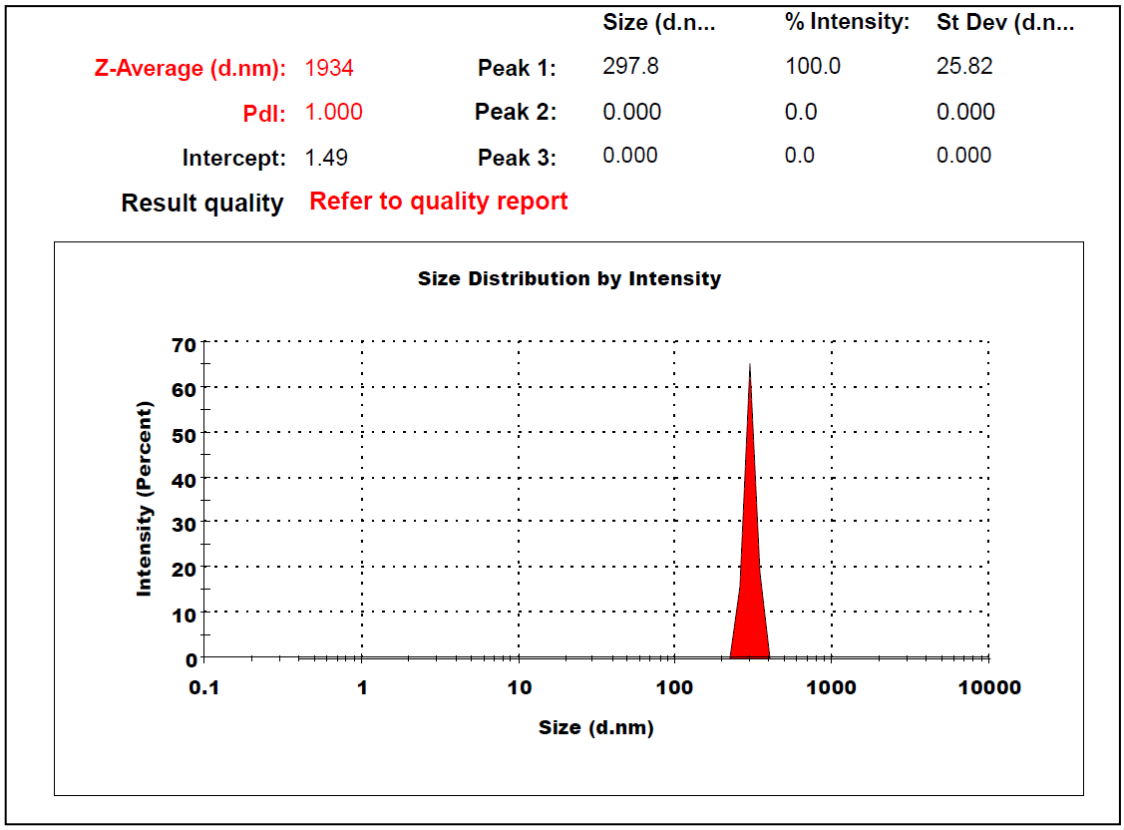
Şekil 3.6: Skorya (1)'in EDX analizi

3.2 Tane Boyutu Analizi

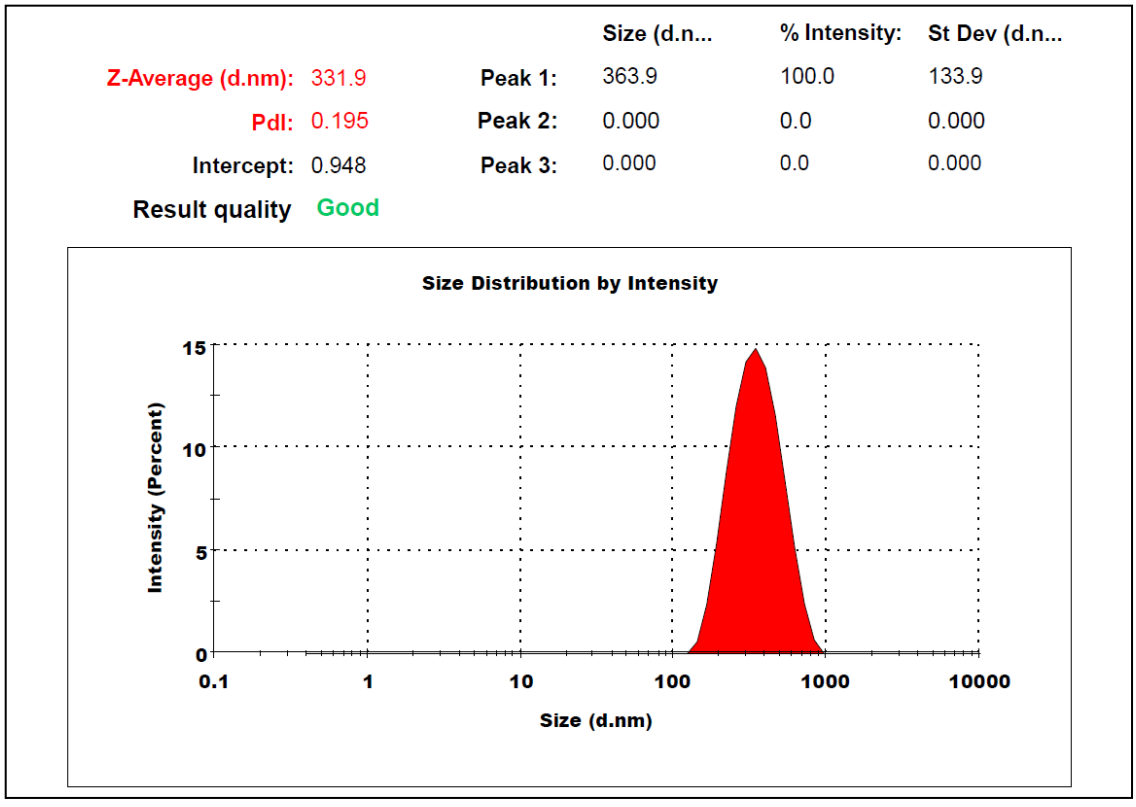
Tablo 3.1'de ölçülen tane boyutları ve nanozetasizer cihazından alınan analiz raporları da Şekil 3.7-3.12 aralığında verilmiştir.Tablodan da görüldüğü gibi katı partiküllerin çökmesi için geçen süre arttıkça tane boyutları azalmaktadır.Buradaki çökme olayı tamamen partikül büyüklüğüne göre olmaktadır.Büyük partiküller ağırlıkları nedeniyle hızla çökerken, küçük partiküller bir süre daha askıda kalabilmektedirler.Askıda kalma süreleri de yine tane boyutu ve buna bağlı olarak da ağırlıklarıyla alakalı bir durumdur.

Tablo 3.1: Asidik pomza, bazik pomza ve skoryanın ölçülen tane boyutları

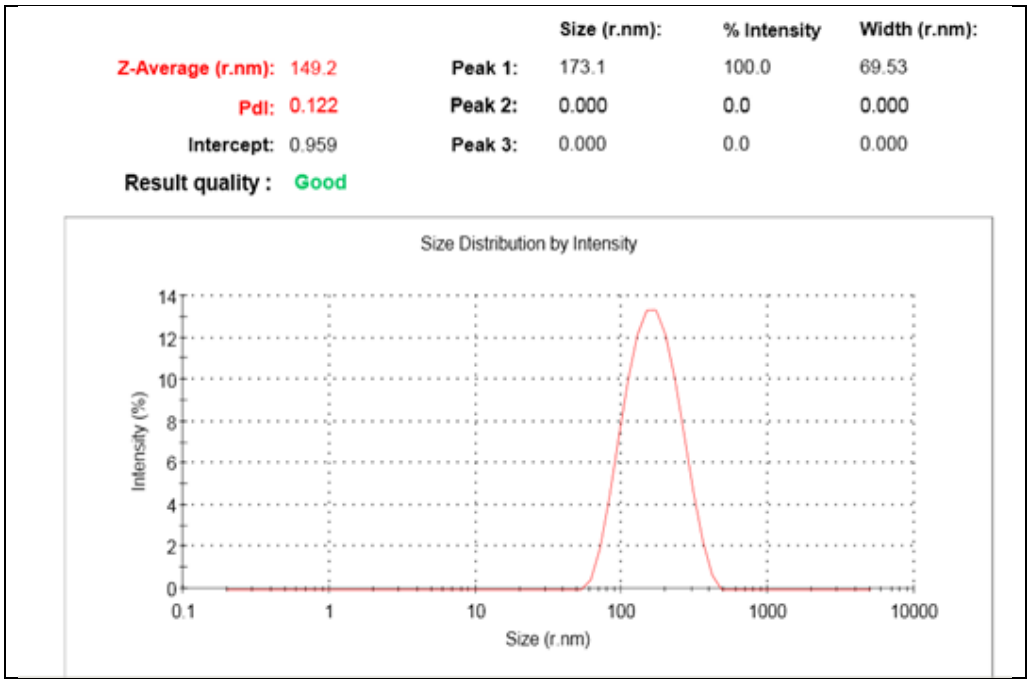
Numune	Tane boyutu(nm)	Çökmesi için beklenen süre
Asidik Pomza (1)	1935	2 saat
Asidik Pomza (2)	332	6 saat
Asidik Pomza (3)	147	20 saat
Bazik Pomza (1)	657	2 saat
Bazik Pomza (2)	476	6 saat
Bazik Pomza (3)	160	20 saat
Skorya(1)	553	2 saat
Skorya(2)	339	6 saat
Skorya(3)	128	20 saat



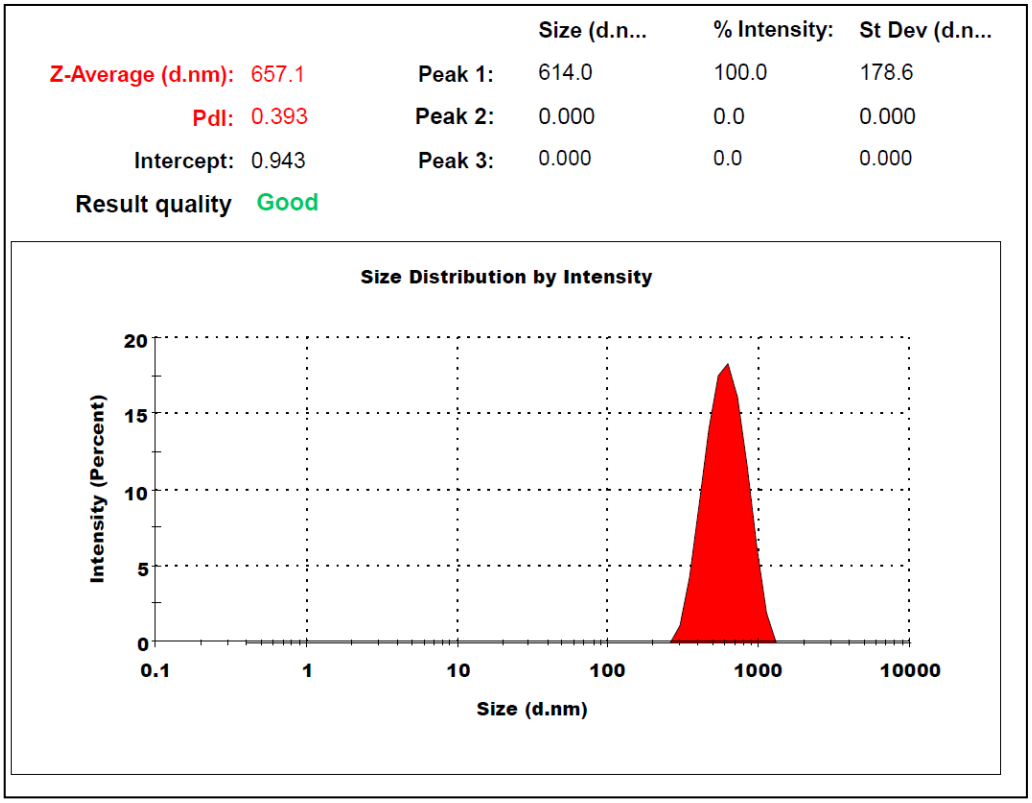
Şekil 3.7: Asidik Pomza (1) tane boyutu analizi



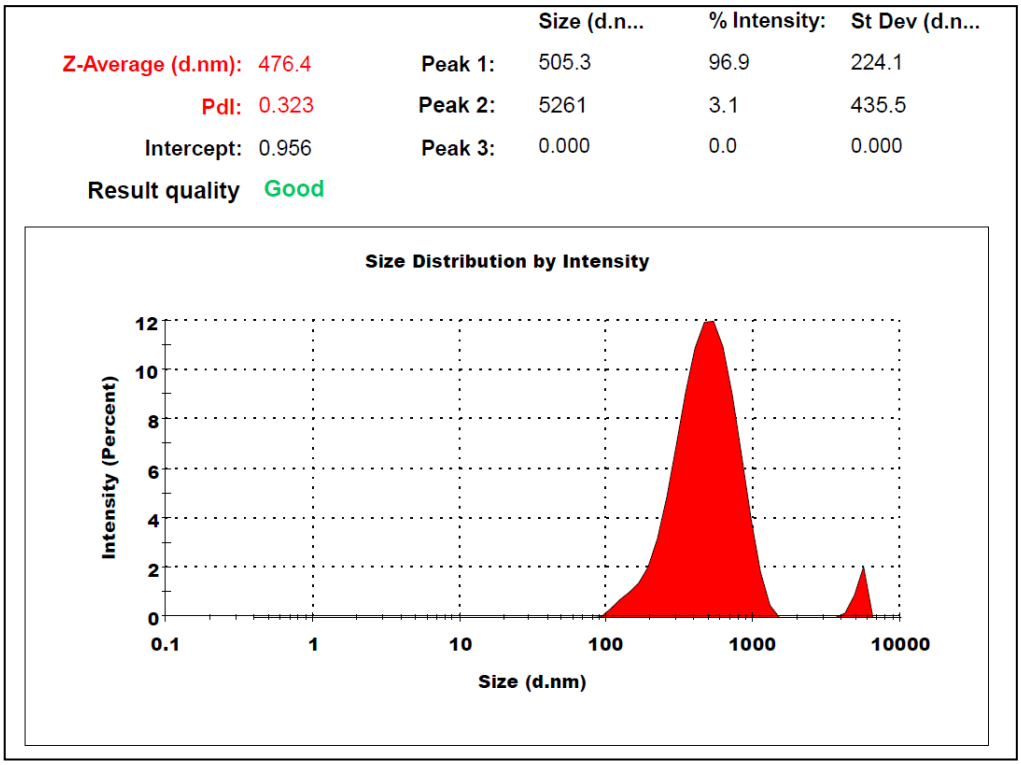
Şekil 3.8: Asidik Pomza (2) tane boyutu analizi



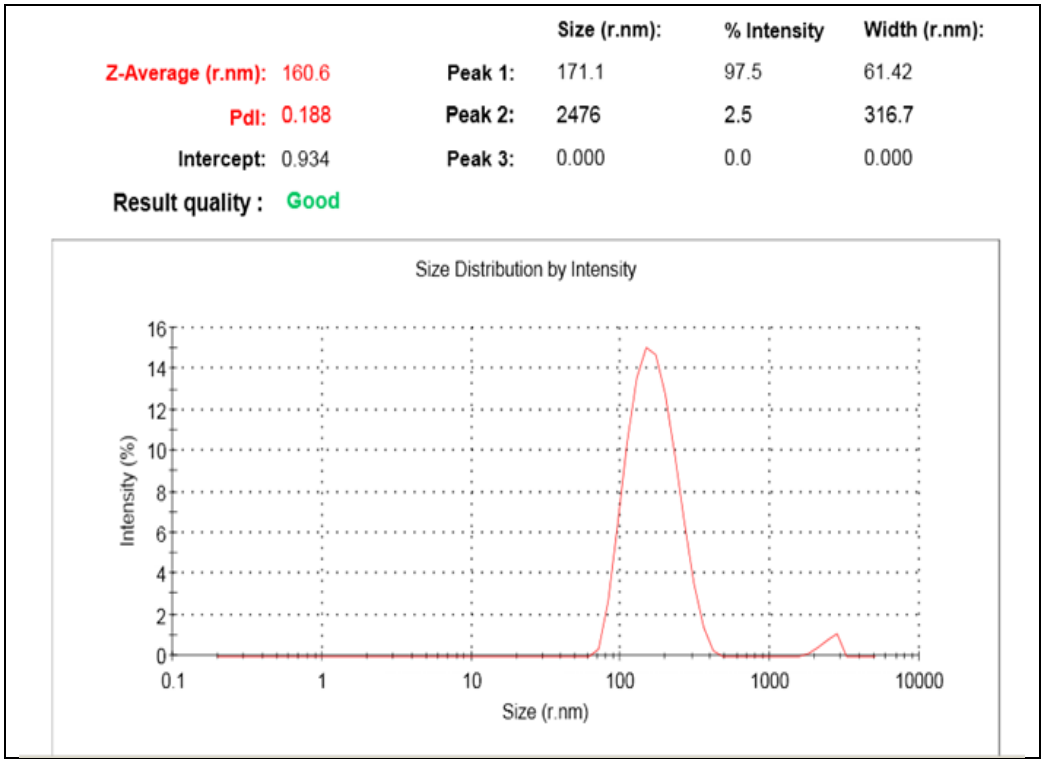
Şekil 3.9: Asidik Pomza (3) tane boyutu analizi



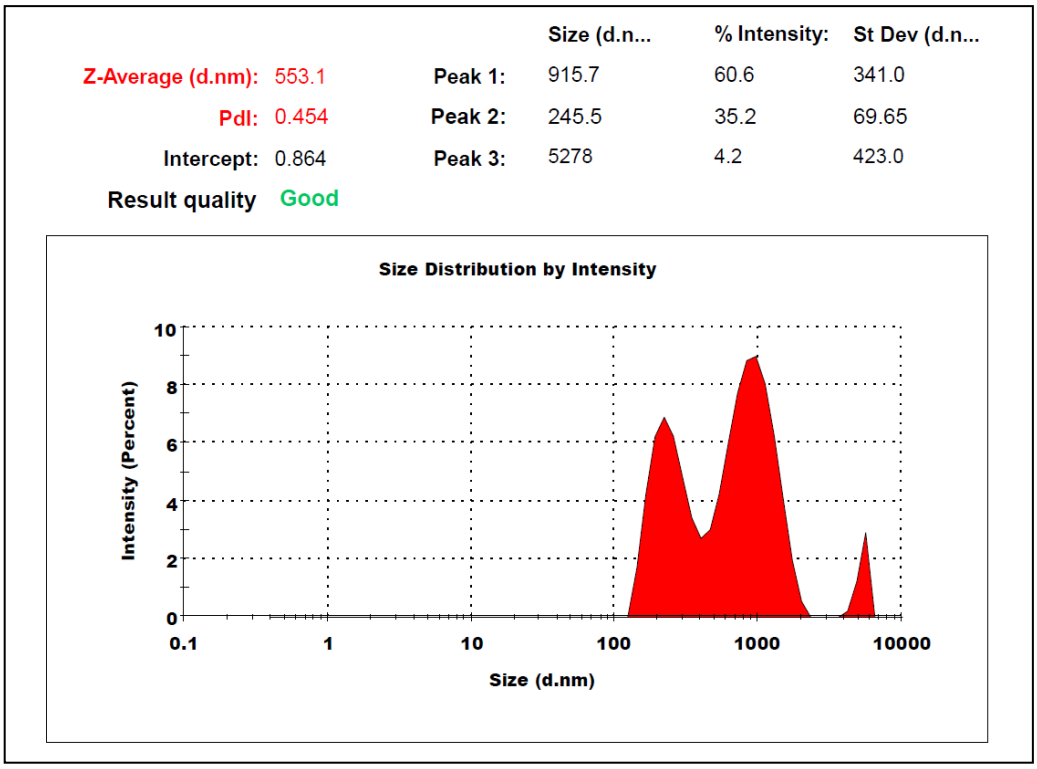
Şekil 3.10: Bazik pomza(1) tane boyutu analizi



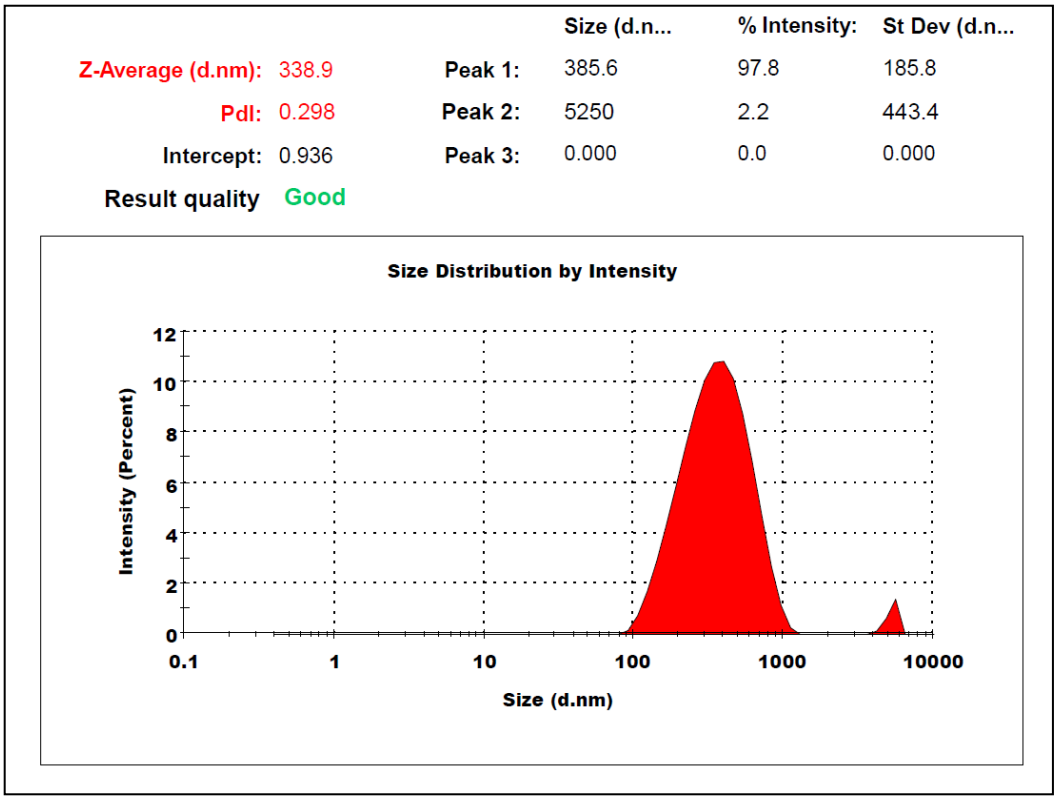
Şekil 3.11: Bazik pomza (2) tane boyutu analizi



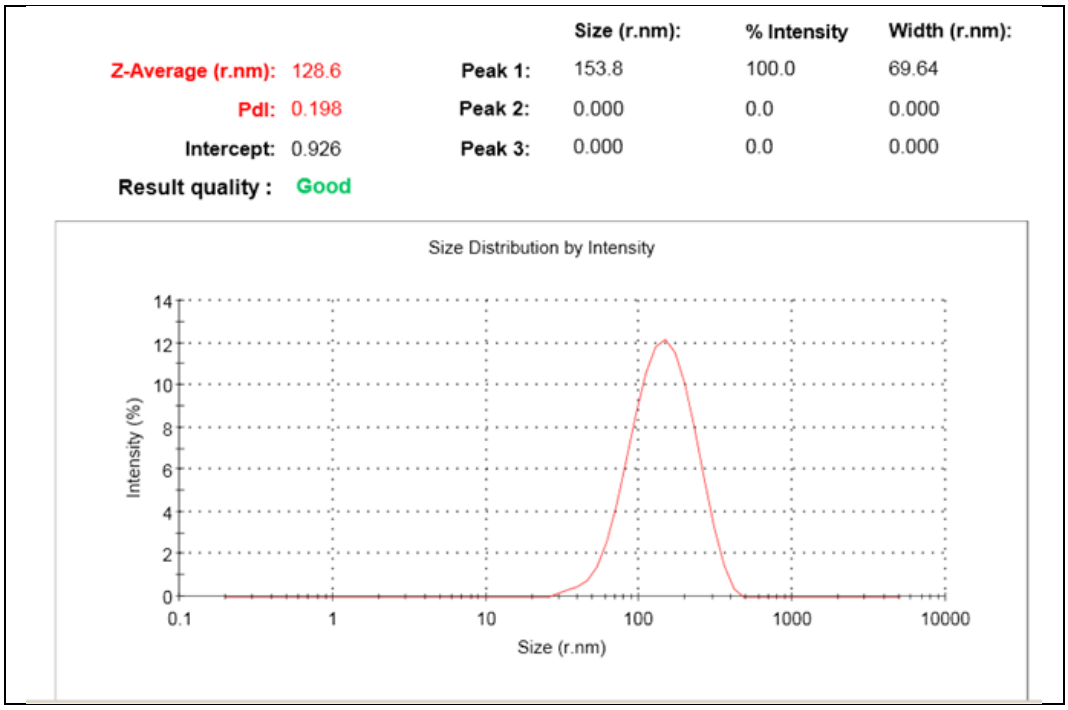
Şekil 3.12: Bazik pomza (3) tane boyutu analizi



Şekil 3.13: Skorya (1) tane boyutu analizi



Şekil 3.14: Skorya (2) tane boyutu analizi

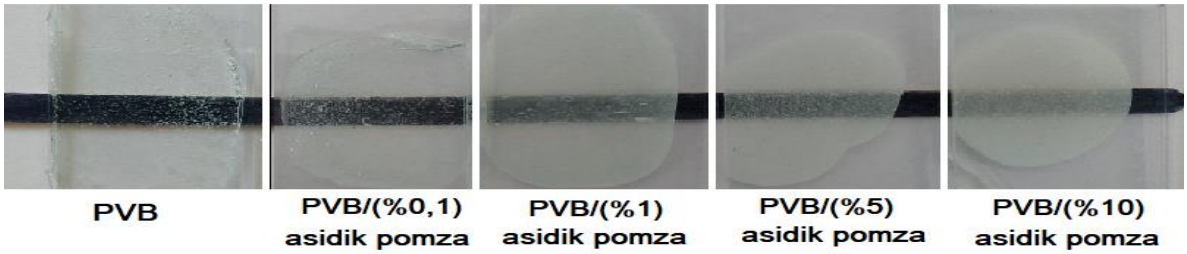


Şekil 3.15: Skorya (3) tane boyutu analizi

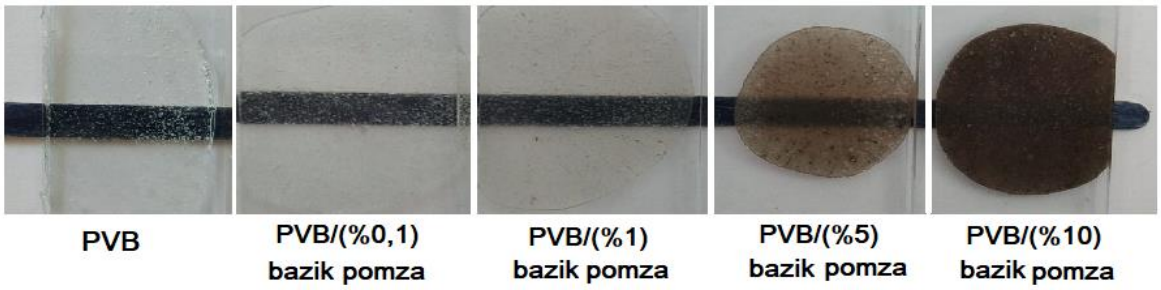
3.3 Işık Geçirgenliği Analizi

İki lamine camın arasına 110 ºC ‘de 20 dakika sonunda yumuşayarak yapıştırılmış yarı saydam filmlerin 700-400 nm dalga boyları arasında % transmitans analizleri yapılmış ve bu grafikler sırasıyla %0,1, %1, %5 ve %10’luk filmler ve %1’lik filmlerin üç farklı tane boyutu için aşağıda verilmiştir.

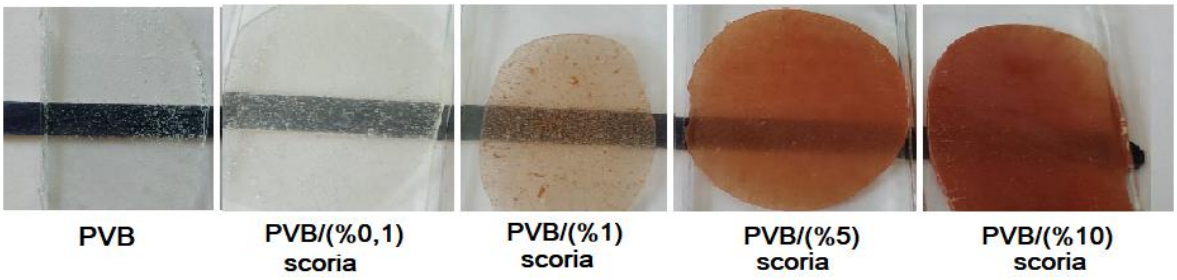
a)



b)



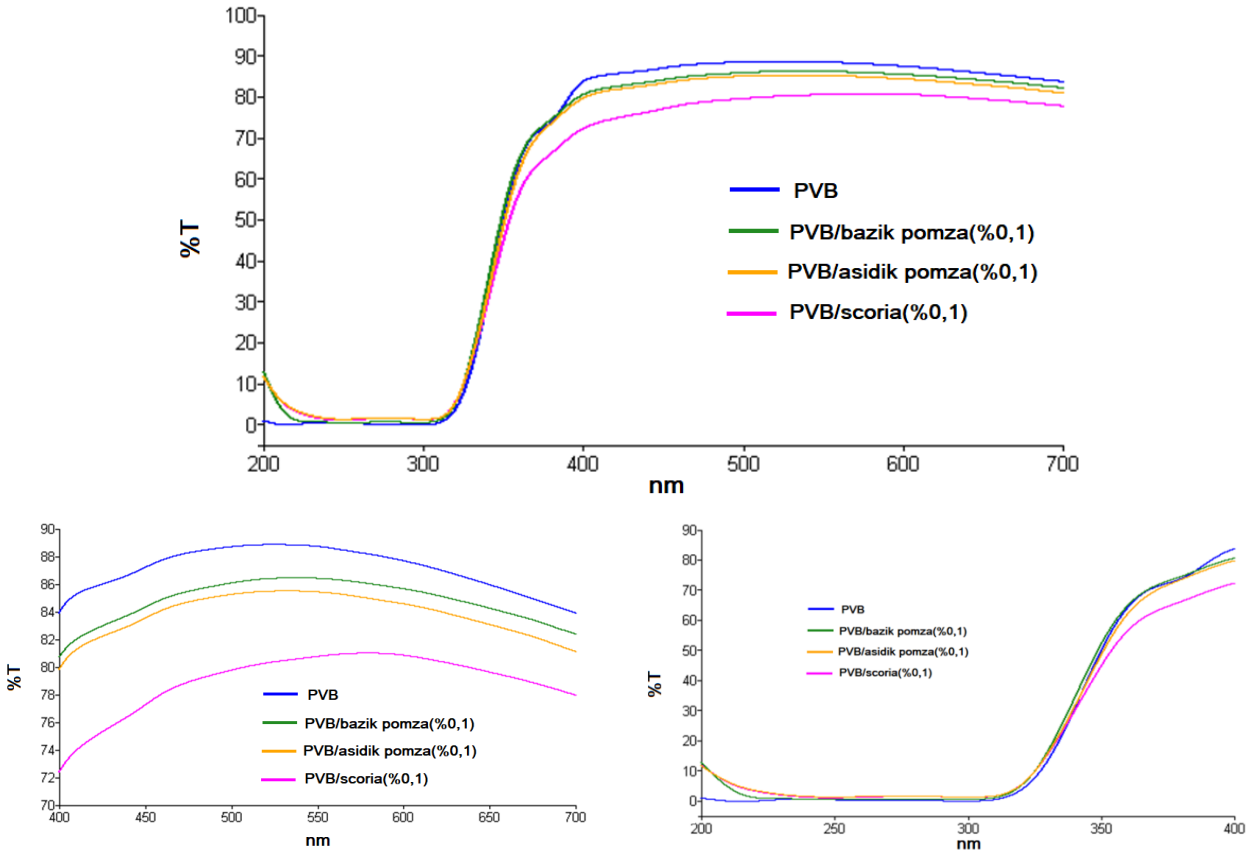
c)



Şekil 3.16: a) Asidik pomza, **b)** Bazik pomza ve **c)** Skorya takviye edici materyallerinin (1) numaralı en büyük tane boyutlarıyla hazırlanmış farklı kütlece yüzdelerdeki PVB kompozitlerinin saydamlığını gösteren resimleri.

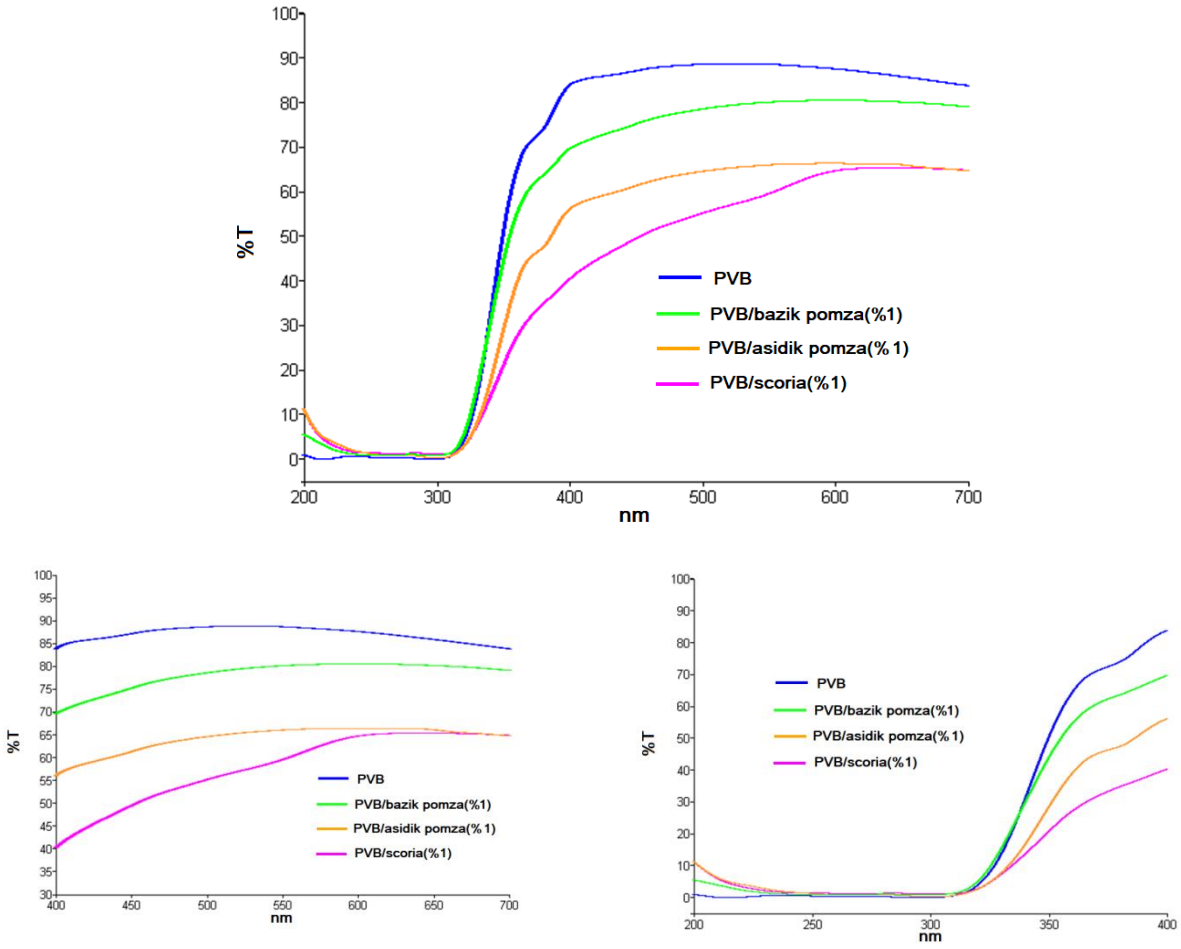
Şekil 3.16'da ilk sırada referans olarak kullanılan saf PVB filmi ile yapıştırılmış lamine cam bulunmaktadır. Sağa doğru gidildikçe dolgu materyali yüzdesi artan kompozit filmler ile yapıştırılmış lamine camların resmi görülmektedir. Her camın altına saf PVB'li camın saydamlığı ile kompozitlerin saydamlığını karşılaştırmak için koyu renkli bir çubuk konulmuştur. Takviye edici materyalin yüzdesi arttıkça saydamlığın azaldığı, azalan saydamlığın da takviye edici materyalin cinsine bağlı olarak değiştiği görülmektedir.

Şekil 3.17’de Saf PVB filmi ve %0,1 oranında takviye edici materyale sahip kompozit filmlerin lamine camla birlikte ölçülmüş yüzde geçirgenlikleri grafik olarak verilmiştir. Tüm camlı filmler 700-400 nm dalgaboyu aralığında yani görünür bölgede oldukça yüksek bir geçirgenliğe sahipken, 400 nm sonrası aniden ışık geçirgenliği düşmekte ve yaklaşık 320 nm’ye gelindiğinde tamamen sıfırlanmaktadır. Bu durum polivinil bütiralin özelliklerinden biridir .UVA bölgedeki (400-320 nm) ışık geçirgenliğini azalttığı ve UVB bölgedekini neredeyse sıfırladığı için UV ışık engelleyicisi olarak bilinmektedir. Grafikte görünür bölgede saf PVB yaklaşık %85-90 arası geçirgenliğe sahipken, içine konulan takviye edici materyallerin saydamlığı azaltmasından ötürü geçirgenlikte azalmalar görülmüştür. Asidik ve bazik pomza için görünür bölgede yaklaşık %5 kadar azalırken UV bölgede bir değişiklik olmamış fakat %0,1’lik skorya için geçirgenlik hem görünür (%70’lere düşmüş) hem de UVA bölgede (%10 kadar) azalmıştır.



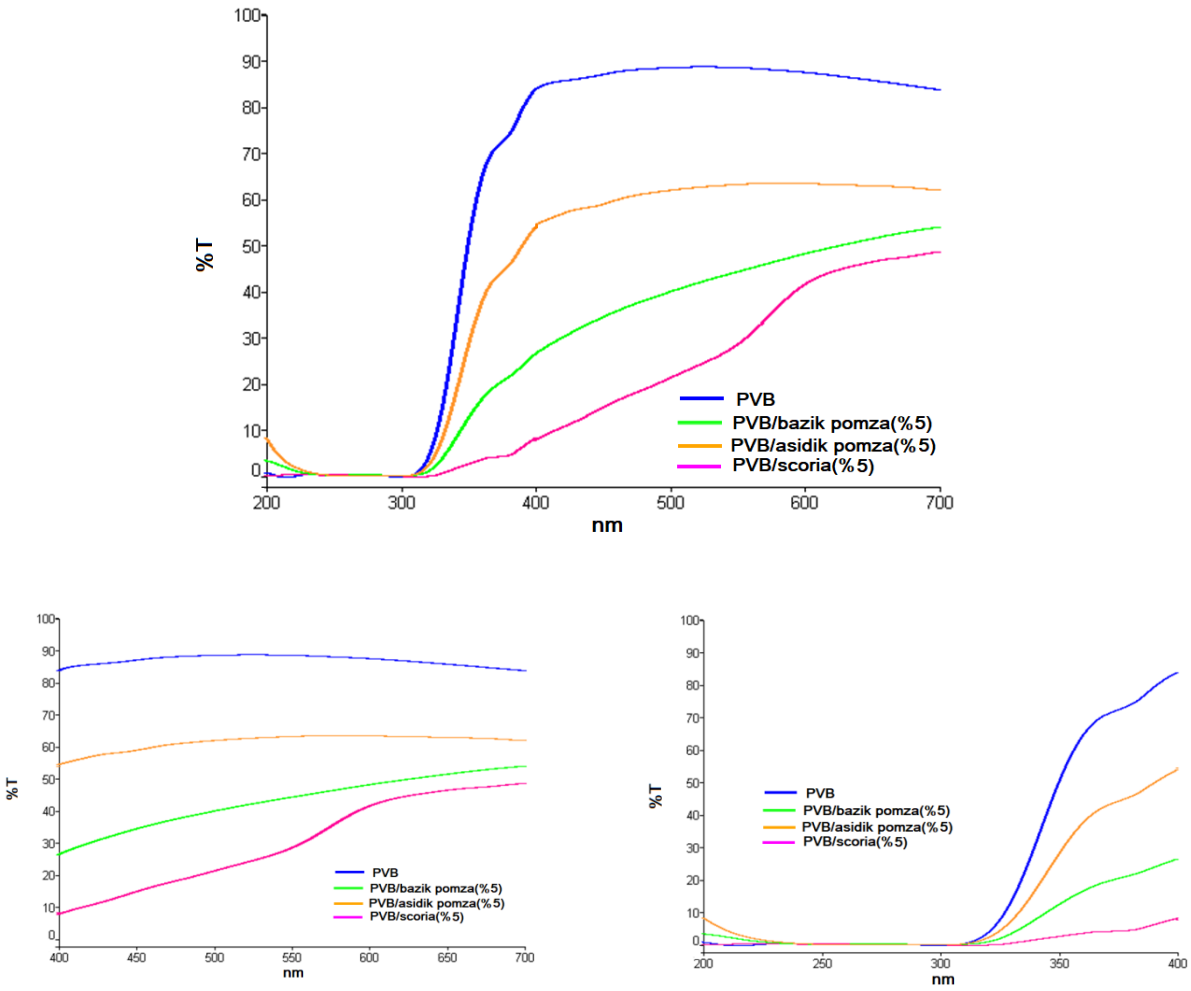
Şekil 3.17: Saf PVB filmi ve %0,1 oranında takviye edici materyale sahip kompozit filmlerin lamine camla birlikte ölçülmüş yüzde transmitans grafikleri

Şekil 3.18'de Saf PVB filmi ve %1 oranında takviye edici materyale sahip kompozit filmlerin lamine camla birlikte ölçülmüş yüzde geçirgenlikleri grafik olarak verilmiştir. Grafikten de görüldüğü gibi, takviye edici materyali yüzdesinin bir önceki yüzdeye göre 10 kat artması, kompozitli camların ışık geçirgenliğini yaklaşık 350-700 nm arası oldukça azaltmıştır. Görünür bölgedeki en az azalma yaklaşık %15 ile bazik pomzada mevcutken, bunu %30 ile asidik pomza izlemiş, skoryalı camlı film ise 600 nm'ye kadar % 30 azalırken, bu dalgaboyundan sonra 350 nm'ye kadar hızlı bir şekilde %40 azalma göstermiştir.



Şekil 3.18: Saf PVB filmi ve %1 oranında takviye edici materyale sahip kompozit filmlerin lamine camla birlikte ölçülmüş yüzde transmitans grafikleri

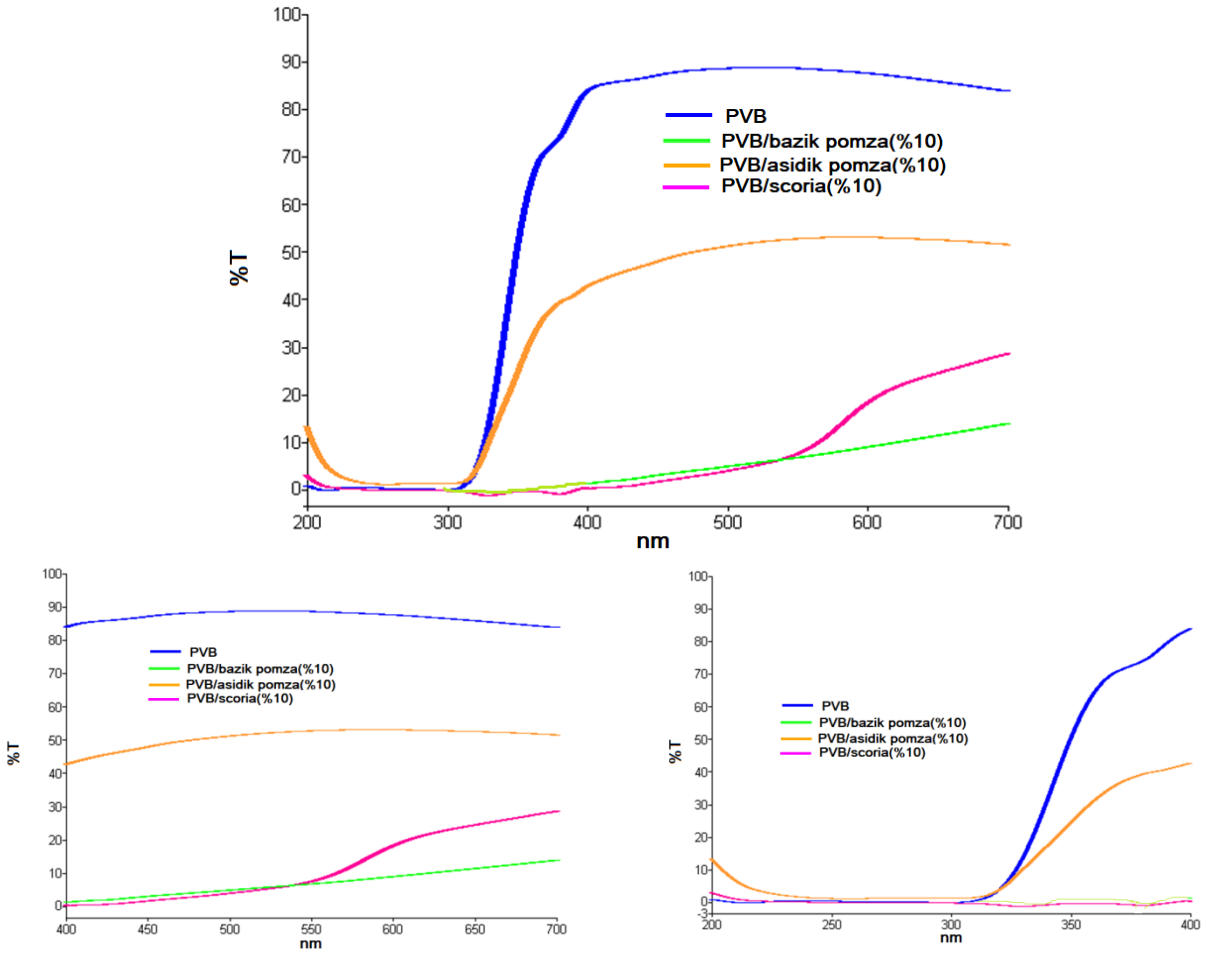
Şekil 3.19'da Saf PVB filmi ve %5 oranında takviye edici materyale sahip kompozit filmlerin lamine camın içine yapıştırılmış haliyle ölçülmüş yüzde geçirgenlikleri grafik olarak verilmiştir. Bu oranda en yüksek geçirgenlik görünür bölgede yaklaşık 60 ile asidik pomzalı filme aittir. Bazik pomzalı filmin yüzde geçirgenliği lineer bir şekilde %50-30 aralığında azalma göstermiştir. Skoryalı filmin geçirgenliği ise 700 nm'de yaklaşık %45'den başlamış ve 600 nm'den sonra hızlıca azalarak 400 nm'de %10'lara düşmüştür. 400 nm'den sonra PVB/asidik pomza %60'dan sıfıra, PVB/bazik pomza %30'dan sıfıra, PVB/skorya ise %10'dan sıfıra doğru azalmıştır.



Şekil 3.19: Saf PVB filmi ve %5 oranında takviye edici materyale sahip kompozit filmlerin lamine camla birlikte ölçülmüş yüzde transmitans grafikleri

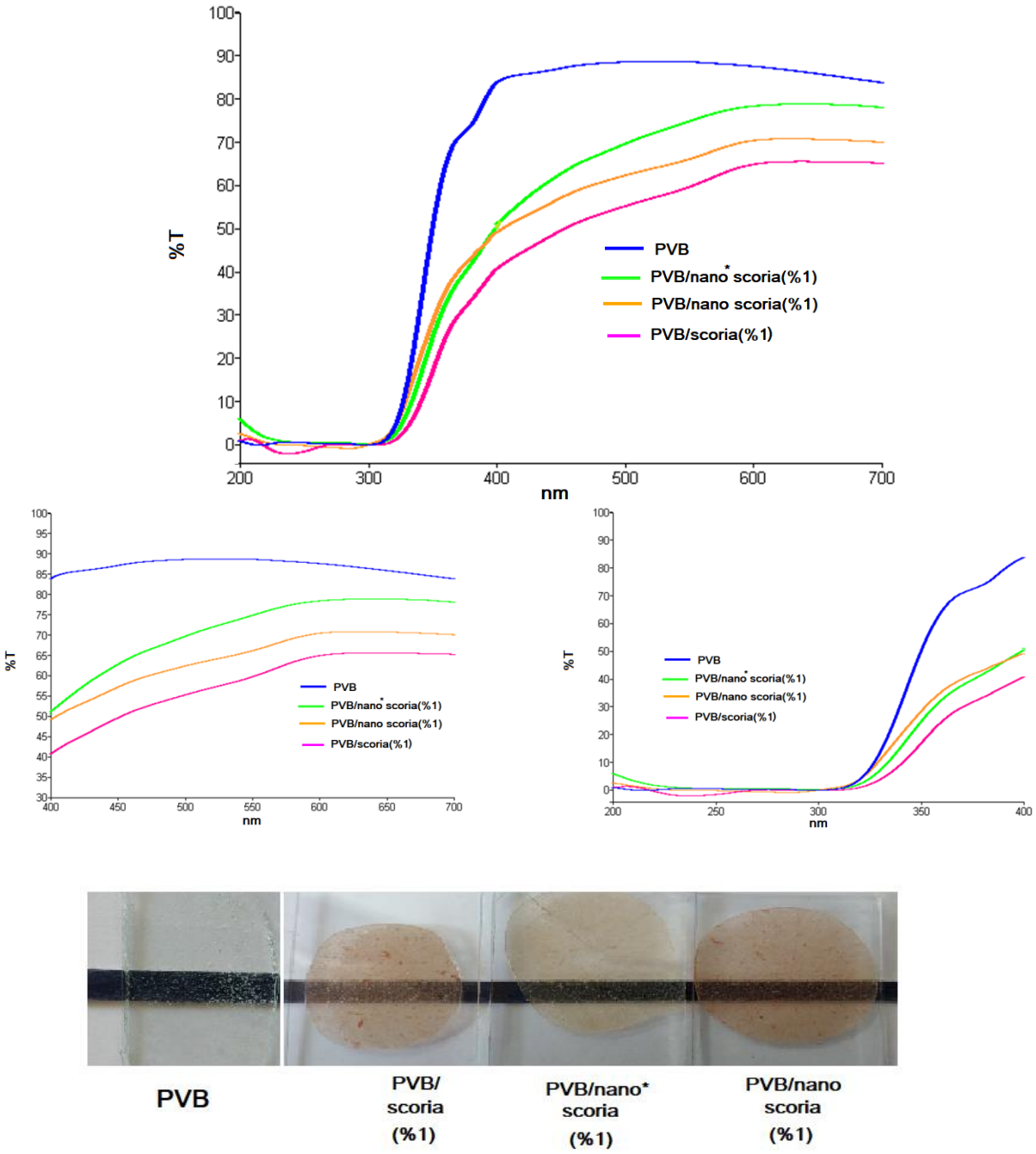
Şekil 3.20'de Saf PVB filmi ve %10 oranında takviye edici materyale sahip kompozit filmlerin lamine camın içine yapıştırılmış haliyle ölçülmüş yüzde geçirgenlikleri grafik olarak verilmiştir. Bu takviye oranında en yüksek geçirgenlik görünür bölgede yaklaşık 60 ile asidik pomzalı filme aittir ve takviye miktarının bir öncekine göre iki kat artması geçirgenliğini değiştirmemiştir.

PVB/bazik pomzalı filmin yüzde geçirgenliği yaklaşık 500 nm'ye geldiğinde hızlı bir şekilde %30'dan sıfıra azalma göstermiştir. PVB/skoryalı filmin geçirgenliği ise 700 nm'de yaklaşık %10'dan başlamış ve 600 nm'den sonra hızlıca %0'a düşmüştür.

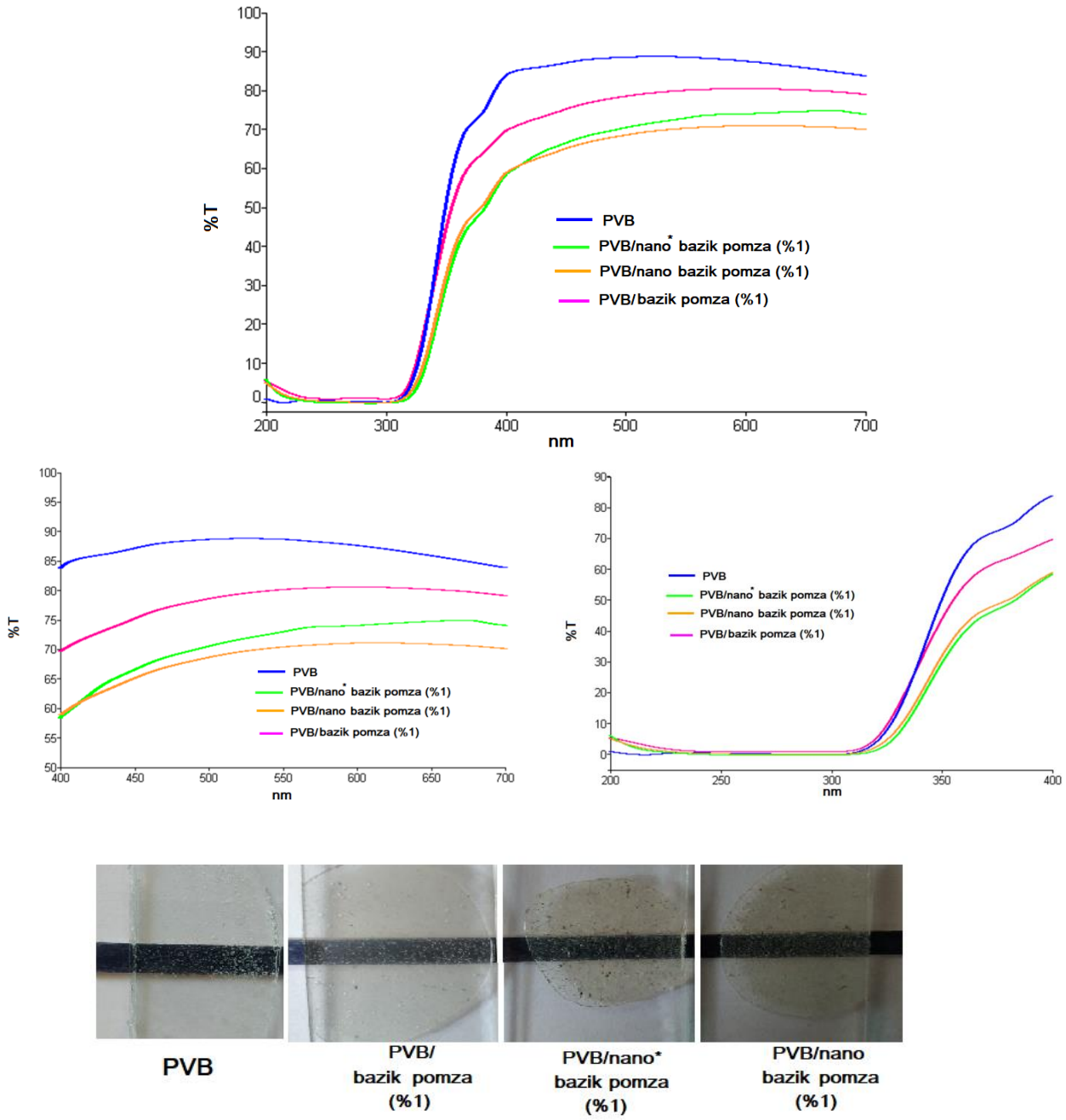


Şekil 3.20: Saf PVB filmi ve %10 oranında takviye edici materyale sahip kompozit filmlerin lamine camla birlikte ölçülmüş yüzde transmitans grafikleri

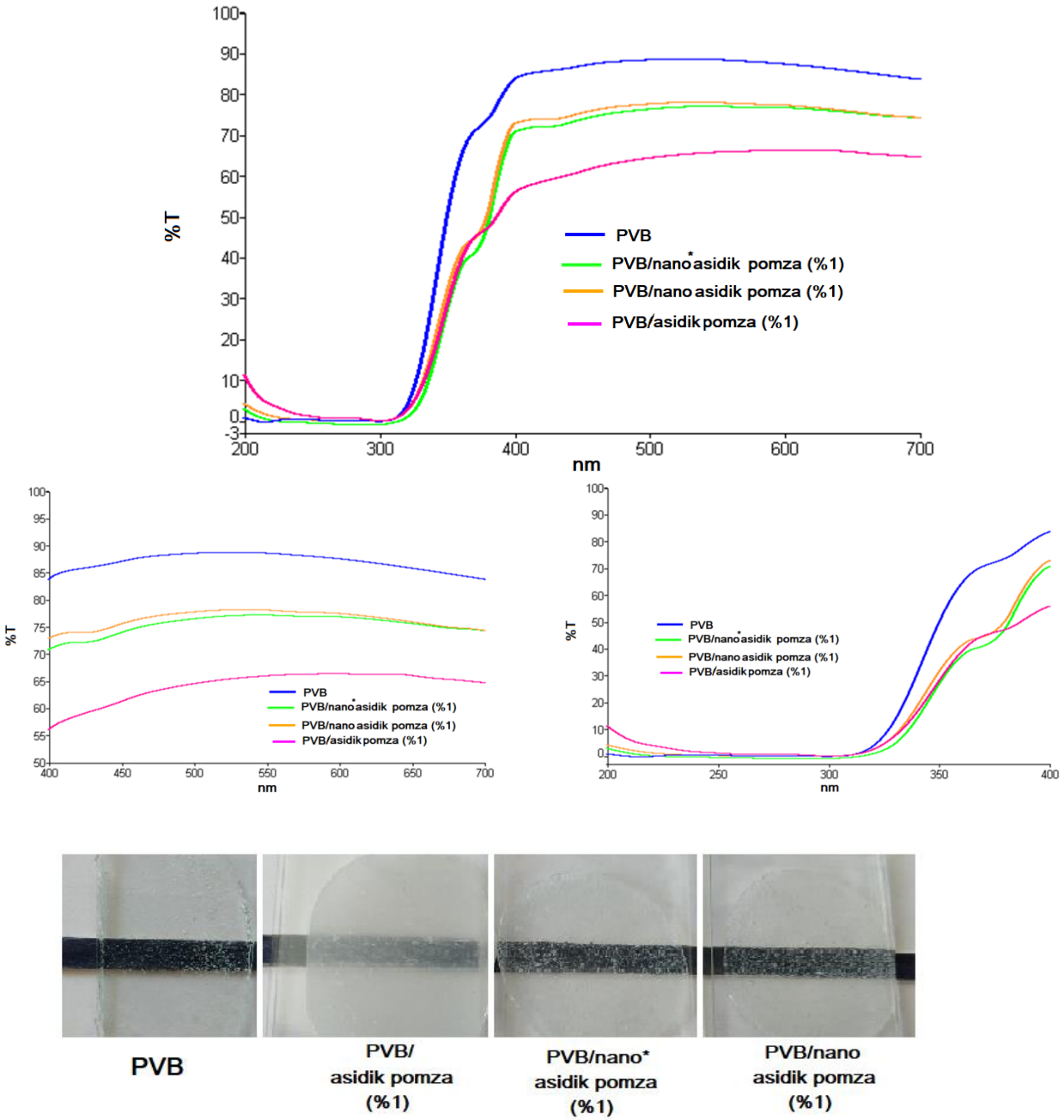
Şekil 3.21, 3.22 ve 3.23'de sabit takviye edici materyale oranında (%1) camlı filmlerin resimleri ve % geçirgenlik grafikleri verilmiştir. Grafiklerden ve resimlerden de görüldüğü gibi tane boyutu azaldıkça saydamlık yani yüzde ışık geçirgenliği de artmıştır. Aynı kütlede katı olmasına rağmen tanecik boyutunun küçülmesi daha homojen bir dağılıma sebep olmuştur. Böylece saydamlık artmıştır.



Şekil 3.21: Saf PVB ve PVB/skorya (%1) camlı filmlerin farklı tane boyutlarının transmitans grafikleri ve resimleri



Şekil 3.22: Saf PVB ve PVB/bazik pomza (%1) camlı filmlerin farklı tane boyutlarının transmitans grafikleri ve resimleri



Şekil 3.23: Saf PVB ve PVB/asidik pomza (%1) camlı filmlerin farklı tane boyutlarının transmitans grafikleri ve resimleri

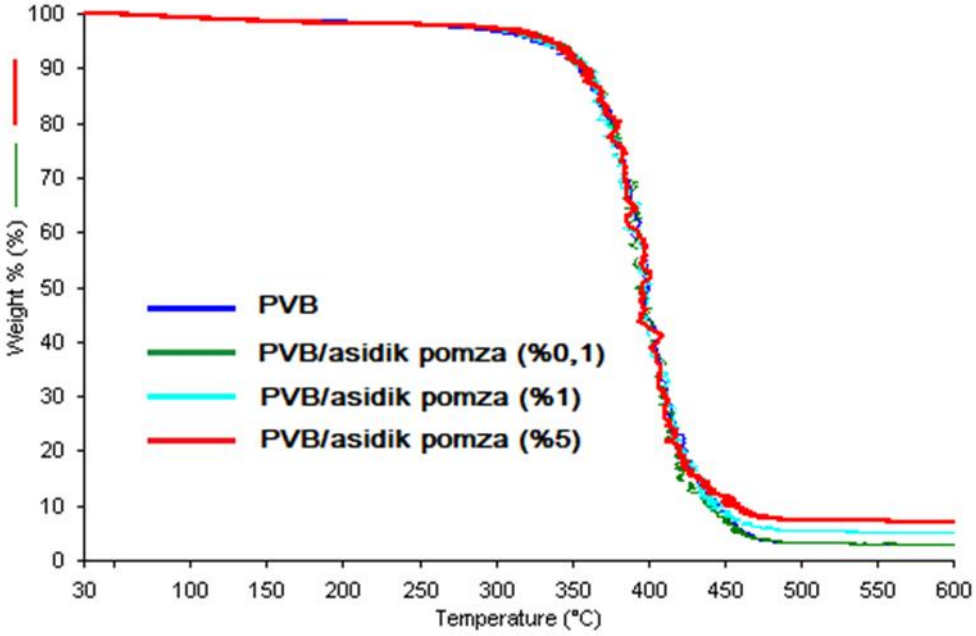
3.4 Termogravimetrik Analiz

PVB/pomza, PVB/skorya kompozitlerinin termal özelliklerinin belirlenmesi, sıcaklık ile kütle kaybındaki değişimin gözlenmesi amacıyla termal gravimetrik analizleri yapılmıştır. Analiz sonuçları TG termogramları Şekil 3.24-26'da gösterilmektedir. T_{max} değerleri maksimum kütle kaybının olduğu sıcaklık değerlerini ve Delta Y ise analiz sonunda 600 ^{o}C'de harcanan madde miktarını ifade etmektedir.

PVB'in azot atmosferi altında sıcaklıkla parçalanması, içeriğindeki vinil asetat birimlerinin miktarına göre değişir. Eğer VA yüzdesi %80'den daha az ise, yaklaşık 280 ^{o}C'de başlayan tek basamaklı bozunma eğrisi verir ve bu basamakta kütlesinin %90'nını kaybeder. Daha yüksek VA yüzdeleri için bozunma 316 ^{o}C ve 382 ^{o}C'de 50 ve 40'lık iki basamakta bozunur [8].

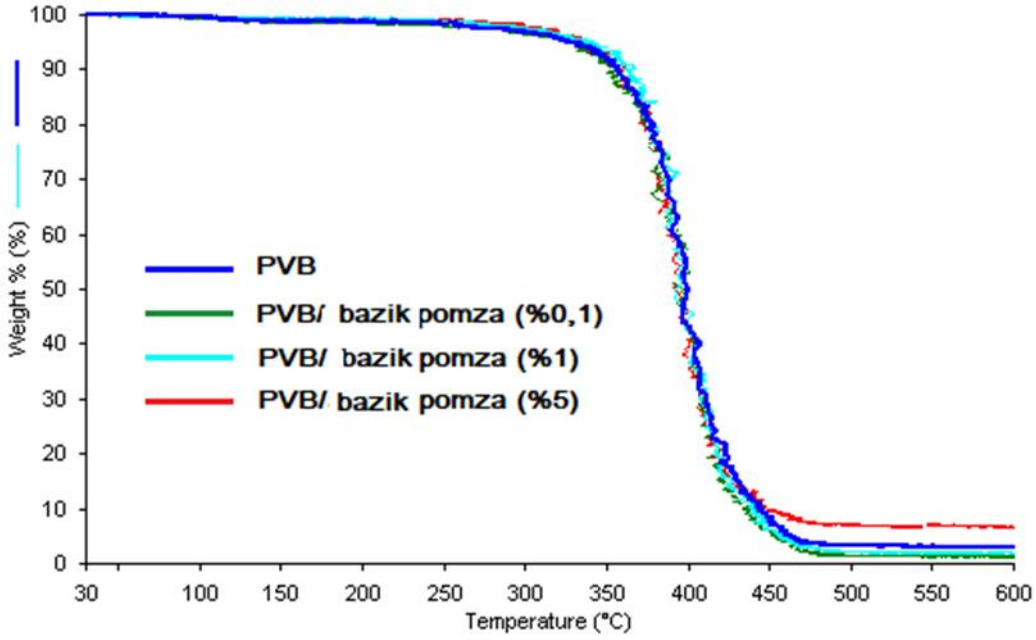
Saf PVB'nin maksimum kütle kaybı yaşadığı sıcaklık değeri yaklaşık 394 ^{o}C olurken, 600 ^{o}C'de toplam kütlenin yüzde 90'lık kısmı tek basamakta kaybolmuştur. Bu grafikten çalışmada kullanılan saf PVB'nin vinil asetat birimlerinin 80'den daha az olduğu anlaşılmaktadır. Asidik pomza, bazik pomza ve skorya takviye edici materyallerin farklı kütle miktarlarıyla hazırlanmış olan kompozitlerin TG termogramları çok benzer sonuçlanmıştır.

Şekil 3.24-26'da da görüldüğü gibi kompozitler, saf PVB'in termal bozunma davranışında değişikliğe sebep olmamıştır. Maksimum kütle kaybının olduğu sıcaklık yaklaşık 4-8 ^{o}C aralığında artış göstermiştir. Takviye edici materyaller yapısı gereği inert ve ısıya dayanıklı materyaller olduğu için bu durum beklenen bir sonuçtur. Yani polimerle kimyasal bir etkileşime girmeden, termal özelliklerini ve yapısının stabilitesini koruyarak, termal bozunmaya çok fazla katkısı olmamıştır.



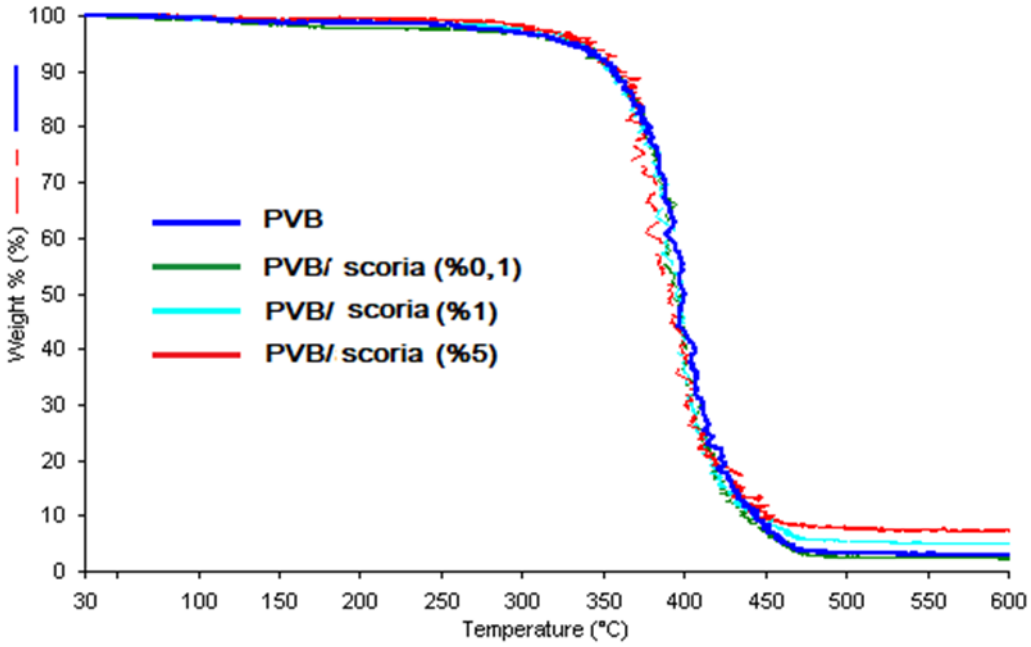
ÖRNEK	T_{Onset}	T_{End}	T_{Max}	Delta Y
SAF PVB	379.00 ^{0}C	412.75 ^{0}C	394.97 ^{0}C	% 90.899
PVB/asidik pomza(%0,1)	377.25 ^{0}C	412.77 ^{0}C	402.47 ^{0}C	% 95.875
PVB/asidik pomza(%1)	378.25 ^{0}C	419.13 ^{0}C	398.78 ^{0}C	% 92.425
PVB/asidik pomza(%5)	380.02 ^{0}C	412.55 ^{0}C	394.97 ^{0}C	% 92.208

Şekil 3.24: Saf PVB filmi ve farklı yüzdelerde asidik pomza kütlesine sahip kompozit filmlerin TG eğrileri ve bu eğrilerin hesaplanmış verileri



ÖRNEK	T_{Onset}	T_{End}	T_{Max}	Delta Y
SAF PVB	379.00 ^{0}C	412.75 ^{0}C	394.97 ^{0}C	% 90.899
PVB/bazik pomza(%0,1)	372.67 ^{0}C	419.92 ^{0}C	395.43 ^{0}C	% 97.298
PVB/bazik pomza(%1)	379.82 ^{0}C	417.58 ^{0}C	400.68 ^{0}C	% 98.031
PVB/bazik pomza(%5)	375.13 ^{0}C	415.12 ^{0}C	398.13 ^{0}C	% 93.252

Şekil 3.25: Saf PVB filmi ve farklı yüzdelerde bazik pomza kütlesine sahip kompozit filmlerin TG eğrileri ve bu eğrilerin hesaplanmış verileri.



ÖRNEK	T_{Onset}	T_{End}	T_{Max}	Delta Y
SAF PVB	379.00 ^{0}C	412.75 ^{0}C	394.97 ^{0}C	% 90.899
PVB/scoria (%0,1)	375.32 ^{0}C	415.90 ^{0}C	396.87 ^{0}C	% 96.856
PVB/ scoria (%1)	372.24 ^{0}C	411.50 ^{0}C	398.27 ^{0}C	% 92.940
PVB/ scoria (%5)	372.41 ^{0}C	413.60 ^{0}C	393.90 ^{0}C	% 93.456

Şekil 3.26: Saf PVB filmi ve farklı yüzdelerde skorya kütlesine sahip kompozit filmlerin TG eğrileri ve bu eğrilerin hesaplanmış verileri.

4. SONUÇLAR

Bu çalışmada optik özellikleri nedeniyle birçok alanda kullanıma sahip olan polivinil bütiral polimerine yeni özellikler kazandırmak amacıyla asidik pomza, bazik pomza ve skorya doğal volkanik kayaçları 1 mikronun altındaki tane boyutlarında eklenmiş ve yeni oluşan kompozitlerin ışık geçirgenliği ile termogravimetrik analizleri yapılmıştır. Yapılan tüm analizler sonucu aşağıdaki bilgilere ulaşılmıştır:

- Asidik pomza, bazik pomza ve skorya doğal volkanik kayaçları için boyut indirme yöntemi olan su içinde bekletip çökmeyen kısmın santrifüjle sudan ayrılması, bu malzemelere oldukça uygun ve uygulaması kolay bir yöntem olmuştur. Bu volkanik kayaçların tabakalı yapıları nedeniyle kolay kırılmaları, basit bir öğütme sonrası birçok partikülün boyutunun indirgenmesi sağlamıştır. Ayrıca partiküllerin su tutmaması nedeniyle kuruduktan sonra birbirine yapışmaması da uygulanan yöntemin rahat bir şekilde işlenmesi için uygun bir zemin oluşturmuştur.

- Görünür bölgede yaklaşık %85 ışık geçirgenliğine sahip fakat UV ışık geçirgenliği az olan PVB polimerinin en çok kullanıldığı alanlardan biri otomotiv camları ve kırılmaz cam üretimi sektörleridir. İki lamine camı birbirine yapıştırdıktan sonra çarpma sonucu oluşan cam kırılmasında parçaların sıçramasını da önlemektedir.

- Yapılan bu çalışmada pomza katkısı PVB'nin saydamlığını ve ışık geçirgenliğini tanecik yüzdesine göre %10'dan %90'a kadar çok farklı oranlarda azaltmıştır. Nicholas I.Cool ve arkadaşları aynı şekilde PVB'ye SiO_2 parçacıklarının eklenmesi ile hazırladığı kompozit filmler için artan takviye edici materyal ile görünür ışık geçirgenliğinin eş zamanlı olarak azaldığını belirtilmiştir [26].

- Bu haliyle kompozitler, renkli cam yapımına oldukça uygundur. Yarı transparan camların kullanıldığı ofis ortamlarında ya da binaların dış yüzeyinde kullanılabilirler. Hatta istenirse hiç ışık girmeyen alanlar oluşturulması için de uygun malzemelerdir.

- Güneş pillerinin içine gelen ışığın alt yüzeyden çıkmaması, içeri geri yansıması istenmektedir. Güneş pillerinde en alt katman olarak kullanılabilirler.

- Termal olarak sıcaklıktan etkilenmeyen volkanik kayaç partikülleri olan asidik pomza, bazik pomza ve skorya; polimerin termal bozunma mekanizmasını etkilememiştir. Bu da taneciklerin yüzeyinde polimerle etkileşebilecek kadar aktif fonksiyonel bölgenin olmadığını göstermektedir. Zaten tanecikler de yapısı gereği kimyasal olarak inert inorganik yapılardır. Sonuç olarak lamine camların arasında gün ışığı altında yapısı uzun yıllar boyunca aynen korunabileceği gibi, polimerin de bozunma hızını azaltmamışlardır.

- PVB/Ag ve PVB/cam seramik/Ag kompozitlerinin termal bozunmasını, nitrojenli ortamda termogravimetrik analiz ile inceleyen Leo Chau-Kuang Liau, Jing Yi Liau, Yen Tai Chen, her iki inorganik malzemenin bileşimlerinin PVB'nin termal bozulmasını büyük ölçüde etkileyebileceğini ortaya koyarken, yapılan bu çalışmada pomza ve skoryanın PVB ile oluşturduğu kompozitlerinin PVB'nin termal bozunma davranışında bir değişikliğe neden olmadığı görülmüştür [25].

- En önemlisi ise bu takviye edici materyallerin tamamen doğal olmasıdır. Kullanımı biten ve çöp olarak doğaya bırakılan malzemeler gibi atık aşamasına gelindiğinde doğaya olduğu gibi bırakılabilir. Doğaya çok büyük zararı olan boyar maddelere oldukça uygun bir alternatiftir.

5. KAYNAKLAR (IEEE)

[1] P. Kuma, N. Khan and D. Kumar, "Polyvinlybutyral (PVB), Versatile Template for Designing Nanocomposite/Composite Materials", *Green Chemistry & Technology Letters*, vol. 2, No 4, pp. 185-194, December 2016, DoI: 10.18510/gctl.2016.244.

[2] J. Loste, J. M. Lopez-Cuest, L. Billon, H. Garay, M. Save, "Transparent polymer nanocomposites:An overview on their synthesis and advanced properties", *Progress in Polymer Science*, vol. 89, p. 133–158, 2019,DoI: 10.1016/j.progpolymsci.2018.10.003

[3] S. Alraddadi, H. Assaedi, "Physical properties of mesoporous scoria and pumice volcanic rocks", *Journal of Physics Communications*, vol. 5, number 11 ,pages 115018, 2021, DoI: 10.1088/2399-6528/ac3a95.

[4] A. Rıza Kul, V. Benek, A. Selçuk, N. Onursal, "Using Natural Stone Pumice in Van Region on Adsorption of Some Textile Dyes" ,*JOTCS Chemistry*, vol. 4 , pp. 525-536, 2017, DoI: 10.18596/jotcsa.292662.

[5] Shi-Yu Liu , L. Lian, J. Pan, Jian-Gang Lu and Han-Ping , D. Shieh, Fellow , "Highly Sensitive and Optically Transparent Resistive Pressure Sensors Based on a Graphene/Polyaniline-Embedded PVB Film", *IEEE*, vol. 65 , pp. 1939-1945 , May 2018, DoI: 10.1109/TED.2018.2814204.

[6] P. Zhou, H. Qi, Z. Zhu, H. Qin, H.Li, C. Chu and M. Yan, "Development of SiC/PVB composite powders for selective laser sintering additive manufacturing of SiC", vol. 11, number 10, October 2018, DoI:10.3390/ma11102012.

[7] M.Hajian, M. Reza Reisi, G. Ali Koohmareh, A.R.Z. Ja, "Preparation and characterization of polyvinylbutyral/graphene nanocomposite", *Journal of Polymer Research*, vol. 19, pp 1-7, DoI:10.1007/s10965-012-9966-6.

[8] M.S. Amin, F.S. Hashem, S.M.A. El-Gamal (2018), "Utilization of OPC Pumice composites for efficient heavy metals removal", *JTUSCI*, vol. 12:6, pp. 765–773, DoI:10.1080/16583655.2018.1510150.

[9] B. Ersoy,B. Sarışık, A. Dikmen, S. Sarışık, G. Sarışık,"Characterization of acidic pumice and determination of its electrokinetic properties in water", *Powder Technology*, vol. 197, pp. 129-135, doi.org/10.1016/j.powtec.2009.09.005.

[10] M.T. Ramesan, A. George, P. Jayakrishnan, G. Kalaprasad, “Role of pumice particles in the thermal, electrical and mechanical properties of poly(vinyl alcohol)/poly(vinyl pyrrolidone) composites”, *J.Therm Anal Calorim*, vol.126, pp 511-519, DoI:10.1007/s10973-016-5507-6.

[11] E. Özden Yenigün ,“Multi-Scale modelling of interface in carbon nanotube- polymer nanocomposites”, *Journal of Polytechnic*, vol. 20(3), pp. 503-511, March, 2017, DoI:10.2339/politeknik.339159.

[12] S. Karaman, S. Şahin, S. Örüng, İ. Pabuçcu, “Ağaç yaprağı ve pomza katkılı alçı kompozitlerin tarımsal yapılarda kullanılabilme olanaklarının araştırılması”, *Journal of The Faculty of Engineering*, vol. 11, Cilt 11, Sayı 1, 2006.

[13] Shamsudin N. Syaqira, S,Z. Leman, S. M. Sapuan, T.T. Dele-Afolabi, M.A. Azmah Hanım, S.Budati,“Tensile Strength and Moisture Absorption of Sugar Palm-Polyvinyl Butyral Laminated Composites”, vol. 12, number 9, August 2020, DoI: 10.3390/polym12091923

[14] K. Sever, M. Atagür , M. Tuncalp, L. Altay, Y. Seki, M. Sarıkana, “The effect of pumice powder on mechanical and thermal properties of polypropylene”, *JTCM*, vol. 32, pp 1092-1106, DoI: 10.1177/0892705718785692.

[15] Thamer Alomayri, Hasan Assaedi “Cotton and Flax Fibre-Reinforced Geopolymer Composites”, Composites Science and Technology, pp. 147-176, 2021 DoI: 10.1007/978-981-16-2281-6.

[16] D. Liu, S. Deng , A. Maimaiti, B. Wang, J. Huang, Y. Wang,G. Yu,“As (III) and As (V) adsorption on nanocomposite of hydrated zirconium oxide coated carbonnanotubes”, *Journal of colloid and interface science*, vol. 511, pp. 277-284, doi.org/10.1016/j.jcis.2017.10.004.

[17] H. Heydari, K. Karimyan, K .Darvishmotevalli, M. Karami, A. Vasseghian, N. Azizi, M. Ghayebzadeh,“ Data for efficiency comparison of raw pumice and manganese-modified pumice for removal phenol from aqueous environments application of response surface methodology”, vol. 20, pp. 1942-1954, DoI:10.1016/j.dib.2018.09.027

[18] D. İzlen Çiftçi, S. Meriç, “Textile wastewater treatment by uv/fenton-like oxidation process using Fe-Cu doped pumice composite”, vol. 4, pp 206–218, DoI: 10.35208/ert.872647.

[19] Juse D. Ambrosio, M. Sonego, Lucas H. Staffa, M. A. Chinelatto, L. C. Costa, “Characterization of flexible Poly (vinyl butyral)/wood flour composites” *Composites Part Engineering*, vol. 175, pg. 107118, doi.org/10.1016/j.compositesb.2019.107118.

[20] A.K Dhaliwal and J.N. Hay, "The characterization of polyvinyl butyral by thermal analysis", *Thermochimica Acta*, vol. 391, pp 245-255, doi.org/10.1016/S0040-6031(02)00187-9.

[21] X. Xu, J. Xu, J. Chen, P. Li, B. Liu, Y. Li, “Investigation of dynamic multi-cracking behavior in PVB laminated glass plates”, *International Journal of Impact Engineering*, vol. 62-74, February 2017, doi.org/10.1016/j.ijimpeng.2016.10.01.

[22] P. Jayakrisnan, M.T. Ramesan,“Synthesis, characterization and properties of poly (vinyl alcohol)/chemically modified and unmodified pumice composites”, *JCHPS*, pp. 97-104, January 2016, ISSN:0974-2115.

[23] R. Weller-Cochise Koleji. ‘‘Volcanic Rocks, Pumice sample’’. Alexstrekeisen.it. https://www.alexstrekeisen.it/english/vulc/pumice.php. (18 Temmuz 2023’te erişildi) .

[24] Learning Geology, ‘‘Rocks, Scoria and Pumice’. A Geology Outreach Website. http://geologylearn.blogspot.com/2015/03/pumice.html. (18 Temmuz 2023’te erişildi).

[25] Leo Chau-Kuang Liau, Jing Yi Liau, Yen Tai Chen, “Study of the composition effect of glass ceramic and silver on poly(vinyl butyral) thermal degradation with thermogravimetric analysis”, *Journal Of Applied Polymer Science*, pp 2142–2149, June 2004, DoI: 10.1002/app.20699.

[26] Nicholas I. Cool, Carlos A. Larriuz, Randall James, Jaime R. Ayala, Anita, Mohammed Al-Hashimi and Sarbajit Banerjee, “Thermochromic Fenestration Elements Based on the Dispersion of Functionalized VO2 Nanocrystals within a Polyvinyl Butyral Laminate”, ACS Engineering, August 2022, pp. 477-485, DoI: 10.1021/acsengineeringau.2c00027.

[27] Jinjin Ma, Tonghu Xiao, Nengbing Long, Xing Yang, " The role of polyvinyl butyral additive in forming desirable pore structure for thin film composite forward osmosis membrane", Separation and Purification Technology, vol. 242, July 2020, doi.org/10.1016/j.seppur.2020.116798.

[28] Ayşegül Gök, Fethiye Göde, Banu Esencan Türkaslan, Synthesis and characterization of polyaniline/pumice (PAn/Pmc) composite, Materials Science and Engineering, vol. 133, pp. 20-25, August 2006, DoI: 10.1016/j.mseb.2006.04.040**.**

[29] M. DENİZ, "Anilinin oksidatif polimerleşmesi ile çeşitli takviye malzemeli kompozitlerin sentezi ve karakterizasyonu", Hitit Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Tez Koleksiyonu, Ocak 2012, info:eu-repo/semantics/openAccess.

[30] Luca Lavagna, Silvia Marchisio, Alessandra Merlo, Roberto Nisticò, Matteo Pavese, "Polyvinyl butyral-based composites with carbon nanotubes: Efficient dispersion as a key to high mechanical properties", *Polymer Composites*, vol. 41, Issue 9, pp 3627-3637, May 2020, DoI: 10.1002/pc.25661.

[31] Amine Bendaoud, Christian Carrot, Jordan Charbonnier, Caroline Pillon, "Blends of Plasticized Polyvinyl Butyral and Polyvinyl Chloride: Morphology Analysis in View of Recycling", Macromolecular Materials and Engineering, vol. 298, Issue 12, pp 1259-1268, May 2013, doi.org/10.1002/mame.201200420.

[32] G. P. Gillman, "The Effect of Crushed Basalt Scoria on the Cation Exchange Properties of a Highly Weathered Soil", *Soil Science Society of America Journal*, vol. 44, Issue 3, pp. 465-468, May 1980, DoI: 10.2136/sssaj1980.036159950.

ÖZGEÇMİŞ

Kişisel Bilgiler

Adı Soyadı : ŞENGÜL HEPÖZ

Doğum tarihi ve yeri : 25.04.1996 MİHALIÇÇIK

e-posta : sengul.hepoz.12@gmail.com

Öğrenim Bilgileri

Derece	**Okul/Program**	**Yıl**
Y. Lisans	Balıkesir Üniversitesi/Kimya Bölümü	2019-
Lisans	Balıkesir Üniversitesi/Kimya Eğitimi	2014-2018