

T.C.
YÜZÜNCÜ YIL ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ
KİMYA ANABİLİM DALI

**ENDÜSTRİYEL HAMMADDE OLAN PERLİTİN
ORGANOSİLANLANMASI**

YÜKSEK LİSANS TEZİ

HAZIRLAYAN: Hakan DÖNMEZ
DANIŞMAN: Prof. Dr. Esvet AKBAŞ

VAN-2016

T.C.
YÜZÜNCÜ YIL ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ
KİMYA ANABİLİM DALI

**ENDÜSTRİYEL HAMMADDE OLAN PERLİTİN
ORGANOSİLANLANMASI**

YÜKSEK LİSANS TEZİ

HAZIRLAYAN: Hakan DÖNMEZ

Bu çalışma, YYÜ Bilimsel Araştırma Projeleri Başkanlığı tarafından FYL-2016-5291 no'lu proje kapsamında desteklenmiştir.

VAN-2016

KABUL VE ONAY SAYFASI

Kimya (Organik Kimya) Anabilim Dalı'nda Prof. Dr. Esvet AKBAŞ danışmanlığında, Hakan DÖNMEZ tarafından sunulan "**Endüstriyel Hammadde Olan Perlitin Organosilanlanması**" isimli bu çalışma Lisansüstü Eğitim ve Öğretim Yönetmeliği'nin ilgili hükümleri gereğince 26/12/2016 tarihinde aşağıdaki jüri tarafından oy birliği ile başarılı bulunmuş ve Yüksek Lisans tezi olarak kabul edilmiştir.

Başkan: Prof. Dr. Esvet AKBAŞ

İmza:

Üye: Yrd. Doç. Dr. Fatih Çağlar ÇELİKEZEN

İmza:

Üye: Yrd. Doç. Dr. Eda GÖKİRMAK SÖĞÜT

İmza:

Fen Bilimleri Enstitüsü Yönetim Kurulu'nun 26/12/2016 tarih ve 2016/61-İ sayılı kararı ile onaylanmıştır.



TEZ BİLDİRİMİ

Tez içindeki bütün bilgilerin etik davranış ve akademik kurallar çerçevesinde elde edilerek sunulduğunu, ayrıca tez yazım kurallarına uygun olarak hazırlanan bu çalışmada bana ait olmayan her türlü ifade ve bilginin kaynağına eksiksiz atıf yapıldığını bildiririm.

(İmza)

Hakan DÖNMEZ



ÖZET

ENDÜSTRİYEL HAMMADDE OLAN PERLİTİN ORGANOSİLANLANMASI

DÖNMEZ, Hakan
Yüksek Lisans Tezi, Kimya Anabilim Dalı
Tez Danışmanı: Prof. Dr. Esvet AKBAS
Aralık 2016, 45 sayfa

Perlit doğada bol miktarda bulunan, yapısında bir miktar su içeren amorf yapılı, camsı volkanik bir madendir. İçyapısı, geniş, dış düzensiz bir yüzeye sahip çok sayıda minik kapalı hava hücrelerinden oluşmasından dolayı birçok sektör açısından çok önemli fiziksel özellikler taşır. Perlitin en olağandışı özelliklerden biri, yeterince ısıtıldığında büyük ölçüde genişlemesidir. Perlit önemli endüstriyel bir mineraldir ve ısıl işleme tabi tutulduktan sonra yoğunluğu düşük olan çok önemli bir ticari bir ürün haline dönüşmektedir. Dünyanın birçok bölgesinde ve ülkemizde bol miktarda perlit rezervi bulunmaktadır.

Bu çalışma kapsamında Van-Erciş bölgesinden alınan perlit numuneleri öğütülüp, kurutulup patlatıldıktan sonra asit ile muamele edilerek yüzey arındır işlemine tabi tutuldu ve bu numune P_A olarak adlandırıldı. Sonra P_A üzerinde bulunan OH grupları, (3-merkaptopropil) trimetoksisisilan ve (3-aminopropil) trimetoksisisilan bileşikleriyle organosilanlamaya tabi tutuldu. Organosilanlama ile yüzey alanı ve kimyasal yapısı değişen perlit bileşiklerinin değişen özelliklerini araştırmada bu bileşikler P_{MPTMS} ve P_{APTMS} olarak adlandırıldı.

Daha sonra modifiye edilmiş olan perlit örneklerinin fiziksel ve kimyasal analizleri, XRF, TG-DTA, BET, XRD, FT-IR ve SEM ile yapıldı. Analizler sonucunda modifiye edilmiş olan örneklerin asidik karakterli, amorf yapılı ve kuvars bir yapıda olduğu belirlendi. Perlite uygulanan organosilan modifikasyonu ile elde edilen ürünlerin yüzey özellikleri geliştirilerek adsorpsiyon işlemi için daha kullanışlı hale getirilmiştir. Bu modifikasyon işleminde perlitte bulunan hidroksi grupları büyük önem taşımaktadır.

Anahtar kelimeler: Adsorpsiyon, Modifikasyon, Organosilan, Perlit

ABSTRACT
SILYLATION WITH ORGANO-SILANES OF INDUSTRIAL
RAW MATERIAL PERLITE

DÖNMEZ, Hakan
M. Sc., Thesis of Chemistry Department
Supervisor: Prof. Dr. Esvet AKBAŞ
December 2016, 45 pages

Perlite is an amorphous volcanic glass which has a relatively high water content and occurs naturally. It has unique physical characteristics and its unique internal structure consists of numerous tiny closed air cells surrounded by a large exterior irregular surface. It has one of the most unusual property, i.e. it greatly expands when sufficiently heated. It is an industrial mineral and a commercial product useful for its low density after processing. Perlite has abundant reserves in many areas of the world and our country.

In this study, the sample was first treated with acid in order to purify the surface and named P_A . Secondly, P_A modified with organosilane groups (3-mercaptopropyl) trimethoxysilane, (3-aminopropyl) trimethoxysilane, often to change to the physical and chemical properties and named P_{MPTMS} , P_{APTMS} .

These samples have been studied by chemical analysis methods such as XRF, TG-DTA-DTG, XRD-FT-IR and SEM. In this study were observed that the perlite contents are variable impurities in the sample such as quartz, feldspar, montmorillonite, kaolinite, mica and opal-CT. XRD and FT-IR analysis display the existence of amorphous silica in perlite. The BET study also showed that the perlite surface properties as pore size, pore diameter, surface area are changed with the modifications. The well defined hydroxyl groups of perlite surface play an important role in surface modification both physically and chemically.

Keywords: Adsorption, Modification, Organosilan, Perlite



ÖN SÖZ

Bu tez çalışmasında, her türlü ilgi ve yardımlarını esirgemeyen tecrübeleriyle bana yol gösteren ve tanıştığımız ilk andan itibaren bakış açısı ile farklı düşünmeyi öğreten saygıdeğer danışmanım Sayın Prof. Dr. Esvet AKBAŞ'a ve beni bilgilerinde mahrum bırakmayan ikinci danışmanım sayın Doç. Dr. Necla ÇALIŞKAN KILIÇ'a sonsuz teşekkür ederim.

Ayrıca bilgisini ve deneyimini her daim benimle paylaşan değerli akademisyenler Yrd. Doç. Dr. Eda GÖKIRMAK SÖĞÜT'e, Yrd. Doç. Dr. Metin ÇELEBİ'ye, Öğr. Gör. Dr. Erdem ERGAN'a, Öğr. Gör. Adem RÜZGAR ve Öğr. Gör. Yaşar KARATAŞ'a öneri ve anlayışlarından dolayı teşekkürlerimi sunarım. Perlit madenini temininden dolayı bana yardımcı olan Sayın Yrd. Doç. Dr. Vural OYAN'a ayrıca teşekkür ederim. Tez çalışmamda imkân sağladığı için YYÜ kimya anabilim dalına ve "FYL-2016-5291" No'lu proje ile destekleyen üniversitemizin Bilimsel Araştırma Projeleri Başkanlığına teşekkür ederim.

Beni her daim sabırla destekleyen, manevi katkılarını sunan, değerli eşime gönülden teşekkürler.

2016

Hakan DÖNMEZ



İÇİNDEKİLER

	Sayfa
ÖZET	i
ABSTRACT	iii
ÖN SÖZ.....	v
İÇİNDEKİLER	vii
ÇİZELGELER LİSTESİ	ix
ŞEKİLLER LİSTESİ	xi
SİMGELER VE KISALTMALAR	xiii
1. GİRİŞ	1
1.1. Perlit'in Genel Özellikleri	2
1.1.1. Perlit'in fiziksel özellikleri	2
1.1.2. Perlit'in kimyasal özellikleri	2
1.1.3. Dünya perlit rezervleri	5
1.1.4. Türkiye perlit rezervleri	5
1.2. Genleşmiş Perlitin Kullanım Alanları	6
1.2.1. İnşaat sektörü	6
1.2.2. Tarım sektörü	6
1.2.3. Gıda sektörü	7
1.2.4. Eczacılık ve kimya sektörü	7
1.2.5. Metalürji'de	7
1.2.6. Farklı sektörlerde kullanımı	8
1.3. Perlit Üretim Yöntem ve Teknolojileri	8
1.4. Perlit Ürün Standartları	12
2. KAYNAK BİLDİRİŞLERİ	14
3. MATERYAL VE YÖNTEM	18
3.1. Materyal	19
3.2. Uygulanan Modifikasyonlar	20
3.2.1. Asitli çözelti ile yüzey temizleme işlemi	20
3.2.2. Organosilan grubu ile perlit yüzeyinin modifikasyonu	21
3.3. Kimyasal ve Mineralojik Analizler	21

	Sayfa
3.3.1. X-ışınları floresans (XRF) analizi	21
3.3.2. Termal analizler (TGA-DTA)	21
3.3.3. X-ışınları difraksiyon (XRD) analizi	23
3.3.4. Yüzey alanı analizi	23
3.3.5. Fourier dönüşümlü kızılötesi (FT-IR) analizi	24
3.3.6. Taramalı elektron mikroskobu (SEM) analizi.....	25
4. BULGULAR.....	26
4.1. XRF Analizi	26
4.2. Perlit'in Termal Analizi	27
4.3. Yüzey Alan Analizi	29
4.4. XRD Analizleri.....	31
4.5. FT-IR Analizleri	33
4.6. SEM Analizleri.....	37
5. TARTIŞMA VE ÖNERİLER.....	40
KAYNAKLAR.....	42
ÖZGEÇMİŞ.....	46

ÇİZELGELER LİSTESİ

Çizelge	Sayfa
Çizelge 1.1. Perlit'in fiziksel özellikleri	2
Çizelge 1.2. Perlit'te bulunan kimyasal bileşenlerin yüzde oranları	3
Çizelge 1.3. Dünya perlit Rezervi (milyon ton)	5
Çizelge 1.4. Genleşmiş perlitin uluslararası geçerliliği olan standartları	12
Çizelge 1.5. TSE Perlit Standartları.....	13
Çizelge 4.1. Perlit'in kimyasal analizleri	26
Çizelge 4.2. BET ve BJH metotları ile elde edilen yüzey alanı, gözenek hacmi ve gözenek çapları değerleri	31
Çizelge 4.3. Asitle yıkanan perlit (P_A), (3-merkaptopropil) trimetoksisilan (P_{MPTMS}) ile modifiye edilen ve (3-aminopropil) trimetoksisilan (P_{APTMS}) ile modifiye edilen perlit örneklerinin FTIR analiz sonuçları (cm^{-1}).	36

ŞEKİLLER LİSTESİ

Şekil	Sayfa
Şekil 1.1. Ham perlit, genleştirilmiş perlit	1
Şekil 1.2. Perlit'in su ile yaptığı hidrojen bağları	3
Şekil 1.3. Türkiye perlit rezerv haritası.....	6
Şekil 1.4. Perlit maden sahaları	9
Şekil 1.5. İşlenmiş perlit.....	9
Şekil 1.6. Perlit'in türleri.....	10
Şekil 1.7. Genleştirilmiş perlit	11
Şekil 2.1. Organosilan bileşiklerinin genel yapısı	14
Şekil 2.2. Bazı organosilan örnekleri ve kimyasal formülleri	15
Şekil 2.3. Organosilan grupları yüzeydeki hidroksil grupları arasında Si-O-Si köprüsü	15
Şekil 2.4. SBA-Pr-SO ₃ 'ün SEM görüntüsü	16
Şekil 2.5. SBA-Pr-SO ₃ 'ün hazırlanması için şematik gösterim	17
Şekil 3.1. Van ilinin sahip olduğu maden kaynakları	17
Şekil 3.2. Van-Erciş perlit yataklarının uydu görüntüsü	19
Şekil 3.3. Termal gravimetrik analiz cihazı	22
Şekil 3.4. Diferansiyel termal analiz cihazı.....	22
Şekil 3.5. X-ışınları difraksiyon cihazı	23
Şekil 3.6. Yüzey alan analiz cihazı	24
Şekil 3.7. Fourier dönüşümlü kızılötesi cihazı	25
Şekil 3.8. Taramalı elektron mikroskobu cihazı.....	25
Şekil 4.1. Asitle yıkanan perlitin DTG, TG ve DTA eğrileri.....	27
Şekil 4.2. (3-aminopropil) trimetoksisilan ile modifiye edilen perlitin DTG, TG ve DTA eğrileri.....	28
Şekil 4.3. (3-merkaptopropil) trimetoksisilan ile modifiye edilen perlitin DTG, TG ve DTA eğrileri	29
Şekil 4.4. Asitle yıkanan perlitin XRD deseni	32
Şekil 4.5. (3-aminopropil) trimetoksisilan ile modifiye edilen perlitin XRD deseni	32
Şekil 4.6. (3-merkaptopropil) trimetoksisilan ile modifiye edilen perlitin XRD deseni.	33

Şekil	Sayfa
Şekil 4.7. Asitle yıkanan perlitin FTIR analizi.	34
Şekil 4.8. (3-aminopropil) trimetoksisilan ile modifiye edilen perlitin FTIR analizi.....	34
Şekil 4.9. (3-merkaptopropil) trimetoksisilan ile modifiye edilen perlitin FTIR analizi.....	35
Şekil 4.10. Asitle yıkanan perlitin SEM analizleri	37
Şekil 4.11. (3-aminopropil) trimetoksisilan ile modifiye edilen perlitin SEM analizleri.....	38
Şekil 4.12. (3-merkaptopropil) trimetoksisilan ile modifiye edilen perlitin SEM analizleri.....	39
Şekil 4.13. FT-IR analizlerinin çakışık bantlarının görüntüsü	41

SİMGELER VE KISALTMALAR

Bu çalışmada kullanılmış bazı simgeler ve kısaltmalar, açıklamaları ile birlikte aşağıda sunulmuştur.

Simgeler	Açıklama
P_A	Asit ile muamele edilmiş perlit
P_{APTMS}	(3-aminopropil)trimetoksisilan ile modifiye edilmiş perlit
P_{MPTMS}	(3-merkaptopropil)trimetoksisilan ile modifiye edilmiş perlit
TSE	Türk Standartları Enstitüsü
DPT	Devlet Planlama Teşkilatı
MTA	Maden ve Teknik Arama
°C	Santigrat derece
XRF	X-ışınları floresans analizi
TGA	Termal gravimetrik analiz
DTA	Diferansiyel termal analiz
BET	Bruanauer, Emmett ve Teller'in analiz metodu
XRD	X-ışınları difraksiyon analizi
FT-IR	Fourier dönüşümlü kızılötesi analizi
SEM	Taramalı elektron mikroskopu analizi

1.GİRİŞ

Perlit asidik karakterli, amorf yapılı volkanik bir madendir. Ham perlitin açık griden, parlak siyaha kadar birçok rengi mevcuttur (Tekin, 2004).

Perlitin, doğal volkanik faaliyetler sonrası, magmanın yeryüzünde soğuması esnasında ve sonrasında bünyesinde su buharı tutması ve magmanın soğuma sonrasında yer yüzeyinden derine inen suların kılcal çatlak ve yarıklara girmesi sonucu gözenekli yapıda olduğu düşünülmektedir. Perlit taneciklerinin kararlılığını, içinde bulunan %2-6 oranındaki su miktarı belirler (Şencan, 2010).

Perlit, ortalama 760-1090°C arası yüksek sıcaklıklarda ani ısı değişikliğine tabi tutulursa, içindeki suyun buharlaşması sonucu genişerek camsı tanelerden oluşan bir köpük agregasına dönüşmekte ve hacmi 10 ile 20 kat arasında genişlemektedir. Bu ürüne genişmiş perlit denir. Perlit'in genişleme kabiliyeti, gözeneklerinde bulunan su miktarına ve perlitin kimyasal yapısına bağlıdır (Şencan, 2010). Bu değişim sonucunda beyaz inci parlaklığında çok hafif küçük küreler elde edilmektedir (Şahinoğlu, 2013). Ham perlit ve genişleştirilmiş perlit türleri, Şekil 1.1.'de gösterilmiştir.



Şekil 1.1. Ham perlit.



Genleştirilmiş perlit.

Genleştirilmiş perlit, hem ateşe dayanıklı ve hem de termal iletkenliğe sahip önemli bir malzemedir (Şencan, 2010).

1.1. Perlit'in Genel Özellikleri

1.1.1. Perlit'in fiziksel özellikleri

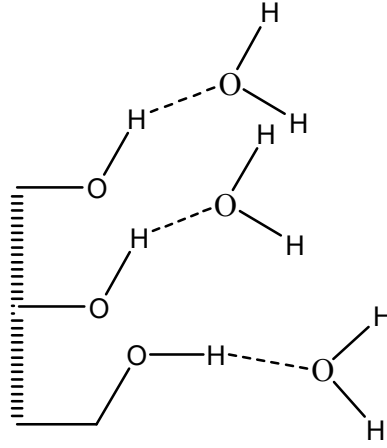
Perlit 1260-1343°C arasında erime noktasına sahip beyaz, gri ve siyah tonlarında, gözenekli, hafif, suda çözünmeyen, kimyasal bozulmaya uğramayan, içerisinde minimum miktarda nem bulunduran değerli, endüstriyel bir ham maddedir. Perlitin fiziksel özellikleri Çizelge 1.1.' de gösterilmektedir (Doğan, 2001).

Çizelge 1.1. Perlit'in fiziksel özellikleri.

Özellikler	Açıklama
Tanım	Konkoidal, sferidal kırıklı camsı volkanik kayaç
Renk	Beyaz, gri ve tonları, siyah
Yumuşama noktası	870-1100 °C
Ergime noktası	1260-1343 °C
OH ⁻	7.5-8.0
pH	6.5-8
Sertlik (Mohs)	5-6
Özgöl ısı	837 J/Kg.k
Özgöl ağırlık	2200-2400 Kg/m ³
Refraktif İndeks	1.5
Serbest nem (%)	Maksimum 0,5
Ağırlık kaybı	İstenildiği kadar
Gevşek yoğunluk	32-400 kg/m ³ (Genleşmiş)
Isı iletkenliği	0.04 W/m.k (Genleşme)
Asitte erime özelliği	a-Konsantre sıcak alkali ve hidroklorik asitte erir b- Konsantre mineral asitlerinde az erir (% 2) c- Seyreltik mineral veya konsantre zayıf asitlerde çok az erir (% 0.1)

1.1.2. Perlitin kimyasal özellikleri

Perlit, alındığı bölgeye bağlı olarak, içerisinde %70-85 oranında SiO₂ bulundurur. Perlit'in yüzeyi aktif hidroksil guruplarıyla kaplıdır. Gözenekli bir yapıya sahip olması ve yapısında fazla miktarda hidroksil gurupları bulundurmasından dolayı su ile çok kolay hidrojen bağları yapabilir ve yapısında yüksek miktarda su tutabilir (Şekil 1.2.).



Şekil 1.2. Perlit'in su ile yaptığı hidrojen bağları.

Perlit kimyasal yapısında bulundurduğu yüksek orandaki metal oksitlerden dolayı oldukça dayanıklı bir yapıya sahiptir. Özellikle yüksek oranda SiO_2 bulundurması bu madeni daha da kıymetli hale getirmektedir. Yerel farklılıkların olmasıyla birlikte, bir perlit için genel kimyasal bileşimler Çizelge 1.2.'de verilmiştir.

Çizelge 1.2. Perlit'te bulunan kimyasal bileşenlerin yüzde oranları.

Bileşen	% miktarı
SiO_2	71 – 75
Al_2O_3	12.5 – 18
Na_2O	2.9 – 4
K_2O	0.5 – 5
CaO	0.5-0.2
Fe_2O_3	0.1-1.5
MgO	0.02-0.5
TiO_2	0.03-0.2
MnO_2	0-0.1
SO_3	0-0.2
FeO	0-0.1
Cr	0-0.1
Ba	0-0.05
PbO	0-0.03 / 0.3
NiO	Eser
Cu	Eser
B	Eser
Be	Eser
Serbest silis	0.0-0.2
Toplam klorürler	Eser-0.2

Perlit yapısında bulundurduğu yüksek oranlardaki metal oksitlerinden dolayı Lewis asit karakteri içerir. Nitrat, sülfat, fosfor, ağır metal, radyoaktif element ve organik maddeler içermediğinden endüstri açısından değerli madendir. Ayrıca, kimyasal olarak oldukça saftır. Metal oksitlerin kimyasal reaksiyonlara yatkın olmaması, suda çözünmeyen ve kararlı kimyasal yapıya sahip olması sebebiyle, perlit genel olarak kimyasal tepkimelerden etkilenmez. Lewis asidi karakterinden dolayı bazı organik reaksiyonlarda katalizör olarak da kullanılmaktadır (Badihi ve ark., 2011).

Perlit, anorganik bileşenlerden oluştuğu için ısıya dayanıklıdır ve yanmaz. Bu özelliğinden dolayı yapı malzemeleri üretiminde yaygın olarak kullanılmaktadır. Özellikle inşaat sektöründe kullanılan perlit, çok hafif olması ve dayanımı artırması açısından tercih edilmektedir. Alternatif bir inşaat elemanı olarak kendine benzer özellik gösteren maddelere ve karışımlara kıyasla %50 daha hafiftir. Hatta alternatif ürünlere göre dirayeti itibariyle de yedi kat daha dayanıklıdır. Bu dayanıklılığın kriteri, bilhassa donma ve çözünmeye karşı gösterdiği direnç noktasındadır. Perlit kullanıldığı yapıda, iklimden kaynaklı gece ve gündüz sıcaklık farkı yüksek olsa dahi, istenen dayanıklılığı sağlamaktadır. Bu sebepten dolayı karasal iklim koşullarına sahip bölgelerde, yapı malzemesi olarak kullanımı tercih edilmektedir. Perlit taşıdığı özellikleri bakımından çok iyi bir yalıtım malzemesidir. Dış koşulların getirdiği oluklardan dolayı çatlama olmaz aynı zamanda ısı ve ses yalıtımında da oldukça iyi sonuçlar vermektedir. Perlit, binaya ağırlık yönünden ekstra yük bindirmediği gibi zaman içerisinde daha çok sertleşerek bina ömrüne olumlu yönde katkı sağlar. Fiziksel direncinin beraberinde kimyasal dayanımda da çok iyi özellikler gösterir. Asit veya baz gibi kimyasal etkilere dayanıklı olmasının yanı sıra küf, yosun gibi olumsuzlukların gelişmesine de engel olmaktadır. Bu sebepten, nem oranı yüksek olan sahil kesimlerinde de önemli bir yapı malzemesi özelliği kazanmaktadır. Sanayide ve sektörde perlit madeninden, tuğla, çatı kaplama tuğlası, beton, duvar ve zemin kaplama ürünleri gibi birçok yapı malzemesi olarak da üretilmektedir. Perlitin kullanıldığı yapı malzemeleri ısı yalıtımında %40 yakın bir enerji tasarrufu sağladığı gibi 1000°C' ye kadar sıcaklığa dayanabilmektedir. Yangın riski yüksek olan yapı bölgelerinde bu yüzden ciddi anlamda tercih edilmektedir.

1.1.3. Dünya perlit rezervleri

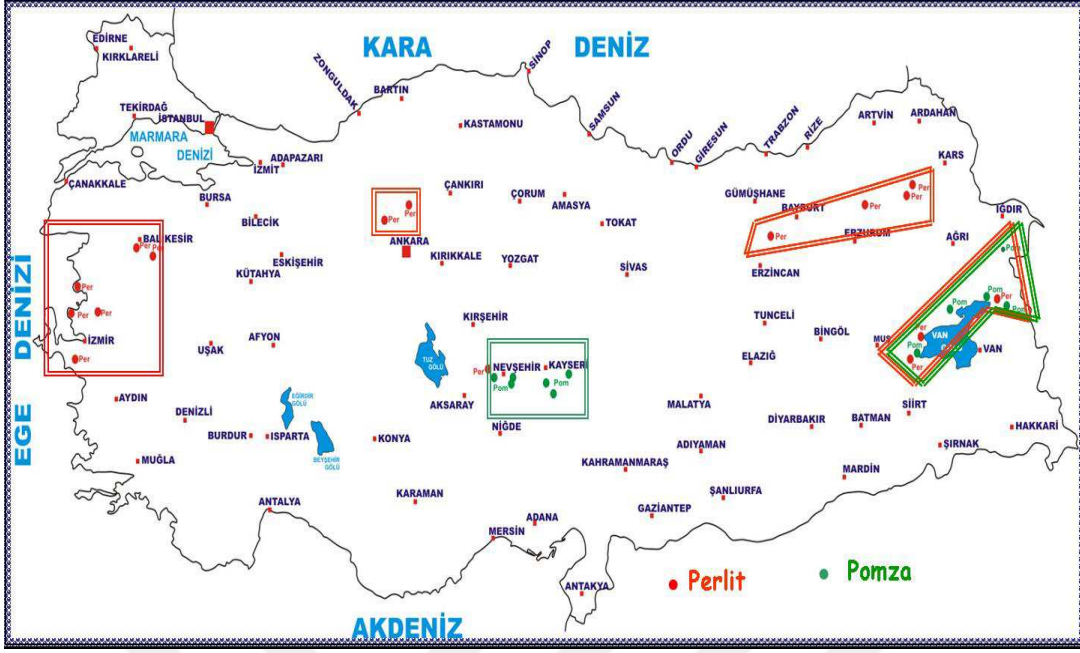
Dünyada perlit rezervleri yaşlı volkanik bölgelerde yoğunlaşmıştır. Türkiye, İtalya, Amerika Birleşik Devletleri, Japonya ve Yunanistan perlit madeni açısından zengin kaynaklara sahip ülkelerdir. 1990'lı yıllardan itibaren Türkiye'de ana üreticiler konumunda yer almaktadır (Anonim, 2001). Perlit yatakları bakımından zengin olan ülkeler milyon ton rezerv miktarı olarak Çizelge 1.3.'te gösterilmiştir.

Çizelge 1.3. Perlit'in Dünyada Rezervi (milyon ton).

Kıtalar	Ülkelerin rezervleri (milyon ton)
Avrupa'da bulunan toplam perlit rezervi	570 milyon ton
	Yunanistan 50
	Türkiye* 30
	Diğer Avrupa Ülkeleri 490
Asya'da bulunan toplam perlit rezervi	80 milyon ton
	Filipinler 10
	Japonya 10
	Diğer Asya Ülkeleri 30
	Türkiye* 30
Amerika Birleşik Devletleri	55 milyon ton
Afrika ve Okyanusya	25 milyon ton
*Türkiye her iki kıta da değerlendirilmiştir	

1.1.4. Türkiye perlit rezervleri

Türkiye perlit rezervinin büyük çoğunluğu Şekil 1.3.'te sunulduğu gibi Doğu Anadolu'da Erzurum-Kars, Muş-Van-Ağrı ve Bitlis'te, İç Anadolu bölgesinde Ankara, Nevşehir-Kayseri'de, Ege bölgesinde İzmir ve Balıkesir illerinde bulunmaktadır (İst. Maden İh. Birliği 1999 çalışma raporu).



Şekil 1.3. Türkiye perlit rezerv haritası.

1.2. Genleşmiş Perlitin Kullanım Alanları

Genleşmiş perlit düşük yoğunluğu, esnekliği, tepkimelere karşı isteksizliği, iyi ses yalıtımına sahip olması ve ısıya dayanıklılığı gibi üstün özelliklerinden dolayı ticari olarak önemli ve değerli bir malzemedir. İnşaat sektöründen tarıma, gıda sektöründen eczacılık sektörüne kadar çok çeşitli endüstriyel alanlarda ticari olarak kullanılmaktadır.

1.2.1. İnşaat sektörü

- ✓ Çatı ve zemin izolasyonlarında,
- ✓ İç ve dış sıvalar,
- ✓ Çimento ve alçı bağlayıcılarında,
- ✓ Tavan kiremitleri,
- ✓ Yüzey döşemelerinde.

1.2.2. Tarım sektörü

- ✓ Tarla ve Bahçe tarımında,
- ✓ Seracılıkta,

- ✓ Çimli spor alanlarında,

1.2.3. Gıda sektörü

- ✓ Meyve sularında,
- ✓ Bitkisel yemeklik yağlarında,
- ✓ Şeker pancarı şerbeti,
- ✓ Mısır şerbeti,
- ✓ İçme suyu,
- ✓ Atık suların geri emiliminde,
- ✓ Makine yağı,
- ✓ Bira ve şarap süzme işlemlerinde.

1.2.4. Eczacılık ve kimya sektöründe

- ✓ Flok süzmede,
- ✓ Boyaların filtrasyonunda,
- ✓ Kağıt sanayinde,
- ✓ Fosforik asit filtrasyonunda,
- ✓ Antibiyotiklerin filtrasyonunda,
- ✓ Sodyum silikat (cam suyu),
- ✓ Pektin filtrasyonunda,
- ✓ Sitrik asit filtrasyonunda,
- ✓ Soda külü eriyiklerinin süzülmesinde,
- ✓ Sülfürik asit filtrasyonu,
- ✓ Uranyum şerbeti süzülmesinde.

1.2.5. Metalürji’de

- ✓ Döküm kumuna katkı maddesi olarak,
- ✓ Potadaki metalin stabilizasyonunda,
- ✓ Demir-Çelik fabrikasında cüruf kontrolünde,

- ✓ Dövmeye veya haddeye giden sıcak metalin ısı kaybının önlenmesinde,
- ✓ Refrakter özelliğe sahip ürünlerde.

1.2.6. Farklı sektörlerde kullanımı

- ✓ Sondaj çalışmalarında,
- ✓ Deniz araçlarının yalıtımında,
- ✓ Petrol veya farklı organik atıkların oluşturduğu su kirliliğini temizlemede,
- ✓ Baraj göllerinde ve açık su rezervlerinin buharlaşmasının engellenmesinde,
- ✓ Ambalaj sektöründe dolgu malzemesi olarak,
- ✓ Plastik köpük yapımında dolgu malzemesi olarak,
- ✓ Plastik mobilya yapımında dolgu maddesi olarak,

1.3. Perlit Üretim Yöntemi ve Teknolojileri

Perlit mineralinin üretimi sektörün ihtiyacı ile orantılı olduğundan üretim fazlası depolanmış miktarları son derece sınırlıdır. Sektördeki perlit tüketimi daha çok inşaat sektöründeki hareketliliğe bağlıdır. Bu nedenle perlite olan talep inşaat sektöründeki gelişme ve durgunluklarla paralel olarak değişmektedir. Son yıllarda yalıtım sistemlerinin geliştirilmesine verilen önemde perlit kullanımına etki eden faktörlerden biri haline gelmiştir. Perlit üretimi bakımından dünyanın en büyük üretici ve tüketicisi konumunda olan Amerika Birleşik Devletlerinde tüketilen perlitin %70-80'i yapı malzemeleri sektöründe, %10'u tarım uygulamalarında, %9'u filtrasyon ürünlerinde, %7'si katkı hammaddesi, %3'ü ise farklı sanayi sektörlerinde tüketilmektedir (Bolen, 2010).

İnşaat sektöründe tüketilen perlitin ortalama %70-80'i izolasyon levhaları ile tavan kaplamalarında kullanılmaktadır (Anonim, 2001).

Perlit madeni, maden ocağından çıkartılırken öncelikle patlatma yöntemi kullanılarak çıkartılır. Bu işlemden sonra, Şekil 1.4.'te görseli sunulan, ham perlit kırılıp öğütülmekte ve daha sonra da öğütülmüş ürün sınıflandırılmakta ve genişletme işlemine tabi tutulduktan sonrada tüketime hazır hale getirilmektedir.



Şekil 1.4. Perlit maden sahaları.

Ham perlit maden sahasına yakın bir yerde kaba kırma işlemine tabi tutularak gerekli tane iriliğine getirilir (Şekil 1.5.).



Şekil 1.5. İşlenmiş perlit.

Genleşen perlitin hacimce büyük ve hafif olmasından dolayı ticari olarak pazarlanacağı pazar alanlarına yakın yerlerde genleştirme işlemine tabi tutulması daha uygundur. Perlit'in türleri Şekil 1.6.'da verilmiştir



Ham perlit

Kırılmış Perlit

Genleştirilmiş perlit

Şekil 1.6. Perlit'in türleri.

Perlit ticari olarak piyasaya sunulurken aşağıdaki işlemlerden geçirilmesi gerekir.

- ✓ Perlit modüllerine ayrılmalı veya küre şeklinde taneler oluşturulmalı,
- ✓ Kırma işlemi yapılırken perlitin kabuk dokusuna zarar vermeden istenen tane boyutuna gelinceye kadar kırılmalı,
- ✓ İhtiyaç duyulan tane büyüklüğünde sınıflandırılmalı,
- ✓ Tane dağılımı darbe şiddetine bağlı olduğundan, kırıcı ve öğütücü seçimin de dikkatli olunmalıdır.

Perlit işleme tesislerinde ham perlit üzerine uygulanan prosesler şu şekilde sıralanabilir.

1. Kırma,
2. Ön öğütme,
3. Kurutma,
4. Öğütme,
5. İnce öğütme,
6. Eleme, sınıflandırma, boyutlama,
7. Stok.

Sektörde deęişik boyutlarda perlite ihtiya duyulduęundan dolayı öğütmede çeşitlilik önem taşımaktadır. Sektörde daha çok talep gören tane boyutları aşağıda sıralanmıştır.

- ✓ 0.00-0.50 mm/0.30-1.00 mm/0.30-1.60 mm (0.30 mm altındaki miktar en yüksek %8)
- ✓ 0.00-0.40 mm/0.00-2.20 mm/0.40-1.20 mm (0.30 mm altındaki miktar %10)
- ✓ 0.30-2.00 mm (0.30 mm altındaki miktar %40)
- ✓ 0.80- 1.60 mm/0.00-2.00 mm/1.20-2.00 mm (0.30 mm altındaki miktar % 40)

Öğütölmüş perlit 400°C' ye kadar bir ön ısıtmaya tabi tutulur. Daha sonra 750-1250°C arasında sıcaklığı olan fırın ortamına aniden sevk edildiğinde perlitin içerisindeki suyun ani buharlaşması sonucu çok kısa bir zaman diliminde mısır tanelerinin patlamasına benzer bir şekilde patlamakta ve hacmi 4-30 kat artmaktadır (Şekil 1.7.).



Şekil 1.7. Genleştirilmiş perlit.

Perlit'in genleştirilmesinde rol oynayan başlıca faktörler;

- ✓ Perlit'in yapısında hapsedtięi su miktarı ve bileşimi,
- ✓ Fırın sıcaklığı ve ısıtma zaman dilimi,
- ✓ Tanecik boyutu,
- ✓ Genleşme sıcaklığı.

Sonuç olarak genişleştirilmiş perlit beyaz renkte, gözenek hacmi artmış camsı bir şekil alır.

1.4. Perlit Ürün Standartları

Perlitin kullanılacağı sektörün ihtiyaçlarına ve beklentilerine bağlı olarak her ülkede farklı standartlar belirlenmiştir. Genleşmiş perlit Çizelge 2.1.'de sunulan ve uluslararası geçerliliği olan standartlar belirlenmiştir (Anonim, 2001).

Çizelge 1.4. Genleşmiş perlitin uluslararası geçerliliği olan standartları.

AMAÇ	STANDART
Örnekleme	Pl 110-77
Genleşme testi	Pl 307-77
Yalıtımlı betonda hafif agrega testi	C 332-82
Dolgu yalıtım malzemesi yoğunluk testi	C 520-81
Isı tecrit testleri	C 236
Gevşek dolgu tecriti	C 549
İnşaat malzemelerinin yüzey yanma karakteristikleri	E 84

Ülkemizde kullanılan perlit için ayrıca TSE standartları da belirlenmiştir. (Anonim, 2001), (Çizelge 1.5.).

Çizelge 1.5. TSE Perlit Standartları.

TSE 415	Isı iletkenliği ve geçirgenliği direncinin yapıda
TSE 1114	Hafif agregalar (Beton için)
TSE 2511	Taşıyıcı hafif betonların karışım hesap esasları
TSE 2381	Konutlarda ses yalıtımının değerlendirilmesi
TSE 1476	Ses absorpsiyonu katsayıların ölçülmesi
TSE 1474	Alçı bölme duvar bileşenleri
TSE 1475	Alçı bölme duvar bileşimlerinin yerlerine konulması kuralları
TSE 1262	Sıva yapım kuralları (bina iç yüzeylerinde kullanılan)
TSE 1263	Yapı elemanlarının yanmaya dayanıklılık deney metotları
TSE 825	Binalarda ısı etkilerinden korunma kuralları
TSE 305	Odun talaşı levhaları
TSE 705	Fabrika tuğlaları
TSE 639	Uçucu küller
TSE 640	Uçucu küllü çimento
TSE 20	Yüksek fırın cürufu çimentoları
TSE 901	Lifli ısı ve ses yalıtma malzemesi
TSE 2823	Betondan mamul yapı elemanları
TSE 453	Gaz beton yapı malzemeleri ve elemanları
TSE 3681	Genleştirilmiş perlit agregası
TSE 3649	Perlitli ısı yalıtımı betonu yapım-uygulama kuralları

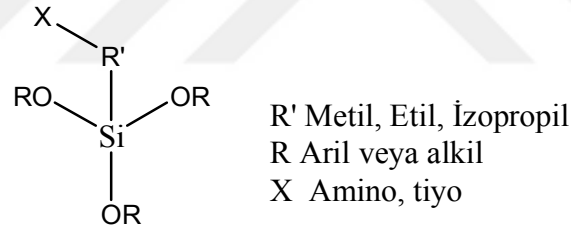
2. KAYNAK BİLDİRİŞLERİ

Bu tez çalışması kapsamında Van ilinden alınan perlit örneklerinin çeşitli organosilanlar ile yüzey özelliklerinin değiştirilmesiyle fizikokimyasal parametrelerinin tespit edilmesi planlanmıştır.

Organosilanlar ile yüzey özelliklerini iyileştirme çalışmaları, gözenekli malzemelerin geliştirilmesine paralel olarak üzerinde çokça çalışılan konular haline gelmiştir. Gözenekli yapılardan en çok üzerinde durulan zeolitler olmuştur.

Doğal zeolitlerin 1700'lü yıllarda keşfedilmesine karşın yakın dönemlere kadar doğal zeolitlerin mikro gözenekli yapısı, adsorpsiyon ve iyon değişimindeki kullanılabilirliği tam olarak anlaşılamamıştır.

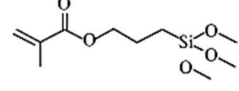
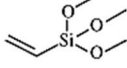
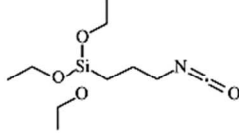
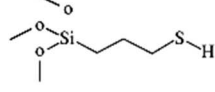
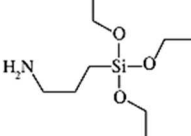
Yapısında en az bir karbon-silikon bağı (Si-C) bulunduran bir silan; organosilan olarak bilinir Şekil 2.1.'de gösterilmiştir. Organosilan molekülü üç anahtar elementten oluşur.



Şekil 2. 1. Organo silan bileşiklerinin genel yapısı.

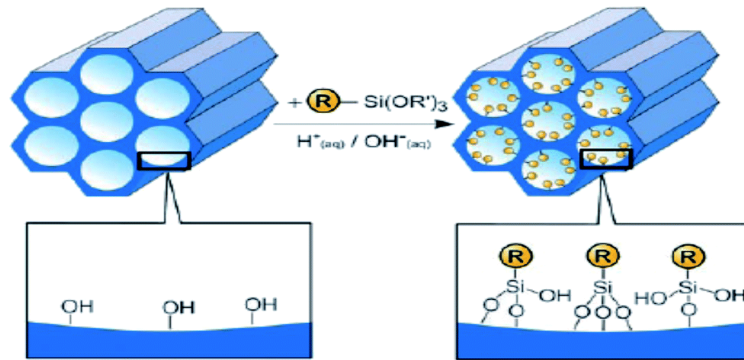
X - Hidrolize olmayan (amino, epoksi, vinil, sülfür gibi kimyasallara karşı reaktif olabilen veya alkil gibi kimyasallara reaktif olmayan) bir organik kısımdır. OR'- Hidrolize olabilen gruplardır. Bu gruplar, inorganik ya da organik alt-tabakalar ile bağlantı sağlar. R- hem aril hem de alkil olabilen ara bir parçadır.

Organosilanlar sergiledikleri çifte reaktivite sayesinde, inorganik/organik substratlar ve organik/polimer matrisleri arasında köprü görevi görür. Dolayısıyla, bunların arasındaki yapışmayı, büyük ölçüde geliştirebilir (Materne ve ark., 2006). Şekil 2.2.'de Bazı organosilan örneklerinin kimyasal formülleri gösterilmektedir.

	Kimyasal Formülü			Kimyasal Yapısı
3-methacryloxy-propyl-trimethoxysilane	$\text{CH}_2 = \text{C}(\text{CH}_3)\text{COO}-$	$(\text{CH}_2)_3$	$\text{Si}(\text{OCH}_3)_3$	
Vinyl-trimethoxysilane	$-\text{CH} = \text{CH}_2$	.	$\text{Si}(\text{OCH}_3)_3$	
3-Isocyanate-propyl-triethoxysilane	$-\text{N} = \text{C} = \text{O}$	$(\text{CH}_2)_3$	$\text{Si}(\text{OCH}_2\text{CH}_3)_3$	
3-Mercapto-propyl-trimethoxysilane	$-\text{SH}$	$(\text{CH}_2)_3$	$\text{Si}(\text{OCH}_2\text{CH}_3)_3$	
3-Amino-propyl-triethoxysilane	$-\text{NH}_2$	$(\text{CH}_2)_3$	$\text{Si}(\text{OCH}_2\text{CH}_3)_3$	

Şekil 2.2. Bazı organosilan örnekleri ve kimyasal formülleri.

Şekil 2.3.'te görüldüğü gibi organosilan grubu ile yüzeydeki hidroksil grupları arasında Si-O-Si köprüsü oluşur. Reaksiyon arayüz kalitesi ve prosedür koşullarına bağlı olarak, değişkenlik gösterebilir (Stefeno ve ark., 2013). Adsorbent yüzeyinin organosilan grupları ile kaplanması yüzeydeki aktif merkez sayısını artırır. Böylece yüzey alanı artarken daha temiz gözenekli modifiye adsorbent elde edilmiştir. Yüzeyi 3-(2-aminoetilamino) propil-metil dimetoksisilan ile modifiye edilen pirofilitin Pb(II) iyonunu % 93 daha fazla adsorpladığı gözlenmiştir (Blitz ve ark., 2007).

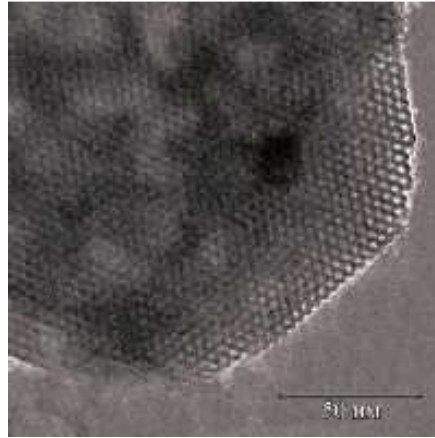


Şekil 2.3. Organosilan grupları yüzeydeki hidroksil grupları arasında Si-O-Si köprüsü.

Organik reaksiyonlarda yaygın bir şekilde katalizör olarak kullanılan organo katalizörler kullanıldıkları reaksiyon ortamına fazla miktarda katılmaları gerekmektedir. Bu durum organo katalizörlerin kullanımını zorlaştırmaktadır. Bazı reaksiyonlarda yüksek verim ve ürün seçiciliği için %30'a kadar kullanım zorunluluğu olmaktadır. Ayrıca reaksiyon tamamlandıktan sonra kullanılan katalizörün reaksiyon ortamından uzaklaştırılması ve tekrar kullanmak için geri dönüşümünün sağlanması çeşitli zorluklar içermektedir. Bütün bu sebeplerden dolayı organo katalizörler çeşitli destek malzemelerine immobilize edilerek etkinliği azalmadan tekrar tekrar kullanılabilir ve reaksiyon sonunda kolaylıkla geri kazanılabilir.

Organo katalizörlerin immobilizasyonunda destek malzemesi olarak çoğunlukla büyük yüzey alanına sahip gözenekli yapıda olan silika, alümina, alümina silikatlar ve metal oksitleri gibi amorf oksit inorganik yapılar kullanılmaktadır. Benzer şekilde destek malzemesi olarak zeolit, kil ve organo-kafes yapılarda kullanılmaktadır.

Destek maddesi olarak mezoporlu silika olan SBA-15 (Şekil 2.4.) üzerine 3-merkaptopropil trimetoksisilan bileşiğinin bağlanması ile yüzeyde merkapt (-SH) grupları oluşturulduktan sonra hidrojen peroksit ile muamele edilerek sülfonik asit ($-SO_3H$) içeren aktif merkezler (SBA-Pr- SO_3) oluşturulmuştur (Şekil 2.5.), (Ziarani ve ark., 2015).



Şekil 2.4. SBA-Pr- SO_3 'ün SEM görüntüsü.

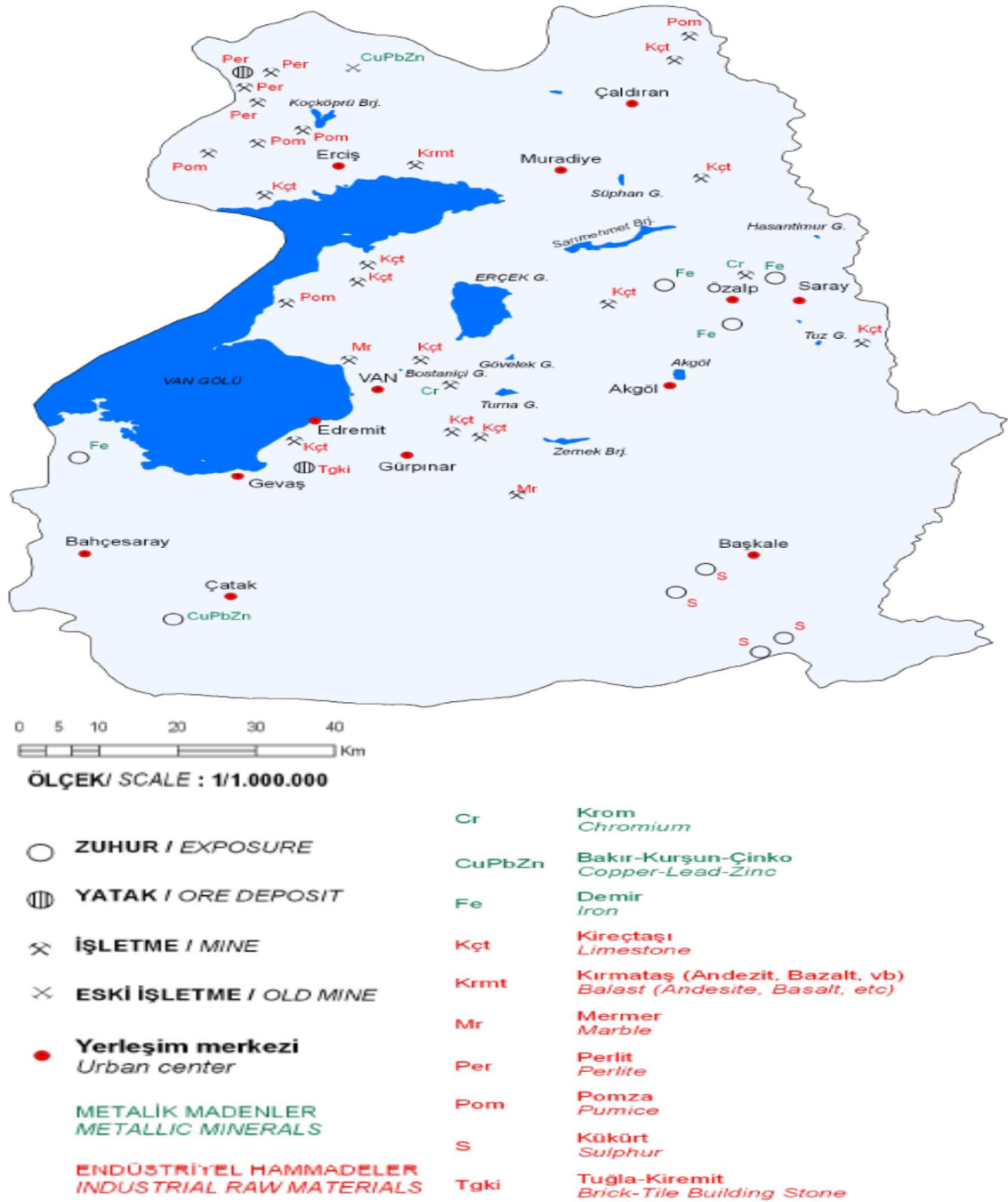


Şekil 2.5. SBA-Pr-SO₃'ün hazırlanması için şematik gösterim.

Bu çalışma kapsamında, perlit yüzeyi inorganik gruplar ile iyileştirildikten sonra öncelikle asit yada baz ile safsızlıklarından arındırılarak perlitin yüzeyi iyileştirilecektir. Yüzeyi organik ve inorganik fonksiyonel gruplarla modifiye edilen gözenekli yapılar yeni bir fiziksel ve kimyasal yapıya sahip olur. Bu nedenle, çeşitli organosilan grupları kullanılarak Erciş-Van yöresi perlitinin yüzeyi modifiye edilecektir. Bu modifikasyon işlemlerinden sonra kapsamlı yüzey özelliklerinin incelenmesi öngörülmüştür. Bu endüstriyel ham maddenin yararlı kullanım alanlarının araştırılması ve neticesinde kullanımının artması, ülke ekonomimize de katkı sağlayacaktır.

3. MATERYAL VE YÖNTEM

Van ilinin sahip olduğu jeolojik yapı gereği oldukça önemli perlit yataklarına ev sahipliği yapmaktadır. Perlit yatakları Erciş ilçesinde yoğunlaşmıştır. Van ilinin sahip olduğu perlit maden kaynakları Şekil 3.1.'de gösterilmiştir (Anonim, 2010).



Şekil 3.1. Van ilinin sahip olduğu maden kaynakları.

Çalışmada kullanılan perlit örneği Van'ın Erciş ilçesinde Şekil 3.2.'de verilen haritada, gösterilen bölgeden elde edilmiştir.



Şekil 3.2. Van-Erciş perlit yataklarının uydu görüntüsü.

Bu lisansüstü tez çalışması kapsamında, Van gölü ve çevresinde bulunan Perlitin organosilan bileşikleriyle etkileşimi ve elde edilen yapıların karakterizasyonu çalışıldı. Bu amaçla farklı noktalardan ve değişik derinliklerden toplanarak harmanlanan perlit madeni porselen havanda ufaltılıp toz haline getirildi ve 350 mesh'lik elekten geçirildi. Asit ile muamele edilmiş perlit P_A , (3-merkaptopropil) trimetoksisilan ile modifiye edilmiş perlit P_{MPTMS} ve (3-aminopropil) trimetoksisilan ile modifiye edilmiş perlit P_{APTMS} olarak etiketlenerek polimer poşetlerde muhafaza edildi. (Söğüt, 2015).

3.1. Materyal

Tüm laboratuvar çalışmalarında Human RO 180 su saflaştırma sistemi kullanılarak elde edilen destile su kullanıldı.

Deneysel çalışmalarda erlen, beher, pipet, mezür, huni, elek (350 mesh), magnet, piset, süzgeç kağıdı (mavi bantlı), falkom tüp, spatül kullanıldı. HCl, NaOH,

AgNO₃ ve kuru tolüen Merck'ten temin edilirken, silanlamada kullanılan (3-merkaptopropil) trimetoksisilan ve (3-aminopropil) trimetoksisilan Sigma-Aldrich'den satın alınarak kullanıldı.

Kullanılan araç-gereçler ise aşağıda listelenmiştir;

- ✓ Precisa XB 320M Tartı,
- ✓ GEC A very Hassas Terazı,
- ✓ Philips Haris Ltd. Etüv,
- ✓ WiseStir zaman ayarlı ısıtıcı karıştırıcı,
- ✓ HettichUniversal 320 santrifüj,
- ✓ Quantochrome Nova 2200 Cihazı ile Brunauer, Emmett ve Teller ile BET analizleri,
- ✓ SHIMADZU IRAffinity-1 FT-IR Spektrometresi ile FT-IR analizleri,
- ✓ XRF analizleri Panalytical Axios Advanced marka XRF cihazından,
- ✓ Bruker Axs D8 Advance Model X-ışın difraktometresi ile XRD analizleri,
- ✓ Perkin Elmer Diamond marka cihaz ile TG-DTA analizleri,
- ✓ SEM analizleri ise Leo 440 Computer Controlled Digital ile bakıldı.

Enstrümantal analiz uygulamaları için;

BET yöntemi ile yüzey alanı analizleri ODTÜ Merkez laboratuvarlarından hizmet alımı ile yapıldı, FT-IR analizleri YYÜ Fen Fakültesi Kimya Bölümü Anorganik Kimya araştırma laboratuvarında yapıldı. XRF, XRD, TG-DTA ve SEM analizleri Erciyes Üniversitesi Teknoloji Araştırma ve Uygulama Merkezinden hizmet alımı ile yapıldı.

3.2. Uygulanan Modifikasyonlar

3.2.1. Asitli çözelti ile yüzey temizleme işlemi

Deneylerde kullanılması için hazırlanmış olan perlit numunesinin yüzeyini temizlemek için, temizleme işlemlerinde yaygın olarak kullanılan, asit ile yıkama metodu uygulandı. Bu işlem için 2 M HCl çözeltisi hazırlandı. 1 gr gri renkli perlit örneği için 15 ml asit çözeltisi ilave edilerek bir cam balon içerisinde ve geri soğutucu altında yaklaşık 105°C'de 4 saat boyunca karıştırıldı. Oda sıcaklığında soğutulan

karışım süzgeç kağıdından süzülerek, süzgeç kağıdı üzerinde birkaç kez destile edilmiş su ile Cl^- iyonu kalmayınca kadar yıkandı. Bu işlem AgNO_3 kullanılarak test edildi (Yuan ve ark., 2013).

3.2.2. Organosilan grubu ile perlit yüzeyinin modifikasyonu

Her iki organosilan grubu için de aynı modifikasyon metodu uygulandı. İlk olarak 4 ml organosilan 50 ml kuru tolüen ile karıştırıldı. Sonra 1 gr perlit örneği ilave edilerek 120°C 'de 20 saat boyunca karıştırıldı (400 rpm). Katı faz süzüldü, kuru tolüen ile birkaç kez yıkandı ve 90°C 'de bir gece boyunca kurutuldu. Polimer poşetlerde muhafaza edildi (Yuan ve ark., 2013).

3.3. Kimyasal ve Mineralojik Analizler

3.3.1. X-ışınları floresans (XRF) analizi

XRF analiz yöntemi; x-ışınının analiz edilen malzeme ile etkileşimi sonucu meydana gelen ikincil x-ışınlarının karakteristik dalga boyu ve şiddetinin ölçülmesiyle nicel ve nitel element analizinin yapıldığı bir analitik yöntemdir. Nicel ve nitel analiz, XRF cihazında yer alan özel bir kristalde ışınların kırınımına uğraması sonucu dalga boylarına ayrılması ve şiddetlerinin ölçülmesi ile yapılır (Yılmaz, 2005). Bu çalışma kapsamında elde edilen modifiye perlit numunelerinin mineralojik analizleri, Erciyes Üniversitesi Teknoloji Araştırma ve Uygulama Merkezinde Panalytical Axios Advanced marka XRF cihazından, perlit numunelerinin analizleri yaptırılmıştır.

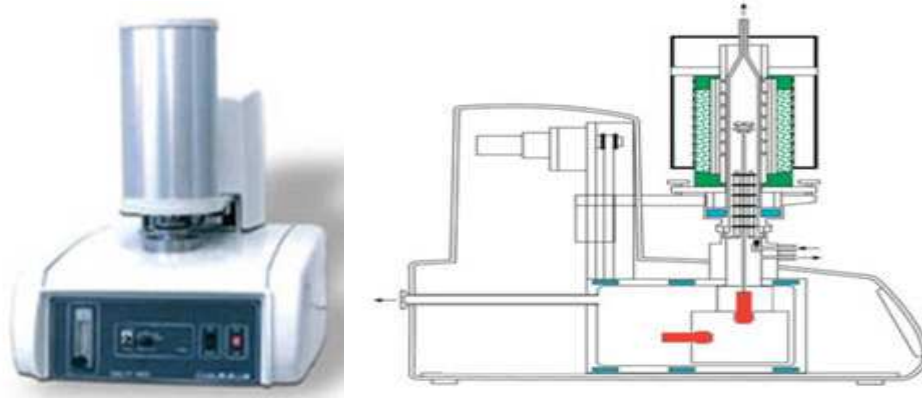
3.3.2. Termal analizler (TGA-DTA)

TGA (Termal Gravimetrik Analiz); malzemelerin zamana bağlı olarak sıcaklık değişimindeki stabilizasyonunu tespit etmek için kullanılır. Plastik ve kauçuk kaplamada, katalizörlerde, inorganik materyallerde, metallerde, kompozitlerde, organik örneklerin Ar-Ge proseslerinde ve proses optimizasyonlarında kullanılmaktadır (Anonim, 2011), (Şekil 3.3.).



Şekil 3.3. Termal gravimetrik analiz cihazı.

DTA (Diferansiyel Termal Analiz); Bu yöntemde numune ve termal olarak inert olan referans maddeye aynı sıcaklık programı uygulanır. İki numune arasındaki fark, sıcaklığın bir fonksiyonu olarak ölçülür. Bu iki numune bir arada ısıtılır. Sıcaklık düzgün bir şekilde artırılır. Bu yöntem termal gravimetrik analizdeki gibi sadece kütle kaybına bağlı olmadığından daha geniş bir kullanım alanına sahiptir (Yorulmaz, 2005), (Şekil 3.4.).

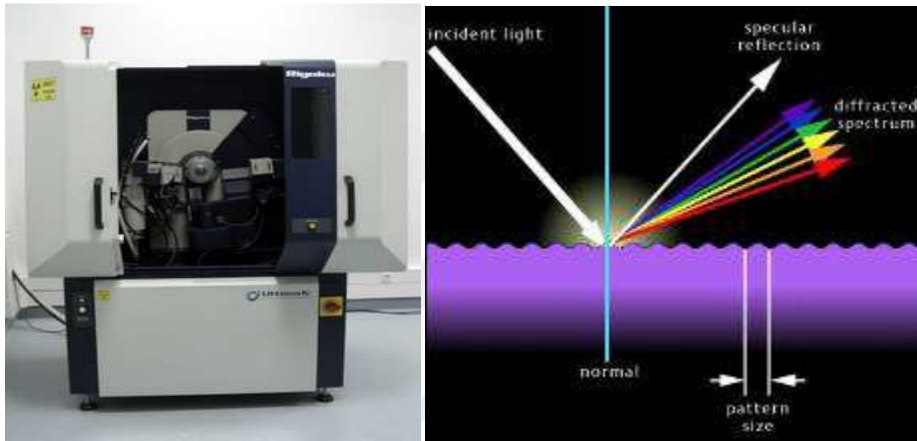


Şekil 3.4. Diferansiyel termal analiz cihazı.

Tez kapsamındaki çalışmalarda kullanılan perlitin termal analizleri (TG-DTA-DTG) grafiği, Perkin Elmer Diamond marka cihaz ile oda sıcaklığından 1099°C sıcaklığına kadar 20°K dk⁻¹ hızla ısıtılarak elde edildi.

3.3.3. X-ışınları difraksiyon (XRD) analizi

X-Işını kırınım yöntemi (XRD), her bir kristal fazın üzerine gönderilen X-ışınlarını kendine özgü atomik dizilimlerine bağlı olarak, karakteristik bir düzen içerisinde kırması esasına dayanır. Her bir kristal için bu kırınım profili o kristali tanımlar. Bu metot, analiz sırasında numuneyi tahrip etmez ve çok az miktardaki numunelerin bile analiz edilmesini sağlar. X-Işını kırınım cihazıyla kayaçların, kristal malzemelerin, ince filmlerin ve polimerlerin nitel ve nicel incelemeleri yapılabilir (Anonim, 2011), (Şekil 3.5.).



Şekil 3.5. X-ışınları difraksiyon cihazı.

Bu çalışma kapsamında elde edilen modifiye ürünlerin XRD analizleri, Bruker Axs D8 Advance Model X-ışın difraktometresi kullanılarak oda sıcaklığında 5-90°C arasında elde edildi (Anonim, 2016).

3.3.4. Yüzey alanı analizi

Yüzey alan analizler cihazı katı maddelerin birbiri arasındaki kristal yapı farklılıklarının ve aynı bir maddenin farklı sıcaklıklara tabi tutulması veya asit benzeri kimyasallarla işlemleri sonucunda mikro yapılarında meydana gelen değişiklikleri inceler. Tüm örneklerin yüzey alanı analizleri; Quantachrome Nova 2200 Cihazı (şekil 3.6.) ile Brunauer, Emmett ve Teller (BET) metoduyla 77 °K'deki sıvı azot ortamında, azot gazı adsorpsiyonu tekniğine bağlı olarak belirlendi.



Şekil 3.6. Yüzey alan analiz cihazı.

3.3.5. Fourier dönüşümlü kızılötesi (FT-IR) analizi

Fourier dönüşümlü kızılötesi cihazı; organik katı bileşikler KBr ile birlikte toz şekline getirilerek, belirli ölçülerde sıkıştırarak IR spektrumu elde edilir. Optik izomerler hariç bileşiklerin IR spektrumları birbirlerinden farklıdır. IR spektrum alanı elektromanyetik spektrumun alanı ile mikro dalga alanı arasında görülür. Bu alan $4000-450\text{ cm}^{-1}$ dalga boyu arasındadır. IR spektrumu yöntemi organik maddelerin yapısındaki fonksiyonel grupları, bileşiklerin benzerliklerini, yapıdaki bağların durumu, bağlanma yerleri ve yapının aromatik veya alifatik olup olmadığı belirler (McKee ve ark., 2011). Tüm örneklerin analizleri, SHIMADZU IRAffinity-1 FT-IR Spektrometre ile yapıldı (Şekil 3.7.).



Şekil 3.7. Fourier dönüşümlü kızılötesi cihazı.

3.3.6. Taramalı elektron mikroskobu (SEM) analizi

Taramalı Elektron Mikroskobunda görüntü; yüksek enerjiye sahip elektron gerilimi ile hızlandırılmış elektronların örnek üzerine tırmanması ile çalışır. Bu elektron bağlamının örnek yüzeyinde taratılması esnasında, elektron ve örnek atomları arasında oluşan etkilerin uygun sensörlerde toplanması ve sinyallerin güçlendiricilerden geçirildikten sonra katot ışınlarının tüp ekranına aktarılmasıyla sağlanır. Organik madde, taş, seramik, metal, tekstil, cam, boya, vb. birçok numunenin analizleri yapılır. (Goodhew ve ark, 2001). Tüm örneklerin taramalı elektron mikroskop analizleri, Leo 440 Computer Controlled Digital cihaz kullanılarak elde edilmiştir (Şekil 3.8).



Şekil 3.8. Taramalı elektron mikroskobu cihazı.

4. BULGULAR

4.1. XRF Analizi

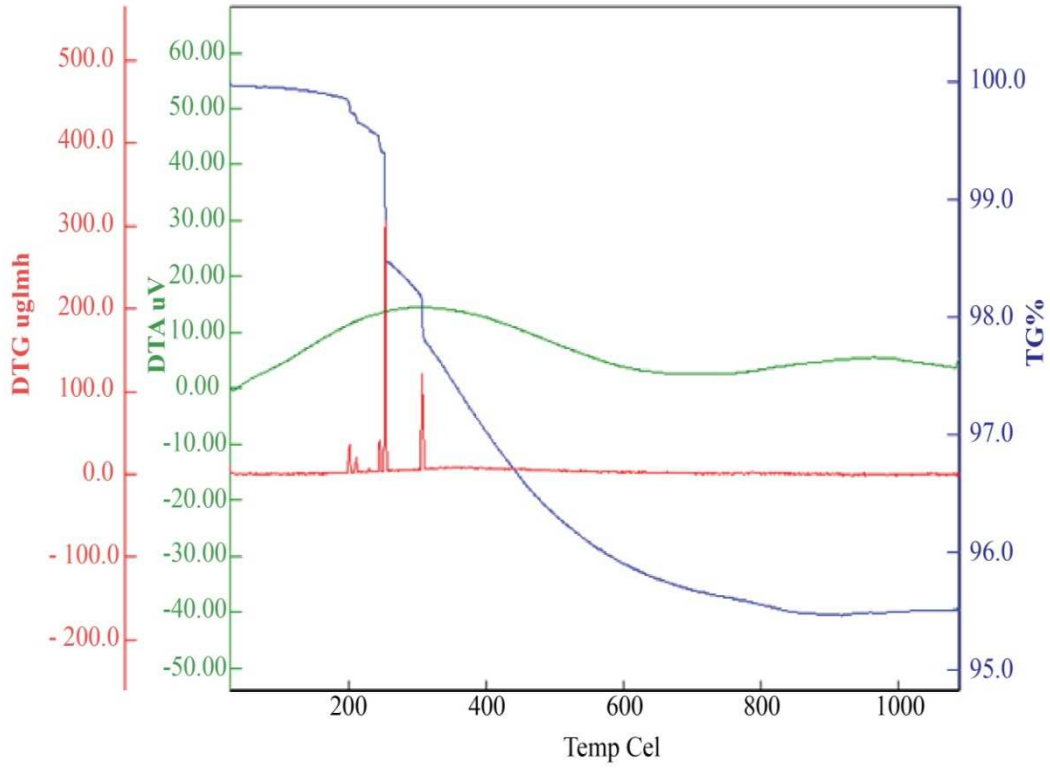
Yapılan analize göre asitle yıkanan perlitin (P_A); % 72,83 oranda SiO_2 , kızdırma kaybı %4,90 belirlenirken, az miktarda çeşitli oksit bileşiklerinden oluştuğu görülmektedir. (3-aminopropil) trimetoksisilan (P_{APTMS}) ile modifiye edilen perlitin, %71,29 oranda SiO_2 , kızdırma kaybı %5,20 olarak belirlenmiştir, (3-merkaptopropil) trimetoksisilan (P_{MPTMS}) ile modifiye edilen perlitin ise %69,12 oranda SiO_2 , kızdırma kaybı %6,25 olarak belirlenmiştir. XRF analiz sonuçları Çizelge 4.1.'de gösterilmiştir.

Çizelge 4.1. Perlit'in kimyasal analizleri.

P_A (kızdırma kaybı %4,90)		P_{APTMS} (kızdırma kaybı %5,20)		P_{MPTMS} (kızdırma kaybı %6,25)	
SiO_2	72,83	SiO_2	71,29	SiO_2	69,12
Al_2O_3	11,92	Al_2O_3	11,24	Al_2O_3	11,37
K_2O	5,14	K_2O	4,8	K_2O	4,77
Na_2O	2,71	Na_2O	2,77	F	3,38
Fe_2O_3	1,6	F	2,41	Na_2O	2,69
CaO	0,65	Fe_2O_3	1,5	Fe_2O_3	1,5
TiO_2	0,09	CaO	0,63	CaO	0,61
P_2O_5	0,06	TiO_2	0,06	SO_3	0,19
BaO	0,06	Cl	0,05	TiO_2	0,07
MnO	0,05	BaO	0,04	BaO	0,06

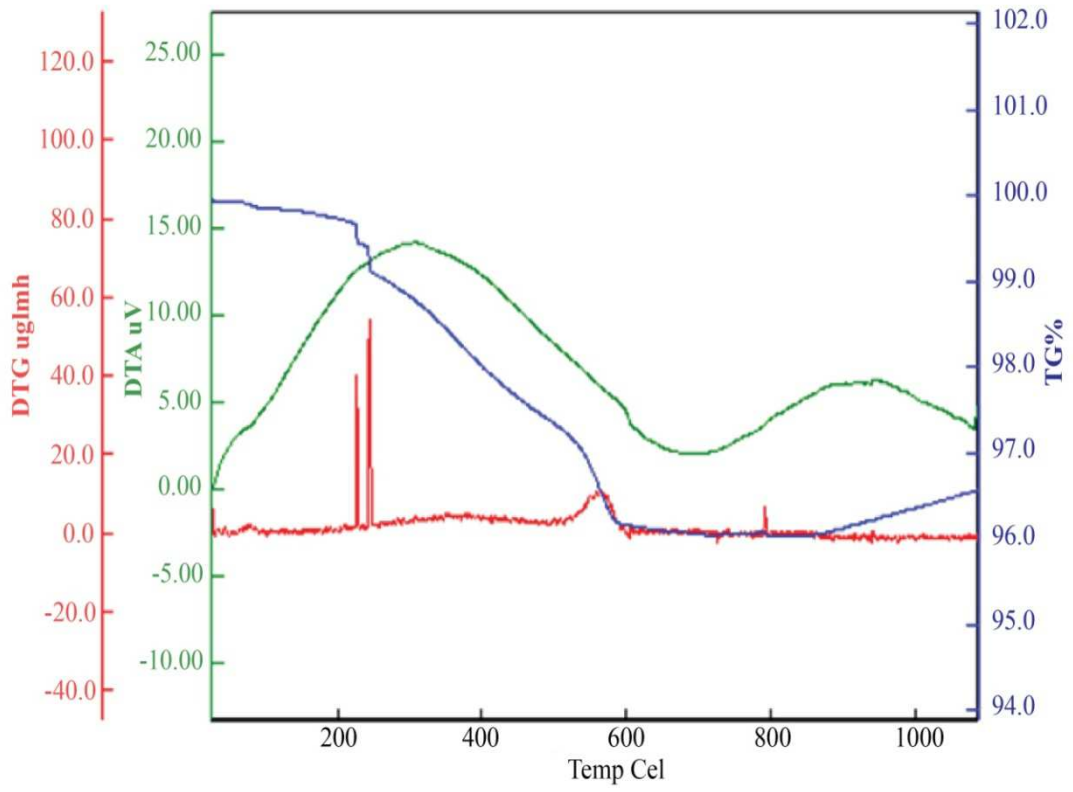
4.2. Perlit'in Termal Analizi

Şekil 4.1., Şekil 4.2. ve Şekil 4.3.' de perlit örneklerinin DTG, TG ve DTA eğrileri sunulmaktadır.



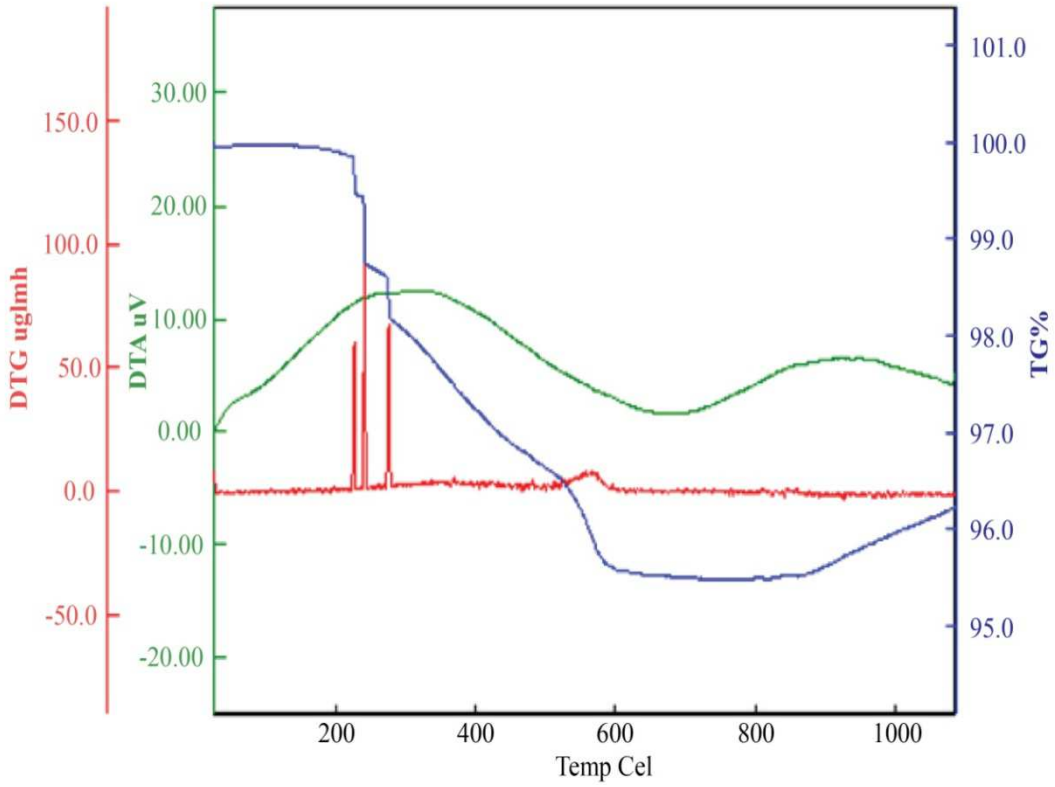
Şekil 4.1. Asitle yıkanan perlitin DTG, TG ve DTA eğrileri.

Şekil 4.1.'de asitle yıkanan perlitin TG eğrisi incelendiğinde 200-300°C arasında ve 300-800°C arasında kütle kayıplarını gösterir. 200-300°C arasında arasındaki iki keskin kütle kaybı yaklaşık %2'dir. 300-800°C arasındaki kütle kaybı yaklaşık %2,25 olarak gözlenmiştir. DTG eğrisi incelendiğinde 200-300°C arasında farklı şiddetli üç pik gösterir. DTA eğrisi incelendiğinde 150-450°C arasında ve 800-1000°C arasında iki ekzotermik pik gösterir.



Şekil 4.2. (3-aminopropil) trimetoksisilan ile modifiye edilen perlitin DTG, TG ve DTA eğrileri.

Şekil 4.2.'de (3-aminopropil) trimetoksisilan ile modifiye edilen perlitin TG eğrisi incelendiğinde 200-300°C arasında ve 300-800°C arasında kütle kayıplarını gösterir. 220-600°C arasında arasındaki iki keskin kütle kaybı yaklaşık % 0,20 olarak gözlenmiştir. DTG eğrisi incelendiğinde 200-800°C arasında farklı şiddetli üç pik gösterir. DTA eğrisi incelendiğinde 150-600°C arasında ve 750-1100°C arasında iki ekzotermik pik gösterir.



Şekil 4.3. (3-merkaptopropil) trimetoksisilan ile modifiye edilen perlitin DTG, TG ve DTA eğrileri.

Şekil 4.3.'de (3-merkaptopropil) trimetoksisilan ile modifiye edilen perlitin TG eğrisi incelendiğinde 200-600°C arasında kütle kayıplarını gösterir. 200-300°C arasında arasındaki iki keskin kütle kaybı yaklaşık %4 olarak gözlenmiştir. DTG eğrisi incelendiğinde 200-300°C arasında farklı şiddetli üç pik gösterir. DTA eğrisi incelendiğinde 150-600°C arasında ve 800-1000°C arasında iki ekzotermik pik gösterir.

4.3. Yüzey Alanı Analizi

Fiziksel gaz adsorpsiyonu çoğunlukla, açıklayıcı ve yorumlanabilir bir teknik olarak düşünülür ve mikro – mezo gözenekli maddelerin karakterizasyonu belirlemek için yaygın olarak kullanılır (Groen ve ark., 2003).

Bruanauer, Emmett ve Teller'in (BET) metodu kullanılarak fiziksel adsorpsiyon izoterm verileri ile yüzeyin alan ölçüsü belirlenebilmektedir. Bu belirleme iki aşamadan oluşmaktadır. İlk aşamada BET noktasını inşa etmek ve bundan tek tabaka kapasitesini

(n_m) elde etmek gerekir. İkinci aşamada ise detaylı yüzey alanının hesaplanması ve bunun için gerekli olan tamamlanmış tek tabakadaki (n_m) her molekül için ortalama alan (A) bilgisinin belirlenmesidir. Bruanauer, Emmett ve Teller'in 1938 orjinal çalışmasında, değişik adsorplayıcı katılar üzerindeki II. Tip azot izotermelerinin yaklaşık olarak $p/p^0=0,05-0,35$ aralığında lineer BET verdiği bulunmuştur (Tosun, 2005). BET denklemi, lineer formda aşağıdaki denklem ile yazılabilir.

$$\frac{p/p^0}{[n(1 - P/p^0)]} = \frac{1}{n_m c} + \left[\frac{(c - 1)}{n_m c} \right] \frac{p}{p^0}$$

Bağıl denge basıncı $p/p^0 \equiv x$ ve bu bağıl denge basıncında adsorplayıcının bir gramında tutunan azotun molar miktarı (n) olmak üzere çok tabakalı fiziksel adsorpsiyon için türetilen BET eşitliği;

$$\frac{x}{[n(1 - x)]} = \frac{1}{n_m c} + \left[\frac{(c - 1)}{n_m c} \right] x$$

Şeklinde yazılmaktadır. Bu denklemdeki n_m bir gram adsorplayıcı yüzeyinin mono moleküler olarak kaplanması için gerekli azotun miktarı, c ise ilk tabakanın oluşabilmesi esnasındaki ısı alış verişiine bağlı bir sabiti göstermektedir.

Deneysel sonuçlardan x bağıl denge basıncına karşılık $\frac{x}{[n(1-x)]}$ değerinin grafiğe geçirilmesiyle $0,05 < p/p^0 < 0,35$ aralığında elde edilen doğrunun eğim ve kayması için yazılan iki denklemin ortak çözümünden n_m ve c değerleri bulunmaktadır. BET denklemindeki $\frac{1}{n_m c}$ kaymayı, $\frac{(c-1)}{n_m c}$ ise eğimi vermektedir. Monomoleküler tabaka içerisindeki $n_m L$ molekül sayısı ve bir azot molekülünün kapladığı $a=16,2 \times 10^{-20} \text{ m}^2$ alanı çarpılarak;

$$A = n_m L a = n_m (6,02 \times 10^{23}) (16,2 \times 10^{-20})$$

Özgül yüzey alanı bu şekilde hesaplanmaktadır (Yüksel, 2005).

Çizelge 4.2.'de tüm perlit örneklerinin yüzey alanları, mikro gözenek hacimleri ve gözenek çapları sunuldu. Uygulanan modifikasyonlarla bu değerlerin değiştiği görülmektedir.

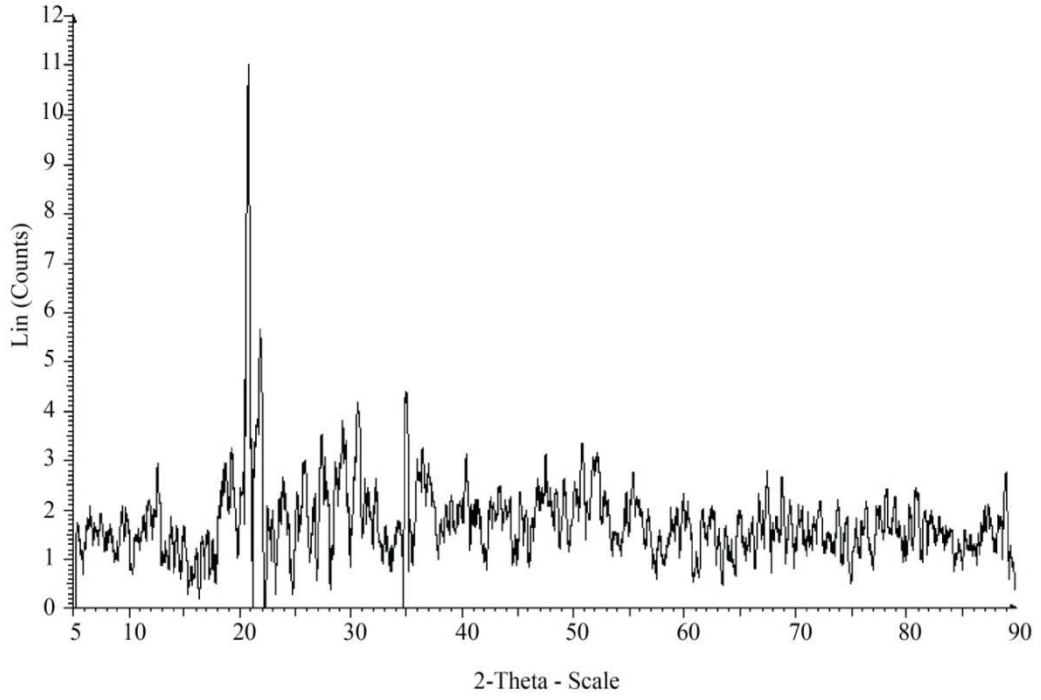
Çizelge 4.2. BET ve BJH metotları ile elde edilen yüzey alanı, gözenek hacmi ve gözenek çapları değerleri.

Adsorbent	Yüzey Alanı (m²g⁻¹)	Mikrogözenek Hacmi (cc g⁻¹)	Gözenek Çapı (Å)
P _A	0.994	3.701 E-03	19.99
P _{MPTMS}	1.361	6.282 E-03	39.34
P _{APTMS}	0.835	6.106 E-03	35.10

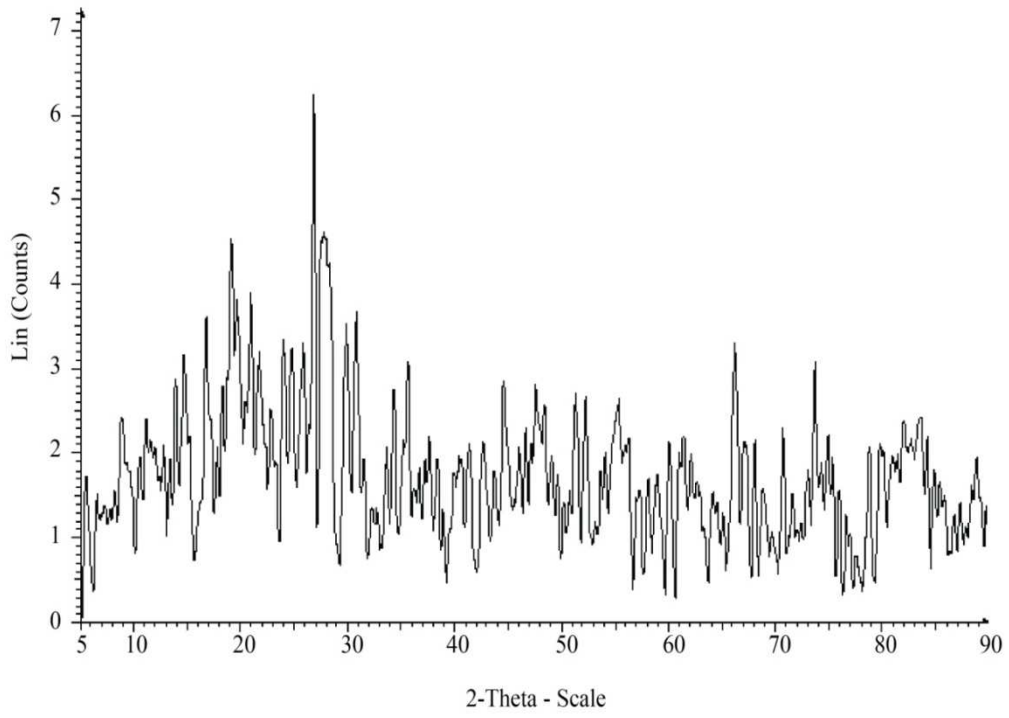
4.4. XRD Analizleri

Asitle yıkanan ve organosilan grupları ile modifiye edilen tüm perlit örneklerinin X-ışını kırınımı desenleri elde edildi. Analiz boyunca örnek, X-ışını hüzmeleri ile aydınlandı ve bu ışınların yoğunlukları sapma açısının bir fonksiyonu (2θ) olarak verildi. Her element için spesifik olan kristal katmanları arasındaki mesafe, referans desenleri ile karşılaştırılabilir ve numunenin kristal yapısı hakkında bilgi verir. (2θ) 5-90° aralığında XRD desenleri alınan numunelerde; farklı şiddetlerde karakteristik pikler gözlemlendi. Bu kimyasal analiz, perlitin çeşitli metal katyonları ile dengelenmiş negatif yüklü bir alüminosilikat ağı olarak algılanabileceğini düşündürmektedir (Roulia ve ark., 2006).

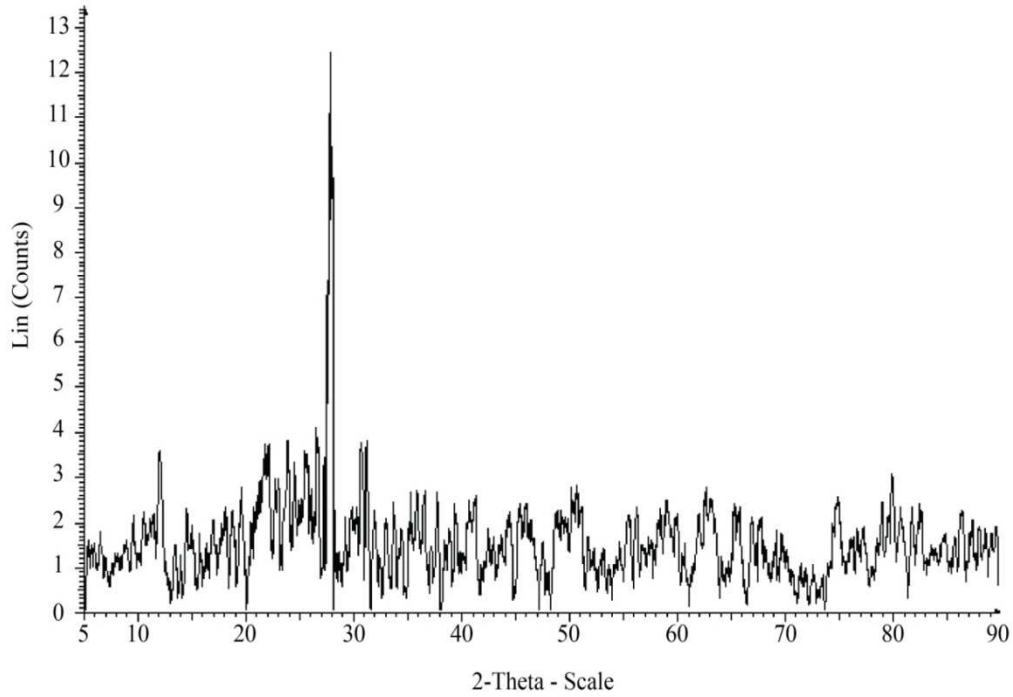
Serbest silis perlitte genellikle eser miktarda bulunur. Kristal silika birkaç polimorf olarak oluşabilir. En yaygın polimorflar kuvars, kristobalit ve tridimittir. Kuvars, perlitte kristal silisyanın tek yaygın formudur, bu nedenle ilk araştırma, perlitin kuvars içeriği üzerine yoğunlaşmıştır (McKee ve ark., 2011).



Şekil 4.4. Asitle yıkanan perlitin XRD deseni.



Şekil 4.5. (3-aminopropil) trimetoksisilan ile modifiye edilen perlitin XRD deseni.



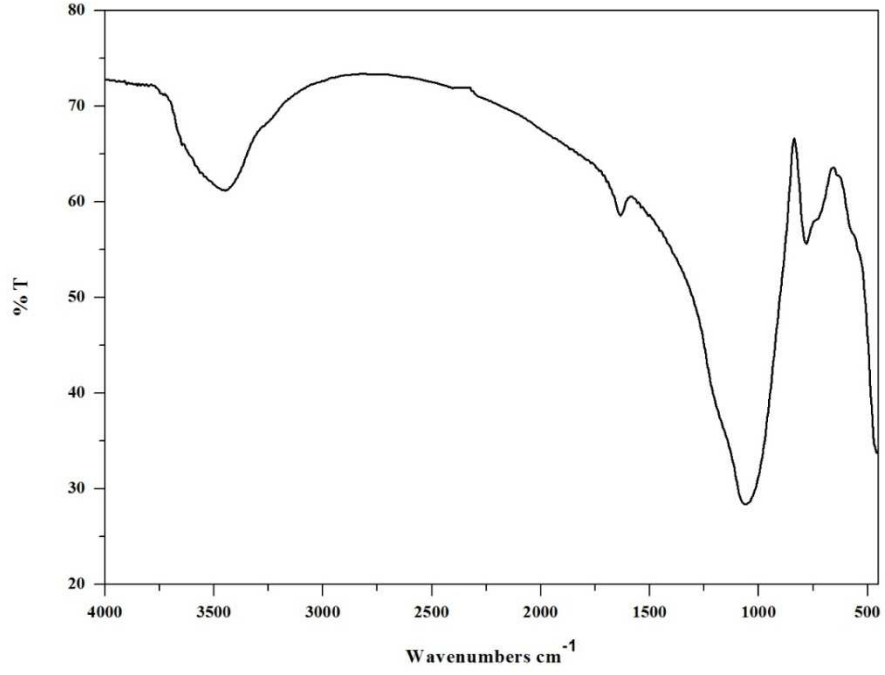
Şekil 4.6. (3-merkaptopropil) trimetoksisilan ile modifiye edilen perlitin XRD deseni.

Şekil 4.4., Şekil 4.5. ve Şekil 4.6.'da X-ışını kırınım analizleri sonucu örneklerde; amorf silika ve az miktarda opal-CT, kuvars, feldspat, montmorillont, mica, illit, kalsit, kaolinit gibi bazı kil minerallerine rastlandı. (2θ) 20-35° aralığında geniş bant amorf yapıya sahip olduğunu gösterir. Modifiye edilmiş her iki perlit örneklerinin XRD desenleri incelendiğinde piklerin konumları değişmezken şiddetlerinin değiştiği gözlemlendi (Çelik ve ark., 2012).

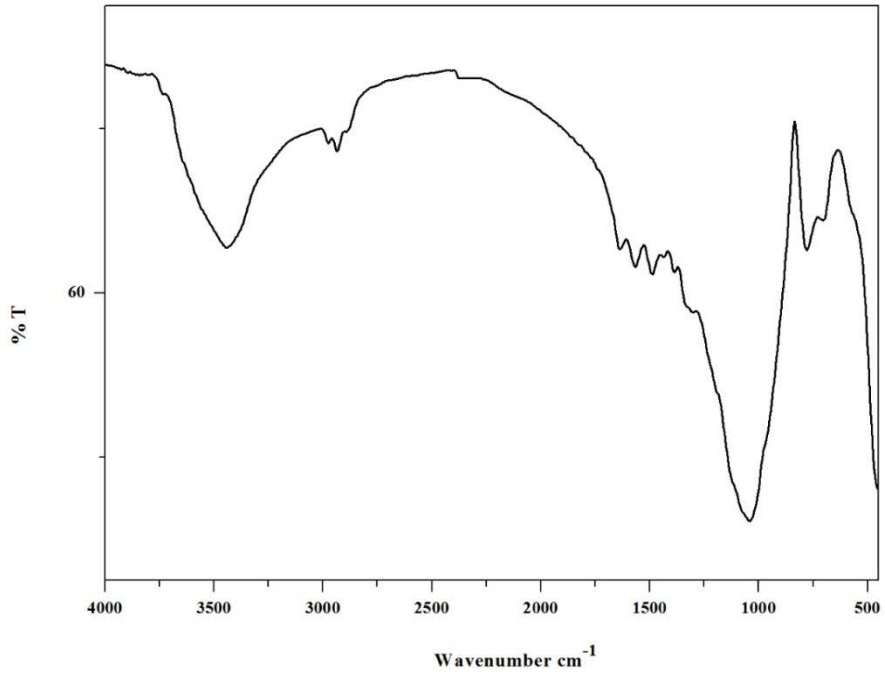
4.5. FT-IR Analizleri

Bir molekülün titreşim spektrumu, o moleküle ait fiziksel özelliklerini ve karakteristiğini açıklar. Kızılötesi spektrum, daha önce kaydedilmiş olan referans spektrumlarıyla bilinmeyen spektrumun karşılaştırılmasıyla, tanımlama için bir parmak izi olarak da kullanılabilir (Zaitoon ve ark., 2011).

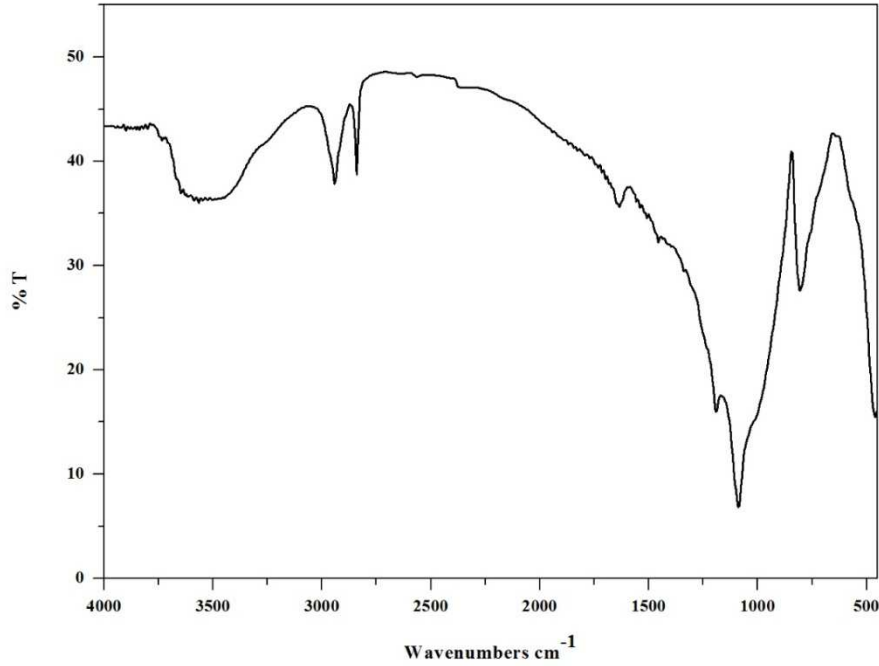
Perlit örneklerinin yüzey özelliklerini incelemek için, FT-IR analizleri, 450-4000 cm^{-1} bant aralığında gerçekleştirilmiştir.



Şekil 4.7. Asitle yıkanan perlitin FTIR analizi.



Şekil 4.8. (3-aminopropil) trimetoksisilan ile modifiye edilen perlitin FTIR analizi.



Şekil 4.9. (3-merkaptopropil) trimetoksisilan ile modifiye edilen perlitin FTIR analizi.

Perlit örneklerinin ana bantları, Şekil 4.7., Şekil 4.8., Şekil 4.9. ve Çizelge 4.3' te sunuldu. 3741 cm^{-1} bandı serbest terminal Si-OH gruplarının katkısıdır (Xu ve ark., 2007). 3622 cm^{-1} kil grubuna bağlı internal -OH gruplarına ait gerilme titreşim bandıdır (Djomgoue ve Njopwouo, 2013). 3445 cm^{-1} bant indirgenen suya aittir (Wu, ve ark, 2002). P_{APTMS} ve P_{MPTMS} FTIR analizine ait $2924\text{-}2939\text{ cm}^{-1}$ bantlar ile $2835\text{-}2889\text{ cm}^{-1}$ bantları metil grubuna ($-\text{CH}_2$, $-\text{CH}_3$) bağlı, C-H gerilme titreşimidir (Casillas ve ark., 2012). 2563 cm^{-1} bandı P_{MPTMS} gurubuna bağlı tiol -SH gerilme titreşim bandıdır (Panniello ve ark., 2014). $1643\text{-}1647\text{ cm}^{-1}$ de beliren bant C-O titreşim bandıdır (Kurczewska ve ark., 2016). 1566 cm^{-1} P_{APTMS} beliren bant amino gurubuna bağlı -NH gerilme titreşim bandıdır. (Casillas ve ark., 2012). $1511\text{-}1512\text{ cm}^{-1}$ beliren bant C-C titreşim bandı (Mihaylov ve ark., 2015). $1060\text{-}1053\text{ cm}^{-1}$ beliren bantlar siloksan (Si-O-Si) gurubuna bağlı gerilme titreşim bandıdır (Hajimohammadi ve ark., 2008). 783 cm^{-1} bandı Si-C gerilme titreşim bandı (Mangala ve ark., 2015). $640\text{-}644\text{ cm}^{-1}$ aralığındaki bantlar Si-H gurubuna bağlı titreşim bandıdır (Huong ve ark., 1991). 459-

455 cm^{-1} aralığındaki bant Si-O-Si bükme titreşim ait bantlarıdır (Varkolu ve ark., 2015).

Asitle yıkanan perlit, (3-merkaptopropil) trimetoksisilan ile modifiye edilen ve (3-aminopropil) trimetoksisilan ile modifiye edilen perlit örneklerinin FTIR analiz sonuçları (cm^{-1}) Çizelge 4.3.'te verilmiştir.

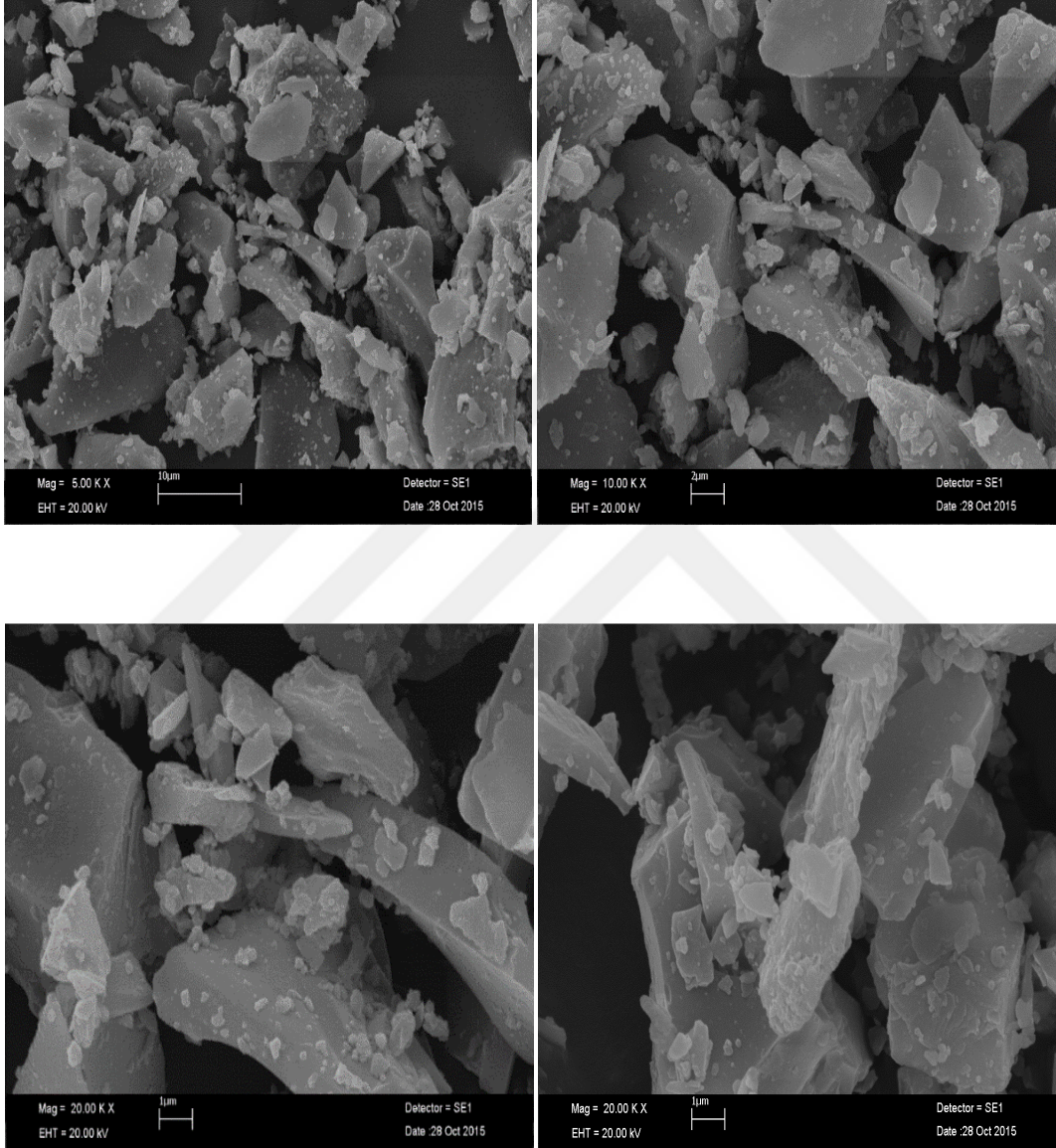
Çizelge 4.3. Asitle yıkanan perlit (P_A), (3-merkaptopropil) trimetoksisilan (P_{MPTMS}) ile modifiye edilen ve (3-aminopropil) trimetoksisilan (P_{APTMS}) ile modifiye edilen perlit örneklerinin FTIR analiz sonuçları (cm^{-1}).

P_A	P_{MPTMS}	P_{APTMS}	
3741	3734	3741	SiO-H grubunun OH gerilme titreşimi
3622	3622	3622	İnternal –OH gruplarına ait gerilme titreşimi
3445	3445	3445	İndirgenmiş suyun titreşimi
-	2924	2939	Metil grubuna bağlı C-H gerilme titreşimi
-	2835	2889	C-H gerilme titreşimler
-	2563	-	-SH gurubuna bağlı titreşimi
-	1643	1647	C-O titreşimi
-	-	1566	-NH gurubuna bağlı titreşimi
-	1511	1512	C-C titreşimi
-	1485	-	CH ₂ bağ titreşimi
1060	1053	1053	Si-O-Si gerilme titreşimi
783	783	783	Si-C gerilme titreşimi
644	640	644	Si-H titreşimi
459	459	455	Si-O-Si titreşimi

4.6. SEM Analizleri

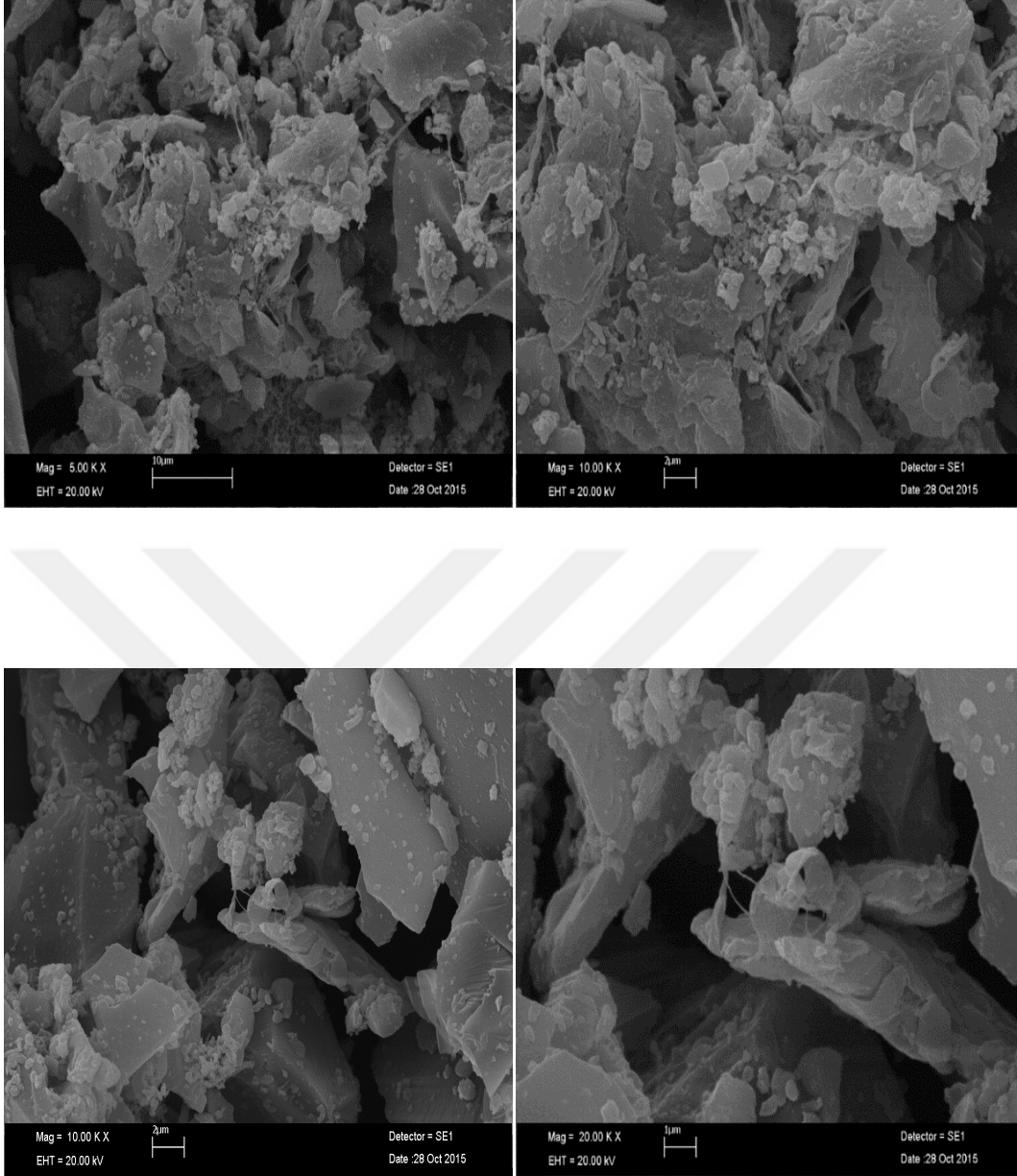
Şekil 4.10., Şekil 4.11. ve Şekil 4.12.' de tüm perlit örneklerinin SEM görüntüleri sunuldu.

Şekil 4.10'da asitle yıkanan perlitin SEM analizi görüntüsü incelendiğinde 1-20 μm aralığında, düzensiz büyüklüklere sahip granüllü yapılar görülmektedir. Benzer yapılar farklı perlit örnekleriyle de uyumludur (Kabra ve ark., 2007).



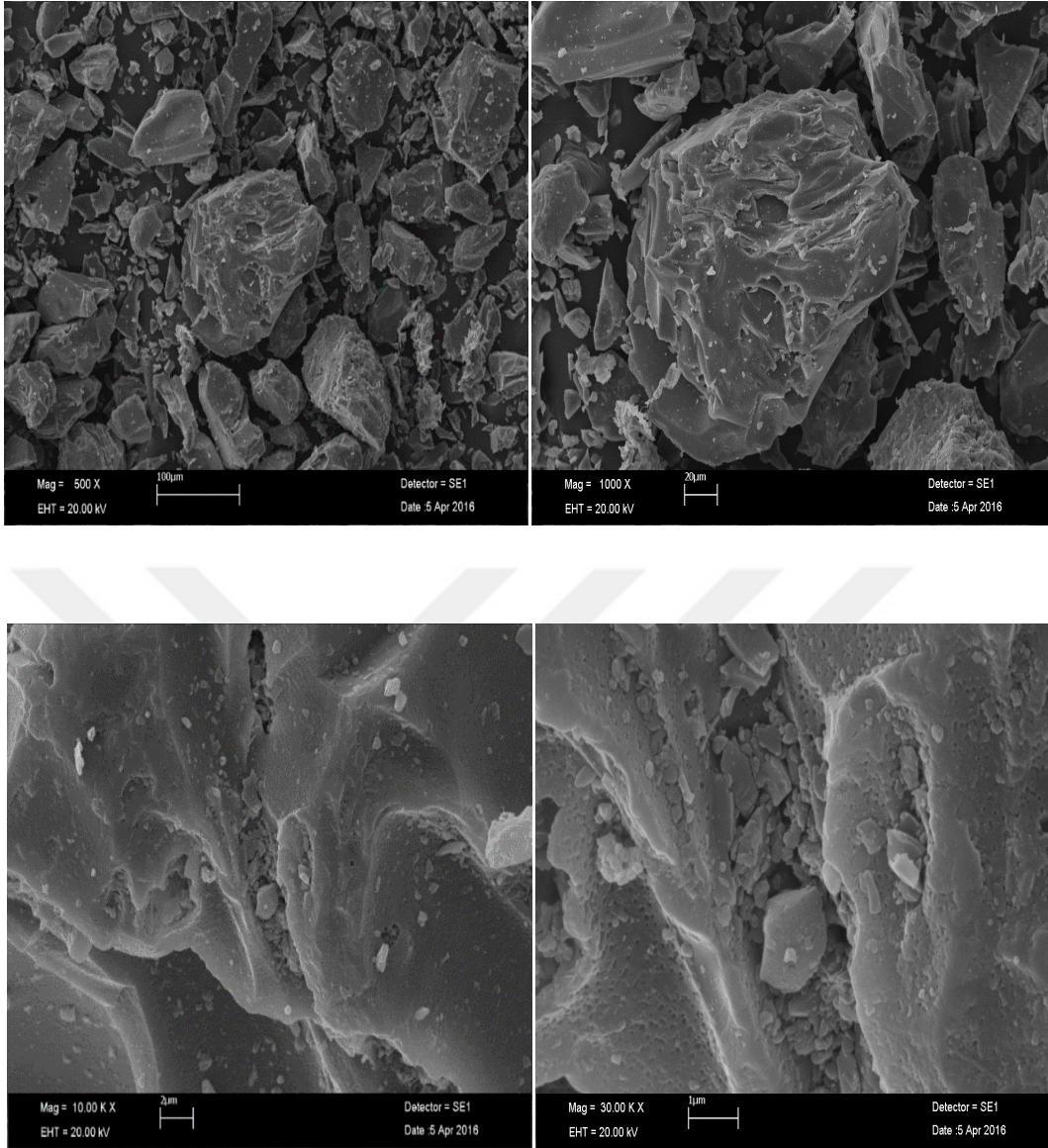
Şekil 4.10. Asitle yıkanan perlitin SEM analizleri.

Şekil 4.11. incelendiğinde (3-aminopropil) trimetoksisilan ile modifiye edilen perlitin SEM görüntüsü incelendiğinde kümelenmeler artmaktadır. Ayrıca granül boyutlarının $\sim 1\mu\text{m}$ ' den daha küçük olduğu görülmektedir.



Şekil 4.11. (3-aminopropil) trimetoksisilan ile modifiye edilen perlitin SEM analizleri.

Şekil 4.12.'de ise (3-merkaptopropil) trimetoksisilan ile modifiye edilen perlitin SEM görüntüsü incelendiğinde ise gözenekliliğinin ve gözenek boyutlarının arttığı görülmektedir. Bu sonuç Çizelge 4.2.'de sunulan yüzey analizi verileri ile de uyumludur.

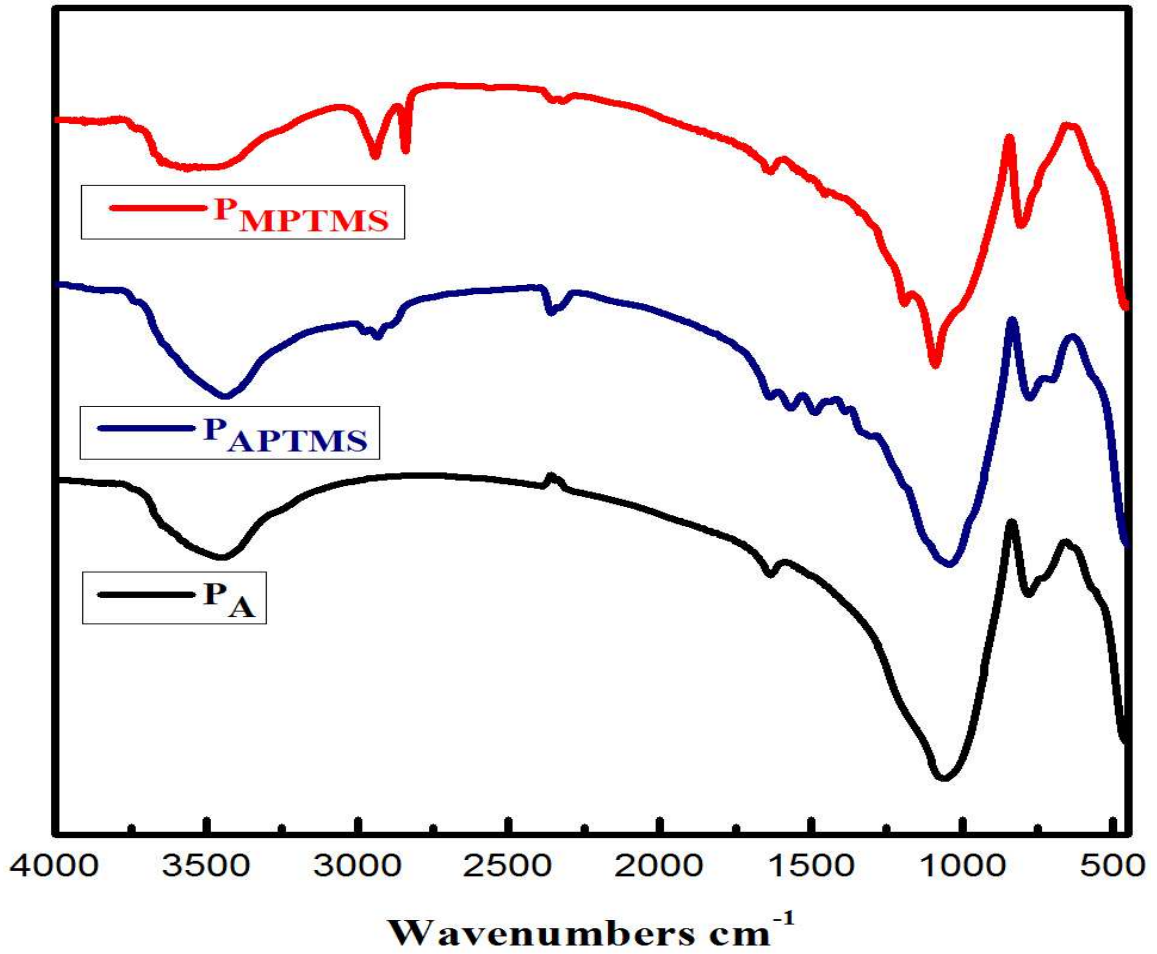


Şekil 4.12. (3-merkaptopropil) trimetoksisilan ile modifiye edilen perlitin SEM analizleri.

5. TARTIŞMA VE ÖNERİLER

Perlit asidik karakterli, amorf yapılı, açık gri renkli, küçük, yuvarlak camı taneciklerden oluşmuş volkanik bir kayadır. Perlit adını bazı perlit türlerinin genleşmesi sonucu, inci parlaklığında küçük kürelerin oluşmasından dolayı inci anlamına gelen “perle” kelimesinden türetilmiştir. Isıyla genleşme özelliği olan perlit; oldukça hafif ve gözenekli bir yapıya dönüşebilir (Anonim, 2001). Yapısında yüksek oranda SiO_2 bulunması perlitin magmatik kökenini ispatlamaktadır. Van-Erciş bölgesinden toplanan perlit, asit ile yıkanarak safsızlıklarının giderilmesiyle elde edilen XRF analizi sonuçları Çizelge 4.1.’de verilmiştir. %69.70 SiO_2 ve az miktarlarda metalik bileşikler (Al_2O_3 , Na_2O ve Fe_2O_3) içermektedir. Tipik bir perlit örneği bileşimine oldukça benzemektedir (Srivastava ve ark., 2013).

Bölüm 4.4.’ de XRD detay analiz verilerinden perlitin amorf bir yapıya sahip olduğu, ana mineralin kuvars olduğu görülmektedir. İçeriğinde az miktarda çeşitli kil gruplarına rastlanmıştır. Yapılan modifikasyonlarla diğer oksit miktarları pek fazla değişim göstermemektedir. Yüzey alanı ve gözenek hacmi verilerinden, organosilanlar ile modifiye edilen perlit örneklerinin yüzey alanı P_{MPTMS} ’ de artarken P_{APTMS} ’ de azaldığı görülmektedir. Aynı şekilde modifiye edilmiş iki örneğin mikro gözenek hacimleri asitle yıkanmış perlite göre oldukça artmıştır. Gözenek çapları karşılaştırıldığında ise her iki organosilan modifiye perlit örneğinde yine aynı artış görülmektedir. SEM analizlerinden, yapılan modifikasyonlar ile kümelenmelerin arttığı özellikle (3-merkaptopropil) trimetoksisilan ile modifiye edilen perlitin SEM görüntüsü incelendiğinde ise gözenekliliğinin ve gözenek boyutlarının arttığı görülmektedir.



Şekil 4.13. FT-IR analizlerinin çakışık bantlarının görüntüsü.

Şekil 4.13.' te verilen, P_{MPTMS} 'e ait FTIR analizinde beliren 2550 cm^{-1} bandı; karakteristik tiol (-SH) gruplarına aittir. P_{APTMS} 'e ait FTIR analizinde ise $1600\text{-}1550 \text{ cm}^{-1}$ arasında beliren bant ise N-H grubuna aittir. Yapılan modifikasyon işlemlerinin başarılı olduğunu göstermektedir.

Bölgeye ait endüstriyel bir hammadde olan perlitin uygulanan modifikasyonlarla yüzey özellikleri geliştirilmiş ve özellikle adsorpsiyon işlemi için kullanılabilir hale geldiği düşünülmektedir.

KAYNAKLAR

- Anonim, 2001. <http://www.kalkinma.gov.tr/Lists/zet%20htisas%20Komisyonu%20Raporlar/Attachments/140/oik628.pdf>. DPT- 8. Beş Yıllık Kalkınma Planı, Madencilik Özel İhtisas Komisyonu Raporu, Endüstriyel Hammadeler Alt Komisyonu, Yapı Malzemeleri 3. Çalışma Grubu Raporu, Ankara, 2001.
- Anonim, 2010. http://www.mta.gov.tr/v3.0/sayfalar/bilgimerkez/maden_potansiyel_2010_Van_madenler.pdf erişim tarihi 12.12.2016.
- Anonim, 2011. <http://www.mta.gov.tr/v2.0/birimler/laboratuvarlar/index.php?id=Xr> Maden Teknik Arama Genel Müd., Ankara. ErişimTarihi: 03.03.2015.
- Anonim, 2016. <http://taum.erciyes.edu.tr/xrdn.html>. Erciyes Üniversitesi (ERÜ) Teknoloji Araştırma ve Uygulama Merkezi (TAUM)., Kayseri. ErişimTarihi: 16.11.2016.
- Badihi, M., Teameh, M.R.H., Mosavi, S.E., Badii, Kh., Tehrani, K., R.M.A., Doulati Ardejani, F., 2011. Synthesis of Magnetic nano-perlite catalyst for wet catalytic oxidation of basic colorants in simulated wastewater, *ICCC 4th International Color and Coatings Congress, Tehran, Iran*.
- Blitz, I.P., Blitz, J.P., Gunko, V.M., Sheeran, D.J., (2007). Functionalized silicas: structural characteristics and adsorption of Cu (II) and Pb (II). *Colloids and Surface A: Physicochemical and Engineering Aspects*, **307**: 83-92.
- Bolen. W.P., 2010. *U.S.* Geological survey, science for a changing world. *Mineral Commodity Summaries 2000* 122-123
- Casillas, P.E.G., Gonzalez C.A.R., Pérez, C.A.M., 2012. Infrared Spectroscopy of Functionalized Magnetic Nanoparticles, *Infrared Spectroscopy-Materials Science, Engineering and Technology*, Theophanides Theophile, ISBN:978-953-51-0537-4. Croatia, p: 405-420.
- Çelik, A.G., Kılıç, A.M., Çakal, G.Ö., 2013. Expanded perlite aggregate characterization for use as a lightweight construction raw material. *Physicochem. Probl. Miner. Process.* **49**(2): 689–700.

- Djomgoue P., Njopwouo D., 2013. FT-IR spectroscopy applied for surface clays characterization *Journal of Surface Engineered Materials and Advanced Technology*, **3**: 275-282.
- Doğan M., 2001. *Sulu Ortamda Perlit'in Yüzey Yükünün ve Adsorpsiyon Özelliklerinin incelenmesi*, (Doktora Tezi), Balıkesir Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Balıkesir.
- Goodhew P.J., Humphreys J., Beanland R., 2001. **Electron Microscopy and Analysis. Taylor&Franchis London. 238.**
- Groen, J.C., Peffer, L.A.A., P.Ramirez, J., 2003. Pore size determination in modified micro- and mesoporous materials. Pitfalls and limitations in gas adsorption data analysis, *Microporous and Mesoporous Materials*, **60**: 1–17
- Hajimohammadi, A., Provis, J.L., van Deventer, J.S.J., 2008. One-Part geopolymer mixes from geothermal silica and sodium aluminate. *Industrial & Engineering Chemistry Research*, **47 (23)**: 9396–9405.
- Huong, P.V., Derouault, J., Solomon, I., Tranquoc, H., 1991. Characterization of methylated amorphous silicon by IR and Raman spectroscopies, *Materials Science and Engineering:B*, **9**: 249-252.
- Kabra, S., Katara, S., Rani A., 2007. Characterization and study of Turkish perlite. *International Journal of Innovative Research in Science, Engineering and Technology*, **2**; 9.
- Kurczewska, J., Ryzkowski, J., Pasieczna, S., Patkowska, S., Schroeder, G., 2016. Photoacoustic infrared spectroscopic studies of silica gels with organically functionalized surface. *Spectroscopy Letters*, **49**; 529-534.
- Mangala, K., Sinija, P.S., Sreekumar, K., 2015. Palladium (II) supported on polycarbosilane: application as reusable catalyst for heck reaction, *Journal of Molecular Catalysis A: Chemical*, **407**: 87–92.
- Materne T., Buyl F., Wittucki G.L., 2006. Organosilane technology in coating applications: review and perspectives. *Dow Corning Corporation*, USA
- McKee, C., Renault, J., Barker, J., 2011. Quantitative analysis of quartz in perlite by X-ray diffraction *New Mexico Bureau of Mines and Mineral Resources Campus Station, Socorro*, NM 81801.

- Mihaylov, M., Andonova, S., Chakarova, K., Vimont, A., Ivanova, E., Drenchev, N., Hadjiivanov, K., 2015. An advanced approach for measuring acidity of hydroxyls in confined space: FTIR study of low-temperature CO and $^{15}\text{N}_2$ adsorption on MOF samples from the MIL-53(Al) series, *Physical Chemistry Chemical Physics*, 17:24304-24314.
- Panniello, A., Ingrosso, C., Coupillaud, P., Tamborra, M., Binetti, E., Curri, M.L., Agostiano, A., Taton, D., Striccoli, M., 2014. Nanocomposites based on luminescent colloidal nanocrystals and polymeric ionic liquids towards optoelectronic applications, *Materials*, 7(1): 591-610.
- Stefano, L.D., Oliviero, G., Amato, J., Borbone, N., Piccialli, G., Mayol, L., Rendina, I., Terracciano, M., Rea, I., (2013). Aminosilane functionalizations of mesoporous oxidized silicon for oligonucleotide synthesis and detection. *Journal of The Royal Society Interface*, 10 (83): 1-7.
- Söğüt, E.G., 2015. *Çaldıran-Van diatomiti: Modifikasyonu ve fizikokimyasal özellikleri* (doktora tezi).Yüzüncü Yıl Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Van.
- Şahinoğlu, G., 2013. *Perlit ve Mangan Oksit Modifiye Edilmiş Perlit Adsorbentleri Kullanılarak Sulu Çözeltiden Sb(III) İyonlarının Uzaklaştırılması İşleminin Fizikokimyasal Parametrelerinin İncelenmesi*(Yüksek lisans tezi). Gazi Osman Paşa Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Tokat.
- Şencan, İ., 2010. *Perlitli Sırlar ve Uygulamaları* (Yüksek lisans tezi). Dokuz Eylül Üniversitesi, Güzel Sanatlar Enstitüsü, İzmir.
- Srivastava, K., Shringi, N., Devra, V., Rani, A., 2013. Pure silica extraction from perlite: its characterization and affecting factors *International Journal of Innovative Research in Science, Engineering and Technology* 2:7.
- Tekin, G., 2004. *Perlit ve Sepiyolit'in Amonyum hepta molibdat ile Modifikasyonu ve Elektrokinetik Özellikleri* (Yüksek lisans tezi). Balıkesir Üniversitesi, Fenbilimleri Enstitüsü, Balıkesir.
- Tosun, N., 2005. *Mezogözenekli Katıların Adsorplama Özelliklerinin İncelenmesi*. (yüksek lisans tezi). Ankara Üniversitesi Fen bilimleri Enstitüsü, Ankara.

- Varkolua, M., Velpulaa, V., Ganjia, S., Burria, D.R., Kamaraju, S.R.R., 2015. Ni nanoparticles supported on mesoporous silica (2D, 3D) architectures: highly efficient catalysts for the hydrocyclization of biomass-derived levulinic acid. *RSC Advances*, **5**:57201-57210.
- Wu, C.C., Roan R.T., Chen, J.H., 2002. Sintering mechanism of the CaF_2 on hydroxyapatite by a 10.6- μm CO_2 laser. *Lasers in Surgery and Medicine* **31**(5): 333-338.
- Xu, R., Chen, J., Gao, W.Y., 2007. From zeolites to porous MOF. *Materials - the 40th Anniversary of International Zeolite Conference*, China. 2, 170.
- Yılmaz, A., 2005. *Enerji Tasarrufunda Bor ve Perlit*, Eti Maden işletmeleri Genel Müdürlüğü, Ankara, <http://www.cellubor.com.tr/en/literatur/Bor.doc.pdf> Erişim tarihi; 30.10.2016
- Yüksel, E., 2005. *Mikro gözenekli Katıların İncelenmesi*. Ankara Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Yüksek Lisans Tezi, Kimya Anabilim Dalı, Ankara.
- Yorulmaz, E., 2005. *Schiff Bazılarının Termal Yöntemlerle İncelenmesi*. Ankara Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Yüksek Lisans Tezi, Kimya Anabilim Dalı, Ankara.
- Yuan, P., Liu, D., Tan, D.Y., Liu, K.K., Yu, H.G., Zhong, Y.H., Yuan, A.H., Yu, W.B., He, H.P., 2013. Surface silylation of mesoporous/macroporous diatomite (diatomaceous earth) and its function in Cu (II) adsorption: The effects of heating pretreatment, *Microporous and Mesoporous Materials*, **170**: 9–19.
- Zaitoon, B., Yousef, R., Musleh, S. 2011. Modification of jordanian diatomite and its use for the removal of some organic pollutants from water. *Oriental Journal Of Chemistry*, **27** (4): 1357-1374.
- Ziarani, G.M., Gholamzadeh, P., Badeiei. A., Asadi, S., Soorki, A.A., 2015. Application of SBA-15 functionalized sulfonic acid (SBA-Pr- SO_3H) as an efficient nanoreactor in the one-pot synthesis of pyrido [2,3-*d*] pyrimidine. *Journal of the Chilean Chemical Society*, **60**(2): 2975-2978.

ÖZGEÇMİŞ

1989 yılında Van’da doğdu. İlk, orta ve lise öğrenimini Van’da tamamladı. 2013 yılında Yüzüncü Yıl Üniversitesi Eğitim Fakültesi Fen Bilgisi Öğretmenliği bölümünden mezun oldu. 2013 yılında Yüzüncü Yıl Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Kimya Anabilim Dalında yüksek lisans eğitimine başladı.





YÜZÜNCÜ YIL ÜNİVERSİTESİ
Fen Bilimler Enstitüsü

LİSANSÜSTÜ TEZ ORJİNALLİK RAPORU

YÜZÜNCÜ YIL ÜNİVERSİTESİ
Fen Bilimler Enstitüsü

04.01.2017

Tez Başlığı / Konusu

"ENDÜSTRİYEL HAMMADDE OLAN PERLİTİN ORGANOSİLANLANMASI"

Yukarıda başlığı/konusu belirlenen tez çalışmamın Kapak sayfası, Giriş, Ana bölümler ve Sonuç bölümlerinden oluşan toplam 45 sayfalık kısmına ilişkin, 30/12/2016 tarihinde şahsım/tez danışmanım tarafından Turnitin intihal tespit programından aşağıda belirtilen filtreleme uygulanarak alınmış olan orijinallik raporuna göre, tezimin benzerlik oranı % 15 (Yüzde onbeş) dir.

Uygulanan Filtreler Aşağıda Verilmiştir:

- Kabul ve onay sayfası hariç,
- Teşekkür hariç,
- İçindekiler hariç,
- Simge ve kısaltmalar hariç,
- Gereç ve yöntemler hariç,
- Kaynakça hariç,
- Alıntılar hariç,
- Tezden çıkan yayımlar hariç,
- 7 kelimeden daha az örtüşme içeren metin kısımları hariç (Limit match size to 7 words)

Yüzüncü Yıl Üniversitesi Lisansüstü Tez Orijinallik Raporu Alınması ve Kullanılmasına İlişkin Yönergeyi inceledim ve bu yönergede belirtilen azami benzerlik oranlarına göre tez çalışmamın herhangi bir intihal içmediğini; aksinin tespit edileceği muhtemel durumda doğabilecek her türlü hukuki sorumluluğu kabul ettiğimi ve yukarıda vermiş olduğum bilgilerin doğru olduğunu beyan ederim.

Gereğini bilgilerinize arz ederim.

04.01.2017.

Hakan DÖNMEZ
Adı, Soyadı, İmza

Adı Soyadı : Hakan DÖNMEZ

Öğrenci No : 139102013

Anabilim Dalı : ORGANİK KİMYA

Programı : KİMYA

Statüsü : Y. Lisans ☒

Doktora ☐

DANIŞMAN

Prof. Dr. Esvet AKBAŞ

04.01.2017.

ENSTİTÜ ONAYI

UYGUNDUR

04.01.2017.

Prof. Dr. Suat ŞENSOY

Enstitü Müdürü