

**T.C.
YILDIZ TEKNİK ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**

**ÇEŞİTLİ BOR MİNERALLERİNDEN HİDROFOBİK VE NANOYAPILI ÇİNKO
BORAT ÜRETİM YÖNTEMLERİNİN GELİŞTİRİLMESİ**

EMRE ÖZTÜRK

**YÜKSEK LİSANS TEZİ
KİMYA MÜHENDİSLİĞİ ANABİLİM DALI**

**DANIŞMAN
YRD. DOÇ. DR. NURCAN TUĞRUL**

İSTANBUL, 2011

T.C.
YILDIZ TEKNİK ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

ÇEŞİTLİ BOR MİNERALLERİNDEN HİDROFOBİK VE NANOYAPILI ÇİNKO
BORAT ÜRETİM YÖNTEMLERİNİN GELİŞTİRİLMESİ

EMRE ÖZTÜRK

YÜKSEK LİSANS TEZİ
KİMYA MÜHENDİSLİĞİ ANABİLİM DALI

DANIŞMAN
YRD. DOÇ. DR. NURCAN TUĞRUL

İSTANBUL, 2011

T.C.
YILDIZ TEKNİK ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

**ÇEŞİTLİ BOR MİNERALLERİNDEN HİDROFOBİK VE NANOYAPILI ÇİNKO
BORAT ÜRETİM YÖNTEMLERİNİN GELİŞTİRİLMESİ**

Emre ÖZTÜRK tarafından hazırlanan tez çalışması **08.03.2011** tarihinde aşağıdaki jüri tarafından Yıldız Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Kimya Mühendisliği Anabilim Dalı'nda **YÜKSEK LİSANS TEZİ** olarak kabul edilmiştir.

Tez Danışmanı

Yrd. Doç. Dr. Nurcan TUĞRUL

Yıldız Teknik Üniversitesi

Jüri Üyeleri

ÖNSÖZ

Yüksek lisans eğitimimde tez konusu olarak bor minerallerinden çinko borat üretimi çalışmamda bana her türlü yardımı gösteren, bor laboratuvarında çalışma imkanı sunan, engin bilgilerinden yararlanmama izin veren ve yardımını hiçbir zaman esirgemeyen saygıdeğer hocam Prof. Dr. Sabriye PİŞKİN'e çok teşekkür ederim.

Yüksek lisans eğitimim boyunca hem ders hem de tez aşamasında değerli bilgi ve önerilerini paylaşan, desteğini hiçbir zaman esirgemeyerek beni her anlamda yönlendiren danışman hocam Yrd. Doç. Dr. Nurcan TUĞRUL'a çok teşekkür ederim.

Deneysel ve literatür çalışmalarımda değerli bilgi ve desteğinin yanı sıra göstermiş olduğu titizlik ve özverisinden dolayı Arş. Gör. Dr. Nil BARAN ACARALI hocama sonsuz teşekkürlerimi sunarım.

XRD analizlerinin yapılmasında yardımcı olan teknisyen Cem ÇAKMAK'a, FT-IR analizlerinde yardımcı olan teknisyen Nükhet TAŞÇI'ya, SEM görüntülerinin çekilmesinde yardımcı olan Arş. Gör. Seyhun KIPÇAK'a, hidrofobisite testlerinde yardımcı olan Yük. Kimya Müh. Gülşah YEĞEN ile Kimya Müh. Hatice ERGÜVEN'e, deneyler boyunca yardımlarından dolayı çalışma arkadaşım Kimya Müh. Melek BARDAKCI'ya ve çalışmalarım boyunca her türlü destekte bulunan arkadaşım Kimyager İrfan EFE'ye teşekkürü bir borç bilirim.

Çalışmalarım boyunca birçok fedakarlık göstererek maddi, manevi her türlü destek gösteren annem Aynur ÖZTÜRK'e, abilerim Ümüt, Erdoğan, Yakup ÖZTÜRK'e ve ailemin diğer fertlerine en içten duygularıyla teşekkür ederim.

Haziran, 2011

Emre ÖZTÜRK

İÇİNDEKİLER

	Sayfa
SİMGE LİSTESİ.....	ix
KISALTMA LİSTESİ	x
ŞEKİL LİSTESİ.....	xi
ÇİZELGE LİSTESİ	xxi
ÖZET.....	xxiii
ABSTRACT	xxv
BÖLÜM 1	
GİRİŞ	1
1.1 Literatür Özeti	1
1.2 Tezin Amacı.....	1
1.3 Hipotez	2
BÖLÜM 2	
BOR.....	3
2.1 Borun Tarihçesi	3
2.2 Bor Elementinin Kimyasal ve Fiziksel Özellikleri	4
2.3 Bor Ürünleri Terminolojisi	8
2.4 Bor Mineralleri	8
2.4.1 Boraks	9
2.4.2 Kernit	10
2.4.3 Üleksit.....	10
2.4.4 Kolemanit.....	11
2.4.5 Pandermit	11
2.4.6 Probertit.....	12
2.5 Bor Ürünleri	12
2.5.1 Ham Bor Ürünleri	12
2.5.2 Rafine Bor Ürünleri.....	13

2.5.2.1	Boraks Pentahidrat	14
2.5.2.2	Susuz Boraks	14
2.5.2.3	Borik Asit	15
2.5.2.4	Susuz Borik Asit.....	15
2.5.2.5	Sodyum Perborat	16
2.5.3	Uç Bor Ürünleri	16
2.6	Bor Rezervleri.....	17
2.7	Bor Kullanım Alanları.....	19
2.7.1	Cam Sanayi.....	20
2.7.2	Seramik Sanayi	20
2.7.3	Temizleme Beyazlatma Sanayi.....	20
2.7.4	Alev Geciktiriciler	21
2.7.5	Tarım.....	21
2.7.6	Metalurji	21
2.7.7	Nükleer Uygulamalar.....	22
2.7.8	Bor Fiberleri	22
2.7.9	Uzay ve Havacılık.....	22
2.7.10	Enerji.....	23
2.7.11	Sağlık.....	23
2.7.12	Çimento	23
2.8	Bor Cevherlerini Zenginleştirme Yöntemleri	24
2.8.1	Elle Ayırma ile Zenginleştirme	24
2.8.2	Manyetik Zenginleştirme	25
2.8.3	Boyuta Göre Zenginleştirme	25
2.8.4	Gravite ile Zenginleştirme.....	26
2.8.5	Isıl İşlemler Yöntemiyle Zenginleştirme	26
2.8.6	Flotasyon Yöntemiyle Zenginleştirme	26

BÖLÜM 3

BORATLAR	28	
3.1	Boratların Kimyasal ve Yapısal Özellikleri	28
3.2	Metal Boratlar.....	30
3.3	Boratların Kullanım Alanları.....	32
3.3.1	Ev Aletleri.....	32
3.3.2	Naylon Halı	32
3.3.3	Gübre.....	33
3.3.4	Isıya Dayanıklı Cam.....	33
3.3.5	Sır ve Emaye	33
3.3.6	Seramik ve Çanaklar	33
3.3.7	Elektronikler	34

BÖLÜM 4

ÇİNKO BORAT	35	
4.1	Çinko Boratın Fiziksel ve Kimyasal Özellikleri	36
4.2	Çinko Boratın Kullanım Alanları	38

4.3	Çinko Boratın Diğer Alev Geciktiricilere Göre Avantajları	40
4.4	Çinko Boratın Ekolojik ve Çevresel Faktörleri	41
4.5	Ticari Öneme Sahip Çinko Boratlar ve Özellikleri	41
4.6	Çinko Borat Üreticileri, Çinko Boratın Pazar Durumu ve Çinko Borat Tüketiminin Artmasını Teşvik Edecek Faktörler	45
4.7	Çinko Borat Üretimi.....	48
4.7.1	Hidrofobik ve Nano Yapılı Çinko Borat Üretimi	55
BÖLÜM 5		
DENEYSEL ÇALIŞMA		59
5.1	Deneylerde Kullanılan Kimyasal Maddeler.....	59
5.1.1	Hammaddeler	59
5.1.2	Modifiye Ajanlar	59
5.1.3	Çözücüler	59
5.1.4	Analizlerde Kullanılan Kimyasallar	59
5.2	Deneylerde Kullanılan Cihazlar	60
5.3	Borik Asit Üretimi	60
5.4	Çinko Borat Sentezi	61
5.5	Analizler	62
5.5.1	Analitik Yöntemler.....	62
5.5.1.1	ZnO Tayini.....	62
5.5.1.2	B ₂ O ₃ Tayini.....	63
5.5.2	Potansiyometrik Titrasyon.....	63
5.5.3	FT-IR.....	64
5.5.4	XRD	65
5.5.5	SEM.....	65
5.5.6	Optik Temas Açısı Ölçüm Cihazı	66
BÖLÜM 6		
SONUÇLAR ve TARTIŞMA.....		68
6.1	Deneylerde Kullanılan Hammaddelerin Karakterizasyonu, Morfolojisi ve Kimyasal Analiz Sonuçları	68
6.2	Isıtcılı Manyetik Karıştırıcı Kullanarak Referans Borik Asit ve Çinko Karbonat ile Hidrofilik Çinko Borat Üretimi.....	77
6.2.1	Proses Parametrelerinin Ürün Verimi Üzerine Etkisi	77
6.2.2	Üretilen Hidrofilik Çinko Boratın Karakterizasyonu	79
6.2.3	Üretilen Hidrofilik Çinko Borat İçin Kimyasal Analiz Sonuçları	81
6.3	Isıtcılı Manyetik Karıştırıcı Kullanarak Referans Borik Asit ve Çinko Karbonat ile Hidrofobik Çinko Borat Üretimi	82
6.3.1	Proses Parametrelerinin Ürün Verimi Üzerine Etkisi	82
6.3.2	Üretilen Hidrofobik Çinko Boratın Karakterizasyonu	93
6.3.3	Üretilen Hidrofobik Çinko Borat İçin Kimyasal Analiz Sonuçları	98
6.3.4	Üretilen Çinko Borat İçin Hidrofobisite Test Sonuçları.....	99
6.4	Isıtcılı Manyetik Karıştırıcı Kullanarak Boraks Dekahidrat ve Çinko Karbonat ile Hidrofilik Çinko Borat Üretimi.....	110

6.4.1	Proses Parametrelerinin Ürün Verimi Üzerine Etkisi	110
6.4.2	Üretilen Hidrofilik Çinko Boratın Karakterizasyonu	113
6.4.3	Üretilen Hidrofilik Çinko Borat için Kimyasal Analiz Sonuçları	115
6.5	Isıtıcılı Manyetik Karıştırıcı Kullanarak Boraks Dekahidrat ve Çinko Karbonat ile Hidrofobik Çinko Borat Üretimi	115
6.5.1	Proses Parametrelerinin Ürün Verimi Üzerine Etkisi	115
6.5.2	Üretilen Hidrofobik Çinko Boratın Karakterizasyonu	126
6.5.3	Üretilen Hidrofobik Çinko Borat için Kimyasal Analiz Sonuçları	132
6.5.4	Üretilen Çinko Borat için Hidrofobisite Test Sonuçları	133
6.6	Mekanik Karıştırmalı Cam Reaktör Kullanılarak Çinko Borat Üretimi	144
6.6.1	Optimum Koşullar için Hidrofilik Çinko Borat Üretimi	144
6.6.1.1	Üretilen Hidrofilik Çinko Boratın Karakterizasyonu	144
6.6.1.2	Üretilen Hidrofilik Çinko Borat için Kimyasal Analiz Sonuçları	148
6.6.2	Optimum Koşullar için Hidrofobik Çinko Borat Üretimi	149
6.6.2.1	Üretilen Hidrofobik Çinko Boratın Karakterizasyonu	149
6.6.2.2	Üretilen Hidrofobik Çinko Borat için Kimyasal Analiz Sonuçları	157
6.6.2.3	Üretilen Çinko Borat için Hidrofobisite Test Sonuçları	158

BÖLÜM 7

SONUÇ ve ÖNERİLER	162
KAYNAKLAR	170
ÖZGEÇMİŞ	174

SİMGE LİSTESİ

Cu K α	X-Işını tüpü kaynağı
k	Özgül gelişim hızı
N	Numuneden sarfiyat
S	Sarfiyat
S _B	Borik asit sarfiyatı
X ₀	Başlangıç aşu konsantrasyonu
2 θ	Kırınım açısı

KISALTMA LİSTESİ

ATH	Alüminyum Trihidrat
BNCT	Boron Neutron Capture Therapy
EDTA	Etilen Diamin Tetra Asetik Asit
EVA	Etilen Vinil Asetat
FT-IR	Fourier Dönüşümlü Kızılötesi Spektroskopisi
İPA	İzopropil Alkol
LOI	Oksijen Limit Endeksi
NMR	Nükleer Manyetik Rezonans
O.A	Oleik Asit
PEG	Polietilen Glikol
PG	Propilen Glikol
PVC	Polivinil Klorür
SEM	Taramalı Elektron Mikroskop
TGA	Termo Gravimetrik Analiz
XRD	X-Işını Kırınımı

ŞEKİL LİSTESİ

	Sayfa
Şekil 2.1	Elementel borun görünümü6
Şekil 2.2	Bor elementinin kimyasal yapısı6
Şekil 2.3	Boraks mineralinin görünüşü9
Şekil 2.4	Kernit mineralinin görünüşü.....10
Şekil 2.5	Üleksit mineralinin görünüşü10
Şekil 2.6	Kolemanit mineralinin görünüşü11
Şekil 2.7	Pandermit mineralinin görünüşü.....11
Şekil 2.8	Probertit mineralinin görünüşü12
Şekil 2.9	Bor bileşiklerinin kullanım alanları.....19
Şekil 3.1	Borat oksoanyonların şematik gösterimi30
Şekil 4.1	Çinko Borat üretimi akış şeması49
Şekil 5.1	Boraks dekahidrat kullanılarak üretilen borik asit kristalleri61
Şekil 5.2	Manyetik karıştırmalı sistem ve şematik gösterimi 1-) Borik asit, 2-) Çinko karbonat, 3-) Referans çinko borat, 4-) Dijital sıcaklık göstergesi, 5-) Beher, 6-) Isıtıcı manyetik karıştırıcı, 7-) Katı-sıvı faz ayırma aparatı, 8-) Tuzak, 9-) Vakum pompası61
Şekil 5.3	Mekanik karıştırmalı cam reaktör ve şematik gösterimi 1-) Borik asit, 2-) Çinko karbonat, 3-) Referans çinko borat, 4-) Dijital sıcaklık göstergesi, 5-) Ceketli cam reaktör, 6-) Katı-sıvı faz ayırma aparatı, 7-) Tuzak, 8-) Vakum pompası62
Şekil 5.4	Potansiyometrik titrasyon cihazı64
Şekil 5.5	FT-IR cihazı.....64
Şekil 5.6	XRD cihazı65
Şekil 5.7	SEM cihazı.....66
Şekil 5.8	Hidrolik pres66
Şekil 5.9	Optik temas açısı ölçüm cihazı.....67
Şekil 6.1	Referans borik asitin XRD diyagramı.....68
Şekil 6.2	Referans borik asitin FT-IR spektrumu69
Şekil 6.3	Referans borik asitin SEM görüntüsü.....69
Şekil 6.4	Boraks dekahidrattan üretilen borik asitin XRD diyagramı70
Şekil 6.5	Boraks dekahidrattan üretilen borik asitin FT-IR spektrumu71
Şekil 6.6	Boraks dekahidrattan üretilen borik asitin SEM görüntüsü71
Şekil 6.7	Boraks dekahidratın XRD diyagramı72
Şekil 6.8	Boraks dekahidratın FT-IR spektrumu72

Şekil 6.9	Boraks dekahidratın SEM görüntüsü	73
Şekil 6.10	Çinko karbonatın XRD diyagramı	73
Şekil 6.11	Çinko karbonatın FT-IR spektrumu	74
Şekil 6.12	Çinko karbonatın SEM görüntüsü	74
Şekil 6.13	Referans Çinko Boratın XRD diyagramı	75
Şekil 6.14	Referans Çinko Boratın FT-IR spektrumu	75
Şekil 6.15	Referans Çinko Boratın SEM görüntüsü	76
Şekil 6.16	Reaksiyon süresinin ürün verimi üzerine etkisi (Deney koşulları: % 0.5 aş, 95°C, 500 rpm, H ₃ BO ₃ :ZnCO ₃ : [3:1])	77
Şekil 6.17	Reaktan oranının ürün verimi üzerine etkisi (Deney koşulları: 2 saat, % 0.5 aş, 95°C, 500 rpm)	77
Şekil 6.18	Aş miktarının ürün verimi üzerine etkisi (Deney koşulları: 2 saat, 500 rpm, H ₃ BO ₃ :ZnCO ₃ : [4:1], 95°C).....	78
Şekil 6.19	Karıştırma hızının ürün verimi üzerine etkisi (Deney koşulları: 2 saat, 95°C, H ₃ BO ₃ :ZnCO ₃ : [4:1], % 0.5 aş)	78
Şekil 6.20	Sıcaklığın ürün verimi üzerine etkisi (Deney koşulları: 2 saat, % 0.5 aş, 500 rpm, H ₃ BO ₃ :ZnCO ₃ : [4:1]).....	79
Şekil 6.21	Soğutma sıcaklığının ürün verimi üzerine etkisi (Deney koşulları: 2 saat, H ₃ BO ₃ :ZnCO ₃ : [4:1], % 0.5 aş, 95°C, 500 rpm)	79
Şekil 6.22	Referans borik asit ve çinko karbonattan üretilen hidrofilik Çinko Boratın XRD diyagramı (Deney koşulları: 2 saat, 95°C, 500 rpm, H ₃ BO ₃ : ZnCO ₃ : [4:1], % 0.5 aş)	80
Şekil 6.23	Referans borik asit ve çinko karbonattanHidrofilik Çinko Boratın FT-IR spektrumu (Deney koşulları: 2 saat, % 0.5 aş, 95°C, 500 rpm, H ₃ BO ₃ : ZnCO ₃ : [4:1]).....	80
Şekil 6.24	Referans borik asit ve çinko karbonattan üretilen hidrofilik Çinko Boratın SEM görüntüsü (Deney koşulları: 2 saat, H ₃ BO ₃ : ZnCO ₃ : [4:1], % 0.5 aş, 95°C, 500 rpm)	81
Şekil 6.25	Reaksiyon süresinin ürün verimi üzerine etkisi (Deney koşulları: 500 rpm, H ₃ BO ₃ :ZnCO ₃ : [3:1], % 0.5 aş, % 3 PG, 2 ml İPA, 95°C,)	82
Şekil 6.26	Reaktan oranının ürün verimi üzerine etkisi (Deney koşulları: 2 saat, % 0.5 aş, % 3 PG, 2 ml İPA, 95°C, 500 rpm)	83
Şekil 6.27	Aş miktarının ürün verimi üzerine etkisi (Deney koşulları: 2 saat, 500 rpm, H ₃ BO ₃ :ZnCO ₃ : [4:1], % 3 PG, 2 ml İPA, 95°C,)	83
Şekil 6.28	Modifiye ajan (PG) miktarının ürün verimi üzerine etkisi (Deney koşulları: 2 saat, H ₃ BO ₃ :ZnCO ₃ : [4:1], % 0.5 aş, 2 ml İPA, 95°C, 500 rpm).....	84
Şekil 6.29	Çözücü (İPA) miktarının ürün verimi üzerine etkisi (Deney koşulları: 2 saat, H ₃ BO ₃ :ZnCO ₃ : [4:1], % 0.5 aş, % 3 PG, 95°C, 500 rpm)	84
Şekil 6.30	Çözücü (etanol) miktarının ürün verimi üzerine etkisi (Deney koşulları: 2 saat, H ₃ BO ₃ :ZnCO ₃ : [4:1], % 0.5 aş, % 3 PG, 95°C, 500 rpm)	85
Şekil 6.31	Çözücü (metanol) miktarının ürün verimi üzerine etkisi (Deney koşulları: 2 saat, H ₃ BO ₃ :ZnCO ₃ : [4:1], % 0.5 aş, % 3 PG, 95°C, 500 rpm)	85
Şekil 6.32	PG-Farklı (İPA, etanol, metanol) çözücü miktarlarının ürün verimi üzerine etkisi (Deney koşulları: 2 saat, H ₃ BO ₃ :ZnCO ₃ : [4:1], % 0.5 aş, % 3 PG, 95°C, 500 rpm)	86

Şekil 6.33	Modifiye ajan (kerosen) miktarının ürün verimi üzerine etkisi (Deney koşulları: 2 saat, $H_3BO_3:ZnCO_3$: [4:1], % 0.5 aşı, 2 ml İPA, 95°C, 500 rpm).....	86
Şekil 6.34	Çözücü (İPA) miktarının ürün verimi üzerine etkisi (Deney koşulları: 2 saat, $H_3BO_3:ZnCO_3$: [4:1], % 0.5 aşı, % 3 kerosen, 95°C, 500 rpm)	87
Şekil 6.35	Çözücü (etanol) miktarının ürün verimi üzerine etkisi (Deney koşulları: 2 saat, $H_3BO_3:ZnCO_3$: [4:1], % 0.5 aşı, % 3 kerosen, 95°C, 500 rpm)	87
Şekil 6.36	Çözücü (metanol) miktarının ürün verimi üzerine etkisi (Deney koşulları: 2 saat, $H_3BO_3:ZnCO_3$: [4:1], % 0.5 aşı, % 3 kerosen, 95°C, 500 rpm)	88
Şekil 6.37	Kerosen-Farklı (İPA, etanol, metanol) çözücü miktarlarının ürün verimi üzerine etkisi (Deney koşulları: 2 saat, $H_3BO_3:ZnCO_3$: [4:1], % 0.5 aşı, % 3 kerosen, 95°C, 500 rpm)	88
Şekil 6.38	Modifiye ajan (O.A) miktarının ürün verimi üzerine etkisi (Deney koşulları: 2 saat, $H_3BO_3:ZnCO_3$: [4:1], % 0.5 aşı, 2 ml İPA, 95°C, 500 rpm)	89
Şekil 6.39	Çözücü (İPA) miktarının ürün verimi üzerine etkisi (Deney koşulları: 2 saat, $H_3BO_3:ZnCO_3$: [4:1], % 0.5 aşı, % 1 O.A, 95°C, 500 rpm)	89
Şekil 6.40	Çözücü (etanol) miktarının ürün verimi üzerine etkisi (Deney koşulları: 2 saat, $H_3BO_3:ZnCO_3$: [4:1], % 0.5 aşı, % 1 O.A, 95°C, 500 rpm)	90
Şekil 6.41	Çözücü (metanol) miktarının ürün verimi üzerine etkisi (Deney koşulları: 2 saat, $H_3BO_3:ZnCO_3$: [4:1], % 0.5 aşı, % 1 O.A, 95°C, 500 rpm)	90
Şekil 6.42	O.A-Farklı (İPA, etanol, metanol) çözücü miktarlarının ürün verimi üzerine etkisi (Deney koşulları: 2 saat, $H_3BO_3:ZnCO_3$: [4:1], % 0.5 aşı, % 1 O.A, 95°C, 500 rpm)	91
Şekil 6.43	Sıcaklığın ürün verimi üzerine etkisi (Deney koşulları: 2 saat, 500 rpm, $H_3BO_3:ZnCO_3$: [4:1], % 0.5 aşı, % 3 PG, 6 ml etanol)	91
Şekil 6.44	Karıştırma hızının ürün verimi üzerine etkisi (Deney koşulları: 2 saat, $H_3BO_3:ZnCO_3$: [4:1], % 0.5 aşı, % 3 PG, 6 ml etanol, 95°C)	92
Şekil 6.45	Soğutma sıcaklığının ürün verimi üzerine etkisi (Deney koşulları: 2 saat, $H_3BO_3:ZnCO_3$: [4:1], % 0.5 aşı, % 3 PG, 6 ml etanol, 95°C, 500 rpm)	92
Şekil 6.46	PG-Etanol karışımı ile optimum noktalarda elde edilen Çinko Boratın XRD diyagramı (Deney koşulları: 2 saat, $H_3BO_3: ZnCO_3$: [4:1], % 0.5 aşı, % 3 PG, 6 ml etanol, 95°C, 500 rpm).....	93
Şekil 6.47	PG-Etanol karışımı ile optimum noktalarda elde edilen Çinko Boratın FT-IR spektrumu (Deney koşulları: 2 saat, $H_3BO_3: ZnCO_3$: [4:1], % 0.5 aşı, % 3 PG, 6 ml etanol, 95°C, 500 rpm).....	94
Şekil 6.48	PG-Etanol karışımı ile optimum noktalarda elde edilen Çinko Boratın SEM görüntüsü (Deney koşulları: 2 saat, $H_3BO_3: ZnCO_3$: [4:1], % 0.5 aşı, % 3 PG, 6 ml etanol, 95°C, 500 rpm).....	94
Şekil 6.49	Kerosen-Etanol karışımı ile optimum noktalarda elde edilen Çinko Boratın XRD diyagramı (Deney koşulları: 2 saat, $H_3BO_3: ZnCO_3$: [4:1], % 0.5 aşı, % 3 kerosen, 6 ml etanol, 95°C, 500 rpm)	95
Şekil 6.50	Kerosen-Etanol karışımı ile optimum noktalarda elde edilen Çinko Boratın FT-IR spektrumu (Deney koşulları: 2 saat, $H_3BO_3: ZnCO_3$: [4:1], % 0.5 aşı, % 3 kerosen, 6 ml etanol, 95°C, 500 rpm)	95
Şekil 6.51	Kerosen-Etanol karışımı ile optimum noktalarda elde edilen Çinko	

	Boratin SEM görüntüsü (Deney koşulları: 2 saat, H_3BO_3 : $ZnCO_3$: [4:1], % 0.5 aşı, % 3 kerosen, 6 ml etanol, 95°C, 500 rpm)	96
Şekil 6.52	Oleik asit-İPA karışımı ile optimum noktalarda elde edilen Çinko Boratin XRD diyagramı (Deney koşulları: 2 saat, H_3BO_3 : $ZnCO_3$: [4:1], % 0.5 aşı, % 1 O.A, 2 ml İPA, 95°C, 500 rpm)	97
Şekil 6.53	Oleik asit-İPA karışımı ile optimum noktalarda elde edilen Çinko Boratin FT-IR spektrumu (Deney koşulları: 2 saat, H_3BO_3 : $ZnCO_3$: [4:1], % 0.5 aşı, % 1 O.A, 2 ml İPA, 95°C, 500 rpm)	97
Şekil 6.54	Oleik asit-İPA karışımı ile optimum noktalarda elde edilen Çinko Boratin SEM görüntüsü (Deney koşulları: 2 saat, H_3BO_3 : $ZnCO_3$: [4:1], % 0.5 aşı, % 1 O.A, 2 ml İPA, 95°C, 500 rpm)	98
Şekil 6.55	Hidrofilik Çinko Boratin temas açısı değeri ve görüntüsü (Deney koşulları: 2 saat, H_3BO_3 : $ZnCO_3$: [4:1], % 0.5 aşı, 95°C, 500 rpm)	100
Şekil 6.56	Farklı miktarlarda modifiye ajan (PG) kullanılarak elde edilen Çinko Boratin temas açısı değeri ve görüntüleri a-) % 1, b-) % 3, c-) % 5 (Deney koşulları: 2 saat, H_3BO_3 : $ZnCO_3$: [4:1], % 0.5 aşı, 2 ml İPA, 95°C, 500 rpm)	100
Şekil 6.57	Farklı miktarlarda çözücü (İPA) kullanılarak elde edilen Çinko Boratin temas açısı değeri ve görüntüleri a-) 0 ml, b-) 2 ml, c-) 8 ml (Deney koşulları: 2 saat, H_3BO_3 : $ZnCO_3$: [4:1], % 0.5 aşı, % 3 PG, 95°C, 500 rpm)	101
Şekil 6.58	Farklı miktarlarda çözücü (etanol) kullanılarak elde edilen Çinko Boratin temas açısı değeri ve görüntüleri a-) 0 ml, b-) 2 ml, c-) 8 ml (Deney koşulları: 2 saat, H_3BO_3 : $ZnCO_3$: [4:1], % 0.5 aşı, % 3 PG, 95°C, 500 rpm)	101
Şekil 6.59	Farklı miktarlarda çözücü (metanol) kullanılarak elde edilen Çinko Boratin temas açısı değeri ve görüntüleri a-) 0 ml, b-) 2 ml, c-) 8 ml (Deney koşulları: 2 saat, H_3BO_3 : $ZnCO_3$: [4:1], % 0.5 aşı, % 3 PG, 95°C, 500 rpm)	102
Şekil 6.60	Farklı miktarlarda modifiye ajan (kerosen) kullanılarak elde edilen Çinko Boratin temas açısı değeri ve görüntüleri a-) % 1, b-) % 3, c-) % 5 (Deney koşulları: 2 saat, H_3BO_3 : $ZnCO_3$: [4:1], % 0.5 aşı, 2 ml İPA, 95°C, 500 rpm)	103
Şekil 6.61	Farklı miktarlarda çözücü (İPA) kullanılarak elde edilen Çinko Boratin temas açısı değeri ve görüntüleri a-) 0 ml, b-) 2 ml, c-) 8 ml (Deney koşulları: 2 saat, H_3BO_3 : $ZnCO_3$: [4:1], % 0.5 aşı, % 3 kerosen, 95°C, 500 rpm)	103
Şekil 6.62	Farklı miktarlarda çözücü (etanol) kullanılarak elde edilen Çinko Boratin temas açısı değeri ve görüntüleri a-) 0 ml, b-) 2 ml, c-) 8 ml (Deney koşulları: 2 saat, H_3BO_3 : $ZnCO_3$: [4:1], % 0.5 aşı, % 3 kerosen, 95°C, 500 rpm)	104
Şekil 6.63	Farklı miktarlarda çözücü (metanol) kullanılarak elde edilen Çinko Boratin temas açısı değeri ve görüntüleri a-) 0 ml, b-) 2 ml, c-) 8 ml (Deney koşulları: 2 saat, H_3BO_3 : $ZnCO_3$: [4:1], % 0.5 aşı, % 3 kerosen, 95°C, 500 rpm)	105
Şekil 6.64	Farklı miktarlarda modifiye ajan (O.A) kullanılarak elde edilen Çinko	

	Boratin temas açđ deęeri ve görüntüleri a-) % 1, b-) % 3, c-) % 5 (Deney koşulları: 2 saat, $H_3BO_3:ZnCO_3$: [4:1], % 0.5 aşđ, 2 ml İPA, 95°C, 500 rpm)	105
Şekil 6.65	Farklı miktarlarda çözücü (İPA) kullanılarak elde edilen Çinko Boratın temas açđ deęeri ve görüntüleri a-) 0 ml, b-) 2 ml, c-) 8 ml (Deney koşulları: 2 saat, $H_3BO_3:ZnCO_3$: [4:1], % 0.5 aşđ, % 1 O.A, 95°C, 500 rpm)	106
Şekil 6.66	Farklı miktarlarda çözücü (etanol) kullanılarak elde edilen Çinko Boratın temas açđ deęeri ve görüntüleri a-) 0 ml, b-) 2 ml, c-) 8 ml (Deney koşulları: 2 saat, $H_3BO_3:ZnCO_3$: [4:1], % 0.5 aşđ, % 1 O.A, 95°C, 500 rpm)	107
Şekil 6.67	Farklı miktarlarda çözücü (metanol) kullanılarak elde edilen Çinko Boratın temas açđ deęeri ve görüntüleri a-) 0 ml, b-) 2 ml, c-) 8 ml (Deney koşulları: 2 saat, $H_3BO_3:ZnCO_3$: [4:1], % 0.5 aşđ, % 1 O.A, 95°C, 500 rpm)	107
Şekil 6.68	PG-Etanol karışımı ile optimum noktalarda elde edilen hidrofobik Çinko Boratın temas açđ deęeri ve görüntüsü (Deney koşulları: 2 saat, 500 rpm, $H_3BO_3:ZnCO_3$: [4:1], % 0.5 aşđ, % 3 PG, 6 ml etanol, 95°C)	108
Şekil 6.69	Kerosen-Etanol karışımı ile optimum noktalarda elde edilen hidrofobik Çinko Boratın temas açđ deęeri ve görüntüsü (Deney koşulları: 2 saat, 500 rpm, $H_3BO_3:ZnCO_3$: [4:1], % 0.5 aşđ, % 3 kerosen, 6 ml etanol, 95°C)	109
Şekil 6.70	O.A-İPA karışımı ile optimum noktalarda elde edilen hidrofobik Çinko Boratın temas açđ deęeri ve görüntüsü (Deney koşulları: 2 saat, 500 rpm, $H_3BO_3:ZnCO_3$: [4:1], % 0.5 aşđ, % 1 O.A, 2 ml İPA, 95°C)	109
Şekil 6.71	Reaksiyon süresinin ürün verimi üzerine etkisi (Deney koşulları: 500 rpm, $H_3BO_3:ZnCO_3$: [3:1], % 0.5 aşđ, 95°C)	110
Şekil 6.72	Reaktan oranının ürün verimi üzerine etkisi (Deney koşulları: 2 saat, % 0.5 aşđ, 95°C, 500 rpm)	110
Şekil 6.73	Aşđ miktarının ürün verimi üzerine etkisi (Deney koşulları: 2 saat, 500 rpm, $H_3BO_3:ZnCO_3$: [3:1], 95°C).....	111
Şekil 6.74	Sıcaklığın ürün verimi üzerine etkisi (Deney koşulları: 2 saat, 500 rpm, $H_3BO_3:ZnCO_3$: [3:1], % 1 aşđ)	111
Şekil 6.75	Karıştırma hızının ürün verimi üzerine etkisi (Deney koşulları: 2 saat, $H_3BO_3:ZnCO_3$: [3:1], % 1 aşđ, 95°C)	112
Şekil 6.76	Soğutma sıcaklığının ürün verimi üzerine etkisi (Deney koşulları: 2 saat, $H_3BO_3:ZnCO_3$: [3:1], % 1 aşđ, 95°C, 500 rpm)	112
Şekil 6.77	Boraks dekahidrattan üretilen borik asit ve çinko karbonat kullanılarak elde edilen hidrofobik Çinko Boratın XRD diyagramı (Deney koşulları: 2 saat, $H_3BO_3: ZnCO_3$: [3:1], % 1 aşđ, 95°C, 500 rpm)	113
Şekil 6.78	Boraks dekahidrattan üretilen borik asit ve çinko karbonat kullanılarak elde edilen hidrofobik Çinko Boratın FT-IR spektrumu (Deney koşulları: 2 saat, $H_3BO_3: ZnCO_3$: [3:1], % 1 aşđ, 95°C, 500 rpm)	114
Şekil 6.79	Boraks dekahidrattan üretilen borik asit ve çinko karbonat kullanılarak elde edilen hidrofobik Çinko Boratın SEM görüntüsü (Deney koşulları: 2 saat, 500 rpm, $H_3BO_3: ZnCO_3$: [3:1], % 1 aşđ, 95°C)	114

Şekil 6.80	Reaksiyon süresinin ürün verimi üzerine etkisi (Deney koşulları: $H_3BO_3:ZnCO_3$: [3:1], % 1 aş, % 3 PG, 2 ml İPA, 95°C, 500 rpm)116
Şekil 6.81	Reaktan oranının ürün verimi üzerine etkisi (Deney koşulları: 2 saat, % 1 aş, % 3 PG, 2 ml İPA, 95°C, 500 rpm)116
Şekil 6.82	Aşı miktarının ürün verimi üzerine etkisi (Deney koşulları: 2 saat, 500 rpm, $H_3BO_3:ZnCO_3$: [4:1], % 3 PG, 2 ml İPA, 95°C,)117
Şekil 6.83	Sıcaklığın ürün verimi üzerine etkisi (Deney koşulları: 2 saat, 500 rpm, $H_3BO_3:ZnCO_3$: [4:1], % 0.5 aş, % 3 PG, 2 ml İPA).....117
Şekil 6.84	Karıştırma hızının ürün verimi üzerine etkisi (Deney koşulları: 2 saat, $H_3BO_3:ZnCO_3$: [4:1], % 0.5 aş, % 3 PG, 2 ml İPA, 95°C)118
Şekil 6.85	Soğutma sıcaklığının ürün verimi üzerine etkisi (Deney koşulları: 2 saat, $H_3BO_3:ZnCO_3$: [4:1], % 0.5 aş, % 3 PG, 2 ml İPA, 95°C, 500 rpm)118
Şekil 6.86	Modifiye ajanın (PG) ürün verimi üzerine etkisi (Deney koşulları: 2 saat, $H_3BO_3:ZnCO_3$: [4:1], % 0.5 aş, 2 ml İPA, 95°C, 500 rpm)119
Şekil 6.87	Çözücü (İPA) miktarının ürün verimi üzerine etkisi (Deney koşulları: 2 saat, $H_3BO_3:ZnCO_3$: [4:1], % 0.5 aş, % 3 PG, 95°C, 500 rpm)119
Şekil 6.88	Çözücü (etanol) miktarının ürün verimi üzerine etkisi (Deney koşulları: 2 saat, $H_3BO_3:ZnCO_3$: [4:1], % 0.5 aş, % 3 PG, 95°C, 500 rpm)120
Şekil 6.89	Çözücü (metanol) miktarının ürün verimi üzerine etkisi (Deney koşulları: 2 saat, $H_3BO_3:ZnCO_3$: [4:1], % 0.5 aş, % 3 PG, 95°C, 500 rpm)120
Şekil 6.90	PG-Farklı (İPA, etanol, metanol) çözücü miktarlarının ürün verimi üzerine etkisi (Deney koşulları: 2 saat, $H_3BO_3:ZnCO_3$: [4:1], % 0.5 aş, % 3 PG, 95°C, 500 rpm)121
Şekil 6.91	Modifiye ajanın (kerosen) ürün verimi üzerine etkisi (Deney koşulları: 2 saat, $H_3BO_3:ZnCO_3$: [4:1], % 0.5 aş, 2 ml İPA, 95°C, 500 rpm)121
Şekil 6.92	Çözücü (İPA) miktarının ürün verimi üzerine etkisi (Deney koşulları: 2 saat, $H_3BO_3:ZnCO_3$: [4:1], % 0.5 aş, % 2 kerosen, 95°C, 500 rpm)122
Şekil 6.93	Çözücü (etanol) miktarının ürün verimi üzerine etkisi (Deney koşulları: 2 saat, $H_3BO_3:ZnCO_3$: [4:1], % 0.5 aş, % 2 kerosen, 95°C, 500 rpm)122
Şekil 6.94	Çözücü (metanol) miktarının ürün verimi üzerine etkisi (Deney koşulları: 2 saat, $H_3BO_3:ZnCO_3$: [4:1], % 0.5 aş, % 2 kerosen, 95°C, 500 rpm)123
Şekil 6.95	Kerosen-Farklı (İPA, etanol, metanol) çözücü miktarlarının ürün verimi üzerine etkisi (Deney koşulları: 2 saat, $H_3BO_3:ZnCO_3$: [4:1], % 0.5 aş, % 2 kerosen, 95°C, 500 rpm)123
Şekil 6.96	Modifiye ajanın (O.A) ürün verimi üzerine etkisi (Deney koşulları: 2 saat, $H_3BO_3:ZnCO_3$: [4:1], % 0.5 aş, 2 ml İPA, 95°C, 500 rpm)124
Şekil 6.97	Çözücü (İPA) miktarının ürün verimi üzerine etkisi (Deney koşulları: 2 saat, $H_3BO_3:ZnCO_3$: [4:1], % 0.5 aş, % 2 O.A, 95°C, 500 rpm)124
Şekil 6.98	Çözücü (etanol) miktarının ürün verimi üzerine etkisi (Deney koşulları: 2 saat, $H_3BO_3:ZnCO_3$: [4:1], % 0.5 aş, % 2 O.A, 95°C, 500 rpm)125
Şekil 6.99	Çözücü (metanol) miktarının ürün verimi üzerine etkisi (Deney koşulları: 2 saat, $H_3BO_3:ZnCO_3$: [4:1], % 0.5 aş, % 2 O.A, 95°C, 500 rpm)125
Şekil 6.100	O.A-Farklı (İPA, etanol, metanol) çözücü miktarlarının ürün verimi üzerine etkisi (Deney koşulları: 2 saat, $H_3BO_3:ZnCO_3$: [4:1], % 0.5 aş, % 2 O.A, 95°C, 500 rpm)126
Şekil 6.101	PG-İPA karışımı ile optimum noktalarda elde edilen Çinko Boratın XRD

	diyagramı (Deney koşulları: 2 saat, H_3BO_3 : $ZnCO_3$: [4:1], % 0.5 aşısı, % 3 PG, 2 ml İPA, 95°C, 500 rpm).....	127
Şekil 6.102	PG-İPA karışımı ile optimum noktalarda elde edilen Çinko Boratın FT-IR spektrumu (Deney koşulları: 2 saat, H_3BO_3 : $ZnCO_3$: [4:1], % 0.5 aşısı, % 3 PG, 2 ml İPA, 95°C, 500 rpm).....	127
Şekil 6.103	PG-İPA karışımı ile optimum noktalarda elde edilen Çinko Boratın SEM görüntüsü (Deney koşulları: 2 saat, H_3BO_3 : $ZnCO_3$: [4:1], % 0.5 aşısı, % 3 PG, 2 ml İPA, 95°C, 500 rpm).....	128
Şekil 6.104	Kerosen-İPA karışımı ile optimum noktalarda elde edilen Çinko Boratın XRD diyagramı (Deney koşulları: 2 saat, H_3BO_3 : $ZnCO_3$: [4:1], % 0.5 aşısı, % 2 kerosen, 4 ml İPA, 95°C, 500 rpm)	128
Şekil 6.105	Kerosen-İPA karışımı ile optimum noktalarda elde edilen Çinko Boratın FT-IR spektrumu (Deney koşulları: 2 saat, 500 rpm, H_3BO_3 : $ZnCO_3$: [4:1], % 0.5 aşısı, % 2 kerosen, 4 ml İPA, 95°C).....	130
Şekil 6.106	Kerosen-İPA karışımı ile optimum noktalarda elde edilen Çinko Boratın SEM görüntüsü (Deney koşulları: 2 saat, H_3BO_3 : $ZnCO_3$: [4:1], % 0.5 aşısı, % 2 kerosen, 4 ml İPA, 95°C, 500 rpm)	130
Şekil 6.107	O.A-İPA karışımı ile optimum noktalarda elde edilen Çinko Boratın XRD spektrumu (Deney koşulları: 2 saat, H_3BO_3 : $ZnCO_3$: [4:1], % 0.5 aşısı, % 2 O.A, 4 ml İPA, 95°C, 500 rpm)	130
Şekil 6.108	O.A-İPA karışımı ile optimum noktalarda elde edilen Çinko Boratın FT-IR spektrumu (Deney koşulları: 2 saat, H_3BO_3 : $ZnCO_3$: [4:1], % 0.5 aşısı, % 2 O.A, 4 ml İPA, 95°C, 500 rpm).....	131
Şekil 6.109	O.A-İPA karışımı ile optimum noktalarda elde edilen Çinko Boratın SEM görüntüsü (Deney koşulları: 2 saat, H_3BO_3 : $ZnCO_3$: [4:1], % 0.5 aşısı, % 2 O.A, 4 ml İPA, 95°C, 500 rpm).....	132
Şekil 6.110	Hidrofilik Çinko Boratın temas açısı ve görüntüsü (Deney koşulları: 2 saat, H_3BO_3 : $ZnCO_3$: [3:1], % 1 aşısı, 95°C, 500 rpm).....	133
Şekil 6.111	Farklı miktarlarda modifiye ajan (PG) kullanılarak elde edilen Çinko Boratın temas açısı değeri ve görüntüleri a-) % 1, b-) % 3, c-) % 5 (Deney koşulları: 2 saat, H_3BO_3 : $ZnCO_3$ oranı [4:1], % 0.5 aşısı, 2 ml İPA, 95°C, 500 rpm).....	134
Şekil 6.112	Farklı miktarlarda çözücü (İPA) kullanılarak elde edilen Çinko Boratın temas açısı değeri ve görüntüleri a-) 0 ml, b-) 2 ml, c-) 8 ml (Deney koşulları: 2 saat, H_3BO_3 : $ZnCO_3$: [4:1], % 0.5 aşısı, % 3 PG, 95°C, 500 rpm).....	134
Şekil 6.113	Farklı miktarlarda çözücü (etanol) kullanılarak elde edilen Çinko Boratın temas açısı değeri ve görüntüleri a-) 0 ml, b-) 2 ml, c-) 8 ml (Deney koşulları: 2 saat, H_3BO_3 : $ZnCO_3$: [4:1], % 0.5 aşısı, % 3 PG, 95°C, 500 rpm).....	135
Şekil 6.114	Farklı miktarlarda çözücü (metanol) kullanılarak elde edilen Çinko Boratın temas açısı değeri ve görüntüleri a-) 0 ml, b-) 2 ml, c-) 8 ml (Deney koşulları: 2 saat, H_3BO_3 : $ZnCO_3$: [4:1], % 0.5 aşısı, % 3 PG, 95°C, 500 rpm).....	136
Şekil 6.115	Farklı miktarlarda modifiye ajan (kerosen) kullanılarak elde edilen Çinko Boratın temas açısı değeri ve görüntüleri a-) % 1, b-) % 3,	

	c-) % 5 (Deney koşulları: 2 saat, $H_3BO_3:ZnCO_3$: [4:1], % 0.5 aşı, 2 ml İPA, 95°C, 500 rpm)	137
Şekil 6.116	Farklı miktarlarda çözücü (İPA) kullanılarak elde edilen Çinko Boratın temas açısı değeri ve görüntüleri a-) 0 ml, b-) 2 ml, c-) 8 ml (Deney koşulları: 2 saat, $H_3BO_3:ZnCO_3$: [4:1], % 0.5 aşı, % 2 kerosen, 95°C, 500 rpm)	137
Şekil 6.117	Farklı miktarlarda çözücü (etanol) kullanılarak elde edilen Çinko Boratın temas açısı değeri ve görüntüleri a-) 0 ml, b-) 2 ml, c-) 8 ml (Deney koşulları: 2 saat, $H_3BO_3:ZnCO_3$: [4:1], % 0.5 aşı, % 2 kerosen, 95°C, 500 rpm)	138
Şekil 6.118	Farklı miktarlarda çözücü (metanol) kullanılarak elde edilen Çinko Boratın temas açısı değeri ve görüntüleri a-) 0 ml, b-) 2 ml, c-) 8 ml (Deney koşulları: 2 saat, $H_3BO_3:ZnCO_3$: [4:1], % 0.5 aşı, % 2 kerosen, 95°C, 500 rpm)	139
Şekil 6.119	Farklı miktarlarda modifiye ajan (O.A) kullanılarak elde edilen Çinko Boratın temas açısı değeri ve görüntüleri a-) % 1, b-) % 3, c-) % 5 (Deney koşulları: 2 saat, $H_3BO_3:ZnCO_3$: [4:1], % 0.5 aşı, 2 ml İPA, 95°C, 500 rpm)	139
Şekil 6.120	Farklı miktarlarda çözücü (İPA) kullanılarak elde edilen Çinko Boratın temas açısı değeri ve görüntüleri a-) 0 ml, b-) 2 ml, c-) 8 ml (Deney koşulları: 2 saat, $H_3BO_3:ZnCO_3$: [4:1], % 0.5 aşı, % 2 O.A, 95°C, 500 rpm)	140
Şekil 6.121	Farklı miktarlarda çözücü (etanol) kullanılarak elde edilen Çinko Boratın temas açısı değeri ve görüntüleri a-) 0 ml, b-) 2 ml, c-) 8 ml (Deney koşulları: 2 saat, $H_3BO_3:ZnCO_3$: [4:1], % 0.5 aşı, % 2 O.A, 95°C, 500 rpm)	141
Şekil 6.122	Farklı miktarlarda çözücü (metanol) kullanılarak elde edilen Çinko Boratın temas açısı değeri ve görüntüleri a-) 0 ml, b-) 2 ml, c-) 8 ml (Deney koşulları: 2 saat, $H_3BO_3:ZnCO_3$: [4:1], % 0.5 aşı, % 2 O.A, 95°C, 500 rpm)	141
Şekil 6.123	PG-İPA karışımı ile optimum noktalarda elde edilen hidrofobik Çinko Boratın temas açısı değeri ve görüntüsü (Deney koşulları: 2 saat, 95°C, 500 rpm, $H_3BO_3:ZnCO_3$: [4:1], % 0.5 aşı, % 3 PG, 2 ml İPA)	142
Şekil 6.124	Kerosen-İPA karışımı ile optimum noktalarda elde edilen hidrofobik Çinko Boratın temas açısı değeri ve görüntüsü (Deney koşulları: 2 saat, 95°C, 500 rpm, $H_3BO_3:ZnCO_3$: [4:1], % 0.5 aşı, % 2 kerosen, 4 ml İPA) ...	143
Şekil 6.125	O.A-İPA karışımı ile optimum noktalarda elde edilen hidrofobik Çinko Boratın temas açısı değeri ve görüntüsü (Deney koşulları: 2 saat, 95°C, 500 rpm, $H_3BO_3:ZnCO_3$: [4:1], % 0.5 aşı, % 2 O.A, 4 ml İPA).....	143
Şekil 6.126	Referans borik asit ve çinko karbonattan üretilen Çinko Boratın XRD diyagramı (Deney koşulları: 2 saat, $H_3BO_3: ZnCO_3$: [4:1], % 0.5 aşı, 95°C, 500 rpm)	144
Şekil 6.127	Referans borik asit ve çinko karbonattan üretilen Çinko Boratın FT-IR spektrumu (Deney koşulları: 2 saat, $H_3BO_3: ZnCO_3$: [4:1], % 0.5 aşı, 95°C, 500 rpm)	145
Şekil 6.128	Referans borik asit ve çinko karbonattan üretilen Çinko Boratın	

	SEM görüntüsü (Deney koşulları: 2 saat, $H_3BO_3: ZnCO_3 : [4:1]$, % 0.5 aşı, 95°C, 500 rpm)	146
Şekil 6.129	Boraks dekahidrattan üretilen borik asit ve çinko karbonat kullanılarak elde edilen Çinko Boratın XRD diyagramı (Deney koşulları: 2 saat, $H_3BO_3: ZnCO_3 : [3:1]$, % 1 aşı, 95°C, 500 rpm)	146
Şekil 6.130	Boraks dekahidrattan üretilen borik asit ve çinko karbonat kullanılarak elde edilen Çinko Boratın FT-IR spektrumu (Deney koşulları: 2 saat, $H_3BO_3: ZnCO_3 : [3:1]$, % 1 aşı, 95°C, 500 rpm)	147
Şekil 6.131	Boraks dekahidrattan üretilen borik asit ve çinko karbonat kullanılarak elde edilen Çinko Boratın SEM görüntüsü (Deney koşulları: 2 saat, $H_3BO_3: ZnCO_3 : [3:1]$, % 1 aşı, 95°C, 500 rpm)	147
Şekil 6.132	PG-Etanol karışımı ile optimum noktalarda elde edilen Çinko Boratın XRD diyagramı (Deney koşulları: 2 saat, $H_3BO_3: ZnCO_3 : [4:1]$, % 0.5 aşı, % 3 PG, 6 ml etanol, 95°C, 500 rpm).....	150
Şekil 6.133	PG-Etanol karışımı ile optimum noktalarda elde edilen Çinko Boratın FT-IR spektrumu (Deney koşulları: 2 saat, $H_3BO_3: ZnCO_3 : [4:1]$, % 0.5 aşı, % 3 PG, 6 ml etanol, 95°C, 500 rpm).....	150
Şekil 6.134	PG-Etanol karışımı ile optimum noktalarda elde edilen Çinko Boratın SEM görüntüsü (Deney koşulları: 2 saat, $H_3BO_3: ZnCO_3$ oranı [4:1], % 0.5 aşı, % 3 PG, 6 ml etanol, 95°C, 500 rpm)	151
Şekil 6.135	Kerosen-Etanol karışımı ile optimum noktalarda elde edilen Çinko Boratın XRD diyagramı (Deney koşulları: 2 saat, $H_3BO_3: ZnCO_3 : [4:1]$, % 0.5 aşı, % 3 kerosen, 6 ml etanol, 95°C, 500 rpm)	151
Şekil 6.136	Kerosen-Etanol karışımı ile optimum noktalarda elde edilen Çinko Boratın FT-IR spektrumu (Deney koşulları: 2 saat, $H_3BO_3: ZnCO_3 : [4:1]$, 6 ml etanol, % 3 kerosen, % 0.5 aşı, 95°C, 500 rpm)	152
Şekil 6.137	Kerosen-Etanol karışımı ile optimum noktalarda elde edilen Çinko Boratın SEM görüntüsü (Deney koşulları: 2 saat, $H_3BO_3: ZnCO_3$ oranı [4:1], % 0.5 aşı, % 3 kerosen, 6 ml etanol, 95°C, 500 rpm)	152
Şekil 6.138	PG-İPA karışımı ile optimum noktalarda elde edilen Çinko Boratın XRD diyagramı (Deney koşulları: 2 saat, $H_3BO_3: ZnCO_3 : [4:1]$, % 0.5 aşı, % 3 PG, 2 ml İPA, 95°C, 500 rpm).....	153
Şekil 6.139	PG-İPA karışımı ile optimum noktalarda elde edilen Çinko Boratın FT-IR spektrumu (Deney koşulları: 2 saat, $H_3BO_3: ZnCO_3 : [4:1]$, % 0.5 aşı, % 3 PG, 2 ml İPA, 95°C, 500 rpm)	154
Şekil 6.140	PG-İPA karışımı ile optimum noktalarda elde edilen Çinko Boratın SEM görüntüsü (Deney koşulları: 2 saat, $H_3BO_3: ZnCO_3 : [4:1]$, % 0.5 aşı, % 3 PG, 2 ml İPA, 95°C, 500 rpm)	155
Şekil 6.141	Kerosen-İPA karışımı ile optimum noktalarda elde edilen Çinko Boratın XRD diyagramı (Deney koşulları: 2 saat, $H_3BO_3: ZnCO_3 : [4:1]$, % 0.5 aşı, % 2 kerosen, 4 ml İPA, 95°C, 500 rpm)	155
Şekil 6.142	Kerosen-İPA karışımı ile optimum noktalarda elde edilen Çinko Boratın FT-IR spektrumu (Deney koşulları: 2 saat, $H_3BO_3: ZnCO_3 : [4:1]$, % 0.5 aşı, % 2 kerosen, 4 ml İPA, 95°C, 500 rpm)	156
Şekil 6.143	Kerosen-İPA karışımı ile optimum noktalarda elde edilen Çinko Boratın SEM görüntüsü (Deney koşulları: 2 saat, $H_3BO_3: ZnCO_3 : [4:1]$, % 0.5 aşı,	

	% 2 kerosen, 4 ml İPA, 95°C, 500 rpm)	156
Şekil 6.144	Hidrofilik Çinko Boratın temas açısı değeri ve görüntüsü (Deney koşulları: 2 saat, H ₃ BO ₃ :ZnCO ₃ : [4:1], % 0.5 aşısı, 95°C, 500 rpm)	158
Şekil 6.145	PG-Etanol karışımı ile optimum noktalarda elde edilen hidrofobik Çinko Boratın temas açısı değeri ve görüntüsü (Deney koşulları: 2 saat, 95°C, 500 rpm, H ₃ BO ₃ :ZnCO ₃ : [4:1], % 0.5 aşısı, % 3 PG, 6 ml etanol)	159
Şekil 6.146	Kerosen-Etanol karışımı ile optimum noktalarda elde edilen hidrofobik Çinko Boratın temas açısı değeri ve görüntüsü (Deney koşulları: 2 saat, H ₃ BO ₃ :ZnCO ₃ : [4:1], % 0.5 aşısı, % 3 kerosen, 6 ml etanol, 95°C, 500 rpm)	159
Şekil 6.147	Hidrofilik Çinko Boratın temas açısı değeri ve görüntüsü (Deney koşulları: 2 saat, H ₃ BO ₃ :ZnCO ₃ : [3:1], % 1 aşısı, 95°C, 500 rpm)	160
Şekil 6.148	PG-İPA karışımı ile optimum noktalarda elde edilen hidrofobik Çinko Boratın temas açısı değeri ve görüntüsü (Deney koşulları: 2 saat, 95°C, 500 rpm, H ₃ BO ₃ :ZnCO ₃ : [4:1], % 0.5 aşısı, % 3 PG, 2 ml İPA)	160
Şekil 6.149	Kerosen-İPA karışımı ile optimum noktalarda elde edilen hidrofobik Çinko Boratın temas açısı değeri ve görüntüsü (Deney koşulları: 2 saat, 95°C, 500 rpm, H ₃ BO ₃ :ZnCO ₃ : [4:1], % 0.5 aşısı, % 2 kerosen, 4 ml İPA) ...	161

ÇİZELGE LİSTESİ

Sayfa

Çizelge 2.1	Bor elementinin kimyasal özellikleri.....	5
Çizelge 2.2	Bor elementinin fiziksel özellikleri.....	7
Çizelge 2.3	Ticari öneme sahip bor mineralleri, bileşimi ve bulunduğu yer.....	9
Çizelge 2.4	Ham bor ürünleri.....	13
Çizelge 2.5	Rafine bor ürünleri.....	14
Çizelge 2.6	Bor rezervlerinin ülkelere göre dağılımı.....	18
Çizelge 2.7	Türkiye bor rezervlerinin maden sahalarına göre dağılımı.....	19
Çizelge 3.1	Borat anyonları ve yapıları.....	29
Çizelge 3.2	Borat yapıları ve sınıflandırılması.....	31
Çizelge 4.1	Çinko Boratlar ve dehidratasyon sıcaklıkları.....	37
Çizelge 4.2	Çinko Boratın teorik kompozisyonu.....	38
Çizelge 4.3	Çinko Boratın fiziksel özellikleri.....	38
Çizelge 4.4	Çinko Boratın polimer özellik gösteren malzemelere sağladığı yararlar.....	40
Çizelge 4.5	Bazı Çinko Borat alev geciktiricilerin ticari isimleri ve üreticileri.....	42
Çizelge 4.6	Firebrake ZB'nin teorik kompozisyonu ve başlıca fiziksel özellikleri.....	42
Çizelge 4.7	Firebrake ZB-XF'nin başlıca fiziksel özellikleri.....	43
Çizelge 4.8	Firebrake 415'in teorik kompozisyonu ve başlıca fiziksel özellikleri.....	44
Çizelge 4.9	Firebrake 500'ün teorik kompozisyonu ve başlıca fiziksel özellikleri.....	44
Çizelge 4.10	Genel üreticiler ve onların kapasiteleri.....	45
Çizelge 4.11	Alev geciktiricilerin pazar bölgeleri.....	46
Çizelge 4.12	ABD'de ve Batı Avrupa ülkelerinde kullanılan alev geciktiricilerin oranı.....	46
Çizelge 4.13	Yıllara göre ABD'deki Çinko Borat fiyatları.....	47
Çizelge 6.1	Referans Çinko Borat için B ₂ O ₃ -ZnO-H ₂ O miktarları.....	76
Çizelge 6.2	Referans borik asit kullanılarak gerçekleştirilen deney koşulları.....	82
Çizelge 6.3	Referans borik asit kullanılarak üretilen hidrofilik Çinko Borat numunesinin B ₂ O ₃ -ZnO-H ₂ O miktarları.....	82
Çizelge 6.4	Referans borik asit kullanılarak gerçekleştirilen deneylerin koşulları.....	99
Çizelge 6.5	Referans borik asit kullanılarak üretilen hidrofobik Çinko Borat numunelerinin B ₂ O ₃ -ZnO-H ₂ O miktarları.....	99
Çizelge 6.6	Boraks dekahidrattan üretilen borik asit kullanılarak gerçekleştirilen deneylerin koşulları.....	115
Çizelge 6.7	Boraks dekahidrattan üretilen borik asit kullanılarak üretilen hidrofilik	

	Çinko Borat numunelerinin $B_2O_3-ZnO-H_2O$ miktarları	115
Çizelge 6.8	Boraks dekahidrattan üretilen borik asit kullanılarak gerçekleştirilen deneylerin koşulları	132
Çizelge 6.9	Boraks dekahidrattan üretilen borik asit kullanılarak üretilen hidrofobik Çinko Borat numunelerinin $B_2O_3-ZnO-H_2O$ miktarları	133
Çizelge 6.10	Referans ve boraks dekahidrattan üretilen borik asit kullanılarak gerçekleştirilen deneylerin koşulları.....	148
Çizelge 6.11	Referans ve boraks dekahidrattan üretilen borik asit kullanılarak üretilen hidrofilik Çinko Borat numunelerinin $B_2O_3-ZnO-H_2O$ miktarları	148
Çizelge 6.12	Optimum reaksiyon koşulları için referans ve boraks dekahidrattan üretilen borik asit kullanılarak gerçekleştirilen deneylerin koşulları	157
Çizelge 6.13	Optimum reaksiyon koşulları için referans ve boraks dekahidrattan üretilen borik asit kullanılarak üretilen hidrofobik Çinko Borat numunelerinin $B_2O_3-ZnO-H_2O$ miktarları	157

ÇEŞİTLİ BOR MİNERALLERİNDEN HİDROFOBİK VE NANOYAPILI ÇİNKO BORAT ÜRETİM YÖNTEMLERİNİN GELİŞTİRİLMESİ

Emre ÖZTÜRK

Kimya Mühendisliği Anabilim Dalı

Yüksek Lisans Tezi

Tez Danışmanı: Yrd. Doç. Dr. Nurcan TUĞRUL

Türkiye sahip olduğu bor rezervleri ve cevherlerinin kalitesi ile dünyanın önde gelen ülkelerindedir. Buna rağmen ürünlerinin çeşitliliği sahip olunan potansiyel yanında çok azdır. Dolayısı ile değişik bor ürünleri elde edilmesine yönelik çalışmaların yapılmasına ihtiyaç duyulmaktadır. Çinko Borat bunlardan bir tanesidir. Çinko Borat, alev geciktirici ve duman bastırıcı katkı maddesi olarak kullanılmaktadır. Ayrıca Çinko Borat ahşap kompozit malzemelerde mantar ve böcek öldürücü olarak, borosilikat malzemelerde hammadde olarak, yağlama yağlarında katkı olarak ve seramik sanayinde ergime noktası düşürücü olarak da kullanılmaktadır.

Çinko Borat üretimi için yaygın olarak çinko oksit ve borik asit kullanılmaktadır. Bu çalışmada, çinko kaynağı olarak çinko oksit yerine çinko karbonat kullanılmış ve Çinko Borat üretimi, farklı bor kaynakları ve farklı karıştırma sistemleri kullanılarak gerçekleştirilmiştir.

Çalışmada ilk olarak bor kaynağı olarak kolemanitten üretilen referans borik asit ile çinko kaynağı olarak çinko karbonat kullanılarak, hidrofobik ve nano yapıları Çinko Borat üretilmeye çalışılmıştır. İkinci aşamada ise öncelikle, boraks dekahidrattan borik asit üretilmiş ve boraks dekahidrattan üretilen borik asitin, referans borik asit ile uyumlu olduğu görülmüştür. Boraks dekahidrattan üretilen borik asit ile çinko karbonat kullanılarak Çinko Borat üretimi için ikinci aşama tamamlanmıştır. Hidrofobik yapıda Çinko Borat elde etmek için propilen glikol (PG), kerosen ve oleik asit (O.A) gibi farklı

modifiye ajanlar ve bu yağ fazlarının homojen bir şekilde dağılması için izopropil alkol (İPA), etanol, metanol gibi farklı çözücüler kullanılmış, farklı modifiye ajanların farklı çözücüler ile kullanımının hidrofobisite üzerine etkileri araştırılmıştır. Ayrıca çalışmada reaksiyon süresi, reaktan oranı, sıcaklık, karıştırma hızı, aşı ve soğutma sıcaklığı gibi reaksiyon parametrelerinin verim üzerine etkisi, ısıtıcılı manyetik karıştırıcı kullanılarak incelenmiş ve belirlenen optimum noktalarda, mekanik karıştırmalı cam reaktör kullanılarak elde edilen sonuçlar karşılaştırılmıştır. Sonuç olarak, mekanik karıştırmalı cam reaktörde yapılan deneylerde, verimin daha yüksek olduğu görülmüştür.

Elde edilen ürünlerin karakterizasyonu, analitik yöntemin yanı sıra, XRD, FT-IR cihazları ile belirlenmiştir. Ürünlerin hidrofobisitesini belirlemek amacıyla temas açısı ölçümleri yapılmış ve gerek morfolojik yapısını gerekse nano boyutta ürün üretildiğini tespit etmek amacıyla SEM cihazı kullanılmıştır. Sonuç olarak, nano yapılı Çinko Boratın başarıyla sentezlendiği, proses parametreleri değişiminin, verimi; farklı modifiye ajan kullanımının da hidrofobisiteyi önemli ölçüde etkilediği sonucuna varılmıştır.

Anahtar Kelimeler: Borik asit, Çinko Borat, hidrofobisite, nano, verim

**THE DEVELOPMENT OF PRODUCTION METHODS OF HYDROPHOBIC AND
NANO ZINC BORATE FROM DIFFERENT BORON MINERALS**

Emre ÖZTÜRK

Department of Chemical Engineering
MSc. Thesis

Advisor: Assist. Prof. Dr. Nurcan TUĞRUL

Turkey is one of the leading countries with boron reserves and ore grade in the world. Nevertheless product range is very little according to possessed potential. Therefore, it is necessary to work to produce different boron products. Zinc borate is one of those. Zinc borate is used as fire retardant and smoke suppressant additives. Zinc borate is also used as anti-fungal and anti-bacterial additive in wood composites, as raw material for borosilicate materials, as lubricating oil additives, and as ceramics flux.

Generally zinc oxide and boric acid are used to produce zinc borate. In this study, zinc carbonate was used instead of zinc oxide as zinc source and production of zinc borate was carried out by using different boron minerals and different stirred system.

In study, first of all, it was studied to produce hydrophobic and nano structure zinc borate by using reference boric acid produced from colemanite as boron source and zinc carbonate as zinc source. In second stage, firstly boric acid was produced from borax decahydrate and it was seen that boric acid produced from borax decahydrate is similar to reference boric acid. Second stage was completed by using boric acid produced from borax decahydrate and zinc carbonate for production of zinc borate. Different modified agents as propylene glycol (PG), kerosene and oleic acid (O.A) were used to produce hydrophobic zinc borate and different solvents as isopropyl alcohol (IPA), ethanol and methanol were used to obtain homogenous phase and the effects of using different modified agents with different solvents on hydrophobicity were investigated. In addition, the effects of reaction parameters as reaction time, reactant ratio, temperature, stirring rate, seed and cooling temperature on yield were

investigated by using magnetic stirrer and the results obtained by using mechanic stirred glass reactor were compared at optimum points. As a result, it was seen that yield obtained by using mechanic stirred glass reactor is higher than yield obtained by using magnetic stirrer.

The characterization of the obtained products was determined with analytical methods and XRD, FT-IR. Contact angle measurements were carried out to determine hydrophobicity of products and SEM was used to determine both morphological structure and nano structure of products. As a result, it was seen that zinc borate was produced successfully and changing of process parameters affected to yield and using different modified agents affected to hydrophobicity.

Key Words: Boric acid, zinc borate, hydrophobicity, nano, yield

1.1 Literatür Özeti

Endüstri için önemi günden güne artan bor elementi çeşitli alanlarda kullanılmaktadır. Bor mineral veya cevherleri doğadaki halleriyle ticari önem taşırlar, ancak farklı tipteki rafine bor bileşiklerinin üretilmesi için bazen teknolojik işlemlere tabi tutulmaları gerekmektedir. Bu bor bileşikleri, içerdikleri bor oksit (B_2O_3) miktarlarına veya taşıdıkları fiziksel veya kimyasal özelliklerine göre farklı alanlarda kullanılırlar.

Dünyada ticari değer taşıyan 300'den fazla özel bor kimyasallarının mevcut olduğu ve bu ürünlerden ancak bazılarının yüksek pazar hacmine sahip olduğu görülmekle birlikte bunlardan özellikle Çinko Boratın gelecekte pazar hacimlerinin artma potansiyelinin yüksek olacağı değerlendirilmektedir. Çinko Borat alev geciktirici, duman bastırıcı, korozyon geciktirici olarak polimerlerde ve kaplamalarda kullanılır. Özellikle hidrofobik ve nano yapılı Çinko Borat, ahşap sanayinde gerek alev geciktirici olarak, gerekse malzemenin mukavemetini arttırması nedeniyle sanayi açısından üretimi büyük önem arz etmektedir.

1.2 Tezin Amacı

Bu çalışmada, çinko karbonat ($ZnCO_3$) ve borik asit (H_3BO_3) kullanılarak hidrofobik ve nano yapılı Çinko Borat üretimi gerçekleştirmek amaçlanmıştır. Yüksek verimli ve düşük maliyetli ürün üretimini sağlayabilmek amacıyla, iki farklı bor kaynağı kullanımının yanı sıra iki farklı karıştırma sistemi kullanılmış, belirlenen optimum koşullarda elde edilen sonuçlar her iki sistem için karşılaştırılmıştır. Farklı modifiye ajanların farklı çözücüler

ile kullanımının, üretilen Çinko Boratın özellikleri üzerine etkilerinin incelenmesi hedeflenmiştir.

1.3 Hipotez

Kullanılan referans Çinko Borat hidrofilik yapıdadır ve hidrofobik yapılı ürün üretebilmek açısından modifiye ajan kullanılması gerekmektedir. Bilindiği gibi modifiye, değiştirmek ve güçlendirmek anlamına gelmektedir. Bu çalışmada da, farklı modifiye ajanların hidrofobisiteyi ve ürün yapısını ne kadar değiştirdiği incelenmiştir. Farklı karıştırma sistemleri kullanılarak, çinko karbonat ve farklı bor kaynakları ile gerçekleştirilen reaksiyonlar, belirlenen optimum reaksiyon koşullarında karşılaştırılmıştır. Elde edilen sonuçlar, analitik yöntemin yanı sıra XRD, FT-IR cihazları ile karakterize edilmiştir. Ürünlerin morfolojik yapısını ve nano boyutta ürün üretilip üretilmediğini tespit etmek amacıyla SEM cihazı kullanılmıştır. Hidrofobikliğini tespit etmek amacıyla da temas açısı ölçümleri yapılmıştır. Sonuç olarak, nano yapılı Çinko Boratın başarıyla sentezlendiği, proses parametreleri değişiminin, verimi; farklı modifiye ajan kullanımının da hidrofobisiteyi önemli ölçüde etkilediği sonucuna varılmıştır.

2.1 Borun Tarihçesi

Arapça Buraq/baurach terimi ile ifade edilen bor bileşikleri yaklaşık 4000 yıl öncesinden beri, yani Babilliler döneminden bu yana bilinmekte ve çeşitli amaçlar için kullanılmaktadır [1]. Örneğin Mısırlılar ve Mezopotamya uygarlıkları bazı hastalıkların iyileştirilmesinde ve ölülerin mumyalanmasında boraks kullanmışlardır. M.Ö. 800 yıllarında Çinlilerce porselen sırası olarak ve Himalaya topluluklarıncada değerli metallerin eritilmesinde boraks kullanılmıştır. İki bin yıl öncesinden gelen Arapça ve Farsça yazıtlarda borakstan söz edildiği ve sanstrikçe yazıtlarda tinkal deyimini 'tincanaé' sözcüğünün karşıladığı bilinmektedir [2]. Eski Yunanlılar ve Romalılar boratları temizlik maddesi olarak kullanmış, ilaç olarak ilk kez Arap doktorlar tarafından M.S. 875 yılında kullanılmıştır [3].

Bor minerallerinin dünyadaki tarihçesi 13. yüzyılda, doğrudan doğruya kendisini getirmemiş olsa bile, Marco Polo zamanında cevherin Tibet'ten Avrupa'ya getirilmesi ile başlar [4].

Borik asit 1700'lü yılların başında borakstan yapılmış, 1800'lü yılların başında ise elementel bor elde edilmiştir [5]. Elementel bor Fransız Kimyacı Gay Lussac, Thenard ve İngiliz Kimyacı Sir Humphry Davy tarafından aynı zamanda elde edilmiştir. Bu bilim adamları saflığı % 50'den fazla olup koyu renkli ve yanıcı özellik gösteren bor elementini elde etmeyi başarmışlardır [6].

Son yıllarda bilim ve teknoloji alanında gerçekleşen önemli gelişmeler, borun ileri teknolojilerde de büyük avantajlar sağladığını ortaya koymuştur. Özellikle bilgi teknolojileri, otomotiv sanayi ve enerji alanlarında önemli araştırmalar yapılmaktadır. Örneğin, bir bor bileşiği olan sodyum borhidrürün, suyla tepkimeye girerek katalizör aracılığı ile hidrojen gazı açığa çıkarma özelliğinden yararlanılarak elektrokimyasal enerjiyi elektrik enerjisine dönüştürecek düzenekler olan yakıt ve çevre kirliliği sorununu ortadan kaldıracak olan bu teknolojinin pazara girmesiyle, gelecekte bor ve bor bileşiklerine olan talebin büyük ölçüde artacağı tahmin edilmektedir [3].

2.2 Bor Elementinin Kimyasal ve Fiziksel Özellikleri

Bor, periyodik tabloda B simgesi ile gösterilen, atom numarası 5, atom ağırlığı 10.81 olan metalle ametal arası yarı iletken özelliğe sahip bir elementtir. Yeryüzünde toprak, kayalar ve suda yaygın olarak bulunan bir elementtir (Çizelge 2.1). Genelde, toprakta ortalama 10-20 ppm, deniz suyunda 0,5-9,6 ppm, tatlı sularda ise 0,01–1,5 ppm arasında bor bulunur [7].

Bor elementi doğada serbest olarak bulunmaz. Bor biri amorf ve altısı kristalin polimorf olmak üzere çeşitli allotropik formlarda bulunur. Alfa ve beta rombohedral formlar en çok çalışılmış olan kristalin polimorflardır. Alfa rombohedral yapı 1200°C'nin üzerinde bozulur ve 1500°C'de beta rombohedral form oluşur. Amorf yapı 1000°C'nin üzerinde beta rombohedrala dönüşür ve her türlü saf bor ergime noktasının üzerinde ısıtılıp tekrar kristalleştirildiğinde beta rombohedral forma dönüşür [2].

Bor bağlanma için elektrondan çok orbitale sahip olduğundan (4 orbital, 3 elektron) bir elektron çifti alıcısıdır. Bir Lewis asididir. Çoğunlukla çok merkezli bağlar oluşturmaya eğilimlidir. Ayrıca oksijene karşı büyük bir ilgisi vardır. Elementel borun kimyasal davranışı morfoloji ve parçacık büyüklüğüne dayanır. Genel olarak kristal bor reaktif değildir halbuki amorf bor çok daha kolay bir şekilde reaksiyon verir. Oda sıcaklığında tüm modifikasyonları kimyasal ataklara karşı dirençlidir [8]. Oksijene yüksek ilgisi, boratların ve oxo komplekslerin oluşmasını sağlayan diğer bir belirgin özelliğidir. Ayrıca, küçük boyutlu olması alaşım tipi metal borürlerin hazırlanmasına imkan verir [7]. Bor, yüksek sıcaklıkta su ile reaksiyona girerek borik asit ve bazı diğer ürünleri oluşturur.

Mineral asitleri ile reaksiyonu, konsantrasyona ve sıcaklığa bağlı olarak yavaş veya patlayıcı olabilir ve ana ürün olarak borik asit oluşur [9].

Kimyasal olarak ametal olan kristal bor, normal sıcaklıklarda hidroklorik/ hidroflorik asitler, su ve hava ile soy davranışlar göstermekte, sadece yüksek konsantrasyonlu nitrik asit ile sıcak ortamda borik asite dönüşebilmektedir [10].

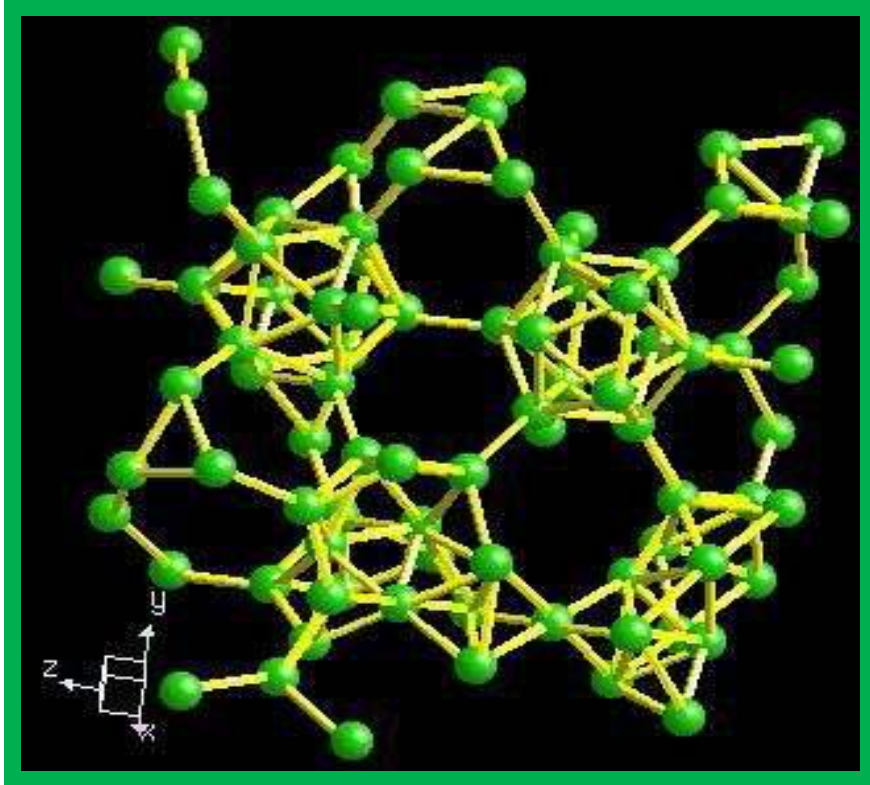
Çizelge 2.1 Bor elementinin kimyasal özellikleri [11]

Özellik	Değeri
Elektron ilgisi	32 kJ/mol-0.332 eV
Elektronegativite	2.04 (Pauling) 2.01 (Mulliken)
İyon yarıçapı	0.25 nm
Atom yarıçapı	0.80-0.95 nm
İyonizasyon potansiyeli	
Birinci	798 kJ/mol-8.27 eV
İkinci	2426 kJ/mol-25.15 eV
Üçüncü	3658 kJ/mol-37.92 eV

Katı halde bor çok sert olup kırılgandır. Şekil 2.1’de gösterildiği gibi, donuk bir metalik parlaklığa sahiptir, fakat elektriği iyi iletmez. Bor elementinin kristal yapısı Şekil 2.2’de gösterilmektedir. Bor bir yarı iletken olup sıcaklık arttıkça iletkenliği artar. Yarı iletkenlik şu şekilde açıklanabilir: Oda sıcaklığında elektronlar merkezi çekirdeğe sıkı bağlanmış olup serbest hale geçmeleri güçtür. Sıcaklık arttıkça serbest hale geçerek kristal içersinde harekete geçerler. Sıcaklık yükseldikçe kristal örgüsünün titreşiminin artmasından dolayı direnç artsa da serbest hale geçen elektron sayısı arttığından maddenin iletkenliği artar (Çizelge 2.2) [7].



Şekil 2.1 Elementel borun görünümü [7]



Şekil 2.2 Bor elementinin kristal yapısı [7]

Çizelge 2.2 Bor elementinin fiziksel özellikleri [9]

Özellik	Değeri
Atom Numarası	5
Atom Ağırlığı	10.811±0.005 veya 0.007
Yoğunluk(kg/m ³)	2.46
Molar Hacim (cm ³)	4.39
Erime Noktası	2190±20°C
Kaynama Noktası	3660°C
Termal Genleşme Katsayısı	0.0000083 cm/cm °C * 10 ⁻⁶
Kondüktivite	Elektriksel: 1.0E ⁻¹² 10 ⁶ /cm
	Termal: 0.274 W/cmK
Görünüş	Sarı-Kahverengi ametal kristal
Elastik Modülü	Bulk: 320/GPa
Atomizasyon Entalpisi	573.2 kJ/mol (25°C)
Entalpi (kJ/mol)	Füzyon Entalpisi: 22.18 kJ/mol
	Buharlaşma Entalpisi: 480 kJ/mol
Sertlik	Mohs: 9.3
	Vickers: 49000 MN m ⁻²
Buharlaşma Isısı	489.7 kJ/mol
Fiziksel Durumu (20°C & 1 atm)	Katı
Spesifik Isısı	1.02 J/gK
Buhar Basıncı	0.348 Pa (2300°C)

2.3 Bor Ürünleri Terminolojisi

Bor mineralleri ve bunlardan elde edilen ticari ürünlerin gruplandırılması konusunda literatürde kesin bir sınıflandırma bulunmamaktadır. Bor rezervi oluşumları bor mineralleri, bunlardan elde edilen zenginleştirilmiş bor cevherleri boratlar, rafine ürünler bor bileşikleri ve bor ürünleri olarak adlandırılmaktadır [12].

Yapılan sınıflandırma genel olarak değerlendirildiğinde; rezervler söz konusu ise 'bor mineralleri rezervleri', konsantre cevher ürünleri söz konusu ise 'ham bor ürünleri', konsantre cevherlerden rafinasyon ya da reaksiyon sonucu birincil olarak üretilen boraks pentahidrat, boraks dekahidrat, susuz boraks, sodyum perborat, borik asit ve susuz borik asit söz konusu ise "rafine bor ürünleri", rafine bor ürünlerinden üretilen; Çinko Borat, sodyum borhidrür, bor karbür, bor nitrür, disodyum oktaborat tetrahidrat, amonyum pentaborat, boranlar gibi ürünler söz konusu ise "özel bor ürünleri" terminolojisini kullanmak uygun olmaktadır [12].

Tekstil/izolasyon tipi fiberglas, borosilikat camlar, sır, sırça sabun, deterjan gibi ürünler için ise "bor kullanılan sanayi ürünleri" ya da "bora dayalı sanayi ürünleri" terminolojisini kullanmak daha doğru görünmektedir [12].

2.4 Bor Mineralleri

Yeryüzünün 51. yaygın elementi olan bor, yeryüzünde toprak, kayalar ve suda yaygın olarak bulunan bir elementtir. Toprağın bor içeriği genelde ortalama 10–20 ppm, deniz suyunda 0,5–9,6 ppm, tatlı sularda ise 0,01–1,5 ppm aralığındadır. Bor tabiatta serbest olarak bulunmaz. Bor elementi, doğada değişik oranlarda bor oksit (B_2O_3) içeriği ile 250 den fazla mineralin yapısında yer almaktadır. Buna rağmen, ekonomik anlamda en önemli bor mineralleri kalsiyum, sodyum, magnezyum elementleri ile hidrat bileşikleri halinde bulunur ve bu elementlerine göre sınıflandırılırlar. Bor minerallerinden ticari değere sahip olanları, tinkal, kolemanit, üleksit, probertit, borasit, pandemit, szaybelit, hidroborasit ve kernittir [2].

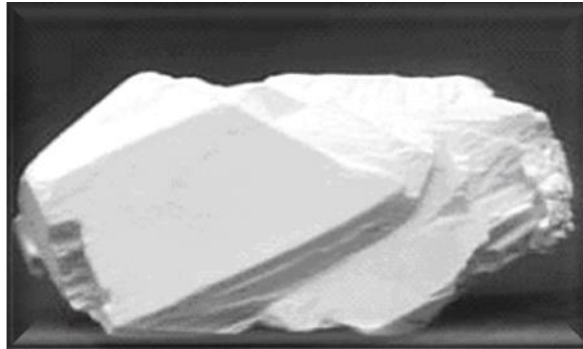
Rezervler söz konusu ise bunları bor mineralleri olarak adlandırmak mümkündür. Çizelge 2.3'de ticari öneme sahip bazı bor mineralleri ve bunların kimyasal formülleri gösterilmektedir.

Çizelge 2.3 Ticari öneme sahip bor mineralleri, bileşimi ve bulunduğu yer [13]

Mineral	Formülü	B ₂ O ₃ (%)	Bulunduğu yer
Boraks	Na ₂ B ₄ O ₇ .10H ₂ O	36.6	Kırka, Emet, Bigadiç, ABD
Kernit	Na ₂ B ₄ O ₇ .4H ₂ O	51.0	Kırka, ABD, Arjantin
Üleksit	NaCaB ₅ O ₉ .8H ₂ O	43.0	Bigadiç, Kırka, Emet, Arjantin
Propertit	NaCaB ₅ O ₉ .5H ₂ O	49.6	Kestelek, Emet, ABD
Kolemanit	Ca ₂ B ₆ O ₁₁ .5H ₂ O	50.8	Emet, Bigadiç, Küçükler, ABD
Pandermit	Ca ₄ B ₁₀ O ₁₉ .7H ₂ O	49.8	Sultançayır, Bigadiç
Borasil	Mg ₃ B ₇ O ₁₃ Cl	62.2	Almanya
Szaybelit	MgBO ₂ (OH)	41.4	BDT
Hidroborasil	CaMgBO ₁₁ .6H ₂ O	50.5	Emet

2.4.1 Boraks

Boraks, evaporitik ortamlarda oluşan bir mineraldir. Tuzlu göl sularının evaporasyonu ile oluşur. Karbonatlar, sülfatlar ve halit gibi diğer evaporasyon mineralleri ile birlikte bulunur. Kimyasal bileşimi Na₂B₄O₇.10H₂O'dir. Kısa prizmatik kristalli, bazen levhamsı kristal biçimine sahip monoklinik kristal sistemindedir (Şekil 2.3). % 36.5 oranında B₂O₃ içerir. Kristal şekli, düşük özgül ağırlığı, suda çözünürlüğü ayırıcı özellikleridir [5].



Şekil 2.3 Boraks mineralinin görünüşü [7]

2.4.2 Kernit (Rasonit)

Kimyasal bileşimi $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ olan kernit monoklinik sistemde kristallenir. Sertliği 2,5-3, özgül ağırlığı $1,91 \text{ gr/cm}^3$ 'dür. Bor içeriği % 15,8, B_2O_3 içeriği % 50,9'dur. Boraksa göre suda daha yavaş çözünür. Renksiz ve saydamdır (Şekil 2.4) [2].

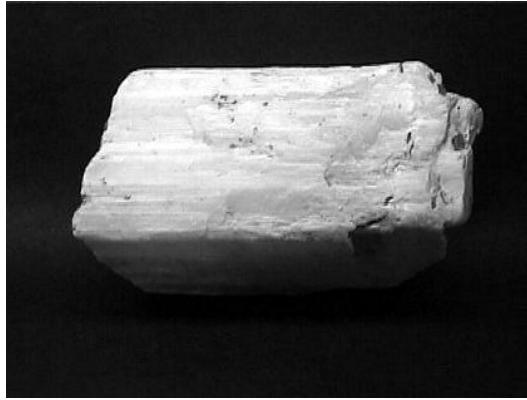


Şekil 2.4 Kernit mineralinin görünüşü [5]

2.4.3 Üleksit

Tabiatta masif, karnabahar şeklinde, lifsi ve sütun şeklinde bulunur. Saf olanı, beyaz rengin değişik tonlarındadır. İpek parlaklığında olanları da vardır. Genelde kolemanit, hidroborasit ve probertit ile birlikte oluşmuştur. Ülkemizde Kırka, Bigadiç ve Emet yörelerinde bulunmaktadır [9].

Kimyasal bileşimi $\text{NaCaB}_5\text{O}_9 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$ 'dir. Triklirik düzlemde yer alır. Pamuk yumağı şekli, düşük yoğunluğu, soğuk suda çözünmeyip sıcak suda çözünmesi ayırıcı özellikleri arasında yer alır (Şekil 2.5) [5].



Şekil 2.5 Üleksit mineralinin görünüşü [7]

2.4.4 Kolemanit

Monoklinik sistemde kristallenir. Sertliđi 4-4.5, özgül kütlesi $2,42 \text{ g/cm}^3$ 'dür. B_2O_3 içeriđi % 50,8'dir. Suda yavaş, HCl asitte hızla çözünür. Isıtıldığında çatırdayarak dađılır (Şekil 2.6). Özellikle cam yünü ve borik asit üretiminde kullanılır. Bor bileşikleri içinde en yaygın olanıdır. Türkiye'de Emet, Bigadiç ve Kestelek yataklarında, dünyada ABD'de bulunur [7].



Şekil 2.6 Kolemanit mineralinin görünüşü [4]

2.4.5 Pandermit (Priseit)

Pandermit beyaz renkte ve masif olarak bulunup kireçtaşına benzemektedir. Türkiye'de Bigadiç-Sultançayır ve Kırka-Borat yataklarında bulunmuştur. Kil ve jips yataklarında da bulunur. Kimyasal bileşimi $\text{Ca}_4\text{B}_{10}\text{O}_{19} \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ 'dir. Triklirik düzlemde yer alır. Şekli, mükemmel dilinimi, akkor ateşte erimesi ve suda çözünmeyip, asitlerde kolayca çözünmesi ayırıcı özellikleri arasında yer alır(Şekil 2.7) [5].



Şekil 2.7 Pandermit mineralinin görünüşü [5]

2.4.6 Probertit

Kirli beyaz, açık sarımsı renklerde olup ışınal ve lifsi şekilli kristaller şeklinde bulunur. Kristal boyutları 5 mm ile 5 cm arasında değişir. B_2O_3 içeriği % 49.6'dır. Türkiye'de Kestelek yataklarında üleksit ikincil mineral olarak gözlenir. Ancak Emet'te tekdüze tabakalı birincil olarak ve Doğanlar, İğdeköy bölgesinde kalın tabakalı olarak oluşmuştur (Şekil 2.8). Kimyasal bileşimi $NaCaB_5O_9 \cdot 5H_2O$ 'dur [7].



Şekil 2.8 Probertit mineralinin görünüşü [4]

2.5 Bor Ürünleri

Endüstride kullanılan bor ürünleri, üretim aşamaları ve prosesleri ile kullanım alanları dikkate alınarak, ham bor, rafine bor ürünleri ve uç ürünler şeklinde 3 gruba ayrılmıştır [14].

2.5.1 Ham Bor Ürünleri

Dünyada üretilen bor cevherlerinin hemen hemen tamamı bir zenginleştirme işleminden sonra, ya parça yada öğütülmüş konsantre halinde pazarlanır ve kullanılır. Bu tür ürünler ham bor olarak tanımlanabilmektedir. Ham bor ürünlerinin (konsantreler) mineral yapısı ve üretildikleri yerler Çizelge 2.4'de gösterilmektedir [15].

Ham bor ürünleri % 90 dolayında borik asit, boraks penta ve dekahidrat gibi rafine bor ürünleri üretiminde kullanılmaktadır. Bunun yanı sıra, çeşitli amaçlara yönelik cam elyafı (fiberglas), borosilikat cam, nükleer uygulamalar ve metalürjide kullanılmaktadır. Özellikle, borlu çelik yapımında kolemanit, çelik üretiminde fluorit yerine üleksit ve kolemanit tercih edilmeye başlanmıştır [15].

Çizelge 2.4 Ham bor ürünleri [16]

Ürün Adı	Formülü	Bulunduğu Yer
Tinkal konsantre	$\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$	Türkiye, ABD, Arjantin
Üleksit konsantre	$\text{NaCaB}_5\text{O}_9 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$	Türkiye, ABD, Arjantin
Kolemanit konsantre Öğütülmüş kolemanit	$\text{Ca}_2\text{B}_6\text{O}_{11} \cdot 5\text{H}_2\text{O}$	Türkiye, ABD, Arjantin, Şili
Hidroborasit konsantre	$\text{CaMgBO}_{11} \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	Türkiye, Arjantin
Szaybelit	$\text{MgBO}_2(\text{OH})$	Kazakistan, Çin

Türkiye tinkal, üleksit ve kolemanit konsantreleri üretip, dünyaya satmaktadır. Türkiye bu satışlar ile dünya konsantre satışlarının (387.000 ton B_2O_3) yaklaşık % 80'ini karşılamaktadır. Diğer bir ifadeyle, dünya üleksit ve kolemanit konsantresi talebinin hemen hemen tamamını Türkiye karşılamaktadır ve bu satışlar ile 85-90 milyon US \$ gelir elde edilmektedir [15].

2.5.2 Rafine Bor Ürünleri

Ticari boyutta dünyada üretilen rafine bor ürünleri Çizelge 2.5'te verilmiştir. Rafine bor ürünlerinin temel kullanım alanları olarak, cam ve cam elyafı, sabun ve deterjan, seramik, yangın geciktirici gereçler, tarım, nükleer uygulamalar, metalürji, ilaç ve kozmetik, elektronik ve bilgisayar sanayi dalları sayılabilir [14].

Rafine bor ürünleri borun en çok tüketilen türevlerini oluşturmaktadır. Rafine boraks ürünleri (Boraks penta ve dekahidrat, susuz boraks) üretim tesislerinin toplam dünya kurulu kapasitesi 1.600.000 ton dolayında olup, bunun 452.000 tonu Türkiye'de bulunmaktadır. Türkiye'nin boraks penta ve dekahidrat üretimi ise yıllık 135.000 ton B_2O_3 düzeyindedir; bu üretim düzeyi dünya üretiminin % 23'ünü oluşturmaktadır. Dünya borik asit üretim kapasitesi ise 800.000 ton dolayındadır. Kurulu kapasitenin % 25'i US Boraks'a, % 11'i Eti Maden İşletmeleri Genel Müdürlüğü'ne aittir. Türkiye'nin

borik asit üretimi 30.000 ton B_2O_3 dolayında olup, dünya üretiminin, ancak, % 11'ini oluşturmaktadır [15].

Çizelge 2.5 Rafine bor ürünleri [14]

Ürün Adı	Formülü	B_2O_3 (%)
Boraks pentahidrat	$Na_2B_4O_7 \cdot 5H_2O$	47.8
Boraks dekahidrat	$Na_2B_4O_7 \cdot 10H_2O$	36.5
Susuz boraks	$Na_2B_4O_7$	69.3
Borik asit	H_3BO_3	56.5
Susuz borik asit	B_2O_3	100.0
Sodyum perborat	$NaBO_3 \cdot 4H_2O$	22.0
Sodyum metaborat	$NaBO_2 \cdot 4H_2O$	64.2
Sodyum oksiborat	$Na_2B_8O_{13}$	81.8

2.5.2.1 Boraks Pentahidrat

Disodyum tetraborat pentahidratın ($Na_2B_4O_7 \cdot 5H_2O$) molekül ağırlığı 291,35 gr/mol, özgül ağırlığı $1,88 \text{ gr/cm}^3$, oluşum ısı $-1143,5 \text{ kcal/mol}$ 'dür. Mineral adı tinkalkonit olan pentahidrat boraksın dehidrasyonundan oluşan birikintiler halinde bulunur. Doymuş boraks çözeltisinin 60°C 'nin üzerinde kristallenmesi ile oluşur [15].

2.5.2.2 Susuz Boraks

Disodyum tetraborat ($Na_2B_4O_7$) molekül ağırlığı 201,27 gr/mol, özgül ağırlığı $2,3 \text{ gr/cm}^3$, oluşum ısı $-783,2 \text{ kcal/mol}$ olan renksiz ve çok sert bir kristaldir. Kolay öğütülebilir kristalin bir kütle olarak bulunur. Ergime derecesi 741°C 'dir. Higroskopiktir, boraks

hidratın 600-700°C'de dehidrasyonu ile stabil yapıda susuz boraks üretimi sağlanabilmektedir [15].

2.5.2.3 Borik Asit

Borik asit (H_3BO_3), molekül ağırlığı 61,83 gr/mol, B_2O_3 içeriği % 56,3, ergime noktası 169°C, özgül ağırlığı 1,44 gr/cm³, oluşum ısısı -1089 kJ/mol, çözünme ısısı 22,2 kJ/mol olan kristal yapılu bir maddedir. Oda sıcaklığında sudaki çözünürlüğü az olmasına rağmen, sıcaklık yükseldikçe çözünürlüğü de önemli ölçüde artmaktadır. Bu nedenle sanayide borik asidi kristallendirmek için genellikle doymuş çözeltiyi 80°C'den 40°C'ye soğutmak yeterli olmaktadır. Bor minerallerinden geniş ölçüde üretilen borik asit başlıca; cam, seramik ve cam yünü sanayiinde kullanılmakta olup, kullanım alanları çok çeşitlidir. Borik asit, bor minerallerinin genel olarak sülfürik asit ile asitlendirilmesi ile elde edilmektedir. Türkiye'de borik asit üretimi başlıca; Bandırma'daki Eti Maden İşletmeleri Genel Müdürlüğü Bor ve Asit Fabrikaları İşletmeleri tarafından yapılmaktadır [15].

2.5.2.4 Susuz Borik Asit (Bor Oksit)

Bor oksit (B_2O_3), borun ana oksiti ve bor yüzdesi en fazla olan bileşiğidir. Bor oksit bileşiğini kristallendirmek oldukça güçtür bu yüzden 1937 yılına kadar sadece camsı hali bilinmekteydi. Borun havada ya da oksijende ısıtılmasıyla oluşur fakat, genellikle borik asidin, $B(OH)_3$, dehidrasyonu ile hazırlanır. Borik asit önce suyunu kaybederek metaborik aside dönüşür, sonra metaborik asit suyunu kaybederek bor oksidi oluşturur. Bu dönüşüm sırasında kristalin halde içinde 6 üyeli $(BO)_3$ halkalarının bulunduğu trigonal sıralı BO_3 birimlerinden oluşan ağ yapısı yüksek sıcaklıklarda artarak bozunmaya uğrar ve 450°C üzerinde polar B=O grupları oluşur. 1000°C üzerindeki sıcaklıklarda buhar tamamen monomerik B_2O_3 moleküllere içerir. Kristal bor oksit iki takım halindeki bozulmuş BO_4 tetrahedradan oluşmuş hegzagonal simetriye sahip olmakla birlikte, bağ uzunlukları çok geniş aralıkta değişkenlik gösterir. Hegzagonal kristal hali, 22 kbar basınç ve 400°C de yeni monoklin şekle dönüştürülebilir. Elde edilen bu yapının (β - B_2O_3) yoğunluğu 2,95 g/cm³ ve α - B_2O_3 'e (2,56 g/cm³) göre ortalama % 20'den daha büyüktür. B_2O_3 karakteristik olarak borat camlarına renk

vermek için metal oksitlerin çoğunu çözer. En önemli uygulamaları kolay uygulanabilirliği ve termal genleşme katsayısının küçüklüğü sebebiyle bor silikat camlarının yaygın olarak kullanıldığı cam endüstrisidir [17].

2.5.2.5 Sodyum Perborat

Sodyum perborat ($\text{NaBO}_2 \cdot \text{H}_2\text{O} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$) genellikle tetrahidrat yapısındadır. Perborat üretiminde % 33 B_2O_3 içeren boraks minerali kullanılmaktadır. Sodyum perborat, Bandırma'daki Eti Maden İşletmeleri Genel Müdürlüğü Bor ve Asit Fabrikaları tarafından üretilmektedir. Sodyum perborat, ağartıcı etkisi dolayısıyla yaygın olarak sabun ve deterjan sanayinde kullanılmaktadır. Ayrıca kozmetik maddelerin yapımında, tekstil endüstrisinde, mum, reçine, tutkal ve sünger sanayinde katkı maddesi olarak kullanılmaktadır [15].

2.5.3 Uç Ürünler

Uç ürünler daha önce belirtilen ham rafine ürünlerden üretilirler. En önemli özelliklerini ileri teknoloji gerektiren yöntemler ile üretilmeleri oluşturmaktadır. Ham rafine bor ürünlerine göre üretilen uç ürün sayısı daha fazladır. Burada, nispeten, daha büyük oranda üretilip, tüketilen uç ürünlere yer verilmiştir. Belli başlı uç ürünler arasında elementer bor, bor karbür, bor nitür ve bor alaşımları sayılabilir [15].

Elementer bor, günümüzde askeri faaliyetler sırasında, aydınlatma amacıyla kullanılmaktadır [14]. İlk defa 1909 yılında iki bakır elektrot arasında meydana getirilen bir elektrik arkından (akımından) geçirilen bor triklorür ve hidrojen karışımındaki BCl_3 , hidrojenle indirgenerek % 96,8'lik saflıkta bor elde edilmiştir. 1930 yılında Van Arkel bor tribromür (BBr_3) ısıtılmış wolfram teli üzerinde ayrıştırarak boru saf halde elde etmiştir [18].

Bor karbür, parlak siyah renkli, kristal yapı fiziksel ve kimyasal etkenlere karşı çok dayanıklı bir malzemedir. Yoğunluğu $2,5 \text{ gr/cm}^3$ 'tür. Susuz borik asidin grafit hücrede petrol koku ve CaCO_3 ile birlikte $2500\text{-}2600^\circ\text{C}$ 'ye kadar ısıtılması yoluyla elde edilir. Bor karbür elde etmek için ikinci bir yol da, çok ince borik asit tozunun magnezyum ve kömür tozu ile birlikte 1400°C 'ye kadar ısıtılması şeklindedir [19]. Bor karbür, elmas ve

kübik bor nitrürden sonra bilinen en sert malzemedir. Seramik ve çok sert malzemelerin işlenmesinde, ateşe dayanıklı alanlarda refrakter malzemesi olarak, metal matriks kompozitlerde, nozül ve balistik plaka yapımında kullanılmaktadır [20].

Bor nitrür, grafitte benzer yapıda fakat beyaz renkte hafif bir maddedir. Sıcakta preslenmiş bor nitrürün yoğunluğu $2,1 \text{ gr/cm}^3$ 'tür. Elektrik ve ısı iletkenliği çok az, oda sıcaklığında çok sert bir maddedir. Bor nitrür azot, azotlu oksijen ve amonyaklı ortamda borun ısıtılmasıyla elde edilir [19].

2.6 Bor Rezervleri

Dünyadaki önemli bor yataklarının Türkiye, Rusya ve ABD'de olduğu bilinmektedir. Dünya toplam bor rezervi (görünür+muhtemel+mümkün) 1,2 milyar ton olup; bu rezervin % 72,2'si Türkiye'de (851 milyon ton B_2O_3), % 8,5'i Rusya'da ve % 6,8'i ABD'de bulunmaktadır. Bor rezervlerinin ülkelere göre dağılımı Çizelge 2.6'da gösterilmektedir [9].

Türkiye'nin bilinen bor yataklarının tümü Batı Anadolu'da yer almaktadır. Günümüze dek saptanmış olan bor yatakları, Marmara denizinin güneyinde, doğu-batı doğrultusunda yaklaşık 300 km'lik ve kuzey-güney doğrultusunda ise 150 km'lik bir alan içinde Bigadiç, Sultançayır, Kestelek, Emet ve Kırka bölgelerinde bulunmaktadır. Kırka dışındaki tüm bor yataklarında kolemanit egemen mineraldir. Diğer taraftan bor yataklarının ayrıntılı mineralojisi önemli derecede farklılıklar gösterir [2].

Ülkemizden sonra; dünyanın bilinen en önemli bor yatakları ABD'nin Kaliforniya eyaletindeki Mojave Çölü'ndedir. Yine aynı bölgede Searles Gölünde önemli borat yatakları mevcuttur. US Geological Survey'e göre Amerika'nın bor rezervinin, B_2O_3 bazında 40 milyon tonu görünür olmak üzere toplam 80 milyon ton'dur. ABD'nin önemli bor mineralleri tinkal, kernit ve bor içeren tuzlu sulardır. Başlıca bor kaynakları; Kramer bor yatağı, Death Valley'de bulunan üleksit-proberit bor yatağı, Fort Cady kolemanit yatağı ve Searles gölünün borlu sularıdır [9].

Rusya'da bor yatakları Hazar Denizi'nin 250 km kuzeyinde Inder Gölü bölgesinde yer alır. Bu bölgedeki mineraller magnezyum boratlar (szaybelit ve hidroborasit) ile kalsiyum boratlardan (pandermit, inyoit, kolemanit) oluşmaktadır. Inder bölgesindeki

yataklara ek olarak Kafkasya'da ve Baykal Gölü yakınlarında da büyük yataklar bulunmuştur [2].

Çizelge 2.6 Bor rezervlerinin ülkelere göre dağılımı [21]

Ülke	Görünür Ekonomik Rezerv (Milyon Ton B ₂ O ₃)	Muhtemel Mümkün Rezerv (Milyon Ton B ₂ O ₃)	Toplam Rezerv (Milyon Ton B ₂ O ₃)	Toplam Rezervdeki Pay (%)
Türkiye	227	624	851	72.2
ABD	40	40	80	6.8
Rusya	40	60	100	8.5
Çin	27	9	36	3.1
Arjantin	2	7	9	0.8
Bolivya	4	15	19	1.6
Şili	8	33	41	3.5
Peru	4	18	22	1.9
Kazakistan	14	1	15	1.3
Sırbistan	3	0	3	0.3
TOPLAM	369	807	1176	100

Çin ve Tibet'teki bor yatakları çok küçüktür ve haklarında çok az bilgi bulunmaktadır. Tibet'teki yataklar termal kaynaklar çevresinde oluşmuş yataklardır. En iyi bilinen yatak Keşmir yakınlarındaki Puga Vadisi yatağıdır. Çin'deki en önemli yatak Tainghai Eyaletinde Tsaidan Havzasındaki, Iksaydam Gölü yöresinde oluşmuştur. Çin bu yataklardan iç tüketimine yetecek kadar bor üretmektedir [2].

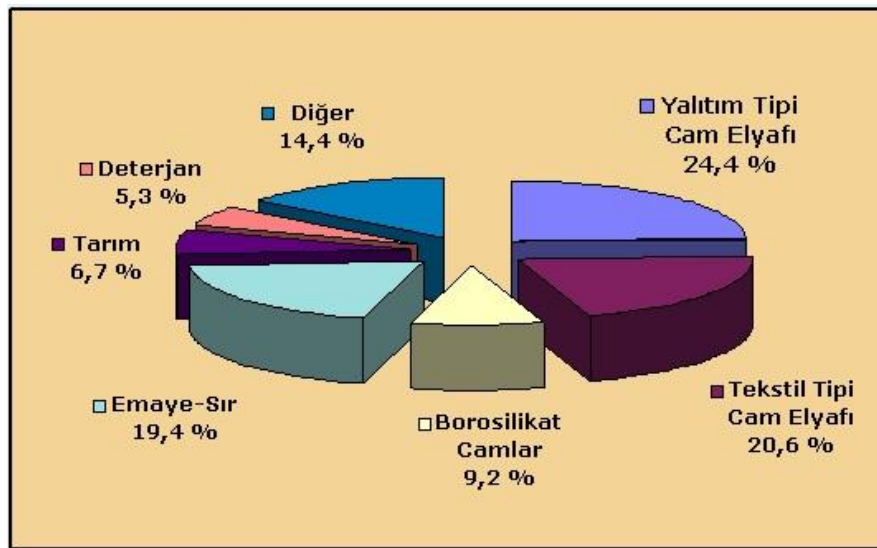
Türkiye bor rezervlerinin maden sahalarına göre dağılımı Çizelge 2.7’de gösterilmektedir.

Çizelge 2.7 Türkiye bor rezervlerinin maden sahalarına göre dağılımı [12]

Maden Sahası	Tabii Borat	Toplam Rezerv (Bin Ton)	% B ₂ O ₃
Bigadiç, Balıkesir	Kolemanit, Üleksit	623.459	29-31
Emet, Kütahya	Kolemanit	1.682.562	28-30
Kestelek, Bursa	Kolemanit	6.995	29
Kırka, Eskişehir	Tinkal	750.620	26

2.7 Bor Kullanım Alanları

Bor mineralleri, endüstrinin değişik kesimlerinde yaygın olarak kullanılmaktadır (Şekil 2.9). Böylesine yaygınlaşmış kullanım alanlarına sahip olması, borun, ham ve rafine edilmiş ürünlerinin üretiminin son yıllarda hızlı biçimde artmasına neden olmuştur. 21. yüzyıldaki teknolojik gelişmeler sürdüğü sürece bu üretim artışının da giderek artacağı kesindir [22].



Şekil 2.9 Bor bileşiklerinin kullanım alanları [21]

2.7.1 Cam Sanayi

Günümüzde üretilen borun % 40'ı cam ve fiberglas sanayinde tüketilmektedir. Cam sanayinde yararlanılan belli başlı bor özellikleri aşağıda verilmiştir [15].

- Hammaddenin ergime noktasını düşürür.
- Ergimiş ortamın viskozitesini düşürür.
- Camın termal genişleme katsayısını düşürür.
- Camın kırılma indisini büyütür.
- Camın saydamlığını ve parlaklığını artırır.

Genellikle cama boraks, kolemanit, borik asit halinde karma olarak ilave edilerek bor cam elde edilir. Otolar, fırınlar, çamaşır makinesi vb. makinelerde bu tür camlar tercih edilir [13].

2.7.2 Seramik Sanayi

Emayelerin viskozitesini ve doyunlaşma ısısını azaltan borik oksit % 20'ye kadar kullanılabilir. Özellikle emayeye katılan hammaddelerin % 17-32'si bor oksit olup, sulu boraks tercih edilir. Bazı hallerde borik asit veya susuz boraks da kullanılır. Metalle kaplanan emaye onun paslanmasını önler ve görünüşüne güzellik katar. Çelik, alüminyum, bakır, altın ve gümüş emaye ile kaplanabilir. Emaye aside karşı dayanıklılığı artırır. Mutfak aletlerinin çoğu emaye kaplamalıdır. Banyolar, kimya sanayi teçhizatı, su tankları, silahlar v.b'de kaplanır. Seramiği çizilmeye karşı dayanıklı kılan bor, % 3-24 miktarında kolemanit halinde sırlara katılır [7].

2.7.3 Temizleme ve Beyazlatma Sanayi

Mikrop öldürücü (jermisit) ve su yumuşatıcı etkisinden dolayı sabun ve deterjanlara % 10 civarında boraks dehidrat, toz deterjanlara da beyazlatıcı etkisini arttırmak için % 10-20 oranında sodyum perborat katılmaktadır [1].

2.7.4 Alev Geciktiriciler

Borik asit ve boratlar selülozik maddelere, ateşe karşı dayanıklılık sağlar. Bu maddeler, henüz tutuşma sıcaklığına ulaşmadan selülozdaki su moleküllerini uzaklaştırır ve oluşan kömürün yüzeyini kaplayarak daha ileri bir yanmaya engel olur [1].

Bor bileşikleri yanmayı önleyici olarak plastiklerde kullanılmaya başlanmıştır. Bu amaç için kullanılan bor bileşiklerinin başında Çinko Borat, baryum metaborat, borfosfatlar ve amonyum fluoborat gelir [1].

2.7.5 Tarım

Bor bitkiler için bir mikrobese elementi olup çiçek açmayı, polen üretmeği, filizlenmeği ve meyve gelişmesini kontrol etmek için bitkilere gereklidir. Ayrıca bor aynı zamanda yaşlı yapraklardan bitkinin yeni gelişen kısımlarına ve köklerine şeker taşınmasına yardım eder ve bir yakıt pompası gibi iş görür. Bu yüzden bor içeriği yetersiz olan topraklara bor gübresi verilmektedir. Yapılan araştırmalar bir çok bitkinin toprağın bor içeriğinden önemli ölçüde etkilendiğini göstermektedir. Özellikle pamuk, mısır, yonca ve soya fasulyesi gibi bitkiler diğerlerine göre daha fazla bora ihtiyaç duymaktadırlar. Dünyanın her tarafında ekin rekolteleri ve gıda kalitesi topraktaki bor yetersizliğinden dolayı düşmektedir. Bu yetersizlikler çiftçilerin değişen ihtiyaçlarını ve uygulamalarını göz önüne almak suretiyle bor gübreleri ile telafi edilebilir [23].

2.7.6 Metalurji

Boratlar yüksek sıcaklıklarda düzgün, yapışkan, koruyucu ve temiz, çapaksız bir sıvı oluşturma özelliği nedeniyle demir dışı metal sanayinde koruyucu bir cüruf oluşturu ve ergitmeyi hızlandırıcı madde olarak kullanılmaktadır [9].

Bor bileşikleri, elektrolit kaplama sanayinde, elektrolit elde edilmesinde de kullanılmaktadırlar. Borik asit nikel kaplamada, fluoboratlar ve fluoborik asitler ise kalay kurşun, bakır, nikel gibi demir dışı metaller için elektrolit olarak kullanılmaktadır. Alaşımlarda, özellikle çeliğin sertliğini artırıcı olarak kullanılmaktadır. Bu konuda ferrobora oldukça önem kazanmıştır. Çelik üretiminde 50 ppm bor ilavesi çeliğin sertleştirilebilme niteliğini geliştirmektedir [9].

2.7.7 Nükleer Uygulamalar

Bor izotopları nükleer reaksiyonların denetlenmesine yardımcı olur. Çünkü B^{10} ve B^{11} izotopların nötron absorblama tesir kesidi yükselir. Bazı tip güç reaktörlerinde fazla reaktiviteyi önlemek için soğutma suyuna borik asit ilave edilir [15].

Nükleer reaktörlerde kullanılan kontrol çubukları % 2 bor içeren çelik ve alüminyum alaşımından yapılmaktadır [15].

2.7.8 Bor Fiberleri

Bor fiberleri, spor aletlerinden (balıkçılık, golf, kayak, bisikletler) uzay ve hava araçlarına kadar birçok alanda kullanılmaktadırlar. Bor fiber kompozitleri, bor fiberleri ile güçlendirilmiş polimer reçinelerden oluşmaktadır. Bor fiber kompozitleri, hava ve uzay araçlarının üretiminde kullanılan ilk ileri kompozit malzemedir. Bor fiberlerinin yüksek maliyetleri kullanım alanlarını sınırlamaktadır [12].

2.7.9 Uzay ve Havacılık

Borlar, uzay ve havacılık sanayisinin gelişmesine katkı yapmış olan en önemli minerallerdendir. Radarlar, uçaklar, uydular, iletişim sistemleri, uçuş yakıtları, sürtünme ve ısıya dayanıklı kompozit malzemeleri başta olmak üzere hemen hemen tüm uzay ve hava araçlarında, borların birçok kullanım alanı mevcuttur. Askeri hava araçları, füzeler, helikopterler ve uçakların en önemli hammaddelerinden biridir [9].

Uçak ve havacılık endüstrisinde bor kullanımı giderek artan bir seyir izlemektedir. Aerodinamikteki gelişmeler, yüksek hız kanat uygulamaları, yüksek ısıya dayanımlı gövde, düşük ağırlık yüksek kapasite ve benzeri uygulamalar üzerinde yürütülen tasarım ve geliştirme çalışmaları havacılık ve uzay sanayinde kompozit malzeme kullanımını oldukça yaygınlaştırmıştır [9].

Borun yanıcı fakat tutuşma sıcaklığının yüksek olması, yanma sonucunda kolaylıkla aktarılabilecek katı ürün vermesi ve çevreyi kirletecek emisyon açığa çıkarmaması ulaşım araçlarında bir avantaj olarak kabul edilmektedir [9].

2.7.10 Enerji

Ticari olarak üretilip kullanılan bor hidrürlerin en önemlisi olan ve iyi bir hidrojen taşıyıcısı ve depolayıcısı olarak bilinen sodyum borhidrür, hali hazırda kâğıt hamurunun ağartılmasında, tekstil atıklarının indirgenmesinde, atık sulardan ağır metallerin uzaklaştırılması gibi pek çok alanda da kullanılmaktadır [12].

Sodyum bor hidrür, yanıcı/patlayıcı olmaması, çevreye dost bir ürün olması, reaksiyonu sonucu oluşan sodyum metaboratın tekrar sodyum bor hidrüre dönüştürülebilmesi, elde edilen hidrojenin yarısının sodyum borhidrürden diğer yarısının ise sudan gelmesi, araçlarda yük ve yolcu taşıma yeri açısından problem yaratmaması gibi bazı özelliklerinden dolayı hidrojenin depolanması konusunda diğer yöntemlere göre avantajlı durumdadır. Sodyum borhidrür, gelecek yıllarda hidrojenin yakıt olarak kullanılmasının yaygınlaşması ile birlikte enerji alanında önemli bir ürün haline gelecektir. Hidrojeni depolama özelliğinin yanı sıra, yakıt pillerinde doğrudan yakıt olarak da kullanılabilir [12].

2.7.11 Sağlık

BNCT (Boron Neutron Capture Therapy) kanser tedavisinde kullanılmaktadır. Özellikle; beyin kanserlerinin tedavisinde hasta hücrelerinin seçilerek imha edilmesine yaraması ve sağlıklı hücrelere zararının minimum seviyede olması nedeniyle tercih nedeni olabilmektedir. Metabolizmadaki bor, kalsiyum, magnezyum ve fosfor dengesini ayarlar. Sağlıklı kemiklerin oluşmasına, kasların ve beyin fonksiyonlarının gelişmesine yardım eder [24].

2.7.12 Çimento

Bir bor minerali olan kolemanit, % 8 oranında çimento üretiminde kullanılarak klinker pişirme sıcaklığını düşürmekte ve çimentonun özelliklerini iyileştirmektedir. Borlu çimento; mukavemet, su ve gaz geçirgenliği, hidrasyon ısı gibi parametreler açısından portland çimentosuna göre daha iyi özellikler sergilemektedir. Hidrasyon ısısının düşük olması özellikle kütle betonlarında soğutma ihtiyacını önemli oranda azaltmaktadır [12].

Çimento üretiminde kolemanit kullanımı ayrıca, atmosfere salınan karbondioksit miktarını % 25-30 oranında düşürmektedir. Borlu çimento üretimi, Kyoto protokolünün getirdiği sorumluluklar çerçevesinde sektör için can simidi olabilecek potansiyeli taşımaktadır [12].

2.8 Bor Cevherlerini Zenginleştirme Yöntemleri

Topraktan çıkarılan mineraller, işlenmemiş durumdayken tüvenan cevher adını alır, zenginleştirilmiş cevher ise konsantre terimiyle ifade edilir. Ham cevherlerin işlenmesinden ele geçen konsantrelerden, değişik endüstri alanlarında pek çok bor ürünü elde edilmektedir. Diğer taraftan, safsızlıklarından olabildiğince arındırılmış yüksek tenörlü cevherler endüstride daha fazla tercih edilmektedir [1]. Zenginleştirme yöntemi, cevherdeki değerli ve değersiz mineralin; cinsine, fiziksel, kimyasal, fizikokimyasal özelliklerindeki farklılıklara ve boyut dağılımına bağlı olarak seçilmektedir [25].

Zenginleştirilmiş üleksit, kolemanit, boraks veya borik asit alışılmış madencilik işleminin nihai ürünleridir. Türkiye’de kolemanit ve üleksit cevherleri ocaklardan alındıktan sonra kırılmakta, yıkanmakta ve sınıflandırılarak konsantre olarak yurtiçi veya yurtdışı pazarda hammadde veya direk ürün olarak kullanılmaktadır. Güney Amerika’da üretilmekte olan borlar kurutulup, elekten geçirilerek paketlenmektedir. Daha sonra hidroklorik asit ilave edilerek borik asit elde edilmektedir. Boraks-kernit cevherleri (ABD, Türkiye, Arjantin gibi) kırılıp yıkandıktan sonra, yeni işlemlerden geçirilerek kristalleştiriliyor, santrifüjleniyor ve kurutularak boraks dekahidrat, pentahidrat ve susuz boraks gibi ürünler elde ediliyor veya borik asit elde etmek için hammadde olarak kullanılıyor [7].

Yukarıda açıklanan mineral özelliklerine bağlı olarak uygulanan ve uygulanabilecek zenginleştirme yöntemleri birkaç başlık altında toplanabilir.

2.8.1 Elle Ayırma ile Zenginleştirme

Elle ayırma ile zenginleştirme yönteminde bor mineralleri ile gang mineralleri arasındaki renk ve yapı farklarından yararlanılarak uygulanır. Ayırma işlemi ya cevher

ocaktan çıkarılırken veya kırma işleminden sonra ayırma bandında yapılır. İşçiliğin ucuz olduğu belli yerlerde bazen hazırlık, bazen ön zenginleştirme, bazen de son zenginleştirme işlemi olarak, zenginleştirme tesisleri öncesinde de iri boyutta konsantre üretimi veya artık atmak amacıyla uygulanmaktadır. Verim oldukça düşüktür ve elde edilen artık daha sonra değerlendirilmek üzere stok edilir [25].

2.8.2 Manyetik Zenginleştirme

Manyetik ayırma cevher içerisinde bulunan veya sonradan karışmış olan demirli safsızlıkların temizlenmesi ve demir cevherinin zenginleştirilmesi için uygulanan bir yöntemdir. Genellikle kuvvetli manyetik özellik gösteren minerallerin zenginleştirilmesinde kullanılır. Kil içerisinde bulunan Fe_2O_3 içerikli biyotit minerali manyetik özellik gösterdiğinden dolayı manyetik zenginleştirme yöntemi ile kazanılabilir. Yer çekimi, merkezkaç ve sürtünme kuvvetleri ile parçacıklar arası elektrostatik itme ve çekme kuvvetleri, manyetik zenginleştirmeyi etkileyen etkenlerdir [1].

2.8.3 Boyuta Göre Zenginleştirme

Boyut küçültme işlemleri sırasında cevheri oluşturan mineraller, dayanıklılık, kırılış şekli ve dilinim gibi yapısal özelliklerine bağlı olarak, farklı büyüklük ve şekilde kırılabilirler. Bazen değerli mineral iri kalırken değersiz mineral fazla ufalanabilir, bazen de bunun tersi olur. Bu durumlarda boyuta göre sınıflandırma ile değerli mineral belirli ölçülerde zenginleştirilebilir. Bor cevherlerinin kırılması ve dağıtılması sırasındaki mineralleri çok küçük boyutlara indiği halde, diğer mineraller iri kalır [25].

Boyuta göre sınıflandırma ile zenginleştirme, cevher özelliklerine bağlı olarak, ya doğrudan doğruya boyut küçültmeden sonra veya yıkama ve dağıtma gibi işlemleri izleyerek uygulanmaktadır. Bor cevherlerinde her zaman killer bulunur. Bunların su alıp şişme ve dağılma özelliğinden yararlanılarak; cevher, trommel eleklerinde ya da aşındırma yıkayıcılarında yıkanır. Bu işlemlerle kalsit ve jips gibi gang minerallerinin atılması olanaksız olduğundan konsantrenin tenörü düşük kalır [25].

2.8.4 Gravite (Özgül Ağırlık Farkı) ile Zenginleştirme

Bor cevherlerinde, gang mineralleri olarak genellikle montmorillonit gibi kil mineralleri ve karbonat mineralleri bulunur. Bor minerallerinin özgül ağırlığı 1,5-2,5 g/cm³, gang minerallerinin (killerin) ise ortalama 2-3 g/cm³'tür. Gravite zenginleştirmesinde, mineral parçacıklarının birbirinden ayrılması, aralarındaki özgül ağırlık farkı nedeniyle farklı taneciklerin akışkan ortamdaki hareket farklılığına dayanır. Akışkan ortam olarak genelde su, viskozitesi yüksek bir sıvı veya hava kullanılmaktadır. Mineral taneciklerinin akışkan ortamdaki hareketleri, özgül ağırlığının yanı sıra tanecik şekli, tanecik boyutu ve ağırlığına bağlıdır. Bor mineralleri ile gang olarak bulunan kil mineralleri, boyut temelli zenginleştirme ve yıkama-dağıtma yöntemleriyle ayıramadıkları takdirde, ilk tercih edilen yöntem ekonomik olmasından dolayı gravite yöntemidir [1].

2.8.5 Isıl İşlemler (Dekrepitasyon) Yöntemi ile Zenginleştirme

Ülkemizde çok yaygın bir bor cevheri olan kolemanite (Ca₂B₆O₁₁.5H₂O) ani ısıtma veya soğutma işlemi uygulandığında kristal suyunu kaybederek, dağılma ve ufalanma özelliği gösterir. Bu olaya 'dekrepitasyon' adı verilmektedir. Dekrepitasyon işlemi sonunda kolemanit minerali zayıf ve kırılabilir bir yapıya dönüştüğü halde, gang mineralleri böyle bir davranış göstermez. Bundan yararlanarak kolemanit minerali ile gang mineralleri birbirinden kolaylıkla ayrılır. Eleme işlemi sırasında bor mineral taneciklerinin boyutu, kil minerallerinin daha altına düştüğünden elek altına geçer ve oradan alınır. Bu yöntemde; sıcaklık aralığı, ısıtma süresi ve tane boyutu önemli etkenlerdir [1].

2.8.6 Flotasyon Yöntemiyle Zenginleştirme

Flotasyon; yüzdürülecek mineral yüzeyine bu mineralin suyla ıslanma özelliğini azaltan (minerali hidrofob yapan) bileşiklerin absorblanmasını sağladıktan sonra, ortama üflenen hava yardımıyla hava-su ara yüzeyinde meydana gelen köpük fazında bu mineralin toplanması işlemine verilen addır [25].

Flotasyon yöntemi, gravite yöntemleri ile zenginleştirilmeleri mümkün olmadığı için değerlendirilemeyen düşük tenörlü veya kompleks yapıları pek çok cevherin işlenmesini sağlayarak madencilik endüstrisinde büyük bir gelişme ve üretim artışına yol açmıştır.

Günümüzde bakır, çinko, kurşun, demir, gümüş gibi metaller ile birçok endüstriyel hammaddenin üretimi büyük ölçüde flotasyon yöntemine dayanmaktadır [1].

Tarihsel bakımdan mineral endüstrisindeki en önemli yenilik, günümüzden beş bin yıl önce bulunan ergitme (smelting) yöntemidir. Daha önceleri sadece saf halde bulunan bakır, altın gibi metaller işlenmekteydi. Fakat ergitme yöntemi geliştirilince farklı katkı maddeleri kullanılarak, çeşitli minerallerden çinko, demir, kalay, kurşun gibi metaller elde edilmiş, değişik metallerin birlikte işlenmesiyle de çeşitli alaşımlara ulaşılmıştır. Tarihsel plandaki ikinci önemli buluş ise, yaşadığımız yüzyılın başlarında uygulanan, düşük tenörlü ve kompleks yapıları kullanılabılır forma getiren flotasyon yöntemidir. Flotasyonun en çok kullanıldığı alan, metal-sülfür minerallerinin zenginleştirilmesidir. Oksit yapıları bütün mineraller ve metalik-olmayan minerallerin tümü flotasyon yöntemiyle zenginleştirilmektedir [1].

BÖLÜM 3

BORATLAR

Boratlar, bor içerikli doğada kendiliğinden oluşan ve endüstride kullanılmak üzere geliştirilen üstün özellikli maddelerdir. Doğada kendiliğinden oluşan boratlara baktığımızda; doğada saf halde bulunamayan bor elementi, genelde oksijen, hidrojen atomları ve metaller ile iz miktarda toprak, kaya ve su içerdiğinden diğer elementlerle de birleşerek borik asit ve boratlar denen inorganik tuzları oluştururlar [26].

Her yıl milyonlarca ton borat madeninin çıkarılıp işlenmesi ve dünyaya dağıtılmasına rağmen yağmur, volkanik faaliyetler, yoğuşma ve diğer atmosferik hareketler gibi doğal kuvvetlerle gezegenimizde kullanılan ticari boratın en az iki katı yeniden oluşur [21].

3.1 Boratların Kimyasal ve Yapısal Özellikleri

Borat mineral yapılarını, köşelerine oksijen ya da hidroksil gruplarının yerleşmiş olduğu bor merkezli üç yüzlü BO_3 ya da dört yüzlü BO_4 grupları oluşturmaktadır [13]. Bu yapılarda B-OH grupları ve boşluklarda H_2O molekülleri bulunmaktadır. Hidroksilli boratların çoklu anyonlarında iki bor ile paylaşılan oksijenlere bir proton eklenir ve bunlar hidroksil gruplarını oluştururlar. Bu B-O üç yüzlüleri ve dört yüzlüleri köşe paylaşarak çoklu çekirdek yapısındaki anyonları oluşturup aynı yapıda bulunduğu tek oksijen paylaşımıyla ya da hidroksil grubu içeren metal iyonlarıyla bağlanarak ileri bor-oksijen ağ yapılarını meydana getirebilmektedir. Böylece bu gruplar birbirlerine bağlı olmayan çok yüzlü birimler veya polimerleşerek sonlu/sonsuz yumaklar, zincirler, sonsuz düzlemler veya sonsuz çerçeveler oluşturmaktadır [27].

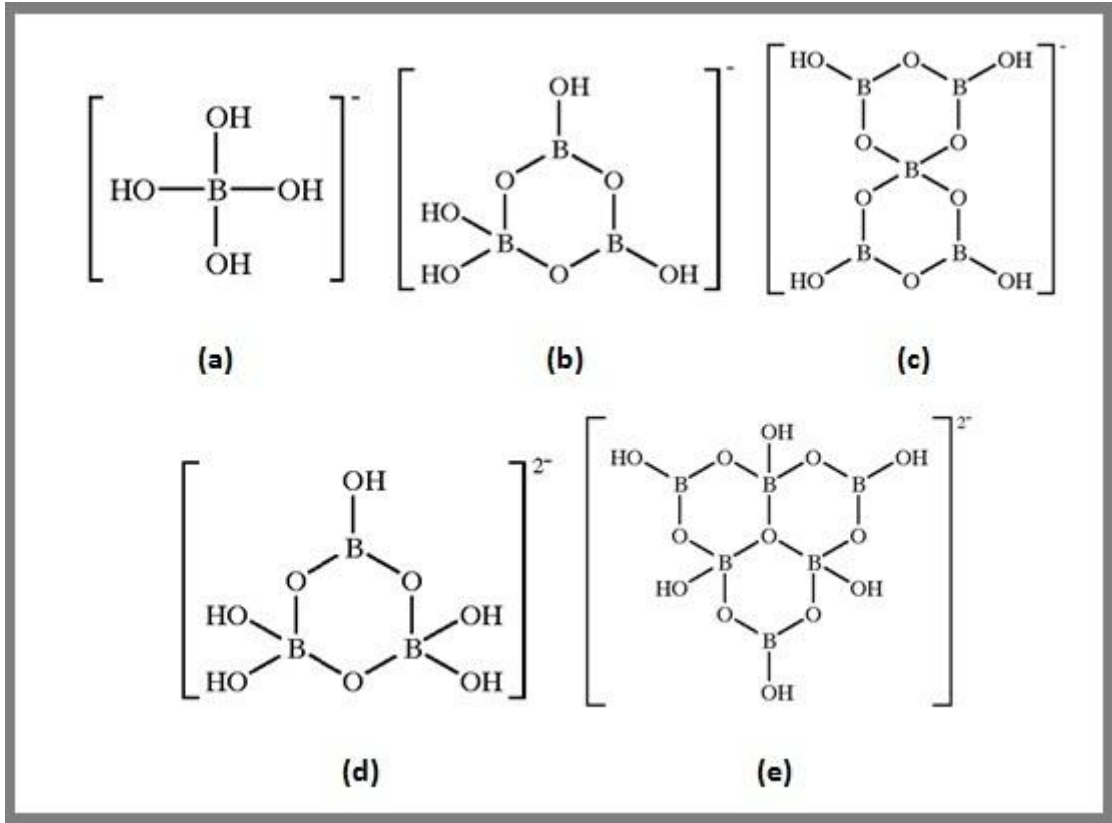
Borat bileşikleri, bor okso-anyon içerdiklerinden dolayı iyonik karakter gösterirler. Mesela metaborat anyon $[B(OH)_4]^-$, Na^+ gibi katyonik türleri ile kombinasyon halindedir. Örneğin sodyum metaborat $Na^+[B(OH)_4]^-$ şeklinde veya $Na_2B_4O_4 \cdot 4H_2O$ veya çözümlü oksit $NaO \cdot B_2O_3 \cdot 4H_2O$ şeklinde de gösterilebilir. En çok bilinen boratların yapı formülleri ve tek değerli katyonlarla kombinasyon halinde oluşan ilgili bileşiklerin çözümlü oksit formülleri Çizelge 3.1’de gösterilmiştir [28].

Okso-anyonların kimyasal yapıları birlerinden farklıdır. Mesela, tetraborat anyon sekiz tane B-O halkasına, triborat anyon altı tane B-O halkasına sahipken ve pentaborat anyon bir tane ortak bor atomu paylaşan iki tane altılı B-O halkasından ve heksaborat anyon üç bor atomu ve bir oksijen atomu paylaşan üç tane B-O halkasından meydana gelirken, metaborat anyon dörtyüzlü yapıya sahiptir. Bu yapıların şematik gösterimi Şekil 3.1’deki gibidir [28].

Boratlar oluşan bu çoklu anyonlarda bir molekül su bırakarak çeşitli biçimlerde birleşerek değişik bor minerallerini meydana getirmektedir. Herhangi bir mineralde, mineralin oluştuğu sıcaklık ve basınçta bor-oksijen kompleksinin boyutu artmaktadır. Kristal yapılarda ve çözeltilerde bor yapısal birim olarak diborat, triborat, tetraborat gibi poliborat anyonları halinde bulunmaktadır [21].

Çizelge 3.1 Borat anyonları ve yapıları [28]

Bor Oksoanyon	Yaygın İsmi	Metal Katyon (M^+) İçeren Yapı Formülü	Çözümlü Oksit Formülü
$[B(OH)_4]^-$	Metaborat	$M[B(OH)_4]$	$M_2O \cdot B_2O_3 \cdot 4H_2O$
$[B_4O_5(OH)_4]^{2-}$	Tetraborat	$M_2[B_4O_5(OH)_4]$	$M_2O \cdot 2B_2O_3 \cdot 4H_2O$
$[B_5O_6(OH)_4]^-$	Pentaborat	$M[B_5O_6(OH)_4]$	$M_2O \cdot 5B_2O_3 \cdot 4H_2O$
$[B_3O_3(OH)_4]^-$	Triborat	$M[B_3O_3(OH)_4]$	$M_2O \cdot 3B_2O_3 \cdot 4H_2O$
$[B_3O_3(OH)_5]^{2-}$	Triborat	$M_2[B_3O_3(OH)_5]$	$2M_2O \cdot 3B_2O_3 \cdot 5H_2O$
$[B_6O_7(OH)_6]^{2-}$	Heksaborat	$M_2[B_6O_7(OH)_6]$	$M_2O \cdot 3B_2O_3 \cdot 3H_2O$



Şekil 3.1 Borat oksoanyonlarının şematik gösterimi a) $[B(OH)_4]^-$, b) $[B_3O_3(OH)_4]^-$, c) $[B_5O_6(OH)_4]^-$, d) $[B_3O_3(OH)_5]^{2-}$, e) $[B_6O_7(OH)_6]^{2-}$ [28]

3.2 Metal Boratlar

Hem mineral hem de sentetik formlardaki sadece oksijene bağlı metal boratlar sayısızdır ve birçoğu yaygın olarak endüstride kullanılmaktadır. Yapay metal boratların çoğu yapısal olarak; ayrılmış çoklu borat iyonları ya da karmaşık çoklu borat halkaları, zincirleri, tabakaları ya da ağları içeren minerallere benzerler. Bununla birlikte, son zamanlarda, borat mineralleri için geliştirilen yapı kararlılık teorileri, tutarlı bir şekilde yapay boratlara uygulanmaz. Katyonların borat bileşiklerindeki borat yapısal birimlerinin nasıl yönettiğini anlamak, yararlı özelliklere sahip olan metal boratlar için yapay stratejilerin gelişimine temel olmaktadır [29].

- Hidratlaşmış boratlar, proton alabilen oksijen atomları aşağıdaki şekilde protonlanır: mevcut protonlar ilk önce serbest O^{2-} iyonlarını serbest OH^- iyonlarına dönüştürür. İlave protonlar borat iyonunda tetrahedral oksijen ve

üçgen düzlem oksijen atomları tarafından kullanılır. Daha sonra ilave edilen serbest protonlar da OH⁻ iyonlarını suya dönüştürür.

- Hidratlanmış ada gruplar ayrıştırılmadan, çeşitli yollarla polimerize edilebilir; bu işlem polianyon kafes içerisinde bor-oksijen bağlarının kırılmasıyla meydana getirilebilir.
- Kompleks borat polianyonları tek bir kenar grubunun bağlanmasıyla değiştirilebilir.
- İzole edilmiş B(OH)₃ grupları veya onların polimerleri diğer anyonların varlığında mevcuttur [5].

Borat yapılarının, içerdikleri BO₃ koordinasyon grupları birim alınarak sınıflandırılması Çizelge 3.2'de gösterilmiştir.

Çizelge 3.2 Borat yapıları ve sınıflandırılması [5]

Oksijen/Bor Oranı	Borat Yapısı
3:1	Ortaboratlar (Bağımsız BO ₃ ⁻³ iyonları)
5:2	Piroboratlar (Bağımsız B ₂ O ₅ ⁻⁴ iyonları)
2:1	Metaboratlar (B ₃ O ₆ ⁻³ ve B ₂ O ₄ ⁻² gibi siklik ve zincir anyonlar)
3:2	(B ₄ O ₇) _n ²ⁿ⁻ gibi ara şekillerle birlikte, B ₂ O ₃ ve B ₅ O ₁₀ ⁻⁵ 'de olduğu gibi BO ₃ gruplarının yapının bütün köşelerini paylaştığı iki boyutlu tabaka zincir yapısı

Metallerin birçoğu için reaksiyon koşullarını ve/veya hammadde koşullarını değiştirerek kristal suyu içeren ve içermeyen metal borat tuzları ve bileşiklerini oluşturmak mümkündür. Her metal için oluşturulabilen bu metal tuzları ve bileşiklerinden yalnızca bazıları ticari öneme sahiptir. Genellikle ağır metallerin kristal suyu içeren boratları, metallerin oksit, sülfat ya da halojenür çözeltileri ile borik asit ya da boraks gibi alkali metal boratların karıştırılarak kullanılmasıyla oluşturulmaktadır. Hafif asidik olan ana

çözeltide oluşan çökelti genelde çeşitli bileşimlere sahip az çözünen amorf katılardır. Örneğin kristal suyu içeriği bakımından üç farklı türü bilinen ve alev geciktirici, küf önleyici katkı maddesi olarak da kullanılabilen baryum meta borat, $BaO \cdot B_2O_3 \cdot xH_2O$, baryum klorik çözeltisi ile sodyum meta boratın oda sıcaklığında reaksiyonundan oluşmaktadır [21].

Bakır, magnezyum ve kobaltın borat tuzları, günümüzde üretimi olmamakla birlikte, diğer metal borat tuzlarına benzer işlemlerle boraksın sulu metal (II) sülfat ya da klorür çözeltilerine eklenmesiyle oluşturulmaktadır [27].

Kristal suyu içermeyen metal boratlar ise su içeren tuzların 300-500°C sıcaklığa ısıtılmasıyla veya B_2O_3 ya da borik aside metal oksitlerin doğrudan füzyonu ile hazırlanmaktadır. B_2O_3 içeren birçok ikili ya da üçlü sistemler, bileşenlerin belirli kademelerindeki camsı fazlarda oluşmaktadır [27].

3.3 Boratların Kullanım Alanları

Boratlar, üstün özelliklerinden dolayı birçok endüstri alanında kullanılmaktadır. Yüzyıllardır kullanılan boratların normal koşullarda kullanımında doğaya, insanlara ya da diğer canlılara zehirli etkisi yoktur [21].

3.3.1 Ev Aletleri

Boratlar evlerin korunmasına yardımcı olurlar ve döşeme tahtası, ahşap çatki kerestesi, çivi ve kirişler boratlarla, ahşapları karıncalardan, böceklerden ve çürümeden korumak için kullanılırlar. Bazı boya ve astarlarda, dış kaplamayı hasara neden olan hava ve zararlarından korumak için boratlar kullanılmaktadır. Birçok evin duvarları ve tavanları alçı duvar kaplamasından yapılmıştır. Boratlar duvar kaplamalarını daha hafif ve kuvvetli kılar [30].

3.3.2 Naylon Halı

Dayanıklı halılar yüksek oranda naylon içerirler. Boratlar naylon üretiminde anahtar bileşendir [30].

3.3.3 Gübre

Bitkilerin büyümesi için gerekli yedi tane mikro besinden biri olan bahçe yeşilliğinde kullanılan gübreler, bor içerir. Örneğin; disodyum oktoborat ve sodyum pentaborat gübrelerde kullanılmaktadır [30].

3.3.4 Isıya Dayanıklı Cam

Boratlar mutfak ve çamaşır odalarında evsel sanatların ayrılmaz bir parçasıdır. Borosilikat camlardan yapılan fırın kapıları, ısıya dayanıklı tencere ve halojen ampuller oda sıcaklığına dayanabilir [30].

3.3.5 Sır ve Emaye

Sır ve emaye, sabit bir alt tabaka üzerinde erimiş ince bir cam kaplamadır. Sır ve emaye hammaddeleri pişirme sıcaklığında erimeli ve cam oluşturmalıdır. Boratlar cam yapıcıdır. Bu yüzden devitrifikasyonu önler. Erime noktası silikadan düşük olduğundan düşük sıcaklıkta cam yapabilir. Böylece az bir miktar bor katkısı düşük sıcaklıkta cam oluşumunu sağlar. Borosilikat camlar kimyasal şoklara dayanıklıdır. Bu yüzden yüksek sıcaklık seramiklerinde değerlidir. Az bir miktar bor katkısı, eriyiğin viskozitesini azaltırken akıcılığını artırır. Böylece düzgün yüzey oluşur. Boratlar termal genleşme katsayısını düşürerek bünye ile cam tabaka arasında iyi bir uyum sağlar. Böylece yüzey termal şoklara dayanıklı hale gelir [31].

3.3.6 Seramik ve Çanaklar

Oto gövdeleri bileşenleri birbirlerine kaynaklanmış düzinelerce preslenmiş çelikten oluşmaktadır. Boratlar burada paslanmayı önlemede yardımcı olarak kullanılır. Borosilikat cam güçlüdür, yüksek sıcaklığa dayanıklıdır ve diğer cam türlerine göre kimyasal saldırıya daha dayanıklıdır. Boratlar motor yağında, vites yağında ve iletim sıvılarında korozyonu önlemektedir ve bunların yanında sürtünmeyi ve çamur birikmesini azaltmaktadır. Boratlar fren ve hidrolik direksiyon sıvılarında, buhar kısılması ve pH'ı sabitlemek için su emmeyi önlemeye yardımcı olurlar. Örneğin; lityum tetraborat seramiklerde kullanılmaktadır [30].

3.3.7 Elektronikler

Bor ve bor ürünlerinden mamül optik cam elyafı, ışık fotolarının etkin bir şekilde transferini sağlamaktadır. Gerek telefon gerekse bilgisayar alanlarında geniş bir kullanım alanı bulan fiber optik kablolar ile teknolojilerin vazgeçilmez ürünleridir. Son yıllarda yapılan arařtırmalar sonucunda geliştirilen yeni fiber optik kablolar üzerinden çok kısa zamanlarda çok yüksek veri transfer hızına ulařılmıştır. Örneğin; amonyum pentaborat elektrik kondansatörlerinde kullanılmaktadır [3].

BÖLÜM 4

ÇİNKO BORAT

Yanma, maddenin oksijen ve ısı ile birleşmesi sonucu açığa çıkan kimyasal bir olaydır. Yanmanın istenmeyen durumlarda insanlara veya çevreye zarar verecek bir şekilde ortaya çıkması ise yangın olarak isimlendirilmektedir. Yangın; gerekli önlemlerin alınmaması, bilgisizlik, ihmal, kazalar, sabotaj, sıçrama, doğa olayları sonucunda ortaya çıkmaktadır [3].

Yanma proseslerinde meydana gelen alevlenme, yanma ve gaz salılımı gibi değişik basamaklar alev geciktirici olarak etki eden çeşitli katkı maddeleri ile geciktirilebilmekte ya da önlenmektedir. Alev geciktiriciler, insanları ve eşyaları koruyabilmek için geliştirilen önemli malzemelerdir. Elektronik ve elektrik elemanlarından fiberlere, tekstile, plastik malzemelerden ağaç ürünlerine kadar geniş uygulama alanına sahiptirler. Bugün kullanılan birçok üründe alev geciktiriciler bulunmaktadır ve gün geçtikçe bu kullanımın büyüyerek artacağı tahmin edilmektedir [32].

Çinko Borat, son yıllarda alev geciktirici olarak gittikçe artan oranlarda kullanılan ve bünyesinde bor ihtiva eden kimyasal bir maddedir. En yaygın olarak kullanılan Çinko Borat $2ZnO.3B_2O_3.3.5H_2O$ 'dur [20], [21], [33]. Bunun yanında, farklı formülasyonlarda Çinko Boratlar mevcuttur. Örnek olarak; $4ZnO.B_2O_3.H_2O$, $2ZnO.3B_2O_3.9H_2O$, $ZnO.B_2O_3.2H_2O$, $6ZnO.5B_2O_3.3H_2O$, $2ZnO.3B_2O_3.7H_2O$, $2ZnO.3B_2O_3.3H_2O$, $3ZnO.5B_2O_3.14H_2O$, $ZnO.5B_2O_3.4.5H_2O$ 'yu verebiliriz [10].

Çinko Borat dışında ticari olarak kullanılan önemli alev geciktiricilerden bazıları; alüminyum trihidrat (ATH), magnezyum hidroksit, antimon bileşikleri, bromin, klorür ve

fosfat bileşikleridir. Alüminyum trihidrat, dünya toplam talebinin yarısını teşkil etmektedir. Magnezyum hidroksit ise giderek artan oranlarda kullanılmaktadır. Bunlardan antimon trioksit ve antimon trioksit-halojen karışımlarının, yanma esnasında zehirli duman açığa çıkarmaları sebebiyle kullanımları yasaklama yoluna gidilmiştir. Halojenli bileşiklerin kullanımının yasaklanması, alev geciktiricilerin kombine olarak kullanımını teşvik etmiştir. Çinko Borat, ATH bağlantılı olarak artan şekilde kullanılmaya başlanmıştır. Çünkü bu iki madde, halojen olmayan bir formasyonda olup yanma koşullarında daha az duman ve zehirli madde çıkmasını sağlar. Bunun yanında Çinko Borat, Çinko Borat-antimon oksit kombinasyonu ile veya yalnız başına da kullanılabilir [21].

4.1 Çinko Boratın Fiziksel ve Kimyasal Özellikleri

Çinko Borat borik asit ve çinko kimyasallarından sentetik bir biçimde üretilen boratdır. Beyaz, nem çekmez ve yarı kristal toz görünümündedir [34]. Özgül ağırlığı 3.64 (amorf), 4.22 (kristal) ve ergime noktası 980°C'dir. Amorf Çinko Borat su ve hidroklorik asit içerisinde kısmen çözünür [10].

Çinko Borat hidrasyon suyunu 290-300°C'ye kadar muhafaza ederek yüksek sıcaklıktaki polimer proseslerine olanak sağlar. Böylece sıcak polimer şarjına ilave edilebilme özelliği taşır. Çinko Borat, birçok polimer sistemin kırılma indisine benzer bir indise sahiptir. Bu nedenle hem düşük pigment yüküne izin verir, hem de yarı şeffaflığı muhafaza eder. Diğer katı polimer katkı maddelerine benzer yöntemle, yani sıkma (extruders), veya püskürtmeli kalıplama yoluyla ilavesi yapılabilir [21].

Kullanılan polimerlere ve arzu edilen standartlara uygun olarak Çinko Borat, kısmi olarak veya tamamen antimon oksit gibi bazı alev durdurucuların yerine kullanılabilir. Antimon oksitle kullanıldığında daha kuvvetli bir yapıya sahiptir. Halojen içeren sistemlerde alev durdurucu 3.5 suya sahip Çinko Boratın kullanım seviyesi 100 birim reçine başına 3-25 birim arasında değişirken, halojen içermeyen sistemlerde bu miktar 10-250 birimdir [21].

Çinko Borat çeşitleri ve çeşitlerinin dehidrasyon sıcaklıkları Çizelge 4.1'de gösterilmiştir.

Çizelge 4.1 Çinko Boratlar ve dehidrasyon sıcaklıkları [3]

Çinko Borat Yapısı	Dehidrasyon sıcaklığı (°C)
$2ZnO.3B_2O_3.7H_2O$	70
$ZnO.B_2O_3.2H_2O$	83
$2ZnO.2B_2O_3.3H_2O$	200
$2ZnO.3B_2O_3.3.5H_2O$	290
$4ZnO.B_2O_3.H_2O$	415
$2ZnO.3B_2O_3$	600

$3ZnO.5B_2O_3.14H_2O$ ve $2ZnO.3B_2O_3.7H_2O$ yapılarındaki Çinko Boratlar, 1940'lardan beri polimer katkı maddesi olarak kullanılmaktadır [29], [35]. Fakat bu bileşikler, düşük dehidrasyon sıcaklıkları sebebiyle sınırlı uygulama aralığına sahiptir [29].

Çinko Boratlardan 3,5 sulu Çinko Borat; $2ZnO.3B_2O_3.3,5H_2O$ 290°C gibi yüksek bir dehidrasyon sıcaklığına sahiptir [36], [37]. Bu termal dayanıklılık onu yüksek proses ısı gerektiren plastik ve kauçuk gibi malzemelerde, tercih edilen bir yangın geciktirici katkı maddesi olmasını sağlamıştır. Ayrıca bu ürün kaplamalarda anti-koroziv boya malzemesi olarak da kullanılmaktadır [36].

Çinko Boratın en çok tercih edilen diğer tipi tek sulu ($4ZnO.B_2O_3.H_2O$) Çinko Borattır. Genellikle polimer katkı malzemesi ve ahşap koruyucu olarak kullanılmaktadır. Çünkü 415°C'den yüksek sıcaklıklarda dehidrasyona başlar ve diğer yüksek su dehidrasyonu olan Çinko Boratlara göre plastik ve lastik gibi polisülfonat ve poliketonlarda artan ısılar da daha avantajlıdır. Polimer katkı malzemesi olarak diğer yangın geciktiricilerle kullanılarak sinerjik bir etki yaratmakta, duman ve parlama bastırıcı, kömürleşmeyi destekleyici, elektriksel ve optik özellikleri değiştirici olarak da kullanılmaktadır [36].

Çinko Borat ürünlerinde B_2O_3/ZnO mol oranı 0.25 ile 5 arasında değişmektedir ve bu oran ürünlerin karakteristik özelliklerini belirlemektedir [28], [38]. Teorik olarak 3.5

mol kristal suyu içeren Çinko Boratın bileşen oranları Çizelge 4.2’de ve fiziksel özellikleri Çizelge 4.3’te verilmiştir.

Çizelge 4.2 Çinko Boratın teorik kompozisyonu [30]

Bor Oksit (B₂O₃)	% 48.05
Çinko Oksit (ZnO)	% 37.45
Kristal Su (H₂O)	% 14.50

Çizelge 4.3 Çinko Boratın fiziksel özellikleri [30]

Ortalama Tane Boyutu	7-12 µm
Çözünürlüğü (oda sıcaklığında, % ağırlıkça)	<0.28
Özgül Ağırlığı, g/cc	2.77
Kırılma İndisi	1.58

4.2 Çinko Boratın Kullanım Alanları

Çinko Borat bor bazlı $x\text{ZnO}\cdot y\text{B}_2\text{O}_3\cdot z\text{H}_2\text{O}$ kimyasal bileşimine sahip bir alev geciktiricidir. Bu nedenle geniş bir kullanım alanı bulunmaktadır [3].

- Çinko Borat; polivinil klorür (PVC), poliolefin, elastomer, poliamid ve plastik reçinelerde alev geciktirici olarak kullanılır [10], [33], [39].
- Çinko Boratlar çok fonksiyonlu sinerjik katkı maddeleri olarak diğer alev geciktirici katkı maddeleri ile polimerlerde alev geciktirici performansını arttırmak, duman çıkışını azaltmak ve alev geciktirici özelliklerinin dengesini mekaniksel, elektriksel ve diğer özelliklere karşı ayarlamak için kullanılabilirler [34].
- Çinko Boratlar, kablolarda, yanmaya dayanıklı boyalarda, kumaşlarda, elektrik/elektronik parçalarda, yanmaya dayanıklı halı kaplamalarda, otomobil/uçak iç aksamalarında, tekstil ve kağıt endüstrisinde kullanılır [3].

- Çinko Boratlar, boratların genel özelliklerinden dolayı anti-koroziv ve antimikrobiyal madde üretimi, biyostatik, kızılötesi adsorpsiyonu ve eritiş malzemesi olarak da kullanılmaktadırlar [36].
- Yüksek dehidrasyon sıcaklığına (290-300°C gibi) sahip olduğu için yüksek sıcaklıklara dayanıklı plastik malzemelerin imalatında yaygın olarak kullanılır [21].
- Mantar ve böcek öldürücü olarak ahşap aksamaların korunmasında, bor silikat cam hammaddesi ve seramik sanayisinde ergime noktasını düşürücü olarak kullanılabilir [36].
- Çinko Boratlar termoplastiklerde hem alev geciktirici hem de duman bastırıcı olarak kullanılmaktadırlar [34].
- Çinko Boratlar alev geciktirici olarak hem halojen içeren hem de halojen içermeyen polimerlerde kullanılmaktadır [40].
- Çinko Borat, madeni yağlarda sürtünmeyi azaltıcı katkı maddesi olarak kullanılmaktadır. Bu borat bileşikleri ikincil harmonik üreteçlerin, elektro-optik cihazların ve fotorekraftif cihazların yapımında da kullanılır. Alternatiflerine göre daha düşük erime noktasına sahip olması Çinko Boratın, daha düşük sıcaklıklarda iyonsal olarak kutuplaşabilmesini sağladığından elektronik ürünlerde tercih edilen bir bileşiktir [21].
- Çinko Boratların duman ve kızılık bastırıcı olarak kullanım alanı vardır [34].
- Çinko Borat pizoelektrik işleticisi ve ultraviyole bölgede dönüşüm frekansı için lineer olmayan cihazlarda da tercih edilen bir malzemedir. Örneğin; lineer olmayan optik ve simetri merkezi bulunmayan optik özellikler göstermektedir [21].
- Çinko Borat boyalara ve korozyon inhibitörü, alev geciktirici, koruyucu, küf, tanen ve leke önleyici gibi fonksiyonları olan kaplamalara eklenir [21].

Bütün bunlara ilaveten Çinko Borat polimer özellik gösteren malzemelere çeşitli yararlar (Çizelge 4.4) sağlar [10].

Çizelge 4.4 Çinko Boratın polimer özellik gösteren malzemelere sağladığı yararlar [10]

Polimer	Yararlar
PVC	<ul style="list-style-type: none">➤ Duman bastırıcı➤ Alev geciktirici➤ Antimon oksit ile birlikte kül oluşumunu artırıcı
Plastik reçineler	<ul style="list-style-type: none">➤ Duman bastırıcı➤ Kül oluşumunu artırıcı➤ Kısmen veya tamamen antimon yerine LOI (oksijen limit endeksi) değerini artırıcı
Elastomerler	<ul style="list-style-type: none">➤ Duman bastırıcı➤ Kül oluşumunu artırıcı➤ Isı önleyici
Poliiolefin	<ul style="list-style-type: none">➤ Duman bastırıcı➤ Kül oluşumunu artırıcı➤ Isı önleyici➤ Uzunluk özelliği sağlayıcı
Poliamid	<ul style="list-style-type: none">➤ Halojen içeren veya içermeyen bileşiklerde ısı önleyici

4.3 Çinko Boratın Diğer Alev Geciktiricilere Göre Avantajları

- Duman emisyonu azaltma yeteneğine sahiptir ve kömürleşmeyi çabuklaştırmaktadır.
- Çok çeşitli sayıda plastikte etkili alev geciktirici olarak kullanılır.
- Borun varlığı Çinko Boratı etkin bir alev bastırıcı yapar.
- Antimon ile birlikte alev geciktirici özelliği artar.
- ATH ile birlikte kullanılarak duman bastırma özelliği kuvvetlendirilir.

- Zor okside olur.
- Antimon ile karşılaştırıldığında daha ucuzdur.
- İyi elektriksel yalıtım sağlar.
- Metallerle plastikler arasında yapışma özelliğini artırır.
- Antimon oksidin aksine, reçine tabakalarında yarı şeffaflık özelliği gösterir.
- Zehirli özelliğe sahip olmadığından reçinelere ilave edilmeleri esnasında özel aletlere ihtiyaç yoktur.
- Nem absorplamaz ve suda çözünmez [10].

4.4 Çinko Boratın Ekolojik ve Çevresel Faktörleri

- Çinko Boratın dolaylı ya da doğrudan fabrikalarda üretimi sırasında çevreye herhangi bir şekilde boşaltımı olmamaktadır.
- Çinko Boratın 23°C suda çözünürlüğü çok düşüktür. Bu yüzden de sentetik matrisler içinde mikrobiyolojik bir ajan olarak görev yapabilir, matristeki iyon seviyelerine göre de toksik etkisi çok düşüktür.
- Başka malzemelere alev geciktirici olarak katıldığında (PVC ürünleri, seramikler, başka kimyasallar, vb.) Çinko Borat kimyasal bir değişim gösterir.
- Kimyasal reaksiyonlarla Çinko Borat, çinko oksit ve bor bileşikleri oluşturabilir. Bunlar toprakta, bitkiler için besin olabilecek minerallerde bulunmaktadır. Ayrıca tarımda da bu iki madde kullanılmaktadır. Çevresel zararlılığının olmadığı görülmüştür. Örneğin bir tuzlu su balığı üzerinde yapılan bir deneyde; değişik konsantrasyonlarda, sabit koşullarda balık, Çinko Boratlı ortamda bekletilmiş ve 96 saat sonra bulunduğu ortamın değişmediği ve aynı şekilde hayatına devam ettiği gözlenmiştir. Bu açıkça göstermektedir ki balıklara karşı dahi zehirli etkisi yoktur. Ekolojik olarak da zararlı olmadığı söylenebilir [3].

4.5 Ticari Öneme Sahip Çinko Boratlar ve Özellikleri

Bazı Çinko Borat alev geciktiricilerin ticari isimleri ve üretici firmaları Çizelge 4.5'de gösterilmektedir.

Çizelge 4.5 Bazı Çinko Borat alev geciktiricilerin ticari isimleri ve üreticileri [41]

Üretici	Ticari İsim	Kompozisyon	CAS Numrası
Climax Performance Materials	ZB 467	4ZnO.6B ₂ O ₃ .7H ₂ O	[12513-27-8]
	ZB 223	2ZnO.3B ₂ O ₃ .3H ₂ O	
	ZB 113	ZnO. B ₂ O ₃ .3H ₂ O	
	ZB 237	2ZnO.3B ₂ O ₃ .7H ₂ O	
	ZB 325	3ZnO.2B ₂ O ₃ .5H ₂ O	
U.S Borax	Firebrake	2ZnO.3B ₂ O ₃ .5H ₂ O	[13701-59-2]
		Zn(BO ₂) ₂	
Hebei Hongxing Chemicals Co.		2ZnO.3B ₂ O ₃ .3.5H ₂ O	[12513-27-8]
Waardals		2ZnO.3B ₂ O ₃ .3.5H ₂ O	[12351-27-8]
Heron Chemicals	Storflam	2ZnO.3B ₂ O ₃ .3.5H ₂ O	[12513-27-8]

Çizelge 4.6 Firebrake ZB'nin teorik kompozisyonu ve başlıca fiziksel özellikleri [3]

Bor Oksit (B₂O₃)	% 48.05
Çinko Oksit (ZnO)	% 37.45
Kristal Su (H₂O)	% 14.50
Ortalama Tane Boyutu	3-7 µm
Çözünürlüğü (oda sıcaklığında, % ağırlıkça)	<0.28
Özgül Ağırlığı, g/cc	2.77
Kırılma İndisi	1.58

Molekül formülü 2ZnO.3B₂O₃.3.5H₂O veya 4ZnO.6B₂O₃.7H₂O olan Firebrake ZB formundaki Çinko Borat toz ürünüdür. Firebrake ZB alev geciktirici, duman bastırıcı ve

anti-ark/anti-tracking olarak polimer sistemlerde örneğin; PVC, naylon, epoksi, polietilen, polipropilen, polyester, termoplastik elastomerlerde ve kauçukta kullanılır [3]. Ticari Çinko Borat olan Firebrake ZB'nin teorik kompozisyonu ve başlıca fiziksel özellikleri Çizelge 4.6'daki gibidir.

Firebrake ZB-XF, Firebrake ZB ile aynı kimyasal formüle sahip olup daha küçük tane boyutlarında üretilmektedir. Firebrake ZB-XF, maksimum alev testi sonuçlarının arzu edildiği ve film yapımı gibi kritik fiziksel özelliklerin arandığı yerlerde kullanılmaktadır. Firebrake ZB'nin aksine ZB-XF, 12 µm'den büyük tanelere sahip değildir [3]. Ticari Çinko Borat olan Firebrake ZB-XF'nin başlıca fiziksel özellikleri Çizelge 4.7'deki gibidir.

Çizelge 4.7 Firebrake ZB-XF'nin başlıca fiziksel özellikleri [3]

Ortalama Tane Boyutu	2 µm
Yüksek Sıcaklıkta Ağırlık Kaybı (290 °C)	% 0.8
Özgül Ağırlığı, g/cc	2.77

Firebrake 415, $4ZnO.B_2O_3.H_2O$ molekül formülüne sahip olup tek mol hidrasyon suyu içerir. Dehidrasyon sıcaklığı 415°C'dir. Yeni geliştirilen bazı plastikler 290°C'den daha yüksek sıcaklıklar (300–400°C) gerektirdiğinden Firebrake 415 geliştirilmiştir. Beyaz toz şeklinde olup, diğer katı polimer katkı maddeleri ile aynı yöntemle yani, sıkma (extruders) veya püskürtmeli kalıplama yoluyla beslemesi yapılabilir. Firebrake 415 alev geciktirici olarak değişik polimerlerde kullanılır. Özellikle naylon gibi yüksek sıcaklık gerektiren proseslerde ve bazı kaplamalar içinde termal stabiliteyi arttırmak gerektiğinde faydalıdır. Firebrake 415, esnek PVC gibi sistemler için de mükemmel bir duman bastırıcıdır [3]. Ticari Çinko Borat olan Firebrake 415'in başlıca fiziksel özellikleri Çizelge 4.8'deki gibidir.

Firebrake ZB 500, alev geciktirici Çinko Boratın dehidrasyonu ile elde edilir ve değişik polimerlerde çok fonksiyonlu olarak uygulanır. Hidrasyon suyu içermediğinden 600°C'ye kadar stabildir. Bu nedenle yüksek proses sıcaklığına ihtiyaç duyulan polimer sistemlerinde kullanılabilir. Diğer katı polimer katkı maddelerine benzer yöntemle, yani

sıkma (extruders), veya püskürtmeli kalıplama yoluyla ilavesi yapılabilir. Firebrake 500 alev geciktirici ve duman bastırıcı olarak polieterketon, polisülfon, fluropolimer, polyester ve naylon gibi değişik polimerlerde kullanılır [3]. Ticari Çinko Borat olan Firebrake 500'ün başlıca fiziksel özellikleri Çizelge 4.9'daki gibidir.

Çizelge 4.8 Firebrake 415'in teorik kompozisyonu ve başlıca fiziksel özellikleri [3]

Bor Oksit (B₂O₃)	% 16.85
Çinko Oksit (ZnO)	% 78.79
Kristal Su (H₂O)	% 4.36
Ortalama Tane Boyutu	5 µm
Termal Stabilitesi	415°C
Ağırlık Kaybı (TGA)	415°C'ye kadar maksimum %0.4
Yığın Yoğunluğu, g/cm³	0.37
Kırılma İndisi	1.65

Çizelge 4.9 Firebrake 500'ün teorik kompozisyonu ve başlıca fiziksel özellikleri [3]

Bor Oksit (B₂O₃)	% 56.20
Çinko Oksit (ZnO)	% 43.80
Ortalama Tane Boyutu	10 µm
Termal Stabilitesi	600°C
Ağırlık Kaybı (TGA)	400°C'ye kadar maksimum %1.5
Özgül Ağırlığı, g/cc	2.6
Kırılma İndisi	1.58

4.6 Çinko Borat Üreticileri, Çinko Boratın Pazar Durumu ve Çinko Borat Tüketiminin Artmasını Teşvik Edecek Faktörler

United States & Chemical Corp. tarafından Firebrake ZB, Borogard ZB ve ZB-467 ticari isminde pazarlanmaktadır. Bu bileşik 290°C'ye kadar hidrat suyunu tutmasından dolayı farklıdır. Bu termal kararlılık onu plastik ve lastikler için yüksek sıcaklık proseslerinde alev geciktirici katkı maddesi olarak kullanılmasında çekici kılmaktadır. Ayrıca kaplamalarda antikorozyf pigment olarak da kullanılmaktadır [27], [38], [42], [43]. Çizelge 4.10'da genel Çinko Borat üreticileri ve onların kapasiteleri gösterilmektedir.

Alev geciktiricilerin tüketildiği en büyük pazarlar ABD ve Batı Avrupa'dır. Alev geciktirici materyallerin bölgelere göre tüketimleri Çizelge 4.11'de gösterilmektedir [30].

Çizelge 4.10 Genel üreticiler ve onların kapasiteleri [27]

Ülke	Üretici	Yer	Kapasite ton/yıl
Çin	Hainan Zhongxing Chemical	Haiko	1000
	Shanghai Jinghua Chemical	Wujing	
	Wuxi Daxhong Chemical		
	Zhenjiang Sulphuric Acid Plant	Zhenjiang	1000
Hindistan	C-Tech	Mumbai	
Norveç	Waardals	Skalevik	
U.S.A	Anzon	Laredo	
	US. Borax	Wilmington	12000

Dünyada üretilen alev geciktiricilerin % 85'i plastik ürünlerde tüketilmektedir. Plastik malzemelerde kullanılan alev geciktiricilerin en önemlisi alüminyum hidroksit ($Al(OH)_3$) olup, bu alandaki pazar payı % 50 civarındadır. Mevcut durumunda bor bileşikleri

dünya alev geciktirici pazarından düşük bir pay almaktadır. Örneğin; 350000 ton/yıl alev geciktirici tüketimi olan Kuzey Amerika'da borlu bileşiklerin payı % 1'dir (3500 ton). Ancak ABD'de Çinko Borat paylaşımı 1991 yılında artış göstermeye başladı ve US Borax şirketi kapasitesinde artışa gitmiştir [30]. ABD ve Batı Avrupa'da kullanılan farklı alev geciktiricilerin % dağılımları Çizelge 4.12'deki gibidir ve Çinko Borat 'Diğerleri' kısmında yer almaktadır.

Çizelge 4.11 Alev geciktiricilerin pazar bölgeleri [30]

Bölge	Tüketim Oranı (%)
Kuzey Amerika	45
Batı Avrupa	32
Japonya	13
Diğerleri	10

Çizelge 4.12 ABD'de ve Batı Avrupa ülkelerinde kullanılan alev geciktiricilerin oranı [27]

Alev Geciktirici Maddeler	ABD'inde Kullanılan	Batı Avrupa'da Kullanılan
Al(OH) ₃	39	47
Bromine Bazlı	27	13
Fosfor Bazlı	12	23
Klor Bazlı	11	3
Antimuan Oksitler	8	7
Mg(OH) ₂	1	2
Diğerleri	2	5

Alev geciktirici malzemelerin dünya pazarı 2 Milyar US\$ civarındadır. Bu pazarda ABD'nin payı 758 milyon US\$, Avrupa'nın payı ise 800 milyon US\$' dir. US Borax'ın 10.000 ton/yıl Çinko Borat üretip sattığı kabul edilirse, US Borax'ın pazar payı 24 Milyon US\$ olarak hesaplanabilir (2.4 \$/kg baz alınmıştır) [21].

Dünya Çinko Borat pazarının yıllık % 12-15'lik bir büyümeye sahip olacağı tahmin edilmiştir. US Borax 1996 yılında kapasite artışı için 3 Milyon US\$ harcamıştır. US Borax 4.500 ton/yıl olan kapasitesini 1996 yılında 9.000 ton/yıl'a, 1998 yılında 12.000 ton/yıl'a çıkarmıştır. Kapasite artışı plastik endüstrisinde ortaya çıkan talebi karşılamak için yapılmıştır. US Borax bu alanda % 15/yıl'lık bir büyüme hedeflemiştir [21].

ABD'de Çinko Borat fiyatları 2001 yılında 2300 ABD\$/ton civarında olmasına rağmen, dünya pazarında 1250 ABD\$ ve 1470 ABD\$/ton gibi düşük fiyatlara da rastlanmaktadır [21]. ABD'deki Çinko Borat fiyatlarının yıllara göre değişimi Çizelge 4.13'de gösterilmektedir.

Çizelge 4.13 Yıllara göre ABD'deki Çinko Borat fiyatları [27]

Yıl	Fiyat (ABD\$/ton)
1980	1100
1988	1700-1840
1992	2420
1998	2180
2001	2340

Albemarle ile Borax Polymer Additive Group (US Borax) Çinko Borat alev geciktirici ürünlerinin Asya'da pazarlanması hususunda ticari bir anlaşma yapmışlardır. Yeni Çinko Borat ürünler, Albemarle şirketinin halojen olmayan alev geciktirici sistemleri ürün yelpazesini genişletecektir [3].

Albemarle ve Borax Flame Retardant Group (US Borax), US Borax'ın üretilmiş olduğu Çinko Boratın Albemarle firmasının ürettiği alev geciktiricilerle birlikte kombine kullanımı ile ilgili bir anlaşma imzalamışlardır. Bu anlaşmanın amacı halojen ve halojen olmayan alev geciktiricilerin polimerlerde kullanımının artırılmasına yöneliktir. Bu gelişmeler Çinko Boratın alev geciktirici pazarındaki payının artabileceğini göstermektedir [3].

Çinko Borat alev geciktirici malzeme olarak en fazla kullanılan alüminyum trihidrat ile birlikte kullanımının yaygınlaşarak artması, Çinko Boratın gelecek yıllarda tüketiminin artmasını teşvik eden faktörlerdendir. Bunun nedeni ise, bu iki maddenin beraber kullanıldığı zaman halojen olmayan bir kömür oluşmasını sağlamasıdır. Hemen hemen dünyadaki tüm ülkelerde halojen maddeler açığa çıkaran alev yavaşlatıcıların kullanımı kısıtlanmıştır ve bu yüzden de halojen içeren ürünlerden halojen içermeyen ürünlere bir yönelim vardır. Çinko Borat ile alüminyum trihidratın beraber kullanılması aynı zamanda yangın sırasında daha az duman çıkmasını ve dolayısıyla daha az zehirli ortam oluşmasını sağlar [21].

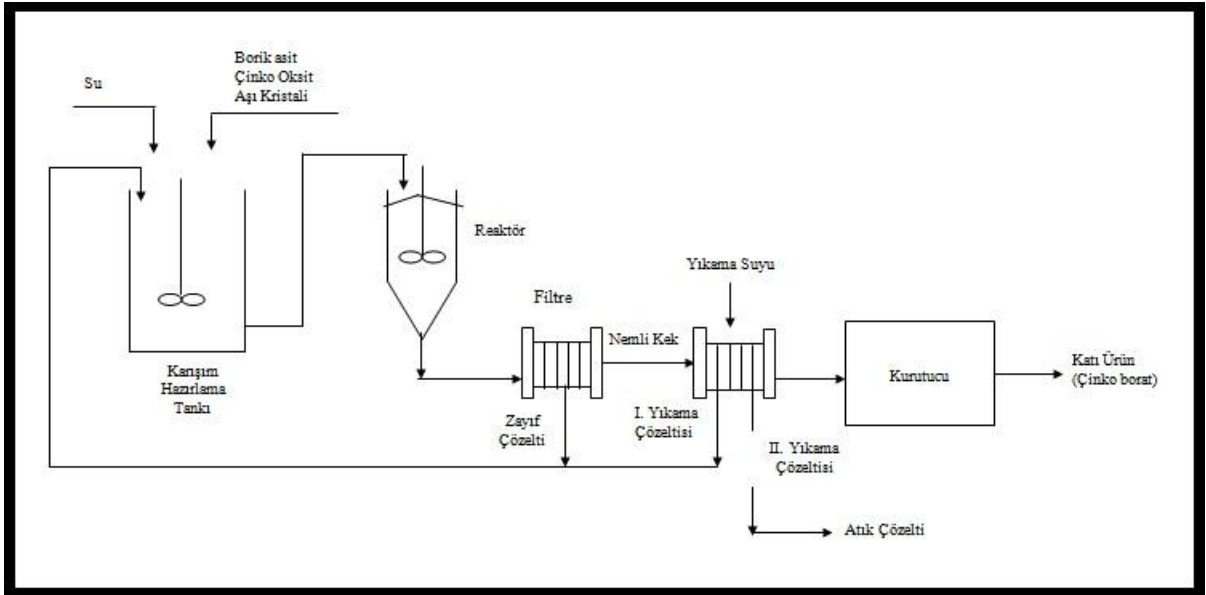
Uç ürünlerde alev yavaşlatıcı kullanılmasında daha sıkı standartların uygulamaya konulması, antimon oksit ve bromin bazlı alev yavaşlatıcı malzemelerde Çinko Boratın ucuz ikame malzemesi olarak kullanılması [21].

Çinko Boratın, alüminyum trihidrat, magnezyum hidroksit, kalay oksit ve melaminlerde performans geliştirici olarak kullanılması, uç ürünlerde alev geciktirici kullanılmasında daha sıkı standartların uygulanması, Çinko Boratın antimon oksit ve bromin bazlı alev geciktirici malzemelerde ikame ve alüminyum trihidrat, magnezyum hidroksit ($Mg(OH)_2$) içerisinde performans geliştirici olarak kullanılması, bu ürünün gelecek yıllardaki tüketiminin artacağını göstermektedir [21].

4.7 Çinko Borat Üretimi

Çinko Borat üretiminde genel eğilim borik asit ve çinko oksit hammaddelerinin stokiometrik ortamda reaksiyonu sonucu ürün elde etmektir. Ortamdaki çinko oksidin tamamen tüketilmesi için borik asidin yaklaşık olarak % 5 ile % 10 civarı fazla olması tercih edilir. Reaksiyonun bekleme süresini kısaltmak için ise sisteme % 1 - % 5 Çinko

Borat aşı kristali eklenmektedir. Borik asit 95-98°C sıcaklıkta su içerisinde çözülmekte ve katı toz halindeki çinko oksit ile aşı kristali olarak kullanılan Çinko Borat belli bir oranda çözeltiye ilave edilmektedir. Oluşan karışım reaksiyon süresi boyunca bir reaktörde karıştırılmakta ve reaksiyon sonucunda oluşan katı Çinko Borat ve zayıf borik asit çözeltisi katı-sıvı ayırımına tabi tutulmaktadır. Katı Çinko Borat kekinin tuttuğu çözeltideki borik asit, kekin kademeli olarak sıcak ve soğuk yıkanması suretiyle kazanılmakta ve elde edilen zayıf borik asit çözeltisi yeniden sisteme geri çevrilmektedir. Yıkanmış nemli Çinko Borat keki ise bir kurutucuda kurutulduktan sonra paketleme ünitesine gönderilmektedir. Çinko Borat üretimine ait akım şeması Şekil 4.1'de gösterilmiştir [3].



Şekil 4.1 Çinko Borat üretimi akış şeması [21]

Çinko Boratların üretim yöntemleri uzun zamandan beri bilinmektedir. Bu konuda birçok araştırma yapılmıştır. Bu çalışmalardan bazılarını aşağıda kısaca değinilmiştir.

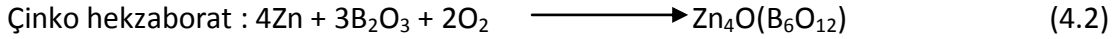
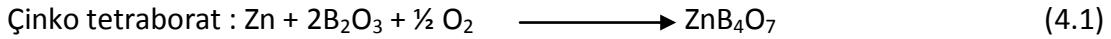
Bir patent çalışmasında $2ZnO \cdot 3B_2O_3 \cdot xH_2O$ ($x:3.3-3.7$) molekül formülüne sahip kristal yapıya sahip Çinko Borat üretilmiştir. Tercihen $2ZnO \cdot 3B_2O_3 \cdot 3.5H_2O$ yapısındaki Çinko Boratı üretebilmek için borik asit ve çinko oksit, çinko sülfat ve çinko klorür gibi bileşiklerden birinin en az 70°C sıcaklıktaki sulu ortamda reaksiyonu uygulanmıştır. Reaksiyon tercihen 90-100°C sıcaklık aralığında yürütülmektedir. Bu çalışmada elde edilen Çinko Boratın polimer katkısı olarak kullanılabilmesi belirtilmiştir. Patent çalışmasında verilen örnek reçetelere aşağıda değinilmiştir [32].

Birinci örnekte, 252 g boraks pentahidrat ($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$), 541 g borik asit (H_3BO_3), 3500 ml su içeren bir çözelti ile 71,4 g çinko oksit (ZnO), 87 g % 96'lık sülfürik asit (H_2SO_4) ve 520 ml su içeren ikinci bir çözelti yavaşça karıştırılmaktadır. Hazırlanmış karışıma özellikleri bilinen 5.5 g Çinko Borat kristali eklenerek karışım çözeltisi 40°C 'de bir gece karıştırılmaktadır. Oluşan kristaller filtrasyonla ayrılıp daha sonra su ve asetonla yıkanmaktadırlar. Üretilen Çinko Borat, molekül formüllü $2\text{ZnO} \cdot 3\text{B}_2\text{O}_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ olan ticari Çinko Boratın X-ışını kırınım desenine tamamen uymaktadır [32].

Çalışmada verilen diğer iki örnekte gece boyunca bekletilen çözeltilerin sıcaklıkları değiştirilmiştir. Verilen dördüncü örnekte ise 252 g boraks, 541 g borik asit ve 3500 ml su içeren bir çözelti 95°C 'de hazırlanmış, bu çözelti 126 g çinko klorür (ZnCl_2) ve 500 ml sudan oluşan ikinci bir çözelti ve 0.25 g aşu kristali ile birleştirilmiştir. Karışım gece boyunca 100°C 'de karıştırılmış, kristaller 95°C 'ye soğutulduktan sonra filtre edilmiştir. Filtre edilen kristaller su ve asetonla yıkanıp kurutulmuştur. Analiz sonucunda $2.07\text{ZnO} \cdot 3\text{B}_2\text{O}_3 \cdot 3.71\text{H}_2\text{O}$ molekül formüllü bir Çinko Borat üretilmiştir. Bu deney reçetesi temel alınarak yapılan diğer bir örnekte gece boyunca bekletme sıcaklığı 99°C ve kristallerin filtrasyon öncesi soğutma sıcaklığı 90°C olarak değiştirilmiştir. Analiz sonucunda $2.05\text{ZnO} \cdot 3\text{B}_2\text{O}_3 \cdot 3.58\text{H}_2\text{O}$ molekül formüllü Çinko Borat üretilmiştir. Verilmiş olan başka bir deney reçetesinde ise 3400 g kaynayan suya 600 g borik asit eklenmiştir. Çözelti karıştırılırken 95°C 'ye ısıtılıp, 12 g aşu kristali eklenmiştir. Ayrıca bu karışıma 371 g borik asit ve 162.8 g ZnO 1 saatlik süre içinde eklenmiştir. Karışım yaklaşık 95°C 'de bir gece karıştırılmıştır. Kristaller filtre edilip, metanol ile yıkanıp, kurutulmuştur. Analiz sonucunda kütlece % 37.98 ZnO , % 47.13 B_2O_3 ve % 14.89 H_2O bileşiminde $2.07\text{ZnO} \cdot 3\text{B}_2\text{O}_3 \cdot 3.66\text{H}_2\text{O}$ molekül formüllü Çinko Borat elde edilmiştir. X-ışını kırınım deseni $2\text{ZnO} \cdot 3\text{B}_2\text{O}_3 \cdot 3.5\text{H}_2\text{O}$ molekül formüllü Çinko Boratla aynı çıkmıştır. Bu deney reçetesi temel alınarak hazırlanan diğer bir örnekte ise eklenen su, borik asit ve çinko oksit miktarları değiştirilmiştir ve karışım 20 saat boyunca 75°C 'de karıştırılmıştır. Yapılan analizler sonucunda $2.04\text{ZnO} \cdot 3\text{B}_2\text{O}_3 \cdot 3.51\text{H}_2\text{O}$ molekül formüllü Çinko Borat oluştuğu belirtilmiştir [32].

Susuz Çinko Borat üretiminde, kullanılan metot mekanik alaşımlama (ball milling) metodudur. Bu yöntemde kullanılan hammaddeler, çinko metal tozu ve bor oksittir. Susuz Çinko Borat üretiminde oluşabilecek tetraborat (ZnB_4O_7) ve heksaborat

(Zn₄O(B₆O₁₂)) oluşumları için beklenen reaksiyonlar ((4.1) ve (4.2)) aşağıda belirtilmiştir.



reaksiyonları gereğince susuz Çinko Borat üretilir [3].

Eltepe vd. [26], sulu ortamda çinko oksit ve borik asitten Çinko Borat türlerinin oluşumuna sıcaklık ve zamanın etkisini araştırmışlardır. Çalışmanın sonucunda; güçlü karıştırıcı kullanımı, iyi bir sıcaklık kontrolü ve su buharlaşmasını engellemek için geri akım kullanarak hacmi sabit tutmanın, istenilen Çinko Borat türlerinin elde edilmesinde önemli oldukları görülmüştür.

Shete vd. [42], Çinko Borat oluşumu için karıştırma parametrelerinin çinko oksit dönüşümü ve son partikül boyutuna etkisini incelemiştir. Sonuç olarak, karıştırma parametrelerinin Çinko Borat partikül boyutuna etkisi gözlemlenmiştir. Hız kontrol basamağının çözünmeyen borik asit ile çinko oksit arasındaki yüzey reaksiyonu olduğu da gözlemlenmiştir. Çinko Borat için hızlı dönüşüm ve düşük kristal boyutu elde etmek için marjinal hız, pervanenin minimum süspansiyon hızından büyük olmalıdır. Ayrıca çinko oksit için düşük başlangıç boyutu ve yüksek sıcaklıkların, küçük boyutta ürün elde etmede yararlı oldukları da gözlemlenmiştir.

Bourbigot vd. [44], EVA alev geciktiricilerinde Çinko Boratların kullanımının avantajlarını incelemiştir. Çalışmada Çinko Boratlar, etilen vinil asetat (EVA)-alüminyum trihidroksit (ATH) ve etilen vinil asetat (EVA)-magnezyum hidroksit (Mg(OH)₂) alev geciktirici bileşiklerinde sinerjik ajanlar ve duman bastırıcı olarak kullanılmıştır. Sonuç olarak, Çinko Boratların (FBZB ve FB415), EVA24-ATH ve EVA24-Mg(OH)₂ bileşiklerinde yararlı sinerjik ajanlar olduklarını ve duman bastırıcı gibi davrandıkları ispatlanmıştır. Ayrıca, koni kalorimetri deneylerinden alınan tortuların katı hal NMR spektrasi, bu alev geciktirici sistemler için bir hareket mekanizması önerilmesine izin vermektedir. Polimerin ısıtılması esnasında, ATH'nin alüminyum oksite (Al₂O₃) bozunmasının tutuşma zamanında bir yükselmeye neden olduğu ispatlanmıştır. Polimerin yanması sırasında, ATH'den Al₂O₃ oluşumu, tutuşmayı azaltır.

Aynı zamanda, Çinko Boratın yapısı değişir ve Çinko Boratın, yanma hızını azaltan, camdan yapılmış bir koruyucu tabakanın geliştirilmesinde yardımcı olarak kullanılması önerilmektedir.

Garba [45], Çinko Boratların bazı tropikal odunlar üzerindeki alev geciktirici etkisini araştırmıştır. Çalışmada, bazı tropikal odunlara termal karakterlerine göre Çinko Borat aşılanmıştır. Sonuç olarak, Çinko Borat, hidrojen klorat varlığında, özellikle buhar fazında ve yoğunlaştırılmış fazda ve/veya dehidrasyon prosesinde kullanıldığında, göz önüne alınan bütün odunlar için etkili bir alev geciktirici gibi çalışmaktadır. HCl ile asitlendirilmiş Çinko Boratın malzeme ile birleştirilmesi, alev yayılma hızını, parlaklık sonrası süresini ve alev sıcaklığını azaltır. Diğer taraftan bu davranışın, Kritik Oksijen Değerini (LOI) ve kalıntı oluşumunu artırdığı tespit edilmiştir.

Ivankov vd. [46], Çinko Borat gözlüklerinin optik özelliklerini araştırmışlardır. Çeşitli kompozisyondaki ikili Çinko Borat gözlükleri, iyi optik kalitedeki numunelere eriyik su verme tekniğiyle hazırlanmışlardır. Absorpsiyon, floresans ve cam matrislerin optik eksitasyon spektrumları incelenmiştir. Sonuç olarak, ikili Çinko Borat gözlükleri yakın ultraviyole spektral aralığı yüksek enerjili radyasyon altında etkili floresans gösterir. Eksitasyon dalga boyu uzak ultraviyole ışınıdır. Cam matrisindeki çinko oksit konsantrasyonunun artışı, en düşük optik absorpsiyon bandının kırmızı kaymasına ve emisyon Stokes kaymalarının azalmasına sebep olmaktadır.

Shi vd. [35], sanayi bakımından önemli Çinko Boratın ($2ZnO.3B_2O_3.3H_2O$), reolojik faz reaksiyon yöntemiyle sentezini araştırmışlardır. Bu yöntem yeşil kimyasal sentez için hem ucuz hem de kabul edilebilir. Çünkü kirlilik yaratmaz ve % 100'e yakın bir verim sağlar. Ayrıca bu yöntemle başlangıç materyallerinin tamamının dönüşümü sadece 0.04 ml su ile yapılabilir. Deneysel koşulların ürün üzerine etkisi incelenmiştir. Sonuç olarak, çok yararlı Çinko Borat olan $2ZnO.3B_2O_3.3H_2O$ çinko oksit ve borik asit reaktan olarak kullanılarak reolojik faz reaksiyon yöntemiyle sentezlenmiştir. Ürün üzerindeki farklı koşulların etkisi araştırılmıştır ve su hacmi, reaksiyon süresi ve sıcaklık reaksiyonda oldukça etkilidirler.

Giúdice ve Benítez [47], klor içeren kaplamalarda Çinko Boratların alev geciktirici pigment olarak kullanımını araştırmışlardır. Bunun için, klor içeren alev geciktirici

kaplamalarda antimon trioksit yerine $2ZnO.3B_2O_3.3.5H_2O$ ve $2ZnO.3B_2O_3.7.5H_2O$ formüllü Çinko Boratların kullanılmasının etkilerini incelenmiştir. Deneysel kaplamalar laboratuvar ölçekli üretilmiştir, odun paneller üzerinde fırçalanarak uygulanmıştır ve sonunda bir sınırlayıcı oksijen odası içinde, bir alev dolabında ve iki yollu alev tüneline test edilmesiyle gerçekleştirilmiştir. Sonuç olarak, yanma meydana geldikten sonra, kompozisyonlarında Çinko Boratı alev geciktirici olarak içeren boyalar anhidrit bileşikleri üretirler, diğer taraftan antimon oksidin (buhar fazı alev geciktiricisi) yanarak kömürleşme oluşumu üzerinde küçük bir etkisi olduğu görülmüştür. Çeşitli prosedürlerle bulunan bazı deneysel boyaların mükemmel performansını açıklayan ana tartışma konusu, antimon oksidin klor içeren reçinelerde sinerjik katkı olarak kullanılması ve Çinko Boratın endotermik davranışdır. Çinko Borat 2:3:7.5 bileşiği Çinko Borat 2:3:3.5 bileşiğinden daha iyi performans sergilediği ve bu durum yüksek sıcaklıklarda serbest kalan daha yüksek miktardaki hidrat suyu moleküllerinin daha fazla miktarda ısı absorplayabilmesiyle açıklanmıştır. Antimon oksidin yerine tamamen Çinko Borat kullanılması durumunda ise, daha düşük performans elde edilmesine karşın daha iyi fiyat/verim oranı sergilediğinden, alev geciktirici boyaların üretiminde Çinko Boratın başarılı olacağı belirtilmiştir.

Gürhan vd. [43], ince Çinko Borat parçacıklarının aşırı kristali kullanarak geliştirilmiş sentezini araştırmışlardır. Bu çalışmada reaksiyon parametrelerinin (sıcaklık, karıştırma hızı, hammadde oranı, çinko oksit parçacıkları boyutu ve aşırı kristali olarak Çinko Boratın rolü) son Çinko Borat ürünü parçacık boyutuna ve Çinko Borat üretimi reaksiyon hızına etkisi incelenmiştir. Sonuç olarak, borik asit fazlası ve aşırı Çinko Borat kullanımı, ince Çinko Borat yüksek reaksiyon hızı ve tüm çinko oksidin dönüşümü için gerekmektedir. Yüksek karıştırma hızı, reaksiyon hızı ve parçacık boyutunda (yüksek reaksiyon hızında daha küçük parçacık boyutu) iyi etkiye sahiptir fakat limit 800 rpm'den sonra karıştırma hızını arttırmak son Çinko Borat ürünü parçacık boyutunda fazla değişime neden olmamaktadır. Artan sıcaklıkla, özgül büyüme hızı artmakta, reaksiyon tamamlanma süresi ve başlangıç kritik aşırı konsantrasyonu ise azalmaktadır. Çinko oksidin parçacık boyutu reaksiyon hızı ve son Çinko Borat boyutunu pek etkilememektedir. Çinko oksidin farklı boyutlarının kullanıldığı reaksiyonlarda tamamlanma süresinde pek fark yoktur. Çinko Borat aşırı boyutunun

reaksiyon hızı ve tamamlanma süresi üzerinde özel bir etkisi yoktur. Daha büyük aşı Çinko Borat boyutları ile daha küçük Çinko Borat ürün parçacıkları elde edilmektedir. Çinko Borat üretim reaksiyonu, özgül gelişim hızı k ve normalleştirilmiş kritik başlangıç aşı konsantrasyonu X_0 olmak üzere iki parametreye sahip olup lojistik gelişim modeline uymaktadır.

Kılınç vd. [38], sulu ortamda çinko oksit ve borik asit reaksiyonundan Çinko Borat ölçek büyütme sentezini araştırmışlardır. Çinko Borat sentezi, proses değişkenlerinin reaksiyon parametreleri ve son ürün ($2ZnO.3B_2O_3.3.5H_2O$) üzerine etkisini görmek için laboratuvar ve kesikli reaktörde yürütülmüştür. $85^\circ C$ sabit sıcaklıkta laboratuvar (4L) ve pilot ölçekli (85L) reaktörde, karıştırma hızının, perdelerin varlığının, aşı miktarının, partikül boyutunun, çinko oksit saflığının ve $H_3BO_3:ZnO$ mol oranının Çinko Borat oluşum reaksiyonunun üzerine etkisi incelenmiştir. Sonuç olarak, (4L) veya (85L) ölçekli reaktör kullanımı (1.5L) laboratuvar ölçekli kesikli reaktörde alınan sonucu değiştirmedeği görülmüştür. Daha önceki çalışmalardaki 3.5 mol hidrat sulu Çinko Borat üretimine uygun reaksiyon modeli, büyük kapasiteli reaktörlere uygulanabilir. Sonuçlar model parametresi, özgül büyüme hızı, reaktan oranlarının ve aşı miktarının değişmesinden etkilenmediğini, perdelerin varlığında ve çinko oksit partikül boyutu artarken azaldığını, ayrıca karıştırma hızı ve çinko oksit saflığı artarken arttığını göstermektedir. Daha da önemlisi reaksiyon tamamlanma süresi reaktör ölçeğinden etkilenmez.

Zheng vd. [48], Çinko Borat nano kristal flamanların sentezi ve performansını araştırmışlardır. Çalışmada, Çinko Borat ($4ZnO.B_2O_3.H_2O$) nano kristal flamanlar modifiye ajan olarak fosfat esterlerle sodyum borat ($Na_2B_4O_7.10H_2O$) ve çinko nitrat ($Zn(NO_3)_2.6H_2O$) sulu çözeltilerinde tek basamak çöktürme reaksiyonuyla sentezlenmişlerdir. Sonuç olarak, XRD diyagramı ürünün yüksek saflıkta ve monoklinik olduğunu göstermektedir. SEM analizi 50-100 nm çapındaki, yaklaşık $1 \mu m$ boyundaki ve 10-20 boy oranlarındaki nano kristal flaman ürünlerin morfolojisini göstermektedir. Bu sonuçlar fosfat ester varlığının ve sıcaklık değişiminin, Çinko Borat nano kristal flaman hazırlamak için çok önemli olduğunu göstermektedir.

Carpentier vd. [49], alev geciktirici etilen vinil asetat kopolimerinin kömürleştirilmesini araştırmışlardır. Çalışmada Çinko Borat sinerjik ajan olarak EVA-Mg(OH)₂ alev geciktirici formülasyonunda kullanılmıştır. Termal işlemde sonra toplanan katı hal karbon NMR kalıntıları, alev geciktirici sistemlerin kömürleştirilmesi çalışmasına izin vermektedir. Sonuç olarak, Çinko Boratların yanma sırasında polimerlerin bozunmasını yavaşlattığı, polietilen zinciri için fiziksel bir bariyer gibi hareket eden camsı yapılı koruyucu bir tabaka, bir kafes, oluşturduğu belirtilmiştir.

4.7.1 Hidrofobik ve Nano Yapılı Çinko Borat Üretimi

Son yıllarda nano malzemelerin kullanımları, elektronik, katalizör, seramik, manyetik veri saklama gibi çok çeşitli teknolojik alanlarda potansiyel uygulamalarından dolayı gittikçe artmıştır. Nano malzemeler, nanokristal malzemeler ve nano parçacıklar olarak sınıflandırılabilir. Nanokristal malzemeler nanometre aralığında, 100 nm'den az tane boyutları ile nano kristal dökme malzemelerdir. Nano parçacıklar ise çapları 100 nm'nin altında olan, çok küçük dağıtıcı parçacıklardır. Genelde nano parçacıklar, dökme nanokristal malzemelerin temel yapı taşları olarak kabul edilir [50].

Nano malzemeler üzerindeki araştırmalar fizik, kimya, mekanik, malzeme bilimi, biyoloji ve tıp alanındaki araştırmacıların çalışmalarını kapsayan disiplinler arası bir çabadır [50].

Nanoteknolojilerdeki ilerlemeler sonucunda; boya, tekstil, kompozit yapı malzemeleri gibi birçok alanda alev geciktirici, antikorozyon ve antibakteriyel katkı malzemesi ayrıca lubrikant olarak kullanılan Çinko Boratların nano tanecik yapısında üretimi için uygun yöntemlerin araştırılması ilgili çalışmalar da artmıştır. Antibakteriyel ve anti-mantar ajanı olarak kullanılan Çinko Boratların etki mekanizmaları hala tam olarak açıklanamamakla birlikte, Ag ve Cu nano parçacıklarla karşılaştırıldığında nano Çinko Boratların zehirli olmaması ve kolay bulunabilmeleri ve daha ucuz olmaları nedeniyle diğer ajanlara göre avantajlı oldukları bilinmektedir [32].

Tian vd. [51], hidrofobik Çinko Borat nano plakelerin yerinde ve tek basamaklı çöktürme yöntemiyle sentezlenmesini araştırmışlardır. Çalışma sonucunda hidrofobik Zn₂B₆O₁₁.3H₂O nano plakeler, modifiye ajan oleik asit (O.A) ve hammaddeler

$ZnSO_4 \cdot 7H_2O$ ve $Na_2B_4O_7 \cdot 10H_2O$ ile yerinde ve tek basamaklı çöktürme yöntemiyle başarılı bir şekilde sentezlenmiştir. Oleik asitin optimal miktarı $Zn_2B_6O_{11} \cdot 3H_2O$ ağırlığının % 1'inden oluşur ve optimum pH'ı 5.6-6.0'dır. XRD analizleri, ürünün yüksek saflıkta ve $Zn_2B_6O_{11} \cdot 3H_2O$ 'nin polikristalin fazda olduğunu göstermektedir. SEM analizleri çinko sülfat/ sodyum borat mol oranınının 1.5:1-2:1 (ağırlıkça % 1.00 O.A ekli) olduğu zaman, 30 ± 5 nm kalınlıklı ve 100-500 nm ortalama çaplı sadece plaket morfolojisi gösteren ürün morfolojisini vermektedir. Analiz sonuçları, oleik asidin $Zn_2B_6O_{11} \cdot 3H_2O$ yüzeyine tek hidrojen bağı ile bağlandığını göstermektedir. Aynı zamanda, bağıl temas açısının ve etkin oran ölçümü, $Zn_2B_6O_{11} \cdot 3H_2O$ numunelerinin hidrofobik olduğunu göstermektedir.

Li vd. [40], hidrofobik Çinko Borat nano pulların sentezini ve polietilenin alev geciktirici özellikleri üzerine etkisini araştırmışlardır. Çinko Borat ($2ZnO \cdot 3B_2O_3 \cdot 3.5H_2O$) nispeten polimer sistemlerin büyük çoğunluğunda kullanılmasına izin veren yüksek dehidrasyon başlangıç sıcaklığına sahiptir. Fakat Çinko Borat parçacıkları polimer matrislerde çok zor dağılmaktadırlar ve bu onların sanayide kullanılmasına engel olmaktadır. Çalışmada bu sorunun üzerine eğilmek için, oleik asit varlığında çinko oksit (ZnO) ve borik asit (H_3BO_3) katı-sıvı reaksiyonu çalıştırarak hidrofobik Çinko Borat ($2ZnO \cdot 3B_2O_3 \cdot 3.5H_2O$) nano pulları sentezlenmiştir. Sonuç olarak, ürün XRD analizlerine göre saf $2ZnO \cdot 3B_2O_3 \cdot 3.5H_2O$ elde etmek için, reaksiyon sıcaklığı $85^\circ C$ 'den büyük, borik asit ve çinko oksit mol oranı 3:1'den büyük ve reaksiyon süresi 2 saatten uzun olmalıdır. Morfolojik ve mikroskopik analizler Çinko Borat nano pullarının partikül boyutlarının 100-200 nm civarında ve kalınlıklarının 100 nm'den az olduğunu göstermektedir. Hidrofobisite test sonuçları da oleik asidin yüzey özelliklerini hidrofilikten hidrofobiğe dönüştürdüğünü göstermektedir.

Tian vd. [52], yağlama için hidrofobik Çinko Borat nano disklerin sentezini araştırmışlardır. Kristal ve hidrofobik Çinko Borat ($Zn_2B_6O_{11} \cdot 3H_2O$) nano diskler, modifiye ajan oleik asit ve hammaddeler $ZnSO_4 \cdot 7H_2O$ ve $Na_2B_4O_7 \cdot 10H_2O$ sulu çözeltide yaş yöntem metoduyla başarılı bir şekilde sentezlenmiştir. XRD analizleri ürünün yüksek saflıkta olduğunu göstermektedir. SEM analizi, 30 nm kalınlıklı ve 100-500 nm ortalama çaplı disk morfolojisi gösteren ürün morfolojisini vermektedir. FT-IR ve TGA analizleri, oleik asidin $Zn_2B_6O_{11} \cdot 3H_2O$ yüzeyine tek hidrojen bağı ile bağlandığını

göstermektedir. Aynı zamanda etkin oran ölçümü, $Zn_2B_6O_{11}.3H_2O$ numunelerinin hidrofobik olduğunu ve baz yağı sürtünme katsayısının Çinko Borat nano disklerinin eklenmesiyle açıkça azaldığını göstermektedir.

Ting vd. [39], yeni bir yöntemle nano Çinko Boratın hazırlanmasını ve karakterizasyonunu araştırmışlardır. Çalışmada, $2ZnO.2.2B_2O_3.3H_2O$ Çinko Borat gibi bir nano pul; amonyak, bakır nitrat ve boraks gibi hammaddeler kullanılarak homojen koordinasyon metodu yoluyla hazırlanmıştır. Ürünler, polipropilen için mükemmel tutuşma geciktirici etkisine sahiptir, ürün içeriği yaklaşık % 12 (ağırlıkça) olduğunda, polipropilenin karbon tortusu oranı % 75'e yükselmiştir. Bu, ürünlerin, uygulamalarda yeni bir inorganik alev geciktirici materyali olarak çok geniş bir şekilde ön plana çıkabileceğini göstermektedir.

Shi vd. [35], kimyasal formülü $4ZnO.B_2O_3.H_2O$ olan Çinko Boratın nano/mikro yapılarıdaki farklı morfolojilerle hidrotermal sentezini ve karakterizasyonu araştırmışlardır. Çalışmada Çinko Borat, basit bir hidrotermal yoldan şablon olarak polietilen glikol-300 yüzey aktif maddesi ile başarılı bir şekilde sentezlenmiştir. Ürün kompozisyonunu ve morfolojisini etkileyen ana faktörler incelenmiştir. Yüzey aktif madde olarak kullanılan polietilen glikolün (PEG), elde edilen ürünün morfolojisi üzerinde önemli etkileri olduğu belirlenmiştir.

Chang vd. [53], Çinko Borat (ZnB_4O_7) nano tüplerinin oluşumunu araştırmışlardır. Çalışmada Çinko Borat, argon gazında gümüş varlığında çinko nano parçacıkları ve B_2O_3 toz karışımlarının basit sinterleşme yöntemi kullanılarak sentezlenmiştir. Sinterleşme sonunda, çapları 10 nm seviyelerinde, uzunlukları ise 10 mm seviyelerinde olan nano tüp yapısında ZnB_4O_7 ürün elde edilmiştir.

Dong ve Hu [54], nanometre Çinko Boratta yağlayıcı katkı maddesinin aşınma önleyici ve sürtünme azaltma özelliklerini araştırmışlardır. Çalışmada tane boyutu 20-50 nm arasında olan bir Çinko Borat, etanolün çözücü olarak kullanıldığı süperkritik akışkan kurutma tekniği ile elde edilmiştir. 500 SN baz yağının aşınma direnci ve yük taşıma kapasitesinin geliştirilebileceği ve sürtünme katsayısının nanometre Çinko Boratla azaltılabileceği ve elde edilen nano Çinko Borat katkılı yağın tribolojik özelliklerinin çok iyileştiği yapılan testlerle gösterilmiştir.

Ting vd. [33], yeni ağ yapılı nano boyutta Çinko Borat sentezini araştırmışlardır. Çalışmada, ZnO ve H₃BO₃'den ZnO.yB₂O₃.zH₂O (y=0.3–0.4, z=1.0–1.4) bileşiminde amorf fazlı ağ yapılı nanometrik boyutlarda Çinko Borat koordinasyon homojen çöktürme yöntemiyle hazırlanmıştır. Sonuç olarak ürünün polipropilen ve yüksek yoğunluklu polietilen için alev geciktirici olarak etkili bir şekilde işlevini yerine getirmiştir. Polipropilen ve yüksek yoğunluklu polietilenin karbon tortusu oranı, ürün içeriği yaklaşık % 12 (ağırlıkça) olduğunda, sırasıyla % 75 ve % 63'tür. Bundan dolayı da geniş bir uygulama alanıyla yeni bir inorganik alev geciktirici olacağı beklenmektedir.

DENEYSEL ÇALIŞMA

5.1 Deneylerde Kullanılan Kimyasal Maddeler

5.1.1 Hammaddeler

- Referans borik asit (H_3BO_3) (Eti Maden İşletmeleri, saflık: % 99.90)
- Çinko karbonat ($ZnCO_3$) (Kadim Kimya San. Tic. Ltd. Şti., saflık: % 96-97)
- Boraks dekahidrat ($Na_2B_4O_7 \cdot 10H_2O$) (Eti Maden İşletmeleri, Bandırma)
- Referans Çinko Borat (Eti Maden İşletmeleri, Bandırma)

5.1.2 Modifiye Ajanlar

- Propilen glikol (PG, Teknik)
- Kerosen (Fluka)
- Oleik asit (O.A, Alfa Aesar, saflık: % 90)

5.1.3 Çözücüler

- İzopropil alkol (İPA, Teknik)
- Etanol (Merck, % 96)
- Metanol (Merck, % 99.5)

5.1.4 Analizlerde Kullanılan Kimyasallar

- EDTA çözeltisi (0.1 N, Merck titrasol)

- Amonyum hidroksit (Riedel-de haen, % 26)
- Erichrome black T indikatörü
- Fenolftalein çözeltisi (Merck, % 1)
- Hidroklorik asit (Merck, % 37)
- Mannitol ((C₆H₈(OH)₆) (Fluka, nötr)
- Metil oranj çözeltisi (Merck, % 1)
- Sodyum hidroksit çözeltisi (Merck, % 97, 0.1 N)
- Sülfürik asit (Merck, % 98)

5.2 Deneyleerde Kullanılan Cihazlar

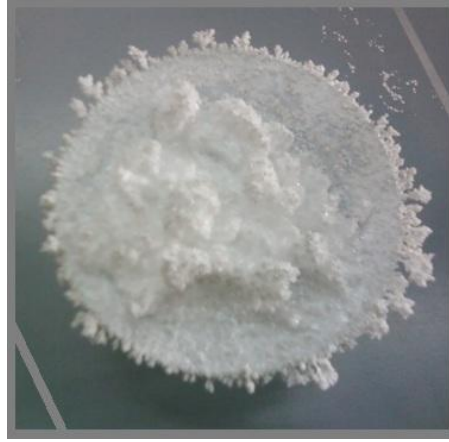
- FT-IR (Fourier Dönüşümlü Kızılötesi Spektroskopisi) (Marka: Perkin-Elmer, Model: Spectrum One)
- XRD (X-Işını Kırınımı) (Marka: Philips Panalytical, Model:X'Pert Pro)
- SEM (Taramalı Elektron Mikroskobu) (Marka: Cam Scan, Model: Apollo 300)
- Mekanik karıştırılmalı cam reaktör (Kontrol Paneli: Parr 4843, Reaktör: Parr 5100)
- Potansiyometrik titrasyon cihazı (Marka: Metrohm, Model: 794 Basic Titrino)
- Optik Temas Açısı Ölçüm Cihazı (Optical Contact Angle/Surface Tension Meter) (Marka: Cam 200)

5.3 Borik Asit Üretimi

Eti Maden İşletmeleri, Bandırma'dan temin edilen boraks dekahidrat (Na₂B₄O₇.10H₂O), tinkal mineralinin işlenmiş hali olduğu için hazır öğütülmüş haldedir. Bu bileşikten yaklaşık 11.2 g alınarak hassas terazide tartılmıştır, tartımı alınan ağırlığın 1:2 (g boraks/g 90°C sıcaklıktaki saf su) oranında olacak şekilde karışım hazırlanmıştır. Bu karışım, manyetik karıştırıcıda 500 rpm'de 90°C sıcaklıkta yaklaşık 30 dk sonunda boraksın tam çözünmesiyle stokiometrik oranda sülfürik asit eklenmesi yapılmıştır.

Sülfürik asit eklenmesinden sonra yaklaşık 10 dk karıştırılmaya devam edilmiştir ve reaksiyon sıcaklığı 30°C sıcaklığa düşürülerek borik asit kristalleşmesi görülmüştür. Çözelti borik asit kristalleri ile yoğunlaşmasıyla ve derişik hale geldikten sonra reaksiyon sonlandırılmıştır. Boraks dekahidrat ile üretilen borik asit kristalleri Şekil 5.1'de görülmektedir. Hazırlanan bir ayırma aparatından borik asit kristalleri

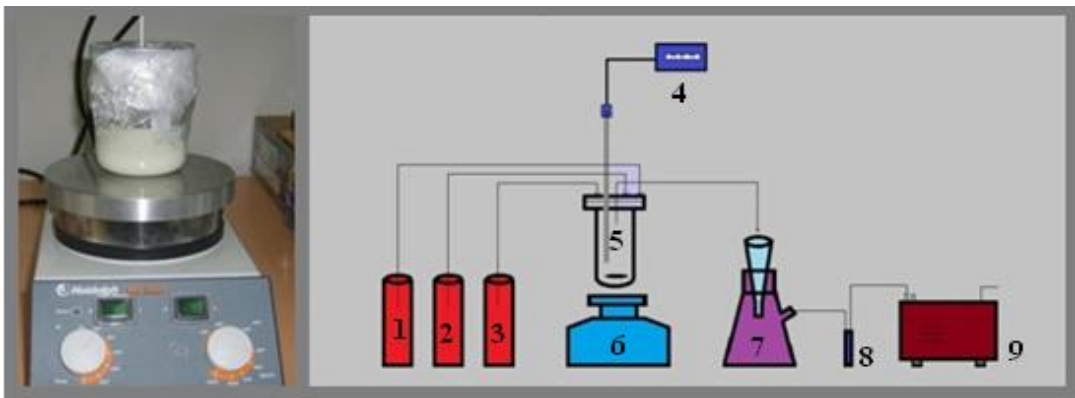
ayrılır ve etüvde 50°C sıcaklıkta 24 saat kurutulmuştur. Elde edilen borik asit Çinko Borat üretiminde kullanılmıştır.



Şekil 5.1 Boraks dekahidrat kullanılarak üretilen borik asit kristalleri

5.4 Çinko Borat Sentezi

Çinko Borat sentezi için belli miktarda bor kaynağı hammaddeden alınarak oluşturulan sulu çözelti ile çinko karbonat ve aşu olarak kullanılan referans Çinko Borat, ağız kapalı, iyi izole edilmiş bir beher içerisinde 50-120°C sıcaklık aralığında ısıtıcı manyetik karıştırıcı kullanılarak reaksiyona tabi tutulmuştur. Reaksiyon boyunca karıştırma hızı ve sıcaklık sabit tutulmuş, sıcaklık ölçümü için dijital sıcaklık sensörü kullanılmıştır (Şekil 5.2). Deneyler sonunda belirlenen optimum koşullardaki reaksiyonlar, 1.5 L iç hacimli, ısıtma ceketli reaktörde tekrarlanarak elde edilen sonuçlar karşılaştırılmıştır (Şekil 5.3).



Şekil 5.2 Manyetik karıştırmalı sistem ve şematik gösterimi 1-) Borik asit, 2-) Çinko karbonat, 3-) Referans Çinko Borat, 4-) Dijital sıcaklık göstergesi, 5-) Beher, 6-) Isıtıcı manyetik karıştırıcı, 7-) Katı-sıvı faz ayırma aparatı, 8-) Tuzak, 9-) Vakum pompası



Şekil 5.3 Mekanik karıştırılmalı cam reaktör ve şematik gösterimi 1-) Borik asit, 2-) Çinko karbonat, 3-) Referans Çinko Borat, 4-) Dijital sıcaklık göstergesi, 5-) Ceketli cam reaktör, 6-) Katı-sıvı faz ayırma aparatı, 7-) Tuzak, 8-) Vakum pompası

5.5 Analizler

Bu çalışmada, sentezlenen ürünlerin analizleri, çeşitli analitik yöntemlerinin yanı sıra karakterizasyon için cihazlar kullanılarak aşağıdaki gibi belirlenmiştir:

5.5.1 Analitik Yöntemler

5.5.1.1 ZnO Tayini

Referans ve üretilen borik asitten belirlenen koşullarda sentezlenen Çinko Borat numunelerinden 0.3 g tartılır. 1 ml hidrojen klorür (HCl) içinde çözülür. 100 ml'lik balon jodede üzeri saf su ile tamamlanır. İyice çözüldüğünden emin olunduktan sonra, bu

çözeltiden 10 ml alınır ve üzerine 0.5 ml amonyak çözeltisi eklenir. Bu işlemden sonra pH değerinin 9.5 civarı olduğu kontrol edilir. Bir miktar Eri Krom Black T indikatörü katılır. Hazırlanan çözelti 0.1 N'lik etilen diamin tetra asetik asit (EDTA) çözeltisi ile renk maviye dönünceye kadar titrasyon yapılır. Harcanan miktar kaydedilir. ZnO miktarının hesaplanması için (5.1) nolu denklem kullanılmıştır:

$$M = 0.1 * S * 81.39 \quad (5.1)$$

(5.1) denkleminde, M: numunedeki ZnO miktarı (g), S: sarfiyat (ml) olarak verilmiştir.

5.5.1.2 B₂O₃ Tayini

Sentezlenen Çinko Borat numunelerinden yaklaşık 1 g numune behere alınır ve üzerine çözmek için 5 ml HCl eklenir, saf su ile 100 ml'ye tamamlanır. Hazırlanan bu çözeltiden 1 ml alınır ve saf su ile tekrar seyreltilir ve 1 ml EDTA ilave edildikten sonra 1-2 damla metil oranj indikatörü eklenir. Bu çözelti 0.1 N'lik sodyum hidroksit (NaOH) çözeltisi ile renk sarıya dönünceye kadar titre edilir, sarı renkli çözeltiliye 3 g mannitol ve 3 damla fenolfitaleyin eklemesi yapıldıktan sonra renk mora dönünceye kadar titrasyona devam edilir. Çözelti pH'ı 9-9.5 arasında olmalıdır. Bütün işlemlerden sonra % B₂O₃ tayini (5.2) nolu denkleme göre hesaplanmıştır:

$$\% B_2O_3 = 56.36 * N / S_B \quad (5.2)$$

(5.2) denkleminde, N: numuneden sarfiyat (ml), S_B: borik asit sarfiyatı (ml) olarak verilmiştir.

5.5.2 Potansiyometrik Titrasyon

Potansiyometrik titrasyon, Metrohm marka, 794 Basic Titrino model cihaz ile gerçekleştirilmiştir. Bu analizde platin elektrot kullanılarak NaOH ile çözeltinin potansiyeli ölçülerek nicel analiz yapılmaktadır (Şekil 5.4). Potansiyometrik titrasyonda titrant eklenmesinden sonra ölçülen gerilim değeri eklenen titrant hacmine karşı grafiğe geçirilerek potansiyometrik titrasyon eğrisi oluşturulmaktadır. S şeklinde olan potansiyometrik titrasyon eğrisinde dönüm noktası eğrinin eğiminin en büyük olduğu noktadır.



Şekil 5.4 Potansiyometrik titrasyon cihazı

5.5.3 FT-IR

Kimyasal bağları karakterize etmek için Perkin Elmer marka Spectrum One model FT-IR cihazı kullanılmıştır. Analizden önce kristal yüzey her bir analiz için temizlenmiş ve referans değer her bir analiz için doğrulanmıştır. Analizi yapılacak her bir katı malzeme, ATR genel kristal yüzeyindeki küçük kristal alan üzerine yerleştirilmiştir. Kristal yüzey üzerine baskı uygulanması yöntemiyle kuvvet uygulandıktan sonra FT-IR spektroskopisi oluşturulmuştur. Analizi yapılan her bir numune için FT-IR spektroskopisi, $4000-650\text{ cm}^{-1}$ bantları arasında oluşturulmuştur (Şekil 5.5).



Şekil 5.5 FT-IR cihazı

5.5.4 XRD

X-ışını kırınım yöntemi (XRD), her bir kristalin fazın kendine özgü atomik dizilimlerine bağlı olarak X-ışını karakteristik bir düzen içerisinde kırması esasına dayanır. Her bir kristalin faz için bu kırınım profilleri, bir çeşit parmak izi gibi o kristali tanımlar. Toz halinde olan hammadde ve ürünler direkt olarak XRD cihazında analiz edilirken, mineral halinde olan hammadde öncelikle agarda parçacık boyutu aynı olacak şekilde toz haline getirilerek XRD diyagramı için hazırlanmıştır.

Hammadde ve ürünlerin özellikleri, 0-80° aralığında değişen difraksiyon açılarında incelenmiştir. X-ışınlarının 45 kV ve 40 mA değerlerinde Cu K α tüpünde üretildiği Philips Panalytical X'Pert Pro XRD cihazıyla belirlenmiştir (Şekil 5.6).



Şekil 5.6 XRD cihazı

5.5.5 SEM

Deneylerde elde edilen ürünlerin partikül boyutları, SEM (Taramalı Elektron Mikroskobu) (Marka: Cam Scan, Model: Apollo 300) cihazı kullanılarak belirlenmiştir (Şekil 5.7). Ölçümlerden önce numuneler, görüntülerin net olması için altın ile kaplanmıştır. Ölçümler 20 kV akımlar ile gerçekleştirilmiştir.



Şekil 5.7 SEM cihazı

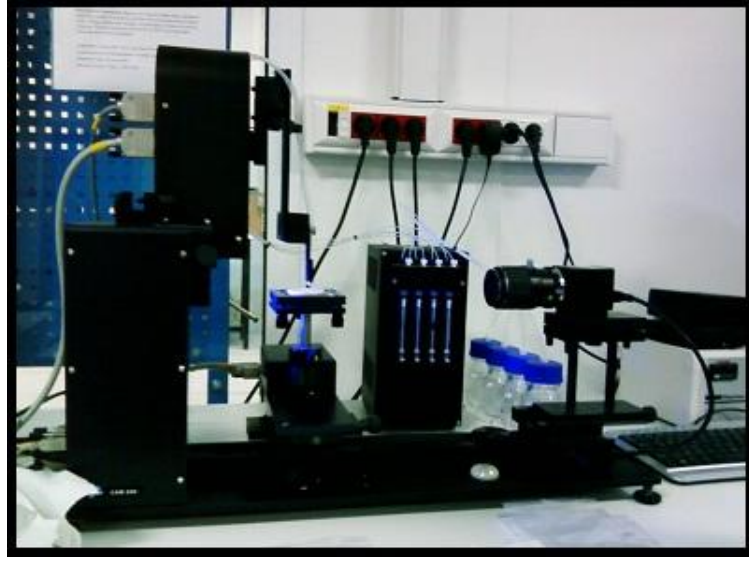
5.5.6 Optik Temas Açısı Ölçüm Cihazı

Toz numune öncelikli olarak hidrolik preste 10 ton basınç uygulaması ile pellet haline getirilmiştir (Şekil 5.8).



Şekil 5.8 Hidrolik pres

Daha sonra pellet halindeki bu ürünün, su damlatma yöntemi (Sesile Drop Method) ile hidrofobisitesi ölçülmektedir. Ardından, damla profili fotoğraflanmakta, üçlü faz temas noktasındaki durağan damlanın tanjantı alınarak temas açısı hesaplanmaktadır. Temas açısı gonyometrik mikroskop veya video kamera ile ölçülmektedir (Şekil 5.9).



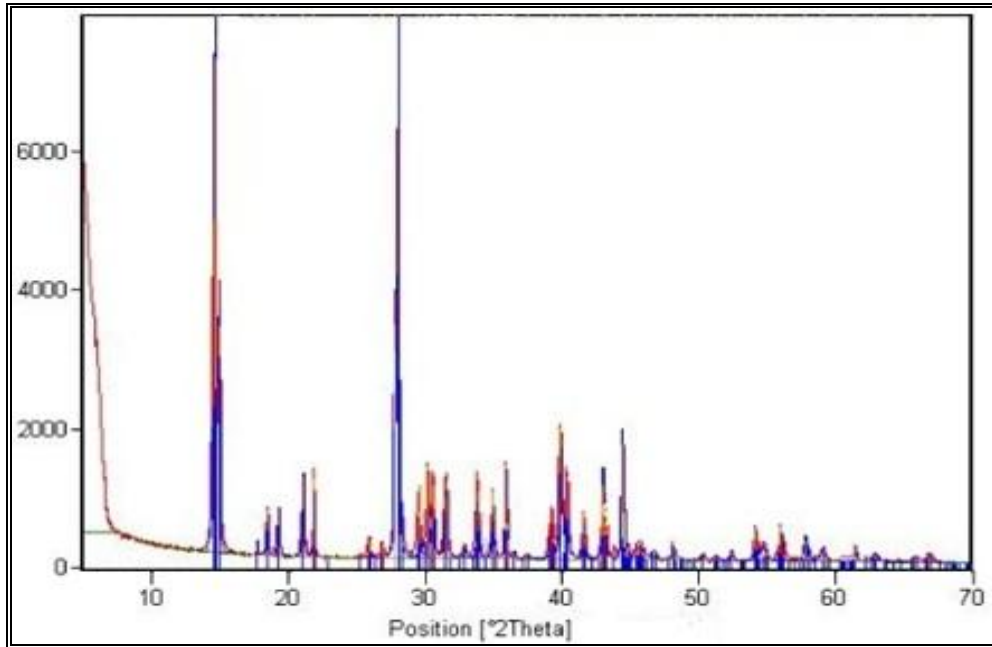
Şekil 5.9 Optik temas açısı ölçüm cihazı

Temas açısı ölçümleri UNIDO-ICHET firmasındaki cihazda yapılmıştır.

SONUÇLAR ve TARTIŞMA

6.1 Deneylerde Kullanılan Hammaddelerin Karakterizasyonu, Morfolojisi ve Kimyasal Analiz Sonuçları

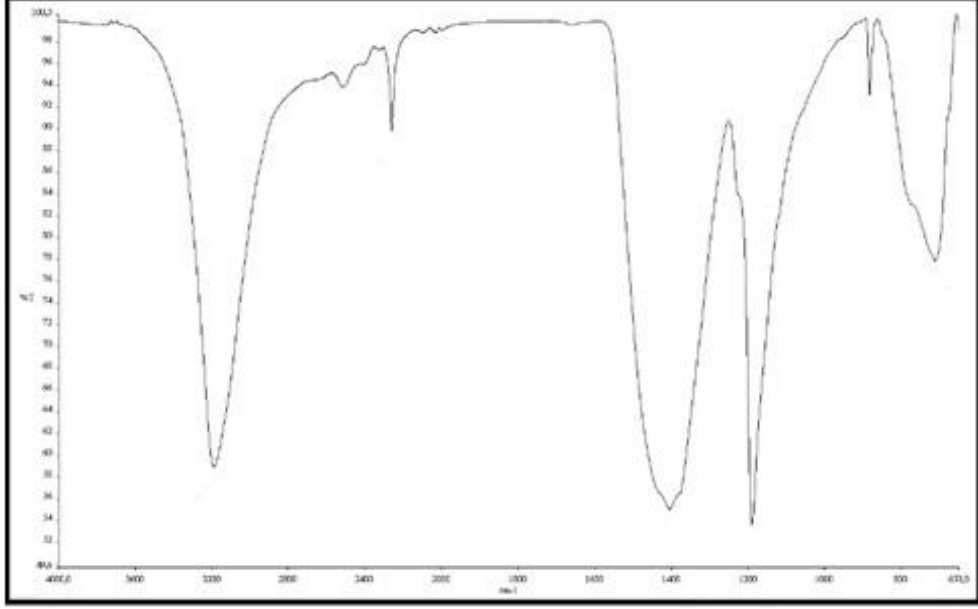
Referans borik asitin özellikleri 0-70° aralığında değişen difraksiyon açılarında gerçekleştirilen X-Işını analiziyle incelenmiştir (Şekil 6.1). XRD diyagramına göre, karakteristik pikler; 14.65°, 28.02°, 31.53° ve 39.86°'de elde edilmiştir.



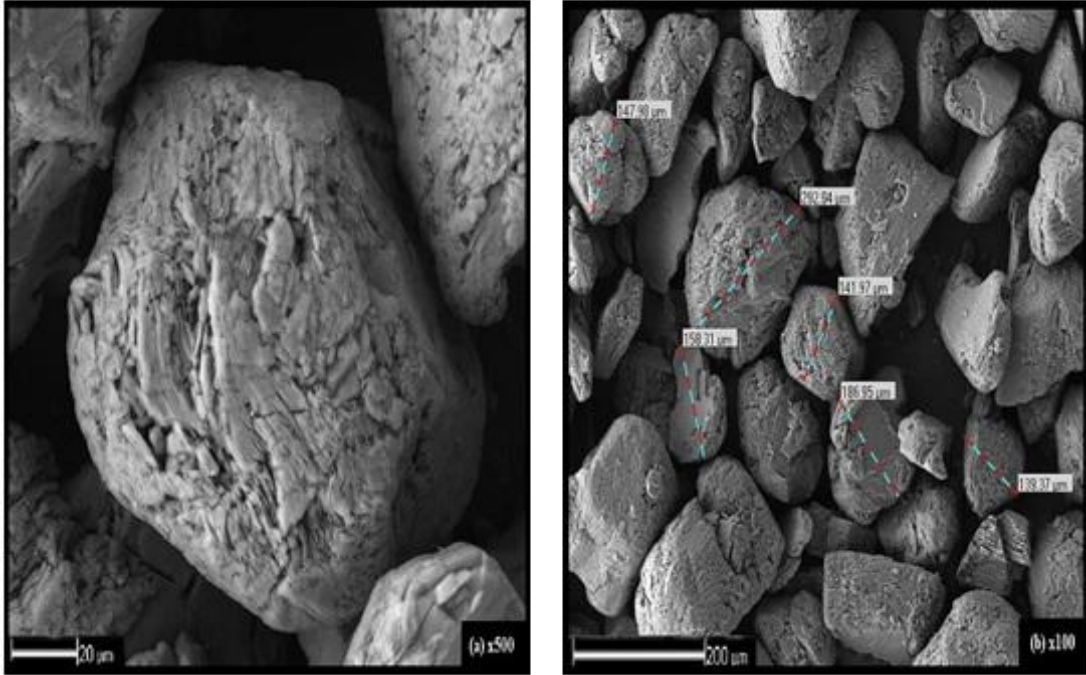
Şekil 6.1 Referans borik asitin XRD diyagramı

3188.91 cm^{-1} 'deki bant O-H gerilme titreşimlerini göstermektedir. 2516.04 cm^{-1} 'deki bant hidrojen bağlı O-H gerilme titreşimlerini göstermektedir. 1405.55 cm^{-1} ve 882.99

cm^{-1} 'deki bantlar üç yüzlü (BO_3) borat gruplarının asimetric gerilme titreşimlerini göstermektedir. 1190.06 cm^{-1} 'deki pik dört yüzlü (BO_4) borat gruplarının asimetric ve simetric gerilme titreşimlerini göstermektedir. 712.27 cm^{-1} 'deki pik üç yüzlü (BO_3) borat gruplarının düzlem dışı bükülme titreşimlerini göstermektedir (Şekil 6.2).



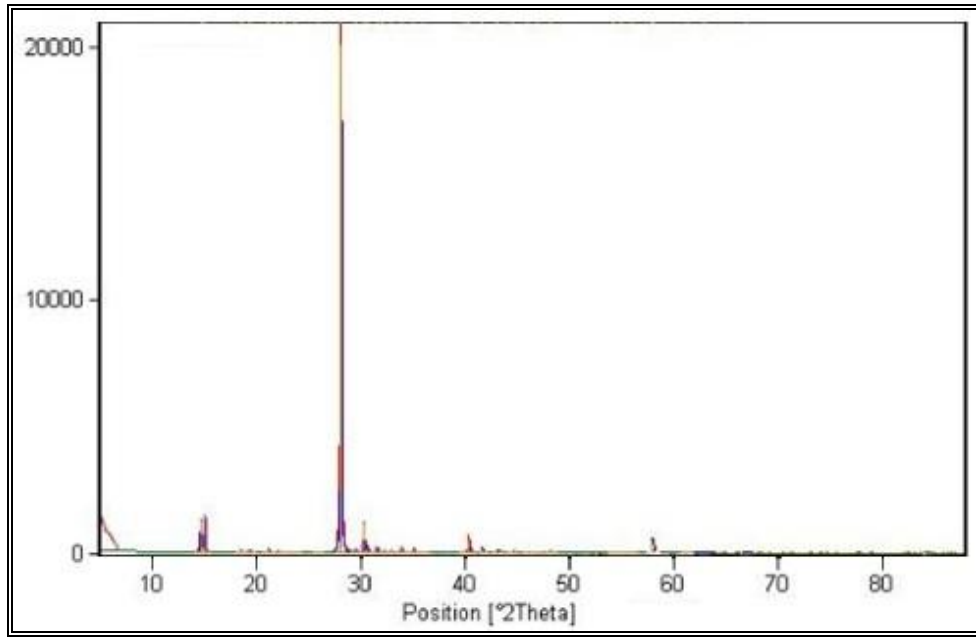
Şekil 6.2 Referans borik asitin FT-IR spektrumu



Şekil 6.3 Referans borik asitin SEM görüntüsü

Referans borik asitin SEM görüntüsü Şekil 6.3'deki gibidir. Referans borik asitin partikül boyutları, 139.37-292.94 μm aralığında değişmektedir.

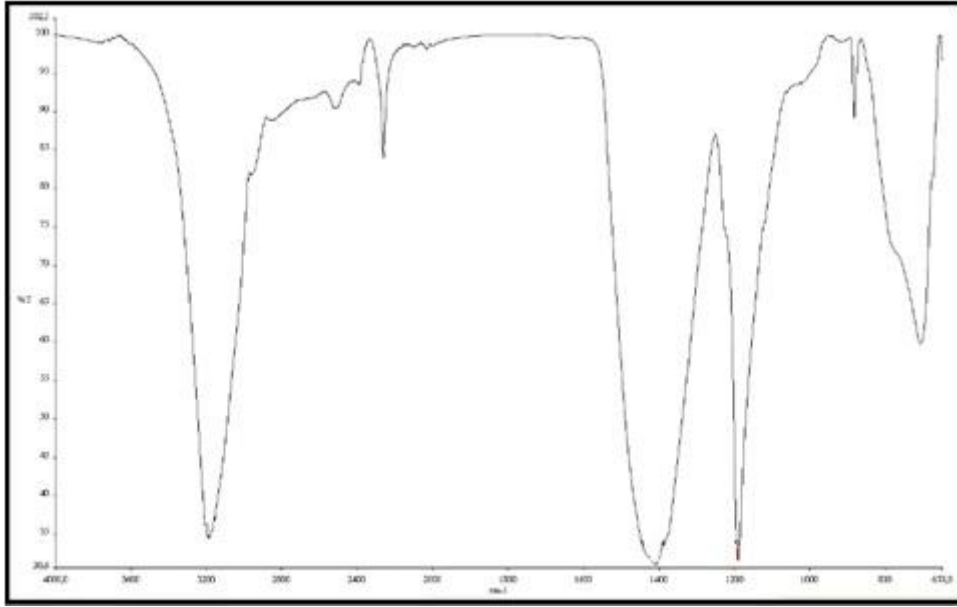
Boraks dekahidrattan üretilen borik asitin özellikleri 0-80° aralığında değişen difraksiyon açılarında gerçekleştirilen X-ışını analiziyle incelenmiştir (Şekil 6.4). XRD diyagramına göre, boraks dekahidrattan üretilen borik asit için elde edilen karakteristik pikler, 14.66°, 28.09°, 30.31° ve 40.33°'de gözlenmiştir. Bu değerler, referans borik asit ile karşılaştırıldığında, uyum gösterdiği ve borik asitin başarıyla sentezlendiği gözlenmiştir.



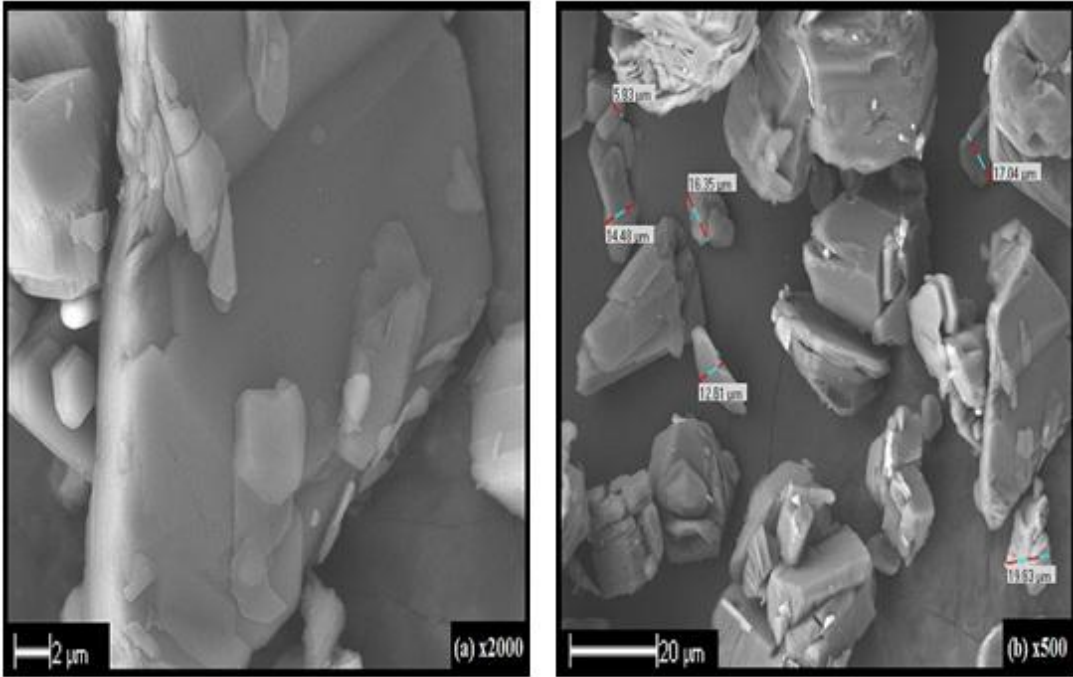
Şekil 6.4 Boraks dekahidrattan üretilen borik asitin XRD diyagramı

3187.64 cm^{-1} 'deki bant O-H gerilme titreşimlerini göstermektedir. 2516.89 cm^{-1} 'deki bant hidrojen bağlı O-H gerilme titreşimlerini göstermektedir. 1409.41 cm^{-1} ve 883.22 cm^{-1} 'deki bantlar üç yüzlü (BO_3) borat gruplarının asimetric gerilme titreşimlerini göstermektedir. 1191.47 cm^{-1} 'deki pik dört yüzlü (BO_4) borat gruplarının asimetric ve simetric gerilme titreşimlerini göstermektedir. 708.25 cm^{-1} 'deki pik üç yüzlü (BO_3) borat gruplarının düzlem dışı bükülme titreşimlerini göstermektedir (Şekil 6.5).

Boraks dekahidrattan üretilen borik asitin SEM görüntüsü Şekil 6.6'daki gibidir. Boraks dekahidrattan üretilen borik asitin partikül boyutları, 5.93-19.63 μm aralığında değişmektedir.

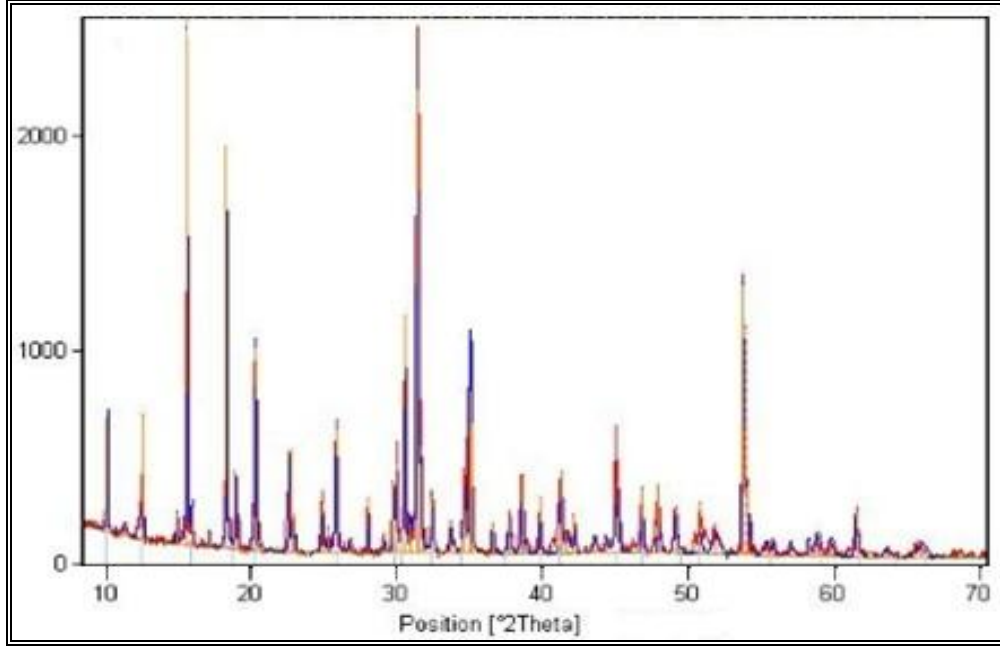


Şekil 6.5 Boraks dekahidrattan üretilen borik asitin FT-IR spektrumu

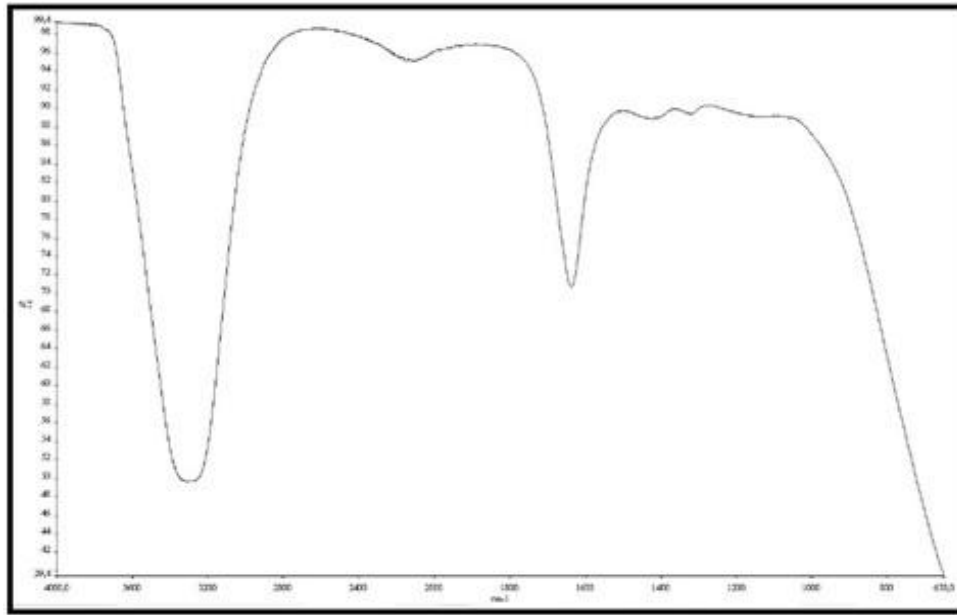


Şekil 6.6 Boraks dekahidrattan üretilen borik asitin SEM görüntüsü

Boraks dekahidratın özellikleri 0-70° aralığında değişen difraksiyon açılarında gerçekleştirilen X-ışını analiziyle incelenmiştir (Şekil 6.7). XRD diyagramına göre, boraks dekahidratın % 100'lük pikinin yaklaşık olarak 22.67° difraksiyon açısında olduğu görülmektedir.



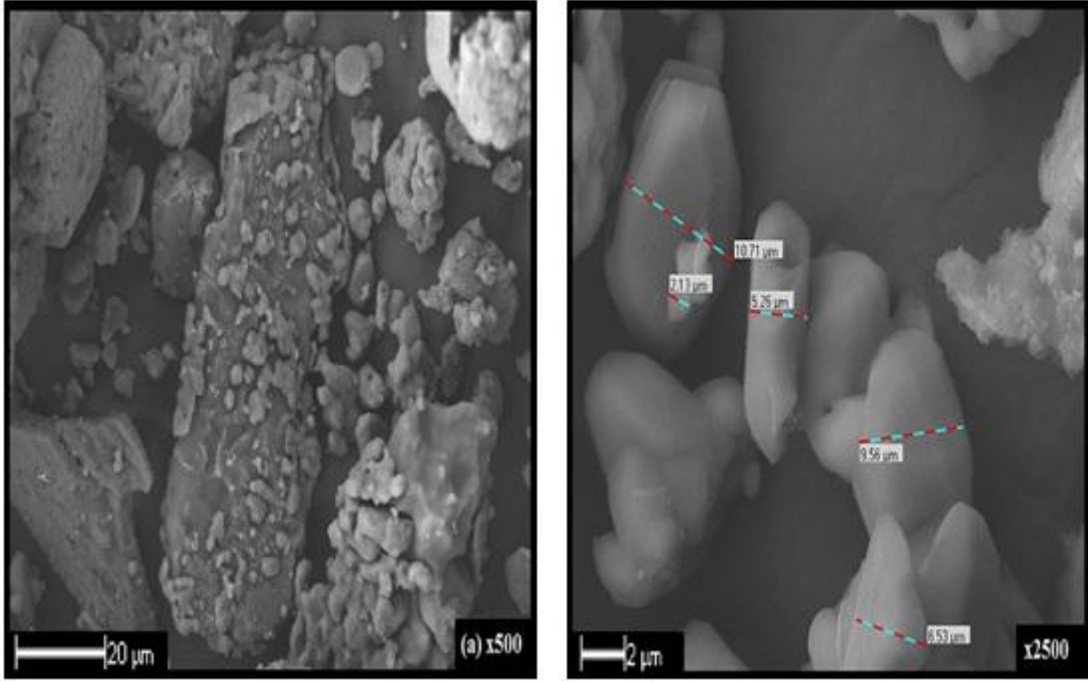
Şekil 6.7 Boraks dekahidratın XRD diyagramı



Şekil 6.8 Boraks dekahidratın FT-IR spektrumu

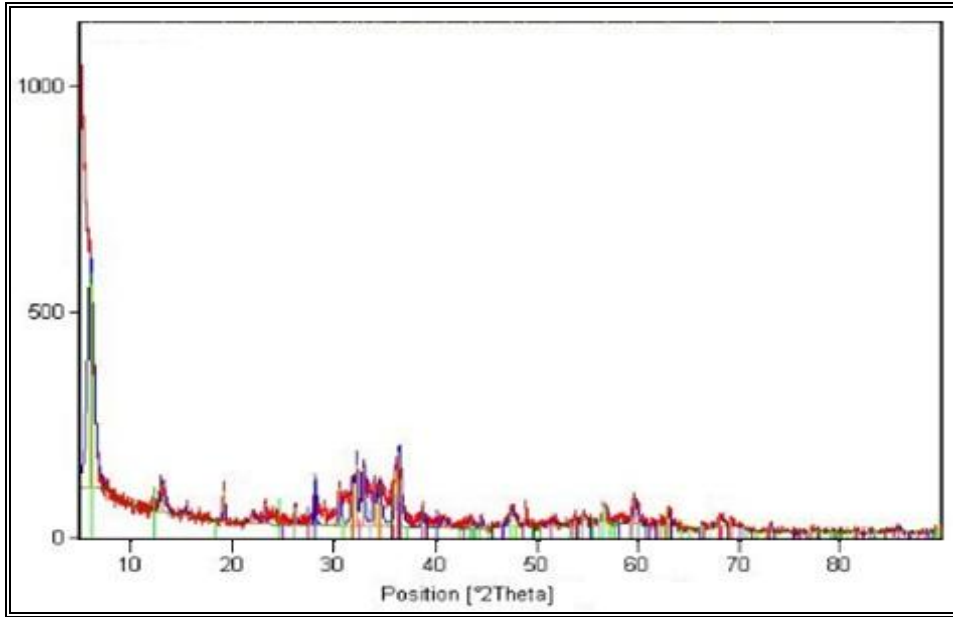
3308.47 cm^{-1} 'deki bant O-H gerilme titreşimlerini göstermektedir. 1635.27 cm^{-1} 'deki bant bileşiğin kristal suyu içermesinden dolayı olan H-O-H gruplarının bükülme titreşimlerini göstermektedir (Şekil 6.8).

Boraks dekahidratın SEM görüntüsü Şekil 6.9'daki gibidir. Boraks dekahidratın partikül boyutları, 2.13-10.71 μm aralığında değişmektedir.



Şekil 6.9 Boraks dekahidratın SEM görüntüsü

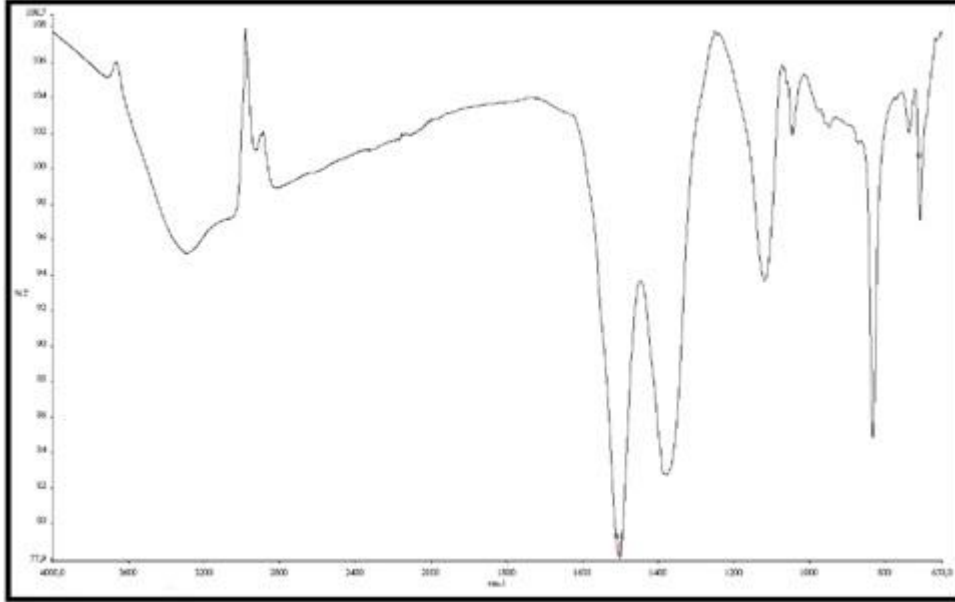
Çinko karbonatın özellikleri 0-80° aralığında değişen difraksiyon açılarında gerçekleştirilen X-Işını analiziyle incelenmiştir (Şekil 6.10).



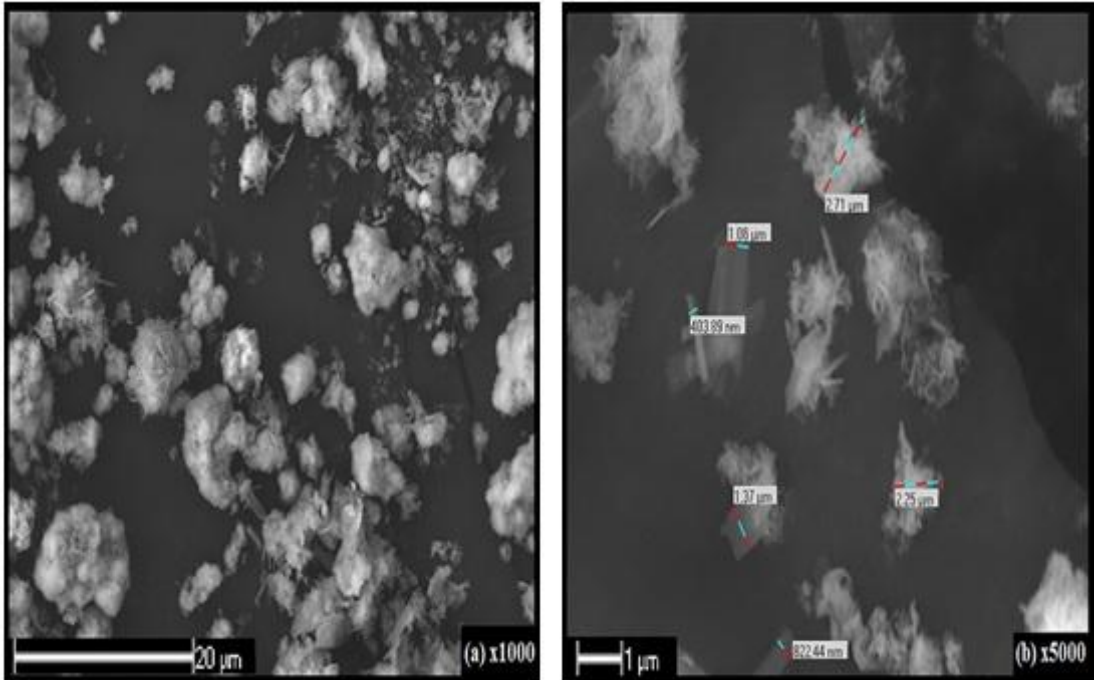
Şekil 6.10 Çinko karbonatın XRD diyagramı

3286.90-2807.11 cm^{-1} 'deki bantlar O-H gerilme titreşimlerini göstermektedir. 1376.43 cm^{-1} ve 833.42 cm^{-1} 'deki bantlar üç yüzlü (BO_3) borat gruplarının asimetrik gerilme titreşimlerini göstermektedir. 1045.54 ve 1118.09 cm^{-1} 'deki pikler dört yüzlü (BO_4)

borat gruplarının asimetric ve simetric gerilme titreşimlerini göstermektedir. 708.25-737.50 cm^{-1} 'deki pikler üç yüzlü (BO_3) borat gruplarının düzlem dışı bükülme titreşimlerini göstermektedir (Şekil 6.11).

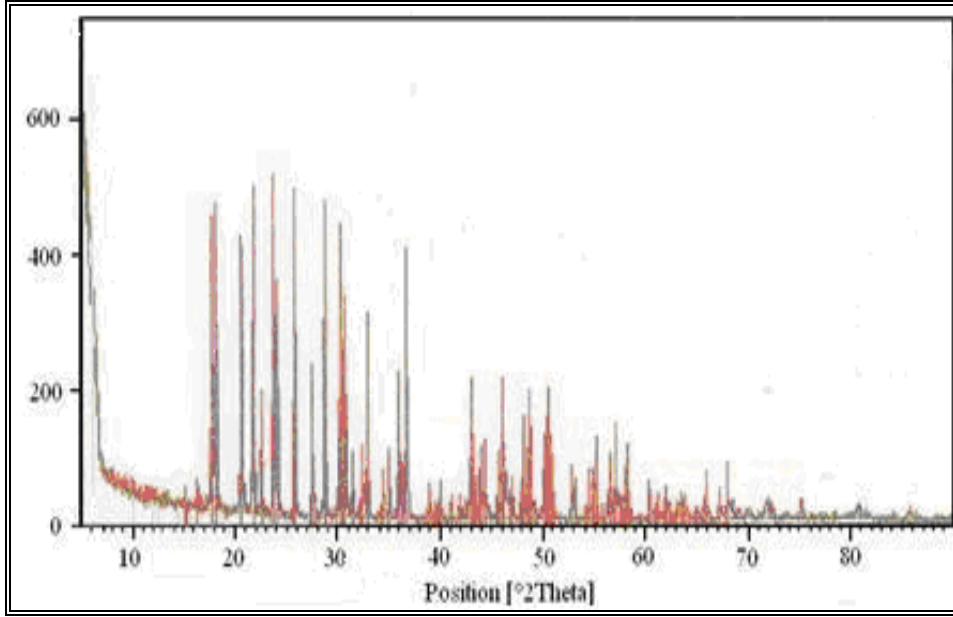


Şekil 6.11 Çinko karbonatın FT-IR spektrumu



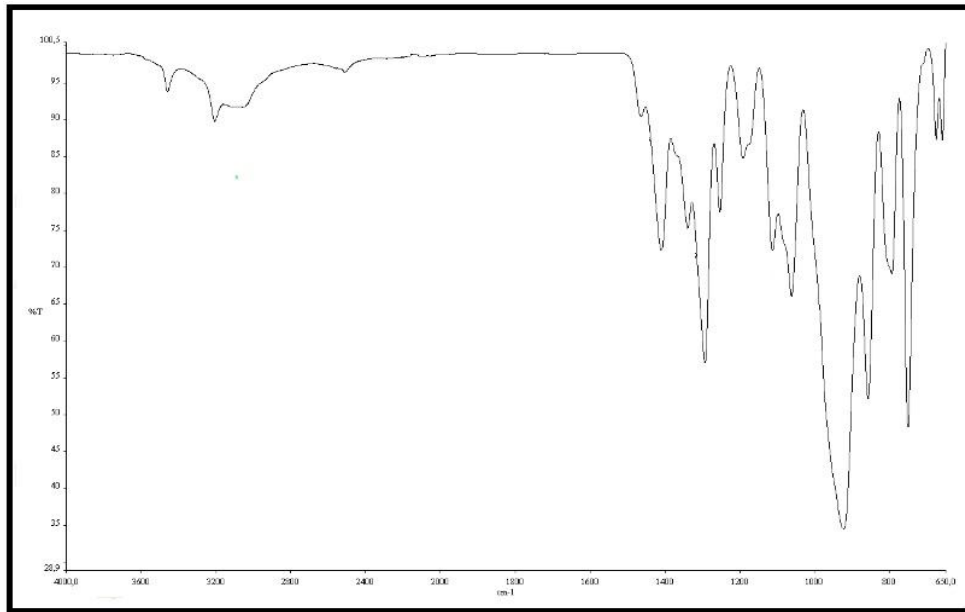
Şekil 6.12 Çinko karbonatın SEM görüntüsü

Çinko karbonatın SEM görüntüsü Şekil 6.12'deki gibidir. Çinko karbonatın SEM ölçüm sonuçlarına göre partikül boyutları, 403.89 nm-2.71 µm aralığında değişmektedir.



Şekil 6.13 Referans Çinko Boratın XRD diyagramı

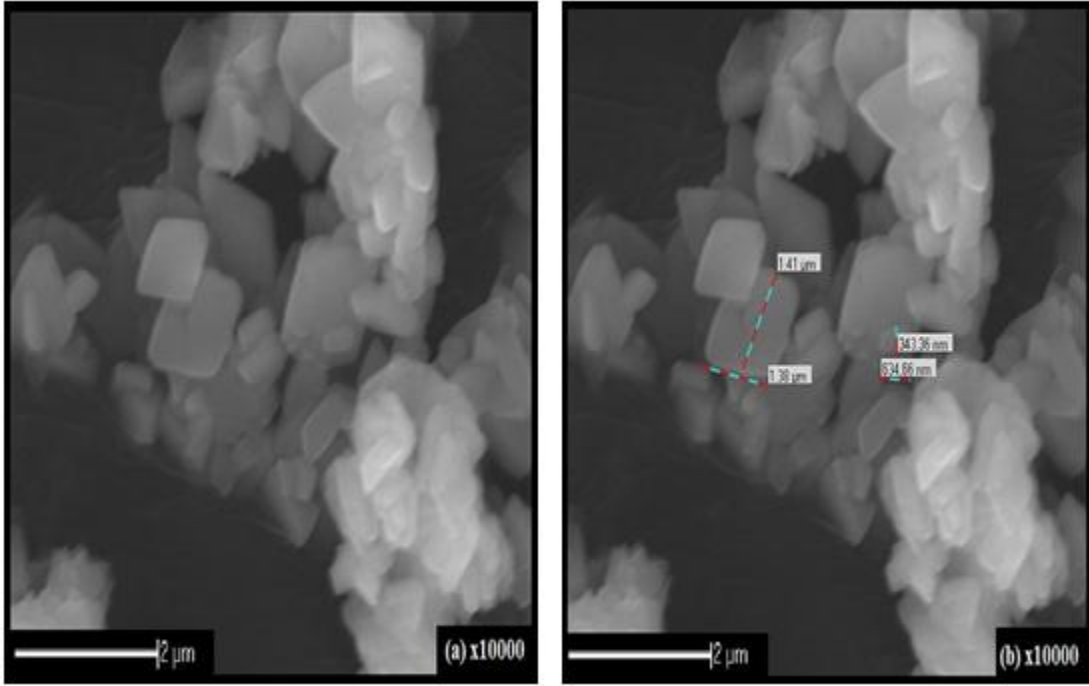
Referans Çinko Boratın özellikleri 0-80° aralığında değişen difraksiyon açılarında gerçekleştirilen X-Işını analiziyle incelenmiştir (Şekil 6.13).



Şekil 6.14 Referans Çinko Boratın FT-IR spektrumu

3206.19-3458.98 cm^{-1} 'deki bantlar O-H gerilme titreşimlerini göstermektedir. 2509.56 cm^{-1} 'deki bant hidrojen bağlı O-H gerilme titreşimlerini göstermektedir. 1293.09-

1463.73 cm^{-1} aralığındaki ve 857.49-922.66 cm^{-1} 'deki bantlar üç yüzlü (BO_3) borat gruplarının asimetrik gerilme titreşimlerini göstermektedir. 1253.08 cm^{-1} 'deki bant B-O-H gruplarının düzlem içi bükülme titreşimlerini göstermektedir. 1061.93-1191.54 cm^{-1} aralığındaki ve 793.23-857.49 cm^{-1} 'deki pikler dört yüzlü (BO_4) borat gruplarının asimetrik ve simetrik gerilme titreşimlerini göstermektedir. 750.99 cm^{-1} 'deki pik üç yüzlü (BO_3) borat gruplarının düzlem dışı bükülme titreşimlerini göstermektedir (Şekil 6.14).



Şekil 6.15 Referans Çinko Boratın SEM görüntüsü

Referans Çinko Boratın SEM görüntüleri Şekil 6.15'deki gibidir. Referans Çinko Boratın partikül boyutları, 343.36 nm-1.41 μm aralığında değişmektedir.

Referans Çinko Boratın kimyasal analiz sonucu ve formülü Çizelge 6.1'deki gibidir.

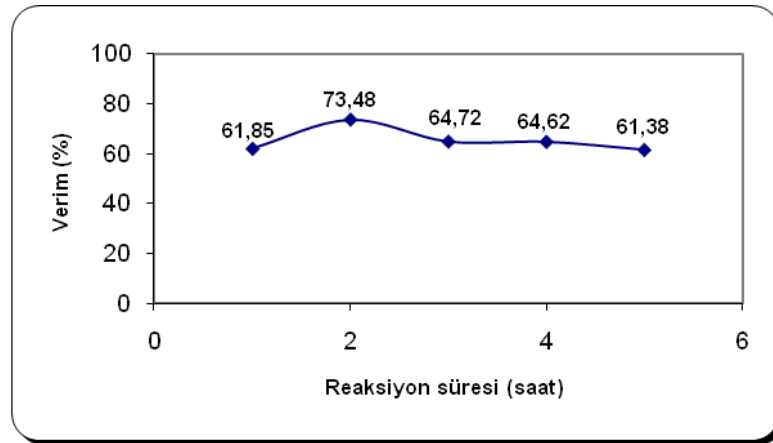
Çizelge 6.1 Referans Çinko Borat için B_2O_3 -ZnO- H_2O miktarları

B_2O_3 (%)	ZnO (%)	H_2O (%)	Formül
47.46	39.21	13.33	$2.1\text{ZnO}.3\text{B}_2\text{O}_3.3.2\text{H}_2\text{O}$

6.2 Isıtıcıli Manyetik Karıştırıcı Kullanarak Referans Borik Asit ve Çinko Karbonat ile Hidrofilik Çinko Borat Üretimi

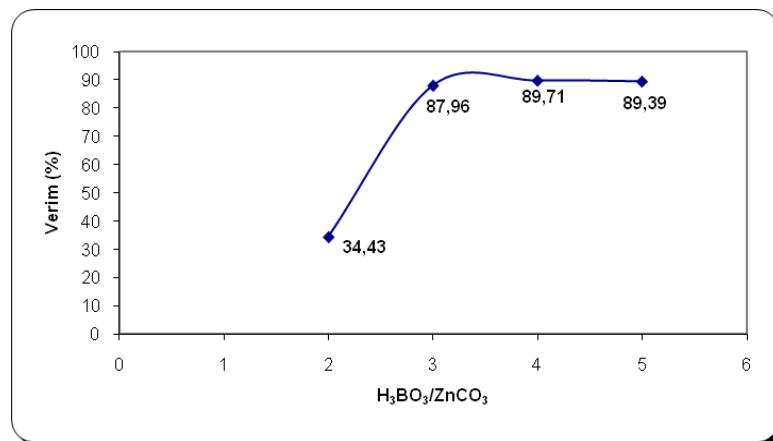
6.2.1 Proses Parametrelerinin Ürün Verimi Üzerine Etkisi

Referans borik asit ve çinko karbonattan, üretilen hidrofilik Çinko Borat reaksiyonu için reaksiyon süresinin ürün verimi üzerine etkisi Şekil 6.16'daki gibidir. 1-5 saat aralığında yapılan deneyler sonucunda optimum verimin, 2 saatlik reaksiyonda elde edildiği görülmektedir.



Şekil 6.16 Reaksiyon süresinin ürün verimi üzerine etkisi (Deney koşulları: % 0.5 aşı, 95°C, $H_3BO_3:ZnCO_3$: [3:1], 500 rpm)

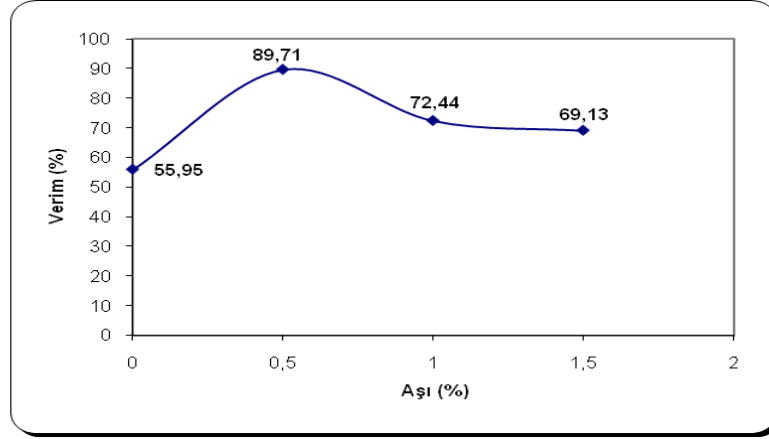
Referans borik asit ve çinko karbonattan, üretilen hidrofilik Çinko Borat reaksiyonu için reaktan oranının ürün verimi üzerine etkisi Şekil 6.17'deki gibidir.



Şekil 6.17 Reaktan oranının ürün verimi üzerine etkisi (Deney koşulları: 2 saat, % 0.5 aşı, 95°C, 500 rpm)

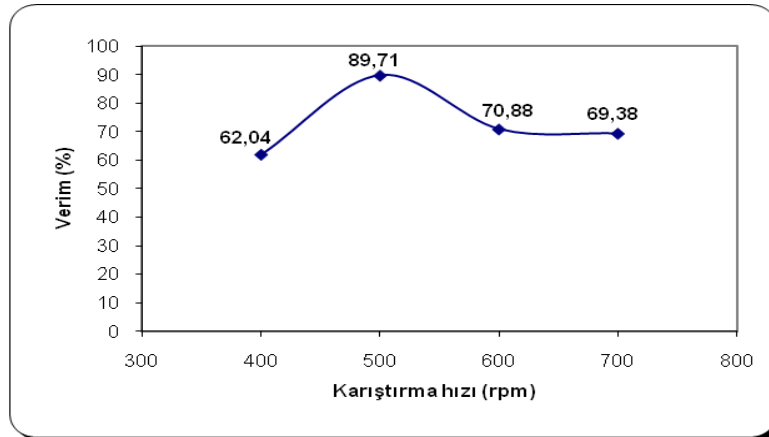
$H_3BO_3:ZnCO_3$ oranı [2:1]-[5:1] aralığında yapılan deneyler sonucunda optimum verimin, [4:1] reaktan oranında elde edildiği görülmektedir.

Referans borik asit ve çinko karbonattan, üretilen hidrofilik Çinko Borat reaksiyonu için aşı miktarının ürün verimi üzerine etkisi Şekil 6.18'deki gibidir. % 0-1.5 aşı miktarı aralığında yapılan deneyler sonucunda optimum verimin, % 0.5 oranında aşı kullanıldığında elde edildiği görülmektedir.



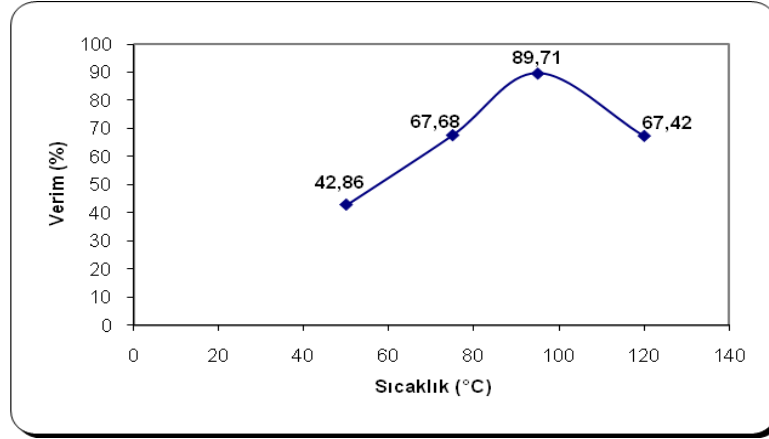
Şekil 6.18 Aşı miktarının ürün verimi üzerine etkisi (Deney koşulları: 2 saat, $H_3BO_3:ZnCO_3$: [4:1], 95°C, 500 rpm)

Referans borik asit ve çinko karbonattan, üretilen hidrofilik Çinko Borat reaksiyonu için karıştırma hızının ürün verimi üzerine etkisi Şekil 6.19'daki gibidir. 400-700 rpm karıştırma hızı aralığında yapılan deneyler sonucunda optimum verimin, 500 rpm'de elde edildiği görülmektedir.



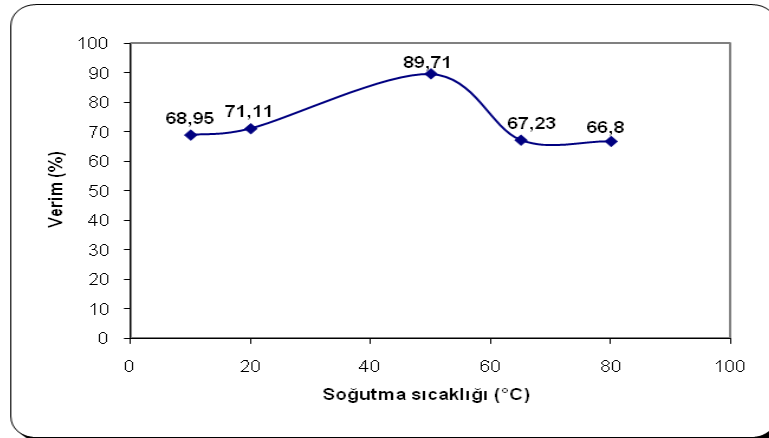
Şekil 6.19 Karıştırma hızının ürün verimi üzerine etkisi (Deney koşulları: 2 saat, $H_3BO_3:ZnCO_3$: [4:1], % 0.5 aşı, 95°C)

Referans borik asit ve çinko karbonattan, üretilen hidrofilik Çinko Borat reaksiyonu için sıcaklığın ürün verimi üzerine etkisi Şekil 6.20'deki gibidir. 50-120°C aralığında yapılan deneyler sonucunda optimum verimin, 95°C sıcaklıkta elde edildiği görülmektedir.



Şekil 6.20 Sıcaklığın ürün verimi üzerine etkisi (Deney koşulları: 2 saat, % 0.5 aş, 500 rpm, $H_3BO_3:ZnCO_3$: [4:1])

Referans borik asit ve çinko karbonattan, üretilen hidrofilik Çinko Borat reaksiyonu için soğutma sıcaklığının, ürün verimi üzerine etkisi Şekil 6.21'deki gibidir. 10-80°C soğutma sıcaklığı aralığında yapılan deneyler sonucunda optimum verimin, 50°C'de elde edildiği görülmektedir.

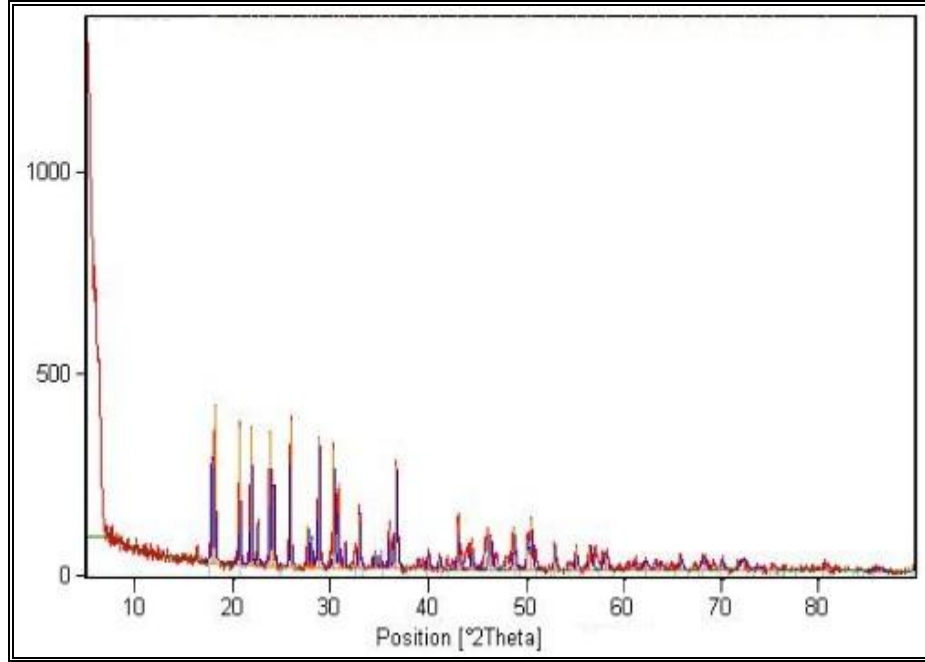


Şekil 6.21 Soğutma sıcaklığının ürün verimi üzerine etkisi (Deney koşulları: 2 saat, $H_3BO_3:ZnCO_3$: [4:1], % 0.5 aş, 95°C, 500 rpm)

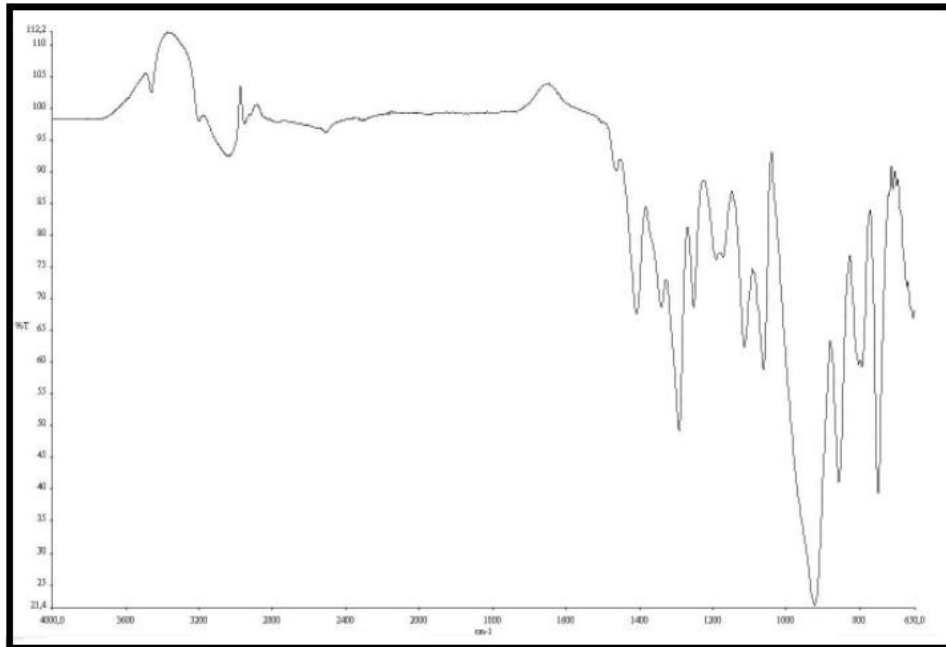
6.2.2 Üretilen Hidrofilik Çinko Boratın Karakterizasyonu

Referans borik asit ve çinko karbonattan, üretilen hidrofilik Çinko Boratın özellikleri 0-80° aralığında değişen difraksiyon açılarında gerçekleştirilen X-ışını analiziyle

incelenmiştir (Şekil 6.22). XRD diyagramına göre, üretilen hidrofilik Çinko Boratın % 100'lük pikinin yaklaşık olarak 28.80° difraksiyon açısında olduğu görülmektedir.

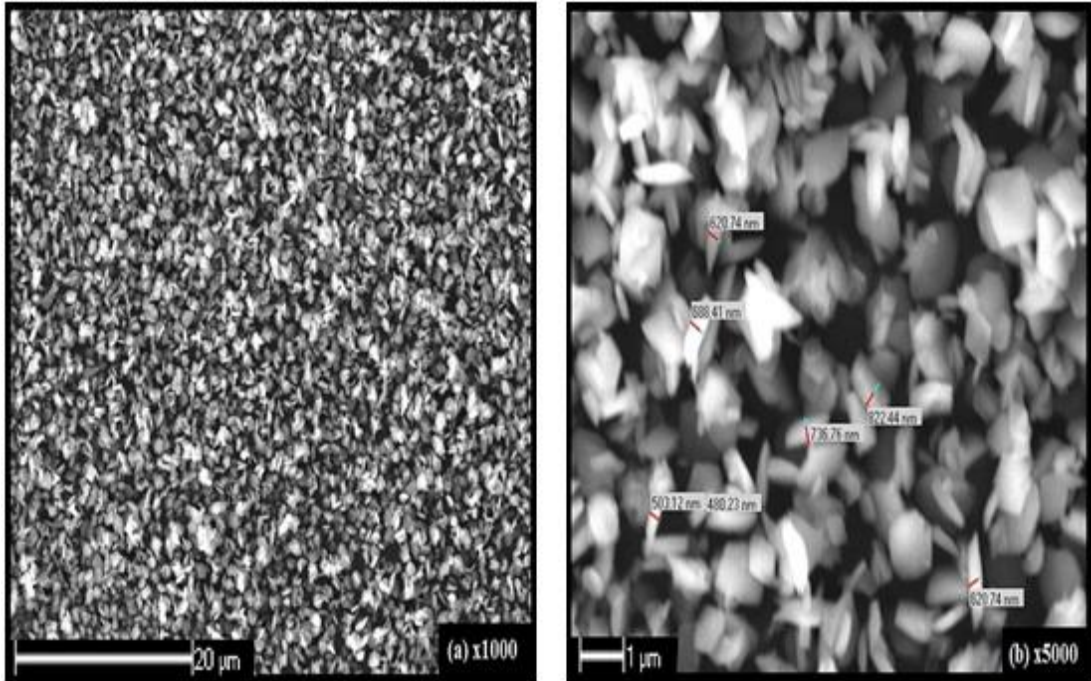


Şekil 6.22 Referans borik asit ve çinko karbonattan üretilen hidrofilik Çinko Boratın XRD diyagramı (Deney koşulları: 2 saat, 500 rpm, H_3BO_3 : $ZnCO_3$: [4:1], % 0.5 aşı, 95°C)



Şekil 6.23 Referans borik asit ve çinko karbonattan üretilen hidrofilik Çinko Boratın FT-IR spektrumu (Deney koşulları: 2 saat, 95°C, H_3BO_3 : $ZnCO_3$: [4:1], % 0.5 aşı, 500 rpm)

2951.70-3459.04 cm^{-1} 'deki bantlar O-H gerilme titreşimlerini göstermektedir. 2507.71 cm^{-1} 'deki bant hidrojen bağlı O-H gerilme titreşimlerini göstermektedir. 1292.28-1461.95 cm^{-1} aralığındaki ve 857.77-923.25 cm^{-1} 'deki bantlar üç yüzlü (BO_3) borat gruplarının asimetric gerilme titreşimlerini göstermektedir. 1252.06 cm^{-1} 'deki bant B-O-H gruplarının düzlem içi bükülme titreşimlerini göstermektedir. 1062.09-1191.22 cm^{-1} aralığındaki ve 793.90 cm^{-1} 'deki pikler dört yüzlü (BO_4) borat gruplarının asimetric ve simetric gerilme titreşimlerini göstermektedir. 709.28-750.58 cm^{-1} 'deki pikler üç yüzlü (BO_3) borat gruplarının düzlem dışı bükülme titreşimlerini göstermektedir (Şekil 6.23).



Şekil 6.24 Referans borik asit ve çinko karbonattan üretilen hidrofilik Çinko Boratın SEM görüntüsü (Deney koşulları: 2 saat, H_3BO_3 : ZnCO_3 : [4:1], % 0.5 aş, 95°C, 500 rpm)

Referans borik asit ve çinko karbonattan üretilen hidrofilik Çinko Boratın SEM görüntüsü Şekil 6.24'deki gibidir. Üretilen Çinko Boratın partikül boyutları, 480.23-822.44 nm aralığında değişmektedir.

6.2.3 Üretilen Hidrofilik Çinko Borat İçin Kimyasal Analiz Sonuçları

Referans borik asit kullanılarak gerçekleştirilen deneyin koşulları ve üretilen Çinko Borat numunesinin B_2O_3 - ZnO - H_2O miktarları sırasıyla Çizelge 6.2 ve 6.3'de gösterilmektedir.

Çizelge 6.2 Referans borik asit kullanılarak gerçekleştirilen deney koşulları

Deney No	Deney Koşulları
1	H ₃ BO ₃ : ZnCO ₃ : [4:1], 2 saat, % 0.5 aşı, 25 ml su, 500 rpm, 95°C

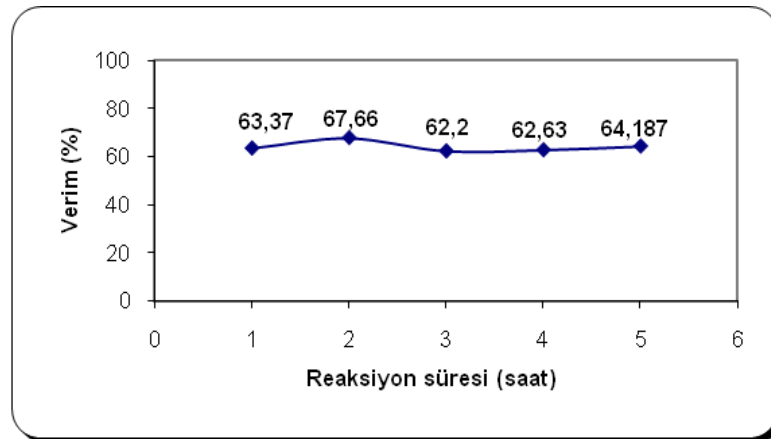
Çizelge 6.3 Referans borik asit kullanılarak üretilen hidrofilik Çinko Borat numunesinin B₂O₃-ZnO-H₂O miktarları

Deney No	B ₂ O ₃ (%)	ZnO (%)	H ₂ O (%)	Formül
1	44.22	26.76	29.02	1.6ZnO.3B ₂ O ₃ .7.6H ₂ O

6.3 Isıtıcıli Manyetik Karıştırıcı Kullanarak Referans Borik Asit ve Çinko Karbonat ile Hidrofobik Çinko Borat Üretimi

6.3.1 Proses Parametrelerinin Ürün Verimi Üzerine Etkisi

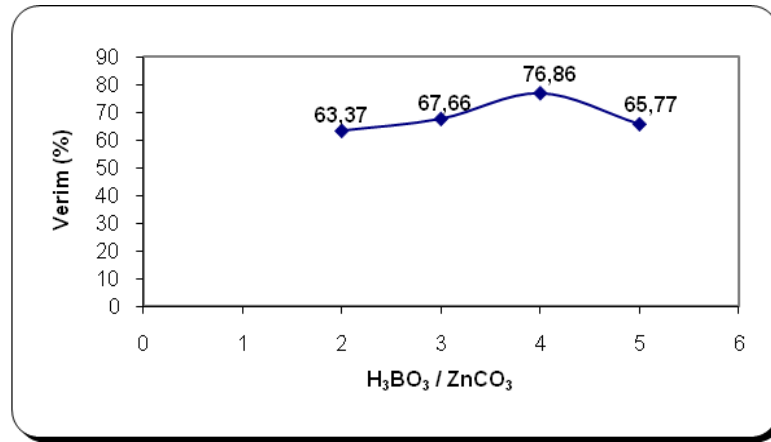
Referans borik asit ve çinko karbonattan, üretilen hidrofobik Çinko Borat reaksiyonu için reaksiyon süresinin ürün verimi üzerine etkisi Şekil 6.25'deki gibidir. 1-5 saat aralığında yapılan deneyler sonucunda optimum verimin, 2 saatlik reaksiyonda elde edildiği görülmektedir.



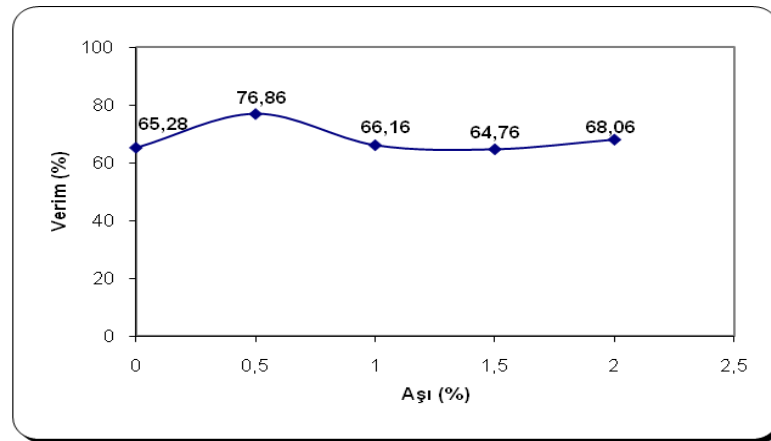
Şekil 6.25 Reaksiyon süresinin ürün verimi üzerine etkisi (Deney koşulları: % 0.5 aşı, H₃BO₃:ZnCO₃ : [3:1], % 3 PG, 2 ml İPA, 95°C, 500 rpm)

Referans borik asit ve çinko karbonattan, üretilen hidrofobik Çinko Borat reaksiyonu için reaktan oranının ürün verimi üzerine etkisi Şekil 6.26'daki gibidir. $H_3BO_3:ZnCO_3$ oranı [2:1]-[5:1] aralığında yapılan deneyler sonucunda, optimum verimin, [4:1] reaktan oranında elde edildiği görülmektedir.

Referans borik asit ve çinko karbonattan, üretilen hidrofobik Çinko Borat reaksiyonu için aşı miktarının ürün verimi üzerine etkisi Şekil 6.27'deki gibidir. % 0-2 aşı miktarı aralığında yapılan deneyler sonucunda optimum verimin, % 0.5 oranında aşı kullanıldığında elde edildiği görülmektedir.



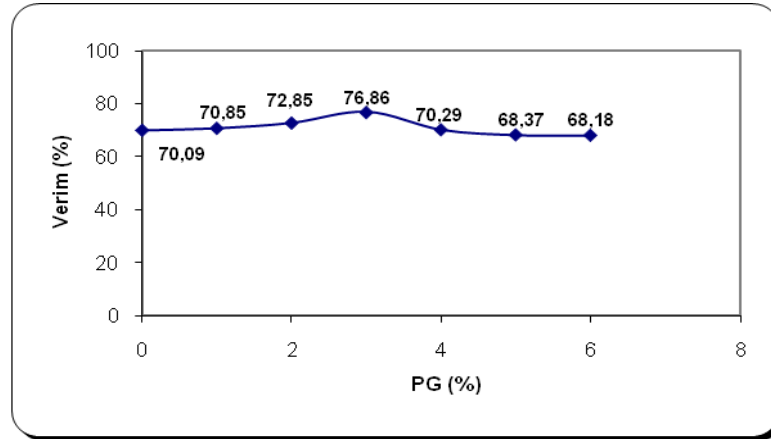
Şekil 6.26 Reaktan oranının ürün verimi üzerine etkisi (Deney koşulları: 2 saat, % 0.5 aşı, % 3 PG, 2 ml İPA, 95°C, 500 rpm)



Şekil 6.27 Aşı miktarının ürün verimi üzerine etkisi (Deney koşulları: 2 saat, $H_3BO_3:ZnCO_3$: [4:1], % 3 PG, 2 ml İPA, 95°C, 500 rpm)

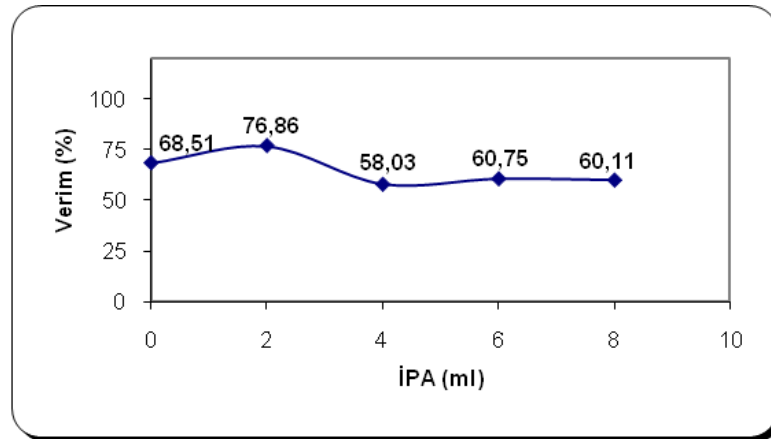
Referans borik asit ve çinko karbonattan, üretilen hidrofobik Çinko Borat reaksiyonu için modifiye ajan propilen glikol (PG) miktarının ürün verimi üzerine etkisi Şekil

6.28'deki gibidir. % 0-6 PG aralığında yapılan deneyler sonucunda optimum verimin, % 3 PG miktarında elde edildiği görülmektedir.



Şekil 6.28 Modifiye ajan (PG) miktarının ürün verimi üzerine etkisi (Deney koşulları: 2 saat, $H_3BO_3:ZnCO_3$: [4:1], % 0.5 aşı, 2 ml İPA, 95°C, 500 rpm)

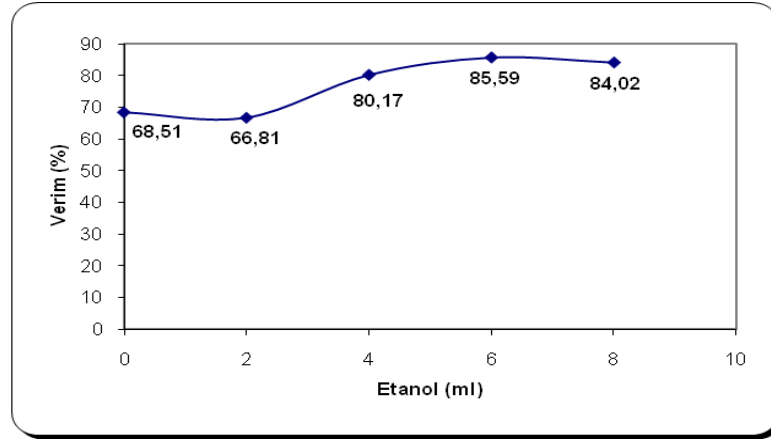
Referans borik asit ve çinko karbonattan, üretilen hidrofobik Çinko Borat reaksiyonu için çözücü izopropil alkol (İPA) miktarının ürün verimi üzerine etkisi Şekil 6.29'deki gibidir. 0-8 ml İPA aralığında yapılan deneyler sonucunda optimum verimin, 2 ml İPA kullanıldığında elde edildiği görülmektedir.



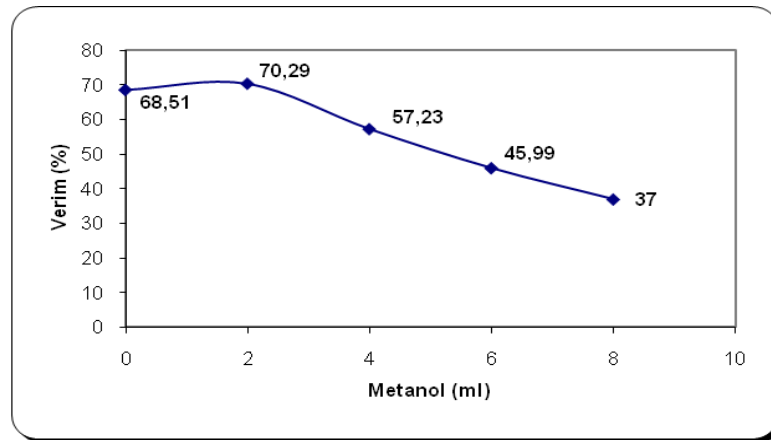
Şekil 6.29 Çözücü (İPA) miktarının ürün verimi üzerine etkisi (Deney koşulları: 2 saat, $H_3BO_3:ZnCO_3$: [4:1], % 0.5 aşı, % 3 PG, 95°C, 500 rpm)

Referans borik asit ve çinko karbonattan, üretilen hidrofobik Çinko Borat reaksiyonu için çözücü (etanol) miktarının ürün verimi üzerine etkisi Şekil 6.30'daki gibidir. 0-8 ml etanol aralığında yapılan deneyler sonucunda optimum verimin, 6 ml etanol kullanıldığında elde edildiği görülmektedir.

Referans borik asit ve çinko karbonattan, üretilen hidrofobik Çinko Borat reaksiyonu için çözücü (metanol) miktarının ürün verimi üzerine etkisi Şekil 6.31'deki gibidir. 0-8 ml metanol aralığında yapılan deneyler sonucunda optimum verimin, 2 ml metanol kullanıldığında elde edildiği görülmektedir.



Şekil 6.30 Çözücü (etanol) miktarının ürün verimi üzerine etkisi (Deney koşulları: 2 saat, $H_3BO_3:ZnCO_3$: [4:1], % 0.5 aşu, % 3 PG, 95°C, 500 rpm)

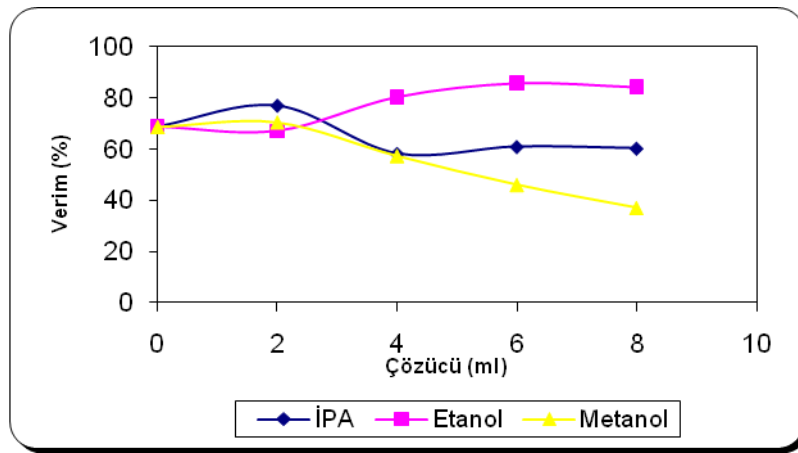


Şekil 6.31 Çözücü (metanol) miktarının ürün verimi üzerine etkisi (Deney koşulları: 2 saat, $H_3BO_3:ZnCO_3$: [4:1], % 0.5 aşu, % 3 PG, 95°C, 500 rpm)

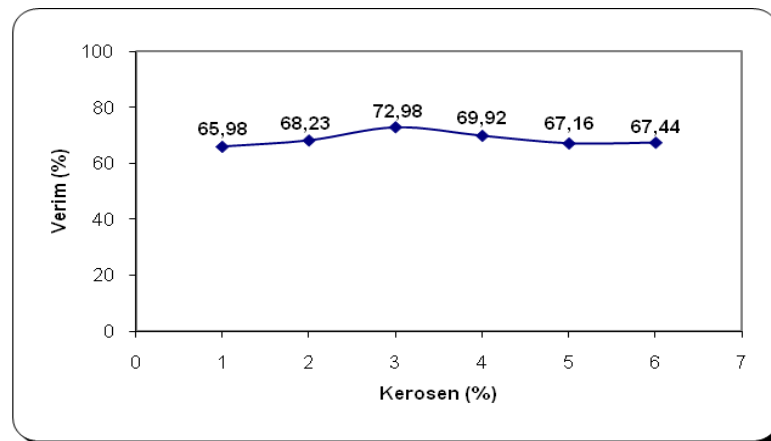
Farklı (İPA, etanol, metanol) çözücü miktarlarıyla, optimum verimin sağlandığı % 3 PG miktarı kullanılarak çözücü miktarının ürün verimi üzerine etkisi Şekil 6.32'de gösterilmektedir. 2 ml çözücü miktarında İPA'nın daha yüksek verim sağladığı onu sırasıyla metanol ve etanolun izlediği görülmektedir. Ancak çözücü miktarının artmasından sonra en yüksek verimin etanol ile elde edildiği, onu sırasıyla İPA ve metanolun izlediği görülmektedir. 2 ml çözücü miktarıyla diğer çözücü miktarlarındaki

verim incelenecek olursa; 2 ml çözücü miktarında optimum ürün veriminin % 76.86 değeriyle İPA’da, çözücü miktarının artmasıyla optimum verimin 6 ml etanolde % 85.59 değeriyle elde edildiği görülmektedir. Genel anlamda da en yüksek verim % 85.59 değeriyle etanolde ve en düşük verim % 37 değeriyle metanolde elde edildiği görülmektedir.

Referans borik asit ve çinko karbonattan, üretilen hidrofobik Çinko Borat reaksiyonu için modifiye ajan (kerosen) miktarının, ürün verimi üzerine etkisi Şekil 6.33’deki gibidir. % 0-6 kerosen aralığında yapılan deneyler sonucunda optimum verimin, % 3 kerosen miktarında elde edildiği görülmektedir.

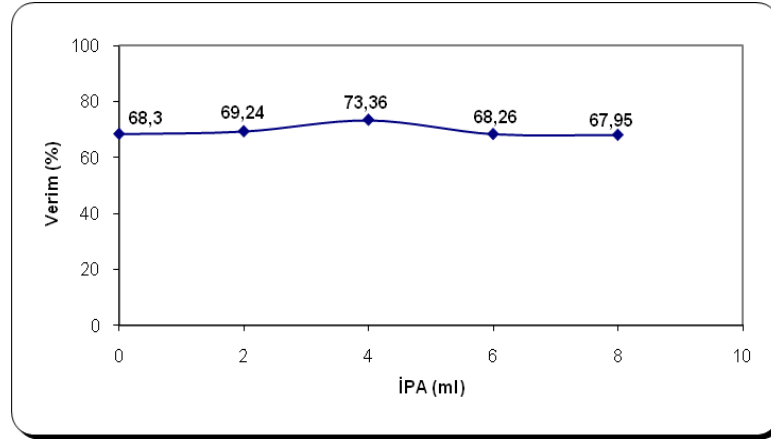


Şekil 6.32 PG-Farklı (İPA, etanol, metanol) çözücü miktarlarının ürün verimi üzerine etkisi (Deney koşulları: 2 saat, $H_3BO_3:ZnCO_3$: [4:1], % 0.5 aşı, % 3 PG, 95°C, 500 rpm)

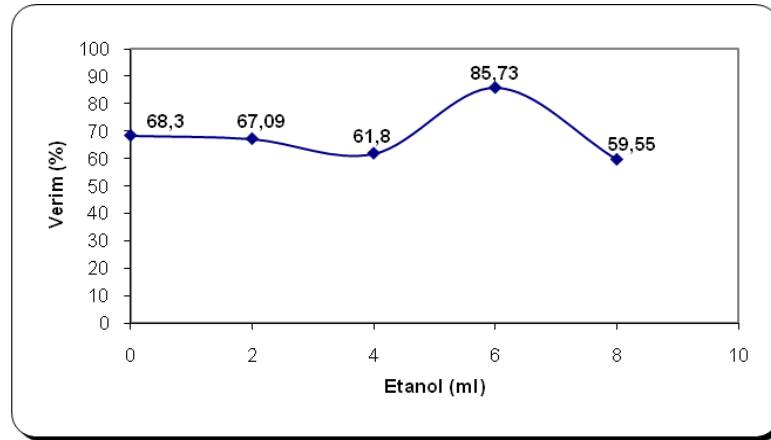


Şekil 6.33 Modifiye ajan (kerosen) miktarının ürün verimi üzerine etkisi (Deney koşulları: 2 saat, $H_3BO_3:ZnCO_3$: [4:1], % 0.5 aşı, 2 ml İPA, 95°C, 500 rpm)

Referans borik asit ve çinko karbonattan üretilen hidrofobik Çinko Borat reaksiyonu için çözücü (İPA) miktarının ürün verimi üzerine etkisi Şekil 6.34'deki gibidir. 0-8 ml İPA aralığında yapılan deneyler sonucunda optimum verimin, 4 ml İPA kullanıldığında elde edildiği görülmektedir.



Şekil 6.34 Çözücü (İPA) miktarının ürün verimi üzerine etkisi (Deney koşulları: 2 saat, $H_3BO_3:ZnCO_3$: [4:1], % 0.5 aşı, % 3 kerosen, 95°C, 500 rpm)

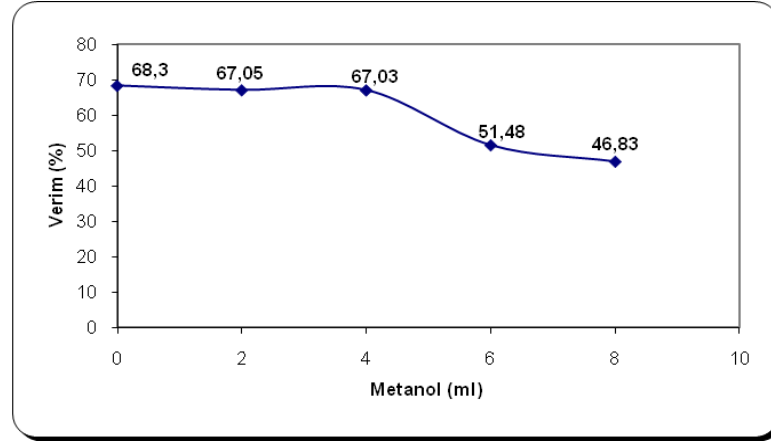


Şekil 6.35 Çözücü (etanol) miktarının ürün verimi üzerine etkisi (Deney koşulları: 2 saat, $H_3BO_3:ZnCO_3$: [4:1], % 0.5 aşı, % 3 kerosen, 95°C, 500 rpm)

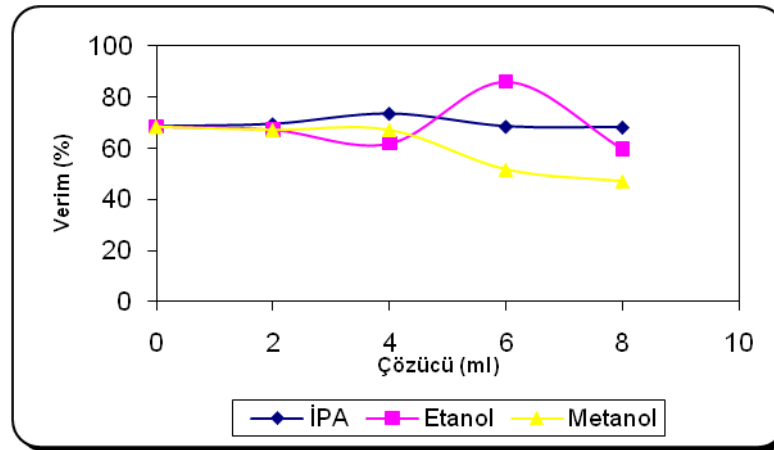
Referans borik asit ve çinko karbonattan, üretilen hidrofobik Çinko Borat reaksiyonu için çözücü (etanol) miktarının ürün verimi üzerine etkisi Şekil 6.35'deki gibidir. 0-8 ml etanol aralığında yapılan deneyler sonucunda optimum verimin, 6 ml etanol kullanıldığında elde edildiği görülmektedir.

Referans borik asit ve çinko karbonattan, üretilen hidrofobik Çinko Borat reaksiyonu için çözücü (metanol) miktarının ürün verimi üzerine etkisi Şekil 6.36'daki gibidir.

0-8 ml metanol aralığında yapılan deneyler sonucunda optimum verimin, 2 ml metanol kullanıldığında elde edildiği görülmektedir.



Şekil 6.36 Çözücü (metanol) miktarının ürün verimi üzerine etkisi (Deney koşulları: 2 saat, $H_3BO_3:ZnCO_3$: [4:1], % 0.5 aşı, % 3 kerosen, 95°C, 500 rpm)

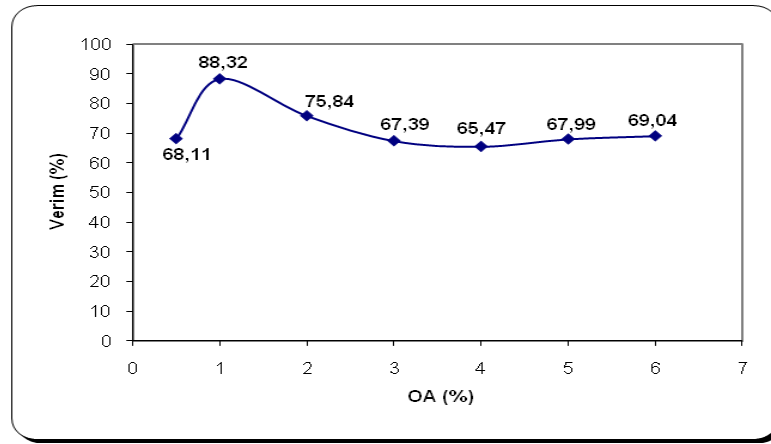


Şekil 6.37 Kerosen-Farklı (İPA, etanol, metanol) çözücü miktarlarının ürün verimi üzerine etkisi (Deney koşulları: 2 saat, $H_3BO_3:ZnCO_3$: [4:1], % 0.5 aşı, % 3 kerosen, 95°C, 500 rpm)

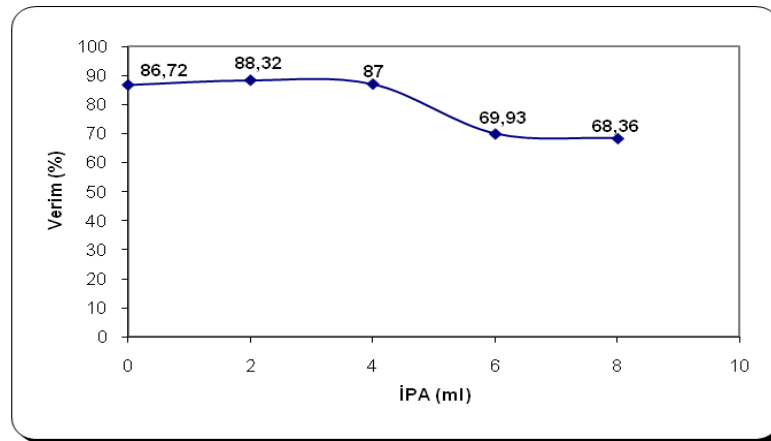
Farklı (İPA, etanol, metanol) çözücü miktarlarıyla, optimum verimin sağlandığı % 3 kerosen miktarı kullanılarak çözücü miktarının ürün verimi üzerine etkisi Şekil 6.37'de gösterilmektedir. 4 ml çözücü miktarından sonra ürün veriminde belirgin bir değişiklik olduğu ve bu değişikliğin her nokta için farklılık gösterdiği görülmektedir. Yani 4 ml çözücü miktarında optimum ürün veriminin % 73.36 değeriyle İPA'da elde edildiği, daha sonra onu sırasıyla metanol ve etanolün izlediği görülmüştür. 6 ml çözücü miktarında ise optimum ürün veriminin % 85.73 değeriyle etanolde elde edildiği, sonra

onu sırasıyla İPA ve metanolün izlediği görülmüştür. Son olarak 8 ml çözücü miktarında optimum ürün veriminin % 67.95 değeriyle İPA’da elde edildiği, sonra onu sırasıyla etanol ve metanolün izlediği görülmüştür. Genel anlamda da en yüksek verim % 85.73 değeriyle etanolde ve en düşük verim % 46.83 değeriyle metanolde elde edilmektedir.

Referans borik asit ve çinko karbonattan, üretilen hidrofobik Çinko Borat reaksiyonu için modifiye ajan oleik asit (O.A) miktarının ürün verimi üzerine etkisi Şekil 6.38’deki gibidir. % 0.5-6 O.A aralığında yapılan deneyler sonucunda optimum verimin, % 1 O.A miktarında elde edildiği görülmektedir.



Şekil 6.38 Modifiye ajan (O.A) miktarının ürün verimi üzerine etkisi (Deney koşulları: 2 saat, $H_3BO_3:ZnCO_3$: [4:1], % 0.5 aşı, 2 ml İPA, 95°C, 500 rpm)



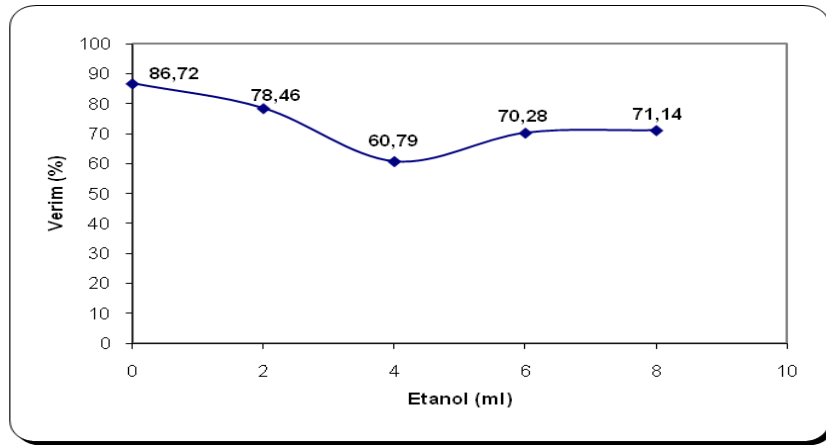
Şekil 6.39 Çözücü (İPA) miktarının ürün verimi üzerine etkisi (Deney koşulları: 2 saat, $H_3BO_3:ZnCO_3$: [4:1], % 0.5 aşı, % 1 O.A, 95°C, 500 rpm)

Referans borik asit ve çinko karbonattan, üretilen hidrofobik Çinko Borat reaksiyonu için çözücü (İPA) miktarının ürün verimi üzerine etkisi Şekil 6.39’daki gibidir. 0-8 ml İPA

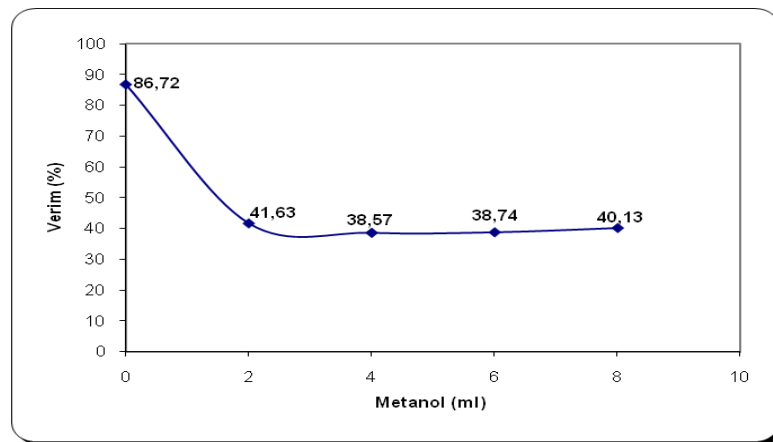
aralığında yapılan deneyler sonucunda optimum verimin, 2 ml İPA kullanıldığında elde edildiği görülmektedir.

Referans borik asit ve çinko karbonattan, üretilen hidrofobik Çinko Borat reaksiyonu için çözücü (etanol) miktarının ürün verimi üzerine etkisi Şekil 6.40'daki gibidir. 0-8 ml etanol aralığında yapılan deneyler sonucunda optimum verimin, 2 ml etanol kullanıldığında elde edildiği görülmektedir.

Referans borik asit ve çinko karbonattan, üretilen hidrofobik Çinko Borat reaksiyonu için çözücü (metanol) miktarının ürün verimi üzerine etkisi Şekil 6.41'deki gibidir. 0-8 ml metanol aralığında yapılan deneyler sonucunda optimum verimin, 2 ml metanol kullanıldığında elde edildiği görülmektedir.

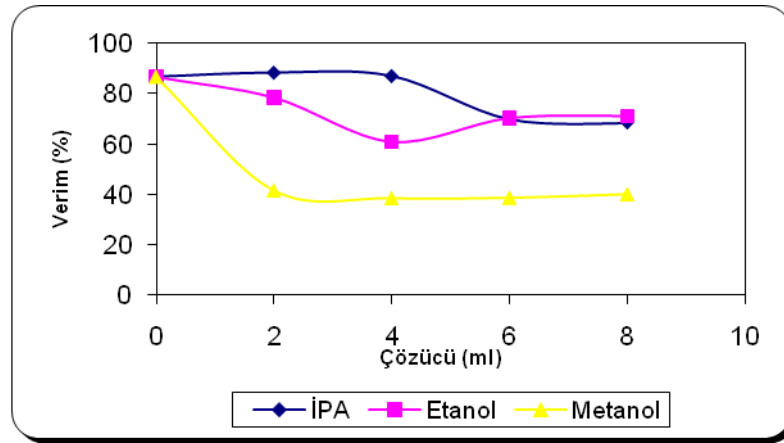


Şekil 6.40 Çözücü (etanol) miktarının ürün verimi üzerine etkisi (Deney koşulları: 2 saat, $H_3BO_3:ZnCO_3$: [4:1], % 0.5 aşı, % 1 O.A, 95°C, 500 rpm)

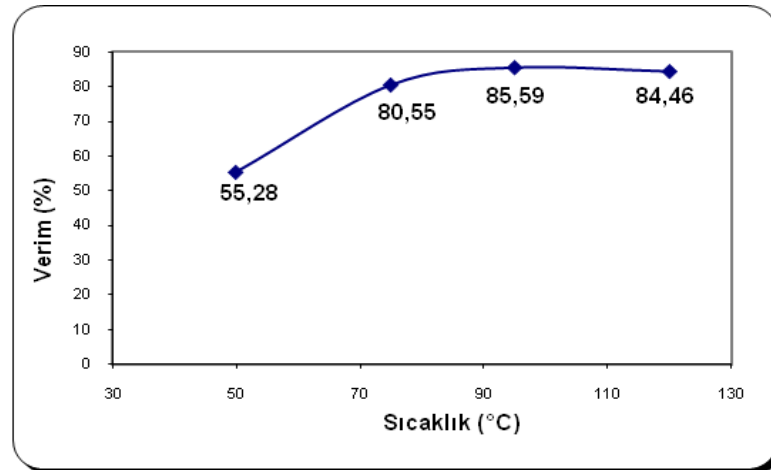


Şekil 6.41 Çözücü (metanol) miktarının ürün verimi üzerine etkisi (Deney koşulları: 2 saat, $H_3BO_3:ZnCO_3$: [4:1], % 0.5 aşı, % 1 O.A, 95°C, 500 rpm)

Farklı (İPA, etanol, metanol) çözücü miktarlarıyla, optimum verimin sağlandığı % 1 O.A miktarı kullanılarak çözücü miktarının ürün verimi üzerine etkisi Şekil 6.42’de gösterilmektedir. 6 ml çözücü miktarında çözücü seçiminde dönüm noktası kabul edilebilir. Çünkü 6 ml çözücü miktarına kadar en yüksek ürün veriminin İPA’da ve ondan sonra sırasıyla etanol ve metanolde elde edildiği görülmektedir. 6 ml çözücü miktarından sonra ise en yüksek verimin etanolde ve ondan sonra sırasıyla İPA ve metanolde elde edildiği görülmektedir. Genel anlamda da en yüksek verim % 88.32 değeriyle İPA’da ve en düşük verim % 38.57 değeriyle metanolde elde edilmektedir.



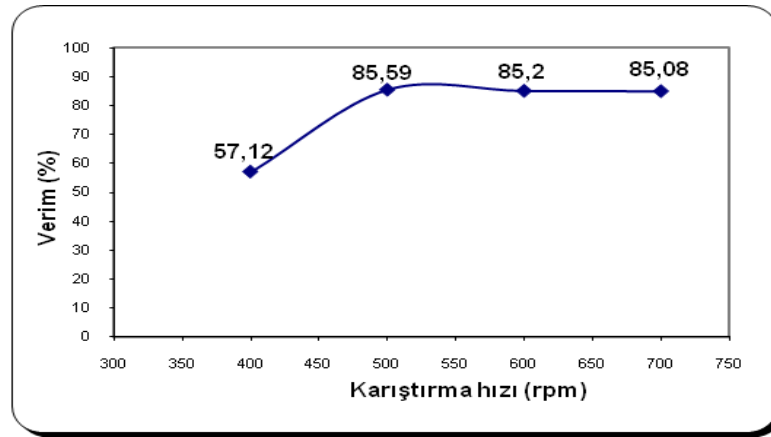
Şekil 6.42 O.A-Farklı (İPA, etanol, metanol) çözücü miktarlarının ürün verimi üzerine etkisi (Deney koşulları: 2 saat, $H_3BO_3:ZnCO_3$: [4:1], % 0.5 aşısı, % 1 O.A, 95°C, 500 rpm)



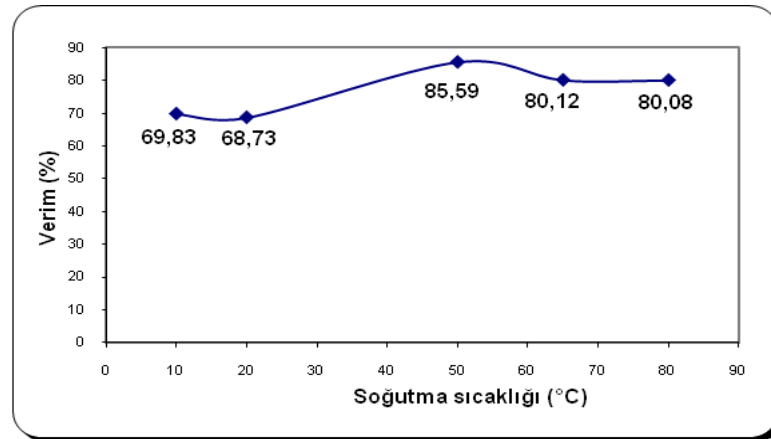
Şekil 6.43 Sıcaklığın ürün verimi üzerine etkisi (Deney koşulları: 2 saat, % 0.5 aşısı, $H_3BO_3:ZnCO_3$: [4:1], % 0.5 aşısı, % 3 PG, 6 ml etanol, 500 rpm)

Referans borik asit ve çinko karbonattan, üretilen hidrofobik Çinko Borat reaksiyonu için sıcaklığın ürün verimi üzerine etkisi, Şekil 6.43'deki gibidir. 50-120°C aralığında yapılan deneyler sonucunda optimum verimin, 95°C'de elde edildiği görülmektedir.

Referans borik asit ve çinko karbonattan, üretilen hidrofobik Çinko Borat reaksiyonu için karıştırma hızının ürün verimi üzerine etkisi Şekil 6.44'deki gibidir. 400-700 rpm karıştırma hızı aralığında yapılan deneyler sonucunda optimum verimin, 500 rpm'de elde edildiği görülmektedir.



Şekil 6.44 Karıştırma hızının ürün verimi üzerine etkisi (Deney koşulları: 2 saat, $H_3BO_3:ZnCO_3$: [4:1], % 0.5 aş, % 3 PG, 6 ml etanol, 95°C)



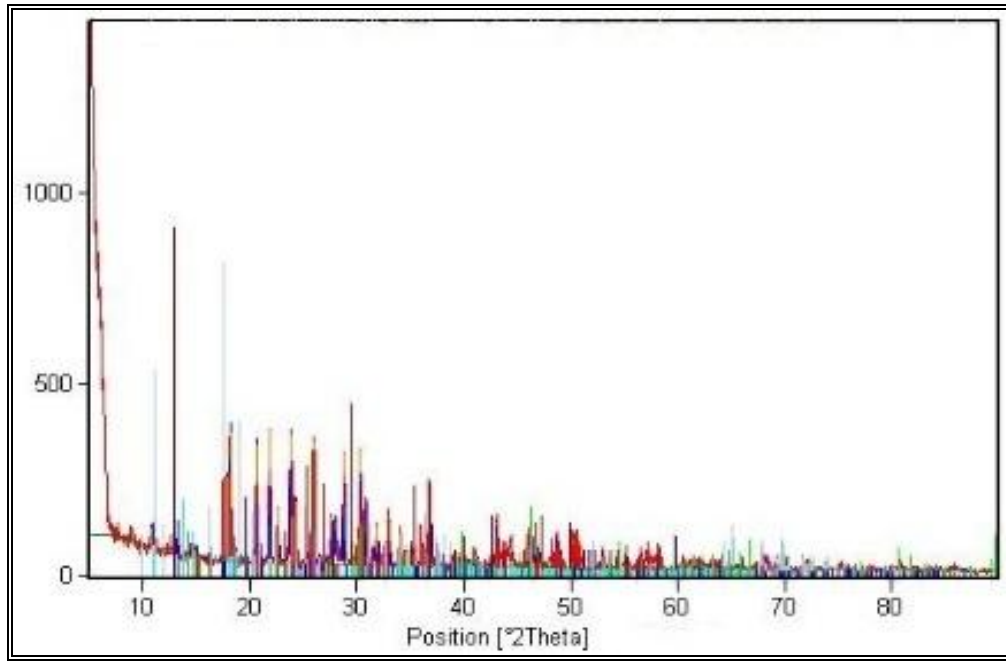
Şekil 6.45 Soğutma sıcaklığının ürün verimi üzerine etkisi (Deney koşulları: 2 saat, $H_3BO_3:ZnCO_3$: [4:1], % 0.5 aş, % 3 PG, 6 ml etanol, 95°C, 500 rpm)

Referans borik asit ve çinko karbonattan, üretilen hidrofobik Çinko Borat reaksiyonu için soğutma sıcaklığının, ürün verimi üzerine etkisi Şekil 6.45'deki gibidir. 10-80°C

soğutma sıcaklığı aralığında yapılan deneyler sonucunda optimum verimin, 50°C’de elde edildiği görülmektedir.

6.3.2 Üretilen Hidrofobik Çinko Boratın Karakterizasyonu

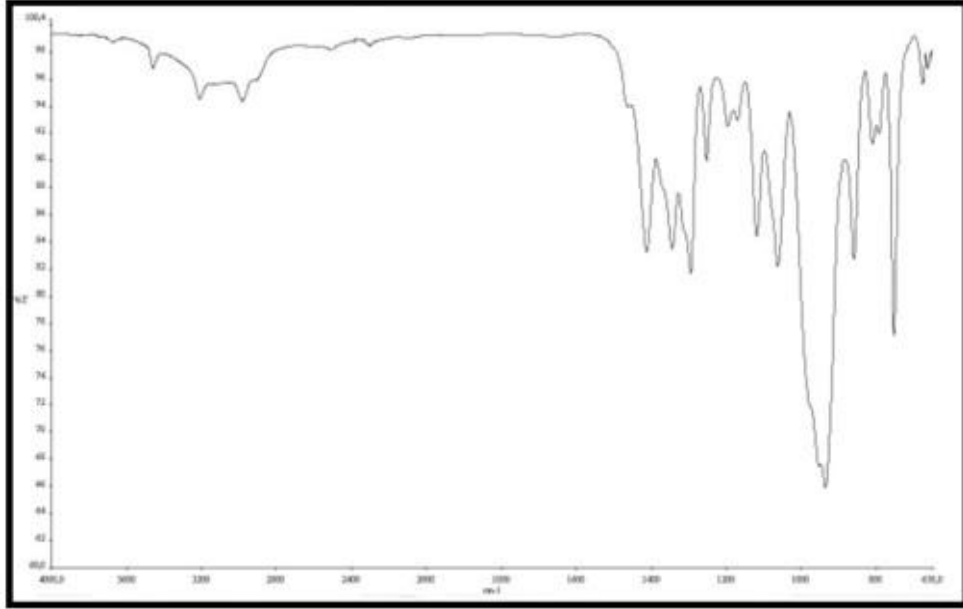
Referans borik asit ve çinko karbonattan, üretilen hidrofobik Çinko Boratın özellikleri 0-80° aralığında değişen difraksiyon açılarında gerçekleştirilen X-Işını analiziyle incelenmiştir (Şekil 6.46). XRD diyagramına göre, üretilen hidrofobik çinko boratın % 100’lük pikinin yaklaşık olarak 23.82° difraksiyon açısında olduğu görülmektedir.



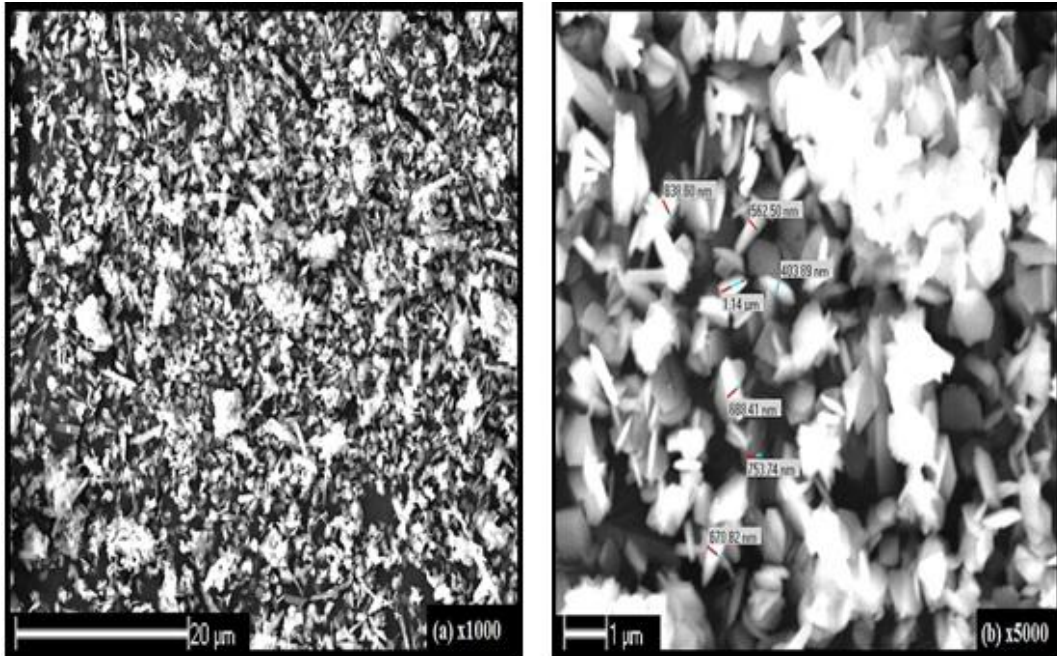
Şekil 6.46 PG-Etanol karışımı ile optimum noktalarda elde edilen Çinko Boratın XRD diyagramı (Deney koşulları: 2 saat, H₃BO₃ : ZnCO₃ : [4:1], % 0.5 aşı, % 3 PG, 6 ml etanol, 95°C, 500 rpm)

2981.98-3210.32 cm⁻¹’deki bantlar O-H gerilme titreşimlerini göstermektedir. 1294.87-1412.30 cm⁻¹ aralığındaki ve 859.83-935.25 cm⁻¹’deki bantlar üç yüzlü (BO₃) borat gruplarının asimetric gerilme titreşimlerini göstermektedir. 1251.93 cm⁻¹’deki bant B-O-H gruplarının düzlem içi bükülme titreşimlerini göstermektedir. 1063.32-1196.04 cm⁻¹ aralığındaki ve 810.36 cm⁻¹’deki pikler dört yüzlü (BO₄) borat gruplarının asimetric ve simetric gerilme titreşimlerini göstermektedir. 675.42-753.16 cm⁻¹’deki pikler üç yüzlü (BO₃) borat gruplarının düzlem dışı bükülme titreşimlerini göstermektedir (Şekil 6.47).

Referans borik asit ve çinko karbonattan üretilen hidrofobik Çinko Boratın SEM görüntüsü Şekil 6.48'deki gibidir. Üretilen Çinko Boratın partikül boyutları, 403.89 nm-1.14 µm aralığında değişmektedir.

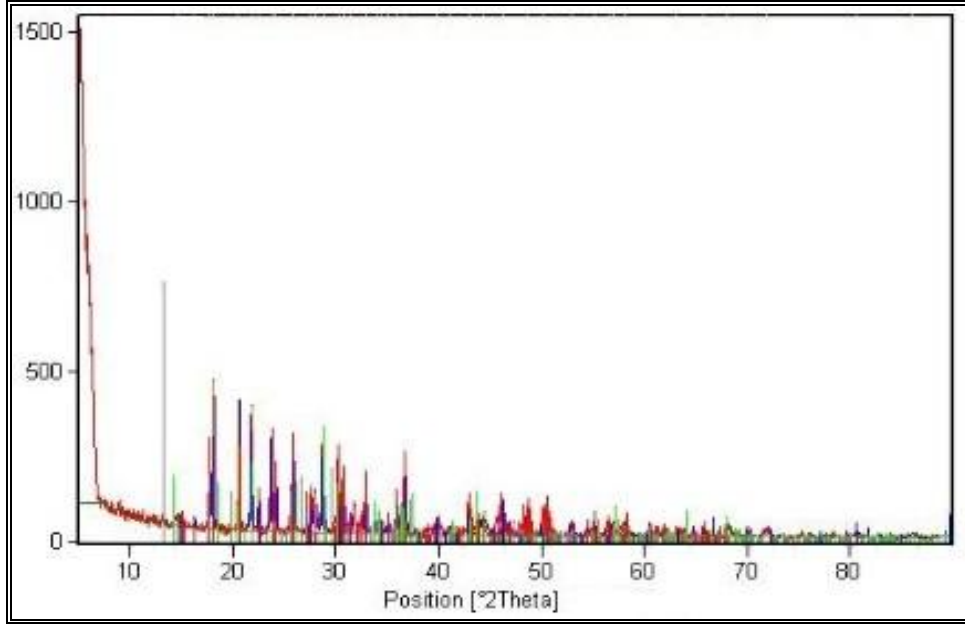


Şekil 6.47 PG-Etanol karışımı ile optimum noktalarda elde edilen Çinko Boratın FT-IR spektrumu (Deney koşulları: 2 saat, H₃BO₃: ZnCO₃ : [4:1], % 0.5 aş, % 3 PG, 6 ml etanol, 95°C, 500 rpm)

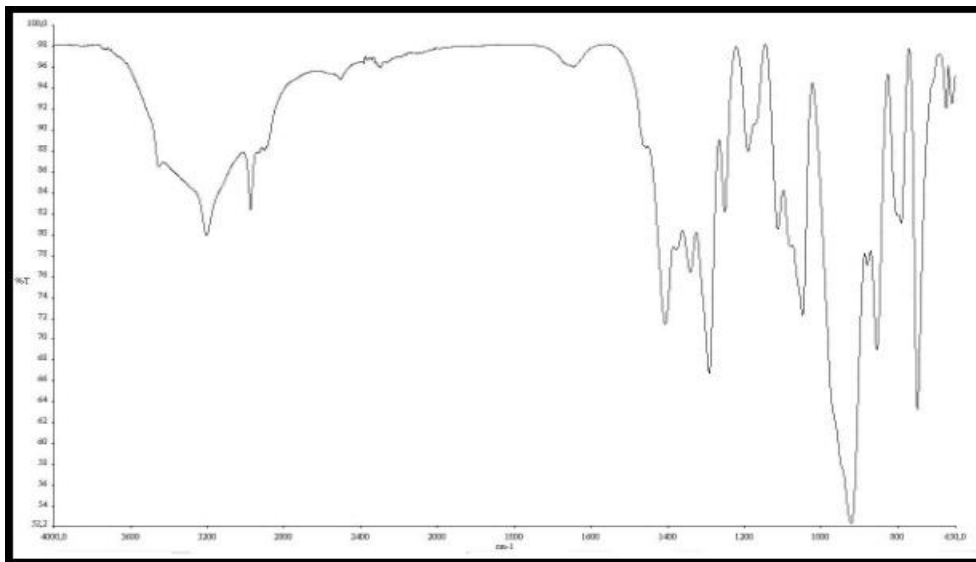


Şekil 6.48 PG-Etanol karışımı ile optimum noktalarda elde edilen Çinko Boratın SEM görüntüsü (Deney koşulları: 2 saat, H₃BO₃: ZnCO₃ : [4:1], % 0.5 aş, % 3 PG, 6 ml etanol, 95°C, 500 rpm)

Referans borik asit ve çinko karbonattan, üretilen hidrofobik Çinko Boratın özellikleri 0-80° aralığında değişen difraksiyon açılarında gerçekleştirilen X-ışını analiziyle incelenmiştir (Şekil 6.49). XRD diyagramına göre, üretilen hidrofobik Çinko Boratın % 100'lük pikinin yaklaşık olarak 21.78° difraksiyon açısında olduğu görülmektedir.



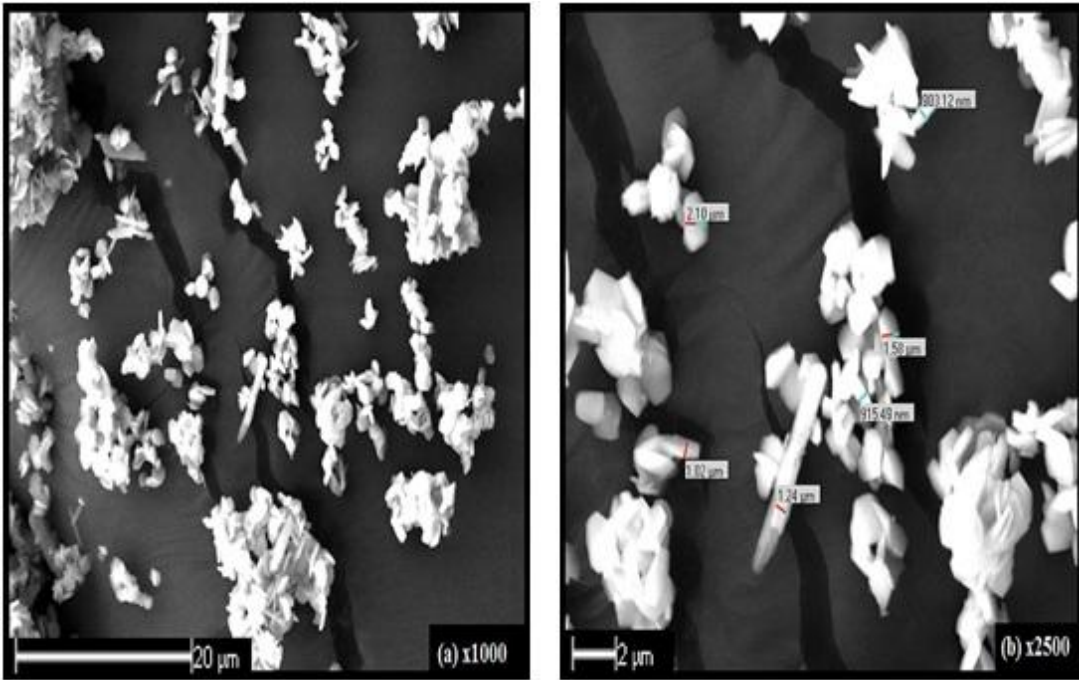
Şekil 6.49 Kerosen-Etanol karışımı ile optimum noktalarda elde edilen Çinko Boratın XRD diyagramı (Deney koşulları: 2 saat, H_3BO_3 : $ZnCO_3$: [4:1], % 0.5 aşı, % 3 kerosen, 6 ml etanol, 95°C, 500 rpm)



Şekil 6.50 Kerosen-Etanol karışımı ile optimum noktalarda elde edilen Çinko Boratın FT-IR spektrumu (Deney koşulları: 2 saat, H_3BO_3 : $ZnCO_3$: [4:1], % 0.5 aşı, % 3 kerosen, 6 ml etanol, 95°C, 500 rpm)

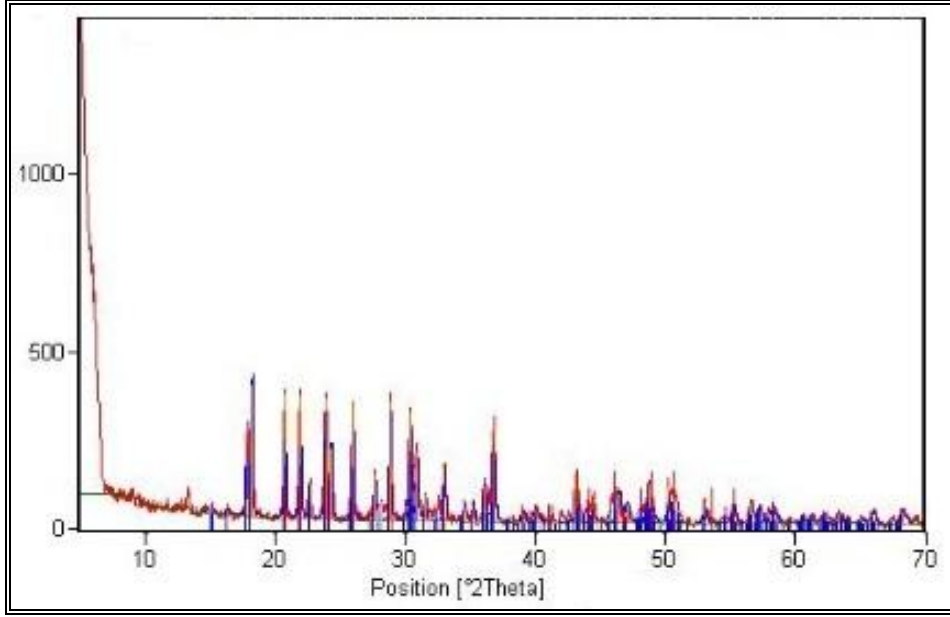
2974.82-3204.66 cm^{-1} 'deki bantlar O-H gerilme titreşimlerini göstermektedir. 1645.90 cm^{-1} 'deki bant bileşiğin kristal suyu içermesinden dolayı olan H-O-H gruplarının bükülme titreşimlerini göstermektedir. 1291.85-1406.86 cm^{-1} aralığındaki ve 855.35-921.97 cm^{-1} 'deki bantlar üç yüzlü (BO_3) borat gruplarının asimetric gerilme titreşimlerini göstermektedir. 1251.19 cm^{-1} 'deki bant B-O-H gruplarının düzlem içi bükülme titreşimlerini göstermektedir. 1048.45-1191.42 cm^{-1} aralığındaki ve 791.29 cm^{-1} 'deki pikler dört yüzlü (BO_4) borat gruplarının asimetric ve simetric gerilme titreşimlerini göstermektedir. 658.89-749.56 cm^{-1} aralığındaki pikler üç yüzlü (BO_3) borat gruplarının düzlem dışı bükülme titreşimlerini göstermektedir (Şekil 6.50).

Referans borik asit ve çinko karbonattan, üretilen hidrofobik Çinko Boratın SEM görüntüleri Şekil 6.51'deki gibidir. Üretilen Çinko Boratın partikül boyutları, 903.12 nm-2.10 μm aralığında değişmektedir.

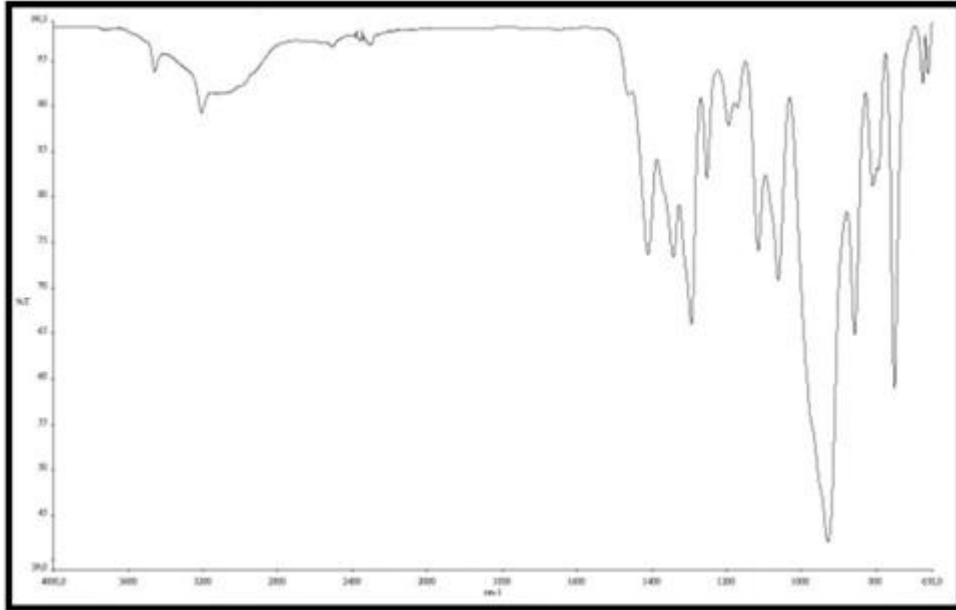


Şekil 6.51 Kerosen-Etanol karışımı ile optimum noktalarda elde edilen Çinko Boratın SEM görüntüsü (Deney koşulları: 2 saat, H_3BO_3 : ZnCO_3 : [4:1], % 0.5 aşı, % 3 kerosen, 6 ml etanol, 95°C, 500 rpm)

Referans borik asit ve çinko karbonattan, üretilen hidrofobik Çinko Boratın özellikleri 0-70° aralığında değişen difraksiyon açılarında gerçekleştirilen X-Işını analiziyle incelenmiştir (Şekil 6.52). XRD diyagramına göre, üretilen hidrofobik Çinko Boratın % 100'lük pikinin yaklaşık olarak 23.89° difraksiyon açısında olduğu görülmektedir.



Şekil 6.52 Oleik asit-İPA karışımı ile optimum noktalarda elde edilen Çinko Boratın XRD diyagramı (Deney koşulları: 2 saat, H_3BO_3 : $ZnCO_3$: [4:1], % 0.5 aş, % 1 O.A, 2 ml İPA, $95^\circ C$, 500 rpm)

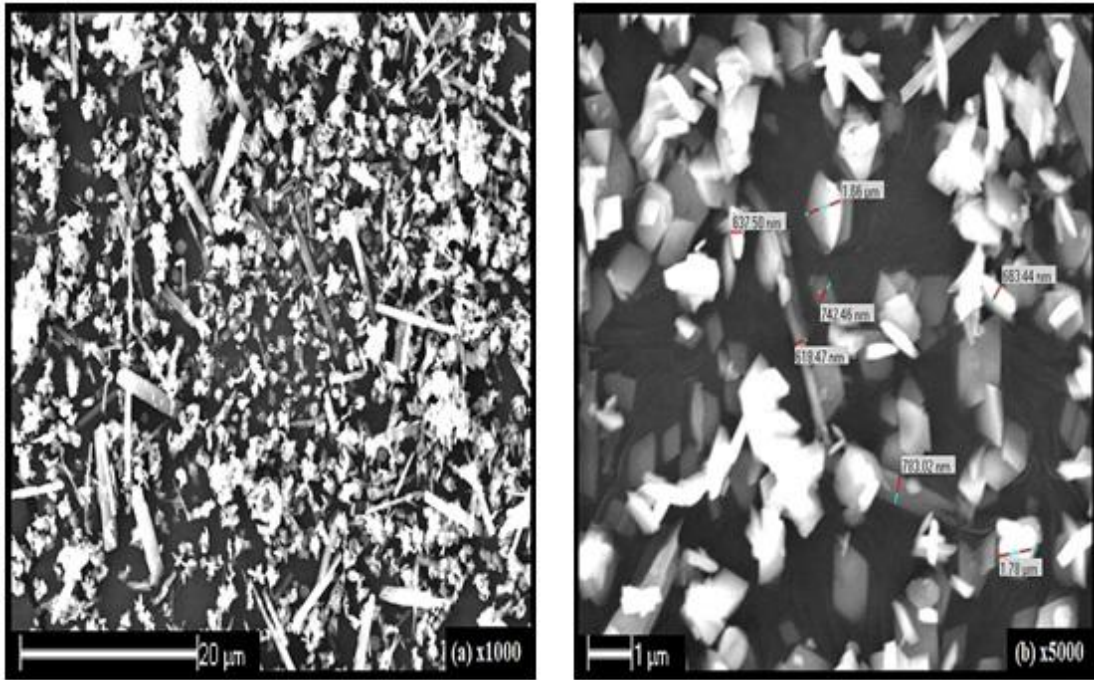


Şekil 6.53 Oleik asit-İPA karışımı ile optimum noktalarda elde edilen Çinko Boratın FT-IR spektrumu (Deney koşulları: 2 saat, H_3BO_3 : $ZnCO_3$: [4:1], % 0.5 aş, % 1 O.A, 2 ml İPA, $95^\circ C$, 500 rpm)

3207.99-3459.83 cm^{-1} 'deki bantlar O-H gerilme titreşimlerini göstermektedir. 1294.31-1410.18 cm^{-1} aralığındaki ve 857.83-929.66 cm^{-1} 'deki bantlar üç yüzlü (BO_3) borat gruplarının asimetrik gerilme titreşimlerini göstermektedir. 1252.11 cm^{-1} 'deki

bant B-O-H gruplarının düzlem içi bükülme titreşimlerini göstermektedir. 1061.76.45-1195.14 cm^{-1} aralığındaki ve 808.40 cm^{-1} 'deki pikler dört yüzlü (BO_4) borat gruplarının asimetrik ve simetrik gerilme titreşimlerini göstermektedir. 660.71-751.70 cm^{-1} aralığındaki pikler üç yüzlü (BO_3) borat gruplarının düzlem dışı bükülme titreşimlerini göstermektedir (Şekil 6.53).

Referans borik asit ve çinko karbonattan, üretilen hidrofobik Çinko Boratın SEM görüntüleri Şekil 6.54'deki gibidir. Üretilen Çinko Boratın partikül boyutları, 618.47 nm-1.78 μm aralığında değişmektedir.



Şekil 6.54 Oleik asit-İPA karışımı ile optimum noktalarda elde edilen Çinko Boratın SEM görüntüsü (Deney koşulları: 2 saat, H_3BO_3 : ZnCO_3 : [4:1], % 0.5 aş, % 1 O.A, 2 ml İPA, 95°C, 500 rpm)

6.3.3 Üretilen Hidrofobik Çinko Borat İçin Kimyasal Analiz Sonuçları

Referans borik asit kullanılarak gerçekleştirilen deneylerin koşulları ve üretilen Çinko Borat numunelerinin B_2O_3 - ZnO - H_2O miktarları sırasıyla Çizelge 6.4 ve 6.5'de gösterilmektedir.

Referans Çinko Boratın Çizelge 6.1'deki B_2O_3 - ZnO - H_2O değerleri ile Çizelge 6.4'deki deney koşullarına göre üretilen hidrofobik Çinko Borat numunelerinin B_2O_3 - ZnO - H_2O

değerleri karşılaştırıldığında 1 no'lu deney sonucunun, reaksiyonlarda kullanılan referans Çinko Boratın yapısına daha benzer olduğu görülmektedir.

Çizelge 6.4 Referans borik asit kullanılarak gerçekleştirilen deneylerin koşulları

Deney No	Deney Koşulları
1	H ₃ BO ₃ : ZnCO ₃ : [4:1], 2 saat, % 0.5 aşı, % 3 PG, 6 ml etanol, 25 ml su, 500 rpm, 95°C
2	H ₃ BO ₃ : ZnCO ₃ : [4:1], 2 saat, % 0.5 aşı, % 3 kerosen, 6 ml etanol, 25 ml su, 500 rpm, 95°C
3	H ₃ BO ₃ : ZnCO ₃ : [4:1], 2 saat, % 0.5 aşı, % 1 O.A, 2 ml İPA, 25 ml su, 500 rpm, 95°C

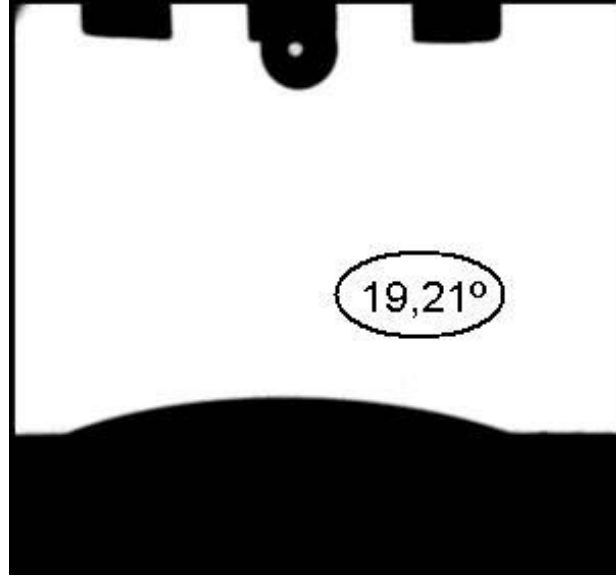
Çizelge 6.5 Referans borik asit kullanılarak üretilen hidrofobik Çinko Borat numunelerinin B₂O₃-ZnO-H₂O miktarları

Deney No	B ₂ O ₃ (%)	ZnO (%)	H ₂ O (%)	Formül
1	47.25	34.71	18.04	2ZnO.3B ₂ O ₃ .4.4H ₂ O
2	47.38	26.97	25.65	1.5ZnO.3B ₂ O ₃ .6.3H ₂ O
3	44.37	33.58	22.05	1.9ZnO.3B ₂ O ₃ .5.8H ₂ O

6.3.4 Üretilen Çinko Borat İçin Hidrofobisite Test Sonuçları

Referans borik asit ve çinko karbonattan, üretilen hidrofilik Çinko Borat reaksiyonu için yapılan hidrofobisite test sonucu Şekil 6.55'deki gibidir. Hidrofilik Çinko Boratın, yapılan hidrofobisite testi sonucunda, temas açısı değerinin 19.21° olduğu gözlenmektedir.

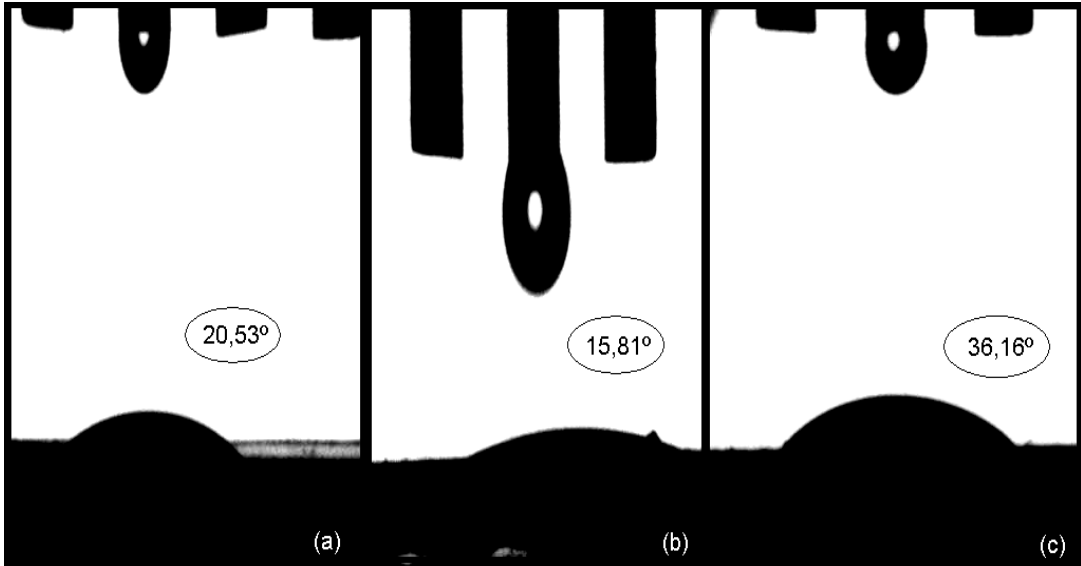
Referans borik asit ve çinko karbonattan, üretilen hidrofobik Çinko Borat reaksiyonu için farklı modifiye ajan (PG) miktarlarından elde edilen ürünlerin hidrofobisite test sonuçları Şekil 6.56'daki gibidir.



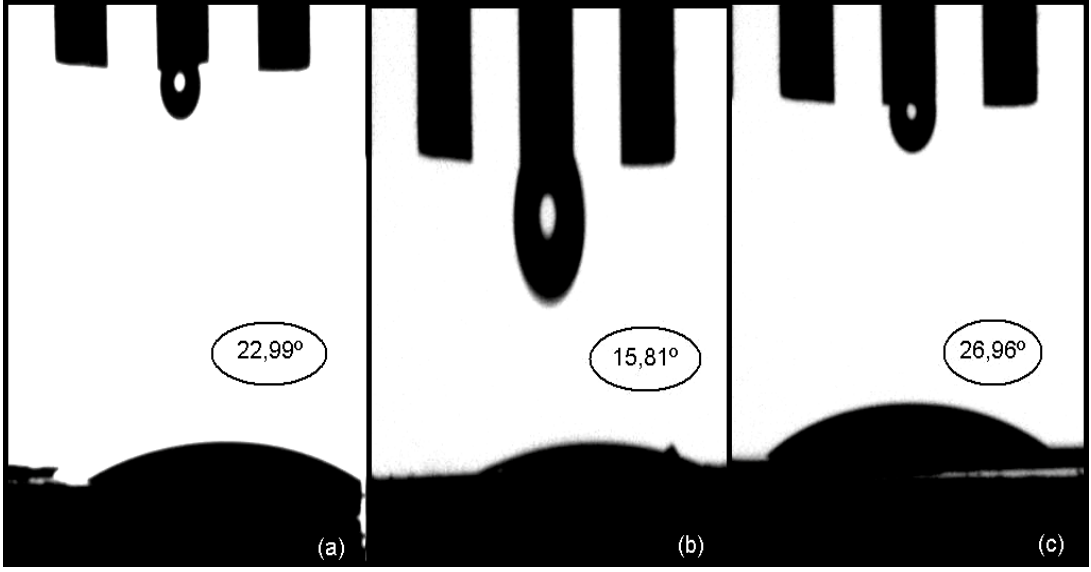
Şekil 6.55 Hidrofilik Çinko Boratın temas açısı değeri ve görüntüsü (Deney koşulları: 2 saat, $H_3BO_3:ZnCO_3$: [4:1], % 0.5 aşı, 95°C, 500 rpm)

Farklı modifiye ajan (PG) miktarlarında yapılan reaksiyonlar sonucunda optimum temas açısı 36.16° değeriyle, % 5 PG kullanıldığında elde edilmektedir. Minimum temas açısı ise 15.81° değeriyle, % 3 PG kullanıldığında elde edilmektedir.

Referans borik asit ve çinko karbonattan üretilen hidrofobik Çinko Borat reaksiyonu için farklı çözücü (İPA) miktarı kullanılarak elde edilen ürünlerin temas açısı test sonuçları Şekil 6.57'deki gibidir.

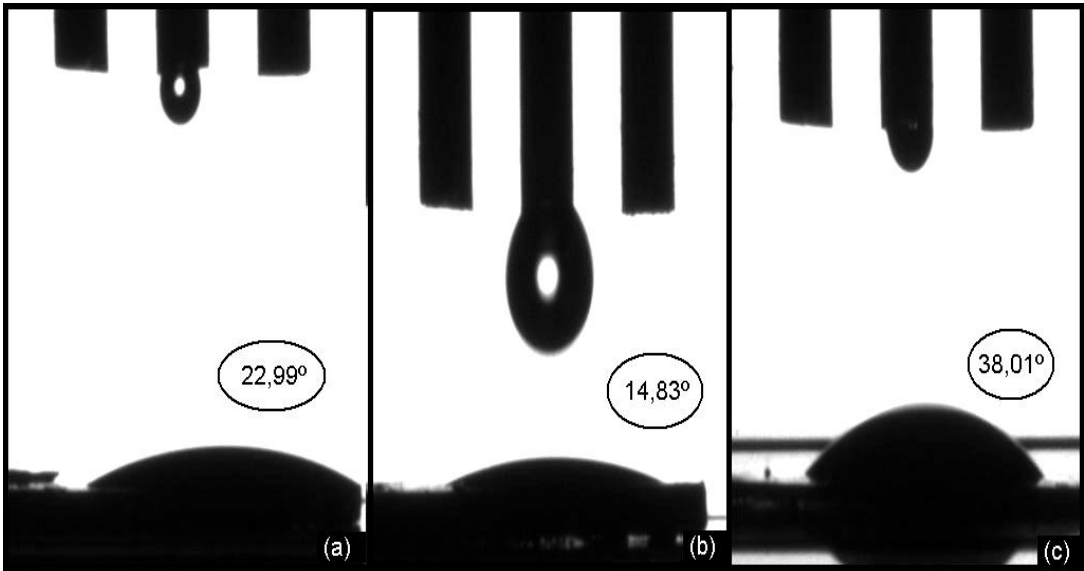


Şekil 6.56 Farklı miktarlarda modifiye ajan (PG) kullanılarak elde edilen Çinko Boratın temas açısı değerleri ve görüntüleri a-) % 1, b-) % 3, c-) % 5 (Deney koşulları: 2 saat, $H_3BO_3:ZnCO_3$: [4:1], % 0.5 aşı, 2 ml İPA, 95°C, 500 rpm)



Şekil 6.57 Farklı miktarlarda çözücü (İPA) kullanılarak elde edilen Çinko Boratın temas açısı değerleri ve görüntüleri a-) 0 ml, b-) 2 ml, c-) 8 ml (Deney koşulları: 2 saat, $H_3BO_3:ZnCO_3$: [4:1], % 0.5 aşılı, % 3 PG, 95°C, 500 rpm)

Farklı çözücü (İPA) miktarlarında yapılan reaksiyonlar sonucunda optimum temas açısı 26.96° değeriyle, 8 ml İPA kullanıldığında elde edilmektedir. Minimum temas açısı ise 15.81° değeriyle, 2 ml İPA kullanıldığında elde edilmektedir.

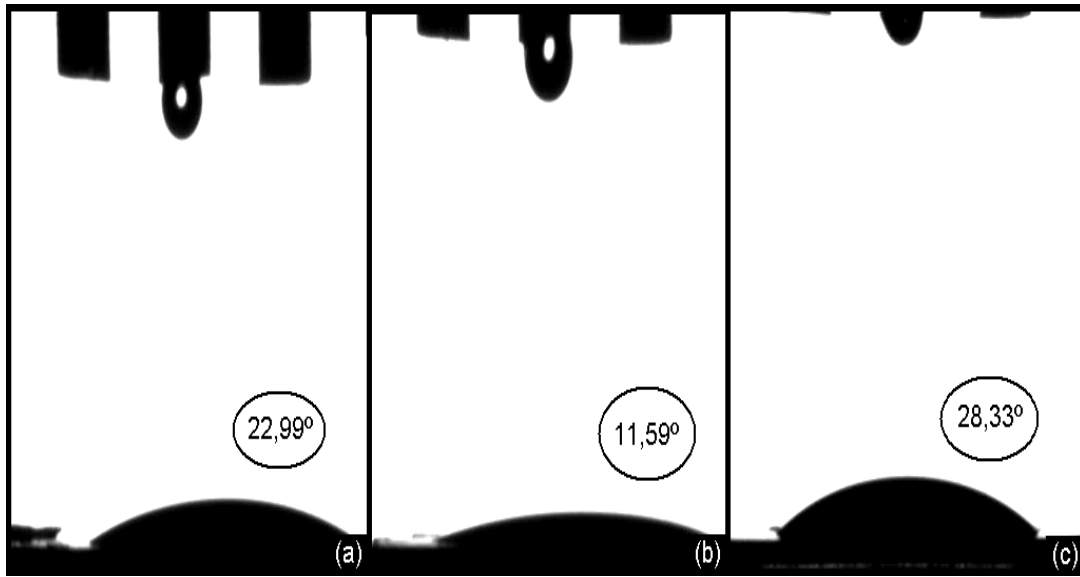


Şekil 6.58 Farklı miktarlarda çözücü (etanol) kullanılarak elde edilen Çinko Boratın temas açısı değerleri ve görüntüleri a-) 0 ml, b-) 2 ml, c-) 8 ml (Deney koşulları: 2 saat, $H_3BO_3:ZnCO_3$: [4:1], % 0.5 aşılı, % 3 PG, 95°C, 500 rpm)

Referans borik asit ve çinko karbonattan üretilen hidrofobik Çinko Borat reaksiyonu için farklı çözücü (etanol) miktarı kullanılarak elde edilen ürünlerin hidrofobisite test sonuçları Şekil 6.58'deki gibidir.

Farklı çözücü (etanol) miktarlarında yapılan reaksiyonlar sonucunda optimum temas açısı 38.01° değeriyle, 8 ml etanol kullanıldığında elde edilmektedir. Minimum temas açısı ise 14.83° değeriyle, 2 ml etanol kullanıldığında elde edilmektedir.

Referans borik asit ve çinko karbonattan üretilen hidrofobik Çinko Borat reaksiyonu için farklı çözücü (metanol) miktarı kullanılarak elde edilen ürünlerin hidrofobisite test sonuçları Şekil 6.59'daki gibidir.

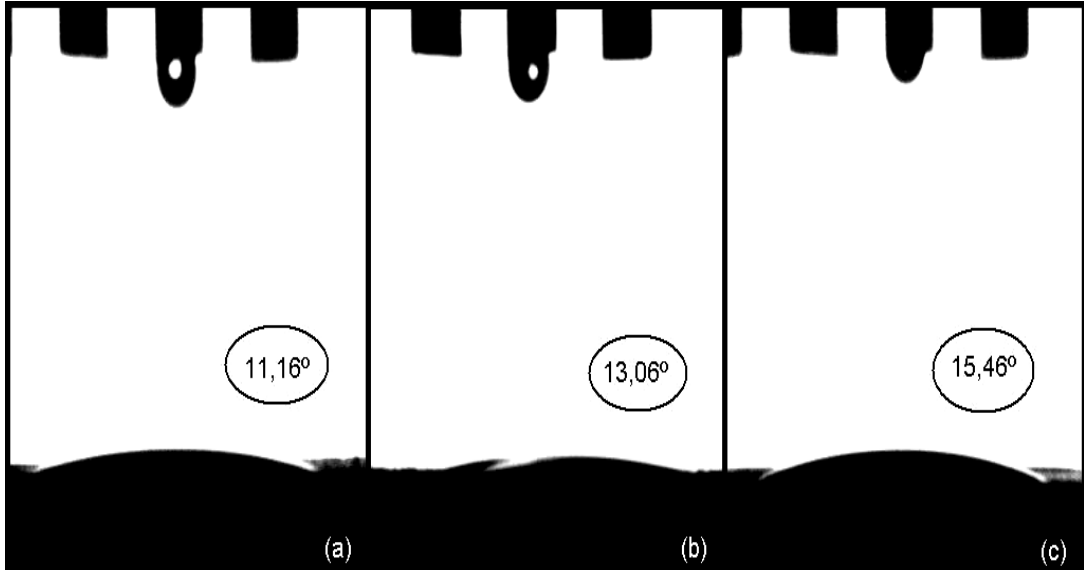


Şekil 6.59 Farklı miktarlarda çözücü (metanol) kullanılarak elde edilen Çinko Boratın temas açısı değerleri ve görüntüleri a-) 0 ml, b-) 2 ml, c-) 8 ml (Deney koşulları: 2 saat, $H_3BO_3:ZnCO_3$: [4:1], % 0.5 aşısı, % 3 PG, $95^\circ C$, 500 rpm)

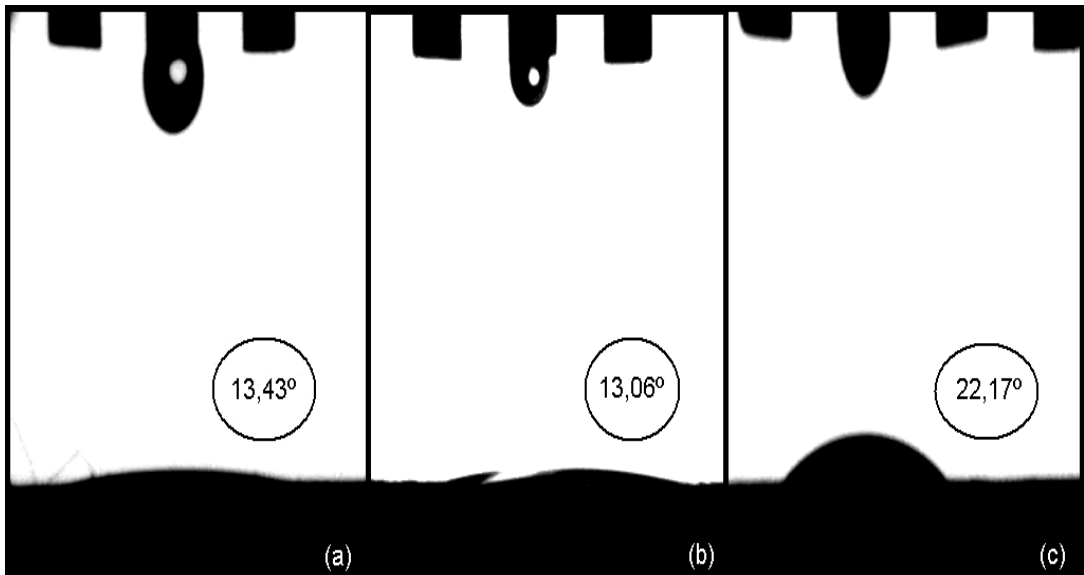
Farklı çözücü (metanol) miktarlarında yapılan reaksiyonlar sonucunda optimum temas açısı 28.33° değeriyle, 8 ml metanol kullanıldığında elde edilmektedir. Minimum temas açısı ise 11.59° değeriyle, 2 ml metanol kullanıldığında elde edilmektedir.

Referans borik asit ve çinko karbonattan üretilen hidrofobik Çinko Borat reaksiyonu için farklı modifiye ajan (kerosen) miktarlarından elde edilen ürünlerin hidrofobisite test sonuçları Şekil 6.60'daki gibidir.

Farklı modifiye ajan (kerosen) miktarlarında yapılan reaksiyonlar sonucunda optimum temas açısı 15.46° değeriyle, % 5 kerosen kullanıldığında elde edilmektedir. Minimum temas açısı ise 11.16° değeriyle, % 1 kerosen kullanıldığında elde edilmektedir.



Şekil 6.60 Farklı miktarlarda modifiye ajan (kerosen) kullanılarak elde edilen Çinko Boratın temas açı değerleri ve görüntüleri a-) % 1, b-) % 3, c-) % 5 (Deney koşulları: 2 saat, $H_3BO_3:ZnCO_3$: [4:1], % 0.5 aşı, 2 ml İPA, $95^\circ C$, 500 rpm)

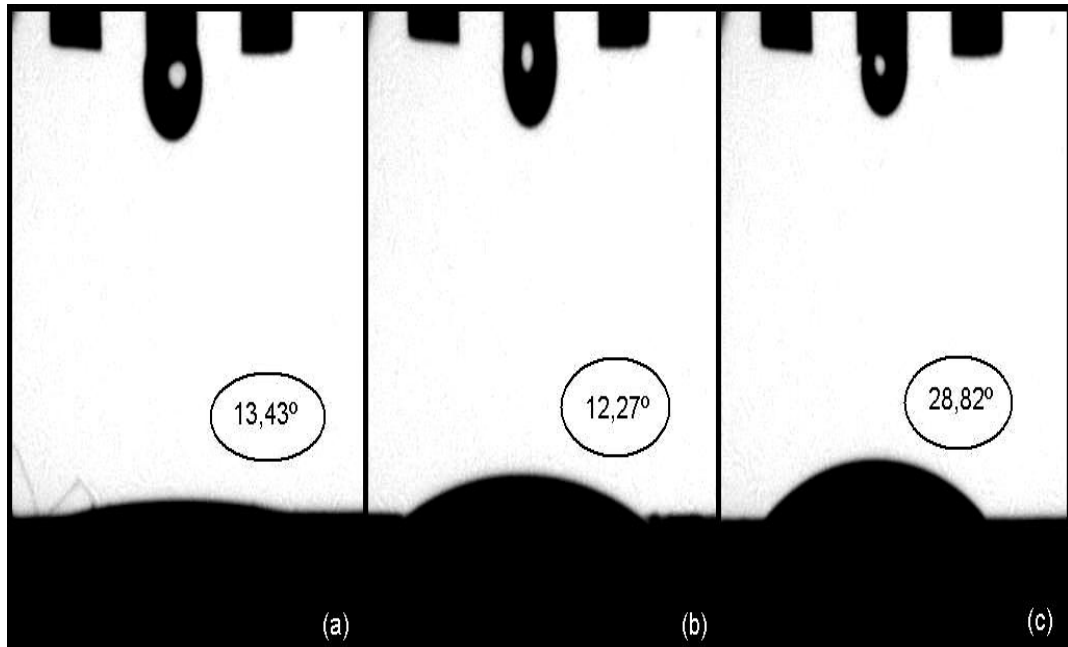


Şekil 6.61 Farklı miktarlarda çözücü (İPA) kullanılarak elde edilen Çinko Boratın temas açı değerleri ve görüntüleri a-) 0 ml, b-) 2 ml, c-) 8 ml (Deney koşulları: 2 saat, $H_3BO_3:ZnCO_3$: [4:1], % 0.5 aşı, % 3 kerosen, $95^\circ C$, 500 rpm)

Referans borik asit ve çinko karbonattan üretilen hidrofobik Çinko Borat reaksiyonu için farklı çözücü (İPA) miktarı kullanılarak elde edilen ürünlerin hidrofobisite test sonuçları Şekil 6.61'deki gibidir.

Farklı çözücü (İPA) miktarlarında yapılan reaksiyonlar sonucunda optimum temas açısı 22.17° deęeriyle, 8 ml İPA kullanıldığında elde edilmektedir. Minimum temas açısı ise 13.06° deęeriyle, 2 ml İPA kullanıldığında elde edilmektedir.

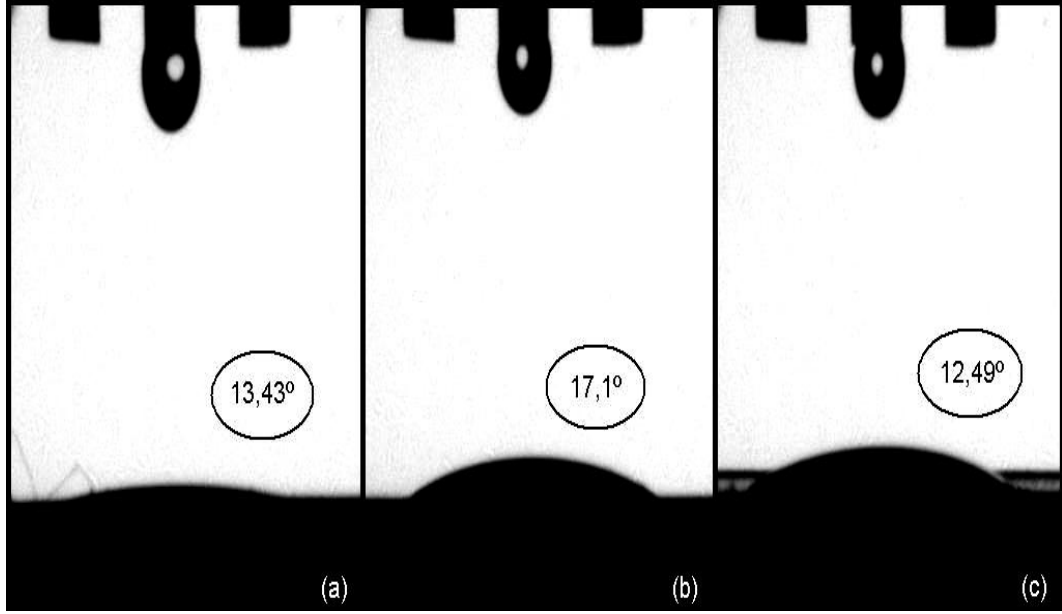
Referans borik asit ve çinko karbonattan üretilen hidrofobik Çinko Borat reaksiyonu için farklı çözücü (etanol) miktarı kullanılarak elde edilen ürünlerin hidrofobisite test sonuçları Şekil 6.62'deki gibidir.



Şekil 6.62 Farklı miktarlarda çözücü (etanol) kullanılarak elde edilen Çinko Boratın temas açısı deęerleri ve görüntüleri a-) 0 ml, b-) 2 ml, c-) 8 ml (Deney koşulları: 2 saat, $H_3BO_3:ZnCO_3$: [4:1], % 0.5 aş, % 3 kerosen, 95°C, 500 rpm)

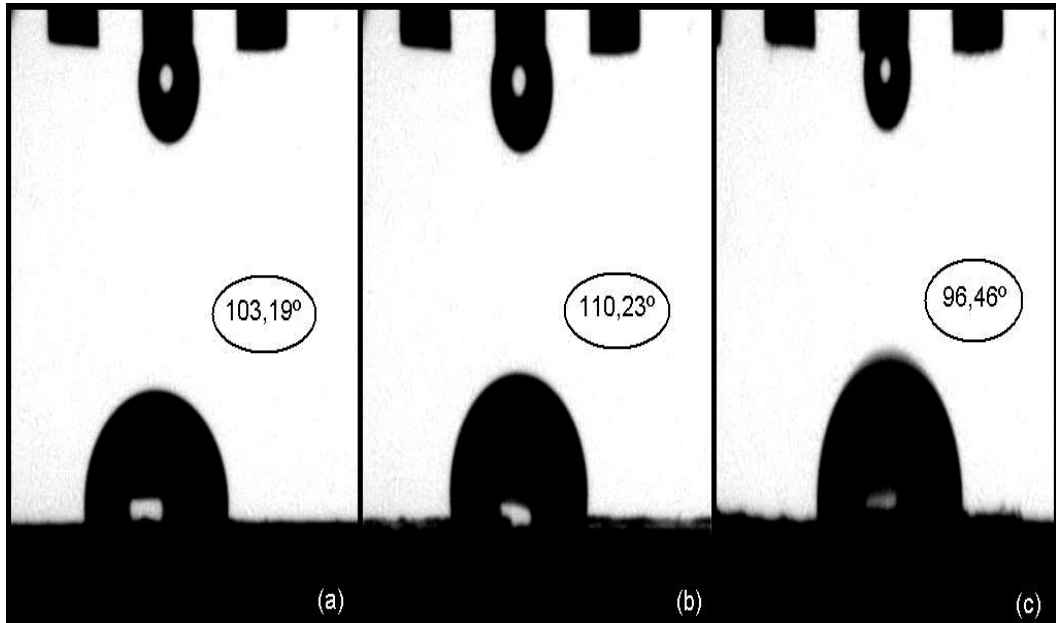
Farklı çözücü (etanol) miktarlarında yapılan reaksiyonlar sonucunda optimum temas açısı 28.82° deęeriyle, 8 ml etanol kullanıldığında elde edilmektedir. Minimum temas açısı ise 12.27° deęeriyle, 2 ml etanol kullanıldığında elde edilmektedir.

Referans borik asit ve çinko karbonattan üretilen hidrofobik Çinko Borat reaksiyonu için farklı çözücü (metanol) miktarı kullanılarak elde edilen ürünlerin hidrofobisite test sonuçları Şekil 6.63'deki gibidir.



Şekil 6.63 Farklı miktarlarda çözücü (metanol) kullanılarak elde edilen Çinko Boratın temas açısı değerleri ve görüntüleri a-) 0 ml, b-) 2 ml, c-) 8 ml (Deney koşulları: 2 saat, $H_3BO_3:ZnCO_3 : [4:1]$, % 0.5 aş, % 3 kerosen, $95^\circ C$, 500 rpm)

Farklı çözücü (metanol) miktarlarında yapılan reaksiyonlar sonucunda optimum temas açısı 17.1° değeriyle, 2 ml metanol kullanıldığında elde edilmektedir. Minimum temas açısı ise 12.49° değeriyle, 8 ml metanol kullanıldığında elde edilmektedir.

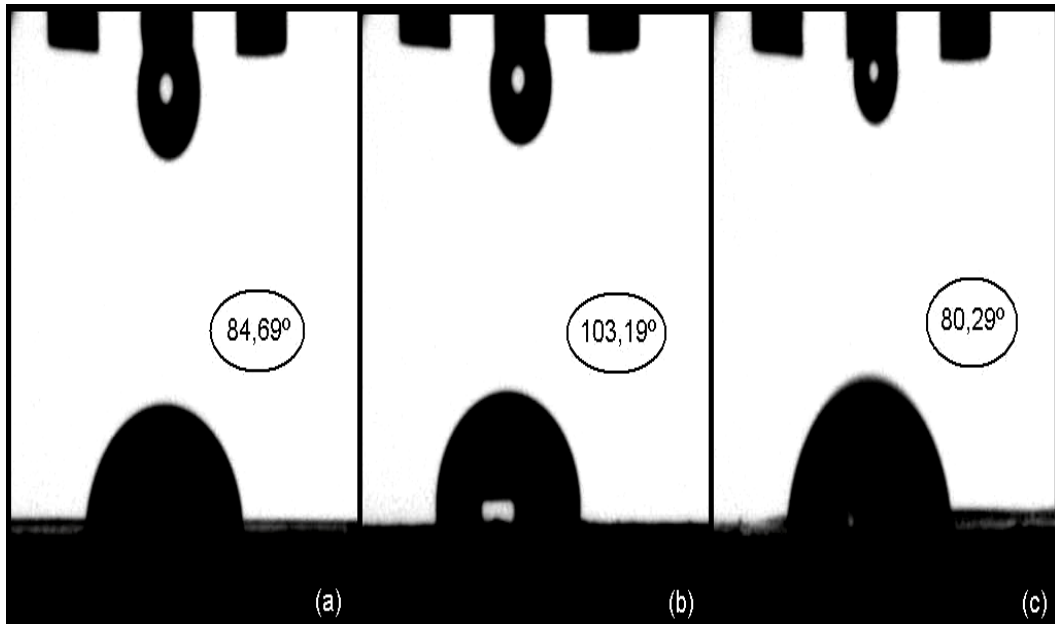


Şekil 6.64 Farklı miktarlarda modifiye ajan (O.A) kullanılarak elde edilen Çinko Boratın temas açısı değerleri ve görüntüleri a-) % 1, b-) % 3, c-) % 5 (Deney koşulları: 2 saat, $H_3BO_3:ZnCO_3 : [4:1]$, % 0.5 aş, 2 ml İPA, $95^\circ C$, 500 rpm)

Referans borik asit ve çinko karbonattan, üretilen hidrofobik Çinko Borat reaksiyonu için farklı modifiye ajan (O.A) miktarlarından elde edilen ürünlerin hidrofobisite test sonuçları Şekil 6.64'deki gibidir.

Farklı modifiye ajan (O.A) miktarlarında yapılan reaksiyonlar sonucunda optimum temas açısı 110.23° deęeriyle, % 3 O.A kullanıldığında elde edilmektedir. Minimum temas açısı ise 96.46° deęeriyle, % 5 O.A kullanıldığında elde edilmektedir.

Referans borik asit ve çinko karbonattan üretilen hidrofobik Çinko Borat reaksiyonu için farklı çözücü (İPA) miktarı kullanılarak elde edilen ürünlerin hidrofobisite test sonuçları Şekil 6.65'deki gibidir.

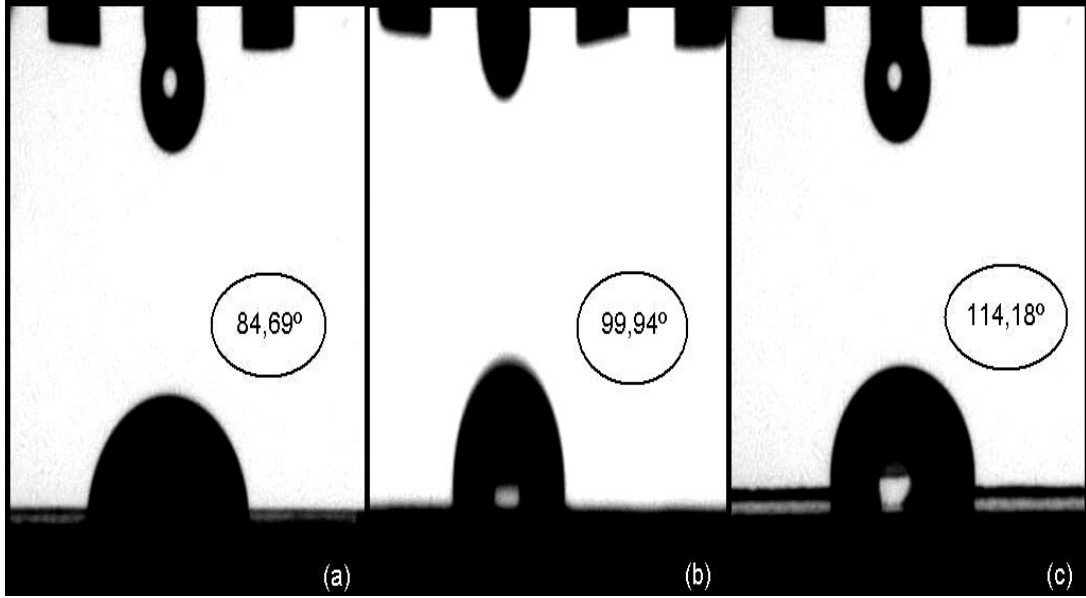


Şekil 6.65 Farklı miktarlarda çözücü (İPA) kullanılarak elde edilen Çinko Boratın temas açısı değerleri ve görüntüleri a-) 0 ml, b-) 2 ml, c-) 8 ml (Deney koşulları: 2 saat, $H_3BO_3:ZnCO_3 : [4:1]$, % 0.5 aşı, % 1 O.A, 95°C, 500 rpm)

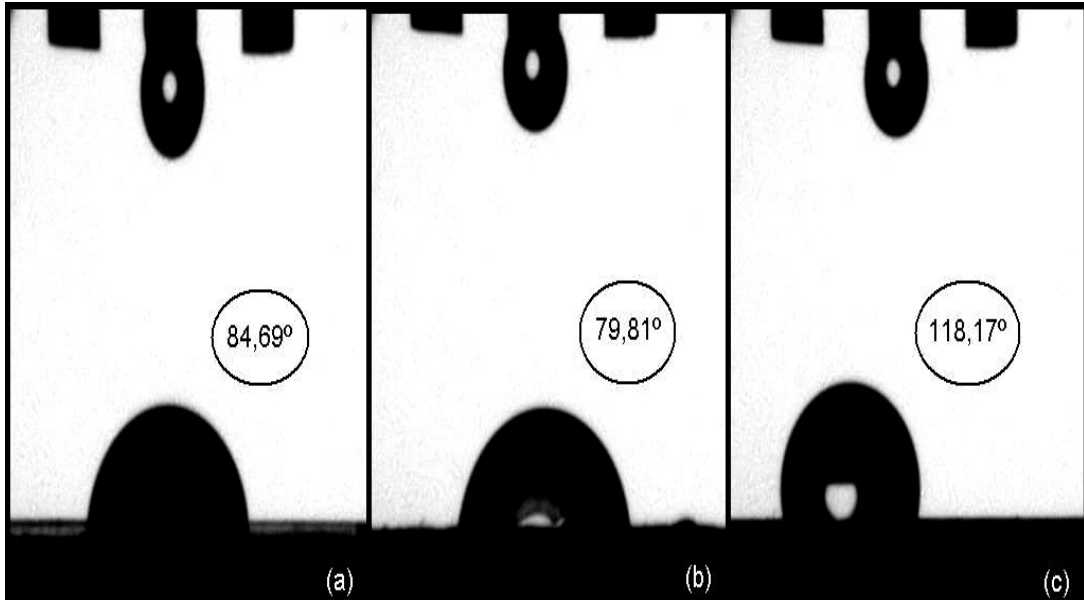
Farklı çözücü (İPA) miktarlarında yapılan reaksiyonlar sonucunda optimum temas açısı 103.19° deęeriyle, 2 ml İPA kullanıldığında elde edilmektedir. Minimum temas açısı ise 80.29° deęeriyle, 8 ml İPA kullanıldığında elde edilmektedir.

Referans borik asit ve çinko karbonattan üretilen hidrofobik Çinko Borat reaksiyonu için farklı çözücü (etanol) miktarı kullanılarak elde edilen ürünlerin hidrofobisite test sonuçları Şekil 6.66'daki gibidir.

Farklı çözücü (etanol) miktarlarında yapılan reaksiyonlar sonucunda optimum temas açısı 114.18° değeriyle, 8 ml etanol kullanıldığında elde edilmektedir. Minimum temas açısı ise 84.69° değeriyle, 0 ml etanol kullanıldığında elde edilmektedir.



Şekil 6.66 Farklı miktarlarda çözücü (etanol) kullanılarak elde edilen Çinko Boratın temas açısı değerleri ve görüntüleri a-) 0 ml, b-) 2 ml, c-) 8 ml (Deney koşulları: 2 saat, $H_3BO_3:ZnCO_3$: [4:1], % 0.5 aşısı, % 1 O.A, $95^\circ C$, 500 rpm)

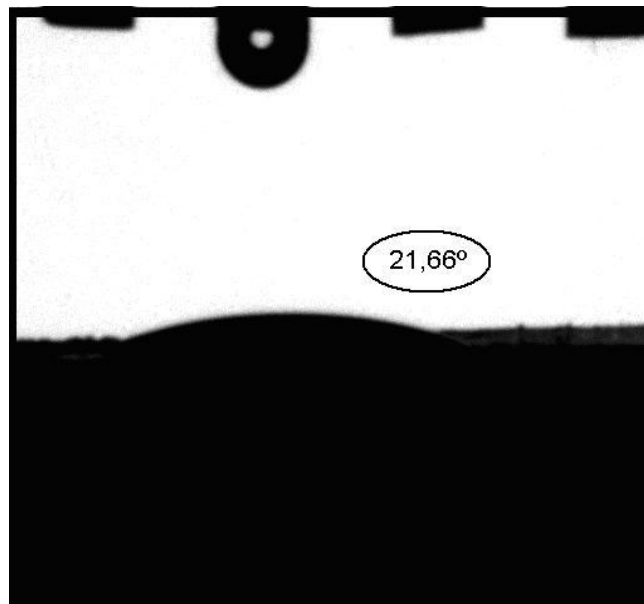


Şekil 6.67 Farklı miktarlarda çözücü (metanol) kullanılarak elde edilen Çinko Boratın temas açısı değerleri ve görüntüleri a-) 0 ml, b-) 2 ml, c-) 8 ml (Deney koşulları: 2 saat, $H_3BO_3:ZnCO_3$: [4:1], % 0.5 aşısı, % 1 O.A, $95^\circ C$, 500 rpm)

Referans borik asit ve çinko karbonattan üretilen hidrofobik Çinko Borat reaksiyonu için farklı çözücü (metanol) miktarı kullanılarak elde edilen ürünlerin hidrofobisite test sonuçları Şekil 6.67'deki gibidir.

Farklı çözücü (metanol) miktarlarında yapılan reaksiyonlar sonucunda optimum temas açısı 118.17° deęeriyle, 8 ml metanol kullanıldığında elde edilmektedir. Minimum temas açısı ise 79.81° deęeriyle, 2 ml metanol kullanıldığında elde edilmektedir.

Referans borik asit ve çinko karbonattan, üretilen hidrofobik Çinko Borat reaksiyonu için yapılan hidrofobisite test sonucu Şekil 6.68'deki gibidir.

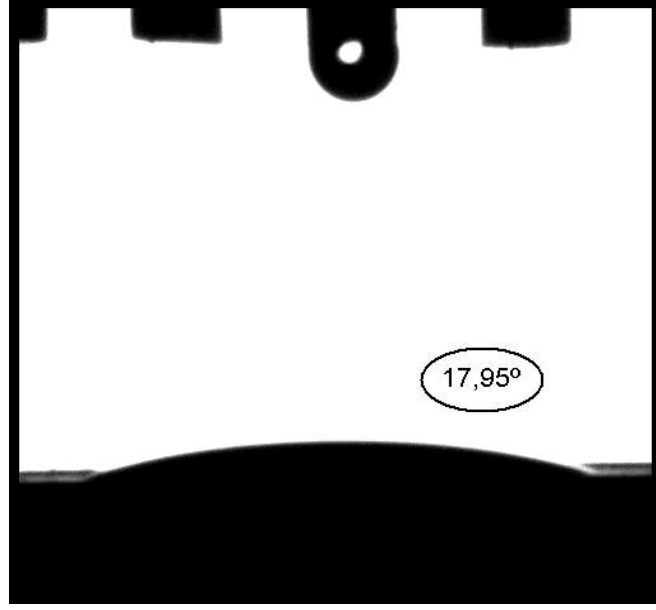


Şekil 6.68 PG-Etanol karışımı ile optimum noktalarda elde edilen hidrofobik Çinko Boratın temas açısı deęeri ve görüntüsü (Deney koşulları: 2 saat, $H_3BO_3:ZnCO_3 : [4:1]$, % 0.5 aş, % 3 PG, 6 ml etanol, 95°C, 500 rpm)

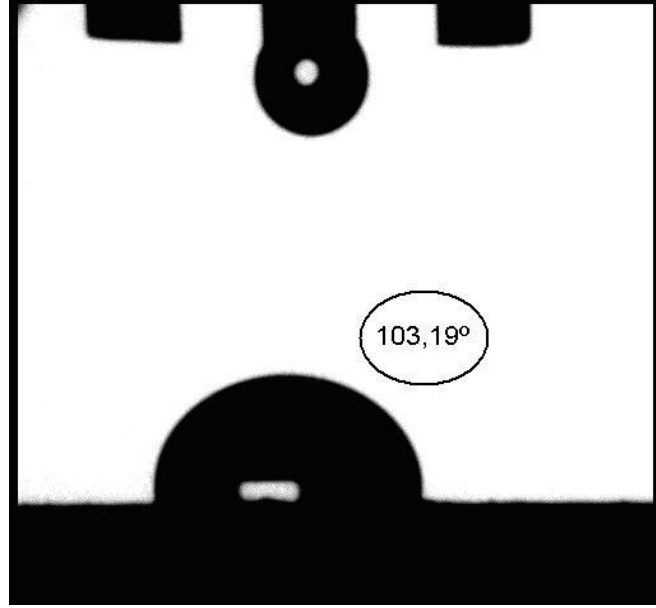
Hidrofobik Çinko Boratın yapılan hidrofobisite testi sonucu, temas açısı deęerinin 21.66° olduęu gözlenmektedir.

Referans borik asit ve çinko karbonattan, üretilen hidrofobik Çinko Borat reaksiyonu için yapılan hidrofobisite test sonucu Şekil 6.69'daki gibidir. Hidrofobik Çinko Boratın yapılan hidrofobisite testi sonucu, temas açısı deęerinin 17.95° olduęu gözlenmektedir.

Referans borik asit ve çinko karbonattan, üretilen hidrofobik Çinko Borat reaksiyonu için yapılan hidrofobisite test sonucu Şekil 6.70'deki gibidir.



Şekil 6.69 Kerosen-Etanol karışımı ile optimum noktalarda elde edilen hidrofobik Çinko Boratın temas açısı değeri ve görüntüsü (Deney koşulları: 2 saat, $H_3BO_3:ZnCO_3$: [4:1], % 0.5 aşı, % 3 kerosen, 6 ml etanol, 95°C, 500 rpm)



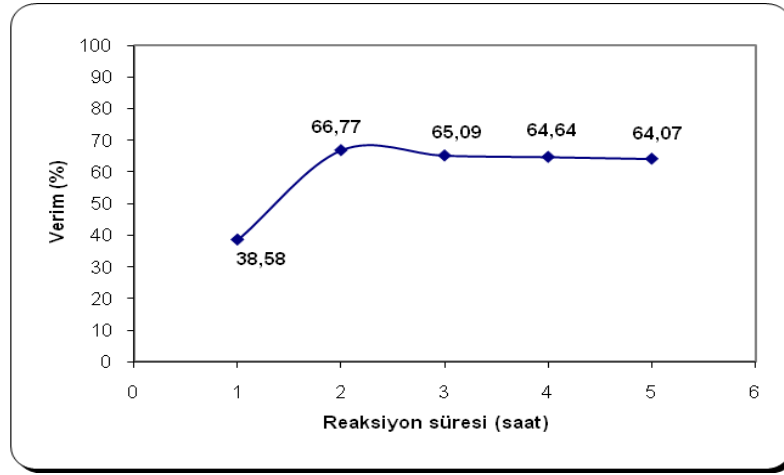
Şekil 6.70 O.A-İPA karışımı ile optimum noktalarda elde edilen hidrofobik Çinko Boratın temas açısı değeri ve görüntüsü (Deney koşulları: 2 saat, $H_3BO_3:ZnCO_3$: [4:1], % 0.5 aşı, % 1 O.A, 2 ml İPA, 95°C, 500 rpm)

Hidrofobik Çinko Boratın yapılan hidrofobisite testi sonucu, temas açısı değerinin 103.19° olduğu gözlenmektedir.

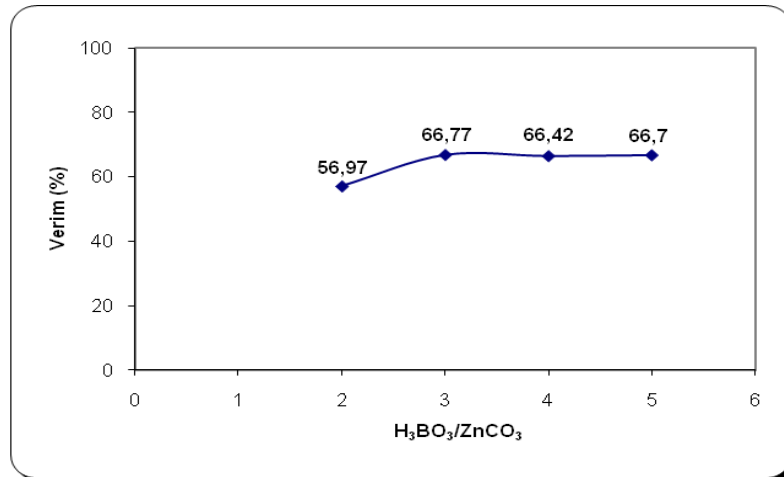
6.4 Isıtıcıli Manyetik Karıştırıcı Kullanarak Boraks Dekahidrat ve Çinko Karbonat İle Hidrofilik Çinko Borat Üretimi

6.4.1 Proses Parametrelerinin Ürün Verimi Üzerine Etkisi

Boraks dekahidrattan üretilen borik asit ve çinko karbonat kullanılarak elde edilen hidrofilik Çinko Borat reaksiyonu için reaksiyon süresinin ürün verimi üzerine etkisi Şekil 6.71'deki gibidir. 1-5 saat aralığında yapılan deneyler sonucunda optimum verimin, 2 saatlik reaksiyonda elde edildiği görülmektedir.



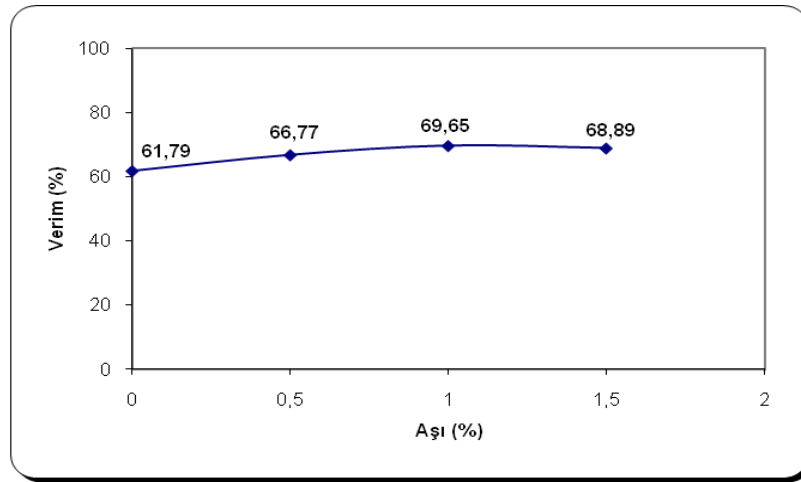
Şekil 6.71 Reaksiyon süresinin ürün verimi üzerine etkisi (Deney koşulları: % 0.5 aşı, 95°C, H₃BO₃:ZnCO₃ : [3:1], 500 rpm)



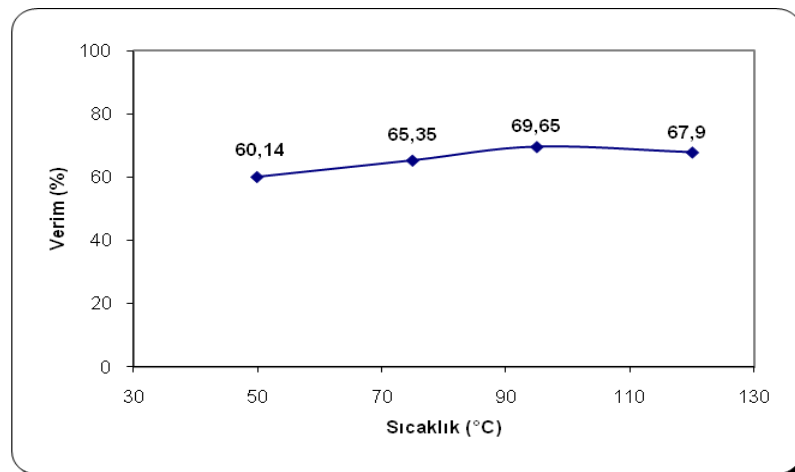
Şekil 6.72 Reaktan oranının ürün verimi üzerine etkisi (Deney koşulları: 2 saat, % 0.5 aşı, 95°C, 500 rpm)

Boraks dekahidrattan üretilen borik asit ve çinko karbonat kullanılarak elde edilen hidrofilik Çinko Borat reaksiyonu için reaktan oranının ürün verimi üzerine etkisi Şekil 6.72'deki gibidir. [2:1]-[5:1] reaktan oranı aralığında yapılan deneyler sonucunda optimum verimin, [3:1] reaktan oranında elde edildiği görülmektedir.

Boraks dekahidrattan üretilen borik asit ve çinko karbonat kullanılarak elde edilen hidrofilik Çinko Borat reaksiyonu için aşı miktarının ürün verimi üzerine etkisi Şekil 6.73'deki gibidir. % 0-1.5 aralığında yapılan deneyler sonucunda optimum verimin, % 1 oranında aşı kullanıldığında elde edildiği görülmektedir.



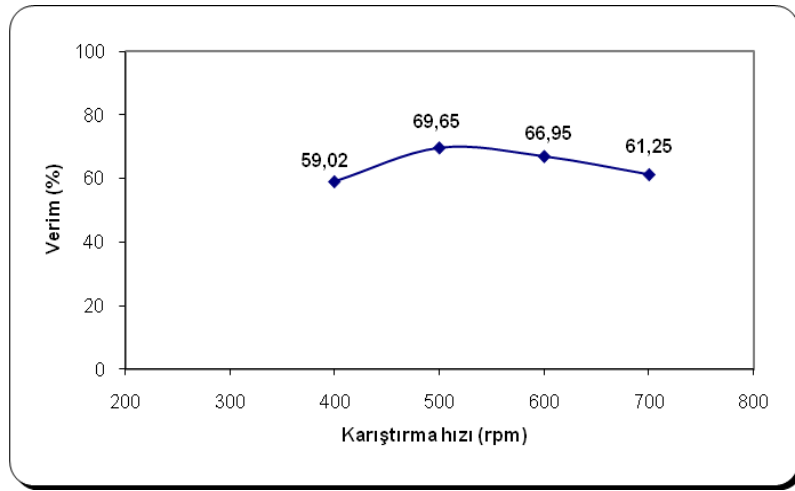
Şekil 6.73 Aşı miktarının ürün verimi üzerine etkisi (Deney koşulları: 2 saat, $H_3BO_3:ZnCO_3$: [3:1], 95°C, 500 rpm)



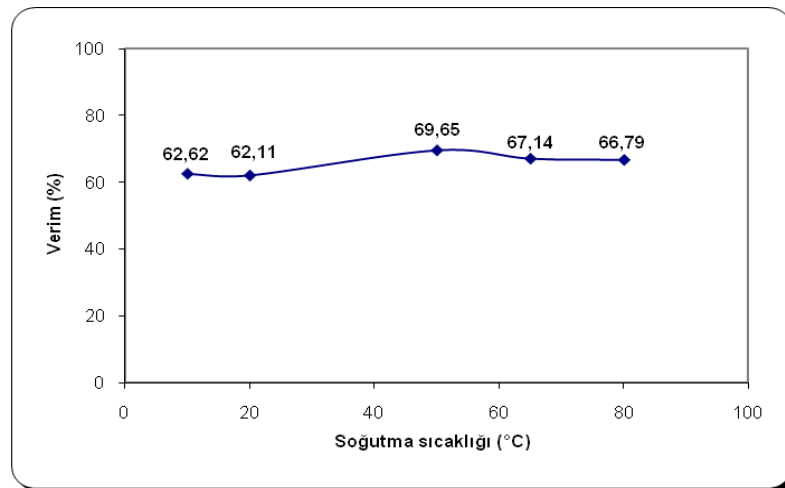
Şekil 6.74 Sıcaklığın ürün verimi üzerine etkisi (Deney koşulları: 2 saat, % 1 aşı, $H_3BO_3:ZnCO_3$: [3:1], 500 rpm)

Boraks dekahidrattan üretilen borik asit ve çinko karbonat kullanılarak elde edilen hidrofilik Çinko Borat reaksiyonu için sıcaklığın ürün verimi üzerine etkisi Şekil 6.74'deki gibidir. 50-120°C aralığında yapılan deneyler sonucunda optimum verimin, 95°C sıcaklıkta elde edildiği görülmektedir.

Boraks dekahidrattan üretilen borik asit ve karbonat kullanılarak elde edilen hidrofilik Çinko Borat reaksiyonu için karıştırma hızının ürün verimi üzerine etkisi Şekil 6.75'deki gibidir. 400-700 rpm karıştırma hızı aralığında yapılan deneyler sonucunda optimum verimin, 500 rpm'de elde edildiği görülmektedir.



Şekil 6.75 Karıştırma hızının ürün verimi üzerine etkisi (Deney koşulları: 2 saat, $H_3BO_3:ZnCO_3$: [3:1], % 1 aşı, 95°C)

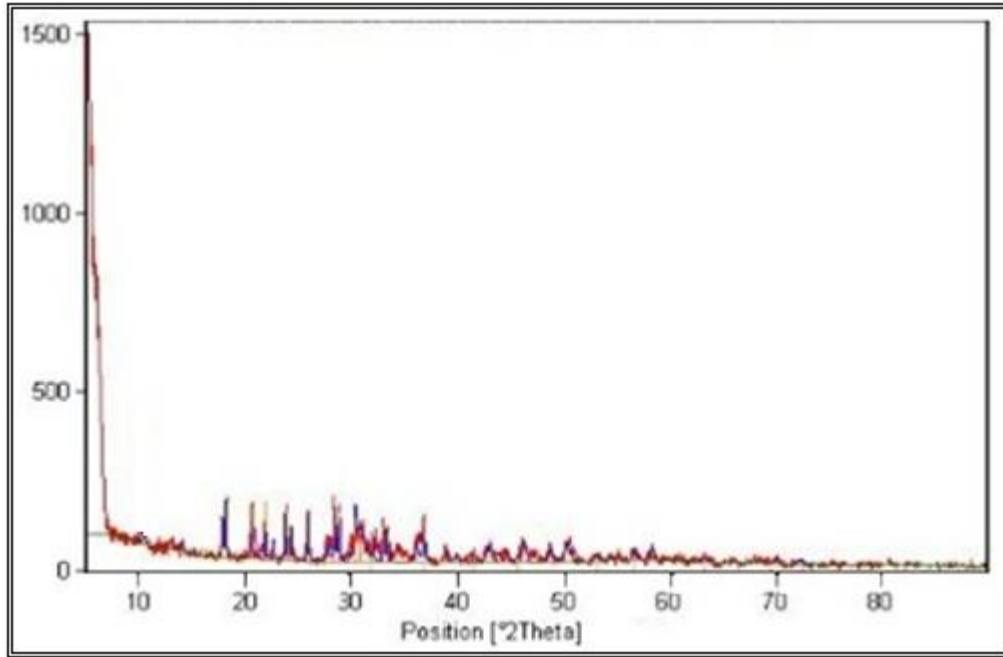


Şekil 6.76 Soğutma sıcaklığının ürün verimi üzerine etkisi (Deney koşulları: 2 saat, $H_3BO_3:ZnCO_3$: [3:1], % 1 aşı, 95°C, 500 rpm)

Boraks dekahidrattan üretilen borik asit ve çinko karbonat kullanılarak elde edilen hidrofilik Çinko Borat reaksiyonu için soğutma sıcaklığının ürün verimi üzerine etkisi Şekil 6.76'daki gibidir. 10-80°C soğutma sıcaklığı aralığında yapılan deneyler sonucunda optimum verimin, 50°C'de elde edildiği görülmektedir.

6.4.2 Üretilen Hidrofilik Çinko Boratın Karakterizasyonu

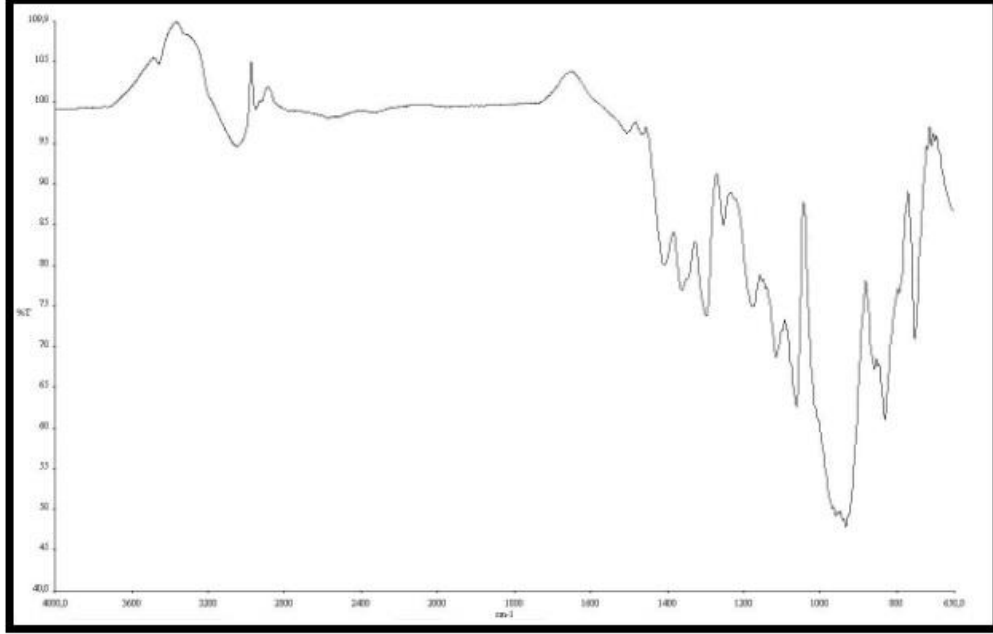
Boraks dekahidrattan üretilen borik asit ve çinko karbonat kullanılarak elde edilen hidrofilik Çinko Boratın özellikleri 0-80° aralığında değişen difraksiyon açılarında gerçekleştirilen X-ışını analiziyle incelenmiştir (Şekil 6.77). XRD diyagramına göre, üretilen hidrofilik Çinko Boratın % 100'lük pikinin yaklaşık olarak 30.79° difraksiyon açısında olduğu görülmektedir.



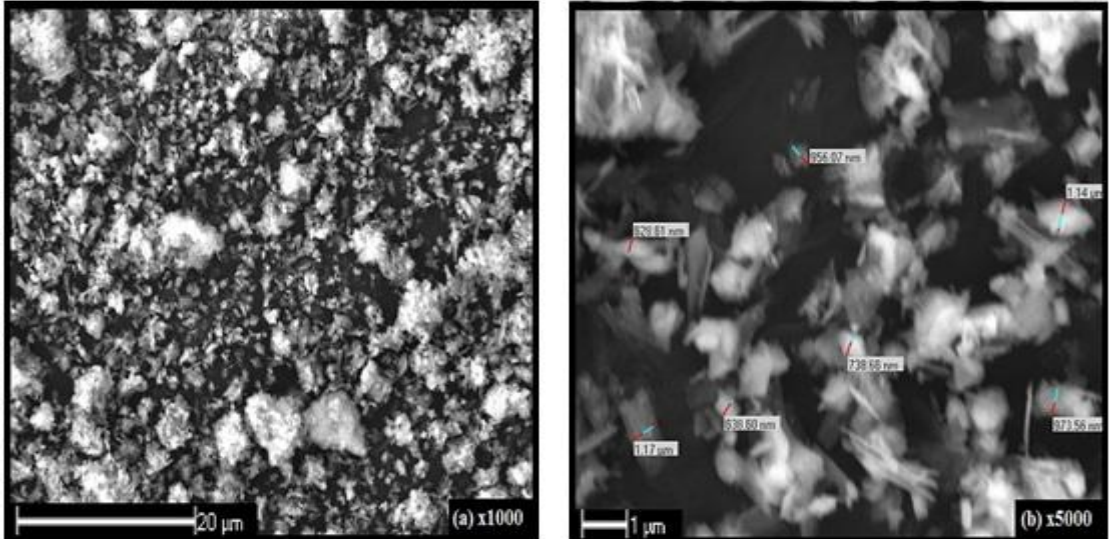
Şekil 6.77 Boraks dekahidrattan üretilen borik asit ve çinko karbonat kullanılarak elde edilen hidrofilik Çinko Boratın XRD diyagramı (Deney koşulları: 2 saat, 95°C, 500 rpm, $H_3BO_3 : ZnCO_3 : [3:1]$, % 1 aşı,)

2951.73-3049.55 cm^{-1} 'deki bantlar O-H gerilme titreşimlerini göstermektedir. 2580.98 cm^{-1} 'deki bant hidrojen bağlı O-H gerilme titreşimlerini göstermektedir. 1298.77-1407.76 cm^{-1} aralığındaki ve 859.10-933.34 cm^{-1} 'deki bantlar üç yüzlü (BO_3) borat gruplarının asimetric gerilme titreşimlerini göstermektedir. 1252.98 cm^{-1} 'deki bant B-O-H gruplarının düzlem içi bükülme titreşimlerini göstermektedir. 1062.41-1174.06

cm^{-1} aralığındaki ve 831.56 cm^{-1} 'deki pikler dört yüzlü (BO_4) borat gruplarının asimetrik ve simetrik gerilme titreşimlerini göstermektedir. $709.60\text{-}754.10 \text{ cm}^{-1}$ 'deki pikler üç yüzlü (BO_3) borat gruplarının düzlem dışı bükülme titreşimlerini göstermektedir (Şekil 6.78).



Şekil 6.78 Boraks dekahidrattan üretilen borik asit ve çinko karbonat kullanılarak elde edilen hidrofilik Çinko Boratın FT-IR spektrumu (Deney koşulları: 2 saat, 95°C , % 1 aş, 500 rpm, $\text{H}_3\text{BO}_3 : \text{ZnCO}_3 : [3:1]$)



Şekil 6.79 Boraks dekahidrattan üretilen borik asit ve çinko karbonat kullanılarak elde edilen hidrofilik Çinko Boratın SEM görüntüsü (Deney koşulları: 2 saat, 500 rpm, 95°C , $\text{H}_3\text{BO}_3 : \text{ZnCO}_3 : [3:1]$, % 1 aş)

Boraks dekahidrattan üretilen borik asit ve çinko karbonat kullanılarak elde edilen hidrofilik Çinko Boratın SEM görüntüsü Şekil 6.79'daki gibidir. Üretilen Çinko Boratın partikül boyutları, 628.61 nm-1.17 µm aralığında değişmektedir.

6.4.3 Üretilen Hidrofilik Çinko Borat için Kimyasal Analiz Sonuçları

Boraks dekahidrattan üretilen borik asit kullanılarak gerçekleştirilen deneylerin koşulları ve üretilen hidrofilik Çinko Borat numunelerinin B₂O₃-ZnO-H₂O miktarları sırasıyla Çizelge 6.6 ve 6.7'de gösterilmektedir.

Çizelge 6.6 Boraks dekahidrattan üretilen borik asit kullanılarak gerçekleştirilen deneylerin koşulları

Deney No	Deney Koşulları
1	H ₃ BO ₃ : ZnCO ₃ : [3:1], 2 saat, % 1 aşısı, 25 ml su, 500 rpm, 95 °C

Çizelge 6.7 Boraks dekahidrattan üretilen borik asit kullanılarak üretilen hidrofilik Çinko Borat numunelerinin B₂O₃-ZnO-H₂O miktarları

Deney No	B ₂ O ₃ (%)	ZnO (%)	H ₂ O (%)	Formül
1	37.90	40.17	21.93	2.7ZnO.3B ₂ O ₃ .6.7H ₂ O

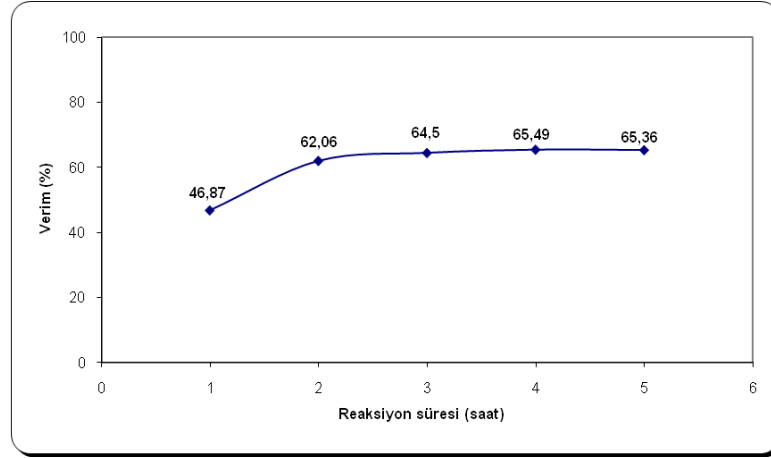
6.5 Isıtıcılı Manyetik Karıştırıcı Kullanarak Boraks Dekahidrat ve Çinko Karbonat ile Hidrofobik Çinko Borat Üretimi

6.5.1 Proses Parametrelerinin Ürün Verimi Üzerine Etkisi

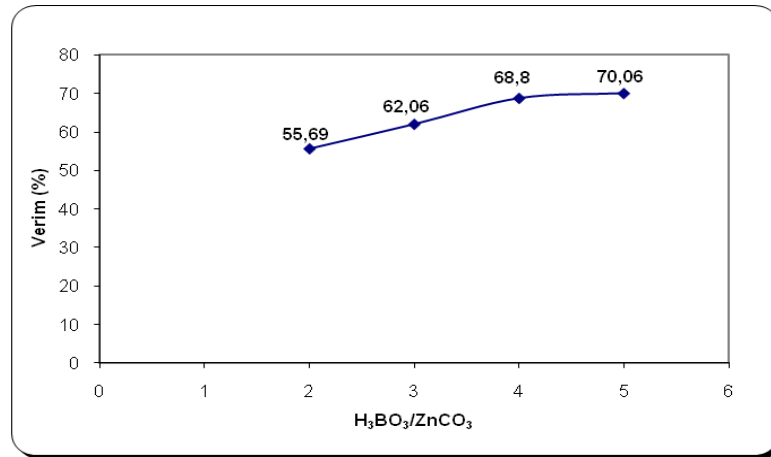
Boraks dekahidrattan üretilen borik asit ve çinko karbonat kullanılarak elde edilen hidrofobik Çinko Borat reaksiyonu için reaksiyon süresinin ürün verimi üzerine etkisi Şekil 6.80'deki gibidir. 1-5 saat aralığında yapılan deneyler sonucunda optimum verimin, 2 saatlik reaksiyonda elde edildiği görülmektedir.

Boraks dekahidrattan üretilen borik asit ve çinko karbonat kullanılarak elde edilen hidrofobik Çinko Borat reaksiyonu için reaktan oranının ürün verimi üzerine etkisi Şekil

6.81'deki gibidir. [2:1]-[5:1] reaktan oranı aralığında yapılan deneyler sonucunda optimum verimin, [4:1] reaktan oranında elde edildiği görülmektedir.



Şekil 6.80 Reaksiyon süresinin ürün verimi üzerine etkisi (Deney koşulları: % 1 aşı, % 3 PG, $H_3BO_3:ZnCO_3$: [3:1], 2 ml İPA, 95°C, 500 rpm)

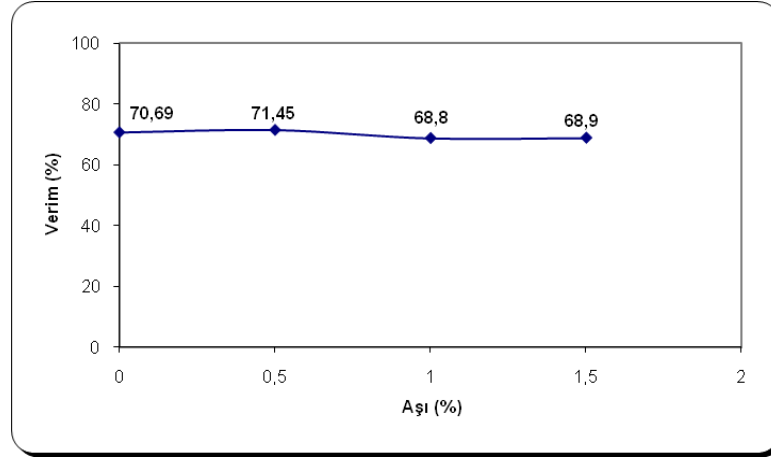


Şekil 6.81 Reaktan oranının ürün verimi üzerine etkisi (Deney koşulları: 2 saat, % 1 aşı, % 3 PG, 2 ml İPA, 95°C, 500 rpm)

Boraks dekahidrattan üretilen borik asit ve çinko karbonat kullanılarak elde edilen hidrofobik Çinko Borat reaksiyonu için aşı miktarının ürün verimi üzerine etkisi Şekil 6.82'deki gibidir. % 0-1.5 aşı miktarı aralığında yapılan deneyler sonucunda optimum verimin, % 0.5 oranında aşı kullanıldığında elde edildiği görülmektedir.

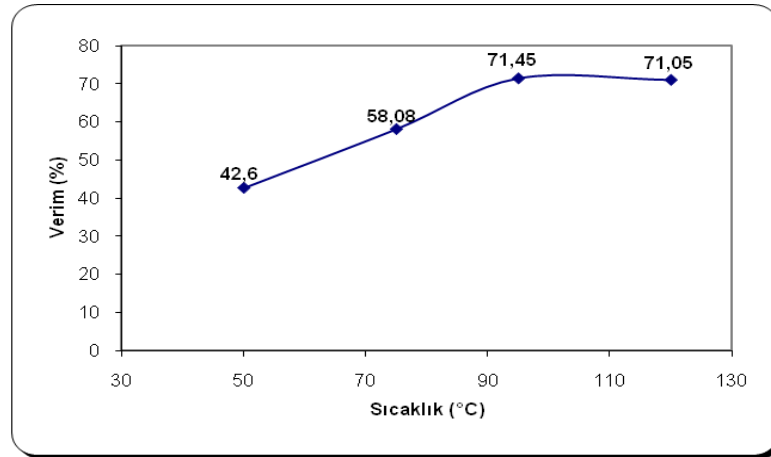
Boraks dekahidrattan üretilen borik asit ve çinko karbonat kullanılarak elde edilen hidrofobik Çinko Borat reaksiyonu için sıcaklığın ürün verimi üzerine etkisi Şekil

6.83'deki gibidir. 50-120°C aralığında yapılan deneyler sonucunda optimum verimin, 95°C'de elde edildiği görülmektedir.



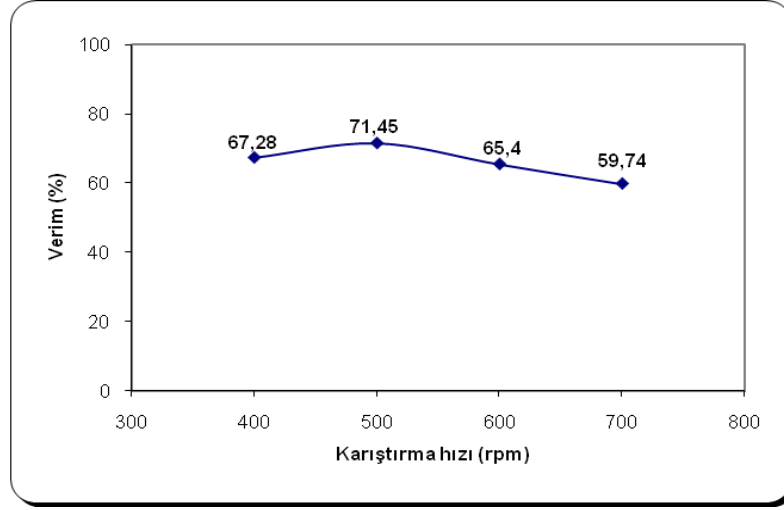
Şekil 6.82 Aşı miktarının ürün verimi üzerine etkisi (Deney koşulları: 2 saat, $H_3BO_3:ZnCO_3$: [4:1], % 3 PG, 2 ml İPA, 95°C, 500 rpm)

Boraks dekahidrattan üretilen borik asit ve çinko karbonat kullanılarak elde edilen hidrofobik Çinko Borat reaksiyonu için karıştırma hızının ürün verimi üzerine etkisi Şekil 6.84'deki gibidir. 400-700 rpm karıştırma hızı aralığında yapılan deneyler sonucunda optimum verimin, 500 rpm'de elde edildiği görülmektedir.



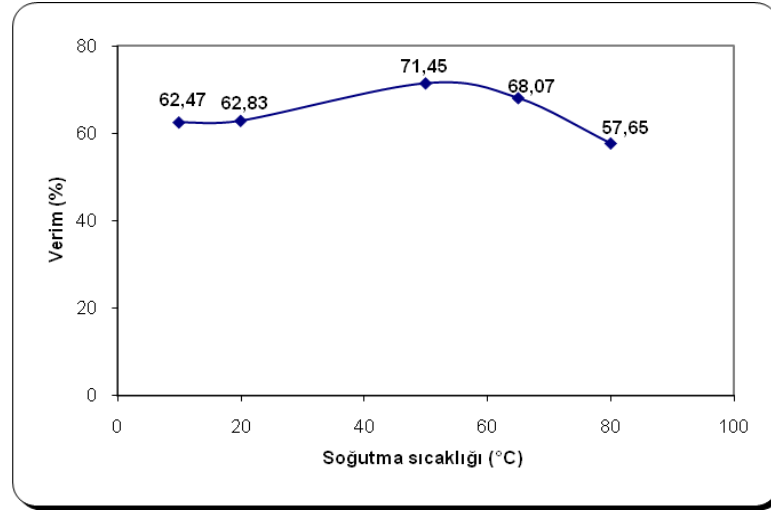
Şekil 6.83 Sıcaklığın ürün verimi üzerine etkisi (Deney koşulları: 2 saat, % 0.5 aşı, $H_3BO_3:ZnCO_3$: [4:1], % 3 PG, 2 ml İPA, 500 rpm)

Boraks dekahidrattan üretilen borik asit ve çinko karbonat kullanılarak elde edilen hidrofobik Çinko Borat reaksiyonu için soğutma sıcaklığının ürün verimi üzerine etkisi Şekil 6.85'deki gibidir. 10-80°C soğutma sıcaklığı aralığında yapılan deneyler sonucunda optimum verimin, 50°C'de elde edildiği görülmektedir.



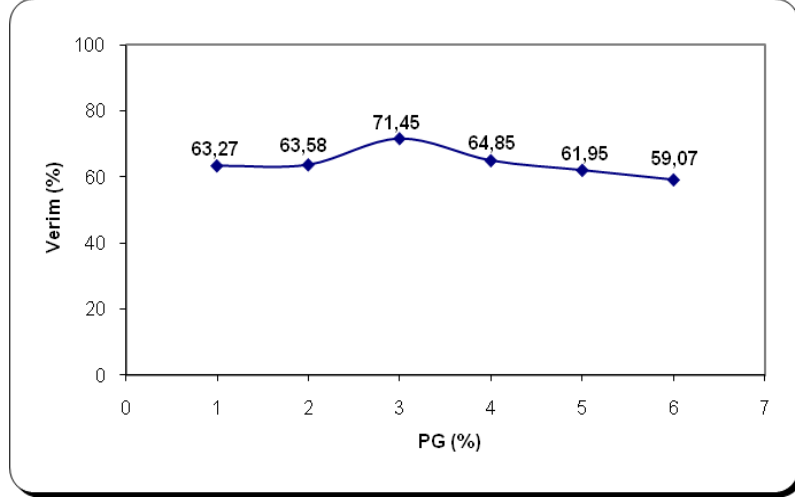
Şekil 6.84 Karıştırma hızının ürün verimi üzerine etkisi (Deney koşulları: 2 saat, $H_3BO_3:ZnCO_3$: [4:1], % 0.5 aşısı, % 3 PG, 2 ml İPA, 95°C)

Boraks dekahidrattan üretilen borik asit ve çinko karbonat kullanılarak elde edilen hidrofobik Çinko Borat reaksiyonu için modifiye ajanın (PG) ürün verimi üzerine etkisi Şekil 6.86'daki gibidir. % 1-6 PG aralığında yapılan deneyler sonucunda optimum verimin, % 3 PG miktarında elde edildiği görülmektedir.

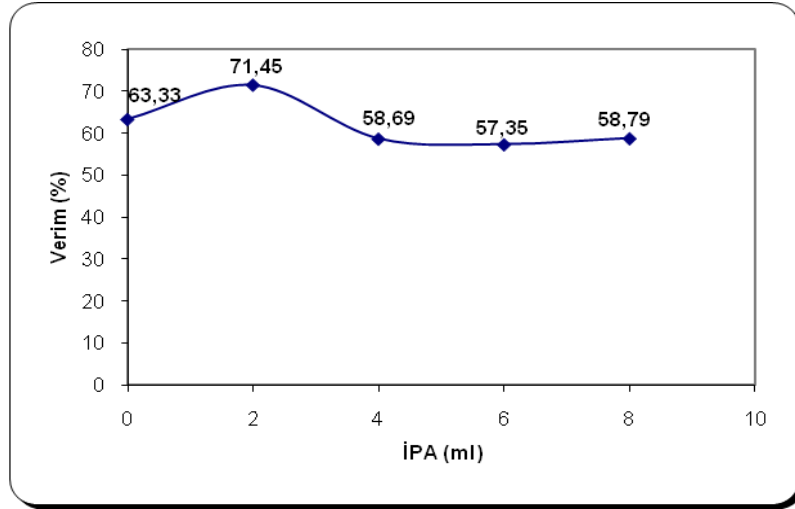


Şekil 6.85 Soğutma sıcaklığının ürün verimi üzerine etkisi (Deney koşulları: 2 saat, $H_3BO_3:ZnCO_3$: [4:1], % 0.5 aşısı, % 3 PG, 2 ml İPA, 95°C, 500 rpm)

Boraks dekahidrattan üretilen borik asit ve çinko karbonat kullanılarak elde edilen hidrofobik Çinko Borat reaksiyonu için çözücü (İPA) miktarının ürün verimi üzerine etkisi Şekil 6.87'deki gibidir. 0-8 ml İPA miktarı aralığında yapılan deneyler sonucunda optimum verimin, 2 ml İPA kullanıldığında elde edildiği görülmektedir.



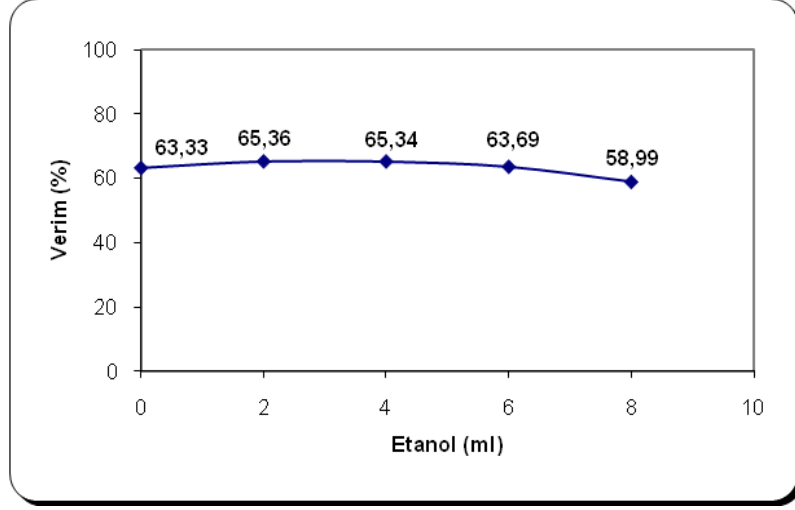
Şekil 6.86 Modifiye ajanın (PG) ürün verimi üzerine etkisi (Deney koşulları: 2 saat, $H_3BO_3:ZnCO_3$: [4:1], % 0.5 aşılı, 2 ml İPA, 95°C, 500 rpm)



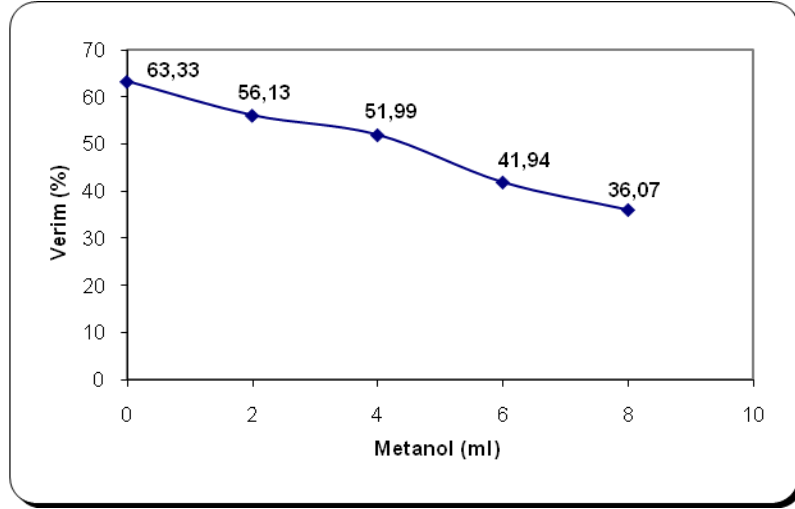
Şekil 6.87 Çözücü (İPA) miktarının ürün verimi üzerine etkisi (Deney koşulları: 2 saat, $H_3BO_3:ZnCO_3$: [4:1], % 0.5 aşılı, % 3 PG, 95°C, 500 rpm)

Boraks dekahidrattan üretilen borik asit ve çinko karbonat kullanılarak elde edilen hidrofobik Çinko Borat reaksiyonu için çözücü (etanol) miktarının ürün verimi üzerine etkisi Şekil 6.88'deki gibidir. 0-8 ml etanol miktarı aralığında yapılan deneyler sonucunda optimum verimin, 2 ml etanol kullanıldığında elde edildiği görülmektedir.

Boraks dekahidrattan üretilen borik asit ve çinko karbonat kullanılarak elde edilen hidrofobik Çinko Borat reaksiyonu için çözücü (metanol) miktarının ürün verimi üzerine etkisi Şekil 6.89'daki gibidir. 0-8 ml metanol miktarı aralığında yapılan deneyler sonucunda optimum verimin, 2 ml metanol kullanıldığında elde edildiği görülmektedir.

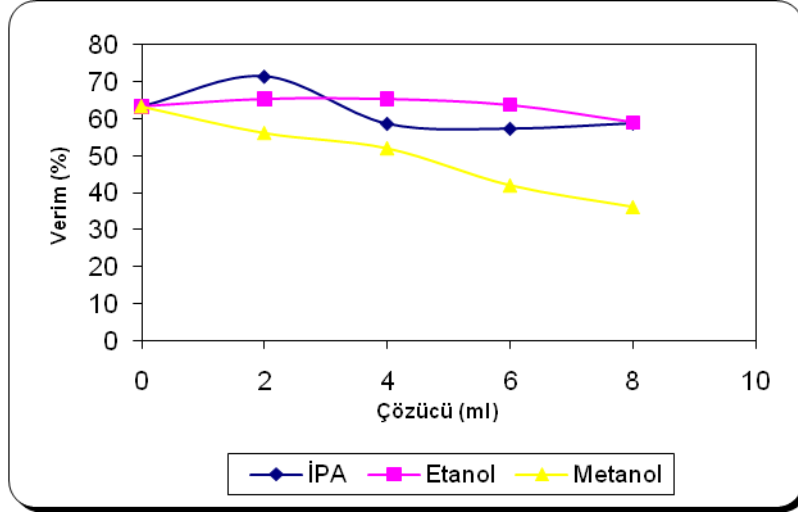


Şekil 6.88 Çözücü (etanol) miktarının ürün verimi üzerine etkisi (Deney koşulları: 2 saat, $H_3BO_3:ZnCO_3$: [4:1], % 0.5 aşı, % 3 PG, 95°C, 500 rpm)



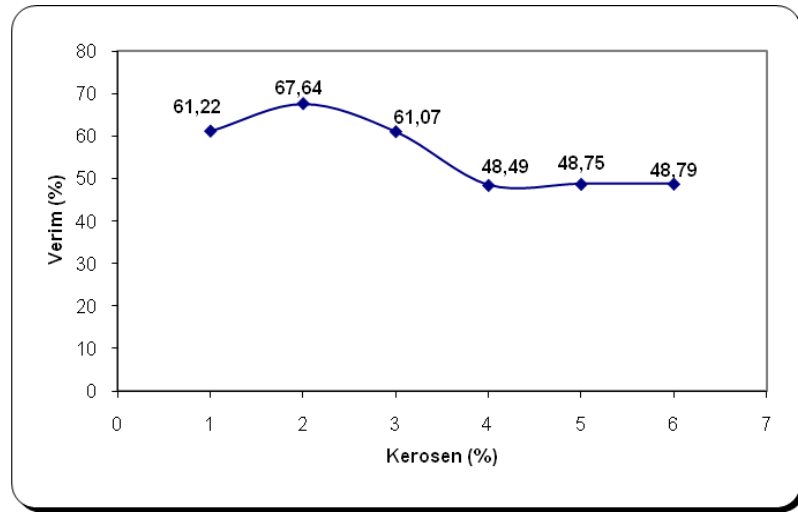
Şekil 6.89 Çözücü (metanol) miktarının ürün verimi üzerine etkisi (Deney koşulları: 2 saat, $H_3BO_3:ZnCO_3$: [4:1], % 0.5 aşı, % 3 PG, 95°C, 500 rpm)

Farklı (İPA, etanol, metanol) çözücü miktarlarıyla, optimum verimin sağlandığı % 3 PG miktarı kullanılarak çözücü miktarının ürün verimi üzerine etkisi Şekil 6.90'da gösterilmektedir. 2 ml çözücü miktarında İPA'nın daha yüksek verim sağladığı onu sırasıyla etanol ve metanolün izlediği görülmektedir. Ancak çözücü miktarının artmasından sonra en yüksek verimin etanol ile elde edildiği, onu sırasıyla İPA ve metanolün izlediği görülmektedir. Genel anlamda da en yüksek verim % 71.45 değeriyle İPA'da ve en düşük verim % 36.07 değeriyle metanolde elde edildiği görülmektedir.



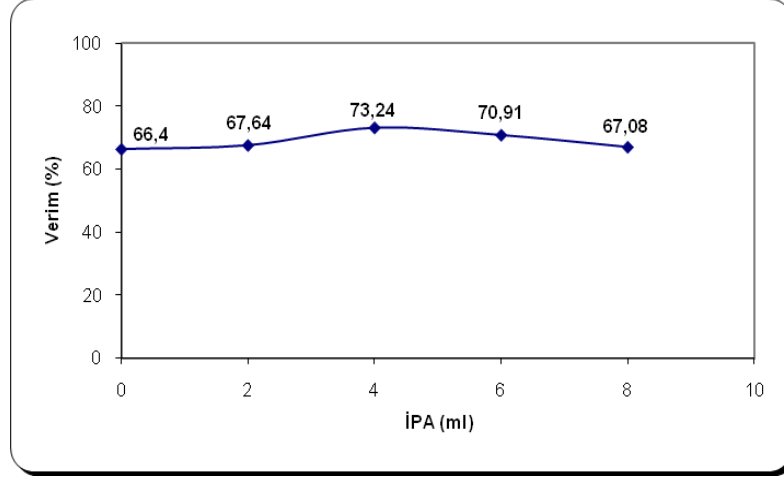
Şekil 6.90 PG-Farklı (İPA, etanol, metanol) çözücü miktarlarının ürün verimi üzerine etkisi (Deney koşulları: 2 saat, $H_3BO_3:ZnCO_3$: [4:1], % 0.5 aşı, % 3 PG, 95°C, 500 rpm)

Boraks dekahidrattan üretilen borik asit ve çinko karbonat kullanılarak elde edilen hidrofobik Çinko Borat reaksiyonu için modifiye ajanın (kerosen) ürün verimi üzerine etkisi Şekil 6.91'deki gibidir. % 1-6 kerosen miktarı aralığında yapılan deneyler sonucunda optimum verimin, % 2 kerosen miktarında elde edildiği görülmektedir.

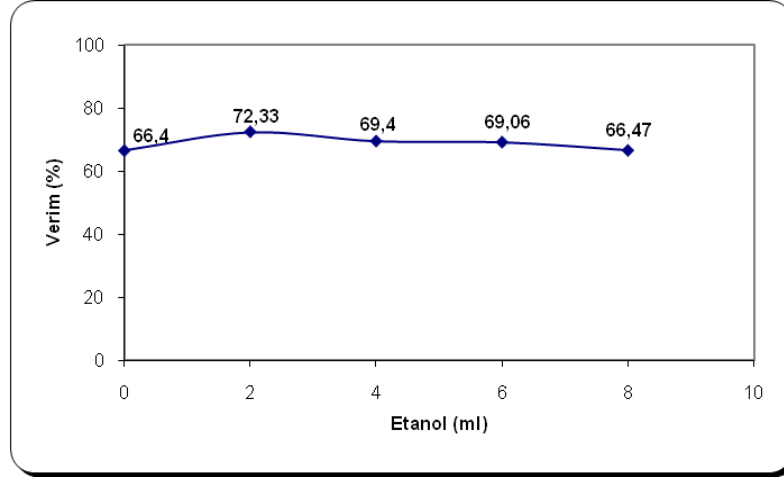


Şekil 6.91 Modifiye ajanın (kerosen) ürün verimi üzerine etkisi (Deney koşulları: 2 saat, $H_3BO_3:ZnCO_3$: [4:1], % 0.5 aşı, 2 ml İPA, 95°C, 500 rpm)

Boraks dekahidrattan üretilen borik asit ve çinko karbonat kullanılarak elde edilen hidrofobik Çinko Borat reaksiyonu için çözücü (İPA) miktarının ürün verimi üzerine etkisi Şekil 6.92'deki gibidir. 0-8 ml İPA miktarı aralığında yapılan deneyler sonucunda optimum verimin, 4 ml İPA kullanıldığında elde edildiği görülmektedir.



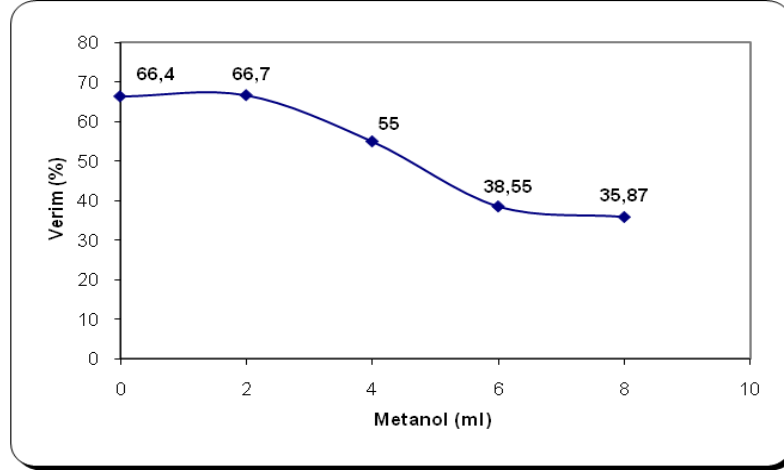
Şekil 6.92 Çözücü (İPA) miktarının ürün verimi üzerine etkisi (Deney koşulları: 2 saat, $H_3BO_3:ZnCO_3$: [4:1], % 0.5 aşı, % 2 kerosen, 95°C, 500 rpm)



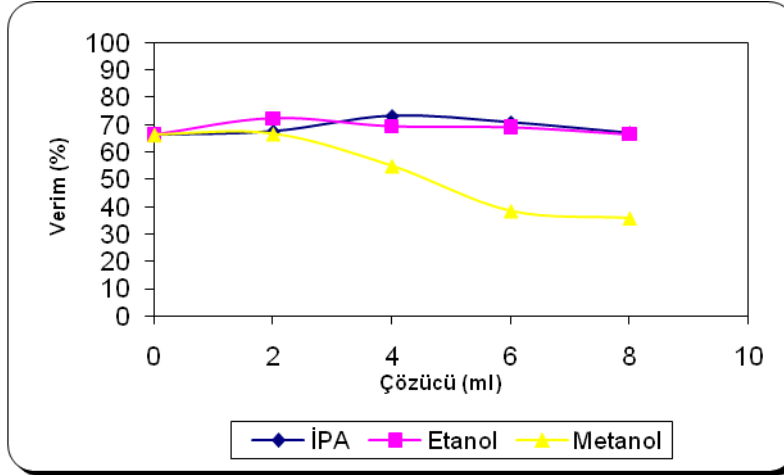
Şekil 6.93 Çözücü (etanol) miktarının ürün verimi üzerine etkisi (Deney koşulları: 2 saat, $H_3BO_3:ZnCO_3$: [4:1], % 0.5 aşı, % 2 kerosen, 95°C, 500 rpm)

Boraks dekahidrattan üretilen borik asit ve çinko karbonat kullanılarak elde edilen hidrofobik Çinko Borat reaksiyonu için çözücü (etanol) miktarının ürün verimi üzerine etkisi Şekil 6.93'deki gibidir. 0-8 ml etanol miktarı aralığında yapılan deneyler sonucunda optimum verimin, 2 ml etanol kullanıldığında elde edildiği görülmektedir.

Boraks dekahidrattan üretilen borik asit ve çinko karbonat kullanılarak elde edilen hidrofobik Çinko Borat reaksiyonu için çözücü (metanol) miktarının ürün verimi üzerine etkisi Şekil 6.94'deki gibidir. 0-8 ml metanol miktarı aralığında yapılan deneyler sonucunda optimum verimin, 2 ml metanol kullanıldığında elde edildiği görülmektedir.



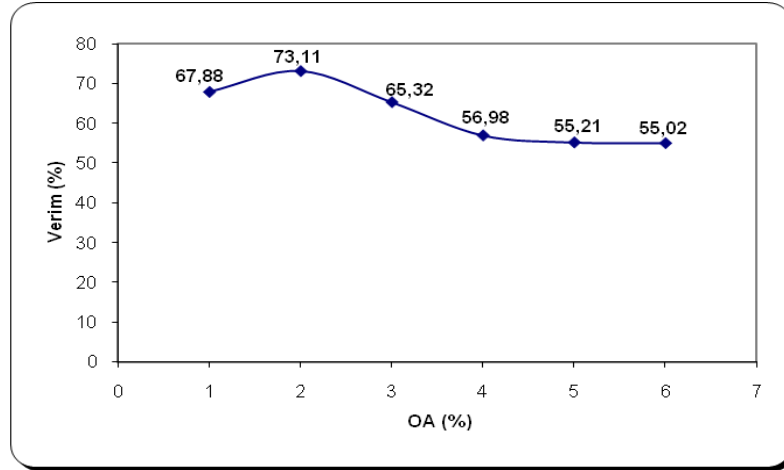
Şekil 6.94 Çözücü (metanol) miktarının ürün verimi üzerine etkisi (Deney koşulları: 2 saat, $H_3BO_3:ZnCO_3$: [4:1], % 0.5 aşısı, % 2 kerosen, 95°C, 500 rpm)



Şekil 6.95 Kerosen-Farklı (İPA, etanol, metanol) çözücü miktarlarının ürün verimi üzerine etkisi (Deney koşulları: 2 saat, $H_3BO_3:ZnCO_3$: [4:1], % 0.5 aşısı, % 2 kerosen, 95°C, 500 rpm)

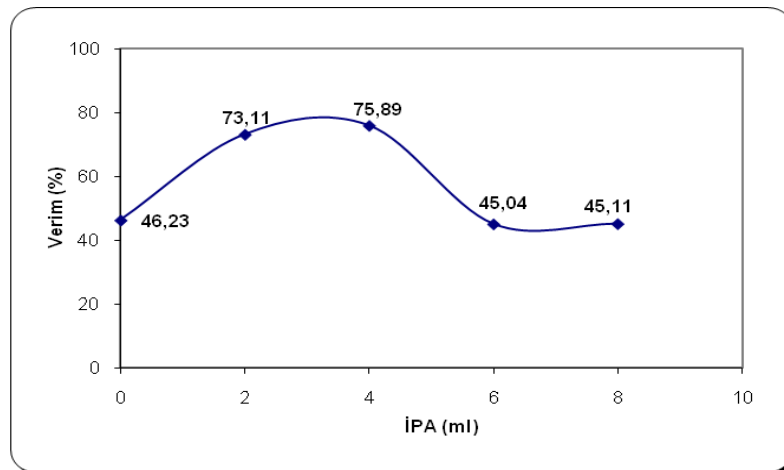
Farklı (İPA, etanol, metanol) çözücü miktarlarıyla, optimum verimin sağlandığı % 2 kerosen miktarı kullanılarak çözücü miktarının ürün verimi üzerine etkisi Şekil 6.95’de gösterilmektedir. 2 ml çözücü miktarında etanolün daha yüksek verim sağladığı onu sırasıyla İPA ve metanolün izlediği görülmektedir. Ancak çözücü miktarının artmasından sonra en yüksek verimin İPA ile elde edildiği, onu sırasıyla etanol ve metanolün izlediği görülmektedir. Genel anlamda da en yüksek verim % 73.45 değeriyle İPA’da ve en düşük verim % 35.87 değeriyle metanolde elde edildiği görülmektedir.

Boraks dekahidrattan üretilen borik asit ve çinko karbonat kullanılarak elde edilen hidrofobik Çinko Borat reaksiyonu için modifiye ajanın (O.A) ürün verimi üzerine etkisi Şekil 6.96'daki gibidir. % 1-6 O.A miktarı aralığında yapılan deneyler sonucunda optimum verimin, % 2 O.A miktarında elde edildiği görülmektedir.



Şekil 6.96 Modifiye ajanın (O.A) ürün verimi üzerine etkisi (Deney koşulları: 2 saat, $H_3BO_3:ZnCO_3$: [4:1], % 0.5 aşı, 2 ml İPA, 95°C, 500 rpm)

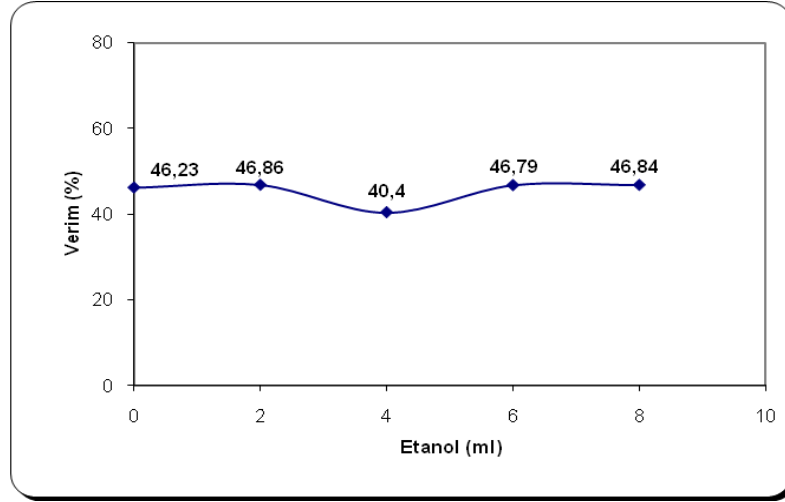
Boraks dekahidrattan üretilen borik asit ve çinko karbonat kullanılarak elde edilen hidrofobik Çinko Borat reaksiyonu için çözücü (İPA) miktarının ürün verimi üzerine etkisi Şekil 6.97'deki gibidir. 0-8 ml İPA miktarı aralığında yapılan deneyler sonucunda optimum verimin, 4 ml İPA kullanıldığında elde edildiği görülmektedir.



Şekil 6.97 Çözücü (İPA) miktarının ürün verimi üzerine etkisi (Deney koşulları: 2 saat, $H_3BO_3:ZnCO_3$: [4:1], % 0.5 aşı, % 2 O.A, 95°C, 500 rpm)

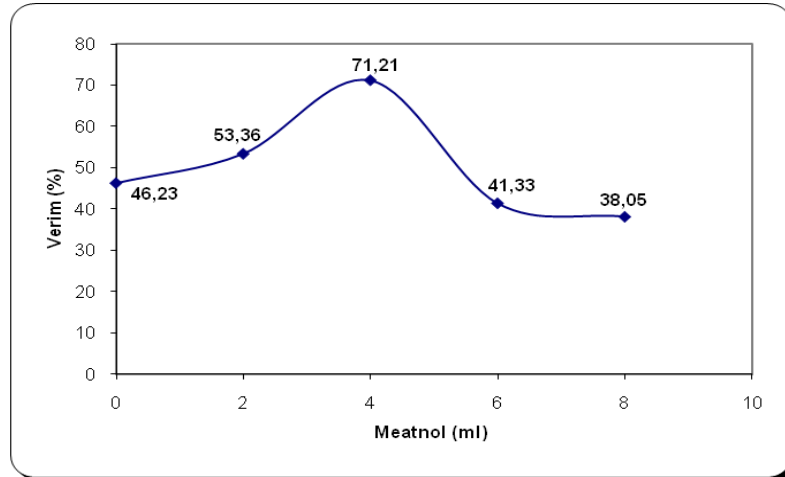
Boraks dekahidrattan üretilen borik asit ve çinko karbonat kullanılarak elde edilen hidrofobik Çinko Borat reaksiyonu için çözücü (etanol) miktarının ürün verimi üzerine

etkisi Şekil 6.98'deki gibidir. 0-8 ml etanol miktarı aralığında yapılan deneyler sonucunda optimum verimin, 2 ml etanol kullanıldığında elde edildiği görülmektedir.



Şekil 6.98 Çözücü (etanol) miktarının ürün verimi üzerine etkisi (Deney koşulları: 2 saat, $H_3BO_3:ZnCO_3$: [4:1], % 0.5 aşı, % 2 O.A, 95°C, 500 rpm)

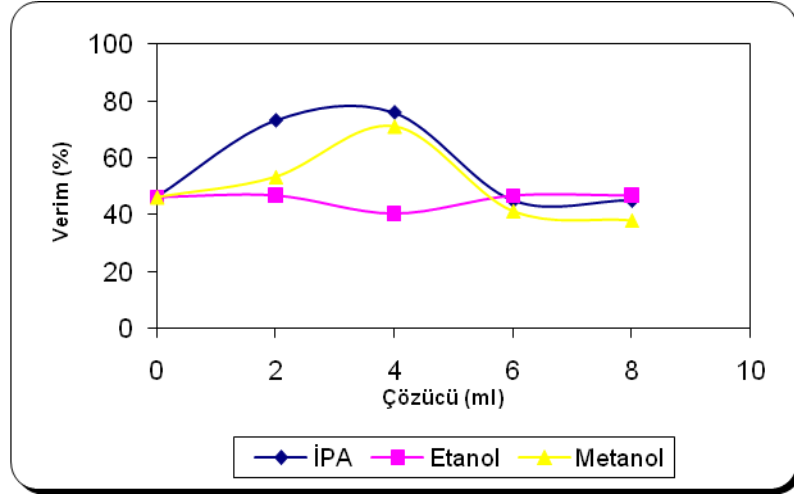
Boraks dekahidrattan üretilen borik asit ve çinko karbonat kullanılarak elde edilen hidrofobik Çinko Borat reaksiyonu için çözücü (metanol) miktarının ürün verimi üzerine etkisi Şekil 6.99'daki gibidir. 0-8 ml metanol miktarı aralığında yapılan deneyler sonucunda optimum verimin, 4 ml metanol kullanıldığında elde edildiği görülmektedir.



Şekil 6.99 Çözücü (metanol) miktarının ürün verimi üzerine etkisi (Deney koşulları: 2 saat, $H_3BO_3:ZnCO_3$: [4:1], % 0.5 aşı, % 2 O.A, 95°C, 500 rpm)

Farklı (İPA, etanol, metanol) çözücü miktarlarıyla, optimum verimin sağlandığı % 2 O.A miktarı kullanılarak çözücü miktarının ürün verimi üzerine etkisi Şekil 6.100'de gösterilmektedir. 6 ml çözücü miktarı çözücü seçiminde dönüm noktası kabul edilebilir.

Çünkü 6 ml çözücü miktarında kadar en yüksek ürün veriminin İPA'da ve ondan sonra sırasıyla metanol ve etanolde elde edildiği görülmektedir. 6 ml çözücü miktarından sonra ise en yüksek verimin etanolde ve ondan sonra sırasıyla İPA ve metanolde elde edildiği görülmektedir. Genel anlamda da en yüksek verim % 75.89 değeriyle İPA'da ve en düşük verim % 38.05 değeriyle metanolde elde edilmektedir.

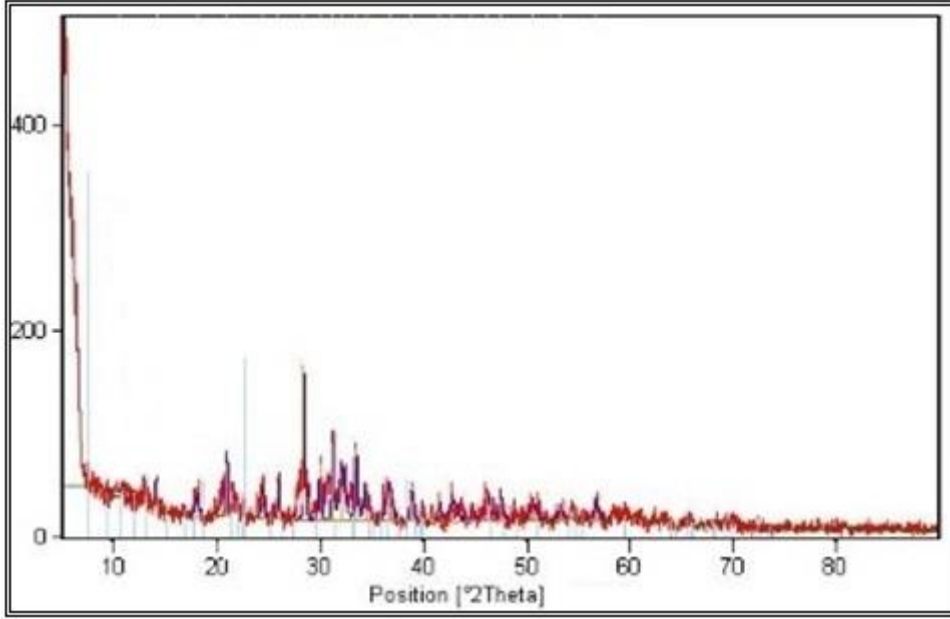


Şekil 6.100 O.A-Farklı (İPA, etanol, metanol) çözücü miktarlarının ürün verimi üzerine etkisi (Deney koşulları: 2 saat, $H_3BO_3:ZnCO_3$: [4:1], % 0.5 aşısı, % 2 O.A, 95°C, 500 rpm)

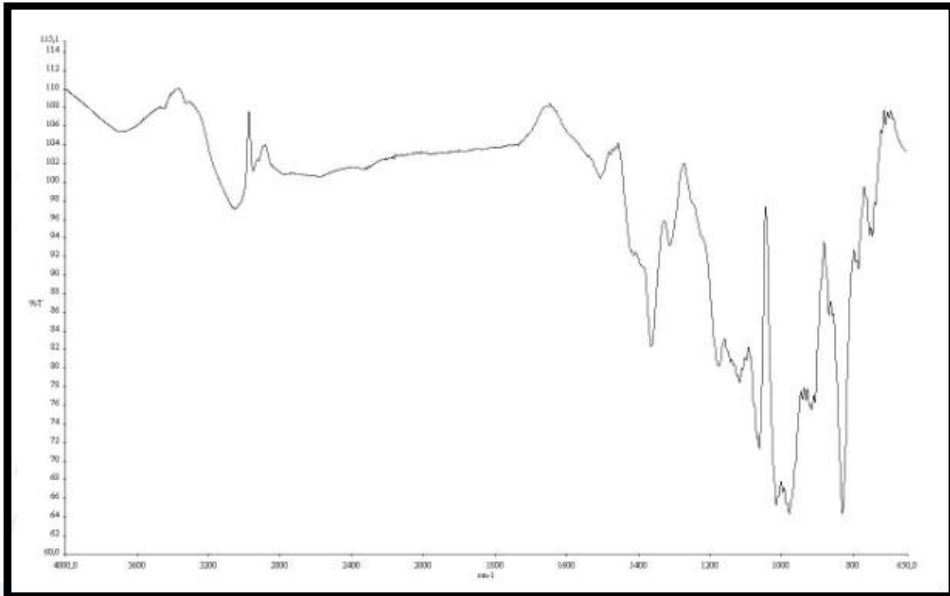
6.5.2 Üretilen Hidrofobik Çinko Boratın Karakterizasyonu

Boraks dekahidrattan üretilen borik asit ve çinko karbonat kullanılarak elde edilen hidrofobik Çinko Boratın özellikleri 0-80° aralığında değişen difraksiyon açılarında gerçekleştirilen X-ışını analiziyle incelenmiştir (Şekil 6.101). XRD diyagramına göre, üretilen hidrofobik Çinko Boratın % 100'lük pikinin yaklaşık olarak 28.35° difraksiyon açısında oluştuğu görülmektedir.

2951.26-3690.27 cm^{-1} aralığındaki bantlar O-H gerilme titreşimlerini göstermektedir. 2573.71 cm^{-1} 'deki bant hidrojen bağlı O-H gerilme titreşimlerini göstermektedir. 1312.35 ve 1363.26 cm^{-1} 'deki bantlar ile 868.30-979.05 cm^{-1} aralığındaki bantlar üç yüzlü (BO_3) borat gruplarının asimetric gerilme titreşimlerini göstermektedir. 1014.88-1177.95 ve 747.61-830.88 cm^{-1} aralıklarındaki pikler dört yüzlü (BO_4) borat gruplarının asimetric ve simetric gerilme titreşimlerini göstermektedir. 709.47 cm^{-1} 'deki bant üç yüzlü (BO_3) borat gruplarının düzlem dışı bükülme titreşimlerini göstermektedir (Şekil 6.102).

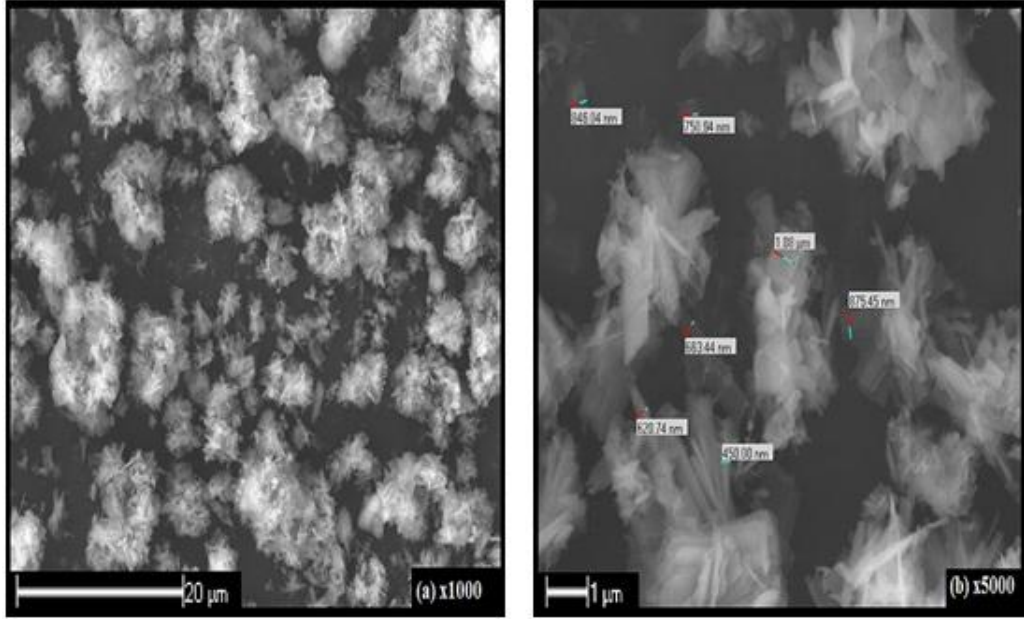


Şekil 6.101 PG-İPA karışımı ile optimum noktalarda elde edilen Çinko Boratın XRD diyagramı (Deney koşulları: 2 saat, H_3BO_3 : $ZnCO_3$: [4:1], % 0.5 aşı, % 3 PG, 2 ml İPA, $95^\circ C$, 500 rpm)

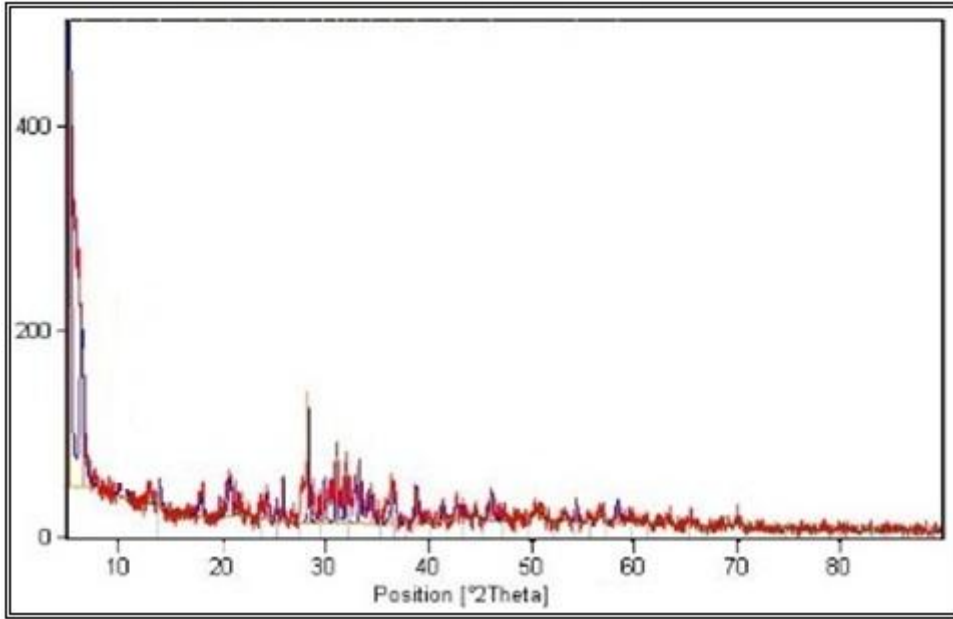


Şekil 6.102 PG-İPA karışımı ile optimum noktalarda elde edilen Çinko Boratın FT-IR spektrumu (Deney koşulları: 2 saat, H_3BO_3 : $ZnCO_3$: [4:1], % 0.5 aşı, % 3 PG, 2 ml İPA, $95^\circ C$, 500 rpm)

Boraks dekahidrattan üretilen borik asit ve çinko karbonat kullanılarak elde edilen hidrofobik Çinko Boratın SEM görüntüleri Şekil 6.103'deki gibidir. Üretilen Çinko Boratın partikül boyutları, 450.0 nm-1.08 μm aralığında değişmektedir.



Şekil 6.103 PG-İPA karışımı ile optimum noktalarda elde edilen Çinko Boratın SEM görüntüsü (Deney koşulları: 2 saat, H_3BO_3 : $ZnCO_3$: [4:1], % 0.5 aş, % 3 PG, 2 ml İPA, $95^\circ C$, 500 rpm)

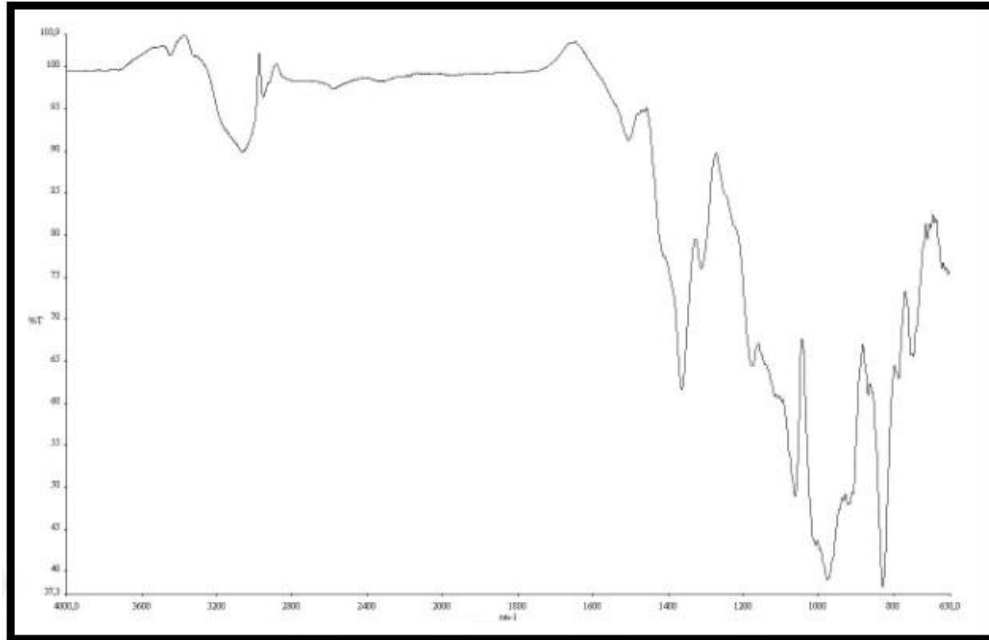


Şekil 6.104 Kerosen-İPA karışımı ile optimum noktalarda elde edilen Çinko Boratın XRD diyagramı (Deney koşulları: 2 saat, H_3BO_3 : $ZnCO_3$: [4:1], % 0.5 aş, % 2 kerosen, 4 ml İPA, $95^\circ C$, 500 rpm)

Boraks dekahidrattan üretilen borik asit ve çinko karbonat kullanılarak elde edilen hidrofobik Çinko Boratın özellikleri $0-80^\circ$ aralığında değişen difraksiyon açılarında gerçekleştirilen X-ışını analiziyle incelenmiştir (Şekil 6.104). XRD diyagramına göre,

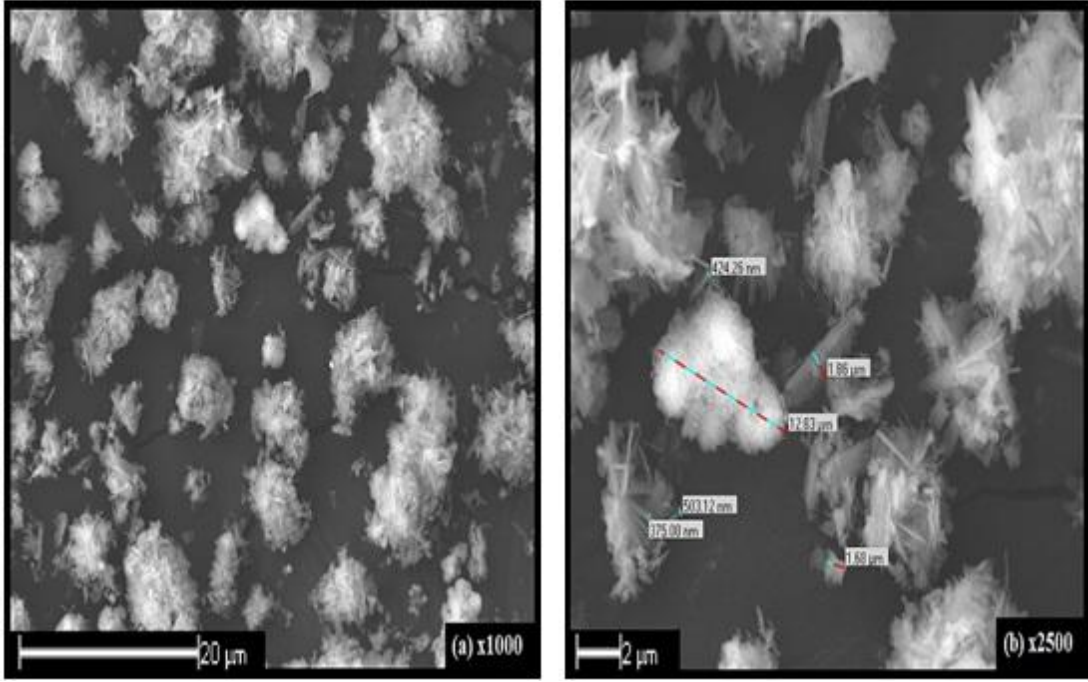
üretilen hidrofobik Çinko Boratın % 100'lük pikinin yaklaşık olarak 29.84° difraksiyon açısında oluştuğu görülmektedir.

2952.40-3444.25 cm^{-1} aralığındaki bantlar O-H gerilme titreşimlerini göstermektedir. 1301.62 ve 1362.96 cm^{-1} 'deki bantlar ile 868.46-977.77 cm^{-1} aralığındaki bantlar üç yüzlü (BO_3) borat gruplarının asimetric gerilme titreşimlerini göstermektedir. 1061.88 ile 1176.00 cm^{-1} 'deki ve 786.36 ile 829.67 cm^{-1} 'deki pikler dört yüzlü (BO_4) borat gruplarının asimetric ve simetric gerilme titreşimlerini göstermektedir. 748.02 cm^{-1} 'deki bant üç yüzlü (BO_3) borat gruplarının düzlem dışı bükülme titreşimlerini göstermektedir (Şekil 6.105).

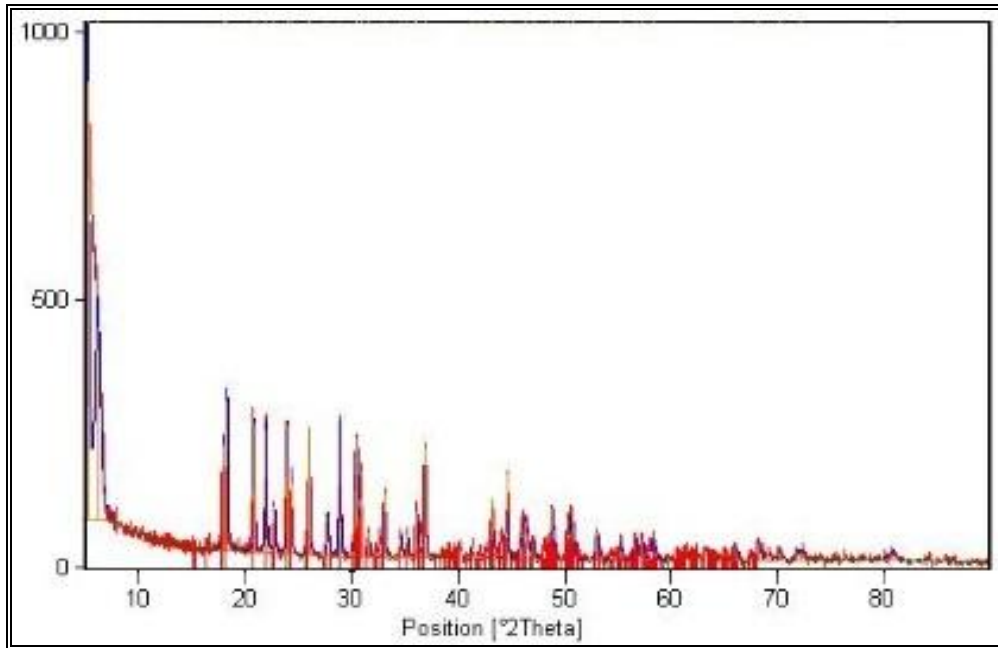


Şekil 6.105 Kerosen-İPA karışımı ile optimum noktalarda elde edilen Çinko Boratın FT-IR spektrumu (Deney koşulları: 2 saat, H_3BO_3 : ZnCO_3 : [4:1], % 0.5 aşı, % 2 kerosen, 4 ml İPA, 95°C, 500 rpm)

Boraks dekahidrattan üretilen borik asit ve çinko karbonat kullanılarak elde edilen hidrofobik Çinko Boratın SEM görüntüleri Şekil 6.106'daki gibidir. Üretilen Çinko Boratın partikül boyutları, 375.0 nm-12.63 μm aralığında değişmektedir.

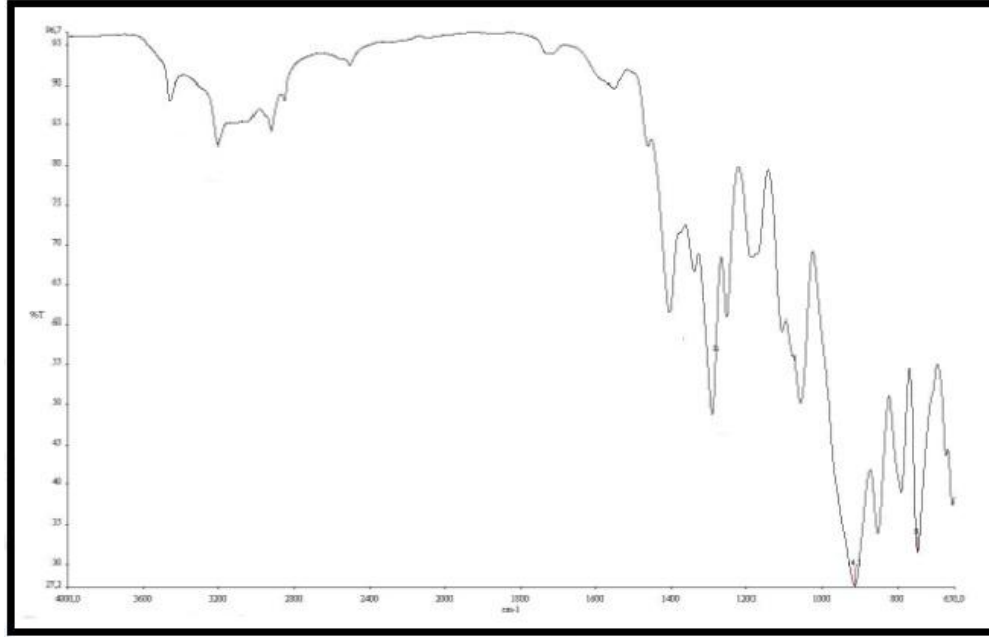


Şekil 6.106 Kerosen-İPA karışımı ile optimum noktalarda elde edilen Çinko Boratın SEM görüntüsü (Deney koşulları: 2 saat, H_3BO_3 : $ZnCO_3$: [4:1], % 0.5 aşı, % 2 kerosen, 4 ml İPA, 95°C, 500 rpm)



Şekil 6.107 O.A-İPA karışımı ile optimum noktalarda elde edilen Çinko Boratın XRD diyagramı (Deney koşulları: 2 saat, H_3BO_3 : $ZnCO_3$: [4:1], % 0.5 aşı, % 2 O.A, 4 ml İPA, 95°C, 500 rpm)

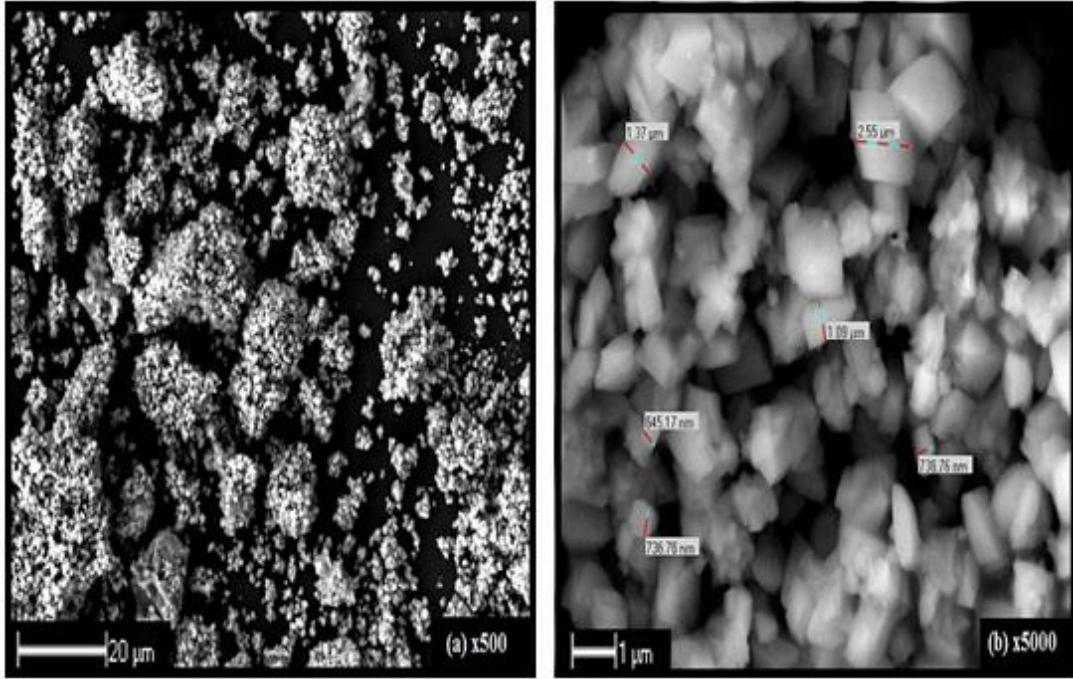
Boraks dekahidrattan üretilen borik asit ve çinko karbonat kullanılarak elde edilen hidrofobik Çinko Boratın özellikleri 0-80° aralığında değişen difraksiyon açılarında gerçekleştirilen X-Işını analiziyle incelenmiştir (Şekil 6.107). XRD diyagramına göre, üretilen hidrofobik Çinko Boratın % 100'lük pikinin yaklaşık olarak 28.84° difraksiyon açısında olduğu görülmektedir.



Şekil 6.108 O.A-İPA karışımı ile optimum noktalarda elde edilen Çinko Boratın FT-IR spektrumu (Deney koşulları: 2 saat, H₃BO₃: ZnCO₃ : [4:1], % 0.5 aşI, % 2 O.A, 4 ml İPA, 95°C, 500 rpm)

2926.04-3456.29 cm⁻¹ aralığındaki bantlar O-H gerilme titreşimlerini göstermektedir. 2508.69 cm⁻¹'deki bant hidrojen bağlı O-H gerilme titreşimlerini göstermektedir. 1290.39-1403.24 cm⁻¹ aralığındaki bantlar ile 853.71-934.77 cm⁻¹'deki bantlar üç yüzlü (BO₃) borat gruplarının asimetric gerilme titreşimlerini göstermektedir. 1251.17 cm⁻¹'deki bant B-O-H gruplarının düzlem içi bükülme titreşimlerini göstermektedir. 1059.37-1186.89 cm⁻¹ aralığındaki ve 790.79-853.71 cm⁻¹'deki pikler dört yüzlü (BO₄) borat gruplarının asimetric ve simetric gerilme titreşimlerini göstermektedir. 748.0 cm⁻¹'deki bant üç yüzlü (BO₃) borat gruplarının düzlem dışı bükülme titreşimlerini göstermektedir (Şekil 6.108).

Boraks dekahidrattan üretilen borik asit ve çinko karbonat kullanılarak elde edilen hidrofobik Çinko Boratın SEM görüntüleri Şekil 6.109'daki gibidir. Üretilen Çinko Boratın partikül boyutları, 645.17 nm-2.55 µm aralığında değişmektedir.



Şekil 6.109 O.A-İPA karışımı ile optimum noktalarda elde edilen Çinko Boratın SEM görüntüsü (Deney koşulları: 2 saat, H_3BO_3 : $ZnCO_3$: [4:1], % 0.5 aşısı, % 2 O.A, 4 ml İPA, 95°C, 500 rpm)

6.5.3 Üretilen Hidrofobik Çinko Borat İçin Kimyasal Analiz Sonuçları

Boraks dekahidrattan üretilen borik asit kullanılarak gerçekleştirilen deneylerin koşulları ve üretilen Çinko Borat numunelerinin B_2O_3 -ZnO- H_2O miktarları sırasıyla Çizelge 6.8 ve 6.9’da gösterilmektedir.

Çizelge 6.8 Boraks dekahidrattan üretilen borik asit kullanılarak gerçekleştirilen deneylerin koşulları

Deney No	Deney Koşulları
1	H_3BO_3 : $ZnCO_3$ [4:1], 2 saat, % 0.5 aşısı, % 3 PG, 2 ml İPA, 25 ml su, 500 rpm, 95 °C
2	H_3BO_3 : $ZnCO_3$ [4:1], 2 saat, % 0.5 aşısı, % 2 kerosen, 4 ml İPA, 25 ml su, 500 rpm, 95 °C
3	H_3BO_3 : $ZnCO_3$ [4:1], 2 saat, % 0.5 aşısı, % 2 O.A, 4 ml İPA, 25 ml su, 500 rpm, 95 °C

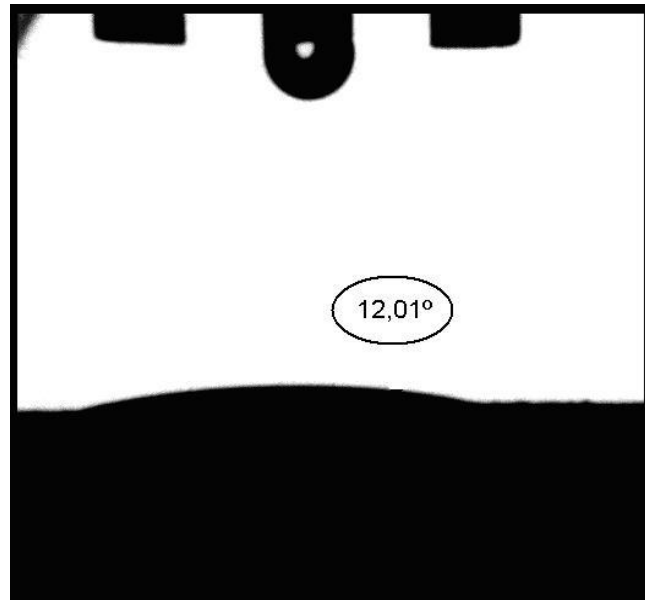
Çizelge 6.9 Boraks dekahidrattan üretilen borik asit kullanılarak üretilen hidrofobik Çinko Borat numunelerinin B₂O₃-ZnO-H₂O miktarları

Deney No	B ₂ O ₃ (%)	ZnO (%)	H ₂ O (%)	Formül
1	44.41	45.88	9.71	2.7ZnO.3B ₂ O ₃ .2.5H ₂ O
2	35.03	41.90	23.07	3ZnO.3B ₂ O ₃ .7.6H ₂ O
3	43.46	32.15	24.39	1.9ZnO.3B ₂ O ₃ .6.5H ₂ O

Referans Çinko Boratın Çizelge 6.1'deki B₂O₃-ZnO-H₂O değerleri ile Çizelge 6.8'deki deney koşullarına göre üretilen hidrofobik Çinko Borat numunelerinin B₂O₃-ZnO-H₂O değerleri karşılaştırıldığında 1 no'lu deney sonucunun, reaksiyonlarda kullanılan referans Çinko Boratın yapısına daha benzer olduğu görülmektedir.

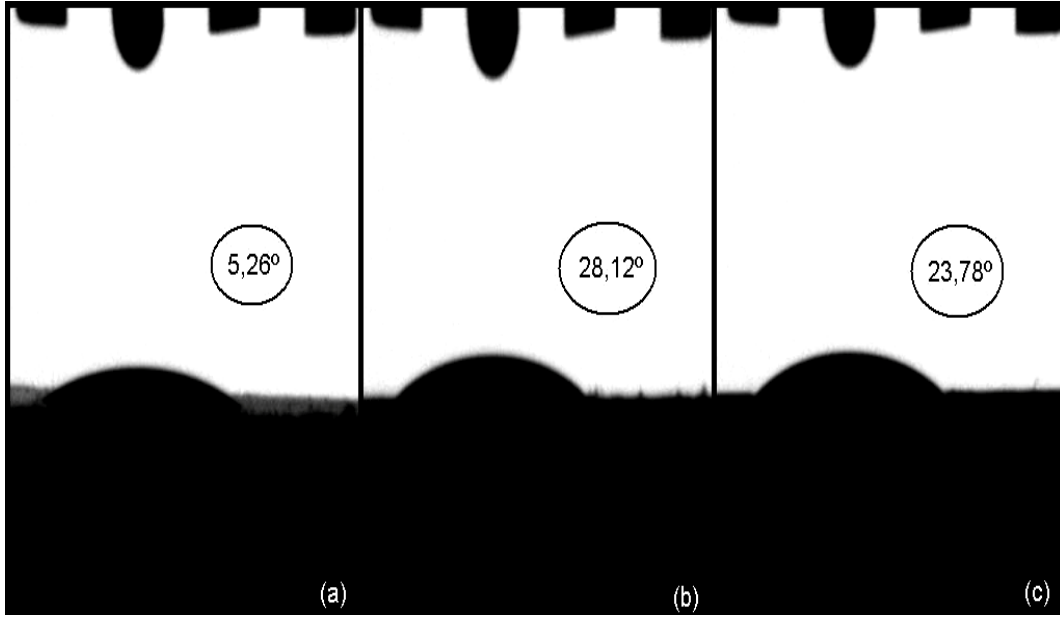
6.5.4 Üretilen Çinko Borat İçin Hidrofobisite Test Sonuçları

Boraks dekahidrattan üretilen borik asit ve çinko karbonat kullanılarak elde edilen hidrofobik Çinko Borat reaksiyonu için yapılan hidrofobisite test sonucu Şekil 6.110'daki gibidir.

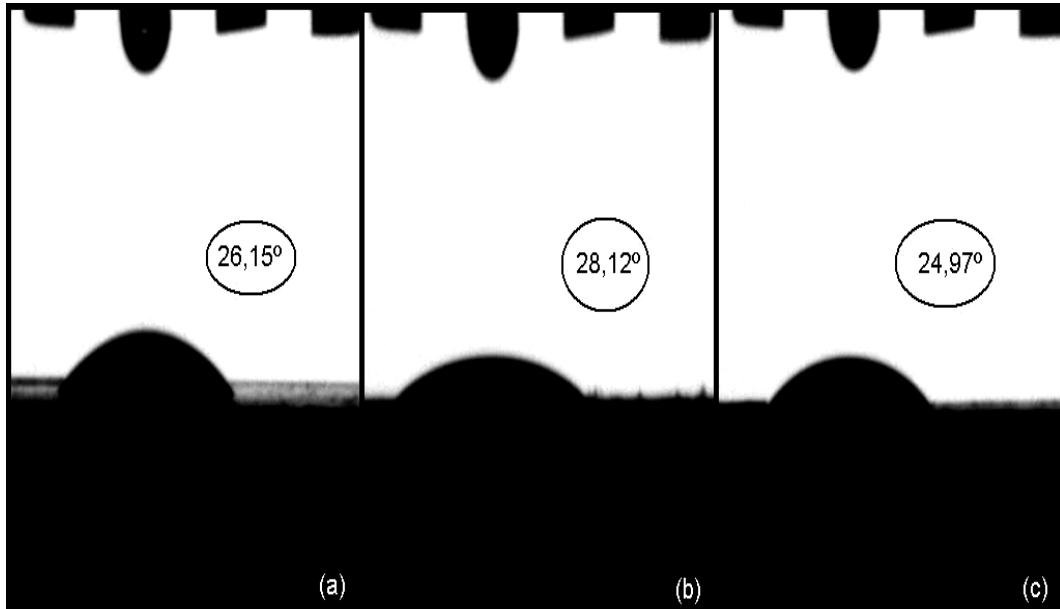


Şekil 6.110 Hidrofobik Çinko Boratın temas açısı değeri ve görüntüsü (Deney koşulları: 2 saat, H₃BO₃:ZnCO₃ : [3:1], % 1 aş, 95°C, 500 rpm)

Hidrofilik Çinko Boratın yapılan hidrofobisite testi sonucu, temas açısı değerinin 12.01° olduğu gözlenmektedir.



Şekil 6.111 Farklı miktarlarda modifiye ajan (PG) kullanılarak elde edilen Çinko Boratın temas açısı değerleri ve görüntüleri a-) % 1, b-) % 3, c-) % 5 (Deney koşulları: 2 saat, $H_3BO_3:ZnCO_3$ oranı [4:1], % 0.5 aşı, 2 ml İPA, $95^\circ C$, 500 rpm)

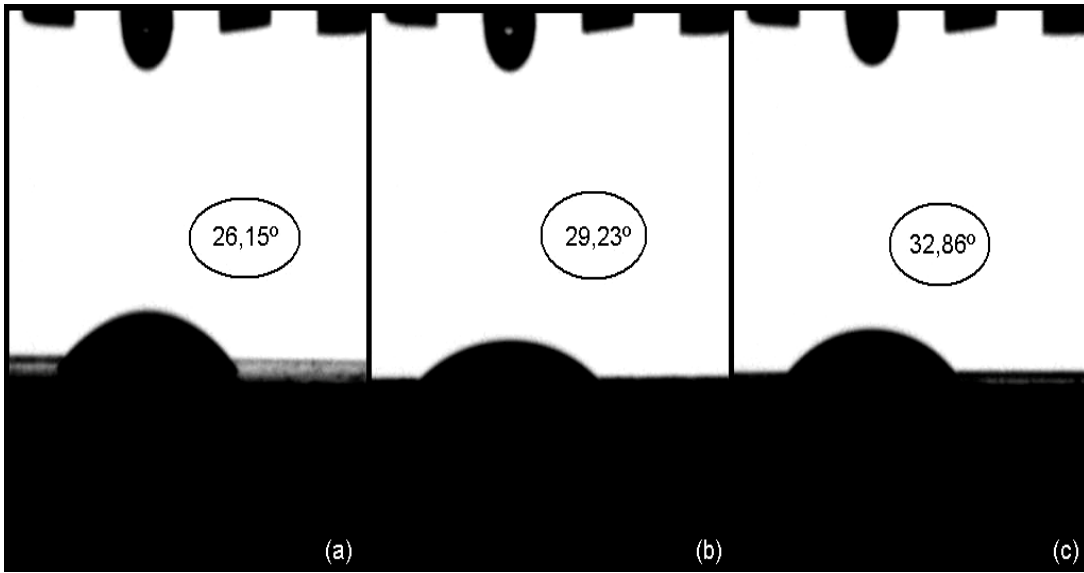


Şekil 6.112 Farklı miktarlarda çözücü (İPA) kullanılarak elde edilen Çinko Boratın temas açısı değerleri ve görüntüleri a-) 0 ml, b-) 2 ml, c-) 8 ml (Deney koşulları: 2 saat, $H_3BO_3:ZnCO_3$: [4:1], % 0.5 aşı, % 3 PG, $95^\circ C$, 500 rpm)

Boraks dekahidrattan üretilen borik asit ve çinko karbonat kullanılarak elde edilen hidrofobik Çinko Borat reaksiyonu için farklı modifiye ajan (PG) miktarlarından elde edilen ürünlerin hidrofobisite test sonuçları Şekil 6.111 gibidir.

Farklı modifiye ajan (PG) miktarlarında yapılan reaksiyonlar sonucunda optimum temas açısı 28.12° değeriyle, % 3 PG kullanıldığında elde edilmektedir. Minimum temas açısı ise 5.26° değeriyle, % 1 PG kullanıldığında elde edilmektedir.

Boraks dekahidrattan üretilen borik asit ve çinko karbonat kullanılarak elde edilen hidrofobik Çinko Borat reaksiyonu için farklı çözücü (İPA) miktarı kullanılarak elde edilen ürünlerin hidrofobisite test sonuçları Şekil 6.112'deki gibidir.



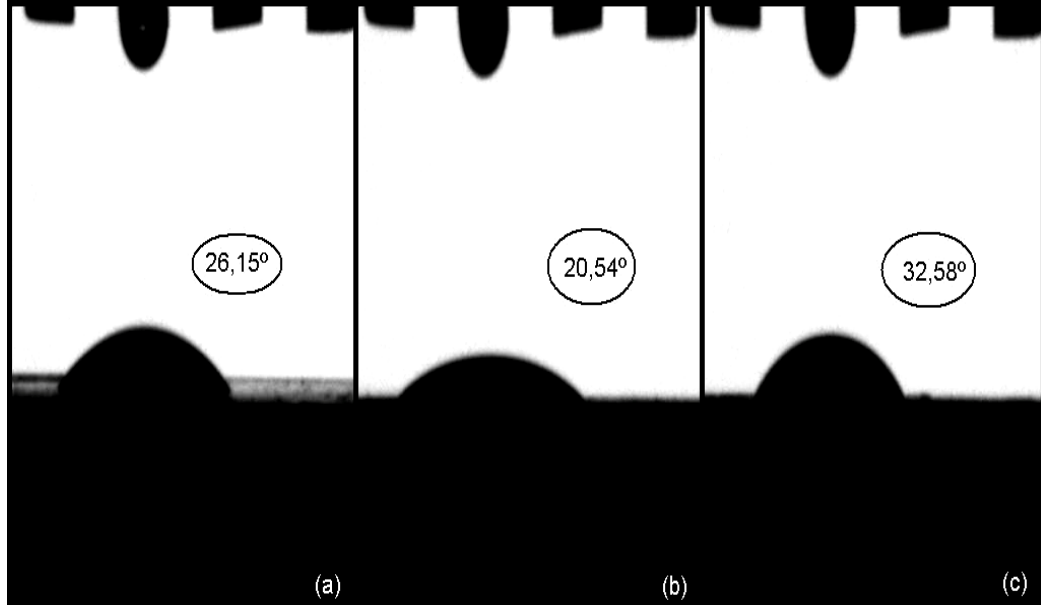
Şekil 6.113 Farklı miktarlarda çözücü (etanol) kullanılarak elde edilen Çinko Boratın temas açısı değerleri ve görüntüleri a-) 0 ml, b-) 2 ml, c-) 8 ml (Deney koşulları: 2 saat, $H_3BO_3:ZnCO_3 : [4:1]$, % 0.5 aşısı, % 3 PG, $95^\circ C$, 500 rpm)

Farklı çözücü (İPA) miktarlarında yapılan reaksiyonlar sonucunda optimum temas açısı 28.12° değeriyle, 2 ml İPA kullanıldığında elde edilmektedir. Minimum temas açısı ise 24.97° değeriyle, 8 ml İPA kullanıldığında elde edilmektedir.

Boraks dekahidrattan üretilen borik asit ve çinko karbonat kullanılarak elde edilen hidrofobik Çinko Borat reaksiyonu için farklı çözücü (etanol) miktarı kullanılarak elde edilen ürünlerin hidrofobisite test sonuçları Şekil 6.113'deki gibidir.

Farklı çözücü (etanol) miktarlarında yapılan reaksiyonlar sonucunda optimum temas açısı 32.86° deęeriyle, 8 ml etanol kullanıldığında elde edilmektedir. Minimum temas açısı ise 26.15° deęeriyle, 0 ml etanol kullanıldığında elde edilmektedir.

Boraks dekahidrattan üretilen borik asit ve çinko karbonat kullanılarak elde edilen hidrofobik Çinko Borat reaksiyonu için farklı çözücü (metanol) miktarı kullanılarak elde edilen ürünlerin hidrofobisite test sonuçları Şekil 6.114'deki gibidir.

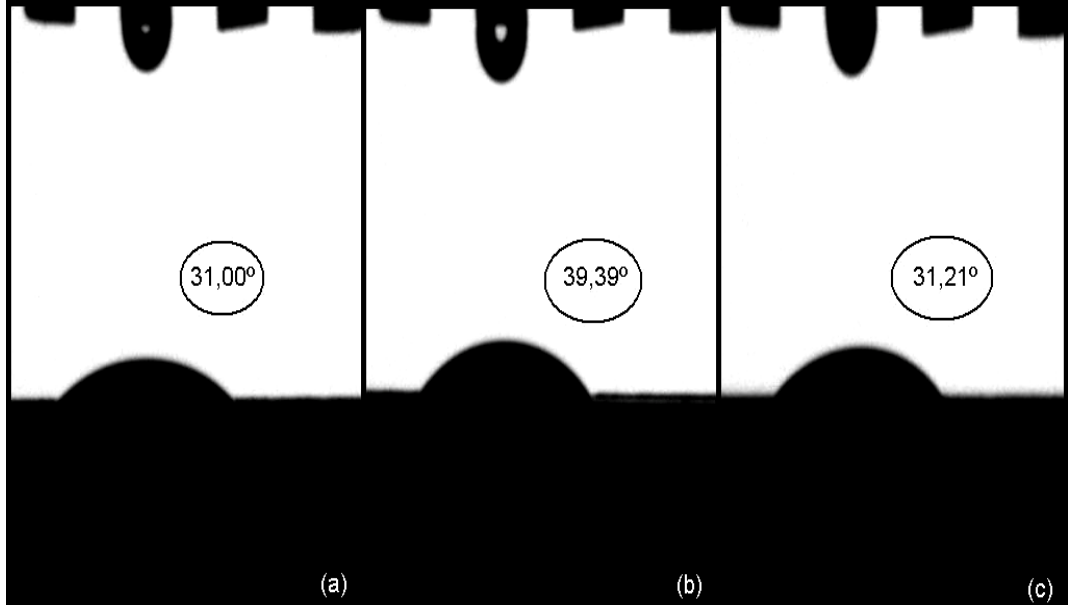


Şekil 6.114 Farklı miktarlarda çözücü (metanol) kullanılarak elde edilen Çinko Boratın temas açısı deęerleri ve görüntüleri a-) 0 ml, b-) 2 ml, c-) 8 ml (Deney koşulları: 2 saat, $H_3BO_3:ZnCO_3$: [4:1], % 0.5 aşısı, % 3 PG, 95°C, 500 rpm)

Farklı çözücü (metanol) miktarlarında yapılan reaksiyonlar sonucunda optimum temas açısı 32.58° deęeriyle, 8 ml metanol kullanıldığında elde edilmektedir. Minimum temas açısı ise 20.54° deęeriyle, 2 ml metanol kullanıldığında elde edilmektedir.

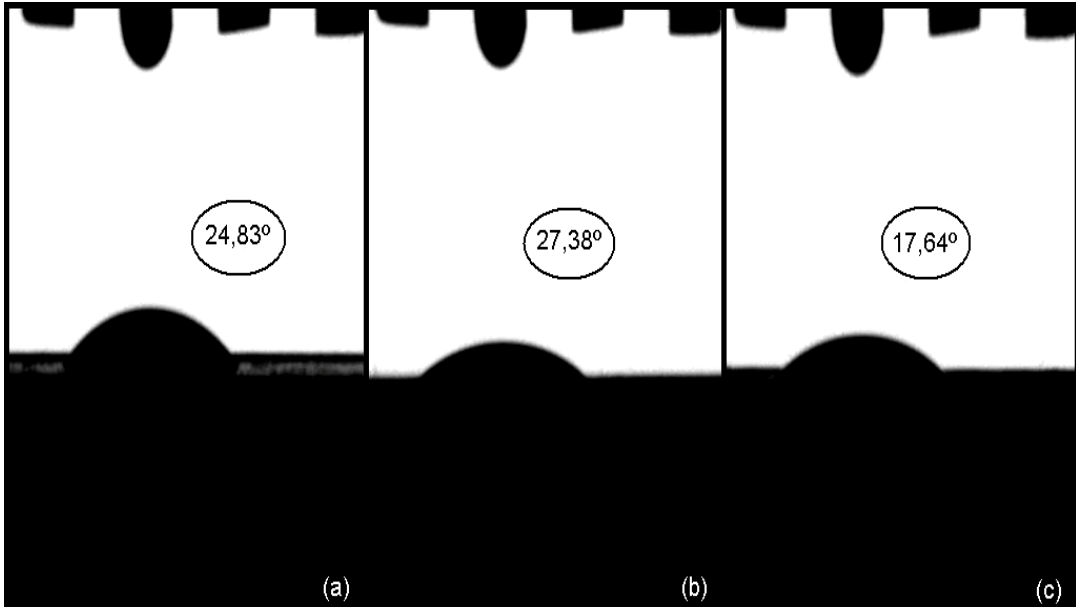
Boraks dekahidrattan üretilen borik asit ve çinko karbonat kullanılarak elde edilen hidrofobik Çinko Borat reaksiyonu için farklı modifiye ajan (kerosen) miktarlarından elde edilen ürünlerin hidrofobisite test sonuçları Şekil 6.115'deki gibidir.

Farklı modifiye ajan (kerosen) miktarlarında yapılan reaksiyonlar sonucunda optimum temas açısı 39.39° deęeriyle, % 3 kerosen kullanıldığında elde edilmektedir. Minimum temas açısı 31.00° deęeriyle, % 1 kerosen kullanıldığında elde edilmektedir.



Şekil 6.115 Farklı miktarlarda modifiye ajan (kerosen) kullanılarak elde edilen Çinko Boratın temas açısı değerleri ve görüntüleri a-) % 1, b-) % 3, c-) % 5 (Deney koşulları: 2 saat, $H_3BO_3:ZnCO_3$: [4:1], % 0.5 aşı, 2 ml İPA, 95°C, 500 rpm)

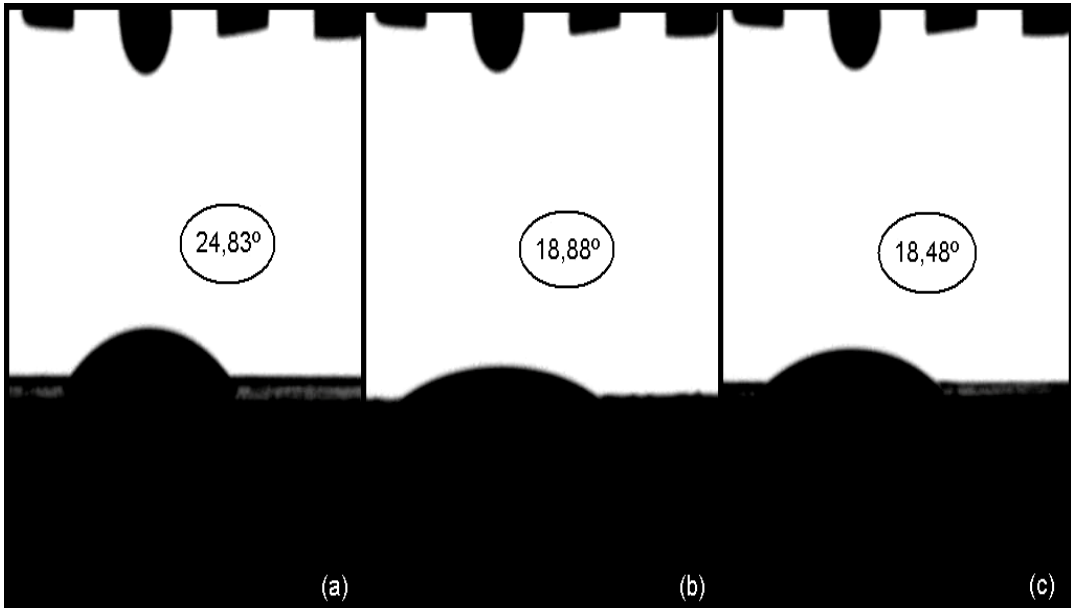
Boraks dekahidrattan üretilen borik asit ve çinko karbonat kullanılarak elde edilen hidrofobik Çinko Borat reaksiyonu için farklı çözücü (İPA) miktarı kullanılarak elde edilen ürünlerin hidrofobisite test sonuçları Şekil 6.116'daki gibidir.



Şekil 6.116 Farklı miktarlarda çözücü (İPA) kullanılarak elde edilen Çinko Boratın temas açısı değerleri ve görüntüleri a-) 0 ml, b-) 2 ml, c-) 8 ml (Deney koşulları: 2 saat, $H_3BO_3:ZnCO_3$: [4:1], % 0.5 aşı, % 2 kerosen, 95°C, 500 rpm)

Farklı çözücü (İPA) miktarlarında yapılan reaksiyonlar sonucunda optimum temas açısı 27.38° değeriyle, 2 ml İPA kullanıldığında elde edilmektedir. Minimum temas açısı ise 17.64° değeriyle, 8 ml İPA kullanıldığında elde edilmektedir.

Boraks dekahidrattan üretilen borik asit ve çinko karbonat kullanılarak elde edilen hidrofobik Çinko Borat reaksiyonu için farklı çözücü (etanol) miktarı kullanılarak elde edilen ürünlerin hidrofobisite test sonuçları Şekil 6.117'deki gibidir.

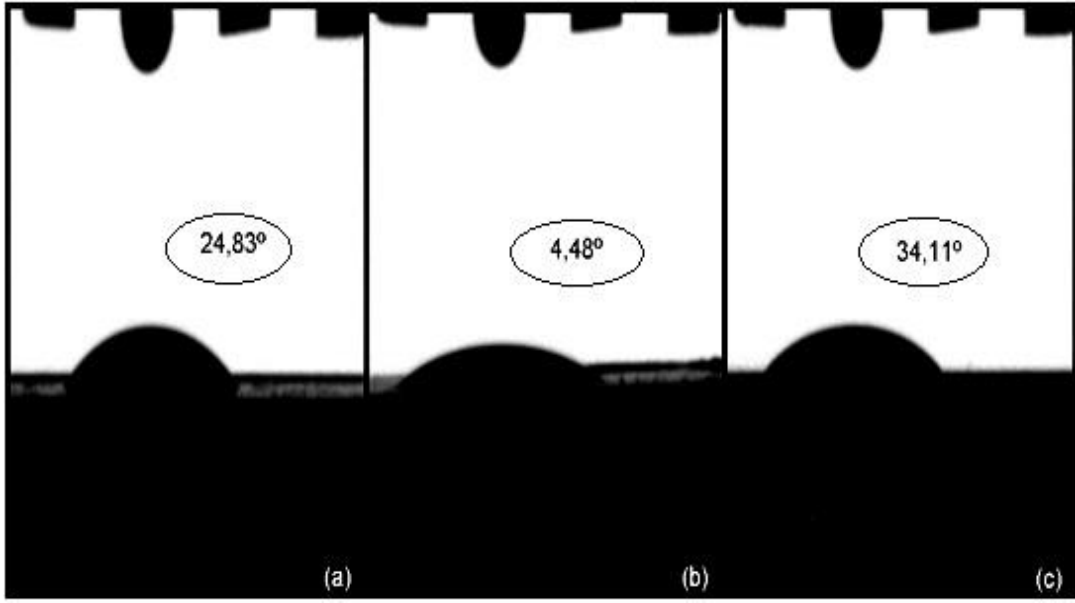


Şekil 6.117 Farklı miktarlarda çözücü (etanol) kullanılarak elde edilen Çinko Boratın temas açısı değerleri ve görüntüleri a-) 0 ml, b-) 2 ml, c-) 8 ml (Deney koşulları: 2 saat, $H_3BO_3:ZnCO_3 : [4:1]$, % 0.5 aşılı, % 2 kerosen, 95°C, 500 rpm)

Farklı çözücü (etanol) miktarlarında yapılan reaksiyonlar sonucunda optimum temas açısı 24.83° değeriyle, 0 ml etanol kullanıldığında elde edilmektedir. Minimum temas açısı ise 18.88° değeriyle, 2 ml etanol kullanıldığında elde edilmektedir.

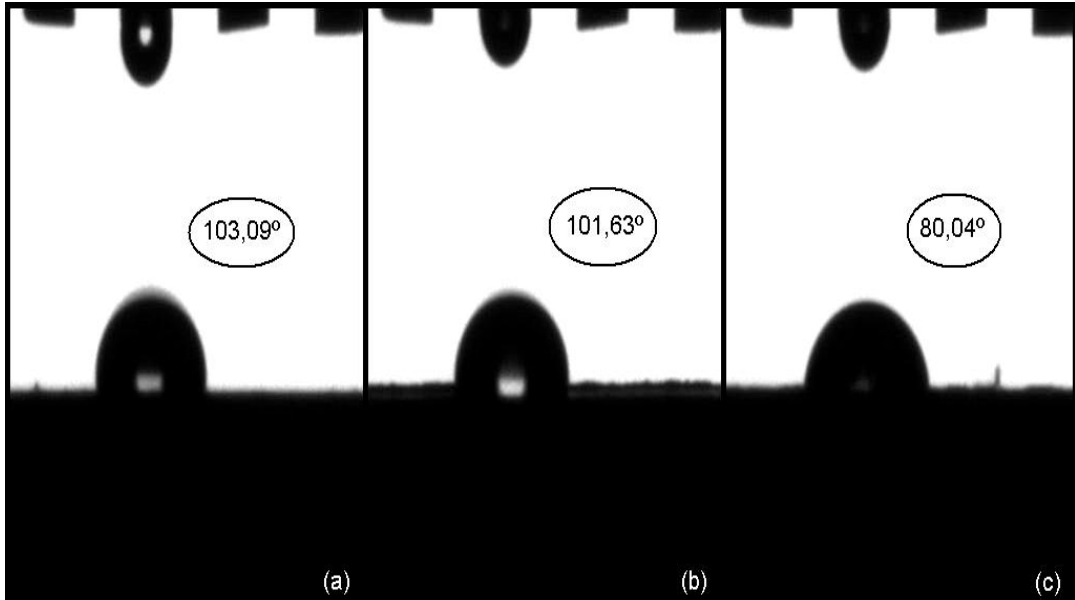
Boraks dekahidrattan üretilen borik asit ve çinko karbonat kullanılarak elde edilen hidrofobik Çinko Borat reaksiyonu için farklı çözücü (metanol) miktarı kullanılarak elde edilen ürünlerin hidrofobisite test sonuçları Şekil 6.118'deki gibidir.

Farklı çözücü (metanol) miktarlarında yapılan reaksiyonlar sonucunda optimum temas açısı 34.11° değeriyle, 8 ml metanol kullanıldığında elde edilmektedir. Minimum temas açısı ise 4.48° değeriyle, 2 ml metanol kullanıldığında elde edilmektedir.



Şekil 6.118 Farklı miktarlarda çözücü (metanol) kullanılarak elde edilen Çinko Boratın temas açısı değerleri ve görüntüleri a-) 0 ml, b-) 2 ml, c-) 8 ml (Deney koşulları: 2 saat, $H_3BO_3:ZnCO_3$: [4:1], % 0.5 aşısı, % 2 kerosen, 95°C, 500 rpm)

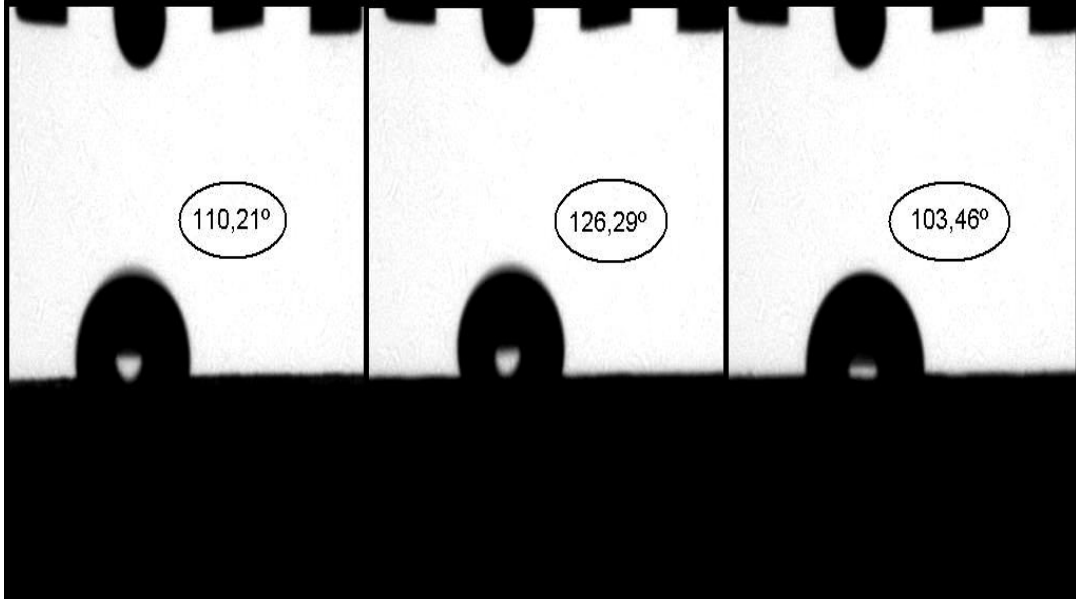
Boraks dekahidrattan üretilen borik asit ve çinko karbonat kullanılarak elde edilen hidrofobik Çinko Borat reaksiyonu için farklı modifiye ajan (O.A) miktarlarından elde edilen ürünlerin hidrofobisite test sonuçları Şekil 6.119'daki gibidir.



Şekil 6.119 Farklı miktarlarda modifiye ajan (O.A) kullanılarak elde edilen Çinko Boratın temas açısı değerleri ve görüntüleri a-) % 1, b-) % 3, c-) % 5 (Deney koşulları: 2 saat, $H_3BO_3:ZnCO_3$: [4:1], % 0.5 aşısı, 2 ml İPA, 95°C, 500 rpm)

Farklı modifiye ajan (O.A) miktarlarında yapılan reaksiyonlar sonucunda optimum temas açısı 103.09° değeriyle, % 1 O.A kullanıldığında elde edilmektedir. Minimum temas açısı ise 80.04° değeriyle, % 5 O.A kullanıldığında elde edilmektedir.

Boraks dekahidrattan üretilen borik asit ve çinko karbonat kullanılarak elde edilen hidrofobik Çinko Borat reaksiyonu için farklı çözücü (İPA) miktarı kullanılarak elde edilen ürünlerin hidrofobisite test sonuçları Şekil 6.120'deki gibidir.

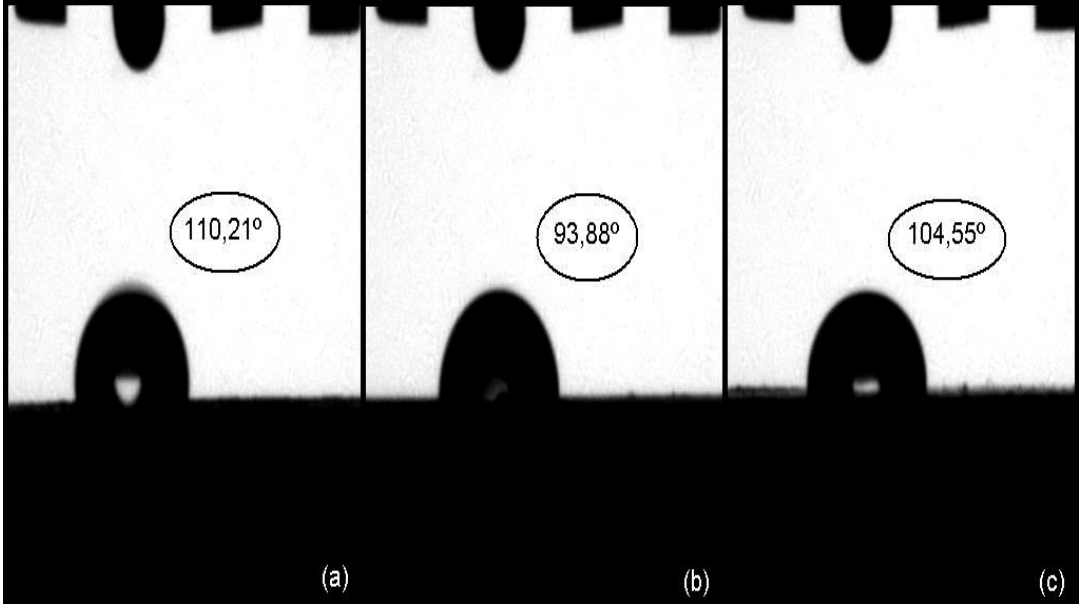


Şekil 6.120 Farklı miktarlarda çözücü (İPA) kullanılarak elde edilen Çinko Boratın temas açısı değerleri ve görüntüleri a-) 0 ml, b-) 2 ml, c-) 8 ml (Deney koşulları: 2 saat, $H_3BO_3:ZnCO_3 : [4:1]$, % 0.5 aşı, % 2 O.A, $95^\circ C$, 500 rpm)

Farklı çözücü (İPA) miktarlarında yapılan reaksiyonlar sonucunda optimum temas açısı 126.29° değeriyle, 2 ml İPA kullanıldığında elde edilmektedir. Minimum temas açısı ise 103.46° değeriyle, 8 ml İPA kullanıldığında elde edilmektedir.

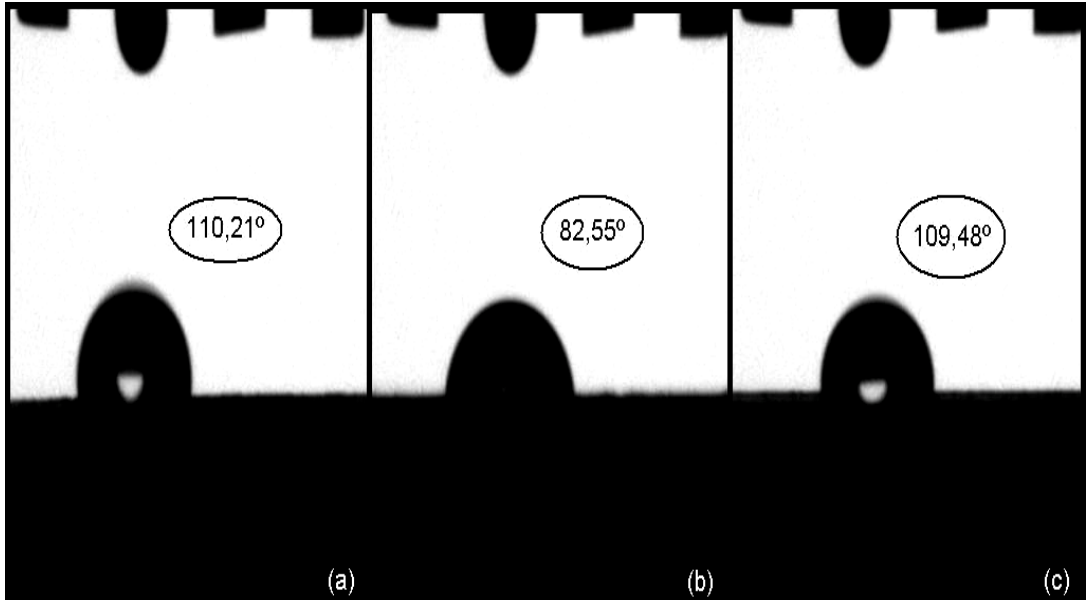
Boraks dekahidrattan üretilen borik asit ve çinko karbonat kullanılarak elde edilen hidrofobik Çinko Borat reaksiyonu için farklı çözücü (etanol) miktarı kullanılarak elde edilen ürünlerin hidrofobisite test sonuçları Şekil 6.121'deki gibidir.

Farklı çözücü (etanol) miktarlarında yapılan reaksiyonlar sonucunda optimum temas açısı 110.21° değeriyle, 0 ml etanol kullanıldığında elde edilmektedir. Minimum temas açısı ise 93.88° değeriyle, 2 ml etanol kullanıldığında elde edilmektedir.



Şekil 6.121 Farklı miktarlarda çözücü (etanol) kullanılarak elde edilen Çinko Boratın temas açısı değerleri ve görüntüleri a-) 0 ml, b-) 2 ml, c-) 8 ml (Deney koşulları: 2 saat, $H_3BO_3:ZnCO_3 : [4:1]$, % 0.5 aşısı, % 2 O.A, 95°C, 500 rpm)

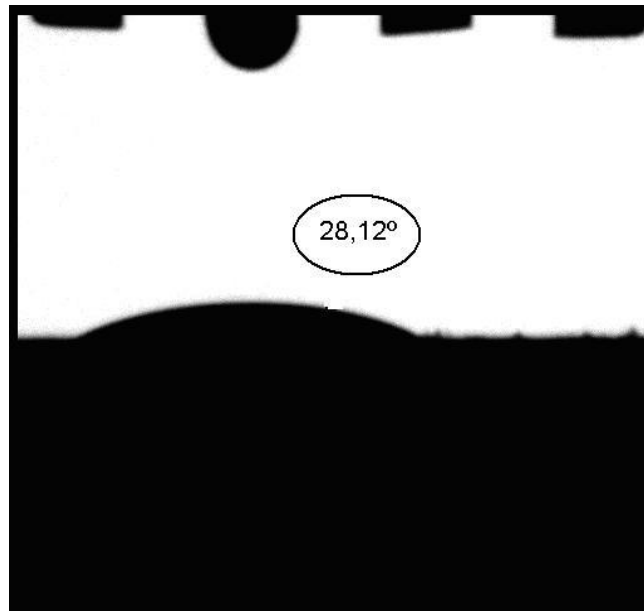
Boraks dekahidrattan üretilen borik asit ve çinko karbonat kullanılarak elde edilen hidrofobik Çinko Borat reaksiyonu için farklı çözücü (metanol) miktarı kullanılarak elde edilen ürünlerin hidrofobisite test sonuçları Şekil 6.122'deki gibidir.



Şekil 6.122 Farklı miktarlarda çözücü (metanol) kullanılarak elde edilen Çinko Boratın temas açısı değerleri ve görüntüleri a-) 0 ml, b-) 2 ml, c-) 8 ml (Deney koşulları: 2 saat, $H_3BO_3:ZnCO_3 : [4:1]$, % 0.5 aşısı, % 2 O.A, 95°C, 500 rpm)

Farklı çözücü (metanol) miktarlarında yapılan reaksiyonlar sonucunda optimum temas açısı 110.21° değeriyle, 0 ml metanol kullanıldığında elde edilmektedir. Minimum temas açısı ise 82.55° değeriyle, 2 ml metanol kullanıldığında elde edilmektedir.

Boraks dekahidrattan üretilen borik asit ve çinko karbonat kullanılarak elde edilen hidrofobik Çinko Borat reaksiyonu için yapılan hidrofobisite test sonucu Şekil 6.123'deki gibidir. Hidrofobik Çinko Boratın yapılan hidrofobisite testi sonucu, temas açısı değerinin 28.12° olduğu gözlenmektedir.



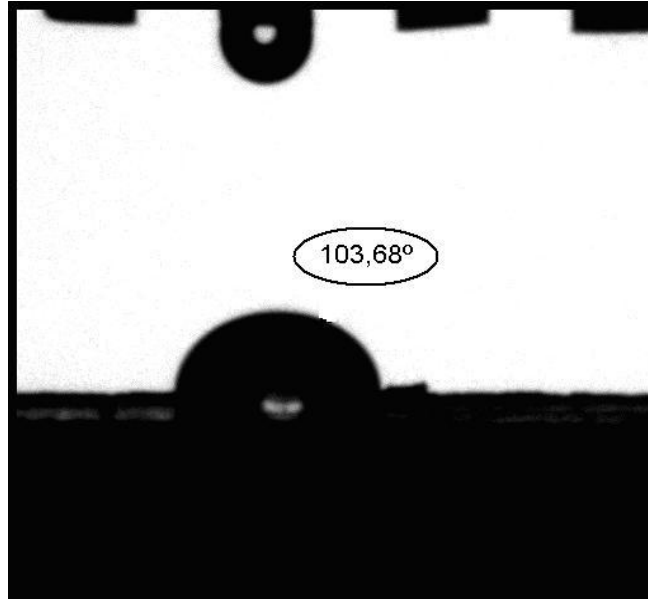
Şekil 6.123 PG-İPA karışımı ile optimum noktalarda elde edilen hidrofobik Çinko Boratın temas açısı değeri ve görüntüsü (Deney koşulları: 2 saat, $H_3BO_3:ZnCO_3$: [4:1], % 0.5 aşısı, % 3 PG, 2 ml İPA, $95^\circ C$, 500 rpm)

Boraks dekahidrattan üretilen borik asit ve çinko karbonat kullanılarak elde edilen hidrofobik Çinko Borat reaksiyonu için yapılan hidrofobisite test sonucu Şekil 6.124'deki gibidir. Hidrofobik Çinko Boratın yapılan hidrofobisite testi sonucu, temas açısı değerinin 42.17° olduğu gözlenmektedir.

Boraks dekahidrattan üretilen borik asit ve çinko karbonat kullanılarak elde edilen hidrofobik Çinko Borat reaksiyonu için yapılan hidrofobisite test sonucu Şekil 6.125'deki gibidir. Hidrofobik Çinko Boratın yapılan hidrofobisite testi sonucu, temas açısı değerinin 103.68° olduğu gözlenmektedir.



Şekil 6.124 Kerosen-İPA karışımı ile optimum noktalarda elde edilen hidrofobik Çinko Boratın temas açısı değeri ve görüntüsü (Deney koşulları: 2 saat, $H_3BO_3:ZnCO_3$: [4:1], % 0.5 aşısı, % 2 kerosen, 4 ml İPA, 95°C, 500 rpm)



Şekil 6.125 O.A-İPA karışımı ile optimum noktalarda elde edilen hidrofobik Çinko Boratın temas açısı değeri ve görüntüsü (Deney koşulları: 2 saat, $H_3BO_3:ZnCO_3$: [4:1], % 0.5 aşısı, % 2 O.A, 4 ml İPA, 95°C, 500 rpm)

6.6 Mekanik Karıştırılmalı Cam Reaktör Kullanılarak Çinko Borat Üretimi

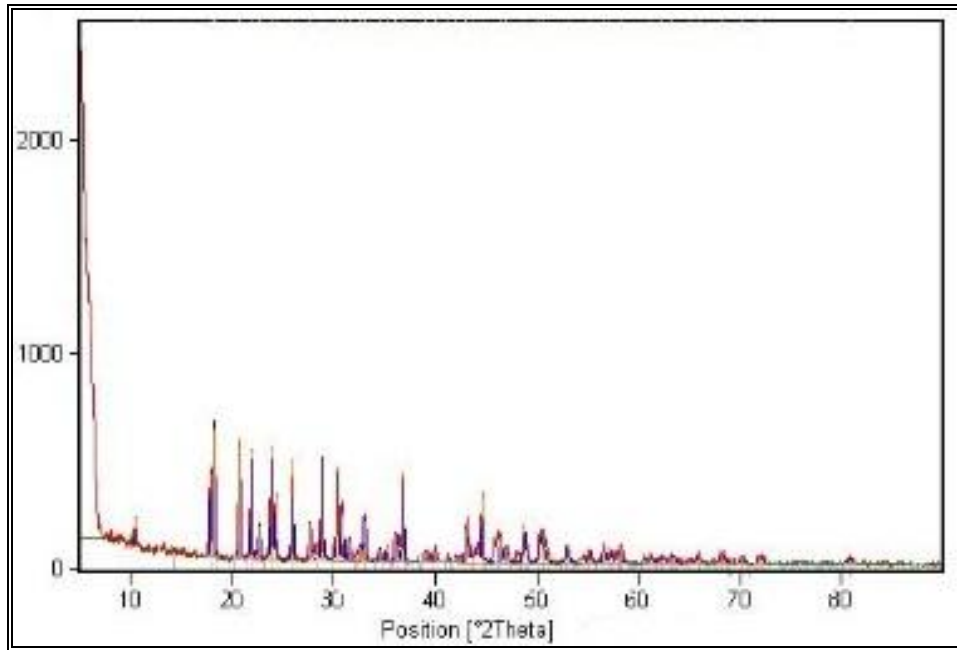
6.6.1 Optimum Koşullar İçin Hidrofilik Çinko Borat Üretimi

Referans borik asit ve Çinko Borattan, (Optimum koşullarda: 2 saat, % 0.5 aşı $H_3BO_3:ZnCO_3$: [4:1], 95 °C, 500 rpm) hidrofilik Çinko Boratın üretildiği reaksiyon için verim % 94.68 olduğu görülmüştür.

Boraks dekahidrattan üretilen borik asit ve Çinko Borattan, (Optimum koşullarda: 2 saat, $H_3BO_3:ZnCO_3$: [3:1], % 1 aşı, 95 °C, 500 rpm) hidrofilik Çinko Boratın üretildiği reaksiyon için verim % 89.64 olduğu görülmüştür.

6.6.1.1 Üretilen Hidrofilik Çinko Boratın Karakterizasyonu

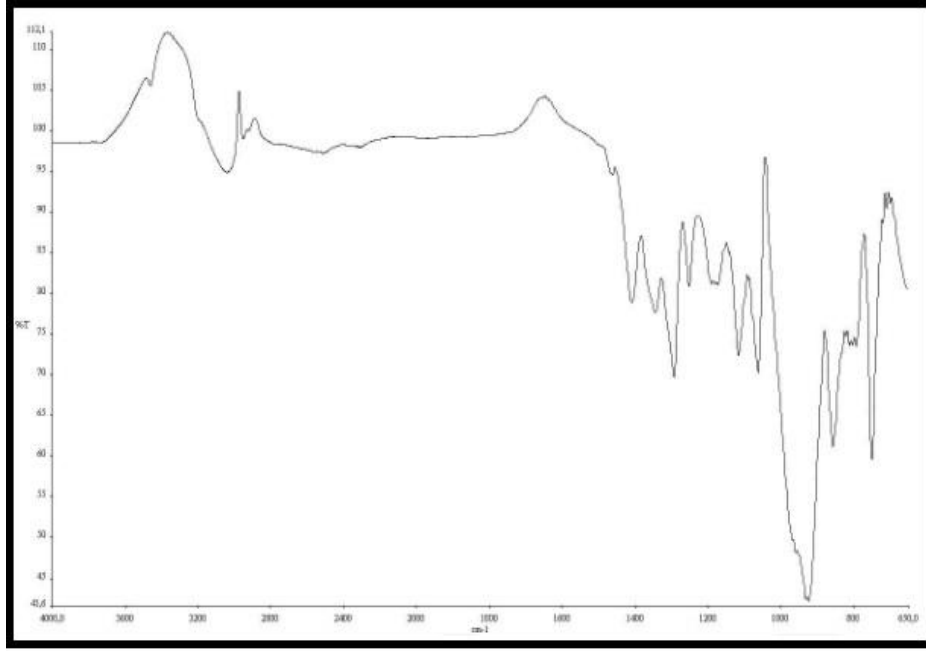
Referans borik asit ve çinko karbonattan, üretilen hidrofilik Çinko Boratın özellikleri 0-80° aralığında değişen difraksiyon açılarında gerçekleştirilen X-ışını analiziyle incelenmiştir (Şekil 6.126). XRD diyagramına göre, üretilen hidrofilik Çinko Boratın % 100'lük pikinin yaklaşık olarak 18.20° difraksiyon açısında olduğu görülmektedir.



Şekil 6.126 Referans borik asit ve çinko karbonattan üretilen Çinko Boratın XRD diyagramı (Deney koşulları: 2 saat, $H_3BO_3: ZnCO_3$: [4:1], % 0.5 aşı, 95°C, 500 rpm)

2951.18-3038.88 cm^{-1} 'deki bantlar O-H gerilme titreşimlerini göstermektedir. 2507.69 cm^{-1} 'deki bant hidrojen bağlı O-H gerilme titreşimlerini göstermektedir. 1293.10-

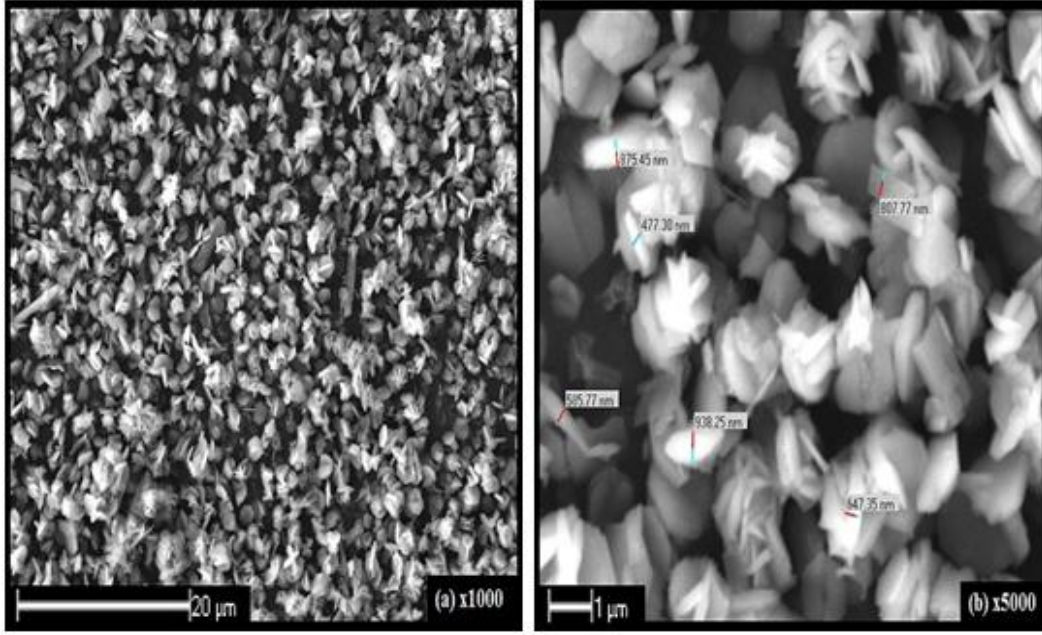
1409.54 cm^{-1} aralığındaki ve 858.24-923.89 cm^{-1} 'deki bantlar üç yüzlü (BO_3) borat gruplarının asimetrik gerilme titreşimlerini göstermektedir. 1251.48 cm^{-1} 'deki bant B-O-H gruplarının düzlem içi bükülme titreşimlerini göstermektedir. 1062.20-1172.27 cm^{-1} aralığındaki ve 793.17 cm^{-1} 'deki pikler dört yüzlü (BO_4) borat gruplarının asimetrik ve simetrik gerilme titreşimlerini göstermektedir. 709.55-750.54 cm^{-1} 'deki pikler üç yüzlü (BO_3) borat gruplarının düzlem dışı bükülme titreşimlerini göstermektedir (Şekil 6.127).



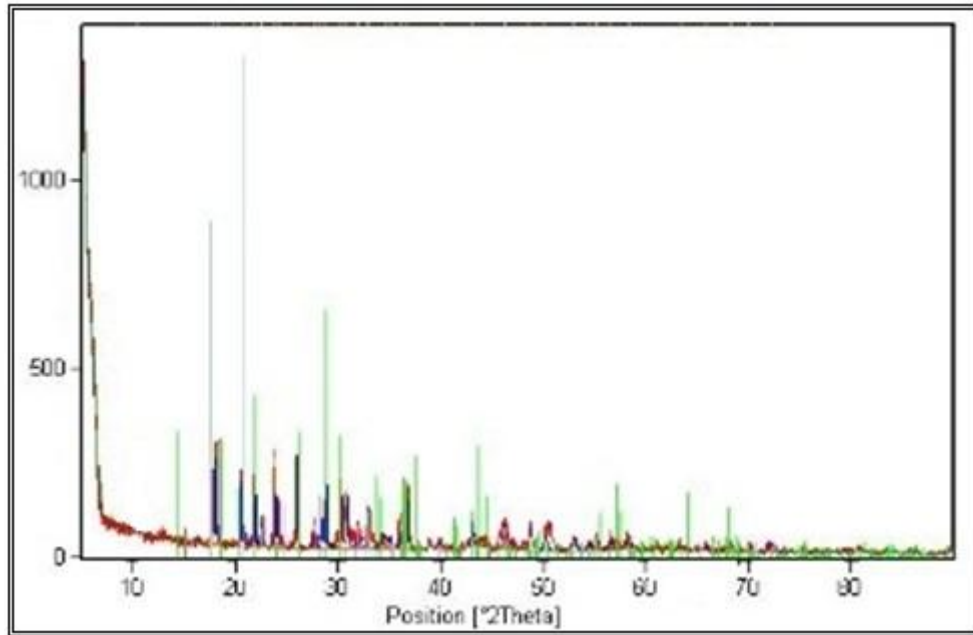
Şekil 6.127 Referans borik asit ve çinko karbonattan üretilen Çinko Boratın FT-IR spektrumu (Deney koşulları: 2 saat, H_3BO_3 : ZnCO_3 : [4:1], % 0.5 aşı, 95°C, 500 rpm)

Referans borik asit ve çinko karbonattan üretilen hidrofilik Çinko Boratın SEM görüntüleri Şekil 6.128'deki gibidir. Üretilen Çinko Boratın partikül boyutları, 477.30-938.25 nm aralığında değişmektedir.

Boraks dekahidrattan üretilen borik asit ve çinko karbonat kullanılarak elde edilen hidrofilik Çinko Boratın özellikleri 0-80° aralığında değişen difraksiyon açılarında gerçekleştirilen X-Işını analiziyle incelenmiştir (Şekil 6.129). XRD diyagramına göre, üretilen hidrofilik Çinko Boratın % 100'lük pikinin yaklaşık olarak 20.64° difraksiyon açısında olduğu görülmektedir.



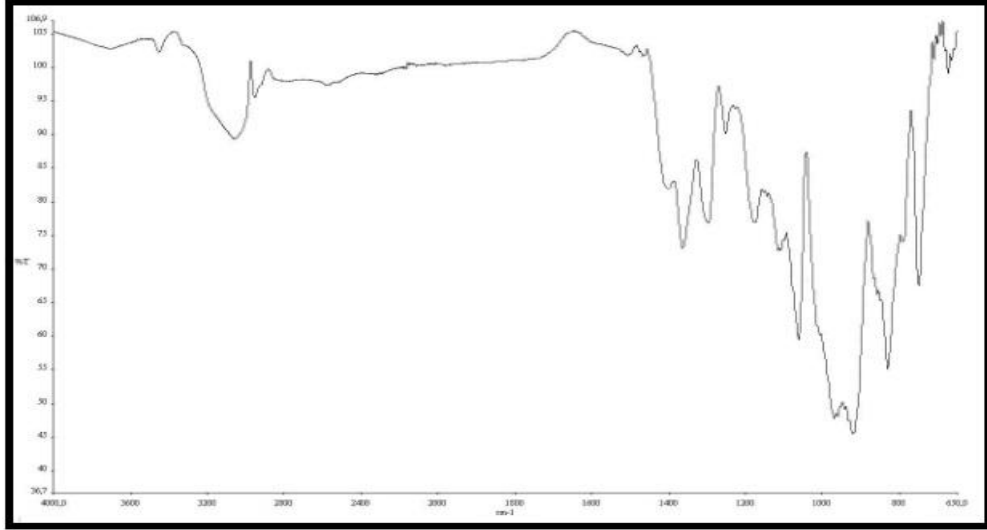
Şekil 6.128 Referans borik asit ve çinko karbonattan üretilen Çinko Boratın SEM görüntüsü (Deney koşulları: 2 saat, H_3BO_3 : $ZnCO_3$: [4:1], % 0.5 aşı, $95^\circ C$, 500 rpm)



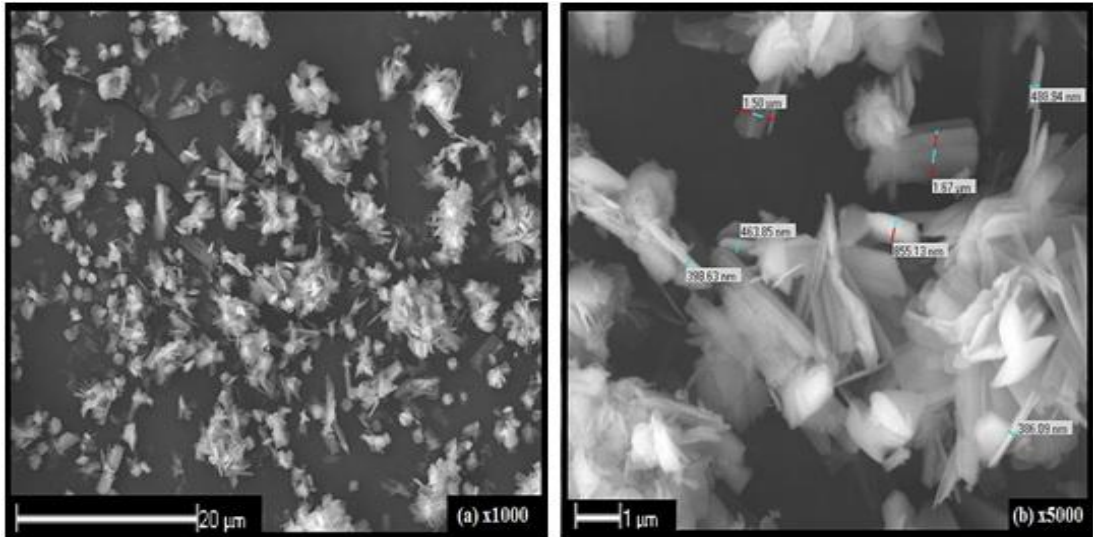
Şekil 6.129 Boraks dekahidrattan üretilen borik asit ve çinko karbonat kullanılarak elde edilen Çinko Boratın XRD diyagramı (Deney koşulları: 2 saat, H_3BO_3 : $ZnCO_3$: [3:1], % 1 aşı, $95^\circ C$, 500 rpm)

2952.43-3451.94 cm^{-1} aralığındaki bantlar O-H gerilme titreşimlerini göstermektedir. 2572.96 cm^{-1} 'deki bant hidrojen bağlı O-H gerilme titreşimlerini göstermektedir. 1297.17-1363.42 cm^{-1} 'deki ve 921.84-969.76 cm^{-1} 'deki bantlar üç yüzlü (BO_3) borat

gruplarının asimetrik gerilme titreşimlerini göstermektedir. 1251.61 cm^{-1} 'deki bant B-O-H gruplarının düzlem içi bükülme titreşimlerini göstermektedir. $1061.79\text{-}1178.40 \text{ cm}^{-1}$ aralıklarındaki ve 830.71 cm^{-1} 'deki pikler dört yüzlü (BO_4) borat gruplarının asimetrik ve simetrik gerilme titreşimlerini göstermektedir. $691.15\text{-}749.20 \text{ cm}^{-1}$ 'deki pikler üç yüzlü (BO_3) borat gruplarının düzlem dışı bükülme titreşimlerini göstermektedir (Şekil 6.130).



Şekil 6.130 Boraks dekahidrattan üretilen borik asit ve çinko karbonat kullanılarak elde edilen Çinko Boratın FT-IR spektrumu (Deney koşulları: 2 saat, H_3BO_3 : ZnCO_3 : [3:1], % 1 aşı, 95°C , 500 rpm)



Şekil 6.131 Boraks dekahidrattan üretilen borik asit ve çinko karbonat kullanılarak elde edilen Çinko Boratın SEM görüntüsü (Deney koşulları: 2 saat, H_3BO_3 : ZnCO_3 : [3:1], % 1 aşı, 95°C , 500 rpm)

Boraks dekahidrattan üretilen borik asit ve çinko karbonat kullanılarak elde edilen hidrofilik Çinko Boratın SEM görüntüsü Şekil 6.131'deki gibidir. Üretilen Çinko Boratın partikül boyutları, 386.09 nm-1.67 µm aralığında değişmektedir.

6.6.1.2 Üretilen Hidrofilik Çinko Borat İçin Kimyasal Analiz Sonuçları

Referans ve boraks dekahidrattan üretilen borik asit kullanılarak gerçekleştirilen deneylerin koşulları ve üretilen Çinko Borat numunelerinin B₂O₃-ZnO-H₂O miktarları sırasıyla Çizelge 6.10 ve 6.11'de gösterilmektedir.

Çizelge 6.10 Referans ve boraks dekahidrattan üretilen borik asit kullanılarak gerçekleştirilen deneylerin koşulları

Deney No	Deney Koşulları
1	H ₃ BO ₃ : ZnCO ₃ : [4:1], 2 saat, % 0.5 aşı, 25 ml su, 500 rpm, 95 °C
2	H ₃ BO ₃ : ZnCO ₃ : [3:1], 2 saat, % 1 aşı, 25 ml su, 500 rpm, 95 °C

Çizelge 6.11 Referans ve boraks dekahidrattan üretilen borik asit kullanılarak üretilen hidrofilik Çinko Borat numunelerinin B₂O₃-ZnO-H₂O miktarları

Deney No	B ₂ O ₃ (%)	ZnO (%)	H ₂ O (%)	Formül
1	42.90	29.12	27.98	1.7ZnO.3B ₂ O ₃ .7.6H ₂ O
2	47.32	36.94	15.74	2ZnO.3B ₂ O ₃ .3.9H ₂ O

Referans Çinko Boratın Çizelge 6.1'deki B₂O₃-ZnO-H₂O değerleri ile Çizelge 6.10'deki deney koşullarına göre üretilen hidrofilik Çinko Borat numunelerinin B₂O₃-ZnO-H₂O değerleri karşılaştırıldığında 2 no'lu deney sonucunun, deneylerde kullanılan referans Çinko Boratın yapısına daha benzer olduğu görülmektedir.

6.6.2 Optimum Koşullar İçin Hidrofobik Çinko Borat Üretimi

Referans borik asit ve çinko karbonattan, (Optimum koşullarda: 2 saat, % 3 PG, 6 ml etanol, $H_3BO_3:ZnCO_3$: [4:1], % 0.5 aşı, 95°C, 500 rpm) hidrofobik Çinko Boratın üretildiği reaksiyon için verimin, % 89.37 olduğu görülmüştür.

Referans borik asit ve çinko karbonattan, (Optimum koşullarda: 2 saat, % 3 kerosen, 6 ml etanol, $H_3BO_3:ZnCO_3$: [4:1], % 0.5 aşı, 95°C, 500 rpm) hidrofobik Çinko Boratın üretildiği reaksiyon için verimin, % 87.55 olduğu görülmüştür.

Boraks dekahidrattan üretilen borik asit ve çinko karbonattan, (Optimum koşullarda: 2 saat, $H_3BO_3:ZnCO_3$: [4:1], % 3 PG, 2 ml İPA, % 0.5 aşı, 95°C, 500 rpm) hidrofobik Çinko Boratın üretildiği reaksiyon için verimin, % 76.13 olduğu görülmüştür.

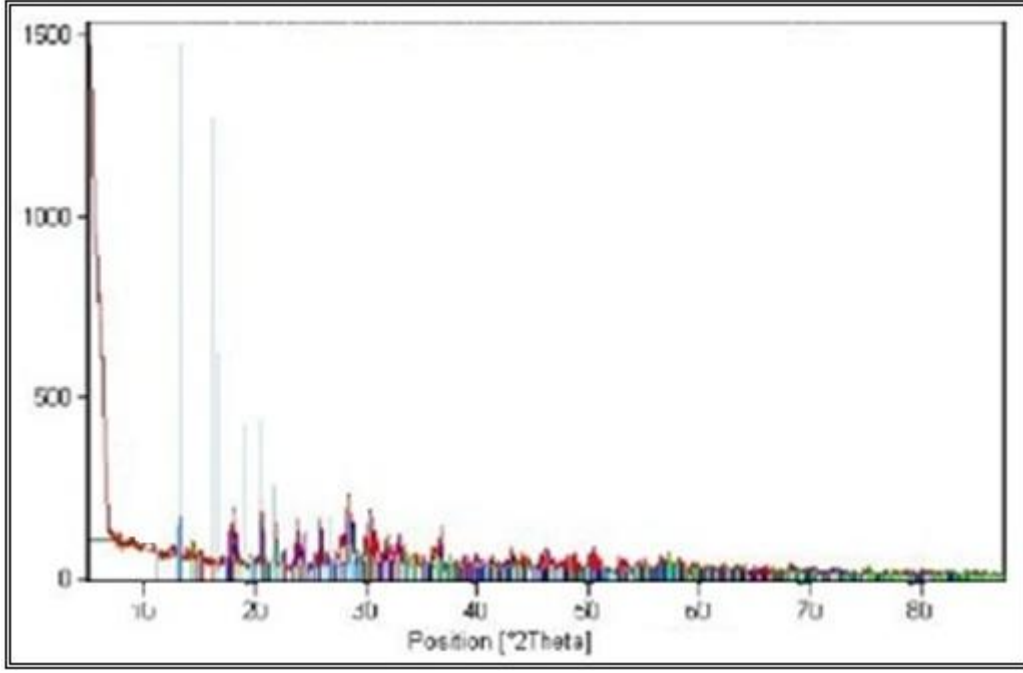
Boraks dekahidrattan üretilen borik asit ve çinko karbonattan, (Optimum koşullarda: 2 saat, $H_3BO_3:ZnCO_3$: [4:1], % 2 kerosen, 4 ml İPA, % 0.5 aşı, 95°C, 500 rpm) hidrofobik Çinko Boratın üretildiği reaksiyon için verimin, % 76.22 olduğu görülmüştür.

6.6.2.1 Üretilen Hidrofobik Çinko Boratın Karakterizasyonu

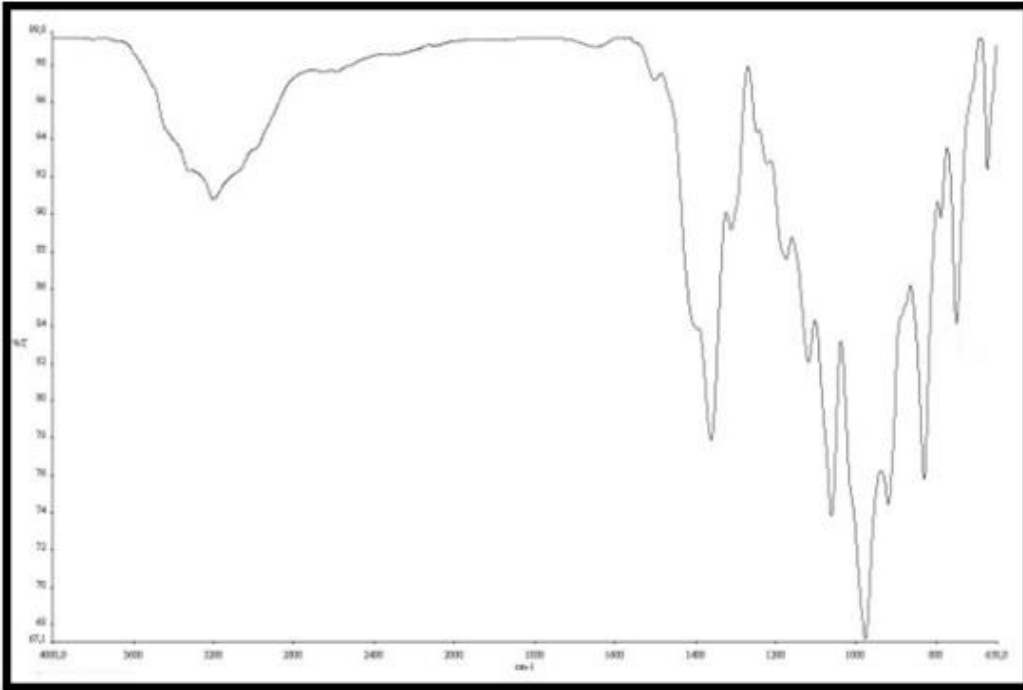
Referans borik asit ve çinko karbonattan, üretilen hidrofobik Çinko Boratın özellikleri 0-80° aralığında değişen difraksiyon açılarında gerçekleştirilen X-ışını analiziyle incelenmiştir (Şekil 6.132). XRD diyagramına göre, üretilen hidrofobik Çinko Boratın % 100'lük pikinin yaklaşık olarak 46.13° difraksiyon açısında olduğu görülmektedir.

3199.27 cm^{-1} 'deki bant O-H gerilme titreşimlerini göstermektedir. 1360.73 cm^{-1} ve 920.03-977.92 cm^{-1} 'deki bantlar üç yüzlü (BO_3) borat gruplarının asimetric gerilme titreşimlerini göstermektedir. 1061.41-1119.13 cm^{-1} 'deki ve 831.27 cm^{-1} 'deki pikler dört yüzlü (BO_4) borat gruplarının asimetric ve simetric gerilme titreşimlerini göstermektedir. 673.41-751.46 cm^{-1} 'deki pikler üç yüzlü (BO_3) borat gruplarının düzlem dışı bükülme titreşimlerini göstermektedir (Şekil 6.133).

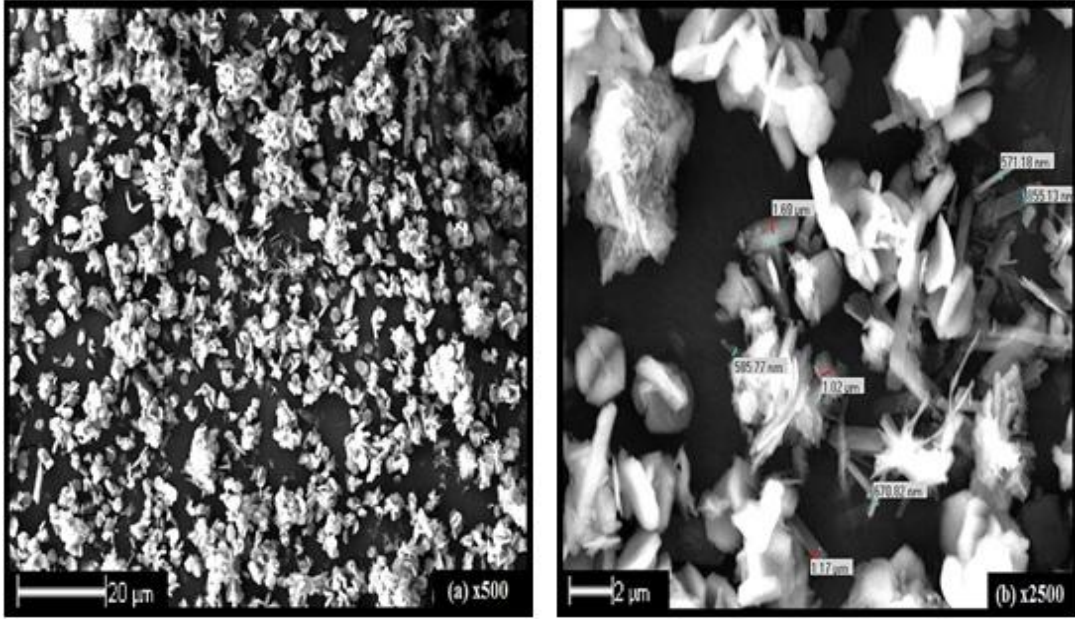
Referans borik asit ve çinko karbonattan üretilen hidrofobik Çinko Boratın SEM görüntüleri Şekil 6.134'deki gibidir. Üretilen Çinko Boratın partikül boyutları, 571.18 nm-1.69 μm aralığında değişmektedir.



Şekil 6.132 PG-Etanol karışımı ile optimum noktalarda elde edilen Çinko Boratın XRD diyagramı (Deney koşulları: 2 saat, $H_3BO_3 : ZnCO_3 : [4:1]$, % 0.5 aş, % 3 PG, 6 ml etanol, $95^\circ C$, 500 rpm)

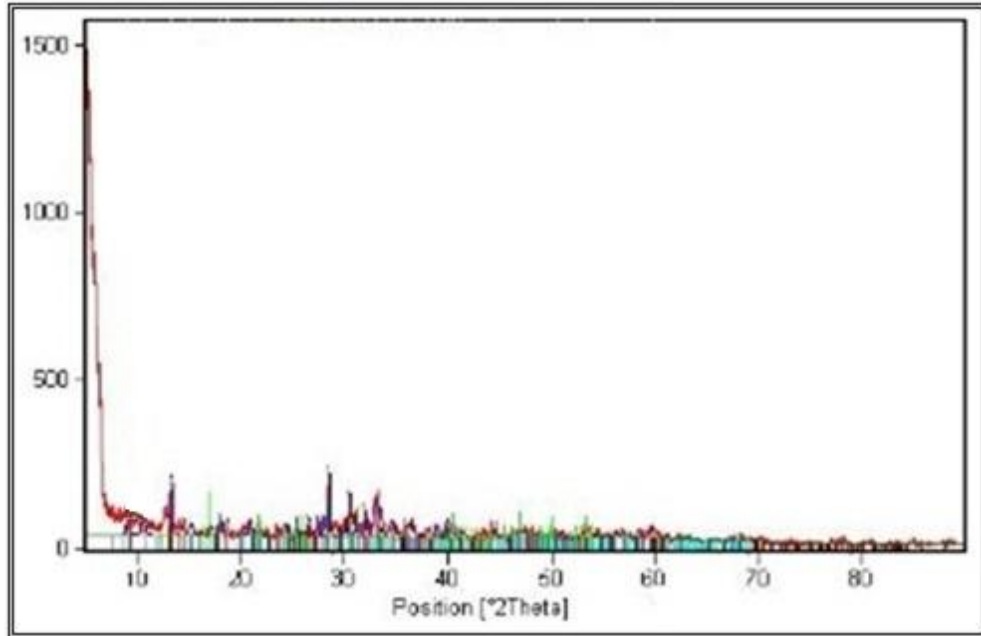


Şekil 6.133 PG-Etanol karışımı ile optimum noktalarda elde edilen Çinko Boratın FT-IR spektrumu (Deney koşulları: 2 saat, $H_3BO_3 : ZnCO_3 : [4:1]$, % 0.5 aş, % 3 PG, 6 ml etanol, $95^\circ C$, 500 rpm)

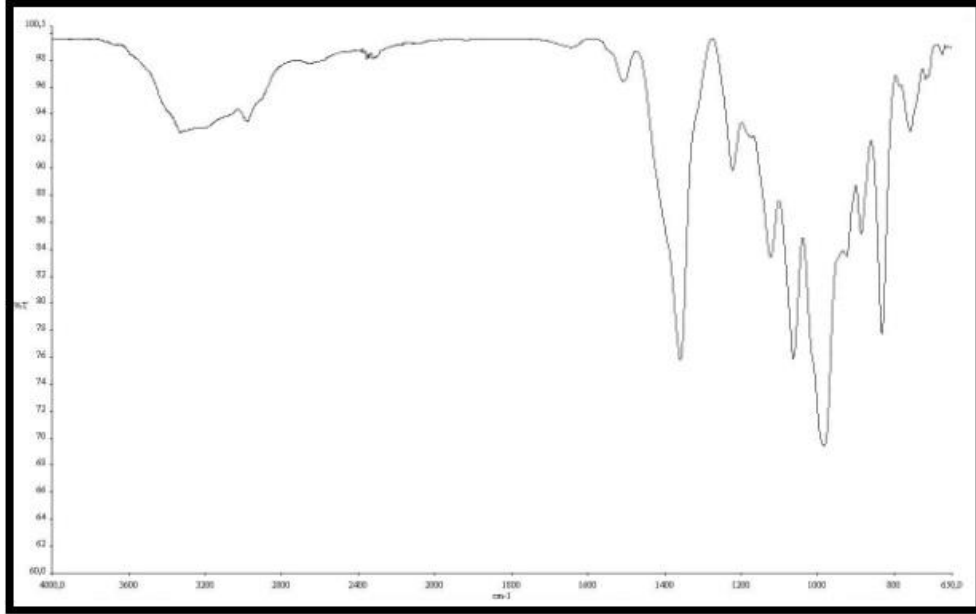


Şekil 6.134 PG-Etanol karışımı ile optimum noktalarda elde edilen Çinko Boratın SEM görüntüsü (Deney koşulları: 2 saat, H_3BO_3 : $ZnCO_3$ oranı [4:1], % 0.5 aşı, % 3 PG, 6 ml etanol, $95^\circ C$, 500 rpm)

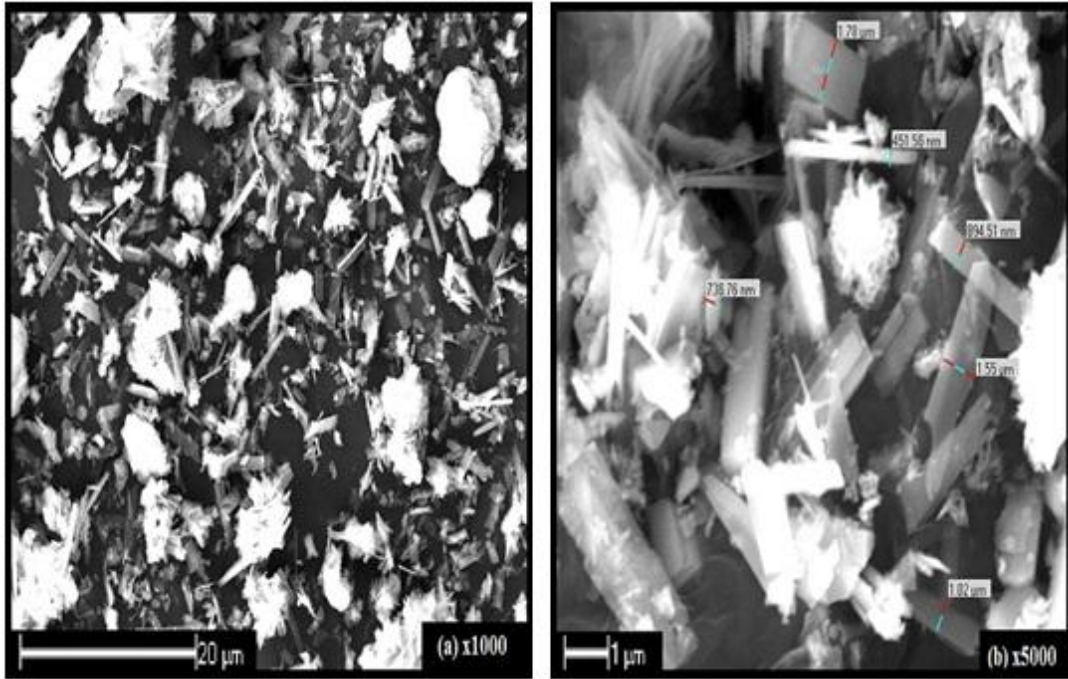
Referans borik asit ve çinko karbonattan, üretilen hidrofobik Çinko Boratın özellikleri $0-80^\circ$ aralığında değişen difraksiyon açılarında gerçekleştirilen X-ışını analiziyle incelenmiştir (Şekil 6.135). XRD diyagramına göre, üretilen hidrofobik Çinko Boratın % 100'lük pikinin yaklaşık olarak 33.00° difraksiyon açısında olduğu görülmektedir.



Şekil 6.135 Kerosen-Etanol karışımı ile optimum noktalarda elde edilen Çinko Boratın XRD diyagramı (Deney koşulları: 2 saat, H_3BO_3 : $ZnCO_3$: [4:1], % 0.5 aşı, % 3 kerosen, 6 ml etanol, $95^\circ C$, 500 rpm)



Şekil 6.136 Kerosen-Etanol karışımı ile optimum noktalarda elde edilen Çinko Boratın FT-IR spektrumu (Deney koşulları: 2 saat, H_3BO_3 : $ZnCO_3$: [4:1], % 0.5 aşı, % 3 kerosen, 6 ml etanol, $95^\circ C$, 500 rpm)

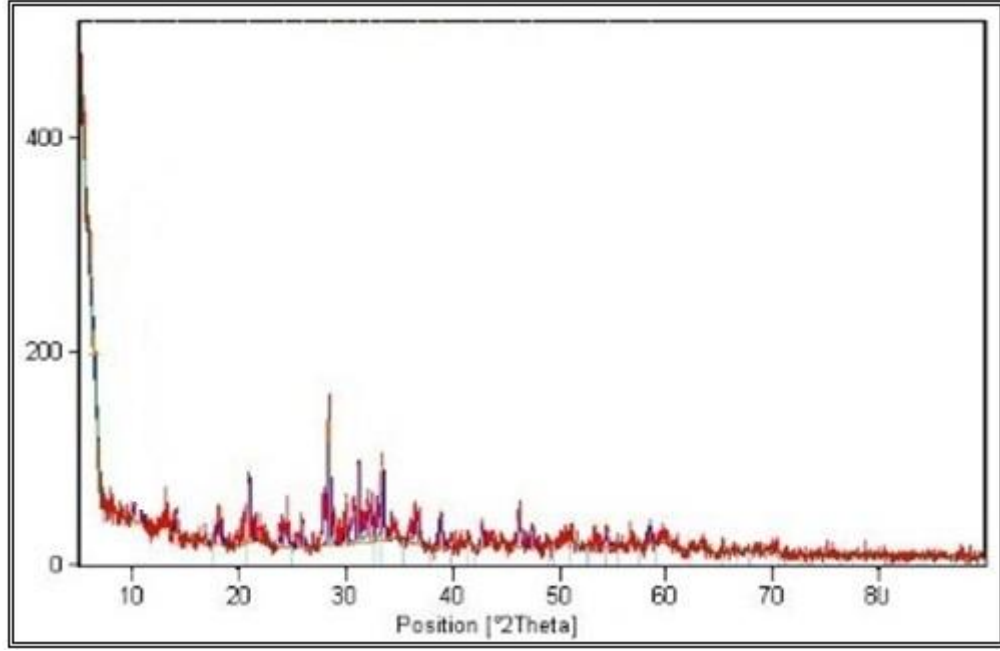


Şekil 6.137 Kerosen-Etanol karışımı ile optimum noktalarda elde edilen Çinko Boratın SEM görüntüsü (Deney koşulları: 2 saat, H_3BO_3 : $ZnCO_3$ oranı [4:1], % 0.5 aşı, % 3 kerosen, 6 ml etanol, $95^\circ C$, 500 rpm)

3328.99 cm^{-1} 'deki bant O-H gerilme titreşimlerini göstermektedir. 1358.64 cm^{-1} ve $886.22-983.72\text{ cm}^{-1}$ 'deki bantlar üç yüzlü (BO_3) borat gruplarının asimetrik gerilme

titreşimlerini göstermektedir. 1064.68-1222.00 cm^{-1} aralığındaki ve 832.46 cm^{-1} 'deki pikler dört yüzlü (BO_4) borat gruplarının asimetric ve simetric gerilme titreşimlerini göstermektedir. 759.42 cm^{-1} 'deki pik üç yüzlü (BO_3) borat gruplarının düzlem dışı bükülme titreşimlerini göstermektedir (Şekil 6.136).

Referans borik asit ve çinko karbonattan üretilen hidrofobik Çinko Boratın SEM görüntüleri Şekil 6.137'deki gibidir. Üretilen Çinko Boratın partikül boyutları, 451.56 nm-1.78 μm aralığında değişmektedir.



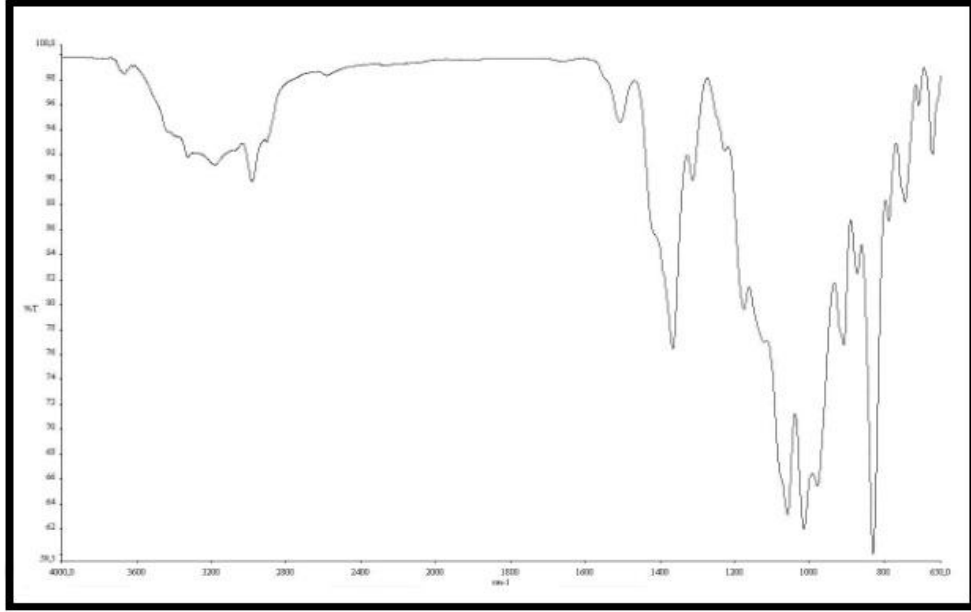
Şekil 6.138 PG-İPA karışımı ile optimum noktalarda elde edilen Çinko Boratın XRD diyagramı (Deney koşulları: 2 saat, H_3BO_3 : ZnCO_3 : [4:1], % 0.5 aşı, % 3 PG, 2 ml İPA, 95°C, 500 rpm)

Boraks dekahidrattan üretilen borik asit ve çinko karbonat kullanılarak elde edilen hidrofobik Çinko Boratın özellikleri 0-80° aralığında değişen difraksiyon açılarında gerçekleştirilen X-ışını analiziyle incelenmiştir (Şekil 6.138). XRD diyagramına göre, üretilen hidrofobik Çinko Boratın % 100'lük pikinin yaklaşık olarak 28.40° difraksiyon açısında olduğu görülmektedir.

2981.32-3179.03 cm^{-1} 'deki bantlar O-H gerilme titreşimlerini göstermektedir. 1312.78-1365.12 cm^{-1} 'deki ve 872.59-908.12 cm^{-1} 'deki bantlar üç yüzlü (BO_3) borat gruplarının asimetric gerilme titreşimlerini göstermektedir. 1014.99-1175.32 cm^{-1} aralığındaki ve 787.38-829.83 cm^{-1} 'deki pikler dört yüzlü (BO_4) borat gruplarının asimetric ve simetric

gerilme titreşimlerini göstermektedir. 708.19-745.06 cm^{-1} 'deki pikler üç yüzlü (BO_3) borat gruplarının düzlem dışı bükülme titreşimlerini göstermektedir (Şekil 6.139).

Boraks dekahidrattan üretilen borik asit ve çinko karbonat kullanılarak elde edilen hidrofobik Çinko Boratın SEM görüntüleri Şekil 6.140'daki gibidir. Üretilen Çinko Boratın partikül boyutları, 335.41 nm-919.32 nm aralığında değişmektedir.

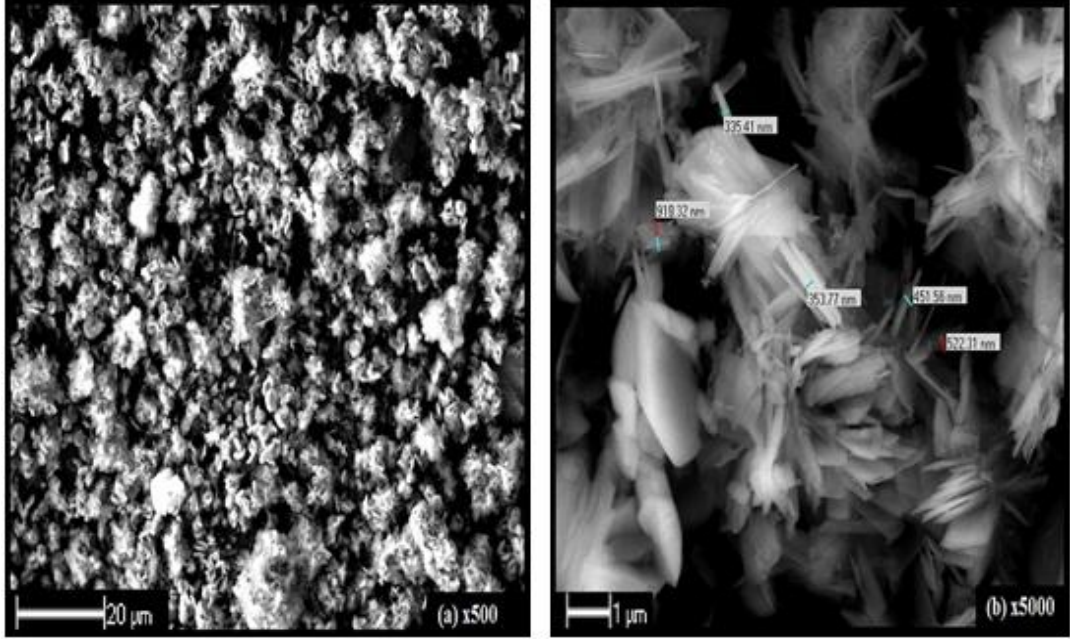


Şekil 6.139 PG-İPA karışımı ile optimum noktalarda elde edilen Çinko Boratın FT-IR spektrumu (Deney koşulları: 2 saat, H_3BO_3 : ZnCO_3 : [4:1], % 0.5 aşı, % 3 PG, 2 ml İPA, 95°C, 500 rpm)

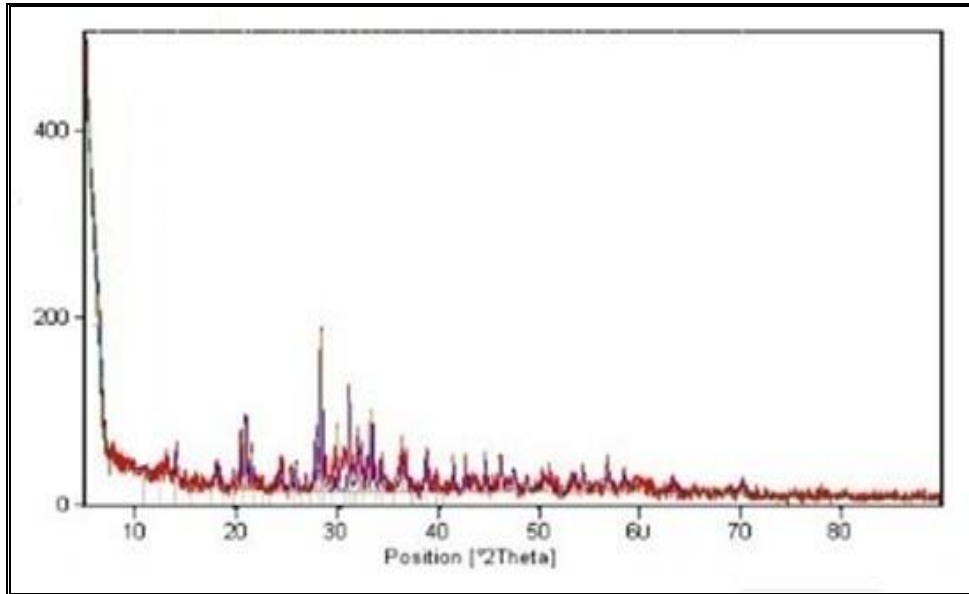
Boraks dekahidrattan üretilen borik asit ve çinko karbonat kullanılarak elde edilen hidrofobik Çinko Boratın özellikleri 0-80° aralığında değişen difraksiyon açılarında gerçekleştirilen X-Işını analiziyle incelenmiştir (Şekil 6.141). XRD diyagramına göre, elde edilen hidrofobik çinko boratın % 100'lük pikinin yaklaşık olarak 28.39° difraksiyon açısında olduğu görülmektedir.

2988.74-3180.38 cm^{-1} 'deki bantlar O-H gerilme titreşimlerini göstermektedir. 2581.11 cm^{-1} 'deki bant hidrojen bağlı O-H gerilme titreşimlerini göstermektedir. 1648.56 cm^{-1} 'deki bant kristal H-O-H bükülme titreşimlerini göstermektedir. 1311.52-1361.53 cm^{-1} 'deki ve 872.15-974.07 cm^{-1} aralığındaki bantlar üç yüzlü (BO_3) borat gruplarının asimetrik gerilme titreşimlerini göstermektedir. 1228.53 cm^{-1} 'deki bant B-O-H gruplarının düzlem içi bükülme titreşimlerini göstermektedir. 1010.22-1174.71 cm^{-1} aralığındaki ve 785.06-826.34 cm^{-1} 'deki pikler dört yüzlü (BO_4) borat gruplarının

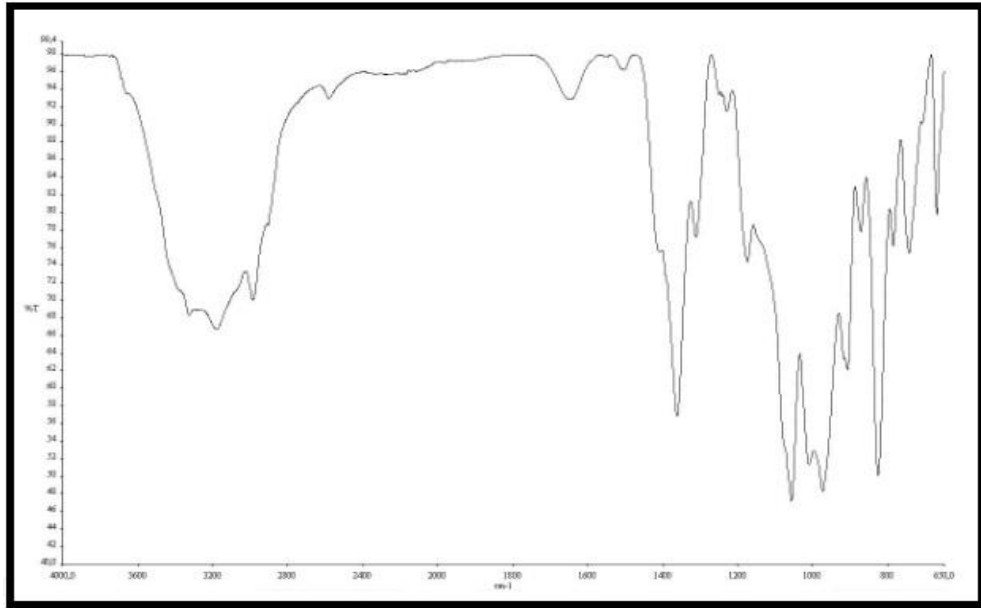
asimetrik ve simetrik gerilme titreşimlerini göstermektedir. 743.68 cm^{-1} 'deki pik üç yüzlü (BO_3) borat gruplarının düzlem dışı bükülme titreşimlerini göstermektedir (Şekil 6.142).



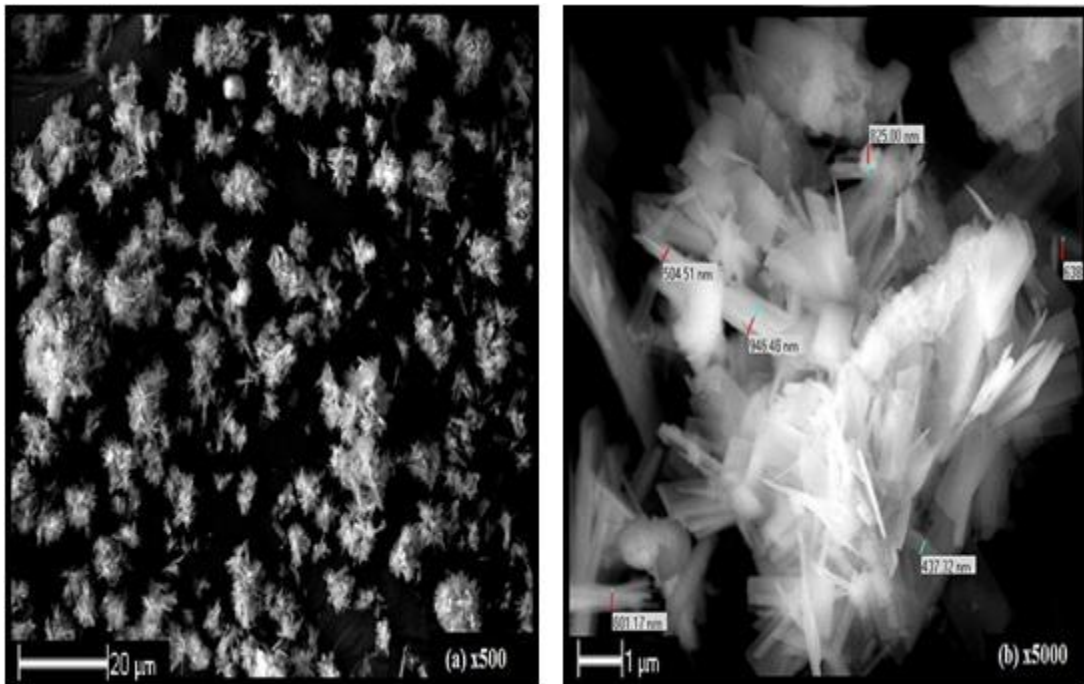
Şekil 6.140 PG-İPA karışımı ile optimum noktalarda elde edilen Çinko Boratın SEM görüntüsü (Deney koşulları: 2 saat, H_3BO_3 : ZnCO_3 : [4:1], % 0.5 aşı, % 3 PG, 2 ml İPA, 95°C , 500 rpm)



Şekil 6.141 Kerosen-İPA karışımı ile optimum noktalarda elde edilen Çinko Boratın XRD diyagramı (Deney koşulları: 2 saat, H_3BO_3 : ZnCO_3 : [4:1], % 0.5 aşı, % 2 kerosen, 4 ml İPA, 95°C , 500 rpm)



Şekil 6.142 Kerosen-İPA karışımı ile optimum noktalarda elde edilen Çinko Boratın FT-IR spektrumu (Deney koşulları: 2 saat, H_3BO_3 : $ZnCO_3$: [4:1], % 0.5 aşı, % 2 kerosen, 4 ml İPA, 95°C, 500 rpm)



Şekil 6.143 Kerosen-İPA karışımı ile optimum noktalarda elde edilen Çinko Boratın SEM görüntüsü (Deney koşulları: 2 saat, H_3BO_3 : $ZnCO_3$: [4:1], % 0.5 aşı, % 2 kerosen, 4 ml İPA, 95°C, 500 rpm)

Boraks dekahidrattan üretilen borik asit ve çinko karbonat kullanılarak elde edilen hidrofobik Çinko Boratın SEM görüntüsü Şekil 6.143'deki gibidir. Üretilen Çinko Boratın partikül boyutları, 437.32 nm-946.46 nm aralığında değişmektedir.

6.6.2.2 Üretilen Hidrofobik Çinko Borat için Kimyasal Analiz Sonuçları

Referans ve boraks dekahidrattan üretilen borik asit kullanılarak gerçekleştirilen deneylerin koşulları ve üretilen Çinko Borat numunelerinin B_2O_3 -ZnO- H_2O miktarları sırasıyla Çizelge 6.12 ve 6.13'de gösterilmektedir.

Çizelge 6.12 Optimum reaksiyon koşulları için referans ve boraks dekahidrattan üretilen borik asit kullanılarak gerçekleştirilen deneylerin koşulları

Deney No	Deney Koşulları
1	H_3BO_3 : $ZnCO_3$: [4:1], 2 saat, % 0.5 aşı, % 3 PG, 6 ml etanol, 25 ml su, 500 rpm, 95°C
2	H_3BO_3 : $ZnCO_3$: [4:1], 2 saat, % 0.5 aşı, % 3 kerosen, 6 ml etanol, 25 ml su, 500 rpm, 95°C
3	H_3BO_3 : $ZnCO_3$: [4:1], 2 saat, % 0.5 aşı, % 3 PG, 2 ml İPA, 25 ml su, 500 rpm, 95°C
4	H_3BO_3 : $ZnCO_3$: [4:1], 2 saat, % 0.5 aşı, % 2 kerosen, 4 ml İPA, 25 ml su, 500 rpm, 95°C

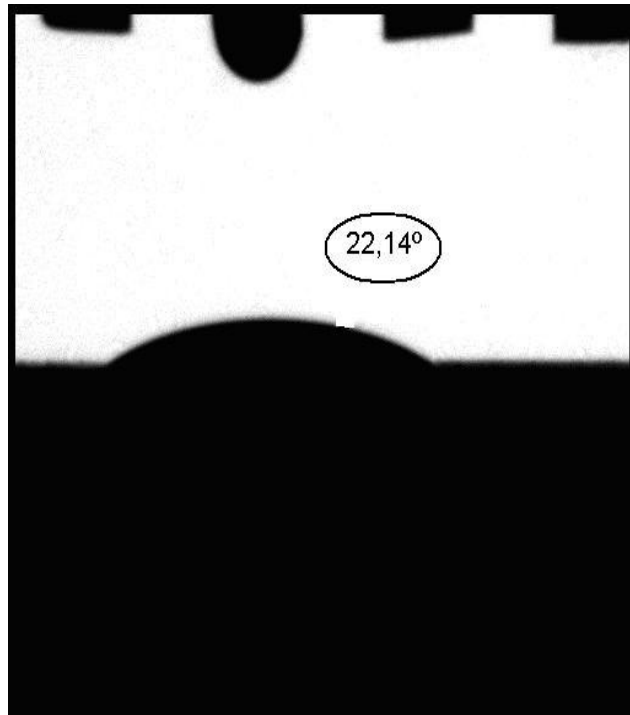
Çizelge 6.13 Optimum reaksiyon koşulları için referans ve boraks dekahidrattan üretilen borik asit kullanılarak üretilen hidrofobik Çinko Borat numunelerinin B_2O_3 -ZnO- H_2O miktarları

Deney No	B_2O_3 (%)	ZnO (%)	H_2O (%)	Formül
1	46.52	36.48	17	$2ZnO.3B_2O_3.4.2H_2O$
2	44.72	33.77	21.51	$1.9ZnO.3B_2O_3.5.6H_2O$
3	50.55	39.30	10.15	$2ZnO.3B_2O_3.2.3H_2O$
4	40.12	34.82	25.06	$2.2ZnO.3B_2O_3.7.3H_2O$

Referans Çinko Boratın Çizelge 6.1'deki B_2O_3 -ZnO- H_2O değerleri ile Çizelge 6.12'deki deney koşullarına göre üretilen hidrofobik Çinko Borat numunelerinin B_2O_3 -ZnO- H_2O değerleri karşılaştırıldığında 1 ve 3 no'lu deney sonuçlarının, deneylerde kullanılan referans Çinko Boratın yapısına daha benzer oldukları görülmektedir.

6.6.2.3 Üretilen Çinko Borat İçin Hidrofobisite Test Sonuçları

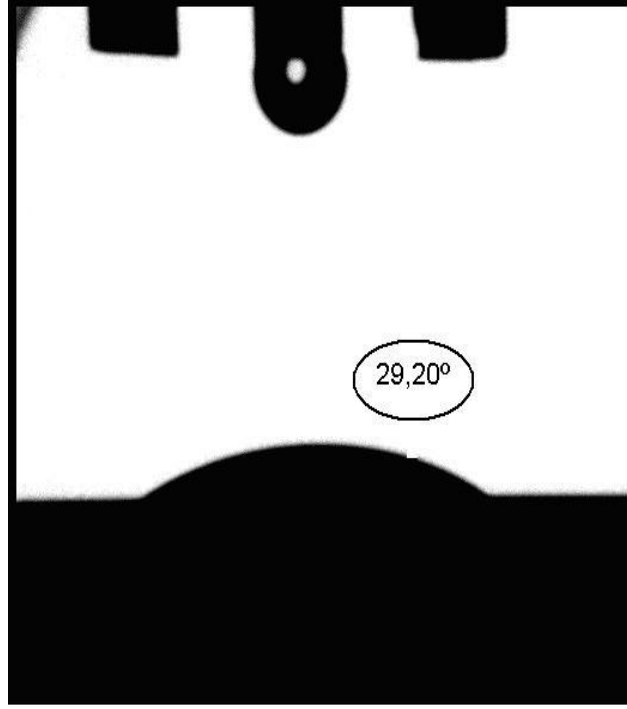
Referans borik asit ve çinko karbonattan, üretilen hidrofilik Çinko Borat reaksiyonu için yapılan hidrofobisite test sonucu Şekil 6.144'deki gibidir. Hidrofilik Çinko Boratın yapılan hidrofobisite testi sonucu, temas açısı değerinin 22.14° olduğu gözlenmektedir.



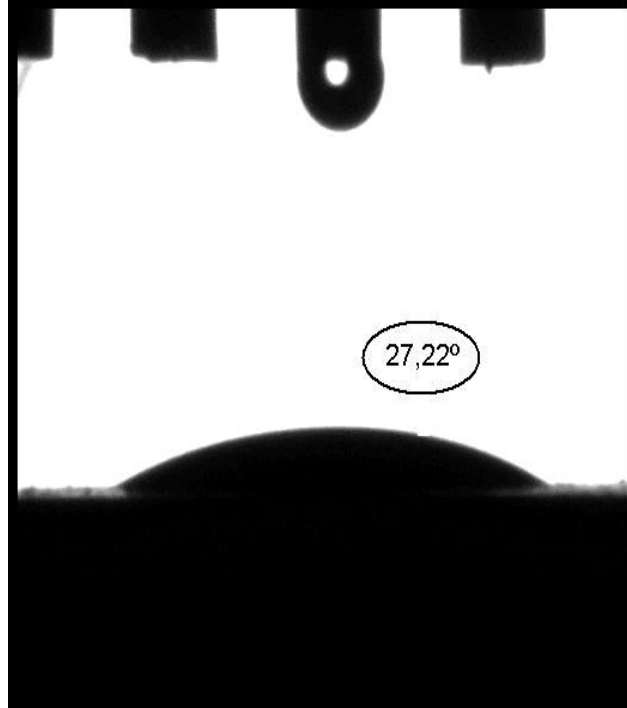
Şekil 6.144 Hidrofilik Çinko Boratın temas açısı değeri ve görüntüsü (Deney koşulları: 2 saat, H_3BO_3 : $ZnCO_3$: [4:1], % 0.5 aşı, $95^\circ C$, 500 rpm)

Referans borik asit ve çinko karbonattan, üretilen hidrofobik Çinko Borat reaksiyonu için yapılan hidrofobisite test sonucu Şekil 6.145'deki gibidir. Hidrofobik Çinko Boratın yapılan hidrofobisite testi sonucu, temas açısı değerinin 29.20° olduğu gözlenmektedir.

Referans borik asit ve çinko karbonattan, üretilen hidrofobik Çinko Borat reaksiyonu için yapılan hidrofobisite test sonucu Şekil 6.146'daki gibidir. Hidrofobik Çinko Boratın yapılan hidrofobisite testi sonucu, temas açısı değerinin 27.22° olduğu gözlenmektedir.

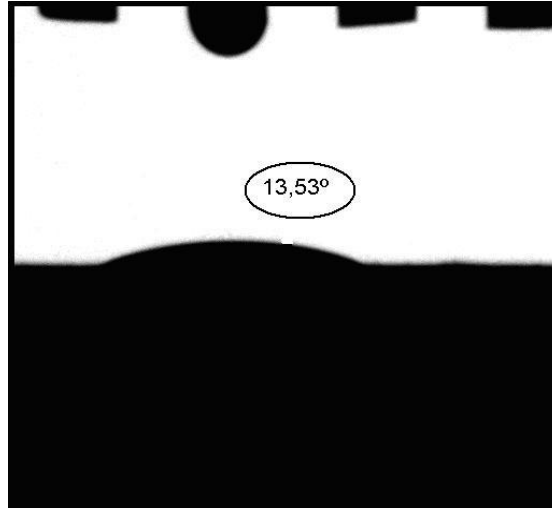


Şekil 6.145 PG-Etanol karışımı ile optimum noktalarda elde edilen hidrofobik Çinko Boratın temas açısı değeri ve görüntüsü (Deney koşulları: 2 saat, $H_3BO_3:ZnCO_3$: [4:1], % 0.5 aş, % 3 PG, 6 ml etanol, 95°C, 500 rpm)



Şekil 6.146 Kerosen-Etanol karışımı ile optimum noktalarda elde edilen hidrofobik Çinko Boratın temas açısı değeri ve görüntüsü (Deney koşulları: 2 saat, % 0.5 aş, % 3 kerosen, $H_3BO_3:ZnCO_3$: [4:1], 6 ml etanol, 95°C, 500 rpm)

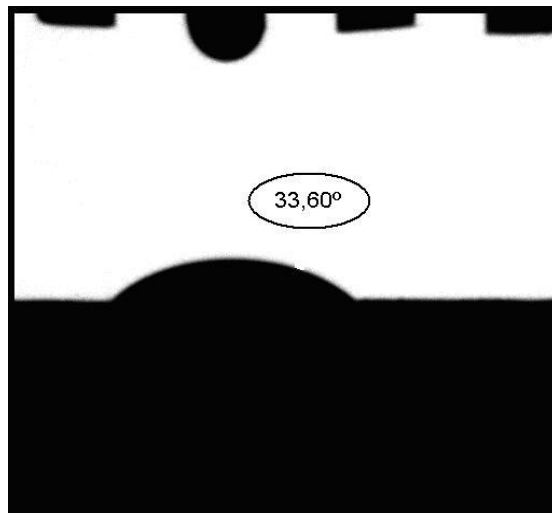
Boraks dekahidrattan üretilen borik asit ve çinko karbonat kullanılarak elde edilen hidrofilik Çinko Borat reaksiyonu için yapılan hidrofobisite test sonucu Şekil 6.147'deki gibidir.



Şekil 6.147 Hidrofilik Çinko Boratın temas açısı değeri ve görüntüsü (Deney koşulları: 2 saat, $H_3BO_3:ZnCO_3$: [3:1], % 1 aşısı, 95°C, 500 rpm)

Hidrofilik Çinko Boratın yapılan hidrofobisite testi sonucu, temas açısı değerinin 13.53° olduğu gözlenmektedir.

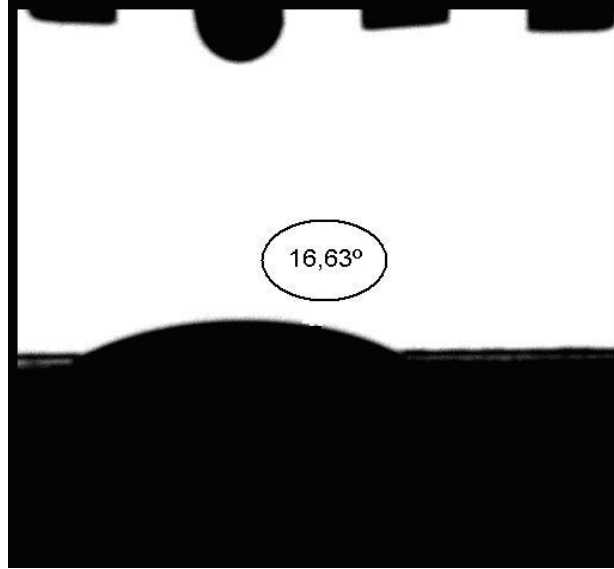
Boraks dekahidrattan üretilen borik asit ve çinko karbonat kullanılarak elde edilen hidrofobik Çinko Borat reaksiyonu için yapılan hidrofobisite test sonucu Şekil 6.148'deki gibidir.



Şekil 6.148 PG-İPA karışımı ile optimum noktalarda elde edilen hidrofobik Çinko Boratın temas açısı değeri ve görüntüsü (Deney koşulları: 2 saat, $H_3BO_3:ZnCO_3$: [4:1], % 0.5 aşısı, % 3 PG, 2 ml İPA, 95°C, 500 rpm)

Hidroforobik inko Boratın yapılan hidroforobisite testi sonucu, temas aı deęerinin 33.60° olduęu gzlenmektedir.

Boraks dekahidrattan retilen borik asit ve inko karbonat kullanılarak elde edilen hidroforobik inko Borat reaksiyonu iin yapılan hidroforobisite test sonucu Őekil 6.149'daki gibidir.



Őekil 6.149 Kerosen-İPA karışımı ile optimum noktalarda elde edilen hidroforobik inko Boratın temas aı deęeri ve grnts (Deney koŐulları: 2 saat, $H_3BO_3:ZnCO_3 : [4:1]$, % 0.5 aŐı, % 2 kerosen, 4 ml İPA, 95°C, 500 rpm)

Hidroforobik inko Boratın yapılan hidroforobisite testi sonucu, temas aı deęerinin 16.63° olduęu gzlenmektedir.

SONUÇ ve ÖNERİLER

Üretilen hidrofobik ve nano yapılı Çinko Borat bileşiğinin $ZnCO_3$ ve H_3BO_3 'in sulu ortamdaki reaksiyonu ile sentezinin incelendiği bu çalışmada:

1. Referans borik asit ve çinko karbonat kullanılarak hidrofilik Çinko Borat elde etmek için öncelikle ısıtıcıli manyetik karıştırıcıda deneyler yapılmıştır ve ısıtıcıli manyetik karıştırıcıda elde edilen optimum koşulların elde edildiği şartlar için mekanik karıştırmalı cam reaktörde deney tekrarlanıp sonuçlar karşılaştırılmıştır.

- Isıtıcıli manyetik karıştırıcıda yapılan deneyler için elde edilen optimum koşullar; reaksiyon süresi 2 saat, $H_3BO_3:ZnCO_3$: [4:1], % 0.5 aşı, karıştırma hızı 500 rpm, sıcaklık $95^\circ C$ ve soğutma sıcaklığı $50^\circ C$ 'dir. Bu şartlarda yapılan deneyde elde edilen verim en yüksek değerdir ve % 89.71'dir. Aynı koşullarda mekanik karıştırmalı cam reaktörde yapılan deney için elde edilen verim % 94.68'dir. Reaksiyon parametreleri için genel anlamda, optimum koşullarına kadar verimin arttığı ve bu noktalardan sonra verimin düşmeye başladığı gözlenmiştir. Her iki karıştırıcıda elde edilen ürünler için karakterizasyon ve hidrofobisite testi yapıldığında: XRD sonuçlarına göre, referans Çinko Boratla uyumlu oldukları gözlenmiştir. SEM görüntülerine göre, her iki karıştırıcıda elde edilen ürünlerin nanoyapıda oldukları gözlenmiştir. Isıtıcıli manyetik karıştırıcıda elde edilen ürünlerin partikül boyutları, 480.23-822.44 nm aralığındadır, mekanik karıştırmalı cam reaktörde elde edilenlerin ise 477.30-938.25 nm aralığındadır. Hidrofobisite test sonuçlarına göre de manyetik karıştırıcıda elde edilen ürünün

temas açısı 19.21°, mekanik cam reaktörde elde edilen ürününki ise 22.14°'dir.

Elde edilen bu sonuçlara göre de istenilen sonuçlar elde edilmiştir.

2. Referans borik asit ve çinko karbonat kullanılarak hidrofobik Çinko Borat elde etmek için öncelikle ısıtıcılı manyetik karıştırıcıda deneyler yapılmıştır ve ısıtıcılı manyetik karıştırıcıda elde edilen optimum koşulların elde edildiği şartlar için mekanik karıştırmalı cam reaktörde deneyler tekrarlanıp sonuçlar karşılaştırılmıştır. Isıtıcılı manyetik karıştırıcıda yapılan deneyler için elde edilen optimum koşullar; reaksiyon süresi 2 saat, $H_3BO_3:ZnCO_3$: [4:1], % 0.5 aşı, karıştırma hızı 500 rpm, sıcaklık 95°C ve soğutma sıcaklığı 50°C'dir. Deneylerde üç farklı modifiye ajan (PG, kerosen ve O.A) ve üç farklı çözücü (İPA, etanol ve metanol) kullanılmıştır.

- Modifiye ajan olarak propilen glikol (PG) kullanıldığında, en yüksek verimin % 76.86 değeriyle, % 3 PG miktarında; en düşük verimin ise % 68.18 değeriyle, % 6 PG miktarında elde edildiği gözlenmiştir. Farklı çözücülerle yapılan deneylerde, en yüksek verimin elde edildiği % 3 PG miktarı kullanılmıştır. Çözücü olarak izopropil alkol (İPA) kullanıldığında, en yüksek verimin % 76.86 değeriyle, 2 ml İPA miktarında; en düşük verimin ise % 58.03 değeriyle, 4 ml İPA miktarında elde edildiği gözlenmiştir. Çözücü olarak etanol kullanıldığında ise, en yüksek verimin % 85.59 değeriyle, 6 ml etanol miktarında; en düşük verimin ise % 66.81 değeriyle, 2 ml etanolde elde edildiği gözlenmiştir. Son olarak metanol çözücüsü kullanıldığında, en yüksek verimin % 70.29 değeriyle, 2 ml metanol miktarında; en düşük verimin ise % 37 değeriyle, 8 ml metanol miktarında elde edildiği gözlenmiştir. Modifiye ajan olarak PG kullanıldığında, en yüksek verimin 6 ml etanol çözücüsünde elde edildiği gözlenmiştir. Optimum nokta kabul edilen PG-Etanol karışımı için mekanik karıştırmalı cam reaktörde yapılan deneyde % 89.37 verim elde edilmiştir. Her iki karıştırıcıda elde edilen ürünler için karakterizasyon ve hidrofobisite testi yapıldığında: XRD sonuçlarına göre, referans Çinko Boratla uyumlu oldukları gözlenmiştir. SEM görüntülerine göre, her iki karıştırıcıda elde edilen ürünlerin nano ve mikro yapıda oldukları gözlenmiştir. Isıtıcılı manyetik karıştırıcıda elde edilen ürünlerin partikül boyutları, 403.89 nm-1.14 µm aralığındadır, mekanik karıştırmalı cam reaktörde elde edilenlerinki ise 571.18 nm-1.69 µm aralığındadır. Hidrofobisite test

sonuçlarına göre de manyetik karıştırıcıda elde edilen ürünün temas açısı değeri 21.66°, mekanik karıştırıcıda elde edilen ürününki ise 29.20°'dir, yani hidrofobikliğe doğru ilerleme olduğu belirlenmiştir. Elde edilen bu sonuçlara göre de istenilen sonuçlar elde edilmiştir.

- Modifiye ajan olarak kerosen kullanıldığında, en yüksek verimin % 72.98 değeriyle, % 3 kerosen miktarında; en düşük verimin ise % 65.98 değeriyle, % 1 kerosen miktarında elde edildiği gözlenmiştir. Farklı çözücülerle yapılan deneylerde en yüksek verimin elde edildiği % 3 kerosen miktarı kullanılmıştır. Çözücü olarak izopropil alkol (İPA) kullanıldığında, en yüksek verimin % 73.36 değeriyle, 4 ml İPA miktarında; en düşük verimin ise % 67.95 değeriyle, 8 ml İPA miktarında elde edildiği gözlenmiştir. Çözücü olarak etanol kullanıldığında ise, en yüksek verimin % 85.73 değeriyle, 6 ml etanol miktarında; en düşük verimin ise % 59.55 değeriyle, 8 ml etanolde elde edildiği gözlenmiştir. Son olarak metanol çözücüsü kullanıldığında, en yüksek verimin % 67.05 değeriyle, 2 ml metanol miktarında; en düşük verimin ise % 46.83 değeriyle, 8 ml metanol miktarında elde edildiği gözlenmiştir. Modifiye ajan olarak kerosen kullanıldığında, en yüksek verimin 6 ml etanol çözücüsünde elde edildiği gözlenmiştir. Optimum nokta kabul edilen kerosen-etanol karışımı için mekanik karıştırıcıda elde edilen ürünler için karakterizasyon ve hidrofobisite testi yapıldığında: XRD sonuçlarına göre, referans Çinko Boratla uyumlu oldukları gözlenmiştir. SEM görüntülerine göre, her iki karıştırıcıda elde edilen ürünlerin nano ve mikro yapıda oldukları gözlenmiştir. Isıtıcı manyetik karıştırıcıda elde edilen ürünlerin partikül boyutları, 903.12 nm-2.10 µm aralığındadır, mekanik karıştırıcıda elde edilenlerininki ise 451.56 nm-1.78 µm aralığındadır. Hidrofobisite test sonuçlarına göre de manyetik karıştırıcıda elde edilen ürünün temas açısı değeri 17.95°, mekanik karıştırıcıda elde edilen ürününki ise 27.22°'dir. Elde edilen bu sonuçlara göre de istenilen sonuçlar elde edilmiştir.
- Modifiye ajan olarak oleik asit (O.A) kullanıldığında, en yüksek verimin % 88.32 değeriyle, % 1 O.A miktarında; en düşük verimin ise % 67.69 değeriyle, % 3 O.A

miktarında elde edildiği gözlenmiştir. Farklı çözücülerle yapılan deneylerde en yüksek verimin elde edildiği % 1 O.A miktarı kullanılmıştır. Çözücü olarak izopropil alkol (İPA) kullanıldığında, en yüksek verimin % 88.32 değeriyle, 2 ml İPA miktarında; en düşük verimin ise % 68.36 değeriyle, 8 ml İPA miktarında elde edildiği gözlenmiştir. Çözücü olarak etanol kullanıldığında ise, en yüksek verimin % 78.46 değeriyle, 2 ml etanol miktarında; en düşük verimin ise % 60.79 değeriyle, 4 ml etanolde elde edildiği gözlenmiştir. Son olarak metanol çözücüsü kullanıldığında, en yüksek verimin % 41.63 değeriyle, 2 ml metanol miktarında; en düşük verimin ise % 38.57 değeriyle, 4 ml metanol miktarında elde edildiği gözlenmiştir. Modifiye ajan olarak O.A kullanıldığında, en yüksek verimin 2 ml İPA çözücüsünde elde edildiği gözlenmiştir. Elde edilen ürün için karakterizasyon ve hidrofobisite testi yapıldığında: XRD sonucuna göre, referans Çinko Boratla uyumlu olduğu gözlenmiştir. SEM görüntülerine göre, elde edilen ürünün nano ve mikro yapıda olduğu gözlenmiştir. Isıticılı manyetik karıştırıcıda elde edilen ürünün partikül boyutu, 618.47 nm-1.78 µm aralığında değişmektedir. Hidrofobisite test sonucuna göre de ısıticılı manyetik karıştırıcıda elde edilen ürünün temas açısı değeri 103.19°'dir, yani hidrofobikliğe doğru ilerleme olduğu belirlenmiştir. Elde edilen bu sonuçlara göre de istenilen sonuçlar elde edilmiştir.

3. Boraks dekahidrattan üretilen borik asit ve çinko karbonat kullanılarak hidrofilik Çinko Borat elde etmek için öncelikle ısıticılı manyetik karıştırıcıda deneyler yapılmıştır ve ısıticılı manyetik karıştırıcıda elde edilen optimum koşulların elde edildiği şartlar için mekanik karıştırılmalı cam reaktörde deney tekrarlanıp sonuçlar karşılaştırılmıştır.

- Isıticılı manyetik karıştırıcıda yapılan deneyler için elde edilen optimum koşullar; reaksiyon süresi 2 saat, $H_3BO_3:ZnCO_3$: [3:1], % 1 aşısı, karıştırma hızı 500 rpm, sıcaklık 95°C ve soğutma sıcaklığı 50°C'dir. Bu şartlarda yapılan deneyde elde edilen verim en yüksek değerdir ve % 69.65'dir. Aynı koşullarda mekanik karıştırılmalı cam reaktörde yapılan deney için elde edilen verim % 89.64'tür. Reaksiyon parametreleri için genel anlamda, optimum koşullarına kadar verimin arttığı ve bu noktalardan sonra verimin düşmeye başladığı gözlenmiştir. Her iki karıştırıcıda elde edilen ürünler için karakterizasyon ve hidrofobisite testi

yapıldığında: XRD sonuçlarına göre, referans Çinko Boratla uyumlu oldukları gözlenmiştir. SEM görüntülerine göre, her iki karıştırıcıda elde edilen ürünlerin nano ve mikro yapıda oldukları gözlenmiştir. Isıtıcı manyetik karıştırıcıda elde edilen ürünlerin partikül boyutları, 628.61 nm-1.17 µm aralığındadır, mekanik karıştırılmalı cam reaktörde elde edilenlerinki ise 386.09 nm-1.67 µm aralığındadır. Hidrofobisite test sonuçlarına göre de manyetik karıştırıcıda elde edilen ürünün temas açısı 12.01°, mekanik karıştırılmalı cam reaktörde elde edilen ürününki ise 13.53°'dir. Elde edilen bu sonuçlara göre de istenilen sonuçlar elde edilmiştir.

4. Boraks dekahidrattan üretilen borik asit ve çinko karbonat kullanılarak hidrofobik Çinko Borat elde etmek için öncelikle ısıtıcılı manyetik karıştırıcıda deneyler yapılmıştır ve ısıtıcılı manyetik karıştırıcıda elde edilen optimum koşulların elde edildiği şartlar için mekanik karıştırılmalı cam reaktörde deneyler tekrarlanıp sonuçlar karşılaştırılmıştır. Isıtıcılı manyetik karıştırıcıda yapılan deneyler için elde edilen optimum koşullar; reaksiyon süresi 2 saat, $H_3BO_3:ZnCO_3$: [4:1], % 0.5 aşısı, karıştırma hızı 500 rpm, sıcaklık 95°C ve soğutma sıcaklığı 50°C'dir. Deneylerde üç farklı modifiye ajan (PG, kerosen ve O.A) ve üç farklı çözücü (İPA, etanol ve metanol) kullanılmıştır.

- Modifiye ajan olarak propilen glikol (PG) kullanıldığında, en yüksek verimin % 71.45 değeriyle, % 3 PG miktarında; en düşük verimin ise % 59.07 değeriyle, % 6 PG miktarında elde edildiği gözlenmiştir. Farklı çözücülerle yapılan deneylerde en yüksek verimin elde edildiği % 3 PG miktarı kullanılmıştır. Çözücü olarak izopropil alkol (İPA) kullanıldığında, en yüksek verimin % 71.45 değeriyle, 2 ml İPA miktarında; en düşük verimin ise % 57.35 değeriyle, 6 ml İPA miktarında elde edildiği gözlenmiştir. Çözücü olarak etanol kullanıldığında ise, en yüksek verimin % 65.36 değeriyle, 2 ml etanol miktarında; en düşük verimin ise % 58.99 değeriyle, 8 ml etanolde elde edildiği gözlenmiştir. Son olarak metanol çözücüsü kullanıldığında, en yüksek verimin % 56.13 değeriyle, 2 ml metanol miktarında; en düşük verimin ise % 36.07 değeriyle, 8 ml metanol miktarında elde edildiği gözlenmiştir. Modifiye ajan olarak PG kullanıldığında, en yüksek verimin 2 ml İPA çözücüsünde elde edildiği gözlenmiştir. Optimum nokta kabul edilen PG-İPA karışımı için mekanik karıştırılmalı cam reaktörde

yapılan deneyde % 76.13 verim elde edilmiştir. Her iki karıştırıcıda elde edilen ürünler için karakterizasyon ve hidrofobisite testi yapıldığında: XRD sonuçlarına göre, referans Çinko Boratla uyumlu oldukları gözlenmiştir. SEM görüntülerine göre, ısıtıcılı manyetik karıştırıcıda elde edilen ürünlerin nano ve mikro yapıda, mekanik karıştırılmalı cam reaktörde elde edilenlerin ise nanoyapıda oldukları gözlenmiştir. Isıtıcı manyetik karıştırıcıda elde edilen ürünlerin partikül boyutları, 450.0 nm-1.08 µm aralığındadır, mekanik karıştırılmalı cam reaktörde elde edilenlerinki ise 335.41-919.32 nm aralığındadır. Hidrofobisite test sonuçlarına göre de manyetik karıştırıcıda elde edilen ürünün temas açısı değeri 28.12°, mekanik karıştırılmalı cam reaktörde elde edilen ürününki ise 33.60°'dir, yani hidrofobikliğe doğru ilerleme olduğu belirlenmiştir. Elde edilen bu sonuçlara göre de istenilen sonuçlar elde edilmiştir

- Modifiye ajan olarak kerosen kullanıldığında, en yüksek verimin % 67.64 değeriyle, % 2 kerosen miktarında; en düşük verimin ise % 48.49 değeriyle, % 4 kerosen miktarında elde edildiği gözlenmiştir. Farklı çözücülerle yapılan deneylerde en yüksek verimin elde edildiği % 2 kerosen miktarı kullanılmıştır. Çözücü olarak izopropil alkol (İPA) kullanıldığında, en yüksek verimin % 73.24 değeriyle, 4 ml İPA miktarında; en düşük verimin ise % 67.08 değeriyle, 8 ml İPA miktarında elde edildiği gözlenmiştir. Çözücü olarak etanol kullanıldığında ise, en yüksek verimin % 72.33 değeriyle, 2 ml etanol miktarında; en düşük verimin ise % 66.47 değeriyle, 8 ml etanolde elde edildiği gözlenmiştir. Son olarak metanol çözücüsü kullanıldığında, en yüksek verimin % 66.7 değeriyle, 2 ml metanol miktarında; en düşük verimin ise % 35.87 değeriyle, 8 ml metanol miktarında elde edildiği gözlenmiştir. Modifiye ajan olarak kerosen kullanıldığında, en yüksek verimin 4 ml İPA çözücüsünde elde edildiği gözlenmiştir. Optimum nokta kabul edilen kerosen-etanol karışımı için mekanik karıştırılmalı cam reaktörde yapılan deneyde % 76.22 verim elde edilmiştir. Her iki karıştırıcıda elde edilen ürünler için karakterizasyon ve hidrofobisite testi yapıldığında: XRD sonuçlarına göre, referans Çinko Boratla uyumlu oldukları gözlenmiştir. SEM görüntülerine göre, ısıtıcılı manyetik karıştırıcıda elde edilen ürünlerin nano ve mikro yapıda, mekanik karıştırılmalı cam reaktörde elde

edilenlerin ise nanoyapıda oldukları gözlenmiştir. Isıticılı manyetik karıştırıcıda elde edilen ürünlerin partikül boyutları, 375.0 nm-12.63 µm aralığındadır, mekanik karıştırılmalı cam reaktörde elde edilenlerin ise 437.32-946.46 nm aralığındadır. Hidrofobisite test sonuçlarına göre de manyetik karıştırıcıda elde edilen ürünün temas açısı değeri 42.17°, mekanik karıştırılmalı cam reaktörde elde edilen ürününki ise 16.63°'dir. Elde edilen bu sonuçlara göre de istenilen sonuçlar elde edilmiştir.

- Modifiye ajan olarak oleik asit (O.A) kullanıldığında, en yüksek verimin % 73.11 değeriyle, % 2 O.A miktarında; en düşük verimin ise % 55.02 değeriyle, % 8 O.A miktarında elde edildiği gözlenmiştir. Farklı çözücülerle yapılan deneylerde en yüksek verimin elde edildiği % 2 O.A miktarı kullanılmıştır. Çözücü olarak izopropil alkol (İPA) kullanıldığında, en yüksek verimin % 75.89 değeriyle, 4 ml İPA miktarında; en düşük verimin ise % 45.04 değeriyle, 6 ml İPA miktarında elde edildiği gözlenmiştir. Çözücü olarak etanol kullanıldığında ise, en yüksek verimin % 46.86 değeriyle, 2 ml etanol miktarında; en düşük verimin ise % 40.4 değeriyle, 4 ml etanolde elde edildiği gözlenmiştir. Son olarak metanol çözücüsü kullanıldığında, en yüksek verimin % 71.21 değeriyle, 4 ml metanol miktarında; en düşük verimin ise % 38.05 değeriyle, 8 ml metanol miktarında elde edildiği gözlenmiştir. Modifiye ajan olarak O.A kullanıldığında, en yüksek verimin 4 ml İPA çözücüsünde elde edildiği gözlenmiştir. Elde edilen ürün için karakterizasyon ve hidrofobisite testi yapıldığında: XRD sonucuna göre, referans Çinko Boratla uyumlu olduğu gözlenmiştir. SEM görüntülerine göre, elde edilen ürünün nano ve mikro yapıda olduğu gözlenmiştir. Isıticılı manyetik karıştırıcıda elde edilen ürünün partikül boyutu 645.17 nm-2.55 µm aralığında değişmektedir. Hidrofobisite test sonucuna göre de ısıticılı manyetik karıştırıcıda elde edilen ürünün temas açısı 103.68°'dir, yani hidrofobikliğe doğru ilerleme olduğu belirlenmiştir. Elde edilen bu sonuçlara göre de istenilen sonuçlar elde edilmiştir.

Çinko borat üretiminde, çinko oksit gibi çinko karbonat da yüksek verim elde edilerek kullanılabilir. Farklı modifiye ajanlar ve bu ajanların değişik çözücülerdeki uygunluğu tespit edilerek daha yüksek hidrofobisiteye sahip ürünler üretilerek nano boyutta

retim iin daha da ilerleme saęlanabilir. Elde edilen rnler, ahşap ve plastik gibi sanayi alanlarında alev geciktirici olarak kullanılabilir. Ayrıca rnler, hangi alanda kullanılıyorsa o alan iin fiziksel ve kimyasal testler yapılarak uygulanacaęı malzemenin ama doęrultusunda uygunluęu zerine arařtırmalar devam edebilir. Bu alıřmada gerek farklı karıřtırma sistemlerinin gerekse farklı bor kaynaklarının, proses parametreleri, hidrobosite ve partikl byklę zerine etkilerinin karřılařtırmalı olarak incelenmesinin, inko Boratın, sanayi lekli retime tařınmasına ışık tutacaęı dřnlmektedir.

KAYNAKLAR

- [1] Yılmaz, O., (2006). Balıkesir-Bigadiç Bor Atıklarının Flotasyon Yöntemiyle Zenginleştirilmesi Çalışmaları, Yüksek Lisans Tezi, Balıkesir Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Balıkesir.
- [2] Büyükyıldız, E., (2007). Emet Borik Asit Fabrikası Atıklarından Borun Kazanılması, Yüksek Lisans Tezi, Dumlupınar Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Kütahya.
- [3] Ayar, B., (2007). Çinko Borat Sentezi ve Yüksek Sıcaklıkta Pigment Olarak Kullanılabilirliği, Yüksek Lisans Tezi, Gazi Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Ankara.
- [4] Erdem, N.İ., (2010). Emet-Hisarçık (Kütahya) Bor Yataklanmasını Oluşturan Bor Minerallerinin Dağılımları, Jeokimyası ve Oluşum Ortamlarının İncelenmesi, Yüksek Lisans Tezi, Kocaeli Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Kocaeli.
- [5] Balıkesir Üniversitesi, Boratlar, <http://bor.balikesir.edu.tr/bor>, 8 Şubat 2011.
- [6] Özkan, Ş.G., Çebi, H., Delice, S. ve Doğan, M., (1997). "Bor Minerallerinin Özellikleri ve Madenciliği", 2. Endüstriyel Hammaddeler Sempozyumu, 16-17 Ekim 1997, İzmir.
- [7] Demir, C., (2006). Bor Minerallerinin Enerji Kaynağı Olarak Değerlendirilmesi, Yüksek Lisans Tezi, Selçuk Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Konya.
- [8] Kiraz, N., Aktas, Ö. ve Arslan, O., Anorganik Kimya Laboratuvarı: Bor Kimyası, <http://www.scribd.com/doc/8358510/Bor-ve-Ilgili-Bilesikler>, 20 Şubat 2011.
- [9] DPT, (2008). Bor-Soda Külü-Krom Kimyasalları Çalışma Grubu Raporu, Yayın No: 2776, Ankara.
- [10] Engin, B., (2009). Çinko Borat Üretimi Optimizasyonu, Yüksek Lisans Tezi, Atatürk Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Erzurum.
- [11] Horzum, N., (2008). Synthesis and Characterization of MgB₂ Superconducting Wires, Yüksek Lisans Tezi, İzmir Yüksek Teknoloji Enstitüsü, İzmir.
- [12] Boren Ulusal Bor Araştırma Enstitüsü, Çinko Borat ve Çinko Borat Üretimi, <http://www.boren.gov.tr/pdf/cinkoborat.pdf>, 15 Mart 2011.

- [13] Vural, A., (2006). Bazı Çinko Boratlı Bileşiklerin Sentezi ve Karakterizasyonu, Yüksek Lisans Tezi, Balıkesir Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Balıkesir.
- [14] Gülşen, G., (2009). Güç Tutuşur Kumaş Üretiminde Bor Bileşiklerinin Kullanılması, Yüksek Lisans Tezi, Kahramanmaraş Sütçü İmam Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Kahramanmaraş.
- [15] Kılıç, B., Borik Asit Üretimi, www.kimyamuhendisi.com, 25 Şubat 2011.
- [16] Acarkan, N., (2002). "Bor Ürün Çeşitleri ve Kullanım Alanları", 1. Uluslararası Bor Sempozyumu, 3-4 Ekim 2002, Kütahya.
- [17] Durak, D., (2007). Bazı Metal Boratların Sentezi ve Karakterizasyonu, Yüksek Lisans Tezi, Kırıkkale Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Kırıkkale.
- [18] Edgünlü, G., (2005). Metallerin Borlanması Kullanılan Bazı Bor Bileşiklerinin Üretimi, Yüksek Lisans Tezi, Celal Bayar Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Manisa.
- [19] TMMOB Maden Mühendisleri Odası, Bor Ürünleri ve Teknolojisi, <http://www.maden.org.tr/resimler/ekler/530.pdf>, 20 Nisan 2011.
- [20] Tokmak, B., (2004). "Bor Uç Ürünleri ve BM Bor Teknolojileri Tecrübesi", 4. Uluslararası Bor Sempozyumu, 23-25 Eylül 2004, Eskişehir.
- [21] Eti Maden İşletmeleri Genel Müdürlüğü Araştırma Geliştirme Dairesi Başkanlığı, Çinko Borat Üretimi Ön Fizibilite Etüdü, <http://www.etimaden.gov.tr>, 6 Nisan 2011.
- [22] Helvacı, C., (2004). "Türkiye Borat Yatakları: Jeolojik Konumu, Ekonomik Önemi ve Bor Politikası", 5. Endüstriyel Hammaddeler Sempozyumu, 13.14 Mayıs 2004, İzmir.
- [23] Kaya Akgün, E., (2007). Karbondioksit ile Doyurulmuş Sularda Kalsine Üleksitin Çözünürlüğünün Optimizasyonu, Yüksek Lisans Tezi, Atatürk Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Erzurum.
- [24] Bor Madeni, Kullanım Alanları, <http://bormadeni.blogcu.com/kullanim-alanlari>, 3 Mart 2011
- [25] Uçar, A., (1989). Kestelek Tesis Atıklarından Borun Kazanılması, Yüksek Lisans Tezi, Anadolu Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Eskişehir.
- [26] Eltepe, H.E., Balköse, D. ve Ülkü, S., (2007). "Effect of Temperature and Time on Zinc Borate Species Formed from Zinc Oxide and Boric Acid in Aqueous Medium", Industrial&Engineering Chemistry Research, 46:2367-2371.
- [27] Eltepe, H.E., (2004). The Development of Zinc Borate Production Process, Yüksek Lisans Tezi, İzmir Yüksek Teknoloji Enstitüsü, İzmir.
- [28] Gönen, M., (2009). Nanosized Zinc Borate Production, Doktora Tezi, İzmir Yüksek Teknoloji Enstitüsü, İzmir.
- [29] Schubert, D.M., Alum, F., Visi, M.Z. ve Knobler, C.B., (2003). "Structural Characterization and Chemistry of the Industrially Important Zinc Borate, Zn[B₃O₄(OH)₃]", Chemistry of Materials, 15:866-871.

- [30] Çınar, D., (2010). Zinc Borate Production in a Batch Reactor and Plant Design, Yüksek Lisans Tezi, Ege Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, İzmir.
- [31] Celal Bayar Üniversitesi, Bor Mineral ve Bileşiklerinin Endüstride Başlıca Kullanım Alanları, <http://www2.bayar.edu.tr/somamydo/docs/dergi/sayi2/2SA2.pdf>, 28 Nisan 2011.
- [32] Yüce, S., (2009). Çinko Borat Üretimi, Yüksek Lisans Tezi, İstanbul Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul.
- [33] Ting, C., Jian-Cheng, D., Long-Shou, W., Fan, Y. ve Gang, F., (2008). "Synthesis of A New Net Like Nano Zinc Borate", Materials of Letters, 62:2057-2059.
- [34] Keskin, İ., (2009). Nanosized Zinc Borate Production by Chemical Methods, Yüksek Lisans Tezi, Marmara Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul.
- [35] Shi, X., Xiao, Y., Li, M., Yuan, L. ve Sun, J., (2008). "Synthesis of an Industrially Important Zinc Borate, $2ZnO.3B_2O_3.3H_2O$, by a Rheological Phase Reaction Method", Powder Technology, 186(3):263-266.
- [36] Alp, B., (2006). $Na_2B_4O_7.10H_2O$ ve $ZnCl_2$ Kullanılarak Yeni Çinko Borat Bileşikleri Eldesi Olanaklarının Araştırılması, Yüksek Lisans Tezi, Hacettepe Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Ankara.
- [37] Shen, K.K., Kochesfahani, S. ve Jouffret, F., (2008). "Zinc Borates as Multifunctional Polymer Additives", Polymer For Advanced Technologies, 19:469-474.
- [38] Kılınc, M., Çakal, G.Ö., Yeşil, S., Bayram, G., Eroğlu, İ. ve Özkar, S., (2010). "Scale-up Synthesis of Zinc Borate from The Reaction of Zinc Oxide and Boric Acid in Aqueous Medium", Journal of Crsytal Growth, 312:3361-3366.
- [39] Ting, C., Jian-Cheng, D., Long-Shou, W. ve Gang, F., (2009). "Preparation and Characterization of Nano-Zinc Borate by a New Method", Journal of Materials Processing Technology, 209:4076-4079.
- [40] Li, S., Long, B., Wang, Z., Tian, Y., Zheng, Y. ve Zhang, Q., (2010). "Synthesis of Hydrophobic Zinc Borate Nanoflakes and Its Effect on Flame Retardant Properties of Polyethylene", Journal of Solid State Chemistry, 183:957-962.
- [41] Erdoğan, C.A., (2004). The Development of Synergistic Heat Stabilizers for PVC from Zinc Borate-Zinc Phosphate, Yüksek Lisans Tezi, İzmir Yüksek Teknoloji Enstitüsü, İzmir.
- [42] Shete, A.V., Sawant, S.B. ve Pangarkar, V.G., (2004). "Kinetics of Fluid-Solid Reaction with an Insoluble Product: Zinc Borate by The Reaction of Boric Acid and Zinc Oxide", Journal of Chemical Technology and Biotechnology, 79:526-532.
- [43] Gürhan, D., Çakal, G.Ö., Eroğlu, İ. ve Özkar, S., (2009). "Improved Synthesis of Fine Zinc Borate Particles Using Seed Crystals", Journal of Crystal Growth, 311:1545-1552.
- [44] Bourbigot, S., Bras, M.L., Leewendal, R., Shen, K.K. ve Schubert, D., (1999). "Recent Advances in The Use of Zinc Borates in Flame Retardancy of EVA", Polymer Degradation and Stability, 64:419-425.

- [45] Garba, B., (1999). "Effect of Zinc Borates as Flame Retardant Formulation on Some Tropical Woods", *Polymer Degradation and Stability*, 64:517-522.
- [46] Ivankov, A., Seekamp, J. ve Bauhofer, W., (2001). "Optical Properties of Zinc Borates Glasses", *Materials Letters*, 49:209-213.
- [47] Giudice, C.A. ve Benitez, J.C., (2001). "Zinc Borates as Flame-Retardant Pigments in Chlorine Containing Coatings", *Progress in Organic Coatings*, 42:82-88.
- [48] Zheng, Y., Tian, Y., Ma, H., Qu, Y., Wang, Z., An, D., Guan, S. ve Gao, X., (2009). "Synthesis and Performance Study of Zinc Borate Nanowhiskers", *Colloids and Surfaces A: Physicochemical Engineering Aspects*, 339:178-184.
- [49] Carpentier, F., Bourbigot, S., Bras, M.L., Delobel, R. ve Foulon, M., (2000). "Charring of Fire Retardant Ethylene Vinyl Acetate Copolymer-Magnesium Hydroxide/Zinc Borate Formulations", *Polymer Degradation and Stability*, 69:83-92.
- [50] Tjong, S.C. ve Chen, H., (2004). "Nanocrystalline Materials and Coatings", *Materials Science and Engineering*, 45:1-88.
- [51] Tian, Y., He, Y., Yu, L., Deng, Y., Zheng, Y., Sun, F., Liu, Z., ve Wang, Z., (2008). "In Situ and One-Step Synthesis of Hydrophobic Zinc Borate Nanoplatelets", *Colloids and Surfaces A: Physicochemical Engineering Aspects*, 312:99-103.
- [52] Tian, Y., Guo, Y., Jiang, M., Sheng, Y., Hari, B., Zhang, G., Jiang, Y., Zhou, B., Zhu, Y. ve Wang, Z., (2006). "Synthesis of Hydrophobic Zinc Borate Nanodiscs for Lubrication", *Materials Letters*, 60:2511-2515.
- [53] Chang, J.B., Yan, P.X. ve Yang, Q., (2006). "Formation of Borate Zinc (ZnB_4O_7) Nanotubes", *Journal of Crystal Growth*, 286:184-187.
- [54] Dong, J.X. ve Hu, Z.S., (1998). "A Study of The Anti-Wear and Friction-Reducing Properties of The Lubricant Additive, Nanometer Zinc Borate", *Tribology International*, 31(5):219-223.

ÖZGEÇMİŞ

KİŞİSEL BİLGİLER

Adı Soyadı : Emre ÖZTÜRK
Doğum Tarihi ve Yeri : 06.05.1986, Akyazı
Yabancı Dili : İngilizce
E-posta : emreoztrk@hotmail.com

ÖĞRENİM DURUMU

Derece	Alan	Okul/Üniversite	Mezuniyet Yılı
Lisans	Kimya Mühendisliği	Selçuk Üniversitesi	2009
Lise	Sayısal	Akyazı Anadolu Lisesi	2004