



HARRAN ÜNİVERSİTESİ MÜHENDİSLİK DERGİSİ

HARRAN UNIVERSITY JOURNAL of ENGINEERING

e-ISSN: 2528-8733 (ONLINE)

Sepiyolit / Bentonit Killerin Saflaştırılması ve Karakterizasyonu

Purification and Characterization of Sepiolite/Bentonite Clays

Yazar(lar) (Author(s)): Gökhan CEYHAN¹, Eylem EROL²

¹ ORCID ID: 0000-0002-9127-2348

² ORCID ID: 0000-0001-9868-6848

Bu makaleye şu şekilde atıfta bulunabilirsiniz (To cite to this article): Ceyhan G., Erol E., "Sepiyolit / Bentonit Killerin Saflaştırılması ve Karakterizasyonu", Harran Üniversitesi Mühendislik Dergisi, 9(1): 10-21, (2024).

DOI: 10.46578/humder.1411500



Sepiyolit/Bentonit Killerin Saflaştırılması ve Yapısal Karakterizasyonu

Gökhan CEYHAN¹, Eylem EROL²

¹Kahramanmaraş Sütçü İmam Üniversitesi, Teknik Bilimler MYO, Gıda İşleme Bölümü, 46040, Onikişubat/Kahramanmaraş

²Kahramanmaraş Sütçü İmam Üniversitesi, Malzeme Bilimi ve Mühendisliği Bölümü, 46040, Onikişubat/Kahramanmaraş

Öz

Gelişen teknoloji ile birçok alanda polimer sektörüne talep artmıştır. Ancak polimer üretim prosesinin bazı kısımlarında üretim aksaklıkları meydana gelmektedir. Bu aksaklıklar yüksek üretim hızlarından dolayı düzensiz akış, torku birikmesi, yüzeyde dalgalanma gibi üretim verimliliğini ve kalitesini düşürmektedir. Üretim hızı ve kalitenin düşmesi maddi kayıplara sebep olmaktadır. Üretim esnasında akış kararsızlığını ve kanallarda biriken torku miktarını azaltmak için çeşitli yardımcı kimyasal maddeler kullanılmaktadır. Ancak akış istikrarsızlığını azaltmak için kullanılan kimyasal maddeler maliyetli ve sağlığa zararlı olduğu için doğal kaynaklardan alternatif çözümler aranmaktadır. Kaygan yapılarından dolayı killerin polimer üretim prosesine dahil edilmesi bu meseleye doğal bir çözüm sunmaktadır. Burada dikkat edilmesi gereken konu killerin direk kimyasallarla temas edilmeden önce başarılı bir şekilde saflaştırma işleminin gerçekleşmesidir. Saflaştırma işlemi ile, kil numenlerinin boyutları küçülerek uygulanacak diğer katkı maddeleri ile etkileşimi artırılmış olur. Bu çalışmada, temin edilen sepiyolit kili ve sodyum bentonit kilinin asit ile seyreltilerek saflaştırma işlemi yapılmıştır. Elde edilen ürünlerin SEM/EDX, XRD ve FTIR spektrumlarına bakıldığında ürünün fiziksel ve morfolojik özelliklerini anlamlı şekilde iyileştirdiği görülmüştür.

Makale Bilgisi

Başvuru: 29/12/2023
Yayın: 30/04/2024

Anahtar Kelimeler

Saflaştırma
Polipropilen
Sepiyolit
Bentonit

Keywords

Purification
Polypropylene
Sepiolite
Bentonite

Purification and Structural Characterization of Sepiolite/Bentonite Clays

Abstract

With developing technology, demand for the polymer sector has increased in many areas. However, production disruptions occur in some parts of the polymer production process. These disruptions reduce production efficiency and quality, such as irregular flow, torque accumulation, and surface fluctuation due to high production speeds. The decrease in production speed and quality causes a decrease in profitability. During production, various auxiliary chemicals are used to reduce the flow instability and the amount of torque accumulated in the channels. However, since the chemicals used to reduce flow instability are costly and harmful to health, alternative solutions are sought from natural sources. Due to their slippery structure, the inclusion of clays in the polymer production process offers a natural solution to this problem. What needs to be taken into consideration here is that the clays are successfully purified before coming into direct contact with chemicals. With the purification process, the size of the clay samples decreases and their interaction with other additives to be applied is increased. In this study, the sepiolite clay and sodium bentonite clay were purified by diluting them with acid. When the SEM/EDX, XRD and FTIR spectra of the obtained products were examined, it was seen that the physical and morphological properties of the product were significantly improved.

1. GİRİŞ (INTRODUCTION)

Kil mineralleri, katmanlı yapıları ve kolay temin edilebildiğinden dolayı, polimerler için tercih edilen nanopartikül takviyeleridir. Polimer üretimi sırasında saflaştırılan kil minerallerinin belli oranlarda (% 2-5) üretim prosesine dahil edilmesi ürünün özellikle mekanik ve termal özelliklerini iyileştirmektedir [1]. Polimer/kil karışımı ile elde edilen ürünlere bakıldığında kilin en önemli katkısı polimerin bariyer özelliklerini iyileştirmesidir. Ayrıca yapılan çalışmalarda kil takviyeli polimer malzemenin hem gaz hem de su buharına karşı da geçirgenliğinin önemli ölçüde azaldığı tespit edilmiştir [2]. Killer plastik sektöründe, malzemenin mukavemetinin artırılması, sürtünme direncinin iyileşmesi, su iticilik özelliğini kazandırması amacı ile dolgu maddesi olarak kullanılmaktadır [3]. Killerin plastik sektöründe kullanımı kadar hangi killerin kullanılacağı da önemlidir. Kilin içeriği, içinde bulunan minerallerin türü, kimyasal bileşimi ve oranı kilin kalitesini belirler. Kil minerallerinin üretilen polimerin performansını arttırdığı yönünde çalışmalar mevcuttur [4]. Yapılan literatür çalışmalarında üretilen malzemenin kalitesini değiştirmeden kil minerallerinin eklenmesi, ürünün ısıya karşı dayanıklılığı, mukavemetinin artması, yüzey kusurlarının azalması gibi ekstra pozitif katkı sunduğu görülmektedir [5].

Polimerlerin plaka benzeri katmanlı yapıları kısmen kristal katı yapılara dönüşmektedir [6-9]. Yarı kristal polimerlerin en basit morfolojik modelleri, kristalin ve amorf yapılardır [10-12]. Polimerlerin eritilmesi ve belli basınç altında püskürtülerek soğuk hava ile teması ile eriyik polimer şekil alır. Polimer eriği düzelerden geçerken deliklerde tıkanmadan dolayı ürünün çapında daralma ve kanallarda torqu birikmesi meydana gelmektedir. Polimer eriğinin daha rahat düzelerden geçmesi için çeşitli katkı maddeleri kullanılmaktadır. Bu katkı maddelere floropolimer denir. Ancak floropolimerler maliyetli ve çevreye zarar verdiği bilinmektedir. Yapılan literatür çalışmalarında kilin floropolimere alternatif olarak kullanılabilceği kanıtlanmıştır. Kilin kaygan yapısı sayesinde üretim esnasında düzelerde torqu birikmesi ciddi anlamda azalmıştır. Nihai ürünler üzerinde yapılan analizlerde malzemenin özelliklerini iyileştirdiği tespit edilmiştir [13-15].

Killerin dolgu maddesi olarak kullanılması için, yapısında bulunan kuvars, demir oksit gibi safsızlıkların uzaklaştırılması gerekir [16]. Saflaştırma işlemi ile, kil numunelerinin boyutları küçülerek uygulanacak diğer katkı maddeleri ile etkileşimi artırılmış olur [17]. Killerin saflaştırma işlemi ile tanecik boyutları küçülür ve kil yapısında boşluklar oluşur. Bu şekilde daha fazla amorf alana sahip kilin katkı maddeleri ile etkileşimi daha da artırılır [18]. Bu çalışmada, sepiyolit kili ve sodyum bentonit kili kalitesinin asit seyreltme yoluyla artırılması amacıyla saflaştırma işlemi uygulanmıştır. Ortaya çıkan ürünlerin SEM/EDX, XRD ve FTIR spektrumları kullanılarak analizleri gerçekleştirilmiştir.

2. MATERYAL VE METOT (MATERIAL AND METHOD)

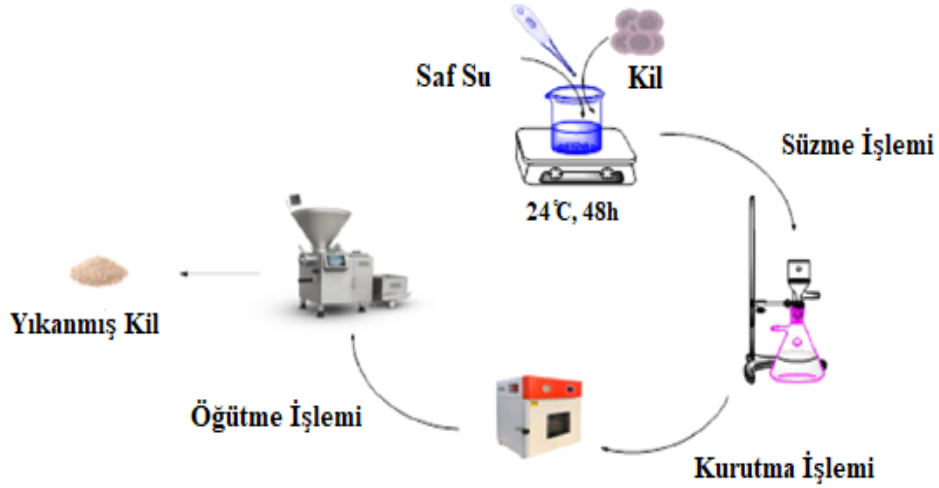
2.1. Killerin Hazırlanması

İki farklı doğal kil olan sepiyolit ve bentonit killeri Eskişehir ilimizdeki yataklardan temin edildi. Çalışmada kullanılan sepiyolit kili, tetrahedral ve oktahedral oksit tabakalarının istiflenmesi ile kanal boşluğu oluşan lifsi bir yapıya sahiptir. [19]. Bentonit kili ise ticari anlamda suyla temasa geçince şişebilen, asitle aktifleşebilen bir kil mineralidir. Bentonit kili, %85 montmorillonit içeren alüminyum hidrosilikattır [20]. Bu çalışmada, saflaştırma işlemi için sepiyolit ve bentonit killeri kullanılmıştır (Şekil 1). Üretimin şematik gösterimi Şekil 2'de mevcuttur.



Şekil 1. (a) Sepiyolit (b) Bentonit

Öncelikle 4 litrelik cam beher içerisinde 2500 ml saf su ve 100 gr kil eklendi. Kil su içerisinde 24 °C sıcaklıkta 800 rpm hız ile manyetik karıştırıcı üzerinde Şekil 3. a)' da görüldüğü gibi karıştırıldı. Bu işleme yaklaşık 48 saat boyunca devam edildi. Daha sonra Şekil 3. b)' de görüldüğü gibi süzme seti üzerinde vakum altında süzme işlemi gerçekleştirildi. Elde edilen nemli killer 105 °C'de etüvde kurumaya bırakıldı. Kurumuş kil örneği aglomere halde olduğundan öğütülmek için dişli öğütücüde Şekil 3. c)' de görüldüğü gibi serbest halde akan toz haline getirildi. Numune dişli öğütücü de 300 dev/dak hızla 20 dk süreyle 2 kez öğütüldü. Bu şekilde killerin yıkama işlemi tamamlandı.



Şekil 2. Killerin Yıkama Basamakları

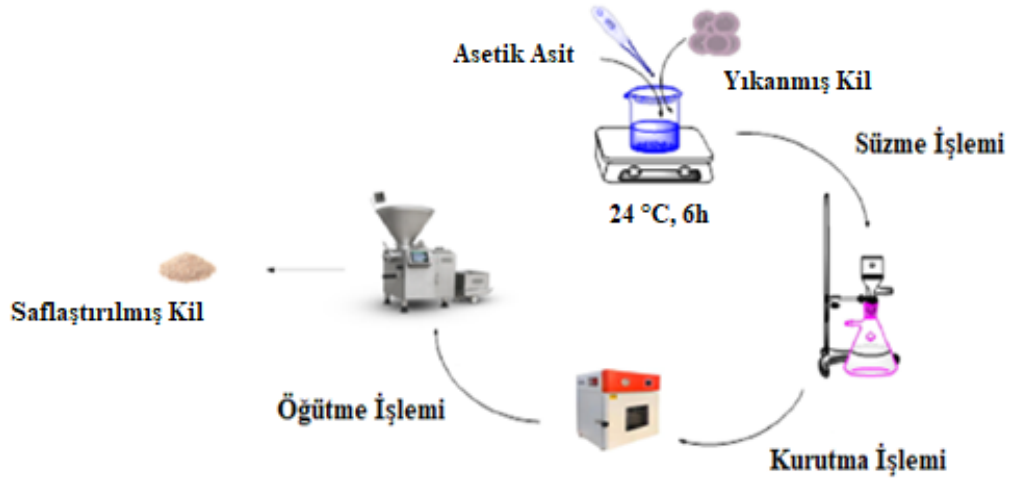


Şekil 3. a) Karıştırma İşlemi (48 Saat), b) Süzme İşlemi, c) Killerin öğütülmesi

2.2. Killerin Saflaştırılması

Yapılan literatür çalışmalarında 2:1 tabakalı kil grupları arasında hidrojen bağları bulunmaktadır. Bu hidrojen bağları birbirine zayıf bağlarla bağlıdır. Asit ile saflaştırma işleminde kil grupları arasında bulunan hidrojen bağları kopararak katmanlı yapıda kil tabakaları oluşturulmaktadır [21]. Literatürde; Cu, Pb, Cd, Ni, Co, As gibi ağır metallerin bentonit adsorpsiyonu ile sulu çözeltilerden uzaklaştırılması ile ilgili pek çok çalışma mevcuttur [22]. Ayrıca sepiyolit kilinin yapısında bulunan Co, Ni, Fe, Cu, Mo, Al, Mg gibi metaller adsorpsiyonu ile sulu çözeltilerle uzaklaştırılır [23].

Saflaştırma yönteminde, yıkama işlemi tamamlanan 100 gram kil 0.1 M 360 ml asetik asit çözeltisi ile mekanik karıştırıcıda (800 rpm) 6 saat oda sıcaklığında karıştırıldı. 5 saat dinlenme sonrası oluşan üst faz dekantasyon yoluyla ayrılarak, orta ve ara fazlar ise birbirinden santrifüjleme ile ayrılıp safsızlıkları uzaklaştırmak için destile su ile yıkandı. Süzme işleminden sonra etüvde 105 °C'de kurutuldu. Kuruyan numune dişli öğütücü de 300 dev/dak hızla 20 dk süreyle 2 kez öğütüldü. Killerin saflaştırma basamakları Şekil 4' de gösterilmektedir. Bu işlemlerden sonra saflaştırılan killerin FTIR, SEM ve XRD spektrumlarına bakılmıştır.



Şekil 4. Killerin Saflaştırma Basamakları

3. BULGULAR VE TARTIŞMA (RESULTS AND DISCUSSION)

Yapılan çalışmada; killerin saflaştırılması Kahramanmaraş Sütçü İmam Üniversitesi ÜSKİM laboratuvarlarında gerçekleştirilmiştir. Killerin saflaştırma işlemi tamamlandıktan sonra SEM/EDX, XRD ve FTIR spektrumlarına bakılmıştır.

SEM görüntüleri için Kahramanmaraş Sütçü İmam Üniversitesi ÜSKİM'de bulunan Zeiss EVO LS10 Taramalı Elektron Mikroskobu kullanılmıştır. Burada elektronik lensler yardımıyla dağılımın homojen olup olmadığına bakılmaktadır. SEM analizinde 1000X büyütmede mikroskopun odak derinliği 10µm olarak belirlenmiştir.

FTIR analizi için yine aynı laboratuvarında bulunan Perkin Elmer, Spectrum400 marka cihaz yardımıyla, yapıdaki atomlar arasındaki bağların spesifik yerleri, killerin gerilme, bükülme, deformasyon ve dönüşümlerini belirlemek için kimyasal yapısı incelenmiştir. Modifiye edilmiş killerin FT-IR spektrumu ATR tekniği kullanılarak alınmıştır. Bunun için modifiye edilmiş kil numunelerinden bir miktar alınarak elmas ATR'de sıkıştırılıp, üzerine kızıl ötesi ışık düşürülerek suretiyle spektrumu incelenmiştir. MIR; 400~4000 cm⁻¹ dalga boyunda taranmıştır.

Elde edilen malzemenin morfolojik özelliklerini belirlemek amacıyla Panalytical Philips XRD cihazı kullanılmış ve bazal aralık değerleri (\AA) incelenmiştir. Tarama hızı 0.025-050% dak. ve tarama aralığı 10-90° \AA olarak belirlenmiştir.

Bu çalışmada; yıkanmış bentonit kili B10, asit ile saflaştırılan bentonit kili B20, yıkanmış sepiyolit kili S10, asit ile saflaştırılan sepiyolit kili ise S20 olarak kısaltılmıştır.

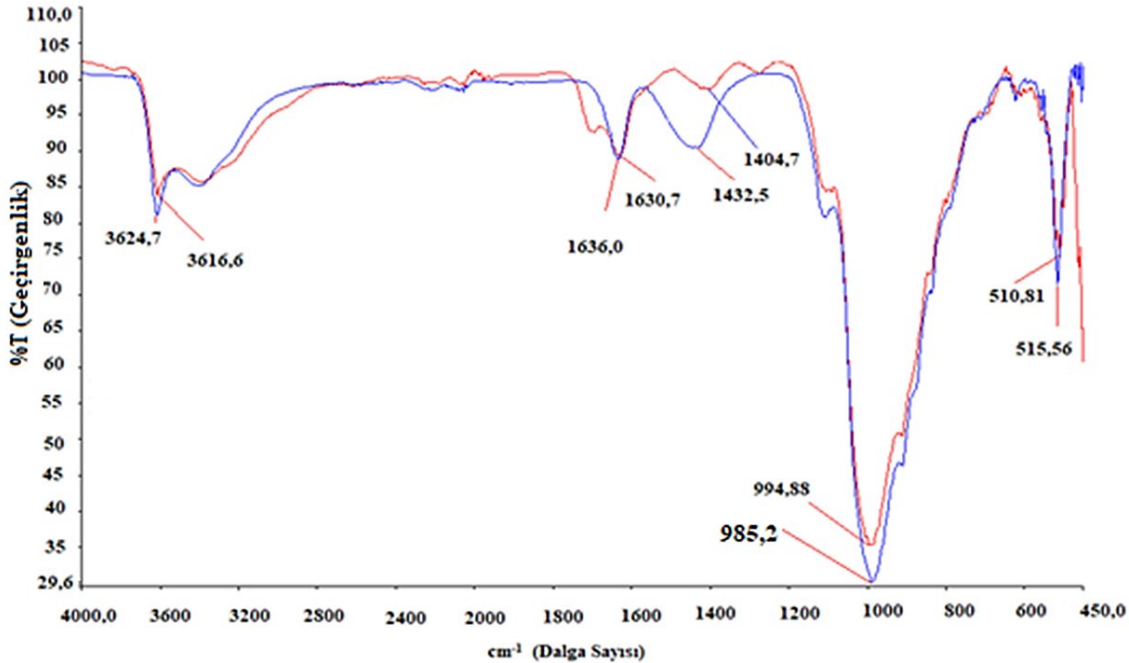
3.1. FTIR Spektrumlarının Değerlendirilmesi

3.1.1. B10 FTIR Spektrumlarının Değerlendirilmesi

Şekil 5'te görüldüğü üzere 3624,7 cm^{-1} de görülen yayvan bant $\nu(\text{OH})$ gruplarından kaynaklanmaktadır. 2400-2000 cm^{-1} aralığında görülen titreşimler karakteristik parmak izi bölgesine atfedilir. 1630,7 cm^{-1} görülen orta şiddetteki titreşim bandı amorf yapıda SiO_2 varlığını göstermektedir. 985,2 cm^{-1} de görülen şiddetli bant Al-Al-OH bandını (feldspat varlığını) gösterir. 622,83 cm^{-1} de ki titreşimler ise Al-O-Si-O bağlarına atfedilir [24].

3.1.2. B20 FTIR Spektrumlarının Değerlendirilmesi

Şekil 5'te görüldüğü üzere 3616 cm^{-1} de görülen yayvan bant, $\nu(\text{OH})$ gruplarından kaynaklanmaktadır. 2400-2000 cm^{-1} aralığında görülen titreşimler karakteristik parmak izi bölgesine atfedilir. Asitle muamele edildikten sonra 1630,7 cm^{-1} de görülen orta şiddette amorf yapıdaki SiO_2 kaybolarak yerine 1636 cm^{-1} bandı oluşmuştur. 1636 cm^{-1} aralığında yeni orta şiddette iki titreşim bandı görülmektedir. Bu asit gruplarının SiO_2 yapısını açtığını göstermektedir. 994,88 cm^{-1} de görülen şiddetli bant Al-Al-OH bandını (feldspat varlığını) gösterir. 705,13 cm^{-1} 'deki titreşimler ise Al-O-Si-O bağlarına atfedilir [24].



Şekil 5. B10 ve B20 birleştirilmiş FTIR Spektrumu

Şekil 5' de görüldüğü üzere bentonit kilinin asit ile saflaştırıldıktan sonra kil katmanlarının açıldığı ve daha amorf bir yapıya döndüğü gözlemlenmiştir. B10 FTIR spektrumunda görülen 1630,7 cm^{-1} titreşim bandının

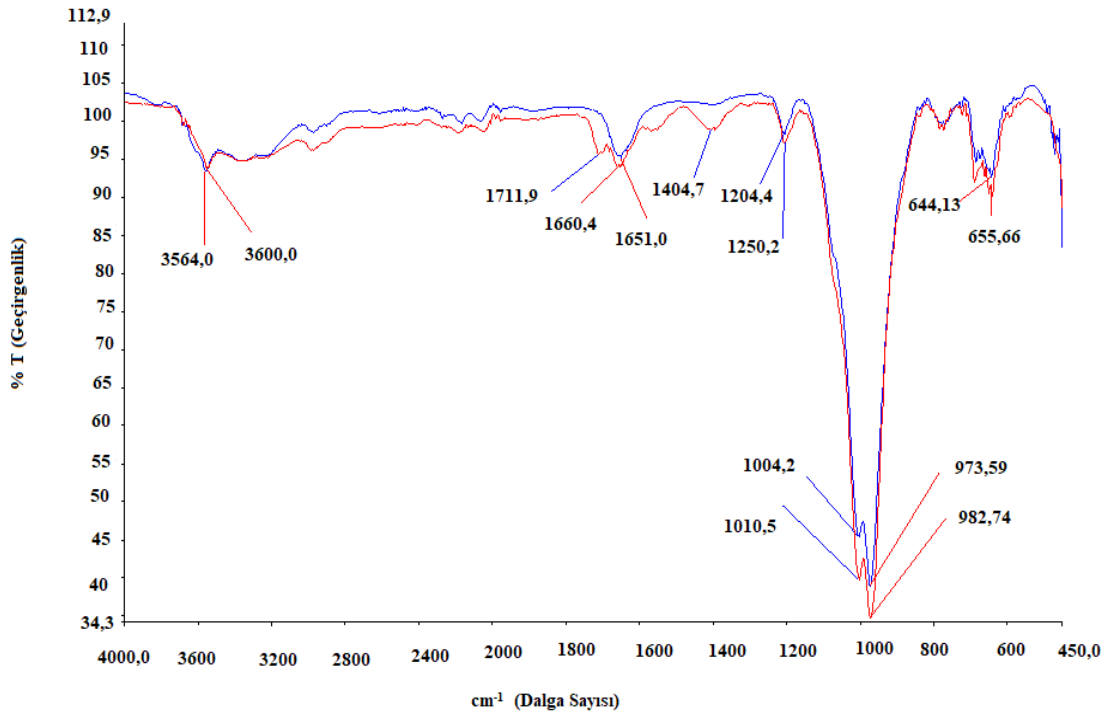
saflaştırma işleminden sonra B20 FTIR spektrumunda 1636 cm^{-1} aralığında gözlenmesi ayrıca 1636 cm^{-1} bandında bir titreşimin daha oluşması kil katmanlarının açıldığı anlamına gelmektedir. Killere asit ile muamele etmek kısmi çözünme olarak da tanımlanır. Asit ile saflaştırma yöntemi, killerin boşluklarını açarak endüstrilerde kullanılmaya uygun hale getirmektedir [25].

3.1.3. S10 FTIR Spektrumlarının Değerlendirilmesi

Şekil 6'da görüldüğü üzere $3564,0\text{ cm}^{-1}$ de görülen yayvan bant, $\nu(\text{OH})$ gruplarından kaynaklanmaktadır. $2400\text{-}2000\text{ cm}^{-1}$ aralığında görülen titreşimler karakteristik parmak izi bölgesine atfedilir. $1660,04\text{ cm}^{-1}$ görülen orta şiddetteki titreşim bandı amorf yapıda SiO_2 varlığını göstermektedir. $1004,2\text{ cm}^{-1}$ de görülen şiddetli bant Al-Al-OH bandını (feldspat varlığını) gösterir. $644,13\text{ cm}^{-1}$ de ki titreşimler ise Al-O-Si-O bağlarına atfedilir [24].

3.1.4. S20 FTIR Spektrumlarının Değerlendirilmesi

Şekil 6'da görüldüğü üzere 3600 cm^{-1} de görülen yayvan bant, $\nu(\text{OH})$ gruplarından kaynaklanmaktadır. $2400\text{-}2000\text{ cm}^{-1}$ aralığında görülen titreşimler karakteristik parmak izi bölgesine atfedilir. Asitle muamele edildikten sonra $1660,04\text{ cm}^{-1}$ 'de görülen orta şiddette amorf yapıdaki SiO_2 varlığını kaybederek yerine $1711,9\text{ cm}^{-1}$ bandı oluşmuştur. $1659,8\text{ cm}^{-1}$ aralığında yeni orta şiddette iki titreşim bandı görülmektedir. Bu asit gruplarının SiO_2 yapısını açtığını göstermektedir. $1010,5\text{ cm}^{-1}$ de görülen şiddetli bant Al-Al-OH bandını (feldspat varlığını) gösterir. $655,66\text{ cm}^{-1}$ 'deki titreşimler ise Al-O-Si-O bağlarına atfedilir [24].



Şekil 6. S10 ve S20 birleştirilmiş FTIR Spektrumu

Şekil 6'da görüldüğü üzere sepiyolit kilinin asit ile saflaştırıldıktan sonra kil katmanlarının açıldığı ve daha amorf bir yapıya döndüğü gözlemlenmiştir. S10 FTIR spektrumunda görülen $1660,04\text{ cm}^{-1}$ titreşim bandının saflaştırma işleminden sonra S20 FTIR spektrumunda $1711,9\text{ cm}^{-1}$ aralığında gözlenmesi ayrıca $1404,7\text{ cm}^{-1}$ bandında bir titreşimin daha oluşması kil katmanlarının açıldığı anlamına gelmektedir. Killerin birçok endüstriyel alanda kullanılması için yapılması gereken en önemli şey asit ile saflaştırma yöntemini

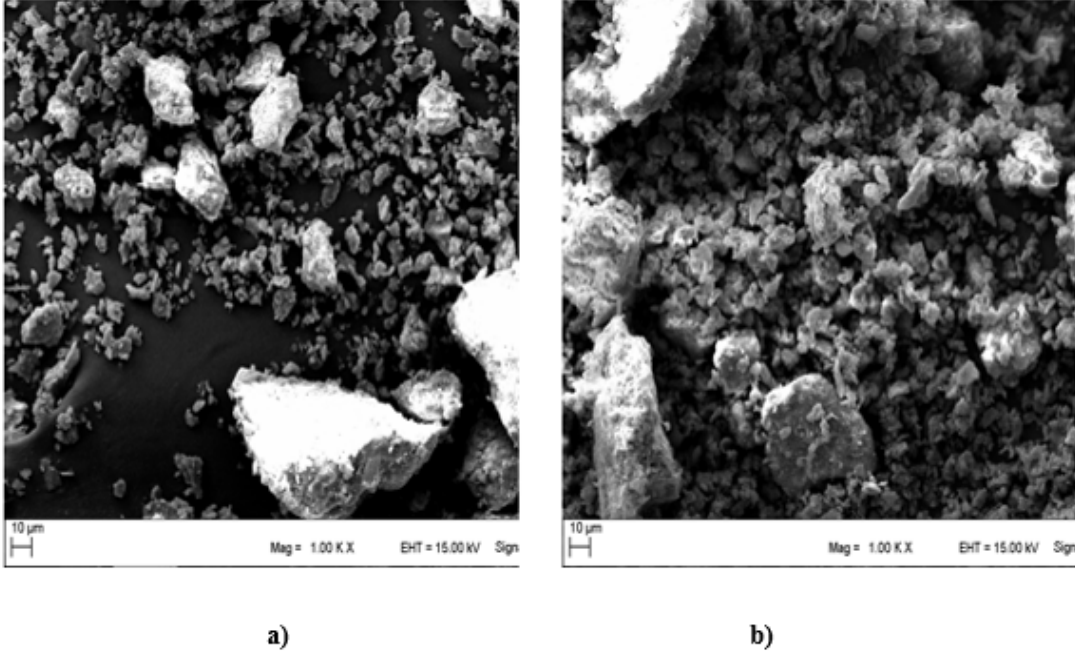
uygulayarak kil katmanlarını açmaktır. Asit ile muamele sonucunda kil katmanları açılır ve daha amorf hale gelir [26].

FTIR analizleri sonucunda asit ile saflaştırma işlemleri başarı ile gerçekleştirilmiş olup kil minerallerinin karakteristik özelliği iyileştirilmiştir. Elde edilen bulgular SEM ve XRD analizlerinde edilen bulguları desteklemektedir.

3.2. SEM Spektrumlarının Değerlendirilmesi

3.2.1. B10 ve B20 SEM Spektrumlarının Değerlendirilmesi

Asit modifikasyonun temel amacı olan katmanlı yapıyı oluşturmak ve bu katmanları oluşturan tabakaların birbiri üzerine açılımını sağlamak amacıyla, kation değişim kapasitelerini belirleyen iki farklı yüzey aktif madde ile modifikasyonu gerçekleştirilmiştir.



Şekil 7. a) B10' a ait SEM görüntüsü b) B20 'ye ait SEM görüntüsü

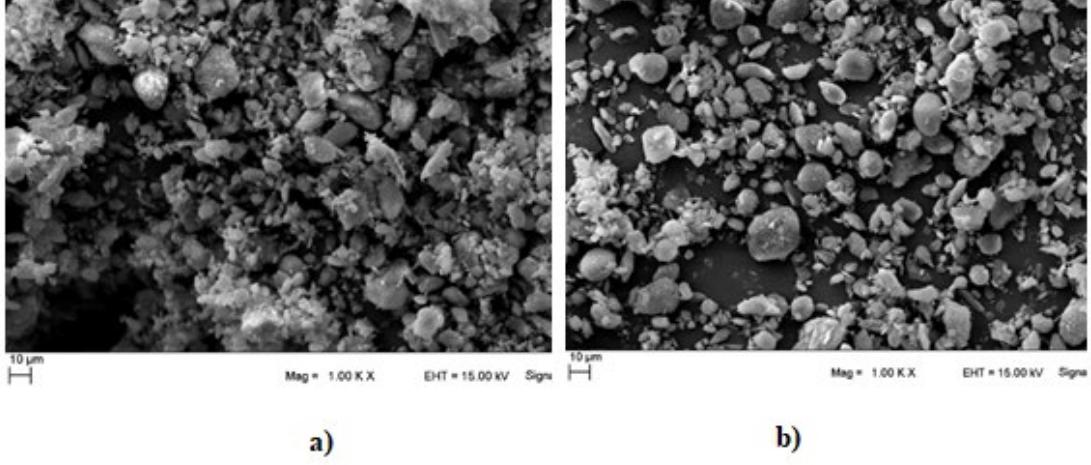
Asit ile yıkanan bentonitin SEM görüntülerine baktığımızda tabakalar arası açılmaların başladığı görülmektedir. Şekil 7. a)' da bentonitin parçacıklarının partikül büyüklüklerine göre aglomere oldukları görülmektedir. Şekil 7. b)' de B20 asit ile muamelenin farklı partikül büyüklüğüne sahip aglomereleri birbirinden ayırmaya başladığı görülmektedir.

3.2.2. S10 ve S20 SEM Spektrumlarının Değerlendirilmesi

Asit ile yıkanan sepiyolit SEM görüntülerine baktığımızda tabakalar arası açılmaların başladığı görülmektedir. Şekil 8. a)'da SEM sepiyolit parçacıklarının partikül büyüklüklerine göre aglomere oldukları görülmektedir. Şekil 8. b)'de S20 asit ile muamelenin farklı partikül büyüklüğüne sahip aglomereleri birbirinden ayırmaya başladığı görülmektedir.

Asitle aktifleşen bentonit ve sepiyolit kili asit ile muamele edildikten sonra şişme eğilimi göstererek daha pürüzsüz yüzeye sahip olmuştur. Asitlerin yapısında bulunan hidrojen iyonu kil içerisinde bulunan minarel

dışındaki maddeleri çözmektedir [27]. SEM görüntülerine bakıldığında iki kil grubu da başarılı bir şekilde asit ile saflaştırılarak ürün özelliklerinin iyileştiği görülmektedir.



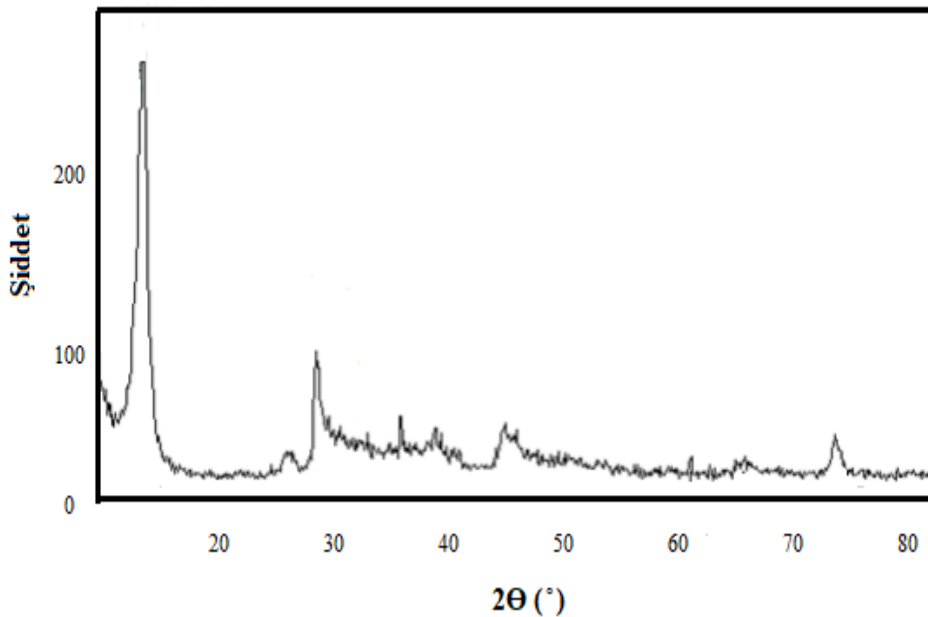
Şekil 8. a) S10' a ait SEM görüntüsü b) S20 'ye ait SEM görüntüsü

3.3. XRD Spektrumlarının Değerlendirilmesi

3.3.1. Bentonit kilinin XRD Spektrumlarının Değerlendirilmesi

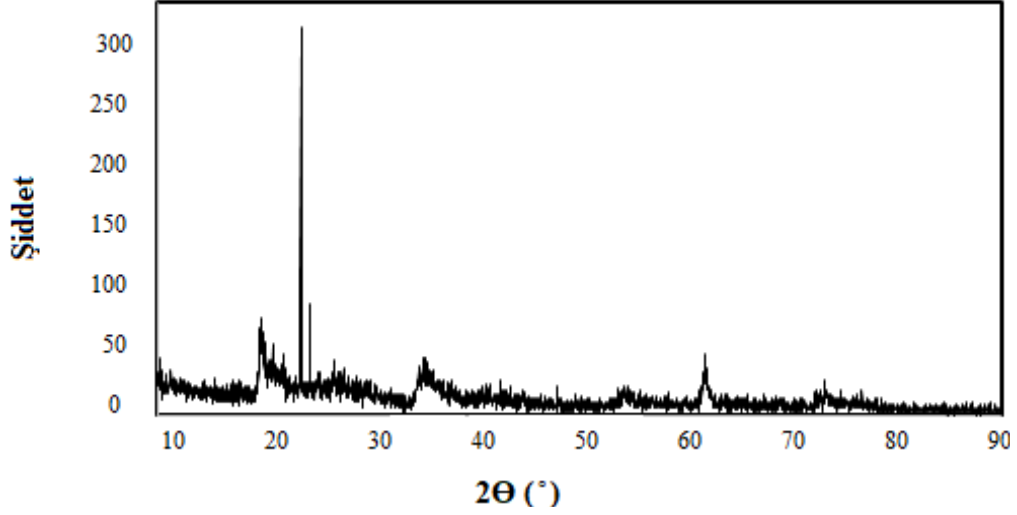
Kristal bir malzemenin, tabaka yapısını elde edebilmek için tabakalar arasındaki d aralığının değişmesi gerekmektedir. Bu da X-ışın kırınım modeliyle tespit edilir. Polimerik bir malzemenin X- ışını kırınım spektrumlarını gözlemlerken katkı malzemelerinin yoğunluğunun kırınım deseni üzerindeki etkisi dikkate alınarak değerlendirilmelidir.

Yapılan literatür çalışmaları incelendiğinde ham halde bulunan bentonit kilinin XRD görüntülerinde bentonit kili için Şekil 9'da görüldüğü gibi 15.62 [$^{\circ}2\theta$.]'da karakteristik bir pik vermektedir [28].



Şekil 9. B10' a ait XRD grafiği

Şekil 10'da bentonitin asidik asitle muamelesi haline ait XRD grafiği görülmektedir. XRD spektrumu bentonit kili için 29.6090 [$^{\circ}2\text{Th.}$]’da karakteristik bir pik vermektedir. Asit muamelesinden sonra kilin yapısı daha amorf bir hal sergilemiştir. Burada polimer/organik olarak modifiye edilmiş kil karışımları için kilin temel yansıma özelliklerinin değişmediği ve yapıdaki silikatın asit muamelesinden etkilenmediğini göstermektedir. Bu durum katman genişlemesinin (interkalasyonlu yapılar) temel bir yansıma ile ilişkisi olduğunu gösterir. Buna karşılık katmanların üst üste istiflenmesini bozan pul pul dökülmeler XRD spektrumlarında gözlemlenmektedir (35.9941 [$^{\circ}2\text{ Th.}$]. 61.8725 [$^{\circ}2\text{ Th.}$]).

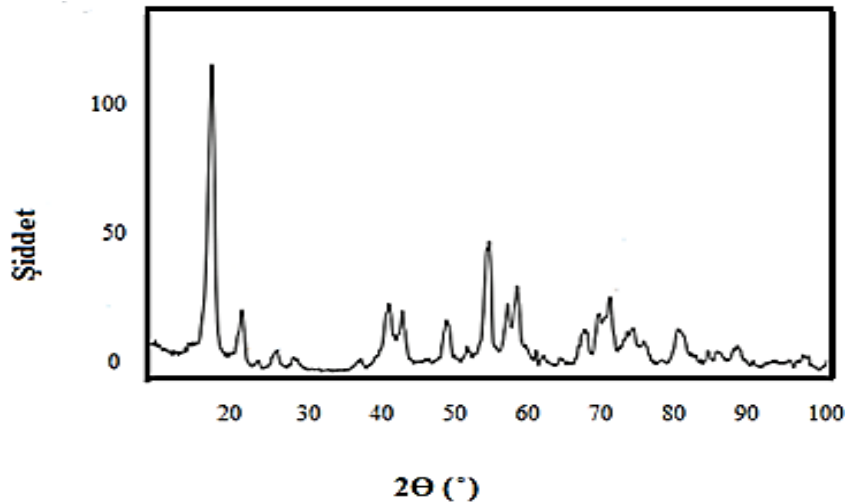


Şekil 10. B20'ye ait XRD grafiği

B10 ve B20 XRD verilerine bakıldığında 15.62 [$^{\circ}2\text{Th.}$] olan pik değeri 23.6090 [$^{\circ}2\text{Th.}$] seviyelerine çıkması asit ile saflaştırma işleminin başarılı bir şekilde kili katmanlı yapı haline getirdiğini göstermektedir. Bu şekilde modifiye edilmiş kil grupları kullanılacak alanlara göre daha iyi performans özelliği göstermektedir.

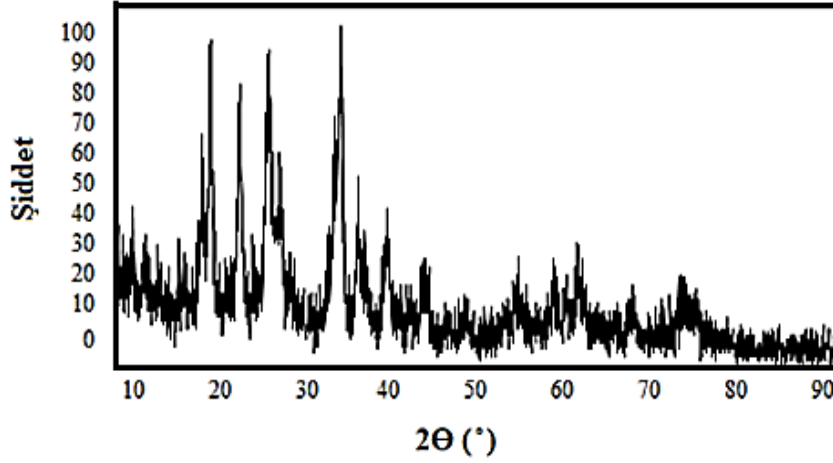
3.3.2. Sepiyolit kilinin XRD Spektrumlarının Değerlendirilmesi

Yapılan literatür çalışmaları incelendiğinde ham halde bulunan sepiyolit kilinin XRD görüntülerinde sepiyolit kili için Şekil 11’de görüldüğü gibi 12.3 [$^{\circ}2\text{Th.}$]’da karakteristik bir pik verdiği görülmektedir [29].



Şekil 11. S10'a ait XRD grafiği

Şekil 12’de sepiyolitın asidik asitle muamelesi haline ait XRD grafiği görülmektedir. XRD spektrumu sepiyolit kili için 20.5825 [$^{\circ}2\text{Th.}$]’da karakteristik bir pik vermektedir. Asit muamelesinden sonra kilin yapısı daha amorf bir hal sergilemiştir. Burada polimer/organik olarak modifiye edilmiş kil karışımları için kilin temel yansıma özelliklerinin değişmediği ve yapıdaki silikatın asit muamelesinden etkilenmediğini göstermektedir. Bu durum katman genişlemesinin (interkalasyonlu yapılar) temel bir yansıma ile ilişkisi olduğunu gösterir. Buna karşılık katmanların üst üste istiflenmesini bozan pul pul dökülmeler XRD spektrumlarında gözlemlenmektedir. (66.9424 [$^{\circ}2\text{Th.}$], 72.3092 [$^{\circ}2\text{Th.}$])



Şekil 12. S20'ye ait XRD grafiği

S10 ve S20 killerinin XRD verilerine bakıldığında 12.3 [$^{\circ}2\text{Th.}$] olan pik değeri 20.5825 [$^{\circ}2\text{Th.}$] seviyelerine çıkması asit ile saflaştırma işleminin başarılı bir şekilde kili katmanlı yapı haline getirdiğini göstermektedir. Bu çalışma ile killerin polimerler için uygulama alanları genişletilmiştir [30, 31].

5. SONUÇ (CONCLUSION)

Bu çalışmada sepiyolit ve bentonit killerin asit ile saflaştırılarak modifiye işlemi gerçekleştirilmiştir. Yapılan FTIR, SEM VE XRD analizleri sonucunda kil katmanlarının arası kilin yapısına zarar vermeden başarılı bir şekilde açılmıştır.

FTIR analizleri sonucunda; ham halde bentonit kilinin 1636 cm^{-1} görülen pik seviyesi asit ile saflaştırma işleminden sonra 1695 cm^{-1} pik seviyesine çıkması bentonit kilinin daha amorf hale geldiğini göstermektedir. Ham halde bulunan sepiyolit kilinin FTIR spektrumunda 1636 cm^{-1} görülen pik seviyesi asit ile saflaştırma işleminden sonra 1690 cm^{-1} pik seviyesine çıkması kil katmanlarının açılarak boşluk oluşturduğunu göstermektedir.

SEM görüntülerine bakıldığında, asit ile yıkanan bentonitin tabakalar arası açılmalarının başladığı görülmektedir. Kil tabakalarının açılması daha sonraki işlemlerde ürünün performansını artırdığı birçok literatür çalışmasında gösterilmiştir.

XRD analizi sonucuna bakıldığında, ham haldeki bentonitin 15.62 [$^{\circ}2\text{Th.}$] olan pik değeri modifiye işleminden sonra 23.6090 [$^{\circ}2\text{Th.}$] seviyelerine çıkması asit ile saflaştırma işleminin başarılı bir şekilde gerçekleştiğini göstermektedir. Ham haldeki sepiyolitın 12.3 [$^{\circ}2\text{Th.}$] olan pik değeri modifiye işleminden sonra 20.5825 [$^{\circ}2\text{Th.}$] seviyelerine çıkması asit ile saflaştırma işleminin başarılı bir şekilde kili katmanlı yapı haline getirdiğini göstermektedir.

ÇIKAR ÇATIŞMASI (CONFLICT OF INTEREST)

Makale yazarları aralarında herhangi bir çıkar çatışması olmadığını beyan ederler.

KAYNAKLAR (REFERENCES)

- [1] Q. H. Zeng, A. B. Yu, G. Q. Lu and D. R. Paul, Clay-based polymer nanocomposites: research and commercial development. *Journal of nanoscience and nanotechnology*, 5: 10 (2005) 1574-1592.
- [2] B. Tan and N. L. Thomas, A review of the water barrier properties of polymer/clay and polymer/graphene nanocomposites. *Journal of Membrane Science*, 514: (2016) 595-612.
- [3] R., Salzer and H. W. Siesler, (Eds.). *Infrared and Raman spectroscopic imaging*. John Wiley & Sons, (2014).
- [4] T. Kossentini Kallel, R. Taktak, N. Guermazi and N. Mnif, Mechanical and structural properties of glass fiber-reinforced polypropylene (PPGF) composites. *Polymer Composites*, 39: 10 (2018) 3497-3508.
- [5] W. Zhiming, *Synthesis of chain-end functionalized polyolefins and fluoropolymers and applications in nanocomposites*. The Pennsylvania State University, (2005).
- [6] B. Schampera, D. Tunega, R. Šolc, S. K. Woche, R. Mikutta, R. Wirth and S. Dultz, G. Guggenberger, (Eds). External surface structure of organoclays analyzed by transmission electron microscopy and X-ray photoelectron spectroscopy in combination with molecular dynamics simulations. *Journal of Colloid and Interface Science*, 478: (2016) 188-200.
- [7] S. Slobodan and O. Yukihiro, *Raman, infrared, and near-infrared chemical imaging*. John Wiley & Sons, (2011).
- [8] K. G. Sergei and K. L. A. Chan, ATR-FTIR spectroscopic imaging: recent advances and applications to biological systems. *Analyst*, 138:7 (2013) 1940-1951.
- [9] S. Hideyuki, M. J. Kazarian and G. Sergei, Fourier transform infrared (FT-IR) spectroscopic imaging analysis of partially miscible PMMA-PEG blends using two-dimensional disrelation mapping. *Applied Spectroscopy*, 71: 6 (2017) 1189-1197.
- [10] E. Reza, Poli (Vinil Alkol) Kil Nanokompozitlerinden Hibrit Hidrojel Hazırlanması, (2013).
- [11] T. Christian and R. Stephanie, Double resonant Raman scattering in graphite. *Physical review letters*, 85:24 (2000) 5214.
- [12] Z. Sevda, Gümüş İçeren Nanopartiküller Tuzlar ile Yüklü Montmorillonit Esaslı Nanokompozitlerin Geliştirilmesi ve Antikanser Özellikleri, (2013).
- [13] S. Gu, H. Liu, X. Li, C. Mercier, and Y. Li, (Eds.). Interfacial designing of PP/GF composites by binary incorporation of MAH-g-PP and lithium bis (trifluoromethanesulfonyl) imide: towards high strength composites with excellent antistatic performance. *Composites Science and Technology*, 156: (2018) 247-253.
- [14] J. Madejová, FTIR techniques in clay mineral studies. *Vibrational spectroscopy*, 31:1 (2003) 1-10
- [15] H. A. Majid, Characterization of nano-porous bentonite (montmorillonite) particles using FTIR and BET-BJH analyses. *Particle & Particle Systems Characterization*, 28:3-4 (2011) 71-76.
- [16] Ç. Muazzez, N. Karakaya, T. Abidin, Clay minerals in hydrothermally altered volcanic rocks, Eastern Pontides, Turkey. *Clays and Clay Minerals*, 47: (1999) 708-717.

- [17] Z. Ding, J. Sun and R. G. B. Zhu, Eolian origin of the red clay deposits in the Loess Plateau and implications for Pliocene climatic changes. *Quaternary Sciences*, 17:2 (1997) 147-157.
- [18] R. Reiner and H. Siesler, *Infrared and Raman spectroscopic imaging*. John Wiley & Sons, (2014).
- [19] M. V. Rodriguez, J. D. D. L. Gonzalez, M. B. Munoz, Acid activation of a Spanish sepiolite: physico-chemical characterization, free silica content and surface area of products obtained. *Clay Minerals*, 29:3 (1994) 361-367.
- [20] S. İşçi, Bentonit dispersiyonlarına organik ve inorganik katkıların adsorbsiyonunun reolojik özellikleri üzerine etkisi. PhD Thesis, Fen Bilimleri Enstitüsü, (2002).
- [21] R. A. Bedirhanoğlu, Organo-bentonit bileşiklerinin hazırlanması, karakterizasyonu ve p-kloro-fenolün çözeltiden adsorbsiyonunda kullanılması. Master's Thesis. Fen Bilimleri Enstitüsü, (2009).
- [22] P. Sadanand, A comprehensive review on recent developments in bentonite-based materials used as adsorbents for wastewater treatment. *Journal of Molecular Liquids*, 241: (2017) 1091-1113.
- [23] E. Ruiz-Hitzky, Molecular access to intracrystalline tunnels of sepiolite Basis of a presentation given at Materials Discussion No. 3, 24–26 September 2000, University of Cambridge, UK. *Journal of Materials Chemistry*, 11:1 (2001) 86-91.
- [24] T. Arasan Kil karakterizasyonunda ön işlemlerin etkisi ve uygulamaları. İnönü Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, (2015).
- [25] P. Komadel, Chemically modified smectites. *Clay Minerals*, 38:1 (2003) 127-138.
- [26] S. Korıçlı, A. Elias, A. Meftı, Characterization of smectite after acid activation with microwave irradiation. *Applied Clay Science*, 42:3-4 (2009) 432-438.
- [27] M.A. Darmawan, B. Z. Muhammad, A. F. P. Harahap, M. Y. A. Ramadhan, M. Sahlan, T. Supriyadi, S. Abd-Aziz and M. Gozan, Reduction of the acidity and peroxide numbers of tengkawang butter (*Shorea stenoptera*) using thermal and acid activated bentonites. *Heliyon*, (2020) 6:12
- [28] E. Kuru, M. Yayla, Ş. Demirci, Effect of Bentonite Composition on the Rheological Properties of Water-Based Drilling Fluids. In: VII. National Clay Symposium. Ankara, (1995).
- [29] Q. Tang, F. Wang, M. Tang, J. Liang, and C. Ren, Study on pore distribution and formation rule of sepiolite mineral nanomaterials. *Journal of Nanomaterials*, 2012: (2012) 2-2.
- [30] G. Demircan, M. Kisa, M. Ozen, A. Acikgoz, Y. Işiker and E. Aytar, Nano-gelcoat application of glass fiber reinforced polymer composites for marine application: Structural, mechanical, and thermal analysis. *Marine Pollution Bulletin*, 194: (2023) 115412.
- [31] G. Demircan, M. Ozen, M. Kisa, A. Acikgoz and Y. Işiker, The effect of nano-gelcoat on freeze-thaw resistance of glass fiber-reinforced polymer composite for marine applications. *Ocean Engineering*, 269: (2023) 113589.