BURSA TEKNİK ÜNİVERSİTESİ ❖ FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

FARKLI FORMÜLASYONLARDA ÇİNKO BORAT İLAVESİNİN SENTETİK OTOMOTİV BOYASININ YANMAZLIK ÖZELLİĞİ ÜZERİNDEKİ ETKİLERİ

YÜKSEK LİSANS TEZİ

Zeynep GÜVEN

Kimya Mühendisliği Anabilim Dalı

TEMMUZ 2019

BURSA TEKNİK ÜNİVERSİTESİ ❖ FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

FARKLI FORMÜLASYONLARDA ÇİNKO BORAT İLAVESİNİN SENTETİK OTOMOTİV BOYASININ YANMAZLIK ÖZELLİĞİ ÜZERİNDEKİ ETKİLERİ

YÜKSEK LİSANS TEZİ

Zeynep GÜVEN
(171080505)

Kimya Mühendisliği Anabilim Dalı

Tez Danışmanı: Dr. Öğr. Üyesi Ertuğrul ERKOÇ

TEMMUZ 2019

BTÜ, Fen Bilimleri Enstitüsü'nün 171080505 numaralı Yüksek Lisans Öğrencisi Zeynep GÜVEN, ilgili yönetmeliklerin belirlediği gerekli tüm şartları yerine getirdikten sonra hazırladığı "FARKLI FORMÜLASYONLARDA ÇİNKO BORAT İLAVESİNİN SENTETİK OTOMOTİV BOYASININ YANMAZLIK ÖZELLİĞİ ÜZERİNDEKİ ETKİLERİ" başlıklı tezini aşağıda imzaları olan jüri önünde başarı ile sunmuştur.

Tez Danışmanı :	**Dr. Öğr. Üyesi Ertuğrul ERKOÇ** Bursa Teknik Üniversitesi	.....
Jüri Üyeleri :	**Dr. Öğr. Üyesi Ertuğrul ERKOÇ** Bursa Teknik Üniversitesi	.....
	Prof. Dr. Mehmet ÇOPUR Bursa Teknik Üniversitesi	.....
	Prof. Dr. Abdil ÖZDEMİR Sakarya Üniversitesi	.....

Savunma Tarihi : 05/07/2019

FBE Müdürü :	**Doç. Dr. Murat ERTAŞ** Bursa Teknik Üniversitesi	..... **...../...../.....**

İNTİHAL BEYANI

Bu tezde görsel, işitsel ve yazılı biçimde sunulan tüm bilgi ve sonuçların akademik ve etik kurallara uyularak tarafımdan elde edildiğini, tez içinde yer alan ancak bu çalışmaya özgü olmayan tüm sonuç ve bilgileri tezde kaynak göstererek belgelediğimi, aksinin ortaya çıkması durumunda her türlü yasal sonucu kabul ettiğimi beyan ederim.

Öğrencinin Adı Soyadı : Zeynep Güven

İmzası :

Aileme,

ÖNSÖZ

Yüksek Lisans tez çalışmam süresince değerli bilgi ve birikimini esirgemeyerek yol gösteren danışman Hocam Sayın Dr. Öğr. Üyesi Ertuğrul ERKOÇ'a, bu süreçte göstermiş oldukları ilgi ve yardımlarından dolayı Araş. Gör. Gözde GEÇİM ve Araş. Gör. Mehtap ÖZEKMEKÇİ'ye, yaptığım deneysel çalışmalar sırasında bana her türlü kolaylığı sağlayan Sivil Havacılık Araştırma ve Uygulama Merkezi akademik personeli Prof. Dr. Mustafa Erdem ÜREYEN'e, Çankırı Karatekin Üniversitesi Kimya Mühendisliği Bölümü Hocası Sayın Dr. Öğr. Üyesi Ömer Faruk DİLMAÇ'a, çalışmalarımı 190Y002 numaralı proje ile destekleyen Bursa Teknik Üniversitesi BAP Birimine ve hayatımın her anında maddi ve manevi destekleri ile yanımda olan çok sevgili aileme sevgilerimi ve teşekkürlerimi sunarım.

Temmuz 2019 Zeynep Güven

İÇİNDEKİLER

Sayfa

ÖNSÖZ ..... **v**
İÇİNDEKİLER ..... **vi**
KISALTMALAR ..... **viii**
SEMBOLLER ..... **ix**
ÇİZELGE LİSTESİ ..... **x**
ŞEKİL LİSTESİ ..... **xi**
ÖZET ..... **xiii**
SUMMARY ..... **xv**
1. GİRİŞ **1**
1.1 Tezin Amacı 2
1.2 Literatür Araştırması 3
1.2.1 Bor elementi ve özellikleri 3
1.2.2 Türkiye'de ve dünyada bor 4
1.2.3 Bor mineralleri 5
1.2.4 Bor ürünleri 6
1.2.5 Bor ürünlerinin kullanım alanları 7
1.2.5.1 Kimya sanayi 7
1.2.5.2 Cam ve seramik sanayi 7
1.2.5.3 Savunma sanayi 7
1.2.5.4 Temizlik sektörü 7
1.2.5.5 Sağlık sektörü 8
1.2.5.6 Otomotiv sektörü 8
1.2.5.7 İnşaat sektörü 8
1.2.5.8 Tarım sektörü 8
1.2.5.9 Enerji sektörü 8
1.2.5.10 Teknoloji sektörü 9
1.2.5.11 Alev geciktirici ürünler 9
1.2.5.12 Diğer kullanım alanları 9
1.2.6 Çinko borat ve özellikleri 10
1.2.6.1 Çinko boratın kullanım alanları 11
1.2.6.2 Çinko boratın üretim yöntemleri 11
1.2.7 Boyalar ve özellikleri 13
1.2.7.1 Bağlayıcılar 13
1.2.7.2 Çözücüler 13
1.2.7.3 Pigmentler 14
1.2.7.4 Katkı maddeleri 14
1.2.8 Boya sektörü ve boya çeşitleri 14
1.2.8.1 Astar boya 15
1.2.8.2 Macunlar 15
1.2.8.3 Son kat boya 15

1.2.8.4 Yağlı boyalar 15
1.2.8.5 Sentetik boyalar 16
1.2.8.6 Selülozik boyalar 16
1.2.8.7 Toz boyalar 16
1.2.8.8 Hava kurumalı boyalar 16
1.2.9 Alev geciktirici katkı maddeleri ve özellikleri 16
1.2.9.1 İnorganik alev geciktirici katkı maddeleri 17
1.2.9.2 Halojenli alev geciktirici katkı maddeleri 17
1.2.9.3 Azot temelli alev geciktirici katkı maddeleri 18
1.2.9.4 Organofosfor alev geciktirici katkı maddeleri 18
1.2.10 Borlu bileşiklerinin alev geciktirici katkı maddesi olarak kullanımı 18
1.3 Hipotez 19
2. MATERYAL VE YÖNTEM 20
2.1 Materyal Temini ve Özellikleri 20
2.2 Deneysel Çalışma Yöntemi 22
2.2.1 Çinko borat üretimi 22
2.2.2 Çinko borat katkılı boyanın hazırlanması 24
2.3 Kullanılan Analiz Yöntemleri 24
2.3.1 ICP-OES (Inductıvely Coupled Plasma) analizi 24
2.3.2 FTIR (Fourier Transform Infrared) analizi 25
2.3.3 XRD (X-Ray Diffraction) analizi 25
2.3.4 TGA (Thermogravimetric Analysis) analizi 26
2.3.5 SEM (Scanning Electron Microscopy) analizi 26
2.3.6 Yatay yanmazlık testi 27
2.3.7 LOI (Limiting Oxygen Index) testi 27
3. ARAŞTIRMA BULGULARI VE TARTIŞMA 28
3.1 ICP-OES Analiz Sonuçlarının Değerlendirilmesi 28
3.2 FTIR Analiz Sonuçlarının Değerlendirilmesi 29
3.3 XRD Analiz Sonuçlarının Değerlendirilmesi 31
3.4 SEM Analiz Sonuçlarının Değerlendirilmesi 33
3.5 TGA Sonuçlarının Değerlendirilmesi 34
3.6 Yatay Yanmazlık Test Sonuçlarının Değerlendirilmesi 36
3.7 LOI (Limiting Oxygen Index) Test Sonuçlarının Değerlendirilmesi 38
4. SONUÇ VE ÖNERİLER 40
4.1 Öneriler 42
KAYNAKLAR 43
EKLER 48
ÖZGEÇMİŞ 70

KISALTMALAR

ASTM	**:** American Society for Testing and Materials
AU	**:** Australian Standards
DIN	**:** German Institute for standardization
EN	**:** European Standards
FMVSS	**:** Federal Motor Vehicle Safety Standards
FTIR	**:** Fourier Transform Infrared
ICP-OES	**:** Inductıvely Coupled Plasma
ISO	**:** International Organization for Standardization
JIS	**:** Japanese Industrial Standards
LOI	**:** Limiting Oxygen Index
SA	**:** Australian Standards
SAE	**:** Society of Automotive Engineers Standards
SEM	**:** Scanning Electron Microscopy
SRI	**:** Stanford Research Institute
TGA	**:** Thermogravimetric Analysis
TS	**:** Turkish Standards Institution
USGS	**:** United States Geological Survey
XRD	**:** X-Ray Diffraction

SEMBOLLER

K	**:** Kelvin
mm	**:** Milimetre
nm	**:** Nanometre
ppm	**:** Parts per million
rpm	**:** Revolutions per Minute

ÇİZELGE LİSTESİ

Sayfa

Çizelge 1.1 : Bor elementinin fiziksel özellikleri. **3**
Çizelge 1.2 : Bor elementinin kimyasal özellikleri. **3**
Çizelge 1.3 : Dünya bor rezervlerinin dağılımı (2017). **4**
Çizelge 1.4 : Türkiye bor rezerv miktarları. **4**
Çizelge 1.5 : Başlıca bor mineralleri. **5**
Çizelge 1.6 : Bazı bor ürünlerinin kullanım alanları. **9**
Çizelge 1.7 : Çinko boratın fiziksel özellikleri. **10**
Çizelge 1.8 : Bazı çinko borat bileşiklerinin ısıl davranışları. **10**
Çizelge 1.9 : LOI (Limited Oxygen Index) testine göre alev geciktiriciler. **17**
Çizelge 2.1 : Boraks dekahidratın fiziksel özellikleri. **20**
Çizelge 2.2 : Boraks dekahidratın kimyasal bileşimi. **20**
Çizelge 2.3 : Sodyum hidroksitin fiziksel ve kimyasal özellikleri. **21**
Çizelge 2.4 : Çinko Asetat'ın fiziksel ve kimyasal özellikleri. **21**
Çizelge 2.5 : Dodesil Sülfat Sodyum Tuzunun fiziksel ve kimyasal özellikleri. **21**
Çizelge 2.6 : Çinko borat bileşiklerinin oluşma oranları. **22**
Çizelge 3.1 : Çinko borat bileşiklerinin ICP-OES sonuçları. **28**
Çizelge 3.2 : "a*", "b", "c", "c*" ve "d" numunelerine ait FTIR pikleri. **30**
Çizelge 3.3 : "d*", "e", "e*" ve "f" numunelerine ait FTIR pikleri. **31**
Çizelge 3.4 : Çinko borat bileşiklerine ait karakteristik XRD pikleri. **31**
Çizelge 3.5 : Çinko borat bileşiklerinin partikül büyüklükleri. **34**
Çizelge 3.6 : Çinko borat bileşiklerinin bozunma basamakları. **35**
Çizelge 3.7 : TGA verilerinden elde edilen çinko borat formülasyonları. **36**
Çizelge 3.8 : Yatay Yanmazlık Test Sonuçları. **37**
Çizelge 3.9 : LOI (Limiting Oxygen Index) Test Sonuçları. **38**
Çizelge B.1 : "a*" deney kodlu çinko borat numunesinin pik listesi. **53**
Çizelge B.2 : "b" deney kodlu çinko borat numunesinin pik listesi. **54**
Çizelge B.3 : "c" deney kodlu çinko borat numunesinin pik listesi. **55**
Çizelge B.4 : "c*" deney kodlu çinko borat numunesinin pik listesi. **56**
Çizelge B.5 : "d" deney kodlu çinko borat numunesinin pik listesi. **57**
Çizelge B.6 : "d*" deney kodlu çinko borat numunesinin pik listesi. **58**
Çizelge B.7 : "e" deney kodlu çinko borat numunesinin pik listesi. **59**
Çizelge B.8 : "e*" deney kodlu çinko borat numunesinin pik listesi. **60**
Çizelge B.9 : "f" deney kodlu çinko borat numunesinin pik listesi. **61**

ŞEKİL LİSTESİ

Sayfa

Şekil 1.1 : Bor ürünlerinin sınıflandırılması. **6**
Şekil 2.1 : Çinko boratın üretim basamakları. **23**
Şekil 2.2 : ICP-OES cihazı..... **24**
Şekil 2.3 : FTIR cihazı. **25**
Şekil 2.4 : XRD cihazı. **25**
Şekil 2.5 : TGA cihazı. **26**
Şekil 2.6 : SEM cihazı. **26**
Şekil 2.7 : Yatay yanmazlık test cihazı. **27**
Şekil 2.8 : LOI test cihazı. **27**
Şekil 3.1 : "a*", "b" ve "c" numunelerine ait FTIR analizi sonuçları. **29**
Şekil 3.2 : "c*", "d" ve "d*" numunelerine ait FTIR analizi sonuçları. **29**
Şekil 3.3 : "e", "e*" ve "f" numunelerine ait FTIR sonuçları..... **30**
Şekil 3.4 : Tüm örnekler için XRD ortak sonucu. **32**
Şekil 3.5 : "a*" deney kodlu çinko borat numunesinin SEM görüntüsü.
(a) 20 000 büyütme oranında. (b) 50 000 büyütme oranında..... **33**
Şekil 3.6 : Tüm örnekler için TGA ortak sonucu..... **34**
Şekil 3.7 : (a) Boyasız levha. (b) Katkısız boyalı levha. (c) Çinko borat katkılı boyalı levha. **36**
Şekil 3.8 : Yatay yanmazlık testi. (a) Deney sistemi. (b) Numunenin yanma anı. **37**
Şekil 3.9 : Çinko borat katkılı boya ile boyanmış ahşap çubuklar. **38**
Şekil A.1 : "a*" deney kodlu çinko borat numunesinin FTIR sonucu. **48**
Şekil A.2 : "b" deney kodlu çinko borat numunesinin FTIR sonucu. **48**
Şekil A.3 : "c" deney kodlu çinko borat numunesinin FTIR sonucu..... **49**
Şekil A.4 : "c*" deney kodlu çinko borat numunesinin FTIR sonucu. **49**
Şekil A.5 : "d" deney kodlu çinko borat numunesinin FTIR sonucu. **50**
Şekil A.6 : "d*" deney kodlu çinko borat numunesinin FTIR sonucu. **50**
Şekil A.7 : "e" deney kodlu çinko borat numunesinin FTIR sonucu..... **51**
Şekil A.8 : "e*" deney kodlu çinko borat numunesinin FTIR sonucu. **51**
Şekil A.9 : "f" deney kodlu çinko borat numunesinin FTIR sonucu. **52**
Şekil B.1 : "a*" deney kodlu çinko borat numunesinin XRD sonucu. **53**
Şekil B.2 : "b" deney kodlu çinko borat numunesinin XRD sonucu. **54**
Şekil B.3 : "c" deney kodlu çinko borat numunesinin XRD sonucu. **55**
Şekil B.4 : "c*" deney kodlu çinko borat numunesinin XRD sonucu. **56**
Şekil B.5 : "d" deney kodlu çinko borat numunesinin XRD sonucu. **57**
Şekil B.6 : "d*" deney kodlu çinko borat numunesinin XRD sonucu. **58**
Şekil B.7 : "e" deney kodlu çinko borat numunesinin XRD sonucu. **59**
Şekil B.8 : "e*" deney kodlu çinko borat numunesinin XRD sonucu. **60**
Şekil B.9 : "f" deney kodlu çinko borat numunesinin XRD sonucu. **61**
Şekil C.1 : "b" deney kodlu çinko borat numunesinin SEM görüntüsü.
(a) 20 000 büyütme oranında. (b) 50 000 büyütme oranında..... **62**

Şekil C.2 : “c” deney kodlu çinko borat numunesinin SEM görüntüsü.
(a) 20 000 büyütme oranında. (b) 50 000 büyütme oranında..... **62**
Şekil C.3 : “c*” deney kodlu çinko borat numunesinin SEM görüntüsü.
(a) 20 000 büyütme oranında. (b) 50 000 büyütme oranında..... **62**
Şekil C.4 : “d” deney kodlu çinko borat numunesinin SEM görüntüsü.
(a) 20 000 büyütme oranında. (b) 50 000 büyütme oranında..... **63**
Şekil C.5 : “d*” deney kodlu çinko borat numunesinin SEM görüntüsü.
(a) 20 000 büyütme oranında. (b) 50 000 büyütme oranında..... **63**
Şekil C.6 : “e” deney kodlu çinko borat numunesinin SEM görüntüsü.
(a) 20 000 büyütme oranında. (b) 50 000 büyütme oranında..... **63**
Şekil C.7 : “e*” deney kodlu çinko borat numunesinin SEM görüntüsü.
(a) 20 000 büyütme oranında. (b) 50 000 büyütme oranında..... **64**
Şekil C.8 : “f” deney kodlu çinko borat numunesinin SEM görüntüsü.
(a) 20 000 büyütme oranında. (b) 50 000 büyütme oranında..... **64**
Şekil D.1 : “a*” deney kodlu çinko borat numunesinin TGA sonucu. **65**
Şekil D.2 : “b” deney kodlu çinko borat numunesinin TGA sonucu. **65**
Şekil D.3 : “c” deney kodlu çinko borat numunesinin TGA sonucu. **66**
Şekil D.4 : “c*” deney kodlu çinko borat numunesinin TGA sonucu. **66**
Şekil D.5 : “d” deney kodlu çinko borat numunesinin TGA sonucu. **67**
Şekil D.6 : “d*” deney kodlu çinko borat numunesinin TGA sonucu. **67**
Şekil D.7 : “e” deney kodlu çinko borat numunesinin TGA sonucu. **68**
Şekil D.8 : “e*” deney kodlu çinko borat numunesinin TGA sonucu. **68**
Şekil D.9 : “f” deney kodlu çinko borat numunesinin TGA sonucu. **69**

FARKLI FORMÜLASYONLARDA ÇİNKO BORAT İLAVESİNİN SENTETİK OTOMOTİV BOYASININ YANMAZLIK ÖZELLİĞİ ÜZERİNDEKİ ETKİLERİ

ÖZET

Gelişen teknoloji ve artan sanayileşme ile birlikte, ülkemizde ve dünyada fonksiyonel malzeme bulma arayışında bor elementi büyük önem arz eden vazgeçilmez kaynakların başında gelmektedir. İçinde bulunduğumuz çağ, insan sağlığına zarar vermeyen, aynı zamanda herhangi bir tehlike anında koruma görevi gören veya yapısı gereği olası tehlikeleri sınırlandırarak durumun kolaylıkla kontrol altına alınmasını sağlayabilen yangına dayanıklı malzemelere olan ihtiyacı açıkça göstermektedir. Alev geciktirici katkı maddesi olarak birçok farklı alanda oldukça geniş bir kullanım alanına sahip olan bor bileşiklerinden çinko borat bu ihtiyacı karşılayabilecek niteliktedir.

Bu çalışmada, çöktürme yöntemi kullanılarak üretilen farklı formülasyonlara sahip çinko borat bileşiklerinin, otomotiv sektöründe son kat otomotiv boyası olarak kullanılan sentetik otomotiv boyasına ilavesinin, boyanın yanmazlık özelliği üzerindeki etkilerinin gerekli deneysel yöntemler ile incelenmesi ve otomotiv boyasında alev geciktirici katkı maddesi olarak kullanılabilecek en uygun çinko borat formülasyonunun elde edilmesi amaçlanmıştır.

Bu amaç doğrultusunda çinko borat bileşikleri belirlenen Zn/Boraks Dekahidrat oranlarında, çöktürme yöntemi kullanılarak, oda sıcaklığında (22℃) ve 1000 rpm'lik karıştırma hızında üretilmiş ve üretilen bileşiklerin karakterizasyonu için ICP-OES, FTIR, XRD, SEM ve TGA analizleri gerçekleştirilmiştir.

Yapılan FTIR, XRD ve SEM analizleri, üretilen çinko borat bileşiklerinin yapısal olarak standart çinko borat bileşikleri ile benzerlik göstermekte olduğunu kanıtlarken, ICP-OES ve TGA analizleri düşük $\%B_2O_3$ oranına sahip, bozunmaya oldukça düşük sıcaklıklarda başlayan çinko borat bileşiklerinin oluştuğunu göstermiştir.

Çalışmanın ikinci kısmında, üretilen farklı Zn/Boraks Dekahidrat oranlarına sahip çinko borat bileşikleri, belirlenen miktarlarda sentetik otomotiv boyası ve çözücü karışımına ilave edilerek, farklı formülasyonlarda çinko borat içeren boya karışımları hazırlanmıştır. Hazırlanan boya karışımlarının yanmazlık ve yanmaya karşı dayanım özelliklerinin belirlenebilmesi için Yatay Yanmazlık ve LOI (Limiting Oxygen Index) testleri yapılmıştır. Bu testler, test edilen numunelerin sınırlayıcı alev geciktirici özelliğe sahip olduğunu göstermiştir.

Yapılan çalışma; uygun sıcaklık ve yeterli karıştırma süresi sağlandığı takdirde, $\%B_2O_3$ oranı ve termal dayanımı yüksek çinko borat bileşiklerinin daha etkin alev geciktirici özelliğe sahip olacağını göstermektedir. Homojen bir karışım sağlanarak boya içerisine katılacak en uygun çinko borat miktarının belirlenmesi, otomotiv boya sektöründe etkin olarak kullanılabilecek yüksek yanma dayanımına sahip katkı

maddelerinin elde edilebilmesi için büyük önem arz etmektedir. Bu doğrultuda gerçekleştirilen çalışma, önemli çıktıların elde edildiği bir basamak görevi görmektedir.

Anahtar kelimeler: Çinko Borat, Çöktürme Yöntemi, Alev Geciktirici Katkı Maddesi, Otomotiv Boyası, Yanmazlık.

EFFECTS OF ZINC BORATE SUPPLEMENTATION IN WHICH DIFFERENT FORMULATIONS ON SYNTHETIC AUTOMOTIVE PAINT'S NONFLAMMABILITY

SUMMARY

With the developing technology and increasing industrialization, boron element is one of the indispensable sources in the search for functional material in our country and in the world. The era in which we are clearly shows the need for fire-resistant materials that do not harm human health and at the same time protect themselves in case of danger or limit the potential hazards by their nature. As a flame retardant additive, zinc borate, which is one of the boron compounds which has a wide usage area in many different areas, is able to meet this need.

The aim of this study is to investigate the effects of zinc borate supplementation in which different formulations produced by the precipitation method, on the synthetic automotive paint's nonflammability with the necessary experimental methods and to obtain the most useful formulation which can be used as a fire retardant additives in the automotive paint.

For this purpose, zinc borate compounds were produced at the determined Zn/Borax Decahydrate ratios by used the precipitation method at the 1000 rpm mixing speed and 22℃ room temperature and ICP-OES, FTIR, XRD, SEM and TGA analyzes were carried out for the characterization of the produced zinc borate compounds.

The FTIR, XRD and SEM analyzes showed that the produced zinc borate compounds were similar in structure to the standard zinc borate compounds, whereas the ICP-OES and TGA analyzes showed that the produced zinc borate compounds had very low % B_2O_3 content and very low decompositon temperatures.

In the second part of the study, the produced zinc borate compounds with different Zn/Borax Decahydrate ratios were added to the synthetic automotive paint and solvent mixture in the determined amounts and the new paint mixtures containing zinc borate in different formulations were prepared. Horizontal Flammability and LOI (Limiting Oxygen Index) tests were conducted in order to determine the fire and combustion resistance properties of the prepared paint mixtures. These tests showed that the samples tested had a limiting flame retardant property.

The study show that; when appropriate temperature and adequate mixing time are provided, zinc borate compounds which have high B_2O_3% and thermal resistance will have more effective flame retardant properties. The determination of the most suitable zinc borate content to be incorporated into the paint by providing a homogeneous mixture is of great importance for obtaining additives with high burning resistance which can be used effectively in automotive paint sector. The study carried out in this direction served as a step in which significant outputs were obtained.

Key words: Zinc Borate, Precipitation Method, Flame Retardant Additive, Automotive Paint, Flammability.

1. GİRİŞ

Gelişen teknoloji ve artan sanayileşme ile birlikte, ülkemizin ve dünyanın fonksiyonel malzeme ve yeni enerji kaynakları bulmaya yönelik arayışı her geçen gün artmaktadır. Sanayi ve teknolojide kullanılan temel hammadde kaynaklarından biri olmasının yanı sıra, doğadaki canlılar için de büyük önem arz eden vazgeçilmez kaynakların başında bor elementi gelmektedir [1]. Yapılan araştırmalarda bor elementinin tarihte ilk kez, 4000 yıl önce altın ergitme işlemlerinde kullanılmak üzere, Babilliler tarafından Uzak Doğu'dan getirildiği bilinmektedir. Bor elementinin mumyalama, tıbbi uygulamalarda ve metalurjide kullanımı Mısırlılara atfedilmektedir. Bor elementinin tarihçesi hakkında kesin bir bilgi elde edilememesine rağmen, önemli bor minerallerinden biri olan tinkal mineralinin, ilk olarak 8.yy'da Mekke ve Medine'de Arap tüccarların Çin'den bu minerali getirmesi ile kullanılmaya başlandığı bilinmektedir. Avrupa'da kullanımı ise 12.yy'da başlamıştır. En eski bor kaynağının Tibet gölleri olduğuna ve bor minerallerinin koyun sürüleri ile Himalayalar'dan Hindistan'a taşındığına inanılmaktadır. Ülkemizde ilk bor madeninin çıkarılması ve işletilmesi, 1865 yılında kalsiyum borat pandermit minerali ile başlamıştır [2]. Günümüzde ise bor madeninin çıkarılması ve işletilmesi, 1983 yılında çıkarılmış 2840 sayılı devlet tarafından işletilecek madenler kapsamında, Eti Maden İşletmeleri Genel Müdürlüğü tarafından yürütülmektedir [3]. Doğada yaklaşık olarak 230 çeşit bor mineralinin bulunduğu bilinmektedir fakat bu çeşitliliğe rağmen doğada bulunan bor minerallerinin bir çoğu aynı ticari öneme sahip değildir. Dünyada ticari önemi yüksek bor minerallerinin başında Tinkal (boraks), Kolemanit, Üleksit, Pandermit ve Kernit mineralleri gelmektedir [1]. Dünya bor rezervlerinin 2017 yılındaki dağılımına göre, dünyadaki toplam rezervin %73.4'üne sahip olan ülkemiz aynı zamanda dünyanın en büyük Boraks, Üleksit ve Kolemanit yataklarına sahiptir [4]. Ülkemizde çıkarılan bor minerallerinin bir kısmı ham bor ve rafine bor olarak ihrac edilmektedir. Bu ürünlerin yanında yüksek teknoloji gerektiren yöntemler kullanılarak ticari amaçlı üretilen özel bor bileşikleri de mevcuttur [1]. Çinko borat, geniş kullanım alanına sahip, fonksiyonel bir bileşik

olma özelliği ile özel bor bileşikleri arasında önemli bir yere sahiptir. Literatürde, çinko borat bileşiklerinin alev geciktirici katkı maddesi olarak birçok farklı alanda kullanımı vardır ve mevcut uygulamaları geliştirmeye yönelik çalışmaların sayısı da her geçen gün artmaktadır. Gelişen teknoloji ve içinde bulunduğumuz çağ, insan sağlığına zarar vermeyen, aynı zamanda herhangi bir tehlike anında koruma görevi gören veya yapısı gereğince olası tehlikeleri sınırlandırarak durumun kolaylıkla kontrol altına alınmasını sağlayabilen yangına dayanıklı malzemelere olan ihtiyacı açıkça göstermektedir.

1.1 Tezin Amacı

Bu çalışmada, çöktürme yöntemi kullanılarak üretilen farklı formülasyonlara sahip çinko borat bileşiklerinin, otomotiv sektöründe son kat otomotiv boyası olarak kullanılan sentetik otomotiv boyasına ilavesinin, boyanın yanmazlık özelliği üzerindeki etkilerinin gerekli deneysel yöntemler ile incelenmesi ve otomotiv boyasında alev geciktirici katkı maddesi olarak kullanılabilecek en uygun çinko borat formülasyonunun elde edilmesi amaçlanmaktadır.

Bu amaç doğrultusunda yürütülen çalışma dört aşamada gerçekleştirilmiştir:

- Belirlenen sıcaklık değeri ve mol oranlarında, çöktürme yöntemi kullanılarak çinko borat bileşiklerinin üretilmesi ve elde edilen çinko borat numunelerinin karakterizasyona uygun hale getirilmesi.
- Gerekli karakterizasyon yöntemleri ile sentetik otomotiv boyasına karıştırılacak en uygun çinko borat formülasyonuna sahip çinko borat bileşiklerinin belirlenmesi.
- Farklı formülasyonlarda çinko borat içeren sentetik son kat otomotiv boyasının hazırlanması için gerekli olan, sentetik otomotiv boyası, uygun boya katkı maddeleri ve çinko borat oranlarının belirlenmesi.
- Hazırlanan farklı formülasyonlara sahip çinko borat bileşikleri içeren sentetik son kat otomotiv boyasının yanmazlık özelliğinin, belirlenen yöntemler doğrultusunda test edilmesi ve elde edilen sonuçların gerekli standart değerler ile karşılaştırılarak, çinko borat katkılı sentetik otomotiv boyasının otomotiv boya sektöründe kullanılabilir bir boya olup olmadığının incelenmesi.

1.2 Literatür Araştırması

1.2.1 Bor elementi ve özellikleri

Doğada borat ve borasilikatlar halinde bulunan bor elementi, yer kabuğunda en fazla bulunan elementler arasında 51. sıradadır. Kimyasal formülü "B", atom numarası 5 ve atom ağırlığı 10,81 g/mol olan bor elementi, metal ve ametal arası yarı iletken özelliğe sahip olan periyodik cetvelin IIIA grubunun bir üyesidir. Genellikle rengi sarı ve kahverengi arasında sert yapılı bir kristal halinde veya koyu kahverengi amorf toz şeklinde bulunmaktadır [5,6]. Bor elementinin fiziksel özellikleri Çizelge 1.1'de verilmiştir [7].

Çizelge 1.1 : Bor elementinin fiziksel özellikleri.

Fiziksel Özelikler	
Atomik Kütlesi	10,811 g/mol
Kaynama Noktası	4,275 K – 4,002°C – 7,236°F
Termal Genleşme Katsayısı	0.0000083 cm/cm/°C (0°C)
Elektriksel Kondüktivite	1,0E -12 106/cm
Termal Kondüktivite	0,274 W/cm.K
Yoğunluk	2,34 g/cc (300 K'de)
Görünüş	Sarı-Kahverengi ametal kristal
Fiziksel Durumu	(20°C & 1 atm): Katı
Buhar Basıncı	0,348 Pa (2.300°C'de)
Spesifik Isısı	1,02 J/g.K
Elastik Modülü	320/GPa
Atomizasyon Entalpisi	573,2 kJ/mole (25°C'de)
Füzyon Entalpisi	22,18 kJ/mol
Buharlaşma Isısı	489,7kJ/mol
Ergime Noktası	2,573 K – 2,300°C – 4,172°F
Molar Hacmı	4,68 cm^3/mol
Buharlaşma Entalpisi	480 kJ/mol

^{10}B ve ^{11}B şeklinde iki adet kararlı izotopu olan bor elementi ^{8}B, ^{10}B, ^{11}B, ^{12}B ve ^{13}B izotoplarından oluşmaktadır [7]. Kimyasal özellikleri morfolojisine ve partikül boyutuna göre değişen bor elementi, yüksek sıcaklıkta su ile reaksiyona girerek borik asit ve yan ürünleri oluşturmaktadır. Bor elementinin kimyasal özellikleri Çizelge 1.2'de gösterilmiştir [7].

Çizelge 1.2 : Bor elementinin kimyasal özellikleri.

Kimyasal Özelikler	
Elektronegativite	2,04 (Pauling)
Elektrokimyasal Eşdeğer	0,1344 g/amp-hr
Valans elektron potansiyeli	190 (-eV)

1.2.2 Türkiye'de ve dünyada bor

Dünyada başta Türkiye, ABD, Rusya ve Güney Amerika'da yoğunlaşan bor rezervlerinin yaklaşık %73,4'ü ülkemizde bulunmaktadır. Mevcut dünya bor rezervlerinin Eti Maden İşletmeleri Genel Müdürlüğü'nün 2017 yılı Bor Sektör raporuna göre dağılımı Çizelge 1.3'de verilmiştir [8].

Çizelge 1.3 : Dünya bor rezervlerinin dağılımı (2017).

Ülkeler	**Toplam Rezerv** (1000 ton B_2O_3)	**Dağılım** (%)
Türkiye	948.712	73,4
Rusya	100.000	7,7
ABD	80.000	6,2
Peru	22.000	1,7
Arjantin	9.000	0,7
Çin	36.000	2,8
Bolivya	19.000	1,5
Şili	41.000	3,2
Kazakistan	15.000	1,2
Sırbistan	21.000	1,6
TOPLAM	**1.291.712**	**100**

Dünya bor üretim kapasitesinin 2017 yılında yaklaşık olarak 5,7 milyon ton olduğu düşünülmektedir. Dünya bor talebinde son 17 yılda farklı sebeplerden dolayı çeşitli dalgalanmalar yaşanmasına rağmen, bu talep gelişen teknoloji ve çağın gerektirdikleri ile tekrar bir artış göstermektedir. Dünyanın en yüksek bor rezerv oranına sahip olan ülkemizde bor yatakları; Kırka/Eskişehir, Bigadiç/Balıkesir, Kestelek/Bursa ve Emet/Kütahya'da bulunmaktadır. Ülkemizde çıkarılan Tinkal, Kolemanit, Üleksit ve Proberbit bor minerallerinin arasında en yüksek rezerve sahip bor mineralleri Tinkal ve Kolemanit'tir ve bu rezervlerin üretilmesi, işletilmesi ve pazarlaması Eti Maden İşletmeleri Genel Müdürlüğü tarafından yürütülmektedir. Çıkarılan bor minerallerinin rezerv miktarları ve çıkarıldıkları bölgeler Çizelge 1.4'de yer almaktadır [8].

Çizelge 1.4 : Türkiye bor rezerv miktarları.

Havza Adı	**Rezerv**	**Miktar (ton)**
Emet	Kolemanit, Üleksit, Proberbit	1.811.072.520
Kırka	Tinkal	824.720.950
Bigadiç	Kolemanit, Üleksit	628.350.480
Kestelek	Kolemanit	5.254.920
TOPLAM		**3.269.398.870**

1.2.3 Bor mineralleri

Doğada saf halde bulunmayan bor elementine, diğer elementler ile yaptığı bileşikler halinde rastlanmaktadır [3]. Bor mineralleri yapılarında farklı oranlarda bor oksit (B_2O_3) bileşiği bulunan doğal bileşiklerdir ve doğada 230'dan fazla bor mineralinin olduğu bilinmektedir [8-10]. Bu mineraller, yapılarında bulunan Hidrojen, Kalsiyum, Sodyum ve Magnezyum elementlerine göre sınıflandırılmaktadır [3,10]. Dünyada bulunan başlıca bor minerallerinden bazıları ve bu minerallerin bileşimleri Çizelge 1.5'de yer almaktadır [10].

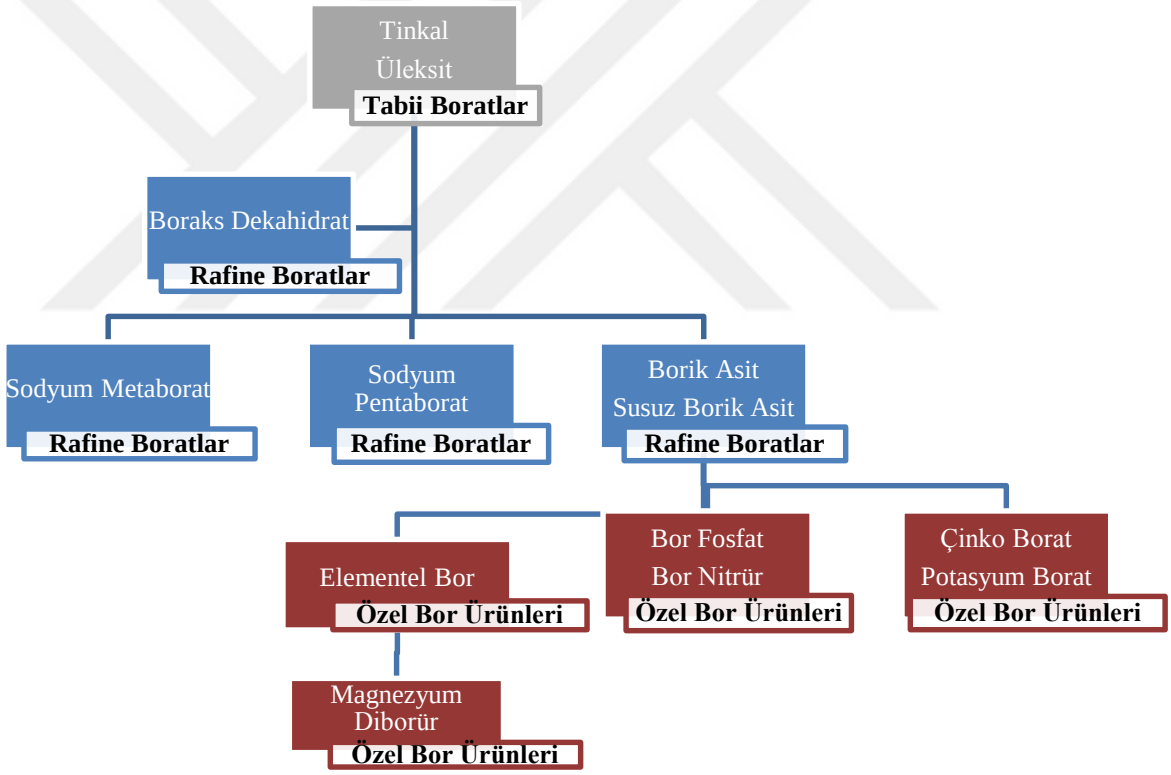
Çizelge 1.5 : Başlıca bor mineralleri.

Tip	Mineral	Bileşim
Hidrojen Boratlar	Sassolit	H_3BO_3
Sodyum Boratlar	Tinkal	$Na_2B_4O_7.10H_2O$
	Tinkalkonit	$Na_2B_4O_7.5H_2O$
	Kernit	$Na_2B_4O_7.4H_2O$
Sodyum-Kalsiyum Boratlar	Üleksit	$NaCaB_5O_9.8H_2O$
	Probertit	$NaCaB_3O_9.5H_2O$
Kalsiyum Boratlar	Pandermit	$CaB_{10}O_{19}.7H_2O$
	Nobleit	$CaB6O_{10}.4H_2O$
	İnyoit	$Ca_2B_6O_{11}.13H_2O$
	Meyerhofferit	$Ca_2B_6O_{11}.7H_2O$
Kalsiyum Borosilikatlar	Datolit	$CaBSiO_4OH$
	Danburit	$CaB_2Si_2O_8$
	Havlit	$Ca_4Si_2B_{10}O_{23}.5H_20$
Magnezyum Boratlar	Borasit	Mg_3B_7O13Cl
	İnderit	$MgB_3O_3(OH)_5.5(H_2O)$
	Pinnoit	$MgB_2O_4.3H_2O$
	Kurnakovit	$Mg_2B_6O_{11}.15H_2O$
	İnderborit	$CaMgB_6O_{11}.11H_2O$
Diğer Boratlar	Tunelit	$SrB_6O_{10}.4H_2O$
	Searlesit	$NaBSi_2O_5(OH)_2$
	Ludvigit	$(Fe,Mg)_4Fe_2B_2O_7$
	Teepleit	$Na_2B(OH)_4Cl$
	Vonsenit	$(Fe,Mg)_2FeBO_5$

Ticari açıdan dünyada önemli bir yere sahip olan bor minerallerinin başında, en yüksek rezerv oranının ülkemizde bulunduğu Tinkal, Kolemanit, Kernit, Üleksit ve Pandermit mineralleri gelmektedir. Bunların yanında Borasit, Szaybelit ve Hidroborasit mineralleri de ticari açıdan dünyada önemli bir yere sahiptir [11]. Eti Maden Genel Müdürlüğü tarafından işletilmekte olan bor rezervleri farklı madencilik teknikleri kullanılarak, birçok alanda kullanılabilecek daha işlevsel ürünlerin elde edilebilmesi için konsantre bor ürünlerine dönüştürülmektedir [12].

1.2.4 Bor ürünleri

Günümüzde birçok sektörde geniş kullanım alanına sahip olan bor ürünleri, üretim prosesleri ve kullanım alanları göz önünde bulundurularak; tabii boratlar, rafine boratlar ve özel bor ürünleri şeklinde sınıflandırılmaktadır. Bor madenlerinden çıkarıldıktan sonra parçalama ya da öğütme işlemleri ile kullanılabilecek hale getirilen bor ürünleri, tabii boratlar olarak adlandırılmaktadır. Bu boratların rafinasyonu veya kimyasal reaksiyonu sonucu elde edilen bor ürünlerine ise rafine boratlar denilmektedir. Son olarak tabii ve rafine boratlardan belirli ticari amaçlar doğrultusunda ileri teknoloji kullanılarak üretilen bor ürünlerine ise özel bor ürünleri denilmektedir. Bu üç kaynak doğrultusunda bazı bor ürünlerinin sınıflandırılmasını gösteren şema Şekil 1.1'de verilmiştir [13,14].



Şekil 1.1 : Bor ürünlerinin sınıflandırılması.

Bor ürünlerinin literatürde kesin bir sınıflandırma sistemi bulunmamaktadır fakat Stanford Research Institute (SRI), United States Geological Survey (USGS) ve Roskill Information Services Ltd. Şirketine ait sınıflandırmalar mevcuttur. Şekil 1.1'de gösterilmekte olan örnek sınıflandırma Roskill Information Services Ltd. Şirketinin kaynaklarından alınmıştır [14].

1.2.5 Bor ürünlerinin kullanım alanları

Konsantre bor ürünleri ve rafine bor ürünleri olarak birçok alanda geniş kullanım alanına sahip olan bor ürünleri sektörel bazda incelenmiş ve ilgili kullanım alanlarına yönelik örnekler ile birlikte sunulmuştur [3].

1.2.5.1 Kimya sanayi

Bor ürünlerinin kimya sanayinde kullanımı çok geniştir. Bazı kimyasal maddelerin indirgenmesinde, atık temizleme uygulamalarında, banyo çözeltileri alanında, soğutucu kimyasal maddelerde, yanmayan veya yanmayı önleyen katkı maddesi olarak boya ve boya türevi maddelerde, korozyon önleyici olarak yüzey kaplamalarında bor ürünlerinin mevcut kullanımları bulunmaktadır [3,5].

1.2.5.2 Cam ve seramik sanayi

Cam sanayi, bor ürünlerinin en önemli kullanım alanıdır. Cam fiberler binaların yalıtımında, bor bileşikleri ısıya karşı dayanımı arttırma amacıyla borasilikat camların üretiminde, cam elyafı polyester ve naylon gibi ürünlerin direncini arttırmada, birçok laboratuvar ve endüstriyel cam ürününde, uçak camlarında, otomotiv camlarında ve daha birçok alanda kullanılmaktadır [15]. Seramik sanayinde ise bor ürünleri katkı malzemesi olarak kullanılmaktadır. Genel olarak seramik malzemelerin sırlanmasında, emaye, fayans ve porselen boyalarda çeşitli kullanımları mevcuttur [3,15].

1.2.5.3 Savunma sanayi

Bor ürünleri, ateşli silah namlularında, askeri ve zırhlı araçlarda bulunan zırh ve seramik plakalarda, fişek üretiminde, uçakların gövdesinde, yüksek sıcaklığa dayanıklı kompozit malzemelerde, uçak dış iskelet yapısında kullanılan çeşitli alaşımlarda oldukça geniş kullanım alanına sahiptir [3,5,16].

1.2.5.4 Temizlik sektörü

Bor ürünleri bakteri oluşumunu önleyebilen, su yumuşatıcı, ph kontrolü sağlayabilme ve ağartıcı özelliklerinden dolayı, sabun ve toz deterjanlarda, toz beyazlatıcı maddelerde, parlatıcılarda, kireç önleyici maddelerde ve dezenfektan sıvılarda kullanılmaktadır [3,15].

1.2.5.5 Sağlık sektörü

Bor minerali, canlıların sağlığı açısından önemli bir yere sahiptir. D vitamininin vücutta korunmasına ve etkili bir şekilde kullanılmasına yardımcı olurken aynı zamanda diş ve kemik sağlığının korunmasına da katkı sağlar. Yapay organlarda, antibiyotiklerde, ostreopoz ve menapoz tedavisinde, allerjik rahatsızlıklarda, tıbbi görüntüleme cihazlarında, beyin tümörlerinin nötron yakalamasında, göz iltihaplanmalarında sterilizasyon amacıyla, bazı merhemlerin içeriğinde ve daha birçok alanda kullanılmaktadır [3,5,17].

1.2.5.6 Otomotiv sektörü

Bor ürünleri, otomotiv sektöründe araçların iç-dış plastik ve metal aksamlarında, hava yastıklarında ve hava yastığı şişirme sistemlerinde, ısı ve ses yalıtımını sağlamak için kaplamalarda, antifrizlerde, yağlarda ve araç yakıtlarında çeşitli kullanım alanlarına sahiptir [3,5,18].

1.2.5.7 İnşaat sektörü

İnşaat sektöründe bor ürünlerinin çimento üretiminde kullanımı mevcuttur. Bor katkılı çimentolar, yüksek dayanıma sahip olduklarından dolayı beton yollarda, düşük hidratasyon ısılarından dolayı ise baraj vb. kütle beton ve tüp geçitlerde kullanılmaktadır. Bor katkılı çimentolar, dayanım, geçirgenlik ve hidratasyon ısısı gibi özellikleri göz önünde bulundurulduğunda diğer çimentolara oranla daha iyi özellikler sergilemektedir [19].

1.2.5.8 Tarım sektörü

Tarım ve ormancılıkta yaygın olarak kullanılan bor ürünleri genellikle; gübre olarak, yabani ve istenmeyen bitkilerin oluşumunu önlemek için herbisitlerde, böcek ve haşerat kontrolünde pestisit olarak ve ahşap yüzeylerin korunmasında kullanım alanına sahiptir [8].

1.2.5.9 Enerji sektörü

Bor ürünleri güneş enerjisinin depolanmasında, gaz türbinlerinde, bor hidrür yakıtlarında, pillerde ve güneş pillerinde koruyucu olarak, yüksek ısı transistörlerinde, hücre yakıtlarında, bor katkılı yakıtlarda yaygın kullanım alanına sahiptir [18,20,21].

1.2.5.10 Teknoloji sektörü

Bilgisayar sistemlerinden, telefonlara, kablolardan televizyon ekranlarına ve daha birçok elektronik aleti de içeren teknoloji sektörü borun önemli kullanım alanlarından birini oluşturmaktadır. Bu sektörde bor ürünleri; bilgisayar işlemcilerinde, LCD ekranlarda, bilgisayar ağlarında, fiber optik kablolarda, kapasitör ve kondansatörlerde, bataryalarda, yazıcı tonerlerinde, kamera ve mercek camlarında, fotoğraf makinalarında, mikrodalga tüplerinde, süper iletken ve yarı iletken malzemelerde, CD sürücülerde ve daha birçok alanda kullanılmaktadır [3,5].

1.2.5.11 Alev geciktirici ürünler

Günümüzde yangınlardan dolayı ortaya çıkan kayıpları en aza indirmek için yanmayan veya yanmayı geciktiren malzemelerin kullanımı artmaktadır. Bu malzemelerde kullanılan katkı maddelerinden biri de bor ürünleridir [22]. Bu alanda kullanılan bor ürünleri toksik gaz salınımına neden olmadıklarından çevre dostudurlar. Boyalarda, plastik malzemelerde, ahşap yüzeylerde ve daha birçok alanda bor ürünlerinin alev geciktirici katkı maddesi olarak kullanımı mevcuttur [23].

1.2.5.12 Diğer kullanım alanları

Tüm bu kullanım alanlarının dışında bor ürünleri; ilaç sektöründe, tekstil ürünlerinde ve dokumacılıkta, kağıt endüstrisinde, plastik malzemelerin yapımında vb. alanlarda kullanılmaktadır. Farklı sektörlerde farklı amaçlar için kullanılan bor ürünleri Çizelge 1.6'da yer almaktadır [24].

Çizelge 1.6 : Bazı bor ürünlerinin kullanım alanları.

Bor Ürünü	Kullanım Alanı
Kolemanit	Yangın söndürücüler Bor alaşımları
Borik Asit	Tekstil cam elyafı Mikrop öldürücü antiseptikler Temizlik maddeleri
Boraks Dekahidrat	Yangın söndürücüler Gübre
Disodyum Oktaborat	Tarım ilaçları Tekstil ve tekstil boyaları
Sodyum Perborat	Dezenfekte maddesi
Susuz Boraks	Metalurjik eritgen Kaynak lehim ve lehimcilik
Çinko Borat	Yangın söndürücü

1.2.6 Çinko borat ve özellikleri

$xZnO.yB_2O_3.zH_2O$ bileşimine sahip çinko borat, metal bir borat bileşenidir. Birçok farklı kristal yapıya sahiptir. Bu yapılardan bazıları aşağıda verilmiştir [25].

- $2ZnO.3B_2O_3.7H_2O$
- $ZnO.B_2O_3.2H_2O$
- $2ZnO.2B_2O_3.3H_2O$
- $2ZnO.3B_2O_3.3.5H_2O$
- $4ZnO.B_2O_3.H_2O$
- $ZnO.B_2O_3.1.12H_2O$
- $6ZnO.5B_2O_3.3H_2O$
- $2ZnO.3B_2O_3.3H_2O$
- $3ZnO.5B_2O_3.14H_2O$
- $ZnO.5B_2O_3.4.5H_2O$

Günümüzde ticari açıdan en önemli çinko borat bileşiği, 290°C'den büyük dehidrasyon sıcaklığına sahip olan $2ZnO.3B_2O_3.3H_2O$ yapısındaki bileşiktir [26]. Çinko borat bileşiği, beyaz katı toz halinde, nemi absorplamayan ve suda çözünmeyen bir bileşiktir [23]. Çinko boratın başlıca fiziksel özellikleri Çizelge 1.7'de yer almaktadır [25].

Çizelge 1.7 : Çinko boratın fiziksel özellikleri.

Fiziksel Özelikler	
Görünüş	Beyaz toz katı
Ortalama Tanecik Boyutu	7-12 µm
Özgül Ağırlığı	2,77 g/cc
Kırılma İndisi	1,58
Çözünürlüğü	<0,28

Çinko borat bileşiğinin en önemli özelliği sudaki düşük çözünürlüğü ve yüksek dehidrasyon sıcaklığına sahip olmasıdır. Kırılma indisi, birçok polimer sistemin kırılma indisine benzerlik gösterir [25]. Boyama yani renk verme kuvveti zayıftır, elektriksel özellikleri iyileştirir aynı zamanda metaller ve plastikler arasında yapışma özelliğini arttırarak daha sağlam bir yüzey oluşumuna yardımcı olur [23]. Bazı çinko borat bileşiklerinin ısıl davranışları Çizelge 1.8'de verilmiştir [26].

Çizelge 1.8 : Bazı çinko borat bileşiklerinin ısıl davranışları.

Çinko Borat Bileşiği	**Dehidrasyon Sıcaklığı** (°C)
$3ZnO.5B_2O_3.14H_2O$	100-200
$2ZnO.3B_2O_3.7H_2O$	100-250
$2ZnO.3B_2O_3.3H_2O$	290
$ZnO.B_2O_3.2H_2O$	100-250
$4ZnO.B_2O_3.H_2O$	415
$2ZnO.3B_2O_3.3,5H_2O$	290

1.2.6.1 Çinko boratın kullanım alanları

Bir borat bileşiği olan çinko borat, alev geciktirici, duman bastırıcı, korozyon geciktirici özelliklerinden dolayı polimer ve kaplama alanında, polyester ve naylonlarda geniş bir kullanım alanına sahiptir. Bunların yanında, eklendiği malzemeye yanmazlık özelliği sağlayan katkı maddesi olarak; boyalarda ve kumaşlarda, elektrik-elektronik parçalarında, yanmaya dayanıklı halı kaplamalarında, otomobil ve uçak iç aksamlarında, tekstil ve kağıt endüstrisinde, mantar ve böcek öldürücü olarak ahşap uygulamalarda oldukça geniş bir kullanım alanına sahiptir. Diğer alev geciktirici katkı maddeleri ile birlikte kullanılabilme özelliği, muadillerine göre ucuz olması ve etkili duman bastırıcı özelliği ile son yıllarda oldukça popüler bir katkı maddesi haline gelmiştir [23-26].

1.2.6.2 Çinko boratın üretim yöntemleri

En bilinen yöntemi ile borik asit ve çinko oksit reaksiyonu sonucu üretilen çinko borat bileşiğinin, çoğunluğu patent çalışmalarından oluşan birçok üretim yöntemi bulunmaktadır. Aşağıdaki reaksiyon sonucunda "$2ZnO.3B_2O_3.7/2H_2O$" yapısındaki çinko borat bileşiği üretilmektedir [27].

$$2ZnO + 6H_3BO_3 + 1/2H_2O \rightarrow 2ZnO.3B_2O_3.7/2H_2O + 6H_2O \quad (1.1)$$

Farklı formülasyonlarda, farklı kaynaklar ile, farklı oranlarda veya farklı koşullar altında çinko borat üretmeye yönelik birçok çalışma bulunmaktadır. Literatürde yer alan bu çalışmalar aşağıda maddeler halinde verilmiştir.

- Yapılan patent çalışmalarından ilki, "$2ZnO.3B_2O_3.xH_2O$" yapısına sahip çinko borat bileşiğini üretmeye yöneliktir. Bu çalışmada bor kaynağı olarak borik asit, çinko kaynağı olarak ise çinko oksit, çinko sülfat ve çinko klorür bileşiklerinden biri kullanılmıştır. Minimum sıcaklığı 70℃ olacak şekilde, ortalama 90-100℃ sıcaklık aralığında, sulu ortamda sürdürülen reaksiyon sonucunda elde edile çinko borat bileşiğinin polimer katkısı olarak kullanılabileceği sonucuna varılmıştır [28].
- Diğer bir patent çalışmasında, "$4ZnO.B_2O_3.H_2O$" yapısındaki çinko boratın üretim aşamaları açıklanmıştır. Bu çalışmada en çok tercih edilen yöntem olan, borik asit ve çinko oksit reaksiyonu ile çinko borat üretimi yapılmış, hidrat suyu içeren çinko borat bileşiklerinin üretiminin farklı yöntemlerle de mümkün olabileceği sonucuna varılmıştır [26-28].

- Yapılan farklı bir çalışmada ise 24 saat süren, 95℃'deki çinko klorür, sodyum tetraborat dekahidrat ve sodyum hidroksit reaksiyonu sonucunda çinko borat üretilmiştir [29].
- Diğer bir çalışmada "$4ZnO.B_2O_3.H_2O$" kimyasal yapısındaki çinko boratın, "$2ZnO.3B_2O_3.3,5H_2O$" yapısı ile aynı stokiyometrik orandaki çinko oksit bileşiği ile riflaks uygulanarak üretilebileceği ve reaksiyon ortamına "$4ZnO.B_2O_3.H_2O$" aşı kristali ilavesinin reaksiyonu hızlandırabileceği belirtilmiştir [26].
- Bu çalışmada ise "$Zn_2B_6O_{11}3H_2O$" yapısındaki çinko borat bileşiğini üretmek için "$Na_2B_4O_7.10H_2O$" ve "$ZnSO_4.7H_2O$" bileşiklerinin sulu çözeltileri kullanılmıştır. Çalışma, üç boyutlu cam bir reaktörde ve tek adımda çöktürme yöntemi ile gerçekleştirilmiştir. Çalışma sonunda, sodyum borat dekahidrat ve çinkonun sülfat, klorid, karbonat ve nitrat gibi çeşitli tuzlar ile gerçekleşebilecek reaksiyonlar sonucunda çinko borat üretimi yapılabileceği sonucuna varılmıştır [26].
- Bir diğer çalışmada, "$4ZnO.B_2O_3.H_2O$" yapısındaki çinko borat bileşiği, "$ZnSO_4$" ve "$Na_2B_4O_7.10H_2O$" kullanılarak hidrotermal sentez yöntemiyle üretilmiştir. Çalışmada yüzey aktifleştirici madde olarak polietilen glikol kullanılmıştır [26].
- Nano tanecik boyutunda çinko borat bileşiği üretmek için yapılan farklı bir çalışmada ise; çinko iyonu içeren bir bileşiğin, bor içeren çöktürücü reaktanın da bulunduğu bir çözelti içerisinde uygun bir koordinasyon bileşiği ile reaksiyona girerek, kompleks çözelti elde edilmesinden sonra; bu çözeltinin sıcaklığının ve/veya konsantrasyonunun değiştirilmesiyle çinko kompleksinin parçalanarak iyonlarının çözeltiye geçmesine dayanan koordinasyon homojen çöktürme yöntemi kullanılmıştır.

Farklı formülasyon yapılarına sahip çinko borat bileşikleri elde etmek amacıyla literatürde yer alan çeşitli yöntem ve patent çalışmalarının özeti yukarıda kısaca verilmiştir. Günümüzde, bahsedilen yöntemlere ek olarak, çinko borat içeren ürünlerin özelliklerini geliştirmek ve üretim reaksiyonlarını hızlandırmak için ürün eldesi aşamasında yapılan kristalizasyon ve çöktürme işlemlerine ek olarak, çözeltilerin moleküler etkilerini arttırarak sıvı molekül hareketlerinin hızlanmasını sağlamak için ultrases enerjisi de kullanılmaktadır [26-28].

1.2.7 Boyalar ve özellikleri

Boyalar, kişinin tercihleri doğrultusunda farklı yüzeylere uygulanabilen, uygulandıkları yüzey üzerinde ince bir film tabakası oluşturan, aynı zamanda yüzeyleri koruyarak onlara dekoratif bir görünüm kazandıran kimyasal maddelerdir [30,31]. Uygulama alanı çok geniş olan boyalar, kullanım amaçlarına göre farklı özelliklere sahipken, bir boyanın sahip olması gereken genel özellikler aşağıda özetlenmiştir. Bu özellikler [31]:

- Kapatıcılık
- Dekoratiflik
- Kolay uygulanabilirlik
- Fiziksel ve kimyasal etkilere, atmosfer koşullarına ve özel koşullara dirençtir.

Boyaların kimyasal yapısında genel olarak dört temel unsur bulunmaktadır. Bunlar; bağlayıcılar, çözücüler, pigmentler ve katkı maddeleridir.

1.2.7.1 Bağlayıcılar

Boyanın uygulandığı yüzeyde film tabakası oluşturan en önemli unsurdur. Başlıca; alkid, akrilik, klor, kauçuk, vinil, polivinil akrilat, polivinil alkol, doymuş polyester, doymamış polyester, termoplastik akrilik, termoset akrilik, epoksi ve poliüretan esaslı olan bağlayıcılar, bu yapılarıyla boyanın adının belirlenmesinde önemli bir paya sahiptir. Aynı zamanda boyanın kuruma süresi, yapışması ve kimyasal maddelere karşı dayanım gibi özellikleri de bağlayıcılar tarafından belirlenmektedir [30-32].

1.2.7.2 Çözücüler

Bu grup, boyanın özelliklerinde herhangi bir değişikliğe neden olmadan boyayı incelten, aynı zamanda boyanın uçucu kısmını oluşturan, genel olarak alkol, eter, keton ve aromatik hidrokarbonlar gibi kimyasallardan oluşan sıvı maddelerdir. Ucuz olmaları, yağ, alkit, vernik ve diğer birçok reçineyi iyi çözmeleri sebebiyle boya sektöründe en çok hidrokarbon çözücüler tercih edilmektedir. Boya sektöründe kullanılan çözücülerin neredeyse tamamına yakını Avrupa ve Amerika'dan ithal edilirken sadece sınırlı bir bölümü ülkemizde üretilmektedir [30-33].

1.2.7.3 Pigmentler

Boyanın rengini ve parlaklığını değiştiren kimyasal maddelerdir. Boyanmak istenen yüzeyi istenen renk ile kaplarken, boyanın sertlik, dayanıklılık ve koruyuculuk gibi özelliklerine de katkı sağlarlar. Kullanılan başlıca beyaz pigmentlere, titanyum dioksit ve çinko oksit, kırmızı pigmentlere demir oksit, sarı pigmentlere kurşun kromat, yeşil pigmentlere krom oksit yeşili, mavi pigmentlere demir kobalt mavisi, siyah pigmentlere ise karbon siyahı örnek olarak verilebilir. Ülkemizde kullanılmakta olan pigmentlerin neredeyse tamamı ithal edilmektedir. Geçmiş yıllarda Batı Avrupa ve Kuzey Amerika'dan alınan pigmentler, kalitenin ve üretimin artması ile günümüzde Çin ve Hindistan'dan ithal edilmektedir [30-32].

1.2.7.4 Katkı maddeleri

Bu maddeler boyanın özelliklerini istenen doğrultuda değiştirmek, iyileştirmek veya olumsuzlukları önlemek, yavaşlatmak amacıyla belirli miktarlarda boyaya ilave edilen kimyasal maddelerdir. Boyanın akışkanlık özelliklerini, görünümünü, UV ışınlarına karşı direncini, yanmazlığını, bakteri oluşumunu vb. özelliklerini değiştirmek amacıyla kullanılan birçok katkı maddesi mevcuttur. Islatıcılar, kurutucular, matlaştırıcılar, köpük kesiciler, kaymak kesiciler, beyazlaştırıcılar, antibakteriyeller, alev geciktiriciler gibi katkı maddeleri farklı istekler doğrultusunda kullanılan maddelerden bazılarıdır. Bu katkı maddelerinin büyük bir bölümü Amerika ve Kuzey Avrupa ülkelerinden ithal edilmektedir [30-33]. Son yıllarda gelişen teknoloji ve değişen talepler doğrultusunda nanoteknolojinin boya üretimindeki etkisi ile yangın geciktirici, aşınmaz, çizilmez, kendi kendini temizleyebilen, sese ve güneşe karşı yüksek dayanımlı, yüksek performanslı ve çevre dostu ürünlerin üretilmesi boya sektörüne olan ilgiyi oldukça arttırmaktadır [34].

1.2.8 Boya sektörü ve boya çeşitleri

Oldukça geniş bir kullanım alanına sahip olan boya sektörü genel özellikleri ile değerlendirildiğinde altı başlık altında toplanmaktadır. Bunlar:

- İnşaat boyaları
- Mobilya boyaları
- Sanayi boyaları
- Otomotiv boyaları
- Toz boyalar
- Diğer boyalar

Kullanım amacına göre ise genel olarak dörde ayrılan boyalar; ilk astarlar, macunlar, ara veya son kat astarlar ve son kat boyalar olarak sınıflandırılmaktadır.

1.2.8.1 Astar boya

Uzun ömürlü dekoratif bir görünüm sağlamak için boyanacak yüzeyin üzerine yapılan ilk boya uygulamasıdır. Bu boya daha sonra uygulanacak son kat boya için yüzey pürüzlerini gidererek, uzun ömürlü, daha parlak bir görünüm elde etmek için yüzeyi hazırlamak amacıyla kullanılmaktadır.

1.2.8.2 Macunlar

Boya işlemi öncesinde kusurlu yüzeylerin onarılarak çizik, gözenek vb. deformasyonların kapatılması için kullanılan dolgu maddeleridir. Macunlar, boyama işlemlerinde en iyi sonucu elde etmek için astar boyanın üzerine uygulanarak iyi bir alt zemin oluşturulmasını sağlamak için kullanılmaktadır [35].

1.2.8.3 Son kat boya

Yüzeyin her türlü dış etkiye karşı korunmasını sağlayarak ortam şartlarına göre seçilen, yüzeye dekoratif bir görünüm veren boyalardır. Bu boyalar temiz bir yüzeye en az iki kat olacak şekilde uygulanmaktadır [31]. Boyaların içeriklerini oluşturan maddelere göre de sınıflandırılmaları mevcuttur. Bu sınıflandırılmada mevcut bileşimde bulunan reçineler baz alınmaktadır. Buna göre boyalar, reçinelerine göre aşağıdaki gibi sınıflandırılmaktadır [35].

- Yağlı boyalar
- Sentetik boyalar
- Selülozik boyalar
- Toz boyalar
- Hava kurumalı boyalar

1.2.8.4 Yağlı boyalar

Bu boyaların içeriğinde boyaya rengini veren pigment ve bu pigmenti taşıyan bağlayıcı bir yağ bulunmaktadır. Bağlayıcı görevi gören bu yağlar genellikle, yağlı tohumlardan, bazı bitki ve balıkların yağlarından elde edilmektedir [31].

1.2.8.5 Sentetik boyalar

Sentez metoduyla elde edilen, geç kuruyan, kendinden parlak bir yapıya sahip olan, ahşap ve metal birçok yüzeye kolaylıkla uygulanabilen boyalardır. Sentetik boyaların ayrıca bir parlatma işlemi görmesine gerek yoktur [35].

1.2.8.6 Selülozik boyalar

Bileşimi selülozik maddelerden oluşan ve hızlı kuruma özelliğine sahip olan boyalardır. Boya yüzeyine vernik uygulanarak boyaya parlaklık kazandırılmaktadır.

1.2.8.7 Toz boyalar

Toz boyalar tamamen katı maddelerden oluşan, çözücü içermeyen boyalardır. Polimer tozlarının boyanacak veya kaplanacak yüzeye yapıştırıldıktan sonra eritilmesi ile yapılan işleme toz boya kaplama işlemi, kullanılan boyaya ise toz boya adı verilmektedir.

1.2.8.8 Hava kurumalı boyalar

Üstün kapatıcılık özelliği ve oda sıcaklığında kolaylıkla kurumalarıyla her türlü zemine kolayca uygulanan hava kurumalı boyalar, endüstriyel boyalar olarak da adlandırılmaktadır [35].

1.2.9 Alev geciktirici katkı maddeleri ve özellikleri

Yangınlarda can ve mal kaybını en aza indirmek için günlük hayatta kullanılan birçok malzemenin içeriğine alev geciktirici ve duman bastırıcı katkı maddelerinin eklenmesi günümüzde hızla artış göstermektedir [23,36]. Bir alev geciktiri katkı maddesinde olması gereken özellikler aşağıda sıralanmıştır [37,38].

- Alev geciktirme etkisine ve düşük tutuşma hızına sahip olmak
- Ana malzemenin özelliklerine zarar vermemek
- Yanıcılığın şiddetini azaltabilmek
- Çevre dostu olmak

Alev geciktirici özellik eklenmek istenen malzemeye belirlenen oranlarda eklenen alev geciktirici katkı maddeleri, yapısını bozmadan ana malzemeyi seyreltirken bir yandan da bu malzemenin oksijen indeksini azaltmaktadır.

Bir malzemenin yanması için gerekli oksijen LOI (Limited Oxygen Index) (Sınırlayıcı Oksijen İndeksi) testleri ile kontrol edilmektedir [22,38]. Bu teste göre alev geciktiriciler Çizelge 1.9'daki gibi sınıflandırılmaktadır [22].

Çizelge 1.9 : LOI (Limited Oxygen Index) testine göre alev geciktiriciler.

LOI Değeri	Alev Geciktirici Türü
LOI < %24	Yanabilir, alev alabilir
%24≤LOI≤%28	Sınırlı alev geciktirici
%29≤LOI≤%34	Alev geciktirici
%34≤LOI	Ekstra alev geciktirici

Birçok malzemeye kolaylıkla eklenerek onlara alev geciktirici özellik kazandıran, literatürde yaklaşık 350 farklı alev geciktirici ve duman bastırıcı katkı maddesinin varlığı saptanmıştır. Genel olarak bu katkı maddeleri dört ana grupta toplanmaktadır [39]:

- İnorganik alev geciktirici katkı maddeleri
- Halojenli alev geciktirici katkı maddeleri
- Azot temelli alev geciktirici katkı maddeleri
- Organofosfor alev geciktirici katkı maddeleri

1.2.9.1 İnorganik alev geciktirici katkı maddeleri

İnorganik alev geciktirici katkı maddeleri, alüminyum hidroksit ve magnezyum hidroksit gibi metal hidroksitlerden, amonyum fosfat bileşiklerinden, bor tuzlarından, inorganik antimon, kalay, çinko ve elemental kırmızı fosfor gibi bileşiklerden oluşmaktadır. Bu katkı maddeleri polimerlere dolgu maddesi olarak eklenmektedir. Bu grup küresel alev geciktirici katkı maddeleri pazarının yaklaşık %50'sini oluşturmaktadır [39,40].

1.2.9.2 Halojenli alev geciktirici katkı maddeleri

Halojenli alev geciktirici katkı maddeleri klor ve brom esaslıdır. Temel prensipleri, yanıcı gazlar ile reaksiyona girerek yanma prosesini yavaşlatmak veya önlemektir. Genel olarak alifatik, sikloalifatik ve aromatikler olarak üç gruba ayrılarak sınıflandırılmaktadır [39,40].

1.2.9.3 Azot temelli alev geciktirici katkı maddeleri

Azot temelli organik katkı maddeleri, yanıcı gazların oluşmasını engellemek için öncelikli olarak poliüretan ve poliamit gibi azot içeren polimerlerde kullanılmaktadır. Brom ve klor içeren halojenli alev geciktiricilerin yanında kimyasal olarak en iyi çalışan alev geciktirici katkı maddeleri arasındadırlar.

1.2.9.4 Organofosfor alev geciktirici katkı maddeleri

Organofosfor alev geciktiriciler temel olarak fosfat esterlerinden oluşmaktadır ve küresel alev geciktirici katkı maddeleri pazarının yaklaşık olarak %20'sini oluştururlar. Bromlu alev geciktirici katkı maddelerine alternatif olarak kullanılmaktadırlar [37,39].

1.2.10 Borlu bileşiklerinin alev geciktirici katkı maddesi olarak kullanımı

Son yıllarda borlu bileşiklerin alev geciktirici katkı maddesi olarak kullanımına dair birçok çalışma yapılmaktadır. Alev geciktirici, duman bastırıcı, korozyon önleyici, diğer alev geciktirici katkı maddelerine kıyasla daha etkin, ucuz, çevre dostu ve birçok alanda kolaylıkla kullanılabilme özelliklerinden dolayı borlu bileşiklerin bu alanda kullanımı her geçen gün artmaktadır [23,38]. İnorganik alev geciktirici katkı maddeleri grubuna giren bor bileşiklerinden özellikle çinko boratlar bu amaçla yaygın olarak kullanılmaktadır. Çinko borat bileşiklerinin 290-450 ℃ arasında gerçekleşen endotermik bozunması sonucu borik asit, bor oksit ve su oluşmaktadır. Bu bozunma sonucu oluşan bor oksit bileşiği 500 ℃'nin üzerindeki sıcaklıklarda malzeme üzerinde koruyucu bir tabaka oluşturmakta ve polimerin oksijen içerdiği durumlarda ortamda borik asitin varlığı dehidrasyona neden olmaktadır. Bu şekilde oluşan tabaka polimeri ısı ve oksijen etkilerinden koruyarak yanmasını geciktirir veya önler [41,42]. Bu malzemelerde bor bileşiklerinin varlığı çinko boratı etkin bir alev geciktirici haline getirmektedir. Çinko borat katkılı alev geciktirici katkı maddelerinin özellikleri ve diğer alev geciktirici katkı maddelerine göre sağladığı avantajlar aşağıda maddeler halinde yer almaktadır [43].

- Zehirli değildir, çevre dostudur, fiyatı uygundur, kullanımı oldukça kolaydır.
- Nemi absorplamaz, suda çözünmez, boyama kuvveti zayıftır.
- Duman emisyonunu azaltarak kömürleşmeyi hızlandırabilmektedir.

1.3 Hipotez

Bu çalışmada farklı formülasyonlara sahip çinko borat bileşiklerinin sentetik otomotiv boyasına ilavesi ile, boyanın yanmazlık özelliğinde meydana gelebilecek değişimler incelenmiştir. Çinko borat bileşiklerinin sentetik otomotiv boyasının yanmazlık özelliğini iyileştireceği yönünde kurulan hipotez ile birlikte yapılan literatür araştırması ve örnek teşkil eden çalışmalar doğrultusunda, belirlenen optimum koşullarda çöktürme yöntemi ile farklı formülasyonlara sahip çinko borat bileşikleri üretilmiştir. Elde edilen çinko borat numunelerinin karakterizasyonu için çeşitli teknikler kullanılmıştır. Bu tekniklerden ICP-OES (Inductively Coupled Plasma) analizi çinko borat numunelerinin elemental derişimlerinin belirlenmesinde, FTIR (Fourier Transform Infrared) spektroskopisi çinko borat numunelerinin yapısındaki fonksiyonel grupların belirlenmesinde, XRD (X-Ray Diffraciton) analizi numunelerin kristal yapılarının belirlenmesinde, TGA (Thermogravimetric analysis) analizi numune kütlesinin sıcaklık ile değişiminin ve termal yapısının belirlenmesinde, SEM (Scanning Electron Microscopy) analizi numunelerin yüzey morfolojisinin ve zincir yapısının belirlenmesinde kullanılmıştır. Çinko borat numunelerinin karakterizasyonu için yapılan analizlerin ardından, sentetik otomotiv boyasına yanmazlık özelliği kazandırabilecek en uygun formülasyona sahip numune/numuneler belirlenmiştir. Otomotiv sektöründe, özellikle traktör ve ticari araç alanında son kat otomotiv boyası olarak oldukça yaygın olarak kullanılan bir boya tercih edilmiştir. Uygun çözücü miktarı ve alev geciktirici katkı maddesi olarak boya içerisine ilave edilecek en uygun çinko borat miktarı, yapılan sektörel araştırmalar ve literatür taraması sonucunda belirlenmiştir. Elde edilen çinko borat katkılı sentetik otomotiv boyasının yanmaya karşı dayanımı ve yanma hızını belirlemek için çeşitli yanmazlık testleri yapılmıştır. LOI (Limited Oxygen Index) testi çinko borat katkılı sentetik otomotiv boyasının yanması için gerekli minimum oksijen miktarını belirlemek için, yanmazlık testi ise boyanın yanma özelliklerini belirlemek için yapılmıştır. Bu testler, kabul görmüş çeşitli standartlar göz önünde bulundurularak gerçekleştirilmiştir. Yapılan testler sonucunda sentetik son kat otomotiv boyasına en yüksek yanmazlık özelliğini kazandıracak, en uygun formülasyona sahip çinko borat bileşiğinin sentezlendiği sonucuna varılmıştır. Böylece çinko borat bileşiklerinin sentetik otomotiv boyasının yanmazlık özelliğini iyileştireceği yönünde kurulan hipotezin doğruluğu ispatlanmıştır.

2. MATERYAL VE YÖNTEM

2.1 Materyal Temini ve Özellikleri

Farklı formülasyonlarda çinko borat üretimi için kullanılan malzemelerden Boraks Dekahidrat ($Na_2B_4O_7.10H_2O$) Eti Maden İşletmeleri Genel Müdürlüğünden, Sodyum Hidroksit ve Çinko Asetat Tekkim Kimya Sanayi Tic. Ltd. Şirketinden, Dodesil Sülfat Sodyum Tuzu ise Merck İlaç Ecza ve Kimya Tic. A.Ş'den temin edilmiştir. Deneylerde kullanılan Boraks Dekahidrat'ın fiziksel özellikleri Çizelge 2.1'de verilmiştir [44].

Çizelge 2.1 : Boraks dekahidratın fiziksel özellikleri.

Fiziksel Özellikler	
Özgül Ağırlık	1,73 g/cm^3
Yığın Yoğunluğu	0,835 g/cm3 (Granül)
Molekül Ağırlığı	381,37 g/mol
Erime Noktası	741℃
Kaynama Noktası	1575℃
Isı Kapasitesi	4,0 J/g℃
Isıl İletkenlik	0,740 W/mK
Özgül Yüzey Alanı	13,55 m^2/g
Difüzyon Katsayısı	0,6x10^{-5} cm^2/s
Yüzey Gerilimi	67,19 mN/m (Ağ. %1,0 sulu çözelti)
Renk Ölçüm Testi	91,92 (ortalama L değeri)

Kullanılan Boraks Dekahidrat'ın kimyasal bileşimi ve yüzde saflık değeri Çizelge 2.2'de yer almaktadır [44].

Çizelge 2.2 : Boraks dekahidratın kimyasal bileşimi.

Bileşen	**İçerik**
Safiyet	%99,90-105,45
B_2O_3	%36,47-38,50
Na_2O	%16,24-17,14
SO_4	135 ppm max
Cl	70 ppm max
Fe	10 ppm max

Deneylerde kullanılan farma kalite boncuk Sodyum Hidroksit (NaOH)'in fiziksel hali beyaz renkte kokusuz katıdır. Molar kütlesi 40,00 g/mol'dır, konsantrasyonu ise >= %99'dir [45]. Temel fiziksel ve kimyasal özellikleri Çizelge 2.3'de verilmiştir.

Çizelge 2.3 : Sodyum hidroksitin fiziksel ve kimyasal özellikleri.

Fiziksel ve Kimyasal Özellikler	
Erime noktası	323℃
Kaynama noktası	1390℃
Su içinde çözünürlüğü (g/l)	1090 g/lt℃
Alev alma sıcaklığı (katı, gaz)	Yanıcı değildir.
pH	14 50 g/l 20℃

Kullanılan Çinko Asetat ($C_4H_6O_4Zn$)'ın molar kütlesi 219,49 g/mol, konsantrasyonu >=98 %'dir. Çinko Asetat'ın temel fiziksel ve kimyasal özellikleri Çizelge 2.4'de verilmiştir [46].

Çizelge 2.4 : Çinko Asetat'ın fiziksel ve kimyasal özellikleri.

Fiziksel ve Kimyasal Özelikler	
Fiziksel Hali	Katı
Renk	Beyaz
Koku	Kokusuz
pH	4,5-7 50 g/l 20℃
Erime noktası	237℃
Yoğunluk	1,74 g/cm^3
Su içinde çözünürlüğü (g/l)	430 g/l℃

Deneylerde kullanılan Dodesil Sülfat Sodyum Tuzunun ($C_{12}H_{25}NaO_4S$) molar kütlesi 288,37 g/mol, konsantrasyonu ise <=%100'dir. Anyonik bir yüzey aktif maddesidir ve deneylerde de bu amaçla kullanılmıştır. Dodesil Sülfat Sodyum Tuzunun temel fiziksel ve kimyasal özellikleri Çizelge 2.5'de verilmiştir [47].

Çizelge 2.5 : Dodesil Sülfat Sodyum Tuzunun fiziksel ve kimyasal özellikleri.

Fiziksel ve Kimyasal Özelikler	
Fiziksel hali	Toz
Renk	Beyaz
Koku	Kokusuz
pH	6 – 9 g/l 20℃
Erime noktası	204 - 207℃
Yoğunluk	1,1 g/cm^3 20℃
Bozunma sıcaklığı	380℃
Kütle yoğunluğu	>= 400 kg/m^3
Su içinde çözünürlüğü	>130 g/l 20℃
Dağılım katsayısı (n-oktanol/su)	log Pow: <= -2,03 (20℃)

2.2 Deneysel Çalışma Yöntemi

2.2.1 Çinko borat üretimi

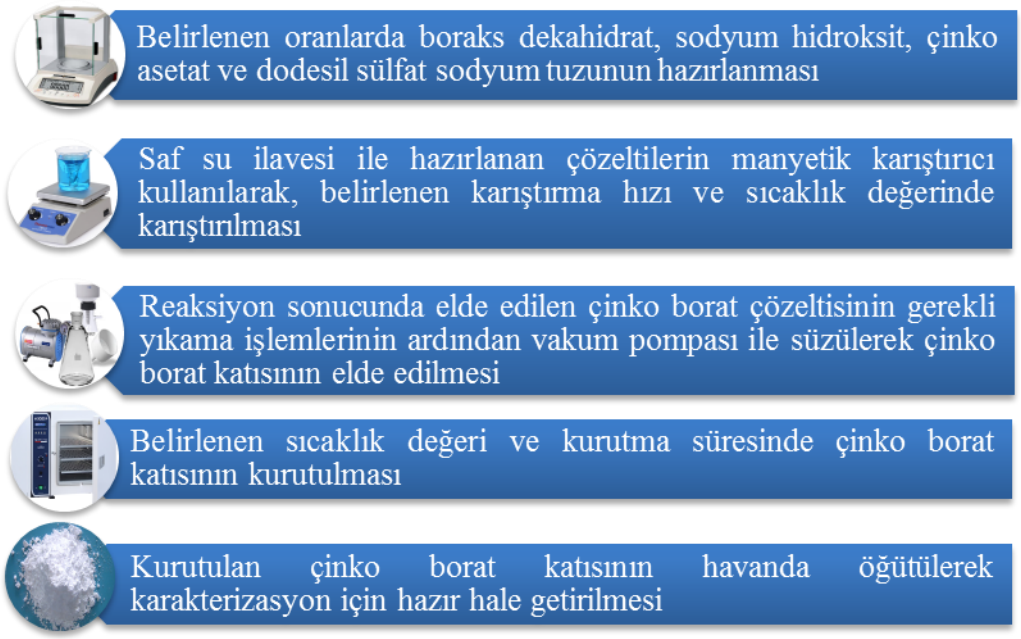
Deneysel çalışma kısmında farklı formülasyonlarda çinko borat bileşikleri üretmek amacıyla çöktürme yöntemi kullanılmıştır. Bor içeren çöktürücü reaktan olarak Boraks Dekahidrat ($Na_2B_4O_7.10H_2O$), çinko iyonu içeren bileşik olarak Çinko Asetat ($C_4H_6O_4Zn$), koordinasyon bileşiği olarak Sodyum Hidroksit (NaOH), yüzey aktif maddesi olarak ise Dodesil Sülfat Sodyum Tuzu ($C_{12}H_{25}NaO_4S$) kullanılmıştır. Bu yöntemin tercih edilmesinin sebebi, diğer çinko borat üretim yöntemlerine kıyasla daha kolay uygulanabilir olması ve maliyetinin düşük olmasıdır. Yöntemin temeli; çinko iyonu içeren bir bileşiğin (Çinko Asetat), bor bileşiği içeren çöktürücü reaktanın da (Boraks Dekahidrat) içerisinde bulunduğu uygun bir koordinasyon bileşiği ile (Sodyum Hidroksit) reaksiyona girerek kompleks bir çözelti elde edilmesine ve elde edilen çözeltinin sıcaklık, derişim vb. parametrelerinin değiştirilerek oluşan çinko kompleksinin parçalanmasına ve çinko iyonlarının çözeltiye geçmesine dayanmaktadır [28]. Bu yöntem ile Çizelge 2.6'da yer alan Zn/Boraks Dekahidrat oranlarına sahip, farklı formülasyonlardaki çinko borat bileşiklerinin üretilmesi amaçlanmaktadır. Dodesil Sülfat Sodyum Tuzu ilave edilerek üretilen çinko borat numuneleri "*" ile gösterilmektedir.

Çizelge 2.6 : Çinko borat bileşiklerinin oluşma oranları.

Ürün No	Zn/ Boraks Dekahidrat
a*	8/1
b	4/1
c	2/1
c*	2/1
d	1/1
d*	1/1
e	2/1,5
e*	2/1,5
f	4/1,5

Çizelge 2.6'da yer alan oranlarda farklı formülasyonlara sahip çinko borat bileşiklerini üretmek amacıyla, belirlenen miktarlarda Boraks Dekahidrat ($Na_2B_4O_7.10H_2O$), Çinko Asetat ($C_4H_6O_4Zn$), Sodyum Hidroksit (NaOH) ve Dodesil Sülfat Sodyum Tuzu ($C_{12}H_{25}NaO_4S$) tartılarak hazırlanmıştır.

Yapılan deneylerin tümü oda sıcaklığında (22℃) gerçekleştirilmiştir. Hazırlanan Boraks Dekahidrat, Dodesil Sülfat Sodyum Tuzu ve Sodyum Hidroksit bileşikleri belirlenen oranda saf su ilave edilerek manyetik karıştırıcı yardımı ile sabit karıştırma hızı (1000 rpm) ve oda sıcaklığında (22℃) yaklaşık olarak 30 dakika boyunca karıştırılmıştır. Belirlenen oranda hazırlanan diğer bir bileşik olan Çinko Asetat da saf su ilave edilerek manyetik bir karıştırıcı yardımı ile sabit karıştırma hızında (750 rpm) ve oda sıcaklığında (22℃) yaklaşık olarak 30 dakika boyunca karıştırılmıştır. İki ayrı beherde yapılan karıştırma işlemlerinin ardından çinko asetat çözeltisi, içerisinde boraks dekahidrat, sodyum hidroksit ve dodesil sülfat sodyum tuzunun bulunduğu behere ilave edilmiş, karıştırma işlemi 1000 rpm sabit karıştırma hızında ve oda sıcaklığında (22℃) toplam 5 saat süren reaksiyon boyunca sürdürülmüştür. Yapılan deneylerde yüzey aktif maddesinin etkisini incelemek için dodesil sülfat tuzu, boraks dekahidrat ve sodyum hidroksit çözeltilerinden sadece önceden belirlenmiş olanlara ilave edilmiştir. 5 saatlik reaksiyon süresinin ardından elde edilen beyaz renkteki çözelti vakum pompası ile katı ve sıvı fazlara ayrılmıştır. Saf su ve etanol ile yapılan yıkama işleminin ardından elde edilen çinko borat katısı, 60℃ sıcaklıktaki etüvde yaklaşık olarak 48 saat kurutulmuştur. Kurutma ve havanda öğütme işlemlerinin ardından elde edilen çinko borat numuneleri güneş almayan nemsiz bir ortamda numune kaplarında saklanmıştır. Çinko borat bileşiklerinin üretim sürecinde yapılan işlemler Şekil 2.1'de basamaklar halinde verilmiştir.



Şekil 2.1 : Çinko boratın üretim basamakları.

2.2.2 Çinko borat katkılı boyanın hazırlanması

Farklı formülasyonlara sahip 10 ayrı çinko borat numunesinin belirtilen üretim basamakları sonucunda elde edilmesinin ardından, çinko borat katkılı sentetik otomotiv boyasının hazırlık sürecine geçilmiştir. Otomotiv boyası olarak, mekanik ve kimyasal direnci yüksek olduğundan dolayı ticari araç ve traktör sektöründe oldukça yaygın olarak kullanılan DYO Sentetik SonKat (Seri-118) otomotiv boyasının beyaz rengi tercih edilmiştir [48]. Boya üzerinde belirtilen boya ve çözücü (tiner) oranları doğrultusunda, 100 kısım sonkat otomotiv boyasına, 20-30 kısım tiner ve kütlece %5 oranında çinko borat katkı maddesi ilave edilerek farklı formülasyonlara sahip 10 ayrı çinko borat katkılı sentetik otomotiv boya numunesi hazırlanmıştır. Hazırlanan karışım oda sıcaklığında, 1000 rpm hızında manyetik bir karıştırıcı kullanılarak homojen hale getirilmiştir.

2.3 Kullanılan Analiz Yöntemleri

Çöktürme yöntemi ile elde edilen farklı formülasyonlara sahip çinko borat numunelerinin karakterizasyonu ve hazırlanan çinko borat katkılı otomotiv boyasının yanmaya karşı dayanım testleri belirlenen şartlarda çeşitli analiz yöntemleri yardımı ile gerçekleştirilmiştir.

2.3.1 ICP-OES (Inductıvely Coupled Plasma) analizi

Analiz, ana elementlerin ve başlıca iz elementlerinin tespitinde kullanılmaktadır. Numune çözeltideki eser elementlerin kütlelerine göre tayin yapılmaktadır [49-50]. Bu analiz, Bursa Teknik Üniversitesi Kimya Mühendisliği Bölümünde, Şekil 2.2'de gösterilen PERKİN ELMER-OPT 8000 DU model ICP-OES cihazında yapılmıştır.



Şekil 2.2 : ICP-OES cihazı.

2.3.2 FTIR (Fourier Transform Infrared) analizi

FTIR analizi organik veya inorganik bileşiklerin karakterizasyonunda kullanılmaktadır. Her maddenin kendine özgü bir spektrumu olduğu için madde hakkında daha ayrıntılı bilgi edinilmektedir [51]. Analiz Bursa Teknik Üniversitesi Lif ve Polimer Mühendisliği Bölümünde, Şekil 2.3'te yer alan NİCOLET-İS50 model cihazda yapılmıştır [52].



Şekil 2.3 : FTIR cihazı.

2.3.3 XRD (X-Ray Diffraction) analizi

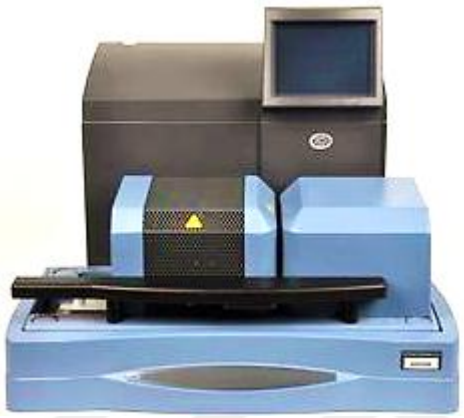
Bu analiz yöntemi optik mikroskop ile belirlenemeyecek kadar küçük tanecik boyutuna sahip maddelerin kristal yapı özelliklerinin incelenmesinde kullanılmaktadır [53]. Analizi yapılan malzemeden kırılan x-ışınlarının tespiti ile malzemenin kristal yapısının özellikleri kolaylıkla incelenebilmektedir [54]. Analiz Orta Doğu Teknik Üniversitesi Merkezi Laboratuvarında, Şekil 2.4'de gösterilen Rigaku Ultima-IV model XRD cihazı kullanılarak yapılmıştır [55].



Şekil 2.4 : XRD cihazı.

2.3.4 TGA (Thermogravimetric Analysis) analizi

Artan sıcaklık sonucunda bir örneğin kütlesinde meydana gelen ağırlık değişimlerini gösteren analiz yöntemidir [56]. Analiz, Çankırı Karatekin Üniversitesi Kimya Mühendisliği Bölümü Laboratuvarında Şekil 2.5'te gösterilen TA Instruments Q600 model cihaz kullanılarak, 25-900℃ sıcaklık aralığında, 20℃/dk ısıtma hızında ve 200 ml/dk azot akış hızındaki azot ortamında yapılmıştır [57].



Şekil 2.5 : TGA cihazı.

2.3.5 SEM (Scanning Electron Microscopy) analizi

Elektronları kullanarak numune yüzeyinden yüksek çözünürlüklü üç boyutlu görüntü alınmasını sağlayan, numunenin yüzey morfolojisini ve zincir yapısını belirlenen boyutlara kadar görüntüleyebilen analiz yöntemidir [58]. Analiz Bursa Teknik Üniversitesi Merkezi Araştırma Laboratuvarında Şekil 2.6'da gösterilen Carl Zeiss / Gemini 300 model cihaz ile yapılmıştır [59].



Şekil 2.6 : SEM cihazı.

2.3.6 Yatay yanmazlık testi

Malzemenin yanmaya karşı dayanımını test etmek için kullanılan analiz yöntemidir. ASTM D5132, ISO 3795, DIN 75200, FMVSS 302, SAE J369, JIS D1201 ve AU 169 yanmazlık standartları doğrultusunda gerçekleştirilmektedir. Analiz, Bursa Teknik Üniversitesi Merkezi Araştırma Laboratuvarında Şekil 2.7'de gösterilen ATLAS –HMV model cihaz ile yapılmıştır [60].



Şekil 2.7 : Yatay yanmazlık test cihazı.

2.3.7 LOI (Limiting Oxygen Index) testi

LOI testi, bir malzemenin yanması için gerekli minimum oksijen miktarının belirlenmesinde kullanılmaktadır [61]. TS 11162-2 EN ISO 4589-2, EN ISO 4589-2 ve ASTM D2863 uluslararası standartları doğrultusunda yapılmaktadır. Test, Anadolu Üniversitesi Sivil Havacılık Araştırma ve Uygulama Merkezi Laboratuvarında Şekil 2.8'de gösterilen LOI test cihazı ile gerçekleştirilmiştir [62].



Şekil 2.8 : LOI test cihazı.

3. ARAŞTIRMA BULGULARI VE TARTIŞMA

3.1 ICP-OES Analiz Sonuçlarının Değerlendirilmesi

Analiz için her bir çinko borat numunesinden yaklaşık olarak 0,5 gram tartılmış, tartılan miktarın üzerine 15 ml seyreltik HCI çözeltisi ilave edilerek, hazırlanan çözelti manyetik bir karıştırıcıda içerisindeki katı çözünene kadar karıştırılmıştır. 100 ml'lik boş balon jojeye alınan çözelti, saf su ilavesi ile 100 ml'ye tamamlanmış ve hazırlanan süzme düzeneği ile süzülmüştür. Süzülen her bir çözeltiden 1 ml alınarak, içerisinde %1'lik HNO_3 bulunan ICP analiz kaplarına konulmuş ve ICP-OES analizi gerçekleştirilmiştir. Analiz sonucunda numunelerde bulunan B ve Zn elementlerinin miktarları ppm cinsinden tayin edilmiş, yapılan hesaplamalar sonucunda elde edilen %ZnO, $\%B_2O_3$, Zn/B oranı ve $xZnO.yB_2O_3.zH_2O$ formundaki çinko borat formülasyonları Çizelge 3.1'de verilmiştir.

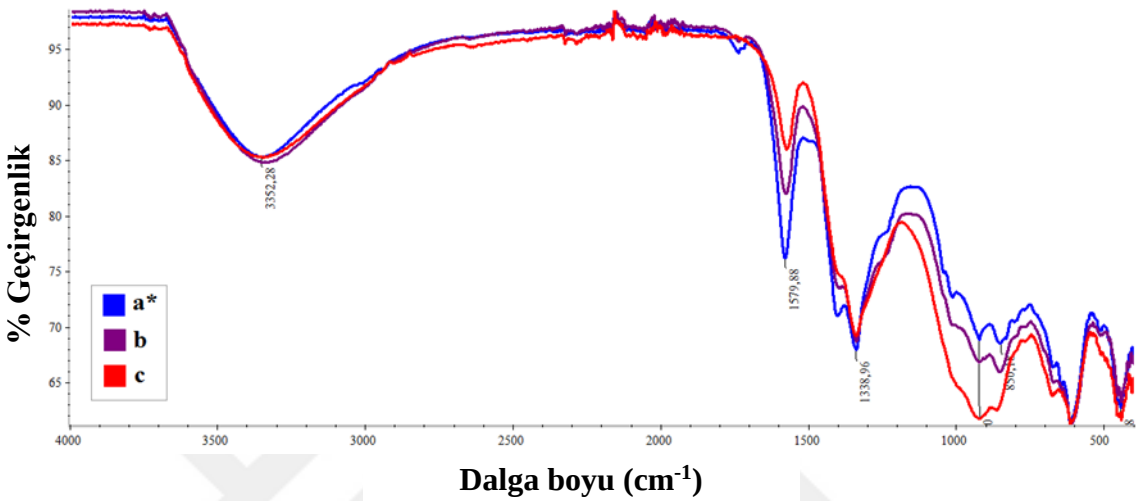
Çizelge 3.1 : Çinko borat bileşiklerinin ICP-OES sonuçları.

Deney Kodu	%ZnO	% B_2O_3	Zn/B Oranı	Formül
a*	40,3	6,47	6/1	$6ZnO.B_2O_3.xH_2O$
b	59,1	13,2	4/1	$4ZnO.B_2O_3.xH_2O$
c	59,9	17,6	3/1	$3ZnO.B_2O_3.xH_2O$
c*	32,9	12,5	2/1	$2ZnO.B_2O_3.xH_2O$
d	62,9	17,5	3/1	$3ZnO.B_2O_3.xH_2O$
d*	40,9	15,2	2/1	$2ZnO.B_2O_3.xH_2O$
e	65,2	18,9	3/1	$3ZnO.B_2O_3.xH_2O$
e*	46,6	21,3	2/1	$2ZnO.B_2O_3.xH_2O$
f	58,5	14,8	3/1	$3ZnO.B_2O_3.xH_2O$

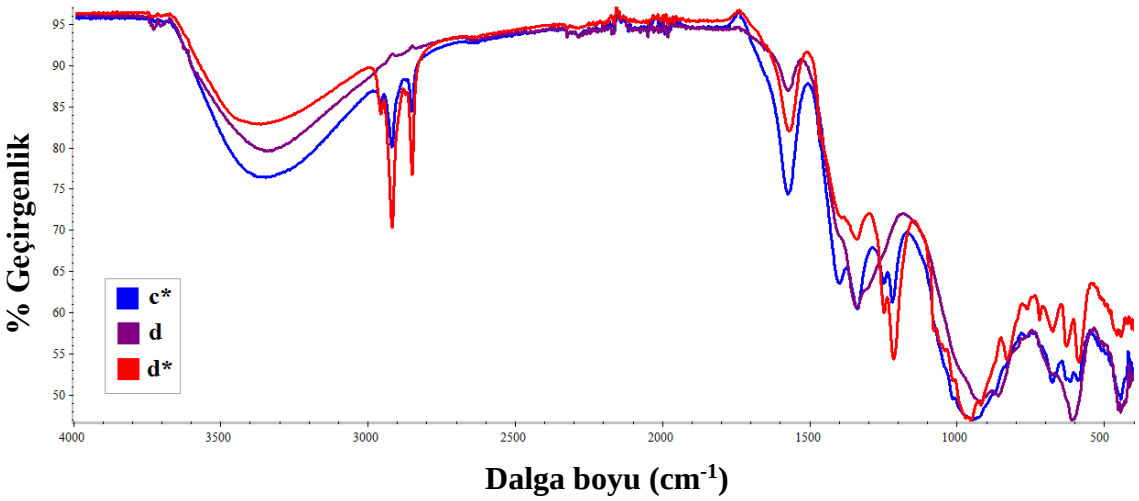
Elde edilen sonuçlara göre en yüksek $\%B_2O_3$ oranının "e*" numunesine ait olduğu görülmektedir. Literatürde geçen çinko borat bileşiklerinin genel olarak ağırlıkça %40-50 B_2O_3 ve %30-40 ZnO içerdiği tespit edilmiştir [26,63]. Çizelge 3.1'de gösterilen sonuçların ise literatür verileri ile oransal olarak benzerlik göstermediği, daha düşük $\%B_2O_3$ ve %ZnO oranına sahip çinko borat bileşiklerinin oluştuğu sonucuna varılmıştır. Elde edilen farklı formülasyonlara sahip çinko borat numunelerinin çinko borat bileşiği özelliği gösterip göstermediği diğer araştırma bulguları ile ispatlanmaya çalışılmıştır.

3.2 FTIR Analiz Sonuçlarının Değerlendirilmesi

500-4000 cm^{-1} dalga boyu aralığında infrared spektroskopisi yöntemi ile taranan farklı çinko borat formülasyonlarına sahip numunelerin analiz sonuçları Şekil 3.1, Şekil 3.2 ve Şekil 3.3'de gösterilen grafikler ile özetlenmiştir. Her bir numuneye ait FTIR analiz sonuçları ve pik değerleri EK-A'da verilmiştir.

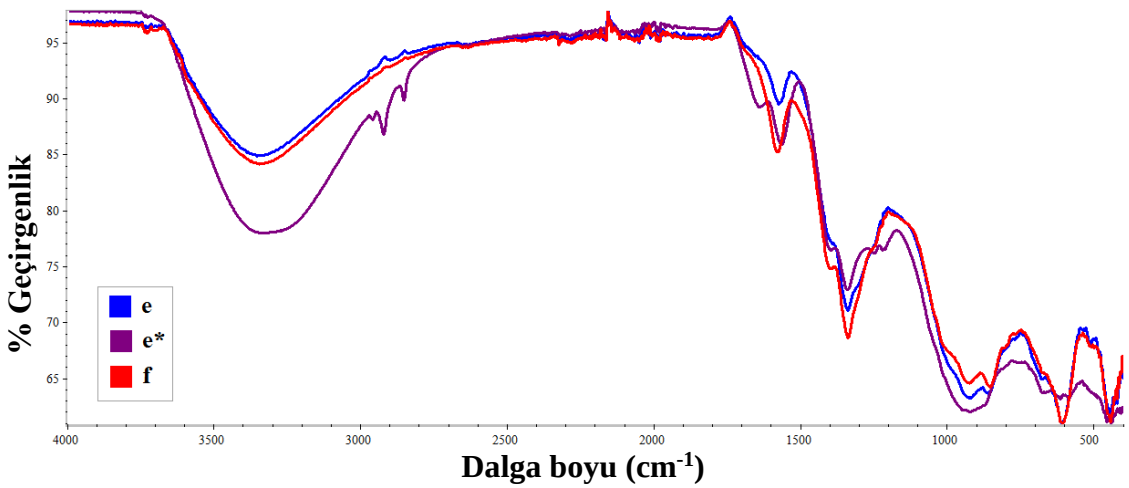


Şekil 3.1 : "a*", "b" ve "c" numunelerine ait FTIR analizi sonuçları.



Şekil 3.2 : "c*", "d" ve "d*" numunelerine ait FTIR analizi sonuçları.

Şekil 3.1 ve Şekil 3.2'ye göre "a*", "b", "c", "c*" ve "d" numuneleri birbirine yakın bölgelerde pik vermiş olup, OMNIC programı yardımı ile 3400-3200 cm^{-1} dalga boyu arasındaki bölgenin birincil alifatik alkolleri gösterdiği tespit edilmiş, 900-1300 cm^{-1} dalga boyu civarındaki piklerin ise karakteristik çinko borat piklerinin varlığını işaret ettiği sonucuna varılmıştır [64].



Şekil 3.3 : "e", "e*" ve "f" numunelerine ait FTIR sonuçları.

Şekil 3.2 ve Şekil 3.3'e göre ise "d*", "e", "e*" ve "f" numunelerinin birbirine yakın bölgelerde pik vermiş olduğu, yine 3400-3200 cm^{-1} dalga boyu arasındaki bölgenin birincil alifatik alkolleri gösterdiği, 900-1300 cm^{-1} dalga boyu civarındaki piklerin ise karakteristik çinko borat piklerine ait olduğu anlaşılmıştır. Literatürde yer alan çinko borat bileşiklerine ait FTIR analizi sonuçları incelendiğinde, tüm numunelerin literatürdeki çinko borat bileşikleri ile yapısal olarak benzerlik gösterdiği sonucuna ulaşılmıştır [25,63,65-67]. Elde edilen analiz sonuçlarındaki yapısal farklılıkların ise yüzey aktif maddesi Dodesil Sülfat Sodyum Tuzunun etkisinden kaynaklandığı düşünülmektedir. "a*", "b", "c", "c*" ve "d" deney kodlu çinko borat numunelerinin FTIR piklerine ait dalga boyu (cm^{-1}) ve absorbans değerleri Çizelge 3.2'de verilmiştir.

Çizelge 3.2 : "a*", "b", "c", "c*" ve "d" numunelerine ait FTIR pikleri.

a*		**b**		**c**		**c***		**d**	
Dalga Boyu (cm^{-1})	**Abs.**	**Dalga Boyu (cm^{-1})**	**Abs.**	**Dalga Boyu (cm^{-1})**	**Abs.**	**Dalga Boyu (cm^{-1})**	**Abs.**	**Dalga Boyu (cm^{-1})**	**Abs.**
444,08	0,233	441,58	0,216	405,59	0,196	444,1	0,205	445,2	0,180
614,24	0,246	610,40	0,230	441,58	0,211	617,5	0,194	609,7	0,186
850,18	0,189	853,89	0,196	613,97	0,212	677,5	0,195	923,0	0,177
922,80	0,187	1338,13	0,178	923,06	0,211	950,5	0,220	1343,2	0,131
1338,96	0,193	1576,10	0,096	1339,2	0,158	1220,2	0,148	1575,8	0,042
1579,88	0,135	3345,93	0,080	1574,6	0,067	1339,2	0,153	3346,2	0,067
3352,28	0,081			3346,2	0,071	1401,3	0,141		
						1574,4	0,095		
						3346,5	0,086		

“d*”, “e”, “e*” ve “f” deney kodlu çinko borat numunelerinin FTIR piklerine ait dalga boyu (cm^{-1}) ve absorbans değerleri Çizelge 3.3’de verilmiştir.

Çizelge 3.3 : “d*”, “e”, “e*” ve “f” numunelerine ait FTIR pikleri.

d*		**e**		**e***		**f**	
Dalga Boyu (cm^{-1})	**Abs.**	**Dalga Boyu (cm^{-1})**	**Abs.**	**Dalga Boyu (cm^{-1})**	**Abs.**	**Dalga Boyu (cm^{-1})**	**Abs.**
444,06	0,245	444,06	0,186	441,12	0,412	443,07	0,214
586,94	0,268	607,55	0,188	614,68	0,378	607,13	0,215
629,12	0,253	925,93	0,175	923,45	0,399	852,89	0,191
831,01	0,267	1338,78	0,131	1339,57	0,243	1338,60	0,164
953,06	0,328	1574,54	0,043	1563,88	0,109	1578,71	0,070
1247,8	0,222	3354,25	0,063	3325,04	0,184	3346,47	0,076
1339,9	0,165						
1571,7	0,089						
2918,5	0,152						
3364,9	0,082						

3.3 XRD Analiz Sonuçlarının Değerlendirilmesi

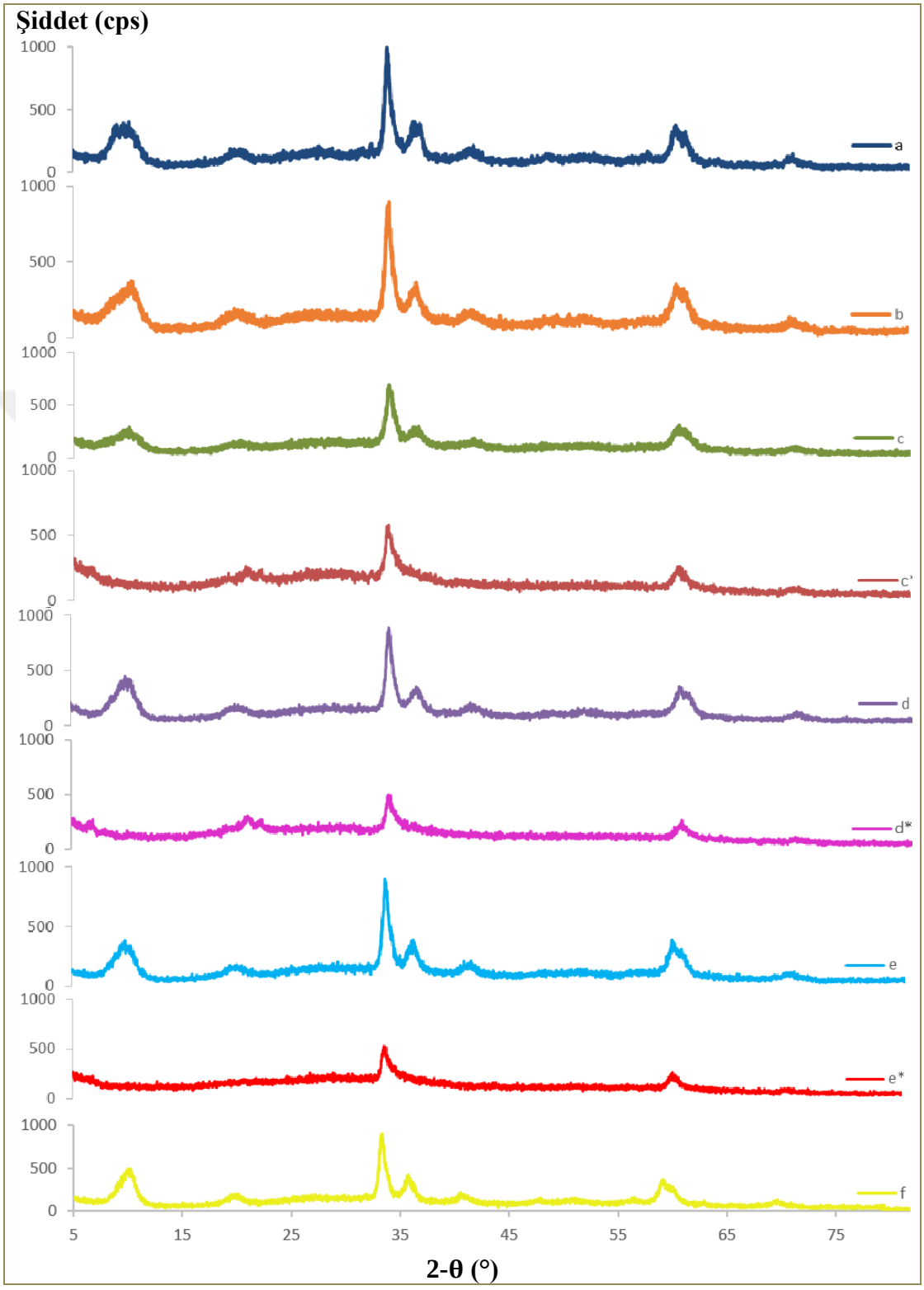
XRD analizi, Cu Kα radyasyonu kullanılarak, 40 kV ve 30 mA’de, 2.000°/dk tarama hızında ve 5°-80° 2θ tarama aralığında gerçekleştirilmiştir. Literatürde çinko borat bileşiklerinin $15° - 70°$ arasında pik verdiği, karakteristik piklerin ise 20°-35° arasında değişiklik gösterdiği bilgisi mevcuttur [65-68]. XRD analizi sonucunda elde edilen, her bir numuneye ait %100’lük karakteristik piklerin listesi Çizelge 3.4’de yer almaktadır.

Çizelge 3.4 : Çinko borat bileşiklerine ait karakteristik XRD pikleri.

Deney Kodu	**Karakteristik Pik**
a*	33,182
b	33,110
c	33,24
c*	33,04
d	33,125
d*	33,09
e	33,181
e*	33,32
f	33,194

Çizelge 3.4’e göre tüm numuneler ∼33°’de karakteristik piklerini vermiştir. Analiz sonuçları ayrıca Şekil 3.4’te gösterilen ortak bir grafik ile özetlenmiştir. Tüm çinko borat numunelerinin birbirine yakın bölgelerde pik verdiği açıkça görülmektedir. Her bir numuneye ait XRD analiz sonuçları ve pik değerleri ise EK-B’de verilmiştir.

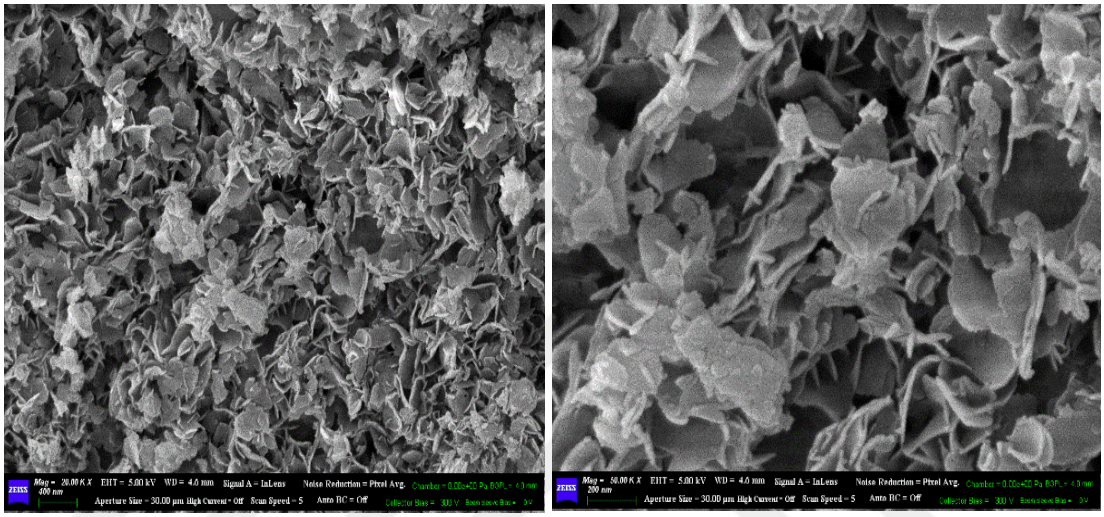
Elde edilen sonuçlardan literatürde yer alan çinko boratlar ile birebir örtüşen bir sonuç olmamasına rağmen büyük ölçüde yapısal benzerliklere rastlanmıştır [65-68].



Şekil 3.4 : Tüm örnekler için XRD ortak sonucu.

3.4 SEM Analiz Sonuçlarının Değerlendirilmesi

Carl Zeiss / Gemini 300 model cihaz ile gerçekleştirilen SEM analizi öncesinde, net bir görüntü elde edebilmek için her bir çinko borat numunesine altın kaplama işlemi uygulanmış, ölçümler 5,00 kV akımda gerçekleştirilmiştir. Yüzey aktif maddesi Dodesil Sülfat Sodyum Tuzu ilave edilerek üretilen çinko borat numuneleri "*" ile gösterilmekte olup, "a*" deney kodlu çinko borat numunesinin 20 000 ve 50 000 büyütme oranlarında alınmış SEM görüntüleri Şekil 3.5 'de verilmiştir.



(a) (b)

Şekil 3.5 : "a*" deney kodlu çinko borat numunesinin SEM görüntüsü.
(a) 20 000 büyütme oranında. (b) 50 000 büyütme oranında.

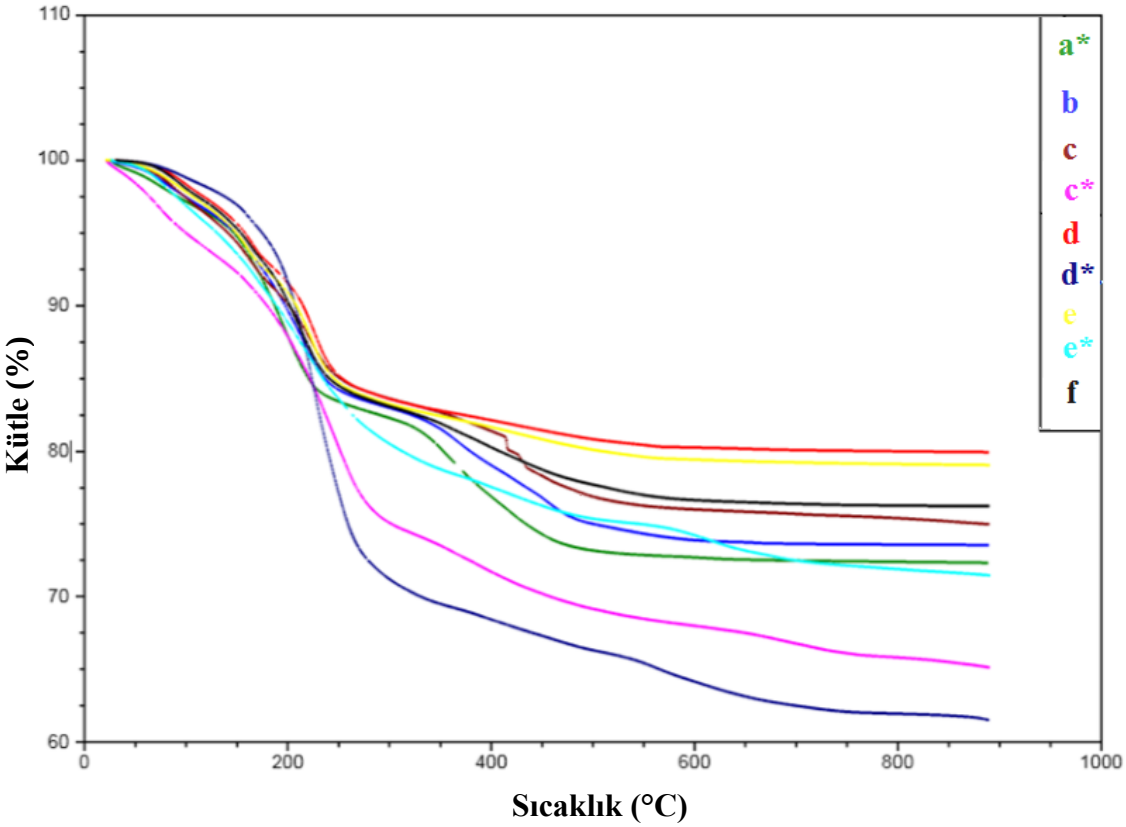
Düzensiz şekillerdeki belirgin ince tabakalardan oluşan çinko borat bileşiklerinin literatürde geçen çinko borat örnekleri ile paralellik gösterdiği görülmektedir [26,29,69]. Farklı formülasyonlardaki diğer çinko borat numunelerine ait SEM görüntüleri ise EK-C'de verilmiştir. Örneklerden "a*", "b", "e" ve "f" gözle görülebilen, daha belirgin yapıdaki ince tabakalara sahipken, "c*", "d*" ve "e*" örneklerinin yapısında yüzey aktif maddesi Dodesil Sülfat Sodyum Tuzunun, "d" örneğinde ise yapıya katılmayan Sodyum Hidroksit'in eksikliğinden kaynaklanabilecek farklılıkların olduğu görülmektedir. Örneklerin partikül boyutu ImageJ programı ile ölçülmüş, her bir örnek için yapılan 25 adet ölçüm sonucunda elde edilen ortalama partikül uzunlukları ve kalınlıkları Çizelge 3.5'de verilmiştir [70]. Elde edilen sonuçlara göre farklı formülasyonlara ve farklı kristal yapılara sahip olmalarına rağmen, genel olarak tüm çinko borat örneklerinin partikül boyut ve partikül kalınlıklarının birbirine yakın olduğu görülmektedir.

Çizelge 3.5 : Çinko borat bileşiklerinin partikül büyüklükleri.

Deney Kodu	Partikül Boyutu (nm)	Partikül Kalınlığı (nm)
a*	280,875	16,643
b	199,091	16,452
c	165,149	18,540
c*	128,980	15,704
d	155,702	19,088
d*	110,126	12,854
e	132,498	17,748
e*	116,686	13,978
f	132,608	14,966

3.5 TGA Sonuçlarının Değerlendirilmesi

Farklı formülasyonlardaki çinko borat bileşiklerinin ısıl kararlılıkları azot ortamında, 20°C/dk ısıtma hızında ve 25-900°C sıcaklık aralığında gerçekleştirilen TGA analizi ile incelenmiş, her bir numunenin sıcaklığa bağlı kütle (%) değişimleri Şekil 3.6'da yer alan tek bir grafik ile gösterilmiştir. Her bir örnek için elde edilen TGA analizi sonuçları ise EK-D'de verilmiştir.



Şekil 3.6 : Tüm örnekler için TGA ortak sonucu.

Şekil 3.6'da da görüldüğü gibi tüm numuneler için yapılan TGA analizi sonuçları birbirine benzerlik göstermekte, en yüksek kütle kaybının "d*" numunesinde, en düşük kütle kaybının ise "d" numunesinde gerçekleştiği görülmektedir. Genel olarak bozunma işlemi üç basamak şeklinde gerçekleşmiş, 100℃'ye kadar olan kütle kaybının numunenin içerisinde mevcut olan nemden kaynaklandığı sonucuna varılmıştır. Literatürde yer alan çalışmalarda farklı formülasyonlardaki çinko borat bileşiklerinin dehidrasyon sıcaklıklarının ortalama 100℃-400℃, kütle kaybının ise ortalama %15-20 arasında olduğu bilinmektedir [26,63,65,68]. Her bir numune için TGA grafiklerinden elde edilen kalıntı yüzdeleri ve bozunma basamakları Çizelge 3.6'da özetlenmiştir.

Çizelge 3.6 : Çinko borat bileşiklerinin bozunma basamakları.

Deney Kodu	1. Bozunma Basamağı		2. Bozunma Basamağı		3. Bozunma Basamağı		Nihai % Kütle
	Bozunma Başlangıç Sıcaklığı (℃)	Bozunma Bitiş Sıcaklığı (℃)	Bozunma Başlangıç Sıcaklığı (℃)	Bozunma Bitiş Sıcaklığı (℃)	Bozunma Başlangıç Sıcaklığı (℃)	Bozunma Bitiş Sıcaklığı (℃)	
a*	100,00	230,07	230,07	330,77	330,77	494,87	72,28
b	100,00	248,72	248,72	330,77	330,77	498,60	73,51
c	100,00	250,58	250,58	414,69	414,69	556,41	74,96
c*	100,00	267,37	267,37	378,32	378,32	648,72	65,09
d	100,00	251,52	251,52	367,13	367,13	596,56	79,91
d*	100,00	278,55	278,55	532,17	532,17	691,61	61,48
e	100,00	245,92	245,92	351,28	351,28	573,19	79,01
e*	100,00	390,44	390,44	550,82	550,82	720,51	71,42
f	100,00	239,39	239,39	351,28	351,28	589,98	76,18

Çizelge 3.6'da verilen sonuçlara göre nihai %kütle ve %Nem değeri dışındaki kütle kaybının $\%H_2O$ miktarını verdiği literatürde yer alan çalışmalarda mevcuttur [71,72]. Bu doğrultuda ICP-OES analizi sonucunda elde edilen %ZnO ve $\%B_2O_3$ oranlarından ve TGA grafiklerinden elde edilen $\%H_2O$ ve %Nem miktarlarından yola çıkılarak elde edilen çinko borat formülasyonları Çizelge 3.7'de verilmiştir. Literatürde yer alan $3ZnO.5B_2O_3.14H_2O$, $2ZnO.3B_2O_3.7H_2O$ ve $ZnO.B_2O_3.2H_2O$ çinko borat formülasyonlarının dehidrasyon sıcaklıklarının 100-250℃ arasında olduğu bilinmektedir [26]. %Kütle kaybı oranı yüksek olmasına rağmen her bir numune için günümüzde kullanılan mevcut çinko borat bileşiklerine yaklaşık dehidrasyon sıcaklıklarına sahip çinko borat formülasyonlarının elde edildiği anlaşılmıştır.

Çizelge 3.7 : TGA verilerinden elde edilen çinko borat formülasyonları.

Deney Kodu	%ZnO	%B_2O_3	%Nem	%H_2O	Formül
a*	40,3	6,47	2,877	24,843	$6ZnO.B_2O_3.15H_2O$
b	59,1	13,2	2,492	23,998	$4ZnO.B_2O_3.7H_2O$
c	59,9	17,6	2,602	22,438	$3ZnO.B_2O_3.5H_2O$
c*	32,9	12,5	4,719	30,191	$2ZnO.B_2O_3.9H_2O$
d	62,9	17,5	1,670	18,420	$3ZnO.B_2O_3.4H_2O$
d*	40,9	15,2	1,219	37,301	$2ZnO.B_2O_3.9,5H_2O$
e	65,2	18,9	2,148	18,842	$3ZnO.B_2O_3.3,8H_2O$
e*	46,6	21,3	3,136	25,444	$2ZnO.B_2O_3.5H_2O$
f	58,5	14,8	1,938	21,882	$3ZnO.B_2O_3.6H_2O$

3.6 Yatay Yanmazlık Test Sonuçlarının Değerlendirilmesi

Farklı formülasyonlarda çinko borat katkılı sentetik otomotiv boyasının yanmaya karşı dayanımı hakkında fikir edinebilmek için yatay yanmazlık testi yapılmıştır. Test standartları doğrultusunda hazırlanan 356 mm*100 mm*2 mm boyutundaki kauçuk levhalar boyasız levha, katkısız boyalı levha ve çinko borat katkılı boyalı levhalar olmak üzere gruplara ayrılmıştır. Hazırlanan levhaların ön ve arka yüzü eşit ve homojen bir şekilde fırça yardımı ile 2-3 kat olacak şekilde boyanarak 24 saat kurumaya bırakılmış, Şekil 3.7 ’de gösterildiği gibi test için hazır hale getirilmiştir.



(a) (b) (c)

Şekil 3.7 : (a) Boyasız levha. (b) Katkısız boyalı levha. (c) Çinko borat katkılı boyalı levha.

Belirlenen standartlar doğrultusunda gerçekleştirilmiş Şekil 3.8’de gösterilen testten her bir numune için 3 tekrar yapılmış, numunelere belirli bir mesafeden 3.8 cm boyundaki alev temas ettirilerek numunenin alev alıp almayacağına, alev alarak yanmaya başlayan numunelerin ise numune boyutu ve yanma süresi göz önünde bulundurularak yanma hızlarına bakılmıştır.



(a) **(b)**

Şekil 3.8 : Yatay yanmazlık testi. (a) Deney sistemi. (b) Numunenin yanma anı.

Boyasız, katkısız boyalı ve çinko borat katkılı boyalı her bir levha için gerçekleştirilen yatay yanmazlık testinin sonuçları Çizelge 3.8'de yer almaktadır.

Çizelge 3.8 : Yatay Yanmazlık Test Sonuçları.

Deney Kodu	Yatay Yanmazlık Testi (mm/dk)
Boyasız Levha	21,06±2,1
Katkısız Boyalı Levha	18,19±2,7
a*	0
b	17,80±2,5
c	16,50±2,3
c*	0
d	10,38±1,8
d*	9,76±1,2
e	14,60±2,1
e*	0
f	11,30±1,9

Sonuçlara göre "a", "c*" ve "e*" deney kodu ile gösterilen çinko borat katkılı boya ile boyalı levhalar yanmazken, "d", "d*", "e" ve "f" kodlu örneklerin boyasız levha ve katkısız boyalı levhalara göre daha düşük yanma hızına sahip oldukları ve yanma hızını düşüren alev geciktirici katkı maddesi olarak işlev gördükleri sonucuna varılmıştır. Bu numunelerin katkısız boyalı levhanın yanma hızına göre sırasıyla %43, %46, %20 ve %38 oranında yanma hızını azalttığı tespit edilmiştir. "b" ve "c" deney kodu ile gösterilen numunelerin ise yanma hızını arttırarak numunelerin daha hızlı bir şekilde yanmalarına neden olduğu görülmektedir. Bu durum sentetik otomotiv boyasına katılan çinko borat miktarının yanma hızını düşürmek için yeterli olmadığının, boya içerisindeki çinko borat miktarının ise homojen bir şekilde dağılmadığının bir göstergesidir.

3.7 LOI (Limiting Oxygen Index) Test Sonuçlarının Değerlendirilmesi

Farklı formülasyonlarda çinko borat katkılı sonkat sentetik otomotiv boyasının yanması için gerekli oksijen miktarını belirlemek amacıyla LOI (Limiting Oxygen Index) testi yapılmıştır. Test standartları doğrultusunda her bir boya numunesini test edebilmek için, numune başına 10 adet, 100 mm* 10 mm* 10 mm boyutlarında ahşap çubuklar hazırlanmış, çubukların 50 mm'ye kadar olan kısımları işaretlenerek çinko borat katkılı boya, fırça yardımı ile 2-3 kat uygulanarak homojen bir şekilde boyama işlemi gerçekleştirilmiştir. Hazırlanan boyalı ahşap çubukların bir örneği Şekil 3.9'da gösterilmektedir.



Şekil 3.9 : Çinko borat katkılı boya ile boyanmış ahşap çubuklar.

LOI (Limiting Oxygen Index) testi, yatay yanmazlık testi sonuçlarına göre sadece yanmayan veya yanma hızını düşüren örneklere uygulanmıştır. Bu doğrultuda boyasız ahşap örnekler referans numune olarak kullanılmış, "a*", "c*", "d*" ve "e"*" deney kodu ile gösterilen farklı formülasyonlarına sahip çinko borat katkılı sentetik boyalar ile boyalı numunelerin yanması için gerekli oksijen miktarı hesaplanmıştır. Test sonucunda elde edilen veriler Çizelge 3.9'da verilmiştir.

Çizelge 3.9 : LOI (Limiting Oxygen Index) Test Sonuçları.

Deney Kodu	**LOI (Limiting Oxygen Index) Testi** (%)
Referans	24,7
a*	28,6
c*	26,7
d*	25,8
e*	26,7

Literatürde yer alan LOI (Limited Oxygen Index) testi için alev geciktiriciler sınıflandırmasına göre LOI Değeri; LOI<%24 olan malzemeler yanabilir-alev

alabilir, %24≤LOI≤%28 değerleri arasındaki malzemeler sınırlı alev geciktirici, %29≤LOI≤%34 arasındaki değere sahip olanlar alev geciktirici, %34≤LOI olanlar ise ekstra alev geciktirici olarak sınıflandırılmaktadır [22]. Elde edilen sonuçlara göre referans numune haricindeki 4 numunenin de sınırlı alev geciktirici özelliğe sahip olduğu görülmektedir. Literatürde ve incelenen patent vb. çalışmalarda çinko borat bileşikleri için ulaşılan en yüksek LOI (Limited Oxygen Index) değeri %55 iken (kullanılan çinko borat miktarı kütlece %12), analizi yapılan dört farklı çinko borat numunesi için elde edilen değerlerin (kullanılan çinko borat miktarı kütlece %5) beklentilerin aşağısında kaldığı anlaşılmıştır [73]. Bunun nedeninin hazırlanan boyaların ahşap yüzeylere homojen bir şekilde ve yeterli kalınlıkta uygulanmamasından kaynaklandığı, seçilen ahşap numunenin türünün de malzemenin yanma özelliklerini etkilediği sonucuna varılmıştır.

4. SONUÇ VE ÖNERİLER

Farklı formülasyonlara sahip çinko borat bileşiklerinin, otomotiv sektöründe son kat otomotiv boyası olarak kullanılan sentetik otomotiv boyasına ilavesinin, boyanın yanmazlık özelliği üzerindeki etkilerinin incelendiği bu çalışmada, çinko borat bileşikleri belirlenen Zn/Boraks Dekahidrat oranlarında, çöktürme yöntemi kullanılarak, oda sıcaklığında (22 ℃) ve 1000 rpm'lik karıştırma hızında üretilmiş ve üretilen bileşiklerin karakterizasyonu için ICP-OES, FTIR, XRD, SEM ve TGA analizleri gerçekleştirilmiştir.

- ICP-OES analizi sonuçlarına göre, üretilmesi hedeflenen farklı Zn/Boraks Dekahidrat oranlarına sahip çinko borat bileşiklerinin $\%B_2O_3$ oranlarının, literatürde yer alan standart çinko borat bileşim oranlarının yanında düşük kaldığı, elde edilen bileşiklerin üretiminin oda sıcaklığında gerçekleştirilmesinden dolayı çinko borat oluşumu için yeterli ve uygun sıcaklığın sağlanamadığı, dolayısı ile %ZnO ve $\%H_2O$ oranı daha yüksek olan, kısmen çinko oksit özelliği gösteren bileşiklerin elde edildiği anlaşılmıştır.
- FTIR analizi sonuçlarına göre, elde edilen bileşiklerin pik verdiği bölgelerin literatür ile benzerlik gösterdiği, çinko borat bileşiğine ait karakteristik piklerin (600-630 cm^{-1}, 820-880 cm^{-1}, 1000-1100 cm^{-1}, 1300-1390 cm^{-1}) tüm örneklerde mevcut olduğu ve elde edilen bileşiklerin çinko borat yapısına sahip olduğu anlaşılmıştır.
- XRD analizi sonuçlarına göre, tüm çinko borat numunelerinin 33° difraksiyon açısında karakteristik piklere sahip olduğu ve bu değerlerin literatürde yer alan çalışmalar (20-35° difraksiyon açısına sahip çinko borat bileşikleri) ile paralellik gösterdiği sonucuna ulaşılmıştır.
- SEM analizi sonuçlarına göre, çinko borat numunelerinin ince tabakalı bir yapıdan oluştuğu ve standart çinko borat bileşiğinin yapısı ile benzerlik gösterdiği, elde edilen ortalama partikül boyutunun 110-280 nm, partikül

kalınlığının ise 12-19 nm arasında değiştiği sonucuna varılmış ve literatürde örnekleri mevcut olan bir yapının elde edildiği sonucuna ulaşılmıştır.

- TGA sonuçlarına göre, üretilen tüm numuneler için 100°C'ye kadar olan kütle kaybının, numune içerisinde var olduğu düşünülen nemden dolayı olduğu anlaşılmıştır. Her bir numune için elde edilen toplam kütle kaybı literatür verilerinden (%15-20 oranında kütle kaybı) yüksek olmasına rağmen, her bir numune için günümüzde kullanılan mevcut çinko borat bileşiklerine yaklaşık dehidrasyon sıcaklıklarına sahip çinko borat formülasyonlarının elde edildiği anlaşılmıştır.

Karakterizasyon için yapılan analizlerin ardından çinko borat katkılı sentetik otomotiv boyasının hazırlanmasına geçilmiş, belirlenen oranlarda boya, çözücü ve çinko borat içeren boya karışımları hazırlanmıştır. Çinko borat katkılı boya numunelerinin yanmazlık ve yanmaya karşı dayanım özelliklerinin belirlenebilmesi için Yatay Yanmazlık ve LOI (Limiting Oxygen Index) testleri yapılmıştır.

- Yatay yanmazlık test sonuçlarına göre "a", "c*" ve "e*" deney kodu ile gösterilen çinko borat katkılı boya ile boyalı levhalar yanmazken, "d", "d*", "e" ve "f" kodlu örneklerin yanan örneklere göre daha düşük yanma hızına ve çok etkin olmasa da alev geciktirici özelliğe sahip olduğu görülmüştür.

- LOI (Limiting Oxygen Index) testi sonuçlarına göre, analizi yapılan örneklerin tümü sınırlı alev geciktirici davranışı sergilemiştir. Uygun yüzey, doğru boya kalınlığı ve homojen bir uygulama ile %oksijen oranı daha yüksek sonuçların alınabileceği düşünülmektedir.

Yapılan analizler sonucunda; "a*", "b", "c", "c*", "d", "d*", "e", "e*" ve "f" numunelerine ait tüm çinko borat bileşiklerinin uygun sıcaklık ve karıştırma süresi ile daha verimli bir şekilde üretilebileceği, bunun sonucunda yüksek sıcaklıklarda bozunmayan, yanma dayanımı yüksek, otomotiv boya sektöründe etkin olarak kullanılabilecek katkı maddelerinin elde edilerek çalışmanın geliştirilebileceği düşünülmektedir.

4.1 Öneriler

Yapılan yüksek lisans çalışması ile uygun şartlar ve ortam sağlandığı takdirde çinko borat bileşiğinin otomotiv boyasına yanmazlık özelliği kazandırabileceği sonucuna ulaşılmıştır. Bu çalışmanın, otomotiv boya sektöründe ve yanmazlık alanında daha verimli ve etkin olarak kullanılabilmesi için geliştirilmesi gereken/geliştirilmesi önerilen kısımları aşağıda maddeler halinde verilmiştir.

- İstenen standart bileşime sahip çinko borat bileşiklerinin üretilebilmesi için, yapılan deneysel çalışmanın yüksek sıcaklıklarda (325℃ vb.), uygun karıştırma hızında, şırınga pompası vb. kullanılarak ilave işlemi belirli aralıklarda ve sabit bir hızda yapılacak şekilde ve yeterli karışma süresinde gerçekleştirilmesi önerilmektedir.
- Homojen yapıda ve tanecik boyutu daha küçük çinko borat bileşiklerinin üretilebilmesi için, numunelerin havanda öğütme işlemi yerine karıştırıcı bilyalı (spex) değirmen vb. kullanılarak öğütülmesi daha anlamlı sonuçlar elde edilebilmesi adına tavsiye edilmektedir.
- Çinko borat bileşiğinin boya içerisinde homojen bir şekilde dağılmasını sağlamak için Ultrasonik Homojenizasyon ve Karıştırma işleminin yapılması önerilmektedir.
- Boyanın yanma dayanımı hakkında daha anlamlı sonuçlar elde edebilmek için, boya içerisine ilave edilecek çinko borat bileşiğinin, uygun yapıda, tanecik boyutunda ve doğru miktarda kullanılması, uygulanacak boya için boyanın tutunabileceği doğru bir yüzeyin seçilmesi (boyanın kullanım amacına yönelik), boyanın homojen bir şekilde ve eşit kalınlıkta uygulanması tavsiye edilmektedir.

KAYNAKLAR

[1] Yenmez, N. (2009). Stratejik Bir Maden Olarak Bor Minerallerinin Türkiye İçin Önemi, *İstanbul Üniversitesi Edebiyat Fakültesi Coğrafya Bölümü Coğrafya Dergisi, 19*, 59-94.

[2] Woods, W. G. (1994). An Introduction to Boron: History, Sources, Uses, and Chemistry, *Environmental Health Perspectives*, 102 (7).

[3] Yiğitbaşıoğlu, H. (2004). Türkiye İçin Önemli Bir Maden: Bor, *Ankara Üniversitesi Dil ve Tarih-Coğrafya Fakültesi Coğrafya Bölümü Coğrafi Bilimler Dergisi, 2* (2). doi: 10.1501/Cogbil_0000000046.

[4] Helvacı, C. (2003). Türkiye Borat Yatakları Jeolojik Konumu, Ekonomik Önemi ve Bor Politikası, *Balıkesir Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi, 5* (1), 4-41.

[5] Tombal, T. D., Özkan, Ş. T., Ünver, İ., Osmanlıoğlu, A. E. (2016). Bor Bileşiklerinin Özellikleri, Üretimi, Kullanımı ve Nükleer Reaktör Teknolojisinde Önemi, *Bor Dergisi Journal of Boron, 1* (2), 86-95.

[6] Özkan, Ş. G., Çebi, H., Delice, S., Doğan, M. (1997). Bor Minerallerinin Özellikleri ve Madenciliği, *2. Endüstriyel Hammaddeler Sempozyumu*, (ss. 224-228). İzmir: Etibank Bor Araştırma Merkezi, Ekim 16-17.

[7] Bor Elementi. (t.y.). Erişim: 31 Mart 2019, https://www.boren.gov.tr/Sayfa/bor-elementi/23

[8] ETİ Maden İşletmeleri Genel Müdürlüğü. (2018). Bor Sektör Raporu. Ankara: Strateji Geliştirme Dairesi Başkanlığı.

[9] Buluttekin, M.B. (2008). Bor Madeni Ekonomisi: Türkiye'nin Dünya Bor Piyasasındaki Yeri, *2. Ulusal İktisat Kongresi.* İzmir: DEÜ İİBF İktisat Bölümü, Şubat 20-22.

[10]BorMineralleri. (t.y.).Erişim:31Mart 2019, https://www.boren.gov.tr/Sayfa/bor-mineralleri/24

[11] Bor Mineralleri. (t.y.). Erişim: 31 Mart 2019, http://www.etimaden.gov.tr/bor-mineralleri

[12] Kar, Y., Şen, N., Demirbaş, A. (2006). Boron Minerals in Turkey, Their Application Areas and Importance for the Country's Economy, *Minerals & Energy*, 20 (3-4), 2-10. doi: 10.1080/14041040500504293.

[13] Acarkan, N. (2002). Bor Ürün Çeşitleri ve Kullanım Alanları, *1. Uluslar arası Bor Sempozyumu*, (ss. 1-5). Kütahya: Dumlupınar Üniversitesi, Ekim 3-4.

[14]BorÜrünleri. (t.y.). Erişim: 01 Nisan 2019, https://www.boren.gov.tr/Sayfa/bor-urunleri-sematik/37

[15] Ediz, N., Özdağ, H. (2001). Bor Mineralleri ve Ekonomisi, *Dumlupınar Üniversitesi Fen Bilimleri Dergisi*, 2, 133-151.

[16] Eryıldız, E., Eker, A. A. (2015). Savunma Sanayinde Kullanılan İleri Kompozit Malzemeler ve Uygulama Alanları, *International Journal of Engineering Research and Development*, 2 (4). doi: 10.29137/umagd.379785.

[17] Kök, M., Yakıncı, Z. D. (2016). Borun Sağlık Alanında Kullanımı, *T.C. İnönü Üniversitesi Sağlık Hizmetleri Meslek Yüksekokulu Dergisi,* 5 (7).

[18] Atmaca, H., Sevim, İ. (2007). Borun Otomobil Yakıtı Olarak Kullanılması, *Mühendis ve Makina Dergisi*, 48 (564), 27-31.

[19] Demirel, B., Nasıroğlu, S. (2017). Bor Mineralleri ve Atıklarının Çimentoda Kullanılma Stratejileri, *Fırat Üniversitesi Mühendislik Bilimleri Dergisi*, 29 (1), 95-100.

[20] Tavman, A. (2004). Bor Esaslı Yakıt Hücresi Ve Bataryalar, *Mühendislik ve Fen Bilimleri Dergisi,* 2, 40-45.

[21] Balat, M. (2007). Boron as an Alternate Engine Fuel, *Energy Sources*, A (29),79–83. doi: 10.1080/009083190934013.

[22] Kaya, M., Oz, D. (1999). Mineral Esaslı Alev Geciktirici ve Duman Bastıran Katkı Maddeleri, *3. Endüstriyel Hammaddeler Sempozyumu*, (ss. 152-162). İzmir: Osmangazi Üniversitesi, Ekim 14-15.

[23] Aydın, D., Gürü, M., Ayar, B., Çakanyıldırım, Ç. (2016). Bor bileşiklerinin alev geciktirici ve yüksek sıcaklığa dayanıklı pigment olarak uygulanabilirliği, *Bor Dergisi Journal of Boron*, 1 (1), 33-39.

[24] Poslü, K., Çebi, H. (2001). Özel Bor Kimyasalları Ve Bor Dünyasındaki Gelişmeler, *Madencilik Bülteni,* 062, 25-28.

[25] Akgül, Ö. (2010). *Farklı Bor Minerallerinden Çinko Borat Üretimi*. (Yüksek Lisans Tezi). Yıldız Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul.

[26] Noktacı, V. (2014). *Çinko Borat Sentezi İçin $ZnSO_4$-$Na_2B_4O_7$-H_2O Sisteminde Katı-Sıvı Faz Dengesinin İncelenmesi*. (Yüksek Lisans Tezi). İstanbul Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul.

[27] Yıldız, B. (2006). *Çinko Borat Katkılı Poliüretan Filmlerin Hazırlanması Ve Karakterizasyonu.* (Yüksek Lisans Tezi). İstanbul Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul.

[28] Yüce, S. (2009). *Çinko Borat Üretimi*. (Yüksek Lisans Tezi). İstanbul Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul.

[29] Miroğlu, C. (2005). *Yerli Kaynaklardan Çinko Borat Üretimi Ve Yanmaz Kablo İmalinde Kullanımı.* (Yüksek Lisans Tezi). İstanbul Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul.

[30] Atalay, Ö. (2012). *Magnezyum Borat Sentezi Ve Alev Geciktirici Pigment Olarak Kullanılabilirliği.* (Yüksek Lisans Tezi). Gazi Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Ankara.

[31] Kimyasal Maddeler (Deterjanlar, İlaçlar, Boyalar). (t.y.). Erişim: 01 Nisan 2019, http://kisi.deu.edu.tr/bulent.cavas/ders/bok8.pdf

[32]Türk Boya Sanayisi. (2016). Erişim: 04 Nisan 2019, http://www.kmo.org.tr/resimler/ekler/2e64676b5be4266_ek.pdf

[33] Boya Sektöründe Solvent Kullanımı: İş Güvenliği Açısından Tehlikeleri Ve Alınması Gereken Önlemler. (t.y.). Erişim: 04 Nisan 2019, http://www.isgum.gov.tr/rsm/file/isgdoc/IG5boya_sektorunde_solvent_kullanimi.pdf

[34] Türkiye Cumhuriyeti Ekonomi Bakanlığı. (2015). Boya Sektörü Sektör Raporları. Ankara: İhracat Genel Müdürlüğü Kimya Ürünleri ve Özel İhracat Daire Başkanlığı.

[35] MEGEP Metal Teknolojisi Yüzeyleri Boyama Modülü. (2006). Erişim: 05 Nisan2019,http://www.megep.meb.gov.tr/mte_program_modul/moduller_pdf/Y%C3%BCzeyleri%20Boyama.pdf

[36] Camino, G., Costa, L., Martinasso, L. (1989). Intumescent Fire-retardant Systems, *Polymer Degradation and Stability*, 23, 359-376.

[37] Durğun, Z. G. (2010). *Çeşitli Kalsiyum Boratların Sentezi, Karakterizasyonu Ve Alev Geciktirici Etkinliklerinin İncelenmesi.* (Yüksek Lisans Tezi). Ankara Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Ankara.

[38] Katırcıoğlu, D. (2018). Alev Geciktirici Mineral Dolgu Maddeleri, *Ömer Halisdemir Üniversitesi Mühendislik Bilimleri Dergisi,* 7 (3), 1175-1179. doi: 10.28948/ngumuh.502401

[39] Guidance on alternative flame retardants to the use of commercial pentabromodiphenylether (c-PentaBDE). (2009). Erişim: 02 Nisan 2019, http://chm.pops.int/Portals/0/docs/POPRC4/intersession/Substitution/pentaBDE_revised_Stefan_Posner_final%20version.pdf

[40] Levchik, S. V. (2006). Introduction to Flame Retardancy and Polymer Flammability. *In Flame Retardant Polymer Nanocomposites* (eds A. B. Morgan and C. A. Wilkie). doi:10.1002/9780470109038.ch1

[41] Alıcılar, A., Ökenek, F., Kayran, B., Tutak, M. (2015). Bor Katkili Stiren Akrilik Boyalarin Alev Geciktirme, Duman Bastirma Ve Antibakteriyel Etkinlikleri, *Journal of the Faculty of Engineering and Architecture of Gazi University*, 30 (4), 701-709.

[42] Yang, Y., Shi, X., Zhao, R. (1999). Flame Retardancy Behavior of Zinc Borate, *Journal of Fire Sciences*, 17, 355. doi: 10.1177/073490419901700502

[43] ETİ Holding A.Ş. Genel Müdürlüğü. (2003). Çinko Borat Üretimiön Fizibilite Etüdü. Ankara: Araştırma Geliştirme Dairesi Başkanlığı.

[44] Boraks Dekahidrat. (2019). Erişim: 06 Nisan 2019, http://www.etimaden.gov.tr/storage/pages/March2019/3-boraks-dekahidrat1.pdf

[45] Sodyum Hidroksit Boncuk. (2015). Erişim: 06 Nisan 2019, http://www.tekkim.com.tr/lib_g_sertifika/220.PDF

[46] Çinko Asetat Dihidrat. (2016). Erişim: 06 Nisan 2019, http://www.tekkim.com.tr/lib_g_sertifika/366.PDF

[47] Dodesil Sülfat Sodyum Tuzu. (2016). Erişim: 06 Nisan 2019, http://www.merckmillipore.com/Web-INTL-Site/en_US/-/USD/ShowDocument-File?ProductSKU=MDA_CHEM817034&DocumentType=MSD&DocumentId=817034_SDS_TR_TR.PDF&DocumentUID=586117&Language=TR&Country=TR&Origin=PDP

[48] Dyo Sentetik Oto Boyası. (t.y.). Erişim: 07 Nisan 2019, http://www.mixline.com.tr/uploads/document/118seri.pdf

[49] İndüktif Eşleşmiş Plazma Yöntemi (ICP). (t.y.). Erişim: 08 Nisan 2019, https://acikders.ankara.edu.tr/mod/resource/view.php?id=61074

[50] ICP Test Cihazı. (t.y.). Erişim Tarihi: 08 Nisan 2019, https://www.go-dove.com/en/auction/view?auctionId=13155269&utm_source=lcom&utm_medium=csl&utm_campaign=nullsearch&utm_term=optical

[51] Büyüksırıt, T., Kulesan, H. (2014). Fourier Dönüşümlü Kızılötesi (Ftır) Spektroskopisi Ve Gıda Analizlerinde Kullanımı, *Gıda / The Journal Of Food*, 39 (4), 235-241. doi: 10.5505/gida.43434

[52] FTIR Cihazı. (t.y.). Erişim Tarihi: 10 Nisan 2019, https://www.indiamart.com/proddetail/thermo-fisher-nicolet-is50-ftir-spectrometer-20553782897.html

[53] X Işınları Difraktometresi (XRD). (t.y.). Erişim Tarihi: 11 Nisan 2019, https://www.academia.edu/37779063/X_I%C5%9F%C4%B1nlar%C4%B1_Difraktometresi_XRD_

[54] X-Işını Difraksiyon Laboratuvarı (XRDL). (t.y.). Erişim Tarihi: 11 Nisan 2019, https://merlab.metu.edu.tr/tr/system/files/Belgeler/TanitimBrosurleri/XRDL.pdf

[55] XRD Cihazı. (t.y.). Erişim Tarihi: 11 Nisan 2019, https://www.rigaku.com/en/products/xrd/ultima

[56] Termal Analizler. (2017). Erişim Tarihi: 12 Nisan 2019, https://slideplayer.biz.tr/slide/15207399/

[57] TA Instruments SDT-Q600 Simultaneous TGA / DSC. (t.y.). Erişim Tarihi: 12 Nisan 2019, https://www.artisantg.com/Scientific/74393-1/TA_Instruments_SDT_Q600_Simultaneous_TGA_DSC

[58] Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM). (t.y.). Erişim Tarihi: 12 Nisan 2019, https://acikders.ankara.edu.tr/mod/resource/view.php?id=61082

[59] SEM cihazı. (t.y.). Erişim Tarihi: 13 Nisan 2019, https://www.zeiss.com/microscopy/int/products/scanning-electron-microscopes/geminisem.html

[60] HMV Yatay Yanmazlık Kabini. (t.y.). Erişim Tarihi: 13 Nisan 2019, https://etki.com.tr/urun/hmv-yatay-yanmazlik-kabini-motorlu-tasitlar

[61] Öz, M. K. (2006). *Yanmaya Karşı Dirençli (Fr) Ve Katyonik Boyalarla Boyanabilen (Cd) Polyester Üretimi Ve Bu Polyesterin Elyaf Prosesi*. (Doktora Tezi). Çukurova Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Adana.

[62] Limit Oksijen İndisi Test Cihazı. (t.y.). Erişim Tarihi: 16 Nisan 2019, https://devotrans.com/limit-oksijen-indisi-test-cihazi-dvt-loi.html

[63] Chen, T., Deng, J. C., Wang, L. S., Feng, G. (2009). Preparation and characterization of nano-zinc borate by a new method, *Journal of Materials Processing Technology*, 209, 4076-4079.

[64] Thermo Scientific. (t.y.). OMNIC FTIR Software : [Bilgisayar Yazılımı]. ErişimTarihi:29Mayıs2019, ttps://www.thermofisher.com/order/catalog/product/833-036900?SID=srch-srp-833-036900

[65] Bardakcı, M., Acarali, N., Tuğrul, N., Derun, E. Pişkin, M. (2013). Production of Zinc Borate for Pilot-Scale Equipment and Effects of Reaction Conditions on Yield, *Materials Science (Medžiagotyra)*, 19 (2), 1392-1320.

[66] Tuğrul, N., Acarali, N. (2011). Synthesis of Zinc Borate: Effects of Different Modifying Agents and Isopropyl Alcohol on Yield and Hydrophobicity by Using Zinc Carbonate, *International Conference on Chemistry and Chemical Process*, 10, 55-58.

[67] Organ, G. A., Öztürk, Ö. F. (2016). Synthesis and characterization of Zinc Borate, *Journal of Anatolian Chemistry and Chemical Education Research*, 1 (1), 13-20.

[68] Çakal, G.Ö. (2012). ProductİOn Of Fine Zinc Borate In Industrial Scale, *Chemical Industry & Chemical Engineering Quarterly*, 18 (4), 547−553. doi: 10.2298/CICEQ120224031C

[69] Kipcak, A. S., Şenberber, F. T., Yıldırım, M., Yüksel, S. A., Derun, E., Tuğrul, N. (2016). Characterization and physical properties of hydrated zinc borates synthesized from sodium borates, *Main Group Met. Chem.*, 39 (1-2), 59–66.

[70] National Institutes of Health and the Laboratory for Optical and Computational Instrumentation. (t.y.). IMAGEJ: [Bilgisayar Yazılımı]. Erişim Tarihi: 20 Nisan 2019, https://imagej.nih.gov/ij/download.html

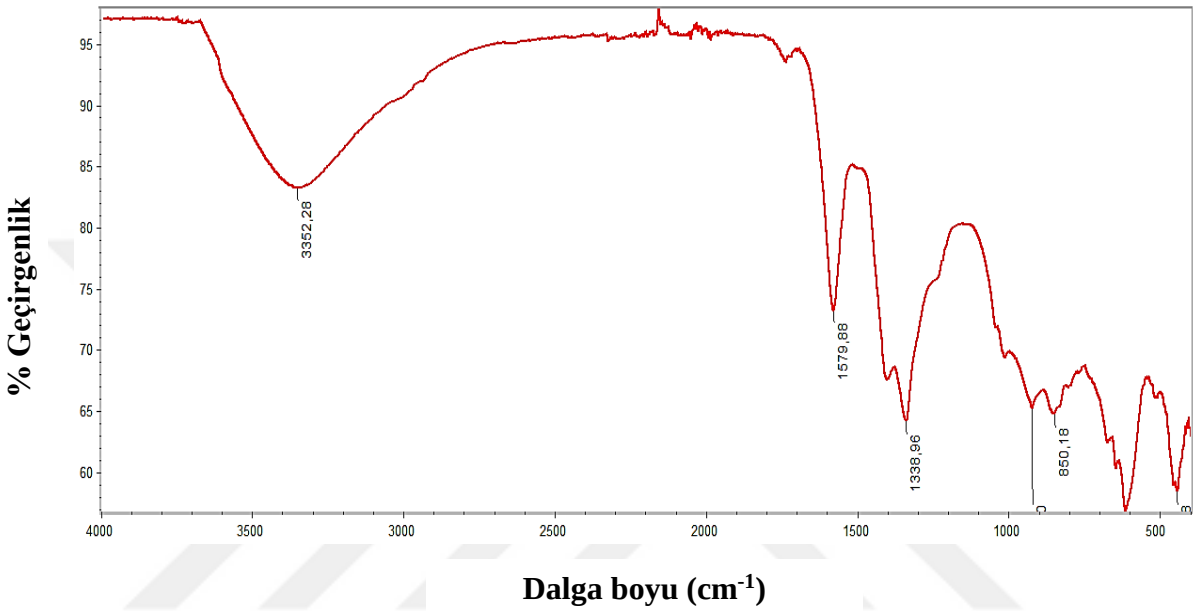
[71] Baltacı, B. (2010). *Synthesis And Characterization Of Nano Zinc Borate And Its Usage As A Flame Retardant For Polymers.* (Yüksek Lisans Tezi). Middle East Technical University, Ankara.

[72] Eltepe, H. E. (2004*). The Development of Zinc Borate Production*. (Yüksek Lisans Tezi). Izmir Institute of Technology, Izmir.

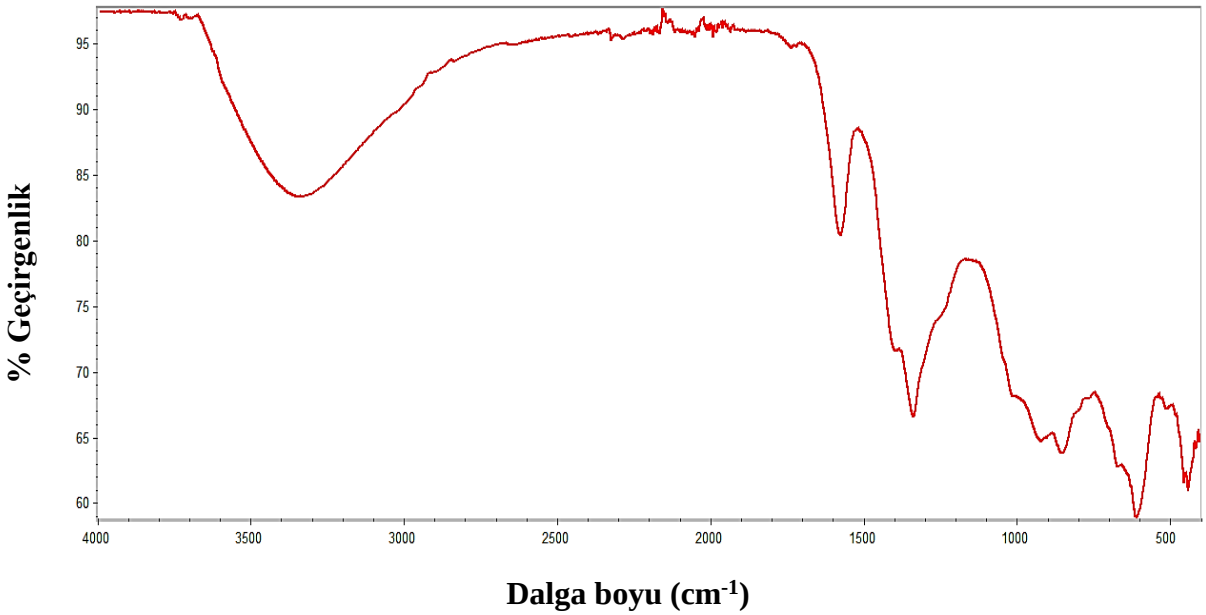
[73] Gürü, M., Ayar, B., Çakanyıldırım, Ç., Özmen, L. (2007). Türk Patent Enstitüsü Patent No. 23871.06. Ankara, Türk Patent Enstitüsü.

EKLER

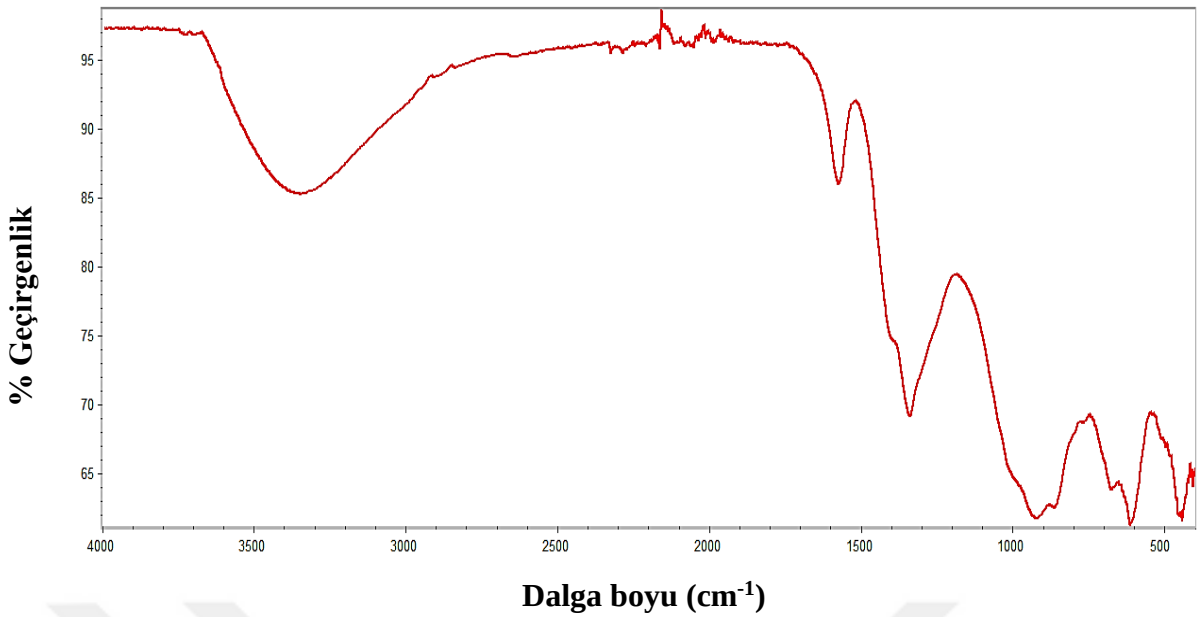
EK A: Çinko Borat Bileşiklerinin FTIR Analizi Sonuçları.



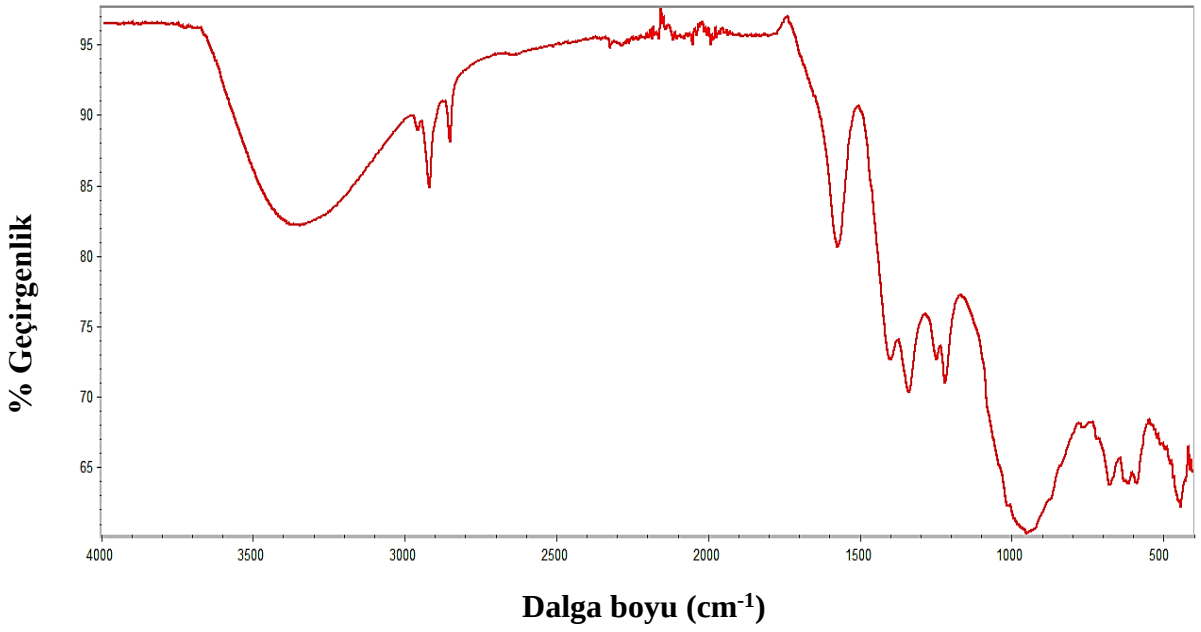
Şekil A.1 : "a*" deney kodlu çinko borat numunesinin FTIR sonucu.



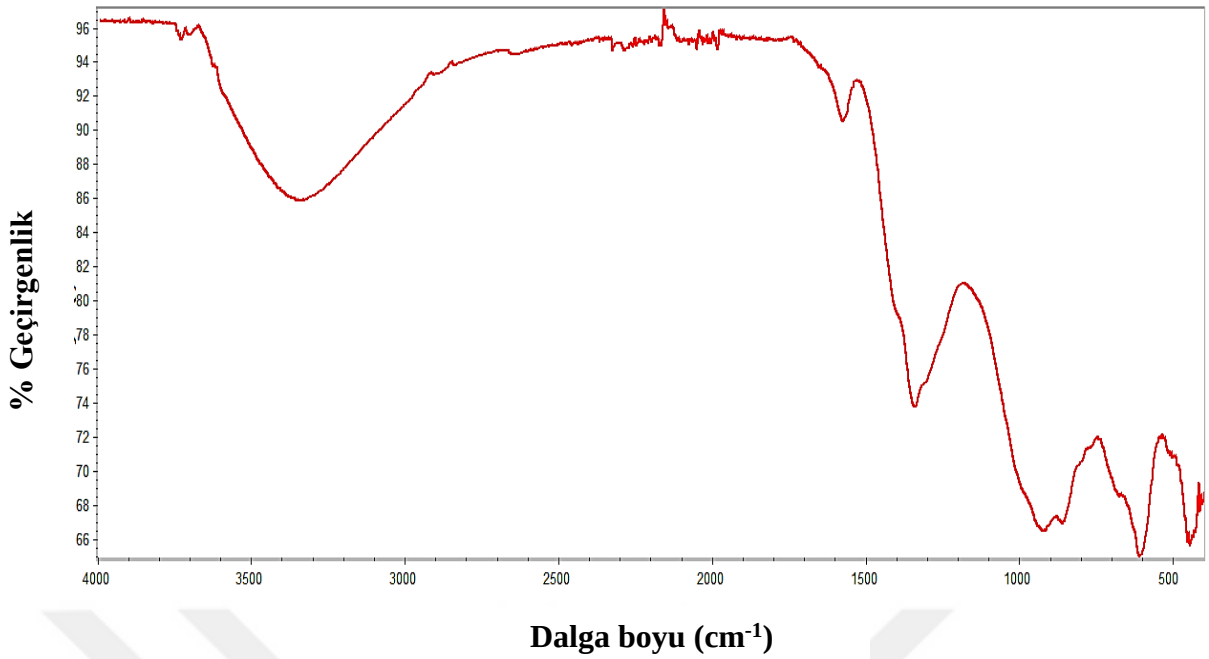
Şekil A.2 : "b" deney kodlu çinko borat numunesinin FTIR sonucu.



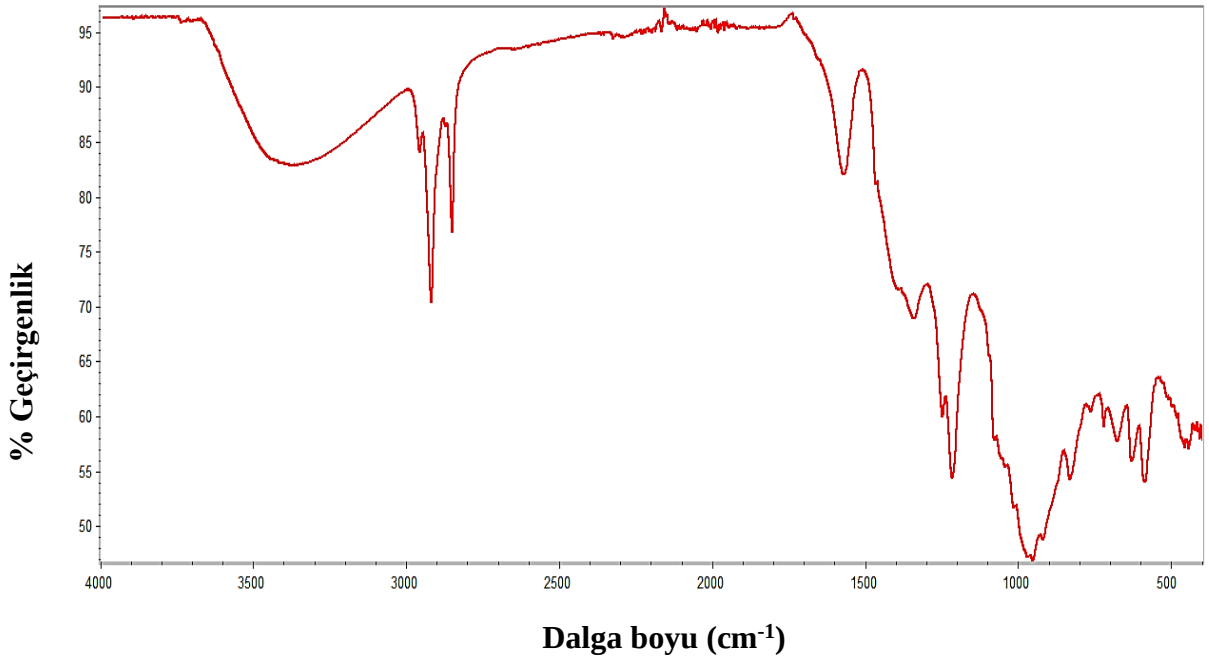
Şekil A.3 : "c" deney kodlu çinko borat numunesinin FTIR sonucu.



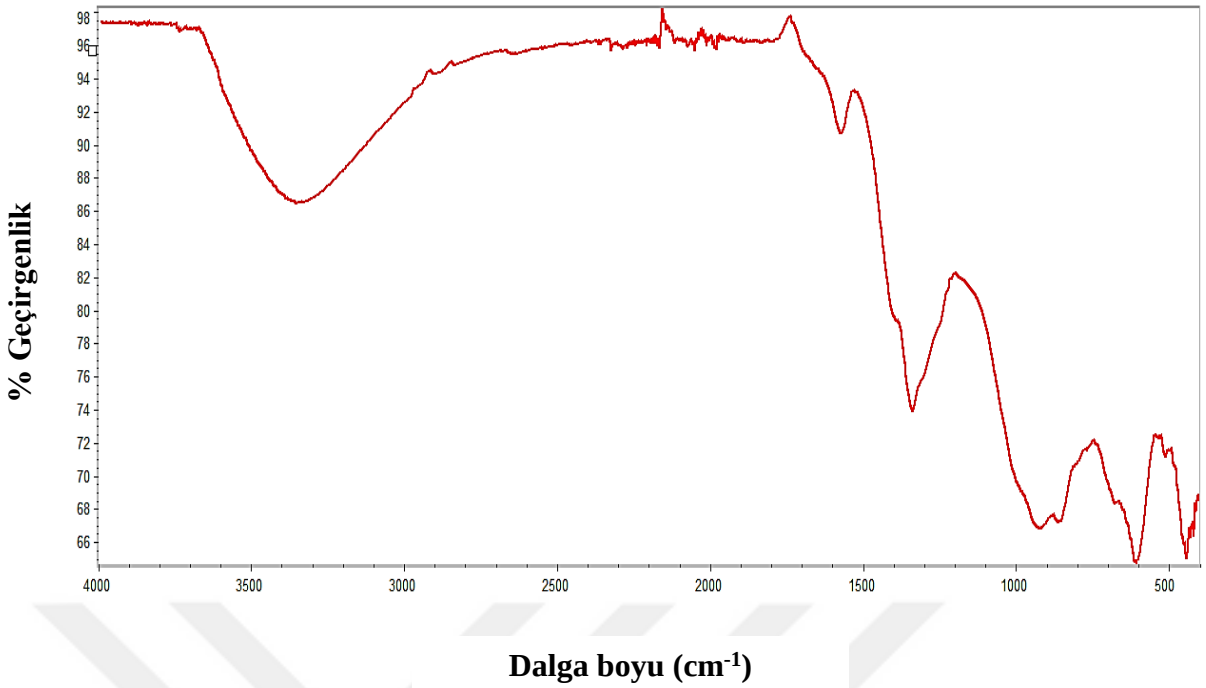
Şekil A.4 : "c*" deney kodlu çinko borat numunesinin FTIR sonucu.



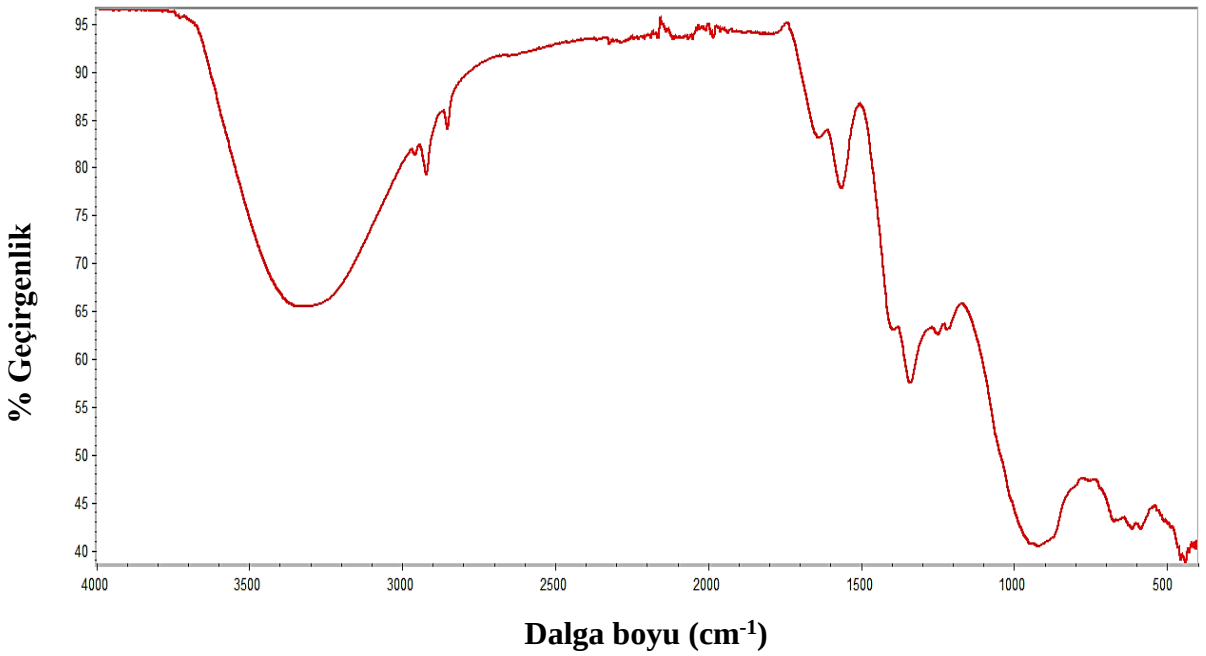
Şekil A.5 : "d" deney kodlu çinko borat numunesinin FTIR sonucu.



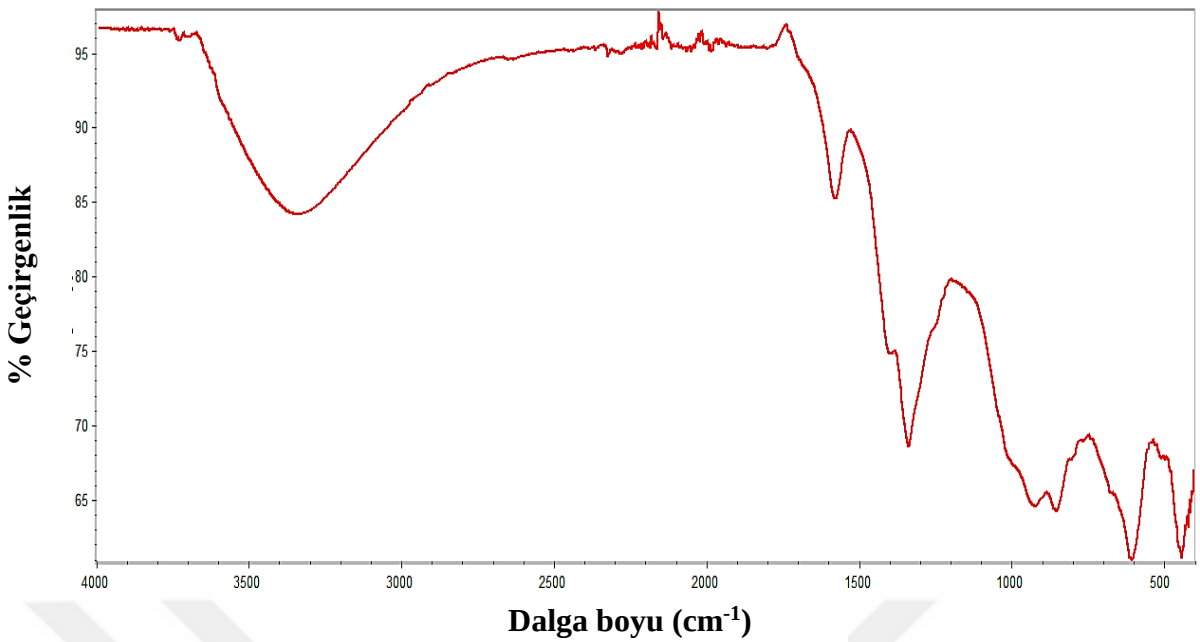
Şekil A.6 : "d*" deney kodlu çinko borat numunesinin FTIR sonucu.



Şekil A.7 : "e" deney kodlu çinko borat numunesinin FTIR sonucu.

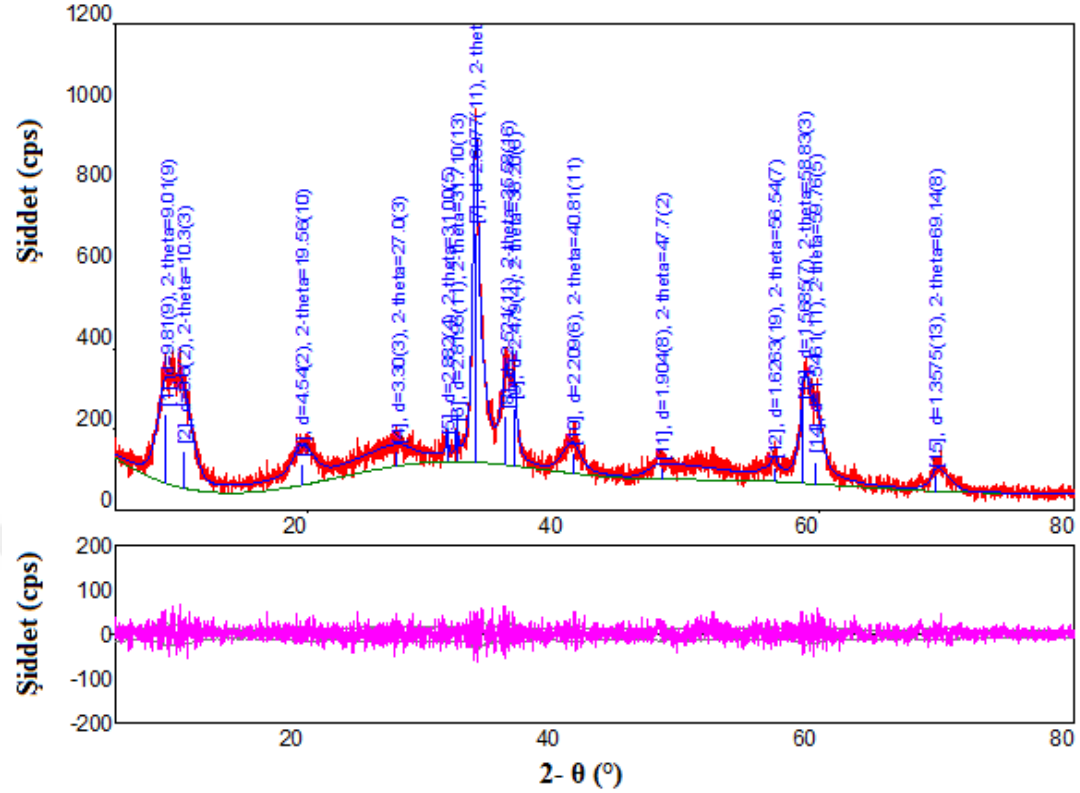


Şekil A.8 : "e*" deney kodlu çinko borat numunesinin FTIR sonucu.



Şekil A.9 : "f" deney kodlu çinko borat numunesinin FTIR sonucu.

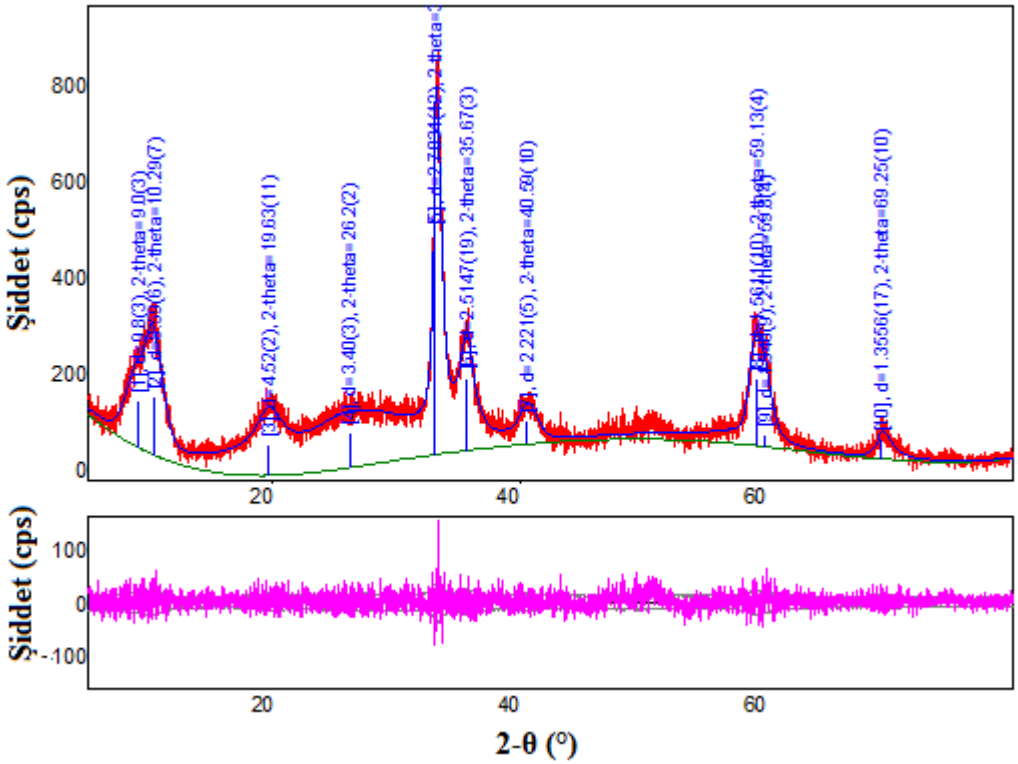
EK B: Çinko Borat Bileşiklerinin XRD Analizi Sonuçları.



Şekil B.1 : "a*" deney kodlu çinko borat numunesinin XRD sonucu.

Çizelge B.1 : "a*" deney kodlu çinko borat numunesinin pik listesi.

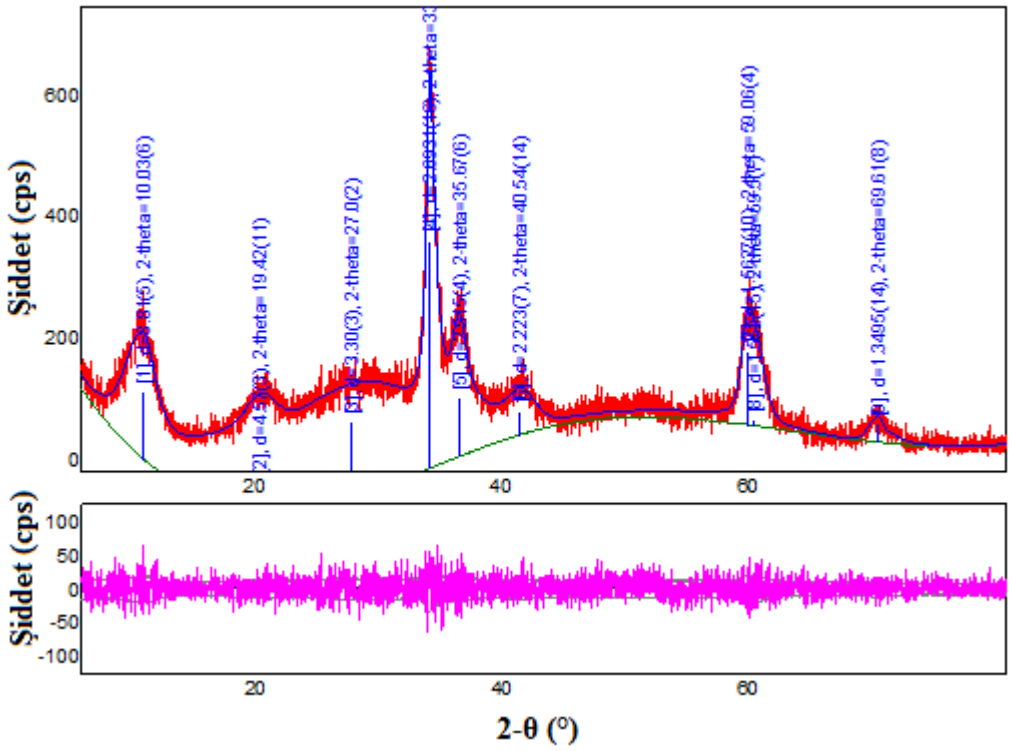
2-θ (°)	**d (A)**	**Yükseklik (cps)**	**Şiddet I (cps °)**	**FWHM (°)**	**Boyut**	**Faz İsmi**
9,01(9)	9,81(9)	168(17)	420(85)	2(3)	41(66)	Bilinmeyen,
10,3(3)	8,6(2)	88(12)	139(70)	1,49(13)	56(5)	Bilinmeyen,
19,56(10)	4,54(2)	51(9)	114(15)	1,87(11)	45(3)	Bilinmeyen,
27,0(3)	3,30(3)	35(8)	490(239)	6,8(17)	13(3)	Bilinmeyen,
31,00(5)	2,882(4)	47(9)	11(3)	0,13(8)	670(431)	Bilinmeyen,
31,710(13)	2,8195(11)	79(11)	9.9(19)	0,07(3)	1158(425	Bilinmeyen,
33,182(14)	2,6977(11)	566(31)	542(16)	0,580(19)	149(5)	Bilinmeyen,
35,58(16)	2,521(11)	119(14)	104(541)	0,70(5)	125(9)	Bilinmeyen,
36,20(6)	2,479(4)	141(15)	110(38)	0,60(13)	145(31)	Bilinmeyen,
40,81(11)	2,209(6)	48(9)	99(28)	1,67(11)	53(4)	Bilinmeyen,
47,7(2)	1,904(8)	25(6)	184(179)	7,0(9)	13.0(16)	Bilinmeyen,
56,54(7)	1,6263(19)	35(8)	55(9)	0,74(17)	127(28)	Bilinmeyen,
58,83(3)	1,5685(7)	185(18)	343(23)	1,13(18)	84(14)	Bilinmeyen,
59,76(5)	1,5461(11)	55(10)	40(22)	0,61(10)	156(25)	Bilinmeyen,
69,14(8)	1,3575(13)	37(8)	73(10)	1,62(9)	62(3)	Bilinmeyen,



Şekil B.2 : "b" deney kodlu çinko borat numunesinin XRD sonucu.

Çizelge B.2 : "b" deney kodlu çinko borat numunesinin pik listesi.

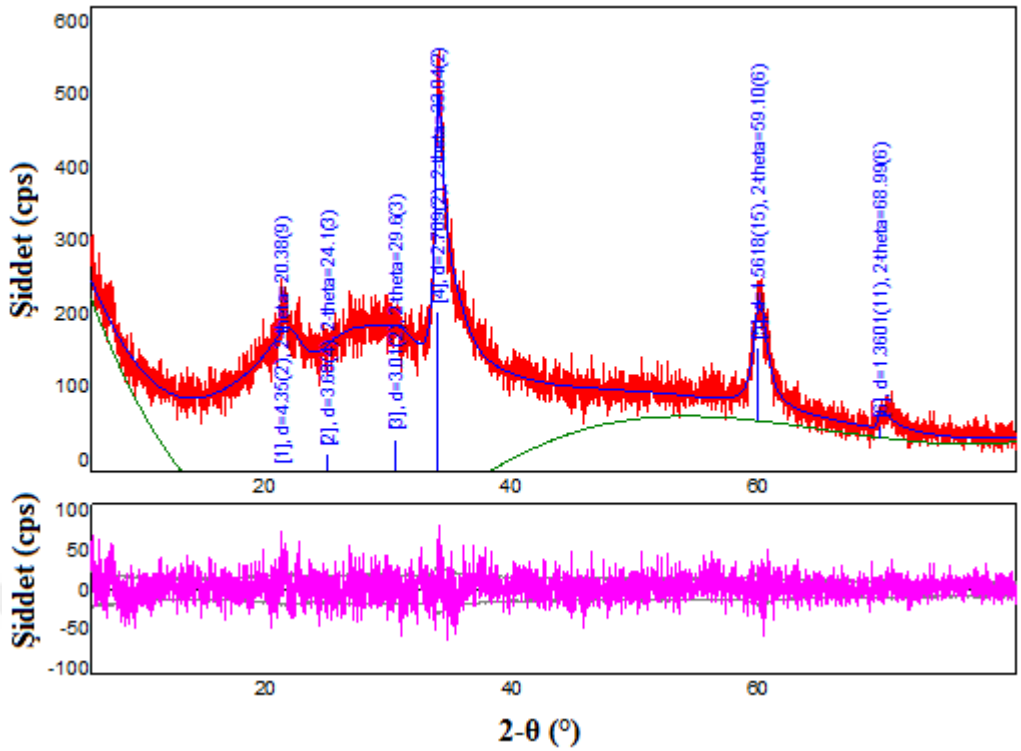
2-θ (°)	**d (A)**	**Yükseklik (cps)**	**Şiddet I (cps °)**	**FWHM (°)**	**Boyut**	**Faz İsmi**
9,0(3)	9,8(3)	96(13)	235(246)	2(2)	36(31)	Bilinmeyen,
10,29(7)	8,59(6)	118(14)	214(266)	1,6(3)	53(10)	Bilinmeyen,
19,63(11)	4,52(2)	64(10)	271(32)	2,65(14)	31,8(17)	Bilinmeyen,
26,2(2)	3,40(3)	72(11)	1166(209)	10,8(10)	7,9(7)	Bilinmeyen,
33,110(15)	2,7034(12)	458(28)	401(32)	0,68(3)	128(5)	Bilinmeyen,
35,67(3)	2,5147(19)	151(16)	434(82)	1,51(13)	58(5)	Bilinmeyen,
40,59(10)	2,221(5)	49(9)	118(11)	1,81(12)	49(3)	Bilinmeyen,
59,13(4)	1,5611(10)	137(15)	250(21)	1,65(7)	58(2)	Bilinmeyen,
59,8(4)	1,546(9)	24(6)	291(81)	6,1(18)	16(5)	Bilinmeyen,
69,25(10)	1,3556(17)	40(8)	88(8)	1,35(14)	75(8)	Bilinmeyen,



Şekil B.3 : "c" deney kodlu çinko borat numunesinin XRD sonucu.

Çizelge B.3 : "c" deney kodlu çinko borat numunesinin pik listesi.

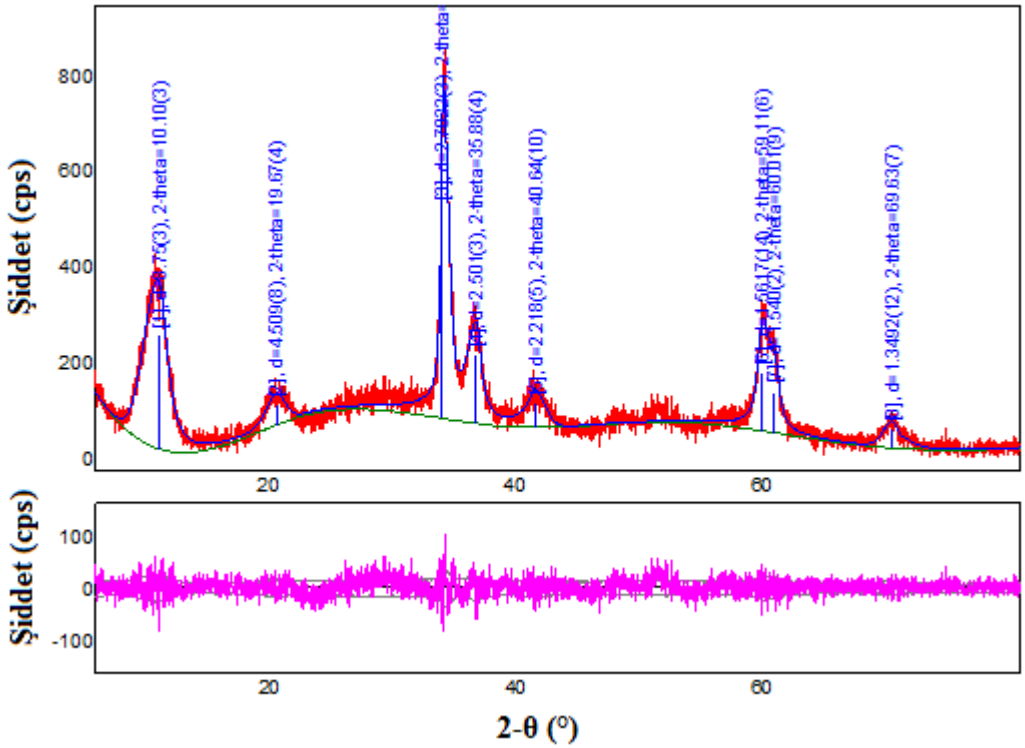
2-θ (°)	**d (A)**	**Yükseklik (cps)**	**Şiddet I (cps °)**	**FWHM (°)**	**Boyut**	**Faz İsmi**
10,03(6)	8,81(5)	111(14)	366(17)	2,75(6)	30,3(7)	Bilinmeyen,
19,42(11)	4,57(3)	44(9)	281(34)	3,7(3)	22,5(18)	Bilinmeyen,
27,0(2)	3,30(3)	120(14)	2374(480)	16,4(15)	5,2(5)	Bilinmeyen,
33,24(2)	2,6931(16)	375(25)	503(37)	0,85(3)	102(4)	Bilinmeyen,
35,67(6)	2,515(4)	96(13)	181(99)	1,4(3)	62(11)	Bilinmeyen,
40,54(14)	2,223(7)	40(8)	217(288)	3,3(15)	27(12)	Bilinmeyen,
59,06(4)	1,5627(10)	121(14)	244(6)	1,75(4)	54,4(12)	Bilinmeyen,
59,5(7)	1,552(15)	8(4)	172(483)	20(101)	5(23)	Bilinmeyen,
69,61(8)	1,3495(14)	29(7)	66(10)	1,53(11)	66(5)	Bilinmeyen,



Şekil B.4 : "c*" deney kodlu çinko borat numunesinin XRD sonucu.

Çizelge B.4 : "c*" deney kodlu çinko borat numunesinin pik listesi.

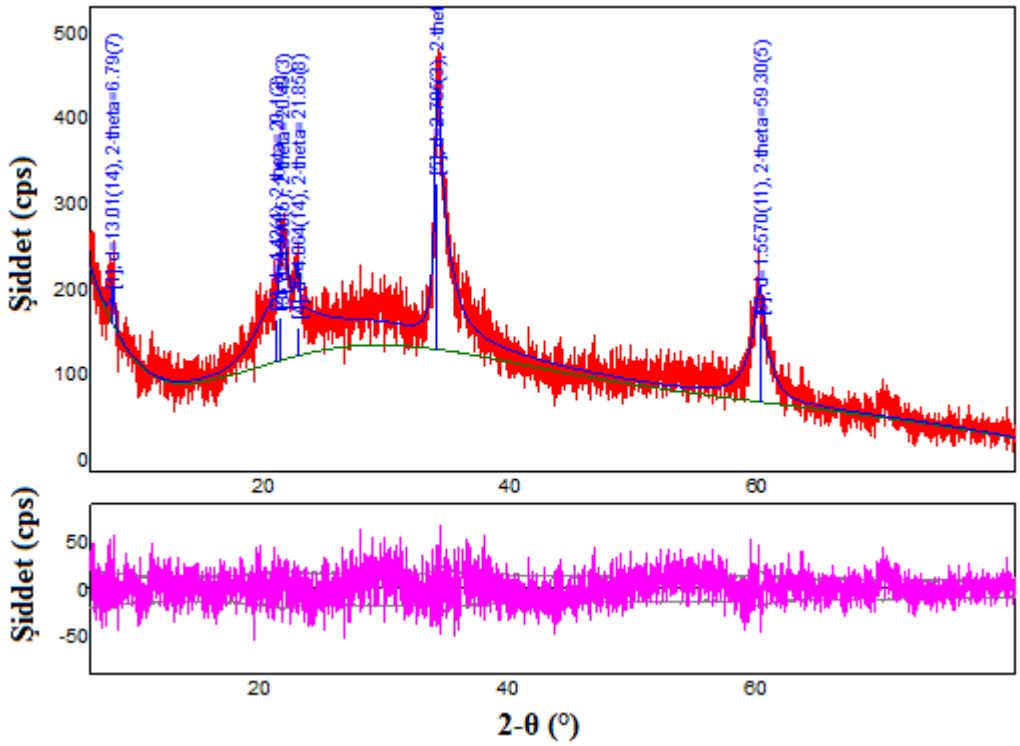
2-θ (°)	**d (A)**	**Yükseklik (cps)**	**Şiddet I (cps °)**	**FWHM (°)**	**Boyut**	**Faz İsmi**
20,38(9)	4,35(2)	95(13)	900(593)	9(9)	10(9)	Bilinmeyen,
24,1(3)	3,68(4)	121(14)	2724(445)	11,5(6)	7,4(4)	Bilinmeyen,
29,6(3)	3,01(2)	114(14)	1676(1085)	9,6(7)	8,9(7)	Bilinmeyen,
33,04(2)	2,709(2)	259(21)	563(15)	1,12(5)	77(3)	Bilinmeyen,
59,10(6)	1,5618(15)	100(13)	196(7)	1,27(7)	75(4)	Bilinmeyen,
68,99(6)	1,3601(11)	16(5)	37(4)	1,5(2)	69(11)	Bilinmeyen,



Şekil B.5 : "d" deney kodlu çinko borat numunesinin XRD sonucu.

Çizelge B.5 : "d" deney kodlu çinko borat numunesinin pik listesi.

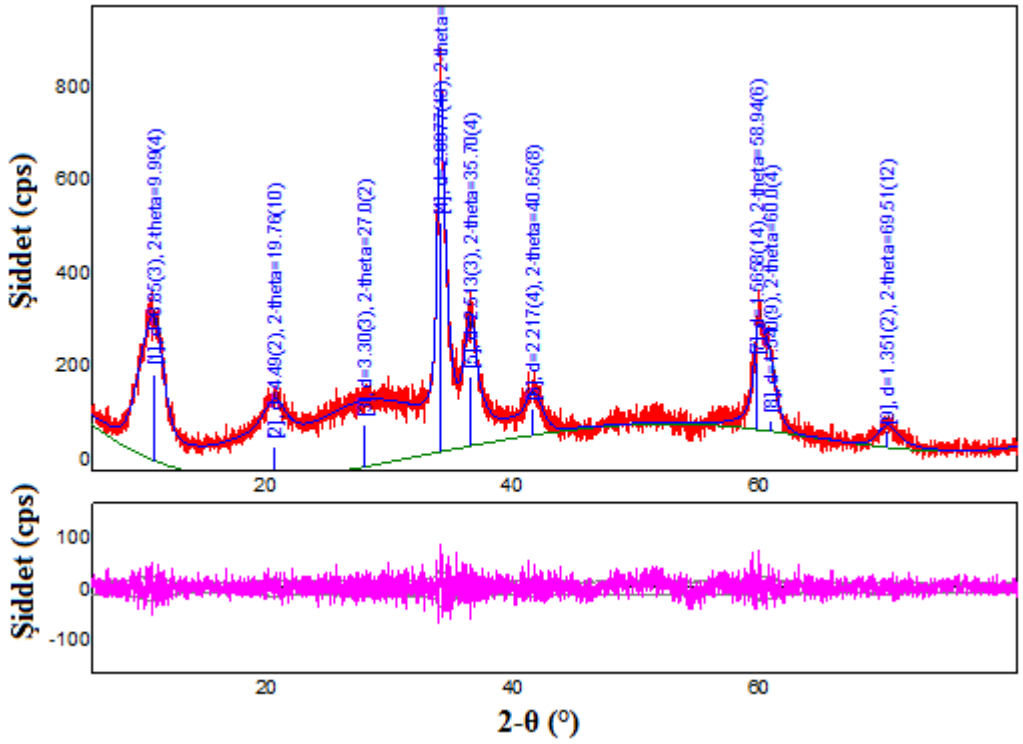
2-θ (°)	**d (A)**	**Yükseklik (cps)**	**Şiddet I (cps °)**	**FWHM (°)**	**Boyut**	**Faz İsmi**
10,10(3)	8,75(3)	235(20)	629(10)	2,21(3)	37,7(5)	Bilinmeyen,
19,67(4)	4,509(8)	41(8)	82(12)	1,77(9)	48(3)	Bilinmeyen,
33,125(4)	2,7022(3)	439(27)	348(5)	0,638(10)	136(2)	Bilinmeyen,
35,88(4)	2,501(3)	141(15)	458(17)	1,64(7)	53(2)	Bilinmeyen,
40,64(10)	2,218(5)	51(9)	124(9)	1,74(12)	51(4)	Bilinmeyen,
59,11(6)	1,5617(14)	120(14)	173(58)	0,98(19)	97(18)	Bilinmeyen,
60,01(9)	1,540(2)	85(12)	185(49)	1,2(3)	78(22)	Bilinmeyen,
69,63(7)	1,3492(12)	38(8)	87(11)	1,48(10)	68(5)	Bilinmeyen,



Şekil B.6 : "d*" deney kodlu çinko borat numunesinin XRD sonucu.

Çizelge B.6 : "d*" deney kodlu çinko borat numunesinin pik listesi.

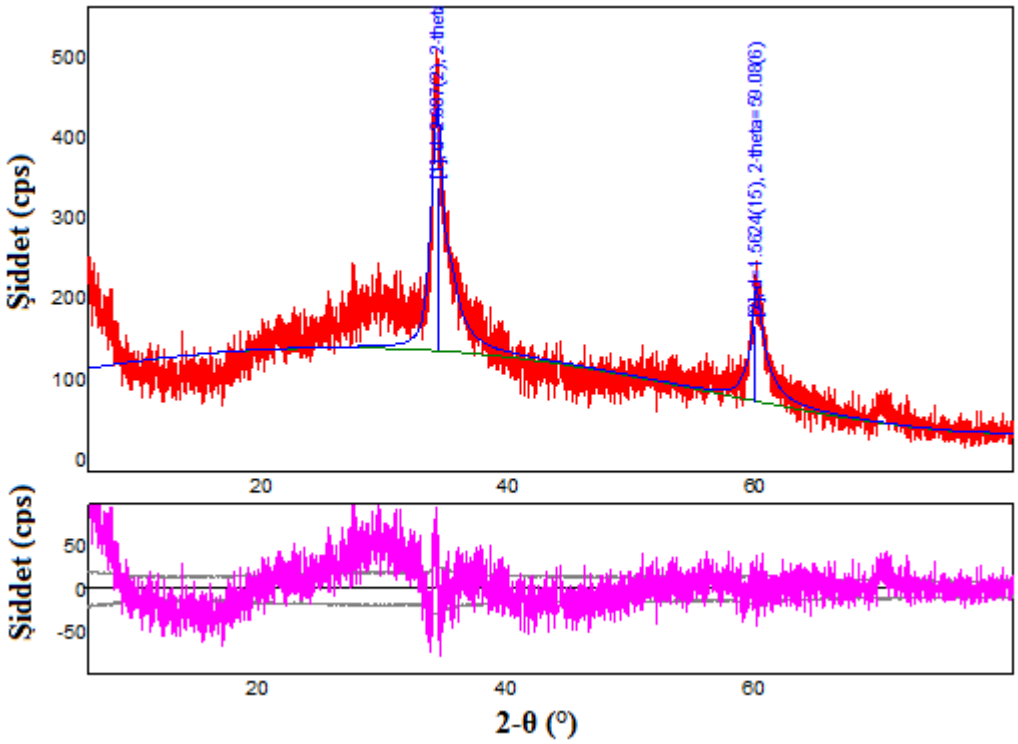
2-θ (°)	**d (A)**	**Yükseklik (cps)**	**Şiddet I (cps °)**	**FWHM (°)**	**Boyut**	**Faz İsmi**
6,79(7)	13,01(14)	31(7)	16(3)	0,34(9)	242(62)	Bilinmeyen,
20,1(2)	4,42(4)	49(9)	604(70)	6,6(6)	12,9(11)	Bilinmeyen,
20,49(3)	4,330(5)	50(9)	38(28)	0,71(6)	120(10)	Bilinmeyen,
21,85(8)	4,064(14)	33(7)	13(6)	0,35(7)	241(47)	Bilinmeyen,
33,09(3)	2,705(3)	195(18)	315(8)	0,91(5)	95(5)	Bilinmeyen,
59,30(5)	1,5570(11)	91(12)	203(7)	1,18(9)	81(6)	Bilinmeyen,



Şekil B.7 : "e" deney kodlu çinko borat numunesinin XRD sonucu.

Çizelge B.7 : "e" deney kodlu çinko borat numunesinin pik listesi.

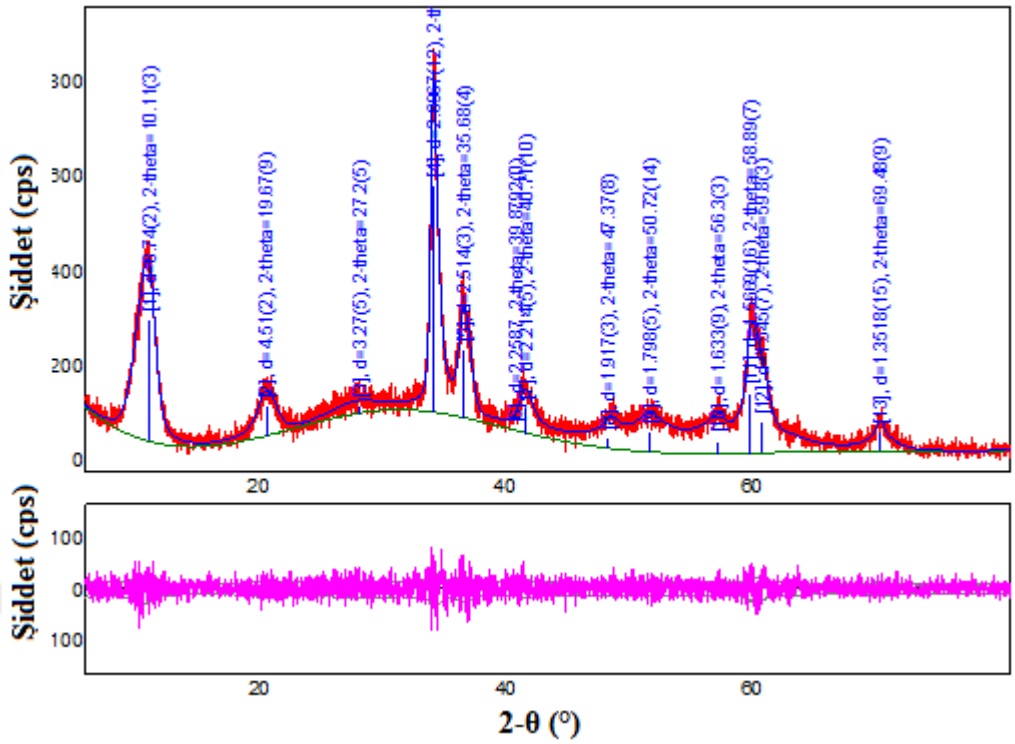
2-θ (°)	**d (A)**	**Yükseklik (cps)**	**Şiddet I (cps °)**	**FWHM (°)**	**Boyut**	**Faz İsmi**
9,99(4)	8,85(3)	186(18)	472(19)	2,19(3)	38,0(5)	Bilinmeyen,
19,76(10)	4,49(2)	68(11)	370(66)	3,0(3)	28(2)	Bilinmeyen,
27,0(2)	3,30(3)	92(12)	1770(101)	13,3(5)	6,4(2)	Bilinmeyen,
33,181(16)	2,6977(13)	490(29)	552(13)	0,737(18	118(3)	Bilinmeyen,
35,70(4)	2,513(3)	148(16)	222(10)	1,10(5)	79(3)	Bilinmeyen,
40,65(8)	2,217(4)	57(10)	144(10)	1,74(13)	51(4)	Bilinmeyen,
58,94(6)	1,5658(14)	141(15)	272(31)	1,60(14)	60(5)	Bilinmeyen,
60,0(4)	1,540(9)	23(6)	62(38)	1,4(6)	67(28)	Bilinmeyen,
69,51(12)	1,351(2)	32(7)	88(7)	2,05(15)	49(4)	Bilinmeyen,



Şekil B.8 : "e*" deney kodlu çinko borat numunesinin XRD sonucu.

Çizelge B.8 : "e*" deney kodlu çinko borat numunesinin pik listesi.

2-θ (°)	**d (A)**	**Yükseklik (cps)**	**Şiddet I (cps °)**	**FWHM (°)**	**Boyut**	**Faz İsmi**
33,32(3)	2,687(2)	203(18)	420(10)	1,20(4)	72(2)	Bilinmeyen,
59,08(6)	1,5624(15	94(13)	191(8)	1,12(12)	85(9)	Bilinmeyen,

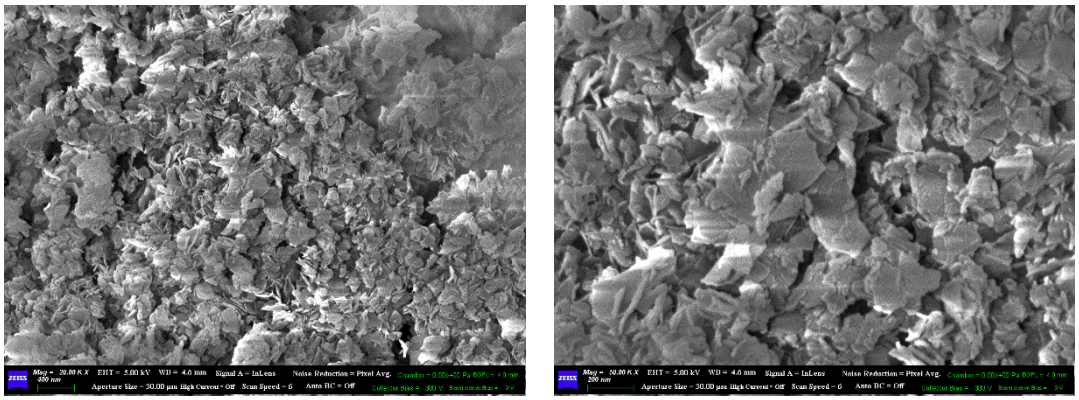


Şekil B.9 : "f" deney kodlu çinko borat numunesinin XRD sonucu.

Çizelge B.9 : "f" deney kodlu çinko borat numunesinin pik listesi.

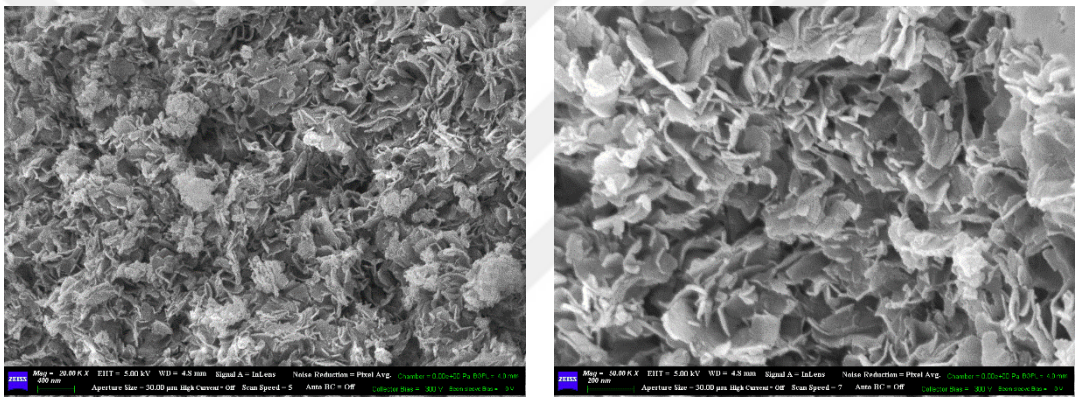
2-θ (°)	**d (A)**	**Yükseklik (cps)**	**Şiddet I (cps °)**	**FWHM (°)**	**Boyut**	**Faz İsmi**
10,11(3)	8,74(2)	257(21)	561(17)	1,79(2)	46,6(6)	Bilinmeyen,
19,67(9)	4,51(2)	62(10)	151(23)	1,84(9)	46(2)	Bilinmeyen,
27,2(5)	3,27(5)	16(5)	119(116)	4,9(18)	17(6)	Bilinmeyen,
33,194(15)	2,6967(12)	481(28)	469(13)	0,680(15)	127(3)	Bilinmeyen,
35,68(4)	2,514(3)	144(15)	174(14)	1,05(3)	83(3)	Bilinmeyen,
39,8792(0)	2,2587	0	0(66)	3,26343(0)	27.046	Bilinmeyen,
40,71(10)	2,214(5)	52(9)	101(19)	1,38(11)	64(5)	Bilinmeyen,
47,37(8)	1,917(3)	22(6)	37(7)	1,3(2)	71(11)	Bilinmeyen,
50,72(14)	1,798(5)	42(8)	289(1057)	3,6(3)	25,3(18)	Bilinmeyen,
56,3(3)	1,633(9)	28(7)	122(151)	2,4(12)	39(19)	Bilinmeyen,
58,89(7)	1,5669(16)	128(15)	208(31)	1,38(10)	69(5)	Bilinmeyen,
59,8(3)	1,545(7)	65(10)	485(354)	4,0(16)	24(10)	Bilinmeyen,
69,48(9)	1,3518(15)	41(8)	94(11)	1,20(17)	84(12)	Bilinmeyen,

EK C: Çinko Borat Bileşiklerinin SEM Analizi Sonuçları.



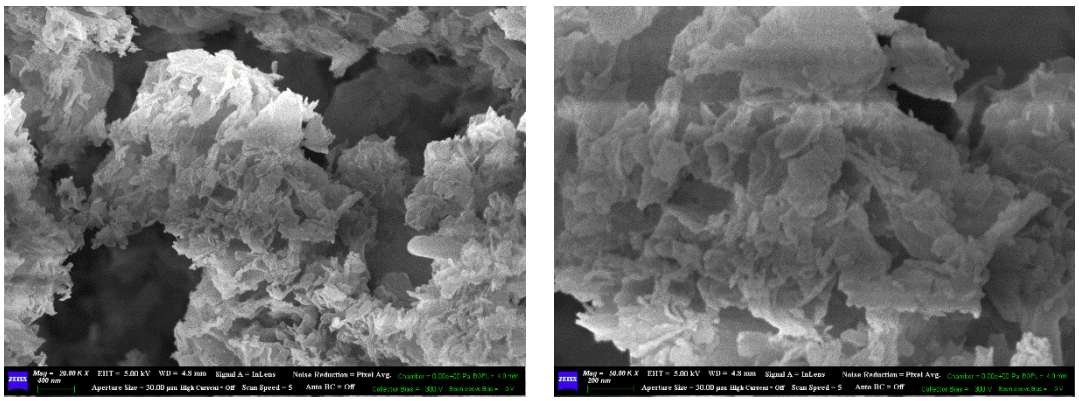
(a) (b)

Şekil C.1 : "b" deney kodlu çinko borat numunesinin SEM görüntüsü.
(a) 20 000 büyütme oranında. (b) 50 000 büyütme oranında.



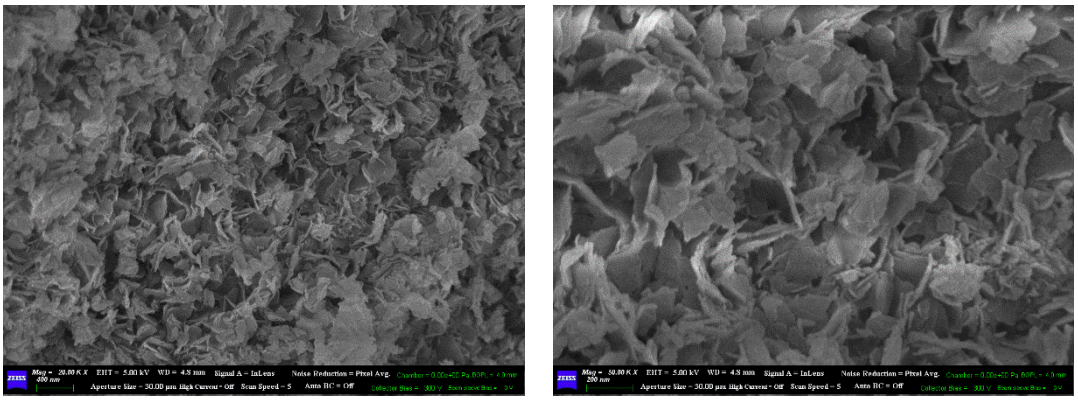
(a) (b)

Şekil C.2 : "c" deney kodlu çinko borat numunesinin SEM görüntüsü.
(a) 20 000 büyütme oranında. (b) 50 000 büyütme oranında.



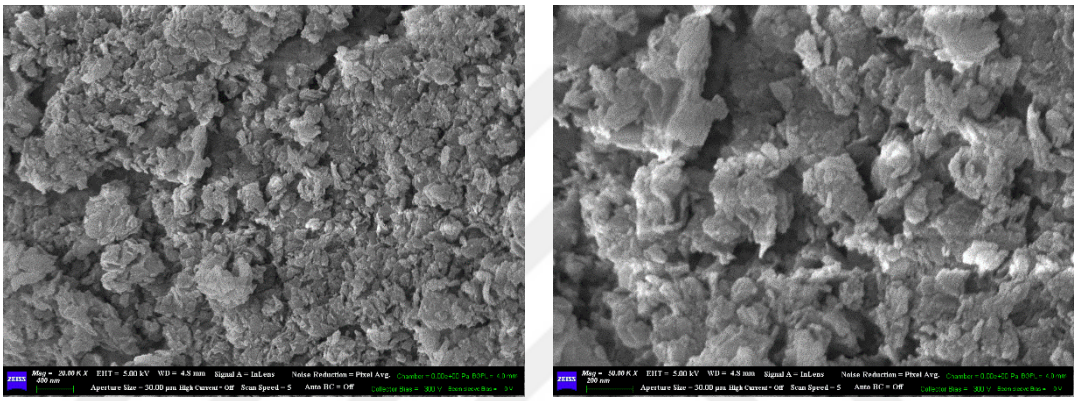
(a) (b)

Şekil C.3 : "c*" deney kodlu çinko borat numunesinin SEM görüntüsü.
(a) 20 000 büyütme oranında. (b) 50 000 büyütme oranında.



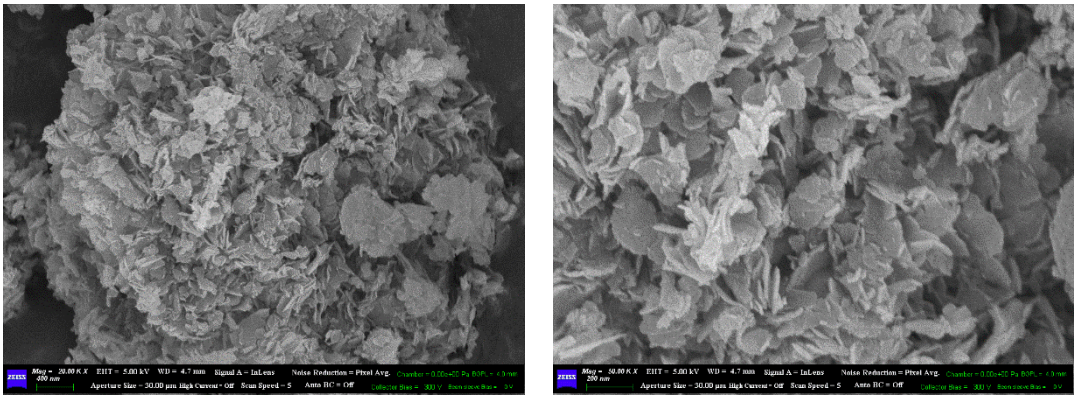
(a) (b)

Şekil C.4 : “d” deney kodlu çinko borat numunesinin SEM görüntüsü.
(a) 20 000 büyütme oranında. (b) 50 000 büyütme oranında.



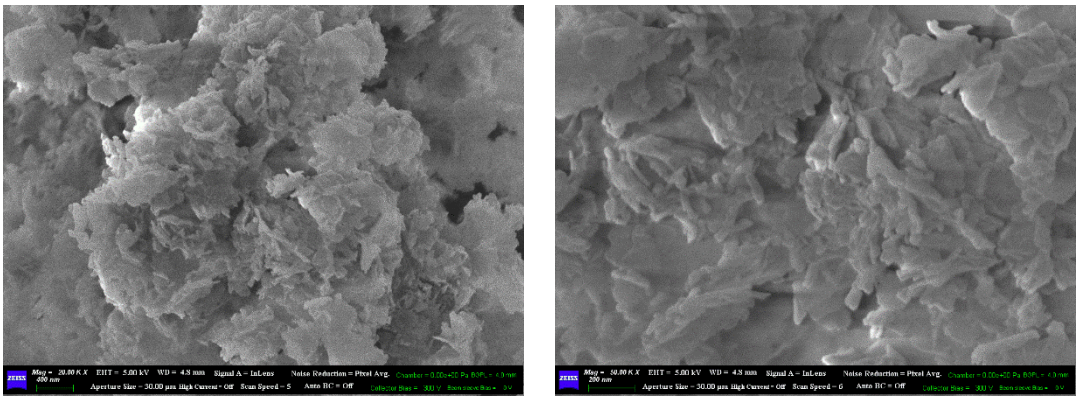
(a) (b)

Şekil C.5 : “d*” deney kodlu çinko borat numunesinin SEM görüntüsü.
(a) 20 000 büyütme oranında. (b) 50 000 büyütme oranında.



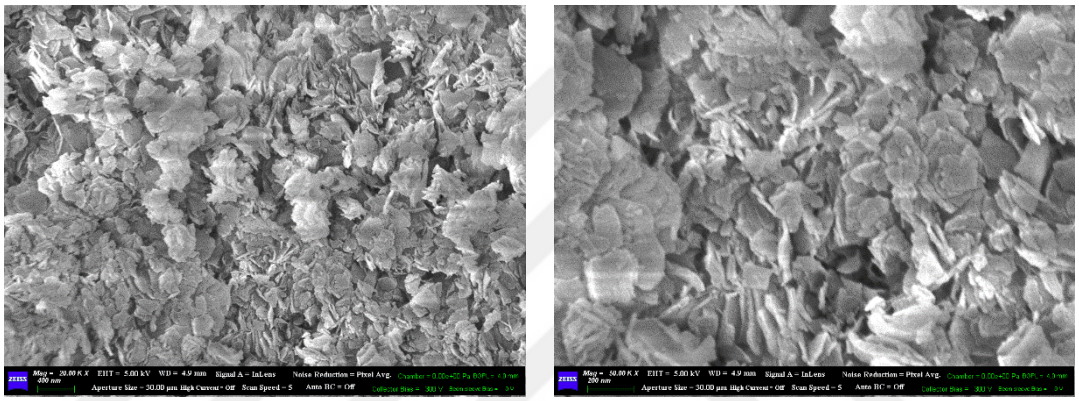
(a) (b)

Şekil C.6 : “e” deney kodlu çinko borat numunesinin SEM görüntüsü.
(a) 20 000 büyütme oranında. (b) 50 000 büyütme oranında.



(a) (b)

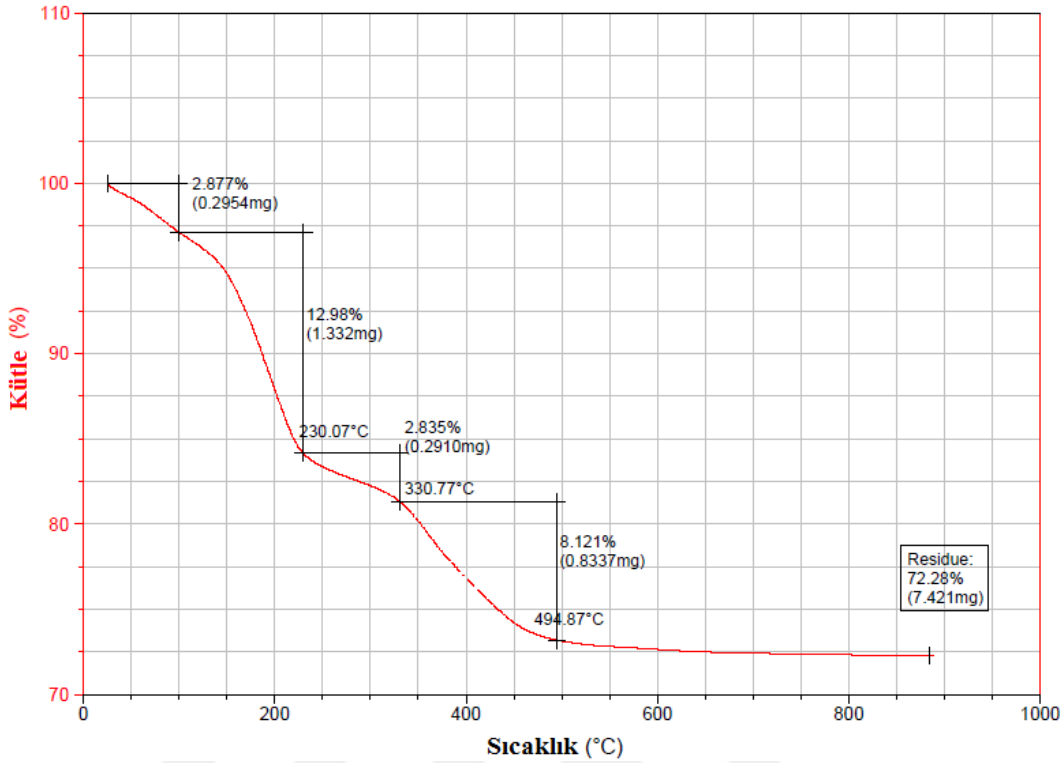
Şekil C.7 : “e*” deney kodlu çinko borat numunesinin SEM görüntüsü.
(a) 20 000 büyütme oranında. (b) 50 000 büyütme oranında.



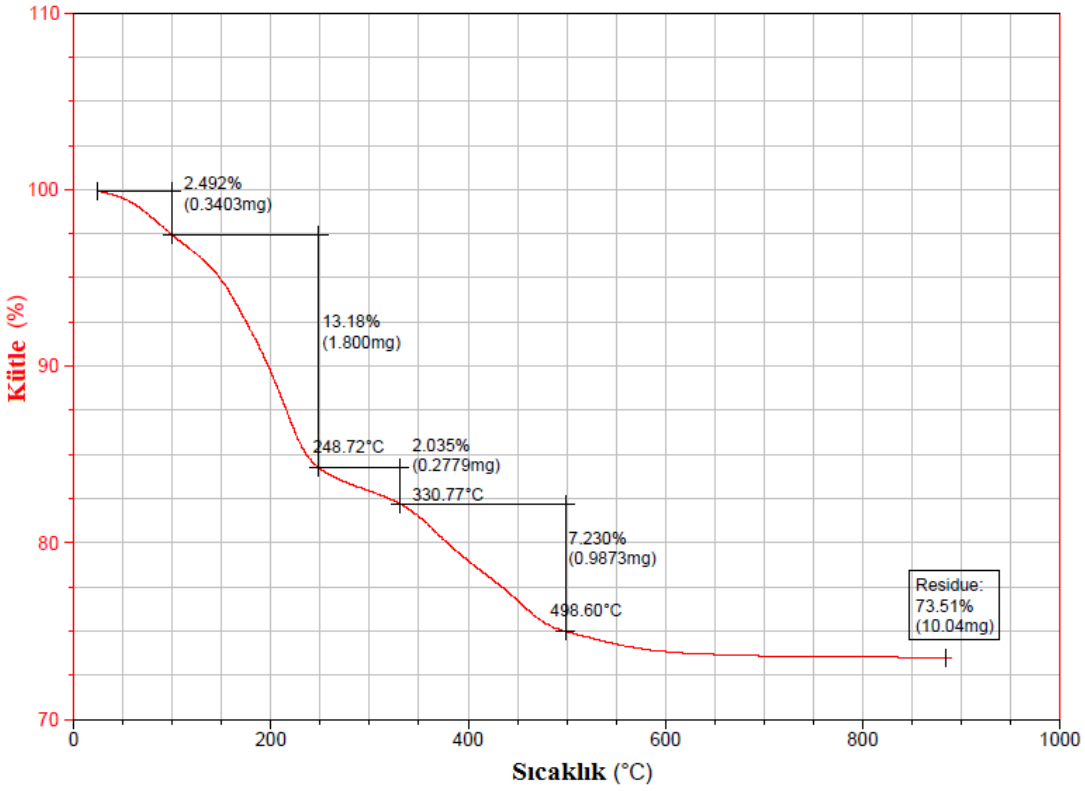
(a) (b)

Şekil C.8 : “f” deney kodlu çinko borat numunesinin SEM görüntüsü.
(a) 20 000 büyütme oranında. (b) 50 000 büyütme oranında.

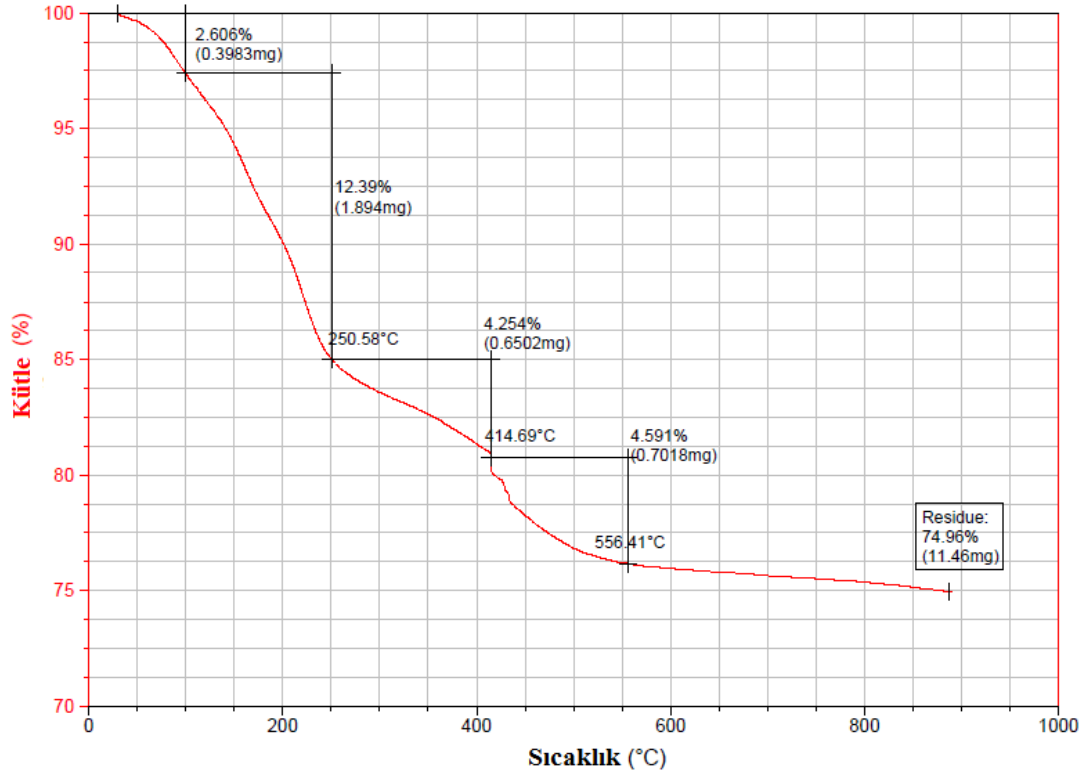
EK D: Çinko Borat Bileşiklerinin TGA Analiz Sonuçları.



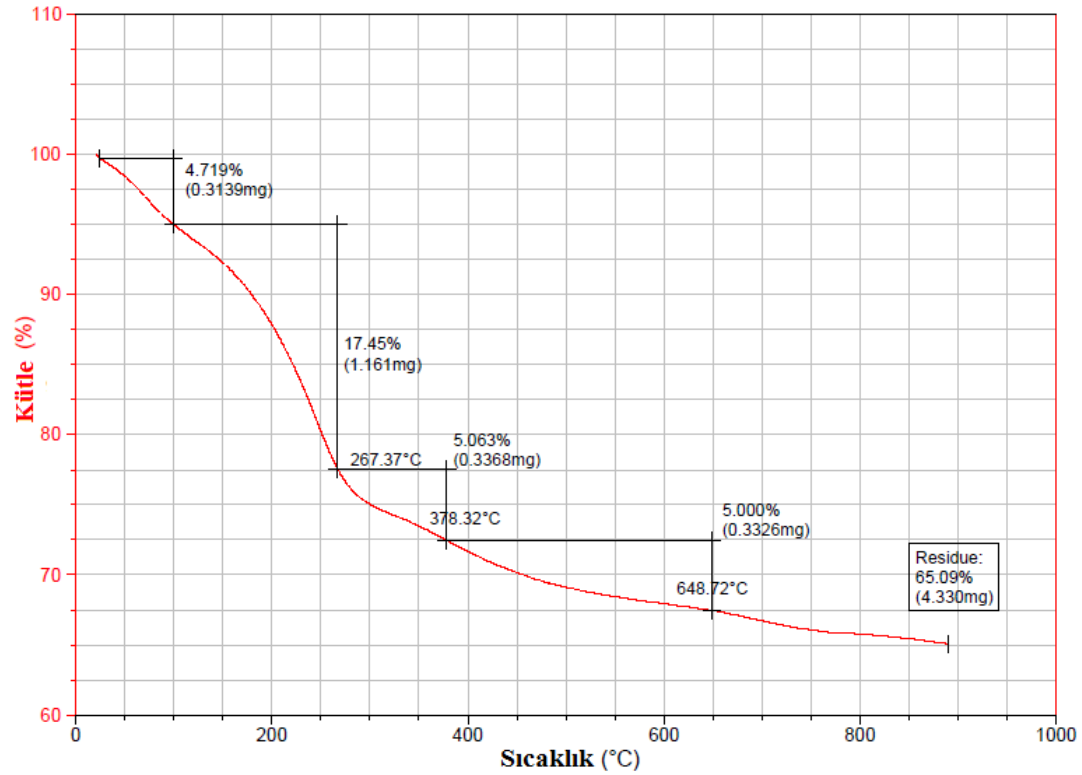
Şekil D.1 : "a*" deney kodlu çinko borat numunesinin TGA sonucu.



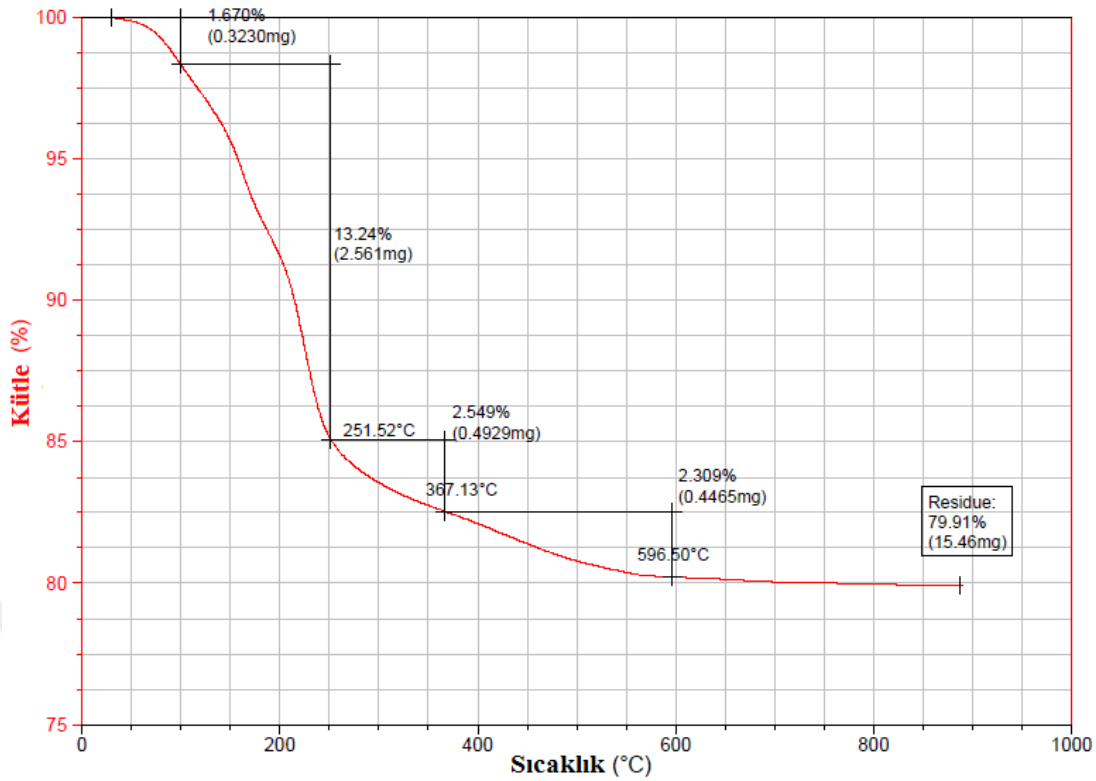
Şekil D.2 : "b" deney kodlu çinko borat numunesinin TGA sonucu.



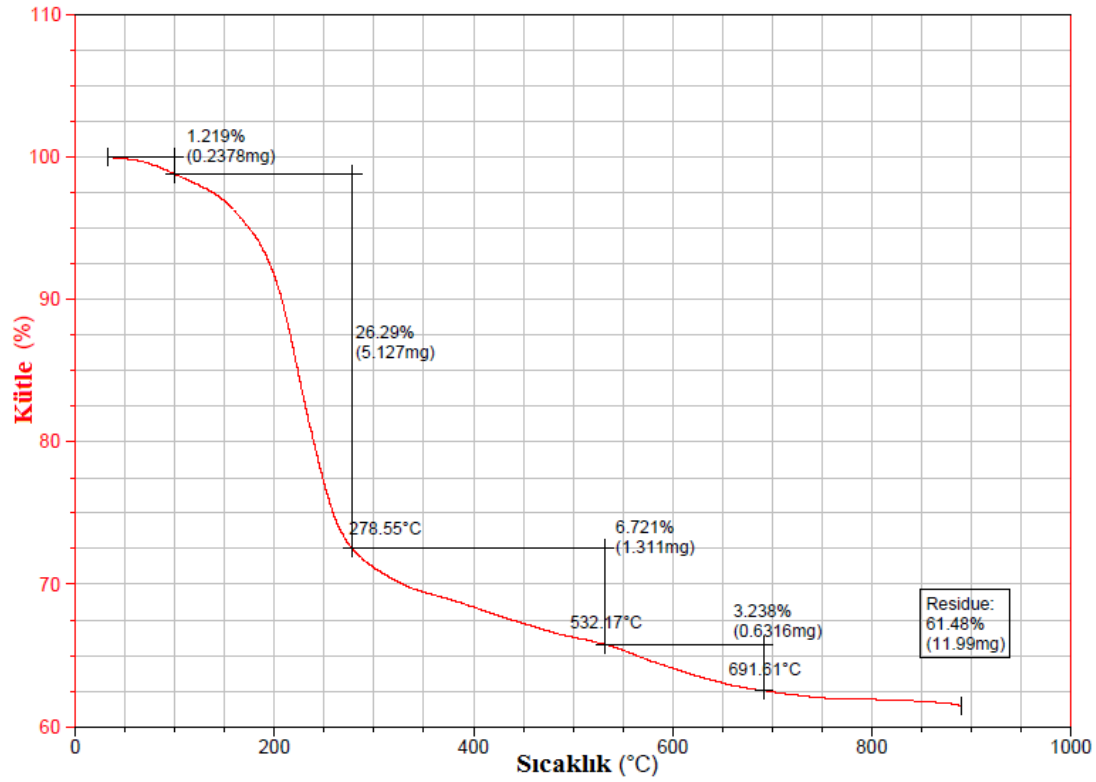
Şekil D.3 : "c" deney kodlu çinko borat numunesinin TGA sonucu.



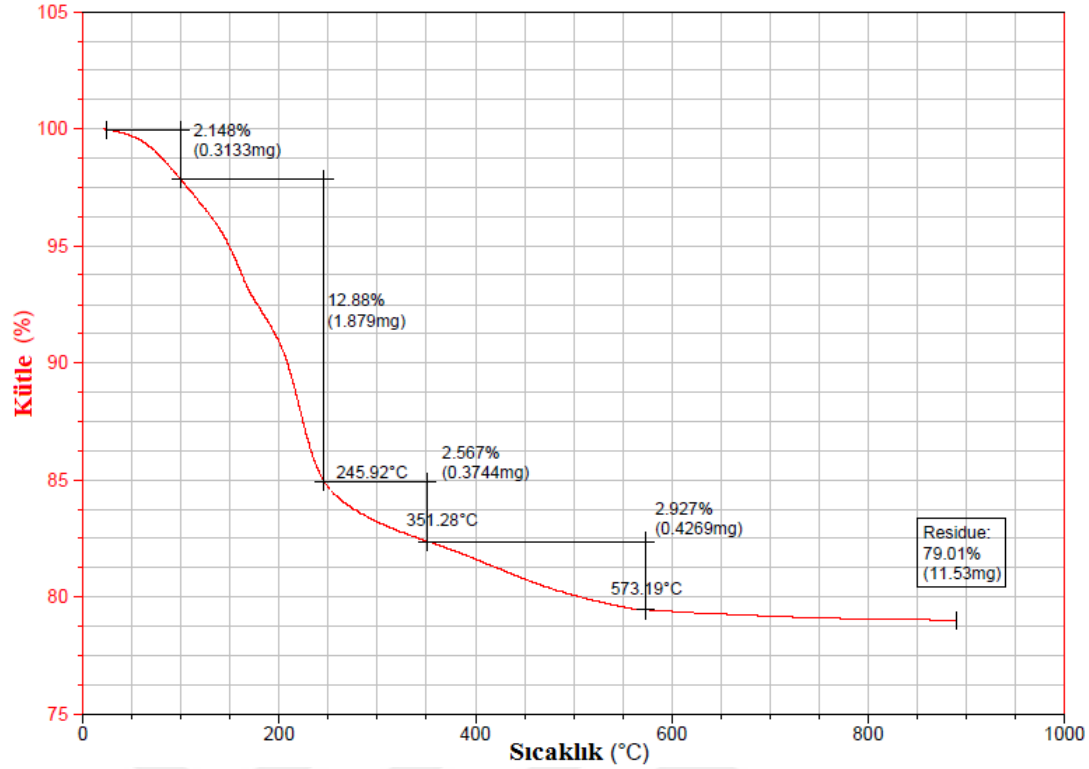
Şekil D.4 : "c*" deney kodlu çinko borat numunesinin TGA sonucu.



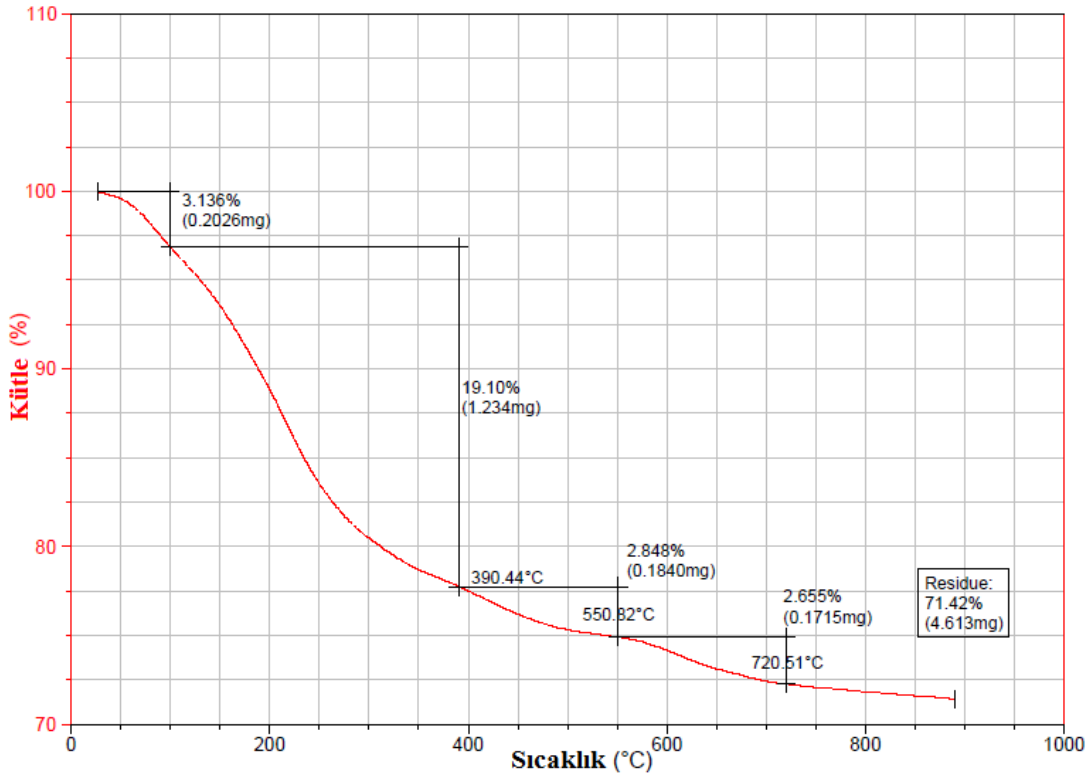
Şekil D.5 : "d" deney kodlu çinko borat numunesinin TGA sonucu.



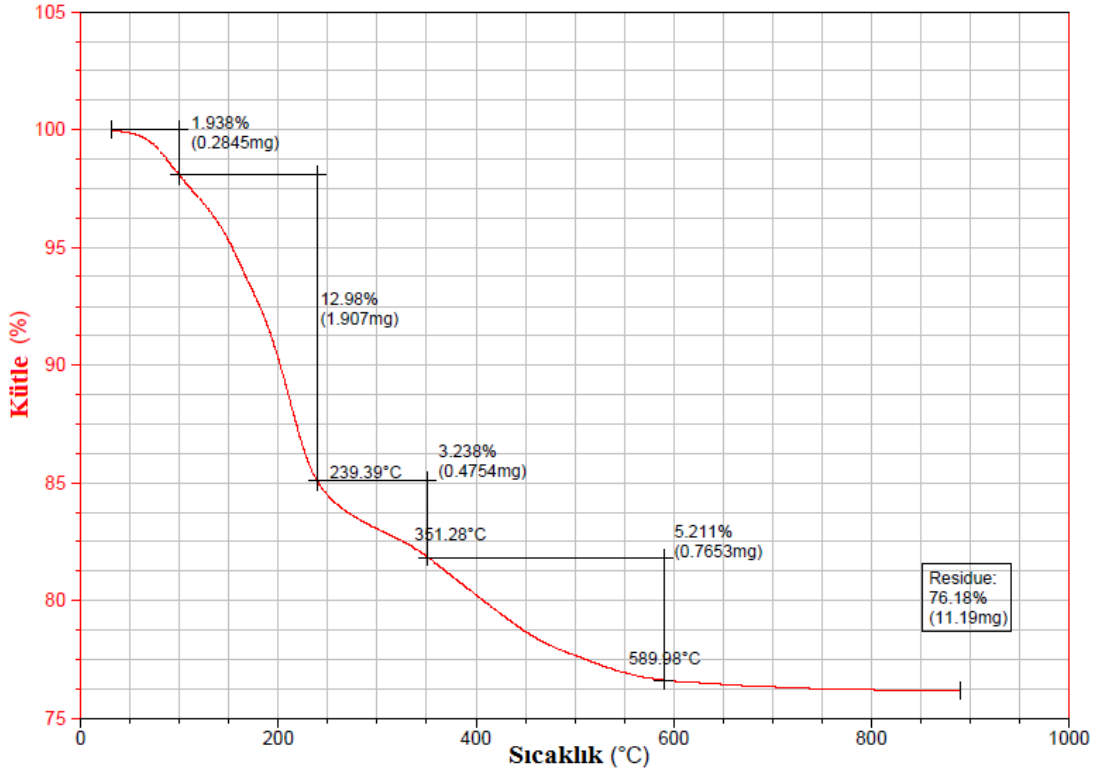
Şekil D.6 : "d*" deney kodlu çinko borat numunesinin TGA sonucu.



Şekil D.7 : "e" deney kodlu çinko borat numunesinin TGA sonucu.



Şekil D.8 : "e*" deney kodlu çinko borat numunesinin TGA sonucu.



Şekil D.9 : "f" deney kodlu çinko borat numunesinin TGA sonucu.

ÖZGEÇMİŞ

Ad-Soyad **:** Zeynep Güven
Doğum Tarihi ve Yeri **:** 28.10.1993 Bursa
E-posta **:** zeynepguven93@gmail.com

ÖĞRENİM DURUMU:

- **Lisans** **:** 2016, Ankara Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Kimya Mühendisliği Bölümü

MESLEKİ DENEYİM VE ÖDÜLLER:

- 2016-2017, Universität Bremen, Araştırmacı.

TEZDEN TÜRETİLEN ESERLER, SUNUMLAR VE PATENTLER:

- BAP 190Y002, Farklı Formülasyonlarda Çinko Borat İlavesinin Sentetik Otomotiv Boyasının Yanmazlık Özelliği Üzerindeki Etkileri, 2018.

DİĞER ESERLER, SUNUMLAR VE PATENTLER:

- Maia, L. K. K, Güven, Z., La Mantia, F., Zondervan, E. (2017). Model-based Optimization of Battery Energy Storage Systems, 27th European Symposium on Computer Aided Process Engineering, 40, 2563-2568. doi: 10.1016/B978-0-444-63965-3.50429-3.