

Bentonitlerin, Silanlama Yöntemi ile Tiksotropilerinin Araştırılması

S. Kocakuşak, K. Akçay, H.J. Köroğlu, H. Yüzer, T. Ayok, Ö.T. Savaşçı, R. Tolun
TÜBITAK-Marmara Araştırma Merkezi, Malzeme ve Kimya Teknolojileri Araştırma Enstitüsü, Kimya Teknolojileri Grubu, PK 21, Gebze-KOCAELI

ÖZET: Bu araştırma, silan bileşikleri ile modifiye bentonit üretim yöntemini kapsamaktadır. Silan-modifiye bentonitler, boya emülsiyonları için kıvamlaştırıcı, tiksotropik maddelerdir ve su ile reçinenin boya ortamında asılı durmasını sağlarlar. Uygun silan bileşiğinin seçimi ile silanlanmış bentonitler boya emülsiyon ortamında iyi özellik gösterirler.

Çalışmamızda, bentonit tozlarının yüzeyleri, oktil-tri etoksi silan ve metil metoksi silan gibi silan kaplama malzemeleri ile muamele edilmiştir. Silan modifiye bentonitlerin sulu çözeltilerinin jel yapma özelliği Fann viskozimetre ölçümleri ile takip edilmiştir.

ABSTRACT: This investigation covers, the process for the preparation of modified bentonite with silane compounds. This silane modified bentonites are the thickening and tixotropic agents for paint emulsions and they have detectable attraction for water and for resins in emulsions. Silane modified bentonites provide good properties for paint emulsion by appropriate choice of the organic silane compounds.

In our study, bentonite powder surface was treated with a silane coupling agents such as octyl-triethoxy silane and methyl-trimethoxy silane. The gelation of the suspension of silane modified bentonite in water was observed with Fann viscometer

1. GİRİŞ

Bentonitler, bir tip kil olup, adlarını tarihte ilk kez 1890 yılında Wyoming ABD'de, Ford Benton'da bulunmuş olmalarından almaktadır. Bentonitler genellikle "montmorillonit" yapıdadırlar. Ayrıca ana mineral olan montmorillonit yanında kuartz, mika, feldispat, pirit, kireç taşı v.b. safsızlıklar içermektedir.

Ülkemizdeki bentonitler, genellikle değiştirilebilen, bağlı kalsiyum ve magnezyum iyonları içeren toprak alkali metal bentonitleridir. Bu bentonitler mineralojik ve kimyasal yapıları ve dolayısıyla renkleri açısından da değişiklik gösteren heterojen bir yapıya sahiptirler. Bentonitlerin rengi açık krem'den kırmızımsı kahverengiye, yeşilimsi bejden koyu maviye kadar değişiklikler gösterebilmektedir. Ancak bu çok çeşitli renklemeye neden olan safsızlıkların, bentonitin kalitesine önemli bir etkisi yoktur.

Bentonitin kimyasal yapısı bölgeden bölgeye değişiklikler göstermektedir. Tipik bazı bentonitlerin kimyasal analiz sonuçları Çizelge 1'de gösterilmektedir.

X-ışınları yapı analizleri ve elektron mikroskopik çalışmalar sonucunda montmorillonitlerin kristal yapılı tabakalar halindeki alüminyum hidrosilikat olduğu belirlenmiştir. Tabakalar halindeki bu yapı, katmanlar şeklindeki montmorillonit kristallerini oluşturmaktadır. Bu kristallerin boyutları genellikle 1/1000 mm'den küçüktür. Yapıda dikkati çeken bir diğer husus ise kristallerin kalınlıklarının çok az olması ile esneklikleri ve büyük yüzey alanlarıdır. Ortamda su bulunması halinde tabakalar arasında kolaylıkla yerleşen sudan dolayı montmorillonitler önemli ölçülerde şişebilmektedirler. Montmorillonit kristallerinin yapısı ve su ile şişebilme özelliği Şekil 1'de şematik olarak gösterilmektedir.

Çizelge 1. Reşadiye Bentonitlerinin Analizler *

[%	R ₁	R ₂	R ₃	(D)	(2)	(O)	(4)	(5)	(6)	(7) I
SiO ₂	56.26	61.40	55.32	58.53	59.90	64.00	64.32	55.44	63.50	65.45
Al ₂ O ₃	17.56	18.00	21.70	19.61	19.80	21.00	20.74	20.14	23.35	23.23
Fe ₂ O ₃	3.17	3.01	3.66	3.10	3.90	3.50	3.03	3.67	-	1
FeO	-	-	-	0.13	-	-	0.46	0.30	3.29	1
MgO	1.20	0.80*	1.16	2.65	1.30	2.30	2.30	2.49	2.71	3.63
CaO	3.10	0.66	1.22	0.25	0.60	0.50	0.52	0.50	0.30	8
Na ₂ O	2.00	1.90	2.02	1.68	2.20	2.60	2.59	2.75	2.00	2.79
K ₂ O	0.60	0.30	0.70	0.31	0.40	0.40	0.39	0.60	-	1
TiO ₂	0.40	0.35	0.50	0.12	2.20	-	0.14	0.10	-	1
H ₂ O ⁺	-	-	-	6.21	-	5.20	5.14	-	4.85	4.91
H ₂ O ^{''}	-	-	-	7.89	6.50	-	-	-	-	1
Toplam su	13.20	12.36	12.60	-	-	-	-	14.70	-	1
Eser Element.	-	-	-	-	320	0.50	0.01	-	-	1
P ₂ O ₅	-	-	-	-	-	-	0.01	-	-	1
SO ₃	-	-	-	-	-	-	0.35	-	-	1
CO ₂	2.34	1.05	0.86	-	-	-	-	-	-	1
s	0.04	0.07	0.04	-	-	-	-	-	-	1

R₁ .Reşadiye, Doğantepe bentoniti; R₂ .Reşadiye, Pertek bentoniti; R₃ .Reşadiye Değeri, (1)-(7) Değişik kaynaklı örnekler

* : Bentonitlerin metalürjideki uygulamaları yönünden araştırılması ve Reşadiye Bentonitlerinin bu açıdan incelenmesi, Şaban Şükrü Erdinç, Doktora Tezi, İTÜ, Maden Fak., İstanbul 1976, sayfa 109

Montmorillonit kristallerinin su ile şişebilme özelliği katmanlar üzerindeki elektrik yüklerinin dengesiz dağılımından kaynaklanmaktadır. Ayrıca katmanlardaki eksi yükün fazlalığı durumunda ise bu fazlalık, değiştirilebilen, Ca²⁺, Mg²⁺, Na⁺ gibi artı yüklü iyonlarla da dengelenmektedir. Bu iyonlar montmorillonit kristalinin etrafında ve kristal tabakalarının arasında yer alırlar. Ortamda su bulunması durumunda söz konusu iyonlar hidrate olma eğilimindedirler ve bunun sonucu olarak, silikat tabakaları arasında kolaylıkla girebilen su, tabakalar arası mesafeyi büyütür ve şişmeye neden olmaktadır. Ayrıca tabakalar arasında giren su nedeni ile aralarındaki bağ zayıfladığından tabakalar belirli bir hareket kabiliyeti kazanmaktadır. Diğer bir deyişle su tarafından şişirilmiş, plakaları arasında su dolmuş montmorillonit, bu olgu nedeni ile rigid bir yapı gösterememektedir. Montmorillonit'lerin bu yapısı çerçevesindeki teknolojik davranışları ise aşağıdaki gibi özetlenebilir:

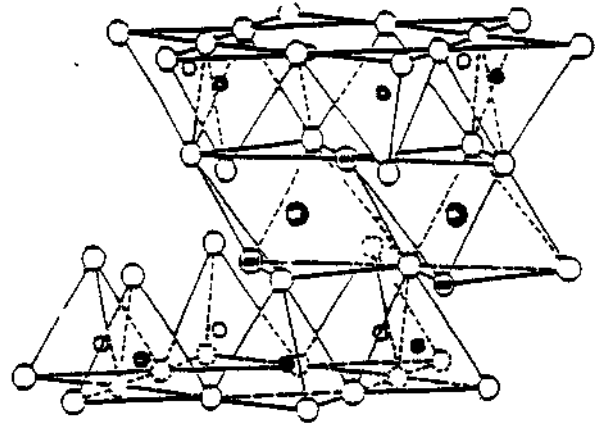
Büyük yüzey alanı olan çok küçük peletler halinde, katmanlı olarak dizilmiş, esnek kristal yapı,

Kristallerde negatif yük fazlalığı ve buna bağlı olarak kolaylıkla değiştirilebilen katyonların mevcudiyeti,

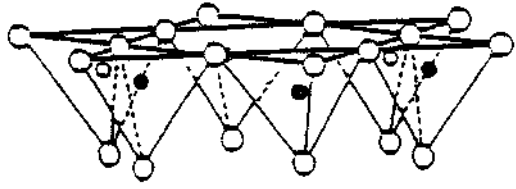
Şişme yatkınlığı

Montmorillonit bu özellikleri nedeni ile, asit ve alkalilerle modifiye edilmiş bentonitler gibi çeşitli ürünlerin elde edilebileceği, oldukça iyi bir kimyasal modifikasyon yatkınlığı gösterir. Bunun sonucu olarak çeşitli endüstri dallarında kullanılabilen modifiye bentonitlerin üretilmesi mümkün olmaktadır. Bu ürünlerin elde edilmesinde en yaygın kullanılan yöntemler; asit aktivasyonu, alkali aktivasyonu, organofülcleştirme olarak sıralanabilir.

Bentonitler asitle muamele edildiklerinde içerdikleri değiştirilebilen toprak alkali veya alkali iyonları yerine hidrojen iyonları geçmektedir. Bu işlem sırasında, kullanılan asidin konsantrasyonuna ve uygulanan sıcaklık, basınç ve zamana bağlı olarak bir

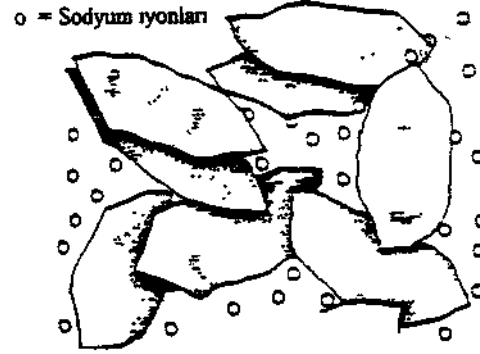


Değişebilen Kationlar
 nH_2O



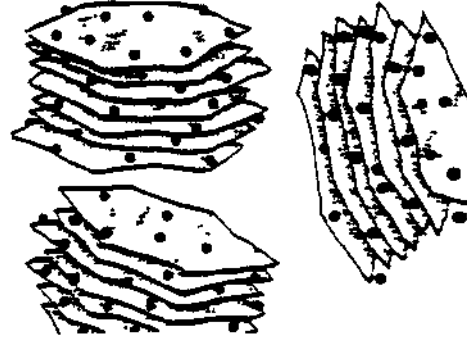
○ oksijen, ● hidroksil, ● alüminyum, demir,
○ silisyum, boşan magnezyum,
○ alüminyum.

Şekil 1. Monmorillonit Kristal Yapısı (Grim, 1968)



○ = Sodyum iyonları

● = Kalsiyum iyonları



Şekil 2. Şişmiş Monmorillonit Kristalleri

Kocakuşak, S., Akçay, K., Köroğlu, H.J., Yıcer, H., Ayak T., Savaşçı, O.T., Tolun, R

miktar çözünme de olur. Ayrıca, yapıdaki Al, Fe ve Mg'un yapıdan koparılması ve/veya çözünerek alınmasıyla montmorillonitin kristal yapısı da değiştirilebilir ve buna bağlı olarak spesifik yüzey alanı veya gözeneklilik değerlerinde yükselmeler olur (Othmer, 1967).

Alkali aktivasyonu, montmorillonitin içerdiği toprak alkali iyonlarının alkali metal iyonları ile değiştirildiği bir iyon değiştirme reaksiyonudur. Bu işlem sırasında gerek alkali iyonlarını çözmek gerekse de montmorillonit tabakalarının şişmesi ile değiştirilecek toprak alkali metallerine ulaşabilmek amacıyla ortamda su bulunması gerekmektedir. Alkali aktivasyonu işlemi Şekil 2'de şematik olarak gösterilmektedir. Alkali aktivasyonu sonucunda şişme kapasitesi yüksek, plastizitesi, viskozitesi ve tiksotropisi artırılmış ürünler elde edilmektedir.

Bentonitlerin organofilikleştirilmesi için şişme kapasitesi yüksek olan sodyum bentonitler, polar, uzun zincirli organik moleküllerle kaplanmaktadır. Bu durumda bentonitler su sevmeyen (hidrofobik) özellik göstermektedir. Ayrıca bu kaplama sayesinde bentonitin kristal tabakaları arasında bu kez, solvent ve benzerleri organik moleküller kolaylıkla girebilme ve buna bağlı olarak elde edilen jel yapılı bentonit, organik ortamlarda tiksotropik kalınlaştırıcı olarak kullanılmaktadır.

Bu çalışmada boya ve vernik endüstrisinin ihtiyacı olan bentonitler hedeflendiğinden, bentonitlerin alkali aktivasyonu ve organofilikleştirme yöntemi ile bazı modifiye bentonit tiplerinin üretimi amaçlanmıştır.

2. DENEYSEL ÇALIŞMALAR

2.1 Kullanılan Alet ve Teçhizat

Bentonitlerin detaylı yapılarının aydınlatılması için klasik laboratuvar yöntemleri yanında Atomik Absorpsiyon ve Inductively Coupled Plasma (ICP), Fourier Transform Infrared (FTIR), X- ışınları saçılma spektrofotometrik tekniklerinden, Termogravimetrik analizlerden, Gas kromatograf - Kütle spektroskopisi kombinasyonundan. Sedimentasyon tekniği ile çalışan tane büyüklüğü tayin cihazlarından, Işık

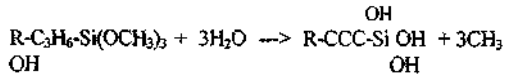
mikroskoplarından ve BET yüzey alanı tayin cihazından yararlanılmıştır.

Solvent bazlı modifiye bentonitlerin hazırlanması için laboratuvarlarda kurulan özel bir reaktör sistemi kullanılmıştır. Silanlama çalışmaları, gövdesi PET veya teflon olan bilyalı değirmende gerçekleştirilmiştir. Hammaddede iyileştirilmelerinde 5 cm çapında özel bir hidrosiklon kullanılmış (Mosley-Ing) ve özel bir santrifüj pompa ile bentonit süspansiyonları beslenmiştir. Kurutma işlemlerinde NİRO pilot boyutlu püskürtmeli kurutucudan yararlanılmıştır. Zaman zaman laboratuvar etüvleri de bu amaçla kullanılmıştır. Viskozite ölçümlerinden önce standart konsantrasyonlarda hazırlanan su-bentonit karışımları bir laboratuvar tipi blender'da iyice karıştırılmış ve Fann tipi viskozimetre ile standart yöntemlere göre viskoziteler ölçülmüştür.

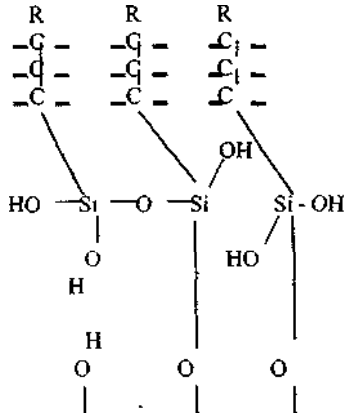
2.2 Deney ve Test Yöntemleri

2.2.1 Bentonitlerin Silan Bileşikleriyle Modifiye Edilmeleri

Bu deney yöntemleri daha çok patent literatüründe yer almaktadır. Söz konusu literatürden bu amaçla alkoksil silanların en yaygın kullanılan silan bileşikler olduğu anlaşılmaktadır. Bu bileşiklerin bentonit yüzeyine bağlanabilmesi için bir dizi reaksiyonun gerçekleştirilmesi gerekmektedir. Aşağıdaki denklemde gösterildiği gibi ilk meydana gelen reaksiyon bentonitin yüzeyinde oldukça reaktif olan trisilanol gruplarının oluşmasıdır.



Oluşan bu trisilanol grubu bentonit yüzeyindeki (-OH) gruplarıyla önce kuvvetli hidrojen bağları kurmakta, daha sonra ise bu gruplarla reaksiyona girmektedir. Ayrıca bentonit yüzeyine bağlanan trisilanol grupları kendi aralarında da reaksiyona girerek, bentonit yüzeyi etrafında yüzeye bağlı bir organik tabaka oluşturmaktadır. Bu şekilde oluşan mono-moleküler bir film tabakası aşağıda gösterilmektedir (İnorganik Yapı).



Gerçekte, bentonit etrafında oluşan silan tabakası yukarıda gösterildiği gibi mono moleküler olmayıp, daha kalın bir tabaka halindedir. Bu açıklamadan anlaşılacağı gibi siilanlama reaksiyonunun istenilen bir biçimde gerçekleştirilebilmesi için ortamda uygun miktarlarda su bulunmalıdır. Suyun miktarı az olduğu takdirde siilanlama istenilen düzeyde olamamakta, fazla olduğu takdirde ise ortamdaki istenilenden fazla trisilanol grupları kendi aralarında reaksiyona girerek, beklenen görevi yerine getirememektedir. Bu nedenle, literatürde, bentonitin 200 °C'ye kadar ısıtılarak nem miktarının düşürülmesi önerilmektedir.

Deneyler Türkiye'deki kalsiyum bentonitleri ile yapılmıştır. Bentonitler % 3-3.5'lük sulu süspansiyonlar haline getirilmiştir. Alkali aktivasyon amacıyla bu süspansiyonlara bentonit miktarlarının % 5'i kadar sodyum karbonat ilave edilmiştir. Başlangıçta 10.5 civarında olan pH değeri Ca²⁺ iyonunu sodyum ile yer değiştirmesi sonucunda 9.3'e kadar inmiştir. İyon değiştirme reaksiyonunun tamamlanması ve bentonit plakalarının oranlarının açılması için çözeltiler 1 saat kaynatılmıştır. Bentonit dışındaki iri tanecikler hidrosiklondan geçirilerek ayrılmıştır. Temizlenmiş süspansiyon 135 °C'de püskürtmeli kurutucuda içinde % 4 su kalacak şekilde kurutulmuştur. Bu şekilde iyileştirilen bir bentonitin tane boyutu dağılımı Çizelge 2'de gösterilmektedir.

iyileştirilmiş olan ve %4 su içeren toz bentonitler ilk aşamada 200°C'de kızdırılarak nem içerikleri %1.5-2 mertebesine düşürülmüştür. Daha sonra bu bentonitler, potietilen cidartı, seramik bilyatı bir değirmene yüklenmiştir. Çalışmalarda kullanılan değirmenin hacmi 0.5 İt, kullanılan bilyalar ise 1 cm çapında ve

miktarı değirmenin 1/3'ünü dolduracak şekilde alınmıştır. Söz konusu değirmen 75°C'ye kadar olan sıcaklıklarda kullanılmıştır. Daha yüksek sıcaklıklardaki deneyler teflon gövdeli değirmende gerçekleştirilmiştir. Bir defalık yükleme, 50 gr bentonit ve ağırlıkça % 6'sı kadar silan bileşimidir. Bu miktar literatürde verilen aşağıdaki bilgiler ışığında hesaplanmıştır.

$$\text{Silan, g/bentonit } g = \frac{(\text{bentonit, g}) \times (\text{bentonit y alanı, m}^2/\text{g})}{600 \text{ m}^2/\text{g}}$$

Burada bir gram silanın kapladığı alanın yaklaşık 600 m² olduğu kabul edilmiştir. Bentonit ve silanın değirmene yüklenmesini takiben değirmen değişik sürelerde çalıştırılmış ve daha sonra da ürün özelliklerine bakılmıştır.

Gerek su bazlı gerekse solvent bazlı boyalarda kullanılan çok sayıda ticari modifiye bentonit piyasalarda yer almaktadır. Çalışmanın başlangıcında bu bentonitlerin ve çalışmalarımızda kullanılan Enez ve Tokat bentonitlerinin kimyasal ve fiziksel yapılarının kıyaslanmasına ihtiyaç duyulmuş ve böylece ham madde bentonitlerimizin, hammadde olarak, hangi tür modifiye bentonitlerin üretimine uygun olabileceğinin belirlenmesi çalışmaları yapılmıştır. Değişik modifiye bentonitlerin ve çalışmalarımızda kullanılması planlanan ham bentonitlerin analiz sonuçları Çizelge 3'de gösterilmektedir. Bu tablodan görüldüğü gibi Rheox LT, Rheox EW. ve Rheox 8000. diğer bazı bentonitlere kıyasla önemli miktarlarda daha fazla magnezyum oksit içermektedir. Bu kimyasal yapılarıyla söz konusu modifiye bentonitlerin, Hektorit esaslı ham maddelerden çıkılarak hazırlandığı düşünülebilmektedir. Hektorit ise ülkemizde az tanınmaktadır. Henüz bilinen bir rezervi yoktur. Bu nedenle söz konusu modifiye bentonitlerin bu çalışma kapsamının dışında bırakılmasına karar verilmiştir. Ön işlemlerden geçirilerek hazırlanmış olan bentonit tozu kolloid halde tiksotropik özellikte bir süspansiyon vermesi için suda çözünen yüksek molekülü organik maddelerle (sodyum karboksi metil selüloz, quar gum, etil selüloz gibi) reaksiyona sokulmakta veya kanşunbiaktadır. Bu çeşit süspansiyonlarda boya reçinesi ile iyi uyum sağlayabilmesi, yüksek mol ağırlıklı polimerlerin yerini tutabilmesi, daha az miktarlarda kullanılması, suda dağılımının kolay olması, istenilen viskozite ve tiksotropik özelliğe çok çabuk ulaşılması nedeni ile silantama işlemi yapılmaktadır. Silanlamada kullanılan

Çizelge 2 Ham ve Bentonitlerin Tane Büyüklüğü ve Dağılımı

Elek Analizi	Enez bentonitlerinin İvileştirilme Çalışmaları						
	Tokar	Enez		% 3'lük suspansiyon santrifüjlendi. 10/5000 rpm		% 2'lik çözelti hidrosiklonlardan geçirildi	
	Ham Bentonit (% Ağırlık)	Ham Bentonit (% Ağırlık)	%10'lük* suspansiyon (% Ağırlık)	Dibe Çöken (% Ağırlık)	Dibe çöken ** ayrılmış suspansiyon puskurtmeli kurutucuda kurutuldu	Dibe çöken (% Ağırlık)	Dibe çöken ayrılmış suspansiyon puskurtmeli kurutucuda kurutuldu
2	99.2	97.0	60.0	-	38.0	100.0	-
4	96.5	90.0	45.0	-	13.0	100.0	-
6	93.5	82.0	33.0	-	-	100.0	-
8	90.5	75.0	18.0	-	-	99.3	-
10	87.0	69.0	13.0	-	-	98.3	-
12	83.0	63.0	8.0	-	-	97.0	-
14	78.0	58.0	-	-	-	95.5	-
16	74.0	54.0	-	-	-	93.5	-
18	70.0	50.0	-	-	-	90.5	-
20	66.0	46.0	-	-	-	88.0	-
30	44.0	30.0	-	-	-	66.0	-
40	26.0	16.0	-	-	-	44.0	-

* 105 °C'de 24 saatte kurutulup, ufaldıktan sonra (suspansiyon alkali ile modifiye edilmiştir)

** 135 °C'de 24 saatte kurutulup, ufaldıktan sonra (suspansiyon alkali ile modifiye edilmiştir)

Koçak, S., Akay, K., Koroğlu, H. J., Yener, H., Ayok, T., Savaş, O. T., Tokun, R.

Çizelge 3 Ticari ve Modifive Ham Bentonitlerin Analiz Sonuçları

İçerik (%)	Hammadde Bentonitler			Su Bazlı Bovaiara Katılan Ticari Modifive Bentonitler				Solvent Bazlı Bovaiara Katılan Ticari Modifive Bentonitler			
	Bensan*	Tokat	Opngel CK	Opngel WM	Rheox 8000	Rheox EW	Rheox LT	MP	Lapon Sep	Benton 34	Rheox SD-2
SiCb	65 38	69 00	63 35	68 "3	67 15	62 85	67 59	~6 2S	"2 58	6" 2"	62 58
AlA	16 02	17 86	23 31	13 70	3 98	4 51	2 00	16 53	20 41	23 94	26 98
FeiOi	6 14	411	2 26	130	1 47	1 05	0 86	3 58	4 49	4 77	5 32
TiO ₁	0 93	0 29	0 21	0 22	0 29	0 18	0 18	0 27	0 13	0 16	0 15
CaO	3 20	3 49	t 60	165	0 65	1 53	149	0 75	0 22	0 47	0 04
MgO	2 56	197	5 23	198	23 37	26 49	24 56	1 83	1 59	2 78	4 35
Na ₂ O	3 15	2 22	3 42	11 65	2 29	2 63	2 53	0 49	051	0 49	0 46
K ₂ O	2 76	104	0 62	0 92	0 79	0 77	0 62	0 27	0 06	0 13	0 12
Nem (105 C)	88 93	10 36	9 61	8 40	6 64	8 61	S 14	3 01	1 23	1 45	1 34
Kızairma Kaybı (600 C)	93 00	6 95	16 48	35 16	25 31	li "4	5166	29 40	38 22	38 d\	39 36

* "Yaklaşık % 10'luk alkali modmye bentonit süspansiyonu OEnez)

2. Endüstriyel Hammaddeler Sempozyumu, 16-17 Ekim 1997, Erenler, Türkiye

Kocakuşak, S., Akçay, K., Koroğlu, H.J., Yüzer, H., Ayok T., Savaşçı, Ö. T., Tolun R.

bileşiklerin uyumlu seçimi ile solvent bazlı sistemler için de benzer özellikte tiksotropik özellik veren bentonit üretilmektedir.

Sılanlamada kullanılan bentonitlerin susuz ve kuru bir ortamda hazırlanması ve kurutma sırasında 200 °C'yi geçmemesi önerilmektedir. Silanlama yapılırken yüzey alanı ile orantılı olarak silan kullanılması, ürünün su veya solventle uyum içinde olmasına yetecek şekilde yüzeyde dağılması gereklidir. Silanlanmış olan bentonitler kullanım anında tozlaşmazlar. Bentonit parçalarının üzerleri kısmen alkil silil grupları ile kaplandığından, elektrostatik yük kısmen nötrlenmiştir. Genellikle % 15'e kadar silan ilavesi ile istenilen özellikler elde edilmektedir (Onikata, 1963). Yüzeyleri silanlanmış olan bentonitler su veya solvent ortamında plastik (polimer) yapıya ulaşarak, yüksek viskozite ve tiksotropik özellik verirler.

Safsızlıklarını arındırılmış ve kurutulmuş olan bentonitten 50 gr alınarak, üzerlerine 1 gr metil metoksi silan ve oktil tri etoksi silan ile reaksiyona girmiş olan bentonitlerin proses parametreleri ve viskozite ölçüm sonuçları Çizelge 4 ve 5'de verilmektedir (Kocakuşak ve diğerleri, 1996). Silanlanmış bentonitler hızlı bir karıştırıcıda disperse edilerek Fann viskozimetrede 300 ve 600 devir/dakikada viskoziteleri ölçülmüştür. Bu iki viskozite ölçümünün birbirine oranı ise tiksotropi derecesidir.

3. SONUÇLAR

Sılanlama çalışmaları ve sonuçları ticari ürün viskoziteleri ile kıyaslamalı olarak Çizelge 4 ve Çizelge 5'de gösterilmektedir. Görüldüğü gibi silan türü, silanın ilave edilme biçimi, reaksiyon sıcaklığı, reaksiyon süresi gibi parametrelerin önemli aralıklarda değiştirilmesine rağmen, hedeflenen ticari ürünlerin viskozitesine erişilmesi mümkün olamamıştır. Bu sonuç ilk bakışta deneylerde silanlamamın istenildiği gibi gerçekleştirilemediği izlenimini oluşturmaktadır. Ancak daha sonra yapılan araştırmalarda piyasada satılan tiksotropik ürünlerin, silanlama yöntemi ile yapılmadığı ortaya çıkmıştır. Ticari ürünlerde viskozite artırma ilave katkılarla sağlanmış ve aynı katkılama sistemi tarafımızdan da uygulanarak üç adet ticari ürün geliştirilmiştir. Silanlamalarda ilgili literatür incelendiğinde özellikle bir Alman Patentinde, DE 4 300 996 A19, uygulanan yöntemde silanlama ile Çizelge 4 ve Çizelge 5'de gösterilen ürün

viskozitelerine benzer sonuçların elde edildiği belirlenmiştir. Sıcaklık ve süre değişiklikleri ile gerçekleştirilen silanlama deneylerimizde literatürde belirtilenlerden de yüksek ürün viskozitelerine ve tiksotropi değerlerine ulaşıldığı görülmektedir. Bu görüşler çerçevesinde silanlama deneylerinin beklenilenden ve literatürdekilerden daha iyi sonuçları verdiği söylenebilmektedir.

KAYNAKLAR

- Othmer, K. 1967. *Encyclopedia of Chemical Technology*, Cilt 3, sayfa 339-359.
- Onikata, Masanobu, Annaka, Gunma, 1963. *Modifizierter Bentonit*, Offenlegungsschrift, DE 4 300 996 A1
- Kocakuşak, S., Yüzer, H., Akçay, K., Koroğlu, H.J., Ayok, T., Güngör, A., Savaşçı, Ö.T., Tolun, R., 1996. *Bensan Ürünü Bentonitlerin Yapılarının Aydınlatılması ve Modifikasyonu*, KM No. 284, TÜBİTAK-MAM, Gebze.
- Grim, R.E., 1968, *Clay Mineralogy*, pp.79, McGraw-Hill, New York.

Tablo 2. Sıvılaşma Denevleri ve Sonuçları

Denev No	Kullanılan Sıvı Türü	Sıvının Katılma Yöntemi	Reaksiyon Sıcaklığı C	Reaksiyon Süresi (dak)	Viskozite (cP)								
					200 rpm				500 rpm				
					İlk	40 dak	24 Saat	48 Saat	İlk	40 dak	24 Saat	48 Saat	
1	Merit-Meroks Sıvı	Dogrudan	Oda sıcaklığı	70	50	50	50	50	50	50	50	50	50
2				90	55	50	60	60	55	50	50	50	50
3				90	55	60	60	60	50	50	50	50	50
4				120	50	50	60	60	50	50	50	50	50
5				150	60	50	60	60	55	55	55	55	55
6				210	60	50	60	60	55	55	55	55	55
7		*		120	150	50	110	110	110	10	80	80	80
8		*		180	160	70	150	140	20	30	125	115	115
9			50	30	55	50	60	50	50	50	50	50	50
10			50	45	200	200	40	80	140	140	80	70	70
11			75	60	80	20	110	70	30	140	90	55	55
12			90	75	180	80	100	70	130	30	80	70	70
13			105	90	190	90	100	70	140	140	80	55	55
14			120	105	190	200	100	70	140	140	80	70	70
15			125	120	140	20	170	160	110	110	160	55	55

* Sıvı katılma oranı 20 ml etil alkolde çözülür (% 2 lik) ve bentonite bir derzede tave edildi. Ürün vakumda 60 °C de 12 saat kurutuldu (3 No.lu deney de etüvde)

2. İndüstriyel Hammaddeler Sempozyumu, 16-17 Ekim 1997, İzmir, Türkiye

Çizelge 5. Siianiama Deneyleri ve Sonuçları

Dene\ No	Kilamın şuan öüsüğü	Sılanın Katılma vontenu	leakısvon sıcaklığı	Reacı\ on Suresi (t oak)	İSKOZİTE. CD:								
					300 rDm				oOC rom				
					ilk	-10 dak	Saat	-13 Saat	İlk	-10 dak	24 Saat	48 Saat	
16	3kü-"n-etoK.sı silan	Doğrudan	Oaa sıcaklığı	30	80	90	90	12 5	70	" 5			65 J
17	"	"	"	oO	13 0	13 0	11 0	10 0	90	90	90	80	
18	IS	"	"	90	12 0	16 0	13 0	12 0	12 0	12 3	10 0	90	
19	"	"	"	120	22 0	20 0	15 3	13 5	15 5	15 0	110	10 0	
20	"	"	"	150	23 5	20 0	150	14 0	16 0	15 0	115	10 5	
21	"	"	oO	30	oO	60	60	60	50	50	55	5 5	
22	"	"	60	45	SO	80	80	"0	6i	65	65	65 1	
23	"	"	75	60	12 0	12 0	10 0	10 0	90	90	75	"5 i	
24	"	"	oo	-5	17 0	15 0	13 0	110	12 0	11 0	95	9 5	
25	"	"	105	90	22 0	20 5	13 0	13 0	16 0	14 0	100	10 0	
26	"	"	120	105	26 0	22 5	15 0	15 0	18 0	16 0	110	10 5	
27	"	"	125	120	23 0	22 0	15 0	15 0	170	OO	110	10 5	
		Opugel CK			52 D	50 0	o3 3	-	29 0	310	35 0		
1		Ontigel WM			100 0	HOC	152 0	-	39 0	39 0	107 5		