

paintistanbul TURKCOAT CONGRESS

Fitik Asit İçeren Alev Geciktirici Özelliğe Sahip Çevre Dostu Kaplamların Geliştirilmesi

Semiha ERAL

Nilhan KAYAMAN APOHAN

Marmara Üniversitesi

İÇERİK



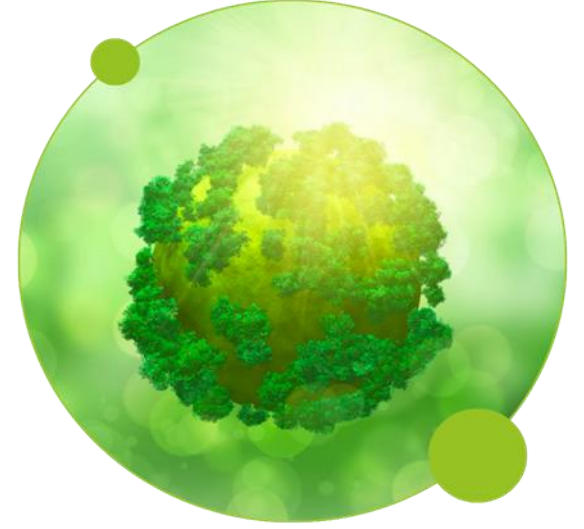
Giriş



Problem ve Çözüm



Deneyler ve Sonuçlar



GİRİŞ

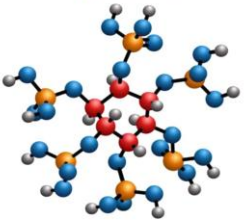


Petrol ve petrol türevi kaynakların yenilenebilir olmaması, çevreye zararlı ve kısıtlı miktarda olmasından dolayı yenilenebilir doğal kaynaklardan polimer malzeme üretimine son dönemlerde ilgi artmıştır.



Endüstride yeni bir yan ürün olan kaju fıstığı kabuğu sıvısından (CNSL) ekstrakte edilen kardanol ve kardanol türevleri bol miktarda üretilmeleri, çevreye ve insan sağlığına zararsız olmaları nedeniyle özellikle kaplama sektöründe kullanılmaktadır.

Phytic acid



Sol-jel işlemi organik/inorganik, nanokompozit veya hibrit ince filmlerin elde edilmesinde kullanılan yaygın bir yöntemdir. Yenilenebilir, doğal ve çevre dostu bir biyo-esaslı bileşik olan fitik asit, yüksek fosfor içeriğine sahip bir alev geciktiridir.

GİRİŞ

Alev geciktiricilerin çoğu, endokrin bozulmasına, kısırlığa, kansere, nörodavranışsal sorunlara ve ayrıca embriyotoksik ve teratojenik etkilere neden olarak çevre için olduğu kadar insanlar için de toksiktir.

Yakın zamana kadar, organ fosfor bileşikleri bazlı alev geciktiriciler güvenli kabul ediliyordu, ancak son araştırmalarda bunların atmosferde, toprakta, suda ve biyolojik örneklerde kalıcı olduğu bulundu.



Fosfor bileşikleri bazlı
alev geciktiriciler

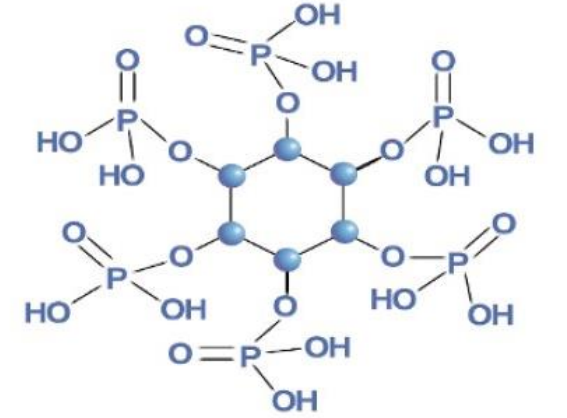


Etkiler

-  Endokrin sistemleri
-  Nörolojik sistemler
-  Üreme sistemi
-  Bağışıklık sistemi
-  Kardiyovasküler sistem

GİRİŞ

- ✓ Biyo esaslı alev geciktirici katkı malzemeleri fiziksel yollar ile ana malzemeye karışarak uygulanabilmektedir.
- ✓ Fitik Asit, polimerik malzemelerin aleve karşı korunması için doğal kaynaklardan elde edilen, fosfor açısından zengin bir bileşiktir.
- ✓ Fitik asit, içerdiği işlevsel hidroksil ve fosfat grupları sayesinde, farklı malzeme türlerine uygulandığında yüksek verimlilik ve işlevsellik sunar.



Fitik asit

GİRİŞ



EPOKSİ REÇİNEİNİN YANMA GECİKTİRİCİLİĞİNİ ETKİLİ BİR ŞEKİLDE İYİLEŞTİRMENİN BİR BAŞKA YOLU, ONLARI NANO BOYUTLU İNORGANİK PARÇACIKLARLA GÜÇLENDİRMEKTİR.



BU YAKLAŞIMI KULLANARAK, ALEV GECİKTİRMEDEKİ GELİŞMELER VE MEKANİK ÖZELLİKLERİNİN MUHAFAZA EDİLMESİ VEYA İYİLEŞTİRİLMESİ, NİSPETEN DÜŞÜK DOLGU İÇERİĞİNDE BİLE ETKİLİDİR.



EPOKSİ REÇİNE YAPIMINDA SIKLIKLA BADGE KULLANILMAKTADIR.



FAKAT BADGE, ÖSTROJENİK ÖZELLİK GÖSTERMESİNDEN DOLAYI ENDOKRİN BOZUCU KİMYASAL OLARAK BİLİNMEKTEDİR. BU SEBEPLERDEN DOLAYI BİYO ESASLI EPOKSİ REÇİNE SENTEZLENMİŞTİR.



PROBLEM VE ÇÖZÜM



Bu çalışmada, çevre dostu yaklaşımların geliştirilmesine ve sürdürülebilir çevre çözümlerine katkı sağlanması amaçlanmıştır.



Fitik asit amonyum ve kardanol glisidil metakrilat monomerlerin üretim yöntemleri geliştirilirken epoksida soya yağı ve epoksitlenmiş soya yağı akrilat reçinelerinin de üretim yöntemleri geliştirilmiştir.

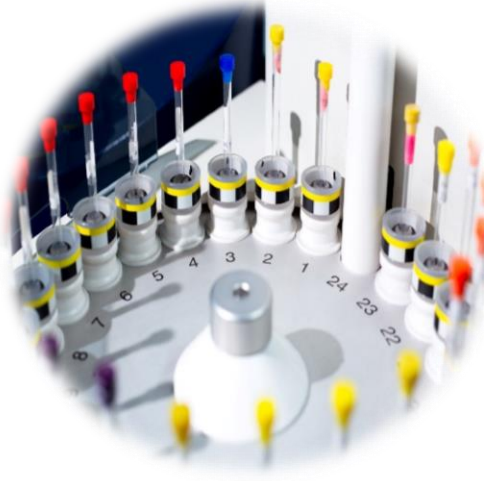


Sentezlenen monomer, epoksi akrilat ve akrilat reçinelerin NMR, FTIR, DSC, TGA analizleri yapılarak yapıların özellikleri çıkarılmıştır.

DENEYLER VE SONUÇLAR



SENTEZLER



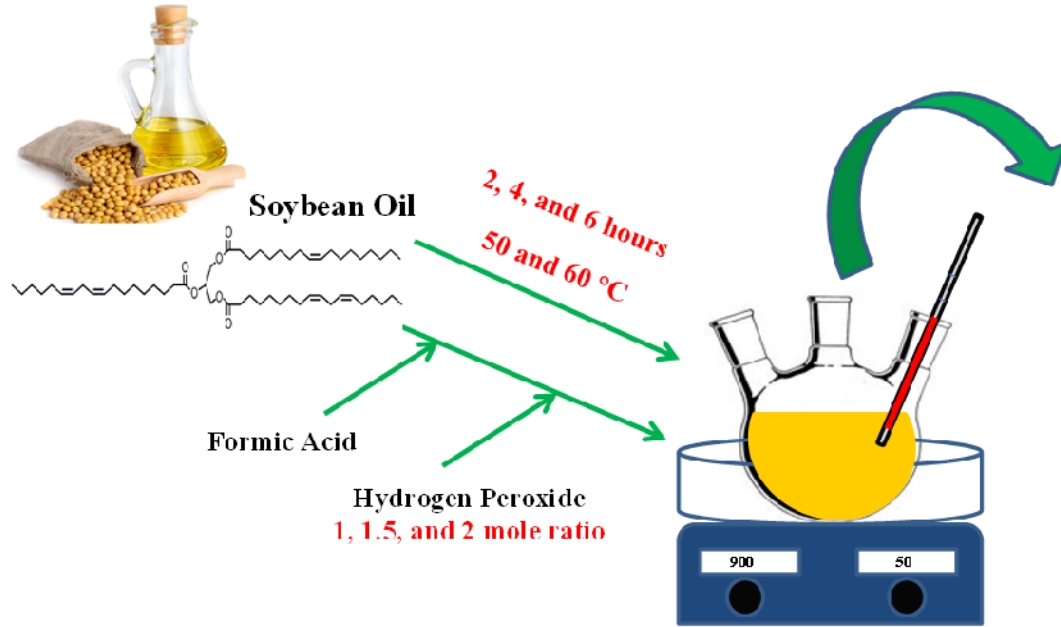
KARAKTERİZASYON



UYGULAMALAR

SENTEZLER

Epokside Soya Yağı Sentezi (ESO)



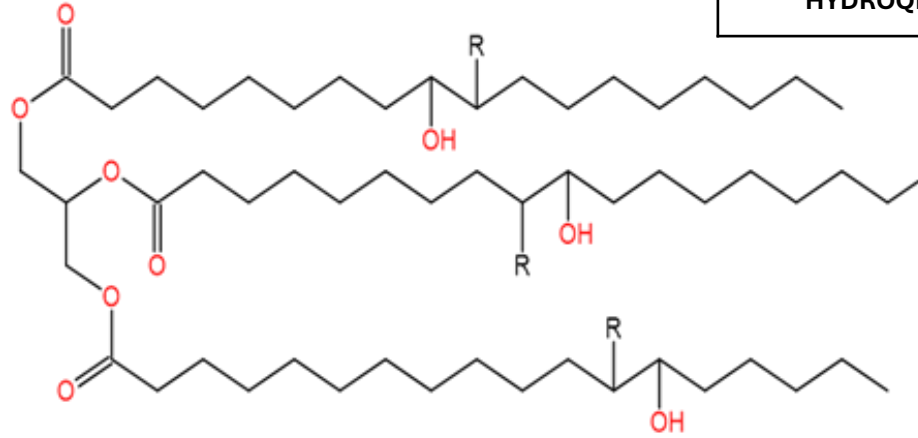
- Soya yağı, formik asit, sülfürik asit ve H_2O_2 ile 50-60 °C'de 6 saat reaksiyona girer.
- Eposide soya yağı sentezi başarı ile sentezlenmiştir.

SENTEZLER

Epokside Soya Yağı Akrilat (ESOA)

- Elde edilen epoksi soya yağı, metakrilik asit ile akrilatlama reaksiyonuna sokulmuştur. Reaksiyon, katalizör olarak trifenilfosfin (TPP) ve inhibitör olarak hidrokinon varlığında yürütülmüştür.
- Bu işlem, epoksi gruplarının metakrilik asit ile reaksiyona girerek akrilat fonksiyonelliği kazandırmasını sağlamıştır.

Kimyasal Adı	Miktar (gram)
ESO	30
METACRYLIC ACID	10,67
TPP	0,3
HYDROQINONE	0,015

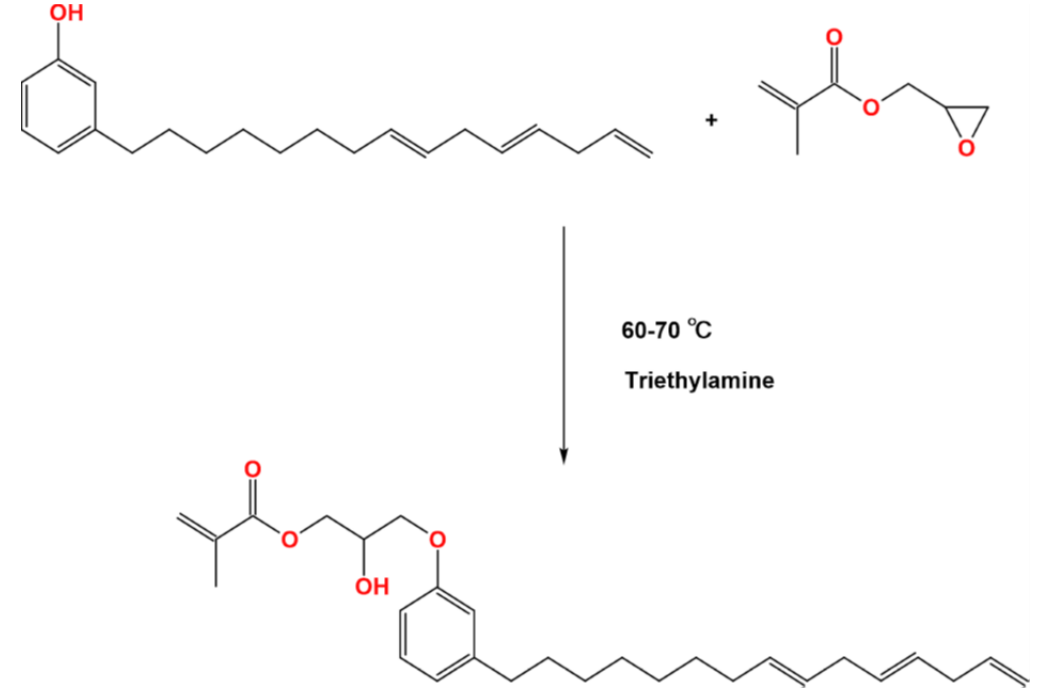


Epoksilenmiş soya yağı akrilat (ESOA)

SENTEZLER

Kardanol Glisidil Metakrilat (CGM)

- Kardanol ile glisidil metakrilat eşit mol oranında, trietilamin katalizörüyle reaksiyona sokuldu.
- Hidrokinon homopolimerleşmeyi önledi.
- Ürün etil asetatla seyreltilip NaOH ve suyla yıkandı.
- Saf CGM sentezi gerçekleştirildi.

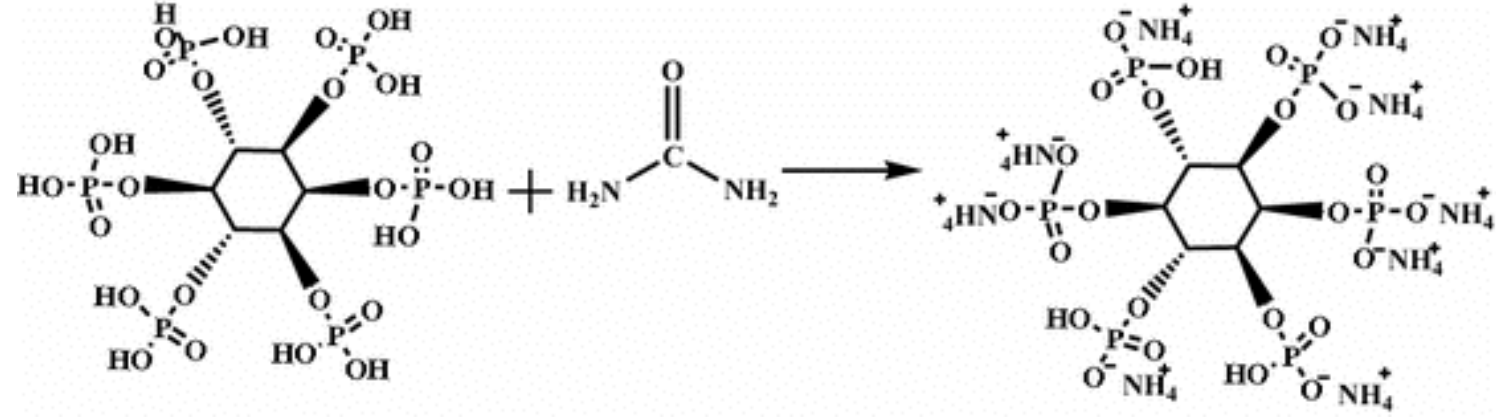


Kardanol Glisidil Metakrilat (CGM)

SENTEZLER

Fitik Asit Amonyum (FAA)

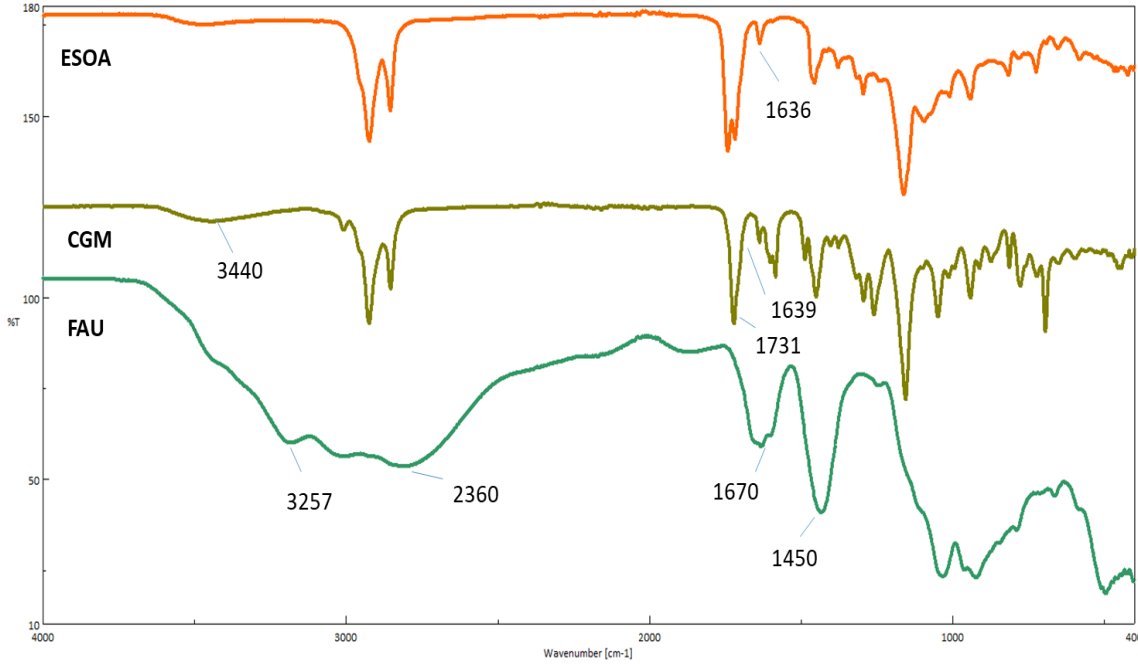
- %70'lik fitik asit ve üre, 1,5 saat 100 °C'de reaksiyona sokuldu.
- Elde edilen sıvı DMF'de çöktürölüp, filtrelendi ve vakumda kurutuldu.
- Saf FAA beyaz katı olarak elde edilmiştir.



Fitik asit amonyum

KARAKTERİZASYON

ESOA, CGM ve FAA sentezlerinin FT-IR spektrumları



ESOA

3400 cm⁻¹ (-OH) → Epoksit gruplarının açıldığını gösterir.

1731 cm⁻¹ (ester C=O) ve **1636 cm⁻¹** (akrilat -C=C-) → Akrilat bağlanması doğrulanmıştır. Epoksitde soya yağına akrilat grupları başarıyla eklenmiştir

CGM (Cardanol Glisidil Metakrilat)

3440 cm⁻¹'de -OH piki ve **1731 cm⁻¹'de** -C=O piki vererek başarıyla gerçekleştirildi. Ek olarak, akrilik çift bağı -C=C- **1639 cm⁻¹'de** gözlemlenebilir ve CGM oluşumunu doğrular.

FAU (Fitik Asit Amonyum)

2360 cm⁻¹ (PO₄³⁻) → Fitik asit varlığını gösterir

3257 cm⁻¹ (-OH/NH₄⁺) → Amonyum tuzu oluşumuna işaret eder
Fitik asit, amonyum tuzu formunda izole edilmiştir

Şekil 1. ESOA, CGM ve FAA FT-IR spektrumları

UYGULAMALAR

Organik-İnorganik Hibrit Sol Oluşumu

Sol jel prosesinin ilk adımı, Tetraetil Ortosilikat (TEOS) hidroliz olarak silika (SiO_2) ağı oluşturulur. İnorganik (SiO_2) yapı, organik metakrilat grupları ve vinil-POSS katılımıyla kararlı, fonksiyonel hibrit bir sol oluşur. Bu sol UV kürlenme ile jel haline dönüşür.

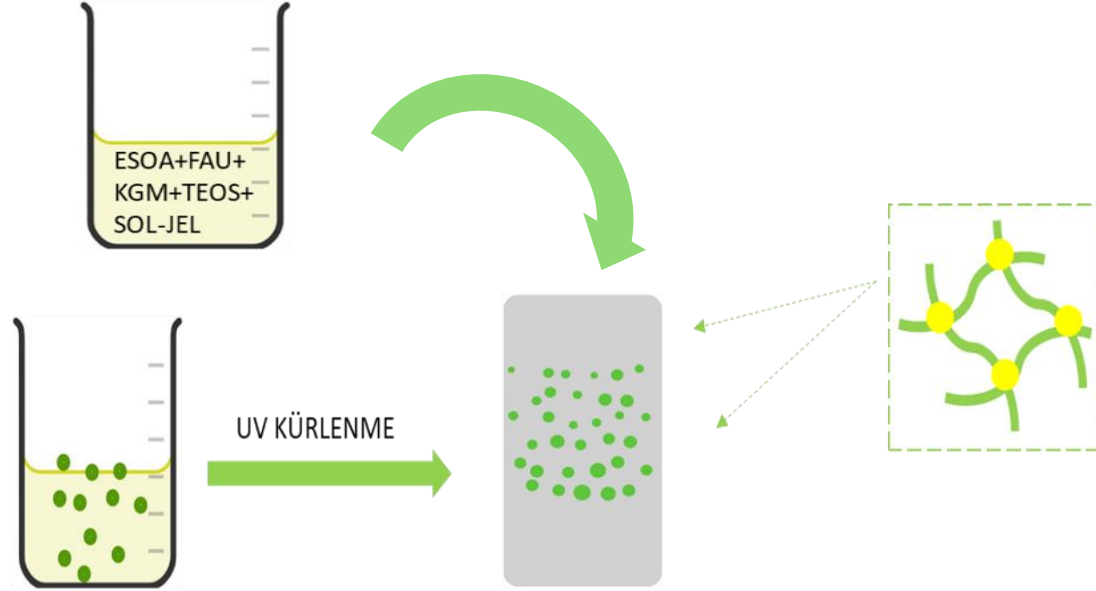


FOTO ÇAPRAZBAĞLI BİOESASLI KAPLAMA

Film ve kaplamaların hazırlanması

Tablo 1. SE-1, SE-2 ve SE-3 kompozisyonlarının formülasyonu

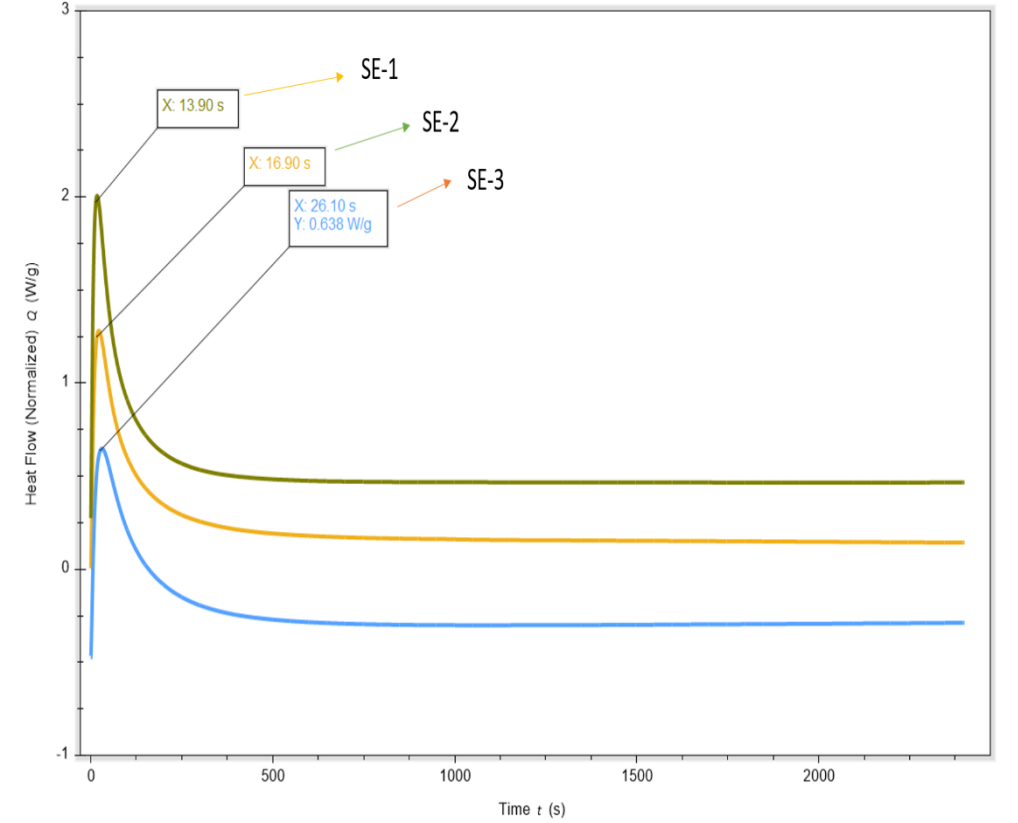
DENEY NO	ESOA	CGM	FAA	SOL-GEL	TPGDA	FOTOBAŞLATICI
SE-1	5	4,5	0,25	1	0,5	0,2
SE-2	5	4,5	0,5	1	0,5	0,2
SE-3	5	4,5	0,75	1	0,5	0,2

SONUÇLAR

Foto Dsc Testi

Tablo 2. Foto DSC test sonuçları

Numune Adı	Kürlenme Süreleri	Alev Geciktirici Potansiyel
SE-1	13.9 s	Düşük
SE-2	16.9 s	Orta
SE-3	26.1 s	Yüksek



SONUÇLAR

Limit Oksijen Testi (LOİ)

Tablo 3. SE-1, SE-2 ve SE-3 LOİ analiz sonuçları

Numune Adı	Oksijen İndeksi (%)
SE-1	19
SE-2	22
SE-3	24,6



SONUÇLAR

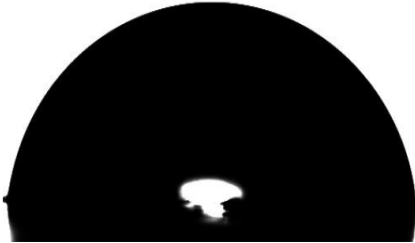
Temas Açısı Testi

SE-1

SE-2



SE-3



Tablo 3. SE-1, SE-2 ve SE-3 temas açısı sonuçları

Numune No	Temas açısı (°)
SE-1	47,7
SE-2	60,8
SE-3	80,3

Kaplamada fitik asit amonyum miktarı arttıkça yüzey daha hidrofobik hale gelmiştir.

SONUÇ



Epoksitenmiş soya yağı akrilat

Kardanol glisidil metakrilat

Fitik asit amonyum

Sol- Jel metodu ile Organik-İnorganik kaplamalar



Foto çaprazbağlı organik-irorganik bioesaslı kaplama

Etkili alev
geciktirici
performans



Fosforlu alev geciktiriciler, oksijenin sisteme beslemesini engelleyen ve alev geciktirici özellik kazandıran bir koruyucu kömür tabakası oluşturarak karbondioksit yerine (CO_2) karbon oluşumu sağlar. Tablo 2'de fitik asit amonyum miktarı arttıkça reçinenin yanması için gerekli oksijen miktarı artmış ve alev geciktirme özeliği kattığı gözlemlenmiştir. Çevre dostu kaplamalar geliştirilmiştir.

