

**T.C.
PAMUKKALE ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ
KİMYA MÜHENDİSLİĞİ ANABİLİM DALI**

**BOR ZENGİNLEŞTİRME PROSES ATIĞI İÇEREN
NANOKOMPOZİT KATKILI ÇEVRE DOSTU KABLOLARIN
ÜRETİLMESİ**

YÜKSEK LİSANS TEZİ

SENA KABUKÇU

DENİZLİ, OCAK - 2025

**T.C.
PAMUKKALE ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ
KİMYA MÜHENDİSLİĞİ ANABİLİM DALI**



**BOR ZENGİNLEŞTİRME PROSES ATIĞI İÇEREN
NANOKOMPOZİT KATKILI ÇEVRE DOSTU KABLOLARIN
ÜRETİLMESİ**

YÜKSEK LİSANS TEZİ

SENA KABUKÇU

DENİZLİ, OCAK - 2025

Bu tezin tasarımı, hazırlanması, yürütülmesi, arařtırmalarının yapılması ve bulgularının analizlerinde bilimsel etięe ve akademik kurallara özenle riayet edildiđini; bu alıřmanın dođrudan birincil ürünü olmayan bulguların, verilerin ve materyallerin bilimsel etięe uygun olarak kaynak gösterildiđini ve alıntı yapılan alıřmalara atfedildiđine beyan ederim.

SENA KABUKU

ÖZET

BOR ZENGİNLEŞTİRME PROSES ATIĞI İÇEREN NANOKOMPOZİT KATKILI ÇEVRE DOSTU KABLOLARIN ÜRETİLMESİ YÜKSEK LİSANS TEZİ

SENA KABUKÇU

**PAMUKKALE ÜNİVERSİTESİ FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ
KİMYA MÜHENDİSLİĞİ ANABİLİM DALI
(TEZ DANIŞMANI: PROF. DR. NECİP ATAR)**

DENİZLİ, OCAK - 2025

Dünya’da en zengin bor yataklarına sahip ülkemizde bor mineralleri üretimi esnasında yıllık ortalama 600.000 ton atık ortaya çıkmaktadır. Bu atıklardan elde edilen bor nanokilin (BNK) değerlendirilmesi hem çevre sorunlarının azaltılmasına hem de kablo sektöründe kullanılarak katma değeri yüksek ürün eldesine imkan sağlayacaktır.

Bor atıklarının farklı alanlarda kullanımına yönelik birçok çalışma bulunmaktadır. Ancak bu atıklardan nano bor elde edilmesi ve bunun kablo imalatında kullanımına yönelik çalışma ilk olacaktır.

BNK katkı kablo üretimi ile başta yanmazlık olmak üzere, mukavemet, oksijen ve termal indeksi gibi özelliklerinin iyileştirilmiş çevre dostu, sürdürülebilir, düşük maliyetli, rekabetçi ve uluslararası standartları karşılayan bir kablo üretilmesi amaçlanmaktadır.

ANAHTAR KELİMELER: Bor, nanokil, kablo, çevre dostu, yenilenebilir, yanmazlık

ABSTRACT

PRODUCTION OF NANOCOMPOSITE DOPED ENVIRONMENTALLY FRIENDLY CABLES CONTAINING BORON ENRICHMENT PROCESS WASTE

MSC THESIS

SENA KABUKÇU

PAMUKKALE UNIVERSITY INSTITUTE OF SCIENCE

CHEMISTRY ENGINEERING

(SUPERVISOR:PROF. DR. NECİP ATAR)

DENİZLİ, JANUARY 2025

In our country, which has the richest boron deposits in the world, an average of 600,000 tons of waste is generated annually during the production of boron minerals. Evaluation of boron nanoclay (BNK) obtained from these wastes will enable both to reduce environmental problems and to obtain products with high added value by using it in the cable industry.

There are many studies on the use of boron wastes in different areas. However, the study on obtaining nano boron from these wastes and its use in cable manufacturing will be the first.

With the production of BNK additive cable, it is aimed to produce a cable that is environmentally friendly, sustainable, low cost, competitive and meets international standards with improved features such as inflammability, strength, oxygen and thermal index.

KEYWORDS: Boron, nanoclay, cable, eco-friendly, renewable, non-flammability

İÇİNDEKİLER

Sayfa

ÖZET.....	i
ABSTRACT	ii
İÇİNDEKİLER	iii
ŞEKİL LİSTESİ	v
TABLO LİSTESİ	vi
SEMBOL LİSTESİ	vii
ÖNSÖZ.....	viii
1. GİRİŞ.....	1
1.1 Literatür Özeti	1
1.2 Amaç	6
2. BOR VE BOR ATIKLARININ DEĞERLENDİRİLMESİ	8
2.1 Bor	8
2.2 Bor Ve Bileşenleri	10
2.3 Bor Atıkları Hakkında	11
3. MATERYAL VE METOT	12
3.1 Materyallerin Ve Metotların Belirlenmesi	12
3.2 Bor Atığından Bor Nanokil Elde Edilmesi.....	13
3.3 Bor Nanokil Sentezleri	15
3.3.1 Kalsinasyon.....	15
3.3.2 Hidrotermal Sentez	15
3.3.3 Karakterizasyon	16
3.3.4 X-Işını Kırınımı Yöntemi (XRD)	16
3.3.5 FTIR-ATR Analizi.....	17
3.3.6 TEM	18
3.3.7 Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) Analizi	18
3.3.8 BET Yüzey Alanı.....	19
3.4 Bant Numuneler İçin Gerekli Testler	20
3.4.1 Oksijen İndeksi Deneyi.....	20
3.4.2 Yoğunluk Deneyi.....	22
3.4.3 Mukavemet-Uzama Deneyi	23
3.4.4 Halojen Asit Gaz Ve pH, İletkenlik Deneyi	23
3.4.4.1 IEC 60754-1 standardına göre Halojen Asit Deneyi.....	24
3.4.4.2 IEC 60754-2 standardına göre pH Ve İletkenlik.....	25
3.4.5 IEC 60811-501 standardına göre Mekanik Değerler	27
3.4.6 IEC 60811-401 standardına göre Eskitme Değerleri	28
3.4.7 Diğer Bant Numune Testleri.....	29
3.5 Kablo Deney Metotları	29
3.5.1 IEC 60811-501 standardına göre Mekanik Değerler	30
3.5.2 IEC 60811-401 standardına göre Eskitme Değerleri.....	30
3.5.3 ISO 4589-2 standardına göre Oksijen İndeksi.....	30
3.5.4 IEC 60754-2 standardına göre Halojen Asit Miktarı.....	30
3.5.5 IEC 60811-409 standardına göre Ağırlık Kaybı.....	30
3.5.6 IEC 60811-402 standardına göre Su Emme	31
3.5.7 IEC 60811-508 standardına göre Sıcakta Ezilme	33
3.5.8 IEC 60811-509 standardına göre Isı Şoku	35

3.5.9	IEC 60811-504- IEC 60811-506 standardına göre Soğukta sarma-uzama-darbe Deneyi	37
3.5.10	ASTM D1047-95 standardına göre Yağa Dayanım ve ENI 18100 standardına göre Hidrokarbona Dayanım Değerleri.....	39
3.5.11	IEC 60811-405 standardına göre Termik Kararlılık Değerleri....	40
3.5.12	IEC 60332-3-24 standardına göre Düşey Alev Yayılım Değerleri	41
4.	DENEYSEL ÇALIŞMALAR	43
5.	SONUÇLAR VE ÖNERİLER.....	49
6.	KAYNAKLAR.....	50
7.	ÖZGEÇMİŞ	54

ŞEKİL LİSTESİ

Sayfa

Şekil 3.1: AG Kablo Tasarımı Görüntüsü.....	13
Şekil 3.2: Bor Atığından Bor Nanokil Sentezi Gösterimi.....	16
Şekil 3.3: XRD Cihazı	17
Şekil 3.4: FTIR-ATR Cihazı	18
Şekil 3.5: SEM Cihazı.....	19
Şekil 3.6: BET Yüzey Alanı Cihazı	20
Şekil 3.7: Oksijen İndeksi Test Cihazı	22
Şekil 3.8: Yoğunluk Ölçer Test Cihazı	23
Şekil 3.9: Yakma Kayıkçığı	25
Şekil 3.10: Hava Besleme Sistemi (Flow metre + Hava pompası)	26
Şekil 3.11: Tüp Biçimli Fırın	26
Şekil 3.12: Yıkama Şişeleri.....	27
Şekil 3.13: Kaşık Numune	28
Şekil 3.14: Mukavemet-Uzama Cihazı	28
Şekil 3.15: Bant Numune Testleri	29
Şekil 3.16: Ağırlık Kaybı Test Ekipmanları	31
Şekil 3.17: Su Emme Test Ekipmanları	33
Şekil 3.18: Sıcakta Ezilme Test Ekipmanları.....	34
Şekil 3.19: Isı Şoku Numune Hazırlama.....	36
Şekil 3.20: Isı Şoku Test Ekipmanları.....	36
Şekil 3.21: Soğukta Sarma Test Ekipmanları	37
Şekil 3.22: Soğukta Uzama Test Ekipmanları	38
Şekil 3.23: Soğukta Vurma Test Ekipmanları	38
Şekil 3.24: Kimyasal Dayanım Test Ekipmanları.....	40
Şekil 3.25: Termik Kararlılık Test Ekipmanları	41
Şekil 3.26: CAT-C Test Kabini.....	42
Şekil 4.1: Bor zenginleştirme proses atığından elde edilen BNK'in XRD spektrumu.....	43
Şekil 4.2: (a) Bor zenginleştirme proses atığının ve (b) BNK'in IR spektrumları.....	44
Şekil 4.3: Bor zenginleştirme proses atığının SEM görüntüsü	44
Şekil 4.4: Bor zenginleştirme proses atığından elde edilen BNK'in SEM görüntüsü.....	45
Şekil 4.5: Bor Zenginleştirme Proses Atığından Elden Edilen Bor Nanokilinin TEM Görüntüsü	45

TABLO LİSTESİ

Sayfa

Tablo 2.1: Bor Elementinin Fiziksel Özellikleri (Physical Properties Of BoronElement)	9
Tablo 2.2: Bor Elementinin Kimyasal Özellikleri (Chemical Properties Of Boron Element) (Yegül 2007).....	10
Tablo 4.1: Yoğunluk Değerleri	46
Tablo 4.2: Oksijen İndeksi Değerleri	46
Tablo 4.3: Mukavemet Değerleri	46
Tablo 4.4: Uzama Değerleri	47
Tablo 4.5: Eskitme Sonrası Mukavemet Değerleri	47
Tablo 4.6: Eskitme Sonrası Uzama Değerleri.....	48

SEMBOL LİSTESİ

°C	:	Santigrat Derece
B₂O₃	:	Bor Oksit
BNK	:	Bor Nanokil
Mg	:	Miligram
g	:	Gram
kg	:	Kilogram
µm	:	Mikrometre
h	:	Saat
dk	:	Dakika
sn	:	Saniye
cm	:	Santimetre
mm²	:	Milimetrekare
ml	:	Mililitre
L	:	Litre
M	:	Molarite
µS	:	Mikro saniye
W	:	Watt
kJ	:	Kilojoule
Gpa	:	Gigapascal
Atm	:	Atmosfer
Pa	:	Pascal
Ev	:	Elektronvolt
XLPE	:	Çapraz Bağlı Polietilen
SWA	:	Galvanizli Çelik Telli Zırh
PVC	:	Polivnil Klorür
HFRR	:	Halogen Free Flame Retardant
FTIR	:	Fouirer Dönüşümlü Kızılötesi Spektroskopisi
BET	:	Yüzey Alanı Tayin Cihazı
AFM	:	Atomik Güç Mikroskoku
XPS	:	X-Işını Fotoelektron Spektroskopisi
SEM	:	Taralamalı Elektron Mikroskobu
XRD	:	X-ışınları Kırınımı
TGA	:	Termal Gravimetrik Analiz
TEM	:	Geçirimli Elektron Mikroskobu

ÖNSÖZ

Tez çalışmam boyunca, beni yönlendiren, her aşamada bilgi birikimi, düşünce ve katkıları ile bana yol göstererek çalışmamın başarı ile sonlanmasını sağlayan çok değerli hocam Prof. Dr. Necip ATAR'a saygı ve teşekkürlerimi sunarım.

Bu tez çalışması Nexans Türkiye Endüstri ve Ticaret A.Ş. - Denizli Kablo Fabrikası ARGE Laboratuvarında gerçekleştirilmiştir. Fabrika ile üniversite iş birliği bağlantılarında bana en önemli desteği veren, bu tez çalışmasının hayata geçmesinde rol oynayan engin bilgisini, kıymetli tecrübesini yardım ve desteklerini her daim paylaşan değerli fabrika danışman hocamız Prof. Dr. Cemal MERAN'a sevgi ve saygılarımı sunar, teşekkür ederim.

Tez çalışmamın tüm aşamalarında her türlü bilgi ve veri paylaşımı sağlayarak benimle birlikte emek sarf eden Nexans Türkiye Endüstri ve Ticaret A.Ş. ARGE Merkezi çalışanlarına ve tüm maddi ve manevi desteklerinden dolayı yöneticim Sayın Ömer EREN'e sevgi ve saygılarımı sunar, teşekkür ederim.

Tüm hayatım boyunca olduğu gibi yüksek lisans çalışmalarım sürecinde de benden destek ve yardımlarını esirgemeyen ve her zaman yanımda olan, varlığına minnettar olduğum annem Nursel ÖZER ve babam Feridun ÖZER'e, çok kıymetli eşim Cevdet Erdem KABUKÇU'ya sonsuz teşekkür ederim.

Son olarak tez çalışmam sırasında küçük veya büyük yardımını esirgemeyen herkese teşekkürü bir borç bilirim.

1. GİRİŞ

Çevrenin korunması açısından atıkların geri kazanılması ve hammadde kaynağı olarak tekrar değerlendirilmesi büyük önem arz etmektedir. Artan çevresel sorunlar ve ekonomik gereklilik, atıkların geri kazanımını ve bununla ilgili teknolojilerin gelişimini zorunlu kılmaktadır. Üretim sırasında bor zenginleştirme tesislerinden yaklaşık % 8-10 oranında B_2O_3 ortaya çıkmaktadır. Stratejik öneme sahip olan bor mineralinin, yüksek oranda B_2O_3 içeren atıkları hava, su ve toprak kirliliği gibi birçok çevre sorunu oluşturmaktadır. Atıkların depolanması için çok sayıda büyük alanlara ihtiyaç duyulmaktadır. Değerlendirilebilir atıkların depolanma alanlarına atılması yerine bu atıklardan ikincil hammadde elde edilmesi; hem endüstrinin hammadde ihtiyacını azaltacak hem de ekonomiye katkı sağlayacaktır.

Bor kaynaklarından milli ekonomiye katkı sağlamak amacıyla; yeni bor ürünleri geliştirilmesi, mevcut bor ürünlerine yeni kullanım alanları bulunması, ülkemizde bora dayalı sektörün geliştirilmesi, istihdamın artırılması ve borun yurtiçi tüketim değerlerinin daha yüksek seviyelere çıkarılması gerekmektedir. Bu tez kapsamında bor zenginleştirme proses atığından elden edilen bor nanokilinin kullanılmasıyla ülkemizde bora dayalı ekonomik katkıyı arttırmak ve katma değeri yüksek bor içeren sürdürülebilir, yenilenebilir, çevre dostu ve yangına dayanıklılık gibi farklı fonksiyonel özellikler içeren kablolar geliştirmek amaçlanmaktadır. Böylece yeni nesil kabloların geliştirilmesi ve endüstriyel ölçekte üretilmesi ile kablo sektörüne ve ülke ekonomisine katkıda bulunulacaktır.

1.1 Literatür Özeti

Tombal ve diğ. (2016), tarafından yapılan çalışmada, bor elementi, bor içeren ticari mineral ve bileşikler tanıtılarak genel kullanım alanları vurgulanmış, ardından dünya bor rezervi, üretim ve tüketim değerlerine ait istatistik bilgilerin bir araya getirilmesi amaçlanmıştır. Sonuç olarak, önemli bor kullanım alanlarının Türkiye ekonomisine olası katkıları ve konunun stratejik önemi de vurgulanmıştır.

Karağaç (2015), tarafından yapılan çalışmada, bor tesisi atıklarından borun geri kazanılarak bor mineralleri ve/veya bileşiklerini katma değeri yüksek nanoteknolojik endüstriyel ve teknolojik ürünlere dönüştürerek ileri teknoloji gerektiren sektörlerde kullanımını yaygınlaştırmak amaçlanmıştır. Bor atığı kurutulmuş, öğütülmüş, sülfürik asitte çözülmüş, ısıtılıp-soğutulularak kristallendirilmiş ve böylece borik asit elde edilmiştir. Borik asitin 280 0C'de 10 saat kalsine edilmesiyle boroksit ve boroksidin farklı örnek/bilye oranlarında, farklı sürelerde ve farklı öğütme hızlarında öğütülmesiyle de nano-boroksit elde edilmiştir. Nano-boroksite yeni kullanım alanları kazandırmak için eritme yöntemine göre nano-boroksit/naylon-6 nanokompozitleri sentezlenmiş. Atığı, borik asiti, boroksidi, nano-boroksidi ve nanokompozitleri karakterize etmek için X-ışınları kırınımı (XRD), geçirimsiz elektron mikroskopu (TEM), atomik kuvvet mikroskopu (AFM), taramalı elektron mikroskopu (SEM), Brunauer-Emmett-Teller (BET) yöntemi, fourier transform infrared-attenuated total reflectance spektroskopisi (FTIR-ATR), diferansiyel termal analiz/termogravimetri (DTA/TG), diferansiyel taramalı kalorimetre (DSC) ve optik temas açısı cihazları kullanılmıştır.

Uluslararası Yakıtlar, Yanma ve Yangın Dergisi (2022), tarafından yapılan çalışmada, bor mineralinin bileşenlerinden, yangın geciktirici özelliğe sahip olan formu ele alınmıştır. Gemilerde kullanılan güverte boyalarında bor karışımli boya kullanılmasının gemilerde çıkabilecek yangınlarda yangının büyümesini geciktirebileceği gibi aynı zamanda hızlı soğuma özelliği sayesinde yangını kontrol altına almakta kolaylık sağlayacağı değerlendirilmiştir.

Aydın ve diğ. (2016), tarafından yapılan çalışmada, çinko borat bir borat bileşimidir ve oldukça etkili bir alev geciktiricidir. TGA-DSC analizinde çinko borat pigmentinin çok yüksek sıcaklıklarda dahi bozulmadığı ve stabil bir yapı sergilediği gözlemlenmiştir. Yüksek LOI değeri, malzemenin standart atmosferik koşullar altında yakılmasının daha zor olduğunu göstermiştir. LOI testinde çinko borat pigment boya ile kaplanmış ahşap bloğun LOI değerinin %55'in üzerinde olduğu görülmüştür.

Giúdice ve Benítez (2001), tarafından yapılan çalışmada, LOI değeri, herhangi bir materyalin yanmaya reaksiyonuna devam etmesi için gereksinim duyduğu minimum % oksijen miktarını ifade eder şeklinde açıklanmıştır. Yüksek

LOI deęeri ortalama atmosfer ortamlarında, o malzemenin daha zor yanma karakterine sahip olduęunu göstermiştir. Bir malzemenin alev geciktirici olarak söylenebilmesi için, LOI cihazından çıkan limit % 28 ve daha üzeri LOI oranı olduęu ve bu malzemenin yanmaya devam etmesi için havadaki ortalama %14-16 olan Oksijen oranının yeterli gelmeyeceęini açıklamıştır. Yanıcı malzemenin yanmaya devam etmesi için yeteri kadar oksijen olmadıęı için yanma reaksiyonu gerekleşmedięi görölmüştür.

Prabhakar ve dię. (2015), tarafından yapılan alıřmada Antimon trioksit ve magnezyum hidroksit, oksitler ve su üretmek için termal olarak ayrıştırılması incelenmiştir. Bu endotermik süreç polimer yüzeyini soęutmuş ve yangının yayılmasını bir süre geciktirmiştir. Alev geciktirici hacimdeki su miktarı arttıka alev geciktirici malzemenin etkinlięi de artmıştır.

Kaynak ve dię. (2014), tarafından yapılan alıřmada “inko borat”, “bor oksit” ve “borik asitin” polietilen hammaddeli kablo yalıtım ürünlerinde “yangın geciktirici” olarak uygulanabilirlięini incelemiştir. Yapılan denemelerde; bazı bor bileşikleri ile alüminyum hidroksitin yer deęiřtirmesi sonucunda birçok yangın geciktirici parametrelerde artışa sebep olduęu görölmüştür.

ebi ve dię. (1997), tarafından yapılan alıřmada, Bor mineralleri yapılarında farklı oranlarda bor oksit ieren doęal bileşikler olduęu ve ticari aıdan önemli bor mineralleri arasında; Tinkal, Kolemanit, Kernit, Üleksit, Pandemit, Borasit, Szaybelit ve Hidroborasit bulunduęunu açıklamaktadır. Fakat bu mineraller iinde ticari olarak boraks, kolemanit ve üleksit daha fazla ön plana ıktıęı ve bu üç mineralin, dünya borat ihtiyacının yaklaşık % 90’ını karřılamakta ayrıca bařta Türkiye ve Amerika Birleşik Devletleri olmak üzere çok az sayıda ülkede üretildięini açıklamıştır.

Woods (1994), tarafından yapılan alıřmada, borun kayalarda, toprakta ve suda karasal daęılımına dair kısa bir genel bakışın ardından, borat minerallerinin keşfinin tarihi, erken kullanımı ve jeolojik kökeni özetlenmiştir. Borat-mineral konsantreleri, boraks, borik asit ve dięer rafine ürünlerin modern kullanımları arasında cam, fiberglas, yıkama ürünleri, alařımlar ve metaller, gübreler, ahřap işlemleri, böcek ilaları ve mikrobiyositler yer almaktadır. Borun kimyası, olası

sağlık etkileri açısından incelenmiştir. Borun muhtemelen biyolojik sistemlerde hidroksillenmiş türlerle kompleks oluşturduğu ve enzim ve koenzimlerin inhibisyonu ve uyarılmasının etki biçiminde çok önemli olduğu sonucuna varılmıştır.

Gökdaı (2014), tarafından yapılan çalışmada, bor oksitten yola çıkarak katma değeri yüksek olan bor uç ürünlerinden elementel borun mekanokimyasal ve gaz ile indirgeme metotları çerçevesinde sentezi ve karakterizasyonu gerçekleştirilmiştir. Mekanokimyasal sentez ile indirgeme metodunda yüksek enerjili bilyalı değirmen kullanılmıştır. 1:3,3 toz bilya ağırlık oranında ve 600 dakika boyunca öğütölmüş olan toza yapılan saflaştırma işlemlerinden sonra, XRD ve EDS sonuçlarına göre elementel borun oluştuđu gözlenmiştir.

Çubuk ve diğ. (2022), tarafından yapılan çalışmada, nano Bor Nitrür katkısının alüminyuma mukavemet, sertlik, ağırlık, işlenebilirlik ve maliyet düşürme açısından iyileştirmeler sağladığı görölmüştür. Bu derlemede, farklı üretim yöntemleri ve farklı yüzdelerle Alüminyuma eklenen Nano Bor Nitrür'ün sertlik, akma gerilimi ve çekme gerilimi özellikleri incelenmiştir.

Büyükyıldız (2007), tarafından yapılan çalışmada, Emet Borik Asit Fabrikası atıklarından bor'un geri kazanılması amaçlanmıştır. Bunun için Emet Borik Asit Fabrikası atıklarından olan Hisarcık Eski Atık Barajı'ndan alınan kolemanit numuneleri kullanılarak çalışmalar yapılmıştır. Emet-Hisarcık Eski Atık Barajından temin edilen katı atığın tanımlanmasından sonra bor'un kazanılması için kalsinasyon işlemi yapılmıştır. Deneyde kalsinasyon işlemine sıcaklık, süre ve eleme parametrelerinin etkisi incelenmiştir. Sonuçta, sıcaklık, süre ve farklı eleklerden elemenin kalsinasyon işlemi ile borun kazanılmasında etkili olduğu belirlenmiştir. Laboratuar tipi fırında 350-500 °C sıcaklıkve 1560 dakikalık süreler arasında kalsinasyon işlemi gerçekleştirilerek kalsine ürün elde edilmiştir. Daha sonra 0,25 mm ve 0,50 mm eleklerden kalsine kolemanitin kilden ayrılmasının yönelik çalışmalar yapılmıştır. Böylece Hisarcık Eski Atık Barajındaki kolemanit atığından kalsine kolemanit üretimi gerçekleştirilmiştir. Laboratuar ölçekli testlerin sonucunda, 450 °C sıcaklık ve 25 dakika süre sonunda 0,50 mm elekten elemelerde %30,52 B₂O₃ tenörü ve %92,96 B₂O₃ kurtarma verimi ile kalsine konsantre üretimi yapılabileceği görölmüştür.

Bu tez çalışmasında yapılan bant numune ve kablo testleri için aşağıdaki standartlardan yararlanılmıştır.

ISO (2017), Plastics - Determination of burning behaviour by oxygen index – Part 2: Ambient-temperature test (ISO 4589-2:2017).

IEC (2019), Test on gases evolved during combustion of materials from cables - Part 1: Determination of the halogen acid gas content (IEC 60754-1:2011+AMD1:2019).

IEC (2019), Test on gases evolved during combustion of materials from cables - Part 2: Determination of acidity (by pH measurement) and conductivity (IEC 60754-2:2011+AMD1:2019).

IEC (2023), Electric and optical fibre cables - Test methods for non-metallic materials - Part 501: Mechanical tests - Tests for determining the mechanical properties of insulating and sheathing compounds (IEC 60811-501:2012+AMD1:2018+AMD2:2023).

IEC (2017), Electric and optical fibre cables - Test methods for non-metallic materials - Part 401: Miscellaneous tests - Thermal ageing methods - Ageing in an air oven (IEC 60811-401:2012+AMD1:2017).

IEC (2012), Electric and optical fibre cables - Test methods for non-metallic materials - Part 409: Miscellaneous tests - Loss of mass test for thermoplastic insulations and sheaths (IEC 60811-409:2012).

IEC (2012), Electric and optical fibre cables - Test methods for non-metallic materials - Part 402: Miscellaneous tests - Water absorption tests (IEC 60811-402:2012).

IEC (2023), Electric and optical fibre cables - Test methods for non-metallic materials - Part 508: Mechanical tests - Pressure test at high temperature for insulation and sheaths (IEC 60811-508:2012+AMD1:2017+AMD2:2023).

IEC (2017), Electric and optical fibre cables - Test methods for non-metallic materials - Part 509: Mechanical tests - Test for resistance of insulations and sheaths to cracking (heat shock test) (IEC 60811-509:2012+AMD1:2017).

IEC (2012), Electric and optical fibre cables - Test methods for non-metallic materials - Part 504: Mechanical tests - Bending tests at low temperature for insulation and sheaths (IEC 60811-504:2012).

IEC (2012), Electric and optical fibre cables - Test methods for non-metallic materials - Part 506: Mechanical tests - Impact test at low temperature for insulations and sheaths (IEC 60811-506:2012).

IEC (2012), Electric and optical fibre cables - Test methods for non-metallic materials - Part 405: Miscellaneous tests - Thermal stability test for PVC insulations and PVC sheaths (IEC 60811-405:2012).

IEC (2018), Tests on electric and optical fibre cables under fire conditions - Part 3-24: Test for vertical flame spread of vertically-mounted bunched wires or cables - Category C (IEC 60332-3-24:2018).

BS (2016), Electric cables. Thermosetting insulated, armoured cables of rated voltages of 600/1000 V and 1900/3300 V for fixed installations, having low emission of smoke and corrosive gases when affected by fire. Specification (BS 6724:2016).

ASTM (2017), Standard Specification for Poly(Vinyl Chloride) Jacket for Wire and Cable (ASTM-D1047-95:2017).

1.2 Amaç

Ülkemiz Dünyanın en zengin bor yataklarına sahip olmasına rağmen bor içeren ürünlerin yeterince katma değere dönüştürülemediği gerçektir. Borun endüstride kullanımına yönelik çalışmalar önem arz etmektedir. Borun zenginleştirilmesi esnasında ortaya çıkan atıkların yüksek oranda B₂O₃ ve kil yapılarını içerdiği bilinmektedir. Yüksek oranda B₂O₃ içeren atıkları hava, su ve

toprak kirliliği gibi birçok çevre sorunu oluşturmaktadır. Atıkların depolanması için çok sayıda büyük alanlara ihtiyaç duyulmaktadır.

Bu atıklardan elde edilen bor nanokilin (BNK) değerlendirilmesi hem çevre sorunlarının azaltılmasına hem de yeni bir uygulama alanı olarak ilk defa kablo sektöründe kullanılmasıyla katma değeri yüksek ürün eldesine imkan sağlayacaktır. Kablo sektöründe önemli isteklerden biri de yanmaya karşı dayanıklılıktır. Mevcutta kablo sektöründe yanma direncini artırmaya yönelik antimonoksit, bizmutoksit, halojeniz yanma geciktiriciler, vs. gibi kimyasal maddeler kullanılmaktadır. Bu kimyasallar hem ithal ikamesi olup, maliyetli hem de insan ve çevre sağlığı açısından sorun teşkil etmektedir. Borun yanmayı geciktirici özelliği bilinmekte olup nano kil yapısında katkı malzemesi olarak kullanımının kablo sektörüne fayda sağlayacağı öngörülmektedir. Yanmazlık özelliğinin iyileştirilmesi yanında BNK katkılı kablo üretimi ile kablonun mukavemet, oksijen ve termal indeksi gibi özelliklerinin iyileştirilmesi, çevre dostu, sürdürülebilir, düşük maliyetli, rekabetçi ve uluslararası standartları karşılayan bir kablo üretilmesi amaçlanmaktadır. Aynı zamanda yanma ile ortaya çıkan zehirli sera gazlarının ve dumanın azaltılması ile karbon ayak izinin azaltılması amaçlanmaktadır. Aynı zamanda proje kapsamında üniversitedeki teorik bilginin sanayiye aktarılması amaçlanmaktadır. Proje önerisi ile üniversite-sanayi işbirliği kapsamında kendi yerli bor kaynaklarımızdan milli ekonomiye sağlanacak katkıyı artırmak amacıyla; bora dayalı rekabet avantajı oluşturan teknolojik çözümler üreterek teknolojik uygulama alanlarında kullanımını yaygınlaştıracak yeni bor ürünleri geliştirilmesi, mevcut bor ürünlerine yeni kullanım alanları bulunması, yüksek katma değerli borlu ürünlerin elde edilmesi, ülkemizde bora dayalı sektörün geliştirilmesi, yeni üretim alanlarının oluşturulması, istihdamın artırılması ve borun yurtiçi tüketim değerlerinin daha yüksek seviyelere çıkarılması amaçlanmaktadır.

2. BOR VE BOR ATIKLARININ DEĞERLENDİRİLMESİ

2.1 Bor

Yer kabuğundaki bolluk açısından 51. sırada yer alan bor elementi, boratlar ve borosilikatlar şeklinde bulunmaktadır ve konsantrasyon düzeyi yaklaşık 3 mg/kg'dır. Borun amorf toz hali koyu kahverengi ve oldukça kırılımandır; sert yapılı monoklinik kristal hali ise sarımsı kahverengidir ve ergime noktası yaklaşık 2300 °C'dir. Tablo 2.1'de bor elementinin fiziksel özellikleri, Tablo 2.2'de ise bor elementinin kimyasal özellikleri gösterilmektedir. Bor, periyodik cetveldeki IIIA grubundaki karbon ve silisyum elementlerine benzerlik gösterir, ayrıca oksijene karşı yüksek bir afinitesi vardır. Yer kabuğunda, sırasıyla %19.10-20.31 ve %79.69-80.90 izotopik bollukta, 10B ve 11B adlı iki kararlı izotop bulunmaktadır. Bor izotoplarının yer kabuğundaki bolluk miktarları bölgelere göre değişir; örneğin, bilinen bor yataklarındaki 10B miktarı ABD'nin Kaliforniya eyaletinde düşük, Türkiye'de ise yüksek düzeydedir (Özkan 1997).

Türkiye'de borat endüstrisi 1865 yılında kalsiyum borat pandemitinin (priceite, $4CaO_5B_2O_3 \cdot 7H_2O$) çıkarılmasıyla başlamıştır (Woods 1994).

Tablo 2.1: Bor Elementinin Fiziksel Özellikleri (Physical Properties Of Boron Element)

Fiziksel özellikler	
Atom kütlesi	10,811 (g/mol)
Kaynama noktası	3727 (°C)
Termal genleşme katsayısı	8,3 $\mu\text{m}/(\text{m.K})$, (0 °C' de)
Elektriksel iletkenlik	1,0 E-12 $\mu\text{S}/\text{cm}$
Isıl iletkenlik	0,274 W/cm.K
Yoğunluğu	2,34 g/cm ³ , (25 °C' de)
Görünüşü	Sarı-Kahverengi ametal kristal
Elastik modülü	Kütle: 320/Gpa
Atomizasyon entalpisi	573,2 kJ/mol, (25 °C' de) Ü
Füzyon entalpisi	22,18 kJ/mol
Buharlaşma entalpisi	480 kJ/mol
Sertliği	Mohs: 9,3 Vickers: 49 000 MN.m ⁻²
Buharlaşma ısısı	489,7 kJ/mol
Ergime noktası	2075 °C
Molar hacmi	4,68 cm ³ /mol
Fiziksel durumu	Katı, (20 °C ve 1 atm' de)
Spesifik ısısı	1,02 J/g.K
Buhar basıncı	0,348 Pa (300 °C' de)

Tablo 2.2: Bor Elementinin Kimyasal Özellikleri (Chemical Properties Of Boron Element) (Yegül 2007).

Kimyasal özellikler	
Elektrokimyasal Eşdeğer:	0,1344 g/amp-hr
Elektronegativite	2,04
Pauling Füzyon Isısı:	50,2 kJ/mol
İyonlaşma potansiyelleri:	
Birinci potansiyeli:	8,298 Ev
İkinci potansiyeli:	25,154 Ev
Üçüncü potansiyeli:	37,93 eV
Değerlik elektron potansiyeli	190 Ev

2.2 Bor Ve Bileşenleri

Bor mineralleri, yapılarında farklı oranlarda bor oksit içerirler. Dünya genelinde yüzlerce bor elementi içeren mineral bulunmasına rağmen, ticari açıdan önemli olanlarının sayısı oldukça azdır. Ticari açıdan önemli bor minerallerinin değeri, yapılarındaki bor oksit miktarıyla doğru orantılıdır. Günümüz koşullarında, endüstrinin birçok alanında ham ve rafine bor ürünleri kullanılmaktadır. Bunun nedeni, borun benzersiz özelliklerinden dolayı birçok alaşım veya bileşik oluşturabilmesidir. Cevher zenginleştirme yöntemleriyle ham bor işlenir ve fiziksel veya kimyasal işlemlerin sonucunda rafine bor ürünleri elde edilir. Öte yandan, belirli bor ürünleri rafine bor veya ham bor ürünlerinden elde edilir (Karaağaç 2015). Bor ürünleri içinde en yüksek bor yüzdesine sahip bileşik, bor oksittir. Özellikle cam ve seramik endüstrisi için büyük önem taşıyan bir bileşik olan bor oksit, düşük ısı genleşme ve yüksek kırılma indeksi avantajına sahiptir. Bu özelliklerinden dolayı seramik ve cam ürünlerinde geniş bir kullanım alanına sahiptirler. Örneğin, seramik sistemine eklenen bor oksit, seramiğin yapısal kararlılığını artırıcı ve iletkenliğini geliştirici bir rol oynamaktadır. Ayrıca, bor oksit, seramik sır yapımında düşük ısı genleşme katsayısı nedeniyle kullanılmaktadır (Gökdağ 2014).

Bor oksit, molekül ağırlığı 69,62 g/mol ve tek ticari öneme sahip olan bir oksittir. Diborantrioksit olarak da bilinen bor oksit, borik anhidrit veya susuz borik asit olarak da adlandırılır. B_2O_3 genellikle camsı bir formda bulunur. Bu camsı form, renksiz, sert ve kaba camı andıran bir katıdır. Renksiz camsı katı, 4 Mohs sertliğine sahiptir ve yükselen sıcaklıklarda borik asidin dehidrasyonu ile hazırlanmaktadır. Oda sıcaklığında hafifçe hidroskopiktir. Bor oksit, iki kristal formda bulunur. B_2O_3 'ün en yaygın kristal şekli, hegzagonal veya alfa formudur. Uygun basınç altında 200-250 °C'de kristalleşmektedir. Daha az yaygın olan monoklinik beta-formu ise 4000 MPa basınçta ve 600 °C sıcaklıkta kristallenmektedir (Polat 1987).

2.3 Bor Atıkları Hakkında

Ülkemizde, %80'inin maden yataklarına sahip olduğu Bor elementinin kullanımıyla ilgili birçok yerli çalışma bulunmaktadır. Bor, temizlik malzemelerinden roket yakıtına, kompozit malzeme katkısından cama kadar geniş bir kullanım alanına sahiptir. Bor ve bor takviyeli bileşiklerin kullanımını teşvik etmeye yönelik çalışmalar, ülkemizde Bor Araştırma Enstitüsü tarafından yürütülmektedir (Çubuk 2022).

Bor ürünlerinin doğaya olan olumsuz etkileri, diğer sanayi ürünlerine kıyasla çok daha düşüktür. Ancak, işlenen cevherin atıkları, atık suların oluşturduğu bor atıkları ve kimyasal bor atıkları gün geçtikçe artmaktadır. Bu nedenle, bu atıkların gelişmiş ülkelerde olduğu gibi ülkemizde de depolanması sağlanmalıdır. Eğer bu mümkün değilse, atıkların imha edilmesi gerekmektedir (Büyükyıldız 2007).

Türkiye 803 milyon ton bor rezervi ile dünya bor rezervlerinin %73'ünü bulundurmaktadır. Bor ihracat gelirlerinin, toplam maden ihracatından elde edilen döviz gelirlerindeki payı %50'lere ulaşmıştır. Bor zenginleştirme proseslerinden yaklaşık %10-15 B_2O_3 içeren yılda 125.000 ton bor atığı atık alanlarına verilmektedir. Stratejik öneme sahip olan bor mineralinin, yüksek oranda B_2O_3 içeren atıklarının değerlendirilmesi önemli bir ulusal kazanım olacağı düşünülmektedir. Bunun yanında diğer kazanımlar: atıkların stoklamadan doğan sorunları ve stoklama maliyeti azalacaktır. Çevre kirliliği en az seviyeye inecektir. Atıkların yer altı ve yer üstü sularını kirletmesi önlenecektir.

3. MATERYAL VE METOT

3.1 Materyallerin Ve Metotların Belirlenmesi

Bor içerikli nanokilin hazırlanması için Balıkesir-Bigadiç bölgesi Bor zenginleştirme işlemi sonucu açığa çıkan atık kullanılmıştır ve atık herhangi bir bedel karşılığı olmadan temin edilmiştir. Deneysel çalışmalarda kullanılan kimyasallar analitik saflıkta olup MERCK, ISOLAB firmalarından satın alınmıştır.

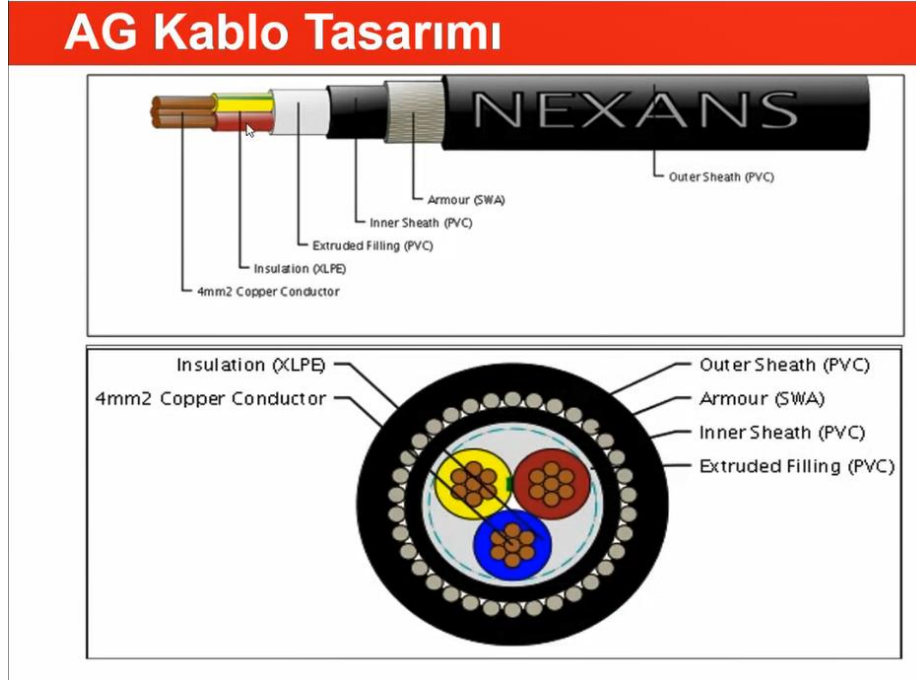
BNK malzemesi içeren masterbatch üretimi, optik, spektroskopik ve mikroskopik yöntemler kullanılarak BNK katkılı endüstriyel kabloların karakterizasyonları, bu kabloların, fiziksel, mekaniksel, geç tutuşurluk özelliklerinin ve fonksiyonel performans özelliklerinin incelenmesi planlanmıştır.

Kullanılan mevcut yanmaz reçetelerinde yanmazlık katkısı olarak kullanılan katkılar çıkarılarak yerine çalışmamızda ortaya çıkan nano bor katkılı ürünün %5, %10, %15 oranında eklenmesiyle reçeteler hazırlanmıştır.

Kompound için uygun özelliklere sahip bor nano malzeme ürettikten sonra uygun reçeteler hazırlanmıştır. Farklı nano bor katkı oranlarında hazırlanan reçeteler komponent üretimi için çift vidalı bir ekstrüderde granüle dönüştürülmüştür.

Bant numuneleri laboratuvar tipi ekstrüderde üretilmiştir. Üretilen bantlardan standartlara uygun çeşitli test numuneleri çıkarılmıştır. PVC reçete içeriğinde toz pvc, plastifayan, kalsiyumkarbonat, stabilizatör, bor bazlı yanmazlık katkısı ile PVC komponent üretilmiştir, HFFR reçete içeriğinde ise polietilen, dolgu malzemeleri, stabilizatörler, antioksidan, plastifayan, bor bazlı yanmazlık katkısı ile HFFR komponent üretilmektedir. Hazırlanan bu komponentlerin standartlarda belirtilen test şartlarını sağlaması göz önüne alınarak yapılacaktır. Hiçbir değer standartta belirtilen limitlerin dışında olmaması zorunludur. Olması halinde reçetelerde revizyona gidilecektir. Bant çekimi sırasında laboratuvar ekstrüzyon performansı gözlemlenmiştir (kafa basıncı, makinanın çektiği akım gibi).

Tez çalışmasında BOR atığından elde edilen bor nanokili, kablo dış kılıf malzemesinde kullanılan PVC masterbatch içeriğinde bulunan yanmazlık katkısı ATH yerine eklenmiştir. Bu masterbatchlerden kompond daha sonra bant numuneler çekilerek metotlar belirlenmiştir. Şekil 3.1’de alçak gerilim PVC kılıflı kablo örneği ve yapısı gösterilmiştir.



Şekil 3.1: AG Kablo Tasarımı Görüntüsü

3.2 Bor Atığından Bor Nanokil Elde Edilmesi

Türkiye sahip olduğu bor mineralleri rezervlerinin büyüklüğü, niteliği ve çeşitliliği açısından dünyada ilk sırada bulunmaktadır. Çok çeşitli yer altı kaynakları olan ülkemizde dünyanın en zengin bor yatakları bulunmaktadır. Türkiye'deki bor madenleri, Eskişehir-Kırka, Kütahya-Emet, Balıkesir-Bigadiç, Bursa-Kestel bölgesi bor yatakları olmak üzere başlıca dört bölgede üretilmektedir. Bor proseslerinde konsantre bor üretimi, yıkama işlemi sonunda dağıtma ve sınıflandırma sonucunda killi malzemenin uzaklaştırması temeline dayanmaktadır. Bor cevheri zenginleştirme proseslerinden çıkan atıklar genellikle ince boyutlu katı şeklindedir. Daha önceden bu atıklar maden alanlarının yakınındaki sahalara, atık barajlarına boşaltılmaktaydı. Günümüzde bor zenginleştirme prosesi atıkları en uygun biçimde bertaraf edilmektedir. Teknolojik gelişmelere bağlı olarak yeni yöntem, alet ve cihazların

geliştirilmesi ile cevherlerin ekonomik tenörleri düşük seviyelere çekilmekte, depolanmış atık da bu sayede değerlendirilmektedir. Bor atıkları bu açıdan en önde gelen atıklardan biridir. Bundan dolayı bor atıklarının depolanmasına azami önem gösterilmelidir. Ülkemizde ortalama bir yılda bor mineralleri üretimi esnasında 600.000 ton atık ortaya çıkmaktadır. Bu atıkların atıldıkları göletlerin yapımı için işletmeler yüklü miktarda masraf yapmaktadırlar. Maden işletme faaliyetleri sırasında ortaya çıkan bu atıkların, miktarlarının giderek artmasından dolayı atık barajlarında toplanan bor atıklarının endüstride kullanımı için gerekli araştırmalar yapıldığı ve ilgili endüstri dalları ile ortak projeler geliştirildiği bilinmektedir. Ayrıca, bor endüstri atıklarının yüksek oranda kil içermesi ve özellikle Balıkesir-Bigadiç yöresinde bulunan bor yataklarının zeolit minerali içermesi bu atıkların önemini artırmaktadır.

Balıkesir-Bigadiç kolemanit ve üleksit zenginleştirme prosesi atıkları, bazı killerden ve zeolitlerden oluşmaktadır. Zeolit minerali büyük yüzey alanına ve çok sayıda gözeneklere sahiptir. Son yıllarda endüstrinin her alanında etkisini arttıran nanoteknoloji, kendini kompozit biliminde de göstermiştir. Yapmış olduğumuz araştırmalar sonucunda bor zenginleştirme prosesi sonucu açığa çıkan atıkların nanokil yapısına dönüştürülme potansiyelleri tespit edilmiştir. Nanokillerin, normal kompozitlere oranla çok daha üstün özelliklere sahip oldukları bilinmektedir. Doğada bulunan çeşitli malzemelerin günümüz teknoloji imkânları ile nano mertebesine inmesi ile malzemelerin kimyasal, fiziksel ve fonksiyonel özelliklerinde belirgin farklar meydana gelmektedir. Kompozit malzemelerin değişik amaçlarla çok eski zamanlardan beri kullanıldığı bilinmektedir. Lakin özellikle son yıllarda geliştirilen nanokompozit yapılar gibi ileri kompozit malzemeler çok farklı uygulama alanlarındaki değişik örneklerle malzeme bilimi alanında adeta bir nevi devrim yapmıştır. Nanokompozitler, yapıyı oluşturan farklı fazlar arasında nanometre ölçeğinde boyutsal tekrarlı mesafelerine sahip katı yapılar olarak düşünülebilir. Başka bir deyişle, nanokompozit yapılar, fazlardan birinin 100 nanometreden (nm) daha az bir, iki veya üç boyuta sahip olduğu veya materyali oluşturan farklı fazlar arasında nano ölçekli tekrar mesafe yapılarına sahip çok fazlı bir katı malzemedir. Malzemelerin makro boyutta gözlenemeyen özellikleri ortaya çıkmaktadır. Nanokillerin sahip olduğu küçük tanecik boyutu yüksek spesifik yüzey alanı oluşturarak, kompozit yapının mekanik özelliklerini ve bir çok fonksiyonel

özelliklerini geliştirmektedir. Bu nedenle, yeniden değerlendirilme imkânı olan atıkların çeşitli fiziksel ve/veya kimyasal işlemlerden geçirilerek ikincil hammaddeye dönüştürülmesi ve tekrar üretim sürecine dâhil edilmesi amacıyla geri dönüşüm yapılmaktadır. Değerlendirilebilir atıkların depolama alanlarına gömülmesi yerine bu atıklardan ikincil hammadde elde edilmesi; hem endüstrinin hammadde ihtiyacını azaltmakta hem de ekonomiye ve ekolojiyi koruma çabalarına katkı sağlayacaktır. Bu tez kapsamında ülkemizde bora dayalı ekonomik katkıyı arttırmak amacıyla, katma değeri yüksek bor içeren ürün ve teknolojileri geliştirmeye ve kullanım alanlarını yaygınlaştırmak amacıyla, "bor zenginleştirme proses atığından elden edilen bor nanokilinin" BNK endüstriyel kabloları katkı yapılmasıyla sürdürülebilir, yenilenebilir, çevredostu ve farklı fonksiyonel özellikler göstermesi amaçlanmıştır.

3.3 Bor Nanokil Sentezleri

3.3.1 Kalsinasyon

Genellikle madenlerin nemini ve karbondioksit gibi uçucu maddelerini uzaklaştırmak için o minerali erime noktasının altında ısıtma (kavurma) işlemidir. Diğer bir deyişle, bir bileşiğin ısı tesiri ile parçalanmasıdır. Bu işlem, cevherin öğütülmesinden sonra faydalı hale getirmek için yapılan ilk işlemlerden biridir.

Atık havuzundan alınan bor zenginleştirme atığı 800 °C' de 4 saat kalsinasyon işlemine tabi tutulmuştur.

3.3.2 Hidrotermal Sentez

Daha sonra kalsinasyon işlemine tabi tutulan atık pH 5-9 aralığında 500 °C' de 2-4 saat hidrotermal sentez yöntemiyle bor içeren nanokil yapıları elde edilmiştir. BNK (bor zenginleştirme proses atığından elden edilen bor nanokili) sentez aşamasında atık miktarı, işlem zamanı, işlem pH'ı ve işlem sıcaklık gibi parametreler için optimizasyon çalışmaları yapılmıştır.

3.3.3 Karakterizasyon

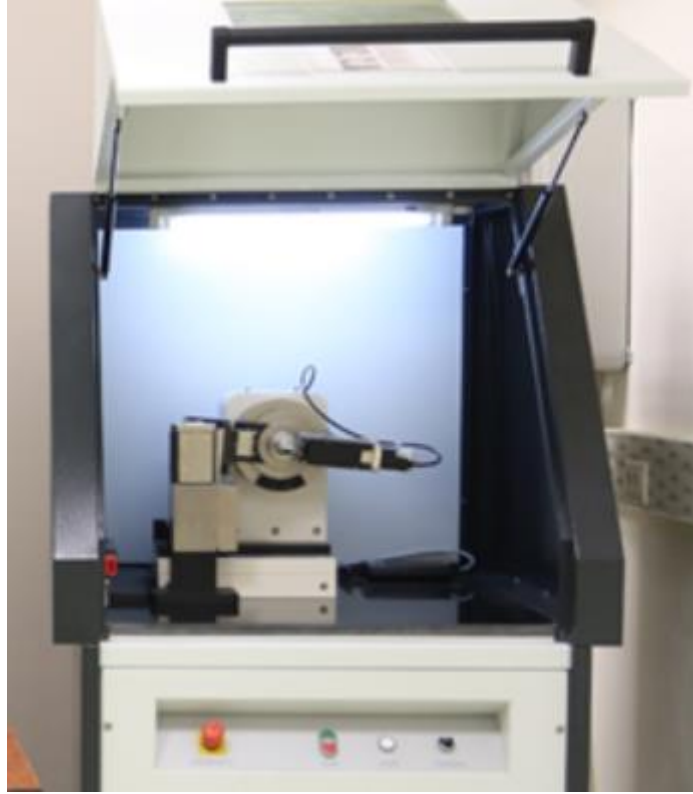
Elde edilecek BNK'nın (bor zenginleştirme proses atığından elden edilen bor nanokili) optik, spektroskopik ve mikroskopik tekniklerle karakterizasyonları yapılmıştır. Bu karakterizasyon işlemleri, X-Işını Kırınımı (XRD), Fourier dönüşüm infrared spektroskopisi (FTIR), Taramalı elektron mikroskobu (SEM), Geçirimli elektron mikroskobu (TEM), Brunauer-Emmett-Teller (BET) analiz yöntemleri ile yapılmıştır. Bu yöntemlerin akışı Şekil 3.2'de gösterilmiştir.



Şekil 3.2: Bor Atığından Bor Nanokil Sentezi Gösterimi

3.3.4 X-Işını Kırınımı Yöntemi (XRD)

X-ışını difraksiyon (XRD) spektroskopisi ultraviyole ışıandan daha kuvvetli ancak gamma ışınından daha zayıf enerjili ışın olan X-ışını kullanılarak yapılan bir analiz yöntemidir. Kristalin üzerine gönderilen X-ışınları elektronlar tarafından soğurulur ve elektronlar salınım yapmaya başlar. Salınan elektronlar bir X-ışını kaynağı gibi davranarak her yöne X-ışını fotonları saçar. Kristalin farklı kısımlarından saçılan bu fotonlar toplanarak ölçülür ve X-ışını şiddetini oluştururlar (Alkan 2018). Bu yöntemin yapıldığı XRD cihazı örneği Şekil 3.3'de gösterilmiştir.



Şekil 3.3: XRD Cihazı

3.3.5 FTIR-ATR Analizi

Kullanılan bir analitik teknik olan infrared spektroskopisi, çok çeşitli organik, Puviarasan (2002), inorganik Nakamoto (1997) ve biyolojik örneklerin yapılarının açıklanmasında kullanılan çok yönlü bir yöntemdir. (Gremlich 2001). IR spektroskopisinin temeli, örnek tarafından absorbe edilen ışığın dalga boyu olarak ölçülmesine dayanır. IR ölçümleri, transmittans veya reflektans Stuart (2004) olarak gerçekleştirilebilir, ancak transmittans yöntemi daha yaygındır. IR ışığının dalga boyu aralığı 0,78-1000 μm (12500-10 cm^{-1} dalga sayısı)'dir. Bu aralık, yakın (12500-4000 cm^{-1}), orta (4000-100 cm^{-1}) ve uzak (100-10 cm^{-1}) infrared olmak üzere üç bölüme ayrılır. (Turhan 2008). Bu yöntemin yapıldığı FTIR-ATR cihazı örneği Şekil 3.4'de gösterilmiştir.



Şekil 3.4: FTIR-ATR Cihazı

3.3.6 TEM

Geçirimli Elektron Mikroskobu (TEM) Max Knoll ve Ernst Ruska tarafından 1931 yılınca Almanya’da geliştirilen bu cihaz ışın demetini ışık yerine kullanarak mikrometre (μm) ve nanometre (nm) ölçekli metaryellerin görüntülenmesini ve karakterizasyonunu sağlar (Voutou 2008). Bilimsel teorilerin geliştirilmesinde biyoloji ve tıp alanında önemli katkılarda bulunan TEM, nanokompozit numunelerinde yapı, morfoloji ve uzay dağılımı hakkında bilgi verir. (Koçer 2013).

Bunun yanı sıra TEM; numune de fazların içeriğinin ve tane boyutunun belirlenmesinde, fiziksel deformasyonun kontrolünde, mikron ve nano boyutta bir numunenin kimyasal yapısının amorf veya kristal yapıda mı olduğunun belirlenmesinde, 17 Birbirinden farklı yapıda kristaller arasında ki etkileşmelerden meydana gelen hataların şeklinin belirlenmesinde kullanılır. (Karakulak 2010).

3.3.7 Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) Analizi

Taramalı elektron mikroskobu (SEM), birçok alanda araştırma ve geliştirme çalışmalarında yaygın olarak kullanıldığı gibi, sanayinin farklı sektörlerinde hata analizlerinde, biyolojik bilimlerde, tıp ve kriminal uygulamalarda da sıklıkla tercih edilmektedir. SEM’de, görüntü, numune üzerine odaklanmış ve taranmış yüksek voltajla hızlandırılmış elektron demetinin numune yüzeyindeki elektron ve numune

atomları arasındaki etkileşimlerin uygun algılayıcılarda toplanmasıyla elde edilmektedir. Bu sinyaller, sinyal güçlendiricilerinden geçirilerek bir katot ışınları tüpünün ekranına aktarılmaktadır. Modern sistemlerde, bu algılayıcılardan gelen sinyaller dijital sinyallere dönüştürülür ve bilgisayar monitöründe görüntülenmektedir. Taramalı elektron mikroskobunun kullanım alanını genişleten özellikleri arasında ayırım gücü (çözünürlük), odak derinliği ve görüntü ve analizi birleştirebilme kabiliyeti bulunmaktadır. (Köktürk 1967). Bu yöntemin yapıldığı SEM cihazı örneği Şekil 3.5’de gösterilmiştir.



Şekil 3.5: SEM Cihazı

3.3.8 BET Yüzey Alanı

BET yüzey alanı tayin cihazı, katı (toz) maddelerin yüzey alanı ve gözenek (por) boyut dağılımı bilgilerini hızlı, doğru ve hassas bir şekilde elde etmeyi sağlamaktadır. Analizler, adsorplayıcı azot gazının yardımıyla Langmuir ve BET adsorpsiyon izotermine dayanarak, analiz tüpü ve boş denge tüpü kullanılarak gerçekleştirilir. Bu işlem statik volumetrik metotla veya dengelenmiş adsorpsiyon tekniği ile yapılır. Cihaz, numune yüzeyini tek bir moleküler tabakayla kaplamak için gerekli gaz miktarını belirleyerek yüzey alanını hesaplar ve sonucu m^2/g veya cm^2/g

biriminde raporlamaktadır. (Alkan 2018). Bu yöntemin yapıldığı BET yüzey alanı cihazı örneği Şekil 3.6’de gösterilmiştir.



Şekil 3.6: BET Yüzey Alanı Cihazı

3.4 Bant Numuneler İçin Gerekli Testler

Farklı katkı oranlarında nanobor eklenerek üretilen komponentlerden çekilen bant numuneler hazırlanmıştır.

3.4.1 Oksijen İndeksi Deneyi

Polimerik malzemelerin nispi yanıcılığını tespit etmek için yaygın olarak kullanılan bir araştırma ve kalite kontrol aracıdır. EN ISO 4589-2 Plastikler - Oksijen indeksi ile Yanma Davranışının Belirlenmesi standardının gereklerine yapılmaktadır. DENİZLİ NEXANS ARGE Laboratuvar’ında gerçekleştirilmektedir, deneyde küçük bir test numunesi, şeffaf bir bacadan yukarı doğru akan oksijen ve nitrojen karışımı içinde dikey olarak desteklenir. Numunenin üst ucu ateşlenir ve numunenin sonraki yanma davranışı, yanmanın devam ettiği süreyi veya numunenin yanmış uzunluğunu, bu tür yanma için belirtilen sınırlarla karşılaştırmak için gözlemlenir. Bir dizi numuneyi farklı oksijen konsantrasyonlarında test ederek

minimum oksijen konsantrasyonu tahmin edilir. Alternatif olarak, belirli bir minimum oksijen indeks değeri ile karşılaştırma için, ilgili oksijen konsantrasyonu kullanılarak üç test numunesi test edilir ve bunlardan en az ikisinin herhangi bir ilgili yanma kriteri aşılmadan önce söndürülmesi gerekir.

ISO 4589-2:2017, belirtilen test koşulları altında küçük dikey test numunelerinin yanmasını destekleyecek nitrojen ile karışım halinde oksijenin minimum hacim fraksiyonunu belirlemek için yöntemleri belirtmektedir. Sonuçlar oksijen indeksi (LOI) değerleri olarak tanımlanmaktadır.

ISO 4589'un bu bölümünde açıklanan yöntem kullanılarak elde edilen oksijen indeksi sonuçları, belirli kontrollü laboratuvar koşulları altında malzemelerin yanma özelliklerinin hassas bir ölçümü sağlamaktadır ve bu nedenle kalite kontrol amaçları için faydalı olmaktadır. Elde edilen sonuçlar, test numunesinin şekline, yönüne ve izolasyonuna ve tutuşma koşullarına bağlıdır. Belirli malzemeler veya uygulamalar için farklı test koşullarının belirtilmesi gerekli veya uygun olabilir. Farklı kalınlıktaki test numunelerinden veya farklı ateşleme prosedürleri kullanılarak elde edilen sonuçlar karşılaştırılabilir olmayabilir ve diğer yangın koşulları altındaki yangıncılık davranışı ile herhangi bir korelasyon ima edilmez.

Standardın gerekliliklerince 3 adet numune hazırlanmıştır.

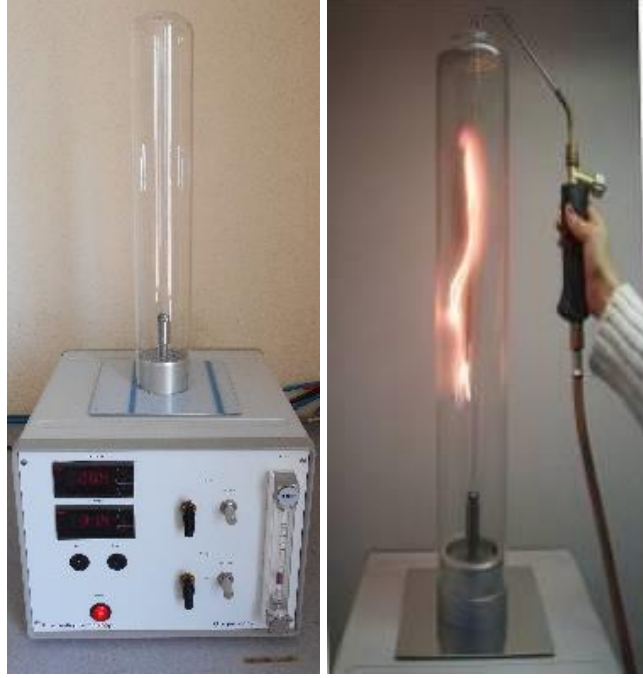
Tüpte gaz çıkış hızı 40 mm/sn olacak şekilde ayarlanmaktadır. Bunun için oksijen hacimsel akışı 93 ± 23 L/sn, nitrojen hacimsel akışı 225 ± 55 L/sn olacak şekilde flowmetreden ayarlanmıştır.

Numuneyi yakacak alevin boyu 30 mm'yi geçmeyecek şekilde numune yakılmıştır.

Numune 3 dk içinde sönmezse ve 3 dk içinde 50 mm'den fazla yanarsa oksijen fazla demektir, oksijen miktarını düşürülmektedir. Numune 3 dk'dan ve 50 mm'den önce sönerse oksijen miktarı az demektir, oksijen miktarı arttırılmaktadır.

İkinci numune yerleştirilmiştir. Yanan iki numune arasındaki miktar % 0,25'ten fazla değil ise sonucu oksijen miktarı olarak kaydedilmiştir. Bu tez çalışmasında oluşturduğumuz bant numunelerinin karakteristik özelliklerine

bakılarak oksijen indeksinin minimum %29 olması ve makroskobik (gözle) olarak bant yüzey kalitesinin üniform görünmesi başarı kriteri olarak kabul edilmiştir. Bu deneyin yapıldığı Oksijen indeksi test cihazı Şekil 3.7’de gösterilmiştir.



Şekil 3.7: Oksijen İndeksi Test Cihazı

3.4.2 Yoğunluk Deneyi

Bir maddenin birim hacmindeki madde miktarına (kütle) “yoğunluk” veya “özkütle” denir. Hacim “d”, kütle “m” ve yoğunluk “ ρ ” harfleriyle sembolize edilir. Yoğunluk, $\rho = m/v$ bağıntısı ile bulunur. Birim hacmi cm^3 ve $\text{cm}^3 = \text{ml}$, kütle birimi olarak da g alındığında, yoğunluk birimi g/cm^3 ve g/ml olmaktadır. Yoğunluk maddenin temel fiziksel özelliklerinden olup katı, sıvı ve gazlar için ayırt edici özelliklerdendir.

Bu deney ile, plastik malzemelerinin birim hacmindeki ağırlığının tespit edilmesi, yoğunluğunun tayini amacı ile yapılır. Arşimet yoğunluk ölçüm metodu ile hacmi bilinmeyen bir malzemenin yoğunluğunu ölçmek amaçlanmıştır.

Laboratuvar koşullarında en az 3 saat şartlandırılmış numuler (granül katı halde) Arşimet prensibi; metal bir askı ile malzemenin havadaki ve sıvının

içerisindeki kütlesi $\pm 0,01$ gr hassasiyetteki terazide ölçülerek aradaki fark ile yoğunluk hesabı yapılmıştır. Bu deneyin yapıldığı Yoğunluk test cihazı Şekil 3.8’de gösterilmiştir.



Şekil 3.8: Yoğunluk Ölçer Test Cihazı

3.4.3 Mukavemet-Uzama Deneyi

İzolasyon ve kılıf malzemelerinin mekanik dayanıklılıklarını ve yük altındaki davranışlarını belirlemek açısından çok önemlidir. Çekme sağlamlığı, ölçülen maksimum yükün kesit alana bölünmesi ile elde edilir ve birim alana düşen yük hesaplanmıştır (N/mm^2). Uzama değeri, aynı ölçüm esnasında bulunur ve numunenin başlangıçta ve sondaki boyunun birbirine yüzde (%) olarak kıyaslanmasıyla hesaplanmıştır.

3.4.4 Halojen Asit Gaz Ve pH, İletkenlik Deneyi

IEC 60754-1 standardında, elektrik veya fiber optik kablo yapılarından alınan halojenli polimerlere dayalı bileşiklerin ve halojenli katkı maddeleri içeren bileşiklerin yanması sırasında gelişen hidroflorik asit dışındaki halojen asit gazı miktarının belirlenmesine yönelik bir test prosedürü açıklanmaktadır. Kısaca IEC

60754-1 standardında açıklanan test yöntemi, bir kablonun her yanıcı malzemesinin yanması sırasında ortaya çıkan halojen asit miktarının belirlenmesi içindir. 5 mg/g'dan (yüzde 0,5) daha az halojen asit içeren malzemelerin, IEC 60754-2 standardında göre test edilmesi önerilmektedir. Bu test yöntemi ile, halojenli polimerlere dayalı bileşiklerin ve kablo yapılarından alınan halojenli katkı maddeleri içeren bileşiklerin yanması ile ortaya çıkan hidroflorik asit dışındaki halojen asit gazı tespit edilmektedir. Flor, klor, brom, iyot ve astatin içeren halojenler zehirlidir.

Kabloların yanma esnasında açığa çıkardığı gazların etrafa olan etkisini ölçmek için yapılır. Yakılan kablo malzemeleri pH ve iletkenlik değerleri açısından gözlemlenir. Yanma esnasında asidik gazların açığa çıkması, çevrede insanların ölümcül etkilere maruz kalmasına ve elektronik cihazların bozulmasına yol açar.

3.4.4.1 IEC 60754-1 standardına göre Halojen Asit Deneyi

Halojen asit gazının miktarı 5 mg/gr'dan az olan kablodaki tüm yanıcı kısımlar için bu yöntem uygulanır.

Deney yapılacak numuneden 0,5-1 g alınarak porselen deney kabının içine yerleştirilir. 0,1M NAOH çözeltisi yıkama şişelerine yerleştirilip flowmetre ve Sıcaklık kontrol cihazından sıcaklığı 800 ± 10 °C'ye ayarlanarak numune yerleştirilir ve 40 ± 5 dakika süre ile 800 °C kalmasını sağladıktan sonra, ayrıca $20 \pm$ dakika daha numunenin bu sıcaklıkta kalması sağlanır.

Süre sonunda yıkama tüpü içerisinde bulunan NaOH'ları 1000 mililitrelik bir kaba konulur. Şişeler saf suyla yıkanarak 1000 ml'ye saf su ile tamamlanır. Bir erlenin içine hazırlanmış olduğumuz çözeltiden, pipet yada büret yardımıyla 200 ml konulur. Bu çözeltinin üzerine; 4 ml derişik Nitrik asit, 20 ml 0,1 M Gümüş Nitrat ilave et ve muhtevanın bir küme haline gelmesi ve gümüş halojenürle kaplanması için iyice çalkalanır. Daha sonra bu çözeltinin üzerine; 1 ml, 6 M Nitrik asit ihtiva eden % 40'lık demir Amonyum Sülfat Çözeltisi eklenerek çalkalanır. Bu çözelti 0,1 M Amonyum Tiyosiyanat çözeltisi ile titre edilir. (Dönüm noktası kiremit rengi kırmızısıdır.) (Tanık deneyi numunesiz olarak yapılır.)

mg/gr cinsinden Halojen Asit Miktarı: $[36,5 (B-A) M \times 1000 / 200] / m$

A: Tayinde kullanılan 0, M Amonyum Tiyosiyanat çözeltisinin hacmi

B: Tanık deneyde kullanılan 0,1 M Amonyum Tiyosiyanat çözeltisinin hacmi

m: Gram olarak alınan numune kütlesi

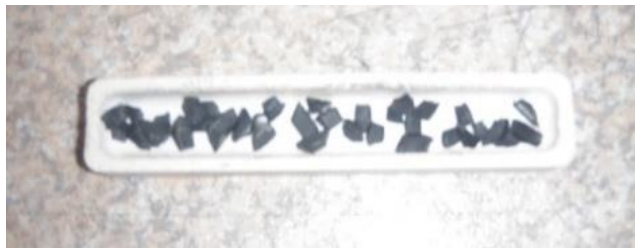
M: Amonyum tiyosiyanat çözeltisinin molaritesi

3.4.4.2 IEC 60754-2 standardına göre pH Ve İletkenlik

Halojen asit gazının miktarı 5 mg/gr'dan fazla olan kablodaki tüm yanıcı kısımlar için bu yöntem uygulanır.

Numuneleri deneyden önce en az 16 saat süreyle 23 ± 2 °C sıcaklıkta ve % 50 ± 5 bağıl nemde muhafaza edilir. 1000 ± 5 mg numune tartılır. Tartığımız numuneler Şekil 3.9'da gösterilen yakma kayıkçığının içine yerleştirilir. Yıkama şişeleri silis tüpün çıkışına monte edilir. Hava akış hızın ayarlanır. Yakma kayıkçığı hızlı bir şekilde tüpün etkili bölümüne yerleştirilir. Zamanlayıcıyı çalıştırılır. Kabin konumunda ölçülen sıcaklık 935 °C'den az olmamalıdır. Yakma işleminin 30 dakika sürdürülür. İşlem sonunda her iki yakma şişesindeki sıvı ölçülü balonda toplanır ve toplam hacmi 1000 ml'ye tamamlanır.

pH ve İletkenlik ölçüm cihazlarını kullanarak elde ettiğin sıvının pH ve iletkenliğini ölçülür. Bu deneyin yapıldığı Hava besleme sistemi Şekil 3.10, Yakma fırını Şekil 3.11 ve Yıkama şişeleri Şekil 3.12'de gösterilmiştir.



Şekil 3.9: Yakma Kayıkçığı



Şekil 3.10: Hava Besleme Sistemi (Flow metre + Hava pompası)



Şekil 3.11: Tüp Biçimli Fırın



Şekil 3.12: Yıkama Şişeleri

3.4.5 IEC 60811-501 standardına göre Mekanik Değerler

İzolasyon ve kılıf malzemelerinin granül formlarından çekilen bant numunelerden 5 adet Şekil 3.13’de örneği gösterilen kaşık numunesi çıkartılmıştır. Bantlar çekildikten sonra en az 16 saat laboratuvar koşullarında numune şartlandırılması için bekletilmiştir. Numunelerde herhangi bir hasar ya da yüzey problemi olmamalıdır. Standartta belirtildiği gibi kalınlık ölçümleri yapılarak zwick cihazında çekme işlemi gerçekleştirilmiştir. Cihaz mukavemet ve uzama değerlerini otomatik hesaplayarak ekranda sonuçları gösterir. 5 adet numune aynı şekilde çekilerek sonuçların medyan değeri alınmış ve sonuç kaydedilmiştir.

Üretilen komponentin standarda göre mukavemet -uzama değerleri PVC ise; min. 12,5 N/mm² - %150, halojensiz ise min. 9 N/mm² - %125, olacak şekilde sonuç vermelidir. Bu deneyin yapıldığı Mukavemet-Uzama test cihazı Şekil 3.14’de gösterilmiştir.



Şekil 3.13: Kaşık Numune



Şekil 3.14: Mukavemet-Uzama Cihazı

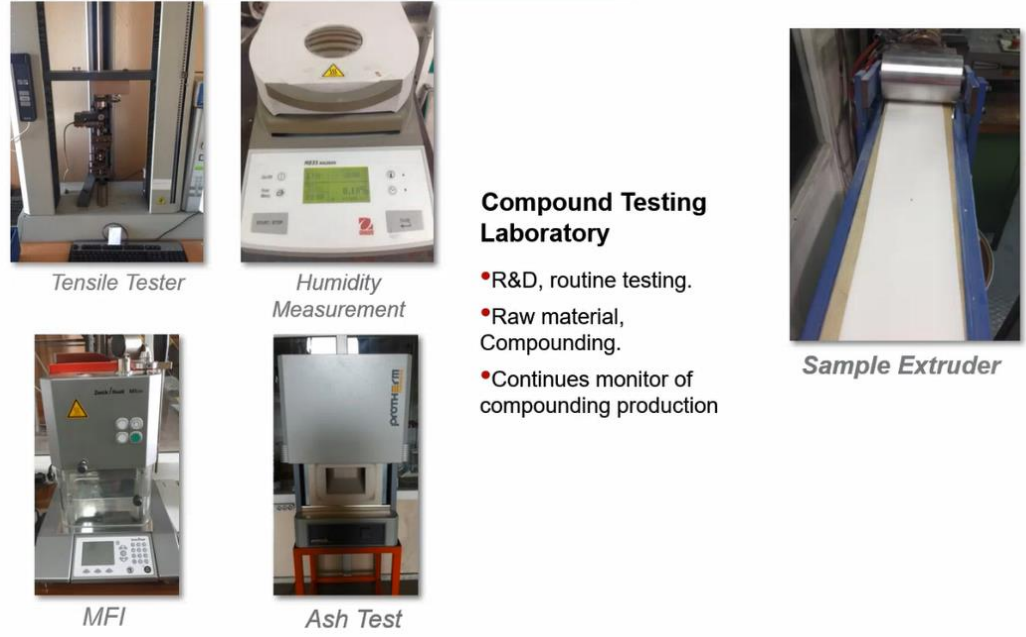
3.4.6 IEC 60811-401 standardına göre Eskitme Değerleri

İzolasyon ve kılıf malzemelerinin granül formlarından çekilen bant numunelerden 5 adet kaşık numunesi çıkartılmıştır. Bantlar çekildikten sonra en az 16 saat laboratuvar koşullarında numune şartlandırılması için bekletilmiştir. Numunelerde herhangi bir hasar ya da yüzey problemi olmamalıdır. Kablo standardın da belirtilen sıcaklık ve bekletme süresi sonunda eskitme öncesi gibi kalınlık ölçümleri yapılarak zwick cihazında çekme işlemi gerçekleştirilmiştir. Cihaz mukavemet ve uzama değerlerini otomatik hesaplayarak ekranda sonuçları gösterir. 5 adet numune aynı şekilde çekilerek sonuçların medyan değeri alınmış ve sonuç kaydedilmiştir.

Eskitme Öncesi ve sonrası değerler hesapladığımız % varyasyon değeri ilgili standardtaki sonuçlarla karşılaştırılmıştır.

Üretilen kablonun standarda göre mukavemet -uzama değerleri min PVC ise; 12,5 N/mm² - %150, halojensiz ise; min. 9 N/mm² - %125 olacak şekilde ve değişim yüzdesi PVC ise max. % ±25 olarak, Halojensiz ise % ±40 sonuç vermelidir.

3.4.7 Diğer Bant Numune Testleri



Şekil 3.15: Bant Numune Testleri

3.5 Kablo Deney Metotları

NY (PVC kılıf) ve N2XH (HFFR kılıf) 2 adet kablonun kılıfına BNK katısı eklenerek denenecektir. Komund, bant numuneleri ve yapılan testler de bu kılıflara ait granüllerden yapılmıştır.

Kablo halinde kılıfa uygulanacak testler aşağıdaki gibidir;

3.5.1 IEC 60811-501 standardına göre Mekanik Değerler

Üretilen kablonun standarda göre mukavemet-uzama değerleri PVC ise; min. 12,5 N/mm² - %150, halojensiz ise min. 9 N/mm² - %125, olacak şekilde sonuç vermelidir.

3.5.2 IEC 60811-401 standardına göre Eskitme Değerleri

Üretilen kablonun standarda göre mukavemet -uzama değerleri min PVC ise 12,5 N/mm² - %150, halojensiz ise min. 9 N/mm² - %125 olacak şekilde ve değişim yüzdesi PVC ise max. %±25 olarak , Halojensiz ise %±40 sonuç vermelidir.

3.5.3 ISO 4589-2 standardına göre Oksijen İndeksi

Üretilen komponentin standarda göre oksijen indeks değeri PVC ise min. %29 olacak şekilde ve Halojensiz ise Min. %34 olacak şekilde sonuç vermelidir.

3.5.4 IEC 60754-2 standardına göre Halojen Asit Miktarı

Üretilen komponentin standarda göre halojen asit miktarı PVC ise max. %17, Halojensiz ise max. %0,5 olacak şekilde sonuç vermelidir.

3.5.5 IEC 60811-409 standardına göre Ağırlık Kaybı

Üretilen kablonun standardına göre 3 adet kaşık veya hortum numuneler hazırlanarak terazide tartım yapılır. (M1). Numuneler desikatörde şartlandırma işlemi bittikten sonra Şekil 3.16'de gösterildiği gibi standarda uygun sıcaklıkta ve şekilde etüve yerleştirir. Standartta belirtilen saat kadar bekletilir ve etüvden alınarak desikatörde soğuyuncaya kadar tutulduktan sonra 2. Tartım gerçekleştirilir. (M2). Hesaplamalar yapılarak sonuç kaydedilir. Üretilen kablonun standarda göre ağırlık kaybı değerleri PVC ise max. 1,0 mg/cm² olacak şekilde sonuç vermelidir.



Şekil 3.16: Ağırlık Kaybı Test Ekipmanları

3.5.6 IEC 60811-402 standardına göre Su Emme

Anma kesit alanı 25 mm^2 'ye eşit veya 25 mm^2 'den az ve gerilimi 0,6/1 kV'a kadar olan kablolarda 300 mm numune standartta belirtildiği şekilde hazırlanarak 16-24 saat arası laboratuvar şartlarında bekletilir. Su ile nemlendirilen filtre kağıdıyla numuneler temizlenir. Temizlenen numuneler standartta belirtilen sıcaklıkta etüvde 1 gün tutulur. Daha sonra 1 saat desikatörde soğutulur ve çıkartılıp hassas terazide tartılır. (M1). Deney parçasını çapının en az 6-8 katı olan mandrele sarılır ve U biçiminde bükülür. Numunenin uçları dışarıda ve 250 mm'lik bir kısım su içinde kalacak şekilde cam beher kapağındaki delik açıklıklardan geçirilir. Saf su banyosunun sıcaklığı standarda göre ayarlanır ve numuneler 14 gün burda bekletilir.

Belirtilen süre sonunda su ortam sıcaklığına kadar soğutulur. Numuneler dışarı çıkarılır ve silkelenir. Üzerlerindeki su filtre kağıdı ile iyice silinir.

2-3 dakika beklettikten sonra hassas Şekil 3.17'de gösterilen terazide tartılır. (M2). Tartılam numuneler standartta belirtilen sıcaklıkta etüvde 1 gün tutulur. Daha sonra 1 saat desikatörde soğutulur ve çıkartılıp hassas terazide tartılır. (M3).

Anma kesit alanı 25 mm²'den büyük kablolar da kalınlıkları 0,6-0,9 mm arasında olan dilimler yaklaşık olarak paralel ve pürüzsüz yüzeyleri olan yalıtımdan kesilmelidir veya sıyrılmalıdır. Uzunluğu 80 mm-100 mm arasında ve eni 4-5 mm olan deney parçaları dilimlerden kalıpla kesilmelidir. Numuneler standartta belirtildiği şekilde hazırlanarak 16-24 saat arası laboratuvar şartlarında bekletilir. Su ile nemlendirilen filtre kağıdıyla numune temizlenir. Temizlenen numuneler standartta belirtilen sıcaklıkta etüvde 1 gün tutulur. Daha sonra 1 saat desikatörde soğutulur ve çıkartılıp hassas terazide tartılır. (M1).

Her deney parçası yoğunlaştırıcısı bulunan ayrı cam kapaklı beher içine tamamen daldırılmalıdır.

Yoğunlaştırıcı kullanılırsa üst bölümü kirlenmenin önlenmesi için alüminyum yaprak ile kapatılmalıdır. Saf su banyosunun sıcaklığı standarda göre ayarlanır ve numuneler 14 gün burda bekletilir.

Belirtilen süre sonunda su ortam sıcaklığına kadar soğutulur. Numuneler dışarı çıkarılır ve silkelendir. Üzerlerindeki su filtre kağıdı ile iyice silinir.

2-3 dakika beklettikten sonra hassas terazide tartılır. (M2). Tartılan numuneler standartta belirtilen sıcaklıkta etüvde 1 gün tutulur. Daha sonra 1 saat desikatörde soğutulur ve çıkartılıp hassas terazide tartılır. (M3).

Üretilen kablonun standarda göre su emme değerleri max. 1 mg/cm² olacak şekilde sonuç vermelidir.



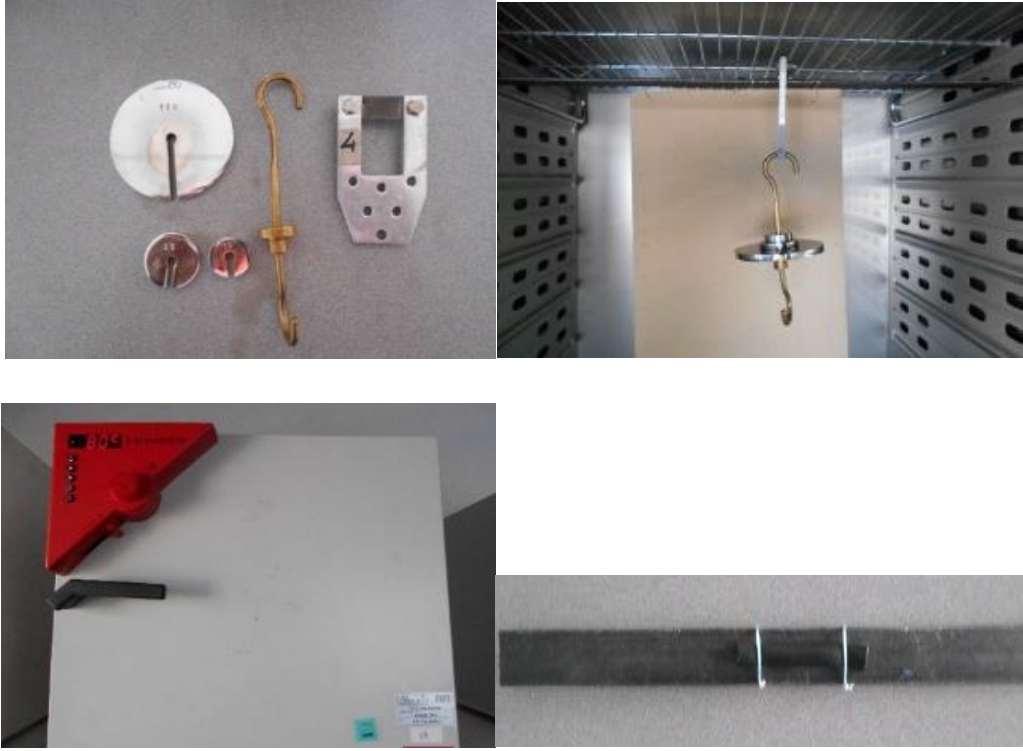
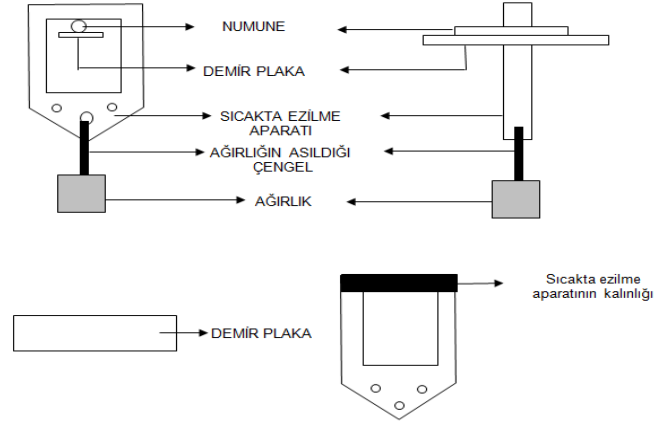
Şekil 3.17: Su Emme Test Ekipmanları

3.5.7 IEC 60811-508 standardına göre Sıcakta Ezilme

İzole için her damardan iletken kalacak şekilde uzunluğu 50 mm-100 mm arasında 3 adet numune kesilir. Kılıf için ise her kılıf parçasından genişliği çevrenin 1/3'ü olan 50-100 mm uzunluğunda şerit kesilir.

Kılıf altındaki ve üstündeki bütün kısımları, İzole için ise üzerindeki bütün katmanları çıkarılır. Hazırlanan numuneler 16 < < 24 saat laboratuvar şartlarında bekletilir.

Sıcakta ezilme aparatının, deney parçasını bastıran tarafında $0,7 \pm 0,01$ mm kalınlığında bir bıçağı vardır. Deney parçasına bıçak tarafından uygulanacak olan kuvvet standarttaki gibi hesaplanır. Kuvvet damarın eksenine dik yönde uygulanmalıdır, dolayısıyla bıçak da damarın eksenine dik olmalıdır. Plaka üzerine numune Şekil 3.18'deki gibi yerleştirilir. Sıcakta ezilme aparatının ortasından şekilde görüldüğü gibi demir plaka geçirilir. Bu plaka fırına paralel olarak asılır.



Şekil 3.18: Sıcakta Ezilme Test Ekipmanları

Etüvün sıcaklığı standarda göre ayarlanır. İlgili kablo standardında bir süre belirtilmemiş ise damar çapına göre (D) aşağıda verilen süreleri uygulanır.

$D \leq 15$ mm 4 saat

$D > 15$ mm 6 saat

Süre sonunda bıçağın numuneye bastırıldığı bölüme su püskürterek hızlı bir soğutma yapılır.

Deney parçasının toparlamasının bitmesinden sonra, deney parçasını donanımdan çıkarılır ve soğumanın devam etmesi için soğuk suya daldırılır. 4-5 dakika soğutmadan sonra deney parçası sudan çıkarılır.

Deney parçasını boylamasına keserek ezilmiş kısmı çıkarılır. Çıkarılan parçadaki eziklik derinliğini profil projektörde ölçülür. Ezik kısmın derinliği et kalınlığının %50 sinden fazla olmamalıdır. Üretilen kablunun standarda göre sıcakta ezilme değerleri max. %50 olacak şekilde sonuç vermelidir.

3.5.8 IEC 60811-509 standardına göre Isı Şoku

Kablo izolelerinden 1mt uzunluğunda numune alınır. Numunenin hazırlanışı şu şekilde olmalıdır:

Damar çapı $\leq 12,5\text{mm}$ ise numuneyi damar olarak al.

Damar çapı $> 12,5\text{mm}$ ve Et kalınlığı $\leq 5\text{mm}$ ise;

Genişliği en az et kalınlığının 1,5 katı olan fakat 4 mm'den az olmayan bir ince şerit şeklinde olmalıdır.

Damar çapı $> 12,5\text{ mm}$ ve Et kalınlığı $> 5\text{ mm}$ ise;

Genişliği en az et kalınlığının 1,5 katı olan ve dış yüzü kesilerek veya taşlanarak kalınlığı 4-5 mm arasına indirilen bir ince şerit şeklinde olmalıdır.

Hazırlanan numuneyi standartta belirtilen tablo1 ve tablo2'ye göre bir Şekil 3.19'da gösterildiği gibi mandrele sıkı sıkı sarılır. Uçlarından ince telle tutturarak sabitlenir.

Fırının sıcaklığını $(150^{\circ}\text{C}\pm 3)^{\circ}\text{C}$ 'ye getirilir ve sabitlenir. Numunenin sarıldığı mandrel etüve asılır. 1 saat süreyle etüvde bekletilir. Süre sonunda mandrel çıkarılır ve oda sıcaklığına kadar soğuması için bekletilir. Daha sonra numune mandrel üzerinde iken gözle muayene edilir. Numunede çatlama, yarıлма olmamalıdır.

Kılıf İin Numune Hazırlama;

Damar apı $\leq 12,5\text{mm}$ ise numune kablo parasından meydana gelmelidir.

Yukarıda izole iin geerli olan diğerk ölçülerdeki numune hazırlama kılıf iin de aynısıdır.

Üretilen kablonun standarda göre sıcakta sarma değerkleri atlamadı olacak şekilde sonuç vermelidir. Bu deneyin yapıldığı Isı Şoku test ekipmanları örneğı Şekil 3.20'de gösterilmiştir.



Şekil 3.19: Isı Şoku Numune Hazırlama



Şekil 3.20: Isı Şoku Test Ekipmanları

3.5.9 IEC 60811-504- IEC 60811-506 standardına göre Soğukta sarma-uzama-darbe Deneyi

Soğukta Bükme Testi: Dış çapı 12,5 mm ve aşağısı kablolar için geçerlidir.

Üzerindeki tüm kaplamalarını aldıktan sonra iki adet numune hazırlanır.

Standartta verilen tabloya göre numuneler 4-5 katı kalınlığındaki mandrele sarılır. 16 saatten az olmamak kaydıyla hazırlanan numuneler önceden tanımlanan sıcaklığa soğutulmuş dondurucuya yerleştirilir.

Süre sonunda numune ters yönde sarılır ve açık havaya bırakılır. Numune normal sıcaklığa gelince göz ile kontrol edilir. (İzole ve kılıf yüzeyinde gözle görülür hiç bir çatlama olmamalıdır.) Bu deneyin yapıldığı Soğukta sarma test ekipmanları Şekil 3.21’de gösterilmiştir.



Şekil 3.21: Soğukta Sarma Test Ekipmanları

Soğukta Uzama Testi: 12,5 mm ve yukarısı çaptaki kablolara uygulanır.

Üzerindeki tüm kaplamalarını aldıktan sonra iki adet kaşık numune hazırlanır.

Et kalınlığı 2 mm'den büyük olmayacak şekilde numune hazırlanır ve 20 mm aralıklı iki işaret koyulur.

4 saatten az olmamak kaydıyla hazırlanan numuneler önceden tanımlanan sıcaklığa soğutulmuş dondurucuya yerleştirilir. Süre sonunda uzama testi yapılır. Bu deneyin yapıldığı Soğukta uzama test ekipmanları Şekil 3.22’de gösterilmiştir.



Şekil 3.22: Soğukta Uzama Test Ekipmanları

Kılıflar İçin Soğukta Vurma Testi: Minimum 150 mm ve numune dış çapının 5 katı uzunluğunda üç numune kazırlanır. Numune cihazı dondurucu içerisinde kauçuk bir zemin üzerine yerleştirilir. Standartta belirtilen tabloya göre çekiç ağırlığı seçilir.

16 saatten az olmamak kaydıyla hazırlanan numuneler önceden tanımlanan sıcaklığa soğutulmuş dondurucuya yerleştirilir. Süre sonunda numune cihaza yerleştirilir ve çekicinin belirtilen 100 mm mesafeden numune üzerine düşmesi sağlanır. İzole numunesi 360°C bükülür. Numunenin oda sıcaklığına gelmesi sağlanır. Numune yüzeyi incelenir. (Yüzeyde gözle görülebilir çatlak olmamalıdır.) Bu deneyin yapıldığı Soğukta vurma test ekipmanı Şekil 3.23’de gösterilmiştir.



Şekil 3.23: Soğukta Vurma Test Ekipmanları

Üretilen kablunun standarda göre soğukta dayanım-sarma deneyi değerleri çatlamadı olacak şekilde sonuç vermelidir.

3.5.10 ASTM D1047-95 standardına göre Yağa Dayanım ve ENI 18100 standardına göre Hidrokarbona Dayanım Değerleri

Bu deney kılıflar için uygulanmaktadır.

Deney numunesinin hazırlanışı:

Çapı 12,5 mm'den küçük olan numuneler için 12-13 cm uzunluğunda tüp numune, Çapı 12,5 mm'den büyük numuneler için kaşık numune hazırlanır.

Deney yapılacak parçadan 5 adet hazırla. Hazırlanan numuneleri 16 << 24 saat laboratuvar şartlarında bekletilir.

İlgili standartlarda tanımlanan mineral yağ IRM 902 yağıdır.

Yaşlandırma için kullanılacak kimyasal ve test koşulları ürün standardına göre değişebilir. (Benzin, fuel yağı, hidrokarbonlar vs gibi).

Hazırlanan numuneleri kısıkaçla tuttur ve kısıkaçları bir tele asılır.

Deney parçalarını önceden standartta belirtilen deney sıcaklığına getirilmiş yağ banyosuna daldırılır.

Deney parçalarını belirtilen deney sıcaklığında ve sürede bekletilir. Süre sonunda deney parçalarını çıkartılır, üzerindeki kalan yağı hafifçe silinir.

Ortam sıcaklığında 16 << 24 saat süre ile asılı olarak bekletilir. Bu süre sonunda da kalan herhangi ilave yağı hafifçe silerek çıkartılır.

Daha sonra deney parçalarının uzama-mukavemet değerlerine bakılır. Çekme dayanımı hesaplanması, daldırmadan önce ölçülen deney parçasının kesit alanını esas almalıdır.

Her türlü kimyasal çözelti içerisinde ve bütün plastik malzemeler için ilgili deney uygulanabilir. Test sıcaklığı ve test süresi talep doğrultusunda değiştirilebilir. Bu deneyin yapıldığı Kimyasal dayanım test ekipmanları Şekil 3.24’de gösterilmiştir.



Şekil 3.24: Kimyasal Dayanım Test Ekipmanları

Üretilen kablonun standarda göre yağa dayanım değerleri % değişim max.30 olacak şekilde sonuç vermelidir.

Üretilen kablonun standarda göre hidrokarbona dayanım değerleri % değişim max.40 olacak şekilde sonuç vermelidir.

3.5.11 IEC 60811-405 standardına göre Termik Kararlılık Değerleri

İlgili standartta belirtildiği gibi Cihaz sıcaklığını $200\pm 0.5^{\circ}\text{C}$ 'ye ayarlanır. Cihaz sıcaklığının $200\pm 0.5^{\circ}\text{C}$ olmasını beklenir. Aldığın plastik numunelerinden 50 mg hassas terazide tart ve 11 cm uzunluğunda 0.5 cm genişliğindeki test tüpüne yerleştir ve ucuna pH kağıdı yerleştirilir.

Numuneleri test cihazındaki deliklere yerleştirilir. Saat çalıştırılır ve 60 dakika sonra her 5 dakikada bir kontrol edilir. pH kağıdı kırmızıya döndüğü anda zaman kaydedilir. Test bitiminde cihaz kapatılır. Bu deneyin yapıldığı Termik kararlılık test ekipmanları Şekil 3.25’de gösterilmiştir.



Şekil 3.25: Termik Kararlılık Test Ekipmanları

Üretilen kablonun standarda göre PVC ise min. 100 dk olacak şekilde sonuç vermelidir.

3.5.12 IEC 60332-3-24 standardına göre Düşey Alev Yayılım Değerleri

Metalik olmayan farklı hacimlerin uygulanabildiği yerlerdeki kullanım içindir.

Kesit alanı 35 mm²'den daha büyük en az bir iletkeni olan kablolar aralıklı monte edilir. Kesit alanı 35 mm² ve daha küçük olan kablolar temas halinde monte edilir.

Çapı 50 mm (dahil)'e kadar olursa: 0,5-1 mm çelik veya bakır tel kullanılır.

Çapı 50 mm'den büyük olan kablolarda: 1-1,5 mm çelik veya bakır tel kullanılır. Kesit alanı 35 mm² ve küçük olan kabloları 0,5-1 mm tel ile müstakil ya da bir dizi grup şeklinde tutturulur.

Tek bir tabakanın en büyük genişliği 300 mm olmalıdır (std merdiven kullanılırsa). Numunenin kenarı ile merdiven dikmesinin iç kenarı arasındaki uzaklık en küçük 50 mm olmalıdır. Eğer ikinci sıra monte edilecekse ilk kablo merkezden başlayarak sırayla her iki tarafına ilave edilir.

Bir deney numunesi oluşturmak için büyük sayıda deney parçası gerekirse deney parçaları belirtilen metal tel kullanılarak beş deney parçasının en büyük genişliğinde düz kablo dizisi olarak merdivenin her basamağına tutturulur.

CAT C: (60332-3-24)

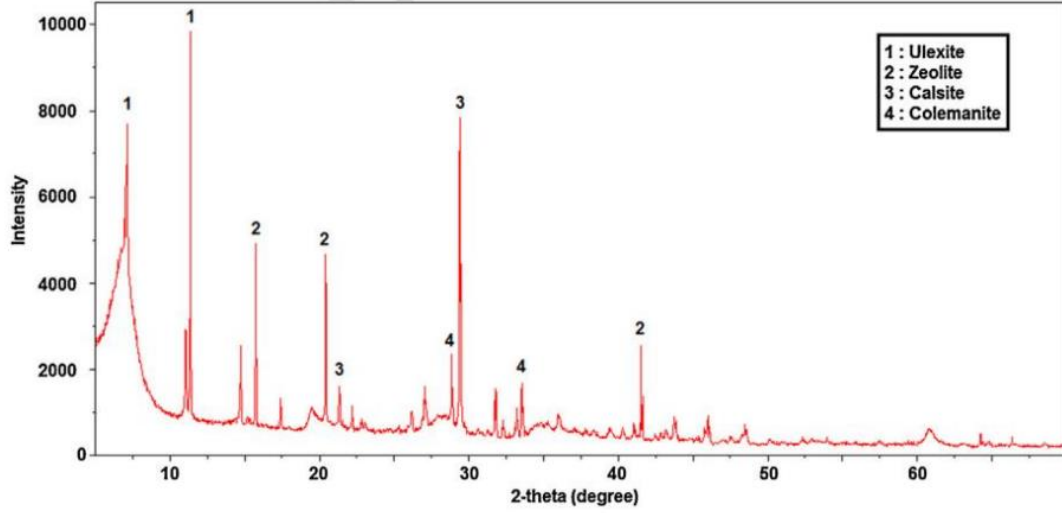
1,5 litre/m metalik olmayan kısım hacmi, Kesit >35 ise 1 tabaka,1 bek (aralık $\text{Ç}/2 \geq 20$ mm). 20 dakika alev uygulama +1 saat sönmesi beklenmelidir. Yanan kısmın uzunluğu: Max. 2,5 m olmalıdır. Bu deneyin yapıldığı CAT-C test kabini ve kablo bağlama şekli Şekil 3.26'da gösterilmiştir.



Şekil 3.26: CAT-C Test Kabini

4. DENEYSEL ÇALIŞMALAR

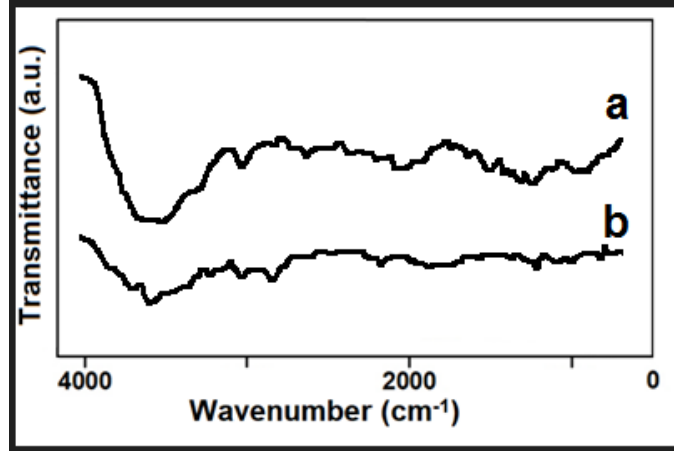
X-Işını Kırınımı Yöntemi (XRD) ile Şekil 4.1'de BNK'nın minerolojik yapısı görülmektedir.



Şekil 4.1: Bor zenginleştirme proses atığından elde edilen BNK'in XRD spektrumu

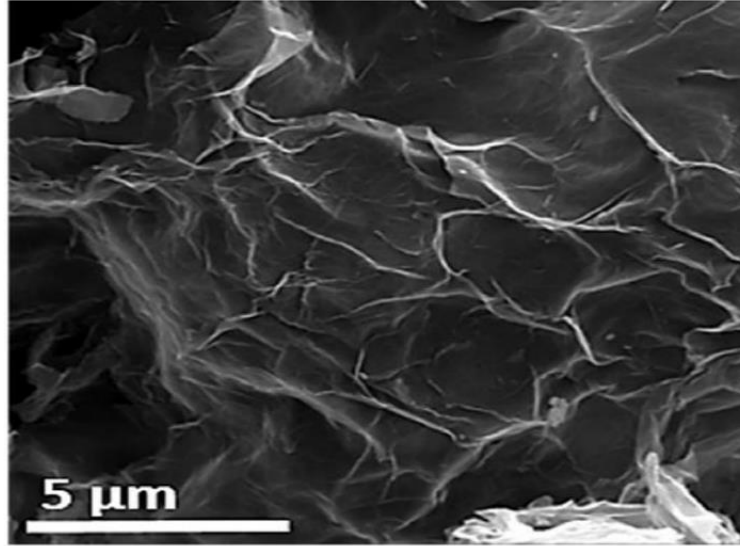
BET analiz sonuçları; Bor Zenginleştirme Proses Atığının yüzey alanı 17,25 m²/g bor nanokilinin ise 23,41 m²/g değerlerinde gelmesi nano boyutunun göstergesidir.

IR analiz sonuçları; Şekil 4.2(a)' da bor endüstri atığının IR spektrumu gösterilmektedir. Şekil 4.2(a)' da 3600 - 3300 cm⁻¹ band bölgesindeki pikler O-H gerilim pikleridir. Şekil 4.2(b)' de BNK'nın IR spektrumu görüldüğü gibi 3600 - 3300 cm⁻¹ band bölgesindeki pikin şiddetinin ve yayvanlığının azalması kalsinasyonun başarı ile gerçekleştiğini göstermektedir.

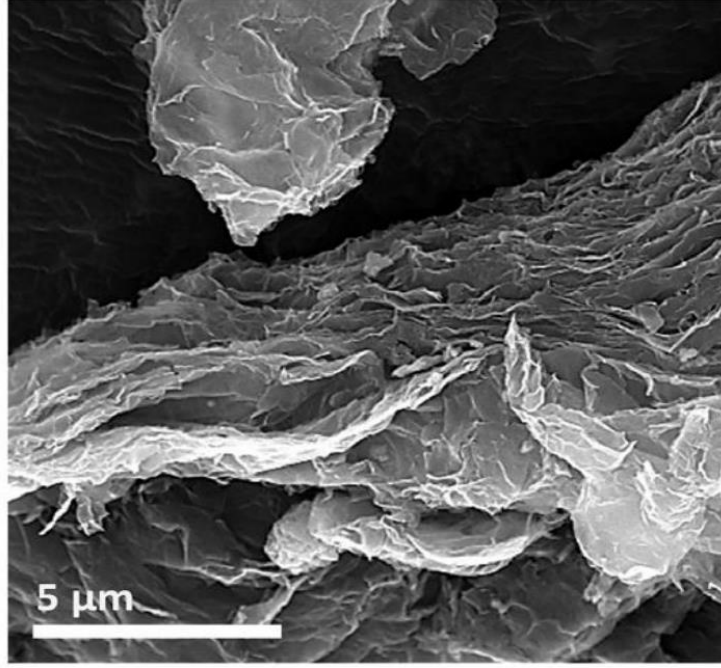


Şekil 4.2: (a) Bor zenginleştirme proses atığının ve (b) BNK'in IR spektrumları

SEM analiz sonuçları; numune yüzeyinde oluşabilecek elektrostatik alanlar elektronları saptırarak düzgün tarama ve algılamayı engeller. SEM görüntüleri malzemenin yüzey morfolojisi hakkında bilgi verir. Bor zenginleştirme proses atığının ve BNK'nin SEM görüntüleri Şekil 4.3 ve 4.4' de gösterilmektedir. Şekil 4.3'den Bor zenginleştirme proses atığının gözenekli bir yapıya sahip olduğu görülmektedir. BNK'nin SEM görüntüsü, bor endüstri atığının kalsine edilmesiyle düzgün (smooth) ve daha geniş yüzey alanına sahip gözenekli bir yapıya ulaştığını göstermektedir.

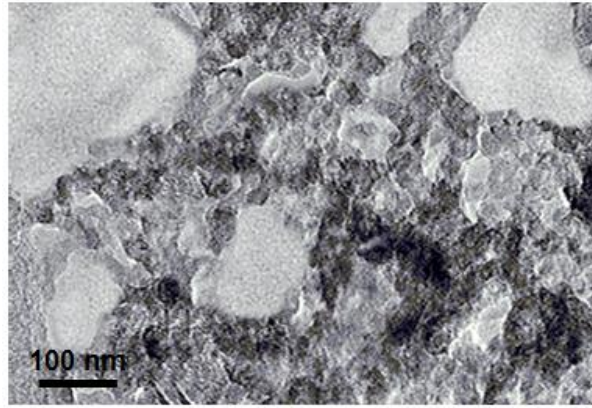


Şekil 4.3: Bor zenginleştirme proses atığının SEM görüntüsü



Şekil 4.4: Bor zenginleştirme proses atığından elde edilen BNK'in SEM görüntüsü

Bor zenginleştirme proses atığından elde edilen 100nm TEM görüntüsü nano boyutundaki BNK'in eldesini göstermektedir.



Şekil 4.5: Bor Zenginleştirme Proses Atığından Elden Edilen Bor Nanokilinin TEM Görüntüsü

Bant numunelerine oksijen indeksi, yoğunluk, halojen asit-gaz, pH ve iletkenlik, mukavemet-uzama testleri yapılarak sonuçlar incelenmiştir.

BNK standart PVC kılıf reçetesine %1, %2, %3, %4, %5, %6, %10, %15 ve %17 oranlarında eklenerek bant numunesi çıkartılmıştır. Çıkartılan bant numunelerinden hazırlanan deney numuneleri ile ISO 4589-2 standardına göre

Oksijen İndeksi deneyi ve IEC 60811-501 standardına göre Mekanik Değerler deneyi uygulanmıştır.

Bant numuneleri düzgün ve pürüzsüz çıkamadığı için sonuçlar gerçek değerleri yansıtmadığı düşünülerek tekrar 3 farklı numune %5,%10 ve %15 BNK katkılı olarak üretilmiştir. Katkı oranlarına göre bant numunelerin yoğunluk değerleri, oksijen indeksi değerleri, mukavemet-uzama, eskitme sonrası mukavemet-uzama değerleri ve % değişimleri aşağıdaki tablolarda belirtilmiştir.

Tablo 4.1: Yoğunluk Değerleri

BNK Katkısı	5%	10%	15%	Standart PVC Kılıf
Yoğunluk (g/cm ³)	1,59	1,59	1,62	1,58

Tablo 4.2: Oksijen İndeksi Değerleri

BNK Katkısı	5%	10%	15%	Standart PVC Kılıf
Oksijen İndeksi	23	25	24	24

Tablo 4.3: Mukavemet Değerleri

BNK Katkısı	Standart PVC Kılıf	5%	10%	15%
Mukavemet Değerleri Min. 12,5 (N/mm ²)	15,38	12,56	12,6	9,6
	15,44	12,85	12,08	9,78
	16,01	13,44	12,13	9,17
	15,62	13,38	12,1	10,03
	15,54	13,41	12,49	10,09
Median	15,54	13,38	12,13	9,78

Tablo 4.4: Uzama Değerleri

BNK Katkısı	Standart PVC Kılıf	5%	10%	15%
Uzama Değerleri Min. 150 (%)	271	211	208	166
	245	195	216	170
	255	225	205	144
	262	211	210	176
	265	227	218	183
Median	245	211	210	170

Tablo 4.5: Eskitme Sonrası Mukavemet Değerleri

BNK Katkısı	Standart PVC Kılıf	5%	10%	15%
Mukavemet Değerleri Min. 12,5 (N/mm ²)	15,23	12,85	12,72	6,57
	15,45	12,54	12,41	8,47
	16,14	12,88	12,82	9,29
	15,58	12,6	9,51	7,3
	15,50	13,35	12,27	6,3
Median	15,50	12,85	12,41	7,3
Mukavemet Değişim ±25 (%)	-0,26	-1,46	1,30	-27,72

Tablo 4.6: Eskitme Sonrası Uzama Değerleri

BNK Katkısı	Standart PVC Kılıf	5%	10%	15%
Uzama Değerleri Min. 150 (%)	274	153	180	62
	249	160	160	66
	252	158	154	109
	260	154	97	66
	263	163	162	44
Median	260	158	160	66
Uzama Değişim ± 25 (%)	6,12	-24,04	-19,60	-61,18

5. SONUÇLAR VE ÖNERİLER

Tablolardan da görüleceği üzere %5 katkılı sonuçlar olumlu olup diğer katkılardaki test sonuçları olumsuz sonuçlanmıştır.

%5 katkılı BNK katkısının oksijen indeksi yüksek katkısıyla denemeler devam edecektir.

6. KAYNAKLAR

Alkan, M., “Nano boroksit üretimi”, *Ulusal Bor Araştırma Enstitüsü*, Proje No: 2010.Ç0259, (2018).

Büyükyıldız, E., “Recovering of boron from met boric acid factory’s wastes”, Yüksek Lisans Tezi, Dumlupınar Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Kütahya, (2007).

Çubuk, H. S. and Çavdar, U., “Investigation of mechanical properties of nano boron nitride added aluminum material produced by different production method”, *International Scientific and Vocational Studies Journal*, 6 (2), 51-59, (2022).

Gökdaı, D., “Bor oksitten mekanokimyasal sentez yöntemi ile indirgenmiş bor ürünlerinin üretimi”, Yüksek Lisans Tezi, Ankara Üniversitesi, Ankara, (2014).

Gremlıch, H. U. and Yan, B., *Infrared and Raman Spectroscopy of Biological Materials*, Boca Raton : CRC, (2001).

Karaağaç, A., “Endüstriyel bor atıklarından borun geri kazanımı ve nanoboroksit eldesi”, Yüksek Lisans Tezi, Balıkesir Üniversitesi, Balıkesir, (2015).

Karakulak, T., “Characterization of GaAs/AlGaAs quantum wells with tem (transmission electron microscopy) techniques”, Yüksek Lisans Tezi, Anadolu Üniversitesi, Eskişehir, (2010).

Koçer, B., “Synthesis and characterization of al-montmorillonit/poly(methyl metacrylate) nanocomposites”, Yüksek Lisans Tezi, Balıkesir Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Balıkesir, 1-78, (2013).

Köktürk, İ., *Elektron Mikroskobu ve Genel Araştırma Metodları*, İzmir : Ege Üniversitesi, (1967).

Nakamoto, K., *Infrared and Raman Spectra of Inorganic and Coordination Compounds*, New York : Wiley, (1997).

Özkan, Ş. G., Çebi, H., Delice, S. ve Doğan, M., “Bor minerallerinin özellikleri ve madenciliği”, 2. *Endüstriyel Hammaddeler Sempozyumu*, İzmir, 224-228, (1997).

Polat, M., “Türkiye ve dünyada bor ve bor teknolojisi uygulamalarının araştırılması” *Dokuz Eylül Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü*, 1 (6), 1-6, (1987).

Puviarasan, N., Arjunan, V. and Mohan, S., “FT-IR and FT-Raman studies on 3- aminophthalhydrazide and N-aminophthalimide”, *Turk. J. Chem.*, 26, 323-334, (2002).

Rockley, M. G., Davis, D. M. and Richardson, H. H., “Fourier-transformed infrared photoacoustic spectroscopy of biological materials”, *Science*, 210, 918-920, (1980).

Stuart, B., *Infrared Spectroscopy Fundamentals and Applications*, New York : Wiley, (2004).

Turhan, O., “Bazı Organik reaksiyonların ve metal ligant etkileşmelerinin FTIR ile eş zamanlı İncelenmesi”, Doktora Tezi, Balıkesir Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, (2008).

Voutou, B., Stefanaki, E., Giannakopoulos, K., “Electron microscopy the basics”, *Physics of Advanced Materials Winter School*, 1-11, (2008).

Woods, W. G., “An introduction to boron History, sources, uses, and chemistry *Environ Health Perspect*”, 102 (7), 5–11, (1994).

Yegül, E. E., “Bor zenginleştirme tesislerinde ara ürün tenörlerinin artırılması için yöntemlerin incelenmesi”, Yüksek Lisans Tezi, Hacettepe Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Ankara, (2007).

ISO (2017), *Plastics - Determination of burning behaviour by oxygen index – Part 2: Ambient-temperature test (ISO 4589-2:2017)*.

IEC (2019), *Test on gases evolved during combustion of materials from cables - Part 1: Determination of the halogen acid gas content (IEC 60754-1:2011+AMD1:2019)*.

IEC (2019), *Test on gases evolved during combustion of materials from cables - Part 2: Determination of acidity (by pH measurement) and conductivity (IEC 60754-2:2011+AMD1:2019)*.

IEC (2023), Electric and optical fibre cables - Test methods for non-metallic materials - Part 501: Mechanical tests - Tests for determining the mechanical properties of insulating and sheathing compounds (IEC 60811-501:2012+AMD1:2018+AMD2:2023).

IEC (2017), Electric and optical fibre cables - Test methods for non-metallic materials - Part 401: Miscellaneous tests - Thermal ageing methods - Ageing in an air oven (IEC 60811-401:2012+AMD1:2017).

IEC (2012), Electric and optical fibre cables - Test methods for non-metallic materials - Part 409: Miscellaneous tests - Loss of mass test for thermoplastic insulations and sheaths (IEC 60811-409:2012).

IEC (2012), Electric and optical fibre cables - Test methods for non-metallic materials - Part 402: Miscellaneous tests - Water absorption tests (IEC 60811-402:2012).

IEC (2023), Electric and optical fibre cables - Test methods for non-metallic materials - Part 508: Mechanical tests - Pressure test at high temperature for insulation and sheaths (IEC 60811-508:2012+AMD1:2017+AMD2:2023).

IEC (2017), Electric and optical fibre cables - Test methods for non-metallic materials - Part 509: Mechanical tests - Test for resistance of insulations and sheaths to cracking (heat shock test) (IEC 60811-509:2012+AMD1:2017).

IEC (2012), Electric and optical fibre cables - Test methods for non-metallic materials - Part 504: Mechanical tests - Bending tests at low temperature for insulation and sheaths (IEC 60811-504:2012).

IEC (2012), Electric and optical fibre cables - Test methods for non-metallic materials - Part 506: Mechanical tests - Impact test at low temperature for insulations and sheaths (IEC 60811-506:2012).

IEC (2012), Electric and optical fibre cables - Test methods for non-metallic materials - Part 405: Miscellaneous tests - Thermal stability test for PVC insulations and PVC sheaths (IEC 60811-405:2012).

IEC (2018), Tests on electric and optical fibre cables under fire conditions - Part 3-24: Test for vertical flame spread of vertically-mounted bunched wires or cables - Category C (IEC 60332-3-24:2018).

BS (2016), Electric cables, Thermosetting insulated, armoured cables of rated voltages of 600/1000 V and 1900/3300 V for fixed installations, having low

emission of smoke and corrosive gases when affected by fire. Specification (BS 6724:2016).

ASTM (2017), Standard Specification for Poly(Vinyl Chloride) Jacket for Wire and Cable (ASTM-D1047-95:2017).