

KARADENİZ TEKNİK ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

METALURJİ VE MALZEME MÜHENDİSLİĞİ ANABİLİM DALI

NANO PVDF MATRİSLİ – PİEZO SERAMİK KOMPOZİTLERİN İVME –
TİTREŞİM SENSÖRÜ OLARAK KULLANILABİLİRLİĞİNİN İNCELENMESİ
VE ÜRETİMİ

YÜKSEK LİSANS TEZİ

Ahmet Buğra BAŞER

EKİM 2024

TRABZON



KARADENİZ TEKNİK ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

METALURJİ VE MALZEME MÜHENDİSLİĞİ ANABİLİM DALI

**NANO PVDF MATRİSLİ – PİEZO SERAMİK KOMPOZİTLERİN İVME –
TİTREŞİM SENSÖRÜ OLARAK KULLANILABİLİRLİĞİNİN İNCELENMESİ
VE ÜRETİMİ**

Ahmet Buğra BAŞER

**Karadeniz Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsünde
"METALURJİ VE MALZEME YÜKSEK MÜHENDİSLİĞİ"
Unvanı Verilmesi İçin Kabul Edilen Tezdir.**

Tezin Enstitüye Verildiği Tarih : 20 / 09 / 2024

Tezin Savunma Tarihi : 17 / 10 / 2024

Tez Danışmanı : Dr. Öğr. Üyesi Raşit SEZER

Trabzon 2024

ÖNSÖZ

Bu tez çalışmasında, poliviniliden florür (PVDF) matrisli nano piezo seramik kompozitlerin üretimi ve bu malzemelerin ivme ve titreşim sensörleri olarak potansiyel kullanımı araştırılmıştır. Tez kapsamında stronsiyum titanat ve nikel ferrit katkılı numuneler üretilmiş, bu numuneler farklı sıcaklık ve konsantrasyon parametrelerinde değerlendirilmiştir.

Ahmet Buğra BAŞER
Trabzon 2024

TEZ ETİK BEYANNAMESİ

Yüksek Lisans Tezi olarak sunduğum “Nano PVDF Matrisli – Piezo Seramik Kompozitlerin İvme – Titreşim Sensörü Olarak Kullanılabilirliğinin İncelenmesi ve Üretimi” başlıklı bu çalışmayı baştan sona kadar danışmanım Dr. Öğr. Üyesi Raşit SEZER’in sorumluluğunda tamamladığımı, verileri/örnekleri kendim topladığımı, deneyleri/analizleri ilgili laboratuvarlarda yaptığımı/yaptırdığımı, başka kaynaklardan aldığım bilgileri metinde ve kaynakçada eksiksiz olarak gösterdiğimi, çalışma sürecinde bilimsel araştırma ve etik kurallara uygun olarak davrandığımı ve aksinin ortaya çıkması durumunda her türlü yasal sonucu kabul ettiğimi beyan ederim. 17/10/2024

Ahmet Buğra BAŞER

İÇİNDEKİLER

	<u>Sayfa No</u>
ÖNSÖZ.....	III
TEZ ETİK BEYANNAMESİ.....	IV
İÇİNDEKİLER.....	V
ÖZET	VII
SUMMARY	VIII
ŞEKİLLER DİZİNİ	IX
1. GİRİŞ.....	1
1.1. Araştırma Konusunun Tanıtımı.....	1
1.2. Araştırmanın Önemi	3
1.3. Piezoelektrik Malzemelerin Genel Tanımı.....	4
1.4. Doğal Piezoelektrik Malzemeler	7
1.5. Seramik Piezoelektrik Malzemeler	8
1.6. Polimer Piezoelektrik Malzemeler	9
1.6.1. Polyviniliden Florür (PVDF), β -Fazını Artıran Faktörler.....	12
1.6.2. DMF – PVDF Çözeltisinde β - Fazı ve DMF’in Su ile Ayrıştırılması.....	14
1.6.3. PVDF β - Fazı’nın Karakterizasyonu.....	16
1.7. Önceki Çalışmalar	19
2. DENEYSEL ÇALIŞMALAR	24
2.1. Deney Parametreleri	24
2.2. Stronsiyum Titanat Üretimi.....	25
2.3. Nikel Ferrit Üretimi.....	26
2.4. Stronsiyum Titanat ve Nikel Ferrit Katkılı PVDF Kompozit Üretimi.....	28
2.5. Üretilen Numunelerin Karakterizasyonu	30
3. BULGULAR VE TARTIŞMA.....	31
3.1. Sıcaklık Parametresinin Fourier Dönüşümlü Kızılötesi Spektrumu ile İncelenmesi.....	31
3.2. Konsantasyon Parametresinin Fourier Dönüşümlü Kızılötesi Spektrumu ile İncelenmesi.....	33
3.3. Nikel Ferrit Parametresinin Fourier Dönüşümlü Kızılötesi ile İncelenmesi.....	35

3.4. Stronsiyum Titanat Parametresinin Fourier Dönüşümlü Kızılötesi ile İncelenmesi.....	38
3.5. Numunelerin Taramalı Elektron Mikroskobu ile İncelenmesi.....	39
4. SONUÇLAR.....	40
5. KAYNAKLAR.....	42
ÖZGEÇMİŞ	



Yüksek Lisans Tezi

ÖZET

NANO PVDF MATRİSLİ - PIEZO SERAMİK KOMPOZİTLERİN İVME - TİTREŞİM SENSÖRÜ OLARAK KULLANILABİLİRLİĞİNİN İNCELENMESİ VE ÜRETİMİ

Ahmet Buğra BAŞER

Karadeniz Teknik Üniversitesi
Fen Bilimleri Enstitüsü
Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Anabilim Dalı
Danışman: Dr. Öğr. Üyesi Raşit SEZER
2024, 53 Sayfa

Çalışmanın ana amacı, PVDF'in piezoelektrik özelliklerini geliştirmek için farklı seramik katkı maddelerinin, sıcaklığın ve konsantrasyonun etkilerini incelemek ve yüksek β -fazı içeriğine sahip piezo kompozitler üretmektir. Stronsiyum titanat (SrTiO_3) ve nikel ferrit (NiFe_2O_4) katkılı PVDF kompozitleri, çeşitli konsantrasyon ve sıcaklık parametreleri kullanılarak üretilmiştir. Deneysel çalışmalar kapsamında PVDF-DMF konsantrasyonları 1:10, 1:25 ve 1:50 oranlarında belirlenmiş ve DMF'in saf su ile arındırılması sırasında 0°C , 25°C ve 50°C sıcaklıkları kullanılmıştır. Katkı maddeleri her bir numuneye PVDF'e göre ağırlıkça %20, %40 ve %60 oranlarında eklenmiştir. Elde edilen numuneler Fourier Dönüşümlü Kızılötesi Spektroskopisi (FTIR), Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) ile karakterize edilmiştir. Sonuçlar, düşük sıcaklık ve yüksek PVDF konsantrasyonlarının β -fazı içeriğini önemli ölçüde artırdığını göstermiştir. Özellikle, 0°C 'de üretilen numunelerde α -fazı pikleri gözlemlenmemiştir. %20 Nikel ferrit katkısının, β -fazı oluşumunu teşvik ettiği ve piezoelektrik özellikleri iyileştirdiği tespit edilmiştir. Stronsiyum titanat katkısının β -fazı içeriği üzerinde net bir bulgu görülmemiştir. Çalışmanın sonucunda, yüksek β -fazı içeriğine sahip PVDF kompozitlerinin sensör uygulamaları için uygun bir temel oluşturduğu belirlenmiştir. Bu tez, PVDF tabanlı piezoelektrik malzemelerin üretiminde en uygun parametrelerin belirlenmesine yönelik bulgular sunmaktadır.

Anahtar Kelimeler: PVD, β -Fazı, Nikel Ferrit, Stronsiyum Titanat

Master Thesis

SUMMARY

THESIS TITLE

Ahmet Buğra BAŞER

Karadeniz Technical University
The Graduate School of Natural and Applied Sciences
Metallurgical and Materials Engineering Program
Supervisor: Dr. Öğr. Üyesi Raşit SEZER
2024, 53 Pages

The main objective is to explore how different ceramic additives, temperature, and concentration affect PVDF's piezoelectric properties and to produce piezo composites with high β -phase content. PVDF composites with strontium titanate (SrTiO_3) and nickel ferrite (NiFe_2O_4) additives were produced using various concentration and temperature parameters.

During the experiments, PVDF-DMF concentrations were set at 1:10, 1:25, and 1:50 ratios, and temperatures of 0°C , 25°C , and 50°C were used while removing DMF with pure water. Additives were incorporated into each sample at 20%, 40%, and 60% by weight relative to PVDF. The samples were characterized by Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR) and Scanning Electron Microscopy (SEM).

Results indicated that low temperatures and high PVDF concentrations significantly enhanced β -phase content, with no α -phase peaks detected in samples produced at 0°C . A 20% nickel ferrite additive was found to promote β -phase formation and enhance piezoelectric properties, while no significant effect of strontium titanate on β -phase content was observed.

The study concludes that PVDF composites with high β -phase content are a suitable foundation for sensor applications and provides insights for determining optimal parameters in producing PVDF-based piezoelectric materials.)

Key Words: PVDF, β -Phase, Nickel Ferrite, Strontium Titanate

ŞEKİLLER DİZİNİ

Sayfa No

Şekil 1.	Weiss alanlarındaki elektrik dipolleri.....	6
Şekil 2.	PVDF alfe, beta ve gama polimorflarının şematik gösterimi	10
Şekil 3.	CO ₂ lazer ışını ile germe yapan cihazın şematik gösterimi	20
Şekil 4.	Germe işleminin PVDF mikromorfolojisine etkilerinin şematik gösterimi	20
Şekil 5.	Kalsinasyon işleminden sonra oluşan tozların havanda görünümü.....	26
Şekil 6.	Isı etkisi ile su ve jel yapıdan ayrıştırılan nikel ferrit nano parçacıklarının görünümü.....	27
Şekil 7.	Girdap oluşturulan saf suya enjekte edilen numunelerin oluşturduğu yapının örnek bir görünümü	29
Şekil 8.	Üretilen bazı numunelerin görünümü.....	30
Şekil 9.	0°C, 25°C ve 50°C'de üretilmiş 1:10 PVDF derişimine sahip katkısız üçnumunenin FTIR sonuçları	32
Şekil 10.	1:10, 1:25 ve 1:50 PVDF konsantrasyonlarına sahip 0 C üretilmiş katkısız üç numunenin FTIR sonuçları.....	33
Şekil 11.	1:10 PVDF konsantrasyona sahip 0 °c ve 25 °c üretilmiş katkısız numunelerin FTIR sonucu.....	34
Şekil 12.	Farklı konsantrasyon ve sıcaklıkların fß değerine etkisi	35
Şekil 13.	Farklı konsatrasyon ve katkıların 0 °C'de karşılaştırılması.....	35
Şekil 14.	Farklı konsatrasyon ve katkıların 25 °C'de karşılaştırılması.....	36
Şekil 15.	Farklı konsatrasyon ve katkıların 50 °C'de karşılaştırılması.....	36
Şekil 16.	1:10 PVDF konsatrasyon 25 C üretilmiş %20 , %40, %60 nikel ferrit katkılı ve katkısız numunelerin FTIR sonuçları	37
Şekil 17.	1:10 Konsatrasyon 0 C üretilmiş %20, %40, %60 nikel ferrit katkılı ve katkısız numune bulunmaktadır.....	38
Şekil 18.	Taramalı elektron mikroskopu görüntüleri: a) 0 C°, 1:10 PVDF konsantrasyon, %20 nikel ferrit katkılı, b) 0 C°, 1:10 PVDF konsantrasyon , %20 stronsiyum titanat katkılı c) 0 C°, 1:10 PVDF konsantrasyon, katkısız.....	39

1. GİRİŞ

1.1. Araştırma Konusunun Tanıtımı

Bu tez çalışması, nano PVDF (poliviniliden florür) matrisli piezo seramik kompozitlerin ivme ve titreşim sensörleri olarak kullanılabilirliğini araştırmayı amaçlamaktadır. Çalışmada, PVDF'in farklı fazlarının piezoelektrik özellikleri değerlendirilmiş ve bu fazları modifiye etmek için stronsiyum titanat ve nikel ferrit gibi katkı maddeleri kullanılmıştır. PVDF'in piezoelektrik özelliklerini optimize ederek, sensör uygulamalarında kullanılabilirliği artırılmaya çalışılmıştır. Bu amaç doğrultusunda, farklı sıcaklıklar, Dimetilformamid konsantrasyonları ve çeşitli katkı miktarları ile numuneler üretilmiştir.

Araştırmanın temel amacı, üretilen kompozit malzemelerin β -fazı gibi yüksek piezoelektrik özelliklere sahip fazların kristalleşmesini arttırarak ivme ve titreşim sensörleri olarak kullanılabilme potansiyelini ortaya koymaktır.

Bu doğrultuda, malzeme karakterizasyonu için FTIR (Fourier Dönüşümlü Kızılötesi Spektroskopisi) kullanılarak faz analizleri yapılmış ve piezo seramik katkı maddelerinin, sıcaklığın ve konsantrasyonun PVDF'in faz dönüşümlerine olan etkisi detaylı bir şekilde incelenmiştir.

Araştırmanın sonuçları, farklı üretim parametrelerinin PVDF matrisli kompozitlerin piezoelektrik performansı üzerindeki etkilerini değerlendirerek, bu malzemelerin sensör teknolojilerinde nasıl kullanılabileceğine dair önemli bulgular sunmayı hedeflemektedir.

Amaç: Bu çalışmanın temel amacı, PVDF matrisli piezo nano seramik kompozitlerin piezoelektrik özelliklerini optimize ederek, ivme ve titreşim sensörleri olarak kullanılabilirliğini incelemektir. Bu doğrultuda, PVDF'in piezoelektrik performansını artıran beta fazının kristallenmesini sağlamak hedeflenmiştir. Çalışmada, farklı ağırlıklarda stronsiyum titanat ve nikel ferrit'in katkıları, farklı dimetilformamid konsantrasyonları ve farklı sıcaklık gibi üretim parametreleri altında malzemelerin β -fazı kristallendirebilme yeteneği incelenmiştir. Ayrıca, katkı maddelerinin sentezi de çalışmanın bir parçası olarak gerçekleştirilmiştir. Tez'in hedefleri aşağıdaki gibidir.

PVDF'in β -fazı Elde Etmek ve Güçlendirmek:

- PVDF'in piezoelektrik özellikleri en yüksek fazı olan beta fazının üretiminde etkili yöntemler geliştirmek.
- Farklı sıcaklık, DMF konsantrasyonu ve katkı miktarları kullanarak, beta fazının oluşumunu sağlayan optimum koşulları belirlemek.

Stronsiyum Titanat ve Nikel Ferrit Katkılarını Üretmek ve Etkiler İncelemek:

- Stronsiyum titanat ve nikel ferrit üretimini gerçekleştirmek
- Stronsiyum titanat ve nikel ferrit piezo seramik katkı maddelerinin PVDF beta fazı üzerindeki etkilerini araştırmak.
- Katkı maddelerinin farklı oranlarının PVDF'in piezoelektrik performansı üzerindeki etkilerini analiz ederek, en yüksek performansı sağlayan kompozit yapılarını belirlemek.

Üretim Parametrelerinin Optimizasyonu:

- PVDF kompozitlerinin üretiminde kullanılan sıcaklık, DMF derişimi ve katkı miktarlarının malzemenin faz yapısı ve piezoelektrik performansı üzerindeki etkilerini değerlendirmek.
- Optimum üretim parametrelerini belirleyerek, piezoelektrik özellikleri en yüksek olan malzemelerin üretimini sağlamak.

Piezoelektrik Performansın Karakterizasyonu:

- Üretilen kompozit numunelerin FTIR, ve SEM gibi karakterizasyon yöntemleri ile beta fazı oluşumunun ve malzeme yapısının detaylı analizi.
- Farklı numunelerde beta fazının oluşum oranlarını belirleyerek, faz dönüşümlerinin piezoelektrik performans üzerindeki etkilerini açıklamak.

Sensör Uygulamaları İçin Uygun Malzemelerin Belirlenmesi:

- Üretilen PVDF kompozitlerinin piezoelektrik özelliklerini değerlendirerek, bu malzemelerin ivme ve titreşim sensörlerinde kullanılabilirliğini incelemek.
- Sensör uygulamalarına en uygun malzeme kombinasyonlarını belirleyerek, ileri teknoloji sensörler için yüksek performanslı ve düşük maliyetli piezoelektrik malzemeler geliştirmek.

Bu hedefler doğrultusunda, tez çalışması piezoelektrik malzemelerin sensör uygulamaları için nasıl optimize edilebileceğini ortaya koyarak, yeni nesil sensörler için önemli bir bilgi kaynağı ve araştırma temeli oluşturmayı amaçlamaktadır.

1.2. Araştırmanın Önemi

Poliviniliden florürün (PVDF) beta fazı (β -fazı), PVDF matrisli piezo seramik kompozitlerin ivme ve titreşim sensörleri için kullanılabilirliğini artırmada kritik bir rol oynar. Bu önem, β -fazının benzersiz yapısal ve elektroaktif özelliklerinden kaynaklanmakta olup, kompozitlerin piezoelektrik performansını önemli ölçüde etkilemektedir.

PVDF'in β -fazı, polimer zincirlerinin düzenli, tamamen trans-planar zikzak konformasyonu ile karakterizedir. Bu düzenleme, yüksek derecede dipol hizalaması sağlar ve bu da net dipol momentinin, polar olmayan alfa fazı (α -fazı) gibi diğer fazlara göre önemli ölçüde daha büyük olmasına yol açar. (J. Li vd., 2023) (Ghafari vd., 2018). Bu hizalanmış dipol momentinin varlığı, piezoelektrik etki için hayati öneme sahiptir; çünkü malzemenin, mekanik stres altında elektriksel yük üretmesine olanak tanır, ki bu da sensör uygulamaları için temel bir özelliktir (Liu, 2024; Arul, 2023). Araştırmalar, β -fazının, PVDF'in üstün piezoelektrik, piroelektrik ve ferroelektrik özelliklerinden sorumlu olduğunu göstermiştir; bu da onu sensörler ve enerji toplama cihazları gibi uygulamalar için en arzu edilen faz haline getirmektedir. (Hartono vd., 2018) (Zhang vd., 2021)

Ayrıca, β -fazının oluşumu, seramik katkı maddelerinin eklenmesi ve üretim sırasında kullanılan işlem koşulları gibi çeşitli faktörlerden etkilenebilir. Örneğin, baryum titanat (BaTiO_3) gibi malzemelerin eklenmesi, polar olmayan α -fazının β -fazına dönüşümünü teşvik ederek kompozitin piezoelektrik tepkisini artırmaktadır. (C.-T. Pan vd., 2020) (Garain vd., 2016) Bu dönüşüm, seramik parçacıkları ile PVDF zincirleri arasındaki güçlü ara yüzey etkileşimlerine atfedilir; bu etkileşimler dipollerin hizalanmasını ve β -fazının stabilizasyonunu kolaylaştırır. (Al-Saygh vd., 2017) (L. Song vd., 2021).

Bu özelliklerin pratik uygulamaları, ivme ve titreşim sensörlerinin geliştirilmesi açısından önemli sonuçlar doğurur. β -fazı ile ilişkili gelişmiş piezoelektrik tepki, mekanik titreşimlerin elektrik sinyallerine daha hassas ve verimli şekilde dönüştürülmesine olanak tanır, bu da hassas algılama uygulamaları için hayati öneme sahiptir. (Lutkenhaus vd., 2010) (Lee vd., 2014) Çalışmalar, PVDF tabanlı sensörlerin, esneklik ve duyarlılığın kritik olduğu giyilebilir teknoloji ile hareket algılama ve çevre izleme gibi gerçek dünya uygulamalarında mükemmel performans sergilediğini göstermiştir. (Jiang vd., 2020) (Moghadam vd., 2020)

Özetle, PVDF'in β -fazı, PVDF matrisli piezo seramik kompozitlerin ivme ve titreşim sensörleri olarak kullanılabilirliğini belirlemede kritik bir rol oynar. Bu fazın benzersiz yapısal özellikleri, katkı maddeleri ve işlem tekniklerinin stratejik kullanımıyla daha da

optimize edilebilen gelişmiş piezoelektrik özelliklere katkıda bulunur. Bu da PVDF kompozitlerini gelişmiş sensör teknolojileri için cazip bir seçenek haline getirir

1.3. Piezoelektrik Malzemelerin Genel Tanımı

Piezoelektrik malzemeler, mekanik enerjiyi elektrik enerjisine ve tersine dönüştürebilen benzersiz bir malzeme sınıfıdır. Bu özellik, malzemenin yapısındaki elektrik yüklerinin asimetrik dağılımından kaynaklanır ve mekanik gerilim uygulandığında bir elektrik alanı oluşturur. Tersine, bu malzemelere elektrik alanı uygulandığında mekanik deformasyon meydana gelir. Piezoelektrik etki, 1880 yılında Pierre ve Jacques Curie tarafından keşfedilmiş olup, o zamandan beri bu malzemeler sensörler, aktüatörler ve enerji toplama cihazları gibi birçok alanda yaygın olarak kullanılmaktadır (Rajabi vd., 2015) (Smith & Kar-Narayan, 2022)

En yaygın kullanılan piezoelektrik malzemeler genel olarak seramikler ve polimerler olarak iki gruba ayrılır. (Takenaka & Nagata, 2005) (Mishra vd., 2019). Seramik malzemeler, yüksek mekanik kalite faktörleri ve Curie sıcaklıkları ile aktüatör ve sensör uygulamaları için idealdir ve yüksek güçlü uygulamalarda kullanıma uygundur (Takenaka & Nagata, 2005). Bununla birlikte, kurşun bazlı seramiklerin toksik olması, çevre ve sağlık standartlarına uygun, performansı yüksek kurşunsuz alternatiflerin geliştirilmesini teşvik etmektedir (Finkelstein-Zuta vd., 2022)

Diğer taraftan, piezoelektrik polimerler arasında poliviniliden florür (PVDF) gibi malzemeler esneklik, hafiflik ve işlenebilirlik açısından avantajlar sunar. Bu malzemeler, mekanik esnekliğin önemli olduğu giyilebilir elektronikler ve yumuşak robotik gibi uygulamalarda özellikle faydalıdır (Smith & Kar-Narayan, 2022) (Usher vd., 2018). Polimerler, biyouyumlulukları ve çeşitli şekil ve boyutlarda üretilibilmeleri, özellikle biyomedikal sensörlerde çekici hale getirir (Rajabi vd., 2015)

Son yıllarda piezoelektrik malzemeler alanındaki gelişmeler, çeşitli yöntemlerle bu malzemelerin özelliklerini iyileştirmeye odaklanmıştır. Katkılı üretim ve çok fazlı katkılama gibi tekniklerle malzemelerin mekanik ve elektriksel tepkilerinin önemli ölçüde geliştirilebileceği gösterilmiştir (Chen vd., 2020) (Wen vd., 2023). Ayrıca, seramiklerin ve polimerlerin avantajlarını birleştiren piezoelektrik kompozitler de geliştirilmekte olup, bu malzemelerin hem yüksek piezoelektrik performansına hem de esnekliğe sahip olması hedeflenmektedir (Wen vd., 2023) (Smith & Kar-Narayan, 2022)

Piezoelektrik malzemeler, ivmeölçerler, mikrofonlar ve enerji toplama cihazları gibi geniş bir yelpazede kullanılır. Bu malzemelerin mekanik deformasyonlara yanıt olarak elektrik sinyalleri üretebilme yetenekleri, titreşim, basınç değişimleri ve diğer mekanik uyarıları algılamak için onları ideal hale getirir (Anton & Sodano, 2007) (Covaci & Gontean, 2020).

Piezoelektrik Etki ve Temel İlkeler: Piezoelektrik etki, bazı kristallerin ve seramiklerin karakteristik bir özelliğidir. Bu malzemelerde, mekanik deformasyonla üretilen elektrik yükü ya da elektrik alanının neden olduğu mekanik tepkime, piezoelektrik etkiyle açıklanır.

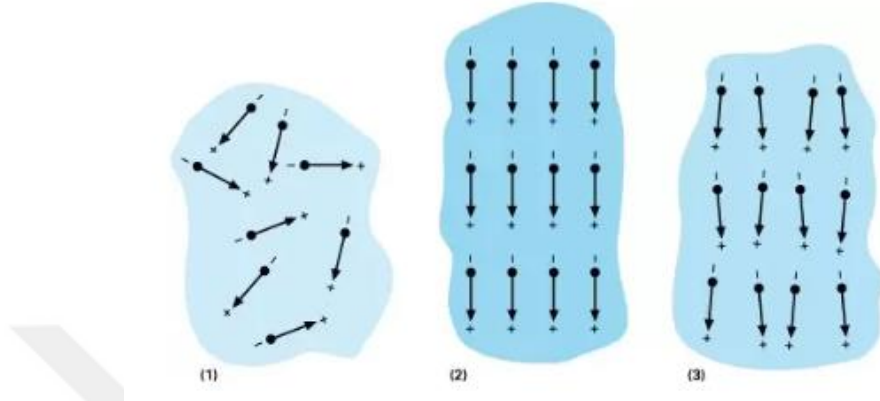
Piezoelektrik etki, katılarda dipol momentlerin varlığı ile yakından ilişkilidir. Katılarda dipol oluşumu; asimetrik net yüke sahip molekül yapılanması (örn. BaTiO₃, PZT) veya doğrudan moleküler gruplar istiflenmesinden dolayı görülebilir. Dipol yoğunluğu; kristalografik birim hücrenin hacmi başına dipol momentleri toplayarak kristaller için kolayca hesaplanabilir. Her dipolün bir vektör olması sebebi ile dipol yoğunluğu (P) bir vektör alanını işaret etmektedir. Birbirine yakın dipoller, Weiss bölgeleri adı verilen bölgelerde hizalanmaya eğilimlidir. Weiss bölgeleri *kutuplaştırma* adı verilen işlem kullanılarak hizalanabilir. Bu işlemde genellikle yüksek sıcaklıktaki malzemenin üzerine güçlü bir elektrik alanı uygulanır. Tüm piezoelektrik malzemeler *kutuplaştırılmaz*. Piezo elektrik malzemelerin *kutuplaştırılması* manyetik *kutuplandırmadan* tamamen farklı bir konudur. (Safari & Akdogan, 2008)

Weiss bölgeleri, manyetik malzemelerde bulunan ve malzeme içerisindeki atomların manyetik momentlerinin (spins) aynı yönde hizalandığı küçük bölgelerdir. Bu bölgeler, Fransız fizikçi Pierre-Ernest Weiss tarafından tanımlanmıştır.

Piezoelektrik malzemelerdeki atomların hizalanması, elektromekanik özelliklerini etkileyen kritik bir faktördür. Piezoelektrik malzemelerde atomik düzen, doğası gereği malzemenin mekanik strese tepki olarak elektrik yükü üretme yeteneğiyle bağlantılıdır. Bu olay esas olarak, simetri merkezinin yokluğunun mekanik deformasyon altında polarizasyonun gelişmesine izin verdiği, sentrosimetrik olmayan bir kristal yapı sergileyen malzemelerde gözlenir (Takenaka & Nagata, 2005)

piezoelektrik seramiklerde atomların hizalanması, malzeme içindeki dipolleri hizalamak için bir elektrik alanının uygulanmasını içeren kutuplama dahil çeşitli işleme teknikleri yoluyla manipüle edilebilir. Bu hizalama, etkili piezoelektrik katsayıları maksimuma çıkararak piezoelektrik tepkisini artırır (Shrout & Zhang, 2007). Bu malzemelerde Weiss bölgelerinin varlığı atomik hizalamada değişikliklere yol açabilir ve bu

da genel piezoelektrik performansı etkileyebilir. Örneğin, daha iyi hizalamaya sahip bölgeler daha yüksek piezoelektrik sabitler sergileyebilirken, kötü hizalanmış bölgeler piezoelektrik tepkiye daha az etkili bir şekilde katkıda bulunabilir (Chen vd., 2020)



Şekil 1. Weiss alanlarındaki elektrik dipolleri

Şekil 1 incelendiğinde weis alanlarının şematik bir gösterimi görülmektedir. Şekil 1’de (1) kutuplanmamış ferroelektrik seramik, (2) kutuplanma sırasında ve (3) kutuplanma sonrası piezoelektrik seramiklerin weis bölgelerini göstermektedir.

Matematiksel Tanım:

Doğrusal piezoelektrik etki aşağıdaki formül ile hesaplanır (Achuthan vd., 2001) .

$$D = \varepsilon E \rightarrow D_i = \sum_j \varepsilon_{ij} E_j \quad (1)$$

Bu denklemde, D: doğrusal piezo elektrik etki , ε : İzin Verme Kapasitesi , E: Elektrik alanıdır

Bu denklemde yer alan büyüklükler şu şekilde tanımlanır:

D: Elektriksel yer değiştirme (polarizasyon) vektörü, malzemenin uygulanan elektrik alanı sonucunda içinde oluşan elektriksel kutuplaşmayı ve elektriksel yer değiştirmeyi ifade eder.

ε : İzin verme kapasitesi veya malzemenin dielektrik sabiti olarak da bilinir. Elektrik alanının malzeme içerisindeki etkisini düzenleyen bir katsayıdır ve malzemenin elektrik alanını ne kadar iletebildiğini gösterir.

E: Elektrik alanı vektörü, malzemeye uygulanan dış elektrik alanını ifade eder.

Tensor Formu: malzemenin farklı doğrultulardaki elektriksel tepkisini içerir. Burada i ve j yön indeksleri olup, elektrik alanının farklı bileşenlerinin malzemenin farklı yönlerdeki elektriksel yer değiştirme üzerindeki etkisini temsil eder.

Piezoelektrik Yük ve Deformasyon Katsayısı (d) : Bu katsayı, (d_{ij}), bir malzemenin mekanik baskıya tepki olarak ne kadar elektrik yükü ürettiğini gösterir. " i " ve " j " alt indeksleri, elektrik hareketinin ve mekanik baskının yönlerini belirtir. Piezoelektrik malzemeler, elektrik alanının yönüne ve malzemenin kutupsal yapısına bağlı olarak şekil değiştirebilir. Uygulanan elektrik alanına bağlı olarak malzeme uzayabilir veya kısalabilir. (Achuthan vd., 2001) .

1.4. Doğal Piezoelektrik Malzemeler

Kuvars (SiO_2), en yaygın olarak tanınan doğal piezoelektrik malzemelerden biridir ve sensörler ve osilatörler gibi çeşitli uygulamalarda değerli hale getiren benzersiz özellikler sergiler. Kuvarsın piezoelektrik özellikleri, simetri merkezi içermeyen kristal yapısından kaynaklanır ve bu yapı, mekanik gerilime tepki olarak elektrik yüklerinin oluşmasına olanak tanır. Kuvars, özellikle zamanlama cihazları ve frekans standartlarında temel bileşenler olan kuvars kristal osilatörleri de dahil olmak üzere çeşitli elektromekanik cihazlarda yaygın olarak kullanılmaktadır. Kuvarsın frekans kontrolündeki kararlılığı ve hassasiyeti, yüksek kalite faktörü ve düşük sıcaklık katsayısına (TCF) bağlıdır, bu da onu hassas zamanlama ve sinyal üretimi gerektiren uygulamalar için ideal kılar. (Antoja-Lleonart vd., 2021). Ayrıca, kuvars, güvenilir piezoelektrik tepkisi ve mekanik dayanıklılığı sayesinde basınç ve ivme sensörleri gibi sensörlerde de kullanılmaktadır. (Madliger vd., 2010)

Kemik ve kolajen, çeşitli biyolojik işlevler ve biyomedikal mühendislik uygulamaları için hayati öneme sahip doğal piezoelektrik malzemelerdir. Bu malzemelerin piezoelektrik özellikleri, yapısal bileşimlerinden ve moleküler düzenlenmelerinden kaynaklanır ve bu sayede mekanik gerilime tepki olarak elektrik yükleri oluşturabilirler. Kemik, esas olarak hidroksiapatit (HA) kristalleri ve kolajen liflerinden oluşan bir kompozit malzemedir. Kemikteki piezoelektrik özellikler büyük ölçüde, kütlesinin yaklaşık %35'ini oluşturan kolajen matrisine atfedilir. Kemik üzerine mekanik gerilim uygulandığında, kolajen fibrilleri deformasyona uğrar ve kolajen yapısındaki moleküler dipollerin yeniden düzenlenmesine yol açar. Bu yeniden düzenlenme, elektrik yüklerinin oluşmasını sağlar ve bu yükler, osteoblast fonksiyonu ve kemik yeniden şekillenmesi gibi hücresel aktiviteleri etkileyebilir.

Kemikteki piezoelektrik etkinin, Wolff Yasası'na göre kemik büyümesi, iyileşmesi ve mekanik yüke adaptasyon gibi fizyolojik süreçlerde önemli bir rol oynadığı düşünülmektedir. Wolff Yasası, mekanik gerilim karşısında kemik yoğunluğunun arttığını belirtir. (Ahn & Grodzinsky, 2009)

Kolajen, çeşitli bağ dokularında bulunan birincil yapısal bir protein olarak da piezoelektrik özellikler sergiler. Kolajenin moleküler yapısı, dipollerin kısmi polar hizalanmasına olanak tanır ve bu da piezoelektrik davranışına katkıda bulunur. Mekanik gerilmeye maruz kaldığında, kolajen elektrik sinyalleri üretebilir ve bu sinyaller hücresel sinyalleşme ve doku rejenerasyonunda rol oynayabilir (Ravi vd., 2012) (Denning vd., 2014). Kolajenin piezoelektrikliği, özellikle kolajenden yapılmış iskelelerin hücre yapışmasını, çoğalmasını ve farklılaşmasını teşvik etmek için elektriksel uyarım sağladığı doku mühendisliği uygulamalarında önemlidir (Tandon vd., 2018).

1.5. Seramik Piezoelektrik Malzemeler

Seramik piezoelektrik malzemeler, piezoelektrik etki gösteren bir malzeme sınıfıdır ve bu sayede mekanik gerilim uygulandığında elektrik yükü üretebilirler. Bu malzemeler, sensörler, aktüatörler ve enerji toplama cihazları gibi çeşitli uygulamalarda geniş çapta kullanılır ve mekanik ve elektriksel özellikleri oldukça elverişlidir.

En önde gelen seramik piezoelektrik malzemelerden biri Kurşun Zirkonat Titanat (PZT)'dir. PZT, yüksek piezoelektrik katsayıları ve cihaz üretimindeki çok yönlülüğü ile bilinir. Tercih edilmeme sebebi kurşun içeriğinden dolayı çevreye zararlı olması denilebilir. PZT seramikleri, mükemmel elektromekanik bağlanma özellikleri nedeniyle ultrasonik dönüştürücüler, basınç sensörleri ve aktüatörler gibi uygulamalarda yaygın olarak kullanılır. PZT'nin piezoelektrik özellikleri, bileşim ayarlamaları ve işleme teknikleri ile optimize edilebilir ve bu, belirli uygulamalarda özelleştirilmiş performans sağlar. (Safari vd., 2022) (D. Pan, 2024).

Bir diğer önemli seramik piezoelektrik malzeme sınıfı ise Baryum Titanat (BaTiO_3)'tır ve ilk kurşunsuz piezoelektrik seramik olarak bilinir. BaTiO_3 , güçlü piezoelektrik özellikler sergiler ve kapasitörler ve sensörler gibi çeşitli uygulamalarda kullanılır. BaTiO_3 'ün piezoelektrik tepkisi, kristal yapısını ve faz geçişlerini modifiye eden elementlerle katkılanarak artırılabilir (Zeng vd., 2020). BaTiO_3 gibi kurşunsuz alternatiflerin

geliştirilmesi, çevresel düzenlemeler ve teknolojiye sürdürülebilir malzemelere olan ihtiyaç tarafından yönlendirilir (J. Wu, 2020).

Bir diğer dikkat çeken kurşunsuz piezoelektrik seramik ise Sodyum Niobat (NaNbO_3)'tur ve özellikle nanoyapılı formlarda, örneğin nanotel biçiminde, yüksek piezoelektrik verimi ile dikkat çeker. NaNbO_3 'ün ferroelektrik özellikleri, onu mikro-elektromekanik sistemler (MEMS) ve nanojenaratörler için uygun hale getirir (Jung vd., 2011). Araştırmalar, NaNbO_3 nanoyapılarının ferroelektrik simetrisinin, piezoelektrik performansı maksimize etmek için kritik olduğunu göstermiştir; bu da malzeme tasarımının istenen özelliklerin elde edilmesindeki önemini vurgular (Jung vd., 2011).

Aurivillius ailesi seramikleri, $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ gibi malzemeleri içerir ve piezoelektrik özellikler sergiler. Bu malzemeler, benzersiz elektriksel özelliklere katkıda bulunan katmanlı perovskit yapısıyla karakterize edilir. Aurivillius seramiklerinde gözlemlenen relaksör ferroelektrik davranış, piezoelektrik tepkilerini artırabilir ve onları belirli algılama ve aktüatör uygulamaları için uygun hale getirebilir (Peláiz-Barranco & González-Abreu, 2013).

Nikel ferritlerin piezoelektrik özellikleri üzerine yeterli çalışma bulunmamakla birlikte, yapılan bir araştırmada, PVDF-nikel ferrit kompozit piezo nanogeneratörlerde verimlilik artışı kaydedilmiştir. Bu çalışmada, nikel ferrit nanopartiküllerinin eklenmesi, nanogeneratörlerin piezoelektrik performansını artırarak daha yüksek güç verimliliği elde edilmesini sağlamıştır. (Paralı vd., 2022)

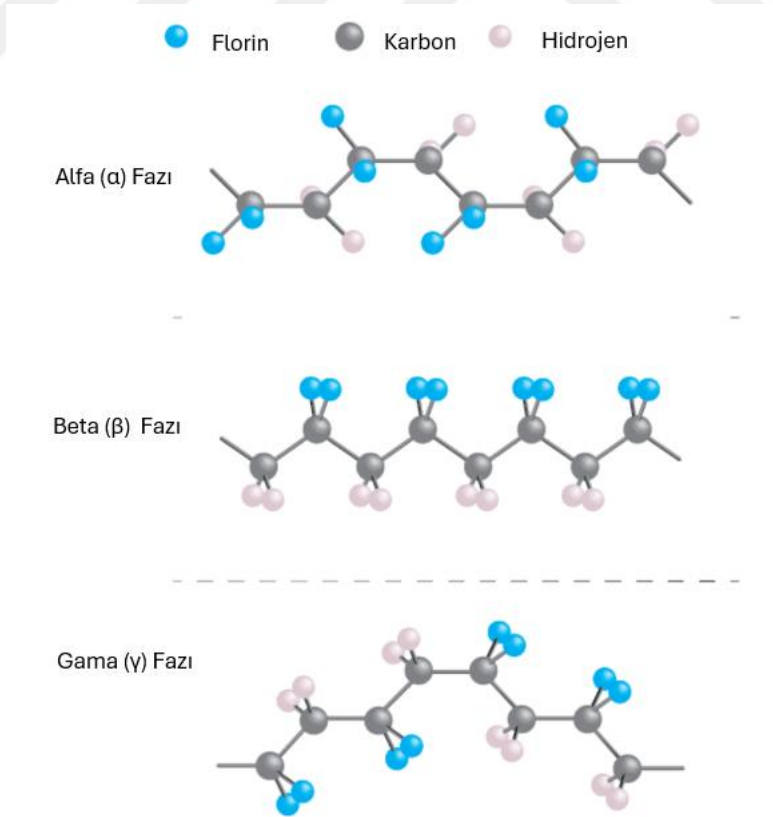
Stronsiyum titanatların PVDF ile piezo elektrik özelliklerine ilişkin detaylı araştırma bulunmuyor olup yapılan bir araştırmada 50 kelvin altında oldukça yüksek piezo elektirik etki gösterdiği raporlanmıştır. (Grupp & Goldman, 1997)

1.6. Polimer Piezoelektrik Malzemeler

Polimer piezoelektrik malzemeler, mekanik enerjiyi elektrik enerjisine ve tersine dönüştürebilme özelliği gösteren bir malzeme sınıfıdır. Bu özellik, onları sensörler, aktüatörler ve enerji toplama cihazları gibi çeşitli uygulamalar için son derece çekici hale getirmektedir. Geleneksel seramik piezoelektrik malzemelerin aksine, polimerler esneklik, hafiflik, kolay işlenebilirlik ve biyouyumluluk gibi avantajlar sunar, bu da onları geniş bir teknolojik uygulama yelpazesi için uygun hale getirir. (Smith & Kar-Narayan, 2022) (Crossley vd., 2014).

Naylon 11, poliamid ailesinin bir üyesi olarak, piezoelektrik ve ferroelektrik özellikleriyle büyük ilgi görmüş ve sensörler, enerji toplama cihazları ve elektronik tekstiller gibi çeşitli uygulamalar için umut verici bir malzeme haline gelmiştir. Naylon 11'in piezoelektrik özellikleri, özellikle γ ve δ' fazlarının piezoelektrik davranış için kritik olan ferroelektrik özellikler sergilediğini göstermiştir. Pseudohegzagonal bir yapıyla karakterize edilen γ -fazı, malzemenin piezoelektrik tepkisini artıran önemli dipol hizalanmasına olanak tanır (Yang vd., 2024) (Ren vd., 2024)

En çok çalışılan piezoelektrik polimerlerden biri poliviniliden florür (PVDF)'dir. PVDF, α , β , γ ve δ fazları dahil olmak üzere birçok kristal fazda bulunabilen yarı kristal bir polimerdir. Bu fazlar arasında, yüksek piezoelektrik katsayıları ve esneklikleri nedeniyle enerji dönüşüm, mekanik gelirilme ve hassas ölçüm uygulamaları için en etkili faz β -fazıdır (Chen vd., 2021) (Cauda vd., 2015). PVDF'in kristal yapısının, elektrospinning ve tavlama gibi işleme teknikleri aracılığıyla manipüle edilebilmesi, esnek elektronikler ve sensörler gibi uygulamalarda piezoelektrik özelliklerinin geliştirilmesini sağlar (Bai vd., 2022) (Ramadan vd., 2014).



Şekil 2. PVDF alfe, beta ve gama polimorflarının şematik gösterimi (Z. He vd., 2022)

α -Fazı: PVDF'in α -fazı, normal işleme koşulları altında en kararlı ve en bol bulunan formdur. Trans-gauche konformasyonu ile karakterize edilen nonpolar bir yapıya sahiptir, bu da net bir dipol momentinin olmamasına neden olur. Dolayısıyla, α -fazı piezoelektrik özellik sergilemez (Singh vd., 2018) (Z. He vd., 2022). Kolayca elde edilip işlenebilmesine rağmen, nonpolar doğası nedeniyle piezoelektrik işlevsellik gerektiren uygulamalardaki kullanımını sınırlıdır.

β -Fazı: PVDF'in piezoelektrik uygulamaları için en çok arzu edilen formu β -fazıdır, çünkü yüksek piezoelektrik katsayılarına sahiptir. Bu faz, tüm-trans düzlemsel zikzak konformasyonu ile karakterizedir ve bu, birim hücre başına önemli bir dipol momentine olanak tanır. β -fazı polar olup, güçlü ferroelektrik özellikler sergiler ve bu da onu enerji dönüşüm uygulamaları için son derece etkili kılar (J. Li vd., 2019) (J. Li vd., 2023) (Bhadwal vd., 2023). β -fazlı PVDF'in piezoelektrik katsayısı (d_{31}) işleme koşullarına ve kristallik derecesine bağlı olarak yaklaşık 20-30 pC/N değerlerine ulaşabilir (Singh vd., 2018) (Z. He vd., 2022). Mekanik germe, elektrik poling ve katkı maddelerinin (örneğin, seramik dolgu maddeleri) eklenmesi gibi teknikler, β -faz içeriğini ve dolayısıyla PVDF'in piezoelektrik performansını artırabilir (Ofllaz vd., 2024).

γ -Fazı: PVDF'in γ -fazı, α ve β fazlarının özelliklerini sergileyen karışık bir fazdır. β -fazına kıyasla daha az kararlıdır ve daha düşük bir piezoelektrik tepki verir. γ -fazı, TTTG konformasyonu ile karakterize edilir, bu da kısmi dipol hizalanmasına yol açar ancak β -fazı ile aynı seviyede piezoelektrik performans sağlamaz (S. Ma vd., 2016) (Cvek vd., 2020). γ -fazı genel piezoelektrik tepkiye katkıda bulunabilse de, varlığı β -fazı kadar faydalı değildir.

δ -Fazı: δ -fazı, PVDF'in başka bir polar fazıdır ve β -fazından daha az incelenmiştir. α -fazının polar bir versiyonu olarak kabul edilir ve bazı piezoelektrik özellikler sergiler, ancak performansı genel olarak β -fazına kıyasla daha düşüktür (Karan vd., 2015) (Cvek vd., 2020). δ -fazı belirli işleme koşulları altında oluşabilir, ancak pratik uygulamaları β -fazına göre daha sınırlıdır.

ϵ -Fazı: ϵ -fazı, PVDF'nin en az yaygın fazıdır ve tipik olarak yüksek basınçlı işleme veya belirli katkı maddelerinin varlığı gibi belirli koşullar altında oluşur. ϵ -fazı, benzersiz özellikler sağlayabilen farklı bir zincir konformasyonu ile karakterize edilir, ancak bu faz hakkında kapsamlı çalışmalar sınırlıdır (Tsyganov vd., 2024)

1.6.1. Polyviniliden Florür (PVDF), β -Fazını Artıran Faktörler

Polyviniliden florür (PVDF) yapısındaki β -fazı, piezoelektrik özellikler açısından kritik öneme sahiptir ve malzeme bilimi ile mühendislik alanlarında büyük bir odak noktasıdır. PVDF'in β -fazının oluşumu ve kararlılığını artıran birçok faktör bulunmaktadır ve bu faktörler, güncel literatüre göre aşağıda özetlenmiştir.

Elektrospinning Teknikleri: Elektrospinning, yüksek β -faz içeriğine sahip PVDF lifleri üretmek için yaygın olarak kullanılan bir yöntemdir. Düşük viskoziteli çözeltilerden elektrospinning yapmak veya süreçte daha yüksek voltajlar uygulamak, oluşan liflerde β -faz içeriğini önemli ölçüde artırabilir (Govinna vd., 2019). Elektrospinning sırasında polimer zincirlerinin hizalanması, polar β -fazının oluşumunu teşvik eder ve piezoelektrik tepkiyi artırır.

İyonik Sıvılar (ILs): PVDF'e iyonik sıvıların eklenmesi, β -fazının oluşumunu kolaylaştırmaktadır. İyonik sıvıların, eritme sıcaklığını düşüren ve β -fazına geçişi destekleyen bir plastikleştirici gibi davrandığı bulunmuştur (Zhou vd., 2023). İyonik sıvılar ile PVDF zincirleri arasındaki etkileşim, dipollerin hizalanmasını artırarak piezoelektrik özellikleri iyileştirir.

Katkı Maddeleri ve Nanodolgular: Grafen oksit (GO) veya baryum titanat (BaTiO_3) gibi nanodolguların eklenmesi, PVDF'in kristalizasyon davranışını önemli ölçüde etkileyebilir. GO'nun PVDF'te β -fazını oluşturduğu ve piezoelektrik performansı artırdığı belirtilmiştir (Feijani vd., 2018). Benzer şekilde, BaTiO_3 nanopartiküllerinin eklenmesi, β -faz içeriğini artırarak PVDF kompozitlerinin genel piezoelektrik tepkisini iyileştirir (Abdolmaleki & Agarwala, 2020).

Mekanik Germe: Mekanik germe, PVDF'de β -fazının oluşumunu teşvik eden iyi bilinen bir yöntemdir. Germe işlemi, moleküler zincirleri hizalayarak nonpolar α -fazdan polar β -faza geçişi kolaylaştırır. Araştırmalar, yaklaşık 3,5 germe oranının β -faz içeriğini önemli ölçüde artırabileceğini göstermektedir (Wu ve diğerleri, 2018). Bu yöntem, özellikle poling gibi diğer işlemlerle birleştirildiğinde daha etkilidir.

Isıl İşlemler: Isıl tavlama, PVDF'te β -fazının oluşumunu destekleyebilir. Kontrollü ısıl işlemlerle polimer zincirleri, termodinamik olarak daha kararlı olan β -fazına yeniden düzenlenebilir. Araştırmalar, belirli sıcaklıklarda yapılan tavlamanın β -fazın kristallliğini ve kararlılığını artırarak piezoelektrik özellikleri iyileştirdiğini göstermektedir (Vijayakumar vd., 2011) (Mahdavi Varposhti vd., 2020).

Çözücü Seçimi: PVDF'in işlenmesi sırasında kullanılan çözücünün seçimi, kristalizasyon davranışını ve faz oluşumunu etkileyebilir. Örneğin, DMF/aseton gibi karışık çözücü sistemlerinin kullanılması, elektrospun liflerde β -fazının oluşumunu destekler (Govinna vd., 2019). Çözücünün özellikleri, polimerin viskozitesini ve zincir hareketliliğini etkileyerek kristalleşme sürecini yönlendirebilir.

Nükleatör Maddeler: Nükleatör maddelerin kullanılması, PVDF'te β -fazının oluşumunu artırabilir. Belirli nükleatör maddelerinin eklenmesinin, β -fazının kristalleşmesini teşvik ederek piezoelektrik özellikleri iyileştirdiği gösterilmiştir (Y. Wu vd., 2012). Bu maddeler, polimer zincirlerinin hizalanmasını kolaylaştırır ve işleme sırasında polar fazı stabilize eder.

Kompozit ile Eşleme: PVDF ile diğer polimerler veya malzemelerle kompozit oluşturmak, β -faz içeriğini artırabilir. Örneğin, PVDF'in diğer piezoelektrik veya ferroelektrik malzemelerle karıştırılması, β -fazının oluşumunu teşvik eden sinerjik etkiler yaratabilir. Araştırmalar, hibrit kompozitlerin saf PVDF'e kıyasla daha yüksek β -faz içeriği ve iyileştirilmiş piezoelektrik performans elde edebileceğini göstermektedir (Abdolmaleki & Agarwala, 2020). Yapılan bir araştırmaya göre PVDF matrisine gümüş (Ag) nanopartiküller ekleyerek kompozitler hazırlanmıştır. Saf PVDF ile karşılaştırıldığında, PVDF/Ag kompozitleri daha yüksek kristallik derecesine sahiptir ve ağırlıklı olarak β -fazından oluşur. Ag nanopartiküllerinin yüzey yükü, β -faz zincirlerindeki $-\text{CH}_2$ dipolları ile özel bir etkileşim gösterir ve Ag nanopartikülleri, β -fazının oluşumunu teşvik eden nükleatör maddeler olarak işlev görebilir. (Lei vd., 2024)

Nanodolgular ile Geliştirme: Molybdenum disülfid (MoS_2) ve çinko oksit (ZnO) gibi nanodolguların eklenmesi, PVDF kompozitlerinin piezoelektrik özelliklerini önemli ölçüde artırmaktadır. Yapılan bir çalışmada, %8 oranında MoS_2 içeren PVDF kompozitlerinin, saf PVDF'e kıyasla piezoelektrik katsayısında %72'den fazla bir artış sağladığı bildirilmiştir (Islam, 2023). Benzer şekilde, ZnO nanopartiküllerinin eklenmesi, PVDF nanokompozitlerinin piezoelektrik tepkisini artırmış ve β -fazı içeriğinde önemli bir artış gözlenmiştir (J. Li vd., 2019)

İletken Katkı Maddelerinin Rolü: Karbon siyahı gibi iletken katkı maddelerinin PVDF kompozitlerinin piezoelektrik özellikleri üzerindeki etkisi araştırılmıştır. BaTiO_3 /PVDF kompozitlerine karbon siyahı eklenmesinin dielektrik ve piezoelektrik özellikleri iyileştirdiği ve iletkenliğin piezoelektrik performansı artırmada önemli olduğu bulunmuştur (Wang vd., 2023). Çalışma, karbon siyahının optimal yüklenmesi durumunda

BaTiO₃ parçacıklarının dağılımının iyileşebileceğini ve piezoelektrik tepkinin maksimuma çıkabileceğini göstermiştir.

Çekirdek-Kılıf Lif Yapıları: PVDF kompozitlerinin piezoelektrik özelliklerini artırmak için çekirdek-kılıf lif yöntemi gibi yenilikçi üretim teknikleri kullanılmıştır. Polycaprolactone (PCL) çekirdek malzemesi olarak kullanıldığında PVDF liflerinin piezoelektrik katsayısının arttığı gözlemlenmiştir. Bu, çekirdek ve kılıf malzemeleri arasındaki etkileşimin piezoelektrik özellikleri olumlu yönde etkileyebileceğini göstermektedir (Feng vd., 2023). Bu yöntem, PCL'in mekanik esnekliğini PVDF'in üstün piezoelektrik performansı ile birleştirme olanağı sunar.

Hibrit Nanokompozitler: PVDF/AgNP/MXene gibi hibrit nanokompozitlerin geliştirilmesi, piezoelektrik performansı artırmada umut verici sonuçlar vermiştir. MXene ve gümüş nanopartiküllerinin (AgNP) PVDF liflerine eklenmesiyle, malzemelerin sinerjik etkileri sayesinde piezoelektrik özelliklerin iyileştiği gösterilmiştir (C.-T. Pan vd., 2022). Bu çalışma, farklı nanodolguların kombinasyonunun enerji toplama yeteneklerini artırabileceğini ortaya koymuştur.

Dielektrik Özellikler: PVDF kompozitlerinin dielektrik özellikleri, piezoelektrik performansları ile yakından ilişkilidir. Yüzey modifikasyonu yapılmış BaTiO₃ parçacıklarının PVDF kompozitlerindeki dielektrik özelliklere etkisini araştıran bir çalışma, işleme sırasında α -fazdan β -faza dönüşümün dielektrik ve piezoelektrik özellikleri önemli ölçüde artırdığını göstermiştir (J. Fu vd., 2015).

Literatür, PVDF kompozitlerinin piezoelektrik özelliklerinin nanodolguların eklenmesi, iletken katkı maddelerinin kullanımı, yenilikçi üretim teknikleri ve işleme koşullarının optimize edilmesi gibi çeşitli stratejilerle önemli ölçüde artırılabilirliğini göstermektedir. Bu gelişmeler, PVDF kompozitlerini esnek elektronikler, sensörler ve enerji toplama teknolojilerinde geniş bir uygulama yelpazesi için umut verici malzemeler olarak konumlandırmaktadır.

1.6.2. DMF – PVDF Çözeltisinde β - Fazı ve DMF'in Su ile Ayırıştırılması

DMF içindeki PVDF konsantrasyonu, polimerin kristalizasyon davranışını doğrudan etkiler. Yapılan çalışmalar, PVDF konsantrasyonu arttıkça β -fazının oluşumunun, yani PVDF'in elektroaktif formunun etkilendiğini göstermektedir. β -fazı, malzemenin

piezoelektrik özelliklerine katkıda bulunan yüksek dipol momenti ile karakterizedir (C. Li vd., 2021) (Ghafari vd., 2017) .

PVDF membranlarının morfolojisini kontrol edebilme yeteneği, doğrudan DMF çözeltisindeki PVDF konsantrasyonu ile ilişkilidir. Daha yüksek konsantrasyonlar, çözeltinin viskozitesini artırarak akışı zorlaştırabilir ve bu da düzensiz yapılar oluşmasına neden olabilir. Öte yandan, daha düşük konsantrasyonlar, etkili membran oluşumu için yeterli malzeme sağlamayabilir (Zaarour & Liu, 2022).

DMF içindeki PVDF zincirlerinin yüksek hareketliliği ve DMF ile su arasındaki güçlü etkileşim, DMF'in arındırılması sırasında etkili ayrışımı sağlar. (Hasanzade vd., 2021). Su ile soğutma ile indüklenen faz ters çevirme mekanizması, daha bağlantılı bir gözenek yapısının oluşumuna yol açarak membranların geçirgenliğini ve seçiciliğini artırır (Sun vd., 2013)

Ayrıca, DMF ayırıcı olarak suyun kullanılması, PVDF'in elektroaktif β -fazının kristalleşmesini teşvik eder. Bu, piezoelektrik özellikler gerektiren uygulamalar için özellikle önemlidir, çünkü β -fazı, PVDF'in diğer kristal formlarına kıyasla üstün piezoelektrik performans sergiler. (C. Fu vd., 2020) Yüksek β -faz içeriği, PVDF'i sensörler ve aktüatörler için uygun hale getirir (Fortunato vd., 2019)

Ek olarak, Suyun DMF için arındırıcı olarak kullanımı PVDF membranlarındaki artık gerilmeleri azaltabilir. Su ile soğutma sayesinde elde edilen kontrollü soğuma oranları, üretim sırasında ve sonrasında distorsiyonunu en aza indirir ve boyutsal kararlılığını artırır (Luo & Ma, 2012) Bu, hassas boyutlarının kritik olduğu uygulamalar için büyük bir avantaj sağlar.

Su ile DMF arındırma işlemi sırasında sıcaklık parametreleri, PVDF'in morfolojisini ve kristalliliğini belirlemede kritik bir rol oynar. Arındırma sıcaklığı, PVDF'in kristalleşme kinetiğini şekillendirir. Daha uniform ve geliştirilmiş mekanik özellikler sağlayabilir. Örneğin, optimum sıcaklığın, son üründe artık gerilmeleri ve deformasyonları azaltarak membranların kullanım sırasında yapısal bütünlüğünü korumasına yardımcı olduğu gösterilmiştir. (Ghasem vd., 2011)

1.6.3. PVDF β - Fazı'nın Karakterizasyonu

FTIR (Fourier Dönüşümlü Kızılötesi Spektroskopi) ile Beta Fazı Analizi: Poliviniliden florürün (PVDF) beş fazının Fourier Dönüşümlü Kızılötesi Spektroskopi (FTIR) kullanılarak karakterize edilmesi, malzemenin yapısal özelliklerini ve potansiyel uygulamalarını anlamak açısından kritik öneme sahiptir. PVDF'in ana kristal fazları arasında α -fazı, β -fazı, γ -fazı, δ -fazı ve ε -fazı bulunur ve her biri FTIR analizi ile tanımlanabilen kendine özgü titreşimsel özellikler sergiler.

α -fazı, PVDF'in en yaygın kristal formudur. FTIR spektrumunda, yaklaşık 763 cm^{-1} 'de (CF_2 bükülmesi ve iskelet bükülmesi), 795 cm^{-1} 'de (CH_2 sallanması) ve 975 cm^{-1} 'de (CH_2 bükülmesi) karakteristik absorpsiyon bantları gösterir (Gebrekstos vd., 2017).

β -fazı, PVDF'in elektroaktif formudur ve sensörler ve aktüatörler gibi uygulamalar için yüksek piezoelektrik özellikleri nedeniyle çok değerlidir. FTIR analizinde, 510 cm^{-1} (CF_2 bükülmesi) ve 840 cm^{-1} (CH_2 sallanması) civarında belirgin zirveler gösterir (Gebrekstos vd., 2018). 840 cm^{-1} 'deki zirvenin yoğunluğu genellikle PVDF malzemelerindeki β -fazı içeriğini nicel olarak ölçmek için kullanılır ve bu, malzemenin piezoelektrik performansı ile ilişkilidir. (Hadimani vd., 2013).

γ -fazı, PVDF'in başka bir kristal formudur ve piezoelektrik özellikler sergiler, ancak bu özellikler β -fazına kıyasla daha az belirgindir. FTIR spektrumunda, yaklaşık 833 cm^{-1} ve 1234 cm^{-1} 'de zirveler görülür ve bu zirveler γ -fazı ile ilişkilidir (Ayyappan vd., 2022). (Correia vd., 2019).

δ -fazı, daha az tartışılan bir fazdır ancak belirli PVDF formülasyonlarında tanımlanabilir. FTIR analizi, β -fazına benzer ancak dalga numaralarında hafif kaymalar gösteren zirveler ortaya koyabilir. δ -fazı, genellikle belirli işleme koşulları ve katkı maddeleri ile oluşur (L. He vd., 2013). Bu fazın karakterizasyonu hâlâ araştırma aşamasındadır ve belirgin spektral özellikleri üzerine daha fazla araştırma yapılması gerekmektedir.

ε -fazı, yüksek basınç işlemi veya belirli katkı maddelerinin eklenmesi gibi spesifik koşullar altında oluşabilen başka bir az bilinen fazdır. FTIR spektrumunda, diğer fazlardan farklı absorpsiyon bantları gösterir, ancak ε -fazı üzerine yapılan kapsamlı çalışmalar sınırlıdır (Satapathy vd., 2011). Bu fazın tanımlanması, PVDF'in kristal davranışını ve potansiyel uygulamalarını tam olarak anlamak için önemlidir.

Karakteristik Piklerden β - Faz Oranının Tespiti: FTIR sonuçları genellikle dalga boyuna karşılık gelen transmittans değeri son kullanıcıya sunulur. Transmittans (T), iletilen gelen ışığın kesridir. Başka bir deyişle, maddeden "başarılı bir şekilde" geçen ve diğer taraftan çıkan ışık miktarıdır. β - faz oranının hesaplanabilmesi için öncelikle transmittan verisinin absorban verisine çevrilmesi gerekir. Absorbans (A), geçirgenliğin diğer yüzüdür ve numunenin ne kadar ışığı emdiğini belirtir. Absorbans, T'nin logaritmik bir fonksiyonu ile hesaplanabilir. (URL-1 , 2023).

$$A = 2 - \log(\%T) \quad (2)$$

PVDF filmindeki β -fazının oranı ($f\beta$), FTIR spektrumlarından aşağıdaki denklem ile hesaplanabilir, (Almadhoun vd., 2019) (Cai vd., 2017)

$$f\beta = A\beta / (1,26 \times A\alpha + A\beta) \quad (3)$$

XRD ile Beta Fazı Analizi: Poliviniliden florür (PVDF) fazlarının X-ışını kırınımı (XRD) ile karakterize edilmesi, bu çok yönlü polimerin yapısal özelliklerini ve potansiyel uygulamalarını anlamak için oldukça önemlidir. PVDF'in beş ana fazı olan α -fazı, β -fazı, γ -fazı, δ -fazı ve ϵ -fazı, kendilerine özgü kırınım desenleri sergiler ve bu desenler analiz edilerek fazların varlığı ve nispi oranları belirlenebilir.

α -fazı, oda sıcaklığında PVDF'in en kararlı ve baskın kristal formudur. XRD analizinde genellikle aşağıdaki karakteristik zirveler gözlemlenir:

$$2\theta = 17.5^\circ (100)$$

$$2\theta = 18.5^\circ (020)$$

$$2\theta = 26.5^\circ (110)$$

$$2\theta = 38.5^\circ (021)$$

Bu zirveler, α -fazının kristal düzlemleriyle ilişkilidir ve bu fazın non-polar yapısı, piezoelektrik özelliklerinin β -fazına göre daha düşük olmasına neden olur (Shalu vd., 2013) (Bhatta vd., 2022). Bu zirvelerin varlığı, numunede α -fazının baskın olduğunu gösterir.

β -fazı, üstün piezoelektrik özellikleriyle bilinir ve tüm-trans (TTTT) zincir konformasyonu ile karakterizedir. β -fazının XRD deseni genellikle şu zirveleri gösterir:

$$2\theta = 20.2^\circ (110)$$

$$2\theta = 26.5^\circ (200)$$

20.2°'deki zirve, β -fazını α -fazından ayırt etmede özellikle önemlidir, çünkü bu zirve α -fazında farklı bir açıda bulunur (Peleş vd., 2018) (Jahan vd., 2017). Zirvelerin yoğunluğu, numunede β -fazı içeriğini diğer fazlara göre nicel olarak belirlemek için kullanılabilir.

γ -fazı, bazı piezoelektrik özellikler sergiler ancak β -fazına kıyasla daha az karardır. XRD deseni, β -fazına benzer, bu da ayırt edilmesini zorlaştırır. γ -fazına ait karakteristik zirveler şunlardır:

$$2\theta = 20.6^\circ (110)$$

$$2\theta = 27.0^\circ (200)$$

β ve γ fazlarının kırınım açıları birbirine çok yakın olduğundan, yalnızca XRD kullanarak bu fazları ayırt etmek genellikle zor olabilir (Zhao vd., 2010) (Kiersnowski vd., 2018). Bununla birlikte, genel kırınım deseni ve zirve yoğunlukları arasındaki farklar kullanılarak γ -fazının varlığı çıkarılabilir.

δ -fazı, daha az yaygın olarak incelenen bir fazdır ve genellikle yüksek basınçlı işleme gibi spesifik koşullar altında oluşur. XRD deseni, α -fazına benzer zirveler gösterebilir, ancak kırınım açılarında hafif kaymalar olabilir. δ -fazının tanımlanması genellikle diğer tekniklerle desteklenir, çünkü kırınım deseni diğer fazlarla önemli ölçüde örtüşmektedir (Cerrada vd., 2023) (Matsuda vd., 2013)

ϵ -fazı, başka bir nadir PVDF fazıdır ve genellikle belirli koşullar altında veya belirli katkı maddelerinin eklenmesiyle oluşur. ϵ -fazına ait XRD zirveleri literatürde iyi tanımlanmamıştır. (J. Song vd., 2012) (Shukla vd., 2019)

XRD, PVDF'in kristal fazlarını karakterize etmek için güçlü bir araçtır. Kırınım desenlerini analiz ederek ve her faza özgü karakteristik zirveleri tanımlayarak, araştırmacılar PVDF numunelerindeki faz kompozisyonunu belirleyebilir. Bu bilgi, özellikle piezoelektrik ve ferroelektrik cihazlar gibi çeşitli uygulamalar için malzemenin özelliklerini optimize etmek açısından büyük önem taşır.

DSC (Diferansiyel Taramalı Kalorimetri) ile β - Fazı Analizi: Diferansiyel Taramalı Kalorimetri (DSC), PVDF'in termal davranışını ve kristalliğini analiz etmek için kullanılan temel bir tekniktir ve bu fazların geçişleri ve kararlılığı hakkında önemli bilgiler sağlar.

α -fazı, oda sıcaklığında en kararlı formdur ve nonpolar bir yapıya sahiptir. Genellikle yaklaşık 170°C civarında erime sıcaklığı gösterir. β -fazı, piezoelektrik özellikleriyle bilinir ve belirli koşullar altında, özellikle germe veya eriyikten soğutma yoluyla oluşur. Bu fazın erime sıcaklığı yaklaşık 180°C olup, genellikle mekanik veya termal işlemlerle indüklenir

(Gomes vd., 2010) (Schwaderer vd., 2024). Daha az yaygın olan γ -fazı, polar bir yapıya sahiptir ve belirli kristalizasyon koşulları altında oluşur. Bu fazın erime sıcaklığı, β -fazından biraz daha yüksektir (Correia vd., 2020)

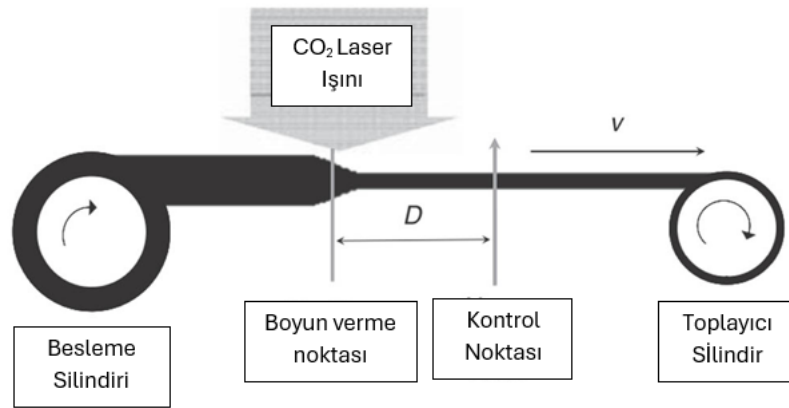
DSC analizi, her fazla ilişkili termal geçişleri ortaya koyar. Örneğin, β -fazı, erime sıcaklığına karşılık gelen keskin bir endotermik pik gösterirken, α -fazı daha karmaşık kristal yapısı nedeniyle daha geniş bir geçiş sergiler (Benz & Euler, 2003) ε -fazı, tam olarak karakterize edilmemiş olmasına rağmen, bazı çalışmalarda gözlemlenmiş ve PVDF'in polimorfik yapısının bir parçası olarak kabul edilmiştir (Schwaderer, 2024).

Termal geçişlerin yanı sıra, DSC ile elde edilen erime entalpisi verileri kullanılarak kristallik derecesi de nicel olarak değerlendirilebilir. DSC termogramından elde edilen erime entalpisi, malzemenin kristallik oranını hesaplamak için kullanılır ve bu oran, PVDF'in uygulamalardaki performansını anlamak açısından kritik öneme sahiptir (He ve diğerleri, 2013; Ramasundaram ve diğerleri, 2008). Örneğin, β -fazının erime entalpisi, α -fazına göre önemli ölçüde daha yüksektir ve bu durum, β -fazının daha kararlı ve kristalin olduğunu yansıtır (L. He vd., 2013)

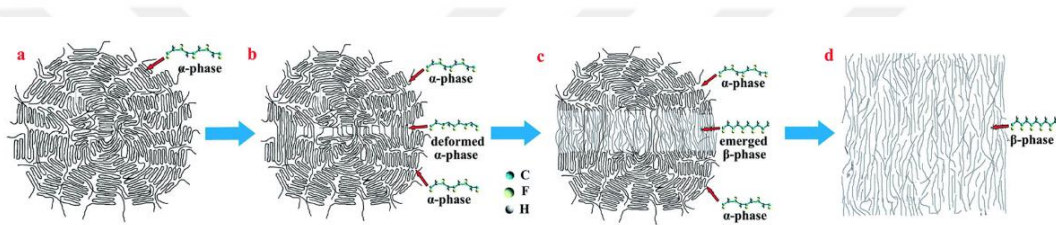
1.7. Önceki Çalışmalar

PVDF'in benzersiz piezoelektrik özellikleri ve seramik katkı maddeleri ile sağlanan potansiyel iyileştirmeler sayesinde hızla gelişen bir alandır. Özellikle β -fazı'ndaki PVDF, belirgin piezoelektrik davranış sergiler ve bu da onu sensör uygulamaları için uygun bir aday haline getirir. PVDF matrisine seramik malzemelerin eklenmesi, piezoelektrik yanıtı ve kompozitlerin genel performansını daha da artırabilir.

PVDF'in piezoelektrik özellikleri, büyük ölçüde kristal yapısından etkilenir. β -fazı, yüksek piezoelektrik katsayıları ile bilinir ve bu, sensörlerde mekanik enerjinin elektrik enerjisine etkili bir şekilde dönüştürülmesi için kritik öneme sahiptir (Mamache vd., 2023) (Hemminger, 2021) (Mamache ve diğerleri, 2023; Hemminger, 2021). PVDF'in işlenmesi sırasında, özellikle elektrospinning veya germe gibi tekniklerle polimer zincirlerinin hizalanması, β -fazı oluşumunu teşvik ederek piezoelektrik yanıtı artırabilir (Moghadam vd., 2020). (X. Pan vd., 2016). β -faz içeriğinin yüksek olan piezo elektrik malzemeler titreşim algılama uygulamaları için kritik olan piezoelektrik performansı iyileştirdiği gösterilmiştir (X. Pan vd., 2016)



Şekil 3. CO₂ lazer ışını ile germe yapan cihazın şematik gösterimi (Yang, W vd., 2020)



Şekil 4. Germe işleminin PVDF mikromorfolojisine etkilerinin şematik gösterimi

Şekil 4 Polimer zincirlerinin germe işlemi altında gösterdiği değişimi şematize etmiştir.

a) germe işlemi uygulanmayan PVDF'in polimer zincirini temsil etmektedir. b) Germe işlemi ile deforme olan alfa fazını göstermektedir. c) deforme olan alfa fazının yerini hizalanmış beta fazına bırakması ve d) hizalanan beta fazının daha büyük ölçekte ile gösterimi. (Yang, W vd., 2020)

PVDF matrisine seramik partiküller eklenmesi, seramiklerin yüksek piezoelektrik sabitlerinden faydalanırken polimerin esnekliğini ve işlenebilirliğini koruyan bir kompozit malzeme oluşturur. Araştırmalar seramik fazın sinerjik etkileri nedeniyle saf PVDF'e kıyasla geliştirilmiş piezoelektrik özellikler sergilediğini göstermiştir (Zak vd., 2011) (Loh & Chang, 2011). Seramik partiküller, yalnızca piezoelektrik yanıtta katkıda bulunmakla kalmaz, aynı zamanda kompozitin mekanik özelliklerini de iyileştirerek dinamik algılama uygulamaları için uygun hale getirir (C. Pan vd., 2020)

Seramik partiküllerin PVDF matrisi içinde düzgün dağılması, ara yüzey etkileşimlerini en üst düzeye çıkarmak ve sensör performansını artırmak için esastır (Mamache vd., 2023) (Mrlik vd., 2022) Ayrıca, karbon nanotüpler veya grafen gibi iletken dolgu maddelerinin

eklenmesi, kompozitlerin elektriksel iletkenliğini ve piezoelektrik yanıtını daha da iyileştirebilir ve bu, kompozitlerin kendi kendine güç sağlayan sensörlerde kullanılmasına olanak tanır (Hu vd., 2013)

PVDF matrisli piezo seramik kompozitlerin ivme ve titreşim sensörlerindeki kullanımı, bu malzemelerin mekanik gerilimi etkili bir şekilde elektrik sinyallerine dönüştürme yeteneği ile desteklenmektedir. Bu yetenek, özellikle yapı sağlığının izlenmesi, makinelerde titreşim tespiti ve aktif kontrol sistemlerinde geri bildirim sağlanması açısından avantajlıdır (Hemminger, 2021) (C.-C. Ma vd., 2011).

Defebvin ve arkadaşlarının gerçekleştirdiği çalışmada kompozit Baryum titanat - PVDF piezoelektrik malzemelerde, seramik ve polimer arasındaki arayüzey tutunmasının önemi üzerine durulmuştur. Kompozit filmi polarize edebilmek için seramik ve polimer arasındaki arayüzey tutunmasının iyileştirmek amacıyla seramik yüzeyini nitrodopamin ile fonksiyonelleştirmiştir. (Defebvin vd., 2017)

Ma ve arkadaşlarının gerçekleştirdiği çalışmada; alternatif akım poling (ACP) yönteminin 1–3 piezokompozit malzemeler üzerindeki etkisini sistematik olarak incelemiştir. Sonuçlar, 1–3 piezokompozit malzemelerin dielektrik, piezoelektrik ve elektromekanik özelliklerinin önemli ölçüde iyileştirildiğini göstermektedir. d_{33} değeri, doğru akımla poling örneklerine göre sırasıyla %21 oranında artmıştır. Optimum ACP koşulunun 1.25 Hz frekans, 2 kV/mm elektrik alanı ve 16 döngü olduğu belirlenmiştir. (Ma vd., 2021)

Ultra hassas işleme mekaniğini anlamak için kesme kuvveti en önemli değişkendir. Ancak, birçok alet dinamometresi statik kesme kuvvetini izlerken, malzemenin işlenebilirliği, talaş oluşumu, titreme ve aletin aşınması hakkında bilgi sahibi olmak için dinamik kesme kuvvetinin ölçülmesi gerekmektedir. Kim ve arkadaşlarının gerçekleştirdiği çalışmada; strain ölçerler ve bir piezo-film ivmeölçer kullanılarak statik ve dinamik kesme kuvvetlerini bir arada ölçebilen kombine bir alet dinamometresi geliştirilmiştir. Kesme kuvvetinin statik bileşeni, dairesel deliklere sahip paralel giriş tipi dönüşüm parçasına monte edilmiş bir strain ölçer aracılığıyla elde edilmiştir. Kesme kuvvetinin dinamik bileşeni, hassas bir piezo-film tipi ivmeölçer kullanılarak elde edilmiş ve dinamik kesme kuvvetini hesaplamak için sistem modellemiştir. Toplam kesme kuvveti, statik ve dinamik bileşenlerin toplamıyla elde edilmiştir. Statik kesme kuvveti ve dinamik kesme kuvvetinin ölçümü ve sinyal işlemesi bağımsız olduğu için ölçüm doğruluğunu artırmak mümkündür. (Kim & Kim, 1996.)

Piezo-seramik elemanlar, mühendislik alanında malzemelerin mekanik özelliklerinin ölçülmesi için transdüser olarak özelleştirilmiştir. Bu, çeşitli şekil ve boyutlarda piezo-seramik elemanların endüstriyel üretimiyle mümkün hale gelmiştir. Suwal ve arkadaşlarının gerçekleştirdiği çalışmada; elastik dalga ölçümü için disk transdüser geliştirilmiştir. Disk transdüserler, diğer test edilen örneklerle eşdeğer bir performansın vaadini göstermektedir. (Suwal & Kuwano, 2013)

Piezoelektrik sensörlerin en uygulanabilir tiplerinden biri piezo katmanları istifleyerek bir sensör elde etmektedir. Jalili ve arkadaşlarının gerçekleştirdiği modelleme çalışmasında; piezo katmanlarını bir bağlantı civatası ile iki titreşimli kütleye sıkıştırıldığı bir dönüştürücü incelenmiştir. Algılama uygulamaları için kullanılan bu tür piezoelektrik dönüştürücülere Tonpiz denir. Sunulan modelleme, uzunlamasına titreşim modunu tanımlar ve bu, deneysel sonuçlarla da gösterildiği gibi aktüasyon veya algılama uygulamaları için yüksek doğruluk sağlar. Dönüştürücü elemanlarının sönümleme katsayısı ve sistemin empedans davranışına olan etkisi ise ileri araştırma konularındandır. (Jalili vd., 2018)

Hassas ivme ve titreşim sensörlerine ek olarak yüksek g kuvvetlerinde ölçüm yapmak için de ivme ölçer cihazlar bulunmaktadır. Kuells ve arkadaşlarının yaptığı çalışmada, ivme ölçerin bant genişliği arttırılmak istenmiştir. Bir mems devresi ile entegre şekilde çalışan ivme ölçer cihazı Hopkinson çubuk deneylerinde $75.000 \times g$ 'ye kadar şoklar için karakterize edilmiş ve ayrıca, $200.000 \times g$ 'e kadar ölçüm verileri sunabilmiştir. (Kuells vd., 2012)

Piezoelektrik ivme - titreşim sensörleri uygulama ve pratiğe göre içerisinde farklı tiplerde piezo malzeme içerebilir. Örneğin yatakta balistokardiyografi ile kan basıncı ölçümünde seramik sensörlerin ve elektromekanik film sensörleri (EMFi) birbirlerine göre avantaj ve dezavantajları bulunmaktadır. Seramik piezo sensörler, EMFi sensörlere göre daha sert ve kırılğan yapıdadır. Bu durum, yatakta balistokardiyografi uygulamasında seramik piezoelektrik sensörlerin (CPEs) daha az ömürlü olmasına sebep olabilir. Diğer bir yandan CPEs'ler daha yüksek bir piezoelektrik etki katsayısına sahip olduklarından ötürü EMFi sensörlerine göre daha yüksek bir elektrik çıkış voltajı üretebilirler. EMFi sensörler, elastik özelliklerin önem kazandığı uygulamalarda ön plana çıkmaktadır. (Xing vd., 2024)

Piezoelektrik sensör malzemesi olarak üstün elastik özellikleri ile ön plana çıkan iki materyal; Polyvinylidene fluoride (PVDF) ve EMFi'dir. EMFi'nin içi boşluklu yapısından ötürü daha elastik özellikler gösterebilsede PVDF malzemesinin ana avantajı, uzunluğu ve genişliği ile ilgili kuvvetlere duyarlı olmasıdır. Bu özellik, malzemenin bir kesme gerilimi sensörü olarak da kullanılmasına olanak tanır. (Rajala & Lekkala, 2010)

Piezoelektrik malzemelerin her bir türünün avantajları ve dezavantajları bulunmaktadır. Örneğin: Doğal kristal piezoelektrikler yüksek performans gösterir, fakat pahalıdırlar ve işlemesi zordur. Seramik piezoelektrikler güçlü sinyal üretme yeteneğine sahiptir, fakat kırılğan yapıları kullanımlarını kısıtlar. Polimer piezoelektrikler esnektir, bu da onları bazı uygulamalar için ideal kılar; ancak sinyal üretme yetenekleri daha düşüktür. Kompozit piezoelektrikler ise çeşitli malzemelerin en iyi özelliklerini birleştirme potansiyeline sahiptir. Bu da kompozit piezoelektrik malzemeleri karmaşık mühendislik problemleri çözüm haline getirebilir. (Bairagi vd., 2023)

Kompozit piezoelektrik bileşikler, seramiklerin piezo etki avantajlarını polimerlerin mekanik esnekliği ve hafifliği ile birleştirir. Piezoelektrik özellik gösteren malzemeler üç ana kategoriye ayrılır: seramikler, polimerler ve kompozitler. Bu malzemeler doğal olarak (kuvars, kamyş şekeri, kolajen, topaz ve Rochelle tuzu gibi) mevcut olabileceği gibi kimyasal olarak da (perovskitler, sentetik polimerler veya piezoelektrik kompozitler gibi) üretilebilir. Bu malzemelerin her biri, belirli uygulamalar için faydalı olabilecek karakteristik avantajlara sahiptir. Örneğin, seramiklerin gözenekliliği ve sertliği, doku ile gözenekli bir seramik iskele implantı arasındaki arayüzde doku entegrasyonunu destekleyebilir. Diğer yandan, polimerler seramiklere göre mekanik esneklik sunar; ancak, polimerler seramiklerin sunduğu elektriksel özellikleri sunmaz. Kompozit bir malzeme ise, farklı malzemelerin (örn. polimerin esnekliği ve seramiklerin elektriksel/mechanik özellikleri gibi) arzu edilen özelliklerini entegre eder. Çoğu kompozit tasarım; nispeten esnek ama daha zayıf bir polimer ile nispeten daha sert ve daha güçlü bir seramiği birleştirip güçlendirerek dayanıklılık ve esneklik sağlar. (Eltouby vd., 2021)

2. DENEYSEL ÇALIŞMALAR

2.1. Deney Parametreleri

Bu çalışmada PVDF kompozitlerinin piezoelektrik özelliklerini incelemek amacıyla üç temel parametre kullanılmıştır: PVDF-DMF konsantrasyonu, üretim sıcaklığı ve katkı maddesi oranları. Her bir parametre, kompozit malzemelerin PVDF'in kristallenmesi üzerindeki etkilerini anlamak için dikkatle seçilmiştir.

PVDF-DMF Konsantrasyonları: DMF içerisindeki PVDF konsantrasyonu, polimerin kristalizasyon davranışını doğrudan etkiler. Araştırmalar, PVDF konsantrasyonu arttıkça elektroaktif formu olan β -fazının oluşumunun önemli ölçüde etkilendiğini ortaya koymaktadır.(C. Li vd., 2021) (Ghafari vd., 2017).

Çalışmada kullanılan PVDF-DMF konsantrasyonları 1:10, 1:25 ve 1:50 oranlarındadır.

DMF Arındırma Sıcaklıkları: Su ile PVDF'den DMF arındırma işlemi sırasında kullanılan sıcaklık parametreleri, PVDF'in morfolojisi ve kristalliğinin belirlenmesinde kritik bir rol oynar. Arındırma sıcaklığı, PVDF'in kristalleşme kinetiğini şekillendirerek daha uniform bir yapı ve iyileştirilmiş mekanik özellikler elde edilmesine katkıda bulunur. (Ghasem vd., 2011)

Çalışmada kullanılan PVDF'den DMF arındırma işlemi sırasında saf su sıcaklıkları 0°C, 25°C ve 50°C'dir.

Katkı maddeleri: Seramik katkı maddelerinin PVDF'in piezoelektrik ve manyetik özellikleri üzerinde olumlu etkiler yarattığı bilinmektedir. PVDF ile Stronsiyum titanat veya nikel ferrit'in kompozit hale getirilmesi daha önce üzerine az çalışılmış konulardandır. Yapılan bir araştırmaya göre PVDF matrisine gümüş (Ag) nanopartiküller ekleyerek kompozitler hazırlanmıştır. Saf PVDF ile karşılaştırıldığında, PVDF/Ag kompozitleri daha yüksek kristallik derecesine sahiptir ve ağırlıklı olarak β -fazından oluşur. Ag nanopartiküllerinin yüzey yükü, β -faz zincirlerindeki $-\text{CH}_2$ dipolleri ile özel bir etkileşim gösterir ve Ag nanopartikülleri, β -fazının oluşumunu teşvik eden nükleatör maddeler olarak işlev görebilir. (Lei vd., 2024) Deneylerde, karşılaştırma yapmak amacıyla katkısız PVDF numuneleri de hazırlanmıştır.

- Çalışmada kullanılan Stronsiyum Titanat (SrTiO_3)'li numunelerde PVDF'e göre katkı oranı %20, %40 ve %60'dır.
- Çalışmada kullanılan Stronsiyum Nikel Ferrit (NiFe_2O_4)'li numunelerde PVDF'e göre katkı oranı %20, %40 ve %60'dır.
- Çalışmada kontrol amaçlı olarak her sıcaklık ve konsantrasyon için katkısız numune de üretilmiştir.

2.2. Stronsiyum Titanat Üretimi

Stronsiyum titanat (SrTiO_3) zerreciklerinin sentezi, katı hal sentezi yöntemi kullanılarak gerçekleştirildi. Bu yöntem kapsamında, başlangıç maddeleri olarak 40,222 g SrCO_3 (Strolabs) ve 21,769 g TiO_2 (TEKKİM) stokiometrik oranlarda hassas bir şekilde tartıldı ve seramik bilyelerle birlikte karıştırma işlemi başlatıldı. Bu karıştırma işlemi, homojen bir dağılım elde etmek amacıyla bir saat boyunca devam ettirildi. Karıştırma işlemi sona erdikten sonra seramik bilyeler dikkatlice karışımdan ayrıldı ve geriye kalan tozlar kalsinasyon için hazır hale getirildi.

Toz karışımı, kül fırınında 1100°C 'de iki saat boyunca kalsine edilerek, reaksiyonun tamamlanması sağlandı. Bu yüksek sıcaklıkta gerçekleşen kalsinasyon işlemi, başlangıç maddelerinin katı faz reaksiyonu ile stronsiyum titanat bileşiğine dönüşmesini sağladı. Kalsinasyon işleminden sonra oluşan tozlar dikkatlice ezilerek ince bir yapıya dönüştürüldü ve sonraki aşamalarda kullanılmak üzere hazır hale getirildi.



Şekil 5. Kalsinasyon işleminden sonra oluşan tozların havanda görünümü

Reaksiyon aşağıdaki gibi özetlenmiştir:



Bu süreç, yüksek sıcaklıklarda gerçekleşen katı hal reaksiyonlarının tipik bir örneği olup, sentezlenen SrTiO_3 tozları piezoelektrik özellikler taşıyan kompozit malzemelerde kullanılmak üzere hazırlanmıştır.

2.3. Nikel Ferrit Üretimi

Nikel ferrit nanoparçacıkları, oto-çözelti-yanma (auto-solution-combustion) yöntemi kullanılarak sentezlendi. Bu yöntem, metal tuzlarının yakıcı bir ajan yardımıyla reaksiyona

girerek nanoparçacıklar oluşturduğu etkili bir sentez tekniğidir. Sürecin başlangıcında, 62,034 g nikel nitrat heksahidrat ($\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) (ZAG), 172,349 g demir (III) nitrat nonahidrat ($\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$) (TEKKİM) ve 134,487 g sitrik asit monohidrat ($\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7 \cdot \text{H}_2\text{O}$) (TEKKİM) stokiometrik oranlarda dikkatlice tartıldı. Bu metal tuzları, distile su içerisinde çözülerek tamamen homojen bir çözelti elde edildi. Çözelti, manyetik karıştırıcı kullanılarak karıştırıldı ve ardından %25'lik amonyak çözeltisi (NH_4OH) eklenerek nötralize edildi. Bu işlem sonucunda çözeltinin pH'ı 7'ye getirildi.



Şekil 6. Isı etkisi ile su ve jel yapıdan ayrıştırılan nikel ferrit nano parçacıklarının görünümü

Daha sonra karıştırma işlemi durduruldu ve çözelti, sıcaklığı 350°C 'ye ısıtıcıda koyuldu. Bu sıcaklıkta çözelti içerisindeki su buharlaştı ve jel oluşumu gözlemlendi. Jel kuruyarak tamamen yandı ve geride metal oksit nanoparçacıkları kaldı. Oluşan nikel ferrit nanoparçacıkları, 1100°C 'de bir saat boyunca fırınlanarak kristal yapı ve manyetik özelliklerini stabilize etmek amacıyla ısıl işleminden geçirildi.

2.4. Stronsiyum Titanat ve Nikel Ferrit Katkılı PVDF Kompozit Üretimi

Geri dönüştürülerek üretilmiş PVDF çubuk (SIMONA, D:30mm), ölçülebilirlik ve çözünebilirlik özelliklerini artırmak amacıyla talaş kaldırma yöntemi ile küçük tanelere ayrılmıştır. Bu işlem, PVDF'nin daha homojen bir çözeltide çözünmesini ve daha iyi bir malzeme dağılımı elde edilmesini sağlamaktadır. PVDF ve DMF oranı 1:10 olan bir PVDF-DMF çözeltisini hazırlamak için, bir beher içerisine 1 gram PVDF ve 10 gram DMF (MERCK) eklenmiştir. Karışım, manyetik karıştırıcı (OHAUS) kullanılarak 75°C sıcaklıkta 25 dakika boyunca karıştırılmıştır. Bu süre zarfında PVDF tamamen çözünmüş ve homojen bir çözelti elde edilmiştir.

Elde edilen çözeltiye, 0.2 gram nikel ferrit eklenmiş ve karışımın özellikleri iyileştirilmiştir. Ancak bu aşamadan sonra, manyetik karıştırma yöntemi kullanılmamalıdır çünkü nikel ferritin manyetik özellikleri manyetik balık ile etkileşime girerek karıştırma sürecine zarar verebilir. Bu nedenle, karışımın homojenliğini sağlamak için karıştırma elle yapılmıştır. Nikel ferrit içeren çözelti, ultrasonik sonikatörde (BANDELIN) 15 saniye boyunca işleme tabi tutulmuştur. Bu süre, çözeltinin aşırı ısınmasını önlemek için dikkatlice ayarlanmıştır. Daha uzun süreli bir işlem çözeltinin sıcaklığını artırarak karışımın yapısına zarar verebilir.

İşlem tamamlandıktan sonra, çözelti vakit kaybetmeden cam şırınga ile çekilmiştir. Bu aşamada plastik şırınga kullanmaktan kaçınılmalıdır, çünkü DMF plastik şırıngayı çözebilir. Çekilen çözelti, girdap oluşturulan saf suya enjekte edilmiştir. Girdap, saf suyun bir kaşık yardımıyla dairesel hareket ettirilerek oluşturulmuş ve çözelti bu girdabın merkezine enjekte edilmiştir. Çözelti su ile temas ettiğinde koagülasyon gerçekleşmiş ve liflerin toplanmasını önlemek amacıyla suyun karıştırılmasına devam edilmiştir.



Şekil 7. Girdap oluşturulan saf suya enjekte edilen numunelerin oluşturduğu yapının örnek bir görünümü

Koagüle olan malzeme, saf su içerisinde çözündürüldükten sonra 10 dakika boyunca farklı beherlerde saf su ile karıştırılarak kalıntı DMF tamamen uzaklaştırılmıştır. Bu işlemden sonra, koagüle olmuş PVDF numuneleri süzgece alınmış, etanol (TEKKİM) ile yıkanmış ve saf suyun tamamen uzaklaştırılması sağlanmıştır. Son aşamada, numuneler 60°C'deki fırında 8 saat boyunca kurutularak kalan suyun tamamen buharlaşması sağlanmıştır.

Bu süreç, aşağıdaki parametreler kullanılarak 63 kez tekrarlanmıştır:

- PVDF-DMF konsantrasyonu: 1:10, 1:25, 1:50
- Enjekte edilen saf suyun sıcaklığı: 0°C, 25°C, 50°C
- Stronsiyum Titanat (SrTiO_3) katkısı: %20 , %40 , %60
- Nikel Ferrit (NiFe_2O_4) katkısı: %20 , %40 , %60
- Katkısız numuneler de dâhil edilmiştir.

Bu parametreler, üretilen malzemenin özelliklerini optimize etmek ve farklı bileşen oranlarının etkilerini gözlemlemek için kullanılmıştır.



Şekil 8. Üretilen bazı numunelerin görünümü

2.5. Üretilen Numunelerin Karakterizasyonu

Üretilen numunelerin Fourier Dönüşümlü Kızılötesi (FTIR) spektroskopisi Boğaziçi Üniversitesi Yaşam Bilimleri Ve Teknolojileri Uygulama Ve Araştırma Merkezi'nde gerçekleştirilmiştir.

Üretilen numunelerin Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) görüntüleri Karadeniz Teknik Üniversitesi Merkezi Laboratuvarında gerçekleştirilmiştir.

3. BULGULAR VE TARTIŞMA

Fourier Dönüşümlü Kızılötesi (FTIR) Spektroskopisi sonuçları Transmittans değerleri üzerinden elde edilmiştir. β -faz oranının hesaplanabilmesi için öncelikle transmittans verisinin absorban verisine dönüştürülmesi gerekmektedir. Absorban değeri, transmittansın aşağıdaki logaritmik fonksiyonu kullanılarak hesaplanır:

$$A = 2 - \log(\%T) \quad (5)$$

Bu denklemden, A: absorban değerini, T: transmittans değerini işaret etmektedir.

$$f\beta = A\beta / (1,26 \times A\alpha + A\beta) \quad (6)$$

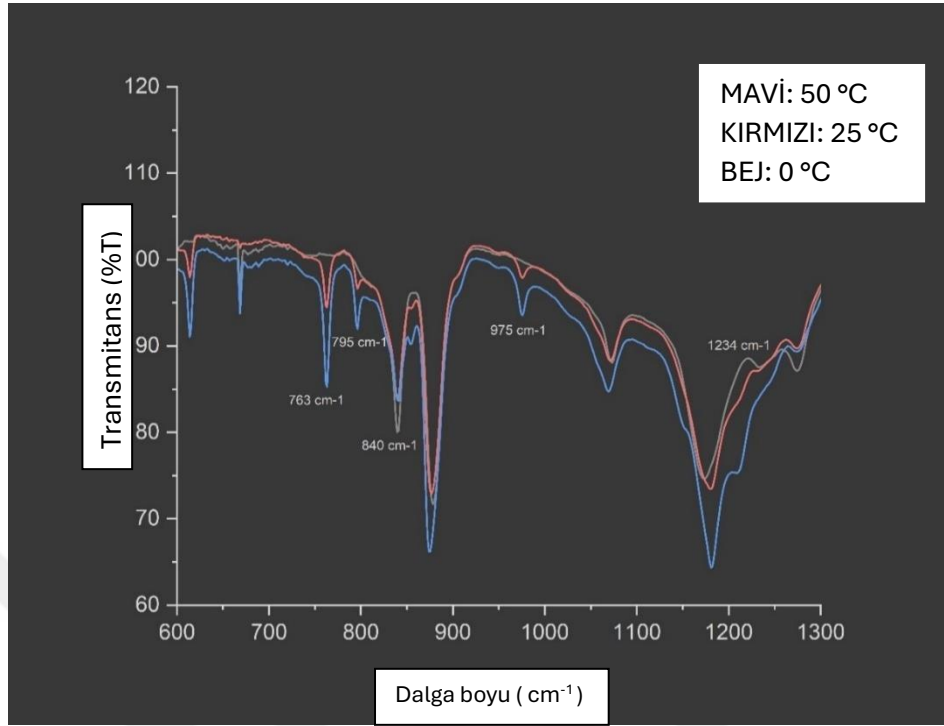
Bu denklemden, $f\beta$: α fazına kıyasla β -fazı oranı, $A\alpha$: alfa fazının karakteristik pikindeki absorban değerini ve $A\beta$: beta fazının karakteristik pikindeki absorban değerini işaret etmektedir. (Almadhoun vd., 2019) (Cai vd., 2017).

Bu çalışmada $A\alpha$ olarak, α fazının 763 cm^{-1} dalga boyunda yaptığı karakteristik pikin absorbanı alınmıştır. $A\beta$ olarak ise, β fazının 840 cm^{-1} dalga boyunda yaptığı karakteristik pikin absorbanı alınmıştır.

Bu işlem, toplamda 63 numune için tekrarlanmıştır.

3.1. Sıcaklık Parametresinin Fourier Dönüşümlü Kızılötesi Spektrumu ile İncelenmesi

Elde edilen veriler incelendiğinde sıcaklık düştükçe α piklerinin azalarak yok olduğu ve α fazına kıyasla β -fazı oranı (bundan sonra ' $f\beta$ ') verisinin dikkat çekici bir biçimde arttığı gözlemlenmiştir.



Şekil 9. 0°C, 25°C ve 50°C'de üretilmiş 1:10 PVDF derişimine sahip katkısız üçnumunenin FTIR sonuçları

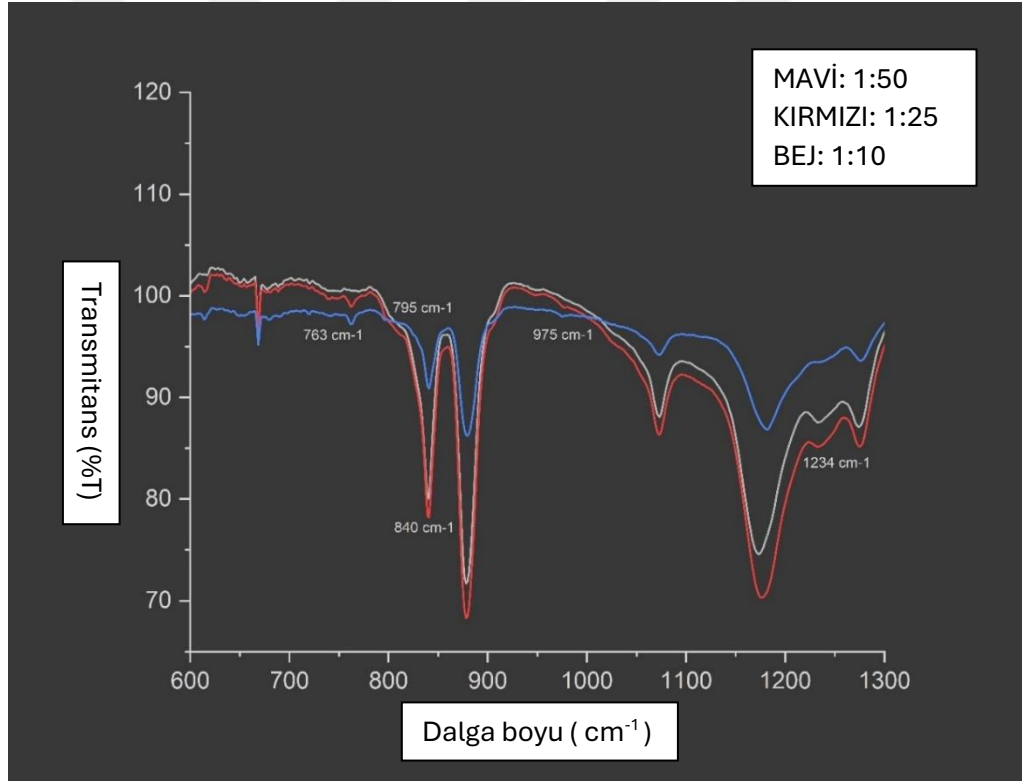
Şekil 9, sıcaklığın faz oluşumları üzerindeki etkilerini incelemek amacıyla elde edilmiştir. Özellikle β -fazı ile özdeşleşen 840 cm^{-1} dalga boyundaki pik, 0°C'de oldukça belirgin bir şekilde gözlemlenmiştir ve bu β fazın içerdiği karakteristik yapıyı net bir biçimde yansıtmaktadır. Sıcaklık düştükçe 840 cm^{-1} dalga boyundaki pikin belirginleştiği görülmektedir. 0°C'deki ölçümlerde, α -fazı ile özdeşleşen 763 cm^{-1} , 795 cm^{-1} ve 975 cm^{-1} dalga boylarındaki piklerden hiçbirisi gözlemlenmemiştir, bu da α -fazının oldukça düşük seviyelerde hatta hiç olmadığını göstermektedir. Aynı zamanda, γ -fazı'nın karakteristik pikleri olan 833 cm^{-1} ve 1234 cm^{-1} dalga boylarındaki karakteristik pikler 0°C'de belirgin değildir. Bu sonuçlar, numunelerde yüksek miktarda β -fazı bulunduğuna işaret eder ve bu fazın düşük sıcaklıklarda daha fazla oluştuğunu göstermektedir.

0°C, 25°C ve 50°C'de üretilmiş 1:25 DMF-PVDF konsantrasyonu ile üretilmiş PVDF numunelerinin $f\beta$ değerleri sırasıyla 0,9486, 0,7366 ve 0,5369 olarak hesaplanmıştır. Bu veriler, sıcaklığın düşmesiyle birlikte PVDF'in β -fazı içeriğinin arttığını ve malzemenin piezoelektrik özelliklerinin güçlendiğini göstermektedir. Yüksek β -fazı içeriği, malzemenin elektroaktif özelliklerini optimize etmek için sıcaklık parametresinin önemli bir etken

olduğunu ortaya koymaktadır. Bu nedenle, düşük sıcaklıklarda üretilen PVDF numuneleri, sensör uygulamaları için daha uygun hale gelebilir.

3.2. Konsantasyon Parametresinin Fourier Dönüşümlü Kızılötesi Spektrumu ile İncelenmesi

Elde edilen veriler incelendiğinde, PVDF konsantrasyonunun artırılmasıyla α piklerinin giderek azaldığı ve nihayetinde kaybolduğu, buna paralel olarak β değerinin de dikkat çekici bir biçimde arttığı görülmektedir. Ancak, α piklerinin tamamen yok olmasında yalnızca PVDF oranını arttırmak yeterli olmamış, bu etkinin tam anlamıyla gözlemlenebilmesi için sıcaklığın da düşürülmesi gerekmiştir. Sıcaklık ve konsantrasyonun birlikte optimize edilmesi, β -fazının baskın hale gelmesini sağlamıştır.

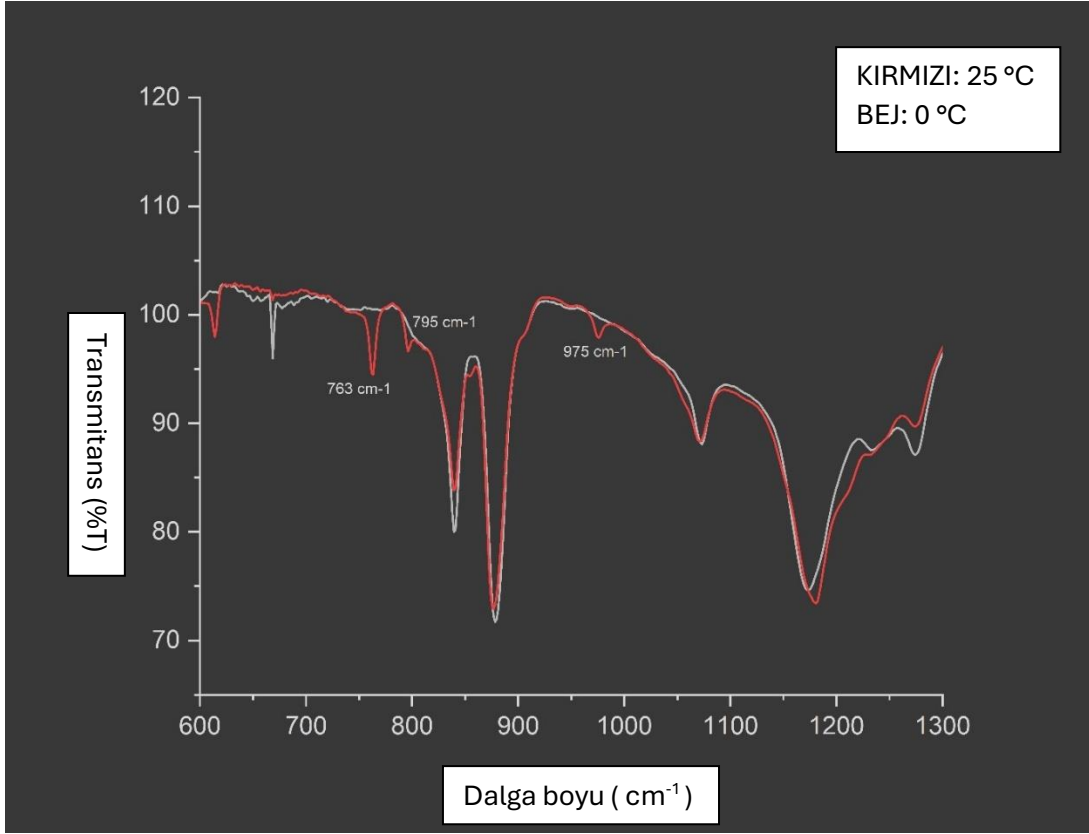


Şekil 10. 1:10, 1:25 ve 1:50 PVDF konsantrasyonlarına sahip 0 C üretilmiş katkısız üç numunenin FTIR sonuçları

Şekil 10, 1:10 konsantrasyonda, α -fazı ile ilişkili olan 763 cm⁻¹, 795 cm⁻¹ ve 975 cm⁻¹ dalga boylarındaki karakteristik piklerden hiçbirini gözlemlenmemiştir. Buna karşın, 1:25 ve 1:50 konsantrasyonlarında bu pikler çok daha zayıf da olsa belirli-belirsiz bir şekilde

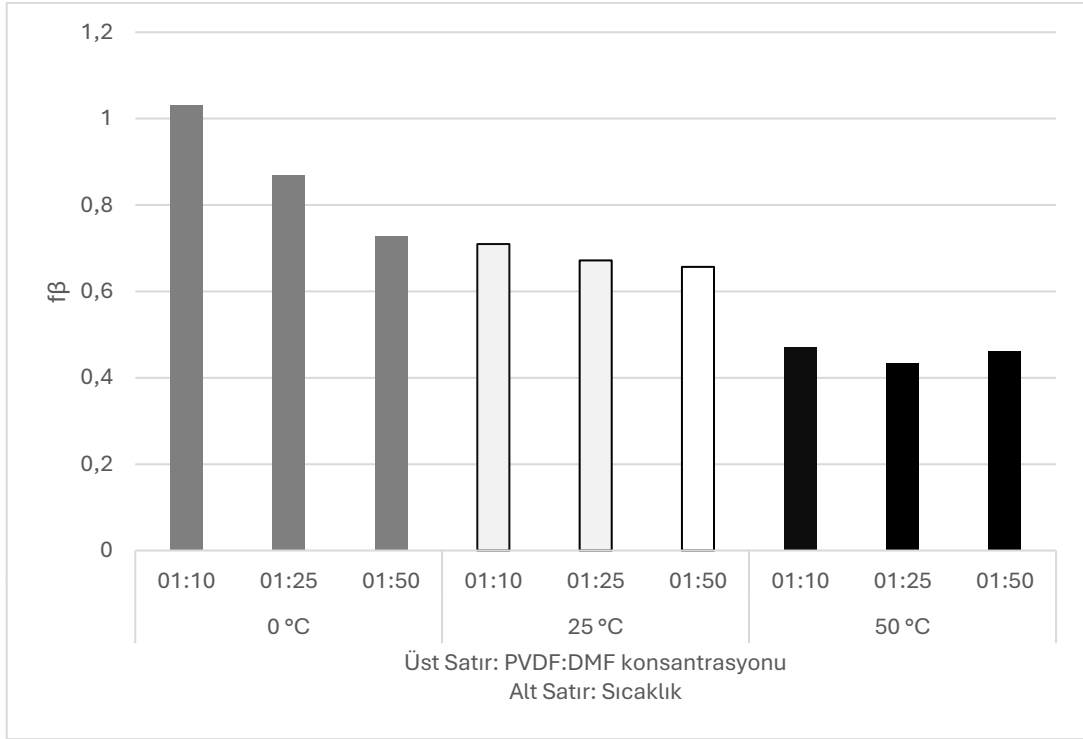
görülmektedir bu fazın tam anlamıyla ortadan kalkmadığı ancak oldukça düşük bir seviyede kaldığı anlaşılmaktadır.

Ayrıca, elde edilen sonuçlar göstermektedir ki, PVDF konsantrasyonu arttıkça, γ -fazı ile özdeşleşen 1234 cm^{-1} dalga boyundaki pik, tam anlamıyla bir zirve sayılmasa da, giderek belirginleşme eğilimindedir. Bu artış, özellikle yüksek PVDF konsantrasyonlarda γ -fazının daha güçlü bir şekilde kendini gösterdiğine işaret eder.



Şekil 11. 1:10 PVDF konsantrasyona sahip 0 °C ve 25 °C üretilmiş katkısız numunelerin FTIR sonucu

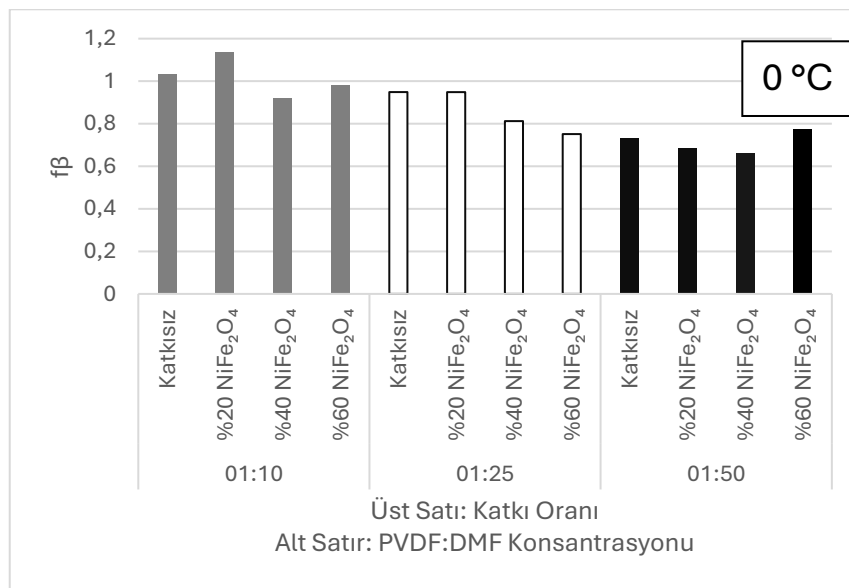
Şekil 11, aynı derişimde sıcaklık arttıkça α -fazı ile özdeşleşen 763 cm^{-1} , 795 cm^{-1} ve 975 cm^{-1} dalga boylarındaki pikler belirgin bir şekilde gözlemlenmeye başlamaktadır. Bu bulgular, sıcaklığın artmasıyla birlikte α -fazının daha baskın hale geldiğini göstermektedir. Özellikle sıcaklık ile PVDF konsantrasyonu arasındaki etkileşim, kristal yapıdaki faz değişikliklerini daha net bir şekilde ortaya koymaktadır. Bu durum, sıcaklık ve konsantrasyonun sinerjik etkisini ortaya koyarak, iki parametrenin birlikte faz oluşumları üzerindeki güçlü etkisini göstermektedir.



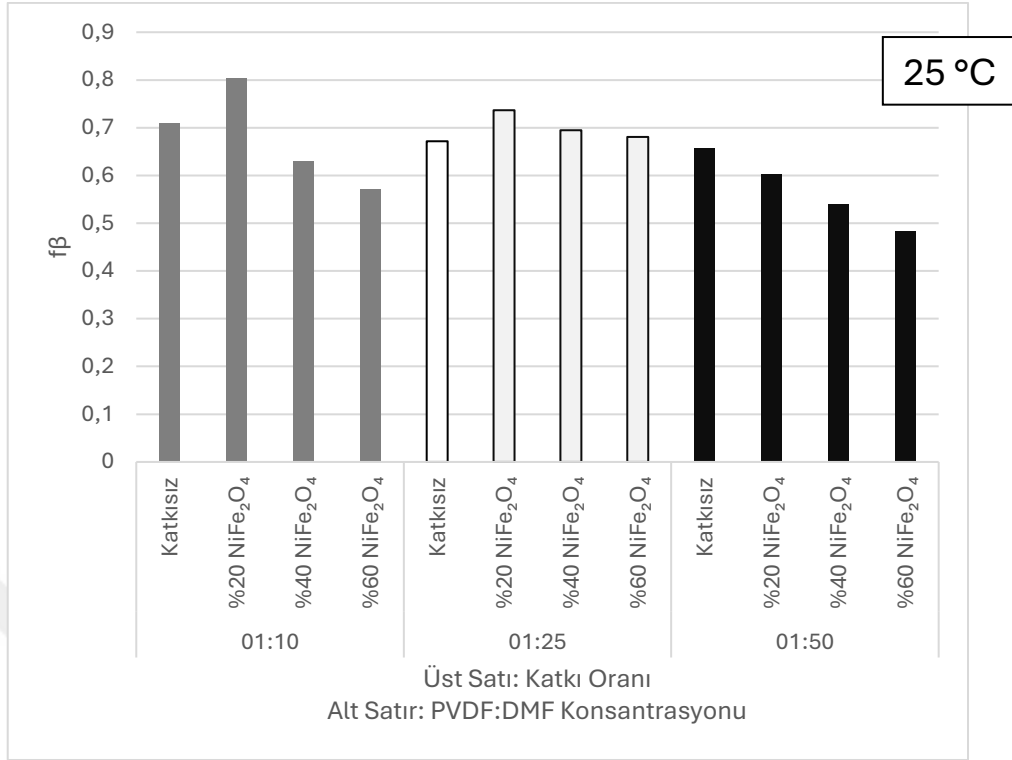
Şekil 12. Farklı konsantrasyon ve sıcaklıkların f_{β} değerine etkisi

Şekil 12, Figürden anlaşılacağı üzere düşük sıcaklıklarda PVDF oranının artırılmasının β fazına olumlu etkisi daha net olarak görülmektedir.

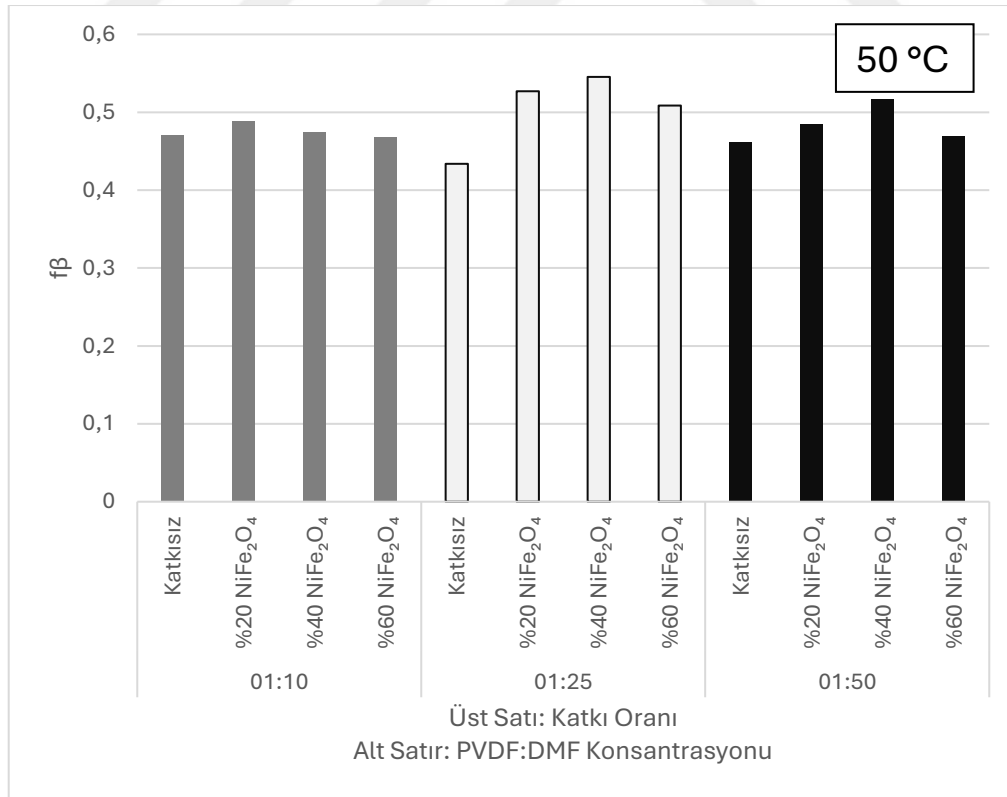
3.3. Nikel Ferrit Parametresinin Fourier Dönüşümlü Kızılötesi ile İncelenmesi



Şekil 13. Farklı konsantrasyon ve katkıların 0 °C’de karşılaştırılması

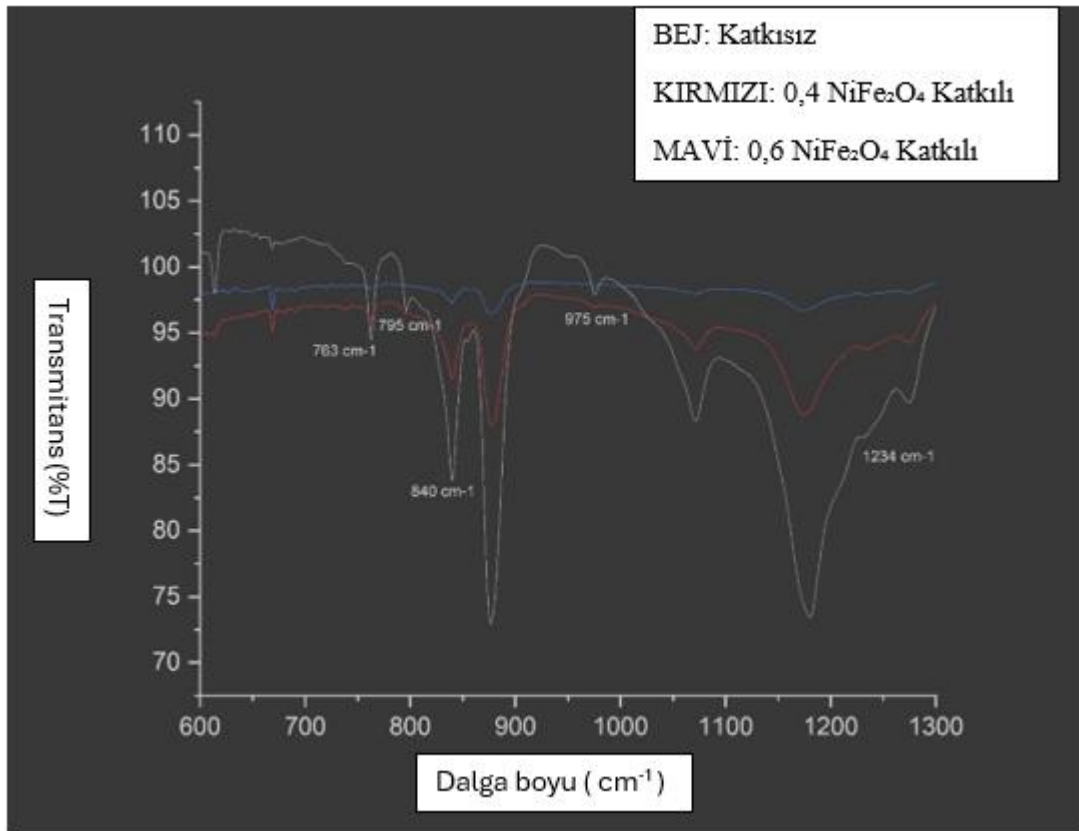


Şekil 14. Farklı konsantrasyon ve katkıların 25 °C’de karşılaştırılması



Şekil 15. Farklı konsantrasyon ve katkıların 50 °C’de karşılaştırılması

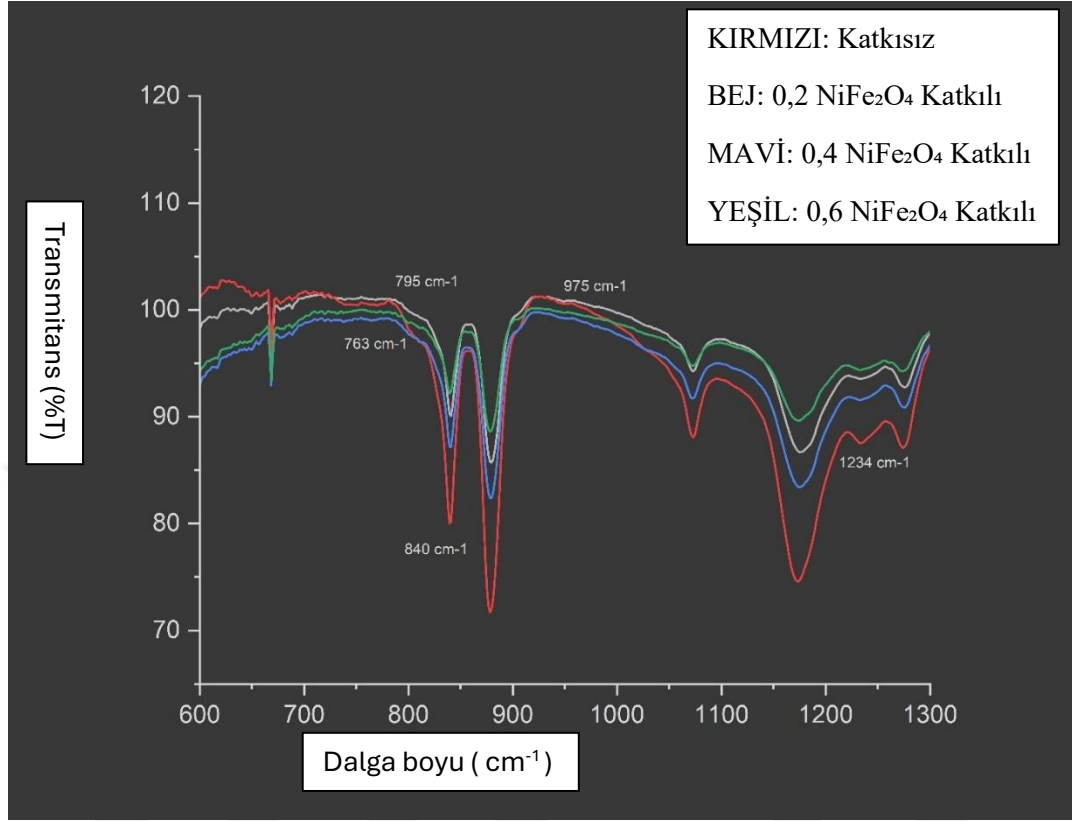
Grafik 13, Grafik 14 ve Grafik 15 incelendiğinde, f β oranının %20 Nikel Ferrit katkısında belirgin bir artış gösterdiği gözlemlenmiştir. Bu artış, sıcaklığın düşmesiyle daha da belirgin hale gelmiş ve PVDF konsantrasyonunun artmasıyla da bir yükseliş eğilimi göstermiştir. %20 Nikel Ferrit ve daha düşük katkı oranlarında, en optimal sonuçların elde edilebileceği düşünülmektedir. Üç grafiğin detaylı incelenmesi sonucunda, beta fazı üzerinde en etkili faktörün sıcaklık düşüşü olduğu tespit edilmiştir. Sıcaklık arttıkça, en yüksek f β oranlarının, düşük sıcaklıktaki numunelerin tersie; daha düşük PVDF konsantrasyonuna sahip numunelerde gözlemlendiği anlaşılmaktadır. Ayrıca, katkısız numunelerin en yüksek f β oranını sağladığı veri noktalarının oldukça sınırlı olduğu belirtilmelidir.



Şekil 16. 1:10 PVDF konsantrasyon 25 C üretilmiş %20 , %40, %60 nikel ferrit katkılı ve katkısız numunelerin FTIR sonuçları

Şekil 16, %40 katkılı numune, 975 cm⁻¹ dalga boyunda α -fazı piki vermemiştir. Benzer şekilde, % 60 katkılı numune ise 795 cm⁻¹ ve 975 cm⁻¹ dalga boylarında α -fazı piki göstermemiştir. Bu iki numune, 0°C'nin üzerinde üretilmiş olup α -fazı piki vermeyen tek numuneler olarak bu tez çalışmasında özel bir yer tutmaktadır. Bu durum, katkı maddesi

oranının ve üretim koşullarının α -fazı oluşumu üzerindeki etkisine dair bir bulgu sunmaktadır.



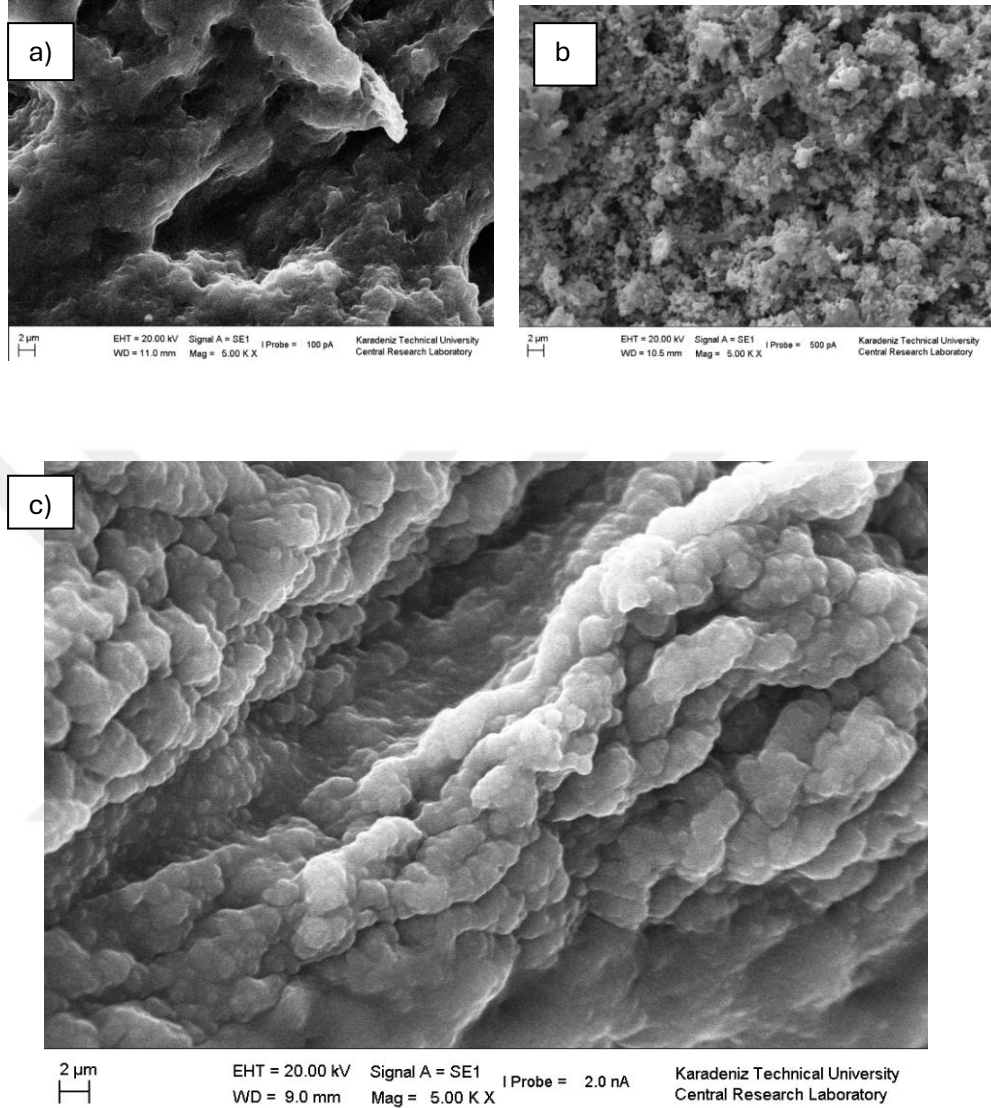
Şekil 17. 1:10 Konsatrasyon 0 C üretilmiş %20, %40, %60 nikel ferrit katkılı ve katkısız numune bulunmaktadır

Şekil 17, nikel katkı oranı arttıkça α piklerinin sönümlesine karşın β piki dahil olmak üzere tüm piklerin şiddetinde azalma meydana gelmiştir. Bu durum kristalizasyonun azaldığı, amorf yapının ise arttığı anlamına gelmektedir. Söz konu amorf yapı mekanik germe ve benzeri ileri mekanik müdahaleler ile β fazına kristallenebilir. Özünde basit mekanik işlem ile sonuçlar mükemmelleştirilebilir. İleri işlemler için uygun sonuçlar bu şekilde sağlanabilir.

3.4. Stronsiyum Titanat Parametresinin Fourier Dönüşümlü Kızılötesi ile İncelenmesi

Stronsiyum titanat miktarı arttıkça çok büyük çoğunlukla β düşmektedir. Bu sebeple stronsiyum titanatın net bir pozitif faydası gözlemlenememiştir.

3.5. Numunelerin Taramalı Elektron Mikroskobu ile İncelenmesi



Şekil 18. Taramalı elektron mikroskobu görüntüleri: a) 0 C°, 1:10 PVDF konsantrasyon, %20 nikel ferrit katkılı, b) 0 C°, 1:10 PVDF konsantrasyon, %20 stronsiyum titanat katkılı c) 0 C°, 1:10 PVDF konsantrasyon, katkısız

Nikel ferrit taneciklerinin, numune içerisindeki diğer taneciklerle kaynaşarak birleşme eğiliminde olduğu gözlemlenmiştir. Bu kaynaşma ve birleştirme durumu, nikel ferritlerin sahip olduğu manyetik özelliklerden kaynaklanıyor olabilir. Özellikle nikel ferritlerin, yapısal olarak spinel ferrit olmalarından ileri gelen güçlü manyetik etkiler, bu taneciklerin birbirine yaklaşarak birleşmesine sebep olabilir. Her üç numunenin de tane boyutları, gözle görülür bir farklılık sergilememekte, dolayısıyla katkı maddesi miktarının tane boyutlarına doğrudan bir etkisi olmadığı anlaşılmaktadır.

4. SONUÇLAR

Bu tez çalışmasında, poliviniliden florür (PVDF) matrisli piezo seramik kompozitler üretilmiş ve bu kompozitlerin piezoelektrik özellikleri incelenmiştir. Çalışmanın ana amacı, PVDF'in β -fazı içeriğini artırarak piezoelektrik performansını geliştirmek ve ivme-titreşim sensörlerinde kullanılabilecek potansiyel malzemeler elde etmektir. Bu amaç doğrultusunda, farklı PVDF-DMF konsantrasyonları, üretim sıcaklıkları ve seramik katkı maddeleri (stronsiyum titanat ve nikel ferrit) kullanılarak toplamda 63 farklı numune üretilmiştir.

Sonuçlar, PVDF'in kristal yapısını ve piezoelektrik özelliklerini etkileyen temel parametrelerin belirlenmesi açısından önemli bulgular sunmuştur:

PVDF-DMF Konsantrasyonunun Etkisi: PVDF'in DMF içindeki konsantrasyonu arttıkça, numunelerde β -fazı içeriği belirgin şekilde artmış ve α -fazı pikleri gözlemlenmemiştir. Özellikle 1:10 PVDF-DMF oranında, 763 cm^{-1} , 795 cm^{-1} ve 975 cm^{-1} dalga boylarındaki α -fazı piklerinin kaybolduğu gözlemlenmiştir. Bu bulgu, yüksek PVDF konsantrasyonunun β -fazı oluşumunu desteklediğini ve piezoelektrik performansı olumlu yönde etkilediğini göstermektedir.

Sıcaklık Parametresinin Etkisi: Üretim sıcaklığının düşürülmesiyle, özellikle 0°C 'de üretilen numunelerde β -fazının hakim olduğu gözlemlenmiştir. 0°C 'de üretilen 1:10 konsantrasyona sahip katkısız PVDF numunelerinde α -fazına özgü pikler tamamen kaybolmuş, β -fazı ise en yüksek yoğunlukta gözlemlenmiştir. Bu durum, düşük sıcaklıkların PVDF'in piezoelektrik özelliklerini geliştirmek için kritik bir rol oynadığını ortaya koymaktadır.

Katkı Maddelerinin Etkisi: Nikel ferrit katkısının %20 oranında kullanılması, numunelerde β -fazı oluşumunu teşvik etmiş ve piezoelektrik özellikleri iyileştirmiştir. Nikel ferritli numunelerde, α -fazı piklerinin sönümlendiği ve β -fazının daha baskın hale geldiği gözlemlenmiştir. Buna karşılık, stronsiyum titanat katkısının β -fazı oluşumu üzerindeki etkisi net bir şekilde gözlemlenememiştir. Bu sonuç, nikel ferritin PVDF kompozitleri üzerinde daha etkili bir katkı maddesi olduğunu göstermektedir.

Öneriler ve Gelecek Çalışmalar: Nikel ferrit'in β -fazının oranını arttırdığı net bir şekilde görülse de amorf yapıyı da arttırmaktadır. İleri çalışmalar, nikel ferrit'li numunelerde oluşan amorf fazı gidermek amacıyla mekanik germe, elektriksel poling gibi işlemler neticesinde β -fazının daha da artırılmasına odaklanabilir.

Sonuç olarak, bu tez çalışması, PVDF tabanlı piezoelektrik kompozitlerin üretiminde en uygun parametrelerin belirlenmesi ve bu malzemelerin sensör uygulamaları için potansiyel taşıdığını göstermektedir. Üretilen kompozitler, piezoelektrik performansın iyileştirilmesi için önemli bir temel oluşturmakta ve ilerleyen araştırmalar için yol gös



5. KAYNAKLAR

- Abdolmaleki, H., & Agarwala, S. (2020). "PVDF-BaTiO₃ Nanocomposite Inkjet Inks with Enhanced β -Phase Crystallinity for Printed Electronics." *Polymers*, 12(10), 2430. <https://doi.org/10.3390/polym12102430>
- Achuthan, A., Keng, A. K., & Ming, W. C. (2001). "Shape control of coupled nonlinear piezoelectric beams." *Smart Materials and Structures*, 10(5), 914-924. <https://doi.org/10.1088/0964-1726/10/5/308>
- Ahn, A. C., & Grodzinsky, A. J. (2009). "Relevance of collagen piezoelectricity to "Wolff's Law": A critical review." *Medical Engineering & Physics*, 31(7), 733-741. <https://doi.org/10.1016/j.medengphy.2009.02.006>
- Almadhoun, M. N., Khan, M. A., Rajab, K., Park, J. H., Buriak, J. M., & Alshareef, H. N. (2019). "UV-Induced Ferroelectric Phase Transformation in PVDF Thin Films." *Advanced Electronic Materials*, 5(1), 1800363. <https://doi.org/10.1002/aelm.201800363>
- Al-Saygh, A., Ponnammma, D., AlMaadeed, M., Vijayan P, P., Karim, A., & Hassan, M. (2017). "Flexible Pressure Sensor Based on PVDF Nanocomposites Containing Reduced Graphene Oxide-Titania Hybrid Nanolayers." *Polymers*, 9(2), 33. <https://doi.org/10.3390/polym9020033>
- Antoja-Lleonart, J., Ocelík, V., Zhou, S., De Hond, K., Koster, G., Rijnders, G., & Noheda, B. (2021). "Growth and Crystallization of SiO₂/GeO₂ Thin Films on Si(100) Substrates." *Nanomaterials*, 11(7), 1654. <https://doi.org/10.3390/nano11071654>
- Anton, S. R., & Sodano, H. A. (2007). "A review of power harvesting using piezoelectric materials" (2003–2006). *Smart Materials and Structures*, 16(3), R1-R21. <https://doi.org/10.1088/0964-1726/16/3/R01>
- Ayyappan, J., Menon, N. H., Sabu, A., & Ramanujam, B. T. S. (2022). "Polyvinylidene fluoride-natural graphite flexible composite films: Formation of graphite nanosheets, electroactive phase, analysis of electrical and thermal properties." *Polymers for Advanced Technologies*, 33(12), 3997-4011. <https://doi.org/10.1002/pat.5831>
- Bai, Y., Liu, Y., Lv, H., Shi, H., Zhou, W., Liu, Y., & Yu, D.-G. (2022). "Processes of Electrospun Polyvinylidene Fluoride-Based Nanofibers, Their Piezoelectric Properties, and Several Fantastic Applications." *Polymers*, 14(20), 4311. <https://doi.org/10.3390/polym14204311>
- Benz, M., & Euler, W. B. (2003). "Determination of the crystalline phases of poly(vinylidene fluoride) under different preparation conditions using differential scanning calorimetry and infrared spectroscopy." *Journal of Applied Polymer Science*, 89(4), 1093-1100. <https://doi.org/10.1002/app.12267>

- Bhadwal, N., Ben Mrad, R., & Behdinin, K. (2023). "Review of Piezoelectric Properties and Power Output of PVDF and Copolymer-Based Piezoelectric Nanogenerators." *Nanomaterials*, 13(24), 3170. <https://doi.org/10.3390/nano13243170>
- Bhatta, S., Mitra, R., Ramadoss, A., & Manju, U. (2022). "Enhanced voltage response in TiO₂ nanoparticle-embedded piezoelectric nanogenerator." *Nanotechnology*, 33(33), 335402. <https://doi.org/10.1088/1361-6528/ac6df5>
- Cai, X., Lei, T., Sun, D., & Lin, L. (2017). "A critical analysis of the α , β and γ phases in poly(vinylidene fluoride) using FTIR". *RSC Advances*, 7(25), 15382-15389. <https://doi.org/10.1039/C7RA01267E>
- Cauda, V., Canavese, G., & Stassi, S. (2015). "Nanostructured piezoelectric polymers." *Journal of Applied Polymer Science*, 132(13), app.41667. <https://doi.org/10.1002/app.41667>
- Cerrada, M. L., Arranz-Andrés, J., Caballero-González, A., Blázquez-Blázquez, E., & Pérez, E. (2023). "The β Form in PVDF Nanocomposites with Carbon Nanotubes: Structural Features and Properties." *Polymers*, 15(6), 1491. <https://doi.org/10.3390/polym15061491>
- Chen, C., Wang, X., Wang, Y., Yang, D., Yao, F., Zhang, W., Wang, B., Sewvandi, G. A., Yang, D., & Hu, D. (2020). "Additive Manufacturing of Piezoelectric Materials." *Advanced Functional Materials*, 30(52), 2005141. <https://doi.org/10.1002/adfm.202005141>
- Chen, C., Zhang, R., Zhu, J., Qian, X., Zhu, J., Ye, X., & Zhang, M. (2021). "Direct Writing Polyvinylidene Difluoride Thin Films by Intercalation on nano-ZnO." *Polymer Engineering & Science*. <https://doi.org/10.1002/pen.25701>
- Correia, D. M., Costa, C. M., Lizundia, E., Sabater I Serra, R., Gómez-Tejedor, J. A., Biosca, L. T., Meseguer-Dueñas, J. M., Gomez Ribelles, J. L., & Lanceros-Méndez, S. (2019). "Influence of Cation and Anion Type on the Formation of the Electroactive β -Phase and Thermal and Dynamic Mechanical Properties of Poly(vinylidene fluoride)/Ionic Liquids Blends." *The Journal of Physical Chemistry C*, 123(45), 27917-27926. <https://doi.org/10.1021/acs.jpcc.9b07986>
- Correia, D. M., Costa, C. M., Rodríguez-Hernández, J. C., Tort Ausina, I., Biosca, L. T., Torregrosa Cabanilles, C., Meseguer-Dueñas, J. M., Lanceros-Méndez, S., & Gomez Ribelles, J. L. (2020). "Effect of Ionic Liquid Content on the Crystallization Kinetics and Morphology of Semicrystalline Poly(vinylidene Fluoride)/Ionic Liquid Blends." *Crystal Growth & Design*, 20(8), 4967-4979. <https://doi.org/10.1021/acs.cgd.0c00042>
- Covaci, C., & Gontean, A. (2020). "Piezoelectric Energy Harvesting Solutions: A Review." *Sensors*, 20(12), 3512. <https://doi.org/10.3390/s20123512>
- Crossley, S., Whiter, R. A., & Kar-Narayan, S. (2014). "Polymer-based nanopiezoelectric generators for energy harvesting applications." *Materials Science and Technology*, 30(13), 1613-1624. <https://doi.org/10.1179/1743284714Y.00000000605>

- Cvek, M., Osička, J., Srnec, P., Mrlík, M., & Tofel, P. (2020). "The effects of molecular and processing parameters on energy harvesting capability of PVDF-based nanogenerator" *Nanocon S.* 249-254. <https://doi.org/10.37904/nanocon.2020.3720>
- Denning, D., Kilpatrick, J. I., Hsu, T., Habelitz, S., Fertala, A., & Rodriguez, B. J. (2014). "Piezoelectricity in collagen type II fibrils measured by scanning probe microscopy. " *Journal of Applied Physics*, 116(6), 066818. <https://doi.org/10.1063/1.4891400>
- Feijani, E. A., Tavassoli, A., Mahdavi, H., & Molavi, H. (2018). "Effective gas separation through graphene oxide containing mixed matrix membranes. " *Journal of Applied Polymer Science*, 135(21), 46271. <https://doi.org/10.1002/app.46271>
- Feng, Z., Wang, K., Liu, Y., Han, B., & Yu, D.-G. (2023). "Piezoelectric Enhancement of Piezoceramic Nanoparticle-Doped PVDF/PCL Core-Sheath Fibers. " *Nanomaterials*, 13(7), 1243. <https://doi.org/10.3390/nano13071243>
- Finkelstein-Zuta, G., Shitrit, R., Gilead, S., Rencus-Lazar, S., & Gazit, E. (2022). "Controlled Deposition of a Functional Piezoelectric Ultra-Aromatic Peptide Layer. " *Israel Journal of Chemistry*, 62(9-10), e202200027. <https://doi.org/10.1002/ijch.202200027>
- Fortunato, M., Cavallini, D., De Bellis, G., Marra, F., Tamburrano, A., Sarto, F., & Sarto, M. S. (2019). "Phase Inversion in PVDF Films with Enhanced Piezoresponse Through Spin-Coating and Quenching. " *Polymers*, 11(7), 1096. <https://doi.org/10.3390/polym11071096>
- Fu, C., Zhu, H., Hoshino, N., Akutagawa, T., & Mitsuishi, M. (2020). "Interfacial Nanostructuring of Poly(vinylidene fluoride) Homopolymer with Predominant Ferroelectric Phases. " *Langmuir*, 36(46), 14083-14091. <https://doi.org/10.1021/acs.langmuir.0c02667>
- Fu, J., Hou, Y., Zheng, M., Wei, Q., Zhu, M., & Yan, H. (2015). "Improving Dielectric Properties of PVDF Composites by Employing Surface Modified Strong Polarized BaTiO₃ Particles Derived by Molten Salt Method. " *ACS Applied Materials & Interfaces*, 7(44), 24480-24491. <https://doi.org/10.1021/acsami.5b05344>
- Garain, S., Jana, S., Sinha, T. K., & Mandal, D. (2016). "Design of In Situ Poled Ce³⁺ - Doped Electrospun PVDF/Graphene Composite Nanofibers for Fabrication of Nanopressure Sensor and Ultrasensitive Acoustic Nanogenerator. " *ACS Applied Materials & Interfaces*, 8(7), 4532-4540. <https://doi.org/10.1021/acsami.5b11356>
- Gebrekrstos, A., Madras, G., & Bose, S. (2018). "Piezoelectric Response in Electrospun Poly(vinylidene fluoride) Fibers Containing Fluoro-Doped Graphene Derivatives. " *ACS Omega*, 3(5), 5317-5326. <https://doi.org/10.1021/acsomega.8b00237>
- Gebrekrstos, A., Sharma, M., Madras, G., & Bose, S. (2017). "Critical Insights into the Effect of Shear, Shear History, and the Concentration of a Diluent on the Polymorphism in Poly(vinylidene fluoride). " *Crystal Growth & Design*, 17(4), 1957-1965. <https://doi.org/10.1021/acs.cgd.6b01896>

- Ghafari, E., Jiang, X., & Lu, N. (2018). "Surface morphology and beta-phase formation of single polyvinylidene fluoride (PVDF) composite nanofibers. " *Advanced Composites and Hybrid Materials*, 1(2), 332-340. <https://doi.org/10.1007/s42114-017-0016-z>
- Ghafari, E., Jiang, X., & Lü, N. (2017). "Surface Morphology and Beta-Phase Formation of Single Polyvinylidene Fluoride (PVDF) Composite Nanofibers. " *Advanced Composites and Hybrid Materials*. <https://doi.org/10.1007/s42114-017-0016-z>
- Ghasem, N., Al-Marzouqi, M., & Duaidar, A. (2011). "Effect of quenching temperature on the performance of poly(vinylidene fluoride) microporous hollow fiber membranes fabricated via thermally induced phase separation technique on the removal of CO₂ from CO₂-gas mixture. " *International Journal of Greenhouse Gas Control*, 5(6), 1550-1558. <https://doi.org/10.1016/j.ijggc.2011.08.012>
- Gomes, J., Serrado Nunes, J., Sencadas, V., & Lanceros-Mendez, S. (2010). "Influence of the β -phase content and degree of crystallinity on the piezo- and ferroelectric properties of poly(vinylidene fluoride). " *Smart Materials and Structures*, 19(6), 065010. <https://doi.org/10.1088/0964-1726/19/6/065010>
- Govinna, N., Sadeghi, I., Asatekin, A., & Cebe, P. (2019). "Thermal properties and structure of electrospun blends of PVDF with a fluorinated copolymer. " *Journal of Polymer Science Part B: Polymer Physics*, 57(6), 312-322. <https://doi.org/10.1002/polb.24786>
- Grupp, D. E., & Goldman, A. M. (1997). "Giant Piezoelectric Effect in Strontium Titanate at Cryogenic Temperatures. " *Science*, 276(5311), 392-394. <https://doi.org/10.1126/science.276.5311.392>
- Hadimani, R. L., Bayramol, D. V., Sion, N., Shah, T., Qian, L., Shi, S., & Siores, E. (2013). "Continuous production of piezoelectric PVDF fibre for e-textile applications. " *Smart Materials and Structures*, 22(7), 075017. <https://doi.org/10.1088/0964-1726/22/7/075017>
- Hartono, A., Satira, S., Djamal, M., & Ramli, M. (2018). "Characterization Analysis of PVDF Thin Films Fabricated Using Deep Coating Machines. Proceedings of the International Conference on Science and Technology (ICOSAT 2017). " *International Conference on Science and Technology (ICOSAT 2017) - Promoting Sustainable Agriculture, Food Security, Energy, and Environment Through Science and Technology for Development, Ancol, Indonesia*. <https://doi.org/10.2991/icosat-17.2018.28>
- Hasanzade, P., Gharbani, P., Derakhshan, F., & Maher, B. M. (2021). " Preparation and Characterization of PVDF/g-C₃N₄/chitosan Nanocomposite Membrane for the Removal of Direct Blue 14 Dye. " *Polymers* <https://doi.org/10.21203/rs.3.rs-218812/v1>
- He, L., Sun, J., Wang, X., Wang, C., Song, R., & Hao, Y. (2013). "Facile and effective promotion of β crystalline phase in poly(vinylidene fluoride) via the incorporation of imidazolium ionic liquids. " *Polymer International*, 62(4), 638-646. <https://doi.org/10.1002/pi.4339>

- He, Z., Rault, F., Vishwakarma, A., Mohsenzadeh, E., & Salaün, F. (2022). "High-Aligned PVDF Nanofibers with a High Electroactive Phase Prepared by Systematically Optimizing the Solution Property and Process Parameters of Electrospinning. " *Coatings*, 12(9), 1310. <https://doi.org/10.3390/coatings12091310>
- Hemminger, T. L. (2021). "A High-Precision Low-Cost Analog Acceleration and Vibration Amplifier using PVDF Piezoelectric Sensors. " *Global Journal of Researches in Engineering*, 31-39. <https://doi.org/10.34257/GJREFVOL21IS3PG31>
- Hu, B., Wu, L. K., Ning, H. M., & Hu, N. (2013). "Improvement of Piezoelectric Property of Poly(Vinylidene Fluoride) Nanocomposites Using Multi-Walled Carbon Nanotubes. " *Applied Mechanics and Materials*, 392, 57-61. <https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/AMM.392.57>
- Jahan, N., Mighri, F., Rodrigue, D., & Ajji, A. (2017). "Enhanced electroactive β phase in three phase PVDF/ CaCO_3 /nanoclay composites: Effect of micro- CaCO_3 and uniaxial stretching. " *Journal of Applied Polymer Science*, 134(24), app.44940. <https://doi.org/10.1002/app.44940>
- Jiang, J., Tu, S., Fu, R., Li, J., Hu, F., Yan, B., Gu, Y., & Chen, S. (2020). "Flexible Piezoelectric Pressure Tactile Sensor Based on Electrospun BaTiO_3 /Poly(vinylidene fluoride) Nanocomposite Membrane. " *ACS Applied Materials & Interfaces*, 12(30), 33989-33998. <https://doi.org/10.1021/acsami.0c08560>
- Jung, J. H., Lee, M., Hong, J.-I., Ding, Y., Chen, C.-Y., Chou, L.-J., & Wang, Z. L. (2011). "Lead-Free NaNbO_3 Nanowires for a High Output Piezoelectric Nanogenerator. " *ACS Nano*, 5(12), 10041-10046. <https://doi.org/10.1021/nn2039033>
- Karan, S. K., Mandal, D., & Khatua, B. B. (2015). "Self-powered flexible Fe-doped RGO/PVDF nanocomposite: An excellent material for a piezoelectric energy harvester. " *Nanoscale*, 7(24), 10655-10666. <https://doi.org/10.1039/C5NR02067K>
- Kiersnowski, A., Chrissopoulou, K., Selter, P., Chlebosz, D., Hou, B., Lieberwirth, I., Honkimäki, V., Mezger, M., Anastasiadis, S. H., & Hansen, M. R. (2018). "Formation of Oriented Polar Crystals in Bulk Poly(vinylidene fluoride)/High-Aspect-Ratio Organoclay Nanocomposites. " *Langmuir*, 34(44), 13375-13386. <https://doi.org/10.1021/acs.langmuir.8b02412>
- Lee, B.-S., Park, B., Yang, H.-S., Han, J. W., Choong, C., Bae, J., Lee, K., Yu, W.-R., Jeong, U., Chung, U.-I., Park, J.-J., & Kim, O. (2014). "Effects of Substrate on Piezoelectricity of Electrospun Poly(vinylidene fluoride)-Nanofiber-Based Energy Generators. " *ACS Applied Materials & Interfaces*, 6(5), 3520-3527. <https://doi.org/10.1021/am405684m>
- Lei, D., Hu, N., Wu, L., Alamus, Ning, H., Wang, Y., Jin, Z., & Liu, Y. (2024). "Improvement of the piezoelectricity of PVDF-HFP by CoFe_2O_4 nanoparticles. " *Nano Materials Science*, 6(2), 201-210. <https://doi.org/10.1016/j.nanoms.2023.03.002>
- Li, C., Wang, H., Yan, X., Chen, H., Fu, Y., & Meng, Q. (2021). "Enhancement Research on Piezoelectric Performance of Electrospun PVDF Fiber Membranes with Inorganic

- Reinforced Materials. " Coatings, 11(12), 1495.
<https://doi.org/10.3390/coatings11121495>
- Li, J., Chen, S., Liu, W., Fu, R., Tu, S., Zhao, Y., Dong, L., Yan, B., & Gu, Y. (2019). "High Performance Piezoelectric Nanogenerators Based on Electrospun ZnO Nanorods/Poly(vinylidene fluoride) Composite Membranes. " *The Journal of Physical Chemistry C*, 123(18), 11378-11387. <https://doi.org/10.1021/acs.jpcc.8b12410>
- Li, J., Yin, J., Wee, M. G. V., Chinnappan, A., & Ramakrishna, S. (2023). "A Self-Powered Piezoelectric Nanofibrous Membrane as Wearable Tactile Sensor for Human Body Motion Monitoring and Recognition. " *Advanced Fiber Materials*, 5(4), 1417-1430. <https://doi.org/10.1007/s42765-023-00282-8>
- Loh, K. J., & Chang, D. (2011). "Zinc oxide nanoparticle-polymeric thin films for dynamic strain sensing. " *Journal of Materials Science*, 46(1), 228-237. <https://doi.org/10.1007/s10853-010-4940-3>
- Luo, D. B., & Ma, T. (2012). "Fabrication of Microporous PVDF Particles by an Emulsion Method and Control of Pore Structure ". *Advanced Materials Research*, 560-561, 751-755. <https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/AMR.560-561.751>
- Lutkenhaus, J. L., McEnnis, K., Serghei, A., & Russell, T. P. (2010). "Confinement Effects on Crystallization and Curie Transitions of Poly(vinylidene fluoride- co - trifluoroethylene). *Macromolecules*, " *Journal of Materials Science* 43(8), 3844-3850. <https://doi.org/10.1021/ma100166a>
- Ma, C.-C., Chuang, K.-C., & Pan, S.-Y. (2011). "Polyvinylidene fluoride film sensors in collocated feedback structural control: Application for suppressing impact-induced disturbances. " *IEEE Transactions on Ultrasonics, Ferroelectrics and Frequency Control*, 58(12), 2539-2554. <https://doi.org/10.1109/TUFFC.2011.2117>
- Ma, S., Sun, Q., Su, Y., Chen, R., & Wang, L. (2016). "Experimental Investigation of Piezoelectricity of Near Field Electrospun PVDF Nanofibers. " *TELKOMNIKA (Telecommunication Computing Electronics and Control)*, 14(2A), 145. <https://doi.org/10.12928/telkomnika.v14i2A.4365>
- Madliger, M., Sander, M., & Schwarzenbach, R. P. (2010). "Adsorption of Transgenic Insecticidal Cry1Ab Protein to SiO₂. 2. Patch-Controlled Electrostatic Attraction. " *Environmental Science & Technology*, 44(23), 8877-8883. <https://doi.org/10.1021/es103007u>
- Mahdavi Varposhti, A., Yousefzadeh, M., Kowsari, E., & Latifi, M. (2020). "Enhancement of β -Phase Crystalline Structure and Piezoelectric Properties of Flexible PVDF/Ionic Liquid Surfactant Composite Nanofibers for Potential Application in Sensing and Self-Powering. " *Macromolecular Materials and Engineering*, 305(3), 1900796. <https://doi.org/10.1002/mame.201900796>
- Mamache, F. E., Mesbah, A., Zaïri, F., & Vozniak, I. (2023). "A Coupled Electro-Mechanical Homogenization-Based Model for PVDF-Based Piezo-Composites Considering $\alpha \rightarrow \beta$ Phase Transition and Interfacial Damage. " *Polymers*, 15(14), 2994. <https://doi.org/10.3390/polym15142994>

- Matsuda, Y., Ota, Y., & Tasaka, S. (2013). "Changes in the melting temperature and crystal structure of poly(vinylidene fluoride) by knotting. " *Journal of Applied Polymer Science*, 128(5), 3107-3112. <https://doi.org/10.1002/app.38493>
- Mishra, S., Unnikrishnan, L., Nayak, S. K., & Mohanty, S. (2019). "Advances in Piezoelectric Polymer Composites for Energy Harvesting Applications: A Systematic Review. " *Macromolecular Materials and Engineering*, 304(1), 1800463. <https://doi.org/10.1002/mame.201800463>
- Moghadam, B. H., Hasanzadeh, M., & Simchi, A. (2020). "Self-Powered Wearable Piezoelectric Sensors Based on Polymer Nanofiber–Metal–Organic Framework Nanoparticle Composites for Arterial Pulse Monitoring. " *ACS Applied Nano Materials*, 3(9), 8742-8752. <https://doi.org/10.1021/acsanm.0c01551>
- Mrlik, M., Ilčíková, M., Osička, J., & Kutáľková, E. (2022). " Effect of Nano-Sized Poly(Butyl Acrylate) Layer Grafted from Graphene Oxide Sheets on the Compatibility and Beta-Phase Development of Poly(Vinylidene Fluoride) and Their Vibration Sensing Performance. " *International Journal of Molecular Sciences*, 23(10), 5777. <https://doi.org/10.3390/ijms23105777>
- Oflaz, K., Özyaytekin, İ., & Sadasivuni, K. K. (2024). "Enhancing the piezoelectric performance of composite PVDF flexible films through optimizing β phase content, investigating additive effects, step-wise polarization, and thermal pressing time for energy harvesting applications. " *Journal of Applied Polymer Science*, 141(25), e55530. <https://doi.org/10.1002/app.55530>
- Pan, C., Wang, S., Yen, C., Kumar, A., Kuo, S., Zheng, J.-L., Wen, Z., Singh, R., Singh, S. P., Khan, M. T., Chaudhary, R., Dai, X., Kaushik, A. C., Wei, D., Shiue, Y., & Chang, W.-H. (2020). "Polyvinylidene Fluoride-Added Ceramic Powder Composite Near-Field Electrospun Piezoelectric Fiber-Based Low-Frequency Dynamic Sensors. " *Acs Omega*. <https://doi.org/10.1021/acsomega.0c00805>
- Pan, C.-T., Dutt, K., Kumar, A., Kumar, R., Chuang, C.-H., Lo, Y.-T., Wen, Z.-H., Wang, C.-S., & Kuo, S.-W. (2022). "PVDF/AgNP/MXene composites-based near-field electrospun fiber with enhanced piezoelectric performance for self-powered wearable sensors " *International Journal of Bioprinting*, 9(1), 647. <https://doi.org/10.18063/ijb.v9i1.647>
- Pan, C.-T., Wang, S.-Y., Yen, C.-K., Kumar, A., Kuo, S.-W., Zheng, J.-L., Wen, Z.-H., Singh, R., Singh, S. P., Khan, M. T., Chaudhary, R. K., Dai, X., Chandra Kaushik, A., Wei, D.-Q., Shiue, Y.-L., & Chang, W.-H. (2020). "Polyvinylidene Fluoride-Added Ceramic Powder Composite Near-Field Electrospun Piezoelectric Fiber-Based Low-Frequency Dynamic Sensors. " *ACS Omega*, 5(28), 17090-17101. <https://doi.org/10.1021/acsomega.0c00805>
- Pan, D. (2024). "LEAD ZIRCONATE TITANATE (PZT) PIEZOELECTRIC CERAMICS: APPLICATIONS AND PROSPECTS IN HUMAN MOTION MONITORING. " *Ceramics - Silikaty*, 0-0. <https://doi.org/10.13168/cs.2024.0044>

- Pan, X., Wang, Z., Cao, Z., Zhang, S., He, Y., Zhang, Y., Chen, K., Hu, Y., & Gu, H. (2016). "A self-powered vibration sensor based on electrospun poly(vinylidene fluoride) nanofibres with enhanced piezoelectric response. " *Smart Materials and Structures*, 25(10), 105010. <https://doi.org/10.1088/0964-1726/25/10/105010>
- Paralı, L., Demirci Dönmez, Ç. E., Koç, M., & Aktürk, S. (2022). "Piezoelectric and magnetoelectric properties of PVDF/NiFe₂O₄ based electrospun nanofibers for flexible piezoelectric nanogenerators. " *Current Applied Physics*, 36, 143-159. <https://doi.org/10.1016/j.cap.2022.01.013>
- Peláiz-Barranco, A., & González-Abreu, Y. (2013). "Ferroelectric ceramic materials of the Aurivillius family. " *Journal of Advanced Dielectrics*, 03(04), 1330003. <https://doi.org/10.1142/S2010135X1330003X>
- Peleš, A., Aleksić, O., Pavlović, V. P., Djoković, V., Dojčilović, R., Nikolić, Z., Marinković, F., Mitrić, M., Blagojević, V., Vlahović, B., & Pavlović, V. B. (2018). "Structural and electrical properties of ferroelectric poly(vinylidene fluoride) and mechanically activated ZnO nanoparticle composite films. " *Physica Scripta*, 93(10), 105801. <https://doi.org/10.1088/1402-4896/aad749>
- Rajabi, A. H., Jaffe, M., & Arinzeh, T. L. (2015). "Piezoelectric materials for tissue regeneration: A review. " *Acta Biomaterialia*, 24, 12-23. <https://doi.org/10.1016/j.actbio.2015.07.010>
- Ramadan, K. S., Sameoto, D., & Evoy, S. (2014). " A review of piezoelectric polymers as functional materials for electromechanical transducers. " *Smart Materials and Structures*, 23(3), 033001. <https://doi.org/10.1088/0964-1726/23/3/033001>
- Ravi, H. K., Simona, F., Hulliger, J., & Cascella, M. (2012). "Molecular Origin of Piezo- and Pyroelectric Properties in Collagen Investigated by Molecular Dynamics Simulations. " *The Journal of Physical Chemistry B*, 116(6), 1901-1907. <https://doi.org/10.1021/jp208436j>
- Ren, K., Shen, Y., & Wang, Z. L. (2024). "Piezoelectric Properties of Electrospun Polymer Nanofibers and Related Energy Harvesting Applications." *Macromolecular Materials and Engineering*, 309(3), 2300307. <https://doi.org/10.1002/mame.202300307>
- Safari, A., & Akdogan, E. K. (Ed.). (2008). "Piezoelectric and acoustic materials for transducer applications. " Springer.
- Safari, A., Akdoğan, E. K., & Leber, J. D. (2022). "Ferroelectric ceramics and composites for piezoelectric transducer applications. " *Japanese Journal of Applied Physics*, 61(SN), SN0801. <https://doi.org/10.35848/1347-4065/ac8bdc>
- Satapathy, S., Pawar, S., Gupta, P. K., & Varma, K. B. R. (2011). " Effect of annealing on phase transition in poly(vinylidene fluoride) films prepared using polar solvent. " *Bulletin of Materials Science*, 34(4), 727-733. <https://doi.org/10.1007/s12034-011-0187-0>

- Schwaderer, J., Drache, M., & Beuermann, S. (2024). "Temperature Dependence of the Number of Defect-Structures in Poly(vinylidene fluoride). " *Molecules*, 29(7), 1551. <https://doi.org/10.3390/molecules29071551>
- Shalu, Chaurasia, S. K., Singh, R. K., & Chandra, S. (2013). "Thermal Stability, Complexing Behavior, and Ionic Transport of Polymeric Gel Membranes Based on Polymer PVdF-HFP and Ionic Liquid, [BMIM][BF₄]." *The Journal of Physical Chemistry B*, 117(3), 897-906. <https://doi.org/10.1021/jp307694q>
- Shrout, T. R., & Zhang, S. J. (2007). "Lead-free piezoelectric ceramics: Alternatives for PZT?" *Journal of Electroceramics*, 19(1), 113-126. <https://doi.org/10.1007/s10832-007-9047-0>
- Shukla, P., Amutha, S., & Sen, A. (2019). "Exploring Surface and Tunneling Properties of Defect-Oriented Quasi-Graphene/Poly(vinylidene fluoride) Nanocomposite Films as Flexible 2D Materials for Electronic Applications. " *ACS Omega*, 4(7), 12696-12701. <https://doi.org/10.1021/acsomega.9b01151>
- Singh, H. H., Singh, S., & Khare, N. (2018). "Enhanced β -phase in PVDF polymer nanocomposite and its application for nanogenerator. " *Polymers for Advanced Technologies*, 29(1), 143-150. <https://doi.org/10.1002/pat.4096>
- Smith, M., & Kar-Narayan, S. (2022). "Piezoelectric polymers: Theory, challenges and opportunities. " *International Materials Reviews*, 67(1), 65-88. <https://doi.org/10.1080/09506608.2021.1915935>
- Song, J., Mighri, F., Ajji, A., & Lu, C. (2012). "Polyvinylidene fluoride/poly(ethylene terephthalate) conductive composites for proton exchange membrane fuel cell bipolar plates: Crystallization, structure, and through-plane electrical resistivity. " *Polymer Engineering & Science*, 52(12), 2552-2558. <https://doi.org/10.1002/pen.23216>
- Song, L., Dai, R., Li, Y., Wang, Q., & Zhang, C. (2021). "Polyvinylidene Fluoride Energy Harvester with Boosting Piezoelectric Performance through 3D Printed Biomimetic Bone Structures. " *ACS Sustainable Chemistry & Engineering*, 9(22), 7561-7568. <https://doi.org/10.1021/acssuschemeng.1c01305>
- Sun, X., Chen, F., Lei, Y., Luo, Y., & Zhao, Y. (2013). "Preparation and characterization of semi-interpenetrating network polystyrene/PVDF cation exchange alloy membranes. " *Journal of Applied Polymer Science*, 130(2), 1220-1227. <https://doi.org/10.1002/app.39263>
- Takenaka, T., & Nagata, H. (2005). "Current status and prospects of lead-free piezoelectric ceramics ". *Journal of the European Ceramic Society*, 25(12), 2693-2700. <https://doi.org/10.1016/j.jeurceramsoc.2005.03.125>
- Tandon, B., Blaker, J. J., & Cartmell, S. H. (2018). "Piezoelectric materials as stimulatory biomedical materials and scaffolds for bone repair. " *Acta Biomaterialia*, 73, 1-20. <https://doi.org/10.1016/j.actbio.2018.04.026>
- Tsyganov, A., Vikulova, M., Zotov, I., Artyukhov, D., Burmistrov, I., Gorokhovskiy, A., & Gorshkov, N. (2024). "Significantly Enhanced Balance of Dielectric Properties of

- Polyvinylidene Difluoride Three-Phase Composites by Silver Deposited on K₂Ni_{0.93}Ti_{7.07}O₁₆ Hollandite Nanoparticles. " *Polymers*, 16(2), 223. <https://doi.org/10.3390/polym16020223>
- Usher, T. D., Cousins, K. R., Zhang, R., & Ducharme, S. (2018). "The promise of piezoelectric polymers. " *Polymer International*, 67(7), 790-798. <https://doi.org/10.1002/pi.5584>
- Vijayakumar, R. P., Khakhar, D. V., & Misra, A. (2011). "Phase transformation and enhancement of toughness in polyvinylidene fluoride by onium salts. " *Journal of Polymer Science Part B: Polymer Physics*, 49(18), 1339-1344. <https://doi.org/10.1002/polb.22303>
- Wang, Z., Wang, L., Meng, Y., Wen, Y., & Pei, J. (2023). "Effects of Conductive Carbon Black on Thermal and Electrical Properties of Barium
- Wang, Yang, Lei, Dan, Wu, Liangke, Ma, Rongkun, Ning, Huiming, Hu, Ning and Lee, Alamusu. "Effects of stretching on phase transformation of PVDF and its copolymers: A review" *Open Physics*, vol. 21, no. 1, 2023, pp. 20220255. <https://doi.org/10.1515/phys-2022-0255>
- Titanate/Polyvinylidene Fluoride Composites for Road Application. " *Journal of Renewable Materials*, 11(5), 2469-2489. <https://doi.org/10.32604/jrm.2023.025497>
- Wen, J., Wu, W., Xie, Z., & Wu, J. (2023). "Development of Piezoelectric Elastomers and Their Applications in Soft Devices. " *Macromolecular Materials and Engineering*, 308(11), 2300101. <https://doi.org/10.1002/mame.202300101>
- Wu, J. (2020). "Perovskite lead-free piezoelectric ceramics. " *Journal of Applied Physics*, 127(19), 190901. <https://doi.org/10.1063/5.0006261>
- Wu, Y., Hsu, S. L., Honeker, C., Bravet, D. J., & Williams, D. S. (2012). "The Role of Surface Charge of Nucleation Agents on the Crystallization Behavior of Poly(vinylidene fluoride). " *The Journal of Physical Chemistry B*, 116(24), 7379-7388. <https://doi.org/10.1021/jp3043494>
- Yang, W., Wang, Z., Duan, Y., Wang, S., Zhao, W., Zhang, X., Fu, P., Pang, X., Liu, M., Cui, Z., & Dong, Z. L. (2024). "High-Performance Piezoelectric Nanogenerator Based on Odd–Odd Nylon Nanofibers for Wearable Electronics via Precise Control of Ferroelectric Phase and Orientation. " *ACS Sustainable Chemistry & Engineering*, 12(22), 8490-8502. <https://doi.org/10.1021/acssuschemeng.4c01789>
- Zaarour, B., & Liu, W. (2022). "Enhanced piezoelectric performance of electrospun PVDF nanofibers by regulating the solvent systems. " *Journal of Engineered Fibers and Fabrics*, 17, 155892502211254. <https://doi.org/10.1177/15589250221125437>
- Zak, A. K., Gan, W. C., Majid, W. H. Abd., Darroudi, M., & Velayutham, T. S. (2011). "Experimental and theoretical dielectric studies of PVDF/PZT nanocomposite thin films. " *Ceramics International*, 37(5), 1653-1660. <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2011.01.037>

- Zeng, Y., Jiang, L., Sun, Y., Yang, Y., Quan, Y., Wei, S., Lu, G., Li, R., Rong, J., Chen, Y., & Zhou, Q. (2020). 3D-Printing Piezoelectric Composite with Honeycomb Structure for Ultrasonic Devices. *Micromachines*, 11(8), 713. <https://doi.org/10.3390/mi11080713>
- Zhang, D., Li, M., Qin, L., Zhang, Y., Liu, J., & Liu, J. (2021). "Analytical modeling of piezoelectric 6-degree-of-freedom accelerometer about cross-coupling degree. " *Measurement*, 181, 109630. <https://doi.org/10.1016/j.measurement.2021.109630>
- Zhao, X., Cheng, J., Chen, S., Zhang, J., & Wang, X. (2010). "Controlled crystallization of poly(vinylidene fluoride) chains from mixed solvents composed of its good solvent and nonsolvent. " *Journal of Polymer Science Part B: Polymer Physics*, 48(5), 575-581. <https://doi.org/10.1002/polb.21924>
- Zhou, R., Yang, H., Zhao, L., Wang, C., Peng, C., Wang, R., Zhang, D., & Wang, X. (2023). "Effects of Ionic Liquid Content on the Electrical Properties of PVDF Films by Fused Deposition Modeling. " *Materials*, 17(1), 9. <https://doi.org/10.3390/ma17010009>
- URL-1 (2023, Şubat 24). Transmittance to Absorbance Table: www.sigmaaldrich.com adresinden alınmıştır

ÖZGEÇMİŞ

Ahmet Buğra Başer İstanbul Teknik Üniversitesi Metalurji ve Malzeme Mühendisliği mezunudur. Profesyonel hayatına Karadeniz Teknik Üniversitesi Teknoloji Transfer Uygulama ve Araştırma Merkezinde Sanayi işbirlikleri uzmanı olarak başlamış olup Boğaziçi Üniversitesi Teknoloji Transfer Ofisinde Fikri Haklar Koordinatörü ve Patent Vekili olarak sürdürmektedir. Ayrıca Türk Patent ve Marka Kurumu nezdinde sorumlu Sınai mülkiyet danışmanı ve Avrupa Patent Ofisi nezdinde PATLIB temsilcisi olarak da görev almaya devam etmektedir. Avrupa menşeli patent bilgisi kullanıcıları konfederasyonunun Türkiye ilişkisi olan TURPIUG'un kurucu yönetim kurulu üyesidir.

Çok paydaşlı ar-ge işbirliklerinde fikri haklar üzerine uzmanlaşmış olup Boğaziçi üniversitesi dreambu ve bright girişimcilik programlarında mentör olarak görevini sürdürmektedir. Avrupa birliği projelerinde de iş kliniği de vermiş olup fikri mülkiyetin çok farklı disiplinlerinde eğitimler vermiştir.