



**SICAKLIK VE MANYETİK ALAN DUYARLI
POLİ(DİMETİLSİLOKSAN)/POLİ(VİNİL ASETAT)/POLİTİYOFEN ÜÇLÜ
KOMPOZİT VE NANOKOMPOZİT FİMLERİNİN SENTEZİ VE
ÖZELLİKLERİNİN ARAŞTIRILMASI**

Hüsniye Melike KAYABAŞ

**YÜKSEK LİSANS TEZİ
KİMYA ANABİLİM DALI**

**GAZİ ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**

HAZİRAN 2015

Hüsniye Melike KAYABAŞ tarafından hazırlanan “SICAKLIK VE MANYETİK ALAN DUYARLI POLİ(DİMETİLSİLOKSAN)/POLİ(VİNİL ASETAT)/POLİTİYOFEN ÜÇLÜ KOMPOZİT VE NANOKOMPOZİT FİLMLEİNİN SENTEZİ VE ÖZELLİKLEİNİN ARAŞTIRILMASI” adlı tez çalışması aşığıdaki jüri tarafından OY BİRLİĞİ ile Gazi Üniversitesi Kimya Anabilim Dalında YÜKSEK LİSANS TEZİ olarak kabul edilmiştir.

Danışman: Prof. Dr. Bekir SARI

Kimya Anabilim Dalı, Gazi Üniversitesi

Bu tezin, kapsam ve kalite olarak Yüksek Lisans Tezi olduğunu onaylıyorum.

Başkan: Prof. Dr. Nursel PEKEL BAYRAMGİL

Kimya Anabilim Dalı, Hacettepe Üniversitesi

Bu tezin, kapsam ve kalite olarak Yüksek Lisans Tezi olduğunu onaylıyorum.

Üye: Prof. Dr. Halil İbrahim ÜNAL

Kimya Anabilim Dalı, Gazi Üniversitesi

Bu tezin, kapsam ve kalite olarak Yüksek Lisans Tezi olduğunu onaylıyorum.

Tez Savunma Tarihi: .09/06/2015

Jüri tarafından kabul edilen bu tezin Yüksek Lisans Tezi olması için gerekli şartları yerine getirdiğini onaylıyorum.

.....
Prof. Dr. Şeref SAĞIROĞLU
Fen Bilimleri Enstitüsü Müdürü

ETİK BEYAN

Gazi Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Tez Yazım Kurallarına uygun olarak hazırladığım bu tez çalışmada;

- Tez içinde sunduğum verileri, bilgileri ve dökümanları akademik ve etik kurallar çerçevesinde elde ettiğimi,
- Tüm bilgi, belge, değerlendirme ve sonuçları bilimsel etik ve ahlak kurallarına uygun olarak sunduğumu,
- Tez çalışmada yararlandığım eserlerin tümüne uygun atıfta bulunarak kaynak gösterdiğimi,
- Kullanılan verilerde herhangi bir değişiklik yapmadığımı,
- Bu tezde sunduğum çalışmanın özgün olduğunu,

bildirir, aksi bir durumda aleyhime doğabilecek tüm hak kayıplarını kabullendiğimi beyan ederim.

H. Melike KAYABAŞ

19/06/2015

SICAKLIK VE MANYETİK ALAN DUYARLI
POLİ(DİMETİLSİLOKSAN)/POLİ(VİNİL ASETAT)/POLİTİYOFEN
ÜÇLÜ KOMPOZİT VE NANOKOMPOZİT FİMLERİNİN SENTEZİ VE
ÖZELLİKLERİNİN ARAŞTIRILMASI
(Yüksek Lisans Tezi)

H. Melike KAYABAŞ

GAZİ ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ
Haziran 2015

ÖZET

Bu çalışmada, kimyasal polimerleşme yöntemi ile politiyofen (PT) ve poli(dimetilsiloksan)/poli(vinil asetat)/politiyofen (PDMS/PVAc/PT) üçlü kompozitleri sentezlendi. Deneylede, demir (III) klorür yükseltgen olarak kullanıldı ve monomer/yükseltgen mol oranı 1/3 olarak alındı. Önce, PT sentezlendi ve %96 verimle elde edildi. Daha sonra, değişik oranlarda (%m/m) PT içeren PDMS/PVAc/PT üçlü kompozitleri sentezlendi. Ayrıca magnetit (Fe_3O_4) nanoparçacığı ve PDMS/PVAc/PT/ Fe_3O_4 nanokompoziti hazırlandı. Toz ve film halinde elde edilen sıcaklık ve manyetik alan duyarlı özgün kompozitler ve nanokompozit çeşitli teknikler kullanılarak karakterize edildi. PT, üçlü kompozitler ve nanokompozitin iletkenlikleri oda sıcaklığında ve farklı sıcaklıklarda dört nokta tekniği ile ölçüldü. Politiyofenin oda sıcaklığında iletkenliği, $2,32 \times 10^{-3} \text{ S cm}^{-1}$ değerinde bulundu. Üçlü kompozitler arasında en yüksek iletkenliği $4,62 \times 10^{-5} \text{ S cm}^{-1}$ değeri ile PDMS/PVAc/PT(%15) kompoziti gösterdi. FTIR çalışmaları ile PT, Fe_3O_4 , üçlü kompozitler ve nanokompozitin oluşumu desteklendi. Tüm polimerlerin manyetik özellikleri Gouy ölçümleri ile incelendi ve iletkenlik mekanizmalarının polaron yapıda olduğu bulundu. Örneklerin yüzey yapıları ve yüzey pürüzlülüğü SEM ve AFM, manyetik özellikleri Titreşimli Örnek Manyetometresi (VSM), ısıl özellikleri de TGA ile karakterize edildi. XRD analizinden, polimerlerin (PT ve PVAc) ve üçlü kompozitlerin amorf yapıda olduğu, magnetit ve nanokompozitin ise kristal yapıda olduğu bulundu. TEM ve XRD ile sentezlenen Fe_3O_4 'ün parçacık boyutu belirlendi. Ayrıca, VSM ile nanoparçacıkların süperparamanyetik özellikte olduğu anlaşıldı.

Bilim Kodu : 201.1.117
Anahtar Kelimeler : Poli(dimetilsiloksan), poli(vinil asetat), politiyofen, üçlü kompozit, nanokompozit, magnetit
Sayfa Adeti : 85
Danışman : Prof. Dr. Bekir SARI

SYNTHESIS OF TEMPERATURE AND MAGNETIC FIELD SENSITIVE
POLY(DIMETHYLSILOXANE)/POLY(VINYL ACETATE)/POLYTHIOPHENE
TERNARY COMPOSITE FILMS AND NANOCOMPOSITE FILMS AND
INVESTIGATION OF THEIR PROPERTIES

(M. Sc. Thesis)

H. Melike KAYABAŞ

GAZİ UNIVERSITY

GRADUATE SCHOOL OF NATURAL AND APPLIED SCIENCES

June 2015

ABSTRACT

In this study, polythiophene (PT) and poly(dimethylsiloxane)/poly(vinyl acetate)/polythiophene (PDMS/PVAc/PT) ternary composites were synthesized by chemical polymerization. In the experiments, iron (III) chloride was used as an oxidant and the molar ratio of monomer/oxidant was taken as 1/3. Firstly, PT was synthesized and obtained with 96% yield. Then, PDMS/PVAc/PT ternary composites containing various ratios (m/m%) of PT were synthesized. In addition to magnetite (Fe₃O₄) nanoparticles and PDMS/PVAc/PT/Fe₃O₄ nanocomposite were prepared. The temperature and magnetic field-sensitive novel composites and nanocomposite obtained in powders and films form were characterized using various techniques. The conductivities of PT, ternary composites and nanocomposite at room temperature and at different temperatures were measured by four point technique. The conductivity of PT was determined with a value of $2.32 \times 10^{-3} \text{ S cm}^{-1}$ at the room temperature. Among the ternary composites, PDMS/PVAc/PT(15%) composite had the highest conductivity with a value of $4.62 \times 10^{-5} \text{ S cm}^{-1}$. The formations of PT, Fe₃O₄, ternary composites and nanocomposite were supported with FTIR studies. Magnetic properties of all the materials were analyzed by Gouy balance measurements and were found that their conductivity mechanisms are of polaron nature. The surface structure and surface roughness of the materials were identified by SEM and AFM, the magnetic properties by Vibrating Sample Magnetometer (VSM) and the thermal properties by TGA. From XRD analysis, it was found that the polymers (PT and PVAc) and ternary composites have amorphous structures whereas the magnetite and nanocomposite have crystalline structures. The particle size of the synthesized Fe₃O₄ were determined by TEM and XRD. Further, it was understood by the VSM measurements that the nanocomposite particles have superparamagnetic property.

Science Code : 201.1.117

Key Words : Poly(dimethylsiloxane), poly(vinyl acetate), polythiophene, ternary composite, nanocomposite, magnetite

Page Numbers : 85

Supervisor : Prof. Dr. Bekir SARI

TEŞEKKÜR

Yüksek lisans tezi olarak sunduğum bu çalışmada tez konumu seçen, çalışmama büyük bir özveri ile ışık tutan, engin bilgi birikimi ve tecrübelerinden faydalandığım, insani ve ahlaki değerleri ile de örnek edindiğim Değerli Hocam Sayın Prof. Dr. Bekir SARI'ya sonsuz teşekkürlerimi sunarım.

Yardımlarından, ilgilerinden ve manevi desteklerinden dolayı Yüksek Kimyager Serpil Eşsiz'e ve aynı laboratuvarı paylaştığım çalışma arkadaşlarım Kimyager Sevilay SARITAŞ ve Kimyager Melike ÇAĞLAYAN'a sonsuz sevgimi ve teşekkürlerimi sunarım.

Eğitim hayatım boyunca benden maddi ve manevi desteğini esirgemeyen, attığım her adımında destekçim olan ve moral veren canım babam Mahmut KAYABAŞ'a, canım annem Nuray KAYABAŞ'a ve çok değerli canım kardeşlerim Merve'm, Pınar'ım ve Yağmur'uma en derin sevgi ve şükranlarımı sunarım. Ayrıca tez yazımında ve hayatımın tüm basamaklarında yanımda olan, çok değerli canım ablam Araş. Gör. Ayşenur KAYABAŞ BÖLÜKBAŞI ve varlığıyla yaşantıma huzur ve mutluluk veren biricik yeğenim Mehmet Eren BÖLÜKBAŞI'na da sonsuz sevgimi ve şükranlarımı sunarım.

Ayrıca bu tez çalışmasına verdikleri maddi destekten ötürü TÜBİTAK'a teşekkür ederim. Bu tez çalışması Tübitak 1001 Proje Programı kapsamında desteklenmiştir (Proje No: 113Z572).

İÇİNDEKİLER

	Sayfa
ÖZET	iv
ABSTRACT.....	v
TEŞEKKÜR.....	vi
İÇİNDEKİLER	vii
ÇİZELGELERİN LİSTESİ.....	x
ŞEKİLLERİN LİSTESİ.....	xi
RESİMLERİN LİSTESİ	xiii
SİMGELER VE KISALTMALAR	xiv
1. GİRİŞ.....	1
2. GENEL BİLGİLER	3
2.1. Polimer Kimyasının Tarihçesi.....	3
2.2. İletken Polimerlerde İletkenliğin Açıklanması	4
2.2.1. İletken polimerlerin hazırlanmasında doping işlemi	6
2.2.2. Soliton, polaron ve bipolaron yapıları	8
2.2.3. Atlama (hopping) olayı	9
2.3. İletken Polimerlerin Sentez Yöntemleri	10
2.4. İletken Polimerlerin Kullanım Alanları	12
2.5. Politiyofen	13
2.5.1. Politiyofenin polimerleşme mekanizması	14
2.6. Poli(vinil asetat)	17
2.7. Poli(dimetilsiloksan)	17
2.8. Kompozit Malzemeler	18
2.9. Nanokompozit Malzemeler	20

	Sayfa
2.10. Manyetik Özellikler	21
2.10.1. Diyamanyetizma	21
2.10.2. Paramanyetizma.....	22
2.10.3. Ferromanyetizma	22
2.10.4. Antiferromanyetizma.....	23
2.10.5. Ferrimanyetizma	23
3. MATERYAL VE METOT	25
3.1. Deneyde Kullanılan Kimyasal Maddeler, Aletler, Cihazlar ve Teknikler	25
3.1.1. Kimyasal maddeler	25
3.1.2. Aletler, cihazlar ve teknikler	26
3.2. Politiyofen Sentezi	30
3.3. PDMS/PVAc/PT Üçlü Kompozitlerinin Sentezi	31
3.4. Magnetit (Fe ₃ O ₄) Nanoparçacık Sentezi.....	31
3.5. PT, PDMS/PVAc/PT Üçlü Kompozit ve PDMS/PVAc/PT/Fe ₃ O ₄ Nanokompozit Filmlerinin Hazırlanması	32
4. SONUÇLARIN DEĞERLENDİRİLMESİ VE TARTIŞMA	33
4.1. PT, PVAc, PDMS/PVAc/PT Üçlü Kompozitlerin ve PDMS/PVAc/PT/Fe ₃ O ₄ Nanokompozitin Verim, İletkenlik, Manyetik Duyarlılık ve Yoğunluk Tayini Sonuçları	33
4.2. PT, PDMS/PVAc/PT Üçlü Kompozitlerin ve PDMS/PVAc/PT/Fe ₃ O ₄ Nanokompozitin Sıcaklığa Bağlı İletkenlik Ölçümü Sonuçları	35
4.3. PT, PDMS, PVAc, Magnetit, PDMS/PVAc/PT (%27,%62,%11) Üçlü Kompozitin ve PDMS/PVAc/PT/Fe ₃ O ₄ Nanokompozitin FTIR Analizi Sonuçları	36
4.4. Magnetit, PVAc, PT, Üçlü Kompozitlerin ve Nanokompozitin TGA Analizi	39
4.5. PT, PVAc, Magnetit, PDMS/PVAc/PT Üçlü Kompozitlerin ve PDMS/PVAc/PT/Fe ₃ O ₄ Nanokompozitin XRD Analizi Sonuçları	44

Sayfa

4.6. PT, PVAc, PDMS/PVAc/PT Üçlü Kompozitleri ile PDMS/PVAc/PT/Fe ₃ O ₄ Nanokompozitin Film Fotoğrafları ve Bu Filmlerin 25-30°C Sıcaklık Aralığında Katlanabilirliği.....	47
4.7. Magnetit, PDMS/PVAc/PT Üçlü Kompozitler ve PDMS/PVAc/PT/Fe ₃ O ₄ Nanokompozit Filmlerinin Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) Sonuçları.....	49
4.8. Magnetitin Geçirimli Elektron Mikroskobu (TEM) Sonucu.....	53
4.9. PVAc, PDMS/PVAc/PT/Fe ₃ O ₄ Üçlü Kompozitlerin ve PDMS/PVAc/PT/Fe ₃ O ₄ Nanokompozitin Atomik Kuvvet Mikroskobu (AFM) Sonuçları.....	53
4.10. Magnetit ve PDMS/PVAc/PT/Fe ₃ O ₄ Nanokompozit Filminin Titreşimli Örnek Manyetometresi (VSM) Ölçüm Sonuçları.....	56
5. SONUÇLAR VE ÖNERİLER.....	59
KAYNAKLAR.....	63
EKLER.....	71
EK-1. Kütlece farklı yüzdelerde PT içeren PDMS/PVAc/PT üçlü kompozitlerinin ve PDMS/PVAc/PT/Fe ₃ O ₄ nanokompozitin iletkenliklerinin sıcaklık ile değişim grafikleri.....	72
EK-2. Kütlece farklı yüzdelerde PT içeren PDMS/PVAc/PT üçlü kompozitlerinin FTIR spektrumları.....	74
EK-3. PT, PVAc, Magnetit, PDMS/PVAc/PT üçlü kompozitlerinin ve PDMS/PVAc/PT/Fe ₃ O ₄ nanokompozitin TGA eğrileri.....	76
EK-4. PT, PVAc, Magnetit, PDMS/PVAc/PT üçlü kompozitlerinin ve PDMS/PVAc/PT/Fe ₃ O ₄ nanokompozitin XRD spektrumları.....	80
ÖZGEÇMİŞ.....	85

ÇİZELGELERİN LİSTESİ

Çizelge	Sayfa
Çizelge 2.1. Doping yapılmış bazı konjuge polimerlerin yapıları ve iletkenlikleri	7
Çizelge 3.1. Deneyde kullanılan kimyasal maddeler	25
Çizelge 4.1. PT'nin, PDMS/PVAc/PT üçlü kompozitlerinin ve PDMS/PVAc/PT/Fe ₃ O ₄ nanokompozitin yüzde verim, iletkenlik, manyetik duyarlılık ve yoğunluk değerleri	33
Çizelge 4.2. PVAc, PT, magnetit, üçlü kompozitlerin ve nanokompozitin TGA analiz sonuçları	40
Çizelge 4.3. Magnetit ve nanokompozite ait kafes sabiti, parçacık çapı, XRD desenindeki en şiddetli pikin açısı ve kristalin düzlemler arası uzaklık değerleri	47
Çizelge 4.4. PVAc, PDMS/PVAc/PT üçlü kompozitler ve PDMS/PVAc/PT/Fe ₃ O ₄ nanokompozit filmlerinin RMS değerleri	56

ŞEKİLLERİN LİSTESİ

Şekil	Sayfa
Şekil 2.1. İletkenlik cetveli	5
Şekil 2.2. Poliasetilende doping işlemiyle polaron ve bipolaron oluşumu	9
Şekil 2.3. Polimer zincirinde elektronik yükün taşınması a) zincir üzerinde, b) zincirler arasında, c) parçacıklar arasında.....	9
Şekil 2.4. Tiyofenin polimerleşme mekanizması	15
Şekil 2.5. Tiyofenin CHCl_3 içinde FeCl_3 ile polimerleşme mekanizması	16
Şekil 2.6. Tiyofenin homopolimerleşmesi	16
Şekil 2.7. Bazı manyetik dizilimler	21
Şekil 2.8. Histerezis çevrimi	23
Şekil 3.1. Dört nokta tekniği ile iletkenlik ölçümünün şematik görünüşü.....	27
Şekil 4.1. PT'nin iletkenliğinin sıcaklık ile değişim grafiği	35
Şekil 4.2. %11 PT içeren PDMS/PVAc/PT üçlü kompozitin iletkenliğinin sıcaklık ile değişimi	36
Şekil 4.3. Tiyofenin ve PT'nin FTIR spektrumları	37
Şekil 4.4. PDMS, PVAc ve PDMS/PVAc/PT (%27/%62/%11) üçlü kompozitinin FTIR spektrumları.....	37
Şekil 4.5. Magnetit ve %11 PT içeren PDMS/PVAc/PT/ Fe_3O_4 nanokompozitinin FTIR spektrumları.....	38
Şekil 4.6. a) PT ve b) PVAc' nin TGA eğrileri	41
Şekil 4.7. a) %6, b) %11 ve c) %15 PT içeren PDMS/PVAc/PT üçlü kompozitlerinin TGA eğrileri	41
Şekil 4.8. a) Magnetit, b) %11 PT içeren PDMS/PVAc/PT üçlü kompozit ve c) %11 PT içeren PDMS/PVAc/PT/ Fe_3O_4 nanokompozitin TGA eğrileri	42
Şekil 4.9. a) PT'nin ve b) PVAc'nin karşılaştırmalı XRD spektrumları	44
Şekil 4.10. a) %6, b) %11 ve c) %15 PT içeren PDMS/PVAc/PT üçlü kompozitlerinin karşılaştırmalı XRD spektrumları	45

Şekil	Sayfa
Şekil 4.11. a) Magnetitin, b) %11 PT içeren PDMS/PVAc/PT üçlü kompozitinin ve c) %11 PT içeren PDMS/PVAc/PT/Fe ₃ O ₄ nanokompozitinin karşılaştırmalı XRD spektrumları	45
Şekil 4.12. a) %11 PT içeren PDMS/PVAc/PT/Fe ₃ O ₄ nanokompozitinin ve b) magnetitin manyetizasyon eğrisi	58

RESİMLERİN LİSTESİ

Resim	Sayfa
Resim 4.1. PT'nin film fotoğrafı	47
Resim 4.2. a) PVAc'nin film fotoğrafı b) PVAc filminin katlanabilirliği.....	48
Resim 4.3. a) %6 PT, b) %11 PT, c) %15 PT içeren PDMS/PVAc/PT üçlü kompozit ve d) %11 PT içeren PDMS/PVAc/PT/Fe ₃ O ₄ nanokompozit film fotoğrafları.....	48
Resim 4.4. PT (30000X) ve PVAc (1000X)'nin SEM fotoğrafları.....	50
Resim 4.5. %6 PT içeren PDMS/PVAc/PT üçlü kompozitin SEM fotoğrafı (2500X)	50
Resim 4.6. %11 PT içeren PDMS/PVAc/PT üçlü kompozitin SEM fotoğrafı (2500X)	51
Resim 4.7. %15 PT içeren PDMS/PVAc/PT üçlü kompozitin SEM fotoğrafı (2500X)	51
Resim 4.8. Magnetit'in SEM fotoğrafı (300000X)	52
Resim 4.9. %11 PT içeren PDMS/PVAc/PT/Fe ₃ O ₄ nanokompozitin SEM fotoğrafı (2500X)	52
Resim 4.10. Magnetit (Fe ₃ O ₄) nanoparçacıklarının TEM görüntüsü.....	53
Resim 4.11. PVAc filminin (10X10 µm ²) a) iki boyutlu, b) üç boyutlu yüzey morfolojileri	54
Resim 4.12. %6 PT içeren PDMS/PVAc/PT üçlü kompozit filminin (10X10 µm ²) a) iki boyutlu, b) üç boyutlu yüzey morfolojileri	54
Resim 4.13. %11 PT içeren PDMS/PVAc/PT üçlü kompozit filminin (10X10 µm ²) a) iki boyutlu, b) üç boyutlu yüzey morfolojileri	55
Resim 4.14. %15 PT içeren PDMS/PVAc/PT üçlü kompozit filminin (10X10 µm ²) a) iki boyutlu, b) üç boyutlu yüzey morfolojileri	55
Resim 4.15. %11 PT içeren PDMS/PVAc/PT/Fe ₃ O ₄ nanokompozit filminin (10X10 µm ²) a) iki boyutlu, b) üç boyutlu yüzey morfolojileri	55

SİMGELER VE KISALTMALAR

Bu çalışmada kullanılmış bazı simgeler ve kısaltmalar açıklamaları ile birlikte aşağıda sunulmuştur.

Simgeler	Açıklama
Å	Angstrom
E_a	Aktifleşme enerjisi
k	Boltzmann sabiti
m/m	Kütlece
M_A	Mol kütlesi
n_i	Yük taşıyıcı türlerin sayısı
$^{\circ}\text{C}$	Derece Celsius
P_m	Polimer
P_n	Polimer zincirinin bir kısmı
S	Siemens
T	Mutlak sıcaklık
T_b	Başlangıç bozunma sıcaklığı
T_g	Camsı geçiş sıcaklığı
T_{mak}	Maksimum bozunma sıcaklığı
T_s	Bozunmanın sonlandığı sıcaklık
V	Potansiyel, gerilim
X_g	Gram manyetik duyarlılık
ϵ_i	Taşıyıcı üzerindeki yük
θ	Yansıyan ışının tabaka ile yaptığı açı (teta)
λ	Dalga boyu
μ_e	Manyetik duyarlılık
μ_i	Taşıyıcı mobilitesi
σ	İletkenlik
σ_0	İletkenlik sabiti

Kısaltmalar	Açıklama
AC	Alternatif Akım
AFM	Atomik Kuvvet Mikroskobu
KAM	Kalan Artık Madde
CV	Dönüşümlü Voltametri
DBSA	Dodesil Benzen Sülfonik Asit
DC	Doğru Akım
DMSO-d₆	Dötero Dimetil Sülfoksit
DSC	Diferansiyel Taramalı Kalorimetre
FTIR	Fourier Transform Infrared Spektrometresi
DMF	N,N-Dimetilformamit
PDMS	Poli(dimetilsiloksan)
PT	Politiyofen
PVAc	Poli(vinil asetat)
RMS	Yüzey Pürüzlülük Değeri
SEM	Taramalı Elektron Mikroskobu
TEM	Geçirimli Elektron Mikroskobu
TGA	Termogravimetrik Analiz
THF	Tetrahidrofur
VSM	Titreşimli Örnek Manyetometresi
XRD	X-Işını Kırınımı

1. GİRİŞ

İletken polimerlerin iletkenliklerini; sentez koşullarını ve sentez yöntemlerini değiştirerek kontrol altına almak önde gelen çalışmalardandır. İletken polimerlerin bilinen çözücülerin çoğunda çözünürlüğünün olmaması, kırılma, dökülme ve ufalanma gibi temel mekanik ve fiziksel özelliklerinin zayıflığı, araştırmacıları yeni arayışlara itmiştir. İletken polimerlerin bu kusurlarını iyileştirmek için de yeni teknik ve yöntemler bulunmuştur. Bunlardan birisi, iki monomerli iletken polimerik sistemler hazırlamaktır [1-3]. Diğer bir yöntem de, yalıtkan polimer matrisleri ile iletken polimer karışımlarından iletken kompozit, blend ve kopolimerler hazırlamaktır [4-8]. Bu şekilde sentezlenen iletken üçlü kompozitler ve nanokompozitler çeşitli elektrokimyasal özelliklerinden dolayı çok değişik alanlarda kullanılabilirler. Özellikle şarj olabilen pil yapımında [9-12], diyot [13, 14] ve transistörlerde [15], elektronik gösterge panolarında [16], iyon seçici elektrot [17, 18], korozyon hızını azaltmada [19, 20] ve elektroeolojik çalışmalarda [21-23] kullanılmaktadır.

İletken polimerler, elektriksel özelliklerinden dolayı da çok dikkat çekmektedirler. Tüm iletken polimerler içinde PT; esnekliği, zayıf katkılarla kolay polimerleşmesi, çevresel ve ısıl kararlılığı yüksek olması nedeniyle ticari uygulamalarda çok kullanılan iletken polimer olmuştur [24].

İletken polimerlerle ilgili en önemli araştırma alanı, iletken polimerlerin uygulanabilir hale getirilmesidir. Bu yaklaşımla çözünebilir türevlerinin sentezlenmesi ve/veya diğer polimerlerle kopolimer, kompozit veya blendlerinin hazırlanması ile ilginç kombinasyonlarına sahip yeni malzemelerin hazırlanması mümkündür.

Bu tez çalışmasında; literatürde rastlanmayan poli(dimetilsiloksan)/poli(vinil asetat)/politiyofen (PDMS/PVAc/PT) özgün üçlü kompozit ile PDMS/PVAc/PT/Fe₃O₄ nanokompozit ve filmlerinin sentezinin gerçekleştirilmesi ve yapısı ile özelliklerinin aydınlatılması amaçlandı.

Üçlü kompozit bileşimindeki PVAc; filmi kolay dökülebilen ve yapışma özellikleri iyi olan bir polimer olması, PDMS de yüksek ısı kararlılığı, oda sıcaklığında sıvı olması nedeniyle kolay uygulanabilir olması, UV ışınlarına dayanımı ve çoğu kimyasallara karşı inert olması nedeniyle tercih edildi. Ayrıca hazırlanan bu üçlü kompozitler için film dökme çalışmaları da yapıldı. Sentezlenen PT, PDMS/PVAc/PT üçlü kompozitleri ile PDMS/PVAc/PT/Fe₃O₄ nanokompozitleri ve hazırlanan üçlü kompozit filmleri ile nanokompozit filmleri farklı tekniklerle karakterize edilerek özellikleri incelendi.

2. GENEL BİLGİLER

2.1. Polimer Kimyasının Tarihçesi

Bu konudaki ilk çalışmalar 1835 yılında polianilin (PAn) elektrokimyasal sentezi ile başlamıştır ve PAn için ilk defa *anilin siyahı* terimi kullanılmıştır. Bundan birkaç yıl sonra aromatik aminlerin kimyasal yükseltgenmesi ile polimerler sentezlenmiştir. 20. yüzyılın ortalarına kadar kimyasal ve elektrokimyasal yöntemle iletken polimer sentezine yönelik daha ileri araştırmalar yapılmamıştır. Sonraki yıllarda polimerlerin iletkenlikleri fark edilmiştir ve iletken polimer terimi literatüre girmiştir.

İletken polimerlerin keşfi 1975'te poli(sülfür nitrit)'in düşük sıcaklıklarda süper iletkenlik göstermesiyle başlamıştır. Bu konudaki ilk önemli çalışma 1977 yılında poliasetilenin iyot ile hazırlanan tuzunun bakır ile yarışacak seviyede bir iletkenlik göstermesiyle başlamıştır. İletkenliğin, polimer zinciri içindeki elektronların bir hareketi gibi gözükmesi çok hızlı gelişen Sentetik Metaller adı altında bir bilim dalının ortaya çıkmasına yol açmıştır. Günümüzde iletken polimerlerin sentezlenmesi ve özelliklerinin incelenmesine yönelik pek çok çalışma yapılmaktadır.

İletken polimerlerin yüksek iletkenlik göstermesi ve diğer özellikleri bakımından yeni bir malzeme olarak ortaya çıkması, iletken polimerler üzerine olan ilgiyi artırmıştır. Poliasetilen ile başlangıçta, pratik ve bilimsel uygulamalarından dolayı çok çalışılmıştır. Ancak poliasetilen katkılanmış halde çok yüksek bir iletkenlik gösterse de oksijen ve neme karşı dayanıklı değildir ve kolaylıkla bozunmaktadır. Bu nedenle çevresel kararlılığı daha iyi ve hem kimyasal hem de elektrokimyasal yöntemlerle kolaylıkla sentezlenebilen diğer iletken polimerler ilgi çekmiştir. Böylece polipirol (PPy) [25], politiyofen (PT) [24], polifuran (PF) [26], poli-p-fenilen (PPP) [27], ve polianilin (PAn) [10] gibi yeni iletken polimerler sentezlenmiştir.

Bunların hiçbiri poliasetilenden daha yüksek iletkenlik göstermese de bu polimerler çözünebilen ve kararlı yeni yapıların sentezinde faydalı olmaktadır. Politiyofen (PT) ve polipirol (PPy) gibi elektronca zengin heterosiklik polimerlerin p-tipi katkılama ile çok kararlı oluşu, bu polimerlerin en çok çalışılan polimerler grubunda yer almasını sağlamıştır.

Son yıllarda çalışmalar iletken polimerlerin işlenebilirlik, kararlılık veya mekanik özellikleri gibi fiziksel özelliklerinin gelişimi üzerinde yoğunlaşmaktadır. İletken polimerlerin kompozit ve karışımları hazırlanarak daha işlenebilir polimerler elde edilmektedir. Bu gelişmeler iletken polimerleri teknolojik uygulamalarda kullanımları için daha elverişli hale getirmektedir.

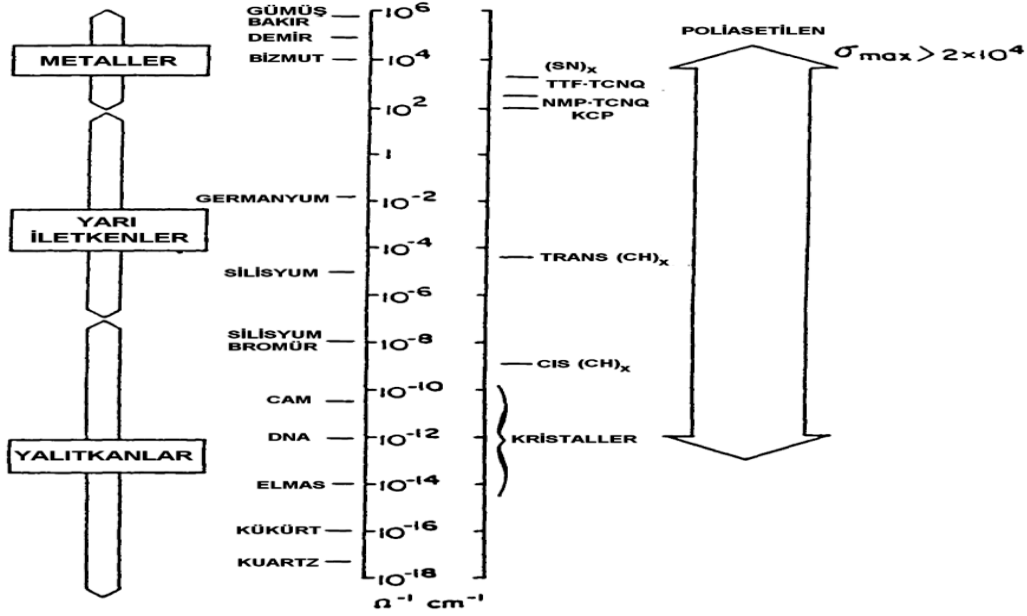
2.2. İletken Polimerlerde İletkenliğin Açıklanması

İletkenlik terimi elektronların serbestçe hareket etme özelliğidir. Elektronların bir enerji bandında bulunabilmeleri için belli bir enerjiye sahip olmaları gerekir. Bu enerji bandları tam dolu ya da tam boş olmadığı için iletkenlik gözlenir. Yalıtkanlarda ise bu enerji bandları tam dolu ya da tam boş olduğundan iletkenlik gözlenmez.

Elektron içeren en yüksek enerji bandına *değerlik bandı*, bandın üzerindeki boş enerji bandına ise *iletkenlik bandı* denir. Metallerde bu iki bandın üst üste gelip elektronların hareket etmesiyle iletkenlik sağlanmış olur. Yarı iletkenlerde ise, bu yasak bölge dar olup bir ısı veya ışık kaynağından alınan çok küçük bir enerji ile elektronlar bu bölgeden geçebilir ve iletkenlik gösterebilirler. Yalıtkanlarda ise bu iki band arası yasak bölge geniş olduğundan elektron geçişi olmaz ve iletkenlik gözlenmez.

Polimerlerin elektronik iletkenlik gösterebilmesi polimer örgüsünde, elektronların zincir boyunca taşınmasını sağlayan uygun yerlerin bulunması ile gerçekleşir. Bu koşul ana zincirde konjuge çift bağlar bulunan polimerlerle sağlanır. Yüksek düzeyde iletkenliğin sağlanması için konjugasyon olayı yeterli değildir [28]. Polikonjuge polimerler normal hallerinde yalıtkanlardır ve yükseltgen veya indirgen madde ile muamele edilerek tuzları hazırlandığında, metallerle yarışacak düzeyde iletken polimerler elde edilir [29]. İletken polimerlerde iletkenlik; polaron, bipolaron oluşumları ve atlama (hopping) olayı ile açıklanmaktadır.

Şekil 2.1’de bazı iletken polimerlerin metaller ve yalıtkanlarla iletkenlikleri karşılaştırılmıştır.



Şekil 2.1. İletkenlik cetveli [30]

Metaller, yarı iletkenler ve konjuge polimerler için elektriksel iletkenlik akımın; zamana, sıcaklığa, dış atmosfere ve potansiyele bağlı bir fonksiyonu olarak verilir. Elektriksel iletkenlik sıcaklıkla üstel olarak değişmektedir. Bu da Arrhenius tipinde bir eşitlikle verilir (Eş. 2.1).

$$\sigma = \sigma_0 e^{-E_a/kT} \quad (2.1)$$

Bu eşitlikte, σ : İletkenlik (S cm⁻¹), σ_0 : Sabit, E_a : Aktifleşme enerjisidir ve bu enerjideki değişiklikler polimerlerde sıklıkla camsı geçiş sıcaklıkları (T_g) civarında gözlenir. k : Boltzmann sabiti, T : Mutlak sıcaklıktır.

Sıcaklık artırıldıkça metallerin iletkenliği azalmakta, iletken polimerlerin iletkenliği artmaktadır. Metallerden bazıları düşük sıcaklıklarda süper iletken davranış gösterir [28]. Elektriksel iletkenlik (σ), yük taşıyıcı türler (n_i), her bir taşıyıcı üzerindeki yük (ϵ_i) ve yük taşıyıcı türlerin mobilitesi (μ_i) ile doğru orantılıdır. Bu ifade de, Eş. 2.2’de verilmiştir.

$$\sigma = \sum \mu_i n_i \epsilon_i \quad (2.2)$$

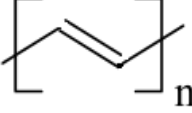
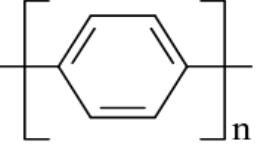
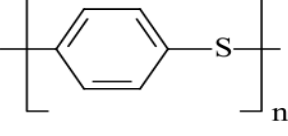
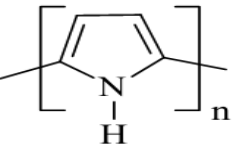
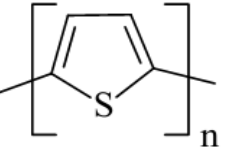
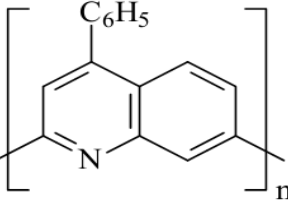
2.2.1. İletken polimerlerin hazırlanmasında doping işlemi

İletken polimer hazırlamak için konjuge π bağlarına sahip olan bir polimeri uygun bir reaktif ile yükseltgemek veya indirgemek gerekmektedir. Bu işleme *doping* denir. Doping yoluyla iletkenliğin sağlanması şu şekilde açıklanmaktadır: Konjuge polimerlerde değerlik kabuğundaki elektronlar ya yükseltgen bir reaktif ile koparılır ve değerlik kabuğu pozitif hale gelir ya da indirgen bir reaktif ile boş iletkenlik bandına bir elektron verir. Bu işlemler sırasıyla yükseltgenmeye karşılık olmak üzere *p-doping*, indirgenmeye karşılık olmak üzere *n-doping* olarak adlandırılır. Polimerik bir maddeye alıcı (akseptör) veya verici (donör) bir maddenin ilave edilmesi de, *doping* yapmanın başka bir tanımıdır.

Doping işlemi sırasında doping moleküllerinin hiçbirisi polimer atomlarıyla yer değiştirmez. Doping moleküller yalnızca elektronların enerji kabuklarından geçişlerinde yardımcı olurlar.

Doping yapıcı maddeler veya dopantlar ya güçlü indirgen ya da güçlü yükseltgen maddelerdir. Bunlar kolaylıkla iyonlar oluşturabilen inorganik tuzlar veya bileşikler, nötral moleküller, organik dopantlar ve polimerik dopantlar olabilirler [31]. Çizelge 2.1'de çeşitli kimyasal maddelerle doping edilmiş bazı iletken polimerlerin iletkenlik değerleri verilmiştir.

Çizelge 2.1. Doping yapılmış bazı konjuge polimerlerin yapıları ve iletkenlikleri [32]

Polimer	Yapısı	Doping Yöntemi	İletkenliği (S cm ⁻¹)
Poliasetilen		Kimyasal Elektrokimyasal (AsF ₅ , I ₂ , Li, K)	500–1,5x10 ⁵
Poli(p-fenilen)		Kimyasal (AsF ₅ , Li, K)	500
Poli(p-fenilen sülfür)		Kimyasal (AsF ₅)	1
Polipirrol		Elektrokimyasal	600
Politiyofen		Elektrokimyasal	100
Poli(fenil- kinolin)		Elektrokimyasal Kimyasal (Sodyum naftalür)	50

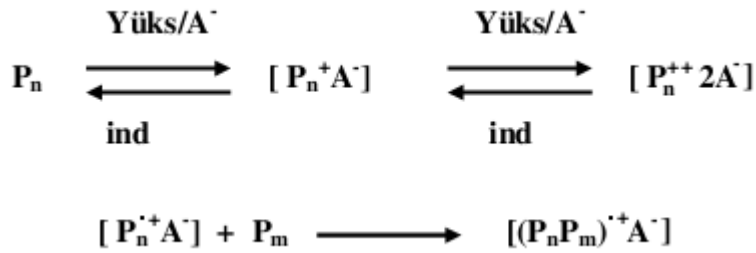
İletken polimerlerde katkılama işlemi farklı şekillerde olmaktadır:

1. Gaz fazında katkılama,
2. Çözelti ortamında katkılama,
3. Elektrokimyasal katkılama,
4. Radyasyon kaynaklı katkılama,
5. İyon-değişimi katkılamadır.

Bu tekniklerden ilk üçü daha az maliyetli olduğu için tercih edilmektedir. Gaz fazında katkılama işleminde, polimerler vakum altında katkı maddesinin buharına maruz bırakılır. Çözelti ortamında katkılama işlemi ise; katkı maddesinin çözünebildiği bir çözücünün kullanılması ile gerçekleştirilebilir [33].

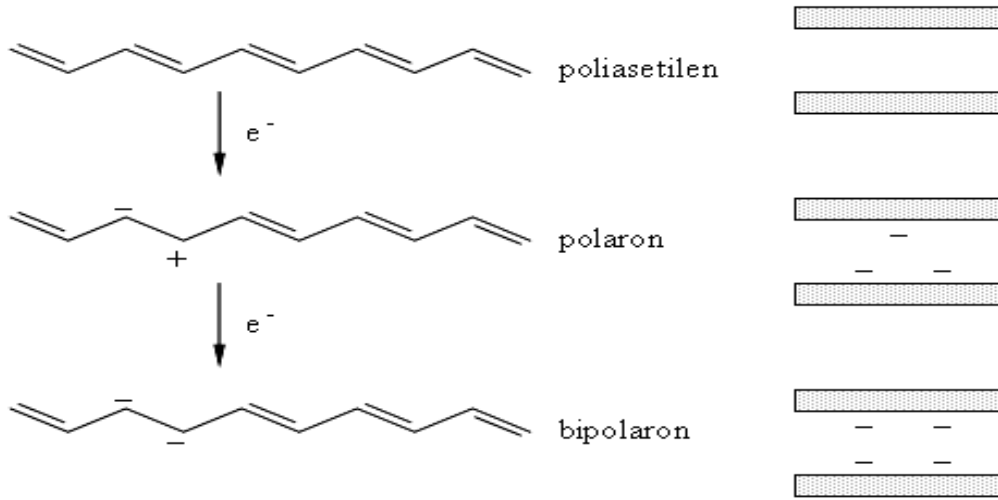
2.2.2. Soliton, polaron ve bipolaron yapıları

Bir polimerin doping edilmesi, polimeri uygun bir reaktif kullanarak tuzunu hazırlamak şeklinde kimyasal yöntemle ya da bir potansiyel uygulayarak radikalik anyon ve katyonları oluşturmak suretiyle, yani elektrokimyasal vb. yöntemlerle olur. Yükseltgenme reaksiyonu genellikle şu şekilde gösterilir.



Burada, P_n : Polimer zincirinin bir kısmını, P_m : polimeri gösterir. İlk basamak, polaron veya soliton olarak adlandırılan bir katyon veya anyon radikalinin oluşumunu, ikinci basamak ise, ikinci elektron transferinin gerçekleştiği bir dikatyon veya dianyonun oluşturduğu bipolaron oluşumunu gösterir. Bu olayların yanı sıra ilk redoks tepkimesinden sonra polimerin nötral ve yüklü kısımları arasında bir yük transferi kompleksleri oluşabilir.

Polimerin iskelet yapısına katkı yapmak üzere verilen elektrik yükü, polimerin elektronik durumunda bir değişme sağlar. Bu değişme ile üç yük boşluklarından birisi ortaya çıkar. Bunlar tek değerlikli (polaron), iki değerlikli (bipolaron) ve soliton olarak söylenir [34].



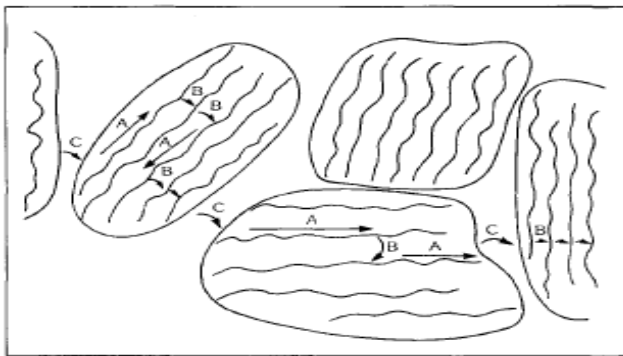
Şekil 2.2. Poliasetilende doping işlemiyle polaron ve bipolaron oluşumu [28]

2.2.3. Atlama (hopping) olayı

İletken polimerlerde iletkenliğin yalnızca uzun konjuge zincirler sayesinde oluşmadığı, polimer zincirinde elektronik yükün hareketini açıklayan başka bir faktörün rol oynadığı belirlenmiştir. Bu olaya *atlama (hopping)* denilmektedir [35].

Polimer zincirinde elektronik yükün hareketi üç şekilde olmaktadır (Şekil 2.3):

- Kristal bir yapıda zincir üzerinde
- Kristal bir yapıda zincirden zincire
- Amorf bir bölgede zincirden zincire



Şekil 2.3. Polimer zincirinde elektronik yükün taşınması: a) zincir üzerinde, b) zincirler arasında, c) parçacıklar arasında [36]

2.3. İletken Polimerlerin Sentez Yöntemleri

İletken polimerlerin sentezlenmesinde yararlanılan birçok yöntem bulunmaktadır.

1. Kimyasal polimerleşme,
2. Elektrokimyasal polimerleşme,
3. Kimyasal ve elektrokimyasal yöntemlerin birlikte kullanıldığı polimerleşme,
4. Fotokimyasal polimerleşme,
5. Metal bileşikleri ile yapılan polimerleşme (Koordinasyon polimerleri),
6. Emülsiyon polimerleşmesi,
7. Plazma polimerleşmesi,
8. Gaz fazı yöntemi,
9. Piroliz yöntemi,
10. Ara yüzey polimerleşmesi bunlardan sadece birkaçıdır.

Kimyasal polimerleşme yöntemi ile büyük miktarlarda iletken polimer sentezlemek mümkün olduğu için tüm sentez yöntemleri arasındaki en kullanışlı metottur. Ancak yükseltgenme basamağını kontrol edememek ve elde edilen ürünün safsızlıklar içermesi gibi olumsuz yönleri de bulunmaktadır. Kimyasal polimerleşmede monomerlerin radikal kationlar oluşturarak bunların birbirleri ile birleşmeleri gerçekleşmektedir. Kimyasal yöntemde uygun doping maddesi ve katalizör kullanılması önemlidir. Bu yöntemin istenilen miktarda ve ucuz bir maliyetle ürün elde edebilmesi gibi üstünlüklerinin yanı sıra yükseltgenme basamağının kontrol edilememesi ve yüksek saflıkta ürün elde etme güçlükleri gibi zayıf yönleri de vardır.

Elektrokimyasal polimerleşme yöntemi ile polimer sentezi yapılırken monomer uygun bir çözücü ve destek elektrolitle beraber polimerleşme hücrelerine konularak yapılan elektroliz sonucunda elektrolit yüzeyinde veya çözültide polimer elde edilmektedir. Elektrokimyasal polimerleşme uygun güç kaynağı kullanılarak (potansiyogalvanostat) potansiyometrik olarak yapılabilir. Polimerleşme hücresi genellikle çalışma, karşı ve referans elektrottan oluşan üç elektrotlu bir sistemdir. Hücre içine konulan sulu ve susuz ortamdaki monomer çözültisinin dönüşümlü voltametri (CV) tekniği ile uygun bir voltamagramı alınarak sabit akım veya sabit potansiyelde polimerleşmesi gerçekleştirilmektedir.

Burada dikkat edilmesi gereken nokta; monomerin yükseltgenme veya indirgenme potansiyelinde çözücü olarak destek elektrolit veya elektrotların tepkime vermemesidir.

Elektrokimyasal yöntemle tek basamakta polimer elde edilebildiği gibi yüzeyde toplanan polimer destek materyaline ihtiyaç olmaksızın film halinde yüzeyden alınabilmektedir. Ayrıca farklı elektrolitlerde hazırlanan filmler farklı özelliklere sahip olmaktadır [37].

Kimyasal ve elektrokimyasal yöntemlerin birlikte kullanıldığı polimerleşme yöntemi aslında elektrokimyasal yöntemden pek farklı değildir. Ancak değişik amaçlar için kullanılan monomerler önce bir kimyasal işleme tabii tutularak dimer, trimer haline veya iki monomerin birbirine bağlanmasından oluşan yeni bir monomere dönüştürülür. Sonra elektrokimyasal işlem uygulanır.

Fotokimyasal polimerleşme yöntemi, güneş ışığı varlığında veya UV lambası gibi ortamlarda gerçekleşmektedir. Bu teknik, fotobaşlatıcılarla polimerleşme reaksiyonunun başlatılmasına dayanır [38]. Örneğin tiyofenin fotokimyasal polimerleşmesi için rutenyum (II) kompleksleri fotobaşlatıcı olarak kullanılmıştır [39]. Fotoışınlama ile rutenyum (II), rutenyum (III)'e yükseltgenmekte ve polimerleşme bir elektron aktarım ile başlamaktadır.

Metal bileşikleri ile yapılan polimerleşme yöntemi ile ilgili ilk çalışma 1950'lerde vinil ferrosen'in radikalik olarak polimerleştirilmesidir [40]. Burada monomerdeki tüm çift bağların polimerde kaldığı diğer tüm polimerleşmelardan farklılığı ile ayrıcalıklı bir tekniktir. Bu yöntemde kullanılan katalizörler Ziegler-Natta polimerleşmeunda kullanılanlara benzer hatta aynı olabilir yani geçiş metali organometalik olarak alkillenmiş bileşiklerdir.

Emülsiyon polimerleşmesi yönteminde ise monomer apolar veya zayıf bir polar çözücü ile asidik bir tuz, emülsiyon oluşturan dodesil benzen sülfonik asit (DBSA) gibi bir yüzey aktif bir madde ile eş zamanlı karıştırılmakta, belirli sıcaklık ve süre sonunda viskoz bir emülsiyon oluşmaktadır. Bu emülsiyon da çöktürülerek saflaştırılmakta ve iletken polimer elde edilmektedir [41].

Plazma polimerleşmesi yöntemi, oldukça ince ve düzgün tabakaların (50-100 Å) hazırlanması için kullanılan bir tekniktir. Elektrik deşarjı düşük sıcaklıkta “soğuk” plazma yaratmak için kullanılmaktadır. Bu tekniğin avantajı; dönüşümlü kaplama için farklı adımların elimine edilmesidir.

Gaz fazı yönteminde; genellikle monomer, yalıtkan bir polimer matriksi ve bir yükseltgen madde karışımına belli bir sıcaklıkta maruz bırakılarak buhar fazında polimerleştirilip çöktürülmekte ve bu şekilde iletken polimer veya kompozitler hazırlanmaktadır [42].

Piroliz yöntemi, uzun aromatik yapılar oluşturmak için heteropolimerin ısıtılarak heteroatomun uzaklaştırılmasıyla iletken polimer sentezlenmesi işlemidir. Polimer hidroliz ürünü, piroliz şartlarını içeren kararlı polimerin doğasına ve şekline bağlı olarak bir film veya toz halinde olabilir.

İki fazlı bir sistemin ara yüzeyinde iletken polimer sentezlenmesine ara yüzey polimerleşmesi denir. Bu yöntemde, bir tuzun sulu çözeltisi ve bir asit çözeltisinin karışımından oluşan polar bir faz ile monomer ve benzen, toluen gibi çözücülerin karıştırılmasıyla oluşan apolar bir faz arasındaki ara yüzeyde iletken polimer sentezlenmektedir [43].

2.4. İletken Polimerlerin Kullanım Alanları

Yüksek çevresel kararlılıkları ve iyi elektriksel özellikleri ile bunların türevlerinden elde edilen iletken polimerler, metallerin yerini alarak elektrik ve elektronik endüstrisinde oldukça çeşitli kullanım alanlarına sahiptir.

İletken polimerlerin bazı kullanım alanları aşağıda verilmiştir.

- Şarj olabilen pil yapımında,
- Diyot, transistör, kapasitör yapımında,
- pH sensörlerinde,
- Biyosensörlerde,
- Fotoelektrokimyasal hücrelerde,
- Gaz sensörlerinde,
- Elektrokromik aletlerde,
- Elektronik aletlerde,
- İyon seçici elektrot yapımında,
- Korozyon inhibitörü olarak,
- Elektroeolojik çalışmalarda,
- Antistatik elemanlarda,
- Elektromanyetik kalkan olarak,
- Askeri malzeme ve kaplamada,
- Membranlarda kullanılabilir.

2.5. Politiyofen

Politiyofen, iletken polimerler arasında çevresel ve termal kararlılığı iyi olmasından dolayı yaygın kullanılan bir polimerdir. Literatürde tiyofenin polimerleşmesinde üç yöntem daha sık kullanılmıştır: (1) elektropolimerleşme, (2) çifte bozunma polimerleşmesi, (3) kimyasal polimerleşme [44].

İletken polimerler arasında tiyofen gruplu polimer ve oligomerlerinin elektriksel özellikleri ve çevresel kararlılıklarından dolayı birçok uygulama alanları olduğundan [45-47], dopinglendiğinde yüksek iletkenlik göstermesi, politiyofen yapısında çok sayıda aromatik halkanın art arda dizilmesi sonucu delokalize olabilen π orbitallerinin varlığı ve zayıf dopantlarla bile polimerleşebilmesi gibi birçok olumlu özellikleri sayesinde araştırmacıların ilgisini çekmiştir [48].

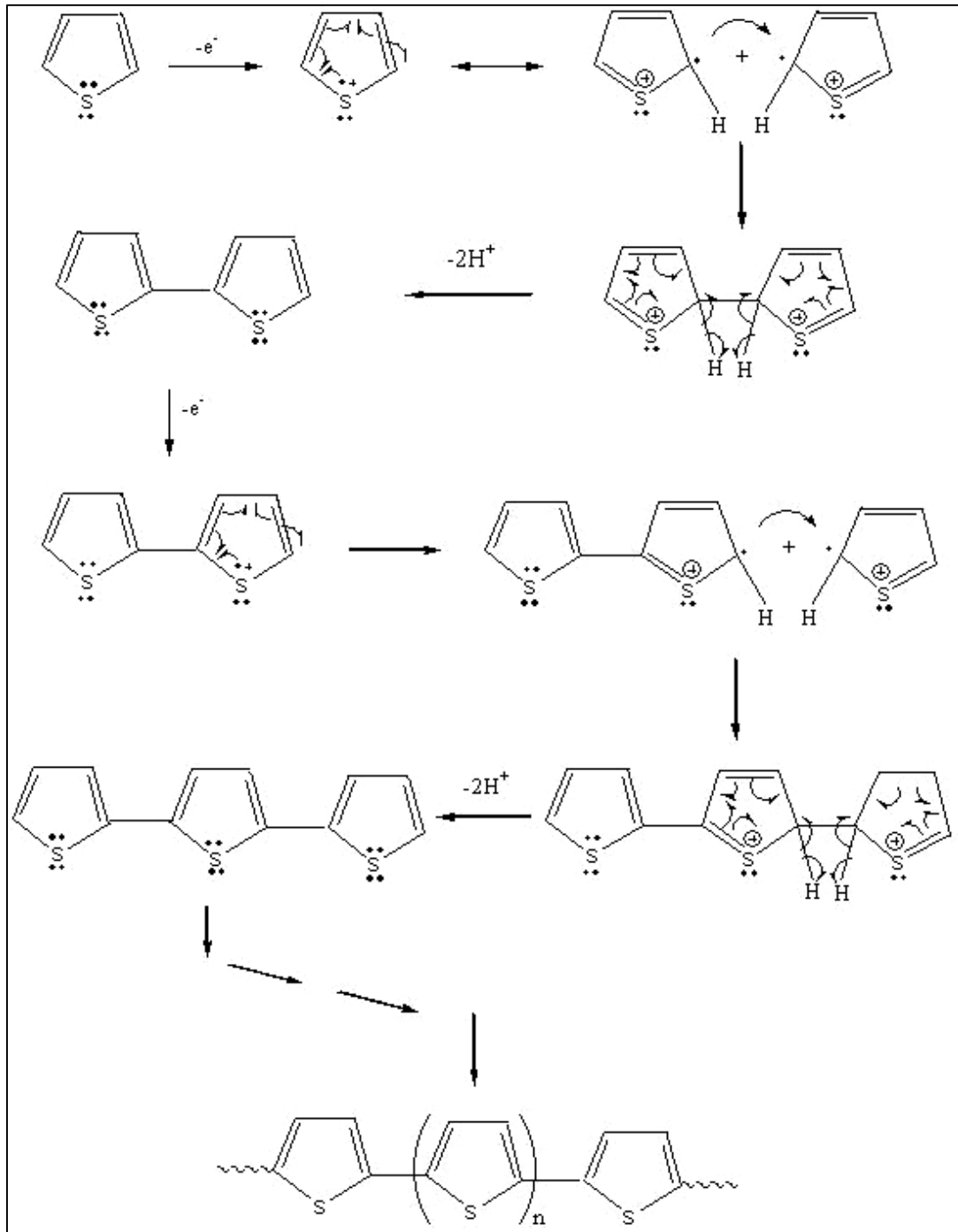
2.5.1. Politiyofenin polimerleşme mekanizması

Yapılan bir çalışmada, $n_{\text{monomer}}/n_{\text{yükseltgen}}$ oranını 1/2 alınmıştır ve yükseltgen olarak FeCl_3 kullanıldığı PT'nin sentezinde verimi %88, iletkenlik değerini de $1,90 \times 10^{-3} \text{ S cm}^{-1}$ olarak bulunmuştur [49]. Ayrıca PT'ye ait manyetik duyarlılık değerinin pozitif olduğu ve iletkenlik mekanizmasının polaronlar üzerinden yürüdüğü belirtilmiştir.

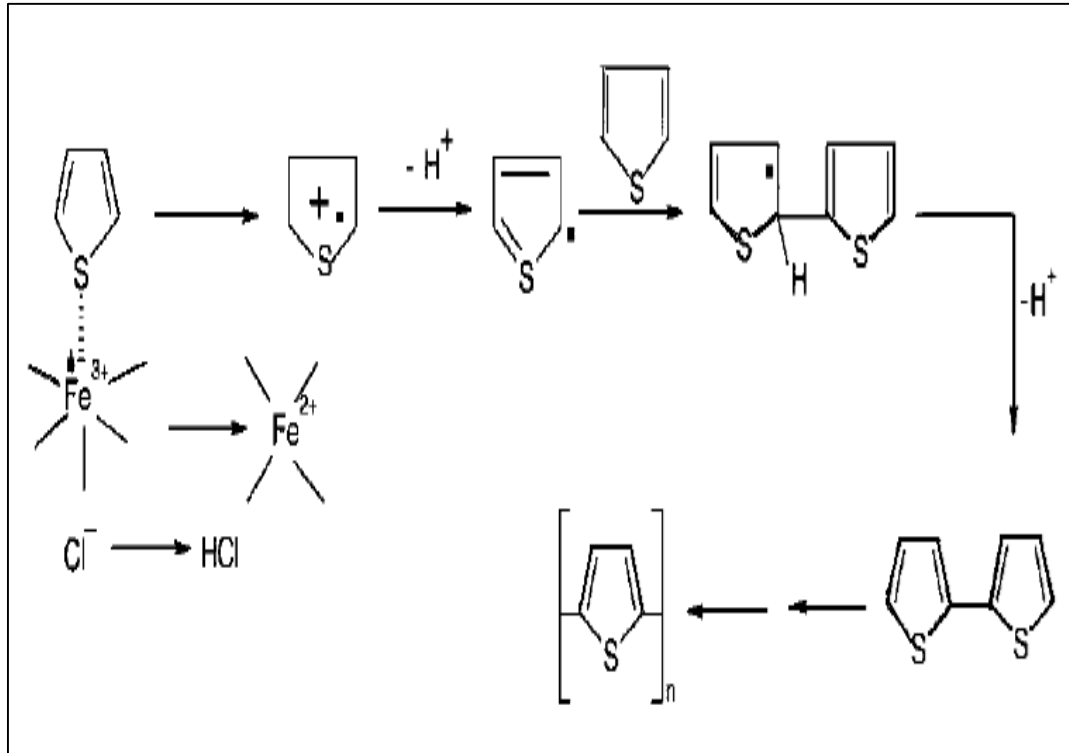
Tiyofenin polimerleşme mekanizması Şekil 2.4'te verilmiştir [50].

Yapılan başka bir çalışmada [51], kimyasal yöntemle susuz CHCl_3 ortamında FeCl_3 tuzu kullanılarak politiyofen sentezi gerçekleştirilmiş ve Şekil 2.5'teki gibi bir polimerleşme mekanizması önerilmiştir.

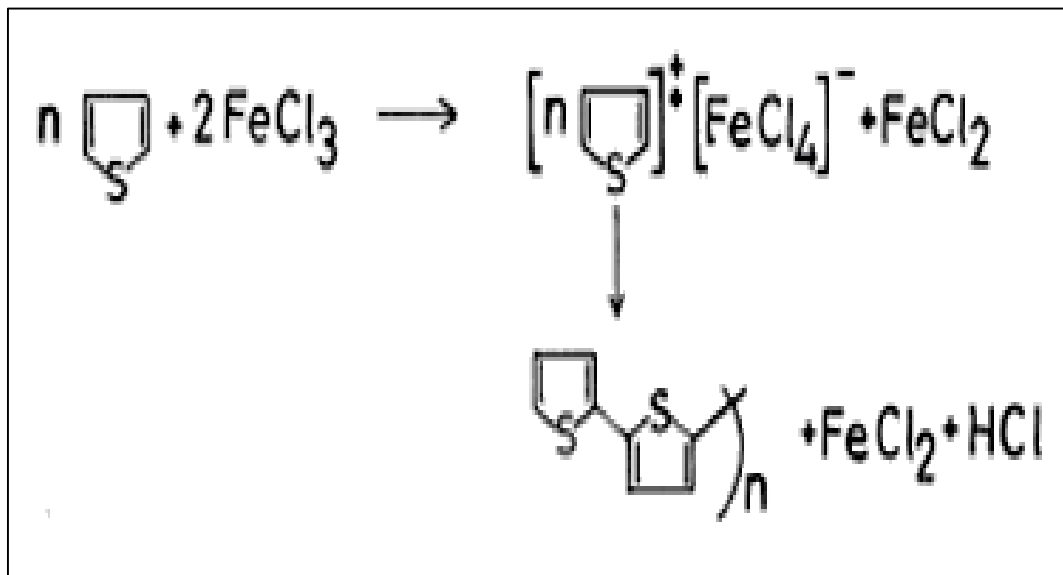
Ayrıca tiyofen kimyasal yöntemle, susuz ortamda, FeCl_3 tuzu kullanarak sentezlenmiştir ve polimerleşme tepkimesi Şekil 2.6'da verilmiştir [52].



Şekil 2.4. Tiyofenin polimerleşme mekanizması [50]



Şekil 2.5. Tiyofenin CHCl_3 içinde FeCl_3 ile polimerleşme mekanizması [51]



Şekil 2.6. Tiyofenin homopolimerleşmesi [52]

2.6. Poli(vinil asetat)

Vinil asetat monomeri 1912 yılında Almanya’da bulundu. Ticari gelişmeler 1925 yılında Almanya’da başladı. Ticari polimerleşme olarak 1929 yılında ilerlemeler başladı. 1930 yılında Emil Lumbeck, “Double-Fan” kanunıyla bu gelişmelere öncülük etti. Bu Avrupa da “Lumbeck Sistem” olarak bilinmektedir. Poli(vinil asetat)’ın özel formülasyonu ile iyi bir stabilite sağlanmıştır.

Poli(vinil asetat) renksiz ve kokusuzdur. Suda, benzinde ve yağlarda çözünmez. Düşük moleküllü alkollerde, esterlerde, benzende ve klorlu hidrokarbonlarda çözünür. PVAc; kâğıt, ağaç, porselen, metal, cam yapıştırıcılarının imalinde, kâğıt kaplamada, tekstilde, poli(vinil alkol) ve asetatların eldesinde kullanılır.

2.7. Poli(dimetilsiloksan)

Polisiloksanlar inorganik ve yarı inorganik polimerler arasında eşsiz yere sahiptirler. Si-O iskeleti, polimerlerin bu sınıfına merak uyandıran birçok özellik kazandırmaktadır. Örneğin; bu bağların uzunluğu, siloksan polimerlere büyük ölçüde termal kararlılık kazandırır.

Silikonlar yüksek sıcaklıklardaki mükemmel dayanıklılıkları, UV radyasyonu ile bozunmamaları, yüzey özellikleri iyi dielektrik nitelikleri nedeniyle her geçen gün artan bir şekilde organik kaynaklı polimerlerin yerini almaktadır.

Poli(dimetilsiloksan) polimeri çok iyi yalıtıcıdır. Dielektrik özellikleri süstitüentler ile değiştirilebilir. Eğer yapıya geniş yan gruplu bir hidrokarbon (örneğin, n-oktil) yerleştirilirse, direnç ve dielektrik sabiti hidrokarbon akışkanlarınkine yakın değerlere ulaşır. Yapıya çok sayıda polar grup takıldığında ise, dielektrik sabitleri hidrokarbonlarınkinden tam 8 kat daha büyük olur. Silikonlar ısı bozunma veya yanmadan sonra elektriksel yalıtım özelliklerini kaybetmeyen yegâne polimerlerdir [53].

Silikon elastomerler düşük camısı geiř ve erime sıcaklıkları, zayıf moleküller arası baėları ve yüksek zincir hareketlilikleri ile tanımlanırlar. Silikon elastomerler 70°C'e kadar özelliklerini kaybetmezler. Yüksek sıcaklık ve oda sıcaklığında vulkanize edilebilen (apraz baėlanabilen) silikon elastomerler mevcuttur. apraz baė yoğunluėu elastomerik özelliklerini deėiřtirir [54].

2.8. Kompozit Malzemeler

İki veya daha fazla farklı maddenin (veya malzemenin) makroskobik düzeyde birleřtirilmesi ile elde edilen yeni malzemeler *kompozit* olarak adlandırılmaktadır [55]. Kompozitlerin hazırlanmasında temel ama, farklı maddelerin iyi özelliklerini bir malzeme altında toplayabilmektir [28]. Yalıtkan polimer matriksi kullanılarak iletken kompozit hazırlanmasındaki temel ama ise, hem yalıtkan polimer matriksinin mekanik özelliklerini taşıyan hem de iletken polimerlere yakın iletkenlik gösteren kompozitler oluřturmaaktır. Polimer kompozitlerinin kullanımındaki artışın sebebi, yeni polimer sentezlemeye ihtiya duyulmadan polimer özelliklerinin modifikasyonu için metot saėlamasıdır. Kompozit materyallerden beklenen geliřmeler, polimer matriksi mekanik özellikleri kuvvetlendirirken, gerekli iletme davranışının saėlandığı iletken polimerden oluřmasıdır. Diėer bir deyiřle, yaygın kullanımı olan polimerlerin iletken polimerlerle kombinasyonu belirli elektriksel özellikli yeni polimerik malzemelerin ortaya ıkmasına izin vermiřtir [56].

Plastikleřtirici rolü oynayan uygun bir katkı ile iletken polimerlerin blendlerini hazırlayarak [29] özelliklerinin iyileřtirildiėi fiziksel yöntemler de bulunmaktadır [57]. Fiziksel, kimyasal, mekanik, ısıl, iřlenebilme ve özünürlük özellikleri iyi olmayan iletken polimerlerin bu kusurlarını iyileřtirmek veya yeni iletken polimerik sistemler elde etmek için eřitli modifikasyon yöntemleri uygulanmaktadır. Bu iřlemler daha ok kimyasal veya elektrokimyasal yöntemlerle yapılmakta ve bir iletken polimerin bir yalıtkan matriksi veya bařka bir iletken polimer ile kombinasyonu řeklinde gerekleřtirilmektedir.

Kompozit malzemelerin sağladığı başlıca avantajlar:

- Geniş renk ve desen seçenekleri,
- Özgül mukavemet,
- Hafiflik,
- Yüksek dielektrik direnç,
- Korozyon dayanımı,
- Çeşitlilik,
- Kalıplama kolaylığı,
- Tasarım esnekliği,
- Şeffaflık özelliği,
- Yanmazlık özelliği,
- Isıl dayanım,
- Tamir edilebilirlik,
- İşlenebilirlik,
- UV ışınlarına dayanım,
- Montaj kolaylığı,
- Ekonomiklidir.

Kompozit malzemelerin kullanım alanları:

- Tıp alanında,
- Kimya endüstrisinde,
- İnşaat ve yapı sektöründe,
- Gıda ve tarım sektöründe,
- Spor malzemelerin imalatında,
- Elektrik-elektronik teknolojisinde,
- Robot teknolojisinde,
- Savunma sanayi ve havacılık sektöründe,
- Uzay teknolojisinde kullanılır.

2.9. Nanokompozit Malzemeler

Polimerik nanokompozit malzemeler, geleneksel mikro ve makro kompozitlere oranla nispeten yüksek elastiklik modülü, yüksek mukavemet, ısı kararlılık, düşük gaz geçirgenliği gibi özellikler gösterirler [58]. Bunlara ilaveten bu malzemelerin çok iyi elektriksel iletkenlikleri de sağlanabilmektedir. Nanokompozitler, yüksek mekanik ve darbe dayanımı, düşük ergime ve sinterleşme sıcaklığı, geniş hacim ve yüzey alanlarına sahip olmaları, kolay temizlenerek tekrar kullanılabilmesi ve hafif olmaları nedeniyle hem endüstriyel, hem de akademik olarak önem kazanmıştır.

Polimerik malzemelerin farklı sıcaklıklarda ve uzun zamanlı kullanımında önemli oranda boyutunu değiştirmemesi yani ısı kararlı olması istendiğinden dolayı nanokompozit malzemeler tercih edilebilir. Çünkü nanokompozitlerde nanoboyutlu inorganik katkı maddeler ısı kararlılığı artırmaktadır [59].

Nanokompozit malzemelerin kullanım alanları:

- Elektronik endüstrisi,
- İlaç endüstrisi,
- Biyomühendislik,
- Uçak endüstrisi,
- Savunma sanayii'dir.

Ayrıca manyetik alanda kuvvetle çekilen magnetit katkılı nanokompozit filmleri aşağıda verilen pek çok potansiyel kullanım alanına sahip özellikleri içerir:

1. Kil temizlemede (Demirli minerallerin ayrımı),
2. Ağır metallerin atık sıvılardan temizlenmesinde,
3. Kireç taşı ve dolomit temizlemede,
4. Refrakter kalsine malzemelerinin temizlenmesinde (Tenör yükseltme),
5. Bor zenginleştirmede (Demirli içerikler, kil, arsenik ve mika uzaklaştırılması),
6. Kromit zenginleştirmede,
7. Manyetik zenginleştirmede,
8. Sıvılar içindeki demir bileşiklerinin ayrılmasında,

9. Öğütülmüş endüstriyel hammaddelerin ve gıda ürünlerinin üretimi sırasında demir kirliliklerinin ayrımında,
10. Yüksek alan şiddetli manyetik çubuklar, seramik, cam, gıda, plastik, madeni yağ, boyalar, kuru ve sıvı ortamlarda demir ve diğer manyetik metallerin tutulmasında kullanılır.

2.10. Manyetik Özellikler

Herhangi bir malzemenin manyetik özellikleri, uygun bir yöntem kullanarak bulunabilmektedir. Bu şekilde malzemeler manyetik özelliklerine göre sınıflandırılmaktadır. Manyetik dizilimler Şekil 2.7’de görülmektedir.



Şekil 2.7. Bazı manyetik dizilimler

2.10.1. Diyamanyetizma

Diyamanyetik malzemeler, zayıf manyetik özelliğe sahiptirler. Diyamanyetizma, uygulanan dış manyetik alana paralel, eksi yönde alınganlıktır. Malzemelerin hepsi biraz diyamanyetik özellik gösterirler. Faraday Yasası'na göre, diyamanyetik bir malzemeye manyetik alan uygulandığında, malzemedeki elektronları ivmelendiren bir elektromotor kuvvet (emk) oluşur. Ortaya çıkan elektrik akımı, uygulanan manyetik alana ters yönde olur (Lenz Yasası). Uygulanan manyetik alana zıt yönde mıknatıslanma oluşur. Bu olaya *diyamanyetizma* denilmiştir.

2.10.2. Paramanyetizma

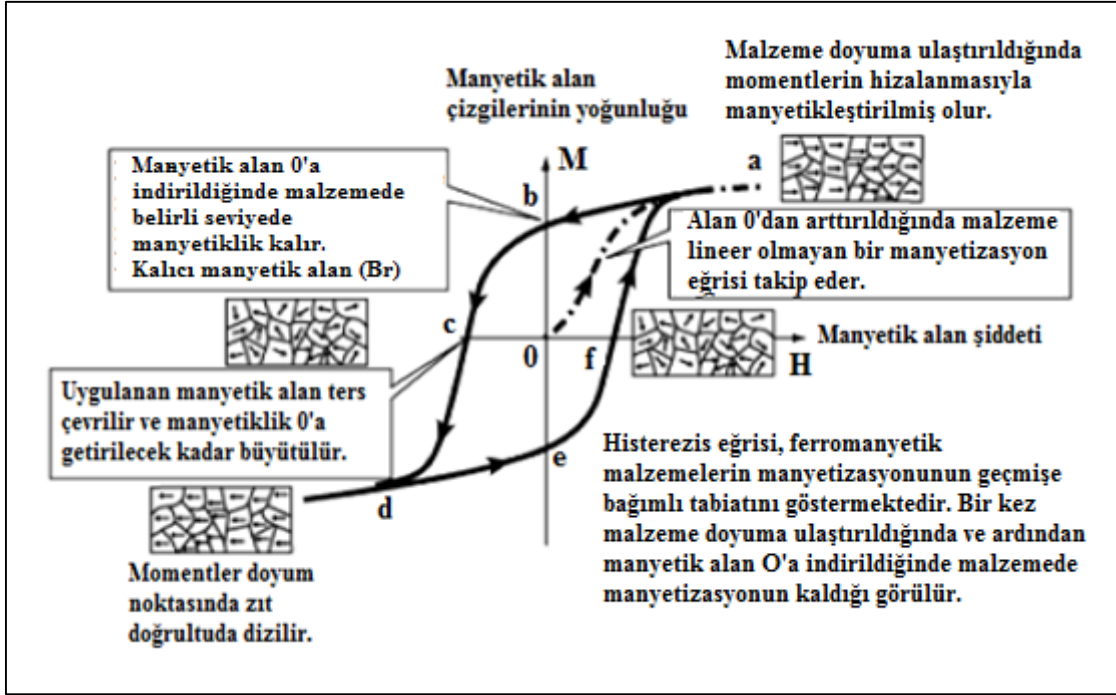
Paramanyetizma, uygulanan dış manyetik alana paralel artı yönde alınganlıktır. Burada atomların eşleşmemiş elektronları olduğu için manyetik momentleri sıfırdan farklıdır. Manyetik alan olmadığında manyetik momentler rastgele sıralanmaktadır. Çünkü komşu atomlardaki manyetik momentler birbirleriyle birbirleriyle çok zayıf etkileşirler ve birbirinden bağımsızdırlar. Manyetik alanın uygulanmasıyla manyetik momentler, alan yönü ile aynı yönlendirilir.

2.10.3. Ferromanyetizma

Ferromanyetik malzemeler, Curie sıcaklığının altında ve manyetik alan yokluğunda da kalıcı manyetik momente sahiptirler. Bu malzemeler, kendiliğinden doyum değeri (M_s) sahip manyetik bölgelerden oluşur. Ferromanyetizmada, uygulanan manyetik alanın kaldırılmasıyla manyetik özellikler devam etmektedir. Ayrıca ferromanyetik malzemeler iletken olmalarından kaynaklanan akım kayıplarına neden oldukları için teknolojik uygulamalar için elverişli değildirler.

Histerezis çevrimi

Mıknatıslığını tamamen kaybetmiş bir malzemeye dış manyetik alan uygulandığında, bu uygulanan manyetik alan ile akı yoğunluğu ölçülerek histerezis eğrisi elde edilir. Histerezis eğrisinde düşey eksenindeki M , manyetik akı yoğunluğunu, yatay eksenindeki H ise uygulanan manyetik alan şiddetini gösterir. Eksenlerin kesim noktası olan O ise, mıknatıslanmanın olmadığı ve hiçbir kuvvetin uygulanmadığı anlamına gelmektedir.



Şekil 2.8. Histerezis Çevrimi [60]

Histerezis eğrisinin daralması, malzemenin kolay mıknatıslanabileceğini gösterirken genişlemesi de malzemenin zor mıknatıslanabileceğini gösterir.

2.10.4. Antiferromanyetizma

Antiferromanyetizmada, manyetik momentlerin büyüklükleri birbirine eşit ve yönleri birbirine zıttır. Manyetik alan olmadığında mıknatıslanma sıfırdır. Manyetik alan uygulandığında artı ya da düşük değerli mıknatıslanma gözlenir.

2.10.5. Ferrimanyetizma

Ferromanyetik malzemelerde olduğu gibi ferrimanyetik malzemelerde de kalıcı mıknatıslanma görülmektedir. Ferrimanyetizmada, manyetik momentler birbiri ile zıt yönlü ve büyüklükleri birbirine eşit değildir. Ferrimanyetik malzemeler yalıtkan olmalarının yanı sıra ferromanyetik malzemelerde görülen yüksek mıknatıslanma değerine sahiptirler.

3. MATERYAL VE METOT

3.1. Deneyde Kullanılan Kimyasal Maddeler, Aletler, Cihazlar ve Teknikler

3.1.1. Kimyasal maddeler

Çizelge 3.1. Deneyde kullanılan kimyasal maddeler

Kimyasal Madde	Temin Edilen Üretici Firma
Tiyofen (\geq %99 saflıkta)	Sigma Aldrich
Demir (III) klorür (susuz, $M_A=162,21$ g/mol, \geq %98 saflıkta)	Merck
Poli(vinil asetat) (\bar{M}_w : 83,000, d: 1,19 g/cm ³)	Sigma Aldrich
Poli(dimetilsiloksan) (d: 0.98 g/cm ³)	Acros Organics
Kloroform (d=1,479-1,489 g/mL, \geq %99 saflıkta)	Sigma Aldrich
Dimetilformamit (d: 0.94 g/mL, \geq %99 saflıkta)	Merck
Tetrahidrofuran (d: 0,887-0,889 g/mL, \geq %99 saflıkta)	Fluka Analytical
Demir (II) klorür tetrahidrat ($M_A=198,93$ g/mol, \geq %99 saflıkta)	Aldrich
Demir (III) klorür heksahidrat ($M_A=270,30$ g/mol, \geq %97 saflıkta)	Aldrich
Potasyum tiyosiyanat ($M_A=97,18$ g/mol, %98 saflıkta)	Merck

3.1.2. Aletler, cihazlar ve teknikler

Etüv

Sentezlenen polimer ve kompozitler, dijital göstergeli, sıcaklık aralığı 10-260⁰C olan, Memmert marka UNE 400 model (Germany) etüvde kurutuldu.

Vakum etüvü

Sentezlenen polimerler ve kompozitler, 150 mbar'a kadar inebilen Heraeus Marka D-6450 Model (Hanau, Germany) vakum etüvünde kurutuldu.

Terazi

Deneyde 0,01 g duyarlılıkta 220 g kapasiteli tartım yapabilen Precisa Marka 320XB 220A Model (Dietikon, Switzerland) terazi kullanıldı.

Dijital kumpas

İletkenlik ve yoğunluk ölçümleri için pelet haline getirilen örneklerin kalınlıkları milimetre cinsinden Black&Decker Marka (Towson, Maryland, United States) dijital kumpas ile ölçüldü.

Pelet pres aleti

Sentezlenen polimer ve kompozit örneklerinin FTIR, iletkenlik ve yoğunluk ölçümlerinde kullanılan peletlerin hazırlanması için maksimum basma gücü 25 ton olan ve 13 mm çapında "Die" ataçmanına sahip ALMAN MALI, RETSCH marka, PP 25 model pelet pres aleti kullanıldı.

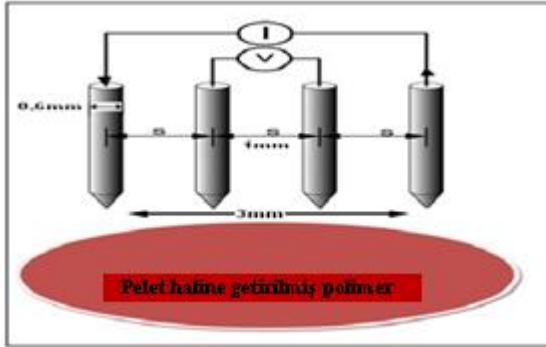
Mekanik karıştırıcı

Magnetit nanoparçacıkları ve nanokompozitlerin hazırlanmasında homojen karışımların sağlanması amacıyla ALMAN MALI, IKA marka, RW 20 dijital model aksesuarlı mekanik karıştırıcı kullanıldı.

Dört Nokta İletkenlik Ölçer (Four Probe) cihazı ve iletkenlik ölçümü

Pelet haline getirilen polimerlerin iletkenlik ölçümleri; doğru (DC) veya alternatif akım (AC) kullanılarak iki nokta veya dört nokta tekniği ile gerçekleştirilebilir. DC ölçümlerinde net yük sadece polimerin içinden geçtiği halde, AC ölçümlerinde elektriksel iletkenlik değişebilen bir elektrik alan frekansının fonksiyonu olarak ölçülür.

En sık kullanılan teknik Van Der Pauw tarafından geliştirilen dört nokta tekniğidir. Bu teknikte sıkıştırılarak pelet haline getirilen ve böylece belirli kalınlık ve alanlarda hazırlanan polimerlere dört adet elektrot yerleştirilir. İkisine belirli potansiyeller uygulanırken diğer ikisinden akım ölçülür (Şekil 3.1).



Şekil 3.1. Dört nokta tekniği ile iletkenlik ölçümünün şematik görünüşü

Polimerin iletkenliği Eş. 3.1 ile hesaplanabilir

$$\sigma = 1 / [(\pi / \ln 2) (V/I) \cdot d \cdot k] \quad (3.1)$$

σ : İletkenlik ($S \text{ cm}^{-1}$), V : Polimere uygulanan potansiyel, d : Pelet kalınlığı (mm),

I : Pelet içinden geçen akım, k : Düzeltme katsayısı ($k=0,01$)

Sentezlenen polimerlerin iletkenlikleri oda sıcaklığında ve 0-50°C aralığında ölçüm yapabilen ENTEK ELEKTRONİK FPP 470 model dijital dört nokta iletkenlik ölçer cihazı kullanılarak ölçüldü. 0,065 g standart kütlede tartılan örnekler 5 ton cm^{-2} basınç altında sıkıştırılıp 1,3 cm çapında, 0,65-0,83 mm kalınlıklarında peletleri hazırlandı. Hazırlanan örneklerin DC iletkenlikleri prop aralığı 1 mm, prop çapı 0,1 mm olan dört nokta iletkenlik ölçer cihazı ile oda sıcaklığında iletkenlik ölçümü yapıldı. Sıcaklığa bağlı iletkenlik ölçümleri de dört nokta tekniği kullanılarak yapıldı ve sıcaklığa bağlı iletkenlik değişimleri belirlendi.

Gouy terazisi

Örneklerin manyetik duyarlılık (gram manyetik suseptibilite) ölçümleri Sherwood Marka, Scientific MKI Model (St Louis, UK) Gouy Terazisi ile oda sıcaklığında yapıldı. İnce toz haline getirilen örnekler, boyu 7 cm, çapı 0,3 cm olan pyreks tüp içine 1,5 cm'den az olmamak üzere konuldu. Sonra bu tüp manyetik alandan uzak tutulan Gouy terazisinin ölçüm deliğine yerleştirildi ve sabit bir değer okunana kadar beklenerek ölçümler alındı. Gram manyetik duyarlılık (χ_g) Eş. 3.2 ile hesaplandı.

$$\chi_g = \frac{C_{Bal} \times L \times (R - R_o)}{10^9 \times m} \quad (3.2)$$

Bu eşitlikte,

χ_g : gram manyetik duyarlık ($\text{cm}^3 \text{g}^{-1}$),

C : cihazın kalibrasyon sabiti ($1002/R_{std}-R_0$),

L: cam tüpteki numune boyu (cm),

R: numunenin ölçüm değeri,

R_0 : boş tüpün ölçüm değeri,

m: numune kütlesi (g)'ni ifade etmektedir.

Yoğunluk ölçümleri

Sentezlenen polimerlerin yoğunlukları; polimerlerin kütleleri ve hacimleri belirlenerek hesaplandı. Polimer numuneleri 0,065 g standart kütlede tartıldı ve 5 ton cm^{-2} basınç altında sıkıştırılarak 1,3 cm çapında peletler haline getirildi. Pelet haline getirilen örneklerin kalınlıkları (h) dijital kumpas ile ölçüldü. Silindirin hacmini veren $V = \pi r^2 h$ formülünden peletlerin hacmi g cm^{-3} cinsinden hesaplandı. Peletler tartılarak kütleleri belirlendi. $d = \frac{m}{V}$ formülü kullanılarak örneklerin yoğunlukları hesaplandı.

Fourier Transform Infrared Spektroskopisi (FTIR)

Örneklerin FTIR spektrumları Nicolet 6700 FTIR (USA) spektrometre kullanılarak 525–4000 cm^{-1} aralığında alındı.

Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM)

Magnetit, üçlü kompozit ve nanokompozit filmlerinin SEM fotoğrafları, ODTÜ Merkez Laboratuvarında QUANTA 400F model SEM cihazı ile alındı.

Geçirimli Elektron Mikroskobu (TEM)

Magnetit nanoparçacık boyutları, ODTÜ Merkez Laboratuvarında Jeol 2100F HRTEM model yüksek çözünürlüklü geçirimli elektron mikroskobu kullanılarak görüntülendi.

X-Işını Kırınımı cihazı (XRD)

Polimerlerin XRD spektrumları ODTÜ Merkezi Laboratuvarı'nda, Rigaku Marka Ultima-IV Model (Japan) X-Işını Kırınım Cihazı ile dalga boyu 1,54018 Å olan Cu K_{α} ışınları ile 0,02°/dakika tarama hızında 10-60° aralığında alındı.

Atomik Kuvvet Mikroskobu (AFM)

Düzgün bir film halinde elde edilebilen kompozit ve nanokompozit filmlerine ait AFM görüntüleri, Vecoo MultiMode V model Atomik Kuvvet Mikroskobuyla tapping modunda, 241-336 kHz frekans aralığında Vecoo marka RTESP7 model Silisyum uç ile elde edildi.

Termogravimetrik Analiz (TGA) cihazı

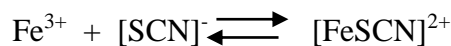
Polimerlerin ısıl bozunmaları ve kütle kayıpları; N_{2(g)} atmosferinde, 10°C dk⁻¹ ısıtma hızında, 25-900°C sıcaklık aralığında, Perkin-Elmer-STA 6000 model TGA cihazı ile incelendi.

Titreşimli Örnek Manyetometresi (VSM) cihazı

Magnetit ve nanokompozitin manyetik özellikleri, ODTÜ Merkezi Laboratuvarı'nda, ±5 Tesla manyetik alanda Cryogenic Limited PPMS cihazı ile belirlendi.

3.2. Politiyofen Sentezi

Politiyofen sentezinde, yükseltgen olarak FeCl₃, çözücü olarak kloroform kullanıldı. n_{monomer}/n_{yükseltgen} oranı 1/3 olacak şekilde 0,03 mol (2,35 mL, 2,5 g) tiyofen ve 0,09 mol (14,6 g) FeCl₃ alındı. Sentez için önce FeCl₃ üç boyunlu balona konuldu ve üzerine 50 mL kloroform ilave edildi. N_{2(g)} atmosferinde 30 dakika boyunca 45-50°C sıcaklıkta karıştırıldı. Daha sonra 50 mL kloroform+tiyofen karışımı, çözünmekte olan FeCl₃ çözeltisine damlatma hunisinden damla damla ilave edildi. Damlatmanın tamamlanmasının ardından N_{2(g)} kapatıldı ve bir gün boyunca oda sıcaklığında karıştırma işlemine devam edildi. Elde edilen PT, gouch krozesinde, su trompuyla, 90°C'daki sıcak su ile yıkandı. Süzüntü berrak oluncaya kadar yıkama işlemine devam edildi. Süzüntüdeki FeCl₃ varlığı KSCN ile test edildi ve [FeSCN]²⁺ (demir-3-tiyosiyanat) kompleksinin kırmızı rengi görülmeyinceye kadar yıkama sürdürüldü. Fe³⁺ ile tiyosiyanat [SCN]⁻ iyonları arasında meydana gelen kompleksin oluşum tepkimesi şöyledir:



Elde edilen PT, önce normal etüvde daha sonra absorblanmış çözücü ve monomeri uzaklaştırmak için vakum etüvünde 70°C'da 24 saat kurutuldu. Bu işlemler sonucunda %96 verimle PT elde edildi.

3.3. PDMS/PVAc/PT Üçlü Kompozitlerinin Sentezi

PDMS/PVAc/PT iletken üçlü kompozitlerinin sentezinde, yükseltgen olarak FeCl₃, çözücü olarak kloroform kullanıldı. PT sentezinde olduğu gibi üçlü kompozit sentezlerinde de $n_{\text{monomer}}/n_{\text{yükseltgen}}$ oranı 1/3 olarak alındı. Kütlece üç farklı yüzde (%6, %11, %15) PT içeren kompozitler sentezlendi. Öncelikle her bir yüzdeye 15 g hazırlamak üzere hesaplamalar yapıldı. Kompozitlerin sentezinde önce FeCl₃ tartılarak üç boyunlu balona konuldu. Üzerlerine kloroform ilave edildi ve çözünmesi beklendi. Sonra üzerine kloroform içinde çözülmüş PDMS ve PVAc ilave edildi ve 30 dakika N_{2(g)} geçirilerek 45-50°C sıcaklıkta karıştırıldı. Daha sonra kloroform+tiyofen karışımı damla damla ilave edildi. Tiyofen çözeltisi ilavesi bittikten sonra N₂ gazı kaldırıldı. Elde edilen karışım oda sıcaklığında 24 saat karıştırıldı.

Tepkime sonunda elde edilen kompozit, 90°C'daki su ile yıkanarak kloroform uzaklaştırıldı. PT de olduğu gibi süzme ve kurutma işlemleri gerçekleştirilip, kompozitin gerçek (deneysel) PT içeriği (%m/m) gravimetrik olarak tayin edildi.

3.4. Magnetit (Fe₃O₄) Nanoparçacık Sentezi

Magnetit nanoparçacıkları literatürden yararlanılarak [61] aşağıda belirtildiği gibi sentezlendi. 100 mL su içinde 1,99 g FeCl₂.4H₂O (0,01 mol) ve 5,41 g FeCl₃.6H₂O (0,02 mol) N_{2(g)} altında oda sıcaklığında 30 dakika karıştırılarak çözüldü. Sonra 200 mL 2M amonyak çözeltisi karışım içine eklendi ve 1000 Rpm karıştırma hızında mekanik karıştırıcı ile karıştırıldı. Elde edilen siyah çökelti (magnetit) mıknatıs kullanılarak çözülden izole edildi. Daha sonra bu siyah çökelti pH=7 (nötr) olana kadar önce su sonra aseton ile yıkandı ve 60°C'da vakum etüvünde 24 saat kurutuldu.

3.5. PT, PDMS/PVAc/PT Üçlü Kompozit ve PDMS/PVAc/PT/Fe₃O₄ Nanokompozit Filmlerinin Hazırlanması

PT' nin kırılğan ve dayanıksız film oluřturma gibi bazı zayıf yönlerinin modifiye edilerek özelliklerinin iyileřtirilmesi amacıyla yalıtkanlar ilave edilerek PDMS/PVAc/PT üçlü kompozit filmleri hazırlandı. Çeřitli çözücü karıřımları ile çözünlük testi yapılarak uygun çözücü karıřımı belirlendi. Ardından her bir kompozitten 1,5 g alınarak üzerlerine 7 mL kloroform, 7 mL dimetilformamit ve 7 mL tetrahidrofuram içeren çözücü karıřımı eklendi. Kompozitin çözünlmesi için 1 hafta manyetik karıřtırıcıda bekletildi. Çözünlme gerçekteřirildikten sonra çözünen kompozitler 6 cm çapında, 1 cm yüksekliğinde petri kaplarına dökülerek çözücünün uzaklařması saėlandı. %6, %11 ve %15 PT içeren PDMS/PVAc/PT üçlü kompozitlerin esnek, yekpare filmleri elde edildi. Kompozitlerde iletken bileřen olan PT yüzdesinin artmasıyla kırılğan hale gelen ve %30 ve %40 PT içeren PDMS/PVAc/PT üçlü kompozitlerinin ise yekpare, homojen filmleri elde edilemedi. Elde edilebilen filmler önce oda sıcaklığında daha sonra 70°C'da vakum etüvünde 24 saat kurutuldu. PDMS/PVAc/PT/Fe₃O₄ nanokompozit film dökümünde de aynı iřlemler gerçekteřirildi. Uygun çözücü karıřımının belirlenmesinin ardından, üçlü kompozit filmleri içinde daha homojen yüzeye sahip olan %11 PT içeren üçlü kompozitten 1,50 g tartıldı. Üzerine 7 mL kloroform, 7 mL dimetilformamit ve 7 mL tetrahidrofuram içeren çözücü karıřımı eklendi. Çözünlmenin gerçekteřmesi için 1 hafta beklenildi ve çözünlmenin tamamlanmasıyla birlikte üzerine 0,25 g magnetit nanoparçacıėı eklendi. Mekanik karıřtırıcıda 3 gün karıřması saėlandı ve karıřmanın tamamlanmasıyla birlikte çözünen nanokompozit 6 cm çapında, 1 cm yüksekliğinde petri kaplarına dökülerek çözücünün uzaklařması saėlandı. Esnek, yekpare ve mıknatısla çekilme özelliėi olan film elde edildi.

4. SONUÇLARIN DEĞERLENDİRİLMESİ VE TARTIŞMA

4.1. PT, PVAc, PDMS/PVAc/PT Üçlü Kompozitlerin ve PDMS/PVAc/PT/Fe₃O₄ Nanokompozitin Verim, İletkenlik, Manyetik Duyarlılık ve Yoğunluk Tayini Sonuçları

Sentezlenen PT, üçlü kompozitlerin ve nanokompozitin yüzde verim, iletkenlik, manyetik duyarlılık ve yoğunluk değerleri Çizelge 4.1’de verilmiştir:

Çizelge 4.1. PT’nin, PDMS/PVAc/PT üçlü kompozitlerinin ve PDMS/PVAc/PT/Fe₃O₄ nanokompozitin yüzde verim, iletkenlik, manyetik duyarlılık ve yoğunluk değerleri

Kompozit, Polimer (%m/m)	PT’nin polimerleşme verimi (%m/m)	İletkenlik (S cm ⁻¹)	Kütle Manyetik Duyarlılık (X _g , cm ³ /g)x10 ⁷	Yığın Yoğunluk (g/cm ³)
PDMS/PVAc/PT (%25/%60/%15)	86	4,62x10 ⁻⁵	45	1,06
PDMS/PVAc/PT (%27/%62/%11)	84	4,03x10 ⁻⁵	84	1,04
PDMS/PVAc/PT (%28/%66/%6)	75	3,59x10 ⁻⁵	57	0,98
PDMS/PVAc/PT/Fe ₃ O ₄ (%27/%62/%11)(%14)	-	5,15x10 ⁻⁵	447	1,48
PT	96	2,32x10 ⁻³	36	1,23
PVAc	-	-	-	1,19
PDMS	-	-	-	0,97

Kimyasal yöntemle n_{monomer}/n_{yükseltgen} oranı 1/3 alınarak sentezlenen PT’nin oda sıcaklığındaki iletkenliğinin 2,32x10⁻³ S cm⁻¹ olduğu görüldü. Çizelge 4.1’de PT’nin kütlece %96 verimle elde edildiği ve yoğunluğunun 1,229 g cm⁻³ olarak bulunduğu görülmektedir.

Yapılan bir çalışmada [62]; kompozitin doping düzeyine bağlı olarak elektriksel iletkenliğinin değiştiği tespit edilmiştir. Doping miktarının artmasıyla, kompozitin elektriksel iletkenliğinin ve polimerleşme veriminin de arttığı belirtilmiştir. Başka bir çalışmada da, susuz FeCl_3 kullanarak kimyasal yöntemle sentezlenen politiyofenin iletkenliği $4 \times 10^{-4} \text{ S cm}^{-1}$ olarak rapor edilmiştir [63]. Bu sonuçlar göz önünde bulundurulduğunda; sentezlenen PT'nin iletkenliğinin, literatür ile uyumlu olduğu görülmektedir.

Sentezlenen PT'nin $+36 \times 10^{-7} \text{ cm}^3 \text{ g}^{-1}$ manyetik duyarlılık değerine sahip olduğu bulundu. Buradan PT'nin polaron yapıda olduğu sonucuna ulaşıldı. Bu sonuç, PT'nin paramanyetik özellikte olduğunu ve iletkenlik mekanizmasının polaronlar üzerinden yürüdüğünü göstermektedir [49, 64]. Gouy terazisi ölçümlerinden elde edilen sonuçlara göre, PDMS/PVAc/PT kompozitlerinin PT de olduğu gibi paramanyetik özellik gösterdikleri ve iletkenlik mekanizmalarının da polaronlar üzerinden yürüdüğü anlaşıldı.

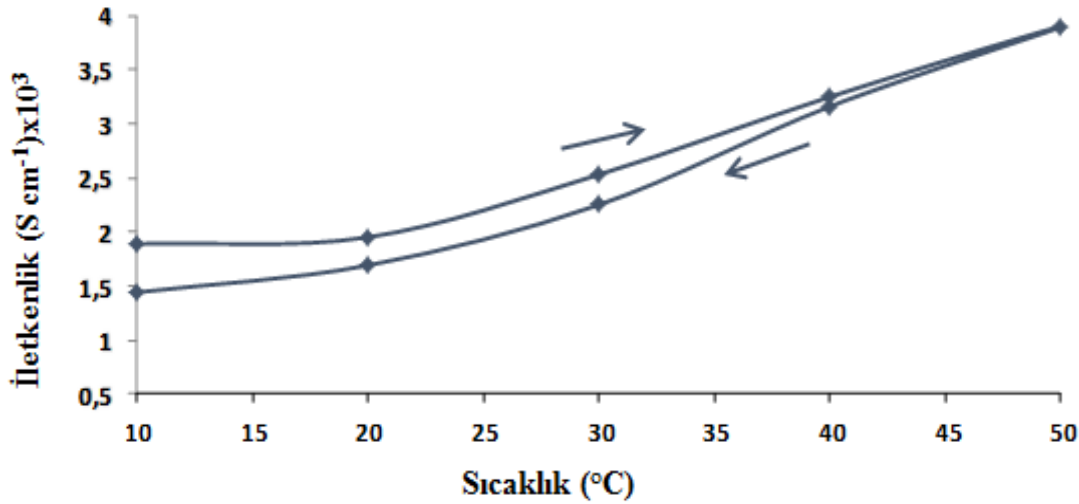
PDMS/PVAc/PT kompozitlerindeki PT'nin polimerleşme verimi sonuçlarına incelendiğinde (Çizelge 4.1), kompozitteki PDMS ve PVAc miktarlarının artışıyla genellikle PT'nin polimerleşme veriminin düştüğü görülmektedir. Bu durum, PDMS ve PVAc miktarlarının artışıyla sentez ortamının yoğunluğunun artmasından ve yalıtkan PDMS ve PVAc matriksinin, tiyofen monomerlerinin ve oluşturduğu makroradikallerin polimerleşmek üzere bir araya gelmelerinin güçleşmesinden kaynaklanabilir.

Çizelge 4.1'de PDMS/PVAc/PT kompozitlerinin ve PDMS/PVAc/PT/ Fe_3O_4 nanokompozitinin iletkenlik değerleri görülmektedir. Kompozitler arasında en yüksek iletkenlik $4,62 \times 10^{-5} \text{ S cm}^{-1}$ ile PDMS/PVAc/PT (%25/%60/%15) kompozitinde, en düşük iletkenlik $3,59 \times 10^{-5} \text{ S cm}^{-1}$ ile PDMS/PVAc/PT (%28/%66/%6) kompozitinde görüldü. Ayrıca yapıya magnetitin girmesi ile iletkenlik değerinin artarak $5,15 \times 10^{-5} \text{ S cm}^{-1}$ 'e ulaştığı görüldü. Çizelgede, iletkenliğin politiyofen miktarına bağlı olarak değiştiği görülmektedir. Kompozitlerdeki iletken polimer oranı arttıkça, iletkenlik değerleri artmaktadır. İletkenlik değerlerindeki bu artışlar, polimerin konjugasyon uzunluğu, polimerdeki dopant miktarı ve yük taşıyıcı miktarının artışı ile açıklanabilir [65].

PDMS/PVAc/PT kompozitlerin yığın yoğunluk sonuçları Çizelge 4.1’de görülmektedir. Çizelge incelendiğinde, PT içeriği en fazla olan PDMS/PVAc/PT (%15) kompozitinin en yüksek yığın yoğunluğa sahip olduğu, PT içeriği en az olan PDMS/PVAc/PT (%6) kompozitinin de en düşük yığın yoğunluğa sahip olduğu görülmektedir. PDMS ve PVAc’nin yoğunlukları sırasıyla 0,97 ve 1,19 g cm⁻³ olup, bu değerler PT’nin yoğunluğundan (1,23 g cm⁻³) az olduğundan kompozitlerdeki PT yüzdesi arttıkça yığın yoğunluk değerlerinin arttığı görüldü.

4.2. PT, PDMS/PVAc/PT Üçlü Kompozitlerin ve PDMS/PVAc/PT/Fe₃O₄ Nanokompozitin Sıcaklığa Bağlı İletkenlik Ölçümü Sonuçları

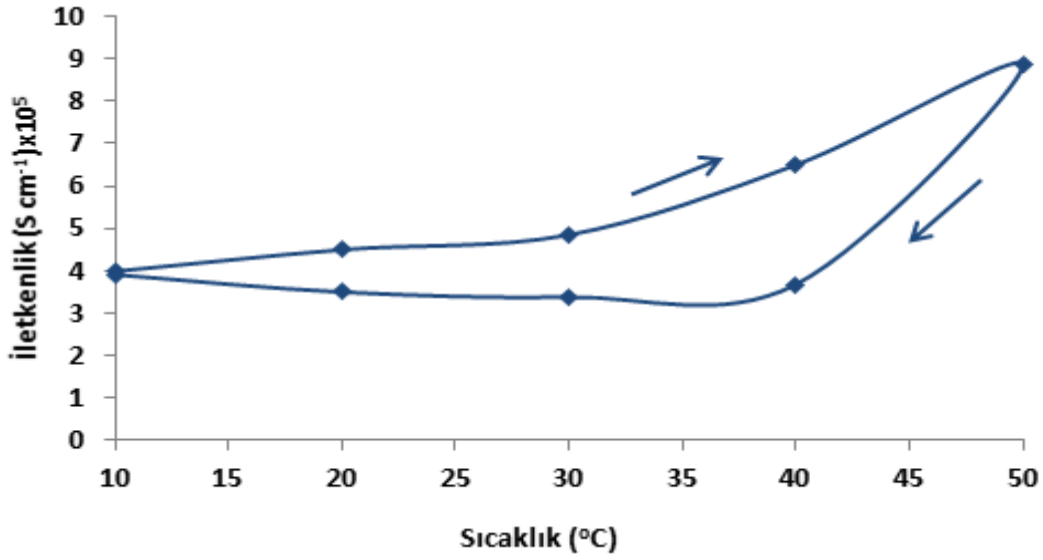
Şekil 4.1’de PT’nin 10-50°C sıcaklık aralığındaki döngüsünde, iletkenliğinin sıcaklığa bağlılığı görülmektedir. PT’nin iletkenlik döngüsünde, sıcaklık artışı ile iletkenliğin arttığı ve azalması ile de iletkenliğin azaldığı görüldü. İletkenlik değerlerindeki artışlar; artan sıcaklık ile polimer yapısında moleküler hareketliliğin artması, zincir içi ve zincirlerarası yük transferlerinin (hopping) ve iletkenlikten sorumlu yüklerin aktif hale gelmesiyle açıklanabilir [66].



Şekil 4.1. PT’nin iletkenliğinin sıcaklık ile değişim grafiği

PT’dekine benzer şekilde sıcaklığa bağlı iletkenlik ölçümleri farklı yüzdelerde PT içeren PDMS/PVAc/PT kompozitleri için de gerçekleştirildi.

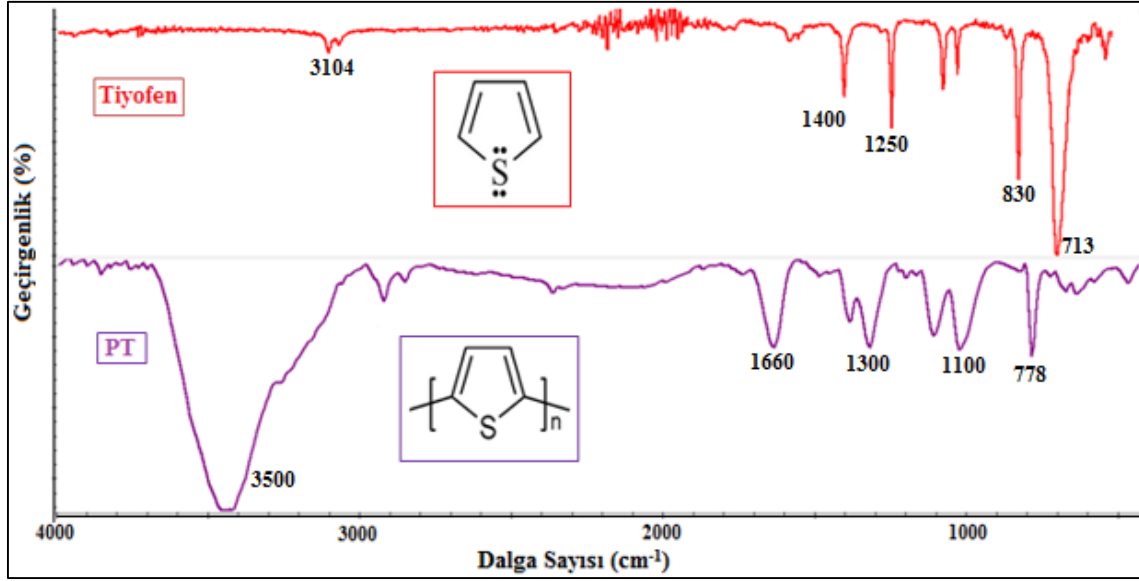
Şekil 4.2’de %11 PT içeren üçlü kompozite ait grafikte, kompozitin iletkenliğinin PT de olduğu gibi sıcaklığın artmasıyla arttığı, sıcaklığın azalmasıyla da düzenli olarak azaldığı görüldü. Benzer sonuçlar, diğer yüzdelerdeki kompozitlerde de gözlemlendi ve EK-1’de iletkenlik-sıcaklık grafikleri verildi.



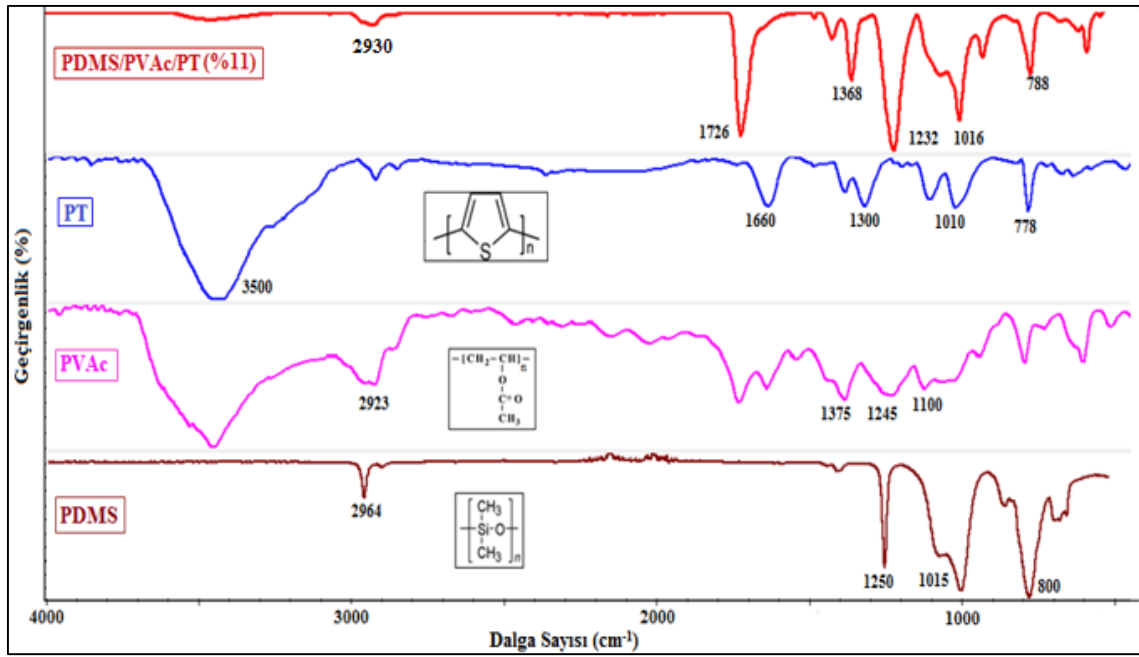
Şekil 4.2. %11 PT içeren PDMS/PVAc/PT üçlü kompozitinin iletkenliğinin sıcaklık ile değişimi

4.3. PT, PDMS, PVAc, Magnetit, PDMS/PVAc/PT (%27,%62,%11) Üçlü Kompozitin ve PDMS/PVAc/PT/Fe₃O₄ Nanokompozitin FTIR Analizi Sonuçları

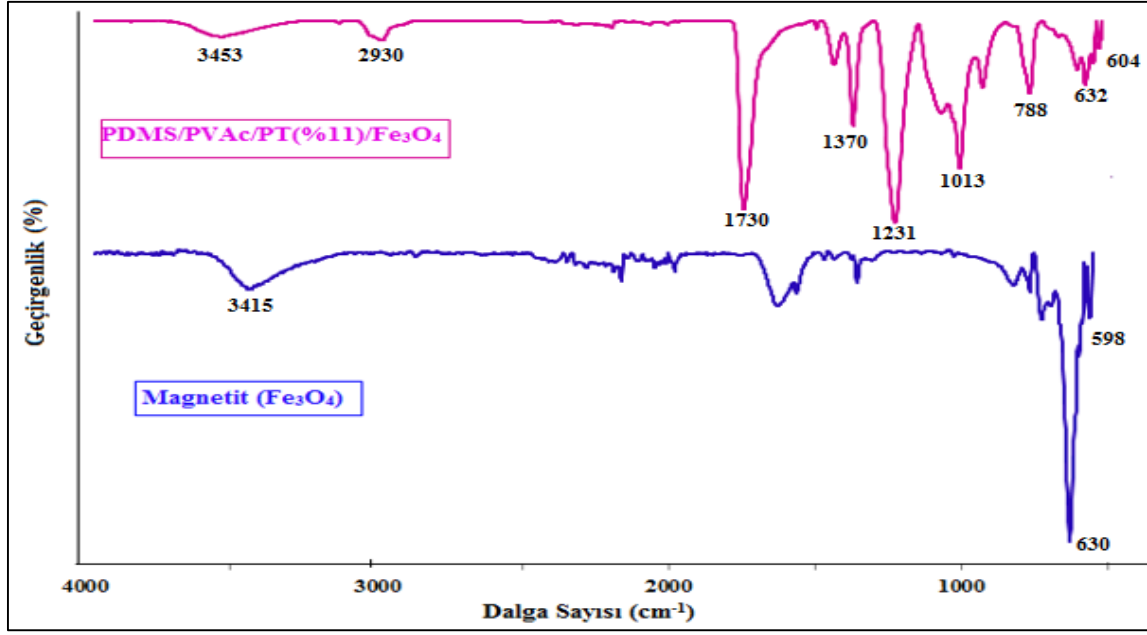
Şekil 4.3, 4.4 ve 4.5’te tiyofen, PT, PDMS, PVAc, magnetit, PDMS/PVAc/PT (%27/%62/%11) üçlü kompozitinin ve % 11 PT içeren PDMS/PVAc/PT/Fe₃O₄ nanokompozitin elde edildiğine dair FTIR spektrumları görülmektedir.



Şekil 4.3. Tiyofenin ve PT'nin FTIR spektrumları



Şekil 4.4. PDMS, PVAc ve PDMS/PVAc/PT (%27/%62/%11) üçlü kompozitinin FTIR spektrumları



Şekil 4.5. Magnetit ve %11 PT içeren PDMS/PVAc/PT/Fe₃O₄ nanokompozitinin FTIR spektrumları

Şekil 4.3'te tiyofene ait FTIR spektrumları incelendiğinde; 3104 cm⁻¹'de aromatik C-H bandı, 1400-1590 cm⁻¹'de C=C gerilme bandları, 1030-1250 cm⁻¹'de aromatik C-H düzlem içi eğilme bandları, 830 cm⁻¹'de aromatik düzlem dışı eğilme bandı ve 713 cm⁻¹'de C-S gerilme bandı görülmektedir. [49].

PT'nin FTIR spektrumuna ait titreşim bandları şu şekildedir: 3500 cm⁻¹'de O-H gerilme titreşimi, 1300-1660 cm⁻¹'de aromatik C=C gerilme bandları, 1010 cm⁻¹'de aromatik C-H eğilme bandı ve 778 cm⁻¹'de C-S gerilme bandı görülmektedir [8]. α konumundan polimerleşen tiyofen halkalarının konjugasyonu artırmasından dolayı PT'e ait spektrum bandlarının frekanslarının, tiyofene göre kaydığı gözlenmekte ve daha yayvan hal aldığı görülmektedir [49]. PT spektrumunda 3500 cm⁻¹'de gözlenen O-H gerilme bandı, tiyofende 3100 cm⁻¹'e karşılık gelen aromatik C-H gerilme bandını kapatmış olabilir.

Şekil 4.4'te PDMS, PVAc ve PDMS/PVAc/PT (%27/%62/%11) üçlü kompozitine ait karşılaştırmalı FTIR spektrumu görülmektedir.

PDMS'e ait FTIR spektrumu incelendiğinde; 2964 cm⁻¹'de alifatik C-H gerilme bandı, 1400 cm⁻¹'de asimetrik C-H eğilme bandı, 1015 cm⁻¹'de Si-O-Si asimetrik eğilme bandı ve 800 cm⁻¹'de Si-C eğilme bandı gözlenmektedir [67].

PVAc'e ait FTIR spektrum bandlarına incelendiğinde ise; 2923 cm^{-1} 'de C-H asimetric gerilme bandı, 2865 cm^{-1} 'de C-H simetric gerilme bandı, 1375 cm^{-1} 'de C-H eğilme bandı, 1245 cm^{-1} 'de C-O-C simetric gerilme bandı, 1100 cm^{-1} 'de C-O gerilme titreşim bandı ve 1090 cm^{-1} 'de C-C gerilme titreşim bandı görülmektedir [68].

Sonuç olarak, kompozit için elde edilen FTIR spektrumunda politiyofenle birlikte PDMS ve PVAc'nin varlığını kanıtlayan karakteristik bandlarda kaymalar görüldü. Bu durum PT, PDMS ve PVAc'nin homojen bir karışım oluşturduğunu göstermektedir [69]. Benzer sonuçlar diğer üçlü kompozitlerde de gözlemlendi ve EK-2'de verildi.

Şekil 4.5'te magnetit (Fe_3O_4) ve PDMS/PVAc/PT/ Fe_3O_4 nanokompozite ait karşılaştırmalı FTIR spektrumu görülmektedir. Fe_3O_4 'e ait spektrum incelendiğinde, 1618 cm^{-1} 'de karakteristik NH_2 bandı görülmektedir. 3415 cm^{-1} civarında görülen band, N-H gerilmesine aittir. 1445 cm^{-1} 'de gözlenen band ise, sentezde kullanılan amonyum hidroksit kalıntısı olabilir [70]. 630 cm^{-1} 'de görülen band ise, Fe-O eğilme bandına aittir. PDMS/PVAc/PT/ Fe_3O_4 nanokompozite ait spektrum incelendiğinde de magnetit ve polimerlere ait spesifik bandlar görülmektedir. Nanokompozitin spektrumunda, 632 cm^{-1} 'de görülen Fe-O eğilme bandı, magnetite ait spektrumdaki Fe-O eğilme bandına göre kaymıştır. Bunun nedeni; kompozitin magnetit parçacıklarının etrafını sarmasıyla magnetite ait pikin görülmesi biraz daha zorlaşmış, şiddeti azalmış ve bu yüzden de kaymış olabilir. Nanokompozite ait spektrum incelendiğinde, 788 cm^{-1} 'de PT'ye ait C-S gerilme bandı, 1013 cm^{-1} 'de PDMS'e ait Si-O-Si asimetric eğilme bandı, 1231 cm^{-1} 'de PVAc'ye ait C-O-C simetric gerilme bandı ve yaklaşık 1100 cm^{-1} 'de C-O gerilme titreşim bandı görülmüştür. Buradan da magnetit ile üçlü kompozitin homojen olarak karıştığı görülmektedir.

4.4. Magnetit, PVAc, PT, Üçlü Kompozitlerin ve Nanokompozitin TGA Analizi

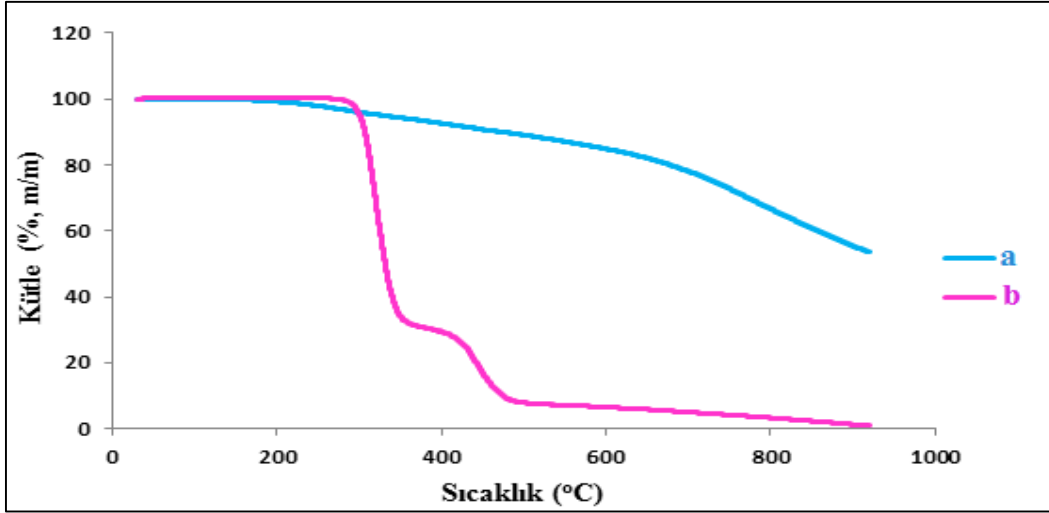
PVAc ve PT termogravimetrik analizi sonuçları Şekil 4.6'da, üçlü kompozitlerin termogravimetrik analizi sonuçları Şekil 4.7'de, magnetit, üçlü kompozit ve nanokompozitin termogravimetrik analiz sonuçları Şekil 4.8'de ve her birinin ayrı TGA eğrileri de EK-3'te verilmiştir. Gözlenen bozunma sıcaklıkları (T_b , T_{mak} , T_s), kalan artık madde miktarları (BKM) Çizelge 4.2'de görülmektedir. Çizelge'den görüldüğü gibi tüm

kompozitler Bozunma I ve Bozunma II olarak verilen iki basamakta ısıl bozunma göstermiştir.

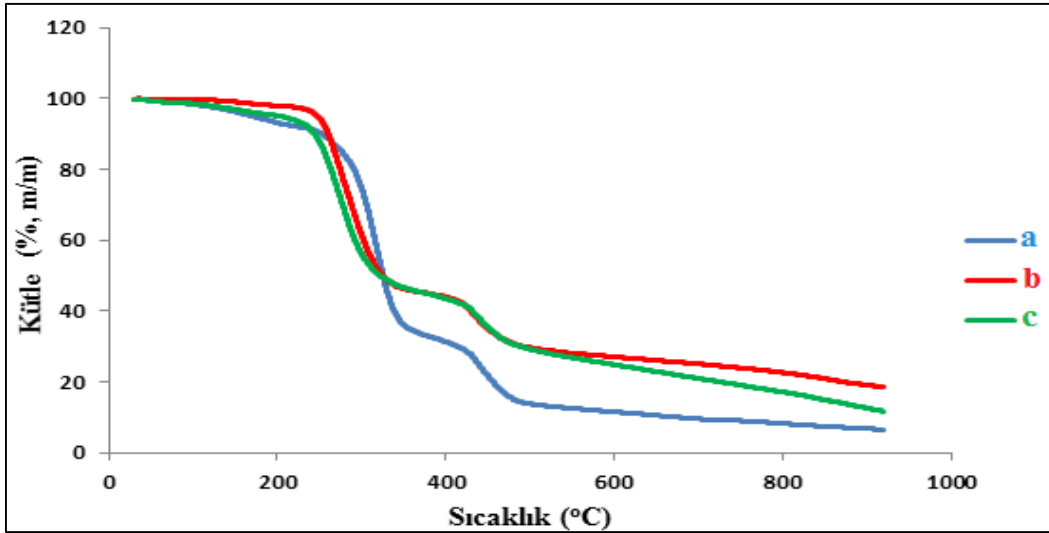
Çizelge 4.2. PVAc, PT, magnetitin, üçlü kompozitlerin ve nanokompozitin TGA analiz sonuçları

Polimer, Kompozit, Nanokompozit	Bozunma (I)			Bozunma(II)			900°C'da KAM (%, m)
	T _b (°C)	T _{mak} (°C)	T _s (°C)	T _b (°C)	T _{mak} (°C)	T _s (°C)	
PVAc	310	330	350	430	450	470	2
PDMS	-	-	-	-	-	-	-
PT	240	450	660	-	-	-	54
PDMS/PVAc/PT(%6)	295	320	345	425	452	480	7
PDMS/PVAc/PT(%11)	248	289	330	420	450	480	19
PDMS/PVAc/PT(%15)	250	284	318	430	452	475	13
PDMS/PVAc/PT/Fe ₃ O ₄ (%14)	260	300	340	420	445	470	28
Fe ₃ O ₄	-	-	-	-	-	-	93

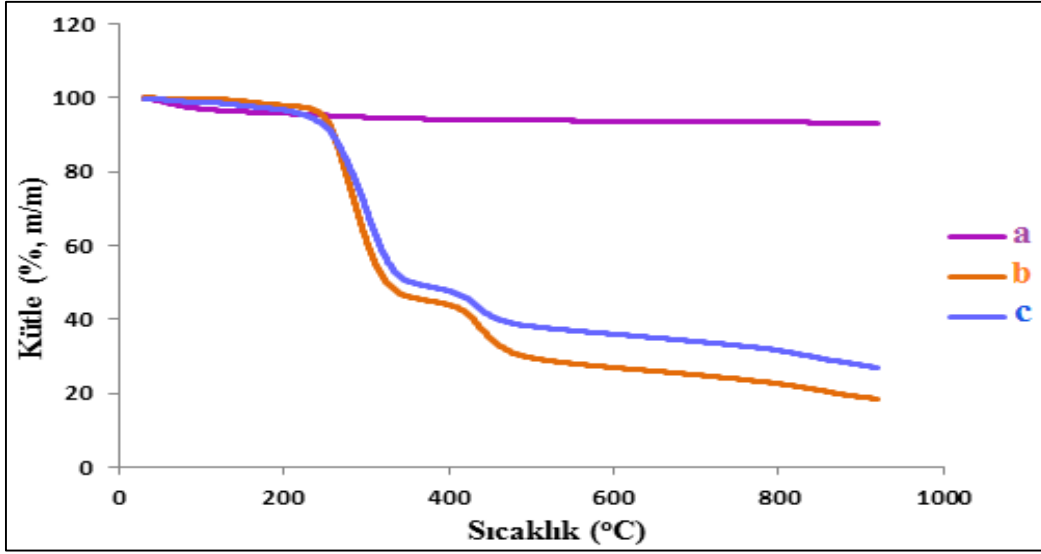
T_b: Başlangıç bozunma sıcaklığı, T_{mak}: Maksimum bozunma sıcaklığı, T_s: Bozunmanın tamamlandığı sıcaklık, KAM: Kalan artık madde



Şekil 4.6. a) PT ve b) PVAc' nin TGA eğrileri



Şekil 4.7. a) %6, b) %11 ve c) %15 PT içeren PDMS/PVAc/PT üçlü kompozitlerinin TGA eğrileri



Şekil 4.8. a) Magnetit, b) %11 PT içeren PDMS/PVAc/PT üçlü kompozit ve c) %11 PT içeren PDMS/PVAc/PT/Fe₃O₄ nanokompozitin TGA eğrileri

Çizelge 4.2 ve Şekil 4.6 incelendiğinde PT'nin tek basamakta bozunduğu görüldü. PT, 240-660°C sıcaklık aralığında yavaş bir bozunma ile kütesinin yaklaşık %55'ini kaybettiği görüldü. Yapılan bir çalışmada; FeCl₃ ile sentezlenmiş PT'nin TGA eğrisinde birinci bozunma basamağının 240°C'ta, ikinci bozunma basamağının ise 560°C'ta başladığı belirtilmiştir. İki aşamalı kütle kaybının farklı molekül kütlelerindeki PT zincirlerinden kaynaklandığı düşünülmektedir [71]. Yapılan başka bir çalışmada da, kütle kaybının 290°C'tan 650°C'a kadar devam ettiği belirtilmiş [72].

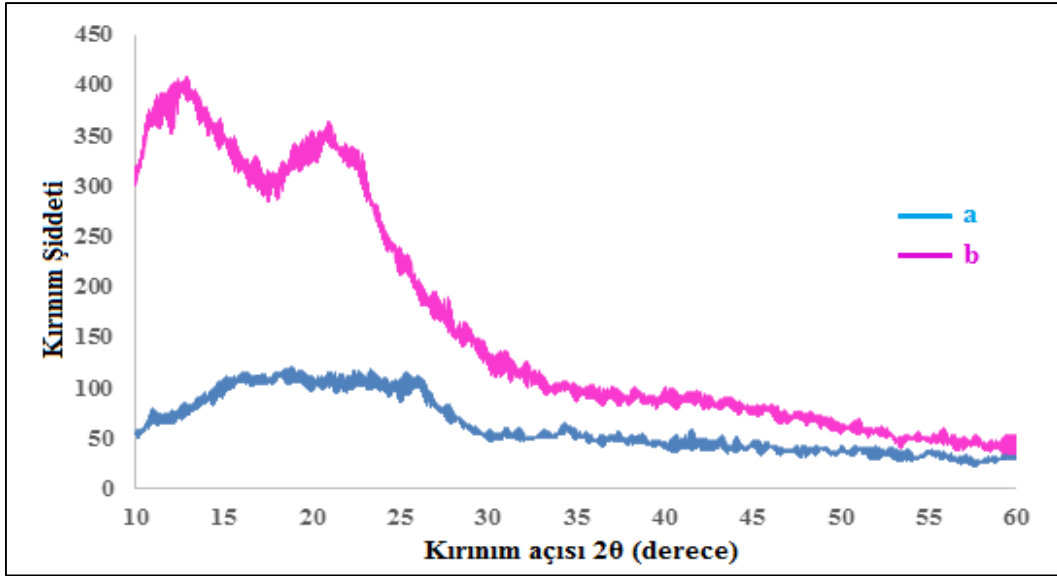
Kompozitin diğer bileşenlerinden olan PVAc'nin TGA analizi sonucu elde edilen eğri Şekil 4.6'da verildi. PVAc, 310-350°C ve 430-470°C olmak üzere iki aşamalı bozunma gösterdi ve kalan artık madde miktarı %2 olarak bulundu. Yapılan bir çalışmada, PVAc'nin ilk bozunma basamağı 350°C'ta başlamış ve iki basamaklı bozunma gösterdiği belirtilmiştir [73, 74]. Başka bir çalışmada ise; kütle kaybının büyük kısmının 330°C'un altında yer aldığını ve ikinci kütle kaybının da 360-450°C sıcaklık aralığında gerçekleştiğini belirtmişlerdir. PVAc'deki yan gruplarının uzaklaşması, bozunmanın McLafferty çevrimi reaksiyonuna benzer olarak gerçekleştiğini göstermektedir. Çünkü poliolefinik gövde ve CH₃COOH grubu kararlı yapıdadır ve asidik protonların ayrılması daha kolaydır. Yüksek sıcaklıklarda da polimer ana zincirinin bozunduğu belirtilmiştir [75]. Buradan da belirlenen bozunma sıcaklıklarının literatürle uyumlu olduğu anlaşılmaktadır.

PDMS/PVAc/PT üçlü kompozitlerinin TGA analizi sonucu elde edilen eğriler Şekil 4.7.'de verildi. 100°C'un altında polimer yapısında absorplanmış çözücü, nem, monomer gibi düşük mol kütleli birimlerin uzaklaşmasından kaynaklanan kütle kayıpları da mevcuttur. PDMS/PVAc/PT üçlü kompozitlerinin iki basamakta bozunduğu gözlemlendi. 200°C'a kadar olan bozunmada, polimer yapısında absorplanmış olan küçük mol kütleli monomer, çözücü ve oligomer gibi bileşenler uzaklaşmaktadır [64]. Başlangıç bozunma sıcaklıklarına göre (T_b); üçlü kompozitler içinde en yüksek bozunma sıcaklığı 295°C ile %6 PT içeren PDMS/PVAc/PT üçlü kompozitte, en düşük bozunma sıcaklığı ise 248°C ile %11 PT içeren PDMS/PVAc/PT üçlü kompozitinde gözlemlendi. Çizelge 4.2 incelendiğinde PDMS/PVAc/PT üçlü kompozitlerinin başlangıç bozunma sıcaklıkları (T_b), polimerlerin (PT ve PVAc) T_b sıcaklıkları aralığında olduğu görüldü. Bu şekilde PT'nin başlangıç bozunma sıcaklığı (T_b) 240°C iken, üçlü kompozitlerinin hazırlanmasıyla T_b sıcaklığı 248-295°C aralığında bulunmuştur. Bu da PT'nin ısı kararlılığının arttığına bir göstergesidir.

Şekil 4.8'de magnetit (Fe_3O_4), %11 PT içeren üçlü kompozit ve nanokompozite ait TGA eğrileri verildi. Fe_3O_4 'e ait TGA eğrisi incelendiğinde 95°C'ta başlayan kütle kaybının, yapıda absorplanan suyun buharlaşıp uzaklaşmasından kaynaklandığı söylenebilir. Kalan artık madde miktarı %93'tür. Literatür incelendiğinde de yapılan analiz sonucunda fazla madde kaybının olmadığı belirtilmiştir [76]. Başka bir çalışmada ise; magnetite ait TGA eğrisinde kütle kaybının 25-200°C ve 200-350°C sıcaklık aralıklarında iki basamaklı bozunma gerçekleştiği belirtilmiştir. İlk basamakta kütle kaybının absorplanan suyun uzaklaşmasından kaynaklandığını, ikinci basamakta kütle kaybının ise trietilen glikolün kaynama noktasında buharlaşıp uzaklaşmasından kaynaklandığını belirtmişlerdir, kalan artık madde miktarının yaklaşık %90 civarında olduğunu bulmuşlardır [77]. %11 PT içeren üçlü kompozit 248-330°C ile 420-480°C sıcaklık aralıklarında iki basamaklı bozunma gösterdi ve kalan artık madde miktarı %19'dur. %11 PT içeren nanokompozit ise 260-340°C ile 420-470°C sıcaklık aralığında iki basamaklı bozunma gösterirken kalan artık madde miktarının %28 olduğu görüldü. Bu şekilde nanokompozit hazırlayarak yapıya magnetitin girmesiyle, kompozitin ısı kararlılığı artırıldı. Magnetitin TGA eğrisi incelendiğinde, fazla bozunma olmadığı ve nanokompozitte de bu özelliğini koruduğu görüldü.

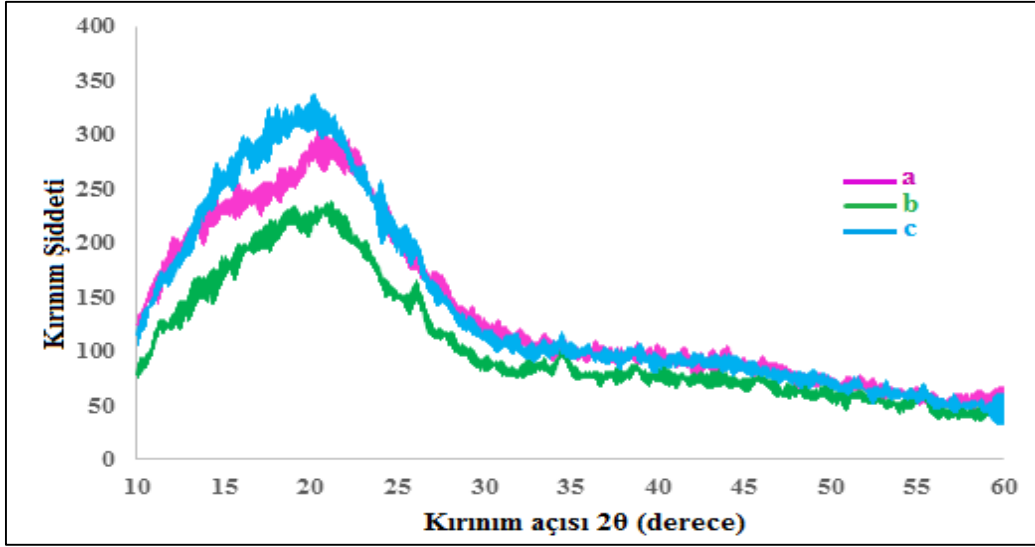
4.5. PT, PVAc, Magnetit, PDMS/PVAc/PT Üçlü Kompozitlerin ve PDMS/PVAc/PT/Fe₃O₄ Nanokompozitin XRD Analizi Sonuçları

PT ve PVAc'nin $2\theta=10-60^\circ$ aralığında karşılaştırmalı X-ışınları kırınım desenleri Şekil 4.9' da ve üçlü kompozitler ile nanokompozit de dahil her birinin ayrı X-ışınları kırınım desenleri de EK-4'te verilmiştir.

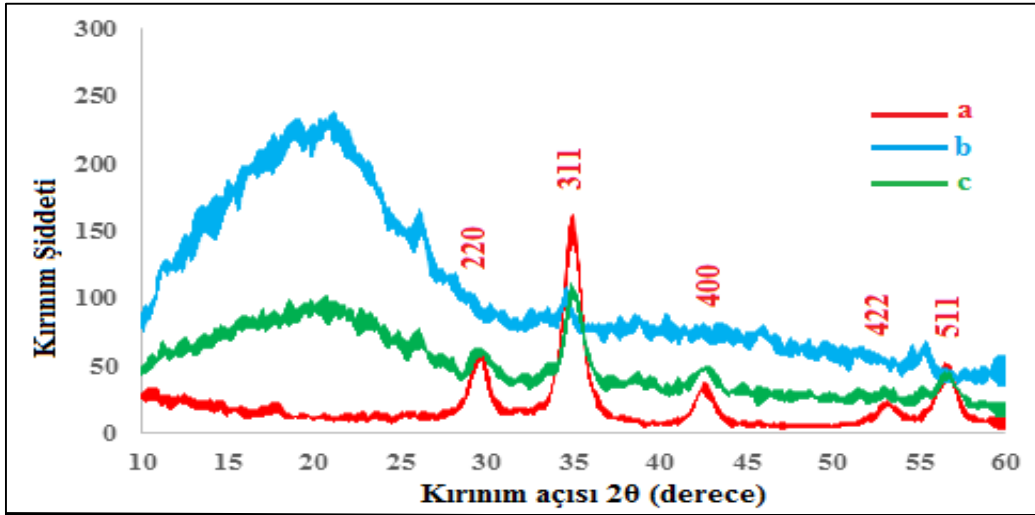


Şekil 4.9. a) PT'nin ve b) PVAc'nin karşılaştırmalı XRD spektrumları

PT'nin XRD analizi sonucu incelendiğinde $2\theta=15-30^\circ$ aralığında yayvan pik verdiği ve amorf bir yapıya sahip olduğu görüldü. PT'ye ait bu yayvan pikin moleküller arası $\pi-\pi$ istiflenmesinden kaynaklandığı düşünülmektedir [78]. Literatürde de PT'ye ait XRD desenlerine incelendiğinde amorf yapıya sahip olduğu görülmüştür [72, 79]. Şekil 4.9 incelendiğinde $2\theta=13-22^\circ$ aralığında görülen bu iki yayvan pik, PVAc'nin yapısının yüksek oranda amorf olduğunu gösterdi. Yapılan bir çalışmada, PVAc'nin benzer yayvan pikleri görülmüş ve amorf yapı gösterdiği belirtilmiştir [80].



Şekil 4.10. a) %6, b) %11 ve c) %15 PT içeren PDMS/PVAc/PT üçlü kompozitlerinin karşılaştırmalı XRD spektrumları



Şekil 4.11. a) Fe₃O₄'ün, b) %11 PT içeren PDMS/PVAc/PT üçlü kompozitinin, c) %11 PT içeren PDMS/PVAc/PT/Fe₃O₄ nanokompozitinin ve karşılaştırmalı XRD spektrumları

Şekil 4.10'da PT ve PVAc'nin amorf yapıda olmasının sonucunda PDMS/PVAc/PT üçlü kompozitleri de aynı bölgelerde pikler vermiş ve amorf bir yapıya sahip olduğu anlaşıldı. Kompozitteki PT miktarına bağlı olarak piklerde kayma olduğu görüldü. PT miktarının artmasıyla pikler daha küçük açılara kaydı.

Şekil 4.11’de magnetit, %11 PT içeren PDMS/PVAc/PT üçlü kompozit ve %14 Fe₃O₄ içeren PDMS/PVAc/PT/Fe₃O₄ nanokompozitin XRD deseni verildi. Magnetite ait pikler incelendiğinde 2θ=30,39°; 2θ=35,39°; 2θ=53,81° ve 2θ=57,41° de piklerin keskin olduğu ve kristal yapıya sahip olduğu görüldü. Yapılan birkaç çalışmada da yakın bölgelerde aynı şekilde piklerin elde edildiği görülmüştür [81-84]. %11 PT içeren PDMS/PVAc/PT üçlü kompozite ait yayvan pik, yapının amorf olduğunu gösterirken, magnetitin yapıya girmesiyle elde edilen nanokompozite ait pik ile de yapının kristal ve amorf özellikte olduğunu gösterdi. Nanokompozite ait gözlenen keskin piklerin, magnetit ile çakıştığı görüldü. Bu da yapıya magnetitin katıldığını göstermektedir.

Hazırlanan magnetitin ve nanokompozitin parçacık boyutları, Scherrer formülünden (Eş. 4.1) [85, 86] XRD desenlerindeki en şiddetli pik (311) kullanılarak hesaplandı. Hesaplanan parametreler Çizelge 4.3’te verilmiştir.

$$D = \frac{k \times \lambda}{\beta \times \cos\theta} \quad (4.1)$$

Bu eşitlikte;

k: şekil faktörü (magnetit için 0,9 olarak alındı.)

λ: Kullanılan X-ışınının dalga boyu (1,5406 Å)

β: Yarı yükseklikte XRD pikinin genişliği (FWHM, radyan)

θ: Kırınım açısı

D: Nanoparçacık çapı

Magnetit ve %11 PT içeren nanokompozitin parçacık boyutu sırasıyla 8,23 ve 8,39 nm olarak bulundu. Nanokompozitin çapının büyük olmasının nedeni, magnetit nanoparçacıkları ile polimer zincirleri arasındaki yüzeyler arası etkileşim olabilir [87]. Sentezlenen magnetite ait kafes sabiti de 8,40 Å olarak hesaplandı. Literatüre incelendiğinde magnetit için hesaplanan kafes sabiti 8,39 Å’dur [88]. Bu durum, sentezlenen magnetitin saf olduğunu gösterir.

Çizelge 4.3. Magnetit ve nanokompozite ait kafes sabiti, parçacık çapı, XRD desenindeki en şiddetli pikin açısı ve kristalin düzlemler arası uzaklık değerleri

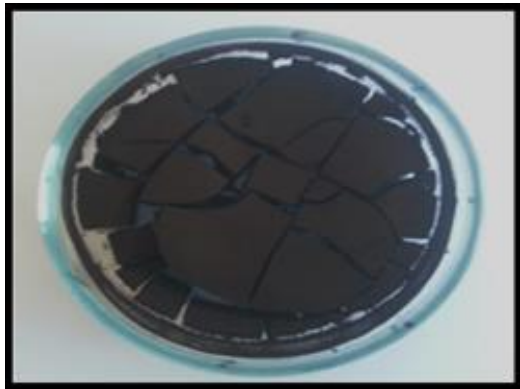
	θ	$d_{hkl}(\text{Å})$	$a(\text{Å})$	D(nm)
Magnetit	35,39	2,53	8,40	8,23
Nanokompozit	35,59	2,52	8,35	8,39

θ : XRD desenindeki en şiddetli pikin açısı, d_{hkl} : Kristalin düzlemler arası uzaklığı

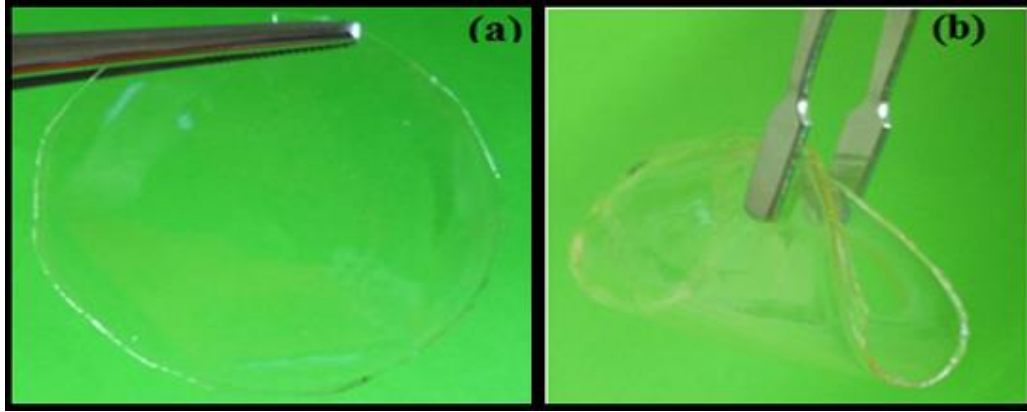
a: Kafes sabiti, D: Parçacık çapı

4.6. PT, PVAc, PDMS/PVAc/PT Üçlü Kompozitleri ile PDMS/PVAc/PT/Fe₃O₄ Nanokompozitin Film Fotoğrafları ve Bu Filmlerin 25-30°C Sıcaklık Aralığında Katlanabilirliği

Kompozit bileşenlerinin çözüldüğü çözücüler bir araya getirilerek kompoziti çözen uygun bir çözücü karışımı elde edildi. Çözme işlemi gerçekleştirildikten sonra çözünen kompozitler 6 cm çapında petri kaplarına dökülerek kontrollü buharlaştırma işlemi gerçekleştirildi. Bu şekilde hazırlanan ve filmleri dökülebilen PT, PVAc, %6 PT, %11 PT, %15 PT içeren PDMS/PVAc/PT üçlü kompozit filmlerine ve %11 PT içeren PDMS/PVAc/PT/Fe₃O₄ nanokompozite filmine ait fotoğraflar Resim 4.1, Resim 4.2 ve Resim 4.3'te görülmektedir. Ayrıca PVAc filminin, kompozit filmlerinin ve nanokompozit filminin 25-30°C sıcaklık aralığında ikiye katlanabildiği ve serbest bırakıldığında tekrar eski haline dönebildiği gözlemlendi. Petri kaplarına filmleri dökülebilen ve yukarıda belirtilen yüzdelerde PT içeren PDMS/PVAc/PT üçlü kompozitlerinin ve PDMS/PVAc/PT/Fe₃O₄ nanokompozitin dayanıklı, katlanabilen, yekpare ve esnek filmleri elde edildi.



Resim 4.1. PT'nin film fotoğrafı



Resim 4.2. a) PVAc'nin film fotoğrafı, b) PVAc filminin katlanabilirliği



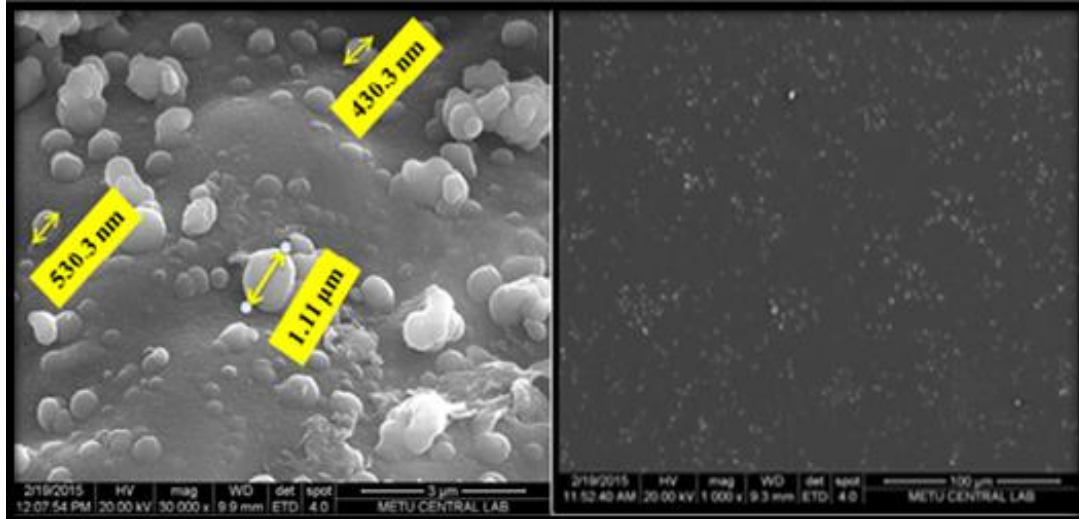
Resim 4.3. (a) %6 PT, (b) %11 PT, (c) %15 PT içeren üçlü kompozit ve (d) %11 PT içeren PDMS/PVAc/PT/Fe₃O₄ nanokompozit film fotoğrafları

Sonuç olarak, yapıya PVAc'nin ve PDMS'nin girmesiyle, iletken olan ancak yekpare filmi elde edilemeyen PT ile sentezlenen üçlü kompozitlerin filmleri elde edildi. Böylece PT'nin iletkenliği, PVAc'nin ve PDMS'nin üstün olan mekanik özellikleriyle birleştirildi, hem iletken, hem dayanıklı hem de sıcaklık uygulandığında katlanabilen filmler elde edilebildi. Yapıya nanoparçacığın ilave edilmesiyle manyetik alan duyarlı, mıknatıs ile çekilebilen esnek, katlanabilir film elde edildi.

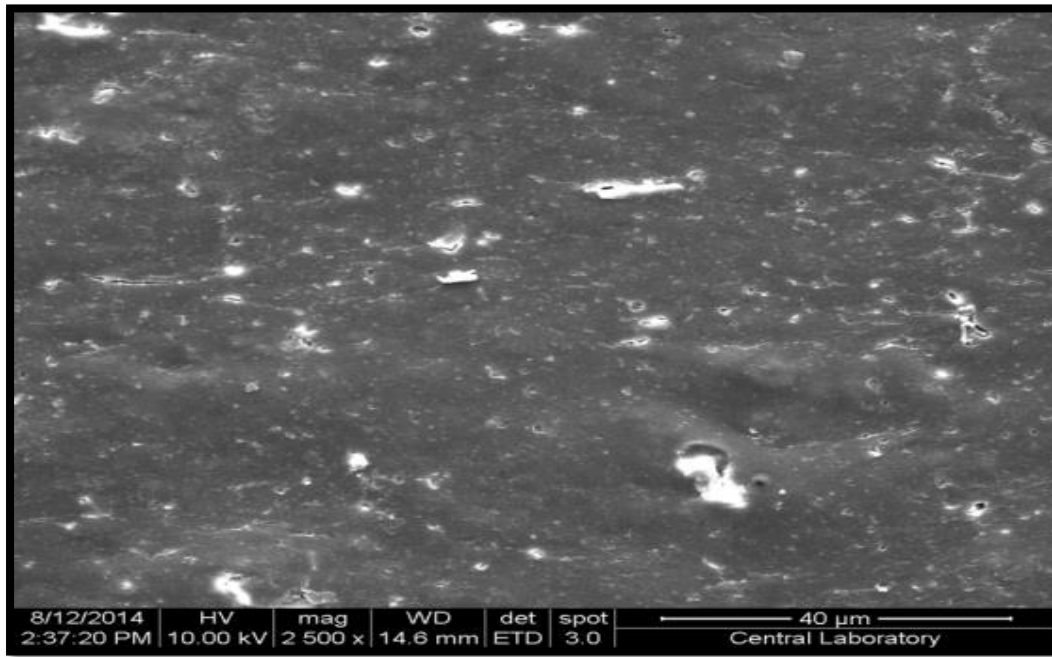
4.7. Magnetit, PDMS/PVAc/PT Üçlü Kompozitler ve PDMS/PVAc/PT/Fe₃O₄

Nanokompozit Filmlerinin Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) Sonuçları

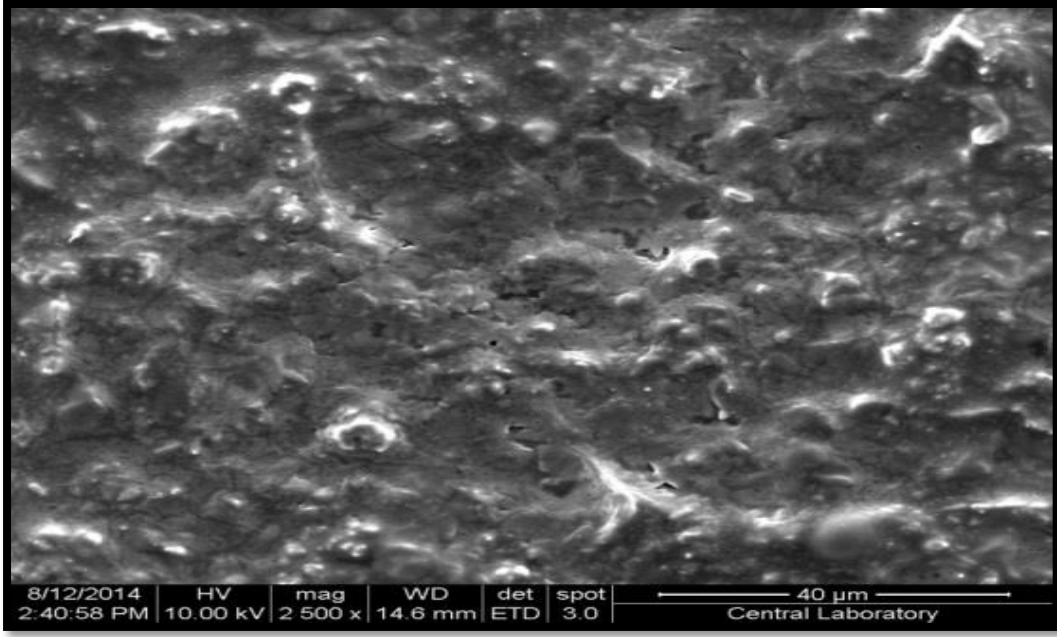
Sentezlenen kompozitlerin ve nanokompozitin filmlerinin SEM fotoğrafları ile yüzey morfolojileri hakkında bilgi edinilmiştir. PT'ye ait SEM fotoğrafı incelendiğinde, iri tanecikli ve süngerimsi yapıda olduğu görülmektedir. Literatürde PT ile ilgili yapılan çalışmalarda, PT'nin yüzey morfolojisinin tanecikli, süngerimsi ve gözenekli yapıda olduğu belirtilmiştir [49, 69, 89]. PVAc ise filmi kolay dökülebilen ve yapışma özellikleri iyi olan bir polimerdir. PVAc'nin SEM fotoğrafı incelendiğinde de tanecikli, homojen yapıda olduğu görüldü. Elde edilen PVAc filminin literatürle uyumlu olduğu anlaşılmaktadır [64]. Üçlü kompozitlere ait film fotoğrafları incelendiğinde, %15 PT içeren PDMS/PVAc/PT üçlü kompozitinin kümeleşmiş iri tanecikli ve tabakalı yapıda olduğu görüldü. Kompozit filmlerinde, PT oranının azalması ve diğer yalıtkanlar olan PVAc ve PDMS oranının artmasıyla daha homojen yapılar elde edildi (Resim 4.5, Resim 4.6). Magnetit ile yapılan çalışmalarda ise, parçacıkların oldukça küçük boyutta ve düzenli şekilde dağıldığı belirtilmiştir [90, 91]. Magnetite ait SEM fotoğrafı incelendiğinde de tanecikli, kümeleşmiş yapı görüldü (Resim 4.8). %11 PT içeren PDMS/PVAc/PT/Fe₃O₄ nanokompozite ait SEM fotoğrafı incelendiğinde düzenli şekilde dağılmış tanecikli yapıya magnetitin girmesiyle, kompozite (Resim 4.6) kıyasla daha homojen bir yüzey morfolojisi elde edildi (Resim 4.9).



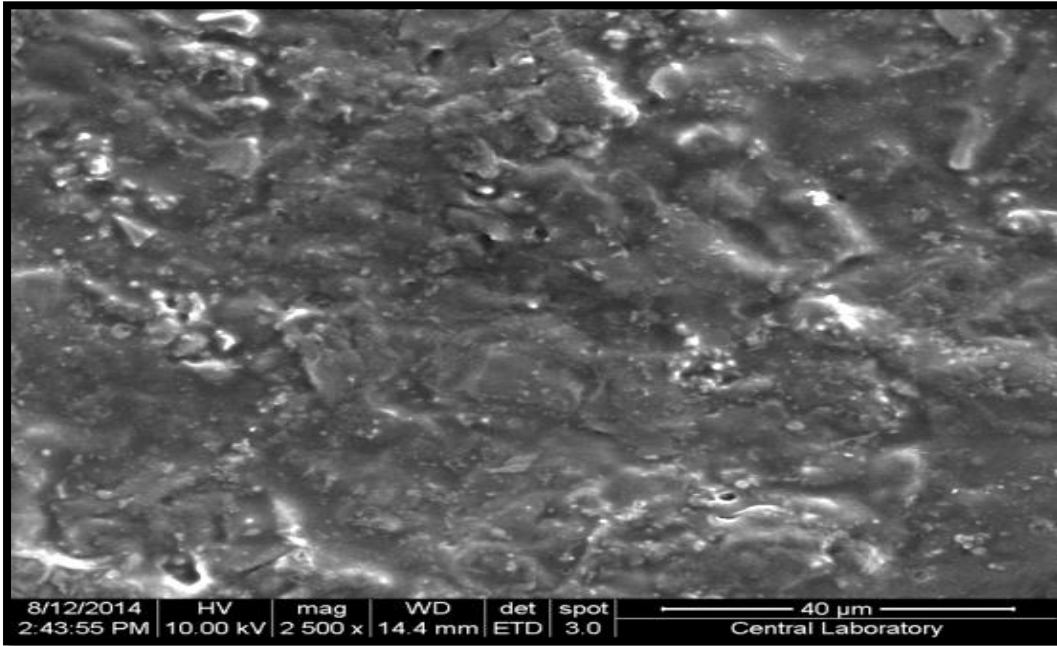
Resim 4.4. PT (30000X) ve PVAc (1000X)'nin SEM fotoğrafları



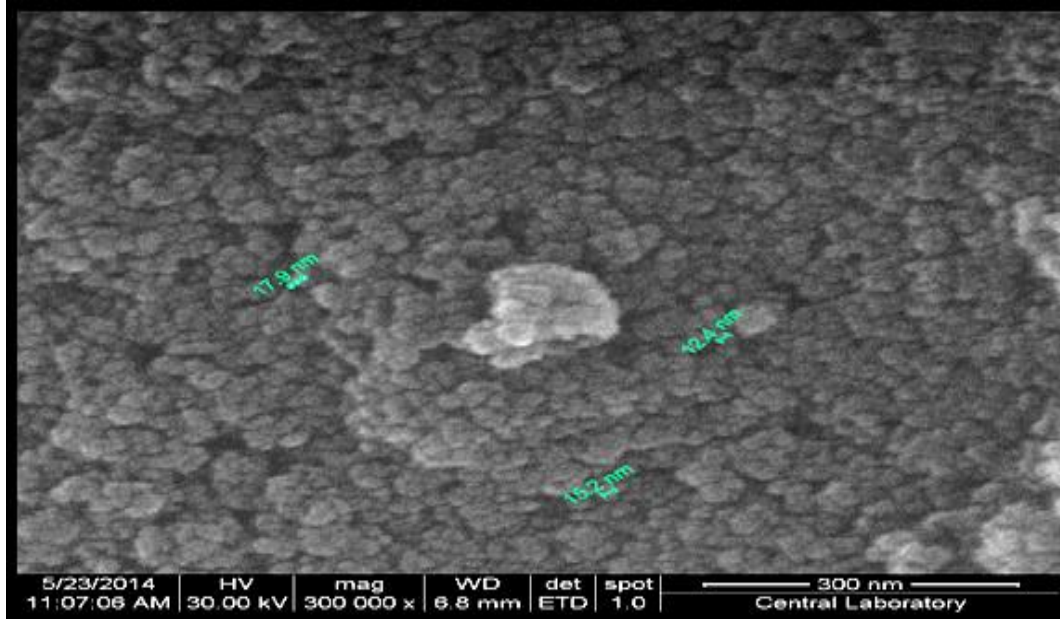
Resim 4.5. % 6 PT içeren PDMS/PVAc/PT üçlü kompozitin SEM fotoğrafı (2500X)



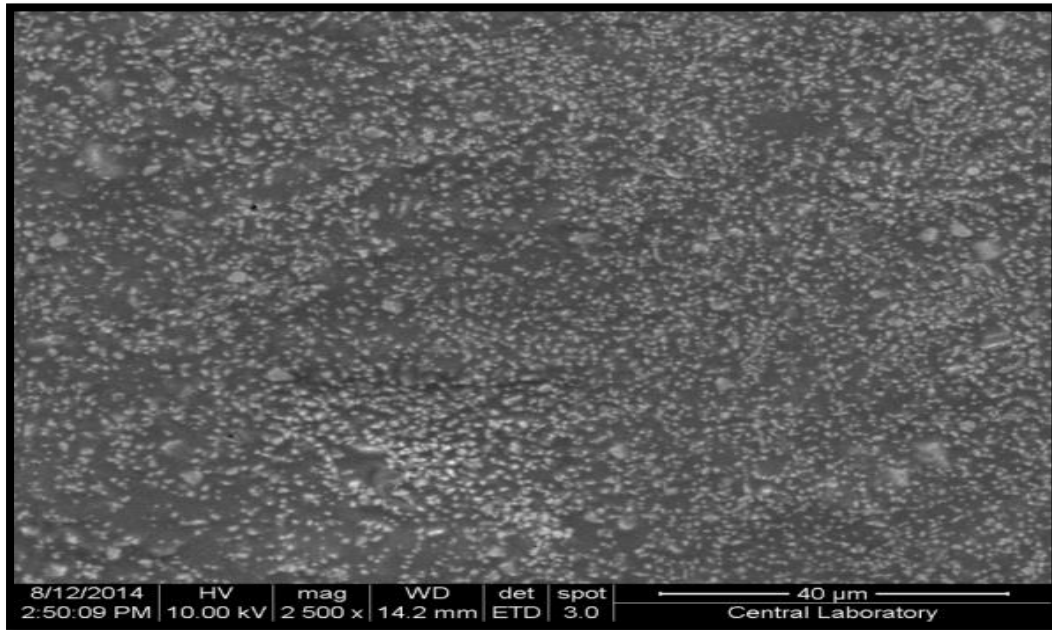
Resim 4.6. % 11 PT içeren PDMS/PVAc/PT üçlü kompozitin SEM fotoğrafı (2500X)



Resim 4.7. % 15 PT içeren PDMS/PVAc/PT üçlü kompozitin SEM fotoğrafı (2500X)



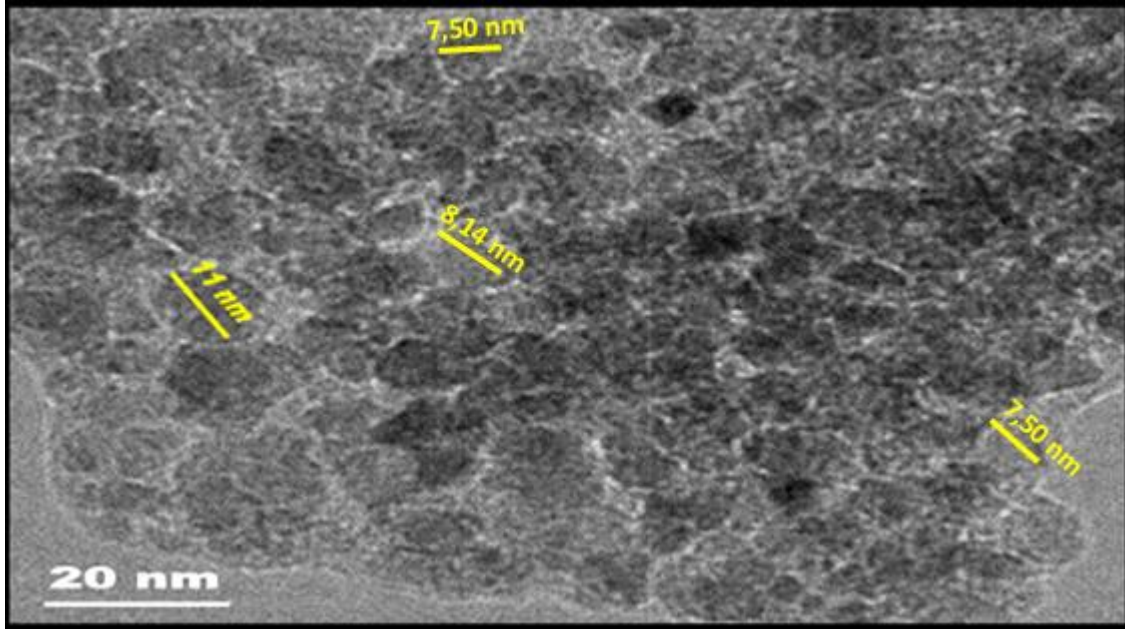
Resim 4.8. Magnetit (Fe_3O_4)'in SEM fotoğrafı (300000X)



Resim 4.9. % 11 PT içeren PDMS/PVAc/PT/ Fe_3O_4 nanokompozitin SEM fotoğrafı (2500X)

4.8. Magnetitin Geçirimli Elektron Mikroskobu (TEM) Sonucu

Magnetit nanoparçacıklarının boyutlarını belirlemek amacıyla TEM analizi gerçekleştirildi. Elde edilen TEM görüntüsü Resim 4.10'da verildi.



Resim 4.10. Magnetit (Fe_3O_4) nanoparçacıklarının TEM görüntüsü

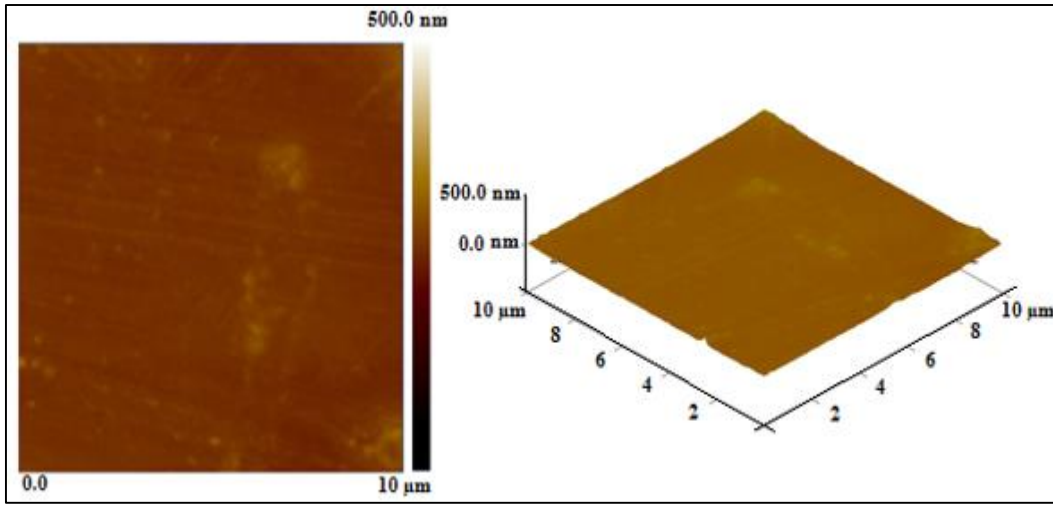
Küresel yapıda olan magnetit nanoparçacıkların tanecik boyutlarının 7,5-15 nm aralığında olduğu tespit edildi. Yapılan bir çalışmada, magnetitin tanecik boyutunun 8-20 nm aralığında olduğu belirtilmiştir [92]. Bu sonuçlar sentezlenen Fe_3O_4 'ün literatürle uyumlu olduğunu göstermektedir.

4.9. PVAc, PDMS/PVAc/PT Üçlü Kompozitlerinin ve PDMS/PVAc/PT/ Fe_3O_4 Nanokompozitin Atomik Kuvvet Mikroskobu (AFM) Sonuçları

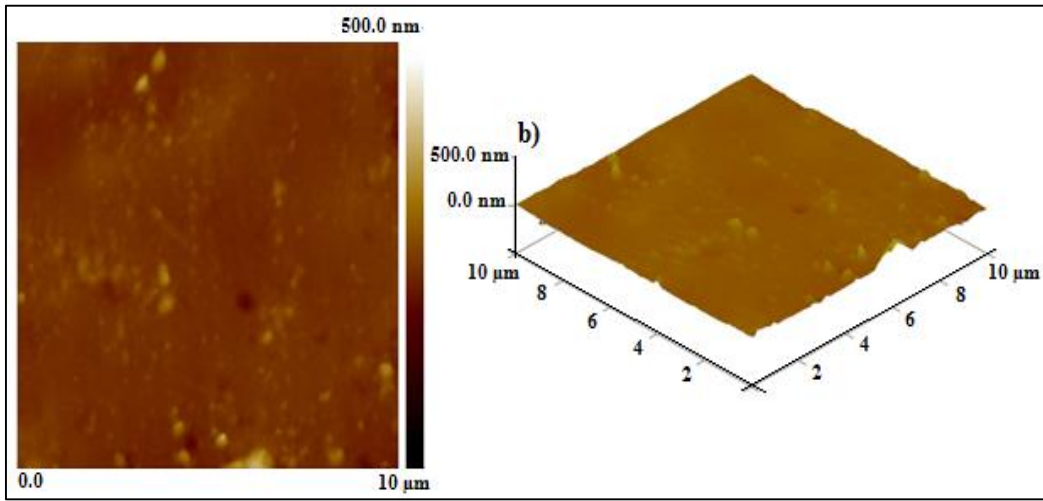
AFM filmlerin yüzeyleri üzerindeki pürüzlülüğü ve kusurları değerlendirme açısından yaygın olarak kullanılan bir tekniktir. AFM ölçümleri için $10 \mu\text{m}^2$ tarama alanı tercih edildi. Bunun nedeni, AFM ölçümlerinden, küçük tarama alanlarında ($5 \mu\text{m}^2$) yüzey üzerindeki kusur çeşitlerinin ve morfolojinin daha iyi belirlenebilmesi, büyük tarama alanlarının da ($20 \mu\text{m}^2$) ölçülen yüzey pürüzlülüğü değerinin numuneyi daha iyi temsil etmesidir. Numunelerin AFM görüntülerinde açık renk yükseltiyi, koyu renk ise derinliği göstermektedir.

Yüzey pürüzlülüğünün bir göstergesi olan yüzey pürüzlülük değerleri (RMS), filmlerin AFM ölçümleri sonucunda elde edilen $10 \mu\text{m}^2$ tarama alanlı görüntülerde verilmiştir.

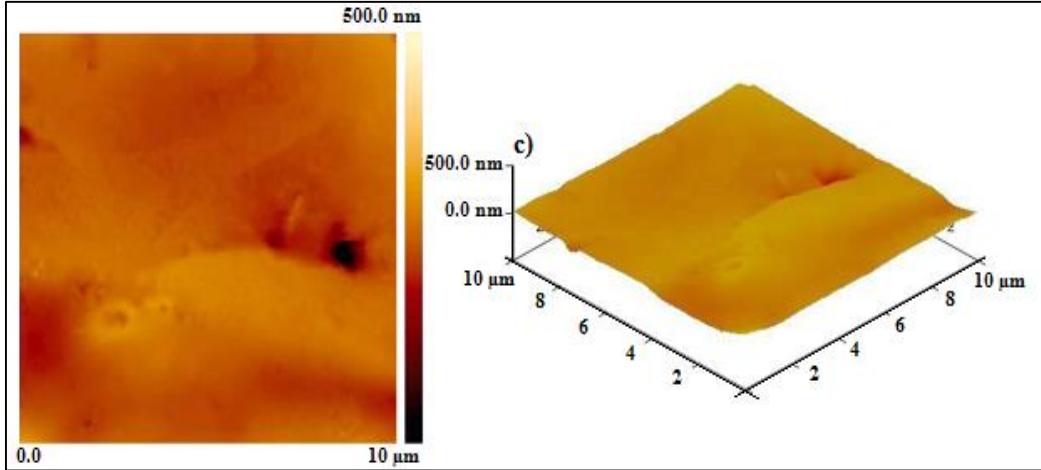
Hazırlanan filmlerin AFM tekniği kullanılarak elde edilen (a) iki boyutlu ve (b) üç boyutlu yüzey morfolojileri grafikleri PVAc, %6, %11 ve %15 PT içeren PDMS/PVAc/PT üçlü kompozit filmleri ve %11 PT içeren PDMS/PVAc/PT/Fe₃O₄ nanokompozit filmi için sırasıyla verilmiştir. RMS değerleri ise 5 ve $10 \mu\text{m}^2$ tarama alanı için Çizelge 4.4'te verilmiştir.



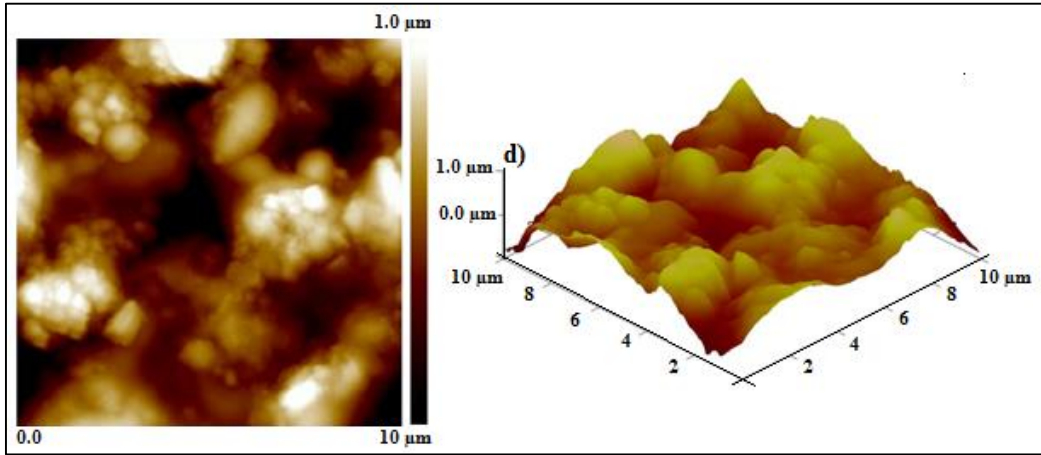
Resim 4.11. PVAc filminin ($10 \times 10 \mu\text{m}^2$) (a) iki boyutlu, (b) üç boyutlu yüzey morfolojileri



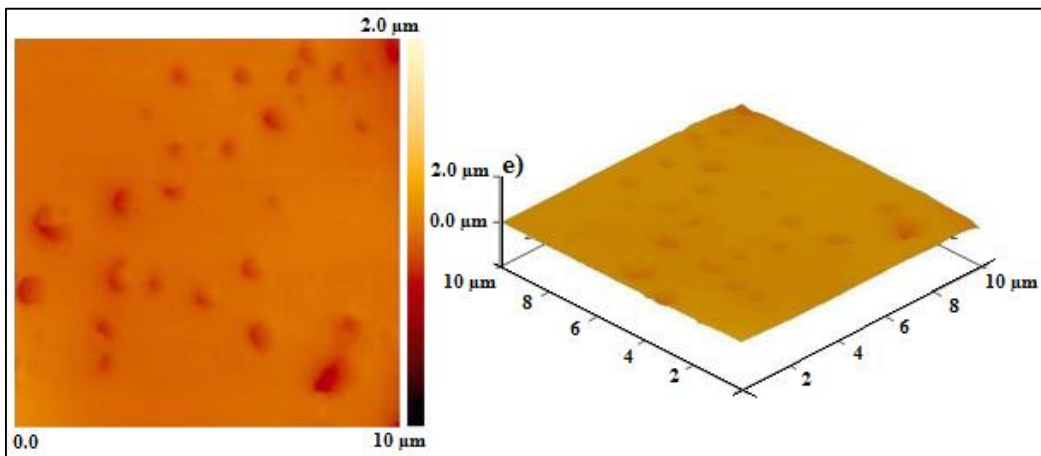
Resim 4.12. %6 PT içeren PDMS/PVAc/PT filminin ($10 \times 10 \mu\text{m}^2$) (a) iki boyutlu, (b) üç boyutlu yüzey morfolojileri



Resim 4.13. %11 PT içeren PDMS/PVAc/PT filminin ($10 \times 10 \mu\text{m}^2$) (a) iki boyutlu, (b) üç boyutlu yüzey morfolojileri



Resim 4.14. %15 PT içeren PDMS/PVAc/PT filminin ($10 \times 10 \mu\text{m}^2$) (a) iki boyutlu, (b) üç boyutlu yüzey morfolojileri



Resim 4.15. %11 PT içeren PDMS/PVAc/PT/Fe₃O₄ nanokompozit filminin ($10 \times 10 \mu\text{m}^2$) (a) iki boyutlu, (b) üç boyutlu yüzey morfolojileri

Çizelge 4.4. PVAc, PDMS/PVAc/PT üçlü kompozit ve PDMS/PVAc/PT/Fe₃O₄ nanokompozit filmlerinin RMS değerleri

Polimer, Kompozit ve Nanokompozit Filmleri	RMS (nm)	
	5x5 µm ²	10x10 µm ²
PDMS/PVAc/PT (%6)	9,91	12,1
PDMS/PVAc/PT (%11)	10,0	25,7
PDMS/PVAc/PT (%15)	113,0	227,0
PDMS/PVAc/PT/Fe ₃ O ₄ (%14)	35,2	40,2
PVAc	6,01	7,05

Çizelge 4.4 incelendiğinde PVAc, üçlü kompozit ve nanokompozit filmlerinin RMS değerleri sırasıyla görülmektedir. %11 PT içeren üçlü kompozitin RMS değerinin, %11 PT içeren nanokompozite göre daha düşük olduğu dolayısıyla nanoparçacığın yapıya girmesiyle yüzey pürüzlülüğünün arttığı görüldü [93]. Üçlü kompozitlerin AFM görüntüleri incelendiğinde ise, kompozit içerisindeki PT miktarının artmasıyla RMS değerinde artma görüldü. PT miktarı arttıkça kompozitlerin yüzey pürüzlülüğü arttı.

4.10. Magnetit ve PDMS/PVAc/PT/Fe₃O₄ Nanokompozit Filminin Titreşimli Örnek Manyetometresi (VSM) Ölçüm Sonuçları

Sentezlenen magnetit nanoparçacıkların ve nanokompozitin manyetik özellikleri VSM ile analiz edildi. Magnetit (Fe₃O₄) ve PDMS/PVAc/PT/Fe₃O₄ nanokompozite ait manyetizasyon eğrisi Şekil 4.12’de verilmiştir. Manyetizasyon eğrilerinde histerezis görülmemesi, magnetit nanoparçacıklarının süperparamanyetik özellikte olduğunu göstermektedir. Magnetitin manyetik doygunluk değerinin (Ms) oda sıcaklığında 58,9 emu g⁻¹ olduğu görüldü. Literatür araştırması sonucu, yığın magnetite ait manyetik doygunluk değerinin 92 emu g⁻¹ olduğu bulunmuştur. Sentezlenen magnetite ait Ms değerinin, bu değerden düşük olduğu görülmektedir ve yapılan başka çalışmalar ile desteklenmektedir [94-96]. Bu değerdeki azalma, azalan kristal boyutu ile manyetik olarak

kullanılmayan tabaka kalınlığında meydana gelen artış olarak açıklanabilir [97]. Yapılan başka bir çalışmada, magnetite ait doygunluk değerinin yaklaşık 55 emu g^{-1} olduğu görülmüştür [94, 98]. Magnetit katkılı PDMS/PVAc/PT/Fe₃O₄ nanokompozitin de süperparamanyetik özellikte ve M_s değerinin $6,76 \text{ emu g}^{-1}$ olduğu Şekil 4.12’de görülmektedir.

Nanoparçacıkların manyetik özellikleri, parçacık boyutuna bağlı olarak değişmektedir. Eş 4.2 [99] kullanılarak kritik boyut (D_p) hesaplandı.

$$V_p = \frac{25kT}{K} \quad (4.2)$$

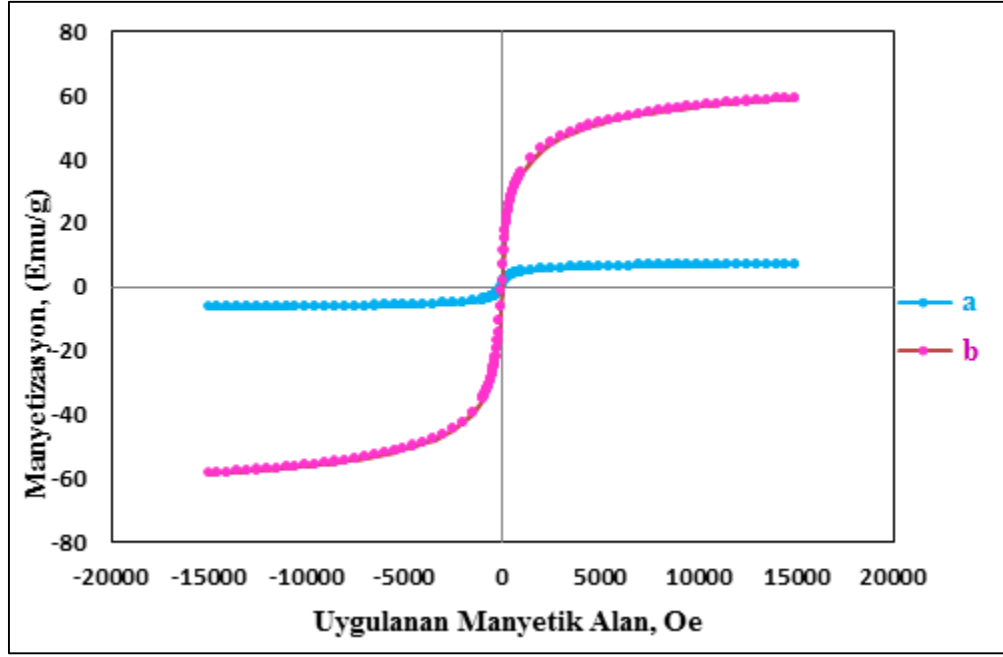
Burada:

k: Boltzman sabiti

K: Anizotropi sabiti (Fe₃O₄ için $1,1 \times 10^4 \text{ J/m}^3$)

T: Ortam sıcaklığı (298 K)

Sentezlenen magnetit nanoparçacıkların kritik boyut değeri 26 nm olarak bulundu. XRD analizinden bulunan magnetite ait parçacık boyutunun ($\sim 8 \text{ nm}$), VSM analizinden bulunan kritik boyuttan (26 nm) küçük olduğu görülmektedir. Bu da, literatürde olduğu gibi, magnetit nanoparçacıklarının süperparamanyetik özellikte olduğunu göstermektedir [99].



Şekil 4.12. a) %11 PT içeren PDMS/PVAc/PT/Fe₃O₄ nanokompozitinin ve b) magnetitin manyetizasyon eğrisi

5. SONUÇLAR VE ÖNERİLER

1. Bu çalışmada, PT ve PDMS/PVAc/PT üçlü kompozitleri kimyasal polimerleşme yöntemi ile FeCl_3 kullanılarak, $n_{\text{monomer}}/n_{\text{yükseletgen}}$ oranı 1/3 alınarak kütlece üç farklı PT yüzdesinde sentezlendi. Elde edilen bu özgün üçlü kompozitlerin sıcaklık duyarlı, katlanabilir filmleri hazırlandı. Aynı şekilde %11 PT içeren magnetit nanoparçacık katkılı manyetik alan duyarlı nanokompozit filmi hazırlandı.
2. Dört nokta tekniğiyle oda sıcaklığında yapılan iletkenlik ölçümleri sonucunda; PT için iletkenlik değeri $2,32 \times 10^{-3} \text{ S cm}^{-1}$ iken, üçlü kompozitler için sırasıyla iletkenlik değerleri $3,59 \times 10^{-5}$, $4,03 \times 10^{-5}$, $4,62 \times 10^{-5} \text{ S cm}^{-1}$ olarak bulundu. Magnetit katkılı nanokompozit filminin iletkenliği ise $3,59 \times 10^{-5} \text{ S cm}^{-1}$ olarak bulundu. Bu sonuçlar göz önüne alındığında üçlü kompozitlerdeki PT miktarının (%m/m) artışıyla iletkenliğin arttığı ve iletken polimerler için önerilen iletkenlik aralığı içerisinde olduğu tespit edildi.
3. Sentezlenen PT, üçlü kompozitlerin ve nanokompozitin $10-50^\circ\text{C}$ sıcaklık aralığında 10°C 'ar derece artacak ve azalacak şekilde programlanan kontrollü cihaz ile sıcaklığa bağlı iletkenlikleri ölçüldü. $10-50^\circ\text{C}$ sıcaklık aralığındaki döngülerinden PT'de, üçlü kompozitlerde ve nanokompozitte iletkenliğin sıcaklık artışı ile arttığı ve sıcaklığın azalması ile azaldığı görüldü.
4. Gouy terazisi ölçümlerinden, PT, üçlü kompozitlerin ve nanokompozitin manyetik duyarlılık değerlerinin pozitif olduğu, paramanyetik özellik gösterdikleri ve iletkenlik mekanizmalarının polaronlar üzerinden yürüdüğü tespit edildi.
5. FTIR analizi sonucunda, polimerleşmeyi, magnetit, kompozit ve nanokompozit oluşumunu destekleyen bandlar görüldü.
6. PT, PVAc, Fe_3O_4 , PDMS/PVAc/PT üçlü kompozitlerinin ve PDMS/PVAc/PT/ Fe_3O_4 nanokompozitin ısı analizleri TGA ile incelendi. Analiz sonuçları PDMS/PVAc/PT üçlü kompozitlerinin ve PDMS/PVAc/PT/ Fe_3O_4 nanokompozitin başlangıç bozunma sıcaklıklarının (T_b), polimerlerin T_b sıcaklıkları aralığında olduğu görüldü. Ayrıca

kompozitlerdeki PT yüzdesi arttıkça maksimum ve son bozunma sıcaklıklarında azalmanın gözlemlendiği, 900°C'ta kalan artık madde miktarlarının da kompozitteki PT artışına paralel olarak arttığı tespit edildi.

7. Farklı yüzdelerde PT içeren PDMS/PVAc/PT üçlü kompozitlerinin ve PDMS/PVAc/PT/Fe₃O₄ nanokompozitin dayanıklı, katlanabilen, yekpare ve esnek filmleri elde edildi. PT'nin iletkenliği, PVAc ve PDMS'nin üstün olan mekanik özellikleriyle birleştirildi, hem iletken, hem dayanıklı hem de sıcaklık uygulandığında da katlanabilen filmler elde edildi. Yapıya nanoparçacığın ilave edilmesiyle manyetik alan duyarlı, mıknatıs ile çekilebilen esnek, katlanabilir film elde edildi.
8. XRD analizi sonucu incelendiğinde PT'nin 2θ=15-30° aralığında ve PVAc'nin 2θ=13-22° aralığında görülen yayvan pikleri, yapılarının, amorf olduğunu gösterdi. PDMS/PVAc/PT üçlü kompozitlerin de aynı bölgelerde pikler verdiği ve amorf bir yapıya sahip olduğu görüldü. Kompozitteki PT yüzdesinin artmasıyla pikler daha küçük açılara kaymıştır. Magnetite ait pikler incelendiğinde 2θ=30,39°; 2θ=35,39°; 2θ=53,81° ve 2θ=57,41° de piklerin keskin olduğu ve kristal yapıya sahip olduğu görüldü. %11 PT içeren PDMS/PVAc/PT üçlü kompozite ait yayvan pik, yapının amorf olduğunu gösterirken, magnetitin yapıya girmesiyle elde edilen nanokompozite ait pik de yapının kristal özellikte olduğunu gösterdi.
9. PT'ye ait SEM fotoğrafı incelendiğinde, iri tanecikli ve süngerimsi yapıda olduğu, PVAc'nin de homojen yapıda olduğu görüldü. Üçlü kompozitlere ait SEM fotoğrafları incelendiğinde, %15 PT içeren PDMS/PVAc/PT üçlü kompozitinin kümeleşmiş iri tanecikli ve tabakalı yapıda olduğu görüldü. Diğer kompozitlerde ise, PT yüzdesinin azalması ve diğer yalıtkanlar olan PVAc ve PDMS oranının artmasıyla daha homojen yapı elde edildi. Magnetite ait SEM fotoğrafı incelendiğinde de tanecikli, kümeleşmiş yapı görüldü. %11 PT içeren PDMS/PVAc/PT/Fe₃O₄ nanokompozite ait SEM fotoğrafı incelendiğinde, düzenli şekilde dağılmış tanecikli yapı görüldü.
10. Magnetite ait TEM görüntüsü incelendiğinde, küresel yapıda olan magnetit nanoparçacıkların tanecik boyutlarının 7,5-15 nm aralığında olduğu tespit edildi.

11. Kompozitlerin ve nanokompozitin AFM görüntüleri incelendiğinde; %11 PT içeren üçlü kompozitin RMS değerinin, %11 PT içeren nanokompozite göre daha düşük olduğu görüldü. Nanoparçacığın yapıya girmesiyle yüzey pürüzlülüğünün arttığı görüldü. Üçlü kompozitlerin yüzey morfolojileri incelendiğinde ise, kompozit içerisindeki PT miktarının artmasıyla RMS değerinde artma görüldü. PT miktarı arttıkça kompozitlerin yüzey pürüzlülüğü arttı.
12. Sentezlenen magnetit nanoparçacıkların ve nanokompozitin manyetik özellikleri VSM analizi ile incelendi. Magnetitin süperparamanyetik özellikte olduğu anlaşıldı. Magnetit katkılı PDMS/PVAc/PT/Fe₃O₄ nanokompozitin de süperparamanyetik özellikte olduğu görüldü.
13. Sentezlenen yüksek performanslı, mekanik ve ısıl özellikleri iyi, çevre şartlarına uyumlu ve manyetik alan duyarlı PDMS/PVAc/PT üçlü kompozitleri ve PDMS/PVAc/PT/Fe₃O₄ nanokompoziti ile kompozit ve nanokompozit filmlerinin iletken özellikleri nedeniyle antistatik ve antikorozyon malzeme olarak kullanılabileceğini öneriyoruz.

KAYNAKLAR

1. Sarı, B., Talu, M. (1998). Electrochemical copolymerization of pyrrole and aniline. *Synthetic Metals*, 94, 221-227.
2. Talu, M., Kabasakaloğlu, M., Yıldırım, F., Sarı, B. (2001). Electrochemical synthesis and characterization homopolymers of polyfuran, polythiophene and bipolymer films polyfuran/polythiophene and polythiophene/polyfuran. *Applied Surface Science*, 181, 51-60.
3. Gök, A., Sarı, B., Talu, M. (2005). Polymers, composites and characterization of conducting polyfuran and poly(2-bromoaniline). *Journal of Applied Polymer Science*, 98, 2048-2057.
4. Ray, S., Easteal, A. J., Cooney, R. P., Edmonds, N. R. (2009). Structure and properties of melt processed PVDF/PMMA/polyaniline blends. *Materials Chemistry and Physics*, 113, 829-838.
5. Prakash, S., Rao, C. R. K., Vijayan, M. (2009). Polyaniline–polyelectrolyte–gold(0) ternary nanocomposites: Synthesis and electrochemical properties. *Electrochimica Acta*, 54, 5919–5927.
6. Demets, G. J. F., Anaissi, F. J., Toma, H. E., Fontes, M. B. A. (2002). Preparation and properties of polypyrrole/bentonite/vanadium (V) oxide ternary composites. *Materials Research Bulletin*, 37, 683-695.
7. Çabuk, T. Z., Sarı, B., Ünal, H. İ. (2010). Preparation of novel polyindene/polyoxymethylene blends and investigation of their properties. *Journal of Applied Polymer Science*, 117, 3659-3664.
8. Sarı, B., Talu, M., Yıldırım, F., Balcı, E. K. (2003). Synthesis and characterization of polyurethane/polythiophene conducting copolymer by electrochemical method. *Applied Surface Science*, 205, 27-38.
9. Osaka, T., Naoi, K., Ogano, S. (1988). Effect of polymerization anion on electrochemical properties of polypyrrole and on Li/LiClO₄/Polypyrrole battery performance. *J. Electrochem. Soc.: Electrochem, Sci. and Tech.*, 135, 1071- 1077.
10. Macdiarmid, A. G., Chiang, J. C., Richter, A. F. and Epstein, A. J. (1987). Polyaniline: A new concept in conducting polymers. *Synthetic Metals*, 18, 285-290.
11. Jelle, B. P., Hagen, G., Nodland, S. (1993). Transmission spectra of an electrochromic window consisting of polyaniline, prussian blue and tungsten oxide. *Electrochimica Acta*, 39, 1497-1500.
12. Mizumoto, M., Namba, M., Nishimura, S., Miyadera, H., Koseki, M., Kobayashi, Y. (1989). Polyaniline as an electrode of rechargeable battery. *Synthetic Metals*, 28, 639-646.

13. Roth, S., Gropner, W. (1993). Conductive polymers-evaluation of industrial applications. *Synthetic Metals*, 28, 629-638.
14. Maiti, S., (1994). Recent trends in conducting polymers: Problems and promises. *Indian Journal of Chemistry*, 33A, 524-539.
15. Okabayashi, K., Goto, F., Abe, K., Yoshida, T. (1987). Electrochemical studies of polyaniline and its application. *Synthetic Metals*, 18, 365-370.
16. Venkatachalam, S., Krisnamurthy, V. N. (1994). Polymeric phthalocyanines and other electrically conducting polymers for electronic and photonic applications-A review. *Indian Journal of Chemistry*, 33, 506-523.
17. Malinauskas, A., Mazeikene R. (1997). Potentiometric response of polyaniline electrode to dissolved nitrate. *Synthetic Metals*, 89, 77-79.
18. Aytaç, A., Kabasakaloğlu, M., Sarı, B., Talu, M. (2004). Ion-selective electrodes prepared with polyaniline membranes. *Russian Journal of Electrochemistry*, 40, 732-735.
19. Stupnisek-Lisac, E., Metikos-Hukovic, M., Lencic, D., Norkapic-Furac, J. and Berkovic, K. (1992). Structural investigation of N-arylpyrroles as iron corrosion inhibitors in hydrochloric acid. *Corrosion*, 48, 924-929.
20. Tuken, T., Dündükcü, M., Yazıcı, B., Erbil, M. (2004). The use of polyindole for mild steel protection. *Progress in Organic Coatings*, 50, 273-282.
21. Piyanoot, H., Sirivat, A., Jamieson, A. M. (2006). Electrorheological properties of polyaniline suspensions: Field-induced liquid to solid transition and residual gel structure. *Journal of Colloid and Interface Science*, 295, 270-278.
22. Yılmaz, H., Unal H. I., Sarı, B. (2007). Synthesis, characterization and electrorheological properties of poly(o-toluidine)/Zn conducting composites. *Journal of Applied Polymer Science*, 103, 1058-1065.
23. Erol, Ö., Ünal, H. İ., Sarı, B. (2010). Synthesis, electrorheology and creep behaviors of in-situ intercalated polyindole/organo-montmorillonite conducting nanocomposite. *Polymer Composites*, 31, 471-481.
24. McCullough R. D. (1998). The chemistry of conducting polythiophenes. *Advanced Materials*, 10, 93-116.
25. Diaz, A. F., Kanazawa, K. K., Gardini, G. P. (1979). Electrochemical polymerization of pyrrole. *Journal of Chemical Society, Chemical Communications*, 14, 635-636.
26. Tourillon, G., Garnier, F. (1982). New electrochemically generated organic conducting polymers. *Journal of Electroanalytical Chemistry*, 135, 173-178.
27. Grem, G., Leditzky, G., Ullrich, B., Leising, G. (1992). Realization of a blue-light-emitting device using poly(p-phenylene). *Advanced Materials*, 4, 36-37.

28. Saçak, M. (2012). *Polimer Kimyası*. (Altıncı Baskı). Ankara: Gazi Kitabevi, 55.
29. Randriamahazaka, H., Noel, V., Guillerez, S., Chevrot, C. (2005). Interpenetrating organicconducting polymer composites based on polyaniline and poly(3,4-ethylenedioxythiophene) from sequential electropolymerization. *Journal of Electroanalytical Chemistry*, 585, 157-166.
30. Skotheim, T. A., Elsenbaumer, R. L., Reynolds, J. R. (1998). Handbook of conducting polymers. Marcel Dekker. (Second Edition), *INC.*, New York, 29.
31. Mazeikiene, R., Malinauskas, A. (2000). Doping of polyaniline by some redox active organic anions. *European Polymer Journal*, 36, 1347-1353.
32. Cowie, J. M. G. (1991). Polymers: Chemistry and physics of modern materials. second edition, *Chapman and Hall*, New York, USA, 410-420.
33. Bernasik, A., Haberko, J., Wlodarczyk-Miskiewicz, J., Raczowska, J., Luzny, W., Budkowski, A., Kowalski, K., Rysz, J. (2005). Influence of humid atmosphere on phase separation in polyaniline-polystyren thin films. *Synthetic Metals*, 53, 516-522.
34. Rajapakse, R. M. G., Krishantha, D. M. M., Tennakoon, D. T. B., Dias, H. R. (2006). Mixed-conducting polyaniline-fuller's earth nanocomposites prepared by stepwise intercalation. *Electrochimica Acta*, 51, 2483-2490.
35. Wang, L. X., Li, X. G., Yang, Y. L. (2001). Preparation, properties and applications of polypyrroles. *Reactive & Functional Polymers*, 47, 125-139.
36. Walton, D. J. (1990). Electrically conducting polymers. *Materials & Design*, 11, 142-152.
37. Bereket G., Hür E., Şahin Y. (2005). Electrodeposition of polyaniline, poly(2-iodoaniline), and poly(aniline-co-2-iodoaniline) on steel surfaces and corrosion protection of steel. *Applied Surface Science*, 252, 1233-1244.
38. Yağcı, Y., Yılmaz, F., Kıralp, S., Toppare, L. (2005). Photoinduced polymerization of thiophene using iodonium salt. *Macromolecular Chemistry and Physics*, 206, 1178-1182.
39. Kaneto, K., Yoshino, K. and Yoshio I. (1982). Electrical properties of conducting polymer, polythiophene, prepared by electrochemical polymerization. *Japanese Journal of Applied Physics*, 21, 567-568.
40. Arimoto, F. S., Haven, A. C. (1955). Derivatives of dicyclopentadienyliron. *Journal of the American Chemical Society*, 77, 6295-6297.
41. Osterhalm, J. E., Cao, Y., Klavetter, F. and Smith, P. (1994). Emulsion polymerization of aniline. *Polymer*, 35, 2902-2906.
42. Ojio, T. and Miyata, S. (1986). Highly transparent and conducting polypyrrole-poly(vinyl alcohol) composite films prepared by gas state polymerization. *Polymer Journal*, 18, 95-98.

43. Geniès, E. M., Boyle, A., Lopkowski, M. and Tsintavis, C. (1990). Polyaniline: A historical survey. *Synthetic Metals*, 36, 139-182.
44. RuoChen, L., ZhenPing, L. (2009). Polythiophene: Synthesis in aqueous medium and controllable morphology. *Chinese Science Bulletin*, 54, 2028-2032.
45. Mc Clain, M. D., Curtis M. D. (1996). Poly(thiophenes):Organometallic syntheses. In *The Polymeric Materials Encyclopedia*, CRC Press, Boca Raton, FL, 6918.
46. Galzi, C., Zerbi, G. (1996). Poly(thiophenes), substituted. In *The Polymeric Materials Encyclopedia CRC Press*, Boca Raton, FL, 6923.
47. Kossmehl, G. A. (1986). Semi-conducting and conducting polymers with aromatic and heteroaromatic units. In *Handbook of Conducting Polymers*. ed. Skotheim, T.A., Marcel Dekker, New York, 351.
48. Gutierrez, M. H., Ford, W. T., Herbert A. P. (1984). A warning about structures of thiophene polymers. *Journal of Polymer Science: Polymer Chemistry*, 22, 3789-3794.
49. Özgün, A., Sarı, B., Uygun, A., Ünal, H. İ., Çakanyildirim, Ç. (2009). Conducting composites and blends of polythiophene and polyoxymethylene. *International Journal of Polymer Analysis and Characterization*, 14, 469-480.
50. Kossmehl, G. A., Chatzitheodorou, G. (1982). Electrical conductive AsF₅-complexes of poly(2,5-Thiophenediyl. *Molecular Crystals & Liquid Crystals*, 83, 291-296.
51. Gök, A., Koçak, E.D., Aydoğdu, S. (2005). Synthesis and characterization of PT/PS/SiO₂ nanocomposite in nonaqueous medium by chemical method. *Journal of Applied Polymer Science*, 96, 746-752.
52. Ballav, N., Biswas, M. (2003). A conducting composite of poly(N-vinylcarbazole) and polythiophene. *Synthetic Metals*, 132, 213-218.
53. Patel, M., Skinner, A.R., Maxwell, R.S. (2005). Sensitivity of condensation cured polysiloxane rubbers to sealed and open-to air thermal ageing regimes. *Polymer Testing*, 24, 663-668.
54. Guiqiang, F., Yiding, S., Haihua W., Yue S. (2006). Effects of polydimethylsiloxane concentration on properties of polyurethane/polydimethylsiloxane hybrid dispersions. *Journal of Applied Polymer Science*, 102, 5538-5544.
55. Şen, F., Sayman, O. (2006). Fiber takviyeli kompozit levhalarda bağlantı şekilleri ve pim bağlantıları, *MakineTek Dergisi*, Bileşim Yayıncılık, Kasım sayısı, 92-94.
56. Migahed, M. D., Fahmy, T., Ishra, M., Barakat, A. (2004). Preparation, characterization, and electrical conductivity of polypyrrole composite films. *Polymer Testing*, 23, 361-365.

57. Gupta, R. K., Singh, R. A. (2005). Preparation and characterization of polymer composites of polyaniline with poly(vinylchloride) and polystyrene. *Journal of Non-Crystalline Solides*, 351, 2022-2028.
58. Yılmazbayhan, A. (2006). *Maleik anhidritle graflanmış oligomerlerin ve i-pp/silikat nanokompozitlerin tepkimeli ekstrüzyon yöntemiyle sentezi ve karakterizasyonu*, Yüksek Lisans Tezi, Hacettepe Üniversitesi, Ankara.
59. Şen, F., Palancıoğlu, H., Aldaş, K., (2010). Polimerik nanokompozitler ve kullanım alanları. *Makine Teknolojileri Elektronik Dergisi*, 1, 111-118.
60. Çöktüren, E., (2008). *Ferromanyetik filmlerde oluşan yüzey manyetik anizotropisinin numerik çözümlenmesi*, Yüksek Lisans Tezi, Trakya Üniversitesi, Edirne.
61. Wang, Y., Wang S., Niu H., Ma Y., Zeng T., Cai Y., Meng Z. (2013). Preparation of polydopamine coated Fe₃O₄ nanoparticles and their application for enrichment of polycyclic aromatic hydrocarbons from environmental water samples. *Journal of Chromatography A*, 1283, 20–26.
62. Han, J. S., Lee, J. Y., Lee, D. S. (2001). A novel thermosensitive soluble polypyrrole composite. *Synthetic Metals*, 124, 301-306.
63. Ballav, N., Biswas, M. (2005). Conducting composites of polythiophene and polyfuran with acetylene black', *Polymer International*, 54, 725-729.
64. Eşsiz, S., Sarı, B. (2014). Temperature-sensitive composite films: synthesis and characterization of poly(vinyl acetate)/polystyrene/polypyrrole ternary composites. *Advances in Polymer Technology*, 33 (S1), 21446 (E1-E8).
65. Karim, M. R., Lee, C. J. and Lee, M. S. (2007). Synthesis of conducting polypyrrole by radiolysis polymerization method. *Polymers for Advanced Technologies*, 18, 916–920.
66. Omastova, M., Podhradská, S., Prokes, J., Janigova, I., Stejskal, J. (2003). Thermal ageing of conducting polymeric composites. *Polymer Degradation and Stability*, 82, 251-256.
67. Bodas, D., Malek, C. K. (2006). Formation of more stable hydrophilic surfaces of PDMS by plasma and chemical treatments. *Microelectronic Engineering*, 83, 1277-1279.
68. Selvasekarapandian, S., Baskaran, R., Kamishima, O., Kawamura, J., Hattori, T. (2006). Laser Raman and FTIR studies on Li⁺ interaction in PVAc-LiClO₄ polymer electrolytes. *Spectrochimica Acta Part A*, 65, 1234-1240.
69. Gumus, O. Y., Unal, H. I., Erol, Sari, B. (2011). Synthesis, characterization and colloidal properties of polythiophene/borax conducting composite, *Polymer Composites*, 32, 418-426.

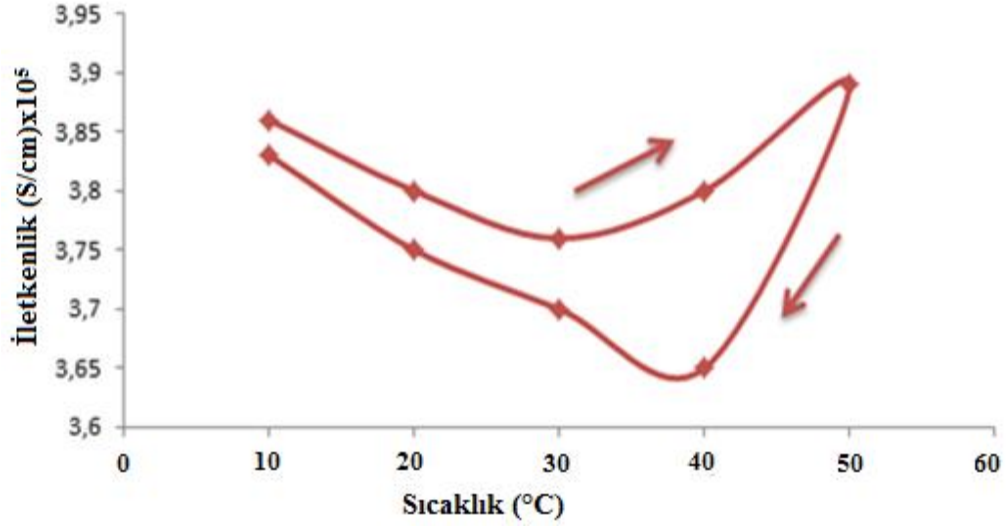
70. Kouassi, G. K., Irudayaraj, J., McCarty, G. (2005). Examination of cholesterol oxidase attachment to magnetic nanoparticles. *Journal of Nanobiotechnology*, 3, 1-9.
71. Zhu, Y., Xu, S., Jiang, L., Pan, K., Dan, Y. (2008). Synthesis and characterization of polythiophene/titanium dioxide composites. *Reactive and Functional Polymers*, 68, 1492-1498.
72. Huang, J., Kang, Y., Yang, T., Wang, Y., Wang, S. (2011). Preparation of polythiophene/WO₃ organic-inorganic hybrids and their gas sensing properties for NO₂ detection at low temperature. *Journal of Natural Gas Chemistry*, 20, 403-407.
73. Don, T. M., King, C. F., Chiu, W. Y. (2002). Synthesis and properties of chitosan-modified poly(vinyl acetate). *Journal of Applied Polymer Science*, 86, 3057-3063.
74. Zulficar, S., Ahmad, S. (2001). Thermal degradation of blends of PVAc with polysiloxane-II. *Polymer Degradation and Stability*, 71, 299-304.
75. Holland, B. J., Hay, J. N. (2002). The thermal degradation of poly(vinyl acetate) measured by thermal analysis-Fourier Transform Infrared Spectroscopy. *Polymer*, 43, 2207-2211.
76. Ban, B. F., Gao, F., Gu, H. C. (2005). Dendrimer modified magnetite nanoparticles for protein immobilization. *Journal of Colloid and Interface Science*, 284, 1-6.
77. Cai, W., Wan, J. (2007). Facile synthesis of superparamagnetic magnetite nanoparticles in liquid polyols. *Journal of Colloid and Interface Science*, 305, 366-370.
78. Li, Y., Y., Vamvounis, G., Holdcroft, S. (2002). Tuning optical properties and enhancing solid-state emission efficiency of poly(thiophene) by molecular control: A post-functionalization approach. *Macromolecules*, 35, 6900-6906.
79. Eşsiz, S., Sarı, B., Eldemir, N. (2014). Effect of synthetic route on structural and morphological properties of poly(thiophene-co-indole). *Polymer Science*, 56, 593-602.
80. Novoa, G., A., G., Heinamaki, J., Mirza, S., Antikainen, O., Colarte, A., I., Paz, A., S., Yliruusi, J. (2005). Physical solid-state properties and dissolution of sustained-release matrices of polyvinylacetate. *Europe Journal of Pharmaceutics and Biopharmaceutics*, 59, 343-350.
81. Long, Y., Chen, Z., Duvail, J. L., Zhang, Z., Wan, M. (2005). Electrical and magnetic properties of Polyaniline/Fe₃O₄ nanostructures. *Physica B*, 370, 121-130.
82. Janaky, C., Endrodi, B., Kovacs, K., Timko, M., Sapi, A., Visy, C. (2010). Chemical synthesis of poly(3-thiophene-acetic-acid)/magnetite nanocomposites with tunable magnetic behaviour. *Synthetic Metals*, 160, 65-71.
83. Can, M. B., Özcan, S., Ceylan A., Tezer, F. (2010). Effect of milling time on the synthesis of magnetite nanoparticles by wet milling. *Materials Science and Engineering*, B172, 72-75.

84. Gawande M. B., Rathi A. K., Nogueira I. D., Varma R. S., Branco P. S. (2013). Magnetite-supported sulfonic acid: a retrievable nanocatalyst for the Ritter reaction and multicomponent reactions. *Green Chemistry*, 15, 1895–1899.
85. Sun, J., Zhou, S., Hou, P., Yang, Y., Weng, J., Li, X., Li, M. (2007). Synthesis and characterization of biocompatible Fe₃O₄ nanoparticles. *Journal of Biomedical Materials Research Part A*, 80, 333-341.
86. Reddy, K. R., Lee, K. P., Iyengar, A.G. (2007). Synthesis and characterization of novel conducting composites of Fe₃O₄ nanoparticles and sulfonated polyanilines. *Journal of Applied Polymer Science*, 104, 4127-4134.
87. . Baghayeri, M., Zare, E. N., Lakouraj, M. M. (2014). Novel superparamagnetic PFu@Fe₃O₄ conductive nanocomposite as a suitable host for hemoglobin immobilization. *Sensors and Actuators B*, 202, 1200-1208.
88. Lopez, J. A., Gonzalez, F., Bonilla, F. A., Zambrano, G., Gomez, M. E. (2010). Synthesis and characterization of Fe₃O₄ magnetic nanofluid. *Revista Latinoamericana de Metalurgia y Materiales*, 30, 60-66
89. Senthilkumar, B., Thenamirtham, P., Selvan, R. K. (2011). Structural and electrochemical properties of polythiophene. *Applied Surface Science*, 257, 9063-9067.
90. Legodi, M. A., Waal, D. D. (2007). The preparation of magnetite, goethite, hematite and maghemite of pigment quality from mill scale iron waste. *Dyes and Pigments*, 74, 161-168.
91. Campo, A. D., Sen, T., Lellouche, J. P., Bruce, I. J. (2005). Multifunctional magnetite and silica-magnetite nanoparticles: synthesis, surface activation and applications in life sciences. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 293, 33-40.
92. Faiyas, A. P. A., Vinod, E. M., Joseph, J., Ganesan, R., Pandey, R. K. (2010). Dependence of pH and surfactant effect in the synthesis of magnetite (Fe₃O₄) nanoparticles and its properties. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 322, 400-404.
93. Ding, X., Zhou, S., Guangxin, G., Wu, L. (2011). Facile fabrication of superhydrophobic polysiloxane/magnetite nanocomposite coatings with electromagnetic shielding property. *J. Coat. Technol. Res.*, 8, 757-764.
94. Deng, Y. H., Wang, C. C., Hu, J. H., Yang, W. L., Fu, S. K. (2005). Investigation of formation of silica-coated magnetite nanoparticles via sol-gel approach. *Colloids and Surfaces A. Physicochem. Eng. Aspects*, 262, 87-93.
95. Guo, J., Gu, H., Wei, H., Zhang, Q., Haldolaarachchige, N., Li, Y., Young, D. P., Wei, S., Guo, Z. (2013). Magnetite-polypyrrole metacomposites: dielectric properties and magnetoresistance behavior. *The Journal of Physical Chemistry*, 117.10191-10202.

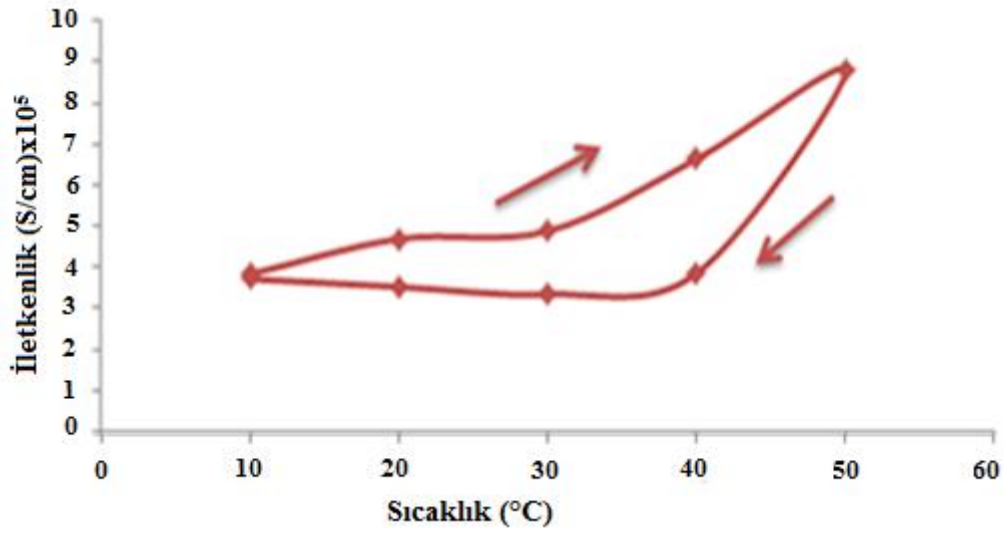
96. Yang, J., Park, S. B., Yoon, H. G., Huh, Y. M., Haam, S. (2006). Preparation of poly E-Caprolactone nanoparticles containing magnetite for magnetic drug carrier. *International Journal of Pharmaceutics*, 324, 185-190.
97. Khairy, M. (2013). Synthesis, characterization and magnetic properties of γ -Irradiated and unirradiated magnetite nanopowders. *International Journal of Materials and Chemistry*, 3, 106-111.
98. Sun, C., Du, K., Fang, C., Bhattarai, N., Veiseh, O., Kievit, F., Stephen, Z., Lee, D., Ellenbogen, R. G., Ratner, B., Zhang, M. (2010). PEG-mediated synthesis of highly dispersive multifunctional superparamagnetic nanoparticles: their physicochemical properties and function in vivo. *American Chemical Society*, 4, 2402-2410.
99. Bickford, L. R. (1950). Ferromagnetic Resonance Absorption in Magnetite Single Crystals, *Physical Reviews*, 78, 449.

EKLER

EK-1. Kütlece farklı yüzdelerde PT içeren PDMS/PVAc/PT üçlü kompozitlerinin ve PDMS/PVAc/PT/Fe₃O₄ nanokompozitin iletkenliklerinin sıcaklık ile değişim grafikleri

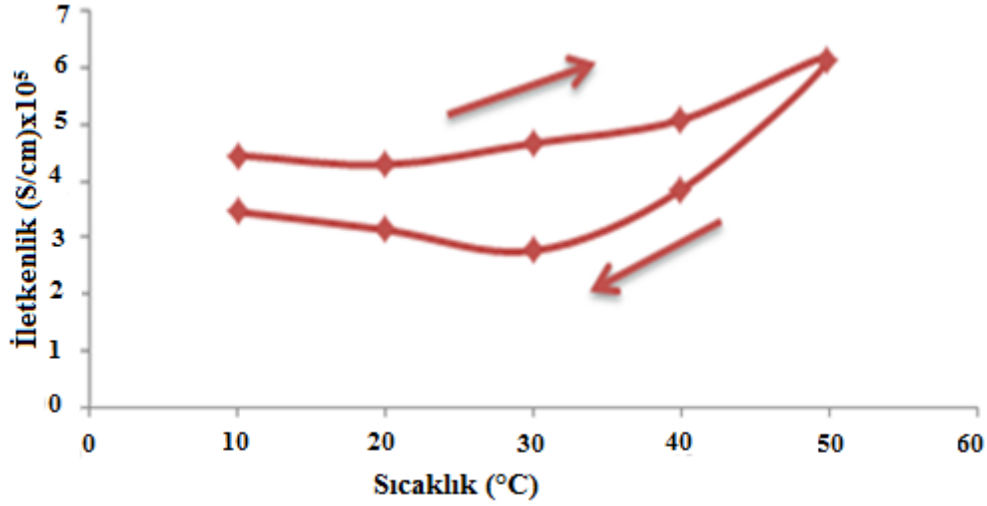


Şekil 1.1. PDMS/PVAc/PT (%6) kompozitinin iletkenliğinin sıcaklık ile değişimi

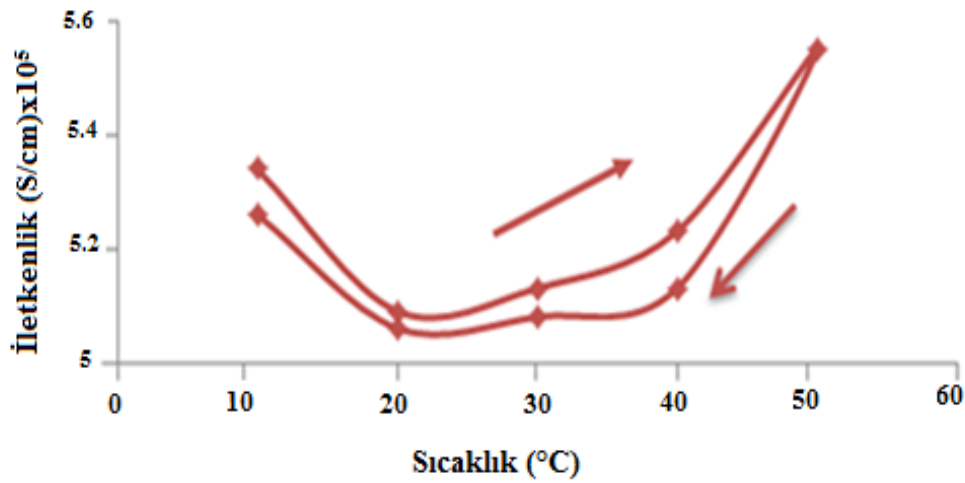


Şekil 1.2. PDMS/PVAc/PT (%11) kompozitinin iletkenliğinin sıcaklık ile değişimi

EK-1. (devamı). Kütlece farklı yüzdelerde PT içeren PDMS/PVAc/PT üçlü kompozitlerinin ve PDMS/PVAc/PT/Fe₃O₄ nanokompozitinin iletkenliklerinin sıcaklık ile değişim grafikleri

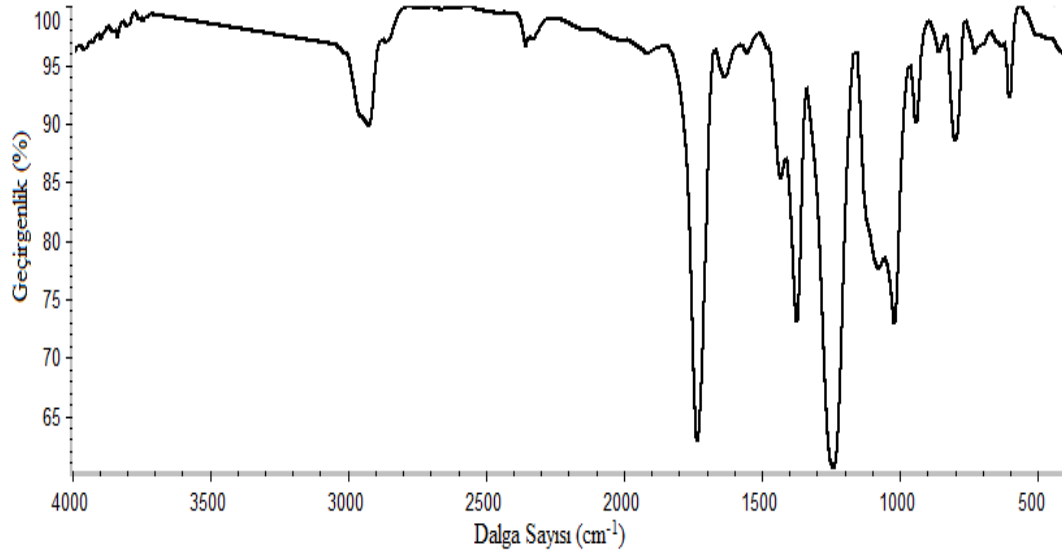


Şekil 1.3. PDMS/PVAc/PT (%15) kompozitinin iletkenliğinin sıcaklık ile değişimi

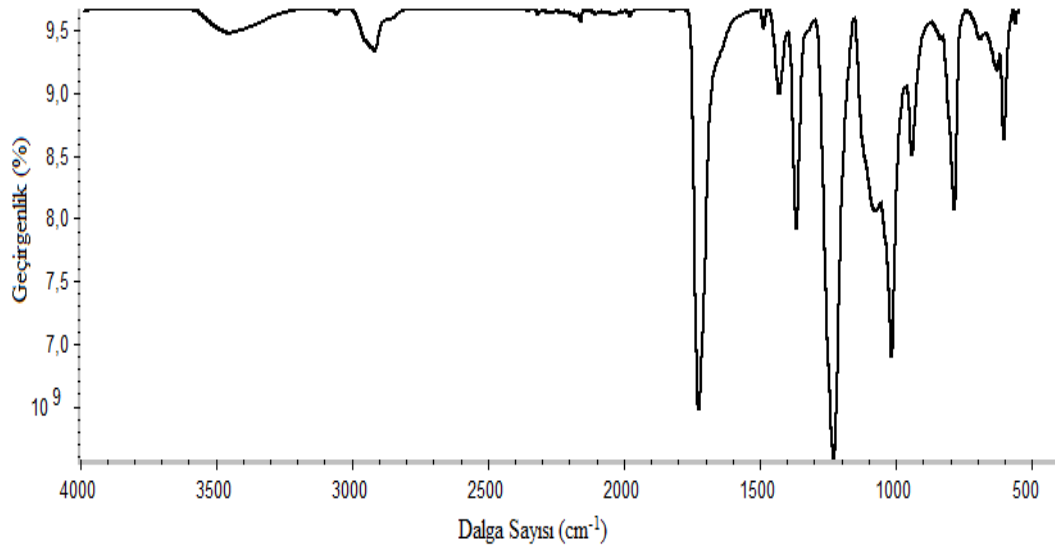


Şekil 1.4. PDMS/PVAc/PT/Fe₃O₄ (%11) nanokompozitinin iletkenliğinin sıcaklık ile değişimi

EK-2. Kütlece farklı yüzdelerde PT içeren PDMS/PVAc/PT üçlü kompozitlerinin FTIR spektrumları

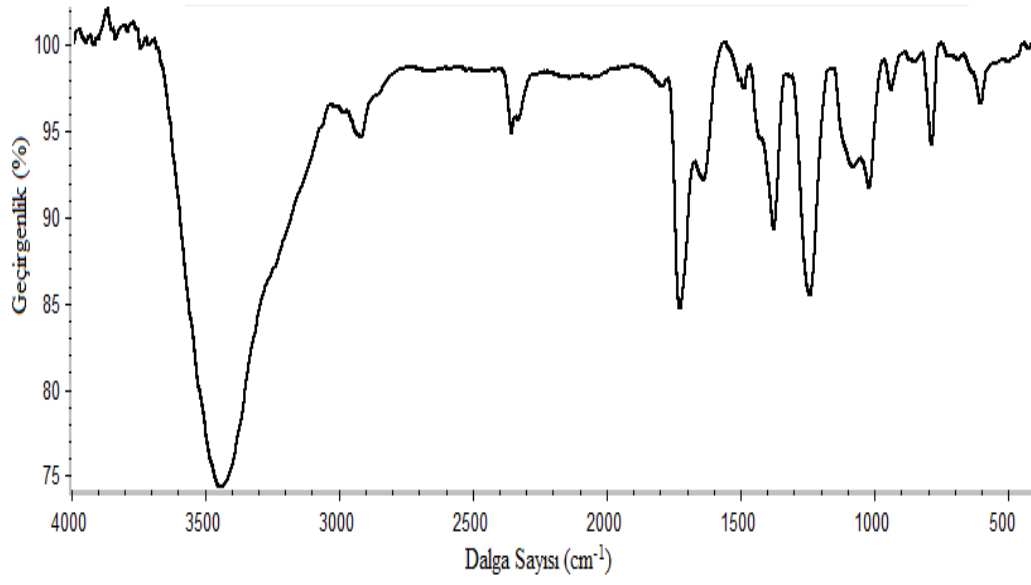


Şekil 2.1 PDMS/PVAc/PT (%6) üçlü kompozitinin FTIR spektrumu



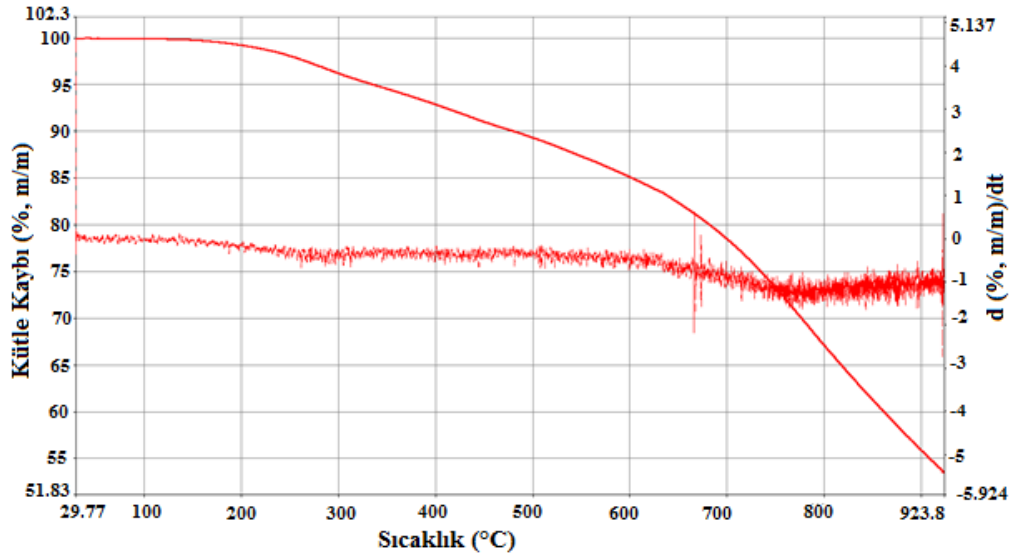
Şekil 2.2. PDMS/PVAc/PT (%11) üçlü kompozitinin FTIR spektrumu

EK-2. (devamı). Küttelece farklı yüzdelerde PT içeren PDMS/PVAc/PT üçlü kompozitlerinin FTIR spektrumları

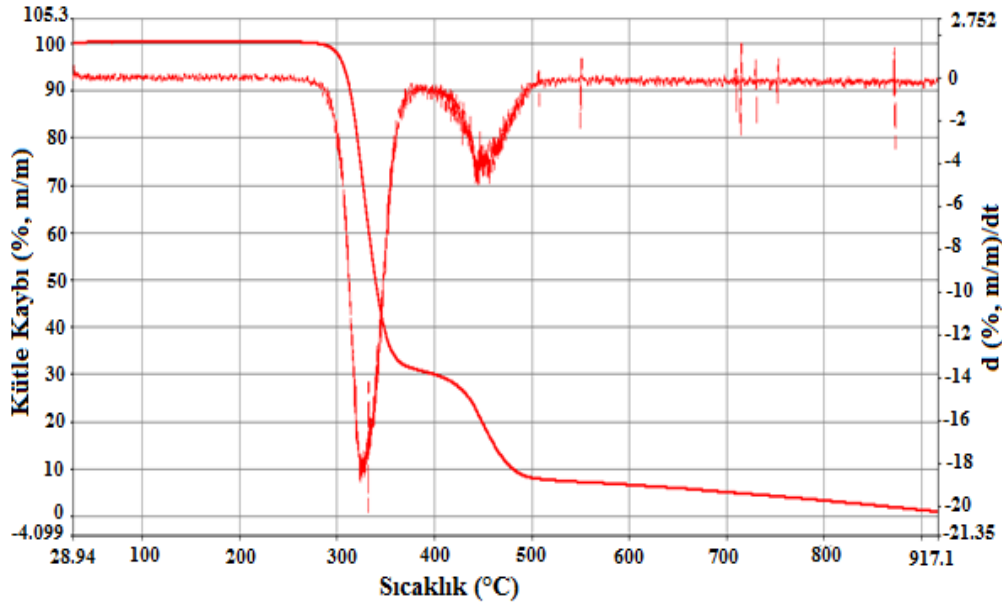


Şekil 2.3. PDMS/PVAc/PT (%15) üçlü kompozitinin FTIR spektrumu

EK-3. PT, PVAc, magnetit, PDMS/PVAc/PT üçlü kompozitlerinin ve PDMS/PVAc/PT/Fe₃O₄ nanokompozitin TGA eğrileri

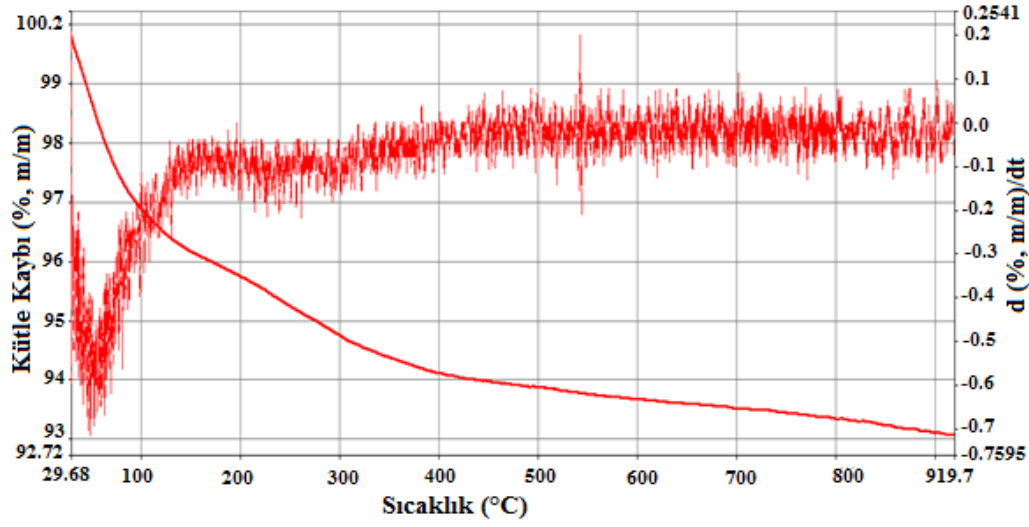


Şekil 4.1. PT'nin TGA eğrisi

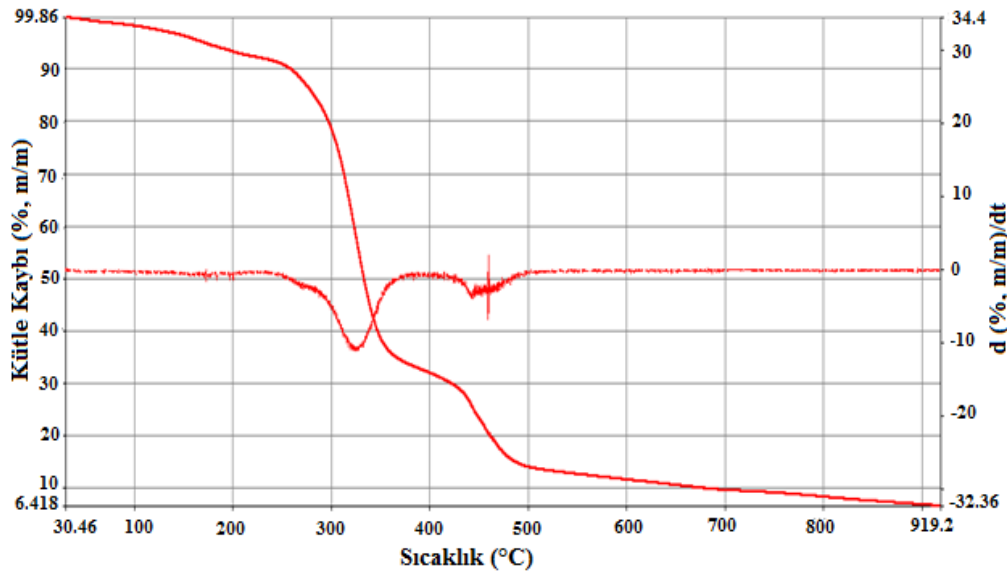


Şekil 4.2. PVAc'nin TGA eğrisi

EK-3. (devamı). PT, PVAc, magnetit, PDMS/PVAc/PT üçlü kompozitlerinin ve PDMS/PVAc/PT/Fe₃O₄ nanokompozitin TGA eğrileri

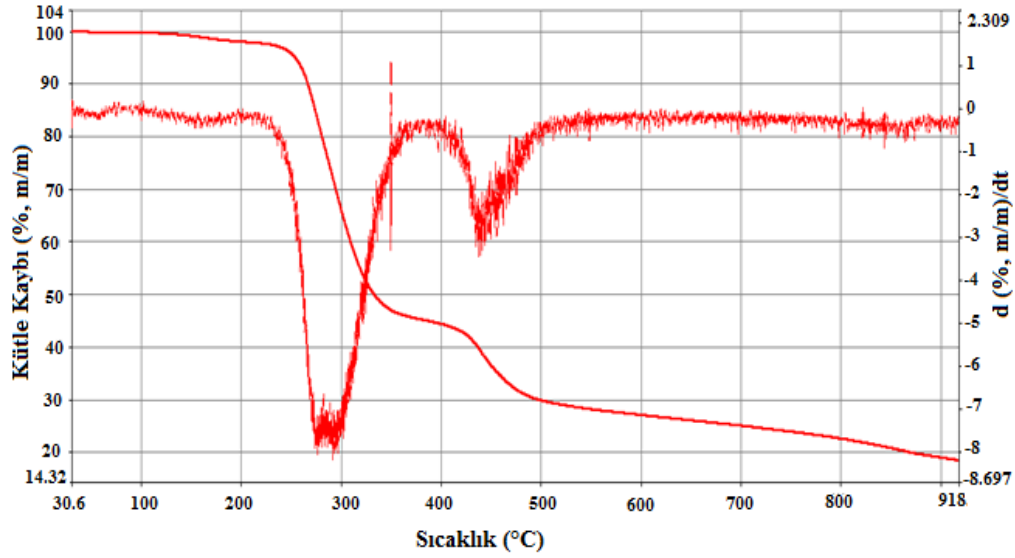


Şekil 4.3. Magnetit (Fe₃O₄)'in TGA eğrisi

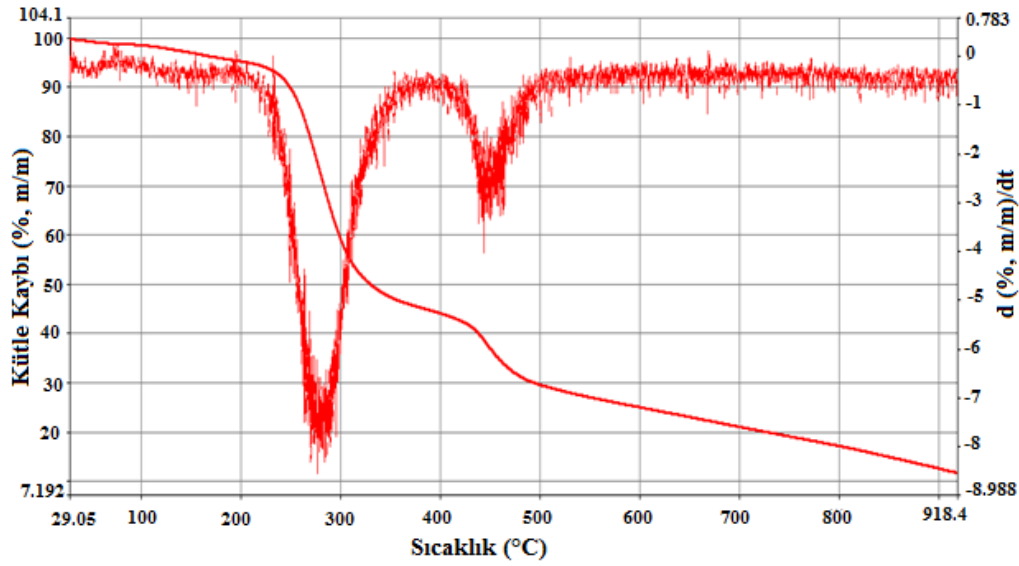


Şekil 4.4. PDMS/PVAc/PT (%6) üçlü kompozitinin TGA eğrisi

EK-3. (devamı). PT, PVAc, magnetit, PDMS/PVAc/PT üçlü kompozitlerinin ve PDMS/PVAc/PT/Fe₃O₄ nanokompozitin TGA eğrileri

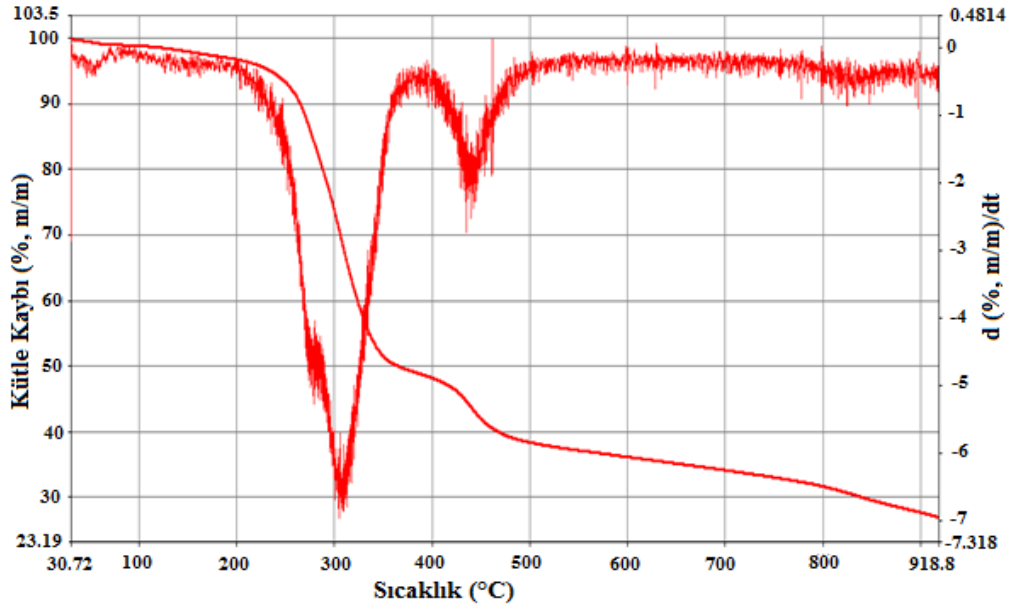


Şekil 4.5. PDMS/PVAc/PT (%11) üçlü kompozitinin TGA eğrisi



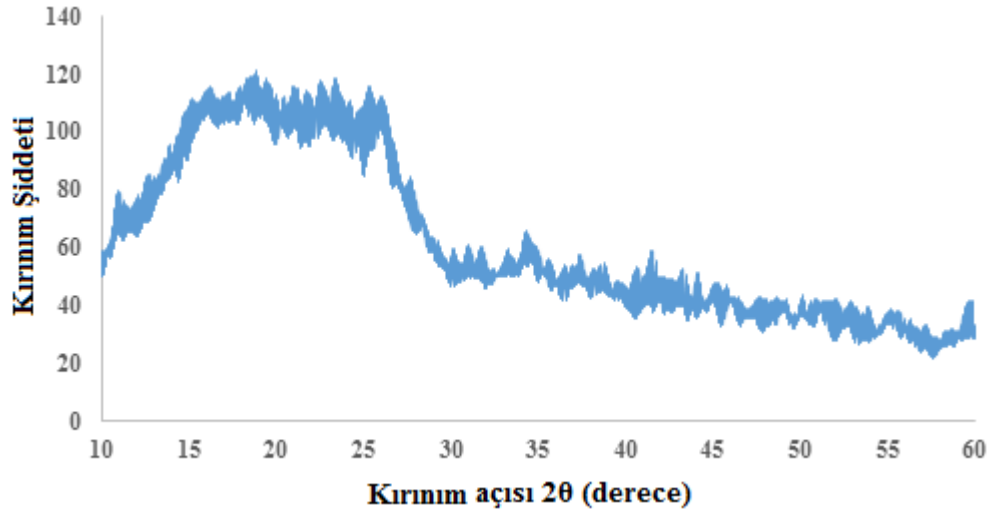
Şekil 4.6. PDMS/PVAc/PT (%15) üçlü kompozitinin TGA eğrisi

EK-3. (devamı). PT, PVAc, magnetit, PDMS/PVAc/PT üçlü kompozitlerinin ve PDMS/PVAc/PT/Fe₃O₄ nanokompozitin TGA eğrileri

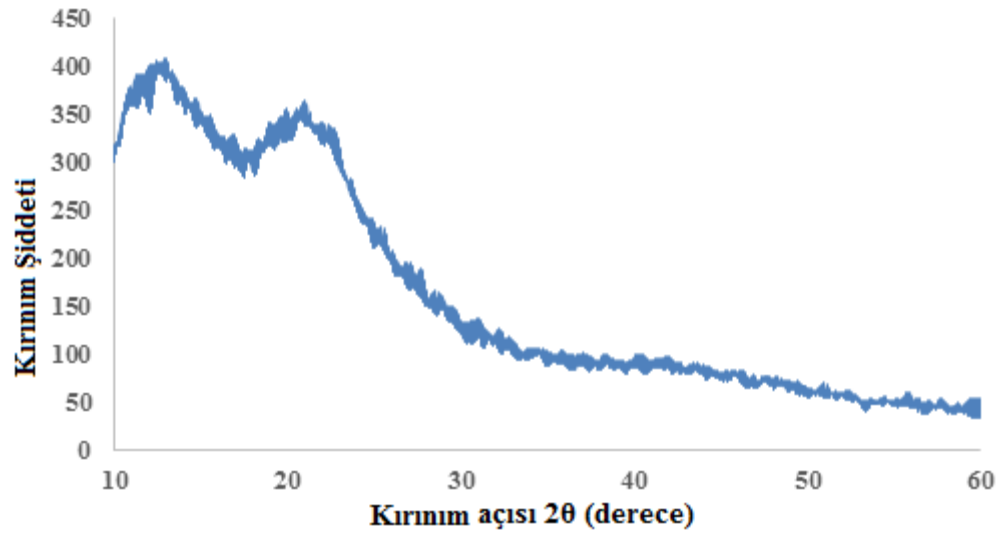


Şekil 4.7. PDMS/PVAc/PT/Fe₃O₄ (%11) nanokompozitinin TGA eğrisi

EK-4. PT, PVAc, magnetit, PDMS/PVAc/PT üçlü kompozitlerinin ve PDMS/PVAc/PT/Fe₃O₄ nanokompozitin XRD spektrumları

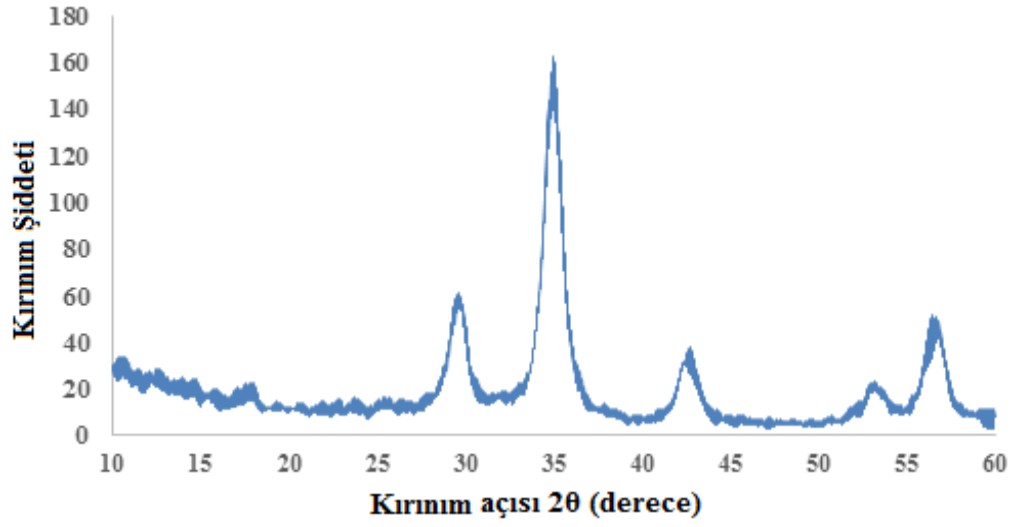


Şekil 6.1. PT'nin XRD spektrumu

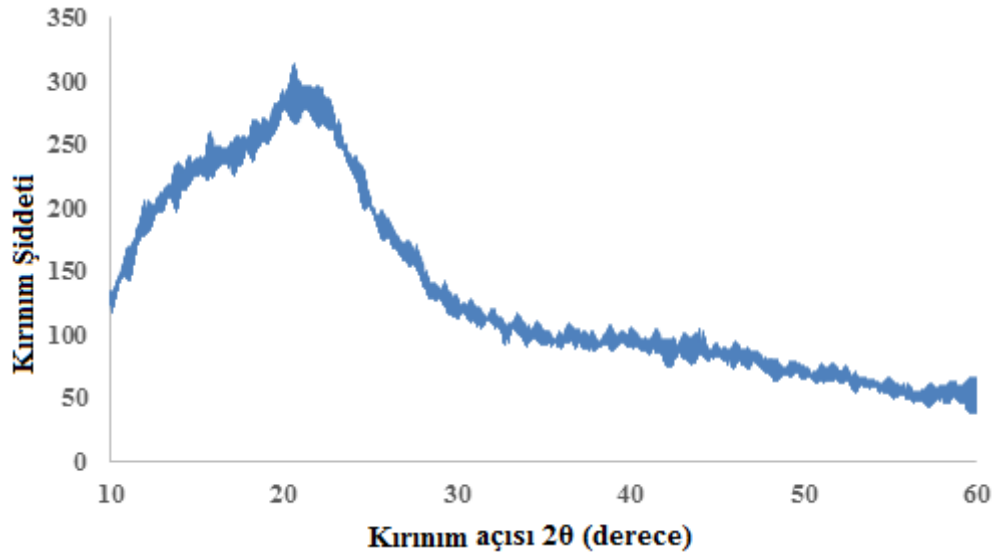


Şekil 6.2. PVAc'nin XRD spektrumu

EK-4. (devamı). PT, PVAc, magnetit, PDMS/PVAc/PT üçlü kompozitlerinin ve PDMS/PVAc/PT/Fe₃O₄ nanokompozitin XRD spektrumları

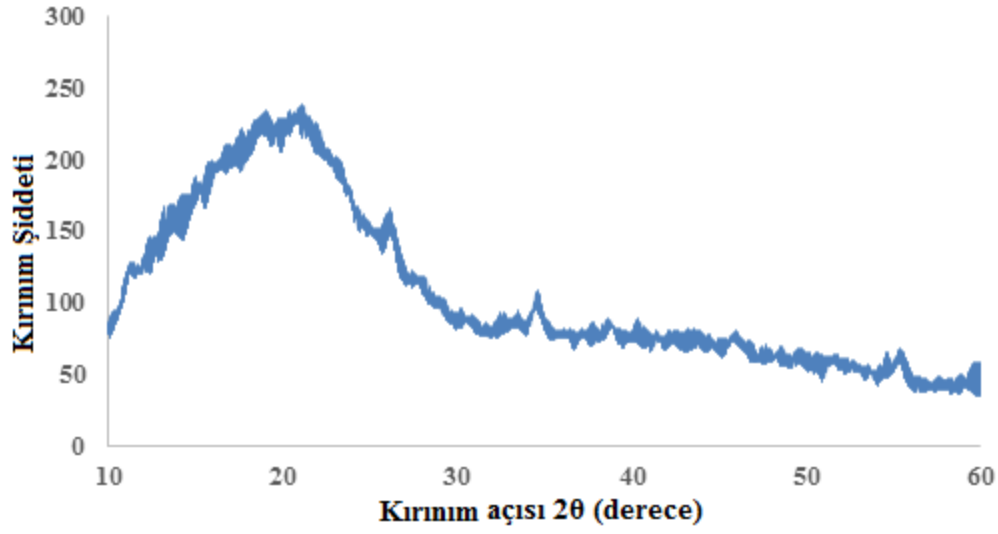


Şekil 6.3. Magnetit (Fe₃O₄)'in XRD spektrumu

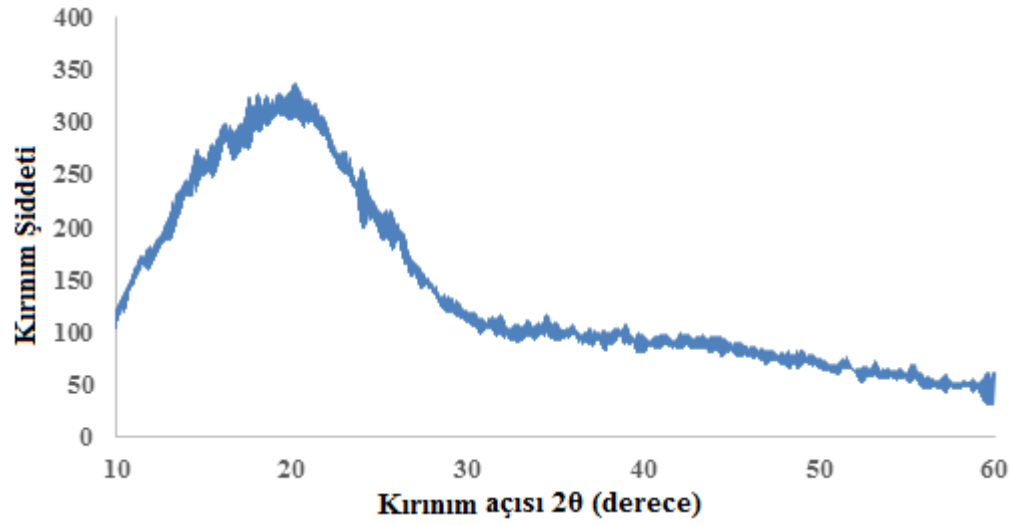


Şekil 6.4. % 6 PT içeren PDMS/PVAc/PT üçlü kompozitin XRD spektrumu

EK-4. (devamı). PT, PVAc, magnetit, PDMS/PVAc/PT üçlü kompozitlerinin ve PDMS/PVAc/PT/Fe₃O₄ nanokompozitin XRD spektrumları

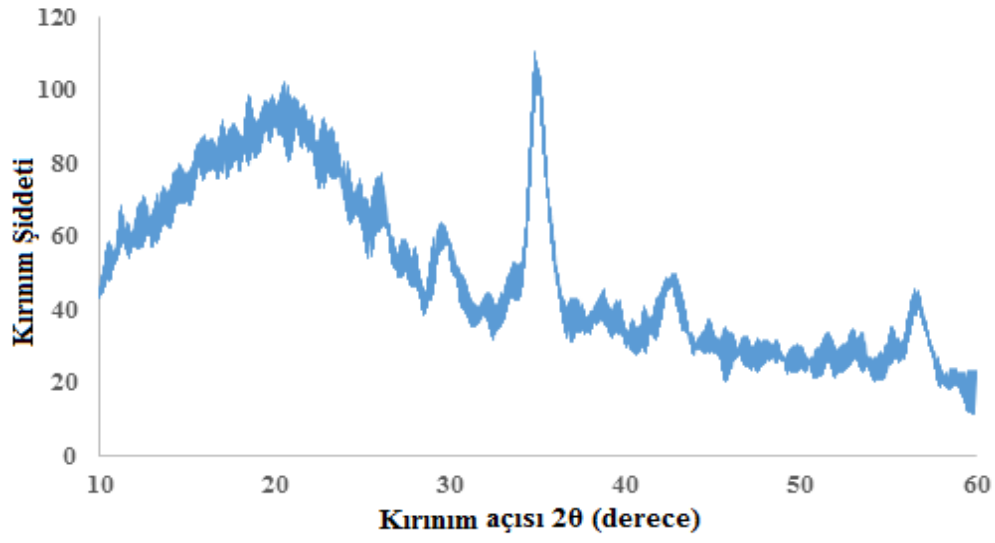


Şekil 6.4. %11 PT içeren PDMS/PVAc/PT üçlü kompozitin XRD spektrumu



Şekil 6.5 . %15 PT içeren PDMS/PVAc/PT üçlü kompozitin XRD spektrumu

EK-4. (devamı). PT, PVAc, magnetit, PDMS/PVAc/PT üçlü kompozitlerinin ve PDMS/PVAc/PT/Fe₃O₄ nanokompozitin XRD spektrumları



Şekil 6.6. %11 PT içeren PDMS/PVAc/PT/Fe₃O₄ nanokompozitin XRD spektrumu

ÖZGEÇMİŞ

Kişisel Bilgiler

Soyadı, adı : KAYABAŞ, H. Melike
 Uyuğu : T.C.
 Doğum tarihi ve yeri : 08.05.1990, Ankara
 Medeni hali : Bekâr
 e-mail : melikekayabas06@gmail.com



Eğitim

Derece	Eğitim Birimi	Mezuniyet tarihi
Yüksek lisans	Gazi Üniversitesi/Kimya Bölümü	2015
Lisans	Gazi Üni. Fen Fakültesi Kimya Bölümü	2012
Lise	Ömer Seyfettin Lisesi	2007

Yabancı Dil

İngilizce

Projeler

1. “Sıcaklık ve Manyetik Alan Duyarlı Üçlü Kompozit ve Nanokompozit Filmlerinin Sentezi ve Karakterizasyonu”, **1001-Tübitak Araştırma Projesi**, Kod No: 113Z572, Bütçe: 195.476,00 TL. Başlama Tarihi: 15.02.2014 Bitiş Tarihi: 15.02.2016. Proje Süresi: 24 ay. **Bursiyer.**

Kongreler

1. Kayabaş H. M., Eşsiz S., Sarı B., “Sıcaklık ve Manyetik Alan Duyarlı Poli(Dimetilsiloksan)/Poli(Vinil Asetat)/Politiyofen Üçlü Kompozit ve Nanokompozit Filmlerinin Sentezi ve Özelliklerinin Araştırılması”, *V. Ulusal Polimer Bilim ve Teknoloji Kongresi*, Gaziosmanpaşa Üniversitesi, Tokat 2014.

Hobiler

Kitap okumak, spor yapmak, yüzmek.



GAZİ GELECEKTİR..