



T.C.

**KAHRAMANMARAŞ SÜTÇÜ İMAM ÜNİVERSİTESİ**

**FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**

**NANOPARÇACIK ÜRETİLMESİ, ÜRETİLEN NANOPARÇACIKLARIN  
NEMATİK SIVI KRİSTALLERE KATKILANDIRILMASI VE  
KATKILI SIVI KRİSTALLERİN BAZI FİZİKSEL  
ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ**

**HASAN ESKALEN**

**DOKTORA TEZİ**

**MALZEME BİLİMİ VE MÜHENDİSLİĞİ ANABİLİM DALI**

**KAHRAMANMARAŞ 2019**

**T.C.**  
**KAHRAMANMARAŞ SÜTCÜ İMAM ÜNİVERSİTESİ**  
**FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**

**NANOPARÇACIK ÜRETİLMESİ, ÜRETİLEN NANOPARÇACIKLARIN  
NEMATİK SIVI KRİSTALLERE KATKILANDIRILMASI VE KATKILI SIVI  
KRİSTALLERİN BAZI FİZİKSEL ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ**


**HASAN ESKALEN**

**Bu tez,**  
**Malzeme Bilimi ve Mühendisliği Anabilim Dalında**  
**DOKTORA**  
**derecesi için hazırlanmıştır.**

**KAHRAMANMARAŞ 2019**

Kahramanmaraş Sütçü İmam Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü öğrencisi Hasan Eskalen tarafından hazırlanan "NANOPARÇACIK ÜRETİLMESİ, ÜRETİLEN NANOPARÇACIKLARIN NEMATİK SIVI KRİSTALLERE KATKILANDIRILMASI VE KATKILI SIVI KRİSTALLERİN BAZI FİZİKSEL ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ" adlı bu tez, jürimiz tarafından 02/12/2019 tarihinde oy birliği ile Malzeme Bilimi ve Mühendisliği Anabilim Dalında Doktora tezi olarak kabul edilmiştir.


Prof. Dr. Şükrü ÖZĞAN(DANIŞMAN)  
Malzeme Bilimi ve Mühendisliği Anabilim Dalı  
Kahramanmaraş Sütçü İmam Üniversitesi

  
.....

Prof.Dr. Mustafa KESKİN(ÜYE)  
Fizik Anabilim Dalı  
Erciyes Üniversitesi

  
.....


Prof. Dr. Mehmet TÜMER(ÜYE)  
Malzeme Bilimi ve Mühendisliği Anabilim Dalı  
Kahramanmaraş Sütçü İmam Üniversitesi

  
.....

Doç.Dr. Süleyman KERLİ(ÜYE)  
Enerji Sistemleri Mühendisliği Anabilim Dalı  
Kahramanmaraş İstiklal Üniversitesi

  
.....

Doç.Dr. Mustafa OKUMUŞ(ÜYE)  
Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Anabilim Dalı  
Batman Üniversitesi

  
.....

Yukarıdaki imzaların adı geçen öğretim üyelerine ait olduğunu onaylıyorum.

Prof.Dr. Mustafa YAZICI  
Fen Bilimleri Enstitüsü Müdürü

.....

## TEZ BİLDİRİMİ

Tez içindeki bütün bilgilerin etik davranış ve akademik kurallar çerçevesinde elde edilerek sunulduğunu, ayrıca tez yazım kurallarına uygun olarak hazırlanan bu çalışmada orijinal olmayan her türlü kaynağa eksiksiz atıf yapıldığını bildiririm.

Hasan Eskalen



Bu çalışma KSÜ Bilimsel Araştırma Birimi tarafından desteklenmiştir.

Proje No: 2017/4-29D

Not: Bu tezde kullanılan özgün ve başka kaynaktan yapılan bildirişlerin, çizelge, şekil ve fotoğrafların kaynak gösterilmeden kullanımı, 5846 sayılı Fikir ve Sanat Eserleri Kanunundaki hükümlere tabidir.

**NANOPARÇACIK ÜRETİLMESİ, ÜRETİLEN NANOPARÇACIKLARIN  
NEMATİK SIVI KRİSTALLERE KATKILANDIRILMASI VE KATKILI SIVI  
KRİSTALLERİN BAZI FİZİKSEL ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ  
(DOKTORA TEZİ)**

**HASAN ESKALEN**

**ÖZET**

Bu tez çalışması temel olarak iki ana kısımdan oluşmaktadır. İlk kısım  $Co_3O_4$  and  $V_2O_5$  nanoparçacıkların üretilmesi, hazır temin edilen GO ile beraber bütün nanoparçacıkların karakterizasyonunun yapılmasından oluşur. İkinci kısım ise karakterize edilmiş nanoparçacıkların nematik sıvı kristal karışım E7'e katkılanması ve nanoparçacık katkılı nematik sıvı kristallerin başta termal ve yapısal özellikleri olmak üzere farklı fiziksel özelliklerinin araştırılmasından oluşur. Bu amaç doğrultusunda kobalt oksit ( $Co_3O_4$ ) ve vanadyum oksit ( $V_2O_5$ ) nanoparçacıkları hidrotermal yöntem ile sentezlenmiş ve grafen oksit (GO) tabakaları satın alınmıştır. Bu nanoparçacık XRD, SEM, TEM, Uv-vis ve FS cihazların yardımı ile karakterize edilmiştir. Daha sonra karakterize edilen her nanoparçacık sıvı kristallere katkılanmıştır. Kobalt oksit katkılı sıvı kristallerin yapısal ve termal özellikleri kapsamlıca araştırılmıştır. GO tabakasına ek olarak methyl mavi boyar madde (MB) de kullanarak saf, GO ve GO/MB katkılı nematik sıvı kristaller oluşturulmuştur. GO ve GO/MB sıvı kristallerin termal ve elektriksel özelliklerine olan etkisi araştırılmıştır.  $V_2O_5$  katkılı sıvı kristallerin ise termal, yapısal ve elektriksel özellikleri kapsamlıca araştırılmıştır.

**Anahtar Kelimeler:** Nematik Sıvı Kristal, POM, DSC, Kobalt Oksit, Grafen oksit, Vanadyum oksit.

Kahramanmaraş Sütçü İmam Üniversitesi  
Fen Bilimleri Enstitüsü  
Malzeme Bilimi ve Mühendisliği Anabilim Dalı, Aralık/2019

Danışman: Prof. Dr. Şükrü ÖZĞAN

Sayfa Sayısı: 78

**SYNTHESIS OF NANOPARTICLES, DISPERSING THE SYNTHESIZED  
NANOPARTICLES TO NEMATIC LIQUID CRYSTALS AND INVESTIGATION  
OF SOME PHYSICAL PROPERTIES OF NANOPARTICLE DISPERSED LIQUID  
CRYSTALS**

**(Ph.D. THESIS)**

**HASAN ESKALEN**

**ABSTRACT**

This thesis mainly consists of two main parts. The first part of the thesis consists of, the production of  $Co_3O_4$  and  $V_2O_5$  nanoparticles, with purchased GO characterization of the all nanoparticles. The second part consists of adding the characterized nanoparticles to the nematic liquid crystal mixture E7 and investigating the different physical properties of the nanoparticle-doped nematic liquid crystals, in particular the thermal and textural properties. For this purpose, cobalt oxide ( $Co_3O_4$ ) and vanadium oxide ( $V_2O_5$ ) nanoparticles were synthesized by hydrothermal method and graphene oxide (GO) layers were purchased. These three nanoparticles have been characterized with XRD, SEM, TEM, UV-vis and FS devices. Subsequently, each characterized nanoparticle was doped into liquid crystals. Textural and thermal properties of cobalt oxide doped liquid crystals have been extensively investigated. In addition to the GO layer, pure, GO and GO / MB doped nematic liquid crystals were formed using methyl blue dye (MB). The effects of GO and GO / MB liquid crystals on thermal and electrical properties were investigated. Thermal, textural and electrical properties of  $V_2O_5$  dispersed liquid crystals have been investigated extensively.

**Keywords:** Nematic liquid crystals, POM, DSC, Cobalt oxide, graphene oxide, vanadium oxide.

Kahramanmaraş Sutcu Imam University  
Graduate School of Natural and Applied Sciences  
Department of Material Science and Engineering, December/2019

Supervisor: Prof. Dr. Şükrü ÖZĞAN

Page number: 78

## TEŐEKKÜR

Doktora eđitimin boyunca bana rehberlik eden, beni cesaretlendirerek karamsarlıđa dűőmeden alıőmamı sađlayan, bilgi birikimi ve tecrűbesi ile bana her konuda yardım eden hocam Prof. Dr. Őűkrű ÖZĐAN' a en iten saygı ve teőekkűrlerimi sunarım.

Dinamik alıőma isteđi ve hevesiyle bana destek olan ve laboratuvar alıőmalarımnda yardım sayın Do. Dr. Sűleyman KERLİ' e ve laboratuvar imkanlarını kullanmamda bana izin veren sayın Prof. Dr. Mehmet TűMER'e teőekkűr ederim.

Hayatım boyunca beni her zaman destekleyen ve eđitime ve okumaya teővik eden aileme, kıymetli eőime ve de adlarını saymadıđım hocalarıma ve dostlarıma minnettarlıđımı belirtir ve ok teőekkűr ederim.

LATEX formatında hazırlanan bu tez alıőmasının dűzenlenmesinde yardımlarını esirgemeyen sayın Do. Dr. Yusuf Ođuzhan GűNAYDIN hocama teőekkűr ederim.

# İÇİNDEKİLER

	<u>Sayfa No</u>
ÖZET . . . . .	i
ABSTRACT . . . . .	ii
TEŞEKKÜR . . . . .	iii
İÇİNDEKİLER . . . . .	iv
ŞEKİLLER DİZİNİ . . . . .	vi
ÇİZELGELER DİZİNİ . . . . .	ix
SİMGELER VE KISALTMALAR DİZİNİ . . . . .	x
1. GİRİŞ . . . . .	1
1.1 Sıvı Kristallerin Tarihi . . . . .	1
1.2 Sıvı Kristaller . . . . .	2
1.3 Sıvı Kristal Fazları . . . . .	2
1.4 Sıvı Kristal Karışımlar ve Kompozitler . . . . .	5
1.4.1 Sıvı kristal karışımlar . . . . .	7
1.4.2 Boyar madde katkılandırılmış sıvı kristaller . . . . .	7
1.4.3 Polimer madde katkılandırılmış sıvı kristaller . . . . .	8
1.4.4 Nanoparçacık katkılandırılmış sıvı kristaller . . . . .	9
1.5 Sıvı Kristaller Hücreler ve Yönelimleri . . . . .	10
1.6 Sıvı Kristallerde Optiksel Çiftkırılma . . . . .	11
1.7 Sıvı Kristallerin Kullanım Alanları . . . . .	12
1.8 Tezin amacı . . . . .	14
2. ÖNCEKİ ÇALIŞMALAR . . . . .	15
3. MATERYAL VE METOT . . . . .	18
3.1 Kullanılan Sıvı Kristal Malzeme . . . . .	18
3.2 Kullanılan Sıvı Kristal Hücreler . . . . .	18
3.3 Deneylerde kullanılan Araçlar . . . . .	18
3.3.1 Hidrotermal yöntem . . . . .	18
3.3.2 X-ışını kırınımı (XRD) . . . . .	20
3.3.3 Taramalı elektron mikroskobu (SEM) . . . . .	20
3.3.4 Geçirilmiş elektron mikroskobu (TEM) . . . . .	21
3.3.5 Diferansiyel taramalı kalorimetre (DSC) . . . . .	21
3.3.6 Uv-vis spektrometresi (Uv-vis) . . . . .	21
3.3.7 Floresans spektrometresi (FS) . . . . .	23
3.3.8 Empedans analizör (IA) . . . . .	23
3.3.9 Elektro-optik deney seti . . . . .	25
3.3.10 Polarize optik mikroskop (POM) . . . . .	25
3.3.11 Bazı Temel Cihazları . . . . .	25
4. BULGULAR VE TARTIŞMA. . . . .	27
4.1 Kobalt Oksit Nanoyapılı Malzemelerin E7 Nematik Sıvı Kristaller Karışıma Katkılandırılması . . . . .	27
4.1.1 Genel bilgiler . . . . .	27
4.1.2 Kobalt oksit nanoparçacığının sentezlenmesi . . . . .	27
4.1.3 Sıvı kristale katkılandırılması . . . . .	27
4.1.4 Kobalt oksit NPs'in XRD sonuçları . . . . .	30
4.1.5 Kobalt oksit NPs'in SEM sonuçları . . . . .	30
4.1.6 Kobalt oksit NPs'in Uv-vis sonuçları . . . . .	32

4.1.7	Kobalt oksit NPs katkılı E7'nin POM görüntüleri . . . . .	32
4.1.8	Kobalt oksit NPs katkılı E7'nin elektro-optik deney sonuçları . . . . .	36
4.2	Grafen-oksit/Boya Katkılı Sıvı Kristallerin Termal ve Elektro-optiksel Özellikleri	39
4.2.1	Genel bilgiler . . . . .	39
4.2.2	Deneyin detayları . . . . .	39
4.2.2.1	Kullanılan malzemeler . . . . .	39
4.2.2.2	Grafen-oksit/MB katkılı sıvı kristal numunelerin hazırlanması . . . . .	39
4.2.3	Grafen-oksitin XRD sonuçları . . . . .	40
4.2.4	Grafen-oksitin SEM sonuçları . . . . .	40
4.2.5	Grafen-oksitin Uv-vis Spektroskopisi ve yasak enerji aralığı . . . . .	41
4.2.6	Grafen-oksit/Boya Katkılı sıvı kristallerin termal özellikleri . . . . .	41
4.2.7	Grafen-oksit/Boya Katkılı sıvı kristallerin POM fotoğrafları . . . . .	43
4.2.8	Grafen-oksit/Boya Katkılı sıvı kristallerin elektro-optik deneyi . . . . .	43
4.2.9	Grafen-oksit/Boya katkılı sıvı kristallerin empedans deneyi . . . . .	45
4.3	Vanadyum Oksit Nanoyapılı Malzemelerin Sentezlenmesi E7 Nematik Sıvı	
	Kristaller Karışıma Katkılandırılması . . . . .	45
4.3.1	Genel bilgiler . . . . .	45
4.3.2	DeneySEL . . . . .	47
4.3.2.1	$V_2O_5$ nanoyapıların sentezlenmesi . . . . .	47
4.3.2.2	Sıvı kristal deneyi . . . . .	47
4.3.2.3	Karakterizasyon . . . . .	47
4.3.3	Sonuçlar . . . . .	49
4.3.3.1	Sentezlenen $V_2O_5$ yapıların morfolojisi . . . . .	49
4.3.3.2	Sentezlenen $V_2O_5$ yapıların kristal yapısı . . . . .	49
4.3.3.3	Sentezlenen $V_2O_5$ fotoluminesansı . . . . .	51
4.3.3.4	$V_2O_5$ katkılı E7'nin eşik voltaj değişimi . . . . .	51
4.3.3.5	$V_2O_5$ katkılı E7'nin splay elastik sabiti . . . . .	51
4.3.3.6	$V_2O_5$ katkılı E7'nin termal özellikleri . . . . .	54
4.3.3.7	$V_2O_5$ katkılı E7'nin düzen parametresi . . . . .	55
4.3.3.8	$V_2O_5$ katkılı E7'nin POM görüntüleri . . . . .	56
5.	SONUÇLAR . . . . .	59
5.1	Kobalt Oksit Nanoyapılı Malzemelerin E7 Nematik Sıvı Kristaller Karışıma	
	Katkılandırılması ile İlgili Sonuçlar . . . . .	59
5.2	Grafen-oksit/Boya Katkılı Sıvı Kristallerin Termal ve Elektro-optiksel Özellikleri	59
5.3	Vanadyum Oksit Nanoyapılı Malzemelerin Sentezlenmesi E7 Nematik Sıvı	
	Kristaller Karışıma Katkılandırılması . . . . .	60
	KAYNAKLAR . . . . .	61
	EKLER . . . . .	68
	EK-1. . . . .	68
	EK-2. . . . .	70
	EK-3. . . . .	71
	ÖZGEÇMİŞ . . . . .	71

## ŞEKİLLER DİZİNİ

	<u>Sayfa No</u>
Şekil 1.1.	Sıvı kristallerin temel kimyasal yapısı . . . . . 2
Şekil 1.2.	Kristal fazdan sıvı faza geçiş sırasında moleküllerin sıcaklığa bağlı değişimi . . . . . 3
Şekil 1.3.	Kristal fazdan sıvı faza geçiş sırasında moleküllerin sıcaklığa bağlı değişimi . . . . . 4
Şekil 1.4.	Smektik A fazında; a) moleküllerin yönelimi, b) POM fotoğrafı (Dierking, 2003) . . . . . 4
Şekil 1.5.	Termotropik Sıvı Kristallerin sıcaklığa bağlı mezofaz geçişleri (Eskalen, 2013) . . . . . 5
Şekil 1.6.	Kolestrik sıvı kristallerin yönelimleri (Fisch, 2004, değiştirilerek alınmıştır.) . . . . . 6
Şekil 1.7.	İki sıvı kristal karışımının faz diagramı (Khoo, 1993) . . . . . 7
Şekil 1.8.	E7 Sıvı Kristal Karışımının bazı özellikleri . . . . . 8
Şekil 1.9.	Nematik sıvı kristallere katkılanırılan dikroik boyar maddelerin yönelimleri (a) elektrik alanı uygulanmadan önceki; (b) elektrik alanı uygulandıktan sonra (Khoo, 2007, değiştirilerek alınmıştır.) . . . . . 9
Şekil 1.10.	Polimer katkılanırılmış sıvı kristallerin (a) elektrik alanı uygulanmadan önceki; (b) elektrik alanı uygulandıktan sonra şematik gösterilmesi (Khoo, 2007, değiştirilerek alınmıştır.) . . . . . 10
Şekil 1.11.	Genel sıvı kristal hücre yapısı (Eskalen, 2013) . . . . . 11
Şekil 1.12.	Genel sıvı kristal yönelimleri (Eskalen, 2013) . . . . . 11
Şekil 1.13.	Sıcaklığa bağlı çift kırıcılık değişimi (Collings ve Hird, 2009, değiştirilerek alınmıştır.) . . . . . 13
Şekil 3.1.	Çelik otoklav ve teflon kap . . . . . 19
Şekil 3.2.	Hidrothermal yöntemde kullanılan ısıtıcı . . . . . 19
Şekil 3.3.	Philips X'Pert PRO marka X-ışını difraksiyonu cihazı . . . . . 20
Şekil 3.4.	JEOL JSM – 5600 SEM cihazı . . . . . 21
Şekil 3.5.	JEOL JEM-2100 (UHR) TEM cihazı . . . . . 22
Şekil 3.6.	Perkin Elmer marka DSC cihazı . . . . . 22
Şekil 3.7.	Perkin Elmer Lambda 45 UV-Vis Spektrofotometresi . . . . . 23
Şekil 3.8.	Cary Eclipse Floresans Spektrofotometresi . . . . . 24
Şekil 3.9.	Novacontrol Alpha A Dielektrik/Empedans Analizörü cihazı . . . . . 24
Şekil 3.10.	Elektro-optik deney seti . . . . . 25

Şekil 3.11.	POM İş İstasyonu . . . . .	26
Şekil 3.12.	Bazı temel cihazları . . . . .	26
Şekil 4.1.	Yapılan çalışmanın grafiksel özeti . . . . .	28
Şekil 4.2.	Kobalt oksit Nanoparçacıkların Üretim Şematizasyonu . . . . .	29
Şekil 4.3.	300 °C' de tavlanan Kobalt-oksit Nanoparçacıkların XRD sonuçları .	31
Şekil 4.4.	550 °C' de tavlanan Kobalt-oksit Nanoparçacıkların XRD sonuçları	32
Şekil 4.5.	300 °C' de tavlanan Kobalt-oksit Nanoparçacıkların SEM sonuçları	33
Şekil 4.6.	550 °C' de tavlanan Kobalt-oksit Nanoparçacıkların SEM sonuçları	34
Şekil 4.7.	Kobalt-oksit Nanoparçacıkların yasak enerji grafikleri . . . . .	35
Şekil 4.8.	E7 sıvı kristalinin POM fotoğrafları, a) 40X, b) 100X, c) 200X ve d) 400X büyütme . . . . .	36
Şekil 4.9.	Saf ve Nanoparçacık katkılı E7 sıvı kristalinin a) faz geçişleri, b) çarpaz polarizasyon olmadan, c) çarpaz polarizasyonlu, d) 1V gerilim altında saf E7 ve e) 1V gerilim altında katkılı E7 . . . . .	37
Şekil 4.10.	Saf ve Nanoparçacık katkılı E7 sıvı kristalinin voltaja bağlı ışık geçirgenliği . . . . .	38
Şekil 4.11.	Grafen-oksitin XRD grafiği . . . . .	40
Şekil 4.12.	Grafen-oksitin SEM görüntüsü . . . . .	41
Şekil 4.13.	Grafen-oksitin Uv-vis spektroskopisi ve yasak enerji aralığı . . . . .	42
Şekil 4.14.	DSC grafikleri, Saf E7, E7/GO, E7/MB, E7/GO/MB . . . . .	42
Şekil 4.15.	POM fotoğrafları, Saf E7, E7/GO, E7/MB, E7/GO/MB . . . . .	43
Şekil 4.16.	Elektro-optik deney setinin şematik gösterimi . . . . .	44
Şekil 4.17.	Saf E7, E7/GO ve E7/GO/MB katkılı malzemelerin voltaja bağlı ışık şiddetindeki değişim . . . . .	44
Şekil 4.18.	Saf E7, E7/GO ve E7/GO/MB katkılı malzemelerin frekansa bağlı a) Dielektrik gerçe k kısmı b) dielektrik sanak kısmı . . . . .	46
Şekil 4.19.	Saf E7'nin DSC (5 °C/min) ve POM görüntüleri . . . . .	48
Şekil 4.20.	V <sub>2</sub> O <sub>5</sub> nanoparçacıkların SEM görüntüleri . . . . .	49
Şekil 4.21.	V <sub>2</sub> O <sub>5</sub> nanoparçacıkların TEM görüntüleri . . . . .	50
Şekil 4.22.	V <sub>2</sub> O <sub>5</sub> nanoparçacıkların XRD kırınım deseni . . . . .	50
Şekil 4.23.	V <sub>2</sub> O <sub>5</sub> nanoparçacıkların PL spektrumu . . . . .	52
Şekil 4.24.	V <sub>2</sub> O <sub>5</sub> katkılı E7'nin eşik voltajı . . . . .	53
Şekil 4.25.	V <sub>2</sub> O <sub>5</sub> nanoparçacık konsantrasyonuna bağlı E7'nin splay elastik sabiti	54
Şekil 4.26.	V <sub>2</sub> O <sub>5</sub> katkılı E7'nin DSC grafiği . . . . .	55
Şekil 4.27.	V <sub>2</sub> O <sub>5</sub> nanoparçacık konsantrasyonuna bağlı E7'nin splay elastik sabiti	56



## ÇİZELGELER DİZİNİ

### Sayfa No

Çizelge 4.1. $V_2O_5$ nanoparçacık Katkılı E7'nin Eşik voltajı hesaplanan elektriksel anizotropi değerleri . . . . .	53
--	----



## SİMGELER VE KISALTMALAR DİZİNİ

- SEM** : Taramalı elektron mikroskobu
- TEM** : Geçirimli elektron mikroskobu
- DSC** : Diferansiyel Taramalı Kalorimetri
- IA** : Empedans analizör
- POM** : Polarize optik mikroskop
- $V_2O_5$  : Vanadyum oksit
- $Co_3O_4$  : Kobalt oksit
- GO** : Grafen oksit
- NP** : Nanoparçacık
- NPs** : Nanoparçacıklar
- $\Delta n$  : Çift kırıcılık, Optik anizotropi
- $TiSiO_4$  : Titanyum silikon oksit
- $Fe_2O_3$  : Demir oksit
- Ag** : Gümüş
- ZnO** : Çinko oksit
- ITO** : İndiyum kalay oksit
- FS** : Floresans Spektrometresi
- XRD** : X-Işını Difraktometresi
- MB** : Metil mavi
- E7** : Özel bir nematik sıvı kristal karışım
- $SiO_2$  : Silisyum oksit
- 6CHBT** : 4-(trans-4'-n-hexylcyclohexyl) isothiocyanatobenzoate
- BBEA** : N-[4-n-Butyloxy-benzylidene]-4 ethylaniline
- $Ni_{0.5}Zn_{0.5}Fe_2O_4$  : Nikel çinko ferrit

**SWCNT** : Tek duvarlı karbon nanotüp

**5CB** : 4-n-Pentyl-40-cyanobiphenyl

**MB2BA** : N-(4-methoxybenzylidene)-4-ethoxybenzenamine

**ÜSKİM** : Üniversite-Sanay-Kamu İşbirliği Geliştirme Uygulama ve Araştırma  
Merkezi



# 1. GİRİŞ

Sıvı kristaller bilim ve mühendislik gibi birçok farklı alanda kullanılmaktadırlar. Bu özel maddelerin uygulama alanları keşfedilmeye ve birçok farklı problemlere etkili çözüm oluşturmaya devam etmektedir.

Renkli cep telefonu ekranlarından büyük düz televizyon panellerine ve elektronik reklam panolarına kadar birçok farklı alanda kullanılan sıvı kristaller bundan 25 sene önceye kadar sadece saat ekranları ve hesap makinelerinde kullanılıyordu [1]. Görüntü kaydedilmesi sıvı kristallerin bir diğer uygulama alanıdır. Sıvı kristallerin en çok kullanıldığı alanların başında sıvı kristal göstergeler gelmektedir. Burada toplam enerji tüketimi göz önünde bulundurulduğunda meydana gelebilecek enerji verimliliğinde çok düşük iyileştirmeler bile toplam enerji tüketimini olumlu bir şekilde azaltacaktır. Sıvı kristallerin kullanıldığı uygulama alanlarından bir diğeri ise sıvı kristal termometreler ve sıcaklık sensörleridir. Kolestrik sıvı kristaller bilindiği gibi sıcaklığa bağlı olarak yansıttığı ışınların dalga boyu değişmektedir. Bu uygulamalara ek olarak tıp ve sanayi başta olmak üzere farklı uygulama alanında sıvı kristaller kullanımı ile ilgili araştırmalar devam etmektedir.

## 1.1. Sıvı Kristallerin Tarihi

Günümüzde kendisine geniş uygulama alanı bulan sıvı kristaller düz ekranlar başta olmak üzere birçok farklı alanda kullanılmaktadır. Katı ile sıvı arasında olan bu olağanüstü maddelerinin kısa tarihi geçmişi ise şöyledir. Sıvı kristal biliminin ortaya çıkması 1888 yılında Friedrich Reinitzer'e dayanır. Prof. Weiss'in asistanı olan Reinitzer bir botanikçidir. Havuçtan kolesterol çıkarma ile ilgili yaptığı deney sırasında elde ettiği birleşiklerin erime davranışını incelerken diğer birleşikler gibi davranmadığı gözlemler. Cholosteryl benzoate iki tane erime noktası olduğunu fark eder. 145.5 °C katı eriyerek bulanık bir sıvıya döner ve de 178.5 °C'de berrak bir sıvıya döner. Soğutma işleminde de aynı sonuçlar elde edilmiştir. Friedrich Reinitzer 14 Mart 1888 tarihinde Otto Lehmann'a mektup yazarak erime sırasında iki renk değişiminden bahsetmiştir. Bu yıllardan sonra Reinitzer'in bu duruma ilgisi azalmış. 33 yaşındaki Lehmann sistematik araştırma programı başlatarak bu durumu aydınlatmak istemiştir [2].

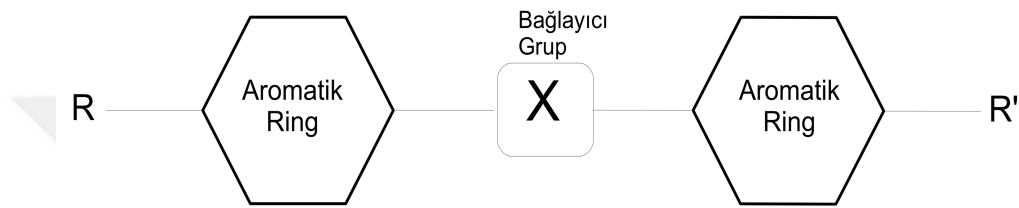
1920 ile 1930'lu yıllar arasında sıvı kristal malzeme sentezlenmesi ve bu maddelerin ışığı özelliklerini modifiye etme özellikleri Fransa, Almanya, İngiltere, Rusya ve Yunanistan gibi ülkelerde detaylı olarak çalışıldı [1].

Richard Williams 1962 yılında vakum tüplerden başka bir görüntü teknolojisi oluşturabilmek için sıvı kristaller ile deney yapmaya başlamış ve de sıvı kristallerin elektrik alanı ile belirli bir patente göre dizildiğini keşfetmiştir. 1964 yılında Heilmeyer's az miktarda

dikroik boyar maddeyi sıvı kristallere katarak ilk yolcu-hancı (guestt-host) etkileşimini oluşturmuş. 1966 yılında 22 °C ile 105 °C arasında nematik özellik gösteren yanı oda şartlarında nematik özelliğe sahip olan ilk sıvı kristal elde edilmiştir. 1970 yılında ise sıvı kristal ile çalışan ilk digital saat yapılmıştır. [1].

## 1.2. Sıvı Kristaller

Sıvı kristaller ismine münhasır olarak hem katıların hemde sıvıların bazı özelliklerini gösterirler ve de katı ile sıvı faz arasında yeni fazlar oluştururlar. Sıvı krsitallerin temel kimyasal yapıları Şekil 1.1'de gösterilmiştir.



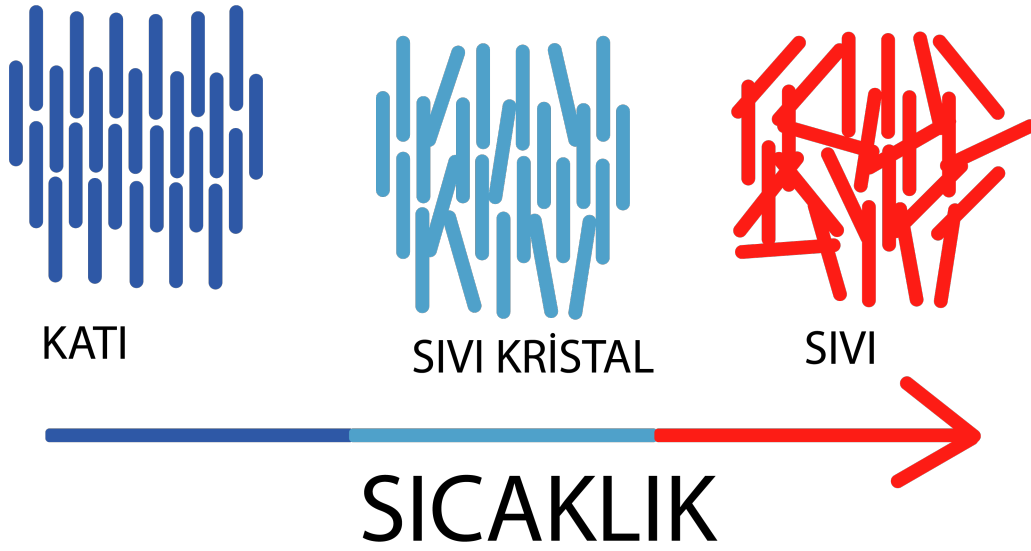
Şekil 1.1. Sıvı kristallerin temel kimyasal yapısı

Şekil 1.1'de R ve R' serbest radikalleri ve X bağlayıcı grubu göstermektedir [3]. Katı kristal yapıdaki maddelerin belirli bir örgü ve yönelimi olmasına rağmen sıvı fazdaki maddelerin örgü ve yönelimleri yoktur. Bu iki faz arasındaki sıvı kristal fazlarda ise hem katıların hemde sıvıların bazı özellikleri bulunmaktadır. Maddenin katı ve sıvı hali arasında bulunan sıvı kristaller moleküllerin sıcaklığa bağlı yönelim düzenleri Şekil 1.2'de görülmektedir. Buradan anlaşılacağı gibi sıcaklık artışı ile maddenin molekülleri arasındaki düzen ile ters orantılıdır. Yani sıcaklık artıkça moleküllerin düzeni azalmaktadır.

## 1.3. Sıvı Kristal Fazları

Faz geçişleri sırasında katı fazdan direkt olarak sıvı faza geçmeyen bazı maddeler vardır. Bu durumdaki maddeler sıvı kristal fazları oluştururlar. Sıvı kristallerin bir yada daha fazla ara fazı olabilir ve bu arafazlara mesomorfik veya mesofaz denilir. Şekil 1.2'de sıcaklık artışı ile maddenin katı fazdan önce sıvı kristal fazlara daha sonrada sıvı kristal fazlardan sıvı faza geçişi görülmektedir. Sıcaklık artması ile katı haldeki madde bulanık bir sıvı şekline dönüşür. Sıcaklık daha da artırılırsa madde bulanık sıvı halden berraklaşarak izotropik sıvı hale geçer. Bu noktaya temizleme noktası (clearing point) denir.

Termotropik sıvı krsitallerin sıcaklık artışı ile sergilediği mesofazlar sıcaklığın düşmesi ile aynı mezofazlar tekrar görülür.

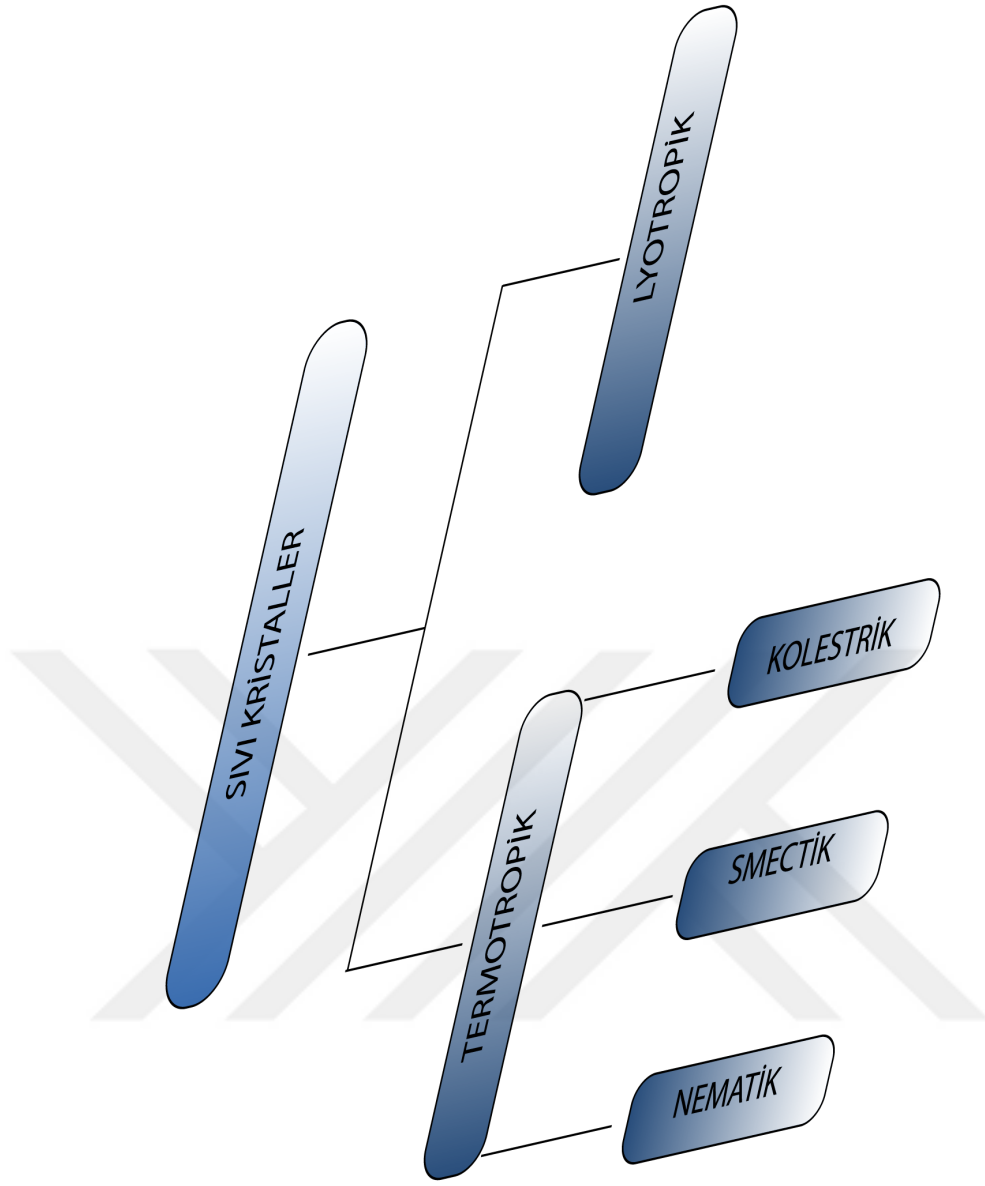


Şekil 1.2. Kristal fazdan sıvı faza geçiş sırasında moleküllerin sıcaklığa bağlı değişimi

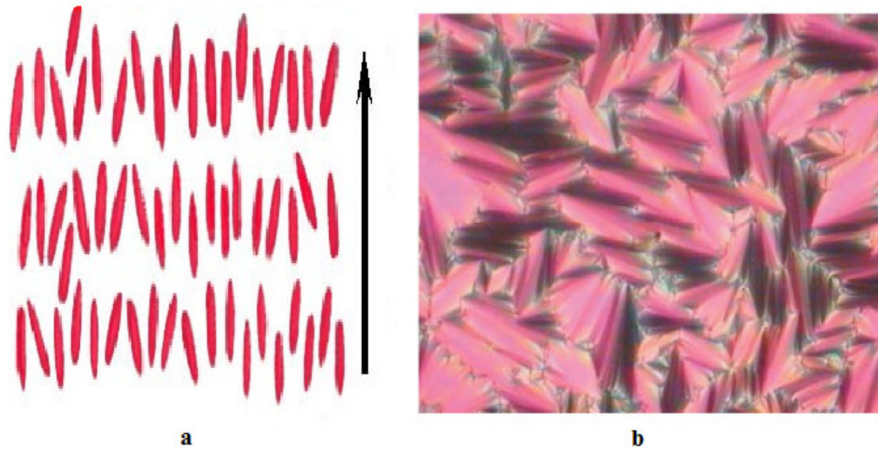
Termotropik ve liyotropik mezofazlar genel olarak görülen iki yaygın sıvı kristal ara fazlardır. Bu yaygın mesofazlar oluşum şekilleri ile sınıflandırılabilirler. Liyotropik fazlarda sıcaklık ve konsantrasyon en önemli iki ana faktördür. Arafazdaki bileşen sayısı, bileşenin türü ve yoğunluğu bu fazdaki maddenin fiziksel özelliklerini etkilemektedir [4]. Bu sıvı kristaller lineer ve lineer olmayan optik özellikleri en çok araştırılan sıvı kristallerdir. Termotropik sıvı kristaller, nematik, smektik ve kolestrik olmak üzere üç ana sınıfa ayrılırlar. Şekil 1.3'de sıvı kristal mezofazlar grubları şeklinde şematize edilerek verilmektedir.

Bu arafazların tanımlanmasında ve karakterize edilmesinde, uzun ve kısa düzen parametresi, yönelim dağılım fonksiyonu gibi birçok farklı fiziksel parametreler kullanılmaktadır. Nematik fazlardaki sıvı kristal moleküller konumsal olarak rastgele dağılmışlardır ve genellikle daha çok sıvılara benzemektedirler. Çünkü nematik sıvı kristallerin X-ray kırınımında herhangi bir kırınım piki görülmez ama moleküller yönelimsel olarak birbirine ilişkilidir [4]. Belirli bir molekül yönelim doğrultusu boyunca moleküller yönelim sağlamıştır. Nematik sıvı kristaller ortama uygulanan dış etkilere karşı hassas tepki vermektedirler. Dışarıdan uygulanan elektrik ve manyetik alanlar nematik sıvı kristallerin yönelimini uygulanan alana göre değiştirirler [5].

Yunanca sabun kelimesinden türetilen smektik adı sıvı kristallerin bir arafazı olarak bilinmektedirler. Nematik faza göre daha düzenli yapıda bulunan bu fazda moleküller yönelimsel düzen göstermelerinin yanı sıra konumsal düzen de gösterebilmektedirler. Smektik sıvı kristal fazları nematik fazlara göre daha düzenli oldukları için nematik mezofazlara göre daha fazla katıya benzemektedirler [6]. Şekil 1.4'de smektik A fazındaki moleküllerin iki boyutta tabaka düzlemine dik olarak yöneldikleri görülmektedir [7].

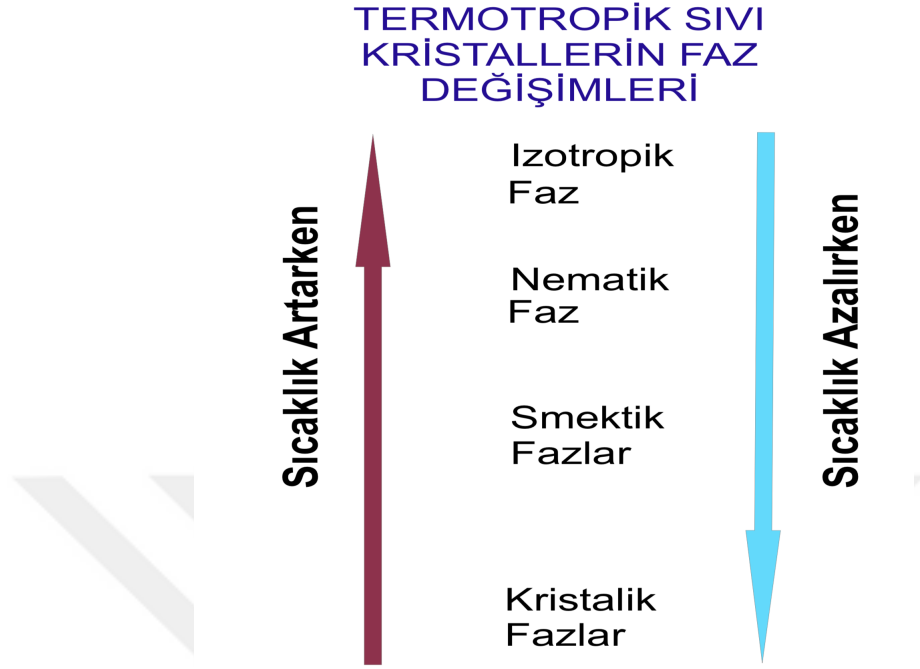


Şekil 1.3. Kristal fazdan sıvı faza geçiş sırasında moleküllerin sıcaklığa bağlı değişimi



Şekil 1.4. Smektik A fazında; a) moleküllerin yönelimi, b) POM fotoğrafı (Dierking, 2003)

Şekil 1.5’de sıcaklığa göre sıvı krsitallerin gösterdiği arafazların nasıl değiştiği ile ilgili bir şematizasyon bulunmaktadır. Sıcaklık artıkça moleküllerin düzeni azalmakta ve sıcaklık düşükce mesofazlar daha kararlı yapılara dönüşmektedir.



Şekil 1.5. Termotropik Sıvı Kristallerin sıcaklığa bağlı mezofaz geçişleri (Eskalen, 2013)

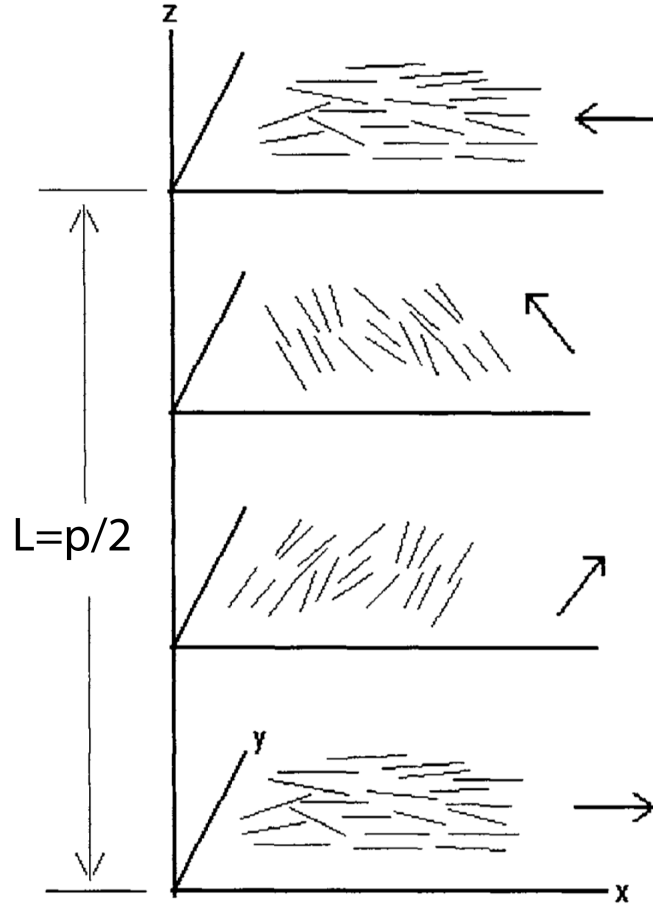
Şekil 1.6’de kolestrik sıvı kristallerin yönelimleri gösterilmektedir. Kolestrik sıvı krsitaller spiral adım ile karakterize edilirler ve bu adımlar sıcaklık, termal, elektrik ve manyetik alan etkisi ile büyüyüp küçülebilirler [6]. Burada sıvı kristallerin ortalama molekül yönelimlerinin sağ taraftan sol tarafa yönelmesine kadar geçen mesafe L ile ifade edilir. Tekrar sağ tarafa yönelmesi için geçen mesefa ise p ile ifade edilir.

Kolesteril fazlar ayna görüntüsü kendisine eşit olmayan (kiral) moleküllerden oluşan veya bu moleküllerin varlığı ile indüklenen nematik fazdır [3, 8]. Sıvı kristal moleküllerin uzun eksenine dik bir sarmal, heliks yapı oluştururlar. Bu yapılar sağa veya sola bağlı yönelim gösterirler [8].

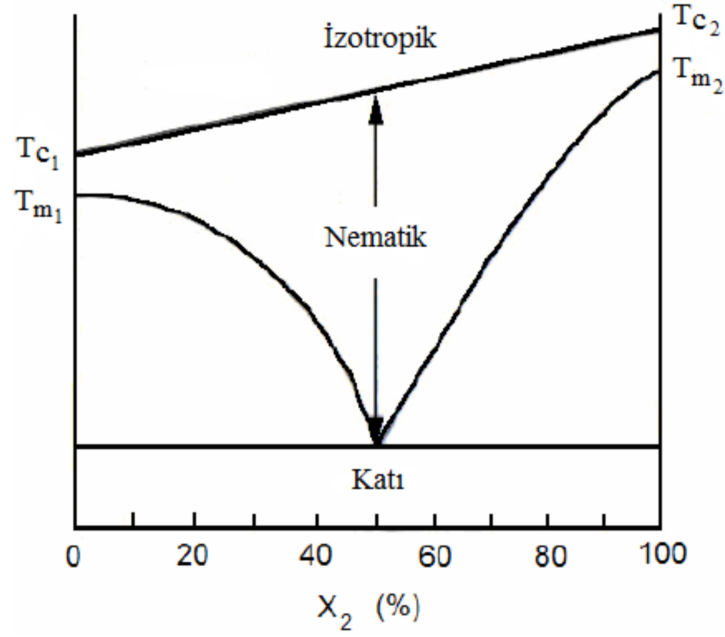
Lyotropik sıvı kristaller belirli konsantrasyonlarda bir maddenin uygun çözücülerde çözülmesi ile oluşan arafazlardır. Genellikle iki yada maddeden oluşan bu arafazlarda suyu seven(hydrophilic) ve suyu iten (hydrophobik) olmak üzere su ile güçlü etkileşime giren ve suyu sevmeyen amphiphilic maddelerden oluşurlar [3]

#### 1.4. Sıvı Kristal Karışımlar ve Kompozitler

Sıvı kristallerin fiziksel özellikleri birçok farklı yol ile değiştirilebilir. Bu tekniklerin başında yeni sıvı kristal moleküllerin sentezlemesi bulunmaktadır. Buna ek olarak bazı fiziksel işlemler ile sıvı krsitallerin performansı önemli derecede değiştirilebilmektedir [9].



Şekil 1.6. Kolestrik sıvı kristallerin yönelimleri (Fisch, 2004, değiştirilerek alınmıştır. )



Şekil 1.7. İki sıvı kristal karışımın faz diagramı (Khoo, 1993)

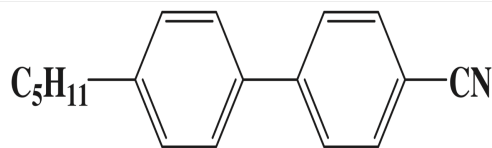
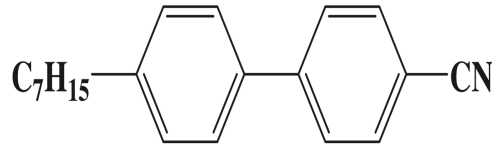
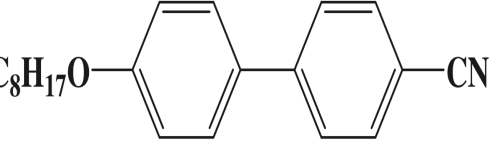
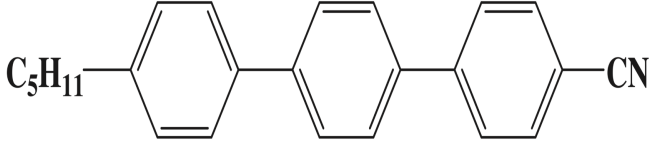
#### 1.4.1. Sıvı kristal karışımlar

Üstün özellikli sıvı kristaller elde etmek için bazen sıvı kristal karışımlar kullanılmaktadır. Saf sıvı kristallerin bazı özellikleri endüstriyel anlamda kullanıma uygun olmaya bilir. Örneğin elektriksel özellikleri çok üstün olan bazı saf sıvı kristallerin faz geçiş aralığını istenildiği gibi olmaması bu sıvı kristalin kullanım alanını olumsuz etkileyebilir. Sıvı Kristal göstergelerde bu nedenden dolayı faz geçiş aralığı geniş ve elektriksel özellikleri iyi olan sıvı kristallere ihtiyaç vardır. Bu sıvı kristallerin faz geçiş aralığını yükseltmek için ötektik sıvı kristal karışımlar oluşturulmaktadır [10]. Şekil 1.7'de iki sıvı kristal karışımın faz diagramı verilmiştir. Şekilden de anlaşılacağı gibi iki sıvı kristal yaklaşık olarak %50 oranında alındığında oluşan karışımın faz geçiş aralığı en yüksek seviyeye gelmektedir.

Endüstride ve bilimsel çalışmalarda en çok kullanılan sıvı kristal karışımların başında E7 isimli sıvı kristal karışım gelmektedir [9]. Bu karışımında farklı oranlarda dört saf sıvı kristal kullanılmıştır. Karışımında kullanılan sıvı kristallerin faz geçiş aralıkları, kimyasal formülleri, kısa isimleri ve karışımında kullanılma oranları Şekil 1.8'de görülmektedir.

#### 1.4.2. Boyar madde katkılanmış sıvı kristaller

Boyar madde katkılanması edilmesi ile sıvı kristallerin lineer ve lineer olmayan optik özellikleri değişmektedir ama boyar maddelerin seçilmesi ve uygun oranlarda

Karışım Oranı	Sıcaklık Aralığı	Molekül yapısı	Kısa ismi
(a) 51 %	22°C → 35°C		5CB
(b) 25 %	28°C → 42°C		7CB
(c) 16 %	54°C → 80°C		8OCB
(d) 8 %	130°C → 239°C		7CT

Şekil 1.8. E7 Sıvı Kristal Karışımının bazı özellikleri

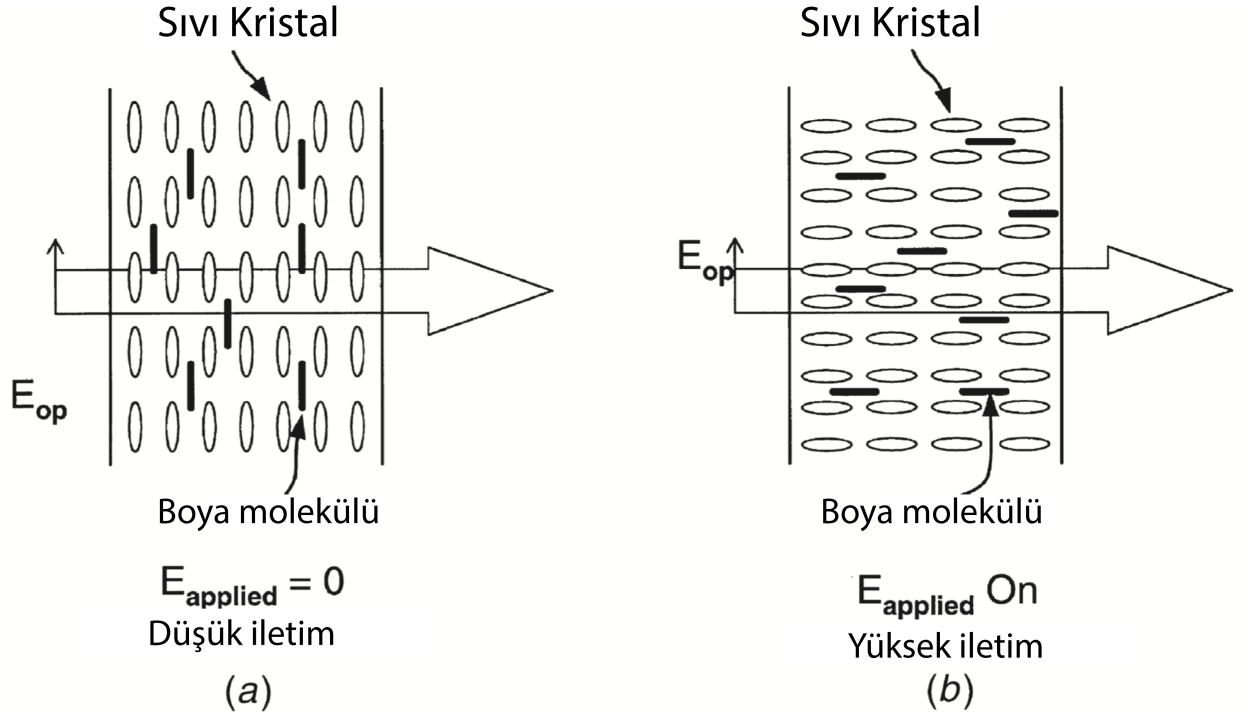
katkılandırılması uzmanlık gerektiren bir işlemdir. Boyar maddenin çözünmesi ile sıvı kristal maddenin absorpsiyonu artmaktadır. Buna ek olarak boyar maddelerin çözünmesi sıvı kristallerin yönelimini değiştirebilir böylelikle lineer olmayan optik özelliklerindeki değişimine yol açabilir [9].

Boyar madde katkılandırılmış sıvı kristaller optik özelliklerindeki değişim için hancı yolcu (guesst-host effect) etkileşimi devreye girmektedir. Dikroik (dichroic) boyalarda absorpsiyon katsayısı paralel ve dik olarak polarize olmuş optik alanları için boyar maddenin uzun eksenine göre farklıdır. Bu moleküller hancı olan sıvı kristallerin yönelimine uyum sağlarlar. Uygulanan elektrik alanına göre yönelim değişimi Şekil 1.9'da gösterilmektedir.

Nematik sıvı kristallerde ortalama yönelim vektörünün değişimi sadece ışık frekansının dielektrik anisotropisinden kaynaklanırken, boyar madde katkılandırılmış nematik sıvı kristallerde boyar maddelerin safsızlıklarının sıvı kristallerle olan etkileşimi de devreye girer. Boyanın tipine göre direktör uygulanan ışık alanına dik veya paralel olarak yönelebilir. Boyar madde katkılandırılmış nematiklerdeki optik soğurma değeri ortalama soğurma değeri olan  $100 \text{ cm}^{-1}$ 'i yüz kat artırmaktadır [11].

#### 1.4.3. Polimer madde katkılandırılmış sıvı kristaller

Boyar maddelerin sıvı kristallerin absorpsiyon katsayısını değiştirmesinde olduğu gibi polimer katkılandırılmış sıvı kristallerde de saçılma özelliği değişmektedir. Mikron boyutta yada mikrondan daha küçük boyutta polimer katkılandırılması ile oluşan noktasal polimer



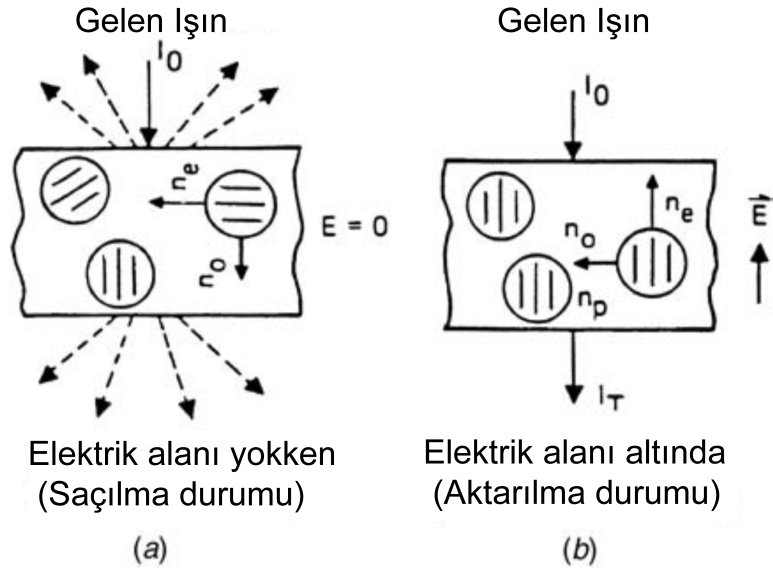
Şekil 1.9. Nematik sıvı kristallere katkılanmış dikroik boya maddelerinin yönelimleri (a) elektrik alanı uygulanmadan önceki; (b) elektrik alanı uygulandıktan sonra (Khoo, 2007, değiştirilerek alınmıştır.)

sıvı kristal yapılar sıvı kristal hücre içinde rastgele yönelim sahip bir şekilde dizilirler. Bu dizilimden dolayı gelen ışınlar rastgele saçılmasına sebep olur. Sıvı kristal hücreye elektrik akımı uygulanırsa polimer-sıvı kristal yapılar elektrik alanı etrafında belirli bir düzene göre tekrar yönelim sağlarlar. Böylelikle sistemin belirli bir kırılma indisi oluşur. Şekil 1.10'da polimer katkılanmış sıvı kristallerin şematik gösterilimi verilmiştir.

Polimer katkılanmış sıvı kristaller 1986 yılında ortaya çıkmasına rağmen üzerinde halen çalışılan çok önemli bir araştırma alanıdır. Günümüzde polimer katkılama ile ilgili birçok yeni teknik geliştirilmiştir. Bu konu ile ilgili detaylı bilgi Khoo yazdığı kitapta bulunabilir [9].

#### 1.4.4. Nanoparçacık katkılanmış sıvı kristaller

Sıvı kristaller yüksek anizotropi ve moleküllerin tekrar yönelim değiştirme (molecular reorientation) özelliklerinden dolayı endüstriyel anlamda ilgi çekmektedirler. Sıvı kristal göstergeler, sıvı kristal sensörler ve diğer sıvı kristal aletlerde genellikle iyi kontrast oranı, düşük eşik voltajı, oldukça az safsızlık iyonları, kusursuz yönelim (defect free alignment), düşük güç tüketimi, iyi parlaklık, yüksek görüş açısı ve kısa tepki süresi (low response time) istenilen en önemli özelliklerdir [12]. Öte yandan genelde sıvı kristal aletlerin en önemli dezavantajları ise şöyledir: Siyah oranı istenilen düzeyde olmaması, kontrast



Şekil 1.10. Polimer katkılandırılmış sıvı kristallerin (a) elektrik alanı uygulanmadan önceki; (b) elektrik alanı uygulandıktan sonra şematik gösterilmesi (Khoo, 2007, değiştirilerek alınmıştır.)

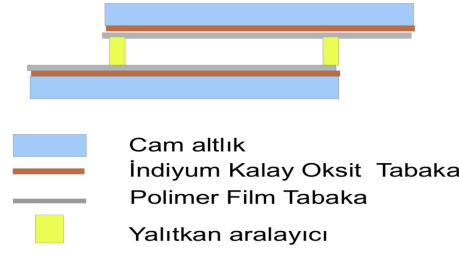
oranının eski tüplü televizyonlardan düşük olması, tekpi süresinin yüksek olması ve görüş açısının sınırlı olması. Bu deavantajların üstesinden gelmek için son yıllarda endüstride ve üniversitelerde birçok araştırmacı çalışmaktadır.

Yüksek performanslı sıvı kristal elde etmenin en bilinen yolları ise ya üstün özelliklerde yeni sıvı kristal sentezlenmesi yada sıvı kristal kompozitler oluşturulması gerekmektedir. Sıvı kristal kompozitler ise mezogenik olmayan maddelerin katkılandırılması ile oluşur. Burada kullanılan maddeler ise boyalar, polimerler ve de nanomaddelerdir. Bu katkılandırma ile sıvı kristal matrisler uygulama için uygun hale gelirler [12].

Bir ile yüz nanometre arasında boyuta sahip maddelere nanomaddeler denilir. Bu nanomaddeler boyut ve şekillerine bağlı olarak eşsiz özellikler gösterebilirler. Nanoboyutta maddelerin neden daha farklı özellikler göstermesinin en önemli sebepleri ise nano boyutta maddelerin hacim oranlarına göre yüzey alanlarının artmasıdır. Nano maddeler sıfır, bir ve iki boyutlu olarak sınıflandırılabilirler.

### 1.5. Sıvı Kristaller Hücreler ve Yönelimleri

Sıvı kristallerin elektriksel ve optik özelliklerini incelemek amacı ile kullanılan özel hücrelere gerek vardır. Bu hücreler ışık geçirgenliğini sağlamak için genelde saydam yapıda olurlar. Elektrik özelliklerini ölçmek için ise elektrik iletkenliğini sağlayan bir tabaka olması gerekmektedir. Buna ek olarak sıvı kristaller buldukları hücrenin yönelimine göre

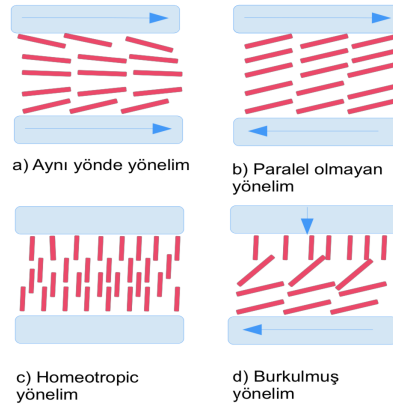


Şekil 1.11. Genel sıvı kristal hücre yapısı (Eskalen, 2013)

dizileceği için sıvı kristal hücrelerde yönelim tabakası da sıvı kristallerin elektrikselsel ve optik özelliklerini etkileyen önemli bir hücre parametresidir.

Şekil 1.11’de sıvı kristal hücrenin genel yapısı görülmektedir. Elektrik iletkenliğini sağlamak için saydam indiyum kalay oksit (ITO) ince filmi ile kaplanmış cam yüzeye molekül yönelimini sağlamak için polimer bir film tabaka daha kaplanır. Yalıtkan aralayıcılar sayesinde sıvı kristal moleküller hücre içerisine doldurulabilir.

Şekil 1.12’de sıvı kristal yönelimler görülmektedir. Şekilde en çok kullanılan dört yönelim türü vardır. Aynı yönde, paralel olmayan, hemotropik ve burkulmuş yönelimler görülmektedir.



Şekil 1.12. Genel sıvı kristal yönelimleri (Eskalen, 2013)

## 1.6. Sıvı Kristallerde Optiksel Çiftkırılma

Işığın hızı içerisinde bulunduğu ortama göre değişmektedir. İotropik malzemeler, herhangi bir yönde kutuplanma olmadığı için tek bir kırılma indisine sahiplerdir. Örneğin cam bir malzemenin yaklaşık kırılma indisi 1.5 ve suyun kırılma indisi 1.3’tür [13]. Çift kırılmanın diğer bir ismi ise optik anizotropidir. Optik anizotropiye sahip olan maddelerde,

ışık ışınlarının pozitif ve negatif kırılma açılarının oluşur [14]. Bir ortamda için kırılma indisi şöyle tanımlanabilir;

$$n = \frac{c}{v} \quad (1.1)$$

Eşitlik 1.1'da n malzemenin kırılma indisini, c ve v sırasıyla boşluk ve madde içerisindeki ışık hızı olarak tanımlanır. Işığın dalga boyu ise şu eşitlik ile ifade edilebilir,

$$\lambda = \frac{\lambda_0}{n} \quad (1.2)$$

Eşitlik 1.2'da  $\lambda_0$  vakumdaki,  $\lambda$  maddedeki ışığın dalga boyunu ifade eder.

Nematik sıvı kristallerde yön vektörüne paralel kutuplanmış ışık  $n_{//}$  ( $n_e$ ) kırılma indisine ve yön vektörüne dik olarak kutuplanmış ışık ise  $n_{\perp}$  ( $n_o$ ) uygun olarak yayılmaktadır. Burada  $n_{//}$  olağanüstü kırılma indisi,  $n_{\perp}$  olağan kırılma indisi olarak adlandırılır [13].

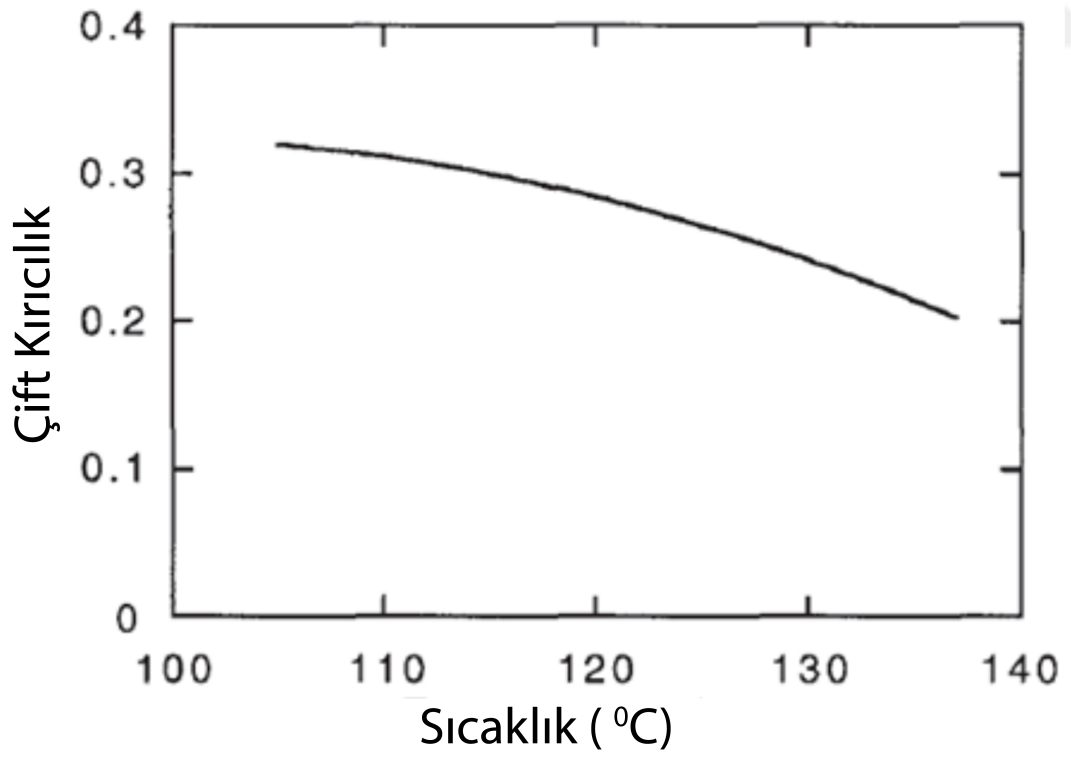
Optik anizotropi ise bu iki kırılma indisinin farklı olarak

$$\Delta n = n_{//} - n_{\perp} \quad (1.3)$$

## 1.7. Sıvı Kristallerin Kullanım Alanları

Temel bilim ve mühendislik alanında birçok farklı alanda kullanılan sıvı kristal teknolojileri vardır. Bu özel maddelerin uygulama alanları keşfedilmeye devam eden birçok farklı problemlere etkili çözüm oluşturmaya devam etmektedir.

Optik görüntüleme ve görüntü kaydedilmesi sıvı kristallerin bir diğer uygulama alanıdır. Sıvı kristallerin en çok kullanıldığı alanların başında sıvı kristal göstergeler vardır. Burada toplam enerji tüketimini göz önünde bulundurulduğunda meydana gelebilecek enerji verimliliğinde çok düşük iyileştirmeler bile toplam enerji tüketimini olumlu bir şekilde azaltacaktır. Sıvı kristallerin kullanıldığı uygulama alanlarından bir diğeri ise sıvı kristal termometreler ve sıcaklık sensörleridir. Kolestrik sıvı kristaller bilindiği gibi sıcaklığa bağlı olarak yansıttığı ışınların dalga boyu değişmektedir. Bu uygulamalara ek olarak birçok farklı uygulama alanında sıvı kristaller kullanımı ile ilgili araştırmalar devam etmektedir.



Şekil 1.13. Sıcaklığa bağlı çift kırıcılık değişimi (Collings ve Hird, 2009, değiştirilerek alınmıştır.)

## 1.8. Tezin amacı

Bilindiği gibi sıvı kristaller yüksek anizotropi ve moleküllerin tekrar yönelim değiştirme özelliklerinden dolayı endüstriyel anlamda ilgi çekmektedirler. Sıvı kristal göstergeler için iyi kontrast oranı, düşük eşik voltajı, oldukça az safsızlık iyonları, kusursuz yönelim (defect free alignment), düşük güç tüketimi, iyi parlaklık, yüksek görüş acısı ve kısa tepki süresi (low response time) gerekmektedir [12]. Sıvı kristal aletlerin en önemli dezavantajları ise şöyledir: Siyah oranı istenilen düzeyde olmaması, kontrast oranının eski tüplü televizyonlardan düşük olması, tepki süresinin yüksek olması ve görüş acısının sınırlı olması. Bu dezavantajların üstesinden gelmek için son yıllarda birçok araştırmacı tarafından yoğun olarak çalışılmaktadır.

Yüksek performanslı sıvı kristal elde etmenin en bilinen yolları ise ya üstün özelliklerde yeni sıvı kristal sentezlenmesi yada sıvı kristal kompozitler oluşturulması gerekmektedir. Sıvı kristal kompozitler ise mezogenik olmayan maddelerin katkılanması ile oluşur. Burada kullanılan maddeler ise boyalar, polimerler ve de nanomaddelerdir [12].

Bu tez çalışmasında sıvı kristallerin performansını artırmak ve üstün özellikli yeni sıvı kristal kompozitler elde etmek için sıvı kristallere nanoparçacıklar katkılanacaktır. Katkılanılan nanoparçacıkların sıvı kristallerin yapısal yapısında değişikliğe neden olup olmadıkları, termal özellikleri, dielektrik özellikleri ve bazı optiksel özelliklerinin değişimi incelenecektir. Bu amaç doğrultusunda bilimsel araştırmalarda ve endüstriye çoğunlukla kullanılan E7 kodlu sıvı kristal karışım kullanılacaktır. Kullanılan sıvı kristal karışımı oluşturan saf sıvı kristallerin moleküler yapısı ve karışım oranları ve bazı faz sıcaklıkları Şekil 1.8’de sunulacaktır. Ayrıca, kobalt oksit ( $Co_3O_4$ ), grafen oksit (GO) ve vanadyum oksit ( $V_2O_5$ ) nano-yapılı parçacıklar sıvı kristallere katkılanacaktır. Katkılanılan GO parçacıkları hazır olarak temin edilirken GO’ye ilaveten metil mavi boyar maddesinde etkisi araştırılacaktır. Diğer  $Co_3O_4$  ve  $V_2O_5$  nano-yapılı parçacıklar ise hidrotermal yöntem ile üretilip ve karakterize edildikten sonra sıvı kristallere katkılanacaktır. Son olarak, elde edilen kompozit yapıların elektriksel, termal, textürel ve optik özellikleri araştırılarak elde edilen kompozit maddeler hakkında bilgiler sunulacaktır.

## 2. ÖNCEKİ ÇALIŞMALAR

Malik ve ark., [15] 0.5 % ZnO nanoparçacığı nematik sıvı kristal karışım E7'e katkılanmışlardır. Oluşan komposit yapının yapısal özelliklerini, elektro-optiksel özelliklerini ve termal özelliklerini araştırmışlardır. Yapılan araştırmalar sonucunda isotropik-nematik faz geçiş sıcaklığının ortalama 1 C° arttığı, eşik voltajının düştüğü çift kırıcılığının ve kontrast oranının arttığını gözlemlemişlerdir. Böylelikle eşik voltajının düşmesi daha az enerji tüketen ve optik özellikleri daha iyi olan bir komposit madde elde etmiş oldular.

SiO<sub>2</sub> kuantum nokta nanoparçacıklar p-methoxybenzylidene p-decylaniline saf nematik sıvı kristal numunesine 0.1, 0.2 ve 0.3 % oranlarında dop edilmiştir. Fotoluminesans spektrumunda kızılötesi dalgaboyu yanında iyileşme gözlemlenmiştir. Kuantum nokta katkılanması ile moleküler oryantasyonel davranışında da iyileşme Roy ve ark., [16] tarafından gözlemlenmiştir.

Oh ve ark. [17] titanyum silikon oksit (TiSiO<sub>4</sub>) nanoparçacıkları ZSM-50087XX, JNC isimli sıvı kristale katkılanmışlardır. Bu katkılama ile elde edilen malzemenin elektro-optik özelliklerini iyileştirdiğini bulmuşlardır. Ayrıca 0.2 % katkılama kadar eşik voltajın düştüğünü rapor etmişlerdir. Buna ek olarak katkılanılan nanoparçacıklar safsızlık iyonlarını tutarak tarama etkisini düşürdüğünü (screening effect) ve buna bağlı olarak daha iyi Voltaj-Geçirgenlik eğrisi elde edilmiştir.

Nikel çinko ferrit (Ni<sub>0.5</sub>Zn<sub>0.5</sub>Fe<sub>2</sub>O<sub>4</sub>) nanoparçacıklar kiral nematik sıvı kristallerde mavi fazın (blue phase) eşik voltajını yaklaşık olarak yarıya düşürdüğü bulunmuştur [18]. Buna ek olarak dielektrik anizotropinin ve dielektrik permitivitenin nanoparçacık katkılama ile iyileştiği görülmüştür. Nanoparçacıkların safsızlık iyonlarını azaltması ve kayıp tanjant değerini düşürmesi sonucunda sıvı kristal göstergelerin enerji gereksinimini azaltabileceği rapor edilmiştir.

Pandey ve ark., [19] 4-(trans-4'-n-hexylcyclohexyl) isothiocyanatobenzoate (6CHBT) isimli nematik sıvı kristale gümüş nanoparçacık (Ag Nps) katkılanmışlardır. Katkılama ile oluşan yapının termal, elektro-optik ve dielektrik özelliklerini araştırmışlardır. Yapılan analizler sonucunda nematik-isotropik faz geçiş sıcaklığının azaldığını dielektrik anizotropinin düştüğünü gözlemlemişlerdir.

Silika (SiO<sub>2</sub>) nanoparçacıklar N-[4-n-Butyloxy-benzylidene]-4 ethylaniline (BBEA) isimli nematik sıvı kristale katkılanmış ve katkılama ile değişen özellikleri Yadav ve ark., [20] tarafından araştırılmıştır. Fotoluminesans emisyon pik değerinin arttığı, komposit sistemin çift kırıcılığını iyileştirdiği dielektrik iletkenliğini arttığı gözlemlenmiştir.

Karbon nanoparçacık katkılı nematik sıvı kristallerin frekans, sıcaklık ve elektrik alanına bağlı dielektrik özellikleri ve elektro-optik özellikleri araştırılmıştır. Dielektrik

geçirgenliği, dielektrik anizotropisi, eşik voltajı ve tepki süresi gibi parametreler incelenmiştir. Nanoparçacık konsatrosyonunun arması ile çift kırıcılığında arttığı gözlemlenmiştir. Buna ek olarak eşik voltajın ise düştüğü Singh ve ark.,[21] tarafından tespit edilmiştir.

Başka bir çalışmada [22] gümüş nanoparçacıklar 4-trans-pentyl-cyclohexyl cyanobenzene (5PCH) isimli nematik sıvı kristale katkılanmıştır. Katkılandırma ile dielektrik anizotropinin artışı ve eşik voltajının düştüğü gözlemlenmiştir. Bunun yanı sıra tepki süresini düşüren, görüntü yapışmasına ve titremesine gibi bir çok olumsuz sonuçlar doğurarak sıvı kristal göstergelerde problem oluşturan iyonik safsızlıkların tutulmasında sentezlenen gümüş nanoparçacıklar önemli rol oynayarak performansı yüksek ve daha dayanıklı gösterge cihazları için önemli olabilir.

Misra ve ark., [23] tarafından yapılan çalışmada bakır-çinko oksit nanoparçacıklar MBBA isimli nematik sıvı kristallere 0.5, 1.0 ve 1.5 % oranlarında katkılanmıştır. Rahatlama frekasını ve zamanı (relaxation frequency and relaxation time) araştırılmıştır.

HTG135200 isimli nematik sıvı kristalle  $TiO_2$  nanoparçacık katkılanmıştır. Katkılanma ile pretilt açısının  $2.63^\circ$ 'den  $2.04^\circ$ 'de düştüğü gözlemlenmiştir. Buna ek olarak katkılanılan nanoparçacıkların tarama etkisini engellediği ve eşik voltajını düşürdüğü bulunmuştur. Belirli bir katkılandırma oranına kadar (0.3 wt%) düşme zamanının (fall time) azalttığı gözlemlenmiştir. Katkılandırma oranının 0.3 wt% daha yüksek oranlara çıkması ile sıvı kristal özelliklerin düştüğü gözlemlenmiştir. Oluşturulan kompozit maddeler 2 ay sonra dahi aynı elektro-optiksel özellikleri göstermeye devam ettiği saptanmıştır [24].

Pushavathi ve ark.,[25] çinko oksit katkılı sıvı kristallerin bazı özelliklerini araştırmıştır. Nanoparçacık katkılandırma ile elektriksel iletkenliğin arttığını ve çift kırılma özelliğinin ise azaldığını rapor etmişlerdir. Ayrıca eşik voltaj değeri de artmaktadır.

Gümüş nanoparçacık katkılandırma ile yapılan başka bir araştırmada nematik-isotropik faz geçiş sıcaklığını azalmasına rağmen çift kırıcılığın artması ve eşik voltajının azaldığı Vimal ve ark., [26] tarafından gözlemlenmiştir.

Demir oksit nanoparçacık katkılanmış nematik sıvı kristaller üzerine Sivasri ve ark. [27] tarafından yapılan çalışmada demir oksit nanoparçacık katkılandırma ile faz geçiş aralıklarının çok az değiştiği, çift kırılma özelliğinin iyileştiği, düzen parametresinin arttığı ve böylelikle görüntü teknolojileri için görüş açısının iyileşeceği bulunmuştur.

Grafen oksit (GO) katkılı nematik sıvı kristallerin bazı özellikleri Rastogi ve Manohar [28] tarafından 2019 yılında araştırılmıştır. Yapılan deney analizleri doğrultusunda kapatma zamanı (switching-off) ve tepki süresinin (response time) literatürdeki başka bir çalışma ile benzer bir şekilde 83.67% ve 83.07% oranında azaldığı gözlemlenmiştir. Eşik voltajı yapılan başka bir çalışmada [29] 1 voltan 8 volta çıkarken bu çalışmada sadece 2-3 V

aralığında kaldığı bulunmuştur. Dönme viskozitesinin (rotational viscosity) 18.18% oranında artığı saptanmıştır. Rahatlama prosesinin (relaxation process) azaldığı saptanmıştır.

Tek duvarlı karbon nanotube (SWCNT) katkılı nematik sıvı kristallerin isotropik-nematik faz geçiş aralığının yaklaşık olarak 3 C° arttığı eşik voltajın ise malesef yükselmesine rağmen sıvı kristallerin moleküler tekrar oriyantasyonunun ise iyileştiği gözlemlenmiştir Singh ve ark.'ın yaptığı yayında gözlemlenmiştir [30].

Manyetik demir oksit ( $Fe_2O_3$ ) nanoparçacık katkılı sıvı kristaller üzerine yapılan son çalışmaların birisinde nanoparçacıkların yansıyan ışınların faz geçikmesini önemli bir şekilde etkileyerek çift kırılma özelliğini azalttığı tesbit edilmiştir [31].

4-n-Pentyl-40-cyanobiphenyl (5CB) nematik sıvı kristal ile değişen oranlarda GO tabaklar katkılanmıştır. Katkılı ve saf sıvı kristalin dielektrik ve elektro-optik özelliklerinin değişimi araştırıl ve GO önemli etkiler yaptığı ortaya çıkmıştır. GO katkılama ile eşik voltajın belirli bir katkılama oranına kadar düştüğü saptanmıştır. Dielektrik anizotropi değerleri ise çok az etkilenecek artan GO konsantrasyonuna bağlı olarak önce azalmış sonra tekrar artmıştır. Sıvı kristallerin tepki süreleri GO katkılama ile azalmıştır [32].

2-nanometre büyüklüğündeki altın nanoparçacıklar ile 6CHBT kodlu sıvı kristal dop edilmiştir. Katkılama ile yaklaşık olarak 50 % oranında ilk tepki süresi ve sönme tepki süresinde (rising time and falling time) artma gözlemlenmiştir. Buna ek olarak eşik volta değerinde de önemli iyileşme saptanarak eşik voltajının yaklaşık olarak 60 % oranında azaltığı saptanmıştır. Nematik isotropik faz geçiş aralığı ise biraz azalmıştır. Elde edilen sonuçlar doğrultusunda kullanılan altın nanoparçacıkların sıvı kristallerin özelliklerini iyileştirme konusunda yüksek bir potansiyele sahip olduğu söylenebilir [33].

Çinko oksit (ZnO) nanoparçacık ile N-(4-methoxybenzylidene)-4-ethoxybenzenamine (MB2BA) sıvı kristallerin oluşturduğu kompozit yapının bazı özellikleri Qing-lan ve ark. [34] tarafından araştırılmıştır. İki madde ultrasonik titreşim sayesinde birleştirilmiş ve değişik analitik teknikler ile karakterize edilmiştir. Elde edilen sonuçlar doğrultusunda MB2BA sıvı kristaline yüzde 0 ile 80 oranında nanoparçacık karıştırılmıştır. Orijinalde sarı-yeşil foto emisyon veren MB2BA sıvı kristali MB2BA/ZnO katkılama ile mavi renk emisyonuna dönüşmüştür. Elde edilen sonuçlar doğrultusunda nanoparçacık katkılama ile fotoemisyon renginin değişebildiği saptanmıştır.

### **3. MATERİYAL VE METOT**

#### **3.1. Kullanılan Sıvı Kristal Malzeme**

Bu tez çalışmasında İleri Teknolojiler ve Kimya Fakültesi, Askeri Teknoloji Üniversitesi (Military University of Technology the Faculty of Advanced Technologies and Chemistry, Polnoya) tarafından sentezlenen nematik karışım olan E7 kodlu sıvı kristal kullanılmıştır. Şekil 1.8’de kullanılan sıvı kristal karışımın bazı özellikleri gösterilmektedir. Bu özel sıvı kristal karışımında kullanılan saf sıvı kristallerin faz geçiş aralıkları, kimyasal formülleri, kısa isimleri ve elde edilen ötektik karışımında kullanılma oranları bu şekilde gösterilmektedir.

#### **3.2. Kullanılan Sıvı Kristal Hücreler**

Sıvı kristaller ile ilgili yapılan deneylerde kullanılan hücrelerin genel yapısı Şekil 1.11’de bahsedilmiştir. Cam üzerine elektrik iletkenliğinin sağlanması için saydam indiyum kalay oksit ince film kaplanarak ışığı geçiren ve elektrik iletkenliği olan hücreler için ince film tabakanın üzerine sıvı kristallerin yönelimi sağlamak için saydam polimer kaplanarak sıvı kristal hücrelerin levhaları oluşturulur. Daha sonra yalıtkan bir aralayıcı kullanılarak tabakalar yalıtkan aralayıcılar ve yapıştırıcılar ile üst üste konularak sıvı kristal hücreler oluşturulur. Deneyde kullanılan bu hücreler İleri Teknolojiler ve Kimya Fakültesi, Askeri Teknoloji Üniversitesi Polonya tarafından temin edilmiştir. Deneylerde kullanılan bir diğer hücre çeşiti ise Amerika menşeli; Instec Inc firmasından temin edilmiştir. Deneylerde kullanılan sıvı kristal hücreler planar (sıvı kristal moleküllerin oluşturulan tabakalara paralel olarak) yönelime sahiptir.

#### **3.3. Deneylerde kullanılan Araçlar**

##### **3.3.1. Hidrotermal yöntem**

Hidrotermal nanoparçacık sentez yöntemi yüksek sıcaklık ve yüksek basınç altında önceden hazırlanıp reaksiyona giren sıvı çözeltilerde maddelerin kristallendirilmesi mantığı üzerine kurulmuş bir sentez yöntemidir. Hidrotermal yöntemde kullanılan üç ana araçlar ise çelik otoklav, teflon kap ve ısıtıcıdır. Şekil 3.1’de hidrotermal yöntemde kullanılan çelik otoklav ve teflon kap gösterilmektedir. Şekil 3.2’de ise hidrotermal yöntemde kullanılan ısıtıcı gösterilmektedir.



Şekil 3.1. Çelik otoklav ve teflon kap



Şekil 3.2. Hidrotermal yöntemde kullanılan ısıtıcı



Şekil 3.3. Philips X'Pert PRO marka X-ışını difraksiyonu cihazı

### 3.3.2. X-ışını kırınımı (XRD)

Hidrotermal yöntem ile üretilen malzemelerin kristal yapısını analiz etmek için X-ışını kırınımı (XRD) kullanılmıştır. Kullanılan XRD cihazının markası Philips X'Pert PRO marka XRD cihazı, analizler 40kV ve 30mA değerleri altında analiz edilmiştir. XRD cihazı monokromotik  $\text{CuK}_{\alpha}$  radyasyonu ( $\lambda=0.154056$  nm) kullanılmıştır. Kullanılan XRD cihazı ile ilgili ayrıntılı bilgiler Barış Avar ve Celal Kurşun doktora tezlerinden elde edilebilir [35, 36]. Analizlerde kullanılan XRD cihazı Şekil 3.3'de gösterilmektedir.

### 3.3.3. Taramalı elektron mikroskobu (SEM)

Üretilen ve ticari olarak temin edilen malzemelerin morfolojik özelliklerini ayrıntılı olarak incelemek için Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) kullanılmıştır. Kullanılan SEM cihazı JEOL JSM – 5600 markalıdır. Yapılan analizler 15 keV potansiyeli altında yapılmıştır. Taramalı Elektron Mikroskobunda görüntü, yüksek voltaj ile hızlandırılmış elektronların numune üzerine odaklanması, bu elektron demetinin numune yüzeyinde taratılması sırasında elektron ve numune atomları arasında oluşan çeşitli girişimler sonucunda meydana gelen etkilerin dedektörlerde toplanması ve sinyal güçlendiriciler ile elde edilir [37]. Deney anazileri sırasında kullanılan SEM cihazının fotoğrafı Şekil 3.4'de gösterilmektedir.



Şekil 3.4. JEOL JSM – 5600 SEM cihazı

### 3.3.4. Geçirilmiş elektron mikroskobu (TEM)

Malzemelerin morfolojik özelliklerini daha ayrıntılı olarak incelemek için Geçirilmiş Elektron Mikroskobu (TEM) kullanılmıştır. Geçirilmiş Elektron Mikroskobu veya TEM çok ince bir örnek içinden geçirilen yüksek enerjili elektronların ile sağlanmaktadır [38]. Elektronların örnek ile etkileşimleri sonucu oluşan görüntü büyütülür ve floresans ekran, fotoğrafik film katmanı ya da CCD kamera gibi bir sensör üzerine odaklanır. Deney anazileri sırasında kullanılan TEM cihazının fotoğrafı Şekil 3.5’de gösterilmektedir.

### 3.3.5. Diferansiyel taramalı kalorimetre (DSC)

Nanoyapılı malzemeler ile katkılandırılmış nematik sıvı kristallerin termal özellikleri Diferansiyel Taramalı Kalorimetre (DSC) yardımı ile analiz edilmiştir. Isısal işlem sırasında ortam nitrojen gazı verilmiştir. KSÜ Kimya Bölümü’nde bulunan ve deneylerde kullanılan DSC cihazının markası Perkin Elmer’dir. Deney anazileri sırasında kullanılan DSC cihazının fotoğrafı Şekil 3.6’de gösterilmektedir.

### 3.3.6. Uv-vis spektrometresi (Uv-vis)

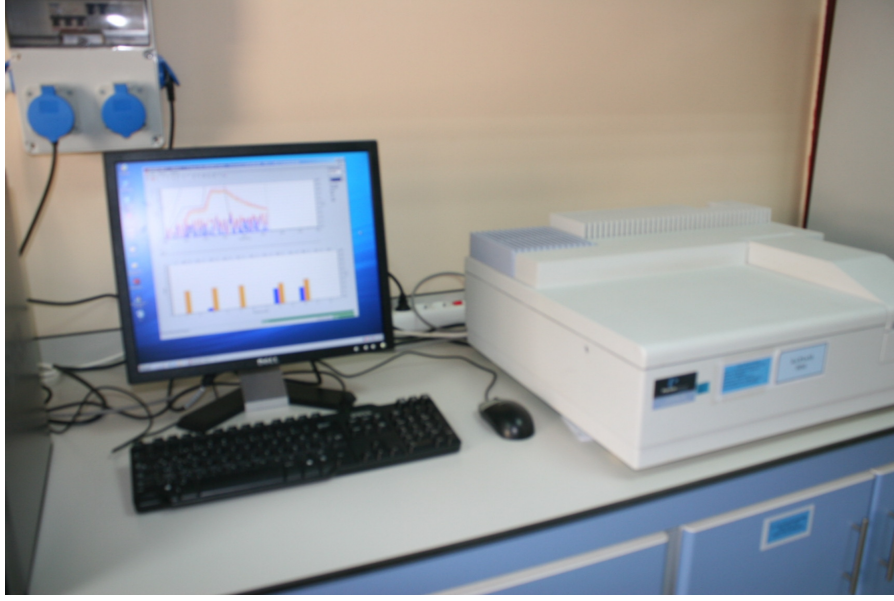
Uv analizlerinde, analizi yapılacak numune uygun çözücü ile çözülerek homojen çözeltili hazırlanır ve hazırlanan bu çözeltili cam veya kuvarz küvetlere konularak analiz için hazır hale getirilir [10]. Kahramanmaraş Sütçü İmam Üniversitesi, ÜSKİM laboratuvarında bulunan Perkin Elmer Lambda 45 UV-Vis Spektrofotometre ile analizler yapılmıştır.



Şekil 3.5. JEOL JEM-2100 (UHR) TEM cihazı



Şekil 3.6. Perkin Elmer marka DSC cihazı



Şekil 3.7. Perkin Elmer Lambda 45 UV-Vis Spektrofotometresi

Deney anazileri sırasında kullanılan Uv-Vis Spektrometre cihazının fotoğrafı Şekil 3.7’de gösterilmektedir.

### 3.3.7. Floresans spektrometresi (FS)

Atom veya moleküller genellikle temel enerji seviyesinde bulunurlar. Dışarıdan verilen bir uyarıcı ile atom ve moleküllerin elektronları daha üst enerji seviyesine geçmesine uyarılmış hal denilir. Uyarılmış atom ve moleküller genellikle kararsızdır ve fazla enerjisinden kurtularak uyarılmamış hale (temel enerji seviyesine) dönmek isterler. Uyarılmış atom ve moleküller fazla enerjisini ışık yayarak atabilirler. Bu olay sırasında yayılan ışığa floresans denir. Kahramanmaraş Sütçü İmam Üniversitesi, Üniversite-Sanay-Kamu İşbirliği Geliştirme Uygulama ve Araştırma Merkezi (ÜSKİM) laboratuvarında bulunan Cary Eclipse Floresans Spektrofotometresi ile analizler yapılmıştır. Deney anazileri sırasında kullanılan Floresans Spektrometresi cihazının fotoğrafı Şekil 3.8’de gösterilmektedir.

### 3.3.8. Empedans analizör (IA)

Hazırlanan numunelerin elektriksel özelliklerinin araştırılması sırasında Novacontrol Alpha A Dielektrik/Empedans Analizörü kullanılmıştır. Düzce Üniversitesi, Bilimsel ve Teknolojil Araştırmalar Uygulama ve Araştırma Merkezi’nde bulunan bu cihaz ile analizler yapılmıştır. Deney anazileri sırasında kullanılan Novacontrol Alpha A Dielektrik/Empedans Analizörü cihazının fotoğrafı Şekil 3.9’de gösterilmektedir.

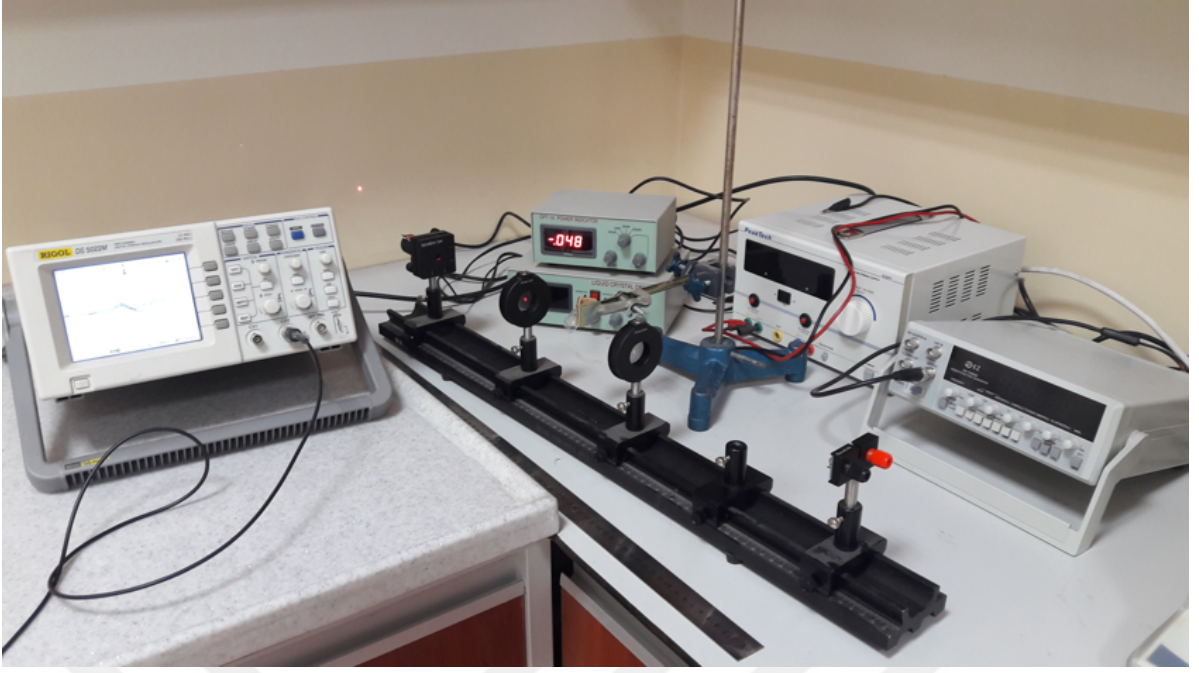
Deney anazileri sırasında kullanılan Novacontrol Alpha A Dielektrik/Empedans Analizörü hakkında ayrıntılı bilgileri ve teknik özellikleri Düzce Üniversitesi, Bilimsel ve Teknolojil Araştırmalar Uygulama ve Araştırma Merkezi’nin ilgili web-sayfasında mevcuttur [39].



Şekil 3.8. Cary Eclipse Floresans Spektrofotometresi



Şekil 3.9. Novacontrol Alpha A Dielektrik/Empedans Analizörü cihazı



Şekil 3.10. Elektro-optik deney seti

### 3.3.9. Elektro-optik deney seti

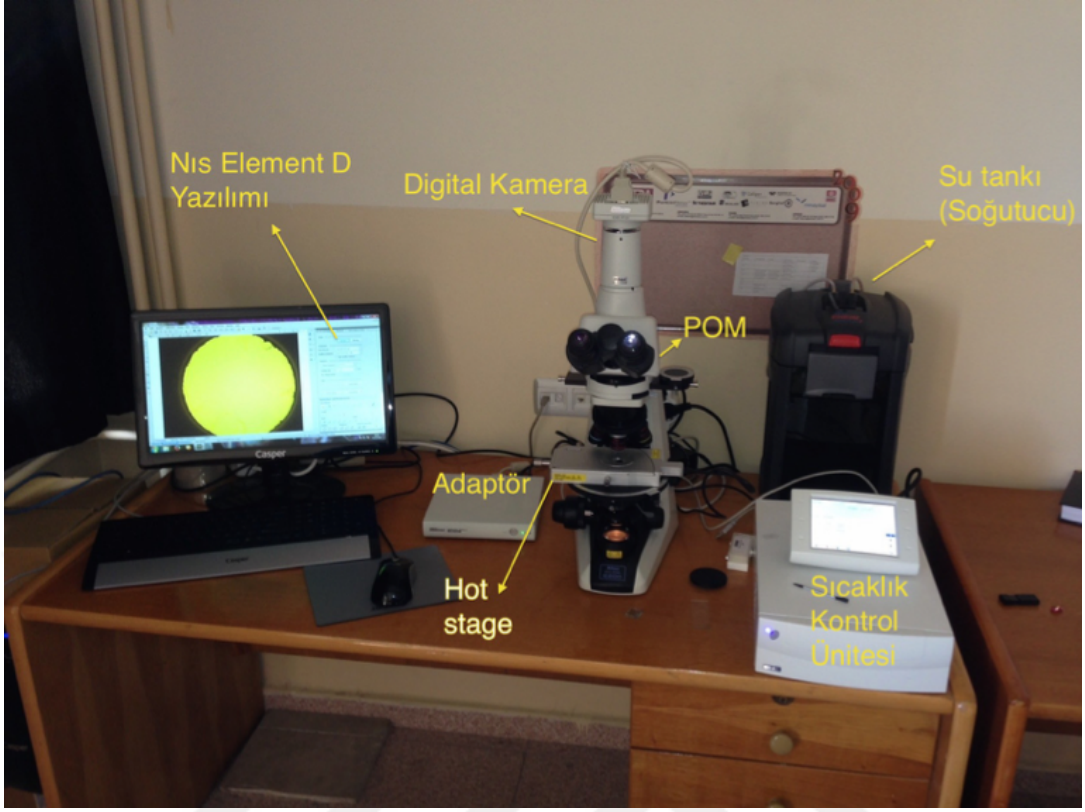
Hazırlanan numunelerin gerilime bağlı ışık geçirgenlikleri, KSÜ, Fizik Bölümü, Sıvı Kristal Lab. bulunan elektro-optik deney seti ile analiz edilmiştir. Elektro-optik deney seti bir lazer ışık kaynağı, polarizör ve analizör filtre ve foto dedektörden oluşmaktadır. Elektro-optik deney setinin fotoğrafı Şekil 3.10’da gösterilmektedir.

### 3.3.10. Polarize optik mikroskop (POM)

Polarize Optik Mikroskop (POM) ışığın kutuplanma özelliğinden yararlanarak optik anizotropiye sahip numunelerin morfolojik özelliklerinin araştırılmasında kullanılan bir cihazdır. POM sayesinde sıvı kristal numunenin mezojenik yapısı tayin edilebilir [10]. Numunelerin tekstürel yapısı ve istenilen yönelime sahip olup olmadıkları da POM ile belirlenebilir. KSÜ, Fizik Bölümü, Sıvı Kristal Lab. bulunan Eclipse E200, Nikon markalı POM cihazı ile Nis Element D yazılımı ve LTS 120 Linkam Scientific Instrument Ltd. markalı ısıtıcı tabla (hot stage) sayesinde oluşturulan iş istasyonu sayesinde sıvı kristallerin sıcaklığa bağlı yapısal değişimleri de araştırılabilmektedir. POM iş istasyonunun fotoğrafı Şekil 3.11’da gösterilmektedir.

### 3.3.11. Bazı Temel Cihazları

KSÜ, Fizik Bölümü, Sıvı Kristal Lab. bulunan ve deneyler sırasında kullanılan hassas terazi, manyetik karıştırıcı, ultrasonik banyo ve fırın Şekil 3.12’de gösterilmektedir.



Şekil 3.11. POM İş İstasyonu



Şekil 3.12. Bazı temel cihazları

## 4. BULGULAR VE TARTIŞMA

### 4.1. Kobalt Oksit Nanoyapılı Malzemelerin E7 Nematik Sıvı Kristaller Karışıma Katkılandırılması

#### 4.1.1. Genel bilgiler

Richard Feynman'ın 1959 yılında verdiği meşur "There is Plenty of Room at Bottom" dersi ile nanoteknoloji alanında yeni bir çağ açılmıştır [40]. Nano teknoloji fonksiyonel sistemlerin moleküler düzeyde mühendisliği olarak tarif edilebilir. Nanoyapılar şekil ve büyüklüklerine göre üç farklı katagoride sınıflandırılabilirler; sıfır boyutlu (0D), bir boyutlu (1D) ve iki boyutlu (2D). Nanoyapılı malzemeler fiziksel veya kimyasal olarak değiştirilerek biyoloji ve tıptan su arıtımına, elektroniğe ve optiğe kadar birçok farklı alanda kullanılabilirler.

Nanoyapılı malzemeler arasında bulunan manyetik nanoparçacıklar farklı uygulama alanları bakımından dikkatleri üzerlerine çekmektedirler. En çok popüler olan ikinci manyetik nanoparçacık ise kobalt oksit nanoparçacıdır. Direk optik yasak enerji aralığı 2.19 eV olan ve bir geçiş metal oksiti olan bu nanoyapılı parçacıklar oldukça önemlidirler. Çalışmada yaptığımız işleri özet olarak bir şekil yardımı ile göstermek istersek Şekil 4.1 aslında çalışmanın grafiksel özeti olarak verilebilir.

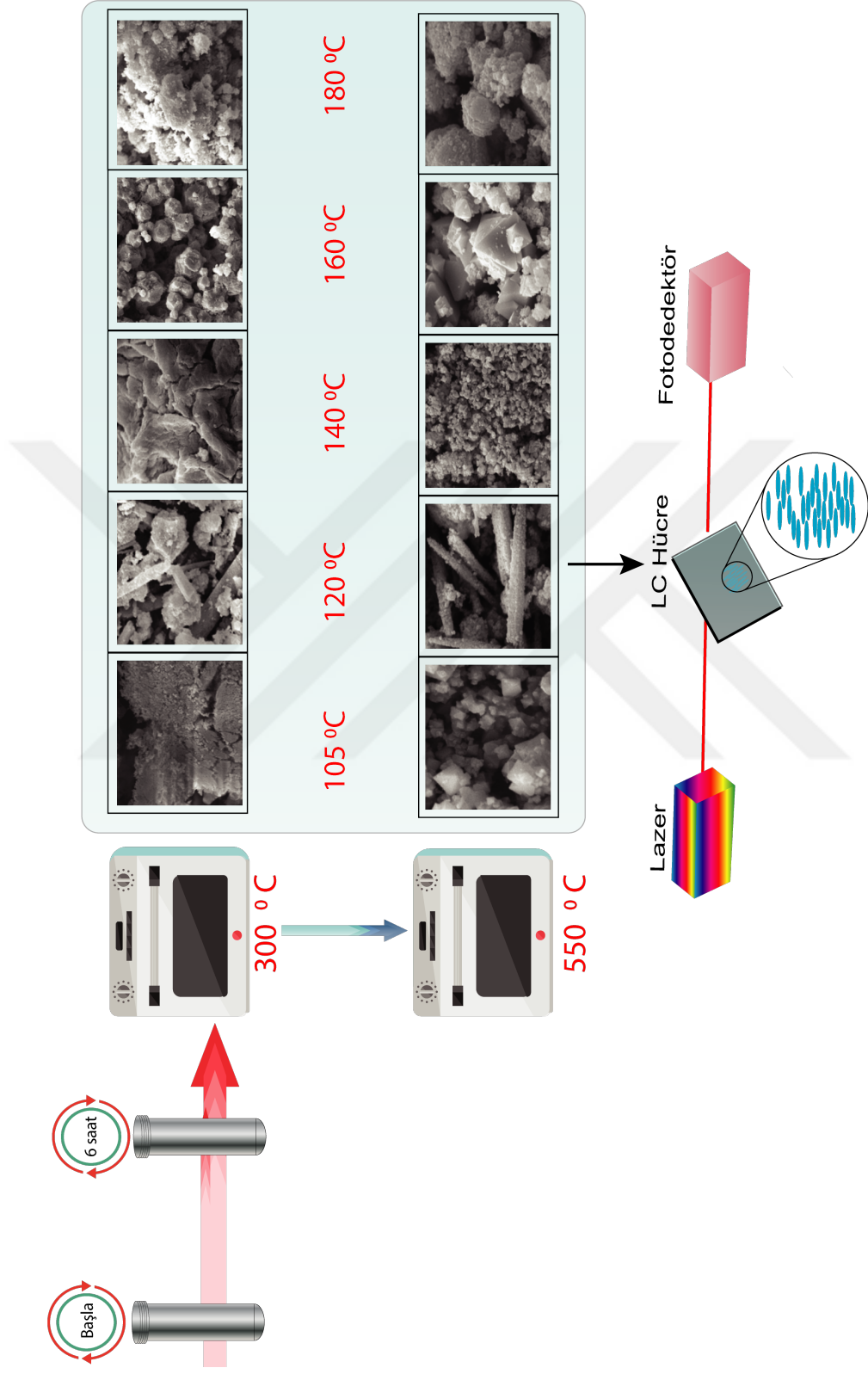
#### 4.1.2. Kobalt oksit nanoparçacığının sentezlenmesi

Bütün kimyasallar olduğu gibi kullanılmıştır. 4.3983 gr Kobalt (III) klorür heksahidrat ve 0.12 gr üre ( $\text{CH}_4\text{N}_2\text{O}$ ) çözeltisi 50 ml saf su içerisinde karıştırılmıştır. Elde edilen çözelti otoklava konularak 105, 120 140, 160 ve 180 °C altı saat boyunca fırınlanmıştır. Elde edilen çökeltiler saf su ile yıkanarak 60°C'de 10 saat kurutulmuştur. Daha sonra 300°C beş saat tavlansmıştır. En son olarakta 500°C 1 saat tavlansarak tavlansma sıcaklığına bağlı XRD, SEM ve Uv-vis özellikleri araştırılmıştır. Şekil 4.2'de kobalt oksit nanoparçacıkların üretilmesi şematize edilmiştir.

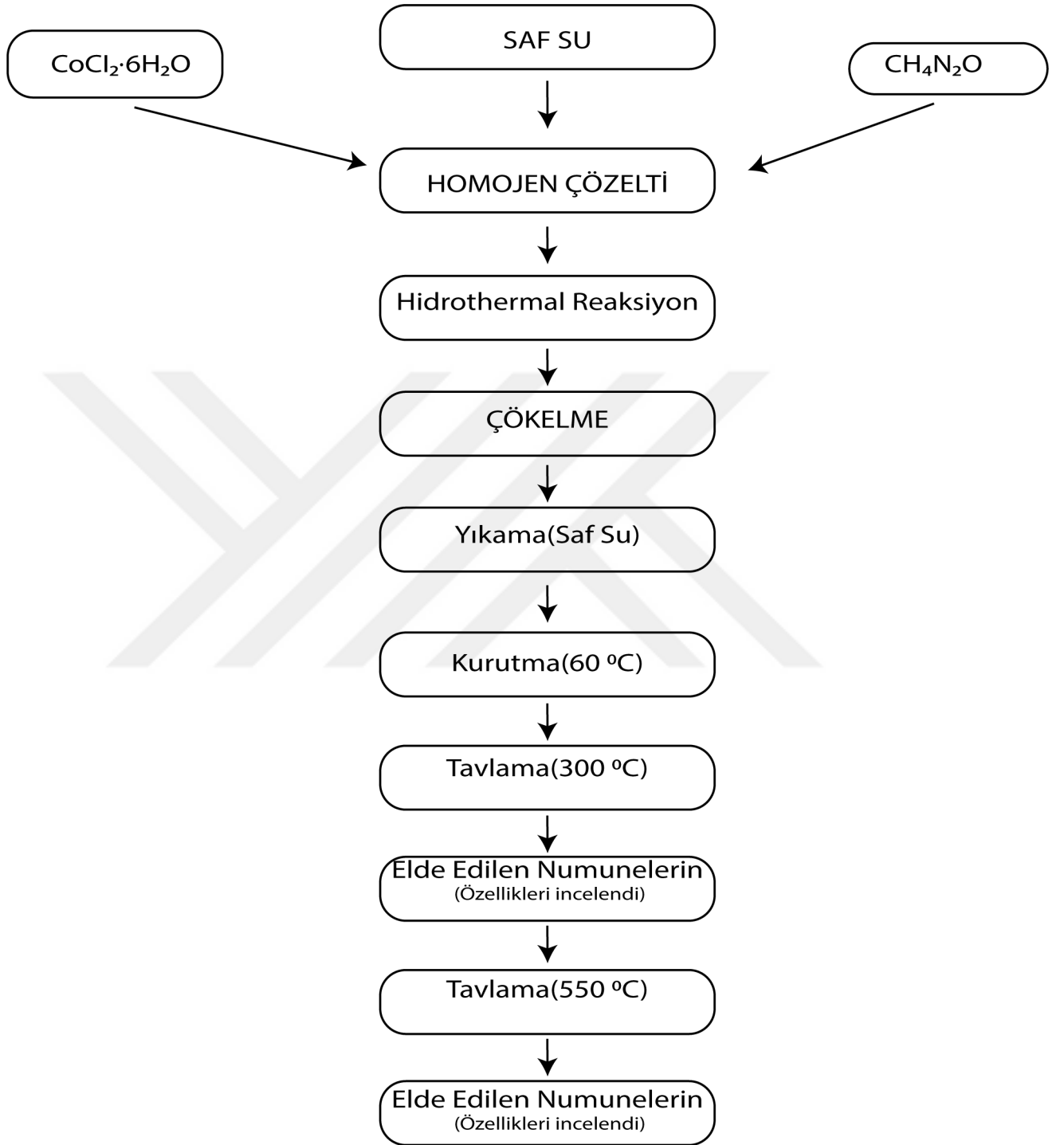
#### 4.1.3. Sıvı kristale katkılandırılması

Bu çalışmada nematik sıvı kristal karışım olan E7 kodlu malzeme kullanılmıştır. Kullanılan bu sıvı kristal malzeme Synthron Chemicals, Almanya'dan ticari olarak temin edilmiştir. Sıvı kristallerin elektro-optik özelliklerini araştırmak için kullanılan sıvı kristal ITO hücre ise Amerika menşeli; Instec Inc firmasından temin edilmiştir. Kullanılan sıvı kristal hücre 1 cm<sup>2</sup> aktif alana ve 8µm hücre aralığına sahiptir.

120 °C'de üretilen ve 550 °C'de tavlansan kobalt oksit nanoparçacıklar seçilerek sıvı kristallere katkılandırılmıştır. Katkılandırma işlemi sırasında E7 ve cobalt oksit



Şekil 4.1. Yapılan çalışmanın grafiksel özeti



Şekil 4.2. Kobalt oksit Nanoparçacıkların Üretim Şematizasyonu

nanoparçacıklar izoproponal içerisinde çözülerek karışım haline getirilmiş ve ultrasonik bonya ile homojen hale gelmesi sağlanmıştır. Daha sonra 50 °C’de 48 saat boyunca ısı işleme tabi tutularak isoproponalin tamamen uçması sağlanmıştır. 0.5% kobalt oksit katkılı sıvı kristal hazırlanarak 60 °C’ de kapilarite yardımı ile sıvı kristal hücrenin içerisine doldurulmuştur.

#### **4.1.4. Kobalt oksit NPs’in XRD sonuçları**

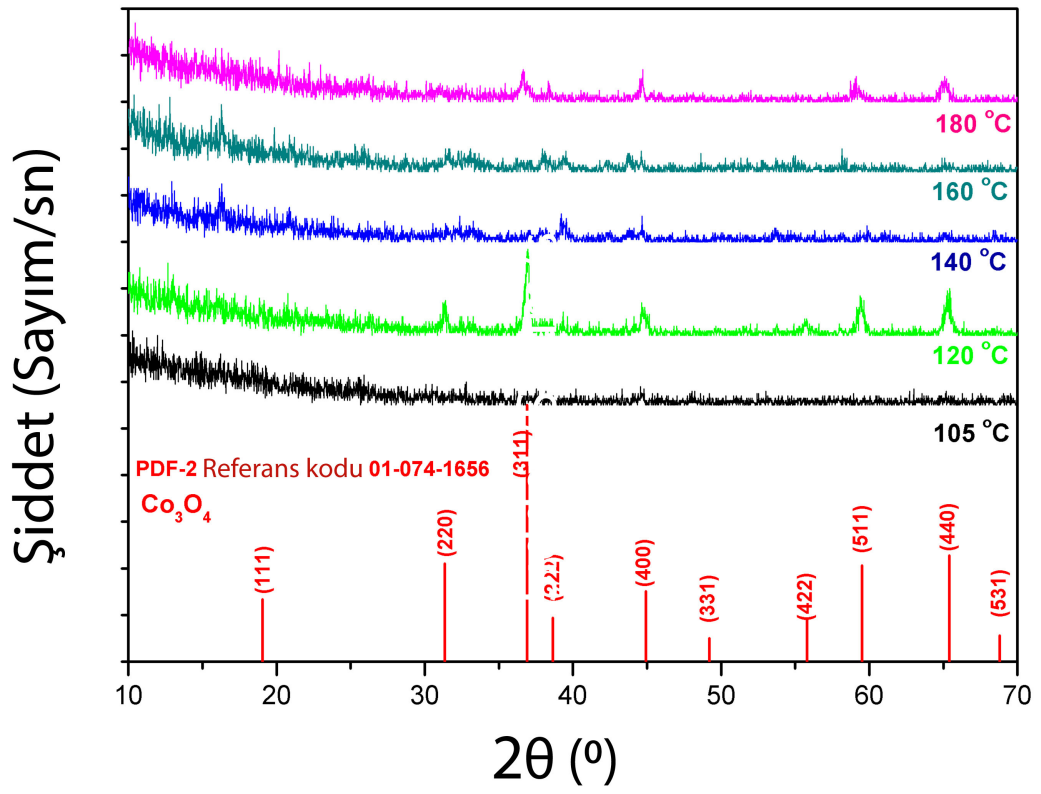
300 °C’ de tavlanan Kobalt-oksit Nanoparçacıkların XRD sonuçları Şekil 4.3’de gösterilmektedir. Hidrothermal olarak 120 °C’ de üretilen numunenin kırınım pikleri kübik yapıdaki referans kodu (PDF-2 reference code 01-074-1656) ile uyumludur. Bu referans kodu aynı zamanda 180 °C’ de üretilen Şekil 4.3’de gösterilen numune içinde kısmen uyumludur. Wang ve ark., [41] tarafında yapılan bir çalışmada hidrotermal yöntem ile üretilen kobalt oksit nanoparçacıklar XRD sonuçları ile benzer sonuçlar elde edilmiştir. Diğer üretilen kobalt oksit parçacıkların belirgin kristal piklerine rastlanmamıştır. Hidro-oksit yapılar ve kimyasal kirlilikler kristal piklerinin gözlemlenmemesine neden olabileceği düşünülmektedir [42]. Literatürde, farklı tavlama sıcaklıklarına bağlı olarak kobalt oksit nanoparçacıkların XRD sonuçlarını değerlendirilmesi ile ilgili bir çalışmada ise tavlama sıcaklıklarının artması ile tanecik sınırlarında boşlukta bulunan kobalta bağlı oksijen bağlarının sıcaklık artışı ile uzun kobalt oksit taneleri oluşturmasının sebep olabileceği düşünülmektedir [43].

Elde edilen nanoparçacıklar tekrar 550 °C’ de tavllanmış ve kristal yapısı incelenmiştir. Tavlama sıcaklığına bağlı kristal yapı ile ilgili sonuçlar Şekil 4.4’de gösterilmektedir. Bu şekilden de anlaşılacağı gibi kobalt oksit nanoparçacıkların kristal pikleri daha belirgin hale gelmiştir. Bütün numuneler karakteristik kobalt oksit piklerinden en az bir kaçanesi göstermektedir. Hidro-oksit yapılar 550 °C’ de kaybolarak daha belirgin kristal piklerinin gözlenmesine neden olmuşlardır.

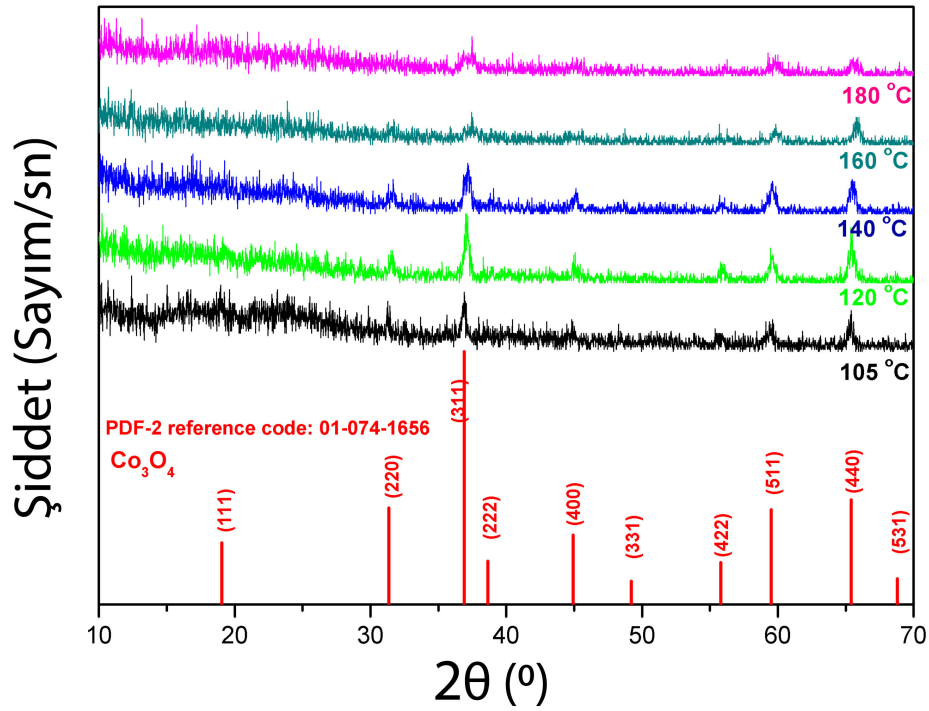
#### **4.1.5. Kobalt oksit NPs’in SEM sonuçları**

Hidrothermal method ile farklı sıcaklıklarda sentezlenip 300°C’ de tavlanan kobalt oksit nanoparçacıkların morfolojik şekilleri Şekil 4.5’de gösterilmektedir. Hidro-oksit yapılar ve kimyasal kirlilikler ilgili yapılar gözlemlenmiştir. Şekil 4.5-b’de nanoçubuk şeklinde yapılar, Şekil 4.5d’de ise kısmen nanolevha şeklinde tabakalı yapılar gözlemlenmiştir.

Hidrothermal method ile farklı sıcaklıklarda sentezlenip 550°C’ de tekrar tavlanan kobalt oksit nanoparçacıkların morfolojik şekilleri Şekil 4.6’de gösterilmektedir. Tavlama sıcaklığının kobalt oksit nanoyapıların SEM görüntüler olan etkisi bu şekilden de anlaşılmaktadır. Hidro-oksit yapılar ve kimyasal kirlilikler tavlama sıcaklığının artması ile azalmıştır. Literatürde kobalt oksit ile ilgili bir çalışmada tavlama sıcaklığına bağlı morfolojik yapıların oluşumu ile ilgili olarak, tavlama sıcaklığına bağlı olarak su moleküllerinin buharlanmasından kaynaklanabileceği düşünülmektedir [44].



Şekil 4.3. 300 °C' de tavlanan Kobalt-oksit Nanoparçacıkların XRD sonuçları



Şekil 4.4. 550 °C’ de tavlanan Kobalt-oksit Nanoparçacıkların XRD sonuçları

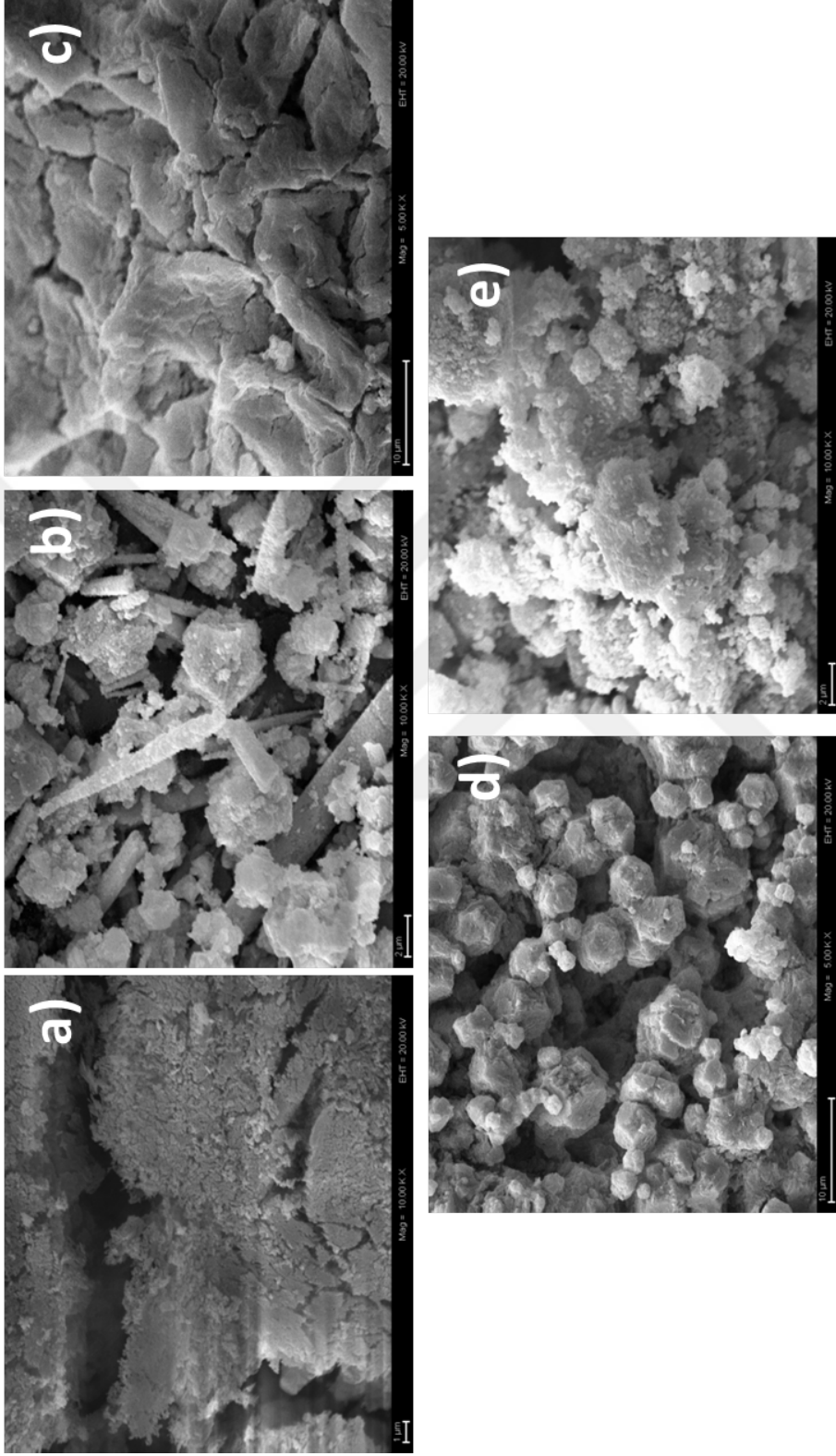
#### 4.1.6. Kobalt oksit NPs’in Uv-vis sonuçları

Direk geçişler için optik yasak enerji (optical band gap) değerleri Tauc plot yardımı ile elde edilmiştir. Optik absorptans değerleri kullanılarak elde edilen yasak enerji değerleri üretilen 10 farklı kobalt oksit nanoparçacık için hesaplanmış ve tek bir grafikte verilmiştir. Şekil 4.7’de sentezlenen bütün kobalt oksit nanoparçacıkların optik absorptans değerleri kullanılarak elde edilen yasak enerji değerleri gösterilmektedir. Şeklin sol tarafında 300 °C’ de tavlanan kobalt oksit nanoparçacıkların yasak enerji değerleri, sağ tarafında ise 550 °C’ de tavlanan parçacıkların yasak enerji değerleri verilmiştir.

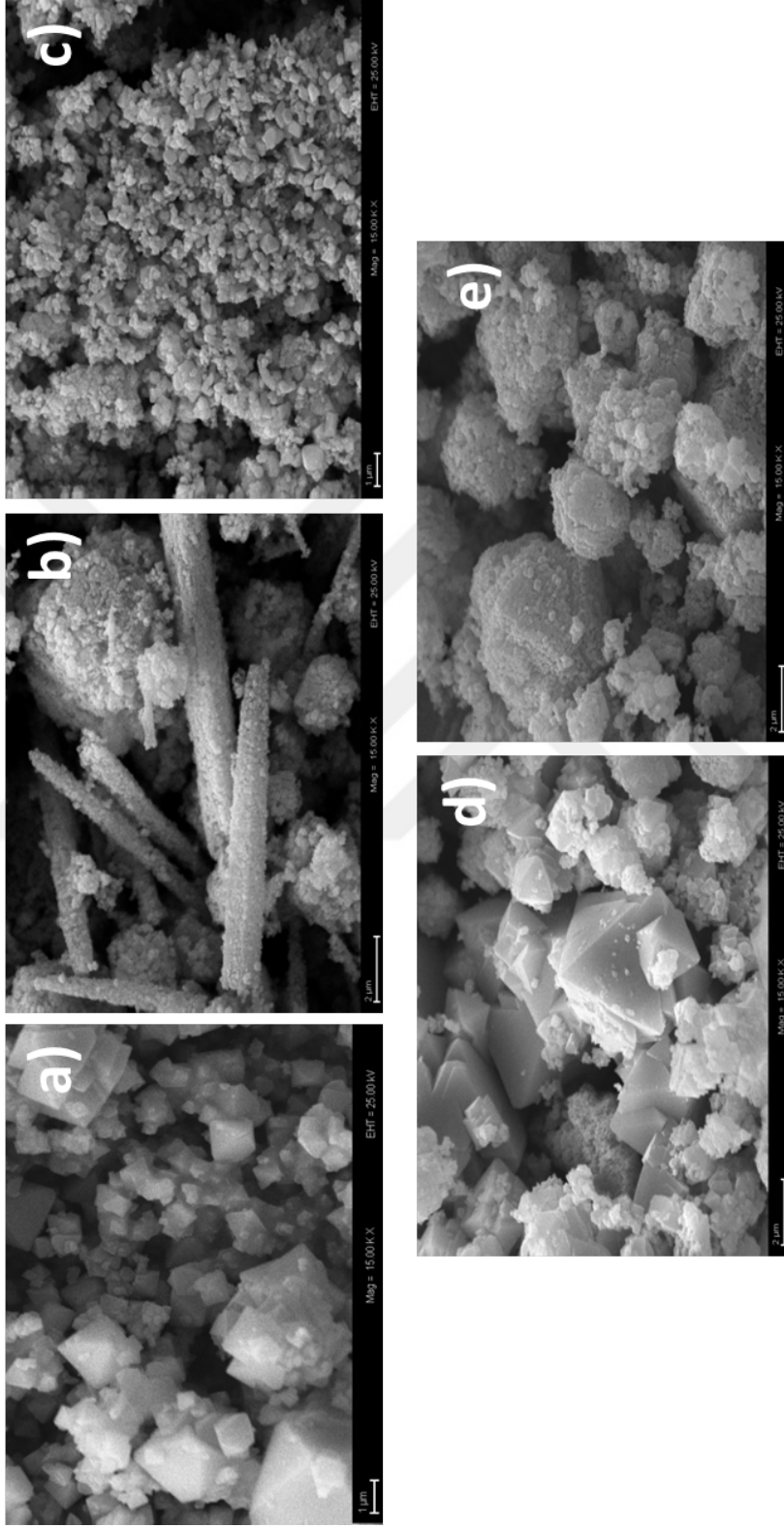
Hesaplanan yasak enerji değerleri incelendiğinde 300 °C’ de tavlanan kobalt oksit nanoparçacıkların yasak enerji değerlerinin 3.1 ila 3.5 eV arasında değiştiği 550 °C’ de tavlanan kobalt oksit nanoparçacıkların yasak enerji değerlerinin ise 3.5 eV çok yakın olduğu gözlemlenebilir. 550 °C’ de tavlama elde edilen sonuçların literatürdeki sonuçlar ile uyum içerisinde olduğu bulunmuştur [45, 46].

#### 4.1.7. Kobalt oksit NPs katkı E7’nin POM görüntüleri

Polarize optik mikroskop ile 0.5 % kobalt oksit katkıli nematik sıvı kristal karışımın ve saf sıvı kristal karışım E7’nin textürel yapısını incelemek için kullanıldı. Şekil 4.8’de saf E7 sıvı kristal karışımının farklı büyütme ölçeklerindeki yapısını göstermektedir.

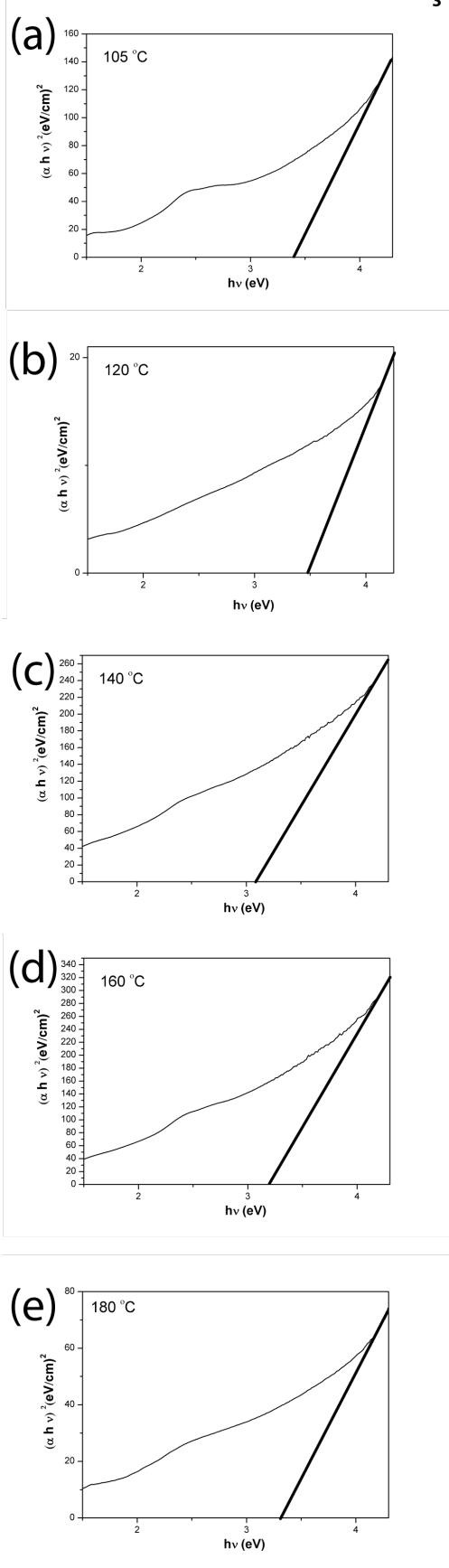


Şekil 4.5. 300 °C’ de tavlanan Kobalt-oksit Nanoparçacıkların SEM sonuçları

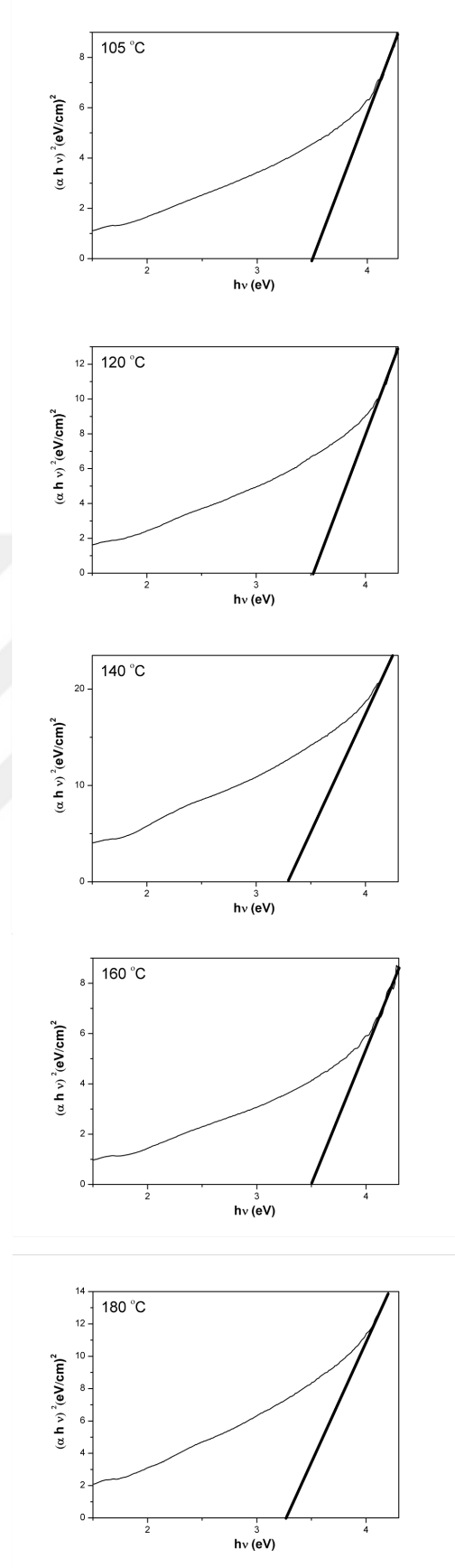


Şekil 4.6. 550 °C' de tavlanan Kobalt-oksit Nanoparçacıkların SEM sonuçları

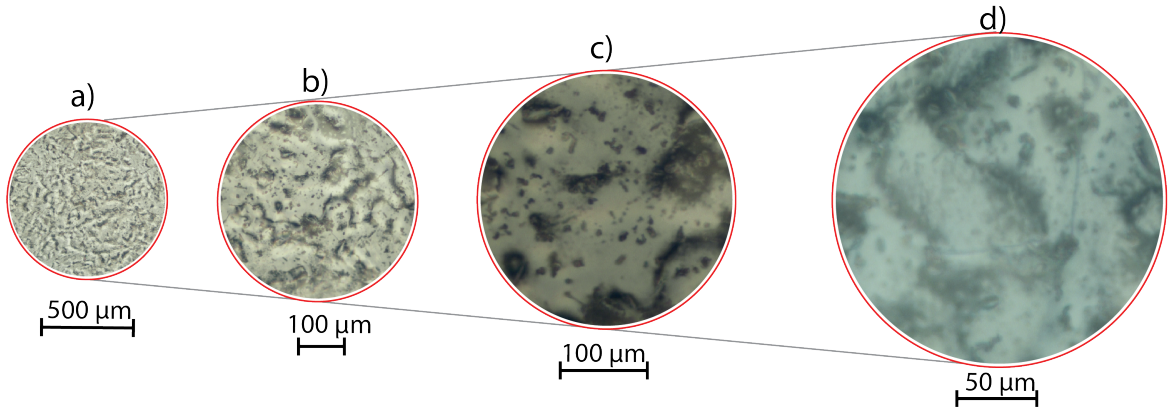
## 300 °C 'de Tavlanmış



## 550 °C 'de Tavlanmış



Şekil 4.7. Kobalt-oksit Nanoparçacıkların yasak enerji grafikleri



Şekil 4.8. E7 sıvı kristalinin POM fotoğrafları, a) 40X, b) 100X, c) 200X ve d) 400X büyütme

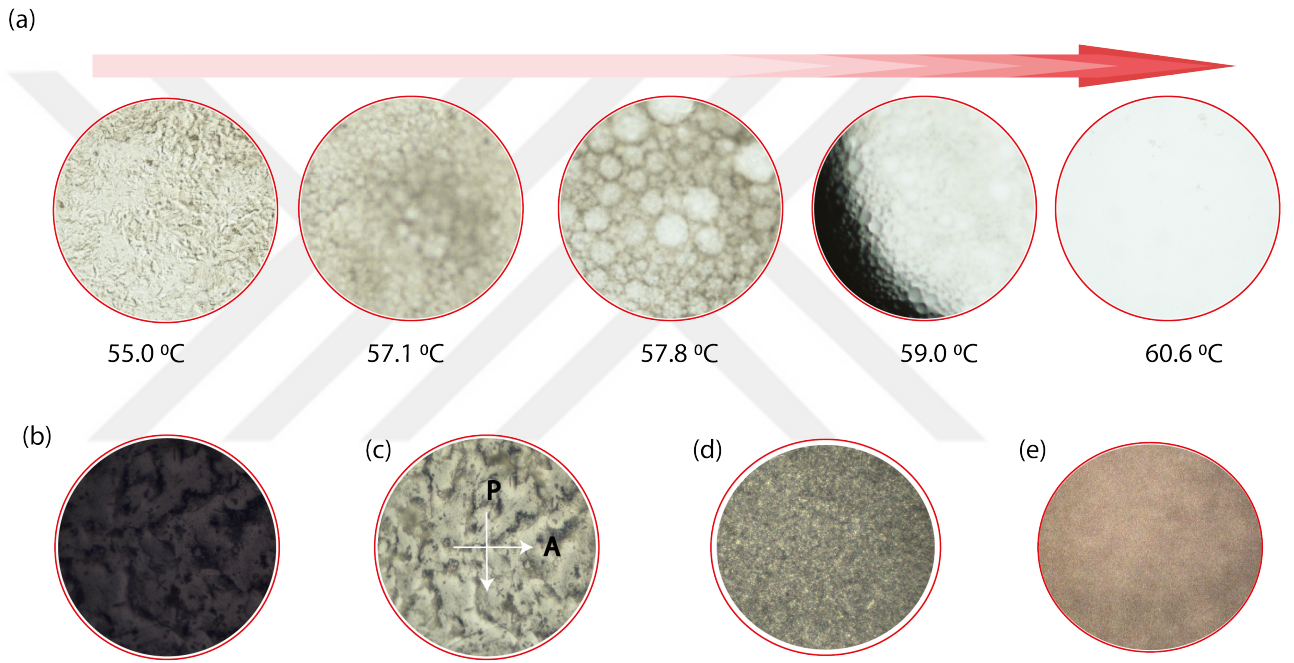
Saf E7 sıvı kristali ve 0.5 % kobalt oksit katkılı E7 sıvı kristalinin faz geçiş sıcaklıklarında POM sayesinde incelenmiş ve Şekil 4.9'de gösterilmektedir. İsootropik sıvı damlasının ilk olarak gözlemlendiği sıcaklık  $57.1\text{ }^{\circ}\text{C}$ ,  $T_N$  nematik sıvının son gözlemlendiği sıcaklık ise  $60.6\text{ }^{\circ}\text{C}$ ,  $T_I$  ise nematik isotropik faz geçiş sıcaklığı aşağıda belirtilen formül yardımı ile hesaplanabilir.

$$T_{NI} = \frac{1}{2}(T_N + T_I) \quad (4.1)$$

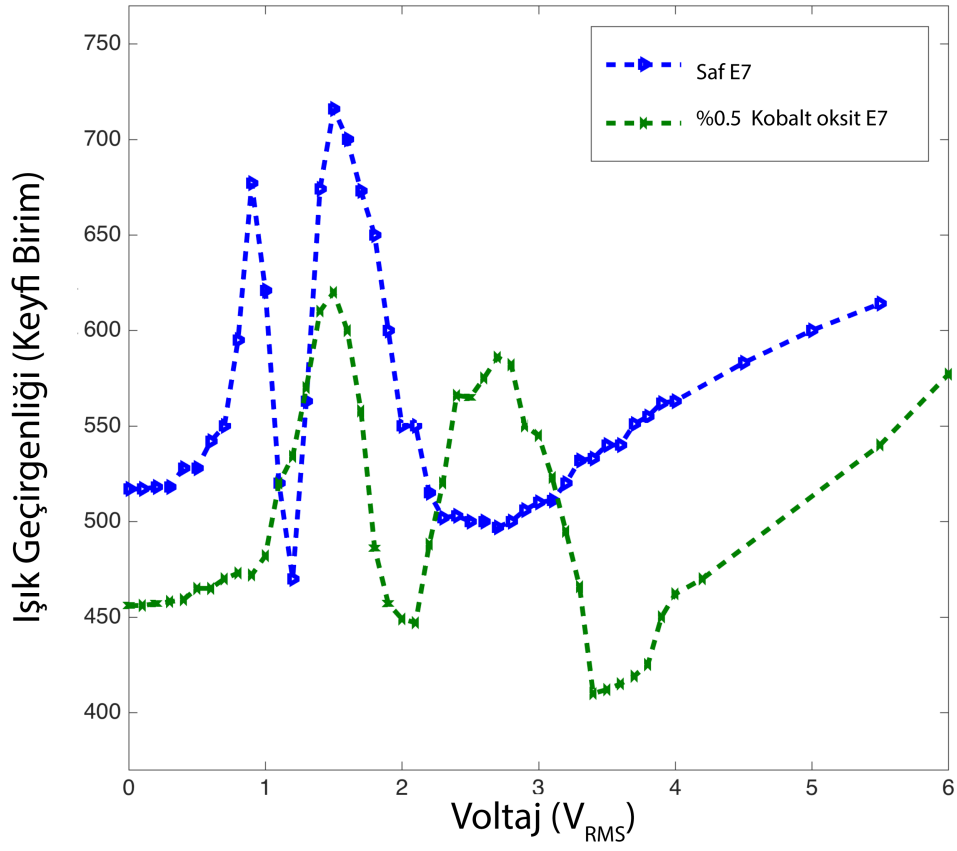
Eşitlik 4.1 yardımı ile hesaplanan ortalama faz geçiş sıcaklığı  $58.85\text{ }^{\circ}\text{C}$  olarak hesaplanmıştır. Saf E7 sıvı kristalinin ortalama faz geçiş sıcaklığı ile kobalt oksit katkılı sıvı kristalinin faz geçiş sıcaklığı arasındaki fark ise ortalama  $0.2\text{ }^{\circ}\text{C}$  olarak bulunmuştur. Şekil 4.9b-c'de E7 nematik sıvı kristalinin çapraz polarizör olmadan ve çapraz polarizör altındaki görüntüsü gösterilmektedir. 1 V gerilim altında saf ve nanoparçacık katkılı sıvı kristalinin POM görüntüleri ise Şekil 4.9d-e'de gösterilmektedir.

#### 4.1.8. Kobalt oksit NPs katkılı E7'nin elektro-optik deney sonuçları

Saf E7 sıvı kristalinin ve kobalt oksit katkılı E7 sıvı kristalinin voltaja bağlı ışık geçirgenliği Şekil 4.10'de gösterilmektedir. Işık geçirgenliği deneyi sırasında  $650\text{ nm}$  dalga boyunda bir lazer ışığı kullanılmıştır. Sıvı kristal hücre polarizör ve analizör arasında bir yere  $45^{\circ}\text{C}$  açı yapacak şekilde yerleştirilmiştir. Işık şiddetindeki değişim bir fotodetektör yardımı ile kayıt altına alınmıştır. Sonuç olarak ışık geçirgenlik davranışının saf ve katkılı numuneler için birbirinden çok farklı olmadığı ve katkılandırma ile eşik voltajının olumsuz şekilde etkilenerek biraz daha arttığı bulunmuştur. Işık geçirgenliği deneylerinden elde edilen eşik voltajları saf E7 nematik sıvı kristali için  $0.8\text{ V}$  ve 0.5 % kobalt oksit katkılı sıvı kristal için  $0.9\text{ V}$  olduğu hesaplanmıştır.



Şekil 4.9. Saf ve Nanoparçacık katkılı E7 sıvı kristalinin a) faz geçişleri, b) çarpaz polarizasyon olmadan, c) çarpaz polarizasyonlu, d) 1V gerilim altında saf E7 ve e) 1V gerilim altında katkılı E7



Şekil 4.10. Saf ve Nanoparçacık katkılı E7 sıvı kristalinin voltaja bağlı ışık geçirgenliği

## **4.2. Grafen-oksit/Boya Katkılı Sıvı Kristallerin Termal ve Elektro-optiksel Özellikleri**

### **4.2.1. Genel bilgiler**

Nanomaddelerin üretimi karakterizasyonu ve uygulamaları günümüzde birçok farklı araştırma grubu tarafından çalışılan önemli bir çalışma alanı haline gelmiştir. Bu nanomaddeler arasında 'Karbon ailesi'ne" ait nanoparçacıklar özellikleri ve uygulama alanları açısından önemlidirler. İki boyutlu nanoparçacıklar içerisinde bulunan grafen ve kimyasal olarak değiştirilen grafen türevleri bir çok önemli özelliği ihtiva etmektedirler.

Sıvı kristal maddeler fotonikten elektroniğe kadar birçok farklı alanda kendisine uygulama alanı bulurken en çok görüntü sistemlerinde kullanılmaktadırlar. İyi kalitede sıvı kristal gösterge elde edilmesi için kullanılan sıvı kristal maddelerinde elektro-optik özelliklerinin iyi olması gereklidir. Sıvı kristallerin bazı özelliklerinin nanoparçacık katkılandırma ile iyileşmesinden dolayı, nanoparçacık katkılı sıvı kristaller dikkatleri üzerine çekmektedirler. Buna ek olarak sıvı kristallere boyar maddeler de katkılandırılmakta ve sıvı kristallerin elektrik alanına bağlı yönelimine destek olmaktadır. Bu çalışmamızda en iyi bilgilerimiz dahilinde, ilk defa GO ve GO-boyar madde karışımı hazırlanarak sıvı kristallerin elektro-optik özelliklerine olan etkisi araştırılacaktır.

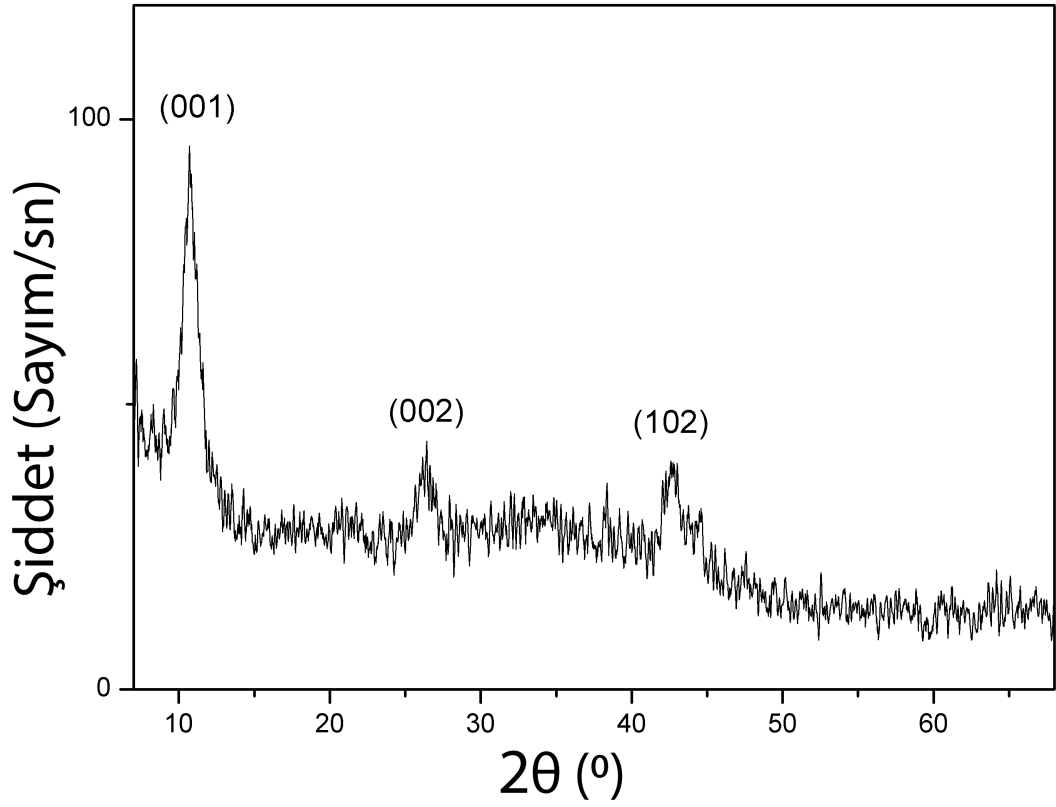
### **4.2.2. Deneyin detayları**

#### **4.2.2.1. Kullanılan malzemeler**

Bu çalışmada İleri Teknolojiler ve Kimya Fakültesi, Askeri Teknoloji Üniversitesi tarafından sentezlenen nematik karışım olan E7 kodlu sıvı kristal kullanılmıştır. Grafen oksit GrafNano Inc, Türkiye firmasından temin edilmiştir. Methyl blue (MB) boyar maddesi ise Alfa Aesar'dan alınmıştır. Sıvı kristallerin elektro-optik özelliklerini araştırmak için kullanılan sıvı kristal hücre ise Amerika menşeli, Instec Inc firmasından temin edilmiştir. Kullanılan sıvı kristal hücre 1 cm<sup>2</sup> aktif alana ve 8µm hücre aralığına sahiptir.

#### **4.2.2.2. Grafen-oksit/MB katkılı sıvı kristal numunelerin hazırlanması**

Katkılandırma işlemi sırasında E7 ve grafen oksit nanoparçacıklara 10 ml kloroform çözücüsü eklenerek karışım haline getirilmiş ve ultrasonik bonya ile homojen hale gelmesi sağlanmıştır. Böylelikle 0.5 % GO katkılı sıvı kristal numune hazırlanmıştır. Daha sonra 0.5 % GO ve 0.5 % MB eklenerek diğer numune hazırlanmıştır. Hazırlanan numuneler 50 °C'de 48 saat boyunca ısı işleme tabi tutularak kloroformun tamamen uçması sağlanmıştır. Saf ve katkılı numuneler kapilarite yöntemi ile sıvı kristal hücrenin içerisine doldurulmuştur.



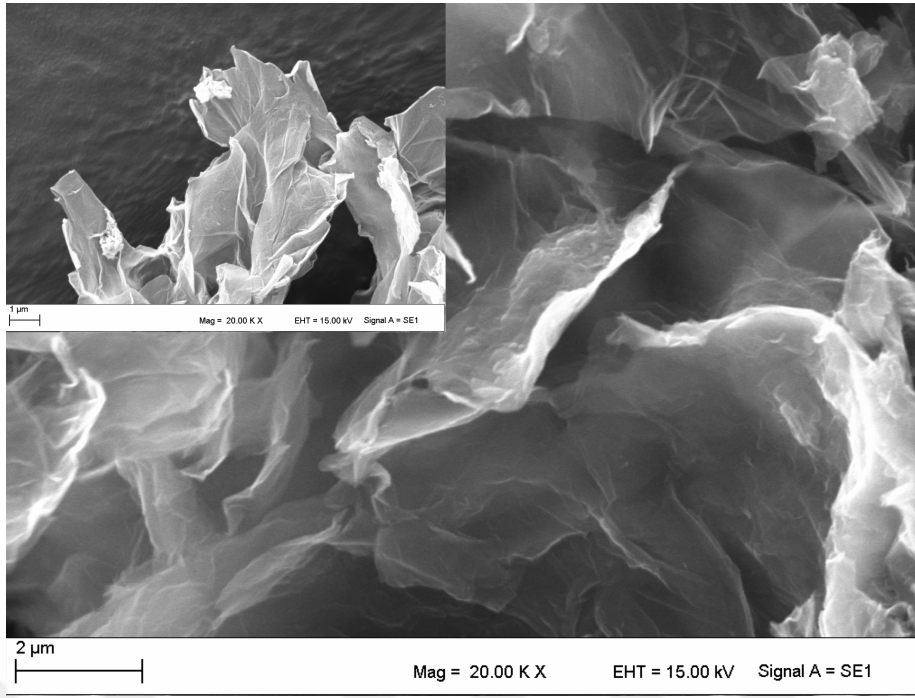
Şekil 4.11. Grafen-oksitin XRD grafiği

#### 4.2.3. Grafen-oksitin XRD sonuçları

GrafNano Inc. firmasından alınan grafen oksit yapının XRD sonuçları Şekil 4.11'da gösterilmektedir. Grafen oksitin iki tane karakteristik pik değeri bu şekilden de görülmektedir.  $10.7^\circ$  merkezi bulunan geniş kırınım piki genellikle grafit yapının oksidasyonundan kaynaklanmaktadır [47]. Şiddeti düşük  $42.5^\circ$  bulunan diğer karakteristik grafen oksit piki ise tamamlanmayan oksitasyon sürecinden kaynaklı olabilir [48]. Yaklaşık olarak  $26^\circ$  civarında bulunan bir diğer pik ise saf grafitte aittir [49].

#### 4.2.4. Grafen-oksitin SEM sonuçları

GrafNano Inc. firmasından alınan grafen oksit yapının SEM görüntüleri Şekil 4.12'de gösterilmektedir. Grafen oksitin iki boyutlu tabakalı yapısı bu şekillerde de anlaşılmaktadır. Grafen oksit tabakaların kalınlıkları tabakaların kenarlarına doğru gittikçe artmasının sebebi oksijen içeren fonksiyonel grupların varlığından kaynaklanmaktadır [50]. Bu durum Şekil 4.12'nin ekli küçük resminde de belirgin olarak görülmektedir.



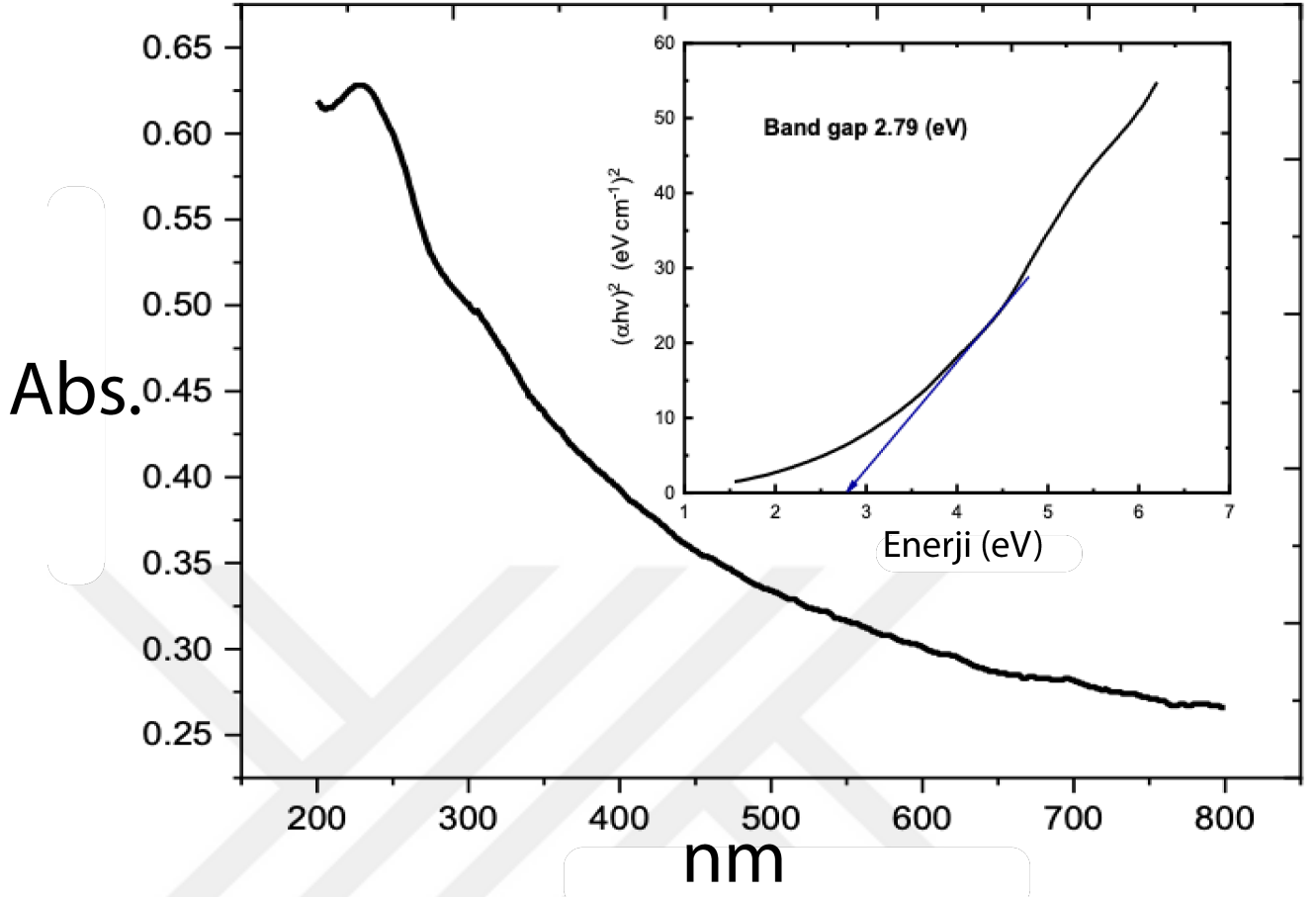
Şekil 4.12. Grafen-oksitin SEM görüntüsü

#### 4.2.5. Grafen-oksitin Uv-vis Spektroskopisi ve yasak enerji aralığı

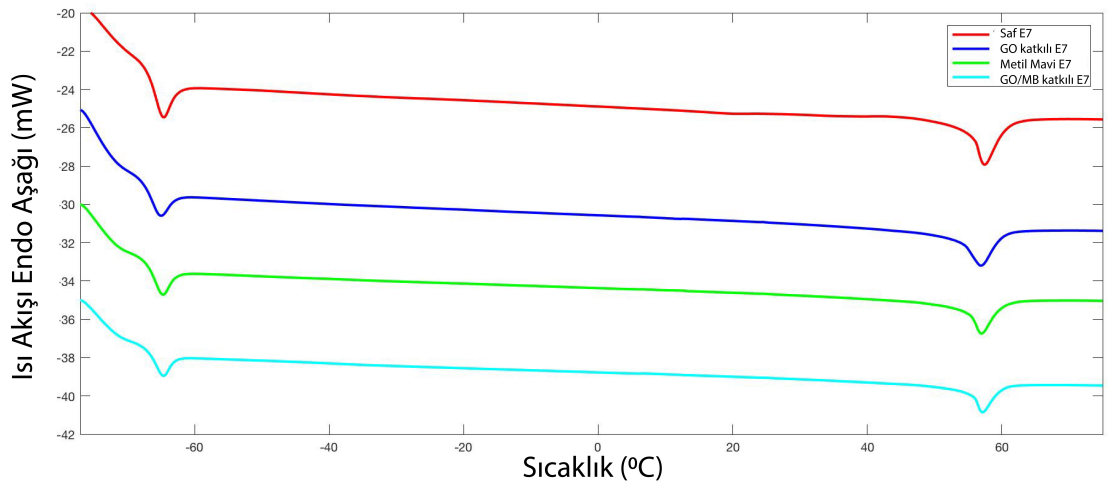
GrafNano Inc. firmasından alınan grafen oksit yapının Uv-vis spektroskopisi ve hesaplanan yasak enerji değeri Şekil 4.13’de gösterilmektedir. Grafen oksit yapının 312 nm civarında verdiği omuz şeklindeki pik değeri  $n - \pi^*$  geçişine 231 nm civarında verdiği pik ise  $\pi - \pi^*$  ile ilişkilidir [51]. Yasak enerji aralığı Tauc eşitliği yardımı ile hesaplanmıştır. Hesaplanan yasak enerji değeri 2.79 eV olarak bulunmuştur.

#### 4.2.6. Grafen-oksit/Boya Katkılı sıvı kristallerin termal özellikleri

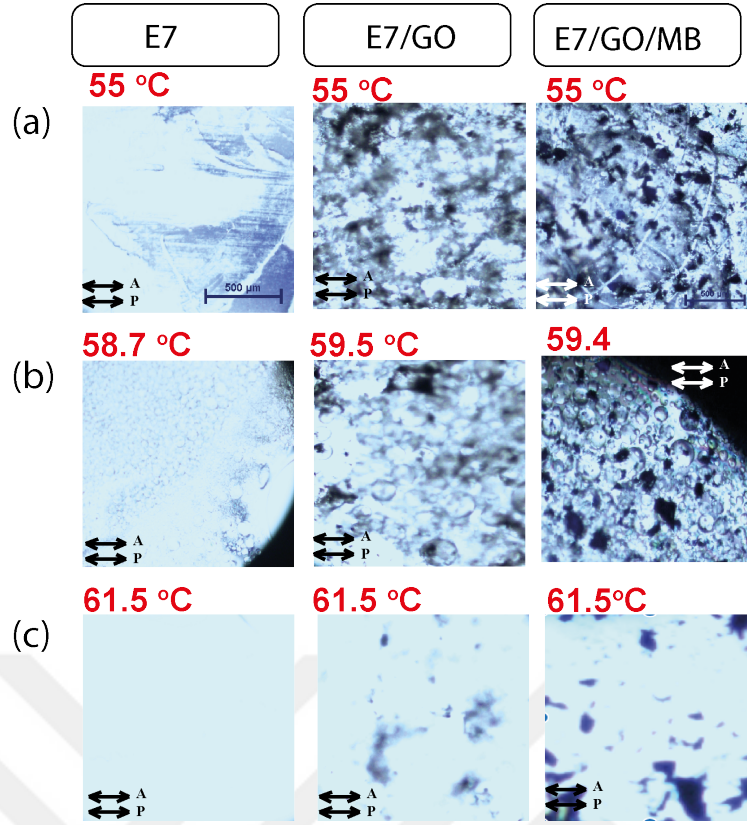
Hazırlanan grafen oksit ve grafen oksit/boyar madde katkılı sıvı kristaller DSC ile sürekli ısıtma ve soğutulması sağlanarak faz geçiş sıcaklıkları araştırılabilir. Dakikada 12 °C artış ile elde edilen DSC grafiği Şekil 4.14’de gösterilmektedir. Faz geçişleri POM ile de teyit edilerek maddenin kristal fazdan nematik faza ve nematik fazdan da isotropik faza geçtiği gözlemlendi. E7/MB kompozit maddesinin faz geçiş sıcaklıkları E7/GO kompozit maddesinde çok az derecede fazla olduğu ve katkılama miktarında kullanılan oranların artması ile faz geçiş sıcaklığındaki değişimin de farklılaşacağı sonucuna varıldı. POM fotoğraflarında görülen siyah noktaların GO yapının tamamen çözülmemesinden kaynaklandığı düşünülmektedir. Sıcaklık artışı ile sıvı kristal içerisindeki GO yapıların birbirine yaklaşmasının sebebi olarak sıcaklık artışı ile birlikte sıvı kristalin akışkanlığının artması ve içerisindeki GO tabakaların daha kolay hareket etmesi olarak düşünülmektedir.



Şekil 4.13. Grafen-oksitin Uv-vis spektroskopisi ve yasak enerji aralığı



Şekil 4.14. DSC grafikleri, Saf E7, E7/GO, E7/MB, E7/GO/MB



Şekil 4.15. POM fotoğrafları, Saf E7, E7/GO, E7/MB, E7/GO/MB

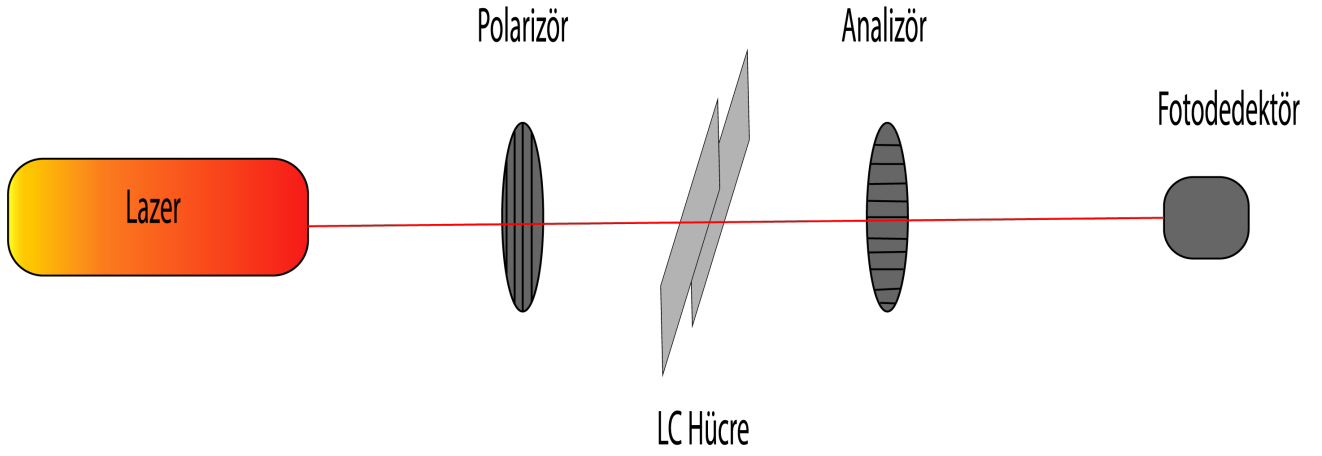
#### 4.2.7. Grafen-oksit/Boya Katkılı sıvı kristallerin POM fotoğrafları

Saf E7, E7/GO, E7/MB ve E7/GO/MB katkı malzemelerin yapısal yapısı POM yardımı ile sıcaklığa bağlı olarak araştırıldı. Bu araştırma sırasında numuneler yaklaşık olarak 20 °C den 75 °C'ye kadar ısıtıcı tabla yardımı ile ısıtıldı. Elde edilen yapılar literatür ile de karşılaştırıldı. Numunelerin hem ısıtma hemde soğutma esnasında fotoğrafları alındı. DSC sonuçları ile POM incelemesinin uyum içerisinde olduğu gözlemlenmiştir. Saf E7, E7/GO, E7/MB ve E7/GO/MB katkı malzemelerin yapısal özellikleri Şekil 4.15'de gösterilmektedir.

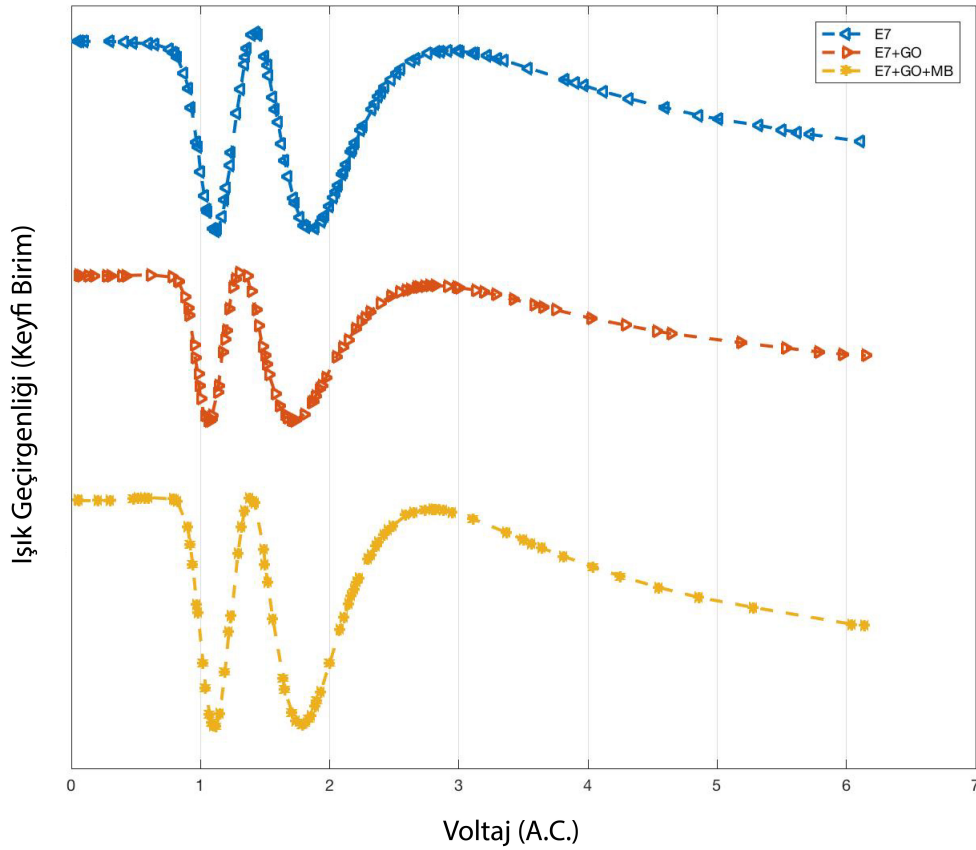
#### 4.2.8. Grafen-oksit/Boya Katkılı sıvı kristallerin elektro-optik deneyi

Saf E7, E7/GO, ve E7/GO/MB katkı malzemelerin voltaja bağlı optik ışık şiddetindeki değişimler hazırlanan elektro-optik deney seti ile analiz edildi. Şekil 4.16'de kullanılan deney düzeneği şematize edilmiştir.

Şekil 4.16'de şematize edilen deney düzeneği laser, polarizör, analizör ve fotodedektörden oluşmaktadır. Sıvı kristal hücre polarizör ile analizör arasına konulmaktadır. Uygulanan gerilim 0V'dan 6V'a kadar basamak basamak artırılarak gerileme bağlı ışık şiddetindeki değişim hesaplanır. Kullanılan laser ışığının dalga boyu 650 nm'dir. Saf E7, E7/GO ve E7/GO/MB katkı malzemelerin voltaja bağlı ışık şiddetindeki değişim Şekil 4.17'de gösterilmektedir.



Şekil 4.16. Elektro-optik deney setinin şematik gösterimi



Şekil 4.17. Saf E7, E7/GO ve E7/GO/MB katkılı malzemelerin voltaja bağlı ışık şiddetindeki değişim

Bu şekilde mavi renk E7'yi kırmızı renk E7/GO ve sarı renk ise E7/GO/MB ifade etmektedir. Şekilden de anlaşılacağı gibi voltaja bağlı ışık şiddetindeki değişim her üç numune için birbirinden çok farklı değildir ama GO katkılandırma ile eşik voltajın düştüğü ve GO/MB katkılandırma ile eşik voltajın tekrar yükseldiği bulunmuştur. Eşik voltajın düşmesi yayılma elastik sabitinin de düşmesine buda sıvı kristal moleküllerin yönelim kapasitelerinin artmasına sebep olmaktadır. MB katkılandırma ile eşik voltajın tekrar artmasının sebebi olarak boyar maddede bulunan iyonların sebep olduğu düşünülmektedir.

#### **4.2.9. Grafen-oksit/Boya katkılı sıvı kristallerin empedans deneyi**

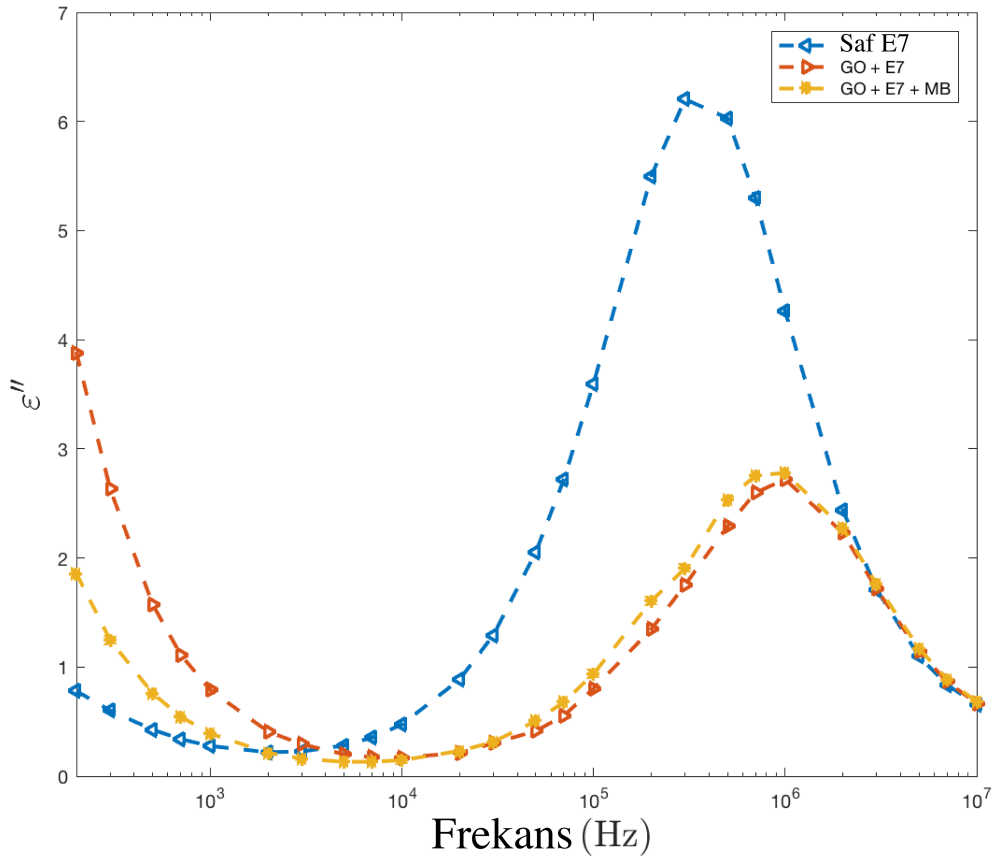
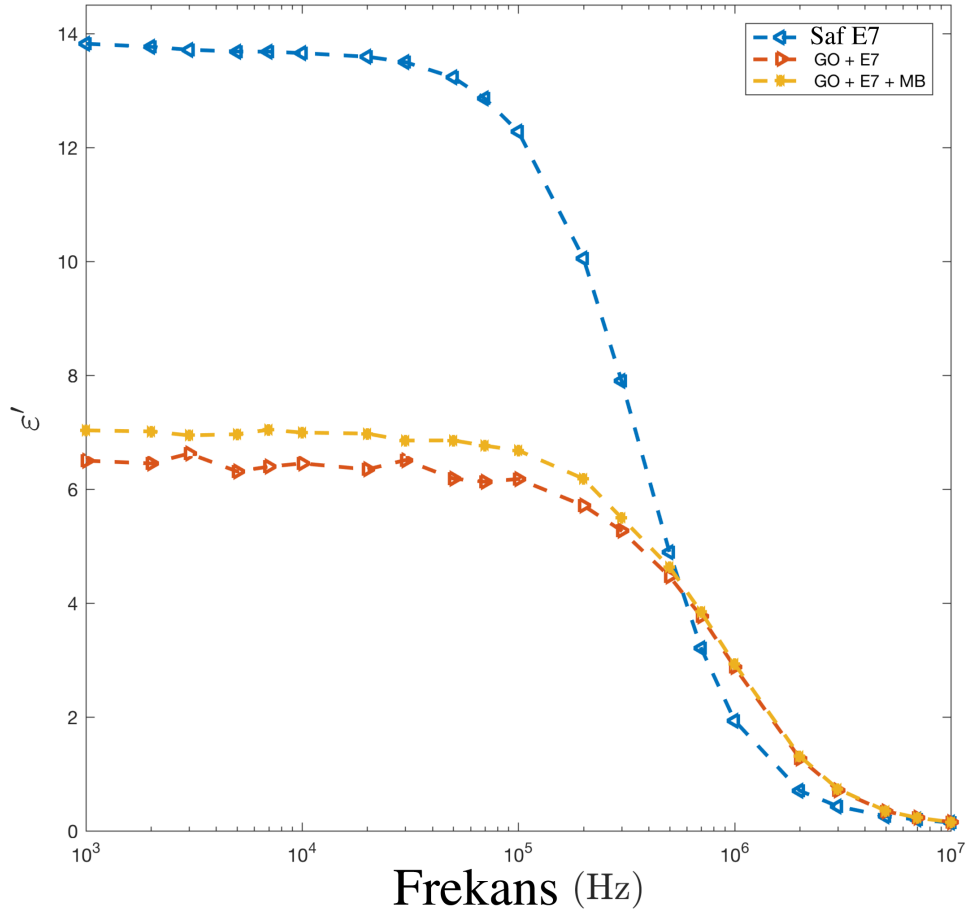
Moleküllerin yapısı ve mekanizması ile ilgili detaylı bilgiler empedans deneyleri ile elde edilebilir. Frekansa bağlı dielektrik değerlerinin gerçek ve sanal kısmı Şekil 4.18'de gösterilmektedir. Planer yönelime sahip sıvı kristal hücreler arasına doldurulan numunelerin ölçümleri oda sıcaklığında gerçekleştirilmiştir. Şekil 4.18a'den anlaşılacağı gibi  $\epsilon'$  frekans artması ile beraber düşmektedir. Bu tipik davranışın sebebi moleküllerin kutulanabilirliği, iletkenlik ve arayüzey oryantasyonu olabilir [52]. Düşük frekanslarda 14 ile 6 civarında seyreden  $\epsilon'$  değeri frekansın yükselmesi ile beraber düşmekte ve çok yüksek frekanslarda sıfıra yaklaşmaktadır. Şekil 4.18b'de  $\epsilon''$  frekansa bağlı değişimi gösterilmektedir. GO ve GO/MB katkılandırması ile beraber kritik frekans yükselmektedir. Grafen oksit tabakaların nematik sıvı kristal moleküller ile çevirdiğini ve sıvı kristal ve GO yüzey elektrokalarına paralel olarak yöneldiği kabul edilirse GO mobil iyon miktarını azaltabileceği ve iyon iletişimini inhibe edilebileceği düşünülebilir. Kritik frekansın katkılandırma ile artması enerji kaybının yüksek frekanslara kaydığını böylelikle yüksek frekanslarda çalışabilen yeni kompozit sıvı kristal maddelerin oluştuğunu bize gösterir [53].

### **4.3. Vanadyum Oksit Nanoyapılı Malzemelerin Sentezlenmesi E7 Nematik Sıvı Kristaller Karışıma Katkılandırılması**

#### **4.3.1. Genel bilgiler**

Sıvı kristal gösterge sistemleri dünya üzerinde en çok kullanılan gösterge sistemlerinden birisidir. Genelde yeni sıvı kristal sentezlenmesi, sıvı kristal karışım hazırlanması ve sıvı kristallerin boyar madde, polimer veya nanoparçacıklarla katkılandırılarak kompozit yapılar elde edilmesi ile hali hazırda kullanılan sıvı kristallerden daha üstün özellikli sıvı kristaller elde edilebilmektedir. Bu çalışmamızda nematik sıvı kristale katkılandırmak için vanadyum oksit ( $V_2O_5$ ) nanoparçacıklar sentezdi ve sentezlenen bu nanoyapılar sıvı kristallere katkılandırılarak özelliklerinin ne derece değiştiği araştırıldı.

$V_2O_5$  meşhur geçiş metal oksitlerinden birisidir. Genelde üretim maliyeti düşüktür.  $V_2O_5$  birçok farklı alanda kullanılmaktadır bu kullanım alanlarından bazı örnekler şöyledir:



Şekil 4.18. Saf E7, E7/GO ve E7/GO/MB katkıli malzemelerin frekansa bağıli a) Dielektrik gerçek kısmı b) dielektrik sanak kısmı

güneş hücreleri, gaz sensörleri, kimyasal sensörler, opto-elektronik cihazlar.  $V_2O_5$  kimyasal ve termal olarak kararlı yapıda olması kullanım alanların genişliğinin nedenlerinden birisidir.  $V_2O_5$ 'e uygun bir uyarıcı yük verildiğinde bir üst enerji seviyesine geçerek renk değiştirir bu da akıllı pencereler için  $V_2O_5$  önemli bir aday haline getirmektedir.

### 4.3.2. Deneysel

#### 4.3.2.1. $V_2O_5$ nanoyapıların sentezlenmesi

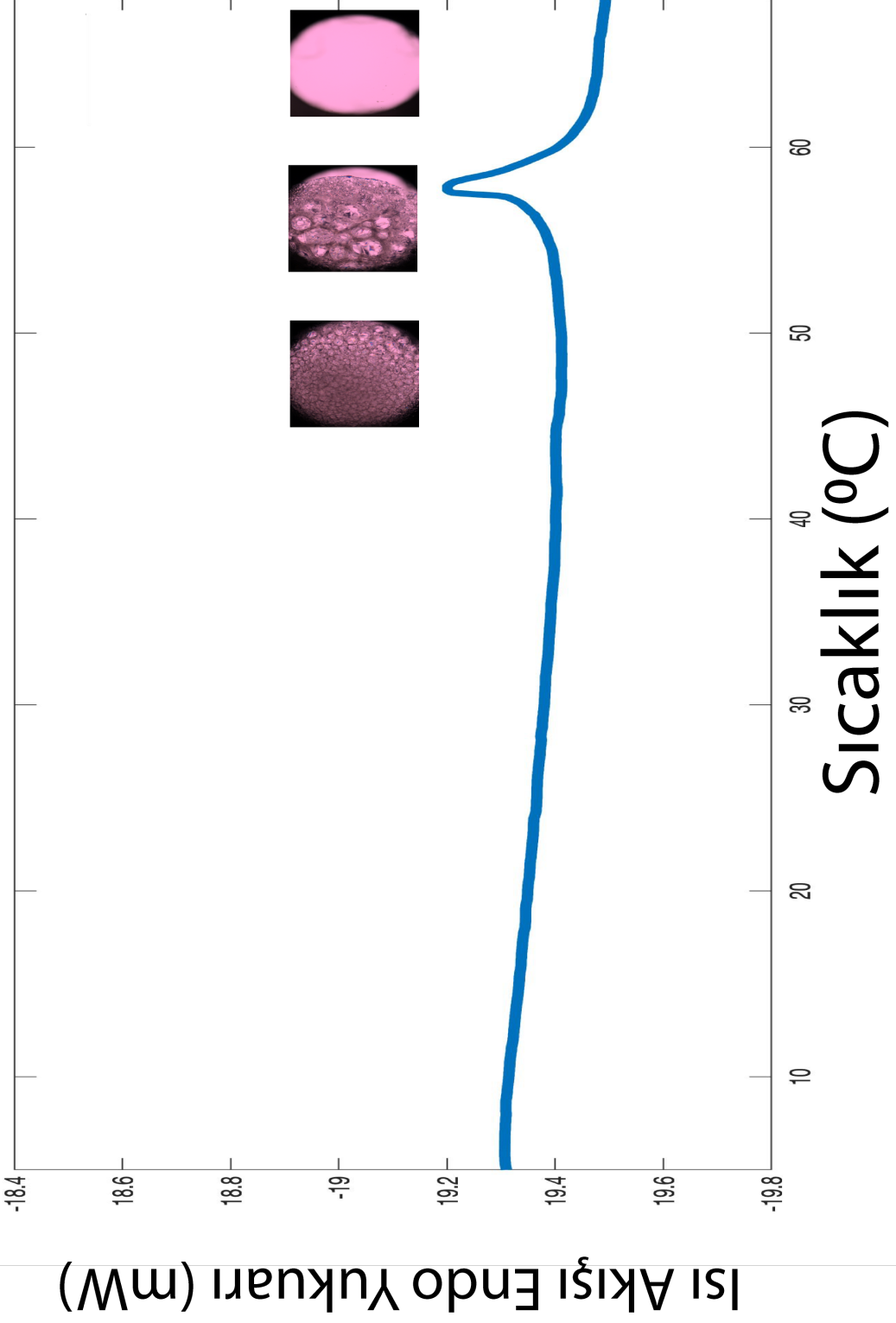
Deneyde kullanılan bütün kimyasallar Alfa aesar'dan hazır olarak temin edildi ve alındığı gibi kullanıldı.  $V_2O_5$  nanoyapıların sentezlenmesi için hidrotermal yöntem kullanıldı. 0.5848g amonyum monovanadat ( $H_4NO_3V$ ) 70 ml etilen glikola eklendi. Elde edilen karışım  $50^\circ C$ 'de 30 dakika karıştırıldı. Daha iyi çözünülebilirlik elde etmek için 1 ml nitrik asit çözeltiye eklendi. Elde edilen karışım hidrotermal reaktöre konularak  $190^\circ C$ 'de 20 saat ısıtılma tabii tutuldu. Daha sonra oda sıcaklığına düşen karışım kurutuldu filtrelendi ve  $500^\circ C$ 'de 1 saat tavlandı.

#### 4.3.2.2. Sıvı kristal deneyi

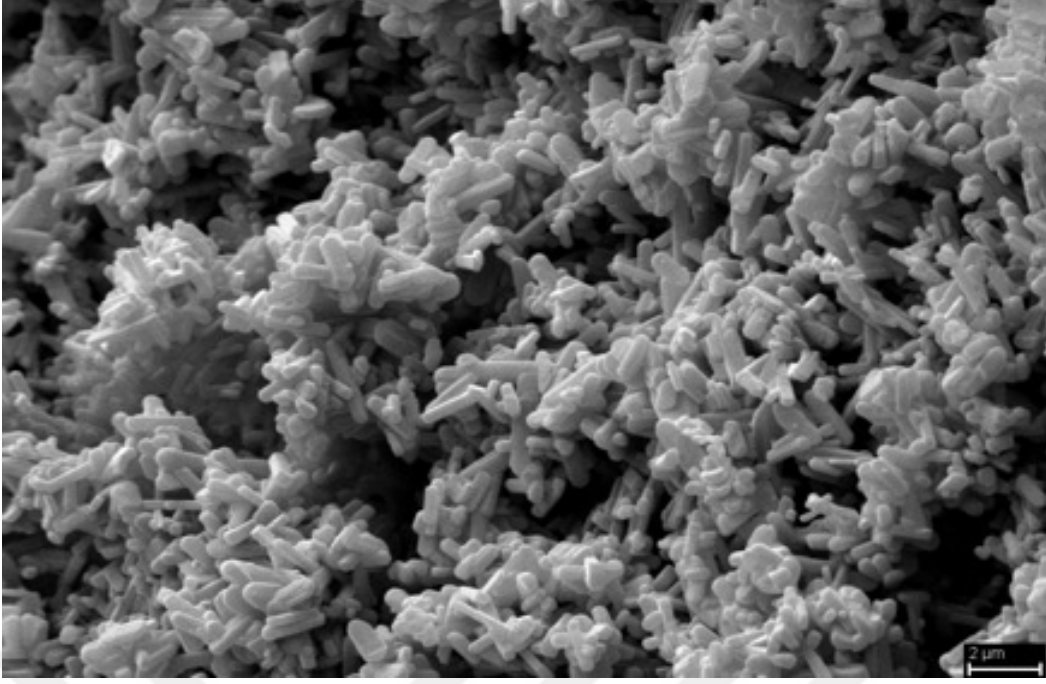
Bu çalışmada İleri Teknolojiler ve Kimya Fakültesi, Askeri Teknoloji Üniversitesi, Polonya tarafından sentezlenen nematik karışım olan E7 kodlu sıvı kristal ve yine aynı yerden ticari olarak temin edilen  $8\mu m$  kalınlığındaki planer yönelimdeki sıvı kristal hücre kullanılmıştır. Sıvı kristal deneyinde karışımın hazırlanması için kullanılan izoproponal Alfa-aesar'dan temin edilmiştir. Kullanılan sıvı kristal karışımı oluşturan sıvı krsitallerin oranları, bazı fiziksel özellikleri, faz geçiş sıcaklığı ve POM görüntüleri Şekil 4.19'de gösterilmektedir. Deneysel prosedür daha önce yaptığımız çalışmalara benzemektedir [54, 55, 56, 42]. Kısaca hidrotermal olarak sentezlenen  $V_2O_5$  nanoparçacıklar izoproponal yardımı ile çözüldü ve ultrasonik banyo yardımı ile homojenize edildi. Belirli oranlarda E7 nematik karışıma eklenerek elde edilen karışım  $55^\circ C$  de izoproponal tamamen uçana kadar fırında bekletildi. Daha sonra nematik fazın üzerindeki bir sıcaklıkta sıvı kristal hücrelerin içerisine dolduruldu.

#### 4.3.2.3. Karakterizasyon

Üretilen nanoyapıların kristal yapısı XRD kırınım metodu ile karakterize edildi. Morfolojik özellikleri ZEISS EVO LS10 marka ve modeli SEM cihazı ile araştırıldı. Daha ayrıntılı görüntüleme olan TEM ile de parçacıkların özellikleri araştırıldı. Kullanılan TEM cihazının marka ve modeli ise with JEOL JEM 2100 (UHR). Varian Cary Eclipse floresans spektrometresi ile üretilen  $V_2O_5$  nanoyapıların floresans spektrumu araştırıldı. DSC (PerkinElmer DSC 8000)  $V_2O_5$  katkılı sıvı krsitallerin termal özellikleri araştırıldı. Eclipse E200, Nikon POM ile elde edilen yapıların tekstürel özellikleri araştırıldı.



Şekil 4.19. Saf E7'nin DSC (5 °C/min) ve POM görüntüleri



Şekil 4.20.  $V_2O_5$  nanoparçacıkların SEM görüntüleri

### 4.3.3. Sonuçlar

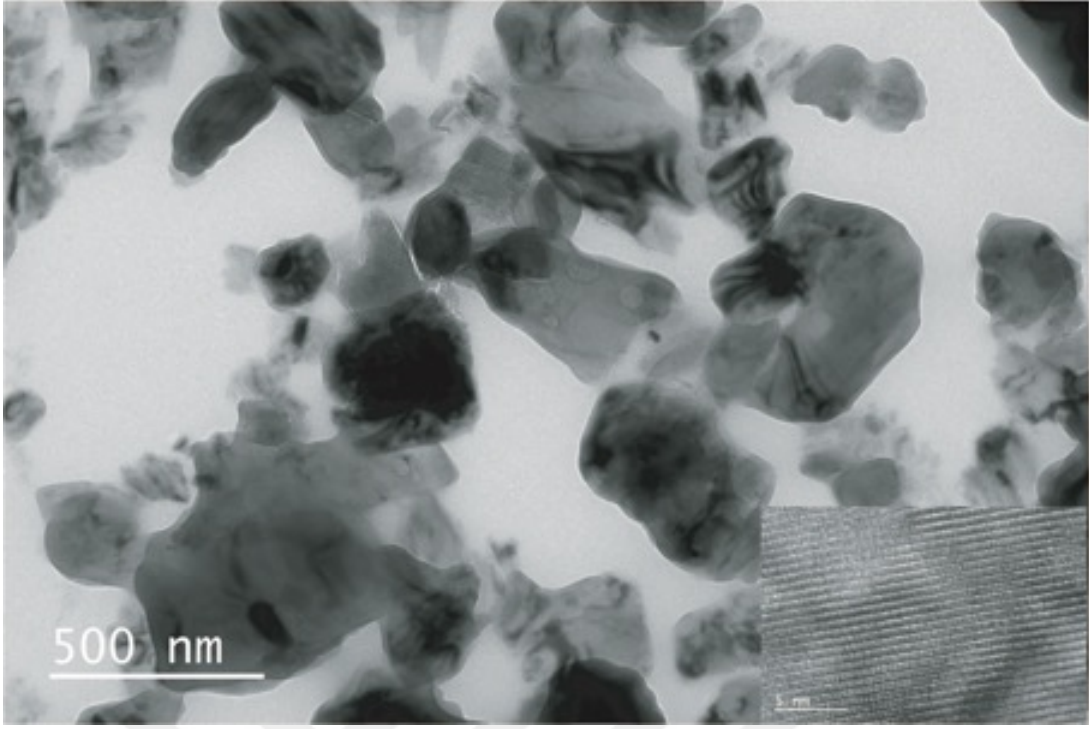
#### 4.3.3.1. Sentezlenen $V_2O_5$ yapıların morfolojisi

Hidrotermal olarak sentezlenen  $V_2O_5$  nanoparçacıkların morfolojik özellikleri incelenmesi sırasında kullanılan SEM cihazı ile elde edilen görüntüler Şekil 4.20’de gösterilmektedir. Yaklaşık olarak 50 nm-250 nm civarında çubuk şeklinde bulunan  $V_2O_5$  nanoparçacıklar bu şekilden görülmektedir.

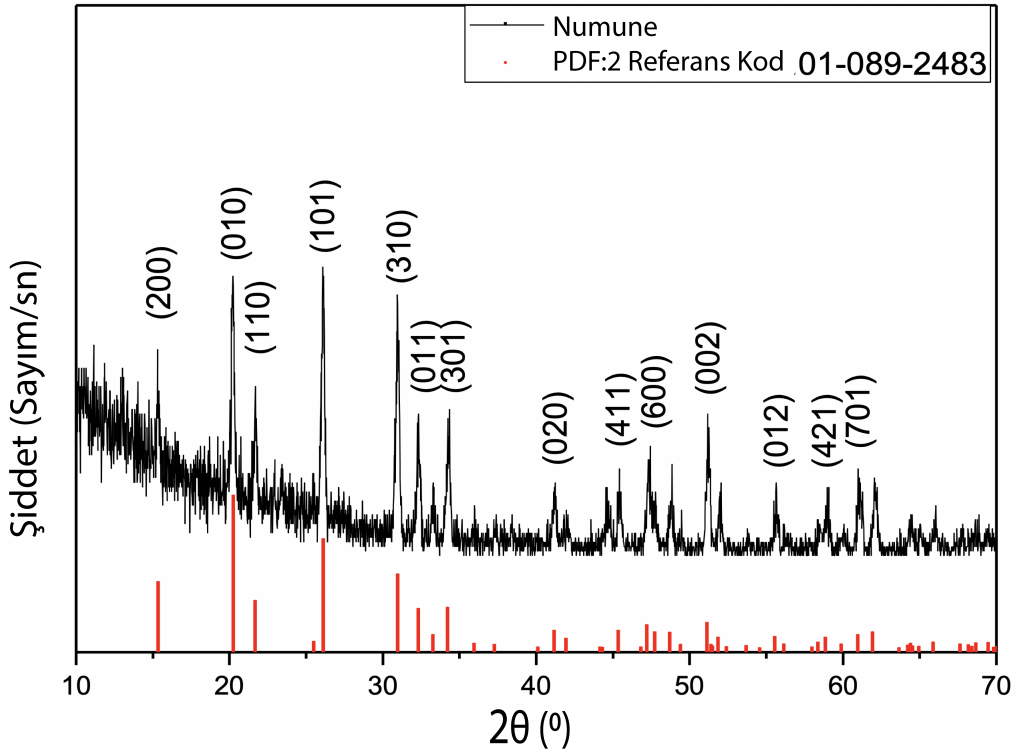
$V_2O_5$  nanoparçacıkların morfolojik özellikleri TEM analizi ile daha ayrıntılı olarak araştırıldı. Şekil 4.21’de elde edilen yüksek çözünürlüklü TEM analiz sonuçları ve uzay tabakaları arası boşluk ( interplaner spacing) gösterilmektedir. Hesaplanan ortalama uzay tabakaları arası boşluk değeri yaklaşık olarak 0.57 nm’dir.

#### 4.3.3.2. Sentezlenen $V_2O_5$ yapıların kristal yapısı

Hidrotermal olarak sentezlenen  $V_2O_5$  nanoparçacıkların kristal yapısı ile ilgili özellikler XRD cihazı ile analiz edilmiştir. Elde edilen sonuçlar Şekil 4.22’de verilmektedir.  $V_2O_5$  nanoparçacıkların kırınım deseni PDF:2 Reference code:01-089-2483 numaralı kırınım deseni ile uyşmaktadır.



Şekil 4.21. V<sub>2</sub>O<sub>5</sub> nanoparçacıkların TEM görüntüleri



Şekil 4.22. V<sub>2</sub>O<sub>5</sub> nanoparçacıkların XRD kırınım deseni

#### 4.3.3.3. Sentezlenen $V_2O_5$ fotoluminesansı

Hidrotermal olarak sentezlenen  $V_2O_5$  nanoparçacıkların fotoluminesansı ile ilgili özellikler analiz edilmiş ve elde edilen sonuçlar Şekil 4.23'de bir grafik üzerinde verilmektedir.  $V_2O_5$  nanoparçacıklar isoproponal içerisinde çözülmüştür ve oda sıcaklığında PL spektrumu kaydedilmiştir. 314 nm uyarma dalga boyunda en iyi emisyon değeri elde edilmiştir. Emisyon spektrumu 300-600nm aralığında ölçülmüştür. Uyarılmaya bağlı emisyon değerinin değiştiği gözlemlenmiştir.

#### 4.3.3.4. $V_2O_5$ katkılı E7'nin eşik voltaj değişimi

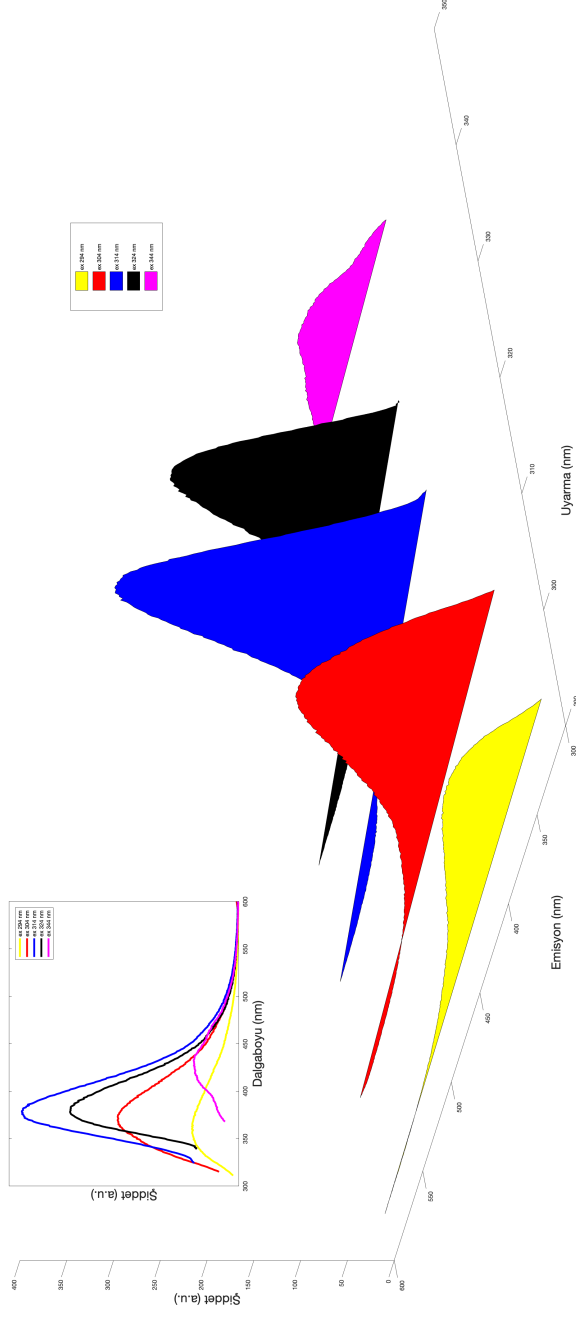
Eşik voltajı genelde iki farklı metot ile ölçülmektedir. Elektro-optik metot ve dielektrik spektroskopi metodu eşik voltajı ölçüm metotlarıdır. Elektro-optik ölçümlerde ITO hücrenin küçük bir noktasına odaklanan lazer ışığının şiddetindeki değişiklik referans alınırken, dielektrik spektroskopisinde bütün ITO hücre referans alındığı için bu metodu kullanmak hem daha genel hemde daha doğrudur [32]. Bu nedenden dolayı eşik voltajının ölçümü için biz dielektrik spektroskopi metodunu kullandık. 1kHz frekansta uygulanan voltaja bağlı dielektrik permitivitenin değişimi Şekil 4.24'de gösterilmektedir. Dielektrik permitivite vektörü dik yönelimden paralele doğru voltajın 0-20 V çıkması ile beraber yönelim değiştirmektedir. Eşik voltajı dielektrik permitivity değerinin %10 artışına tekabül eden voltaj değeri olarak hesaplandı. Bu bilgilerin ışığı altında % 0.1 ve % 0.2 katkılandırma oranlarında  $V_2O_5$  nanoparçacıkların eşik voltajını artırdığı ama % 0.5 katkılandırma oranda diğer katkılandırmalara kıyasen eşik voltajın düştüğü görülmektedir. Eşik voltajının değişimi katkılandırılan nanoparçacıkların konsantrasyonu ile her zaman doğru orantı olarak değişmediği yapılan bazı çalışmalar tarafından da desteklenmiştir [18, 32]. Vanadyum nanoparçacıkların % 0.5 konsantrasyonda eşik voltajının iyileşmesinin sebebi olarak şöyle bir açıklama yapılabilir; belirli bir kritik noktadan sonra nanoparçacık konsantrasyonunun artması yapının düzen parametrelerini azaltabilir ve yapısal kusurlara (structural defect) neden olabilir. Bunlarda komposit sistemin daha kolay yönelim değişimini sağlar [32, 57].

Elektriksel anizotropi değeri de Şekil 4.24 kullanılarak hesaplanabilmektedir. Eşik voltajı hesaplanan elektriksel anizotropi değerleri Çizelge 4.1'de gösterilmektedir.

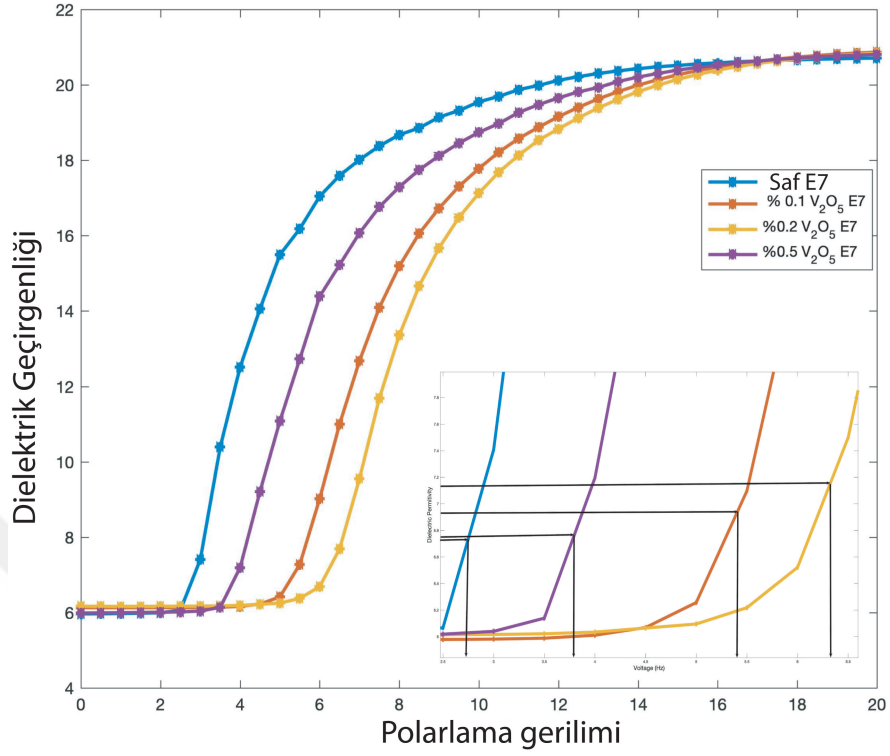
#### 4.3.3.5. $V_2O_5$ katkılı E7'nin splay elastik sabiti

Nematik sıvı kristallerin splay elastik sabiti Eşitlik 4.2 ile hesaplanabilmektedir.

$$K_{11} = \left(\frac{V_{th}}{\pi}\right)^2 \Delta \epsilon \epsilon_0 \quad (4.2)$$



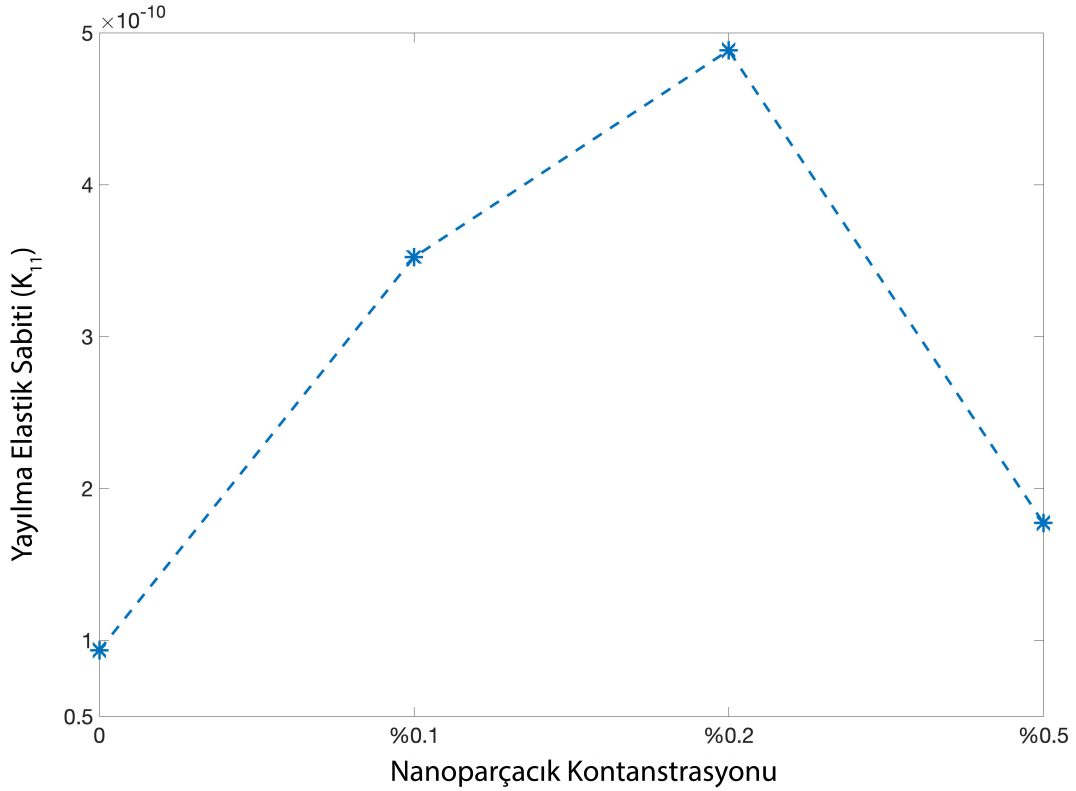
Şekil 4.23.  $V_2O_5$  nanoparçacıkların PL spektrumu



Şekil 4.24. V<sub>2</sub>O<sub>5</sub> katkılı E7'nin eşik voltajı

Çizelge 4.1. V<sub>2</sub>O<sub>5</sub> nanoparçacık Katkılı E7'nin Eşik voltajı hesaplanan elektriksel anizotropi değerleri

%wt V <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	$\epsilon_{\perp}$	$\epsilon_{//}$	Elektriksel Anizotropi	Eşik Voltajı
Saf E7	5.97	19.75	13.78	2.75
% 0.1	6.13	19.75	13.62	5.37
%0.2	6.16	19.75	13.59	6.33
% 0.5	5.99	19.75	13.76	3.79



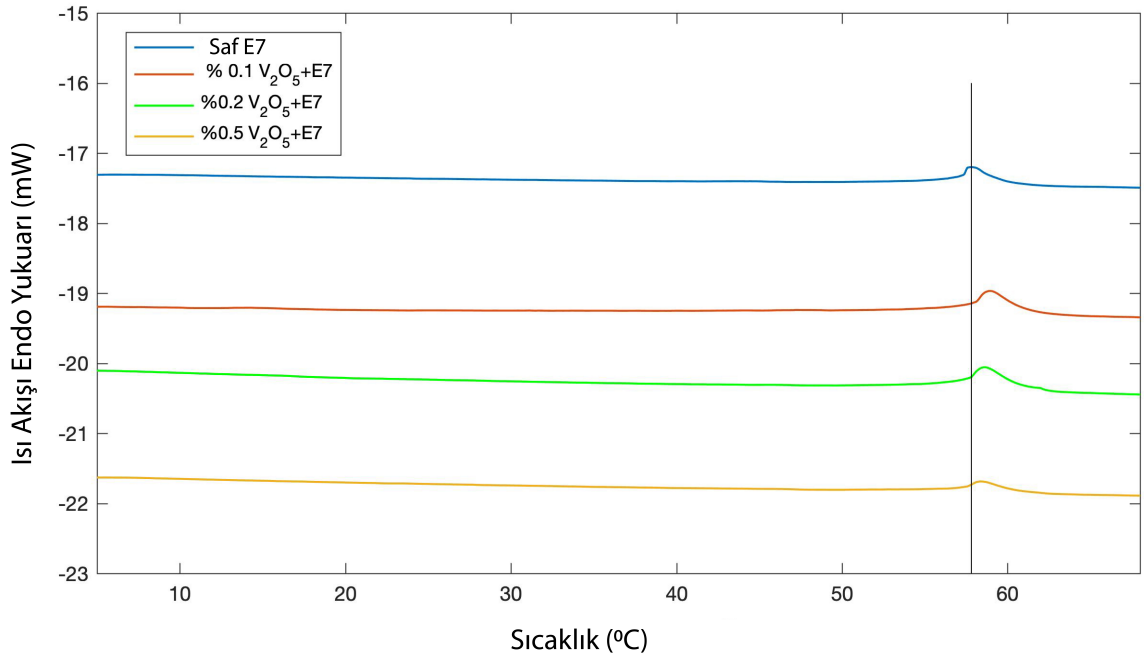
Şekil 4.25.  $V_2O_5$  nanoparçacık konsantrasyonuna bağlı E7'nin splay elastik sabiti

burada,  $V_{th}$  eşik voltajı,  $\Delta\epsilon$  dielektrik anizotropi ve  $\epsilon_0$  boşluğun (vakum) geçirgenliği olarak ifade edilebilir. Saf nematik sıvı kristal E7'nin ve nanoparçacık katkılı E7 numunelerinin splay elastik sabiti Eşitlik 4.2 hesaplanmış ve nanoparçacık katkılandırma oranının fonksiyonu olarak elde edilen splay elastik sabit değerleri Şekil 4.25'de verilmiştir.

Splay elastik sabiti Eşitlik 4.2'den de anlaşılacağı gibi eşik voltajının karesi ile ve dielektrik anizotropi ile doğru orantılı olarak değişmektedir. Moleküllerin sayısı, büyüklüğü ve tipi splay elastik sabitini etkilemektedirler [58]. % 0.1 ve % 0.2  $V_2O_5$  nanoparçacık katkılandırma oranlarında splay elastik sabit değerinin arttığı ve bu artışın da eşik voltajındaki artış ile ilişkili olduğu, % 0.5  $V_2O_5$  nanoparçacık katkılandırma oranlarında ise splay elastik sabitin azaldığı gözlemlenmiştir.

#### 4.3.3.6. $V_2O_5$ katkılı E7'nin termal özellikleri

Saf E7 ve  $V_2O_5$  nanoparçacık katkılı E7 numunelerin termal özellikleri DSC ile analiz edildi. Elde edilen sonuçlar POM görüntüleri ile de karşılaştırıldı.  $5^\circ\text{C}/\text{min}$  ısıtma oranı ile elde edilen DSC grafikleri Şekil 4.26'de gösterilmektedir. Saf E7 sıvı kristalinin nematik fazdan isotropik faza geçiş sıcaklığı  $57.81^\circ\text{C}$  olarak bulunmuştur. %0.1, %0.2 ve %0.5  $V_2O_5$  nanoparçacık katkılı E7 numunelerin nematik fazdan isotropik faza geçiş sıcaklığı



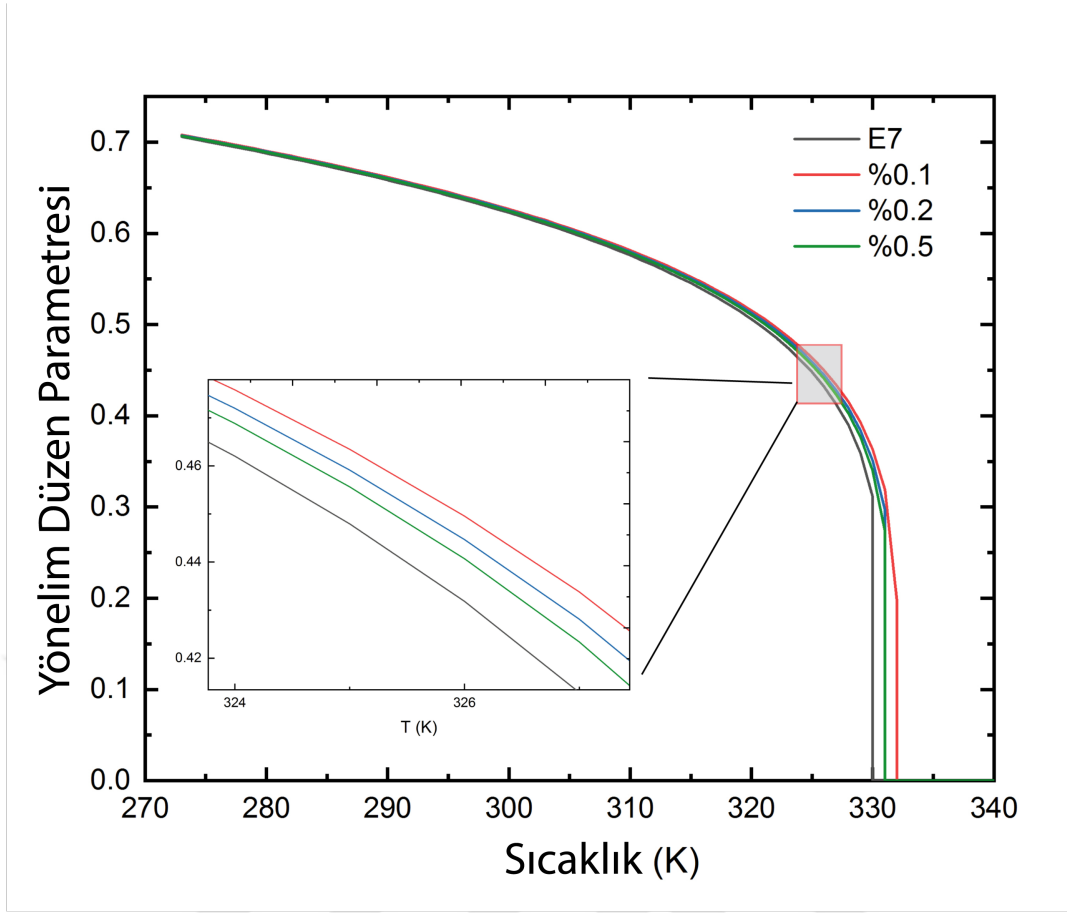
Şekil 4.26.  $V_2O_5$  katkılı E7'nin DSC grafiği

ise sırasıyla  $58.94\text{ }^{\circ}\text{C}$ ,  $58.61\text{ }^{\circ}\text{C}$  ve  $58.35\text{ }^{\circ}\text{C}$  olarak bulunmuştur. Şekilde belirtilen dik çizgi  $57.81\text{ }^{\circ}\text{C}$  yi kesmektedir. Diğer numunelerin faz geçiş sıcaklığının saf E7'ye göre ne derece artık azaldığını daha iyi göstermek için konulmuştur. Şekilden de anlaşılacağı gibi nematik fazdan izotropik faza geçiş sıcaklığı nanoparçacık katkılandırma ile artmaktadır. Ayrıca sıvı kristal ve nanoparçacıkları karıştırmak için kullanılan çözücünün de tamamen karışımdan uzaklaştığı elde edilen DSC grafiği ile anlaşılmaktadır. Literatürde tek duvarlı karbon nanotüp (SWCNT) katkılı sıvı kristallerinde faz geçiş sıcaklıklarının arttığı gözlemlenmiştir. Bunun ise  $\pi$ - $\pi$  etkileşimi ve SWCNT ve sıvı kristal moleküllerin izotropik olmayan geçişleri olabilir [19]. Bu nedene ek olarak E7 sıvı kristali arasındaki moleküler dizilimi ve moleküller arası etkileşim  $V_2O_5$  nanoparçacıkların katkılandırılması ile etkilenmiş olabilir ve bu etkileşim sonucunda ortalama moleküller arası etkileşim artmış olabilir. Buda termal kararlılığın artmasına neden olabilir [59].

#### 4.3.3.7. $V_2O_5$ katkılı E7'nin düzen parametresi

Saf E7 ve  $V_2O_5$  nanoparçacık katkılı E7 numunelerinin yönelimsel düzen parametresi Eşitlik4.3 ile bulunabilmektedir.

$$S = \left(1 - \frac{T}{T_C}\right)^{\beta} \quad (4.3)$$



Şekil 4.27.  $V_2O_5$  nanoparçacık konsantrasyonuna bağlı E7'nin splay elastik sabiti

Eşitlik 4.3'de, S sıcaklığa bağlı düzen parametresini, T ve  $T_C$  ise sırasıyla sıvı kristalin içerisinde bulunduğu sıcaklığı ve isotropik faza geçiş sıcaklığını ifade eder. Saf ve katkılı numunelerin isotropik faza geçiş sıcaklıkları  $V_2O_5$  katkılı E7'nin termal özellikleri ilgili kısımda verilmiştir. Sabit  $\beta$  değeri ise yaklaşık olarak 0.2'e eşittir [60]. Bütün numunelerin düzen parametresi dışsal voltaj ve frekans uygulanmadan ölçülmüştür. Elde edilen sonuçlar Şekil 4.27'da gösterilmektedir.

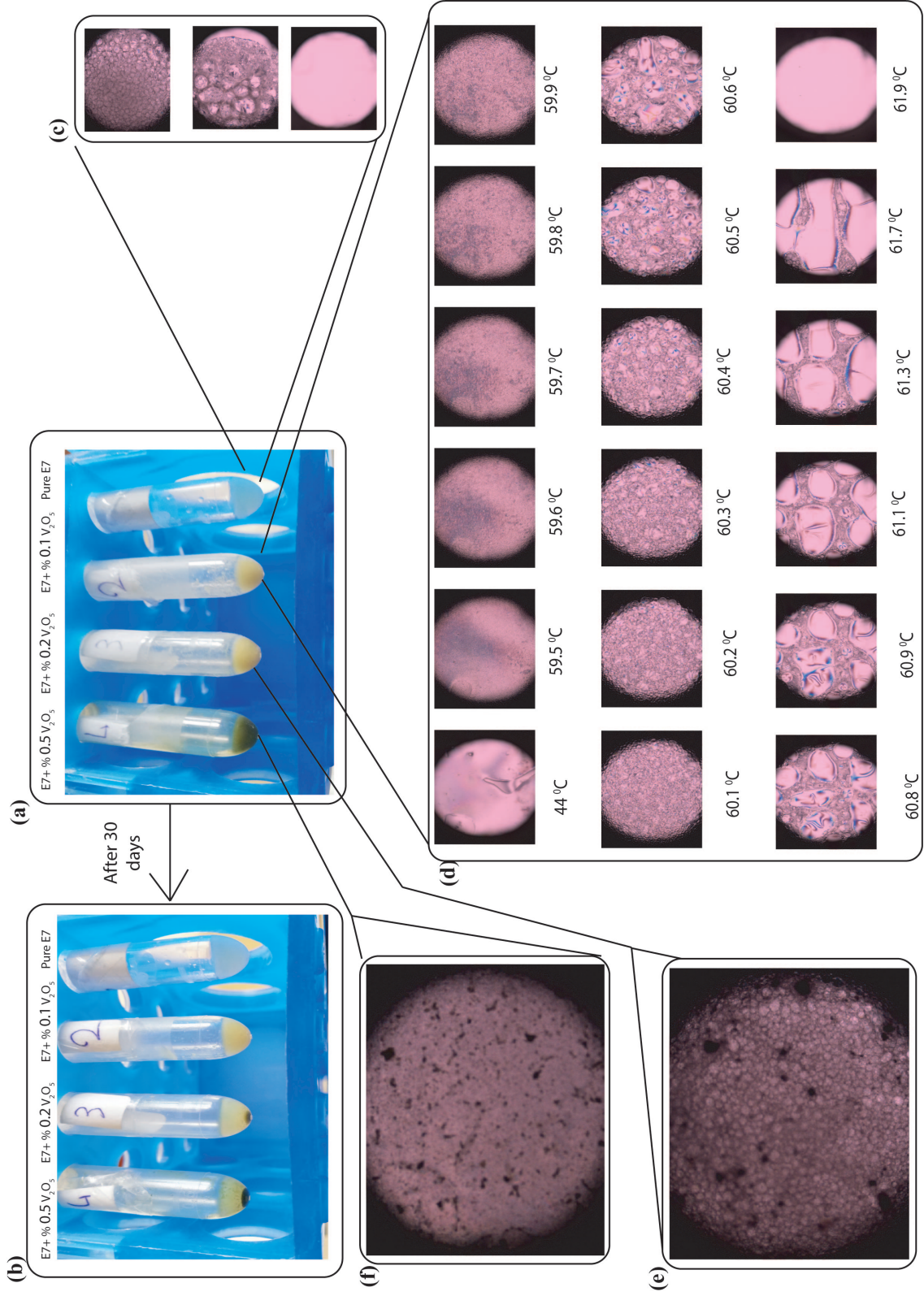
Şekil 4.27'da görüldüğü gibi düzen parametresi 0.3 ile 0.7 arasında değişmektedir. Bu değişim aralığı literatürdeği farklı çalışmalar ile uyum içerisinde [60, 61, 62]. Şekilden de anlaşılacağı gibi nanoparçacık katkılandırma ile düzen parametresi iyileşerek artış göstermiş ve sıcaklık artışı ile bütün numunelerin düzen parametresi azalmıştır.

#### 4.3.3.8. $V_2O_5$ katkılı E7'nin POM görüntüleri

$V_2O_5$  nanoparçacık katkılı E7 numunelerin dijital fotoğrafları numunelerin hazırlandığı ilk günkü görüntüleri Şekil 4.28-a'da gösterilmektedir. Burada E7 saf nematik sıvı kristalinin rengi beyazımsı gri iken %0.1  $V_2O_5$  katkılı E7'nin rengi açık sarı %0.2  $V_2O_5$  katkılı E7'nin rengi ise daha sarımsı ve % 0.5  $V_2O_5$  katkılı E7'nin rengi ise koyu sarı olarak

açıkca görülmektedir. Şekil 4.28-b’de ise numunlerin hazırlandıktan 30 gün sonraki dijital görüntüleri görülmektedir. Bu görüntüler numunelerin ilk hazırladığı günki görüntüler ile kıyaslanır ise saf E7 nematik sıvı kristalinin beklenildiği gibi görüntüsünde bir değişiklik olmamıştır. Öte yandan %0.1  $V_2O_5$  katkı E7’nin rengi yine açık sarı olarak kalmıştır ve diğer nanoparçacık katkı numunelere kıyasen homojenitesini korumuştur. %0.2  $V_2O_5$  katkı E7 numunesinde ise çok az bir çökerme gözlemlenmiştir. %0.5  $V_2O_5$  katkı E7 numunesinde ise en fazla çökerme gözlemlenmiştir. E7 nematik sıvı kristalinin faz geçiş özellikleri POM ile de gözlemlenmiş ve Şekil 4.28-c’de gösterilmektedir.





Şekil 4-28. V<sub>2</sub>O<sub>5</sub> katkılı E7'nin dijital foroğrafi ve POM görüntüleri

## 5. SONUÇLAR

### 5.1. Kobalt Oksit Nanoyapılı Malzemelerin E7 Nematik Sıvı Kristaller Karışıma Katkılandırılması ile İlgili Sonuçlar

Kobalt oksit ile ilgili çalışmamızda sonuç olarak,  $Co_3O_4$  nanoyapılar hidrotermal yöntem ile değişik sıcaklıklarda sentezlendi. Bu sentezlenen yapıların kristal yapısı, morfolojisi, optik absorbans değerleri; XRD, SEM, ve Uv-vis pspektroskopi yöntemleri ile detaylı olarak incelendi. İncelenen numuneler ilk olarak 300 °C'de 5 saat boyunca tavlandı. Bu tavlama ardından SEM ve XRD sonuçlarına bakılınca kobalt hidroksit tamamıyla yok olmadığı gözlemlendi. Koblat hidroksit yapıların, kobalt oksit yapılardan tamamen yok olması için 550 °C'de bir saat daha tavlama işlemi gerçekleştirildi. Bu tavlama ile beraber hidroksit grblar ve kimyasal atıklar tamamen temizlendi ve koblat oksit yapılar ve belirgin hale geldi. Tavlama ile elde edilen SEM morfolojileri de etkilendi. Sıvı kristal deneyinde kullanmak için 120 °C'de hidrotermal olarak sentezlenen ve 550 °C'de tavlanan kobalt oksit nanoyapılar seçildi. Nanocubuk şeklindeki bu yapılar sıvı kristallere dop edilerek faz geçiş sıcaklıkları, voltaja bağlı ışık geçirgenlikleri ve textural özellikleri araştırıldı. Yapılan bu analizler sonucunda elde edilen bilgiler ışığında koblat oksit katkılı nematik sıvı kristal karışım E7'nin faz geçiş sıcaklığı genişlerken eşik voltajı istenilenin aksine daha da yükselmiştir. Bu konuda daha geniş bilgi sahibi olmak için farklı oranlarda kobalt oksit nanoyapılar ve farklı sıvı kristaller üzerinde çalışma yapılabilir.

### 5.2. Grafen-oksit/Boya Katkılı Sıvı Kristallerin Termal ve Elektro-optiksel Özellikleri

Bilindiği gibi yeni sıvı kristaller sentezlemek veya sıvı kristalleri nanoparçacıklar, polimerler veya boyar maddeler ile katkılandırmak sıvı kristallerin özelliklerini iyileştirmek için uygulanan yöntemlerin başında gelmektedir. Bu çalışmamıza E7 kodlu nematik sıvı kristal karışımın özelliklerini iyileştirmek için grafen oksit ve boyar madde ile katkılandırılmıştır. Yapılan termal analizlerden grafen oksit ve grafen oksit boyar madde katkılı karışımların sıvı kristalin faz geçiş sıcaklığını etkilemediği sonucuna varılmıştır. Bunun ana nedeninin kullanılan grafen oksit nanoparçacıkların ve boyar maddenin katkılandırma oranının oldukça düşük olmasından kaynaklandığı düşünülmektedir. Kullanılan nanoparçacıkların yüksek konsantrasyonlarda katkılandırılması ise termal kararlılığın değişeceği düşünülmektedir. Elde edilen grafen oksit sıvı kristal komposit maddesi için eşik voltajı azalırken grafen oksit/boyar madde katkılı numunenin ise eşik voltajı artışı yapılan elektro-optik deney sonuçlarından gözlemlenmiştir. Bilindiği gibi eşik voltajı kullanılan nanoparçacıkların şekline, büyüklüğüne ve tipine bağlıdır. Eşik voltajındaki azalma splay elastik sabitinin de azalması anlamına gelmektedir. Boyar madde katkılandırma ile eşik voltajının artmasına ise boyar maddelerden

kaynaklı komplek yüklerin sebep olduğu düşünülmektedir. E7, E7/GO ve E7/GO/MB ile ilgili yapılan dielektrik ile ilgili çalışmalardan dielektrik sabitinin gerçek kısmının GO veGO/MB katkılandırma ile azaldığı ve kritik frekansın ise GO ve GO/MB katkılandırma ile arttığı tesbit edilmiştir.

### **5.3. Vanadyum Oksit Nanoyapılı Malzemelerin Sentezlenmesi E7 Nematik Sıvı Kristaller Karışıma Katkılandırılması**

Hidrotermal yöntem ile üretilen  $V_2O_5$  nanoparçacıkları bu çalışmada E7 isimli nematik sıvı kristale katkılandırılmıştır. Sentezlenen nanoparçacıklar birçok farklı analitik metot ile karakterize edilmiş ve daha sonra E7 sıvı kristaline % 0.1, % 0.2 ve % 0.5 oranında katkılandırılmıştır. Dielektrik ile ilgili yapılan çalışmaların sonuçlarından eşik voltajı, dielektrik anizotropisi ve splay elastik sabiti hesaplanmıştır.  $V_2O_5$  nanoparçacık katkılandırma ile eşik voltajın ve splay elastik sabitinin olumsuz şekilde etkilendiği ve dielektrik anizotropinin ise çok az miktarda azaldığı gözlemlenmiştir. Saf ve nanoparçacık katkılı sıvı kristallerin faz geçiş sıcaklıklarının incelenmesi sonucunda ise nematik fazdan isotropik faza geçiş sıcaklıklarının iyileştiği bulunmuştur. Faz geçiş sıcaklıkları DSC'den sonra POM yardımı ile de araştırılmış ve DSC ile benzer sonuçlar gözlemlenmiştir. Elde edilen  $V_2O_5$  nanoparçacık katkılı sıvı kristallerin % 0.2 ve % 0.5 oranları nanoparçacıkların kümelenmediği ve sıvı kristaller karışımlarda nanoparçacıkların dipe çöktüğü gözlemlenmiştir. Bu gözlemler hazırlanan numunelerin hem POM ile incelenmesinde hemde 30 gün bekletildikten sonra çekilen dijital fotoğrafları kanıtlanmıştır.

## KAYNAKLAR

- [1] Castellano, J.A., Modifying Light: Ubiquitous Today, Liquid-Crystal Displays are the Outgrowth of More Than A Century of Experimentation and Development. *American scientist*, 94 (5): 438–445 (2006).
- [2] Dunmur, D., Dunmur, D.A., Sluckin, T., Soap, Science, and Flat-Screen TVs: A history of liquid crystals. Oxford University Press (2011).
- [3] Eskalen, H., Nanoparçacık Katkılı Nematik Sıvı Kristallerin Optiksel ve Elektriksel Özelliklerinin İncelenmesi. Master's thesis, Graduate Schol of Natural and Aplied Science, Kahramanmaras Sütçü İmam Üniversitesi (2013).
- [4] Yaniç, S.M., Kalamatik Sıvı Kristallerin Termodinamik Özellikleri ve Polimerde Dağılmış Sıvı Kristal Kompozitlerinin Sentezi ve Karakterizasyonu Kalamatik Sıvı Kristallerin Termodinamik Özellikleri ve Polimerde Dağılmış Sıvı Kristal Kompozitlerinin Sentezi ve Karakterizasyonu. Ph.D. thesis, Yıldız Teknik Üniversitesi (2018).
- [5] Çetinkaya, M.C., Sıvı Kristallerin Optik ve Kalorimetrik Özelliklerinin İncelenmesi. Master's thesis, İstanbul Teknik Üniversitesi (2013).
- [6] Ekici, Z., Sıvı Kristaller, Genel Özellikleri, Sıvı Kristallerin Sentezi ve Uygulama Alanları. Master's thesis, Adıyaman Üniversitesi (2014).
- [7] Dierking, I., Textures of Liquid Crystals. John Wiley & Sons (2003).
- [8] Yıldız, A., Sıvı Kristallerde Faz Geçişlerinin Dielektrik Spektroskopki Yöntemi İle İncelenmesi. Ph.D. thesis, Yıldız Teknik Üniversitesi (2019).
- [9] Khoo, I.C., Liquid Crystals, volume 64. John Wiley & Sons (2007).
- [10] Okumuş, M., Alkil ve Alkiloksi Siyanobifenil-Benzoik Asit Sıvı Kristallerin ve Karışımlarının Faz Dönüşümleri. Ph.D. thesis, Kahramanmaras Sütçü İmam Üniversitesi (2012).
- [11] Budagovsky, I., Kuznetsov, A., Shvetsov, S., Smayev, M., Zolot'ko, A., ve ark., Optical Fréedericksz transition and director field structure recording in dye-doped nematic liquid-crystalline polymer. *Journal of Molecular Liquids*, 276: 275 – 281, ISSN 0167-7322, doi:<https://doi.org/10.1016/j.molliq.2018.11.113> (2019), URL <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S016773221835390X>.
- [12] Singh, S., Impact of Dispersion of Nanoscale Particles on the Properties of Nematic Liquid Crystals. *Crystals*, 9 (9): 475 (2019).
- [13] Mamuk, A.E., Smektojen ve Nematojen Termotropik Sıvı Kristallerin Optiksel ve Termo-optiksek Özelliklerinin İncelenmesi. Ph.D. thesis, Muğla Sıtkı Koçman Üniversitesi (2019).

- [14] Uluturhan, S., Manyetik Alan Altında Liyotropik Nematik Ara Fazların Çift Kırıcılıklarının İncelenmesi. Master's thesis, Ege Üniversitesi (2018).
- [15] Sharma, A., Malik, P., Dhar, R., Kumar, P., Improvement in electro-optical and dielectric characteristics of ZnO nanoparticles dispersed in a nematic liquid crystal mixture. *Bulletin of Materials Science*, 42 (5): 215 (2019).
- [16] Roy, A., Agrahari, K., Srivastava, A., Manohar, R., Plasmonic resonance instigated enhanced photoluminescence in quantum dot dispersed nematic liquid crystal. *Liquid Crystals*, 46 (8): 1224–1230 (2019).
- [17] Oh, C.W., Park, E.G., Park, H.G., Enhanced electro-optical properties in titanium silicon oxide nanoparticle doped nematic liquid crystal system. *Surface and Coatings Technology*, 360: 50 – 55, ISSN 0257-8972, doi:<https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2019.01.014> (2019), URL <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0257897219300143>.
- [18] Jessy, P., Bambole, V., Deshmukh, R., Patel, N., Reduced power consumption in nickel zinc ferrite nanoparticles doped blue phase chiral nematic liquid crystal devices. *Journal of Molecular Liquids*, 281: 480 – 489, ISSN 0167-7322, doi:<https://doi.org/10.1016/j.molliq.2019.02.098> (2019), URL <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0167732218368508>.
- [19] Pandey, D.K., Singh, U.B., Dhar, R., Dabrowski, R., Pandey, M.B., Dielectric and electro-optic properties of 6CHBT nematic liquid crystals and silver nanoparticles composites. *Phase Transitions*, 0 (0): 1–8, doi:10.1080/01411594.2019.1654107 (2019), <https://doi.org/10.1080/01411594.2019.1654107>, URL <https://doi.org/10.1080/01411594.2019.1654107>.
- [20] Yadav, G., Kumar, M., Srivastava, A., Manohar, R., SiO<sub>2</sub> nanoparticles doped nematic liquid crystal system: An experimental investigation on optical and dielectric properties. *Chinese journal of physics*, 57: 82–89 (2019).
- [21] Singh, B.P., Pathak, G., Roy, A., Hegde, G., Tripathi, P.K., ve ark., Investigation of dielectric and electro-optical properties of nematic liquid crystal with the suspension of biowaste-based porous carbon nanoparticles. *Liquid Crystals*, 0 (0): 1–13, doi:10.1080/02678292.2019.1606354 (2019), <https://doi.org/10.1080/02678292.2019.1606354>, URL <https://doi.org/10.1080/02678292.2019.1606354>.
- [22] J., S.S., Gupta, R.K., Kumar, S., V, M., Effect of functionalised silver nanoparticle on the elastic constants and ionic transport of a nematic liquid crystal. *Liquid Crystals*, 0 (0): 1–9, doi:10.1080/02678292.2019.1611964 (2019), <https://doi.org/10.1080/02678292.2019.1611964>, URL <https://doi.org/10.1080/02678292.2019.1611964>.
- [23] Misra, A.K., Tripathi, P.K., Pandey, K.K., Singh, B.P., Manohar, R., Dielectric properties and activation energies of Cu: ZnO dispersed nematic mesogen N-(4-methoxybenzylidene)-4-butylaniline liquid crystal. *Journal of Dispersion Science and Technology*, 0 (0): 1–8, doi:10.1080/01932691.2019.1617164 (2019), <https://doi.org/10.1080/01932691.2019.1617164>, URL <https://doi.org/10.1080/01932691.2019.1617164>.

- [24] Huang, C.Y., Selvaraj, P., Senguttuvan, G., Hsu, C.J., Electro-optical and dielectric properties of TiO<sub>2</sub> nanoparticles in nematic liquid crystals with high dielectric anisotropy. *Journal of Molecular Liquids*, 286: 110902, ISSN 0167-7322, doi:<https://doi.org/10.1016/j.molliq.2019.110902> (2019), URL <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0167732218362172>.
- [25] Pushpavathi, N., Sandhya, K.L., Pratibha, R., Photoluminescence and electrical conductivity measurement of liquid crystal doped with ZnO nanoparticles. *Liquid Crystals*, 46 (5): 666–673, doi:10.1080/02678292.2018.1517421 (2019), <https://doi.org/10.1080/02678292.2018.1517421>, URL <https://doi.org/10.1080/02678292.2018.1517421>.
- [26] Vimal, T., Agrahari, K., Sonker, R.K., Manohar, R., Investigation of thermodynamical, dielectric and electro-optical parameters of nematic liquid crystal doped with polyaniline and silver nanoparticles. *Journal of Molecular Liquids*, 290: 111241, ISSN 0167-7322, doi:<https://doi.org/10.1016/j.molliq.2019.111241> (2019), URL <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0167732219309481>.
- [27] Rastogi, A., Manohar, R., Effect of graphene oxide dispersion in nematic mesogen and their characterization results. *Applied Physics A*, 125 (3): 192 (2019).
- [28] Rastogi, A., Manohar, R., Effect of graphene oxide dispersion in nematic mesogen and their characterization results. *Applied Physics A*, 125 (3): 192 (2019).
- [29] Al-Zangana, S., Iliut, M., Turner, M., Vijayaraghavan, A., Dierking, I., Properties of a thermotropic nematic liquid crystal doped with graphene oxide. *Advanced Optical Materials*, 4 (10): 1541–1548 (2016).
- [30] Singh, D., Singh, U.B., Pandey, M.B., Dhar, R., Dielectric and electro-optic behaviour of nematic-SWCNT nanocomposites under applied bias field. *Liquid Crystals*, 46 (9): 1389–1395, doi:10.1080/02678292.2019.1573329 (2019), <https://doi.org/10.1080/02678292.2019.1573329>, URL <https://doi.org/10.1080/02678292.2019.1573329>.
- [31] Yadav, G., Roy, A., Agrahari, K., Katiyar, R., Chandel, V., ve ark., Influence of Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> nanoparticles on the birefringence property of weakly polar nematic liquid crystal. *Molecular Crystals and Liquid Crystals*, 680 (1): 65–74, doi:10.1080/15421406.2019.1629147 (2019), <https://doi.org/10.1080/15421406.2019.1629147>, URL <https://doi.org/10.1080/15421406.2019.1629147>.
- [32] Mrukiewicz, M., Kowiorski, K., Perkowski, P., Mazur, R., Djas, M., Threshold voltage decrease in a thermotropic nematic liquid crystal doped with graphene oxide flakes. *Beilstein journal of nanotechnology*, 10 (1): 71–78 (2019).
- [33] Budaszewski, D., Chychłowski, M., Budaszewska, A., Bartosewicz, B., Jankiewicz, B., ve ark., Enhanced efficiency of electric field tunability in photonic liquid crystal fibers doped with gold nanoparticles. *Opt. Express*, 27 (10): 14260–14269, doi:10.1364/OE.27.014260 (2019), URL <http://www.opticsexpress.org/abstract.cfm?URI=oe-27-10-14260>.

- [34] Ian Ma, Q., Ma, S., Huang, Y.M., Shao, H., Deng, H., ve ark., Tunable emission colours of ZnO nanocrystals by forming nanocomposites with a nematic liquid crystal N-(4-methoxybenzylidene)-4-ethoxybenzenamine. *Materials Research Innovations*, 23 (5): 294–298, doi:10.1080/14328917.2018.1464777 (2019), <https://doi.org/10.1080/14328917.2018.1464777>, URL <https://doi.org/10.1080/14328917.2018.1464777>.
- [35] Avar, B., Nanoyapılı metalik Alaşımlar. Ph.D. thesis, Graduate Schol of Natural and Aplied Science, Kahramanmaraş Sütçü İmam Üniversitesi (2012).
- [36] Kurşun, C., Magnezyum Esaslı Amorf ve Nanokristal Alaşımların Üretilmesi, Mekanik Özelliklerinin ve Hidrojen Depolama Kapasitelerinin İncelenmesi. Ph.D. thesis, Graduate Schol of Natural and Aplied Science, Kahramanmaraş Sütçü İmam Üniversitesi (2018).
- [37] (2019), URL [https://www.selcuk.edu.tr/ileri\\_arge/birim/web/sayfa/ayrinti/5874/tr](https://www.selcuk.edu.tr/ileri_arge/birim/web/sayfa/ayrinti/5874/tr).
- [38] (2019), URL [https://www.selcuk.edu.tr/ileri\\_arge/birim/web/sayfa/ayrinti/42237/tr](https://www.selcuk.edu.tr/ileri_arge/birim/web/sayfa/ayrinti/42237/tr).
- [39] (2019), URL <http://dubit.duzce.edu.tr/2935-sayfa-empedans-analizoru>.
- [40] Feynman, R.P., There's plenty of room at the bottom. *California Institute of Technology, Engineering and Science magazine* (1960).
- [41] Wang, G., Shen, X., Horvat, J., Wang, B., Liu, H., ve ark., Hydrothermal synthesis and optical, magnetic, and supercapacitance properties of nanoporous cobalt oxide nanorods. *The Journal of Physical Chemistry C*, 113 (11): 4357–4361 (2009).
- [42] Eskalen, H., Kerli, S., Özgan, Ş., Hydrothermally produced cobalt oxide nanostructures at different temperatures and effect on phase transition temperature and threshold voltage of nematic liquid crystal host. *Cobalt, InTech*, pp. 71–85 (2017).
- [43] Vikas, P., Pradeep, J., Manik, C., Shashwati, S., Synthesis and characterization of Co<sub>3</sub>O<sub>4</sub> thin film. *Soft Nanoscience Letters*, 2012 (2011).
- [44] Louardi, A., Rmili, A., Chtouki, T., Elidrissi, B., Erguig, H., ve ark., Effect of annealing treatment on Co<sub>3</sub>O<sub>4</sub> thin films properties prepared by spray pyrolysis. *J Mater Environ Sci*, 8 (2): 485–493 (2017).
- [45] Farhadi, S., Pourzare, K., Bazgir, S., Co<sub>3</sub>O<sub>4</sub> nanoplates: Synthesis, characterization and study of optical and magnetic properties. *Journal of Alloys and Compounds*, 587: 632–637 (2014).
- [46] Farhadi, S., Safabakhsh, J., Zaringhadam, P., Synthesis, characterization, and investigation of optical and magnetic properties of cobalt oxide (Co<sub>3</sub>O<sub>4</sub>) nanoparticles. *Journal of Nanostructure in Chemistry*, 3 (1): 69 (2013).
- [47] Paulchamy, B., Arthi, G., Lignesh, B., A simple approach to stepwise synthesis of graphene oxide nanomaterial. *J Nanomed Nanotechnol*, 6 (1): 1 (2015).

- [48] Cao, N., Zhang, Y., Study of reduced graphene oxide preparation by Hummers' method and related characterization. *Journal of Nanomaterials*, 2015: 2 (2015).
- [49] Guerrero-Contreras, J., Caballero-Briones, F., Graphene oxide powders with different oxidation degree, prepared by synthesis variations of the Hummers method. *Materials Chemistry and Physics*, 153: 209–220 (2015).
- [50] Alam, S.N., Sharma, N., Kumar, L., Synthesis of graphene oxide (GO) by modified hummers method and its thermal reduction to obtain reduced graphene oxide (rGO). *Graphene*, 6 (01): 1–18 (2017).
- [51] Lai, Q., Zhu, S., Luo, X., Zou, M., Huang, S., Ultraviolet-visible spectroscopy of graphene oxides. *Aip Advances*, 2 (3): 032146 (2012).
- [52] Karakuş, Y., Okutan, M., Kösemen, A., San, S., Alpaslan, Z., ve ark., Electrical properties of Zn-Phthalocyanine and poly (3-hexylthiophene) doped nematic liquid crystal. *Journal of Nanomaterials*, 2011: 2 (2011).
- [53] Gursel, Y., Şenkal, B., Canli, N.Y., Özdemir, Z.G., Ahlatcioğlu, E., ve ark., Addition of single-wall carbon nanotubes to a liquid crystal material: Impact on dielectric properties. *Materials Science in Semiconductor Processing*, 34: 182–188 (2015).
- [54] Eskalen, H., Özgan, Ş., Alver, Ü., Kerli, S., Electro-Optical Properties of Liquid Crystals Composite with Zinc Oxide Nanoparticles. *Acta Physica Polonica, A*, 127 (3) (2015).
- [55] Özgan, Ş., Eskalen, H., Tapkiranlı, Y., Thermal and electro-optic properties of graphene oxide-doped hexylcyanobiphenyl liquid crystal. *Journal of Theoretical and Applied Physics*, 12 (3): 169–176 (2018).
- [56] Eskalen, H., Özgan, Ş., Okumuş, M., Kerli, S., Thermal and Electro-optical Properties of Graphene Oxide/Dye-Doped Nematic Liquid Crystal. *Brazilian Journal of Physics*, 49 (3): 341–347 (2019).
- [57] Eskalen, H., Özgan, Ş., Kerli, S., Synthesis, characterization of V2O5 nanoparticle and dispersion of them into nematic liquid crystal. *Applied Physics A*, 125 (12): 873, ISSN 1432-0630, doi:10.1007/s00339-019-3157-9 (2019), URL <https://doi.org/10.1007/s00339-019-3157-9>.
- [58] Yadav, G., Pathak, G., Agrahari, K., Kumar, M., Khan, M.S., ve ark., Improved dielectric and electro-optical parameters of nematic liquid crystal doped with magnetic nanoparticles. *Chinese Physics B*, 28 (3): 034209 (2019).
- [59] Elkhaldi, H.H., Khandka, S., Singh, U., Pandey, K., Dabrowski, R., ve ark., Dielectric and electro-optical properties of a nematic liquid crystalline material with gold nanoparticles. *Liquid Crystals*, 45 (12): 1795–1801 (2018).
- [60] Chen, Z., Jiang, L., Ma, H., Calculation on frequency and temperature properties of birefringence of nematic liquid crystal 5CB in terahertz band. *Chemical Physics Letters*, 645: 205 – 209, ISSN 0009-2614, doi:<https://doi.org/10.1016/j.cplett.2016.01.004> (2016), URL <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0009261416000130>.

- [61] Banu, R., Shahina, Subhan, C., Dinesh, R., Fakruddin, K., Influence of TiO<sub>2</sub> and ZnO nanoparticles on orientational order parameter of LC compounds—An optical study. *Molecular Crystals and Liquid Crystals*, 665 (1): 238–247 (2018).
- [62] Hussain, M.M., Doreswamy, B., Shobha, N., Vijayakumar, V., Fakruddin, K., Orientational order parameter of liquid crystalline nanocomposites by Newton's rings and image analysis methods. *Nanosystems: Physics, Chemistry, Mathematics*, 10 (3): 243–254 (2019).



# **EKLER**

## Hydrothermally Produced Cobalt Oxide Nanostructures at Different Temperatures and Effect on Phase Transition Temperature and Threshold Voltage of Nematic Liquid Crystal Host

Hasan Eskalen, Süleyman Kerli and Şükrü Özgan

Additional information is available at the end of the chapter

<http://dx.doi.org/10.5772/intechopen.70946>

### Abstract

In this study, cobalt oxide  $\text{Co}_3\text{O}_4$  nanostructured material is synthesized by hydrothermal method by using different concentration of cobalt acetate salt at unique hydrothermal reaction time for five different hydrothermal reaction temperatures 105, 120, 140, 160, and 180°C. The obtained nanoparticles are annealed at 300°C for 5 h.  $\text{Co}_3\text{O}_4$  nanostructures are determined by means of scanning electron microscopy (SEM), X-ray diffraction (XRD), and UV-vis spectroscopy. The hydrothermally produced samples were reannealed at 550°C, and morphological and structural properties were investigated deeply again. The effect of annealing temperature on morphologies and crystalline structure of cobalt oxide nanoparticle (NP) was also investigated. Nanopyramids and nanorods are two main morphologically obtained structures from the hydrothermal experiment. Nematic liquid crystal mixture E7 is doped with  $\text{Co}_3\text{O}_4$  nanorod. Phase transition and threshold voltage of pure and  $\text{Co}_3\text{O}_4$  NP-doped E7 LC are examined successfully. It reveals that for  $\text{Co}_3\text{O}_4$  NP-doped E7 phase transition temperature and threshold voltage increased very slightly.

**Keywords:** cobalt oxide, hydrothermal synthesis, band gap, threshold voltage, thermal property

### 1. Introduction

“There is Plenty of Room at the Bottom” a titled lecture in 1959 was given by Richard Feynman, and this has opened a new era in the field of nanotechnology [1, 2], which can be



International Advanced Researches & Engineering Congress-2017  
http://iarec.osmaniye.edu.tr/  
Osmaniye/TURKEY  
16-18 November 2017

## Hydrothermally Produced Cobalt Oxide Nanostructures at Different Temperatures and Effect on Phase Transition Temperature and Threshold Voltage of Nematic Liquid Crystal Host

Hasan ESKALEN<sup>1\*</sup>, Süleyman KERLİ<sup>2</sup>, Şükrü ÖZGAN<sup>3</sup>, Handan Ö. TORUN<sup>2</sup>, Ali Kemal SOĞUKSU<sup>3</sup>

<sup>1</sup> Material Science and Engineering, Graduate school of Natural and Applied Science, Kahramanmaraş Sutcu Imam University, Kahramanmaraş, Turkey

<sup>2</sup> Energy System Engineering Department, Kahramanmaraş Sutcu Imam University, Kahramanmaraş, Turkey

<sup>3</sup> Department of Physics, Faculty of Science and Letter, Kahramanmaraş Sutcu Imam University, Kahramanmaraş, Turkey  
\*Corresponding author e-mail address: [h eskalen@gmail.com](mailto:h eskalen@gmail.com)

### Abstract

In this study, cobalt oxide (Co<sub>3</sub>O<sub>4</sub>) nano-structured materials were synthesized by hydrothermal method. Co<sub>3</sub>O<sub>4</sub> nanostructured material synthesis by using different concentration of cobalt acetate salt at unique hydrothermal reaction time for five different hydrothermal reaction temperatures, 105 °C, 120 °C, 140 °C, 160 °C and 180 °C. The obtained nanoparticles annealed at 300 °C for 5 hours. Co<sub>3</sub>O<sub>4</sub> nanostructured are determined by means of scanning electron microscopes (SEM), X-ray diffraction (XRD) and UV-vis spectroscopy. The hydrothermally produced samples were re-annealed at 550 and morphological and structural properties were investigated deeply again. The effect of annealing temperature on morphologies and crystalline structure of cobalt oxide nanoparticle was also investigated. Nano-pyramids and nano-rods are two main morphologically obtained structures from hydrothermal experiment. Co<sub>3</sub>O<sub>4</sub> nanorod structure was selected to dope nematic liquid crystal mixture E7. Phase transition and threshold voltage of pure and Co<sub>3</sub>O<sub>4</sub> NPs doped E7 LC examined successfully. It reveals that for Co<sub>3</sub>O<sub>4</sub> NPs doped E7 phase transition temperature and threshold voltage increased very slightly.

**Keywords:** Band gap, Cobalt oxide, Hydrothermal synthesis, Threshold voltage, Thermal property

## Farklı Sıcaklıklarda Hidrotermal Yöntem ile Kobalt Oksit Nanoparçacıkların Üretilmesi ve E7 Nematik Sıvı Kristal Karışımın Eşik Voltajı ve Faz Geçiş Sıcaklığına Etkisi

### Özet

Bu çalışmada, kobalt oksit (Co<sub>3</sub>O<sub>4</sub>) nano-yapılı malzemeler hidrotermal metot ile sentezlenmiştir. Co<sub>3</sub>O<sub>4</sub> nanoparçacıklar farklı konsantrasyonlarda kobalt asetat tuzu kullanılarak, 105 °C, 120 °C, 140 °C, 160 °C ve 180 °C, olmak üzere beş farklı hidrotermal reaksiyon sıcaklığında üretilmiştir. Üretilen nanoparçacıklar 300 °C'de 5 saat boyunca tavlansmıştır. Co<sub>3</sub>O<sub>4</sub> nanoparçacıkların yapısal ve morfolojik özellikleri tespit etmek için X-ışını kırını XRD ve taramalı elektron mikroskobu (SEM ve UV-vis spektroskopisi kullanılmıştır. Hidrotermal olarak üretilen numuneler tekrar 550 °C'de tavlansmış ve yapısal ve morfolojik özellikleri ayrıntılı bir şekilde incelenmiştir. Tavlama sıcaklığının üretilen nanoparçacıkların yapısal ve morfolojik özelliklerine olan etkisi de böylelikle araştırılmıştır. Hidrotermal üretim sonrası oluşan belirgin iki temel yapı nano-pramid ve nano-çubuk'dur. Co<sub>3</sub>O<sub>4</sub> nano-çubuk E7 nematik sıvı kristaline katkılansın için seçilmiştir. E7 sıvı kristalinin faz geçiş sıcaklığı ve eşik voltajının, Co<sub>3</sub>O<sub>4</sub> nano-çubuk katkılansın ile ne derece değiştiği başarılı bir şekilde incelenmiştir. Elde edilen sonuçlar, Co<sub>3</sub>O<sub>4</sub> nano-çubuk katkılansın faz geçiş sıcaklığını ve eşik voltajını az miktarda artırdığı göstermiştir

**Anahtar Kelimeler:** Yasak Enerji, Kobalt oksit, Hidrotermal metot, Eşik voltajı, Faz geçiş sıcaklığı

## Grafen-oksit/Boya Katkılı Sıvı Kristallerin Termal ve Elektro-optiksel Özellikleri ile ilgili çıkan yayının ilk sayfası

Brazilian Journal of Physics  
https://doi.org/10.1007/s13538-018-00633-6



CONDENSED MATTER



### Thermal and Electro-optical Properties of Graphene Oxide/Dye-Doped Nematic Liquid Crystal

Hasan Eskalen<sup>1</sup> · Şükrü Özgan<sup>2</sup> · Mustafa Okumuş<sup>3</sup> · Süleyman Kerl<sup>4</sup>

Received: 28 August 2018  
© Sociedade Brasileira de Física 2019

#### Abstract

In this paper, the liquid crystalline complex systems were obtained by dispersing graphene oxide (GO) and methyl blue (MB) dye to liquid crystal mixture E7. The phase transitions and microstructural properties of the prepared liquid crystalline complex systems were investigated by differential scanning calorimeter (DSC) and polarised optical microscopy (POM). DSC and POM results showed that there was no change in the molecular structures of the complexes and they exhibited completely liquid crystalline properties during continuous heating. Also, the voltage-dependent optical transmissions of the complex systems were measured by the voltage transmittance experiments. It was found that the optical transmissions of the complex systems were not very different from the each other, but threshold voltage of the complex decreased by GO doping and increased for MB/GO doping. Furthermore, the dielectric properties of the complex systems were investigated by using impedance analyser. Dielectrically, measurements showed that the dielectric constant decreased with the dispersion of GO and GO/MB, and the critical frequency of E7 increased with doping.

**Keywords** Nematic liquid crystals · Graphene oxide · Electro-optic · POM

#### 1 Introduction

The production, characterization and application of nano-materials have attracted attention from many different fields, since Feynman's "There is plenty of room at bottom" lecture in 1959. In this decade, among various synthesised nanomaterials, carbon-based nanomaterials have experienced a significant development and from these materials family, graphene and chemically modified graphene is obviously one of the famous two-dimensional materials with many superior properties [1–8].

Liquid crystalline materials have been used in different areas from photonics to electronics [9, 10] and they are considered as leading candidate for displays. High-quality liquid crystal display (LCD) performance is related to electro-optical properties of the used materials [11]. Dispersion of nanomaterials in liquid crystals (LC) have captured remarkable attention of researchers since some physical properties of LCs can be improved combination with nanomaterials [12–16]. Moreover, some superior LCD systems achieved with guest-host effect in which dyes are considered as a guest part of systems and LC are considered as host part [17, 18]. Dissolved dye molecules are aligned in liquid crystal matrix and external electrical field change molecular orientation of this system and it is called as a guest-host interaction [19].

The particle size of the 5CB liquid crystal molecules is about 2 nm [20] and the particle size of other liquid crystals molecules which forms E7 nematic mixture is very close to the size of 5CB [21]. Although size of 2D materials very greater than the size of liquid crystal, liquid crystals can help ordering 2D materials (graphene oxide sheets) with promising applications [22]. Recently, it is revealed that switching time and dielectric anisotropy of nematic liquid crystals (NLC) enhance with graphene flakes [23, 24]. Graphene dispersed nematic LC decreased nematic to

✉ Hasan Eskalen  
heskalen@gmail.com

<sup>1</sup> Department of Materials Sciences and Engineering, Kahramanmaraş Sutcu Imam University, Kahramanmaraş, Turkey

<sup>2</sup> Department of Physics, Kahramanmaraş Sutcu Imam University, Kahramanmaraş, Turkey

<sup>3</sup> Department of Metallurgical and Materials Engineering, Batman University, Batman, Turkey

<sup>4</sup> Department of Energy Systems Engineering, Kahramanmaraş İstiklal University, Kahramanmaraş, Turkey

Published online: 11 January 2019

Springer

# Vanadyum Oksit Nanoyapılı Malzemelerin Sentezlenmesi E7 Nematik Sıvı Kristaller Karışıma Katkılandırılması ile İlgili Çıkan Yayının İlk Sayfası

Applied Physics A 00191125:873  
<https://doi.org/10.1007/s00339-019-3157-9>

Applied Physics A  
 Materials Science & Processing



## Synthesis, characterization of V<sub>2</sub>O<sub>5</sub> nanoparticle and dispersion of them into nematic liquid crystal

Hasan Eskalen<sup>1</sup> · Şükrü Özgan<sup>2</sup> · Süleyman Kerli<sup>3</sup>

Received: 21 August 2019 / Accepted: 15 November 2019  
 © Springer-Verlag GmbH Germany, part of Springer Nature 2019

### Abstract

In this study, vanadium pentoxide (V<sub>2</sub>O<sub>5</sub>) nanoparticles were synthesized by hydrothermal method. The structural and morphological properties of obtained nanoparticles were examined using X-ray diffractometer, scanning electron microscopy and transmission electron microscopy. The optical properties of produced nanoparticles have been investigated by fluorescence spectrometer. The produced V<sub>2</sub>O<sub>5</sub> nanoparticles showed an emission peak at 378 nm when excited at 314 nm. The characterized V<sub>2</sub>O<sub>5</sub> nanoparticles dispersed to nematic liquid crystals mixture E7. Threshold voltage, dielectric anisotropy values of pristine E7 and V<sub>2</sub>O<sub>5</sub> nanoparticles dispersed samples have been investigated using impedance analyzer. The phase transitions and microstructural properties of the prepared nanoparticle dispersed liquid crystalline complexes were investigated by differential scanning calorimeter and polarized optical microscopy. Moreover, splay elastic constant and order parameter of the samples were calculated. The synthesized V<sub>2</sub>O<sub>5</sub> nanoparticles were aggregated for 0.5% V<sub>2</sub>O<sub>5</sub> dispersed samples after 30 days were found. Dielectric measurements revealed that the dielectric anisotropy slightly decreased with the dispersion of V<sub>2</sub>O<sub>5</sub> nanoparticles.

### 1 Introduction

Studies on the field of enhancement of liquid crystals properties (LCs), which have been investigated for many years, are still an important research area. LCs are generally used in display systems, compared to other types of display systems, they are currently the most widely used in the world [1–4]. Three different ways are generally employed to improve properties of LCs (1) synthesizing new LCs [5–12], (2) developing liquid crystal mixture [13–20] and (3) doping different agent mainly using dyes [21] and/or polymers [22–25] and/or nanoparticles [26–32]. Amongst these alternative methods, nanoparticles dispersed liquid crystals (NPDLCs) have been considerably examined by different researchers for various perspectives.

Some recent investigation about TiO<sub>2</sub> nanoparticle-doped nematic liquid crystals (NLCs) indicated that pretilt angles, thresholds voltage, order parameter and elastic constant of NLCs were decreased [27]. Although, nematic to isotropic phase transition temperature of 5PCH NLCs was decreased by doping functionalised silver nanoparticles, the birefringence and dielectric anisotropy increased [33]. Doping functionalized single-walled carbon nanotubes (SWCNT) into optically isotropic liquid crystals provided remarkably reduction in threshold voltage and enhancement of switching speed [34]. Moreover, SWCNT also increased isotropic-to-nematic phase transition about 3 °C and increased dielectric anisotropy have been recently given by Singh et al. [35]. Tungsten trioxide (WO<sub>3</sub>) was doped to polymer-dispersed LCs and nematic-to-isotropic phase transition temperature was shifted from 48.7 to 52 °C [36]. Co nanoparticles about 20 nm grain size were doped to 6CHBT LCs and their electro-optical properties were compared with pristine LCs. The response time decreased from 29 to 20 ms with Co nanoparticle dispersion was found [37]. Carbon NP-dispersed NLCs have been examined and an increase at birefringence of LC and also reduced threshold voltages were also shown in literature [38]. Small amount of titanium silicon oxide (TiSiO<sub>4</sub>) nanoparticles decreased the threshold voltage and improved the response time as has been recently demonstrated [2].

✉ Hasan Eskalen  
 heskalen@gmail.com

<sup>1</sup> Vocational School of Health Services, Department of Opticianry, Kahramanmaraş Sütçü İmam University, Kahramanmaraş, Turkey

<sup>2</sup> Department of Physics, Kahramanmaraş Sütçü İmam University, Kahramanmaraş, Turkey

<sup>3</sup> Department of Energy Systems Engineering, İstiklal University, Kahramanmaraş, Turkey

Published online: 27 November 2019

Springer

# ÖZGEÇMİŞ

## Kişisel Bilgiler

Adı, Soyadı : Hasan ESKALEN  
Uyruğu : T.C.  
Doğum tarihi ve yeri : 13.12.1985 KAHRAMANMARAŞ  
Medeni hali : Evli  
e-mail : hsneskalen@gmail.com

## Eğitim

### **Derece Eğitim Birimi**

Doktora Malzeme Mühendisliği ve Bilimleri ABD, Kahramanmaraş Sütçü İmam Üniversitesi  
Y. Lisans Fizik ABD, Kahramanmaraş Sütçü İmam Üniversitesi  
Lisans Fizik Öğrt, Orta Doğu Teknik Üniversitesi

## İş Deneyimi

Yıl	Yer	Görev
2010-2013	KSU	Fen Bilimleri Enst Arş. Gör.
2016-2019	KSU	Fen Bilimleri Enst Arş. Gör.

## Yabancı Dil

İngilizce

## Yayınlar

- Eskalen, H., Özgan, Ş., Kerli, S. (2019). Synthesis, characterization of  $V_2O_5$  nanoparticle and dispersion of them into nematic liquid crystal. Applied Physics A, 125:873  
(<https://doi.org/10.1007/s00339-019-3157-9>)

- Eskalen, H., Özğan, Ş. (2019). Voltage dependence of some nematic liquid crystals' electric properties. *KSU J Eng Sci*, 22, Special Issue, pg. 34-40
- Kursun, C., Gogebakan, M., **Eskalen, H.**, Uruş, S., Perepezko, J. H. (2019). Microstructural Evaluation and Highly Efficient Photocatalytic Degradation Characteristic of Nanostructured  $Mg_{65}Ni_{20}Y_{15-x}La_x$  (X=1, 2, 3, 5) Alloys. *Journal of Inorganic and Organometallic Polymers and Materials*. (<https://doi.org/10.1007/s10904-019-01209-w>)
- Kerli, S., Alver, Ü., **Eskalen, H.**, Uruş, S., Soguksu, A. (2019). Effect of Boron Doping Concentration On Structural, Morphological And Photocatalytic Properties Of  $V_2O_5$  Thin Film. *Russian Journal of Applied Chemistry*, 92 (2), 304-309
- Kerli, S., Alver, Ü., **Eskalen, H.**, Soguksu, A. (2019). Physical, electrochemical properties and photocatalytic activity of  $In_2O_3 - Co_3O_4$  thin films. *Comptes Rendus de L Academie Bulgare des Science*. 72(3), 327-332, (DOI:10.7546/CRABS.2019.03.06)
- **Eskalen, H.**, Okumuş, M., Özğan, Ş. (2019) Electro-optical, thermal and dielectric properties of ternary mixture of E7/6CB/6BA liquid crystal mixture complex. **Optik** (<https://doi.org/10.1016/j.ijleo.2019.02.119>)
- **Eskalen, H.**, Özğan, Ş., Okumuş, M, Kerli, S. (2019) Thermal and electro-optical properties of graphane oxide/dye doped nematic liquid crystal. *Brazillian Journal of Physics* (<https://doi.org/10.1007/s13538-018-00633-6>)
- Okumuş, M, **Eskalen, H.**, Sünkür, M., Özğan, Ş. (2019). Mesogenic propeties of PAA/6BA binary liquid crystal complexes. *Journal of Molecular structure*, 1178, 428-435
- S. Ozgan, **H. Eskalen**, Y. Tapkıranlı (2018). Thermal and electro-optic properties of graphene oxide doped hexylcyanobiphenyl liquid crystal. *Journal of Theoretical and Applied Physics*, 12(3), 169-176
- Gogebakan, M., Saleh, S., Yaykaşlı, H., Kurşun, C., **Eskalen, H.** Microstructure and mechanical properties of  $Al_{85}Ni_{12.5}Si_{2.5}$  Alloy. (2018). *The International Journal of Energy and Engineering Sciences*, 2018, 3, 79-85
- Kursun, C., Gogebakan, M., **Eskalen, H.** (2018). Mechanical Properties, Microstructural and Thermal Evolution of  $Mg_{65}Ni_{20}Y_{15-x}Si_x$  (X=1, 2, 3) Alloys by Mechanical Alloying. *Materials Research Express*, 5(3), 036512.

- Kursun, C., Gogebakan, M., Azakli, Y., Cengiz, S., **Eskalen, H.**, Tarakci, M., Gencer, Y. (2018). Mg<sub>65</sub>Ni<sub>20</sub>Y<sub>15-x</sub>Ag<sub>x</sub> (X=1, 2, 3, 5) Alloys Prepared via Atmosphere Controlled Induction System. The Canadian Journal of Physics 96(7), 810-815.
- **Eskalen, H.**, Özğan, Ş. (2018). Examining phase response curve of nerve cell by using three different methods. International Journal of Chemistry and Technology, 2 (1), 1-9.
- **Eskalen, H.**, Kerli, S., Özgan, Ş. (2017). Hydrothermally Produced Cobalt Oxide Nanostructures at Different Temperatures and Effect on Phase Transition Temperature and Threshold Voltage of Nematic Liquid Crystal Host. In Cobalt. InTech. (Kitap Bölümü)
- **Eskalen, H.**, Özğan, Ş. (2017). Deriving Behaviour of Hodgkin Huxley model with fever dynamics: A computational study. Communicatin in Mathematical Modelling and Application, 2(2), 47-54.
- **Eskalen, H.**, Kursun, C., Aslan, M., Cesme, M., Gogebakan, M. (2017). Amorphous Alloys, Degradation Performance of Azo Dyes. arXiv preprint arXiv:1709.06941.
- **Eskalen, H.**, Özğan, Ş. (2017). Effects of The Peak to Baseline Ratio on Phase Difference of The Coupled Hodgkin Huxley Neurons. Turkish Journal of Mathematics and Computer Science, 7, 32-39.
- **Eskalen, H.**, Özğan, Ş., Alver, Ü., Kerli, S. (2015). Electro-Optical Properties of Liquid Crystals Composite with Zinc Oxide Nanoparticles. Acta Physica Polonica, A., 127(3), 756-760.
- **Eskalen, H.**, Özğan, Ş. (2014). Altın Nanoparçacıklarla Katkılandırılan Nematik Sıvı Kristallerin İncelenmesi. Düzce Üniversitesi Bilim ve Teknoloji Dergisi, 2(2), 407-414.

## **Bildiriler**

- Musa Gögebakan, **Hasan Eskalen**, Celal Kurşun. "Production of Mg-based Alloys by Mechanical Alloying Method in Nanostructures." 1<sup>th</sup> International Symposium on Advanced Engineering Technologies, , 2-4 Mayıs, 2019, Kahramanmaraş, Türkiye.
- Musa Gögebakan, **Hasan Eskalen**, Hakan Yaykaşlı. "Structural Investigation of Al-based Alloys." 1<sup>th</sup> International Symposium on Advanced Engineering Technologies, Kahramanmaraş, 2-4 Mayıs 2019,

- S. Ozgan, **Hasan Eskalen**. "6CB, 8CB and E7 Nematic Liquid Crystal: Electrical Properties. " 1<sup>th</sup> International Symposium on Advanced Engineering Technologies, Kahramanmaraş, 2-4 Mayıs 2019,
- **Hasan Eskalen**, S. Ozgan. "Green Synthesis of Carbon Quantum Dots From Waste Mandarin Shell " 1<sup>th</sup> International Symposium on Advanced Engineering Technologies, Kahramanmaraş, 2-4 Mayıs 2019,
- **Hasan Eskalen**, S. Ozgan. "Presence of Carbon Quantum Dots in Black teabag " 1<sup>th</sup> International Symposium on Advanced Engineering Technologies, Kahramanmaraş, 2-4 Mayıs 2019,
- S. Ozgan, **Hasan Eskalen**. "Voltage Dependence of Some Nematic Liquid Crystals Electrical Properties. " 1<sup>th</sup> International Symposium on Advanced Engineering Technologies, Kahramanmaraş, 2-4 Mayıs 2019,
- **Hasan Eskalen**, S. Ozgan. "Quick Obtaining Carbon Quantum Dots From Fruit teabag " 1<sup>th</sup> International Symposium on Advanced Engineering Technologies, Kahramanmaraş, 2-4 Mayıs 2019,
- Musa Gögebakan, **Hasan Eskalen**, Hakan Yaykaşlı. "Synthesis and Characterization of Al-Fe-Cu Alloys" 1<sup>th</sup> International Symposium on Advanced Engineering Technologies, Kahramanmaraş, 2-4 Mayıs 2019,
- Serhan Uruş, **Hasan Eskalen**, S. Ozgan. "Microwave Assisted Carbon Dots From Cotton Linter " 1<sup>th</sup> International Symposium on Advanced Engineering Technologies, Kahramanmaraş, 2-4 Mayıs 2019,
- Musa Gögebakan, **Hasan Eskalen**, Hakan Yaykaşlı. "Synthesis and Characterization of Al-Fe-Cu-Ti Alloys" 1<sup>th</sup> International Symposium on Advanced Engineering Technologies, Kahramanmaraş, 2-4 Mayıs 2019,
- Beyhan Tahta, Serhan Uruş, Muhammet Köse, **Hasan Eskalen**, Ayşe Betül Oğul. "Synthesis of 4-Tert-Butyl-Calix[4]Arene Based Compounds: Investigation of Liquid Crystal Properties" 1<sup>th</sup> International Symposium on Advanced Engineering Technologies, Kahramanmaraş, 2-4 Mayıs 2019,
- Hakan Yaykaşlı, Celal Kurşun, Musa Gögebakan, **Hasan Eskalen**. "Effect of Co,Si,and Ti on Structure and Mechanical Properties of Al-Fe-Cu alloys." 19<sup>th</sup> International Metallurgy & Materials Congress, 25-27 October 2018, İstanbul, Türkiye, pg. 452 (2018)

- S. Kerli, U. Alver, H. Özlü, **H. Eskalen**, A. K. Soğuksu, H. Yaykaşlı "Production of Binary Metal (Co-Fe,Co-Ni,Fe-Ni) Oxide Nano-structured Particles By Hydrothermal Method and Investigation of Supercapacitor Properties" Turkish Physical Society 33. International Physics Conference, 5-9 September 2018, Bodrum, Türkiye, pg. 323, (2018).
- S. Kerli, U. Alver, **H. Eskalen**, A. K. Soğuksu "Production of Boron-Doped Vanadium Thin Films and Investigation of Photocatalytic Properties" Turkish Physical Society 33. International Physics Conference, 5-9 September 2018, Bodrum, Türkiye, pg. 180, (2018).
- S. Ozgan,**H. Eskalen**. "Graphene Oxide Doped 8CB Nematic Liquid Crystal: Dielectric Properties" III. Uluslararası Mesleki ve Teknik Bilimler Kongresi,21-22 Haziran Gaziantep, Türkiye, pg.3908-3912, (2018).
- S. Ozgan,M. Okumuş, **H. Eskalen**. "Dielectric Properties of E7/6CB/6BA Liquid Crystal Mixture" III. Uluslararası Mesleki ve Teknik Bilimler Kongresi,21-22 Haziran Gaziantep, Türkiye, pg.3913-3917, (2018).
- S. Ozgan, Y. Tapkıranlı,**H. Eskalen**. "Electrical Behavior of GO-Doped Liquid Crystal in the 10 Hz. to 10 Mhz. Frequency Range" III. Uluslararası Mesleki ve Teknik Bilimler Kongresi,21-22 Haziran Gaziantep, Türkiye, pg.4027-4034, (2018).
- **H. Eskalen**, S. Ozgan. "Effect of Peak-to-Baseline Ratio On Phase Differences of Two Coupled Hodgkin Huxley Neurons."International Conference on Mathematics and Mathematics Education, 11-13 Mayıs Harran Üniversitesi Şanlıurfa, Türkiye, pg.461, (2017).
- **H. Eskalen**, S. Ozgan. "Examining phase response curve of nerve cell by using three different methods."International Conference on Mathematics and Mathematics Education, 11-13 Mayıs Harran Üniversitesi Şanlıurfa, Türkiye, pg. 463 (2017).
- C. Kurşun, M. Gögebakan, Y. Gençer , M. Tarakçı, Y. Azaklı, S. Cengiz, **H. Eskalen**. " $Mg_{65}Ni_{20}Y_{15-X}Ag_X$  (X=1,2,3) Alloy Prepared Via Arc Melting." Turkish Physical Society 33. International Physics Conference, 6-10 September 2017, Bodrum, Türkiye, pg. 322, (2017).
- C. Kurşun, M. Gögebakan, **H. Eskalen**, M. Tarakçı, Y. Gençer. "Nanocrystalline  $Mg_{65}-Ni_{20}Y_{14}La_1$  Alloy Prepared Via Mechanical Alloying." 24<sup>th</sup> International Symposium on Metastable, Amorphous and Nanostructured Materials (ISMANAM 2017), San Sebastian, İspanya, pg. 360 (2017)

- C. Kurşun, M. Gögebakan, **H. Eskalen**, Y. Gençer, M. Tarakçı. "Fabrication and Microstructural Evolution of Magnesium Based Alloy." 24<sup>th</sup> International Symposium on Metastable, Amorphous and Nanostructured Materials (ISMAM 2017), San Sebastian, İspanya, pg. 361 (2017)
- **H. Eskalen**, S. Kerli, S. Ozgan, H.Ö. Torun, A.K. Soğuksu. "Hydrothermally Produced Cobalt Oxide Nanostructures at Different Temperatures and Effect on Phase Transition Temperature and Threshold Voltage of Nematic Liquid Crystal Host." International Advanced Researches & Engineering Congress, 16-18 Kasım Osmaniye Korkut Ata Üniversitesi, Osmaniye, Türkiye, pg. 669 (2017)
- Celal Kurşun, Musa Gögebakan, **Hasan Eskalen**. "Mechanically Alloyed Mg-Ni-Y Powders." 2<sup>nd</sup> International Conference on Engineering and Natural Sciences (ICENS), 24-28 Mayıs, 2016, Saraybosna, Bosna-Hersek, pg 509, (2016)
- **H. Eskalen**, S. Ozgan, C. Kursun, S. Kerli, H. Yaykasli "Physical Properties of In<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Nanoparticles Doped Nematic Liquid Crystals." Turkish Physical Society 30. International Physics Conference, 2-5 September 2013, Istanbul, Türkiye, pg. 505, (2013)
- S. Kerli, U. Alver, H. Yaykasli, **H. Eskalen**, C. Kursun. "Physical properties of cobalt doped NiO thin films." Turkish Physical Society 30. International Physics Conference, 2-5 September 2013, Istanbul, Türkiye, pg. 504, (2013).
- M. Gogebakan, C. Kursun, **H. Eskalen**, S. Kerli, H. Yaykasli "Production of  $Cu_{51,9}Mg_{24,13}Ni_{23,9}$  alloy by rapid solidification." Turkish Physical Society 30. International Physics Conference, 2-5 September 2013, Istanbul, Türkiye, pg. 526, (2013).
- H. Yaykasli, Ü. Alver, S. Kerli, C. Kursun, **H. Eskalen** "Modeling of electrical properties of boron doped NiO thin films" Turkish Physical Society 30. International Physics Conference, 2-5 September 2013, Istanbul, Turkey, pg. 527, (2013).
- S. Kerli, U. Alver, H. Yaykasli, **H. Eskalen** "Synthesis and characterization of hollow spherical  $In_2O_3$  nano-structures." 9<sup>th</sup> Nanoscience and Nanotechnology Congress (NanoTR-9), 24-28 Haziran, Erzurum, Turkey, pg.194.(2013)
- **H. Eskalen**, S. Ozgan, Ü. Alver, S. Kerli "The Electrical And Optical Properties Of Zinc Oxide Nanoparticles Doped Nematic Liquid Crystals." 05-08 September 2012, Bodrum, Türkiye, pg. 111, (2012)

- **H. Eskalen, S. Ozgan** "The Dielectric Properties Of Gold Nanoparticles Doped Nematic Liquid Crystals." 05-08 September 2012, Bodrum, Türkiye, pg. 112, (2012)

### **Hobiler**

Ağaç yetiştirme

