ÇANKIRI KARATEKİN ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

DOKTORA TEZİ

GRAFEN OKSİT VE GÜMÜŞ NANO PARÇACIK İÇEREN DOTP KATKILI PVA KOMPOZİTLERİNİN SENTEZİ, KARAKTERİZASYONU VE ÇOK YANITLI ENİYİLEMESİ

Özge BİLDİ CERAN

KİMYA MÜHENDİSLİĞİ ANABİLİM DALI

ÇANKIRI
2022

Her hakkı saklıdır

TEZ ONAYI

Özge BİLDİ CERAN tarafından hazırlanan **"Grafen Oksit ve Gümüş Nano Parçacık İçeren DOTP Katkılı PVA Kompozitlerinin Sentezi, Karakterizasyonu ve Çok Yanıtlı Eniyilemesi"** adlı tez çalışması 21/07/2022 tarihinde aşağıdaki jüri tarafından oy birliği ile Çankırı Karatekin Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Kimya Mühendisliği Anabilim Dalında **Doktora Tezi** olarak kabul edilmiştir.

Danışman **:** Prof. Dr. Osman Nuri ŞARA

Eş Danışman **:** Doç. Dr. Barış ŞİMŞEK

Jüri Üyeleri **:**

Başkan **:** Prof. Dr. Osman Nuri ŞARA
Kimya Mühendisliği Anabilim Dalı
Bursa Teknik Üniversitesi

Üye **:** Prof. Dr. Mehmet ÇOPUR
Kimya Mühendisliği Anabilim Dalı
Bursa Teknik Üniversitesi

Üye **:** Prof. Dr. Afife GÜVENÇ
Kimya Mühendisliği Anabilim Dalı
Ankara Üniversitesi

Üye **:** Dr. Öğr. Üyesi Nesibe DİLMAÇ
Kimya Mühendisliği Anabilim Dalı
Çankırı Karatekin Üniversitesi

Üye **:** Dr. Öğr. Üyesi Zehra ÖZBAŞ
Kimya Mühendisliği Anabilim Dalı
Çankırı Karatekin Üniversitesi

Yukarıdaki sonucu onaylarım

Prof. Dr. İbrahim ÇİFTÇİ

Enstitü Müdürü

ETİK İLKE VE KURALLARA UYGUNLUK BEYANNAMESİ

Çankırı Karatekin Üniversitesi Lisansüstü Eğitim-Öğretim ve Sınav Yönetmeliğine göre hazırlamış olduğum "**Grafen Oksit ve Gümüş Nano Parçacık İçeren DOTP Katkılı PVA Kompozitlerinin Sentezi, Karakterizasyonu ve Çok Yanıtlı Eniyilemesi**" konulu tezin bana ait, özgün bir çalışma olduğunu; çalışmamın hazırlık, veri toplama, analiz ve bilgilerin sunumu olmak üzere tüm aşamalarında bilimsel etik ilke ve kurallara uygun davrandığımı, tezin içerdiği yenilik ve sonuçları başka bir yerden almadığımı, tezde kullandığım eserleri usulüne göre kaynak olarak gösterdiğimi, tezin Çankırı Karatekin Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü'nden başka bir bilim kuruluna akademik amaç ve unvan almak amacıyla vermediğimi ve bu çalışmanın Çankırı Karatekin Üniversitesi tarafından kullanılan "Bilimsel İntihal Tespit Programı"yla tarandığını, "intihal içermediğini" beyan ederim. Çalışmamla ilgili yaptığım bu beyana aykırı bir durumun saptanması halinde ortaya çıkacak tüm ahlaki ve hukuki sonuçlara razı olduğumu bildiririm. Çankırı Karatekin Üniversitesi Lisansüstü Eğitim Öğretim ve Sınav Yönetmeliğinin ilgili maddeleri uyarınca gereğinin yapılmasını arz ederim (21/07/2022).

Özge BİLDİ CERAN

Bu çalışma Çankırı Karatekin Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Koordinasyon Birimi tarafından MF061218D04 numaralı proje ve Türkiye Bilimsel ve Teknolojik Araştırma Kurumu tarafından 218M954 numaralı proje ile desteklenmiştir.

ÖZET

Doktora Tezi

GRAFEN OKSİT VE GÜMÜŞ NANO PARÇACIK İÇEREN DOTP KATKILI PVA KOMPOZİTLERİNİN SENTEZİ, KARAKTERİZASYONU VE ÇOK YANITLI ENİYİLEMESİ

Özge BİLDİ CERAN

Çankırı Karatekin Üniversitesi
Fen Bilimleri Enstitüsü
Kimya Mühendisliği Anabilim Dalı

Danışman: Prof. Dr. Osman Nuri ŞARA
Eş Danışman: Doç. Dr. Barış ŞİMŞEK

PET'in kimyasal geri dönüşümü ile elde edilen ve monomerik bir bileşik olan dioktil tereftalat, ortoftalat içermeyen ve kanserojen olmayan özelliklerinden dolayı dioktil ftalat, diizoktil ftalat, diisononil ftalat ve diizodesil ftalat gibi geleneksel ftalat plastikleştiricilere önemli bir alternatif olması sebebiyle büyük ilgi çekmektedir. Bu çalışma, grafen oksit ve gümüş nano parçacıklar ile modifiye edilmiş dioktil tereftalat katkılı polivinil alkol kompozitlerinin üretimine, karakterizasyonuna ve aynı zamanda mekanik, hidrofilik ve termal özellikler gibi film özelliklerinin kalite kriterlerine göre optimizasyonuna odaklanmıştır. Sentezlenen kompozit filmlerin ürün özellikleri TOPSIS tabanlı Taguchi yöntemi kullanılarak belirlenmiştir. Dioktil tereftalat, polivinil alkol matrisine yüksek elastisite modülü ile hidrofilik ve termal kararlılık gibi dikkate değer özellikler kazandırmıştır. Optimum dioktil tereftalat ile birleştirilmiş polivinil alkol filmlerin, referans polivinil alkol filmden yaklaşık 2 kat daha düşük temas açısına ve yaklaşık 13 kat daha yüksek elastisite modülüne sahip olduğu görülmüştür. Dioktil tereftalat kullanımının polivinil alkol kompozit filmi (DP5) için sertlikte, elastisite modülünde ve temas açısında aynı anda iyileşme sağladığı belirlenmiştir. Aynı zamanda dioktil tereftalat ilavesiyle düşük ağırlık kayıplarıyla kompozit filmler sentezlenmiştir. Böylece dioktil tereftalatın, toksik ftalat plastikleştiriciler yerine tercih edilmesiyle lifler, tek kullanımlık yatak bezi veya endüstriyel temizleme bezi, hidrofilik membranlar, koruyucu ambalaj malzemeleri, yüksek maliyetli beton lif katkıları ve 3D baskılama teknolojisi gibi sektörlerde uygulanma amacıyla daha dayanıklı ve hidrofilik kompozit filmler üretmek için yeni bir alan önerisi sunulmuştur. Bu sayede PET'in katı atık bertarafı için de gelecek vaat eden bir yöntem ortaya konmuştur.

2022, 151 sayfa

ANAHTAR KELİMELER: Çok yanıtlı eniyileme, DOTP katkılı PVA kompozitleri, TOPSIS tabanlı Taguchi yöntemi, Ürün tasarımı

ABSTRACT

PhD Thesis

SYNTHESIS, CHARACTERIZATION AND MULTI-RESPONSE OPTIMIZATION OF DOTP DOPPED PVA COMPOSITES CONTAINING GRAPHENE OXIDE AND SILVER NANO PARTICLE

Özge BİLDİ CERAN

Çankırı Karatekin University
Graduate School of Natural and Applied Sciences
Department of Chemical Engineering

Advisor: Prof. Dr. Osman Nuri ŞARA
Co-Advisor: Assoc. Prof. Dr. Barış ŞİMŞEK

Dioctyl terephthalate, a monomeric compound obtained by chemical recycling of PET, is of great interest as it is a significant alternative to conventional phthalate plasticizers such as dioctyl phthalate, diisooctyl phthalate, diisononyl phthalate and diisodecyl phthalate due to its non-carcinogenic and non-orthophthalate properties. This study focused on the production and characterization of dioctyl terephthalate doped polyvinyl alcohol composites modified with graphene oxide and silver nanoparticles, as well as the optimization of film properties according to quality criteria such as mechanical, hydrophilic and thermal properties. The product properties of synthesized composite films were determined using TOPSIS based Taguchi method. Dioctyl terephthalate has given the polyvinyl alcohol matrix remarkable properties such as high modulus of elasticity, hydrophilic and thermal stability. It was observed that polyvinyl alcohol films blended with optimum dioctyl terephthalate had approximately 2 times lower contact angle and approximately 13 times higher modulus of elasticity than reference polyvinyl alcohol film. The use of dioctyl terephthalate has been shown to simultaneously improve the hardness, elasticity modulus and contact angle for the polyvinyl alcohol composite film (DP9). At the same time, composite films with low weight losses were synthesized by adding dioctyl terephthalate. Thus, dioctyl terephthalate is preferred over toxic phthalate plasticizers, and a new field proposal has been presented to produce more durable and hydrophilic composite films for application in sectors such as fibers, disposable underpad or industrial swap, hydrophilic membranes, protective packaging materials, high-cost concrete fiber additives and 3D printing technology. In this way, a promising method has been presented for solid waste disposal of PET.

2021, 151 pages

Keywords: Multi-response optimization, DOTP doped PVA composites, TOPSIS based Taguchi method, Product design

ÖNSÖZ VE TEŞEKKÜR

Çalışmalarım boyunca kıymetli tecrübelerini, bilgilerini ve manevi desteklerini benden esirgemeyen, çalışmalarımın her safhasında önerileri ile beni yönlendiren değerli danışman hocam sayın Prof. Dr. Osman Nuri ŞARA ve eş danışman hocam sayın Doç. Dr. Barış ŞİMŞEK'e sonsuz teşekkürlerimi sunarım.

Hayatımın en güzel hediyesi olan kızım Nevra CERAN'a, her daim yanımda olan sevgili eşim Enver Caner CERAN'a, bugünlere gelmemdeki en büyük destekçilerim olan merhum babam Kamil BİLDİ'ye, annem Lebize BİLDİ'ye ve abim Ömür BİLDİ'ye gönülden teşekkürlerimi sunarım.

Bu çalışma, Türkiye Bilimsel ve Teknolojik Araştırma Kurumu tarafından finanse edilen Araştırma Projesi (TÜBİTAK-218M954) desteği ve Çankırı Karatekin Üniversitesi tarafından finanse edilen Bilimsel Araştırma Projesi (ÇAKÜ-BAP-MF061218D04) desteği ile gerçekleştirilmiştir. Türkiye Bilimsel ve Teknolojik Araştırma Kurumu ve Çankırı Karatekin Üniversitesi Bilimsel Araştırma Proje Yönetim Birimi'ne teşekkürlerimi sunarım.

Bu tez çalışması her koşulda arkamda duran, bana inanan ve benimle gurur duyan merhum babama ve varlığıyla bana güç veren kızıma ithaf edilmiştir.

Özge BİLDİ CERAN
Çankırı, Temmuz 2022

İÇİNDEKİLER

ÖZET ..... **i**
ABSTRACT ..... **ii**
ÖNSÖZ VE TEŞEKKÜR ..... **iii**
İÇİNDEKİLER ..... **iv**
SİMGELER DİZİNİ ..... **vi**
ŞEKİLLER DİZİNİ ..... **viii**
ÇİZELGELER DİZİNİ ..... **x**
1. GİRİŞ **1**
1.1 DOTP Kompozitleri **1**
1.2 Hibrit Fiber Katkılı Tasarlanmış Çimento Kompozitleri **3**
1.3 TOPSIS Tabanlı Taguchi Yöntemi **6**
1.3.1 Deney tasarımı **6**
1.3.2 Performans kriteri **11**
1.3.3 Sinyal gürültü oranı ve performans istatistiği **11**
1.3.4 Ortogonal dizinler **13**
1.3.5 İstatistiksel analiz **14**
1.3.6 TOPSIS yöntemi **15**
1.3.7 Veri çiftleri için hipotez testi **18**
1.4 Çalışmanın Kapsamı ve Amacı **19**
2. KAYNAK ÖZETLERİ **21**
2.1 DOTP Kompozitleri **21**
2.2 Hibrit Fiber Katkılı Tasarlanmış Çimento Kompozitleri **30**
3. MATERYAL VE YÖNTEM **39**
3.1 Malzemeler **39**
3.2 Metodoloji **39**
3.3 Nano Malzemelerin Hazırlanması ve Karakterizasyonu **41**
3.3.1 Grafen oksitin sentezi ve karakterizasyonu **41**
3.3.2 Gümüş nano parçacıkların sentezi ve karakterizasyonu **45**
3.3.3 Dioktil tereftalat ve karakterizasyonu **49**
3.3.4 Nano kompozit sentezi ve çözelti döküm yöntemi (solution casting method) **51**

3.4 Deneysel Tasarım ve Optimizasyon 52
3.4.1 Kalite kriterleri (yanıtlar) 52
3.4.2 Faktörler ve seviyeleri 54
4. BULGULAR 58
4.1 DOTP/PVA Kompozit Filmlerinin Sentezi ve Karakterizasyonu 58
4.1.1 DOTP/PVA kompozit filmlerinin sentezi 58
4.1.2 DOTP/PVA kompozit filmlerinin karakterizasyonu 58
4.2 DOTP/PVA/GO Kompozit Filmlerinin Sentezi ve Karakterizasyonu 60
4.2.1 DOTP/PVA/GO kompozit filmlerinin sentezi 60
4.2.2 DOTP/PVA/GO kompozit filmlerinin karakterizasyonu 61
4.3 DOTP/PVA/Ag Kompozit Filmlerinin Sentezi ve Karakterizasyonu 63
4.3.1 DOTP/PVA/Ag kompozit filmlerinin sentezi 63
4.3.2 DOTP/PVA/Ag kompozit filmlerinin karakterizasyonu 64
4.4 Kompozit Filmler İçin Önerilen Bağlantı Mekanizması 66
4.5 Deneysel Sonuçlar 68
4.5.1 Mekanik özellikler 69
4.5.2 Hidrofilik özellikler 75
4.5.3 Termal özellikler 79
4.6 Optimum Sonuçlar 83
5. TARTIŞMA VE SONUÇ 89
5.1 Sentezlenen Kompozit Filmlerin Karşılaştırılması 89
5.2 Morfolojik Analiz 90
5.3 PVA/GO ve PVA/Ag Kompozit Filmleri ile Karşılaştırma 94
5.4 Tartışma 95
5.5 Sonuçlar 100
6. KAYNAKLAR 101
EKLER 119
ÖZGEÇMİŞ 151

SİMGELER DİZİNİ

º	Derece
%	Yüzde
°C	Santigrat derece
µm	Mikrometre
AFM	Atomik Kuvvet Mikroskobu
$AgNO_3$	Gümüş nitrat
AgNP	Gümüş nano parçacık
CAC	Kalsiyum alüminat çimento
cm	Santimetre
CTEM	Yüksek Kontrastlı Geçirimli Elektron Mikroskobu
CO_2	Karbondioksit
Dc	Doğru akım
dk	Dakika
DOTP	Dioktil tereftalat
DSC	Diferansiyel Taramalı Kalorimetre
DP	DOTP/PVA kompozit filmleri
DPA	DOTP/PVA/Ag kompozit filmleri
DPG	DOTP/PVA/GO kompozit filmleri
Ea	Aktivasyon enerjisi
ECC	Tasarlanmış çimentolu kompozitler
eV	Elektron volt
F/g	Spesifik kapasitans
FRC	Fiber katkılı betonarme
FTIR	Fourier Dönüşümlü Kızıl Ötesi Spektroskopisi
g	Gram
GAM	Glikoz/$AgNO_3$ mol oranı
GO	Grafen oksit
GPa	Giga paskal
HCl	Hidroklorik asit
H_2O_2	Hidrojen peroksit
H_2SO_4	Sülfürik asit
H_3PO_4	Orto fosforik asit
J	Joule
K	Kelvin
kGy	Kilo gray
kHz	Kilohertz
$KMnO_4$	Potasyum permanganat
M	Molar
Mev	Mega elektron volt

mL	Mililitre
mm	Milimetre
MgO	Magnezyum oksit
MPa	Mega paskal
NaOH	Sodyum hidroksit
nm	Nanometre
NMR	Nükleer Manyetik Rezonans Spektroskopisi
PC	Portland çimentosu
PE	Polietilen
PEDOT	Poli(3,4-etilen dioksitiofen)
PET	Polietilen tereftalat
PFTS	Perflorooktiltriklorosilan
PI-RCA	PVA emdirilmiş geri dönüştürülmüş beton agrega
PSS	Polistiren sülfonat
PP	Polipropilen
PVA	Polivinil alkol
RCA	Geri dönüşümlü agrega
rGO	İndirgenmiş grafen oksit
RPC	Reaktif toz beton
RSM	Cevap yüzeyi yöntemi
S	Siemens
S/N	Sinyal gürültü oranı
SAC	Sülfoalüminat çimento
SCC	Kendiliğinden yerleşen beton
SEM	Taramalı Elektron Mikroskobu
EDX	Enerji Dağıtıcı X-Işını Spektroskopisi
SHCC	Gerinim sertleşme çimento kompozitleri
SiO_2	Silisyum dioksit
TEM	Transmisyon Elektron Mikroskobu
TGA	Termogravimetrik Analiz
TIP	Titanyum tetra izopropoksit
TiO_2	Titanyum dioksit
TOPSIS	İdeal çözümlere yakınlık yoluyla tercihlerin sıralanması tekniği
UV-VIS	Ultraviyole ve Görünür Işık Absorpsiyon Spektroskopisi
XRD	X-Işını Difraktometresi

ŞEKİLLER DİZİNİ

Şekil 1.1 Deney tasarım sürecinin aşamaları (Şimşek 2014) 8
Şekil 3.1 Nano malzemelerle modifiye edilen DOTP/PVA kompozit filmlerinin üretimi ve karakterizasyonu 40
Şekil 3.2 GO numunelerinin FTIR spektrumu 42
Şekil 3.3 GO numunelerinin karakterizasyonu a) Raman, b) XRD 43
Şekil 3.4 GO numunelerinin a) SEM görüntüsü, b) EDX analizi ve Lerf modeli ve c) AFM görüntüsü 44
Şekil 3.5 Gümüş nano parçacıkların UV-VIS spektrumu (glikoz/$AgNO_3$ mol oranı: 10) 45
Şekil 3.6 Gümüş nano parçacıkların FTIR spektrumu (glikoz/$AgNO_3$ mol oranı: 10) 46
Şekil 3.7 Gümüş nano parçacıkların a) TEM görüntüsü, b) TEM görüntüsüne dayalı Image J ile hazırlanan parçacık boyut dağılımı (glikoz/$AgNO_3$ mol oranı: 5) 47
Şekil 3.8 Gümüş nano parçacıkların Zetasizer analizi (glikoz/$AgNO_3$ mol oranı: 5) 48
Şekil 3.9 Gümüş nano parçacıkların SEM-EDX analizi (glikoz/$AgNO_3$ mol oranı: 5) 49
Şekil 3.10 Atık PET taneleri ile elde edilen DOTP'nin NMR spektrumu 50
Şekil 3.11 Atık PET taneleri ile elde edilen DOTP'nin FTIR spektrumu 51
Şekil 4.1 DP kompozit filmlerinin üretimine ait deney fotoğrafları a) Çözeltinin petri kabına dökülmesi, b) Kompozit filmin kuruduktan sonraki görüntüsü ve c) Kompozit filmin petri kabından sıyrılması 58
Şekil 4.2 DP kompozit filmlerinin FTIR spektrumları 59
Şekil 4.3 DP kompozit filmlerinin Raman spektrumları 60
Şekil 4.4 DPG kompozit filmlerinin üretimine ait deney fotoğrafları a) Çözeltinin petri kabına dökülmesi, b) Kompozit filmin kuruduktan sonraki görüntüsü ve c) Kompozit filmin petri kabından sıyrılması 61
Şekil 4.5 DPG kompozit filmlerinin FTIR spektrumları 62
Şekil 4.6 DPG kompozit filmlerinin Raman spektrumları 63
Şekil 4.7 DPA kompozit filmlerinin üretimine ait deney fotoğrafları a) Çözeltinin petri kabına dökülmesi, b) Kompozit filmin kuruduktan sonraki görüntüsü ve c) Kompozit filmin petri kabından sıyrılması 64
Şekil 4.8 DPA kompozit filmlerinin FTIR spektrumları 65
Şekil 4.9 DPA kompozit filmlerinin Raman spektrumları 66
Şekil 4.10 Nano malzemelerle modifiye edilen DOTP/PVA kompozit filmleri için önerilen bağlantı mekanizması a) DP, b) DPG ve c) DPA 67
Şekil 4.11 DP kompozit filmlerinin sertlik özelliği için ana etki grafikleri 70
Şekil 4.12 DPG kompozit filmlerinin sertlik özelliği için ana etki grafikleri 71
Şekil 4.13 DPA kompozit filmlerinin sertlik özelliği için ana etki grafikleri 72
Şekil 4.14 DP kompozit filmlerinin elastisite modülü özelliği için ana etki grafikleri 73
Şekil 4.15 DPG kompozit filmlerinin elastisite modülü özelliği için ana etki grafikleri 74

Şekil 4.16 DPA kompozit filmlerinin elastisite modülü özelliği için ana etki grafikleri 75
Şekil 4.17 DP kompozit filmlerinin temas açısı özelliği için ana etki grafikleri 76
Şekil 4.18 DPG kompozit filmlerinin temas açısı özelliği için ana etki grafikleri 77
Şekil 4.19 DPA kompozit filmlerinin temas açısı özelliği için ana etki grafikleri 78
Şekil 4.20 Kompozit filmlere yerleştirilen su damlacıklarının fotoğrafı a) DP6, b) DPG5 ve c) DPA6 78
Şekil 4.21 Özgül ısı kapasitesi için kompozit filmlerin ana etki grafikleri a) DP, b) DPG ve c) DPA 79
Şekil 4.22 DP9 kompozit filmi için elde edilen TGA eğrisi 81
Şekil 4.23 DP kompozit filmlerinin ağırlık kaybı özelliği için ana etki grafikleri 81
Şekil 4.24 DPG kompozit filmlerinin ağırlık kaybı özelliği için ana etki grafikleri..... 82
Şekil 4.25 DPA kompozit filmlerinin ağırlık kaybı özelliği için ana etki grafikleri..... 83
Şekil 5.1 Kompozit filmler için box plot grafikleri (değerlerin ortalaması cinsinden) a) Sertlik, b) Elastisite modülü, c) Temas açısı, d) Özgül ısı kapasitesi ve e) Ağırlık kaybı..... 90
Şekil 5.2 Referans PVA filminin a) Optik mikroskop görüntüsü ve b) Parçacık boyut analizi 91
Şekil 5.3 Optimum DP kompozit filmlerinin a) Optik mikroskop görüntüsü (DP5), b) Parçacık boyut analizi (DP5), c) Optik mikroskop görüntüsü (DP9) ve d) Parçacık boyut analizi (DP9)..... 92
Şekil 5.4 Optimum DPG kompozit filminin (DPG9) a) Optik mikroskop görüntüsü, b) Parçacık boyut analizi..... 93
Şekil 5.5 Optimum DPA kompozit filminin (DPA7) a) Optik mikroskop görüntüsü, b) Parçacık boyut analizi..... 93
Şekil 5.6 Yaygın kullanılan kompozit filmlerle sentezlenen kompozit filmlerin karşılaştırılması (En başarılı kompozit filmler: sertlik ve temas açısı için DP5, elastisite modülü için DP9, özgül ısı kapasitesi için PVA/GO, ağırlık kaybı için DP9) (Ceran *et al.* 2020) 95

ÇİZELGELER DİZİNİ

Çizelge 1.1 İki seviyeli ortogonal dizin örneği (Phadke 1995) 14
Çizelge 3.1 DOTP'nin özellikleri (Şimşek *et al.* 2018b) 49
Çizelge 3.2 Kalite kriterleri 54
Çizelge 3.3 DP kompozit filmleri için faktörler ve seviyeleri 55
Çizelge 3.4 DPG kompozit filmleri için faktörler ve seviyeleri 55
Çizelge 3.5 DPA kompozit filmleri için faktörler ve seviyeleri 55
Çizelge 3.6 DP kompozit filmleri için deneysel tasarım ve detayları 56
Çizelge 3.7 DPG kompozit filmleri için deneysel tasarım ve detayları 56
Çizelge 3.8 DPA kompozit filmleri için deneysel tasarım ve detayları 57
Çizelge 4.1 DP kompozit filmleri için deneysel sonuçlar 68
Çizelge 4.2 DPG kompozit filmleri için deneysel sonuçlar 68
Çizelge 4.3 DPA kompozit filmleri için deneysel sonuçlar 69
Çizelge 4.4 DP kompozit filmleri için TOPSIS yönteminin uygulanması 85
Çizelge 4.5 DPG kompozit filmleri için TOPSIS yönteminin uygulanması 86
Çizelge 4.6 DPA kompozit filmleri için TOPSIS yönteminin uygulanması 87
Çizelge 4.7 Optimum olarak belirlenen kalite kriterlerine ait özet tablo 88
Çizelge 4.8 Optimum olarak belirlenen kalite kriterlerinin iyileşme/kötüleşme oranları 88

1. GİRİŞ

1.1 DOTP Kompozitleri

Polietilen tereftalat (PET) düşük maliyetli ve hafif oluşu, dayanıklılığı ve esnekliği sebebiyle geniş bir uygulama alanına sahiptir (Aryan *et al.* 2019). Artan PET üretimi PET'in atık olarak elden çıkarılması sorununu gündeme getirmektedir (Strungaru *et al.* 2019). Avrupa Birliği ve Birleşik Krallık'ta plastik atıkların belediye katı atıklarının %10-13'ünü oluşturduğu ve bu katı atıkların %7'sinin (1,7 milyon ton) PET'ten kaynaklandığı belirtilmektedir (Diaz-Silvarrey *et al.* 2018). Piroliz ve kimyasal geri kazanım yoluyla katı atık sahalarında imha etme (Siddiqui *et al.* 2012) gibi bazı çözümler PET atıklarının geri dönüşümü için önerilmiştir (Carniel *et al.* 2017, Nguyet *et al.* 2018). Buna rağmen PET bertarafı için katı atık sahalarının kullanımı çok fazla depolama alanı kullanımı ve pahalı olması sebebiyle gerçekçi bir çözüm olmaktan uzaktır (Carniel *et al.* 2017, Castro and Carniel 2017). PET'in piroliz yoluyla bertarafı yöntemi özellikle yüksek enerji maliyetleri, karbon ve toksik gaz emisyonlarını içerir (Viante *et al.* 2018, Liu *et al.* 2019). Atık PET'in kimyasal yolla geri dönüşümü ise bir yandan bazı düşük moleküllerin geri kazanılmasında fayda sağlarken diğer yandan da değerli kimyasalların üretilmesinin önünü açacaktır (Ding *et al.* 2014). Bu kimyasal geri dönüşüm ile elde edilen dimetil tereftalat, bis (2-hidroksietil) tereftalat, bis (2-etilheksil) tereftalat veya tereftalik asit gibi monomerik bileşikler PET ya da diğer sentetik kimyasalların üretimi için kullanılabilirdir (García *et al.* 2017). PET'ten kimyasal geri dönüşüm yoluyla elde edilebilen kimyasallar, çevresel kirlilik sorunlarına neden olan piroliz gibi işlemlerle bertaraf edilmesine göre daha tercih edilirdir (Moharir and Kumar 2019).

Dioktil tereftalat (DOTP) olarak da bilinen bis (2-etilheksil) tereftalat diğer plastikleştiricilerle kıyaslandığında düşük uçuculuk, daha düşük viskozite ve daha yüksek elektriksel dirence sahip önemli bir plastikleştiricidir. DOTP aynı zamanda ortoftalat içermez ve kanserojen olan plastikleştiricilere önemli bir alternatiftir (Ding *et al.* 2014, Zhou *et al.* 2019, Şimşek *et al.* 2019a, Tran *et al.* 2021). DOTP kopolimerlerde, boyalarda, doymamış poliesterlerde, poliizosiyanürat köpüklerde, tekstil yumuşatıcılarda, poliüretan kaplamalarda, çimento esaslı malzemelerde (Xi *et al.* 2005,

López-Fonseca *et al.* 2010, Purohit *et al.* 2012, Al-Sabagh *et al.* 2014, García *et al.* 2017, Jamdar *et al.* 2017, Viante *et al.* 2018) ve tıbbi cihazlarda (Malarvannan *et al.* 2019) polimer matris üretmek için kullanılır. Bunun yanı sıra üreticiler son yıllarda müşteri talebine göre yıllık DOTP üretim miktarlarını artırmaktadır (BASF 2017, Oxea 2018). Örneğin 2017'de BASF grubu, bir önceki yılın aynı dönemine göre %12 daha yüksek DOTP satışı elde etmiş ve bu satış rakamlarına dayanarak, BASF, DOTP üretim kapasitesini artırmaya karar vermiştir (BASF 2017). Bu nedenle, DOTP kaçınılmaz olarak doğal ortama girecek ve birikecektir (Tran *et al.* 2021).

Araştırmacılar daha verimli kimyasal geri dönüşüm prosesleri elde edebilmek için ciddi çaba sarf etmektedir. Örneğin, Chen vd. (2014) atık PET'ten DOTP üretmek için kosolvent olarak iyonik sıvılı izooktil alkol kullanmış, alkoliz proses maliyetini ve üretim verimini iyileştirmişlerdir (Chen *et al.* 2014). Ding vd. (2014) ise DOTP üretimi için sub ve süper kritik izooktil alkoldeki PET alkoliz kinetiği üzerine çalışmışlardır. Süper kritik izooktil alkolü dikkatlice kontrol ederek yüksek DOTP verimi elde etmişlerdir (Ding *et al.* 2014). Torpanyacharn vd. (2018) PET'ten bis (2-hidroksietil) tereftalatın üretilmesi için metakrilat öncüleri geliştirmişlerdir (Torpanyacharn *et al.* 2018). Nguyet vd. (2018) glikolle modifiye edilmiş PET'in kimyasal olarak geri dönüşümü için katalitik glikoliz koşullarını iyileştirmişlerdir. Geleneksel çinko asetat ile olduğu gibi glikoliz ürününe göre optimum koşullar altında reaksiyon hızını üç kat arttırmışlardır (Nguyet *et al.* 2018). Zhou vd. (2019) çözücü olarak 2-etil-1-heksanol kullanarak PET'in alkolizinden DOTP'yi sentezlemiş, ucuz olması ve düşük toksisitesi nedeniyle katalizörler olarak kolin klorür bazlı derin ötektik çözücüler kullanmışlardır (Zhou *et al.* 2019). Şimşek vd. (2018) betona DOTP ekleyerek DOTP miktarının artmasıyla betonun elektrik direncinin arttığını bildirmişlerdir. Ayrıca DOTP'nin yüksek korozyon direncinden dolayı yapı malzemelerinde kullanılabileceğini belirtmişlerdir (Şimşek *et al.* 2018b). Viante vd. (2018) manyetik mikro kürecikler hazırlamak için PET'in katalize edilmiş glikolizinden elde edilen bis (2-hidroksietil) tereftalat monomerini kullanarak yeni bir bileşik geliştirmiş ve PET atıklarının değerlendirilmesi için yeni bir alan sunmuşlardır (Viante *et al.* 2018). Önceki çalışmaların sonuçlarına bakıldığında, DOTP'nin diğer malzemeler üzerindeki etkisinin çekiciliğinin kademeli olarak artacağı kanıtlanmıştır.

Kompozit filmler tasarlama yeteneği, yeni ortaya çıkan esnek teknolojiler, paketleme ve tıbbi teknolojilere olan talebin artması nedeniyle (Vopson *et al.* 2017) büyük ilgi çekmektedir (Voronov and Atarah 2018). Kompozit filmler fotovoltaik (Ryan *et al.* 2013), hidrofilik (Brown and Bhushan 2015) veya hidrofobik saydam yüzey (Eshaghi and Aghaei 2019), elektrotlar (Wu *et al.* 2019), transistörler (Yu and Feng 2019), güneş pilleri (Elsheikh *et al.* 2019), lityum iyon piller (Salah *et al.* 2019), enerji depolama (Timoumi *et al.* 2018), tekstil ürünleri (Honarvar *et al.* 2017), biyosensör uygulamaları (Sertel *et al.* 2019) ve tıbbi sektörler ile çocuk bezi veya bandaj üretimi (Malarvannan *et al.* 2019) için oldukça caziptir. DOTP, belirtilen özellikleri nedeniyle film üretimi için uygun bir malzeme olabilir.

Polivinil alkol (PVA) toksik ve kanserojen olmaması, yüksek termal kararlılığa, yüksek optik geçirgenliğe, yüksek esnekliğe, kimyasal dirence sahip ve çevre dostu olması sebebiyle en çok tercih edilen film oluşturma malzemelerinden biridir (Alrowaili *et al.* 2020, Uygunoğlu *et al.* 2021). Ayrıca, üstün mekanik özellikleri, yüksek hidrofilikliği, suda yüksek dispersiyon oranı ve kütlesel miktarlarda toksik olmayan üretim imkânı ile grafen oksit (GO) (Gahlot *et al.* 2015, Kashyap *et al.* 2016, Goumri *et al.* 2017, Hebbar *et al.* 2019, Uygunoğlu *et al.* 2021) ve anti bakteriyel etki, toksisite içermeyen sentez ve çevre dostu üretim süreci gibi benzersiz özelliklere sahip gümüş nano parçacıklar (AgNP'ler) (Chahal *et al.* 2016, Koduru *et al.* 2016, Mukherjee *et al.* 2017, El-Shamy *et al.* 2018, Uygunoğlu *et al.* 2021) yüksek çekme dayanımı, kopma uzaması, termal kararlılık, elektriksel iletkenlik ve ayrıca anti bakteriyel özellikler sağlamak için yaygın olarak kullanılırlar. Bu malzemeler DOTP ile bir film matrisi üretmek için belirlenen amaç doğrultusunda bu çalışmada seçilmiştir.

1.2 Hibrit Fiber Katkılı Tasarlanmış Çimento Kompozitleri

Yüksek basınç dayanımlı betona olan ihtiyaç gün geçtikçe artmaktadır (Teng *et al.* 2018). Bununla birlikte, yüksek dirençli beton üretimi yüksek miktarda çimentoya (Celik *et al.* 2014), yüksek miktarda çimento kullanımı ise yüksek beton üretim maliyetlerine ve çevresel dezavantajlara sahip karbon emisyonlarına yol açmaktadır (Liew *et al.* 2017). Bu dezavantajları ortadan kaldırmak için silis dumanı (Ardalan *et al.* 2017), uçucu kül

(Bicer 2018) ve yüksek fırın cürufu (Senani *et al.* 2018) gibi mineraller betona eklenmiştir. Betonda çimento kullanımının mineral katkılar ile kısmen azaldığı (Hadi *et al.* 2018), akış kabiliyeti (Lu *et al.* 2018a) ve karbonatlaşma derinliği (Xu and Shi 2018) gibi beton özelliklerinin geliştiği tespit edilmiştir. Her ne kadar kimyasal ve mineral katkılar betonda bazı iyileşmelere yol açsa da betonun düşük yarma dayanımı ve kimyasal dirence sahip olması durumu hala geliştirilmektedir (Sun *et al.* 2018).

Beton içerisinde fiber kullanımı, yüksek yarma ve eğilme dayanımı, kimyasal dayanım, enerji emme kabiliyeti ve yapıdaki çatlakların önlenmesi için kullanılmaktadır (Teng *et al.* 2014, Noushini *et al.* 2018, Teng *et al.* 2018). Betonda en çok kullanılan fiberlerden biri çelik fiberdir. Çelik fiber %98 hacim oranında kullanıldığında betonun yarmada çekme dayanımını artırdığı görülmüştür (Song and Hwang 2004). Çelik fiber kullanımının elektriksel direnci (Uygunoğlu *et al.* 2018) ve eğilme dayanımını (Iqbal *et al.* 2015) artırırken betonun basınç dayanımını düşürdüğü; hacimce %26 oranında çelik fiber kullanımı ile de betondaki çatlak alanının azaldığı belirtilmiştir (Iqbal *et al.* 2015). Bununla birlikte, çelik fiberler betonu ağırlaştırır ve kanalizasyon, deniz kenarı, liman ve iskele gibi agresif çevre koşullarına maruz kalan betonarme yapılar için uygun değildir (Jiang *et al.* 2014, Shafiq *et al.* 2016). En yaygın kullanılan ikinci fiber ise bazalt fiberdir ve betonun mekanik ve eğilme dayanımını (Algin and Ozen 2018) ve termal kararlılığını (Shafiq *et al.* 2016) geliştirir (24 mm uzunluk ve %0,5 hacimsel oran ile %19 iyileştirme oranı). Ancak bazalt fiberin üretim maliyeti oldukça yüksektir. Polipropilen fiberlerin betonun su geçirgenliğini, karbonatlaşma derinliğini ve dayanıklılığını arttırdığı da tespit edilmiştir (Zhang and Li 2013, Akand *et al.* 2018), ancak betonun diğer özellikleri üzerinde diğer fiberlerden daha az etkili olduğu tespit edilmiştir (Monteiro *et al.* 2018, Shanour *et al.* 2018).

En çok kullanılan diğer fiberlerin yanı sıra cam fiber ile güçlendirilmiş fiberler (Anandaraj *et al.* 2019) ve karbon fiberler (Lu *et al.* 2018b) de agresif çevre koşullarına dayanıklı (Safiuddin *et al.* 2018), yüksek mekanik mukavemetli (Kasagani and Rao 2018) beton üretimi için araştırılmıştır. Aynı zamanda bazalt-polipropilen (Fu *et al.* 2018), polipropilen-çelik (Monteiro *et al.* 2018), bazalt-cam fiber (Kizilkanat *et al.* 2015), karbon fiber-çelik fiber (Lu *et al.* 2018b) gibi hibrit fiberlerin kullanılması

yaygınlaşmıştır. Yani araştırmacılar iki ya da daha fazla fiberi aynı anda tercih ederek, tek başına kullanılan fiberlerin sorunlarını çözmek için kullanmışlardır (Shafiq *et al.* 2016). Bununla birlikte betonda hibrit fiberlerin kullanımının en büyük dezavantajı, yüksek kullanım dozu, üretim maliyeti ve fiberlerin bir kompozit formunda (matris içerisinde) değil de ayrı ayrı betona ilave edilmesidir.

Polivinil alkol (PVA) fiberler polipropilen fiberlere göre daha yüksek kayma ve yarma dayanımına (Xu *et al.* 2018) ve polietilen fiberlerden daha ucuz üretim maliyetine (Meng *et al.* 2017) sahip olduklarından giderek daha ilgi çekici hale gelmektedir. Polivinil alkol çevre dostu olması sebebiyle inşaat endüstrisi için de önemli bir malzemedir (Ma *et al.* 2015). Tasarlanmış çimentolu kompozitler (ECC) için en çok tercih edilen fiber tipi yüksek çekme dayanımla (Al-Gemeel and Zhuge 2019) üretim sağladığı kanıtlanmış olan PVA fiberlerdir (Pan *et al.* 2015). ECC enerjiyi emme kabiliyetine sahip olması (Soe *et al.* 2013), çoklu çatlaklardan kaçınma (Pan *et al.* 2015), 4-6 MPa'lık çekme dayanımına sahip olması (Said and Razak 2015) ve sürdürülebilir inşaat malzemeleri üretimine (Mohammed *et al.* 2018b) imkân vermesi bakımından umut verici bir malzemedir. PVA fiber genellikle çimentoda en fazla %3 oranında "toz halinde" kullanılır (Kou and Poon 2010). PVA fiber takviyeli beton kontrol betona kıyasla daha küçük bir korozyon alanına (Kobayashi *et al.* 2018) nispeten yüksek elastisite modülüne (Noushini *et al.* 2013), gerilme dayanım kapasitesine (Zhang and Zhang 2018), daha yüksek işlenebilirliğe, su tutma kabiliyetine, daha düşük basınç dayanımına (Kou and Poon 2010, Noushini *et al.* 2013, Issa and Assaad 2016, Sanchayan and Foster 2016, Abid *et al.* 2018, Ahmad and Umar 2018, Nematzadeh *et al.* 2018, Wang *et al.* 2018, Zhu *et al.* 2018) ve kuruma rötresine (Mastali *et al.* 2018) sahiptir.

Bu dezavantajların üstesinden gelmek için cam fiber (Zhang and Zhang 2018), çelik fiber (Sun *et al.* 2018), metakaolin (Shanour *et al.* 2018), polipropilen (Li *et al.* 2018, Zhu *et al.* 2018) ve polietilen (Kobayashi *et al.* 2018) PVA ile ECC üretmek için kullanılmıştır. ECC'nin basınç dayanımı bazalt fiber (Xu *et al.* 2018) ve nano silika (Shafiq *et al.* 2016, Sun *et al.* 2018) ile desteklenmiş çelik fiber takviyeli PVA kullanımı ile artırılmıştır. Ancak yine en büyük dezavantajlardan biri çelik fiberlerin agresif çevre koşulları altında aşındırıcı bir yapıya sahip olmaları, bazalt fiber üretim maliyeti ve nano silika gibi

malzemelerin küresel silika içerdiklerinden kanserojen olmalarıdır. Grafen oksit üstün mekanik özellikleri, yüksek hidrofilikliği, sudaki yüksek dispersiyon oranı, toksik olmaması ve büyük miktarlarda uygun maliyetli üretimi ile yapı endüstrilerinde (Mohammed *et al.* 2018a) çok sayıda uygulama alanı bulmuştur. Gümüş nano parçacıklar (AgNP'ler) de antibakteriyel etki, toksik olmayan ve çevre dostu üretim prosesi ile sentezlenme gibi benzersiz özelliklere sahiptir (Karhan *et al.* 2017).

1.3 TOPSIS Tabanlı Taguchi Yöntemi

Taguchi deney tasarımı diğer deney tasarım yöntemlerine göre sadece doğrusal etkileri dikkate alması nedeniyle en az deney sayısı içeren tasarımdır. Özellikle faktör sayısının beş ve daha fazla olduğu durumlarda tam faktöriyel tasarım ya da cevap yüzey yöntemi kullanıldığında deney sayısı oldukça fazlalaşmaktadır. Örneğin her biri üç seviyeli 5 faktör için tam faktöriyel tasarımda 3^5=243, cevap yüzey tasarımında Box-Behnken ile 96 deney gerekirken, Taguchi yönteminde (L_9=3^4) 9 deney yeterli olmaktadır. Maliyet ve deney süreleri dikkate alındığında Taguchi yöntemi en cazip deney tasarımı yöntemlerinden biridir. Etkileşim etkilerini dikkate almaması bu yöntemin bir dezavantajı olsa da Taguchi yönteminin başarısı hem akademik hem endüstriyel alanda defalarca doğrulanmıştır (Şimşek and Uygunoğlu 2016, Korucu *et al.* 2019, Şimşek 2019). Bununla birlikte Taguchi yöntemi diğer deney tasarımı yöntemleri gibi ancak tek yanıt optimizasyonu için kullanılır. Çok yanıtlı optimizasyon uygulamalarında problemin çözümü için TOPSIS yöntemi yaygınlıkla kullanılmaktadır. Diğer çok kriterli karar verme yöntemlerine göre TOPSIS yöntemi daha az karmaşık matematiksel işlemler içermesi nedeniyle tercih edilir (Şimşek *et al.* 2013, Ceran *et al.* 2019, Şimşek 2019).

1.3.1 Deney tasarımı

Kontrol altındaki bir sistemin farklı koşullarda bilinmeyen karakteristik özellikleri ve detayları üzerindeki etkilerini test etmek için uygulanan süreçler deney olarak adlandırılır. Deney tasarımı ise deney sırasında meydana gelen durumların belli koşullar ve ilkeler doğrultusunda geliştirilmesiyle düzenlenmesi, hedeflenen değişikliklerin uygulanması ve uygulama sonucunda elde edilen verilerin analiz edilmesidir (Şenoğlu ve

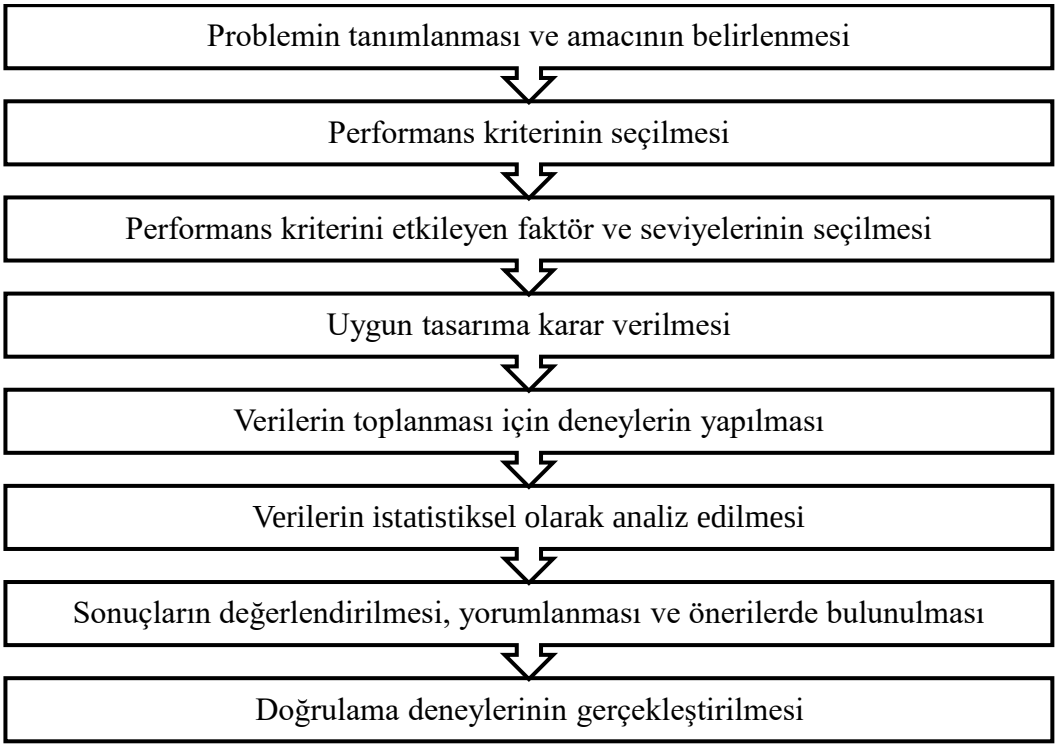
Acıtaş 2014). Proseste etkili olabileceği düşünülen proses değişkenlerinin değerleri sistemli bir şekilde değiştirilerek bazı sıralı deneylerin gerçekleştirilmesiyle deney tasarımı uygulanır (Şimşek 2014).

Deney tasarımı (DOE) ürün ve hizmetlerin kalitesini etkileyen faktörleri belirlemek için süreçlerin kontrolünde sıklıkla kullanılmıştır (Fávero and Belfiore 2019). DOE'nin kullanımı, yeni bir ürün geliştirme, üretim süreci ve iyileştirme sürecinde karar almanın bir parçası olarak birçok endüstride yaygınlaştırılmıştır (Durakovic 2017). Mühendislik uygulamalarında prosesteki değişkenlerin sayısını azaltarak kalitenin geliştirilmesi, prosesteki kalite kriterlerini etkileyen faktörlerin belirlenmesi ve böylece prosesin kalitesinin iyileştirilmesi için hangi faktörlerin hangi seviyelerde olması gerektiğinin belirlenmesi deneysel tasarımın sağladığı en önemli faydalardandır (Şimşek 2014). Deney tasarımının amaçları kısaca şu şekilde sıralanabilir:

- Hangi girdi değişkenlerinin cevap değişkenini en fazla etkilendiğinin belirlenmesi,
- Cevap değişkeninin istenen değere mümkün olduğu kadar yakın olması için girdi faktörlerinin ilgili değerlerinin belirlenmesi,
- Kontrol edilemeyen girdi faktörlerinin etkilerinin en aza indirilmesini sağlayacak kombinasyonların oluşturulması.

Deney tasarımı uygulanan bir proseste iyileştirme yapılacak olan değişken cevap değişkeni ya da bağımlı değişken olarak adlandırılır (Şenoğlu ve Acıtaş 2014). Cevap değişkeni üzerinde etkisi olan kontrol edilebilen ya da kontrol edilemeyen değişkenler faktör, faktörlerin derece ve yoğunlukları ise seviye olarak tanımlanır. Bu faktörler iki ya da daha fazla seviyeye sahip olabilirler (Şimşek 2014).

Bir proses veya deney sisteminde doğru sonuca ulaşılabilmesi için belirli aşamalara dikkat edilmesi gerekir. Bu aşamalar problemin planlanması ve tasarımıyla başlar, verilerin elde edilerek analiz edilmesi ve yorumlanmasıyla sona erer (Şenoğlu ve Acıtaş 2014). Bu doğrultuda deney tasarım sürecinin aşamaları Şekil 1.1'de gösterilmiştir.



Şekil 1.1 Deney tasarım sürecinin aşamaları (Şimşek 2014)

Problemin tanımlanması ve amacının belirlenmesi: Problemin açık bir şekilde tanımlanması, hedef ve amaçlarının belirlenmesi sorunun daha net anlaşılmasını sağlar ve böylece sorunun çözümüne büyük bir katkıda bulunur (Fávero and Belfiore 2019).

Performans kriterinin seçilmesi: Performans kriteri yani seçilen yanıt değişkeni süreci en iyi tanımlayacak ve faktör etkilerini net olarak ortaya koyabilecek bilgiyi sağlamalıdır (Şimşek 2014).

Performans kriterini etkileyen faktör ve seviyelerinin seçilmesi: Bir deney tasarımında, faktörlerin, proseste kullanılan seviyelerin ve bunların ilgili değişkenlik aralıklarının belirlenmesi en kritik aşamalardan biridir (Fávero and Belfiore 2019). Deneysel sürecin amacı faktörleri incelemek ise faktör seviyeleri genelde iki seviyeli olmak üzere az sayıda belirlenebilir ve bu seviyelerin aralığı geniş seçilerek hangi seviyelerde istenen sonucu verdiği incelenebilir. Böylece elde edilen sonuçlara göre gerekli olan aralık daraltılabilir (Şimşek 2014).

Uygun tasarıma karar verilmesi: Problemin amacına bağlı olarak uygun olan tasarım yöntemi seçilir. Uygun deneysel tasarım seçilirken deney sayısı, her bir deney için deneme sırası ve tekrarlama sayısı, bloklama gereksinimi ve faktörler arası etkileşim gibi kriterlere dikkat edilmesi gerekir. Elde edilen yanıtların istatistiksel olarak değerlendirilebilmesi için paket programlar (MINITAB, MATLAB, SAS, SPSS, Statistica, DESIGN EXPERT vb.) kullanılabilmektedir (Şimşek 2014).

Verilerin toplanması için deneylerin yapılması: Faktörler belirlenip uygun deneysel tasarıma karar verildikten sonra veriler toplanmalıdır. Bu süreçte deneysel prosedür dikkatle takip edilerek hataların deney geçerliliğini yok etmesine izin verilmemelidir. (Şimşek 2014).

Verilerin istatistiksel olarak analiz edilmesi: Kullanılan paket programlar yardımıyla basit grafiksel metotların uygulanması, sapma ve hata analizleri ile modelin uygunluğunun kontrol edilmesi sonuçların güvenilirliği ve geçerliliği açısından oldukça önemlidir (Şimşek 2014).

Sonuçların değerlendirilmesi, yorumlanması ve önerilerde bulunulması: Elde edilen verilerin istatistiksel analizlerinin gerçekleştirilmesinden sonra grafiksel yöntemlerden yararlanarak yorum ve çıkarımlarda bulunmak ve sonuca ulaşmak gerekmektedir (Şimşek 2014).

Doğrulama deneylerinin gerçekleştirilmesi: Elde edilen sonuçların geçerliliğini sınamak ve ürün performansını etkileyip etkilemediğine bakmak için belirlenen koşullarda doğrulama deneyleri gerçekleştirilmelidir (Durakovic 2017).

Deneysel hataların azaltılması amacıyla deneylerin tasarlanması sırasında kullanılan bloklaşma, rassallaştırma ve tekrarlama olmak üzere üç temel ilke bulunmaktadır. Bloklaşma deneyin hassaslığını artırmak için kendi içinde homojen, fakat kendi aralarında heterojen olacak şekilde blok denen grupların oluşturulmasını ifade eder (Şenoğlu ve Acıtaş 2014). Rassallaştırma hem deneysel materyallerin hem de sıralamanın rassal olarak dağıtılması böylece bilinmeyen ve kontrol edilemez değişkenlerin etkilerinin en

aza indirilmesidir. Tekrarlama ise temel deneyin aynı faktör düzeyleri ile tekrar edilmesi ve değişkenliğinin belirlenmesi anlamına gelir. Tekrar deneyleri tesadüfi ya da kontrol edilemeyen faktörlerin etkisiyle ortaya çıkan hataların tahmin edilmesine ve daha kesin bilgiye ulaşılmasına yardımcı olur (Şimşek 2014).

İstatistiksel olarak deneylerin tasarlanma teknikleri genel olarak iki grupta toplanabilir. Bunlar; i) Tam faktöriyel deney tasarımı ve ii) Kısmi faktöriyel deney tasarımıdır. Birden fazla seviyeye sahip birden fazla faktörün materyal üzerindeki etkisinin incelenmesi için kullanılan deneysel tasarım tam faktöriyel deney tasarımıdır. İncelenecek faktör ve seviyelerinin bütün kombinasyonlarında deneyler yapılır. Bütün kombinasyonlar ile deney yapılması deney sayısını artırırken, aynı zamanda deney maliyetini ve harcanan süreyi de önemli ölçüde etkiler. Bu dezavantajları azaltmak amacıyla kısmi faktöriyel deney tasarımı kullanılır. Bu yöntemde birden fazla sayıda faktörün seviyesi değiştirilir ve az sayıda deney yapılarak bütün faktörlerin seviyelerinin denenmesi sağlanır. Burada deney sayısı azaltılırken faktörlerde değil faktörler arasındaki etkileşimlerin sayısında azaltma yapmak gerekmektedir. Bu amaçla faktör seviyesi en yüksek ve en düşük olarak 2 seviyeli belirlenir (Şimşek 2014).

Deney tasarımı yeni bir teknik olmamasına rağmen son yirmi yılda ürün/süreç kalitesinin iyileştirilmesi, ürün optimizasyonu ve hizmetler dahil olmak üzere pek çok bilimsel alanda hızla yaygınlaşmıştır. Eğitimler ve son zamanlarda kullanıcı dostu ticari ve ticari olmayan istatistiksel yazılım paketleri bu dönemde araştırmalarda deney tasarımının genişlemesine önemli katkı sağlamıştır (Durakovic 2017). Deney tasarımı tıp, mühendislik, biyokimya, fizik ve bilgisayar bilimleri gibi pek çok disiplinde uygulanmaktadır (Şimşek 2014). Mevcut ve yeni bilimsel alanlardaki uygulamalar da dahil olmak üzere gelecekte deney tasarımı kullanımının artmasının devam etmesi beklenmektedir (Durakovic 2017).

Deney tasarımı teknikleri yalnızca istatistiksel bir yaklaşım değildir. Deney tasarımı aynı zamanda bütün araştırma-geliştirme faaliyetlerinde kullanılabilen ve iyileştirilmiş süreç çıktısı, maliyetlerin düşmesi, istenilen özelliklere daha yakın sonuçların elde edilmesi, sonuçların güvenilirliğinin sağlamlaştırılması, daha az zamanda ürün geliştirilmesi gibi

avantajlarıyla diğer kalite yöntemlerini destekleyici ve tamamlayıcı yöntemlerdir (Şimşek 2014).

1.3.2 Performans kriteri

Performans kriteri tüketicinin ihtiyaçları doğrultusunda kullanım amaçlarına en uygun olan ve mevcut prosesin kalitesinin belirlenmesini sağlayan özellik olarak tanımlanabilir. Bu özelliğin hedeflenen değer civarında sahip olduğu değişkenlik ise performans değişkenliğidir ve performans değişkenliğinin küçük olması performans kriterinin iyi kalitede olduğunun bir göstergesidir. Bir proseste bir tane performans kriteri olabileceği gibi birden fazla performans kriteri de belirlenebilir. Doğru ve aktif bir değerlendirme yapılabilmesi için performans kriterinin devamlı ölçülmesi önemlidir. Bu sayede kalitede meydana gelen ufak değişiklikler hızlı bir şekilde belirlenmiş olacaktır. Performans kriteri ölçümlerinin sürekli alınamadığı durumlarda ölçüm değerlerinin sayısının maksimum düzeyde tutulması gerekmektedir (Şimşek 2014).

1.3.3 Sinyal gürültü oranı ve performans istatistiği

Taguchi deney tasarımı yönteminde elde edilmiş olan deney sonuçları sinyal/gürültü (S/N) oranına çevrildikten sonra yorumlanmaktadır. S/N oranı; kalite kriterinin belirli hedefe bağlı performansını ölçmeye çalışır. Bu oran optimizasyon ve faktörlerin belirlenmesi amacıyla kullanıldığında hem optimizasyon adımları basitleştirilir hem de tasarım ve geliştirme süreçleri daha güvenilir hale getirilir (Şimşek *et al.* 2013).

Taguchi performans kriteri üzerindeki faktör etkisini belirlemek için ortalama ve standart sapmayı da kullanır. Ortalama ve standart sapmanın tek tek kullanılmasından ziyade S/N oranının tercih edilmesi, ortalama ve ortalamanın etrafındaki değişkenliklerin kontrol altında tutulmasını sağlar (Şimşek 2014). Sistemin verdiği ve ölçülmek istenen gerçek değer sinyal faktörüdür, gürültü faktörü ise ölçülen değer içerisindeki istenmeyen faktörlerdir. S/N oranı minimum varyansı hesaplayarak önemli faktörler elde etmenin bir

yoludur ancak ortalamanın da varyans ile birlikte dikkate alınması ve aynı anda kontrol edilmesi gerekir (Şimşek 2014).

Taguchi deney tasarımında kayıp fonksiyonu tanımlanır ve bu fonksiyon ile deneysel değer ve istenen değer arasındaki sapma hesaplanır. Bu kayıp fonksiyonu S/N oranına transfer edilir (Eskandari-Naddaf and Azimi-Pour 2018). Karakteristik türlerine bağlı olarak 3 tür S/N oranı vardır, bu oranlar aşağıdaki şekilde tanımlanabilir (Azadeh *et al.* 2012).

1. Hedef değer en küçük: Bu performans kriterinin asgariye indirilmesinin amaçlandığı daha küçük tipte bir problem olarak tanımlanır ve S/N oranı (η) Denklem (1.1) ile ifade edilir.

$$\eta = -10log_{10}\left[\frac{1}{n}\sum_{i=1}^{n} y_i^2\right] \quad (1.1)$$

2. Hedef değer en büyük: Bu ilgilenilen performans kriterinin maksimize edilmesinin istendiği problemlere uygulanır ve S/N oranı (η) Denklem (1.2) ile ifade edilir:

$$\eta = -10log_{10}\left[\frac{1}{n}\sum_{i=1}^{n} \frac{1}{y_i^2}\right] \quad (1.2)$$

3. Hedef değer en iyi: Buna, belirli bir hedef değer etrafında ortalama kare hatasını en aza indirmeye çalışan en iyi nominal problem türü denir ve S/N oranı (η) Denklem (1.3) ile ifade edilir:

$$\eta = 10log_{10}\left[\frac{\mu^2}{\sigma^2}\right] \quad (1.3)$$

Bu denklemlerde n tekrar sayısını, y performans kriterinin değerini, μ ortalamayı ve σ ise standart sapmayı temsil eder. Kalite kriterinin kategorisinden bağımsız olarak, daha iyi kalite özellikleri, yüksek S/N oranı ile belirlenir. Bu sebeple, proses parametrelerinde en

yüksek S/N oranına sahip olan seviye optimum seviye olarak tanımlanır (Azadeh *et al.* 2012).

1.3.4 Ortogonal dizinler

Taguchi, farklı ortogonal dizinler kullanarak deney sayısını en aza indirerek hem zaman ve maliyetten kazanç sağlar hem de farklı endüstriyel uygulamalar için sağlamlık yaratır (Moayyedian *et al.* 2018) Deneylerin bütün ihtimalleri denenmeden, bunun yerine ortogonal dizinlerin kullanılmasıyla sadece bazı deneyler gerçekleştirilir ve böylece performans kriteri için en iyi sonucu veren parametreler belirlenebilir. Ortogonal dizinlerin en önemli özelliği elde edilen tasarımda faktörlerin eş zamanlı olarak değiştirme yapmaya olanak sağlaması ve buna göre deney planı kurulmasına imkân vermesidir. Bunun yanında ortogonal dizinler bazı faktörlerin birbirleriyle etkileşimini yok sayar. Her ne kadar bu durum hata getirse de maliyetten tasarruf yapılması yanında ihmal edilecek bir kayıp olarak düşünülür (Şimşek 2014).

Taguchi, deneyleri tasarlarken, düzey durumlarına göre tasarımları ikiye ayırır: tek düzeyli tasarım ve karışık düzeyli tasarım. Faktörlerin hepsi aynı seviye sayısına sahipse tek düzeyli tasarım, faktörlerin hepsi farklı seviye sayısına sahipse karışık düzeyli tasarım olarak ifade edilir. Ortogonal dizinler bir sayı matrisidir ve bu matristeki satırlar faktör seviyelerini sütunlar da belirlenen faktörleri temsil eder (Şimşek 2014).

Ortogonal dizinlerin genel gösterimi $L_d(a)^k$ şeklindedir. Burada L ortogonal dizi, d toplam deney sayısı, a faktörlerin seviye sayısı, k ise faktör sayısı olarak ifade edilir. Genellikle en çok tercih edilen ortogonal dizinler L_4, L_8, L_{16}, L_{32} 2 seviyeli ortogonal dizinler ve L_9, L_{18} 3 seviyeli ortogonal dizinler ile L_{16}, L_{32} 4 seviyeli ortogonal dizinlerdir (Şimşek 2014). 2 seviyeli ortogonal dizin örneği ($L_8(2)^7$) Çizelge 1.1 ile gösterilmiştir.

Çizelge 1.1 İki seviyeli ortogonal dizin örneği (Phadke 1995)

Adım	Kolonlar						
	1	2	3	4	5	6	7
1	1	1	1	1	1	1	1
2	1	1	1	2	2	2	2
3	1	2	2	1	1	2	2
4	1	2	2	2	2	1	1
5	2	1	2	1	2	1	2
6	2	1	2	2	1	2	1
7	2	2	1	1	2	2	1
8	2	2	1	2	1	1	1

1.3.5 İstatistiksel analiz

1.3.5.1 Varyans analizi (ANOVA)

Varyans analizi (ANOVA), iki veya daha fazla grubu içeren deneylerde istatistiksel testler yapmak için kavramsal olarak basit, güçlü ve popüler bir yöntemdir (Smalheiser 2017). Parametrik bir ANOVA testindeki anlamlılık testi, numunelerin ortaya çıktığı popülasyonların her ikisinin de aynı varyansa sahip olduğu ve normal bir dağılım izlediği varsayımlarına dayanmaktadır (Sadowski *et al.* 2015). Varyans analizi matematiksel bir tekniktir ve toplam değişkenliği bileşenlerine ayırır. Varyans analizinde kareler toplamı, serbestlik derecesi ve varyans gibi değerler hesaplanır (Sawyer 2009). ANOVA, bir veya daha fazla bağımsız değişkenin parametrik bağımlı değişkeni (sonuç ölçüsü) nasıl etkilediğiyle ilgili çıkarımlar elde etmek için kullanışlı bir istatistiksel araçtır (Şimşek 2014).

1.3.5.2 Olasılık değeri (p değeri)

P (probability; olasılık) değeri test hipotezi için "gözlemlenen önem düzeyi" olarak bilinir. Bu kavrama dayanan istatistiksel "anlamlılık testleri" yüzyıllar boyunca istatistiksel analizlerin merkezi bir parçası olmuştur. Veriler ve model tahmini arasındaki

mesafe bir test istatistiği kullanılarak ölçülür. Böylece bu p değeri ilgili hipotez testi sonucunda anlamlı fark vardır denildiği durumda hatalı karar verme olasılığının ne olduğunu gösterir (Greenland *et al.* 2016).

1.3.6 TOPSIS yöntemi

TOPSIS yöntemi tasarım ve uygulamada basit bir sıralama yöntemidir ve Hwang ve Yoon (1981) tarafından geliştirilmiştir (Hwang and Yoon 1981). Standart TOPSIS yöntemi, aynı zamanda pozitif ideal çözümden en kısa mesafeye ve negatif ideal çözümden en uzak mesafeye sahip alternatifleri belirlemeye çalışır. Bu yöntemde temel olan uygun alternatifin pozitif ideal çözümden en kısa, negatif ideal çözümden en uzak mesafeye sahip olması gerektiğidir (Senthil *et al.* 2014). İdeal çözüm, fayda kriterlerinin maksimum ve maliyet kriterlerinin minimum olarak elde edildiği çözümdür. Her kriterin monoton artan veya azalan etkili bir fonksiyonu varsa, en iyi kriter değerlerinden oluşan ideal çözüm ve en kötüsünden oluşan negatif ideal çözüm hesaplanır (Vahdani *et al.* 2011).

TOPSIS yönteminde alternatifler belirlendikten sonra kriter değerleri normalize edilir ve kriterler önceliklerine göre ağırlıklandırılır. TOPSIS yöntemi, 6 aşamalı bir süreçten oluşmaktadır. TOPSIS yönteminin adımları aşağıda açıklanmıştır (Şimşek 2014).

Adım 1: Karar matrisinin (A) oluşturulması

Satırlarında alternatiflerin, sütunlarında değerlendirme kriterlerinin bulunduğu matristir ve Denklem (1.4) ile gösterilmiştir.

$$A_{ij} = \begin{bmatrix} a_{11} & a_{12} & \dots & a_{1n} \\ a_{21} & a_{22} & \dots & a_{2n} \\ . & & & . \\ . & & & . \\ . & & & . \\ a_{m1} & a_{m2} & \dots & a_{mn} \end{bmatrix} \tag{1.4}$$

A_{ij} matrisinde m alternatif sayısı, n ise değerlendirme kriteri sayısı olarak verilir.

Adım 2: Normalize karar matrisinin (R) oluşturulması

Normalize karar matrisi, A matrisinden faydalanarak aşağıdaki Denklem (1.5) ile hesaplanır ve Denklem (1.6) ile gösterilen R_{ij} normalize karar matrisi oluşturulur.

$$r_{ij} = \frac{a_{ij}}{\sqrt{\sum_{k=1}^{m} a_{ij}^2}} \tag{1.5}$$

Burada $r_{ij}; i: 1,2, \dots N$ kriter sayısını, $j: 1,2, \dots K$ alternatif sayısını gösterir.

$$R_{ij} = \begin{bmatrix} r_{11} & r_{12} & \dots & r_{1n} \\ r_{21} & r_{22} & \dots & r_{2n} \\ . & & & . \\ . & & & . \\ . & & & . \\ r_{m1} & r_{m2} & \dots & r_{mn} \end{bmatrix} \tag{1.6}$$

Adım 3: Ağırlıklandırılmış normalize karar matrisinin (V) oluşturulması

Normalize edilmiş matriste ki her bir değer w_{ij} gibi bir değerle ağırlıklandırılır. Böylelikle normalize matris ile elde edilen r_{ij} değerleri, w_{ij} ağırlıkları ile çarpılarak Denklem (1.7) ile verilen ağırlıklandırılmış normalize matris (V) hesaplanmış olur.

$$V_{ij} = \begin{bmatrix} w_1 r_{11} & w_2 r_{12} & \dots & w_n r_{1n} \\ w_1 r_{21} & w_2 r_{22} & \dots & w_n r_{2n} \\ . & & & . \\ . & & & . \\ . & & & . \\ w_1 r_{m1} & w_2 r_{m2} & \dots & w_n r_{mn} \end{bmatrix} \tag{1.7}$$

Adım 4: Pozitif ideal (A^*) ve negatif ideal (A^-) çözümlerin oluşturulması

Ağırlıklandırılmış normalize matris (V matrisi) oluşturulduğunda ulaşılmak istenen amaca göre maksimizasyon işleminde her bir sütuna ait maksimum değerler belirlenir.

Elde edilen maksimum değerler ideal çözüm değerlerini gösterir. Tersi olarak, negatif ideal çözüm seti V matrisinde var olan ağırlıklandırılmış değerlendirme faktörlerinin yani sütun değerlerinin en küçükleri ele alınarak oluşturulur. İdeal ve negatif ideal çözüm değerlerinin belirlenebilmesi amacıyla kullanılan formüller sırasıyla Denklem (1.8) ve Denklem (1.9) ile gösterilmiştir.

İdeal çözüm değerleri:

$$A^* = \left\{\left(\max_i v_{ij} \,\middle|\, j \in J\right), \left(\min_i v_{ij} \,\middle|\, j \in J'\right)\right\} \tag{1.8}$$

Denklem (1.8)'den hesaplanacak set $A^* = \{v_1^*, v_2^*, \dots, v_n^*\}$ şeklinde gösterilebilir.

Negatif ideal çözüm değerleri:

$$A^- = \left\{\left(\min_i v_{ij} \,\middle|\, j \in J\right), \left(\max_i v_{ij} \,\middle|\, j \in J'\right)\right\} \tag{1.9}$$

Denklem (1.9)'dan hesaplanacak set $A^- = \{v_1^-, v_2^-, \dots, v_n^-\}$ şeklinde gösterilebilir. Burada J fayda (maksimizasyon) kriteridir, J' ise maliyet (minimizasyon) kriteridir.

Adım 5: Pozitif ideal ve negatif ideal noktalara olan uzaklık değerlerinin oluşturulması

TOPSIS yönteminde ideal ve negatif ideal noktalarından sapmanın hesaplanabilmesi amacıyla Euclidian Uzaklık Yaklaşımı kullanılır. Her bir alternatifin ideal çözüme olan mesafesi (S_i^*) ve negatif ideal çözüme olan mesafesi (S_i^-) sırasıyla, Denklem (1.10) ve Denklem (1.11) yardımıyla hesaplanabilmektedir.

$$S_i^* = \sqrt{\sum_{j=1}^{n} \left(v_{ij} - v_j^*\right)^2} \tag{1.10}$$

$$S_i^- = \sqrt{\sum_{j=1}^{n} \left(v_{ij} - v_j^-\right)^2} \quad (1.11)$$

Hesaplamalar yapılırken karar noktası sayısı kadar S_i^* ve S_i^- değerleri olacaktır.

Adım 6: İdeal çözüme göreli yakınlığın hesaplanması

Her bir karar noktasının ideal çözüme göreli yakınlığının (C_i^*) hesaplanmasında ideal çözüme olan mesafesi (S_i^*) ve negatif ideal çözüme olan mesafesinden (S_i^-) yararlanılır ve Denklem (1.12) ile hesaplanır.

$$C_i^* = \frac{S_i^-}{S_i^- + S_i^*} \quad (1.12)$$

Göreceli yakınlık değeri $0 \leq C_i^* \leq 1$ aralığında değer alır ve $C_i^* = 1$ ilgili karar noktasının pozitif ideal çözüme, $C_i^* = 0$ ilgili karar noktasının negatif ideal çözüme mutlak yakınlığını gösterir.

1.3.7 Veri çiftleri için hipotez testi

Bir hipotezin geçerli olup olmadığını ortaya koyma işlemi hipotez testi olarak adlandırılır ve rastgele seçilmiş örneklemlerden faydalanılarak hipotezin geçerli olup olmadığıyla ilgili inceleme yapılır. Veri çiftleri için hipotez testinde önceki ve sonraki ölçüm çiftleri alınır, bu şekilde $(x_{1i},\ x_{1i}) i = 1,2, \dots, N$ biçiminde örneklemler oluşturularak Denklem (1.13), Denklem (1.14), Denklem (1.15), Denklem (1.16) ve Denklem (1.17) ile ifade edilir (Şimşek 2014).

$$\mu_D = \mu_1 - \mu_2 \quad (1.13)$$

$$D_i = X_{1i} - X_{2i},\ i = 1,2, \dots N \quad (1.14)$$

$$\overline{D} = \frac{\sum D_i}{N} \tag{1.15}$$

$$S_D = \sqrt{\frac{\sum (D_i - \overline{D})^2}{N-1}} \tag{1.16}$$

$$S_{\overline{D}} = \frac{S_D}{\sqrt{N}} \tag{1.17}$$

Bu ifadelerde μ ortalamayı, N örneklem farklarının sayısını, D_i örneklem çiftleri arasındaki farkları, $\overline{D}$ farkların örneklem ortalamasını, S_D $\overline{D}$'nin standart sapmasını ve $S_{\overline{D}}$ ise $\overline{D}$'nin standart hatasını temsil eder (Şimşek 2014).

D_i'lerin normal dağıldığı kabul edilirse, test istatistiği (v = N – 1 serbestlik dereceli) Denklem (1.18) ile ifade edilebilir.

$$t_{N-1} = \frac{\overline{D}}{\frac{S_D}{\sqrt{N}}} \tag{1.18}$$

1.4 Çalışmanın Kapsamı ve Amacı

Bu çalışmayla birlikte özgün DOTP/PVA ve nano malzemelerle modifiye edilen DOTP/PVA kompozit filmlerin sentezi ve karakterizasyonu gerçekleştirilecektir. Literatürde ilk defa DOTP katkılı kompozit filmlerin mekanik, hidrofilik, morfolojik ve termal özellikleri aynı anda istatistiksel yöntemlerle araştırılacaktır. Böylece ciddi çevresel sorunlara neden olan PET'in kimyasal geri dönüşümü ile elde edilen DOTP, kompozit film üretiminde kullanılmış olacaktır. Elde edilen kompozit filmlerin ürün özellikleri ana etki grafikleri yardımıyla açığa çıkarılacak ve DOTP katkılı PVA kompozit filmleri için endüstriyel uygulama alanları ortaya konacaktır.

Sentezlenen kompozit filmlerin ürün özellikleri TOPSIS tabanlı Taguchi yöntemi kullanılarak MINITAB programı yardımıyla optimize edilecek ve bir yandan DOTP'nin

film özellikleri üzerine etkisi belirlenirken, diğer yandan diğer nano bileşenler ile uyumu ortaya çıkarılacaktır. Sertlik, elastisite modülü, temas açısı, özgül ısı kapasitesi ve ağırlık kaybı özelliklerinin eşzamanlı olarak optimize edilmesiyle birlikte istatistiksel deneysel tasarım yöntemleri kullanılarak optimum karışım oranları belirlenecektir.

2. KAYNAK ÖZETLERİ

2.1 DOTP Kompozitleri

Literatür incelendiğinde DOTP'nin kompozit malzeme içine dahil edildiği, analiz edildiği, optimize edildiği ve yaygın kullanılan PVA/GO ve PVA/AgNP nano kompozitleri ile ilgili kriterlerinin karşılaştırıldığı bir çalışmaya ulusal ve uluslararası literatürde rastlanmamıştır. Bu çalışmaya en yakın olan kaynakların özetleri aşağıda verilmiştir.

Chahal vd. (2012) PVA/Ag nano kompozitlerini, 60°C'de sürekli karıştırarak ve PVA hidrojel içindeki gümüş nitratın ($AgNO_3$) yerinde indirgenmesi yoluyla hazırlamışlardır. UV-VIS absorpsiyon spektrumunda yaklaşık 425 nm'de gözledikleri karakteristik pik ile AgNP'lerin oluşumunu doğrulamışlardır. Saf PVA'nın, 4,92 eV'lik optik enerji boşluğuna sahip olduğunu, AgNP'lerin yerleştirilmesinden sonra bunun 4,57 eV'ye düştüğünü belirtmişlerdir. Filmlerin 50 kGy'lik bir dozda gama (γ) radyasyonlarına maruz bırakılmasıyla optik enerji boşluğu değerinin daha da azalarak 3,72 eV'ye düştüğünü göstermişlerdir. Optik enerji boşluğundaki bu azalma ve PVA/Ag nano kompozitlerin kırılma endeksinde gözledikleri artışa dayanarak bu nano kompozitlerin optik cihaz uygulamalarında kullanım olasılığını ortaya koymuşlardır (Chahal *et al.* 2012).

He vd. (2013) farklı miktarlarda GO, gliserol ve PVA içeren GO/amiloz kompozit filmlerini çözelti döküm yöntemi (solving casting method) ile hazırlamışlardır. GO ilavesinin, GO/amiloz filmlerin çekme dayanımını artırdığını, gliserolün plastikleştirici olarak kullanılmasıyla, filmlerin kopma uzamalarının arttığını ve PVA'nın kompozit filmlere ilavesiyle filmlerin mekanik olarak güçlü ve esnek olduğunu göstermişlerdir. Ayrıca GO'nun eklenmesinin filmlerin nem emiciliğini ve UV geçirgenliğini de azalttığını ortaya koymuşlardır. Optimum GO/amiloz filminin (%0,5 GO, %20 gliserol, %4 PVA), asit/baz ortamlarında iyi mekanik özelliklere, geçirgenliğe ve kararlılığa sahip olduğunu belirtmişlerdir (He *et al.* 2013).

Elsagh (2014) PVA/GO nano kompozitlerini ağırlıkça %0-4 GO ile sentezlemiştir. Tüm nano kompozitlerin elektrik iletkenliğini 25°C'de ölçerek artan GO ile elektriksel iletkenliğin arttığını göstermiştir. Elde edilen en yüksek iletkenliği, ağırlık olarak %4 GO içeren kompozitler için 0,063 S/m olarak bulmuştur (Elsagh 2014).

Brown ve Bhushan (2015) polielektrolit bağlayıcı (polidialildimetil amonyum klorür), SiO_2 (silisyum dioksit) nano parçacıkları ve floro yüzey aktif madde kullanarak dayanıklı süperoleofobik kaplama oluşturdukları bir çalışma yapmışlardır. Hidrofilik olan polielektrolit ve yağ geçirmezlik sağlayan floro yüzey aktif madde ile elde edilen süperhidrofilik davranışı, SiO_2 nano parçacıklarıyla geliştirmişlerdir. Bunun sonucunda örneklerin hekzadekan ile 4º'den küçük eğim açısı ve 155º'yi aşan temas açısı sergilediğini ortaya koymuşlardır. Elde edilen bu kaplamanın gözenekli bir alt tabakaya uygulandığında yağı sudan ayırdığını tespit etmişlerdir. Böylece süperoleofobik kaplamanın yağ-su ayırma uygulamaları ile kirlenme önleyici kendi kendini temizleyen, lekelenmeyen ve düşük sürtünmeli uygulamalarda kullanım alanı bulabileceğini belirtmişlerdir (Brown and Bhushan 2015).

Mahmoud (2015) PVA/Ag nano kompozit filmleri döküm tekniği ile hazırlamış ve optik araştırmalar ile PVA'nın, 4,8 eV'lik optik enerji boşluğunun AgNP'lerin eklenmesiyle 4,45 eV'ye düştüğünü göstererek optik geçişe izin verdiğini ortaya koymuştur. Ayrıca nano kompozit numunelerin anti mikrobiyal aktivitesini, agar difüzyon tekniğini kullanarak gram pozitif bakterilere (Staphylococcus aureus), gram negatif bakterilere (Escherichia coli ve Pseudomonas aeruginosa) ve mantarlara (Aspergillus niger Ferm) karşı test etmiştir. Saf PVA'nın Bacillus subtillis'e karşı orta derecede anti bakteriyel aktiviteye sahip olduğunu, ağırlıkça %0,04 AgNP ilavesiyle, Staphylococcus aureus ve Escherichia coli'ye karşı güçlü anti bakteriyel aktivite gösterdiğini bildirmiştir (Mahmoud 2015).

Loryuenyong vd. (2015) PVA/grafit oksit ve nano kompozit filmleri çözelti döküm yöntemiyle hazırlamışlardır. Ağırlıkça %0,3 ve %2 GO ilavesinin, saf PVA filmlerine kıyasla, çekme dayanımında (%49) ve kopma uzamasında (%13-22) artış gösterdiğini belirtmişlerdir. %2 GO'nun PVA'ya ilavesiyle elastisite modülünün %144 arttığını, PVA

filminin hem oksijen hem de su buharı geçirgenlik katsayılarının ise sırasıyla yaklaşık %76 ve %21 azaldığını göstermişlerdir. Muzların raf ömrünü uzatmak amacıyla nano kompozit filmlerin kullanımını belirlemek için yaptıkları ön testler sonucu nano kompozit filmlerle paketlenmiş muzların PVA filmlerle paketlenmemiş veya paketlenmiş olanlardan daha yavaş olgunlaştığını tespit etmişlerdir. Bu sonuçlara göre, bu tür filmlerin ambalaj endüstrisinde uygulanmasını büyük ölçüde destekleyebileceğini ortaya koymuşlardır (Loryuenyong *et al.* 2015).

Zhu vd. (2015) Saf PVA ve PVA/GO filmlerin nano mekanik ve nano tribolojik performanslarını nano indentasyon tekniği kullanarak incelemişlerdir. Sonuçlar PVA içerisine ağırlıkça %0,5 GO dahil edilmesinin nano mekanik ve nano tribolojik özelliklerde en yüksek iyileşmeyi sağladığını göstermiştir. Saf PVA ile ağırlıkça %0,5 GO içeren filmin elastisite modülü ve sertliğinin sırasıyla %122,8 ve %64,5 arttığını belirlemişlerdir. TGA sonuçları ile, ağırlıkça %0,5 GO'nun maksimum ayrışma sıcaklığını 68,4°C'ye artırarak PVA'nın termal kararlılığını artırabileceğini göstermişlerdir. DSC testleriyle de iyi dağılmış GO'nun PVA'nın erime noktasını ve kristalliğini belirgin bir şekilde değiştirmediğini göstermişlerdir (Zhu *et al.* 2015)

Gahlot vd. (2015) GO ile PVA nano kompozitini, PVA'ya ağırlıkça %0,1, %0,2 ve %0,5 oranlarında GO ilave ederek çözelti döküm yöntemiyle film halinde sentezlemişlerdir. Maksimum elektriksel iletkenliği %0,5 GO ilavesi ile elde edilen filmde 1,95 Scm^{-1} olarak belirlemişlerdir. Su alımında ve boyutsal değişikliklerde azalma ile daha yüksek elektriksel iletkenlik gösteren kompozit filmlerin farklı uygulamalar için uygun bir aday olduğunu öne sürmüşlerdir (Gahlot *et al.* 2015).

Chahal vd. (2016) PVA/Ag nano kompozitlerini yerinde kimyasal indirgeme metoduyla sentezlemişlerdir. 425 nm civarında Yüzey Plazmon Rezonans Spektroskopisinde absorpsiyon piki görülmesiyle PVA matrisindeki Ag nano parçacıkların varlığını doğrulamışlardır. Hızlı ağır iyonlarla yapılan ışınlamanın bu nano kompozitlerin optik ve yapısal özellikleri üzerindeki etkisini incelemek için $3x10^{10}$ ve $1x10^{11}$ iyon/cm^2 olarak iki farklı akışta nanokompoziti 90 Mev O^{6+} iyon demetine maruz bırakmışlardır. Optik enerji aralığının $1x10^{11}$ iyon/cm^2 akışta 4,57 eV'den (maruz bırakılmayan PVA/Ag nano

kompoziti) 3,05 eV'ye düştüğünü bulmuşlardır. Bu düşüşü Raman ve FTIR analizleri ile de destekleyerek PVA/Ag nano kompozitlerinin UV engelleme cihazlarında uygulama olanağı bulabileceğini ortaya koymuşlardır (Chahal *et al.* 2016).

Kashyap vd. (2016) GO ve indirgenmiş grafen oksitin (rGO) PVA matrisinde dolgu maddesi olarak kullanılmasını incelemişlerdir. PVA'ya sadece %0,3 GO ilave edilmesiyle elastisite modülünde ve çekme dayanımında %150'lik bir artış olduğunu göstermişlerdir. Bu özelliklerin gelişmiş olması bu çalışmada dolgu maddelerinin matris içerisinde homojen dağılımına ve matris ile aralarında güçlü bir ara yüzey etkileşimi oluşturmalarına bağlanmıştır. Bunun yanında rGO ile oluşturulan kompozitlerin çekme dayanımının PVA filmlerinden daha yüksek, PVA/GO kompozitlerinden daha düşük olduğunu, kopma uzamasının ise saf PVA filmlerinden yaklaşık %60 daha yüksek olduğunu belirtmişlerdir. (Kashyap *et al.* 2016).

Ma vd. (2016) PVA/GO nano kompozitlerinin hazırlanması için yerinde polimerizasyon yöntemi tanımlamışlardır. Vinil asetat, metanol, başlatıcı ve GO'nun yüksek güçlü ultrason yardımı ile karıştırılmasını, ardından serbest radikal polimerizasyonu ve alkolizleme reaksiyonu ile bunun sonucunda PVA matrisinin yerinde oluşumunu ve GO'nun moleküler seviyede dağılmasını sağlamışlardır. Nano kompozitlerin mekanik özellikleri ve su buharı bariyer özelliklerinin, az miktarda GO (ağırlıkça %0,01-0,08) ilavesiyle çarpıcı şekilde arttığını, saf polimer ile karşılaştırıldığında, ağırlıkça %0,04 oranında GO katılımıyla çekme dayanımının 42,3'ten 50,8 MPa'ya ve Young modülünün 1477'den 2123 MPa'ya kadar arttığını göstermişlerdir. Nem geçirgenliği katsayısında yaklaşık %78 düşüş olduğunu ortaya koyarak su buharı bariyer özelliklerinin de geliştiğini belirtmişlerdir. Kullandıkları yöntemle elde ettikleri nano kompozitin ambalajlarda ve elektronik, yakıt pili endüstrisi gibi alanlarda uygulanmasının büyük ölçüde artacağını öne sürmüşlerdir (Ma *et al.* 2016).

Liu vd. (2016) doğal grafit kullanarak ve $KMnO_4$ (potasyum permanganat) oksidant içeriğini değiştirerek geleneksel Hummers metodu ile GO sentezlemiş ve çözelti döküm yönetimi kullanarak PVA/GO kompozit filmi hazırlamışlardır. Yüksek $KMnO_4$ oksidant yüklemesiyle daha yüksek oksidasyon dereceleri ve daha iyi GO tabaka yapısı elde

etmişlerdir. Aynı GO içeriğine sahip PVA/GO kompozit filmi için, GO'nun oksidasyon derecelerinin artmasıyla hem çekme dayanımı hem de kopma uzamasının iyileştiğini görmüşlerdir. Ek olarak, oksidasyon derecesinin artmasıyla oksijen geçirgenlik katsayısında saf PVA filmiyle kıyasladıklarında %54 oranında azalma tespit ederek, PVA/GO kompozit filmin bariyer özelliklerinde de iyi bir gelişme sağlandığını belirtmişlerdir (Liu *et al.* 2016).

Pawar vd. (2016) GO ve PVA nano kompozitlerini, çözelti fazında GO'yu dolgu maddesi olarak PVA matrisine dahil ederek sentezlemişlerdir. Bu nano kompozitlerin yüksek kapasitanslara sahip, çevrilebilir, çevreye duyarlı ve ekonomik olduklarını bulmuşlardır. PVA'ya ağırlıkça %0,5 GO ekleyerek hazırladıkları nano kompozitlerin yaklaşık 400 F/g ile süper kapasitörler için verimli bir elektrot malzemesi olarak kullanılabileceğini göstermişlerdir. Ayrıca malzemenin çok sayıda döngüyle bile kararlı olduğunu ve spesifik kapasitans değerlerinin yaklaşık %92'sini koruyabildiğini rapor etmişlerdir (Pawar *et al.* 2016).

Koduru vd. (2016) AgNP'leri PVA film matrisine gömerek elde ettikleri PVA/Ag ince filmlerinin mikro yapısal, optik ve dielektrik özelliklerini incelemişlerdir. Atomik Kuvvet Mikroskop çalışmalarında tavlama sıcaklığının artmasıyla AgNP kürelerinin boyutunun ve filmlerin yüzey pürüzlülüğünün azaldığını gözlemlemişlerdir. PVA/Ag ince filmlerin saf PVA'ya göre daha düşük optik bant aralığı gösterdiğini belirtmişlerdir. Filmlerin optik bant aralığı değerlerinin sıcaklık 20ºC'den 200ºC'ye yükselirken 3,66 eV'den 3,57 eV'ye düştüğünü görmüşlerdir. Bunun yanında çoklu katmanlı PVA/AgNP/PVA filmleri üreterek dielektrik özelliklerini incelemişlerdir. AgNP'lerin iç katman olarak bulunmasının çoklu katmanlı filmlerin dielektrik ve iletkenlik özelliklerini önemli derecede etkilediğini ve çoklu katmanlı filmlerin saf PVA'ya göre 1 kHz'de 3 kat daha yüksek dielektrik geçirgenlik değeri gösterdiğini rapor etmişlerdir. Çoklu katmanlı filmlerin de iletkenliğinin sıcaklığın 20ºC'den 200ºC'ye artmasıyla -11,72 S/cm'den -10,38 S/cm'ye logaritmik skalada arttığını ortaya koymuşlardır (Koduru *et al.* 2016).

Zhang vd. (2016) AgNP gömülü PVA kompozit nano elyafları elektrospinleme tekniği kullanarak hazırlamışlardır. AgNP'leri sıvı fazda sentezleyerek PVA çözeltisi içinde eşit

şekilde dağıtmışlardır. AgNP'lerin ortalama 13,8 nm'lik bir çapa sahip olduklarını, PVA/Ag kompozit nano elyafların, hem gram-pozitif Staphylococcus aureus (S. aureus) hem de gram negatif Escherichia coli (E. coli) mikroorganizmalarına karşı güçlü anti bakteriyel faaliyetleri olduğunu göstermişlerdir. Bu nedenle, çok fonksiyonlu nano lifli film matlarının, yara sargısı ve biyosensörler gibi çeşitli uygulamalarda kullanım potansiyeline sahip olduğunu belirtmişlerdir (Zhang *et al.* 2016).

Dave ve Nath (2016) membran prosesinde asetik asitin sirke atık sudan geri kazanılmasında GO ve PVA içeren yeni bir polimerik kompozit membran geliştirmişlerdir. PVA membranına GO eklenmesinin, daha iyi termal kararlılık ve saf PVA membranına kıyasla daha yüksek çekme dayanımı ve elastisite modülü sağladığını gözlemişlerdir. Kompozit membranlar su varlığında şişmeye meyilliyken, GO varlığında membranların daha iyi bir hidrofiliklik gösterdiğini belirtmişlerdir. Asetik asit ve suyun molar akıları, besleme karışımındaki asetik asit içeriğinin artmasıyla azalırken ayrılma faktörünün arttığını, %20 asetik asit konsantrasyonunda 62,2'lik bir maksimum ayrılma faktörü kaydettiklerini rapor etmişlerdir (Dave and Nath 2016).

Goumri vd. (2017) GO ve rGO'nun matris olarak PVA kullanılmasıyla nano kompozitlerini elde etmiş ve bu filmleri çevre dostu prosesle hazırlamışlardır. Çalışma sonucunda %1 GO içeren kompozit filmlerin Young modülünü ve çekme dayanım gücünü sırasıyla 4,92 GPa ve 66 MPa bulmuşlardır. GO ve rGO ile hazırlanan kompozit filmlerin saf PVA ile karşılaştırıldığında Young modülü ve akma gerilmesinin arttığını ve bunun da grafenin matris içerisinde homojen dağılması ve verimli ara yüzey etkileşimleri sonucu ortaya çıktığını belirtmişlerdir. Kullandıkları ekolojik ve basit işlem ile grafen türevlerine ve biyouyumlu polimerlere dayanan nano kompozitlerin geliştirilmesine ve birçok pratik uygulamaya entegre edilmesine yol açacak sonuçlar elde ettiklerini öne sürmüşlerdir (Goumri *et al.* 2017).

Theophile ve Jeong (2017) PVA'yı polimer kompozitlerin üretilmesi ve süper kapasitör uygulamalarında kullanılmak üzere karakterize edilmesi için sırasıyla grafen oksit (GO) ve termal olarak indirgenmiş grafen oksit (rGO) ile başarıyla birleştirmişlerdir. PVA/GO kompoziti ile karşılaştırdıklarında PVA/rGO kompozitinin mükemmel elektrokimyasal

özellikler gösterdiğini bulmuşlardır. PVA/rGO'nun elektrokimyasal empedansının, 20 kHz'de PVA/GO'dan 10 kat daha küçük olduğunu ve PVA/rGO kompozitinin süper kapasitör uygulamaları için PVA, GO, rGO ve PVA/GO kompozitine kıyasla büyük bir avantajı olduğunu göstermişlerdir (Theophile and Jeong 2017).

Mukherjee vd. (2017) PVA/Ag nano tüp kompozit filmin geçerli iletim mekanizmasını, dielektrik gevşemesini ve akım gerilim davranışını incelemişlerdir. Kompozit filmin 323-368 K bölgesinde Ea=0,73 eV ve 383-443 K bölgesinde Ea=0,84 eV olan iki aktivasyon enerjisiyle yarı iletken davranış gösterdiğini belirlemişlerdir. Dc iletkenliğinin termal davranışını adyabatik küçük polaron modeliyle açıklamışlardır ve Ag nano tüplerin varlığının filmin iletkenliğini ve dielektrik geçirgenliğini artırdığını rapor etmişlerdir (Mukherjee *et al.* 2017).

El-Shamy vd. (2018) PVA/Ag nano kompozit filmleri ve Ag nano çubukları γ-ışınlama metoduyla sentezlemişlerdir. PVA/Ag nano kompozit filmleri farklı ışınlama dozlarında 25, 50, 75 ve 100 KGy), Ag nano çubukları ise özel ışınlama koşulunda (125 KGy) hazırlamışlardır. Kaydettikleri optik absorpsiyon spektrumlarına göre 200 nm'deki piki PVA için (n-π^*) geçişine, 427 nm'deki piki ise Ag nano parçacıkları için (n-π^*) geçişine atfetmişlerdir. SEM görüntüleri ile elde edilen Ag nano-çubuklarının farklı uzunluk:çap (1,813 mm:89,125 nm ile 2,912 mm: 88,851 nm) ve en:boy oranına (uzunluk:çap-16:1 ile 32:1) sahip olduğunu göstermişlerdir. PVA konsantrasyonunun AgNP'lerin oluşumu üzerindeki etkisini, SEM görüntüleri kullanarak doğrulamış ve arka yüzeydeki Ag nano çubukların uzunluğunun, 125 KGy γ ışınlama dozunda PVA konsantrasyonunun arttırılmasıyla arttığını göstermişlerdir. Çalışmalarında özel şekil ve büyüklükte Ag nano çubuk elde etmek için PVA/Ag nano kompozit filmleri, 125 KGy ışınlama dozu, 0,18 mm PVA kalınlığı ve ağırlıkça %0,4 Ag ve 0,1 saat reaksiyon süresi ile γ ışınına ışınlanması gerektiğini ortaya koymuşlardır (El-Shamy *et al.* 2018).

Deb ve Sarkar (2018) PVA matrisine gömülü AgNP filmlerini vakum altında beş farklı sıcaklıkta (373-573 K) tavlayarak filmlerin yüzey morfolojisini ve optik özelliklerini araştırmışlardır. TEM görüntülerini kullanarak tavlama sıcaklığının artmasıyla şekil ve büyüklükteki değişimi göstermişlerdir. Önceden tavlanmış numunelerdeki tanelerin

küresel şekillerinin sırasıyla 523 K ve 573 K yüksek tavlama sıcaklıklarında nano küp ve nano çubuk olarak değiştiğini gözlemişlerdir. XRD spektrumları ile tavlama sıcaklığındaki artış ile kristallenmenin de arttığını ortaya koymuşlardır (Deb and Sarkar 2018).

Fatema vd. (2018) PVA/Ag nano kompozit filmi, ilk kez Triton X-100/1-bütanol/sikloheksan/su mikro emülsiyonu kullanarak hazırlamışlardır. Mikro emülsiyondan ayrıldıktan sonra PVA/Ag nano kompozit filmini, çözelti döküm yöntemi ile elde etmişlerdir. Nano kompozitlerin anti bakteriyel aktivitesini, agar difüzyon metodu ile gram negatif, Escherichia coli ve gram pozitif, Staphylococcus aureus'a karşı test etmişlerdir. Ortalama çapı 105 nm olan AgNP'leri PVA kullanarak sentezleyebiliyorken, PVA yokluğunda nano parçacıkların topaklandığını görmüşlerdir. Mikro emülsiyon kullanarak hazırladıkları PVA/Ag nano kompozit filminin PVA yüzeyi üzerindeki dağılımının homojen olduğunu, fakat PVA üzerinde kimyasal indirgeme işlemi ile AgNP'lerin yerinde üretilmesiyle hazırlanan filmin homojen olmayan, koagüle edilmiş, AgNP demetleri içerdiğini göstermişlerdir. Mikro emülsiyondan hazırlanan filmin bakteriyel inhibitör özelliğinin de literatür değerlerine göre anlamlı olarak daha yüksek olduğunu kanıtlamışlardır. Sentezlenen filmin, enfeksiyon riskini azaltmak ve ortadan kaldırmak için güçlü bir bakterisit olabileceğini ve Gram-negatif ve Gram-pozitif bakteriler tarafından aynı anda enfekte olan bir hastanın tedavisinde kullanılabileceğini öne sürmüşlerdir (Fatema *et al.* 2018).

Timoumi vd. (2018) titanyum dioksit-grafen oksit (TiO_2-GO) nano kompozitini titanyum tetra izopropoksit (TIP) ve GO nano levha süspansiyonlarını cam plaka üzerine kaplayarak spin kaplama tekniği yardımıyla hazırlamışlardır. Morfolojik, kalınlık ve bant aralığı değişimlerinin karakterize edilebilmesi için film örneklerini 2 cm x 2 cm'lik cam plaka üzerine 250 nm kalınlığında bir tabaka olarak kaplamışlardır. Enerji bant aralığının artan katkı maddesi miktarıyla birlikte 3,62 eV'den 1,40 eV'ye düştüğünü göstermişlerdir. Bu azalmayı TiO_2 bantın yapısındaki verici ve alıcı seviyelerindeki elektron ve/veya delik tuzaklamaya atfetmişlerdir. TiO_2-GO (ağırlıkça %10 GO) nano kompozitinin film kalınlığının optik özellikler üzerinde çok güçlü etkilerinin olduğunu Transfer Matris Yöntemi çalışması ile ortaya koymuşlardır. Bu sonuçlar ile güneş pilleri

gibi fotovoltaik uygulamalar için ümit verici nano kompozit elde ettiklerini öne sürmüşlerdir (Timoumi *et al.* 2018).

Eshaghi ve Aghaei (2019) mikro-nano silika-silika nano kompozit ince filmleri cam substrat üzerine sol jel yöntemiyle sentezlemişlerdir. Perflorooktiltriklorosilan (PFTS) çözeltisiyle yüzey modifikasyonu yapmışlardır. Modifiye edilmiş ince filmleri UV dayanımını incelemek için belirli zaman periyotlarında UV ışınları altında incelemişlerdir. Görünür bölgedeki ortalama geçirimin (380-760 nm dalga boyu aralığında) kaplanmamış camda %90,2 iken kaplanmış camda %90,75'e yükseldiğini görmüşlerdir. Bunun yanında su temas açısı sonuçları kaplanmış ince filmin kaplanmamış camla kıyaslandığında 73º'den 113º'ye yükseldiğini ortaya koymuşlardır. Ayrıca ince filmin kendi kendini temizleme özelliğini kanıtlayarak, hidrofobik özelliğini UV ışını altında koruyabildiğini belirlemişlerdir. Bu çalışmayla sentezlenen ince filmlerin zorlu ortamlarda optik uygulamalar için koruyucu film olarak kullanılabileceğini rapor etmişlerdir (Eshaghi and Aghaei 2019).

Sertel vd. (2019) magnezyum oksit (MgO) katkılı TiO_2 ince filmlerin yapısal, morfolojik ve optik özellikleri ile gaz sensör performansını incelemişlerdir. MgO katkılı TiO_2 ince filmlerini aktif tabaka olarak eş odaklı püskürtme sistemini kullanarak Pt elektrot yüzeyinde biriktirmişlerdir. Mg dağılımının artan substrat sıcaklığı ile dalgalanma gösterdiğini, tane büyüklüğü değerlerinin sıcaklık arttıkça 23,01'den 28,02 nm'ye yükseldiğini rapor etmişlerdir. MgO katkılı TiO_2 ince filmlerinin geçirgenliğinin görünür aralıkta yaklaşık %75'i aştığını, filmlerin enerji bandı aralığının MgO katkısı ile arttığını ve gaz sensörlerinin hassasiyetinin %33,1'den %43,5'e değiştiğini göstermişlerdir. 100°C substrat sıcaklığında MgO katkılı TiO_2 tabanlı sensörün, yüksek hassasiyete ve kısa tepki/geri kazanım süresine sahip olduğunu belirterek sensör özelliklerini geliştirdiğini rapor etmişlerdir (Sertel *et al.* 2019).

Hebbar vd. (2019) solvent döküm tekniği ile sentezlenmiş GO ve rGO ile dolgulu Polivinil alkol (PVA)-poli(3,4-etilen dioksitiofen):polistiren sülfonat (PEDOT:PSS) karışımının polimer kompozit filmlerinin hazırlanmasını çalışmışlardır. Young modülü ve çekme dayanımı gibi mekanik özelliklerin dolgu ilavesiyle birlikte geliştiğini

göstermişlerdir. Elde ettikleri özdirenç verilerine göre ağırlıkça %5 GO/rGO ilavesinde kütle iletkenliğindeki değişimin maksimum olduğunu belirtmişlerdir (Hebbar *et al.* 2019).

Elashmawi ve Menazea (2019) PVA/AgNP kompozit filmleri döküm yöntemi ile sentezlemiş ve daha sonra nano kompozit filmleri, farklı zamanlarda (5, 10 ve 15 dakika) darbeli Nd: YAGlaser'de ışınlamışlardır. Elde ettikleri IR spektrumlarına göre, PVA'daki zincirler ile AgNP'ler arasındaki yapısal değişikliklerin artan lazer ışınlama süresi ile arttığını rapor etmişlerdir. Kırılma indisinde (n) artış gözlemeleri ve saf PVA ile kıyaslandığında farklı zamanlarla (5, 10 ve 15 dakika) lazerle ışınlandıktan sonra PVA/Ag nano kompozit filmlerin optik bant boşluğunda azalma görmeleri sebebiyle optik cihaz uygulamalarında kullanım imkânı olduğunu öne sürmüşlerdir (Elashmawi and Menazea 2019).

Uygunoğlu vd. (2021) saf polivinil alkolün (PVA) çimentolu kompozitler üzerindeki dezavantajını ortadan kaldırmak için grafen oksit ve dağılmış gümüş nano parçacıklar içeren PVA hibrit fiberler hazırlamış ve çimentolu kompozitlerin özelliklerine etkisini temel bileşen analizi yardımıyla araştırmışlardır. PVA bazlı grafen oksit ve gümüş nano parçacıklarla harmanlanmış hibrit fiberlerle takviyeli harcın kırılma tokluğu ve elektriksel direncindeki artış oranlarının sırasıyla %47,25 ve %88,13 olduğunu göstermişlerdir. Ayrıca, film kalınlığının ve yüzey pürüzlülüğünün, fiber takviyeli harçların kırılma tokluğu ve elektriksel direnci üzerinde önemli bir etkiye sahip olduğunu belirtmişlerdir (Uygunoğlu *et al.* 2021).

2.2 Hibrit Fiber Katkılı Tasarlanmış Çimento Kompozitleri

Kou ve Poon (2010) PVA'nın geri dönüştürülmüş beton agregasının sağlamlık ve dayanıklılık özelliklerinin gelişimi üzerindeki etkilerini değerlendirmişlerdir. İlk olarak geri dönüşümlü agregaları (RCA) iyileştirmek için gereken optimum PVA çözeltisi konsantrasyonunu belirlemişlerdir. Geri dönüştürülmüş beton agregaları %6, %8, %10 ve %12 oranında PVA çözeltilerine batırmışlardır. PVA emdirilmiş geri dönüştürülmüş beton agregalar (PI-RCA) ile yapılan beton karışımlarının kuruma rötresini RCA ile

yapılan betondan yaklaşık %15 daha düşük bulmuşlardır. 28 günde havayla kurutulmuş ve fırında kurutulmuş PI-RCA ile yapılan betonların RCA ile yapılan betonlarla kıyaslandığında klorür penetrasyonunda sırasıyla %35 ve %32 daha yüksek direnç gösterdiğini belirlemişlerdir. 28 gün önce RCA ve PI-RCA ile yapılan beton karışımlarının yarmada çekme dayanımını kontrol betondan daha düşük bulmuşlardır. 90 günde ise RCA ve havayla kurutulmuş PI-RCA ile hazırlanan betonların yarmada çekme dayanımını kontrol betondan yüksek bulmuşlardır (Kou and Poon 2010).

Noushini vd. (2013) kaplanmamış PVA lif ilavesinin fiber katkılı betonarme (FRC) dinamik özellikleri üzerine etkisini araştırmışlardır. Sırasıyla 428 ve 857 en boy oranıyla iki geometrik uzunlukta (6 ve 12 mm) PVA lifleri kullanmışlardır. Tüm karışımlarda uçucu külü Portland çimentosuyla kısmen değiştirerek kullanmışlardır. Toplam beton hacmine dayanarak, %0,25 ve %0,5'lik iki lif oranıyla, temel frekans, dinamik elastisite modülü ve FRC'nin sönümleme oranı üzerindeki etkilerini değerlendirmişlerdir. 28 günlük basınç dayanımının karışıma %0,25 PVA lifi eklenmesiyle arttığı, daha kısa liflerin daha uzun liflere kıyasla basınç dayanımını artırdığını belirtmişlerdir. Aynı eğilimi kopma modülü ve yarmada çekme dayanımı için de gözlemişlerdir. Bunun yanında kopma modülü %20, yarmada çekme dayanımı %30 olmak üzere ek dayanıklılık göstermiştir. Düşük hacimli fraksiyonlardaki PVA lifleri (%0,25 ve %0,50) betonun esneklik modülünü önemli ölçüde etkilememiştir. FRC'ler içinde daha fazla lif eklenmesinin, beton esneklik modülünde hafif bir düşüşe yol açtığı görülmüştür (Noushini *et al.* 2013).

Soe vd. (2013) %1,75 PVA elyafı ve %0,58 çelik lifle takviye edilmiş yeni bir hibrit fiber Tasarımlı Çimentolu Kompozit (ECC) malzemenin darbe direncini araştırmışlardır. Elde ettikleri ECC panellerine, 300 m/s ile 657 m/s arasında değişen başlangıç çarpma hızı ile hareket eden gaz tabancasından ateşlenen çelik mermi yardımıyla panellere çarpma hasarının büyüklüğü, darbe testinden sonra krater çapı, penetrasyon derinliği ve sürtünme çapı gibi ölçülen hasar parametrelerini değerlendirmişlerdir. Yeni hibrit fiber ECC malzemesinin, bir mermiden darbe enerjisini daha fazla emme ve daha yüksek lif köprüleme kabiliyetine sahip olduğunu, çoklu darbeler altında daha iyi dayanıklılık

sergilediğini ve mermi penetrasyonuna karşı mükemmel bir darbe direncine sahip olduğunu göstermişlerdir (Soe *et al.* 2013).

Pan vd. (2015) ECC'de yağsız PVA liflerinin ve hibrit PVA liflerinin kullanımını araştırarak karışım oranlarını belirlemişlerdir. 21 karışım oranıyla ECC'lerin mekanik davranışlarını karakterize edebilmek için dört noktalı eğilme testi, tek eksenli çekme testi ve tek eksenli basınç testlerini gerçekleştirmişlerdir. PVA-ECC'nin maliyetine ve performansına göre, çalışmalarında üç tipik karışım önermişlerdir. Bunlardan biri düşük maliyet ve nispeten düşük gerilme esnekliği için yağsız PVA lif takviyesi; ikincisi orta maliyet ve nispeten yüksek gerilme esnekliği için hibrit PVA lif takviyesi; üçüncüsü ise yüksek maliyet ve yüksek gerilme esnekliği için yağlı PVA lif takviyesidir (Pan *et al.* 2015).

Sanchayan ve Foster (2016) reaktif toz betonun (RPC) hibrit çelik ve PVA lif içeren altı farklı karışımını hazırlayarak 700ºC'ye kadar yüksek sıcaklıklara maruz kalmasının ardından sergilediği davranışı deneysel olarak incelemişlerdir. Tüm RPC karışımları için artık basınç dayanımı, statik elastisite modülü ve ultrasonik ses hızı ölçümleri yapmışlardır. Tüm karışımlar için artık basınç dayanımında, 300°C'ye kadar güçlü bir artış ve ardından sert bir düşüş olduğunu; elastisite modülünde ve ultrasonik ses ölçümlerinde 300ºC'ye kadar belirgin bir değişiklik gözlenmediğini ve ardından her ikisinin de keskin bir şekilde düştüğünü belirlemişlerdir. Sadece çelik lifler veya sadece PVA lifleri içeren RPC'lerin, bazı durumlarda patlayıcı özellik gösterdiğini, elyafsız RPC'nin de patlayıcı davranışlara karşı hassas olduğunu, bununla birlikte hibrit liflerin eklenmesinin faydalı etkileri olduğunu ortaya koymuşlardır. Toplam hacimde %2 oranında yer alan çelik ve PVA liflerinin (eşit hacimlerde) bulunduğu karışımın en iyi sonucu verdiğini belirtmişlerdir (Sanchayan and Foster 2016).

Shafiq vd. (2016) PVA ve bazalt lif içeren (hacimce %1-3) 21 lif betonarme (FRC) kirişin eğilme test sonuçlarını sunmuşlardır. Lif takviyeli betonu üç farklı bağlayıcıdan yapmışlardır; ilk bağlayıcı türü %100 çimento, diğer iki tip ise %90 çimento içeren metakaolin ve %10 silis dumanı içeren harmanlanmış çimento sistemidir. PVA liflerinin eklenmesinin, çatlama sonrası eğilmeyi bazalt liflerinkine kıyasla önemli ölçüde

geliştirdiğini, %3 PVA lif hacmine sahip kirişlerin, çatlama sonrası eğilme dayanımını geliştirdiğini göstermişlerdir. Yüksek hacimli PVA lif içeriğinin eklenmesinin, kirişleri daha sert ve sünek hale getirdiğini, yüksek hacimli bazalt lif içeren kirişlerde ise yumuşama davranışı olduğunu ortaya koymuşlardır En yüksek eğilme dayanımlarını, metakaolin içeren FRC karışımlarına hacimce %2 PVA ve bazalt lif eklendiğinde elde ettiklerini belirtmişlerdir (Shafiq *et al.* 2016).

Meng vd. (2017) PVA lif takviyeli, tasarlanmış çimentolu bir kompozit (PVA-ECC) geliştirmiş ve betonarme yapılar için yaygın olarak kullanılan çelik takviyede olduğu gibi düşük bir maliyet ve çekme dayanımı kapasitesini hedeflemişlerdir. Kompozitin mekanik davranışını (Young modülü, basınç gerilmesi, çekme gerilmesi ve eğilme davranışı) belirlemek için deneyler yapmış bunun yanında PVA-ECC kirişlerinin eğilme davranışını simüle etmek için sonlu elemanlar modeli geliştirerek deneysel sonuçlarla modeli kalibre etmişlerdir. Ayrıca, iki boyutlu ve üç boyutlu lif dağılımına sahip örnekler arasındaki çekme dayanımı üzerine teorik bir ilişki elde ederek simülasyonun doğruluğunu geliştirmişlerdir. Hesaplanan sonuçlar ile deneysel veriler arasındaki uyumla sonlu elemanlar modelinin etkinliğini göstermişlerdir (Meng *et al.* 2017).

Zhang vd. (2018) normal PVA liflerden farklı olarak yüzeysel bir yağ kaplamasına sahip olmayan ve istenmeyen düşük çekme mukavemetine neden olan bir tür düşük maliyetli PVA lifi içeren yeni bir ECC karışım tasarımı geliştirmişlerdir. Bu düşük maliyetli PVA lifinin sebep olacağı mikro mekanik değişimi telafi etmek için yüksek uçucu kül içeriği, viskozite değiştirici katkı maddesi, uçucu kül hafif agrega ve kırıntı kauçuğu kullanımını tasarıma dahil etmişlerdir. Sonuçlarında düşük maliyetli PVA liflerle tasarlanan ECC karışımlarının literatürdeki ECC'ler ile kıyaslandığında daha düşük basınç ve çekme dayanımı ile çekme gerilme kapasitesine (%5,2'ye kadar) ulaşılabildiğini göstermişlerdir. ECC karışımlarına viskozite değiştiren katkı maddesinin eklenmesiyle ECC'deki liflerin dağılımının arttığını ve dolayısıyla çekme dayanım ve kapasitesinin de arttığını belirtmişlerdir. Daha yüksek uçucu kül içeriği, uçucu kül hafif agregası ve kırıntı kauçuğunun eklenmesinin, ECC'nin matris tokluğunu, yağ kaplı olmayan yüzeylerin neden olduğu negatif etkiyi ve düşük çekme dayanımını etkili bir şekilde telafi ettiğini göstermişlerdir (Zhang and Zhang 2018).

Zhu vd. (2018) alçı bazlı kompozitlerin işlenebilirlik, hidrasyon kinetiği, eğilme dayanımı ve tokluk gibi özellikleri üzerinde PVA ve polipropilen (PP) liflerin etkisini incelemişlerdir. PVA ve PP lif (6-12 mm uzunluğunda, hacimce %0-1,2) ile takviye edilmiş alçı bazlı kompozitlerin mekanik özelliklerini test etmişlerdir. PVA liflerinin işlenebilirliği büyük ölçüde azalttığını, hidrasyon işlemini hızlandırdığını ve sertleştirilmiş alçı bazlı kompozitlerin eğilme dayanımını ve tokluğunu, PP liflerine kıyasla artırabildiğini göstermişlerdir (Zhu *et al.* 2018).

Nematzadeh vd. (2018) çalışmalarında kalsiyum alüminat çimento (CAC) ve PVA lifleri ile birlikte ince geri dönüşümlü refrakter tuğla agrega içeren betonun asidik ortam altındaki sıkıştırma davranışını araştırmışlardır. Cevap yüzey yöntemini (RSM) kullanarak, beton karışımını düşük maliyetli hale getirmenin yanı sıra, lifli betonun basınç dayanımını maksimize ederek tasarım parametreleri için optimum bir çözüm sunmuşlardır. Elde ettikleri sonuçlarla, kalsiyum alüminat çimentosu içeren örneklerin PVA lifleri ile birlikte asit atağına karşı korozyon kontrolü açısından uygun mekanik özellikler gösterdiğini, ince refrakter tuğla agregası içeren örneklerin ise bu konuda tatmin edici bir performans göstermediğini ortaya koymuşlardır (Nematzadeh *et al.* 2018).

Li vd. (2018) kaplanmamış PVA lif takviyeli sülfoalüminat çimento (SAC) matrislerinin kırılma davranışını incelemiş, PP lif takviyeli SAC ve PVA lif takviyeli Portland çimentosu (PC) matrisleri ile karşılaştırmışlardır. PVA lif takviyeli SAC matrislerinin, PVA lif takviyeli PC matrisine kıyasla daha iyi eğilme davranışları sergilediğini göstermişlerdir. Aynı lif içeriği için (hacimce %9) PVA lifin, SAC matrisine PP liften çok daha yüksek mukavemet ve süneklik kazandırdığını ortaya koymuşlardır. PP lifin muhtemelen düşük lif mukavemeti ve SAC matrisi ile zayıf bağ özellikleri nedeniyle SAC matrisinin eğilme mukavemeti ve sünekliğini çok az geliştirdiğini belirtmişlerdir. PVA lifinin SAC matrisi üzerindeki güçlendirme etkisini araştırmak için bu çalışmaya hiçbir agrega veya ek çimentolu malzeme dahil etmemişlerdir. Agregalar ve mineral katkılar içeren PVA lif takviyeli SAC kompozitlerinin eğilme davranışlarının gelecekte araştırmaya değer olduğunu öne sürmüşlerdir (Li *et al.* 2018).

Ahmad ve Umar (2018) cam ve PVA liflerinin kendiliğinden yerleşen betonun (SCC) taze ve sertleştirilmiş özellikleri üzerindeki etkisini incelemişlerdir. Bu amaçla hacimce %0,1, %0,2 ve %0,3 cam ve PVA lifler içeren SCC'leri 0,35 su-toz oranında hazırlamışlardır. %0,3'e kadar cam ve PVA liflerinin eklenmesinin, SCC'nin işlenebilirlik özellikleri üzerinde hafif bir azaltıcı etkiye sahip olduğunu, mekanik özellikleri iyileştirdiğini ve ultrasonik ses hızı üzerinde çok az etkisi olduğunu göstermişlerdir. Maksimum basınç dayanımı ve elastisite modülünün %0,2'lik cam ve PVA lif dozu eklemesiyle gerçekleştiğini bildirmişlerdir. Cam liflerin SCC'nin mekanik özelliklerinin geliştirilmesinde daha etkili olduğunu, cam liflerin (1600 MPa) çekme dayanımının PVA liflerinkinden (1500 MPa) daha fazla olduğunu belirtmişlerdir. Cam ve PVA lifleri ile takviye edilmiş SCC karışımları için yarmada çekme ve eğilme dayanımının %0,3'lük bir lif dozajına kadar arttığını ortaya koymuşlardır. Liflerin eklenmesinden sonra en gelişmiş mekanik özelliğin eğilme dayanımı ardından yarmada çekme dayanımı ve basınç dayanımı olduğunu göstermişlerdir (Ahmad and Umar 2018).

Kobayashi vd. (2018) gerinim sertleşme çimento kompozitlerin (SHCC) özelliklerini belirlemek amacıyla çeşitli su çimento oranlarını ve farklı tipteki lifleri (PVA ve PE) kullanmışlardır. Bu amaçla PE (polietilen) lifi, PVA lifi ve PE-PVA karışımını SHCC içine ilave etmişlerdir. Harç matrisinin su çimento oranını değiştirmek için bazı karışımlarda çimento kısmını kireçtaşı tozu ile değiştirmişlerdir. Düşük dayanım ve Young modülüne sahip olan PVA lifi içeren SHCC'lerde gerinim sertleşme özelliğini elde edebilmek için su çimento oranının artırılması gerektiğini ortaya koymuşlardır. PVA-SHCC'lerin su çimento oranı %55'e yükseldiğinde, PE veya PE-PVA karışımlı SHCC'lerden daha büyük çatlak genişlikleri ile gerinim sertleşmesi gösterdiğini belirtmişlerdir. Korozyon önleme performanslarını incelediklerinde ise PE-SHCC ve PVA-SHCC'nin korozyon önlemede aşağı yukarı aynı olduğunu bulmuşlardır (Kobayashi *et al.* 2018).

Shanour vd. (2018) PVA ile tasarlanmış çimentolu kompozit (PVA-ECC) liflerini kullanarak elde ettikleri beton kirişlerin performansını incelemişlerdir. Bu amaçla iki farklı boyuna donatı yüzdesi, değişken PVA hacim oranları ve PP kullanmışlardır. Deneysel sonuçları, maksimum yük kapasitesindeki artışın PP yerine PVA kullanılması

durumunda daha önemli olduğunu ortaya koymuştur. Maksimum yükün, %1 ve %2 PVA içeriğinde %20 ve %34 oranında arttığını, süneklik faktörünün ise %30 ve %45 arttığını göstermişlerdir. PVA betonunun sınırlı katman kalınlığında kullanıldığında, yük kapasitesinde makul bir artış gösterdiğini öne sürmüşlerdir (Shanour *et al.* 2018).

Abid vd. (2018) tasarlanan çimentolu kompozitlerin (ECC) su ve su kaynaklı aşındırıcı malzemelerin etkisi altında aşınma direncini araştırmışlardır. Lifsiz numunelere ek olarak, PP ve PVA lifleri %0,5, %1, %1,5 ve %2 olarak dört hacimsel oranda kullanmışlardır. Deneysel olarak her iki lif türünün de aşınma direncini arttırdığını ve aşınmış ağırlığı azalttığını göstermişlerdir. Daha yüksek lif içeriği içeren örnekler için aşınma dayanımı yüzdesinin artışının daha yüksek olduğunu belirtmişlerdir. %2 PP lifli örneklerin tüm test süresi boyunca gözle görülür şekilde daha yüksek aşınma direnci geliştirme değerleri gösterdiğini ortaya koymuşlardır (Abid *et al.* 2018).

Mastali vd. (2018) PVA, PP ve bazalt gibi farklı tip liflerin kullanılmasının alkali ile aktive olan cüruf bağlayıcıların mekanik özellikleri üzerindeki etkilerini araştırmışlardır. Farklı köpük dozajları (toplam bağlayıcı kütlesinin %10, %15, %20, %25, %30 ve %35) kullanarak mekanik özellikler açısından en iyi performans gösteren fiber takviyeli alkali-aktif cüruf betonunun elde edilmesi için kompozisyon geliştirmişlerdir. PVA liflerin mekanik özellikleri geliştirmede daha etkin olduğu sonucuna varmışlardır. İlk çatlak oluşumundan sonra, PVA lif takviyeli karışımlarda sertleşme sapma davranışı, PP ve bazalt lif takviyeli karışımlarda ise sırasıyla yumuşama ve tutarlı plastik davranış gözlemlemişlerdir. Konut binalarının iç duvarları açısından akustik panellerin gereksinimlerini karşılayacak asgari köpük içeriğinin %25 olduğunu öner sürmüşlerdir. %25–35 köpük içeriği kullanan gelişmiş alkali-aktif cüruf köpüğü betonlarının, orta ve yüksek frekans bölgelerinde mükemmel maksimum akustik soğurma katsayıları (0,8-1) sergilediğini göstermişlerdir. %35'lik bir köpük içeriğinin kullanılmasının, büyük ölçüde gözenekli bir yapıya sahip alkali-aktifleştirilmiş köpük betonlarının elde edilmesine yardımcı olduğunu belirtmişlerdir. PVA liflerinin, köpük betonundaki yüksek kuruma rötresinin olumsuz etkilerini kontrol ettiğini ve panel yüzeyinde çatlak gözlenmediğini ortaya koymuşlardır. Alkali-aktif cüruf köpük betonları, yoğunluğu 0,55-1,5 g/cm^3 arasında değiştirilerek 2,5-13 MPa aralığında basınç dayanımı ve orta ile yüksek frekans

bölgelerinde 0,5'den yüksek akustik soğurma katsayıları ile geliştirmişlerdir (Mastali *et al.* 2018).

Sun vd. (2018) hibrit çelik-PVA lifli çimentolu kompozitlerin eksenel basınç davranışını araştırmışlardır. Temel parametre olarak farklı lif içeriği ve kombinasyonu ile su/bağlayıcı oranını kullanarak toplam 24 çimentolu kompozit incelemişlerdir. Çimentolu kompozitlerin arıza modları, pik gerilmesi, elastisite modülü, tokluk indeksi ve gerilme şekil değiştirme eğrilerini elde etmişlerdir. Test sonuçlarına dayanarak, hibrit çelik-PVA lifli çimentolu kompozitler için hassas bir gerilme şekil değiştirme eğrisi önermişlerdir. PVA liflerinin çimentolu kompozitlerin esnekliğini arttırdığını, basınç dayanımı üzerindeki etkinliğinin ise çelik liflerin varlığında arttırılabildiğini göstermişlerdir. Basınç tokluğunun çelik lif veya PVA lif veya her ikisinin de artmasıyla büyük ölçüde arttığını belirtmişlerdir (Sun *et al.* 2018).

Mohammed vd. (2018) PVA lifleri ile kombine halde olan tel biçiminde atık malzeme kullanarak yeni bir hibrit fiber takviyeli çimentolu kompozit geliştirmişlerdir. İki tip lifi, liflerin hibrit oranını değerlendirmek üzere Design-expert yazılımdan gelen cevap yüzey yöntemiyle (RSM) incelemişlerdir. Eğilme dayanımı, doğrudan çekme dayanımı, elastisite modülü ve çekme gerilmesi gibi özellikleri %95'den yüksek anlamlılık ile ANOVA validasyonu kullanarak optimize etmişlerdir. Uygun karışım oranını %0,5 tel ve %1,5 PVA lifleri olarak bulmuşlardır. Elde ettikleri sonuçlar ile liflerin hibrit oranının işlenebilirliği olumsuz etkilediğini ve eğilme dayanımı, çekme dayanımı ve elastisite modülü üzerinde olumlu bir etki yarattığını ortaya koymuşlardır. PVA liflerin, hibrit fiber katkılı tasarlanmış çimentolu kompozitler için gerilme ve sertleşmenin artmasına yardımcı olduğunu ve bu sayede gerilme kapasitesini %5'e kadar muhafaza edebildiğini göstermişlerdir. Optimize ettikleri sonuçları 0,97'den daha yüksek istenile bilirlik değeri ile deneysel olarak doğrulamış ve RSM ile deneysel ve optimize edilmiş sonuçlar arasındaki varyasyonun %5'ten az olduğunu bulmuşlardır (Mohammed *et al.* 2018b).

Wang vd. (2018) kauçuklanmış betonun mekanik performansı ve dayanıklılığını artırmak için PVA lifi kullanmışlardır. Beton numunelerini, ince agrega hacmine (%15, %20 ve %25) ve seçilen elyaf içeriğine (karışımın toplam hacmine göre %0,5) dayalı farklı ince

agrega değişim oranları ile hazırlamışlardır. Elde ettikleri sonuçlar, lifle güçlendirilmiş numunelerin çatlama sonrası uzamayı ve kırılma enerjisini büyük ölçüde geliştirebileceğini göstermiştir. PVA lif takviyeli kauçuk betonun elektriksel direncinin kontrol numunelerinden daha yüksek olduğunu; basınç dayanımının kauçuk agrega ve PVA lifinin kullanılmasından sonra hafifçe azaldığını belirtmişlerdir. Böylece PVA lif takviyeli kauçuk betonun, yapı inşası için çimentolu malzemelerin dayanıklılığını ve sünekliğini artırabildiğini ve ayrıca atık kauçuğun çimentolu malzemelere geri dönüşümünü kolaylaştırabildiğini ortaya koymuşlardır (Wang *et al.* 2018).

Al-Gemeel ve Zhuge (2019) beton kolonların lif takviyeli polimerle birleştirilmesinin performans artırmada etkili bir teknik olduğunun kanıtlandığını, fakat kırılganlık ve yüksek sıcaklıkta performans düşüklüğüne neden olması gibi dezavantajlara sahip olduğunu belirtmişlerdir. Bu nedenle bu çalışmada yeni bir bazalt lif tekstille güçlendirilmiş tasarlanmış çimentolu kompozitin fizibilite çalışmasını sunmuşlardır. Bu amaçla bazalt tekstil ve ECC bazlı matrisi bir kombinasyon halinde kullanmış ve bütün örnekleri eksenel yük altında test etmişlerdir. Deneysel sonuçlarında, ECC'nin tekstil liflerine etkin bir şekilde bağlanabilen umut verici bir materyal olduğunu ortaya koymuşlardır. Bazalt ile güçlendirilmiş ECC ile sargılanmış örneklerin, ECC ile sargılanmış olanlara göre daha iyi esneklik gösterdiğini belirtmişlerdir. Tekstil takviyeli harç kullanılmasının daha düşük eksenel gerinim artışına sebep olduğunu göstermişlerdir. Bununla birlikte hem eksenel hem yanal gerinimin çimento harcı yerine ECC kullanımı ile önemi ölçüde arttığını ortaya koymuşlardır. Bazalt lif tekstille güçlendirilmiş ECC ve tekstil takviyeli harcın sargılama etkinliğini tahmin etmek için deneysel sonuçlardan formüle edilmiş basitleştirilmiş bir model de önermişlerdir. Elde ettikleri deneysel sonuçlar tasarlanmış çimentolu kompozitlerin tekstil liflerine etkin bir şekilde bağlanabilen umut verici bir materyal olduğunu göstermiştir (Al-Gemeel and Zhuge 2019).

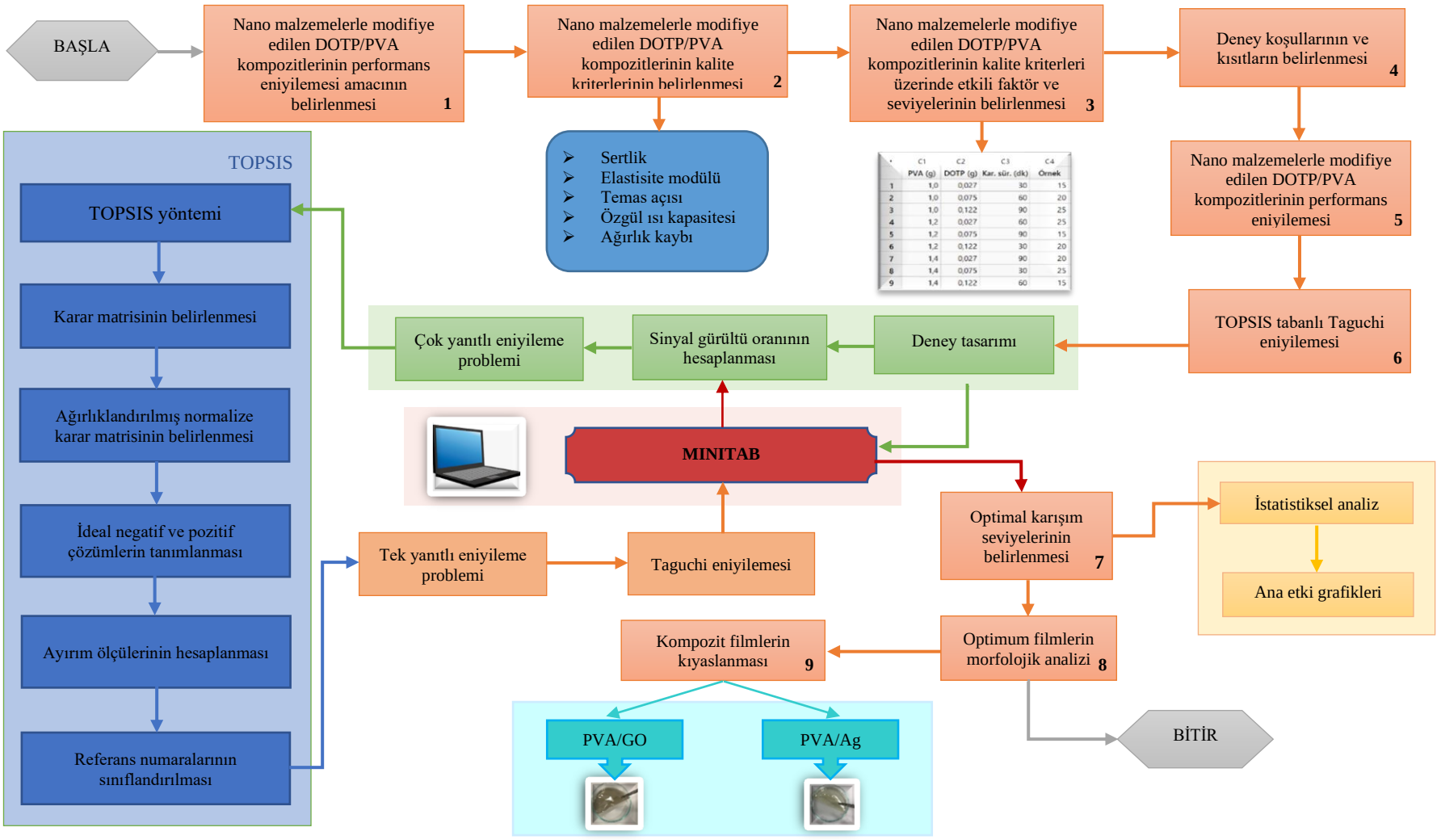
3. MATERYAL VE YÖNTEM

3.1 Malzemeler

Polivinil alkol (Mw~125.000 ve 8,0-98,8 %mol hidroliz), gümüş nitrat ($AgNO_3$, ≥%99,5), nişasta (patatesten) ve hidrojen peroksit (H_2O_2, %34,5-36,5) Sigma Aldrich firmasından; grafit (<50 μm), potasyum permanganat ($KMnO_4$, ekstra saf), D (+) - Glikoz (biyokimya için susuz), pH ayarlamalarında kullanılan sodyum hidroksit peletleri (NaOH, >%99), sülfürik asit (H_2SO_4, %95-97), orto fosforik asit (H_3PO_4, %85) Merck Millipore firmasından; DOTP ise Meltem Kimya firmasından tedarik edilmiştir. Kimyasal maddelere ilave bir saflaştırma işlemi uygulanmamıştır.

3.2 Metodoloji

DOTP/PVA ve nano malzemelerle modifiye edilen DOTP/PVA kompozit filmlerinin üretimi ve karakterizasyonu için önerilen ve dokuz basamaktan oluşan metodoloji Şekil 3.1'de gösterilmiştir. Yapılacak çalışma ile kompozit filmlerin elde edilmesinde kullanılacak optimum karışım oranları belirlenecektir. Kalite kriterleri olarak seçilen sertlik, elastisite modülü, temas açısı, özgül ısı kapasitesi ve ağırlık kaybı özelliklerini etkileyen ve her bir kompozit için belirlenmiş olan faktörlerin optimum karışım oranlarını belirlemek için TOPSIS tabanlı Taguchi yöntemi kullanılacak ve sonuçlar MINITAB (versiyon 17) programı yardımıyla analiz edilecektir. Bir tür çok kriterli karar verme yöntemi olan TOPSIS yöntemi, çok yanıtlı optimizasyon problemlerini çözmek için Taguchi yöntemi ile bütünleşik olarak kullanılmaktadır. Her bir kalite kriteri üzerinde etkili olan faktörler ve seviyeleri ön deneme sonuçlarına ve literatüre göre tespit edilecek ve deneysel tasarımda Taguchi yönteminin kullanılmasıyla deneylerin tüm kombinasyonları yapılmadan ortogonal dizinler sayesinde yalnızca bir kısmı yapılarak, en iyi performans kriteri değerinin elde edildiği faktör seviyeleri bulunabilecektir.



Şekil 3.1 Nano malzemelerle modifiye edilen DOTP/PVA kompozit filmlerinin üretimi ve karakterizasyonu

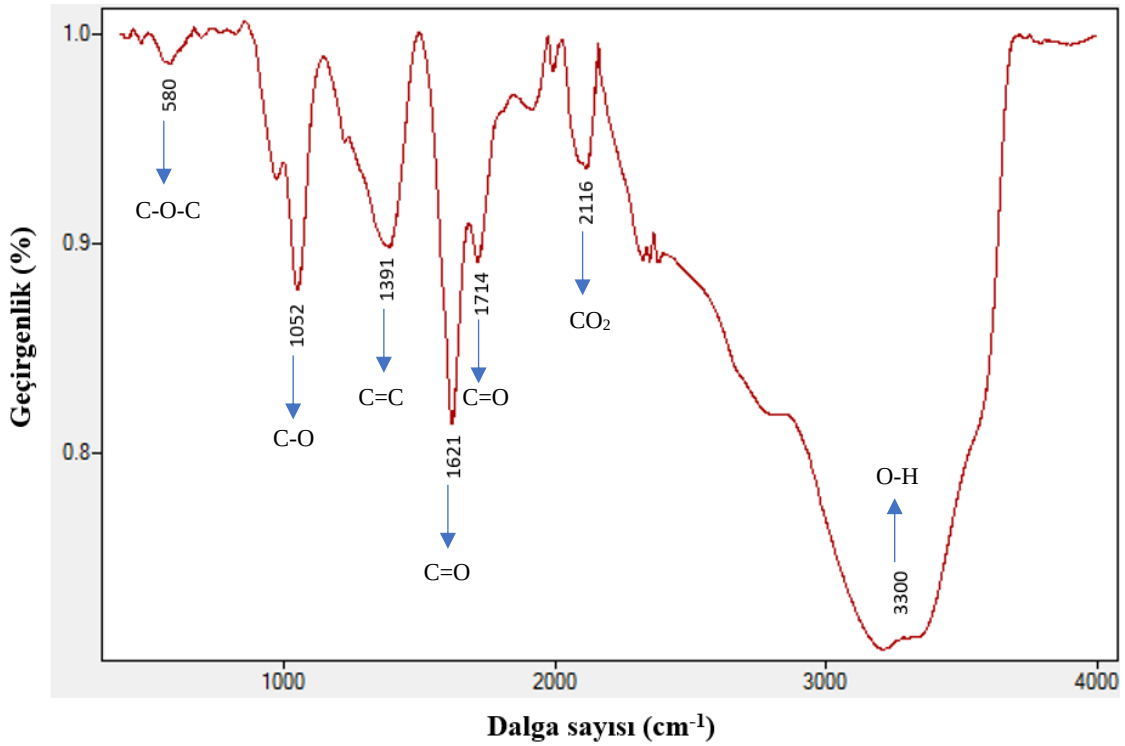
3.3 Nano Malzemelerin Hazırlanması ve Karakterizasyonu

3.3.1 Grafen oksitin sentezi ve karakterizasyonu

Grafen oksidin sentezi grafit tozu kullanılarak modifiye edilmiş Hummers yöntemi ile gerçekleştirilmiştir (Geim and Novoselov 2007, Marcano *et al.* 2010, Chen *et al.* 2013) Numuneyi hazırlamak için mekanik bir karıştırıcı ve 1 litrelik ceketli reaktör kullanılmıştır. İlk olarak, ceketli reaktör 360 mL sülfürik asit (H_2SO_4) ve 40 mL fosforik asit (H_3PO_4) ile doldurulmuş, daha sonra ceketli reaktöre 3 g grafit eklenmiştir. Çözelti, soğutmalı sirkülatör kullanılarak -5°C'de 15 dakika boyunca kuvvetlice karıştırılmıştır. Çözeltinin karıştırılmasından sonra, 18 g potasyum permanganat ($KMnO_4$) yavaşça dökülmüş ve 8 saat boyunca çözelti karıştırılmıştır. Karıştırma işlemi boyunca, her bir saat geçtikten sonra, jelleşmeyi önlemek için 25 mL deiyonize su ilave edilmiştir. Karıştırma işlemi tamamlandıktan sonra, çözelti önce 35°C'ye ısıtılmış, daha sonra 35°C'de 2 saat bekletildikten sonra, sıcak su sirkülasyonu kullanılarak 95°C'ye ısıtılmış ve 95°C'de 3 saat daha karıştırılmıştır. 95°C'de yapılan karıştırma işlemi boyunca, buharlaşma nedeniyle su kaybını telafi etmek için her saat geçtikten sonra çözeltiye 25 mL deiyonize su ilave edilmiştir. 95°C'de karıştırma işleminden sonra, çözeltilerin her birine H_2O içinde %30 hidrojen peroksit (H_2O_2) (w/w) ilave edilerek oksidasyon işlemi tamamlanmıştır. Solüsyondaki metal iyonları 4 ardışık hidroklorik asit (HCl) (1:10) çözeltisi ile yıkama ve santrifüjleme işlemi ile uzaklaştırılmış, daha sonra GO tozu elde etmek için karışım bir kurutma fırınında 24 saat 50°C'de kurutulmuştur (Korucu *et al.* 2018, Şimşek *et al.* 2018a).

Sentezlenen GO'nun karakterizasyonu için FTIR, Raman, XRD, SEM-EDX ve AFM analizleri yapılmıştır. GO'nun yapısını ve fonksiyonel grupların varlığını araştırmak için FTIR analizi gerçekleştirilmiştir. Cihazın çözünürlüğü 4 cm^{-1}'dir ve kaydedilen dalga boyu aralığı 400 ila 4000 cm^{-1} olarak alınmıştır. Şekil 3.2'de FTIR spektrumu verilmiştir. FTIR spektroskopisi ile 580 cm^{-1}'de C-O-C gerilme (epoksi) titreşimine karşılık gelen absorpsiyon bandı, 1052 cm^{-1}'de C-O gerilme titreşimi (hidroksil ve epoksi grupları), 1391cm^{-1}'de C=C gerilme titreşimi (aromatik), 1621cm^{-1} ve 1714 cm^{-1}'de C=O gerilme (karboksilik ve/veya karbonil grupları) titreşimleri ve 3300 cm^{-1}'de OH gerilme titreşimi

elde edilmiştir. 2116 cm^{-1}'deki pikin atmosferdeki CO_2'den kaynaklandığı düşünülmektedir. Oksijen içeren fonksiyonel grupların varlığı grafitin GO'ya oksitlendiğini ve literatürle uyumlu olduğunu göstermiştir (Korucu *et al.* 2018, Şimşek *et al.* 2018).

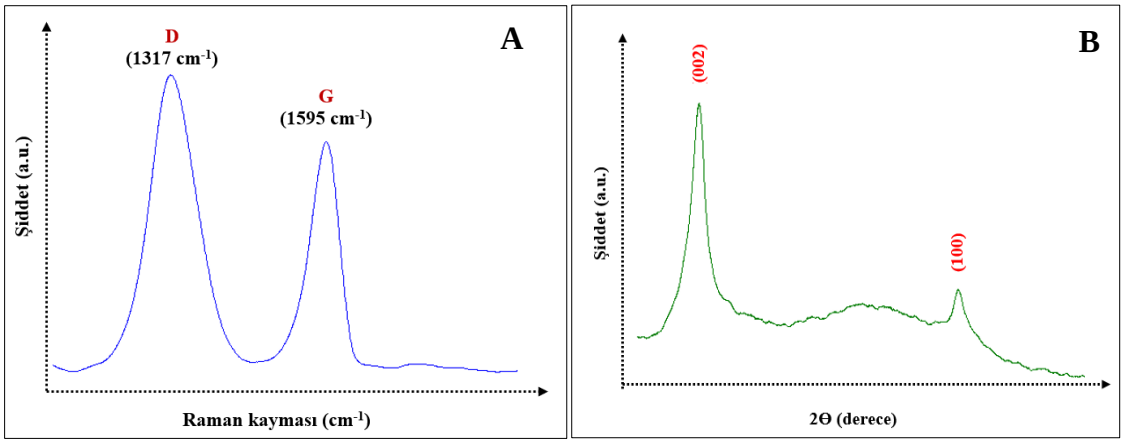


Şekil 3.2 GO numunelerinin FTIR spektrumu

Sentezlenen GO'daki kusur derecesini belirlemek amacıyla Raman analizi yapılmış ve elde edilen analiz sonucu Şekil 3.3A ile verilmiştir. GO'nun Raman spektrumu, bozulmamış grafitin D ve G bantları etrafındaki pozisyonlarda, pozisyon ve bağıl yoğunluktaki farklılıklar ile iki belirgin tepe noktası gösterir. GO'nun yapısındaki değişimi gösteren G (sp^2) bandı düzenli/aromatik yapıları ifade ederken D (sp^3) bandı ise aromatik yapıdaki düzensizliklerini, amorf yapıları ve oksidasyon sonucunda oluşan alifatik yapıları göstermektedir (Severin *et al.* 2018). Raman spektrumuna bakıldığında A_{1g} moduna tekabül eden D bandına atanan yaklaşık 1317 cm^{-1} ve G titreşimli E_{2g} dejeneratif moda atanan 1595 cm^{-1} civarında görünen iki farklı karakteristik pik GO sentezinin başarıyla gerçekleştirildiğini göstermiştir. Beklendiği gibi, GO'nun I(D/G)

oranları, oksidasyon işleminin sonucu olarak daha küçük sp^2 bölgelerinin oluşması sebebiyle 1'den büyüktür (Şimşek *et al.* 2018a).

GO toz numunelerinin kristal özelliklerini incelemek amacıyla XRD analizi yapılmış ve elde edilen kırınım spektrumu Şekil 3.3B ile gösterilmiştir. Yapılan analiz sonucunda GO'nun (002) grafen oksit düzleminde 11,4° güçlü bir kırınım piki ve (100) grafen oksit düzleminde 42,3° zayıf bir kırınım piki sergilediği görülmüştür. XRD sonuçları literatür ile kıyaslandığında Hummers metodu ile grafen oksit sentezinin başarıyla gerçekleştirildiği kanıtlanmıştır (Korucu *et al.* 2018, Şimşek *et al.* 2018a, Şimşek *et al.* 2019b).

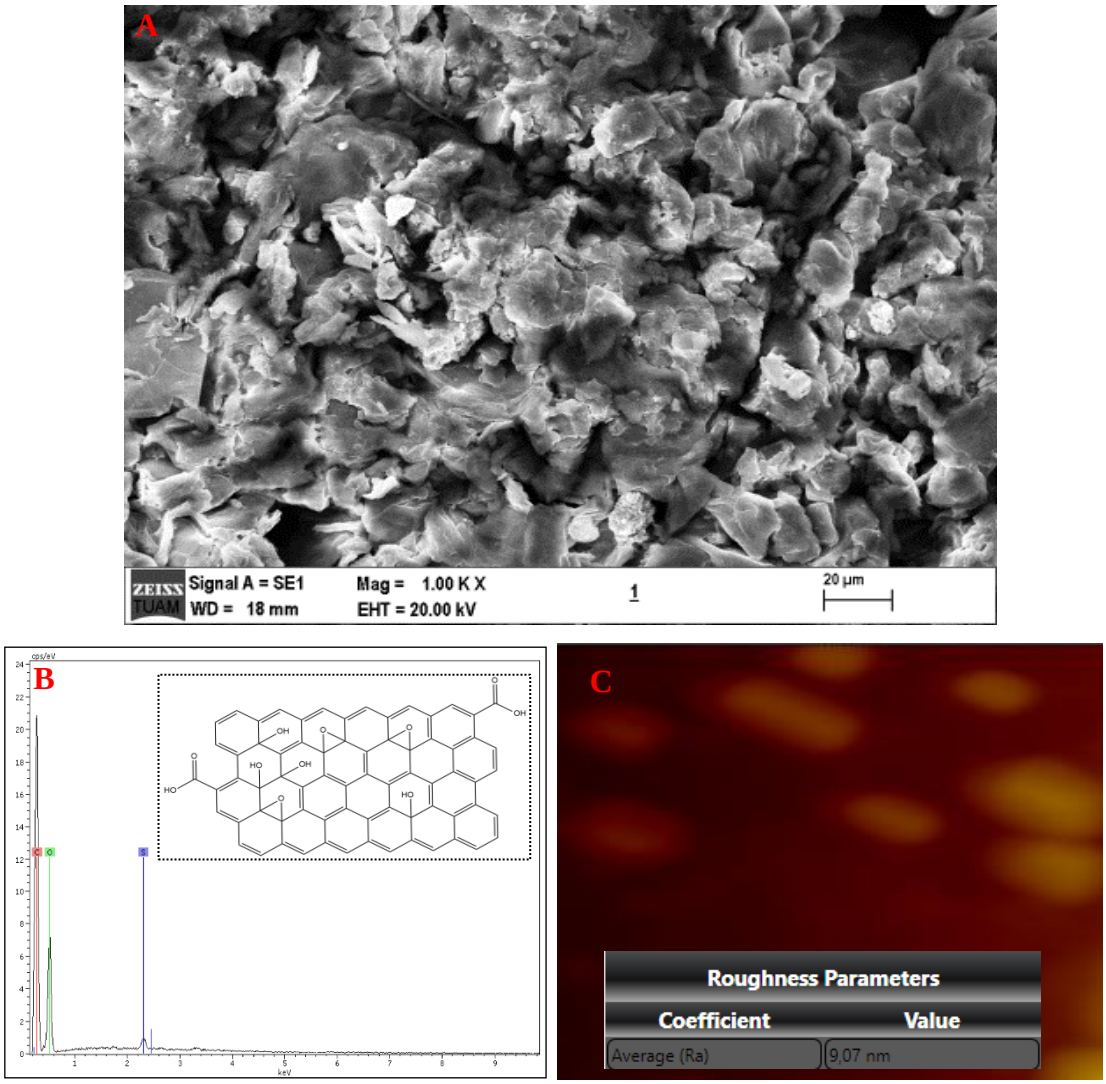


Şekil 3.3 GO numunelerinin karakterizasyonu a) Raman, b) XRD

SEM-EDX (Taramalı Elektron Mikroskobu-Enerji Dağıtıcı X-Işını Spektroskopisi) analizi ise toz haline getirilmiş GO'nun homojenliğini, temel bileşimini değerlendirmek ve oksidasyon derecesini karbon-oksijen oranı olarak tahmin etmek için kullanılmıştır (Şekil 3.4A). EDX analizinden yararlanarak GO'nun karbon-oksijen atomik oranı 2,5 olarak bulunmuş (Korucu *et al.* 2018) ve Lerf modelinden uyarlanan GO yapısı Şekil 3.4B'de gösterilmiştir (Lerf *et al.* 1998).

GO numunelerinin yüzey morfolojisi, katman sayısı ve yüzey topolojisini karakterize etmek için Atomik Kuvvet Mikroskobu (AFM) kullanılmıştır. AFM numuneleri, asetonda çözülen GO'nun cam substratlar üzerine hazırlanmasıyla elde edilmiş,

numunelerin yüzey topolojisi, Nano Magnetics Firması tarafından ezAFM cihazı kullanılarak 2 µm x 2 µm numune alanlarından ölçülmüştür. Ortalama pürüzlülük değerleri 9,07 nm olarak hesaplanmış ve AFM görüntüsünde GO tabakaları (Şekil 3.4C) görülmüştür. GO'nun literatürde verilmiş AFM görüntülerine bakıldığında sentezlenen GO'nun görüntülerinin literatür ile uyumlu olduğu görülmüştür (Korucu *et al.* 2018, Şimşek *et al.* 2018a).

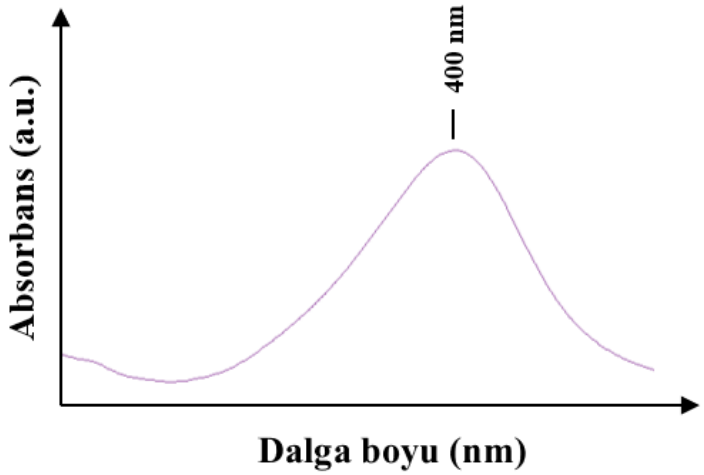


Şekil 3.4 GO numunelerinin a) SEM görüntüsü, b) EDX analizi ve Lerf modeli ve c) AFM görüntüsü

3.3.2 Gümüş nano parçacıkların sentezi ve karakterizasyonu

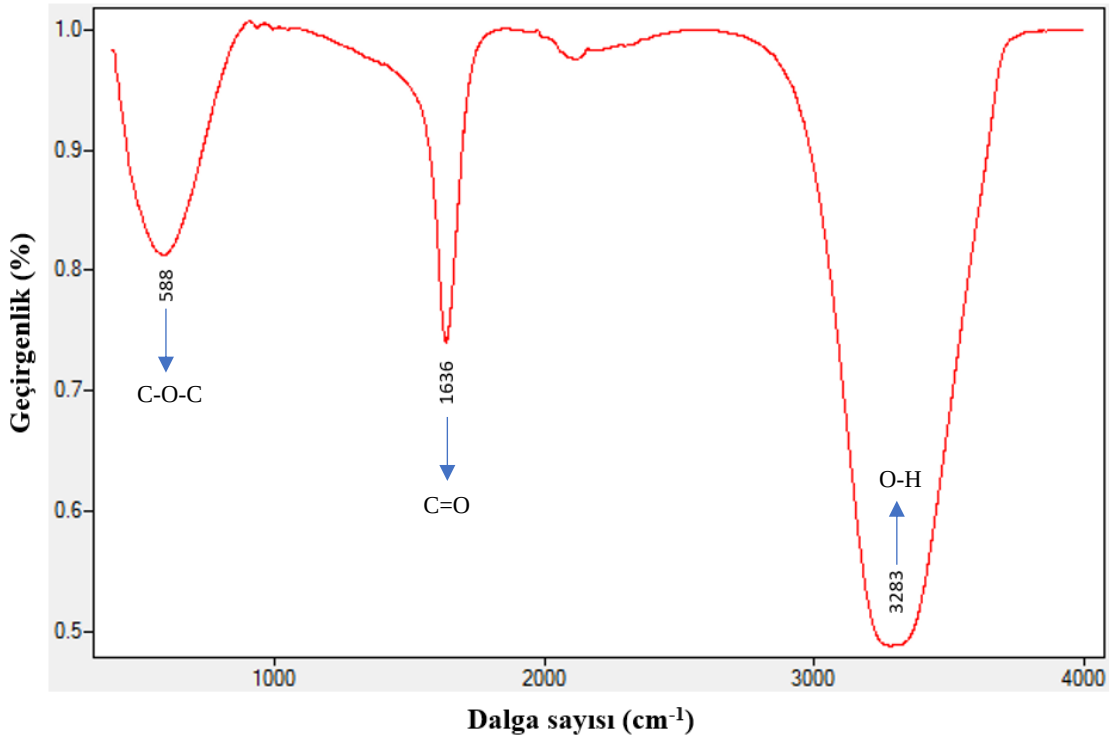
Gümüş nano parçacık sentezi için indirgeyici ajan olarak glikoz ve kaplama ajanı olarak nişasta (patatesten) çözeltisinin kullanıldığı yeşil bir yöntem seçilmiştir (Nyakundi and Padmanabhan 2015). %0,2'lik nişasta çözeltisinden 40 mL alınarak 70°C'de 15 dakika boyunca bir ultrasonik banyoda çözünmesi sağlanmış ve daha sonra 10 mL 0,001 M $AgNO_3$ çözeltisi nişasta çözeltisine eklenerek 10 dakika karıştırılmıştır. Glikoz/$AgNO_3$ mol oranına (GAM) bağlı olarak 0,1 M glikoz çözeltisinden tanımlanan miktarda ilave edilmiştir. Daha sonra, karışımın pH'sı 11,5 olacak şekilde 0,1 M NaOH çözeltisinden yeteri kadar kullanılmıştır. Karışım 70°C sıcaklıkta sarı bir renk gözlenene kadar yaklaşık 1 saat karıştırılmıştır. Böylece glikoz, gümüş iyonlarını (Ag^+) bir sodyum hidroksit alkalin çözeltisinde metalik gümüşe (Ag^0) indirgemiştir (Karhan *et al.* 2017).

Disperse gümüş nano parçacıklar, üç farklı parçacık boyutuna karşılık gelen üç farklı glikoz/$AgNO_3$ mol oranında (5, 10 ve 15) hazırlanmış ve 300-600 nm aralığında Perkin-Elmer UV-VIS Spektroskopisi ile karakterize edilmiştir. Şekil 3.5'de gösterildiği gibi UV-VIS spektrumunda 400 nm'de absorpsiyon pikleri görülmüş, bu da literatür ile kıyaslandığında gümüş nano parçacıkların varlığını doğrulamıştır (Karhan *et al.* 2017).



Şekil 3.5 Gümüş nano parçacıkların UV-VIS spektrumu (glikoz/$AgNO_3$ mol oranı: 10)

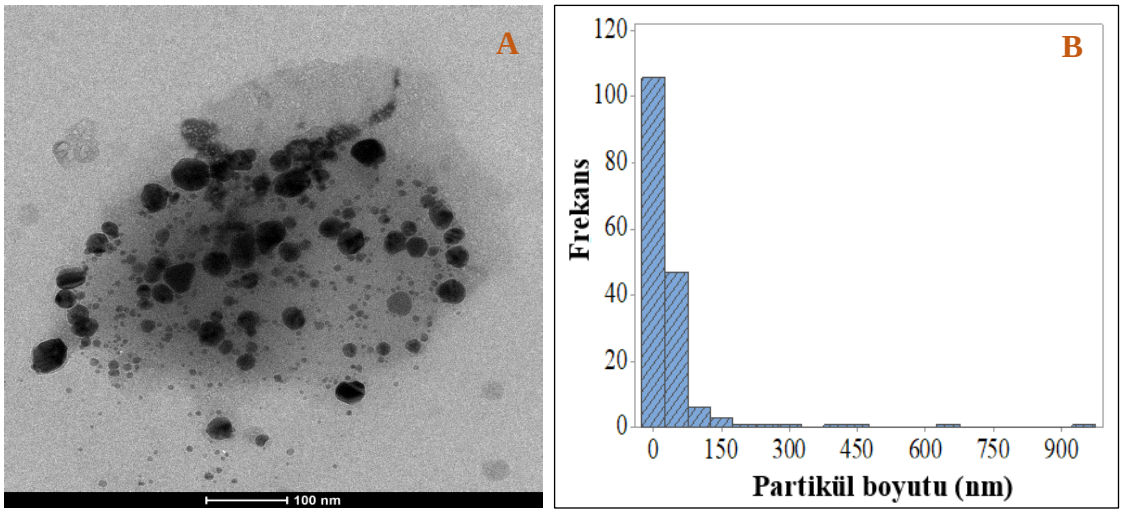
Sentezlenen gümüş nano parçacıkların FTIR spektrumu Şekil 3.6'da verilmiştir. 3283 cm^{-1}'de ortaya çıkan bant O-H gerilme titreşiminden kaynaklanmıştır. 1636 cm^{-1}'de görülen C=O gerilme titreşimi ve 588 cm^{-1}'de görülen C-O-C gerilme (epoksi) titreşimi ile kaplama maddesi olarak nişastanın varlığı doğrulanmıştır. Gümüş nano parçacıklar yüksek yüzey enerjileri nedeniyle topaklanma eğilimindedir, bu nedenle gümüş nano parçacıkları stabilize etmek için kaplama ajanı olarak nişasta kullanılmıştır. Nişasta, parçacıkları çevreleyerek topaklanmayı önlemede önemli bir rol oynar (Golla *et al.* 2013, Ren *et al.* 2019, Restrepo and Villa 2021).



Şekil 3.6 Gümüş nano parçacıkların FTIR spektrumu (glikoz/$AgNO_3$ mol oranı: 10)

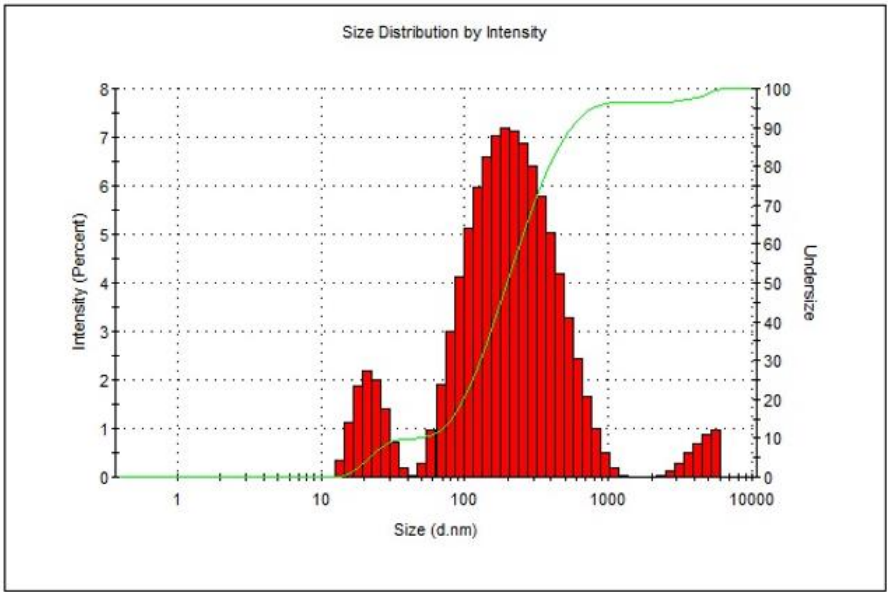
Metal nano parçacıklar içeren renkli numuneler genellikle lazerin 633 nm dalga boyunda absorbans gösterir ve bu da parçacıkların boyutunun yanlış tahmin edilmesine yol açabilir. Küresel olmayan şekillere sahip metal nano parçacıklar Zetasizer ile tahmin edilemez. Bu nedenle, metal nano parçacıkların fizikokimyasal özelliklerinin Zetasizer ve zeta potansiyel sonuçları kullanılarak belirlenmesi, yüzey fonksiyonel grupları ve nano parçacıkların şekli ve boyutu hakkında sonuçlar çıkarılması için genellikle FTIR ve TEM analiz sonuçları ile karşılaştırılır (Minal and Prakash 2020).

AgNP'lerin şekli, tane boyutu ve dağılımını belirlemek için TEM ve Zetasizer analizi şeklinde iki farklı yöntem kullanılmıştır. TEM analizleri FEI marka Tecnai σ2 Spirit Biotwin model Yüksek Kontrastlı Geçirimli Elektron Mikroskobu (CTEM) kullanılarak incelenmiştir. TEM görüntüleri Şekil 3.7A'da verilmiştir. Şekil 3.7A'dan gümüş nano parçacıkların büyük oranda küresel olduğu görülmüştür. TEM görüntülerinden görüntü işleme tekniği (Image J) yardımı ile ortalama tane boyutu ve dağılımı hesaplanmıştır (Şekil 3.7B). Buna göre glikoz/$AgNO_3$ mol oranının 5 olduğu durumda hazırlanan gümüş nano parçacıkların ortalama parçacık boyutu 44,08 nm ve standart sapması 102,3 nm şeklinde bulunmuştur. Hesaplamalarda kullanılan parçacık sayısı 169'dur.



Şekil 3.7 Gümüş nano parçacıkların a) TEM görüntüsü, b) TEM görüntüsüne dayalı Image J ile hazırlanan parçacık boyut dağılımı (glikoz/$AgNO_3$ mol oranı: 5)

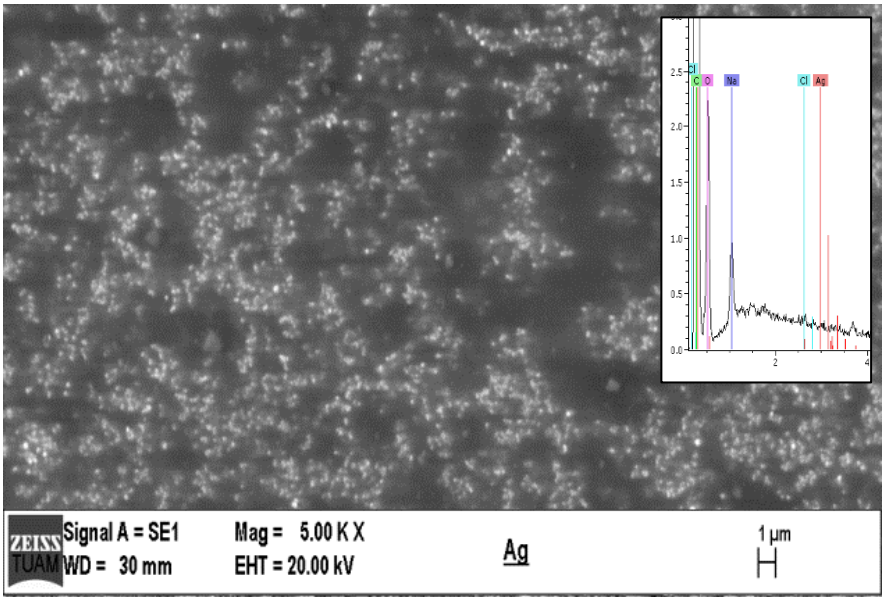
Üç farklı glikoz/$AgNO_3$ mol oranıyla (5, 10 ve 15) sentezlenen AgNP'lerin ortalama tanecik boyutu Malvern Nano ZS90 Zetasizer kullanılarak sırasıyla 144,83 nm, 111,21 nm ve 115,35 nm, standart sapmaları ise sırasıyla 8,67, 2,92 ve 2,45 olarak belirlenmiştir. Şekil 3.8 ile glikoz/$AgNO_3$ mol oranının 5 alınmasıyla hazırlanan AgNP'lerin Zetasizer ile elde edilen parçacık boyut dağılımı gösterilmiştir.



Şekil 3.8 Gümüş nano parçacıkların Zetasizer analizi (glikoz/$AgNO_3$ mol oranı: 5)

TEM'in görsel sonuçları ile Zetasizer'ın yoğunluğa dayalı sonuçları temelde birbirinden farklıdır (Minal and Prakash 2020). TEM görüntülerinden elde edilen bu tür bilgiler, Zetasizer'dan elde edilen verilerle genellikle iyi bir şekilde desteklenmez, çünkü Zetasizer yoğunluğa dayalı bir tekniktir oysa TEM'i temelde farklı kılan sayı temelli bir teknik olmasıdır. Dinamik ışık saçılımı (DLS) yöntemi ile çalışan Zetasizer, dağılmış küresel parçacıkların hidrodinamik çapını ölçerken; TEM, gelen elektronların ne kadarının numuneden iletildiğine bağlı olarak öngörülen yüzey alanını sağlar. Bu nedenle, DLS ile elde edilen boyut genellikle TEM'den daha büyüktür (Bhattacharjee 2016). Polidispers numunelerde, küçük boyutlu parçacıkların düşük yoğunluklu saçılımı, büyük boyutlu parçacıkların yüksek yoğunluklu saçılımıyla maskelenebilir. Daha büyük parçacıkların hacmi arttıkça küçük parçacıklardan gelen sinyalin azaldığı gözlemlenebilir (Tomaszewska *et al.* 2013, Pal *et al.* 2021). Bunların yanında DLS'nin bir avantajı, TEM'e (birkaç yüz) kıyasla daha fazla sayıda parçacığı (milyon olarak) ölçme yeteneğidir. Bu nedenle DLS, boyut dağılımı hakkında daha sağlam veriler sağlar (Bhattacharjee 2016).

AgNP'lerin SEM-EDX analizi sonucu Şekil 3.9'da verilmiştir. AgNP'lerin EDX spektrumu ile de elementel gümüş içeriği belirlenmiş ve gümüş iyonlarının metalik gümüşe indirgendiği doğrulanmıştır (Dayakar *et al.* 2018).



Şekil 3.9 Gümüş nano parçacıkların SEM-EDX analizi (glikoz/$AgNO_3$ mol oranı: 5)

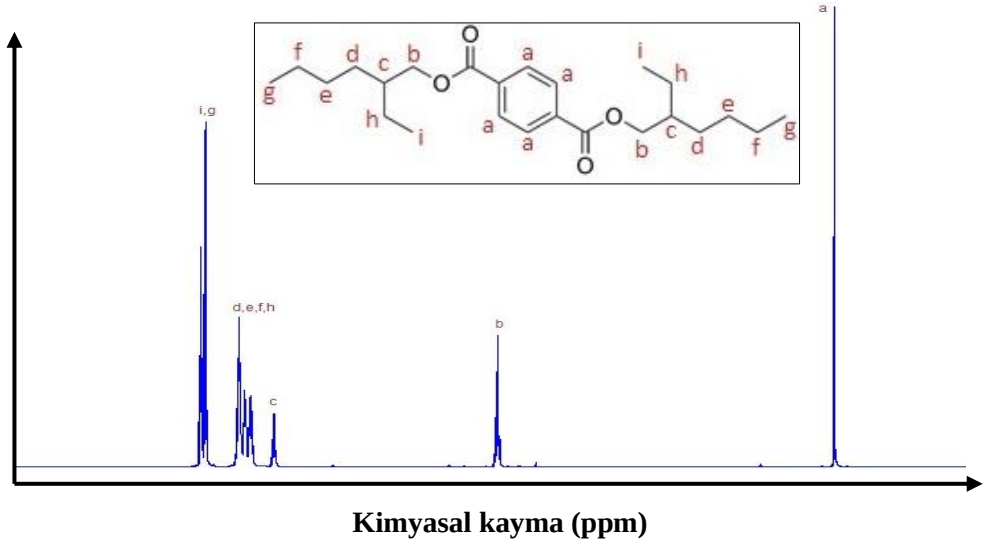
3.3.3 Dioktil tereftalat ve karakterizasyonu

Bu çalışmada kullanılan DOTP, Meltem Kimya firmasından tedarik edilmiştir. Meltem Kimya PET şişe atıklarını geri dönüştürerek sürdürülebilir bir şekilde DOTP plastikleştiricisini elde etmektedir (Meltem 2022). Atık PET'ten elde edilmiş olan ve çalışmada kullanılan DOTP'nin özellikleri Çizelge 3.1'de, güvenlik bilgi formu ise EK 1'de verilmiştir (Şimşek *et al.* 2018b).

Çizelge 3.1 DOTP'nin özellikleri (Şimşek *et al.* 2018b)

Özellikler	**Değer**
Moleküler ağırlık	390,57
Formül	$C_{24}H_{38}O_4$
Ester içeriği, %	99,8
Ftalik asit, % wt	0,03
Özgül ağırlık, g/cm^3	0,98
Viskozite, cP	60
Refraktif indeks	1,49
Donma noktası, ºC	-46
Kaynama noktası, ºC	405
Form	Sıvı

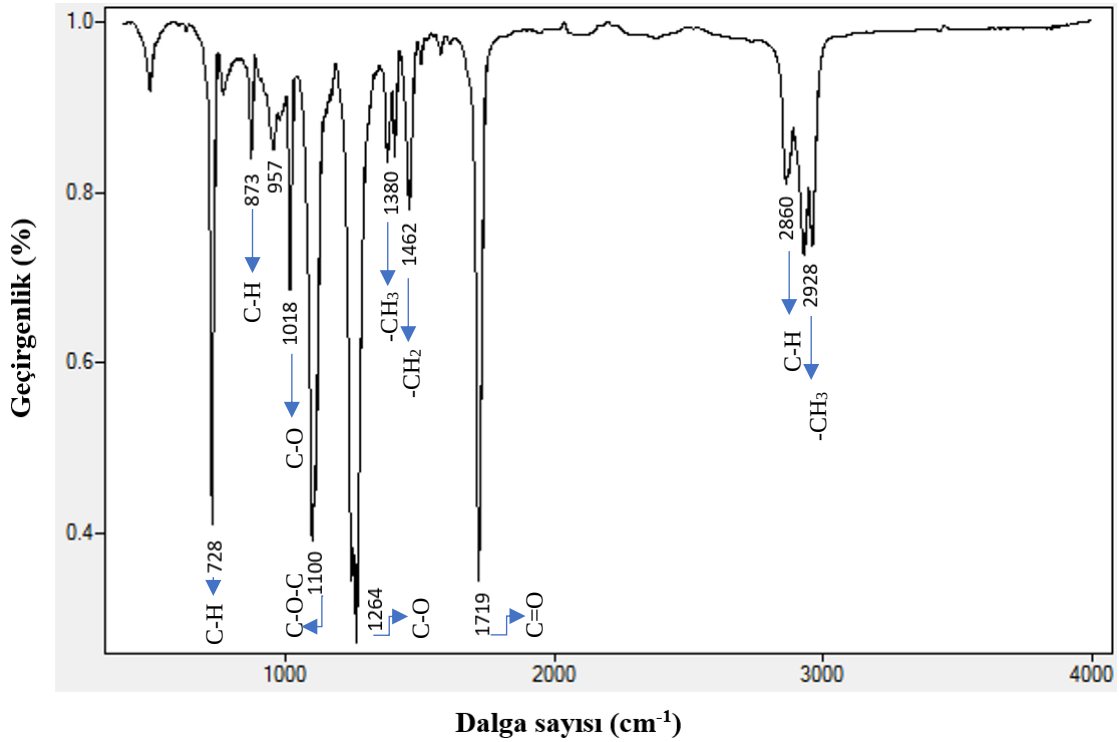
Temin edilen DOTP örneklerinin karakterizasyonu için 1H-NMR ve FTIR analizleri yapılmıştır. Şekil 3.10'da NMR spektrumu verilmiştir. 1H-NMR spektrumunda, "a" olarak etiketlenen sinyaller δH8,05 ppm benzen halkasının aromatik protonlarına atfedilmiştir. "b" ile gösterilen δH4,44 ppm ve "c" ile gösterilen 1,80 ppm deki sinyaller sırasıyla (-COO-C) gruplarına komşu metilen ve (-CH-) gruplarına komşu metilen protonlarına atfedilmiştir. "h" ile işaretlenen δH1,40 ppm, "f" ile işaretlenen δH1,35 ppm, "e" ile işaretlenen δH1,26 ppm, "d" ile işaretlenen δH1,18 ppm'deki sinyaller metilen grubunun ($-CH_2-$) protonlarını temsil etmiştir. "i" ile belirtilen δH0,88 ppm ve "g" ile belirtilen δH0,93 ppm'deki sinyaller metil grup ($-CH_3-$) protonlarının varlığını göstermiştir (Liu *et al.* 2013, Viante *et al.* 2018).



Şekil 3.10 Atık PET taneleri ile elde edilen DOTP'nin NMR spektrumu

DOTP'nin karakterizasyonu için yapılan FTIR analizi sonucu elde edilen spektrum Şekil 3.11 ile gösterilmiştir. Spektruma bakıldığında görülen -CH gerilme (benzen türevi) titreşimini gösteren 728 cm^{-1} bandı, -CH gerilme (1,4-disübstitüe benzen) titreşimine karşılık gelen 873 cm^{-1} bandı, C-O gerilme (vinil eter) titreşimini belirten 957 cm^{-1} bandı, C-O-C gerilme titreşimine ait 1100 cm^{-1} bandı, C-O gerilme (aromatik ester) titreşimini gösteren 1264 cm^{-1} bandı, $-CH_3$ gerilme titreşimlerini temsil eden 1380 cm^{-1} ve 2928 cm^{-1} bantları, $-CH_2$ gerilme titreşimine ait 1462 cm^{-1} bandı, C=O gerilme titreşimine ait 1719 cm^{-1} bandı ve -CH gerilme titreşimine ait 2860 cm^{-1} bandı DOTP'nin tüm fonksiyonel

gruplarını göstermiştir. Atık PET'ten elde edilen DOTP'nin FTIR spektrumu standart DOTP ile uyumludur (Liu *et al.* 2013).



Şekil 3.11 Atık PET taneleri ile elde edilen DOTP'nin FTIR spektrumu

3.3.4 Nano kompozit sentezi ve çözelti döküm yöntemi (solution casting method)

Çözelti döküm yöntemi üstün optik, mekanik ve fiziksel film özelliklerine sahip yüksek kaliteli filmler sunmak için film ekstrüzyonunun yerini alabilen bir tekniktir (Koomen 2015). Günümüzde pek çok uygulama için mühendislik plastikleri, optik filmler, tıbbi filmler, kompozit filmlerin üretiminde ve membran teknolojisinde kullanılmaktadır (Ahmed *et al.* 2011, Zhang *et al.* 2017, Kamal *et al.* 2019). Çözelti dökümünde, polimer çözelti içinde çözülür veya dağıtılır, bir taşıyıcı substrat üzerine kaplanır ve daha sonra taşıyıcı üzerinde katı bir tabaka oluşturmak için su veya çözücü kurutularak uzaklaştırılır. Elde edilen döküm tabaka, bağımsız bir film üretmek için taşıyıcı substrattan sıyrılabilir (Kariduraganavar *et al.* 2014). Soyma işleminden önce veya sonra çok katmanlı ürünler oluşturmak için başka malzemelerle kaplanabilir (Koomen 2015). Çözelti döküm tekniğinin geleneksel film ekstrüzyon yöntemlerine göre avantajları şöyle sıralanabilir:

- Sıcaklığa duyarlı aktif bileşenler içeren uygulamalar veya termal olarak aktive edilmiş filmler için değerli olan düşük sıcaklıklarda işlem yapmaya imkân sağlaması,
- Termoplastik olmayan fakat çözülebilir hammaddelerden yüksek sıcaklığa dayanıklı filmler üretme yeteneği,
- Katkı ve dolgu maddelerinin basitleştirilmiş bir şekilde katılması,
- Sulu veya solvent bazlı çözeltilerden döküm ile malzeme seçeneklerinin daha geniş olması (Koomen 2015).

3.4 Deneysel Tasarım ve Optimizasyon

3.4.1 Kalite kriterleri (yanıtlar)

Yapılan deneysel çalışmada DOTP/PVA kompozit filmi ve nano malzemelerle modifiye edilen DOTP/PVA kompozit filmlerinin üretimi ve optimizasyonu için beş kalite kriteri belirlenmiştir. Polimer matrislere nano malzemelerin ilave edilmesiyle elde edilen kompozit filmlerin fizikokimyasal ve mekanik özelliklerinin daha verimli bir şekilde güçlendirilebildiği bilinmektedir (Zhu *et al.* 2015). Kompozit filmlerin mekanik karakterizasyonunun gerçekleştirilebilmesi için sıklıkla kullanılan en önemli iki özellik sertlik ve elastisite modülüdür (Sakharova *et al.* 2013) Bu sebeple seçilen kalite kriterlerinden ilki sertlik ikincisi ise elastisite modülüdür. Son yıllarda çeşitli malzemelerin ve kompozit film sistemlerinin sertlik ve elastisite modülü gibi mekanik özelliklerinin araştırılmasında, incelenen materyalle ilgili yük-yer değiştirme eğrilerini basitçe analiz eden ve bol miktarda bilgi sağlayan en önemli araçlardan biri olan nano indentasyon yöntemi kullanılmaktadır (Guo *et al.* 2019). Bu çalışmada sertlik ve elastisite modülünü ölçmek için 0,1–400 mN nano indentasyon yükü aralığına sahip bir Berkovich tipi indenter kullanılmıştır (Sakharova *et al.* 2013, Xie *et al.* 2018, Thimmappa *et al.* 2019, Vargas *et al.* 2019). Filmin mekanik özellikleri üzerinde substratın etkisini engellemek için maksimum girinti derinliği 200 nm'de sabitlenmiştir, bu da toplam kalınlığın onda biri ila yedide biri kadardır (Xie *et al.* 2018). Yükleme ve boşalma sürelerinin her ikisi de 10 s ve indenterin yer değiştirme hızı 20 nm/s olarak alınmıştır.

Aynı test her numunede altı kez tekrarlanmıştır. Kompozit filmlerin sertliği ve elastisite modülü, dayanıklı ve esnek ince filmlerin üretimi için maksimumda olmalıdır.

Seçilen üçüncü kalite kriteri, kompozit filmlerin hidrofilik/hidrofobik özellikleri üzerinde belirleyici rol oynayan temas açısıdır (Feng and Nguyen 2017). DOTP/PVA kompozit filmlerinin temas açısı güneş hücreleri, periskoplar, mercekler ve diğer biyolojik ve çevresel uygulamalarda kullanılabilecek hidrofilik yüzeyli ince filmleri üretebilmek için en aza indirilmelidir (Tang *et al.* 2017, Aghaei *et al.* 2018). Kompozit film örneklerinin temas açılarını ölçmek için bir Attension teta tipi tansiyometre kullanılmıştır. Ölçümler filmlerin yüzeyine 3 µL distile su damlası bırakılması ve damlacığın hızlı bir şekilde geri dönmesiyle birlikte bu geri çekilme işleminin verilerinin kaydedilmesiyle elde edilmiş ve 5 s içindeki temas açısı ölçümleri alınmıştır (Wang *et al.* 2017).

Seçilen dördüncü kalite kriteri özgül ısı kapasitesi (termal enerji depolama kapasitesi) ve beşinci kalite kriteri ise ağırlık kaybıdır (termal kararlılık). Kompozit filmlerin özgül ısı kapasiteleri enerji depolama kapasitelerini arttırmak için maksimize edilmelidir (Rivière *et al.* 2016) ve kompozit filmlerin ağırlık kaybı termal kararlılık özelliklerini arttırmak için en aza indirilmelidir (Chen *et al.* 2017). Kompozit filmlerin özgül ısı kapasitesi ve ağırlık kaybı değerleri, TA Instruments Diferansiyel Taramalı Kalorimetre (DSC) Q200 ve Termal Gravimetrik Analiz (TGA) Q500 cihazları kullanılarak belirlenmiştir. Kompozit filmlerin özgül ısı kapasiteleri sabit basınç altında -60°C ile 60°C sıcaklık aralığında ölçülmüştür. TGA analizleri ise azot atmosferi altında 6 mg kompozit film örneklerinin alümina kroze kullanılarak 25°C ila 600°C sıcaklık aralığında 10°C/dk ısıtma hızına maruz bırakılmasıyla yapılmıştır.

DOTP/PVA kompozit filmleri ile nano malzemelerle modifiye edilen DOTP/PVA kompozit filmler için belirlenen kalite kriterleri ve bu kriterlerin ağırlıklar Çizelge 3.2'de özet olarak belirtilmiştir. Kriterlerin ağırlıkları, göreceli ağırlık belirlemenin en basit şekli olan ve kriterlere eşit ağırlık (0,2) verilerek yapılan Eşit Ağırlık Yöntemine göre belirlenmiştir (Wang *et al.* 2009).

Çizelge 3.2 Kalite kriterleri

Kriter	Sembol	Tanım	İstenilen özellikler	Gerekçesi	Kompozit filmler için ağırlıklar			Kompozit filmler için normalize edilmiş ağırlıklar		
1	R1	Sertlik (MPa)	Büyük daha iyi	Mekanik dayanım	1[a]	7[b]	5[c]	0,20	0,259	0,167
2	R2	Elastisite modülü (GPa)	Büyük daha iyi	Gerilme dayanımı	1	4	7	0,20	0,148	0,233
3	R3	Temas açısı (º)	Küçük daha iyi	Hidrofilik özellikler	1	9	6	0,20	0,333	0,200
4	R4	Özgül ısı kapasitesi, Cp (J/g*ºC)	Büyük daha iyi	Isı kapasitesi	1	3	4	0,20	0,111	0,133
5	R5	Ağırlık kaybı (%)	Küçük daha iyi	Termal kararlılık	1	4	8	0,20	0,148	0,267
Toplam					**5**	**27**	**30**	**1,00**	**1,00**	**1,00**

[a] Bütün kriterler aynı ağırlığa sahiptir.
[b] Hidrofilik kompozit film üretimi için ağırlıklar belirlenmiştir.
[c] Termal kararlılığa sahip kompozit film üretimi için ağırlıklar belirlenmiştir.

3.4.2 Faktörler ve seviyeleri

Deneysel bir tasarım matrisi oluşturmak için DOTP/PVA ve nano malzemelerle modifiye edilen DOTP/PVA kompozit filmlerin özellikleri üzerinde ana etkiye sahip dört tane üç seviyeli faktör seçilmiştir. Faktörlerin tanımları, sembolleri ve seviyeleri DP, DPG ve DPA kompozit filmleri için sırasıyla Çizelge 3.3, Çizelge 3.4 ve Çizelge 3.5'de gösterilmiştir. DP kompozit filmleri için belirlenen birinci faktör PVA miktarı, ikinci faktör DOTP miktarı, üçüncü faktör manyetik karıştırıcı da karıştırma süresi ve dördüncü faktör ise petri kabına dökülerek kurumaya bırakılan örnek miktarıdır. Bütün kompozit filmlerde plastikleştirici olarak gliserol kullanılmıştır. DP kompozit filmlerinin sentezi için gliserol damlalık yardımıyla alınıp 0,064 g tartılarak, DPG ve DPA kompozit filmleri için ise 0,118 g tartılarak kullanılmış ve bu miktarlar her bir kompozit film için sabit tutulmuştur. DOTP miktarının artmasıyla birlikte DP kompozit filmlerinde petri kabından filmi sıyırmanın zorlaşması sebebiyle DPG ve DPA kompozit filmlerinde gliserol miktarı artırılmış ve her iki kompozit film serisi için de sabit tutulmuştur. DP kompozit filmleri için PVA1, DPG ve DPA kompozit filmleri için PVA2 olmak üzere kullanılan gliserol miktarındaki farktan dolayı iki referans numune ortaya çıkmıştır. DP kompozit filmlerinde PVA miktarı faktör olarak belirlenirken, grafen oksit ve gümüş nano

parçacıkların katkı olarak ilave edilmesi ile birlikte DPG ve DPA kompozit filmleri için PVA miktarı 1,2 g olarak sabit değerde alınmıştır. Bu sebeple DPG ve DPA kompozit filmleri için DOTP miktarları PVA'nın ağırlığı üzerinden yüzde (%) olarak tanımlanmıştır.

Çizelge 3.3 DP kompozit filmleri için faktörler ve seviyeleri

Faktörlerin sembolü	**Tanım**	**Seviyeler**		
		İlk seviye	İkinci seviye	Üçüncü seviye
PVA	PVA miktarı (g)	1,0	1,2	1,4
DOTP	DOTP miktarı (g)	0,027	0,075	0,122
Kar. sür.	Karıştırma süresi (dk)	30	60	90
Örnek	Örnek miktarı (mL)	15	20	25

Çizelge 3.4 DPG kompozit filmleri için faktörler ve seviyeleri

Faktörlerin sembolü	**Tanım**	**Seviyeler**		
		İlk seviye	İkinci seviye	Üçüncü seviye
GO	GO miktarı (g)	0,012	0,018	0,024
DOTP	DOTP miktarı (%)*	2,250	6,250	10,150
Kar. sür.	Karıştırma süresi (dk)	30	60	90
Örnek	Örnek miktarı (mL)	15	20	25

*Ağırlıkça PVA üzerinden tanımlanmıştır.

Çizelge 3.5 DPA kompozit filmleri için faktörler ve seviyeleri

Faktörlerin sembolü	**Tanım**	**Seviyeler**		
		İlk seviye	İkinci seviye	Üçüncü seviye
GAM oranı	Glikoz/$AgNO_3$ mol oranı	5	10	15
DOTP	DOTP miktarı (%)*	2,250	6,250	10,150
Kar. sür.	Karıştırma süresi (dk)	30	60	90
Örnek	Örnek miktarı (mL)	15	20	25

*Ağırlıkça PVA üzerinden tanımlanmıştır.

Bu çalışmada, deney sonuçlarını kaydetmek için $L_9(3^4)$ Taguchi ortogonal dizini seçilmiştir. Ortogonal dizin faktörlerin serbestlik derecesinin toplamına göre belirlenmiştir. Her faktörün serbestlik derecesi faktörlerin seviye sayısının bir eksiği

alınarak hesaplanır. Bu durumda toplam serbestlik derecesi 8'dir ve deneme sayısı 8 veya 8'den büyük olacak şekilde en küçük ortogonal dizin seçilmelidir. Bu sebeple L_9 ortogonal dizini kullanılmıştır. DP, DPG ve DPA kompozit filmleri için oluşturulan deneysel tasarımın detayları ve bu kompozit filmlerin mikrometre yardımıyla ölçülen film kalınlıkları ile SEM-EDX analizi sonucu hesaplanan karbon-oksijen (C/O) atomik oranları sırasıyla Çizelge 3.6, Çizelge 3.7 ve Çizelge 3.8'de verilmiştir.

Çizelge 3.6 DP kompozit filmleri için deneysel tasarım ve detayları

	Örnek no	Ön deneme sonuçlarına göre belirlenen faktörler				Film kalınlığı (µm)	C/O atomik oranı
		PVA miktarı (g)	DOTP miktarı (g)	Karıştırma süresi (dk)	Örnek miktarı (mL)		
Referans	**PVA1**	1,2	-	60	15	98,4	2,79
DP	**DP1**	1,0	0,027	30	15	58,8	2,02
	DP2	1,0	0,075	60	20	67,2	1,91
	DP3	1,0	0,122	90	25	199,4	3,55
	DP4	1,2	0,027	60	25	76,2	1,96
	DP5	1,2	0,075	90	15	86,8	2,12
	DP6	1,2	0,122	30	20	226,0	3,89
	DP7	1,4	0,027	90	20	153,6	1,89
	DP8	1,4	0,075	30	25	189,4	2,04
	DP9	1,4	0,122	60	15	161,4	1,88

Çizelge 3.7 DPG kompozit filmleri için deneysel tasarım ve detayları

	Örnek no	Ön deneme sonuçlarına göre belirlenen faktörler					Film kalınlığı (µm)	C/O atomik oranı
		PVA miktarı (g)	DOTP miktarı (%)	GO miktarı (g)	Karıştırma süresi (dk)	Örnek miktarı (mL)		
Referans	**PVA2**	1,2	-	-	60	15	121,0	2.79
DPG	**DPG1**	1,2	2,25	0,012	30	15	63,0	1,90
	DPG2	1,2	6,25	0,012	60	20	79,2	1.99
	DPG3	1,2	10,15	0,012	90	25	145,4	4,28
	DPG4	1,2	2,25	0,018	60	25	113,0	1.96
	DPG5	1,2	6,25	0,018	90	15	67,0	1,91
	DPG6	1,2	10,15	0,018	30	20	107,6	2,16
	DPG7	1,2	2,25	0,024	90	20	78,0	1.93
	DPG8	1,2	6,25	0,024	30	25	94,2	2.10
	DPG9	1,2	10,15	0,024	60	15	70,4	2,40

Çizelge 3.8 DPA kompozit filmleri için deneysel tasarım ve detayları

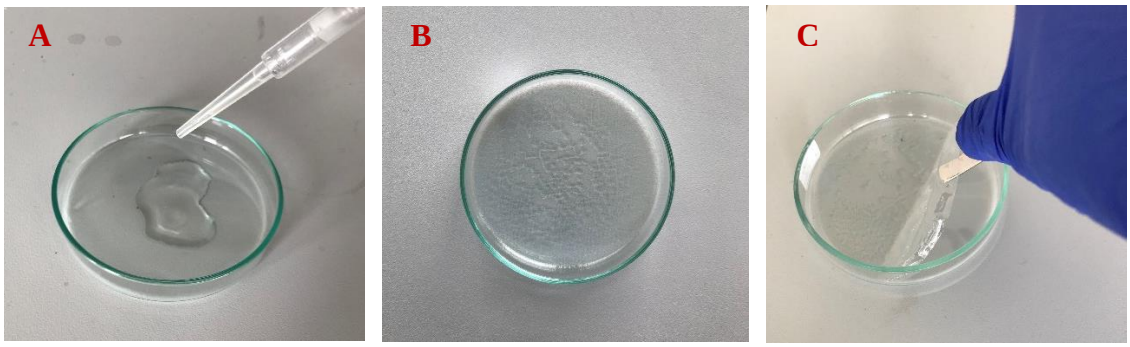
	Örnek no	Ön deneme sonuçlarına göre belirlenen faktörler					Film kalınlığı (µm)	C/O atomik oranı
		PVA miktarı (g)	DOTP miktarı (%)	Glikoz/$AgNO_3$ mol oranı	Karıştırma süresi (dk)	Örnek miktarı (mL)		
Referans	**PVA2**	1,2	-	-	60	15	113,0	2,79
DPA	**DPA1**	1,2	2,25	5	30	15	88,2	1,85
	DPA2	1,2	6,25	5	60	20	88,4	1,90
	DPA3	1,2	10,15	5	90	25	160,0	4,25
	DPA4	1,2	2,25	10	60	25	174,8	1,82
	DPA5	1,2	6,25	10	90	15	89,2	2,10
	DPA6	1,2	10,15	10	30	20	194,2	3,30
	DPA7	1,2	2,25	15	90	20	76,6	2,05
	DPA8	1,2	6,25	15	30	25	154,8	2,69
	DPA9	1,2	10,15	15	60	15	86,4	4,26

4. BULGULAR

4.1 DOTP/PVA Kompozit Filmlerinin Sentezi ve Karakterizasyonu

4.1.1 DOTP/PVA kompozit filmlerinin sentezi

DOTP/PVA kompozit filmlerinin (DP) sentezi için öncelikle PVA, manyetik karıştırma altında 80°C'de 1 saat boyunca 40 mL deiyonize su içinde çözülmüştür. Çözünmüş PVA'ya güçlü karıştırma altında DOTP ilave edilmiş ve daha sonra gliserol eklenerek bir süre daha karıştırılmıştır. Elde edilen çözelti petri kabına döküldükten sonra DP kompozit filminin oluşması için oda sıcaklığında 3 gün kurumaya bırakılmıştır. DP kompozit filmlerinin üretimine ait deney fotoğrafları Şekil 4.1 ile gösterilmiştir.

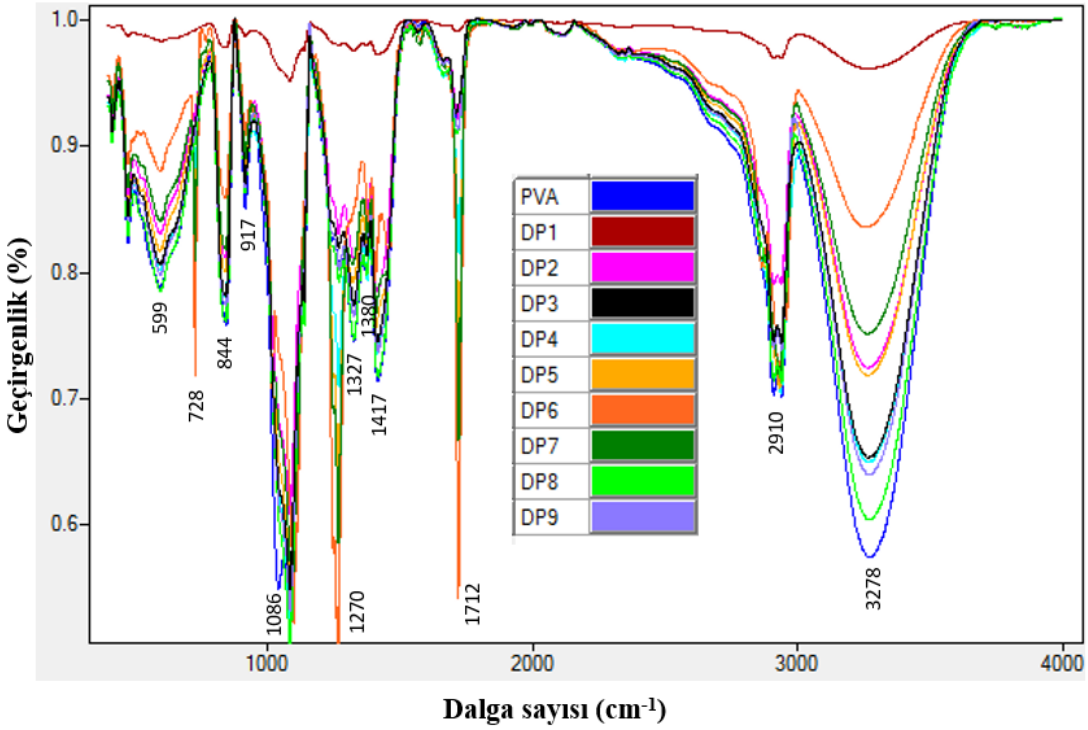


Şekil 4.1 DP kompozit filmlerinin üretimine ait deney fotoğrafları a) Çözeltinin petri kabına dökülmesi, b) Kompozit filmin kuruduktan sonraki görüntüsü ve c) Kompozit filmin petri kabından sıyrılması

4.1.2 DOTP/PVA kompozit filmlerinin karakterizasyonu

DP kompozit filmlerinin film matrisinde meydana gelen kimyasal değişiklikleri karşılaştırabilmek için PVA referans filmi ile birlikte FTIR spektrumları kaydedilmiş ve elde edilen spektrumlar Şekil 4.2'de verilmiştir. 728 cm^{-1}, 844 cm^{-1}, 917 cm^{-1} ve 1086 cm^{-1}'de görülen ve sırasıyla C-H eğilme titreşimi (benzen türevi), C-H eğilme titreşimi (1,4-disübstitüe benzen), C-O gerilme titreşimi (vinil eter) ve C-O-C gerilme titreşimini temsil eden güçlü pikler DOTP yapısını göstermiştir (Liu *et al.* 2013, Chen *et al.* 2014).

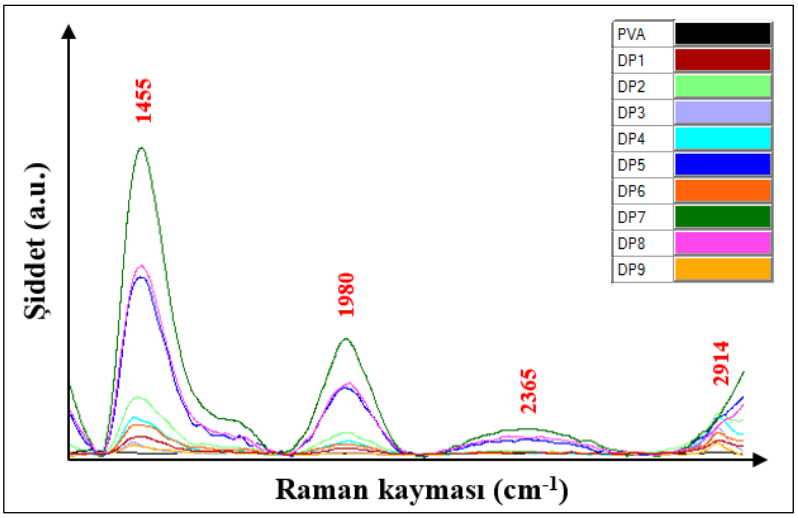
1270 cm^{-1} bandında C-O gerilme (aromatik ester) ve 1327 cm^{-1}'de C-O gerilme (alkoller) titreşimini temsil eden pikler sırasıyla DOTP ve PVA ile ilişkilidir ve tüm kompozit filmlerde açıkça görülmüştür (Liu *et al.* 2013, Kashyap *et al.* 2016). -CH_3 gerilme titreşimine bağlı olarak 1380 cm^{-1} bandında, O-H eğilme (alkoller, karboksilik asit) titreşimi varlığına bağlı olarak 1417 cm^{-1} bandında, C-H gerilme titreşimine bağlı olarak 2910 cm^{-1} bandında ve hidroksil gruplarına bağlı olarak 3278 cm^{-1} bandındaki belirgin pikler de tüm örneklerde ortaya çıkmıştır (Chen *et al.* 2014, Mahmoud 2015). 1712 cm^{-1} bandındaki C=O gerilme titreşimine ait pikin DOTP varlığı nedeniyle şiddetli olduğu düşünülmektedir. Bu pikin yoğunluğu PVA matrisinde DOTP miktarı ve karıştırma süresi arttıkça önemli ölçüde azalmıştır.



Şekil 4.2 DP kompozit filmlerinin FTIR spektrumları

DP kompozit filmlerinin Raman spektrumu Şekil 4.3'te verilmiştir. Raman spektrumu incelendiğinde 1000 cm^{-1}'deki spektral pikin Raman kayma konumu PVA'ya aittir (Qin *et al.* 2019). DP kompozit filmleri faz içi CH_3 metil ve CH_2 metilen gerilmesi nedeniyle 1455 cm^{-1} civarında güçlü bir Raman piki göstermiştir (Karthikeyan *et al.* 2019). 1980 cm^{-1}'de görünen pik ise C=O gerilmesiyle ilgilidir. DOTP'nin temel kimyasal yapısı, tüm

kompozit filmlerin Raman spektrumunda 2365 cm^{-1} civarında görülen ve C=C bağı içeren benzen halkası olarak ortaya çıkmıştır. Ayrıca benzen zincirine bağlı CH_3 gruplarının düzlemsel salınımı ve C-H titreşimine bağlı 2914 cm^{-1} bölgesinde nispeten zayıf bir pik de görülmüştür (Karthikeyan *et al.* 2019). DOTP'nin Raman spektroskopisi ile ilgili göstergeleri bu çalışmada literatürde ilk defa ortaya konmuştur.

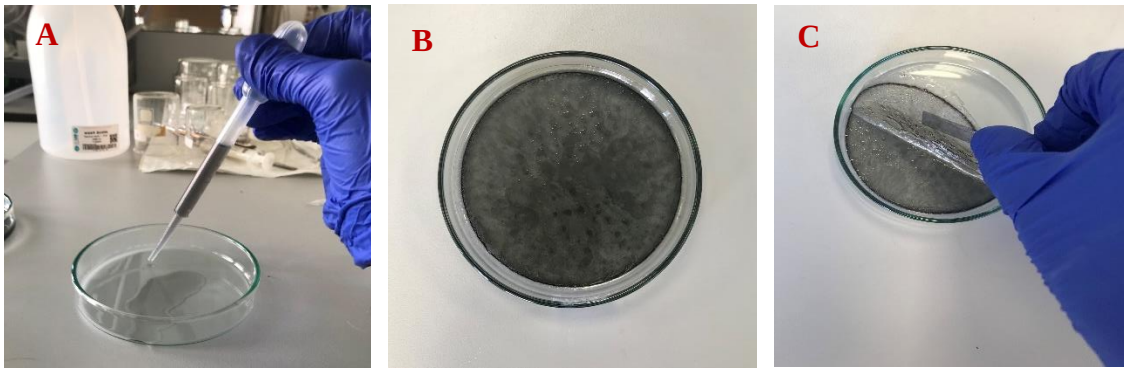


Şekil 4.3 DP kompozit filmlerinin Raman spektrumları

4.2 DOTP/PVA/GO Kompozit Filmlerinin Sentezi ve Karakterizasyonu

4.2.1 DOTP/PVA/GO kompozit filmlerinin sentezi

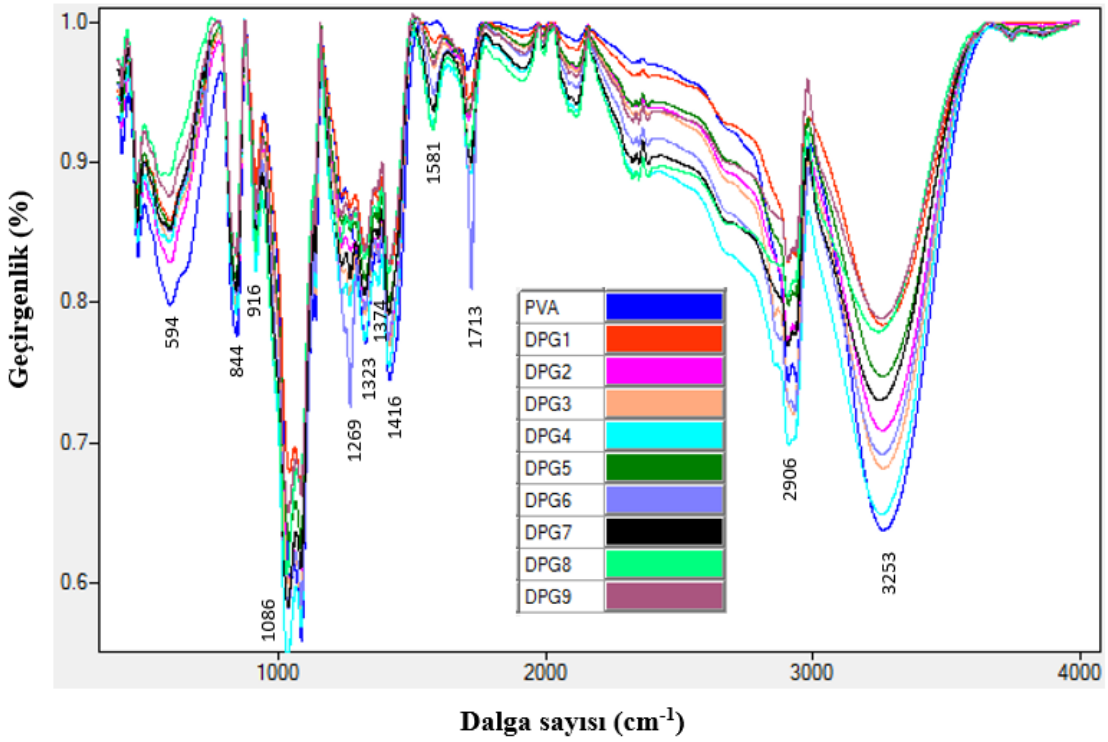
DOTP/PVA/GO kompozit filmlerinin (DPG) sentezi için belirlenen grafen oksit miktarı alınarak 20 mL deiyonize su içinde 3 saat boyunca ultrasonik banyo kullanımı ile karıştırılmıştır. 1,2 g PVA 40 mL deiyonize su içinde 80°C'de 1 saat boyunca manyetik bir karıştırıcı yardımıyla karıştırılarak çözülmüştür. 3 saat sonunda elde edilen GO çözeltisi PVA çözeltisine ilave edilmiş ve ardından DOTP ve gliserol eklenmiştir. Bir süre karıştırıldıktan sonra elde edilen çözelti petri kabına dökülmüş ve DPG kompozit filminin oluşması için oda sıcaklığında 3 gün kurumaya bırakılmıştır. DP kompozit filmlerinin üretimine ait deney fotoğrafları Şekil 4.4 ile gösterilmiştir.



Şekil 4.4 DPG kompozit filmlerinin üretimine ait deney fotoğrafları a) Çözeltinin petri kabına dökülmesi, b) Kompozit filmin kuruduktan sonraki görüntüsü ve c) Kompozit filmin petri kabından sıyrılması

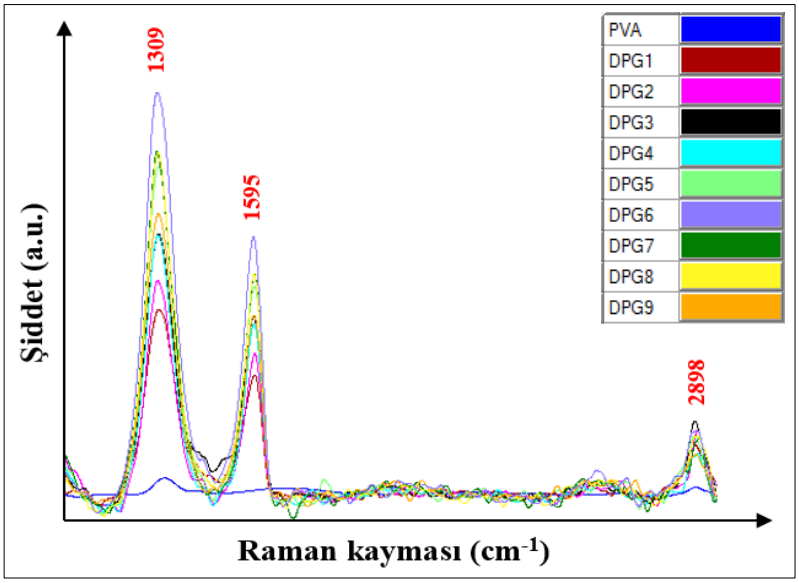
4.2.2 DOTP/PVA/GO kompozit filmlerinin karakterizasyonu

Sentezlenen DPG kompozit filmlerinin FTIR spektrumları Şekil 4.5'de gösterilmiştir. Spektruma bakıldığında 844 cm^{-1}, 916 cm^{-1}, 1086 cm^{-1}, 1269 cm^{-1} ve 1323 cm^{-1} bantlarında görülen kuvvetli pikler sırasıyla -CH eğilme (1,4-disübstitüe benzen) titreşimi, C-O gerilme (vinil eter) titreşimi, C-O-C gerilme titreşimi, C-O gerilme (aromatik ester) titreşimi ve C-O gerilme (alkoller) titreşimini göstermiş, DOTP ve PVA varlığını ortaya koymuştur. 1374 cm^{-1} bandındaki -CH_3 gerilme titreşimi ve C=C aromatik titreşimi, 1417 cm^{-1} bandındaki O-H eğilme (alkoller, karboksilik asit) titreşimi ve 1581 cm^{-1} bandındaki C=C gerilme (aromatik) titreşimi DPG spektrumlarında güçlü bir şekilde görülmüştür. 2906 cm^{-1} ve 3253 cm^{-1}'deki belirgin absorpsiyon bantları sırasıyla C-H gerilme titreşimi ve hidroksil gruplarına bağlı olarak tüm kompozit filmlerde görülmüştür. DP kompozitlerinde de bulunan 1713 cm^{-1} bandındaki C=O gerilme titreşimine ait ve DOTP varlığını gösteren pikin DPG kompozitlerinde beklendiği gibi şiddetinin önemli ölçüde azaldığı gözlenmiştir. Kompozit filmlerin oluşumu sırasında tahmin edilen ve C=O grubunda meydana gelen halka açılma reaksiyonu, hidrojen bağlanması ve serbest radikal polimerizasyonunun bir sonucu olarak şiddetin düştüğü düşünülmektedir.



Şekil 4.5 DPG kompozit filmlerinin FTIR spektrumları

DPG kompozit filmlerinin Raman spektrumu Şekil 4.6 ile verilmiştir. Burada 1000 cm^{-1}'deki pikin Raman kayma konumu PVA'ya aittir (Qin *et al.* 2019). 1309 cm^{-1}'deki güçlü bant grafen oksitin D bandındaki karakteristik pikidir (Şekil 3.3A) ve beklendiği gibi DPG kompozit filmlerinde açıkça görülmüştür. DP kompozit filmlerinde yaklaşık 1455 cm^{-1}'de görülen pikin, grafen oksit içeren DPG kompozit filmlerinde 1595 cm^{-1}'e kaydığı ya da G zirvesi olarak adlandırılan 1595 cm-^{1}'deki grafen oksidin karakteristik pikinin bu pikin görünmesini engellemiş olabileceği düşünülmektedir. DP kompozitlerinde 1980 cm^{-1}'de bulunan pikin (Şekil 4.3), yine tahmini halka açılma reaksiyonu veya cihazın lazer kaynağının grafen oksit üzerine daha kolay odaklanması nedeniyle DPG kompozit filmlerinde neredeyse tamamen kaybolduğu görülmüştür. DOTP'nin temel kimyasal yapısını gösteren ve 2365 cm^{-1}'de görülen pik C=C bağı içeren benzen halkasıdır ve DPG kompozit filmlerinde yoğunluğu büyük ölçüde azalmış olarak ortaya çıkmıştır. Bu azalmanın sebebi DPG kompozit filmlerinde PVA/GO ve GO/DOTP etkileşimlerinin bir sonucu olarak C-O ve C-H gerilme titreşimlerinin artmasıdır. 2898 cm^{-1}'de görülen Raman pikinin ise benzen zincirine bağlı CH_3 gruplarının düzlemsel salınımını ve C-H titreşimini gösterdiği belirlenmiştir.

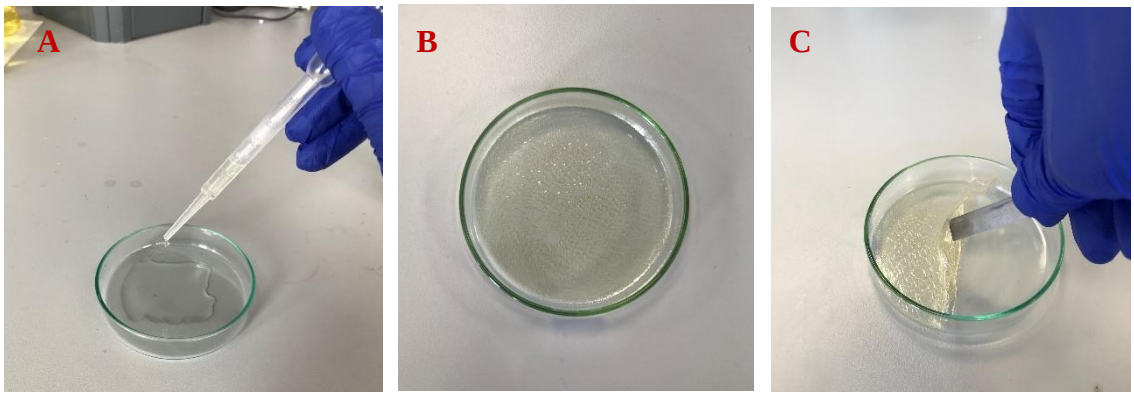


Şekil 4.6 DPG kompozit filmlerinin Raman spektrumları

4.3 DOTP/PVA/Ag Kompozit Filmlerinin Sentezi ve Karakterizasyonu

4.3.1 DOTP/PVA/Ag kompozit filmlerinin sentezi

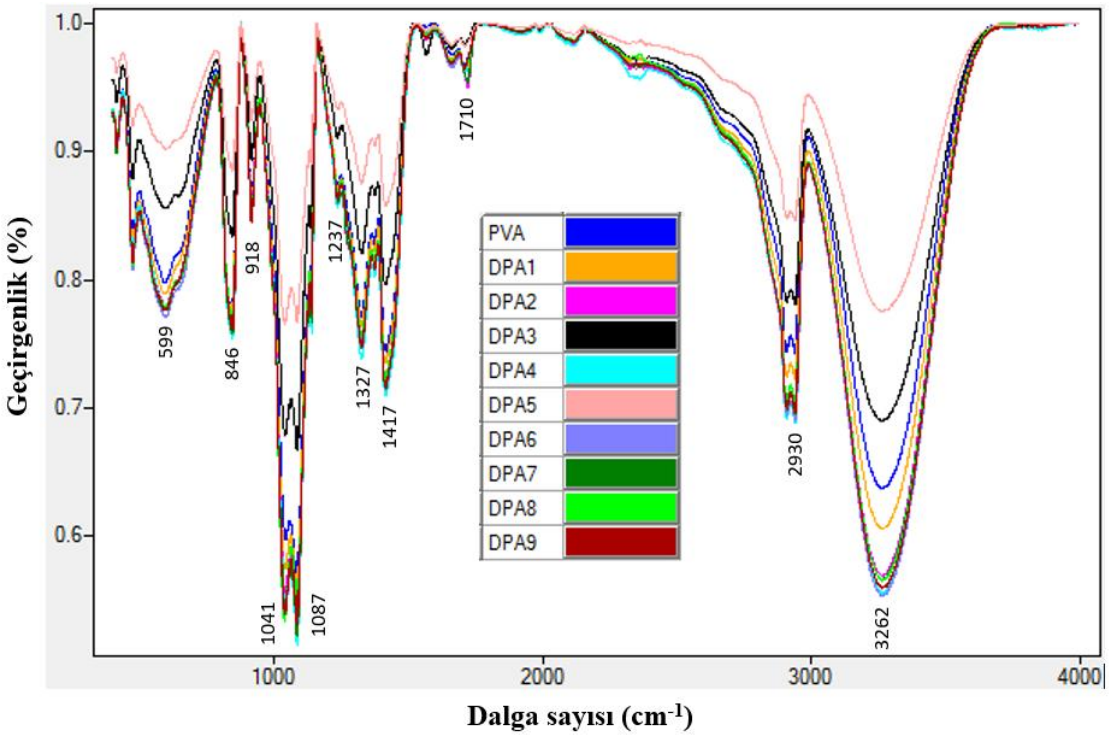
DOTP/PVA/Ag kompozit filmlerinin (DPA) sentezi için 1,2 g PVA, bir manyetik karıştırıcı ile karıştırılarak 1 saat boyunca 80°C'de 40 mL deiyonize su içinde çözülmüştür. Ardından önceden belirlenmiş glikoz/$AgNO_3$ mol oranlarında (5, 10, 15) hazırlanan gümüş nano parçacıkların kolloidal süspansiyonları, çözünmüş PVA çözeltisine ilave edilmiş ve son olarak, karışıma DOTP ve gliserol eklenmiştir. Bir süre karıştırıldıktan sonra çözelti petri kabına dökülmüş ve DPA kompozit filmin oluşması için oda sıcaklığında 3 gün kurumaya bırakılmıştır. DPA kompozit filmlerinin üretimine ait deney fotoğrafları Şekil 4.7 ile gösterilmiştir.



Şekil 4.7 DPA kompozit filmlerinin üretimine ait deney fotoğrafları a) Çözeltinin petri kabına dökülmesi, b) Kompozit filmin kuruduktan sonraki görüntüsü ve c) Kompozit filmin petri kabından sıyrılması

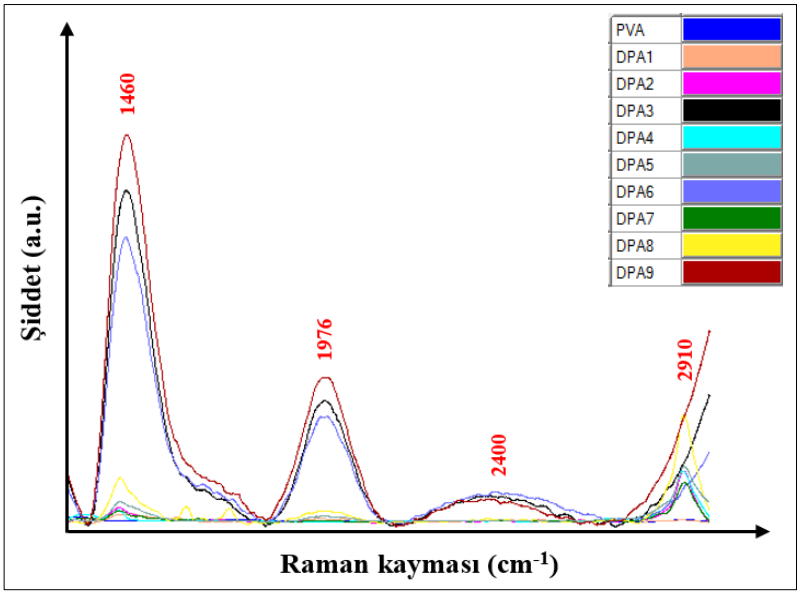
4.3.2 DOTP/PVA/Ag kompozit filmlerinin karakterizasyonu

DPA kompozit filmlerinin FTIR spektrumları Şekil 4.8 ile gösterilmiştir. 846 cm^{-1}, 918 cm^{-1}, 1087 cm^{-1}, 1237 cm^{-1},1327 cm^{-1} ve 1417 cm^{-1} bantlarında görülen kuvvetli pikler sırasıyla -CH eğilme (1,4-disübstitüe benzen) titreşimi, C-O gerilme (vinil eter) titreşimi, C-O-C gerilme titreşimi, C-O gerilme (aromatik ester) titreşimi, C-O gerilme (alkoller) titreşimi ve O-H eğilme (alkoller, karboksilik asit) titreşimi olarak DOTP ve PVA varlığını ortaya koymuştur. DP ve DPG kompozit filmlerinde bulunan -CH_3 gerilme titreşimi ve C=C aromatik titreşimini gösteren pik DPA kompozit filmlerinde neredeyse yok olmuştur. Yine 1710 cm^{-1}'de görülen C=O gerilme titreşimine ait pikin yoğunluğu DP kompozit filmlerinde çok güçlü iken bu pik DPA kompozitlerinde halka açılma reaksiyonu ve hidrojen bağlanması sebebiyle neredeyse kaybolmuştur. C-H gerilmesi ve hidroksil gruplarına bağlı olarak sırasıyla 2930 cm^{-1} ve 3262 cm^{-1}'de ortaya çıkan belirgin absorpsiyon bantları, DOTP, PVA, GO ve Ag'ye ait tüm kompozit filmlerde görülmüştür. Bütün kompozit filmlerin FTIR spektrumlarında yeni bir absorpsiyon pikinin gözlenmemesi malzemeler arasında başka hiçbir kimyasal etkileşimin olmadığını kanıtlamıştır.



Şekil 4.8 DPA kompozit filmlerinin FTIR spektrumları

DPA kompozit filmlerinin Raman spektrumları Şekil 4.9 ile gösterilmiştir. Diğer kompozit filmlerde olduğu gibi burada da 1000 cm^{-1}'deki spektral pikin Raman kayma konumu PVA'ya aittir (Qin *et al.* 2019). 1460 cm^{-1} civarında görünen güçlü Raman piki faz içi CH_3 metil ve CH_2 metilen gerilmelerinden kaynaklanmıştır. 1720 cm^{-1} civarında görünen zayıf pik ise gümüş nano parçacıklar sebebiyle DPA kompozit filmlerinde C=C titreşimini göstermiştir. Raman spektrumunda 2400 cm^{-1}'de görülen ve C=C bağı içeren benzen halkası DOTP'nin temel yapısı sebebiyle ortaya çıkmıştır. 2910 cm^{-1}'de görülen pik ise benzen zincirine bağlı CH_3 gruplarının düzlemsel salınımı ve C-H titreşimini göstermiştir. 1976 cm^{-1}'de görülen ve C=O titreşimine atfedilen pikin DPA kompozitlerinde DP kompozitlerine benzer şekilde aynı şiddette olduğu gözlemlenmiştir. Bunun sebebinin cihazın lazer kaynağının AgNP üzerinden ziyade DOTP üzerine odaklanması olduğu düşünülmektedir. Sonuçlar, Raman spektroskopisinin grafen oksit ve gümüş nano parçacıklar gibi nano malzemelerle modifiye edilen DOTP/PVA kompozit filmlerini karakterize etmek için çok faydalı bir araç olduğunu ortaya koymaktadır.

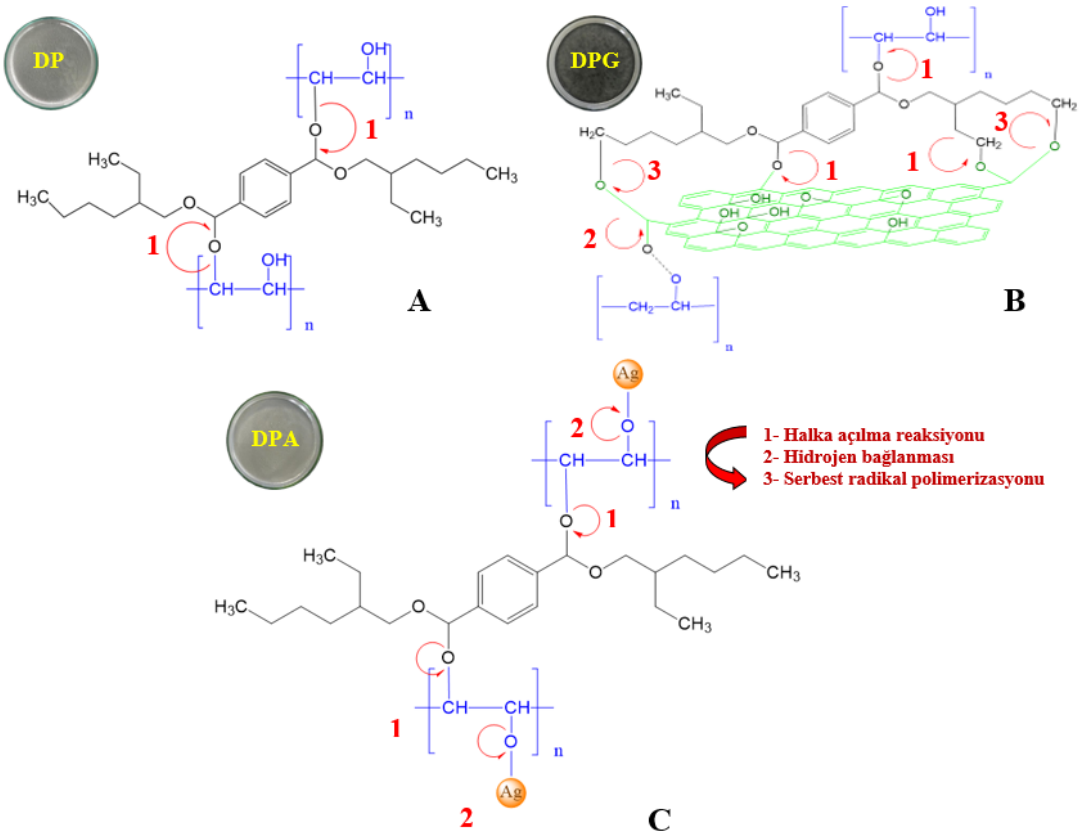


Şekil 4.9 DPA kompozit filmlerinin Raman spektrumları

4.4 Kompozit Filmler İçin Önerilen Bağlantı Mekanizması

Hidroksilasyon organik bir bileşiğe hidroksil grubunun (-OH) eklenmesi ve bunun sonucunda organik bileşiğin fizikokimyasal özelliklerinin değişmesine neden olan kimyasal bir işlemdir. DOTP'nin PVA gibi bir hidroksile bileşiğin yapısına yerleştirilmesi, fizikokimyasal özelliklerini değiştirebilir. DOTP ile PVA arasında hidroksilasyon sonucu kompozit film elde edilebilmesi için gerçekleşecek reaksiyonun kimyasal yolu Şekil 4.10A ile şematik olarak gösterilmiştir. Şekilde görüldüğü gibi DP kompozit filmlerinin, DOTP'nin yapısında bulunan karbonil grubunda meydana gelen halka açılma reaksiyonu sonucu meydana gelmiş olabileceği tahmin edilmektedir. Diğer kompozit türü DPG kompozit filmlerinde ise GO matrise eklendiği zaman PVA'daki hidroksil grubu ile GO levhaları üzerinde oksijen içeren fonksiyonel gruplar (hidroksil ve karboksil) arasında hidrojen bağı oluşmaktadır (Şekil 4.10B). DOTP ve GO arasındaki bağın oluşumuyla ilgili ise iki mekanizma tahmin edilmektedir: i) serbest radikal polimerizasyonu şeklinde (Shaygan and Binder 2017), ii) grafen/polimer kompozitleri için daha önce yapılmış çalışmalara dayanarak -COO gruplarına konjuge edilmiş metil grupları ($-CH_3$) şeklinde (Yang *et al.* 2013). DPG kompozit filmleri için FTIR ve Raman spektrumları incelendiğinde metil radikal ($-CH_3$) protonların varlığı, serbest radikal polimerizasyonu fikrini ve metil gruplarının birleşmesini desteklemektedir. Kompozit

filmlerde GO ve DOTP arasındaki bağlantının ayrıca DOTP'nin karbonil gruplarındaki halka açılma reaksiyonundan yani hidroksilasyondan da meydana gelmiş olabileceği düşünülmektedir. Hidrojen bağı ve elektrostatik kuvvetlerin, metil ($-CH_3$) veya metilenler ($-CH_2-$) gibi hedef radikal moleküllerin grafen yüzeyine yapışmasına alternatif olabileceği düşünülmektedir (Chee *et al.* 2015). Bilindiği gibi GO levhaları, yüzeyindeki R-COOH ve fenolik hidroksil gruplarının iyonlaşması nedeniyle yüksek oranda negatif yüklüdür (Ji *et al.* 2015). Ag^0, benzer şekilde PVA'da bulunan hidroksil grupları ile arasında hidrojen bağı oluşturarak kolayca birleşebilir. DPA kompozit filmlerinin tahmini oluşum mekanizması Şekil 4.10C ile gösterilmiştir.



Şekil 4.10 Nano malzemelerle modifiye edilen DOTP/PVA kompozit filmleri için önerilen bağlantı mekanizması a) DP, b) DPG ve c) DPA

4.5 Deneysel Sonuçlar

Sentezlenen kompozit filmlerin sertlik (R1), elastisite modülü (R2), temas açısı (R3), özgül ısı kapasitesi (R4) ve ağırlık kaybı (R5) özellikleri üzerinde seçilmiş olan faktörlerin etkilerini belirlemek amacıyla sonuçların analiz edilebilmesi için MINITAB (versiyon 17) programı kullanılmıştır. DP, DPG ve DPA kompozit filmleri için belirlenmiş olan kalite kriterleri doğrultusunda elde edilen ve $L_9(3^4)$ ortogonal dizini ile gerçekleştirilen deneylerin sonuçları sırasıyla Çizelge 4.1, Çizelge 4.2 ve Çizelge 4.3'de verilmiştir.

Çizelge 4.1 DP kompozit filmleri için deneysel sonuçlar

	Örnek no	**R1 (MPa)**	**R2 (GPa)**	**R3 (º)**	**R4 (J/g*˚C)**	**R5 (%)**
Referans	**PVA1**	455,074	2,890	51,38	1,951	57,18
DP	**DP1**	467	0,8	44,90	2,056	97,77
	DP2	97,78	0,598	40,35	1,542	95,70
	DP3	555,932	1,569	19,20	1,902	72,79
	DP4	1002,17	6,738	36,47	1,795	88,17
	DP5	1658,932	17,735	22,68	1,637	99,98
	DP6	803,995	3,306	18,77	1,718	95,09
	DP7	16,253	0,181	44,06	1,843	87,77
	DP8	72,436	0,94	28,54	1,693	52,02
	DP9	304,807	38,759	33,42	1,521	48,08

Çizelge 4.2 DPG kompozit filmleri için deneysel sonuçlar

	Örnek no	**R1 (MPa)**	**R2 (GPa)**	**R3 (º)**	**R4 (J/g*˚C)**	**R5 (%)**
Referans	**PVA2**	807,308	2,392	49,07	2,130	97,06
DPG	**DPG1**	912,722	14,809	45,11	1,878	69,38
	DPG2	389,264	1,99	43,32	2,056	85,60
	DPG3	661,979	4,66	43,28	2,217	83,21
	DPG4	376,263	2,738	50,78	1,915	50,72
	DPG5	128,235	0,793	42,04	2,001	60,97
	DPG6	163,843	0,714	45,70	1,946	98,99
	DPG7	73,339	0,089	48,10	2,040	78,82
	DPG8	175,38	0,888	44,66	2,324	95,57
	DPG9	450,131	2,184	43,43	1,869	98,66

Çizelge 4.3 DPA kompozit filmleri için deneysel sonuçlar

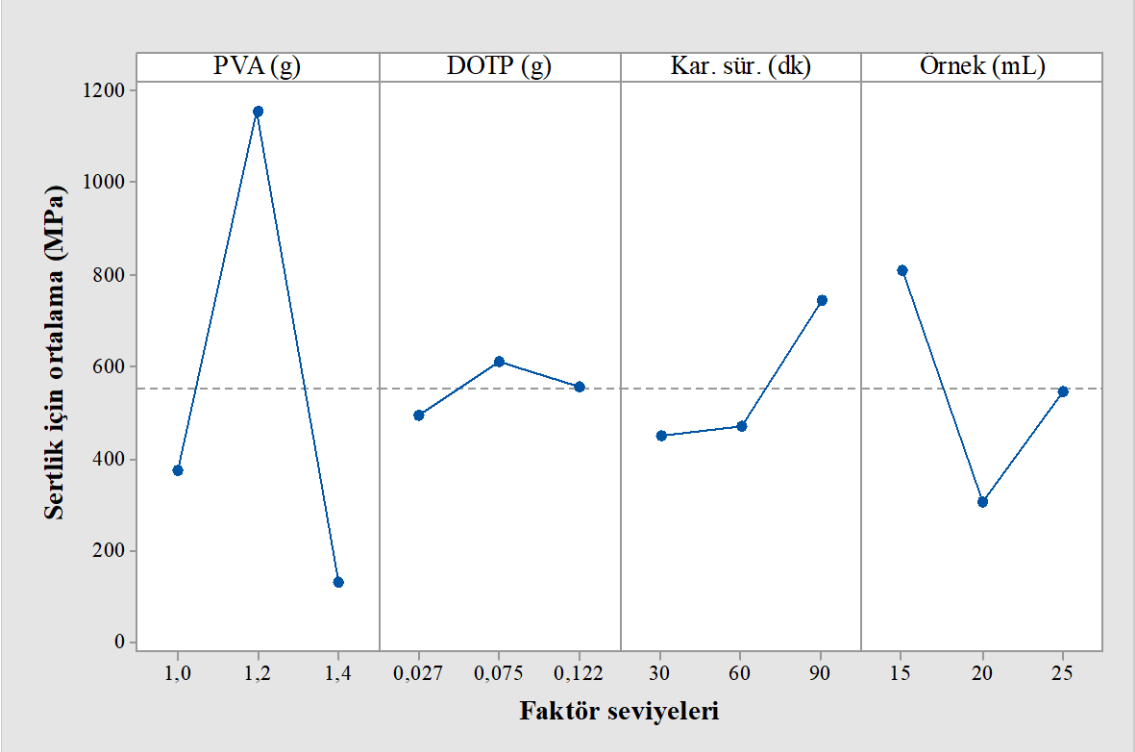
	Örnek no	R1 (MPa)	R2 (GPa)	R3 (º)	R4 (J/g*˚C)	R5 (%)
Referans	**PVA2**	807,308	2,392	49,07	2,130	97,06
DPA	**DPA1**	436,328	1,659	40,60	1,980	98,74
	DPA2	625,649	3,110	29,86	2,119	78,41
	DPA3	280,391	1,207	36,75	2,121	55,44
	DPA4	398,746	1,195	39,03	2,162	97,42
	DPA5	472,092	1,589	34,25	1,736	90,48
	DPA6	830,840	2,780	28,21	1,361	40,06
	DPA7	994,513	4,457	36,09	1,795	92,13
	DPA8	490,088	2,108	32,04	1,916	46,34
	DPA9	581,118	3,227	31,67	1,970	95,25

4.5.1 Mekanik özellikler

4.5.1.1 Sertlik

DP kompozit filmlerinin sertlik değeri için faktörlere bağlı olarak elde edilen ana etki grafikleri Şekil 4.11 ile gösterilmiştir. PVA (1,2 g) ve DOTP (0,075 g) miktarının ikinci seviye olarak belirlenen değerinde sertlik değerinin maksimum seviyeye (1658,932 MPa) ulaştığı görülmüştür. En yüksek sertlik değerinin elde edildiği kompozit filmin (DP5) film kalınlığı ise 86,8 μm olarak ölçülmüştür. Yüksek miktarda PVA ve DOTP içeren örneklerin film kalınlıkları, ikinci seviyede PVA ve DOTP içeren örneklerle kıyaslandığında neredeyse 2 kat artmıştır. Sentezlenen kompozit filmlerin sertliği PVA ve DOTP miktarının artmasıyla birlikte DP5 örneğinde maksimum seviyeye ulaştıktan sonra PVA ve DOTP miktarı sırasıyla 1,2 g ve 0,075 g'ı aştığında çarpıcı bir biçimde azalmıştır. Sertliğin maksimum olduğu deney koşullarından sonrası incelendiğinde, PVA miktarının sabit olarak kaldığı DOTP miktarının arttığı fakat karıştırma süresinin düştüğü DP6 numunesi için sertlik değerinin 803,995 MPa'a kadar azaldığı belirlenmiştir. Sertlik değerinde meydana gelen bu düşüşün yeterli karışımın sağlanamaması ve örneğin homojenliğini kaybetmesi sebebiyle meydana geldiği düşünülmektedir. PVA ve DOTP miktarlarının deneysel tasarımda belirlenen ikinci seviye miktarında kullanıldığında sertliği arttırdığı ana etki grafiği ile doğrulanmıştır. Ana etki grafiğinden ayrıca karıştırma

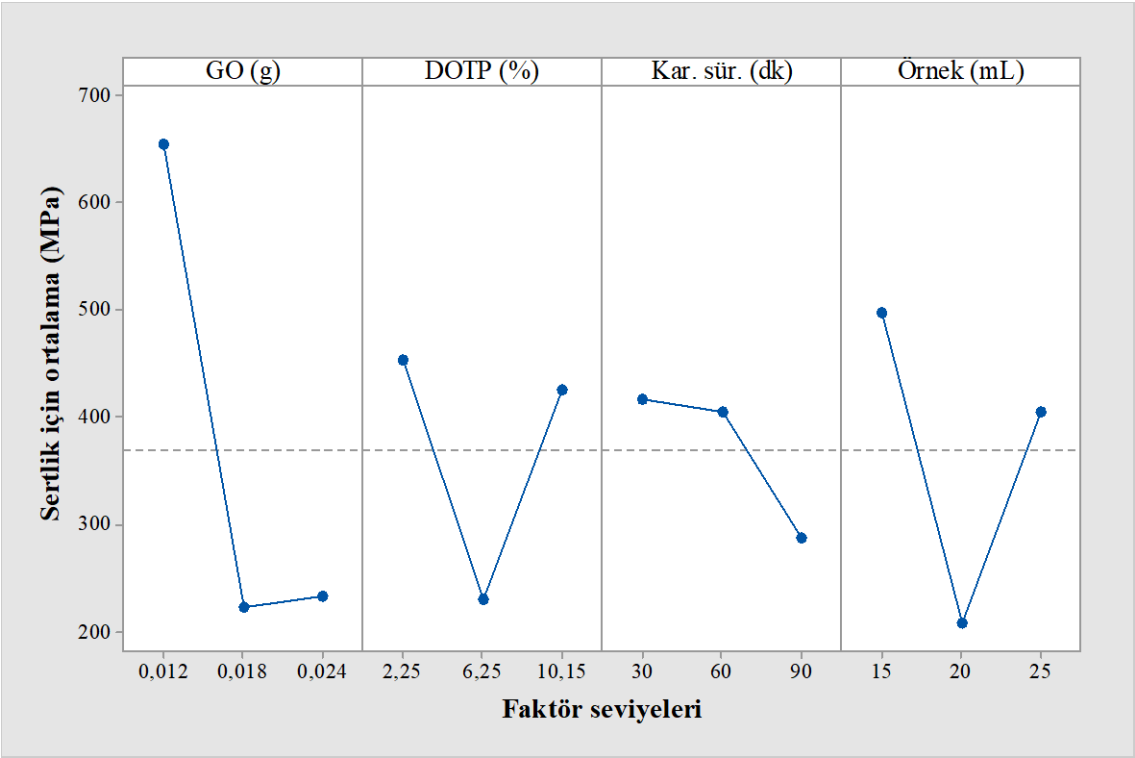
süresinin artmasıyla birlikte sertlik değerinin de arttığı, petri kabına dökülen miktarın en alt seviyede tutulmasıyla yine sertliğin arttığı açıkça görülmüştür.



Şekil 4.11 DP kompozit filmlerinin sertlik özelliği için ana etki grafikleri

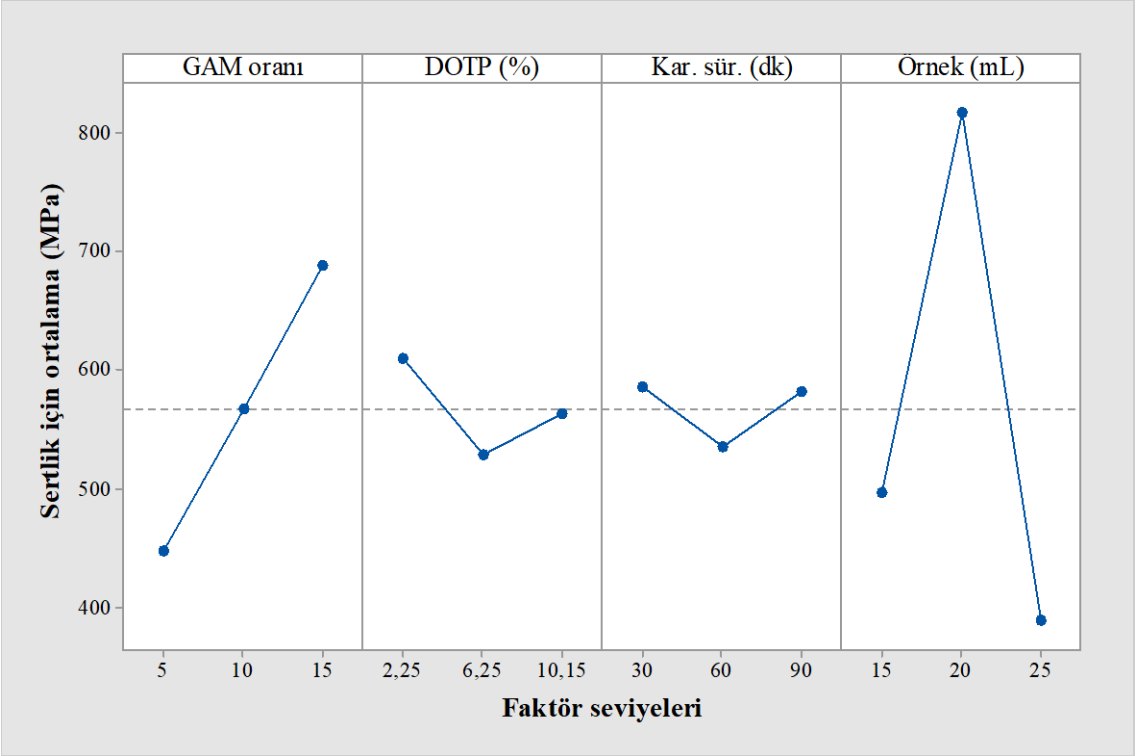
DPG kompozit filmlerinin sertlik değerleri için ana etkiler grafiklerine bakıldığında GO'nun PVA'nın ağırlığına göre %1 oranında (0,012 g) katılmasının filmlerin sertliğini artırdığı (912,722 MPa) görülmüştür (Şekil 4.12). DPG kompozit filmleri için en yüksek sertlik değerinin elde edildiği kompozit filmin (DPG1) film kalınlığı 63 µm olarak ölçülmüştür. En düşük film kalınlığına sahip olan DPG1 numunesinin en yüksek sertliği sağlamış olması dikkati çekmiştir. Fakat her ne kadar 121 µm film kalınlığına sahip olan referans PVA'nın sertlik değeriyle (807,308 MPa) kıyaslandığında artış göstermiş olsa da bu noktadan sonra sertliğin ciddi bir şekilde azalmaya başladığı görülmüştür. Bu azalmanın sebebi nano parçacıkların, güçlü Van der Waals kuvvetleri nedeniyle sulu ortam varlığında topaklanma eğilimi göstermesidir (Goumri *et al.* 2017). Ayrıca, Şekil 4.10B'de görülebilen H bağları ve Van der Waals kuvvetleri gibi moleküller arasındaki etkileşimlerin etkisi ile, grafen oksit parçacıklarının PVA matrisi içinde dağılması zorlaşmıştır. Karışım süresinin arttırılması DPG kompozit filmlerinin sertliğini artırmada

başarılı olamamıştır. Sertlik değeri DOTP ilavesiyle artma eğilimindeyken, grafen oksit miktarının artmasıyla birlikte bu eğilim kaybolmuştur.



Şekil 4.12 DPG kompozit filmlerinin sertlik özelliği için ana etki grafikleri

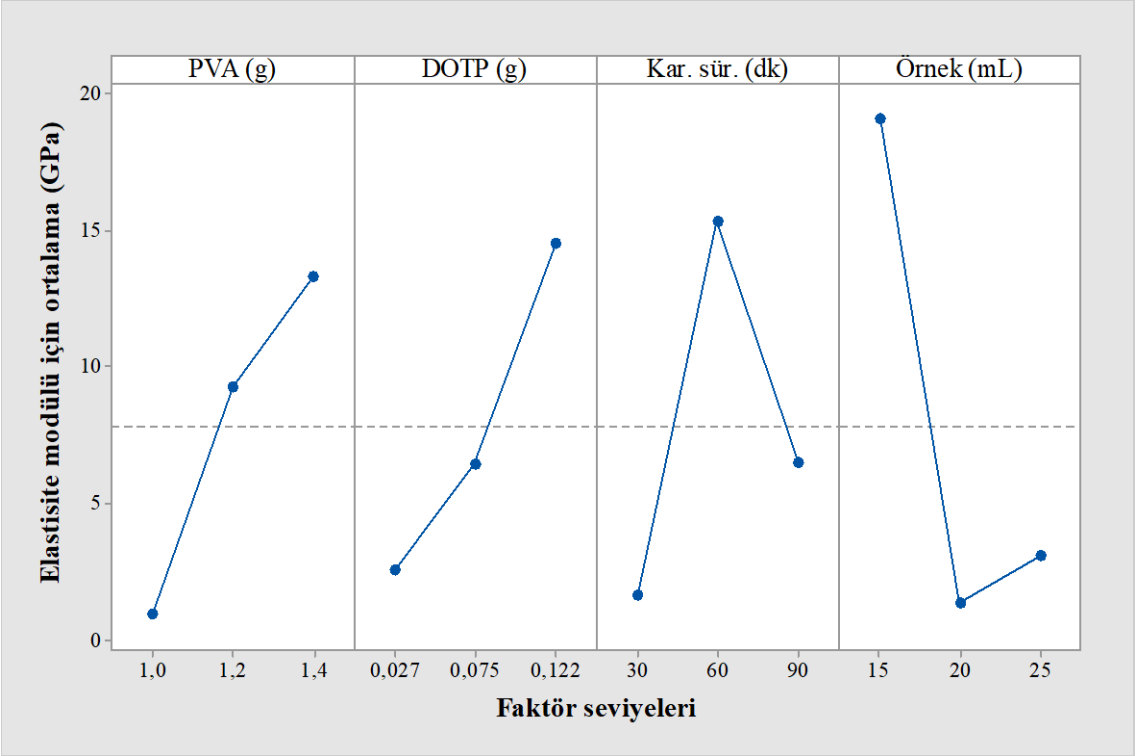
DPA kompozit filmlerinin sertlik değerleri için ana etki grafikleri Şekil 4.13'de verilmiştir. Düşük DOTP seviyesi (PVA'nın ağırlıkça %2,25'i) ve yüksek glikoz/$AgNO_3$ mol oranında (15) en yüksek sertlik değeri (994,513 MPa) elde edilmiştir. En yüksek sertlik değerine sahip olan DPA7 örneğinin film kalınlığı ise 76,6 µm olarak ölçülmüştür. En düşük film kalınlığına sahip olan örneğin en yüksek sertliği sağlaması dikkat çekici bir sonuçtur. Glikoz/$AgNO_3$ mol oranının artmasıyla DPA kompozit filmlerinin sertlik değerinde artış görülmüştür. Glikoz/$AgNO_3$ mol oranının artmasıyla birlikte AgNP parçacık boyutunun küçülmesi ve AgNP miktarının artması sonucu daha homojen ve topaklanma sorununun olmadığı bir PVA matrisi elde edildiği öngörülmektedir. Karıştırma süresinin 30 dk'dan 90 dk'ya çıkarılmasının DPA kompozit filmlerinin sertlik değerinde herhangi bir değişime sebep olmadığı, petri kabına dökülen miktarın orta seviyede tutulmasıyla da sertliğin en yüksek değerde elde edildiği ana etki grafiklerinden açıkça görülmüştür.



Şekil 4.13 DPA kompozit filmlerinin sertlik özelliği için ana etki grafikleri

4.5.1.2 Elastisite modülü

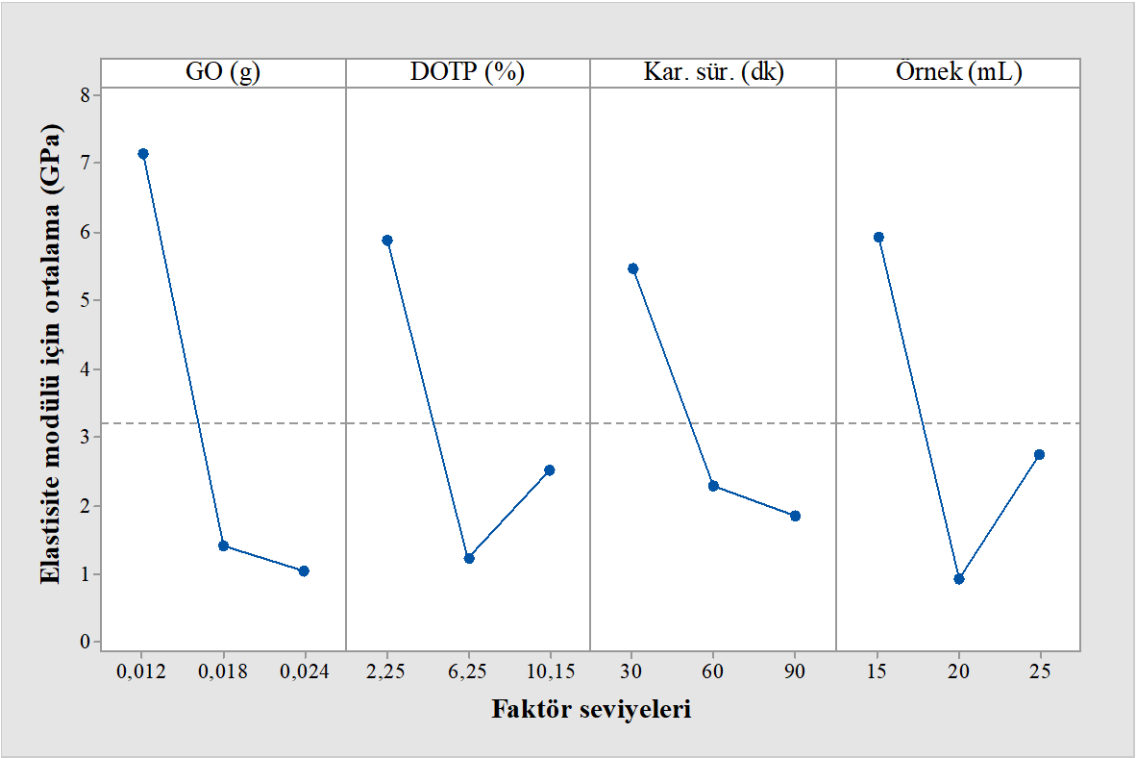
DP kompozit filmlerinin faktörlere bağlı olarak elde edilen elastisite modülü ana etki grafikleri Şekil 4.14 ile verilmiştir. 86,8 µm film kalınlığına sahip DP5 numunesi 17,735 GPa ile yüksek bir elastisite modülü değeri göstermiştir. Bunun yanında en yüksek seviyede PVA ve DOTP içeren ve 161,4 µm film kalınlığına sahip olan DP9 numunesi ise 38,759 GPa ile en yüksek elastisite modülü değerini sergilemiştir. Elde edilen bu sonuçlar 98,4 µm film kalınlığına sahip referans PVA numunesiyle (2,890 GPa) kıyaslandığında sentezlenen DP5 numunesinin 6,14 ve DP9 numunesinin ise 13,41 kat daha yüksek elastisite modülüne sahip olduğunu ortaya çıkarmıştır. Ana etki grafiklerinden görüldüğü gibi orta seviye karıştırma süresi ile düşük seviyede petri kabına dökülen örnekler elastisite modülünü artırmıştır.



Şekil 4.14 DP kompozit filmlerinin elastisite modülü özelliği için ana etki grafikleri

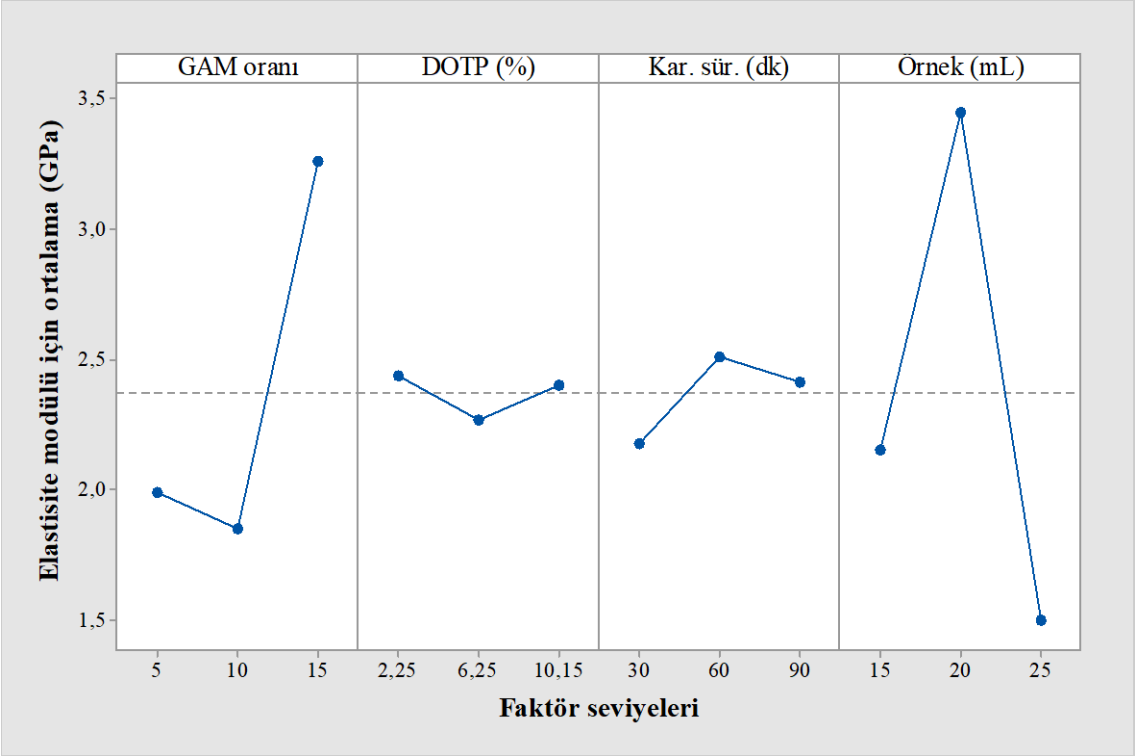
DPG kompozit filmlerinin elastisite modülü sonuçları incelendiğinde ise 63 µm kalınlığına sahip %1 grafen oksit ve PVA'nın ağırlıkça %2,25'i kadar DOTP içeren DPG1 kompozit filminin elastisite modülünün (14,809 GPa), 121 µm film kalınlığına sahip referans PVA filminden (2,392 GPa) 6,19 kat daha yüksek olduğu görülmüştür. Ayrıca DPG1 kompozit filminin en düşük karbon-oksijen oranıyla (1,90) en yüksek sertlik ve elastisite modülünü sergilediği de dikkati çekmiştir. Fakat bu noktadan sonra sertlik sonuçlarında da olduğu gibi topaklaşma sebebiyle elastisite modülünde ciddi bir düşüş ortaya çıkmıştır. DPG kompozit filmlerinde DOTP miktarının artırılması ya da karıştırma süresinin artırılması PVA film matrisinde elastisite modülünün geliştirilmesine katkı sağlamamıştır. DOTP/PVA matrisine grafen oksit ilave edilmesi, nano malzemelerin matris içinde yığılması nedeniyle kompozit filmin elastisite modülünü azaltmıştır (Goumri *et al.* 2017). DPG kompozit filmlerinin elastisite modülü için elde edilen ana etki grafikleri (Şekil 4.15) incelendiğinde düşük seviye GO (0,012 g) ve DOTP (%2,25) ilavesi, düşük seviye karıştırma süresi (30 dk) ve düşük seviye petri kabına dökülen örnek miktarıyla (15 mL) yüksek elastisite modülü elde edilebildiği; GO

miktarının ve karıştırma süresinin artırılmasının elastisite modülünün iyileştirilmesinde bir katkısının olmadığı doğrulanmıştır.



Şekil 4.15 DPG kompozit filmlerinin elastisite modülü özelliği için ana etki grafikleri

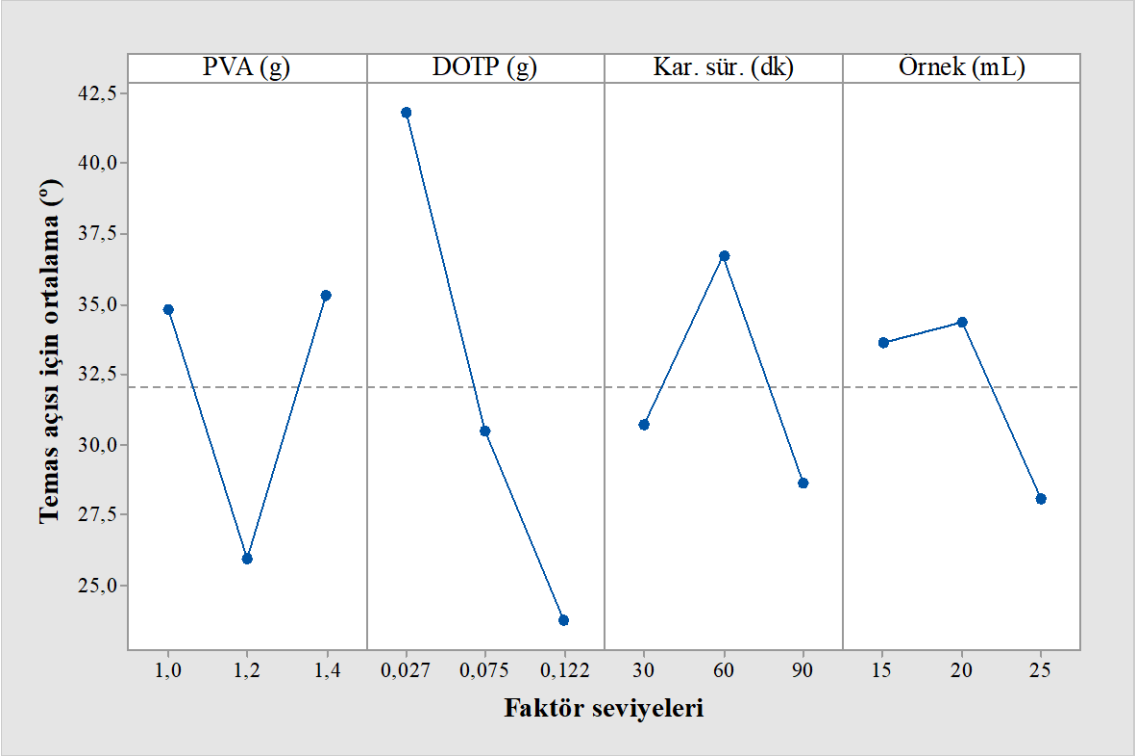
DPA kompozit filmlerinin elastisite modülü için elde edilen ana etkiler grafikleri Şekil 4.16 ile verilmiştir. En yüksek elastisite modülü 76,6 µm film kalınlığına sahip ve sertlik değerinin de en yüksek olduğu DPA7 örneğinde (4,457 GPa) görülmüştür. Sertlik testi sonuçlarına benzer şekilde, bu kalınlıkta yüksek bir elastisite modülünün elde edilmesi de dikkat çekicidir. 113 µm film kalınlığına sahip referans PVA filminin elastisite modülü ile kıyaslandığında (2,392 GPa) 1,86 kat daha yüksek elastisite modülü elde edilmiştir. Glikoz/$AgNO_3$ mol oranının artmasıyla daha düşük parçacık boyutunda ve daha fazla miktarda AgNP'ler elde edilmiştir. Bu durum nedeniyle ana etki grafiklerinden de anlaşıldığı gibi AgNP'lerin parçacık boyutunun küçülmesiyle topaklaşma azalmış ve böylece elastisite modülü de artmıştır.



Şekil 4.16 DPA kompozit filmlerinin elastisite modülü özelliği için ana etki grafikleri

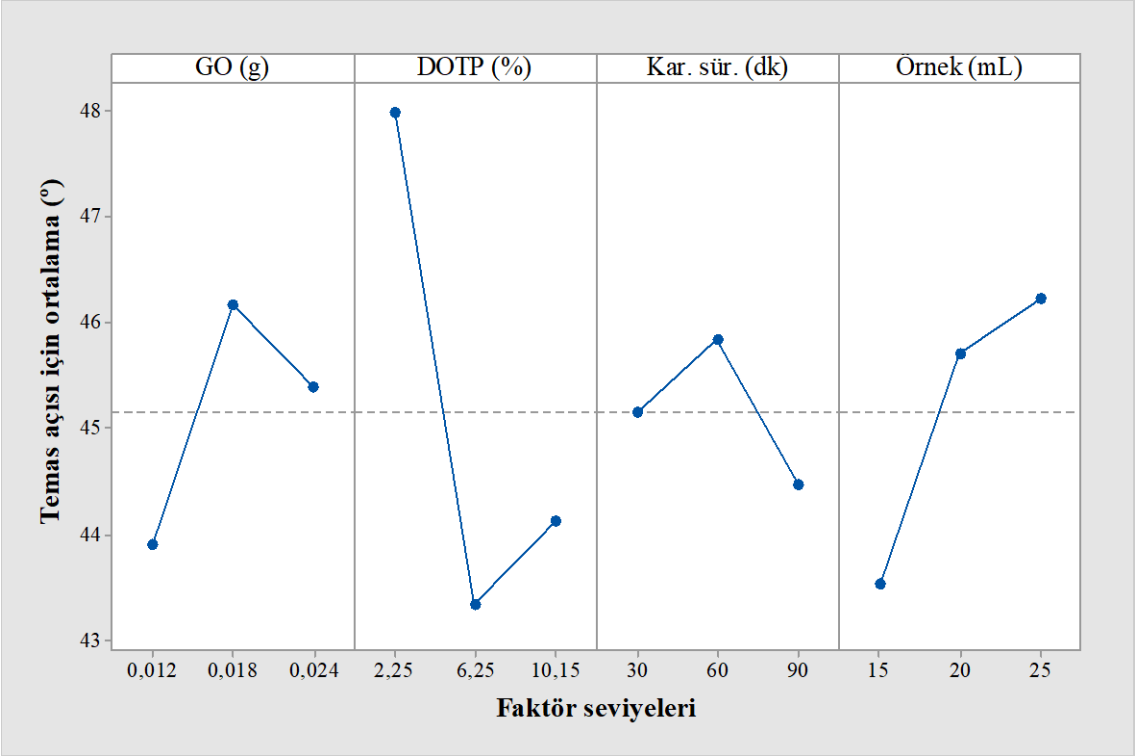
4.5.2 Hidrofilik özellikler

DP kompozit filmlerinin temas açısı sonuçları faktör seviyelerinin değişimine bağlı olarak Şekil 4.17 ile verilmiştir. Referans PVA ile kıyaslandığında bütün kompozit filmlerin temas açısı ölçümlerinde düşüş gözlenmiştir. Ayrıca ana etki grafiklerine bakıldığında DOTP miktarının artmasıyla birlikte temas açısının düştüğü belirlenmiştir. PVA miktarının orta düzeyde, karıştırma süresi ve petri kabına dökülen örnek miktarının maksimum seviyede tutulması da düşük temas açısı elde edilmesini sağlamıştır. 226 µm film kalınlığına sahip olan DP6 kompozit filmi, 199,4 µm film kalınlığına sahip DP3 kompozit filmi ve 86,8 µm film kalınlığına sahip DP5 kompozit filmi sırasıyla 18,77º, 19,20º ve 22,68º ile en düşük temas açısı sonuçlarını sergilemiştir. Referans PVA filminin temas açısı ölçümüne bakıldığında (51,38º) DP6, DP3 ve DP5 kompozit filmlerinin PVA filminden sırasıyla 2,73, 2,68 ve 2,27 kat daha düşük temas açısına sahip olduğu belirlenmiştir. Bu sonuçlara ek olarak karbon-oksijen oranının yüksek olduğu kompozit filmler daha düşük temas açısı değeri göstermiştir.



Şekil 4.17 DP kompozit filmlerinin temas açısı özelliği için ana etki grafikleri

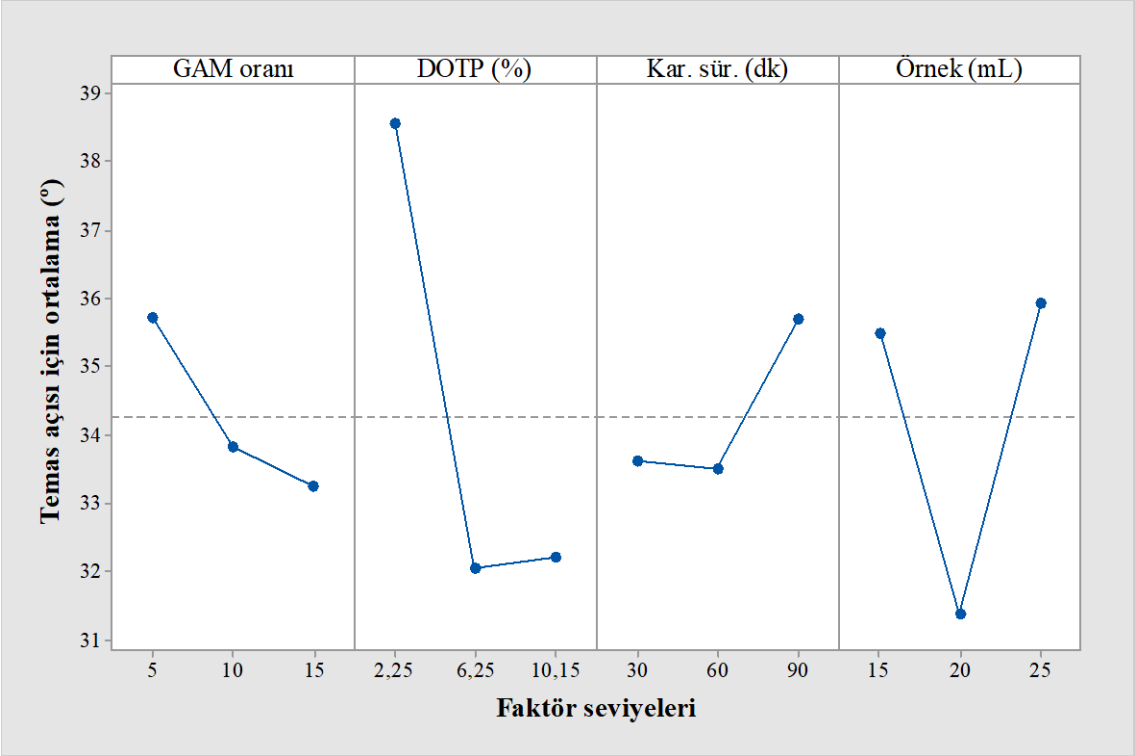
Şekil 4.18 ile DPG kompozit filmlerinin faktörlere bağlı temas açısı ölçüm sonuçları belirtilmiştir. Referans PVA filmi ile kıyaslandığında (49,07º) genel olarak DPG kompozit filmlerinin temas açısı ölçümlerinde düşüş gözlenmiştir. 67 µm film kalınlığına sahip DPG5 kompozit filminin 42,04º ile en düşük temas açısı değerine sahip olduğu ve bu değerin de referans PVA'dan 1,17 kat daha düşük olduğu görülmüştür. DPG kompozit filmleri için GO miktarı ve petri kabına dökülen örnek miktarı en düşük, DOTP miktarı orta, karıştırma süresi ise en yüksek seviyede tutularak düşük temas açısı sonuçları elde edilebileceği öngörülmektedir.



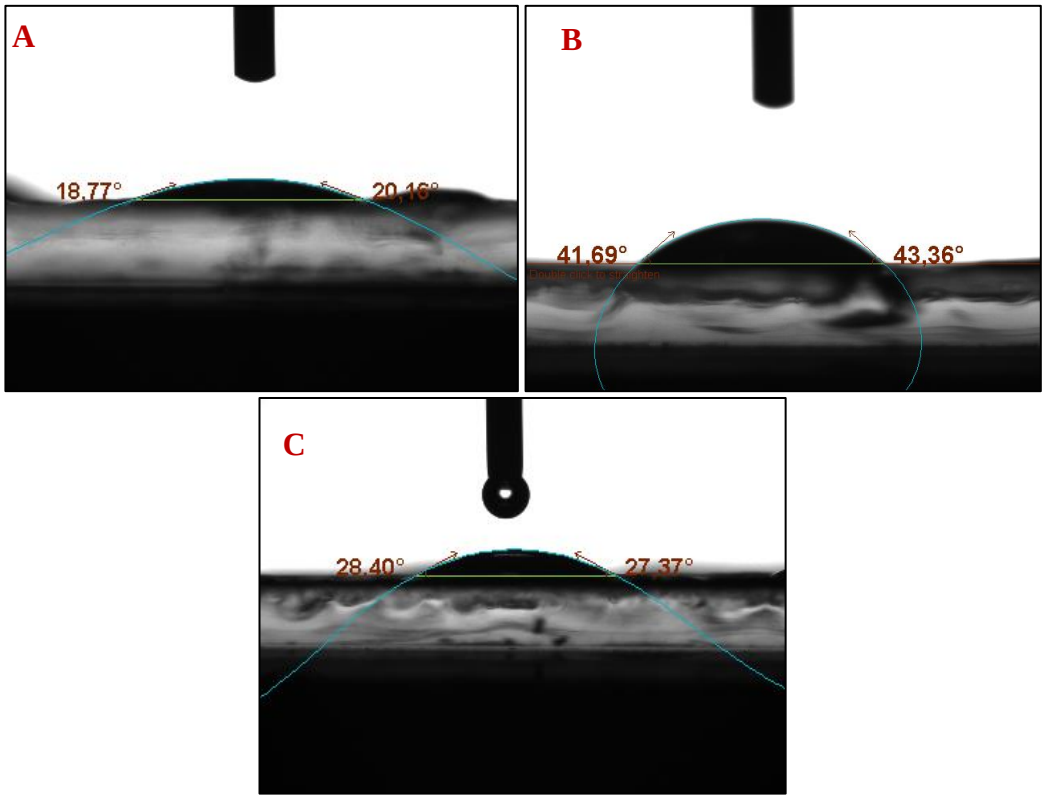
Şekil 4.18 DPG kompozit filmlerinin temas açısı özelliği için ana etki grafikleri

DPA kompozit filmlerinin temas açısı ölçüm sonuçları incelendiğinde 194,2 µm film kalınlığına sahip DPA6 kompozit filminin 28,21° ile en düşük temas açısı ölçüm sonucuna sahip olduğu tespit edilmiştir. Bu da 113 µm film kalınlığına sahip referans PVA ile kıyaslandığında 1,73 kat daha düşük temas açısı sonucu olarak ortaya çıkmıştır. Ana etki grafikleri incelendiğinde glikoz/$AgNO_3$ mol oranının en yüksek seviyede tutulmasıyla temas açısı değerlerinin düştüğü görülmüştür (Şekil 4.19). Bu sonuç AgNP'lerin parçacık boyutlarının küçülmesi ve miktarının artması sonucu DPA kompozit filmlerinin temas açısının düştüğünü ortaya koymuştur. AgNP takviyeli hidrofilik yapıda DOTP/PVA kompozit filmlerinin elde edilebilmesi için yüksek seviyede glikoz/$AgNO_3$ mol oranı, orta seviyede DOTP miktarı, karıştırma süresi ve petri kabına dökülecek örnek miktarının belirlenmesi gerektiği öngörülmektedir.

Sentezlenen DP, DPG ve DPA kompozit filmleri içinde en düşük temas açısı değerini sergileyen örneklere yerleştirilen su damlacıklarının fotoğrafları ve temas açısı değerleri Şekil 4.20 ile gösterilmiştir. Diğer tüm kompozit filmlere yerleştirilen su damlacıklarının fotoğrafları EK 2'de verilmiştir.



Şekil 4.19 DPA kompozit filmlerinin temas açısı özelliği için ana etki grafikleri

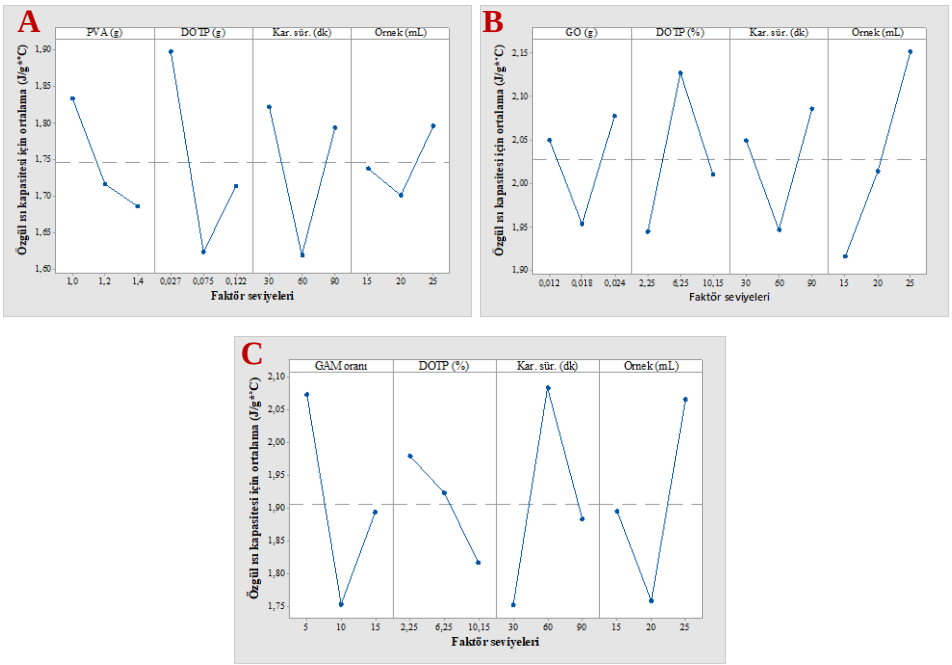


Şekil 4.20 Kompozit filmlere yerleştirilen su damlacıklarının fotoğrafı a) DP6, b) DPG5 ve c) DPA6

4.5.3 Termal özellikler

4.5.3.1 Özgül ısı kapasitesi

DP, DPG ve DPA kompozit filmlerinin özgül ısı kapasitelerinin faktör seviyelerine bağlı olarak elde edilen sonuçlarına göre çizilen ana etki grafikleri Şekil 4.21 ile gösterilmiştir. Elde edilen kompozit filmlerin özgül ısı kapasitelerinin referans PVA ile kıyaslandığında hemen hemen aynı seviyede kaldığı görülmüştür (PVA1 için özgül ısı kapasitesi değeri 1,951 J/g*˚C, PVA2 için özgül ısı kapasitesi değeri 2,130 J/g*˚C). Ana etki grafiklerine göre, DP kompozit filmlerin özgül ısı kapasitesinin artan DOTP miktarları ile azaldığı belirlenmiştir. Kendi içlerinde değerlendirildiğinde en yüksek özgül ısı kapasitesi değerine sahip olan kompozit filmler DP kompozit filmleri için DP1 (2,056 J/g*˚C), DPG kompozit filmleri için DPG8 (2,324 J/g*˚C) ve DPA kompozit filmleri içinde DPA4 (2,162 J/g*˚C) olmuştur. Kompozit film tabanlı DOTP sahip olduğu düşük ısı kapasitesiyle daha az ısı depolama yeteneğine sahiptir. Düşük özgül ısı kapasiteli DOTP tabanlı kompozit filmler ısıl enerjiyi depolayamamaktadır. Ancak yüksek özgül ısıya sahip olan filmler daha yüksek ısı enerjisi depolama yeteneğine sahiptir.

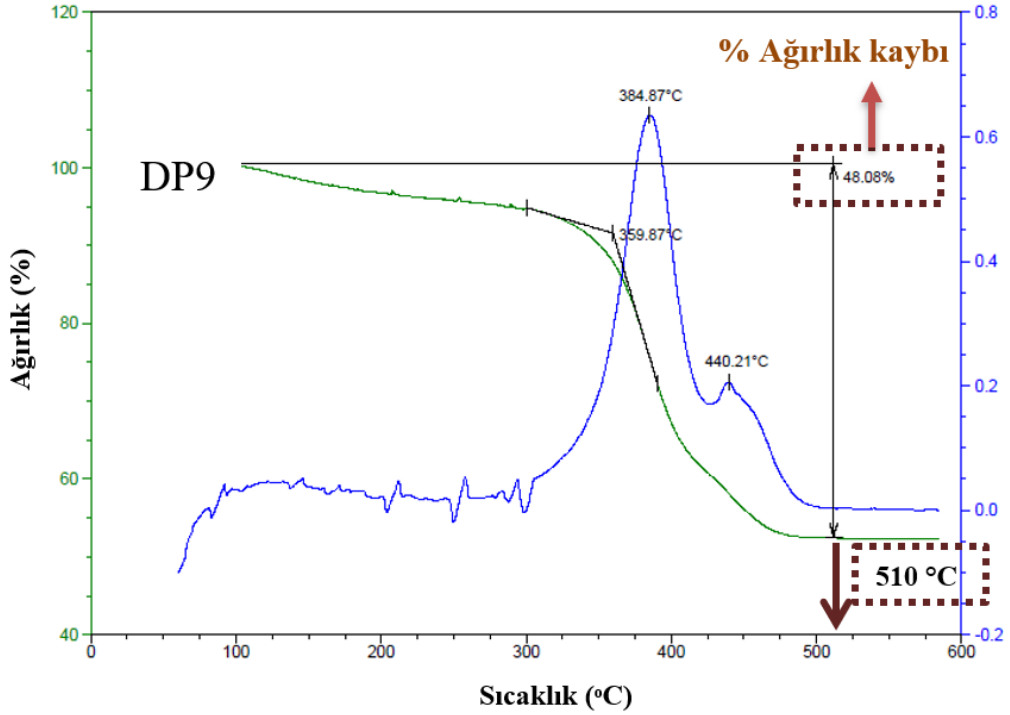


Şekil 4.21 Özgül ısı kapasitesi için kompozit filmlerin ana etki grafikleri a) DP, b) DPG ve c) DPA

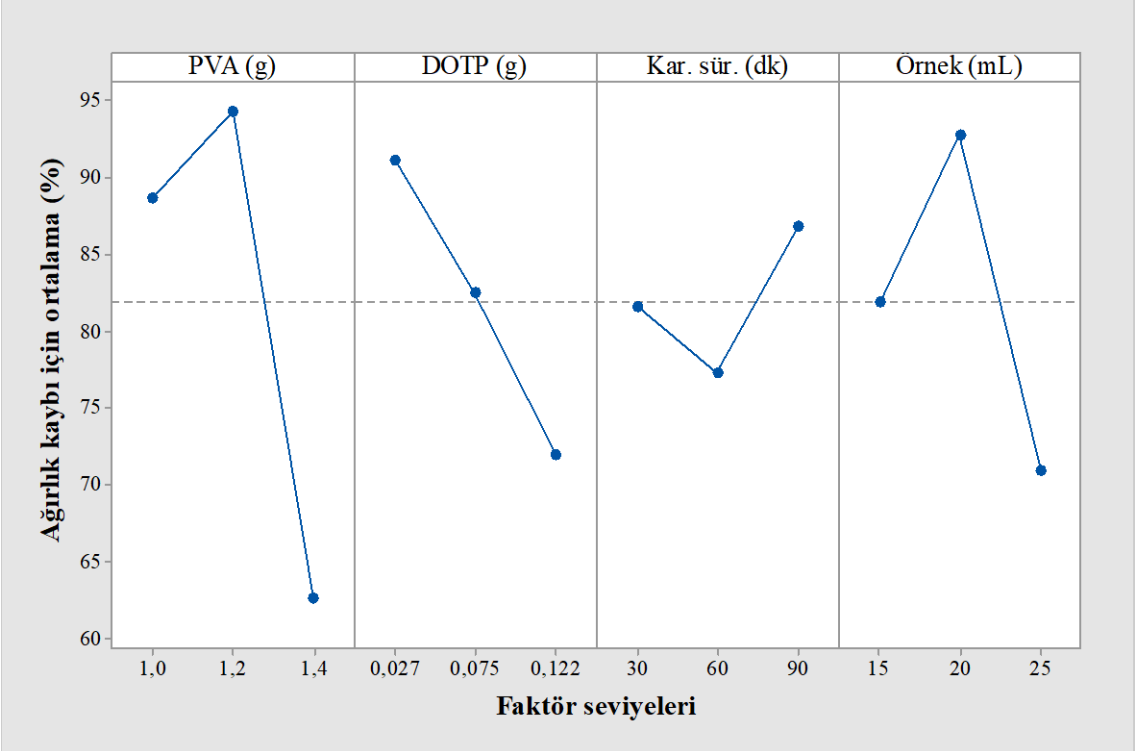
4.5.3.2 Ağırlık kaybı

DOTP/PVA kompozit filmlerinin ağırlık kaybı yüzdelerinin belirlenebilmesi için TGA analizleri yapılmış ve sıcaklığa bağlı olarak meydana gelen ağırlık kayıpları grafiksel olarak elde edilmiştir. Tüm kompozit filmler ve referans PVA filmleri için elde edilen TGA eğrileri EK 3'te verilmiştir. Bu grafikler incelenerek maksimum ağırlık kaybının meydana geldiği sıcaklıklar tüm kompozit filmler için belirlenebilmiştir.

TGA analizlerine göre DP kompozit filmler 120-200°C civarında ayrışmaya başlamış, filmlerin ağırlık kayıpları 200-500°C'ye kadar sürekli olarak devam etmiş ve maksimum ağırlık kaybı yaklaşık 600°C'de gerçekleşmiştir. 200°C'nin altında gerçekleşen ilk aşamanın su kaybı ile ilişkili olduğu (Rekik *et al.* 2019), 200°C-500°C'de gerçekleşen ikinci aşamanın ise PVA moleküllerinin zincir bölümlerinin ayrışmasından ve hidrojen bağlanmasından kaynaklandığı düşünülmektedir (Qi *et al.* 2014). 500°C'yi geçen sıcaklıktaki kalan artıklar ise inorganik kısmı göstermiştir. Yüzde ağırlık kaybının en düşük olduğu DP kompozit filmi, 510°C maksimum ayrışma sıcaklığında 161,4 µm film kalınlığına sahip DP9 kompozit filmidir (%48,08). DP9 kompozit filmi için maksimum ağırlık kaybının meydana geldiği sıcaklığın tespit edildiği örneğin TGA eğrisi Şekil 4.22 ile gösterilmiştir. Referans PVA filminin ağırlık kaybı yüzdesiyle (%57,18) kıyaslandığında DP9 kompozit filminin ağırlık kaybında azalma olduğu görülmüştür. Ağırlık kaybı için faktörlere bağlı olarak elde edilen ana etki grafiklerine bakıldığında DP kompozit filmleri için PVA ve DOTP miktarının artmasıyla birlikte ağırlık kaybı yüzdesinin azaldığı belirlenmiştir. Karıştırma süresinin orta seviyede, petri kabına dökülen örnek miktarının en yüksek seviyede tutulmasıyla elde edilen filmler için ağırlık kaybı yüzdesinde düşüş olduğu ana etki grafikleri ile tespit edilmiştir (Şekil 4.23).

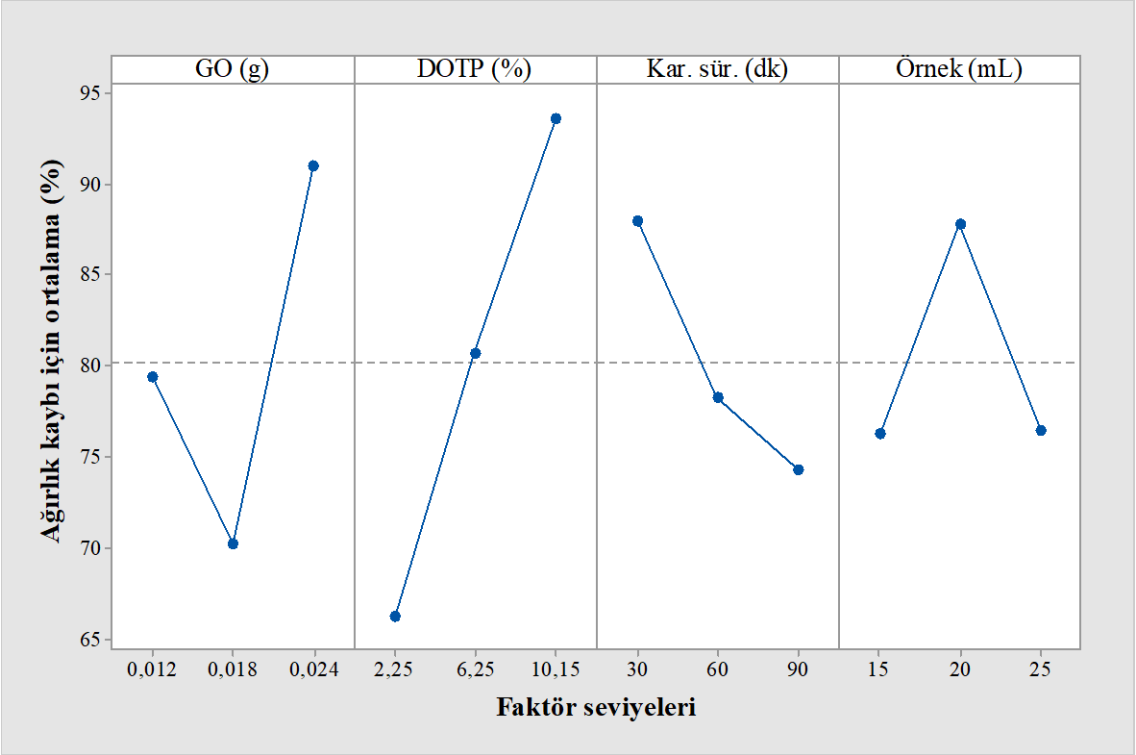


Şekil 4.22 DP9 kompozit filmi için elde edilen TGA eğrisi



Şekil 4.23 DP kompozit filmlerinin ağırlık kaybı özelliği için ana etki grafikleri

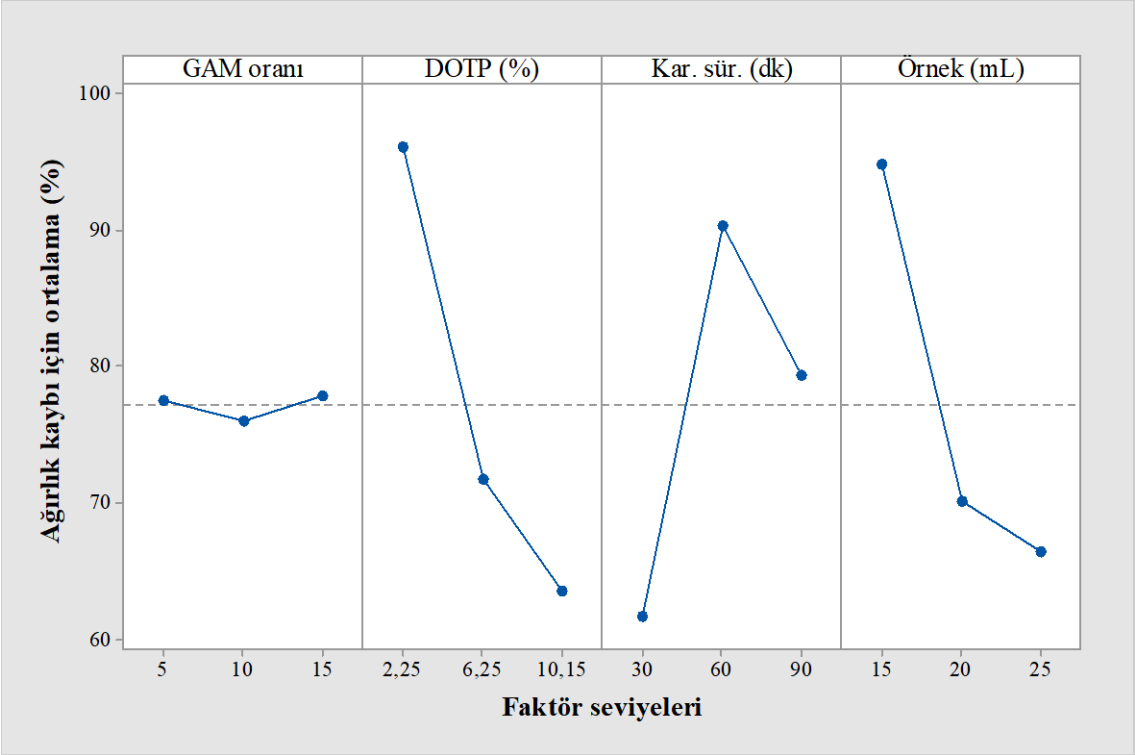
DPG kompozit filmleri için ağırlık kaybı yüzdeleri incelendiğinde 487,5°C maksimum ayrışma sıcaklığında 113 µm film kalınlığına sahip DPG4 kompozit filminin en düşük ağırlık kaybı yüzdesini (%50,72) gösterdiği belirlenmiştir. DPG4 kompozit filmi referans PVA filminin ağırlık kaybından (%97,06) 1,91 kat daha düşük ağırlık kaybı yüzdesi göstermiştir. DPG kompozit filmlerinin ana etki grafikleri ile (Şekil 4.24) DOTP ve GO'nun etkileşiminin DPG kompozit filmlerinin termal kararlılığı üzerinde olumsuz bir etkiye sahip olduğu, GO ve DOTP miktarının artırılmasının kompozit filmlerde daha fazla ağırlık kaybı yüzdesine neden olduğu görülmüştür. Bunun nedenlerinin PVA ile GO arasındaki güçlü hidrojen bağının (Qi *et al.* 2014) ve DOTP'deki metil grupları ile GO'daki karboksilat veya hidroksil grupları arasındaki etkileşimin olabileceği düşünülmektedir.



Şekil 4.24 DPG kompozit filmlerinin ağırlık kaybı özelliği için ana etki grafikleri

DPA kompozit filmler ile sentezlenen tüm kompozit filmlerin ağırlık kaybı yüzdeleri değerlendirildiğinde en düşük ağırlık kaybına sahip kompozit film yüzdesi %40,06 ağırlık kaybı ile DPA6 kompozit filmi olmuştur. Böylece DPA6 kompozit filminin DP ve DPG kompozit filmleri de dahil olmak üzere tüm kompozit filmler içinde termal kararlılığı en

yüksek olan kompozit film olduğu belirlenmiştir. DPA6 kompozit filmi referans PVA filminin ağırlık kaybından (%97,06) 2,42 kat daha düşük ağırlık kaybı yüzdesi göstermiştir. DPA6 için 472°C'den 600°C'ye kadar fazla bir ağırlık kaybı meydana gelmediği görülmüştür. Ana etki grafiklerinden DPA kompozit filmlerinin ağırlık kaybının, DOTP miktarının sinerjik etkisiyle önemli ölçüde azaldığı ve minimum ağırlık kaybı değerinin düşük karıştırma süresi ile elde edildiği tespit edilmiştir (Şekil 4.25). DOTP miktarının artırılması ve karıştırma süresinin en düşük seviyede alınması DPA kompozit filmlerinin ağırlık kaybı yüzdelerinin azaltılmasında önemli bir etken olmuştur.



Şekil 4.25 DPA kompozit filmlerinin ağırlık kaybı özelliği için ana etki grafikleri

4.6 Optimum Sonuçlar

Deneysel tasarım ile en düşük en iyi ve en yüksek en iyi yanıtlar için S/N oranları sırasıyla Denklem (1.1) ve Denklem (1.2) kullanılarak her bir yanıt için hesaplanmış ve elde edilen sonuçlar DP, DPG ve DPA kompozit filmleri için sırasıyla Çizelge 4.4, Çizelge 4.5 ve Çizelge 4.6'da kolon 2-6 ile verilmiştir. Ardından normalize edilmiş karar matrisi

Denklem (1.4), Denklem (1.5) ve Denklem (1.6) kullanılarak hesaplandıktan sonra Denklem (1.7) ile ağırlıklandırılmış normalize karar matrisi oluşturulmuştur. Pozitif ideal çözüm (A^*) ve negatif ideal çözüm (A^-) sırasıyla Denklem (1.8) ve Denklem (1.9) yardımıyla belirlenmiş ve Denklem (1.10) kullanılarak ideal noktalara olan uzaklık (S_i^*), Denklem (1.11) ile de negatif ideal noktalara olan uzaklık (S_i^-) hesaplanarak sırasıyla Çizelge 4.4, Çizelge 4.5 ve Çizelge 4.6'da kolon 12 ve 13'de gösterilmiştir. İdeal çözüme göreli yakınlık ise (C_i^*) Denklem (1.12) yardımıyla hesaplanarak tüm çizelgelerin son sütunlarında verilmiştir.

Normalleştirme yöntemleri, DP kompozit filmler için DP5 ve DP9'un (Çizelge 4.4), GO ile modifiye edilmiş DPG kompozit filmler için DPG9'un (Çizelge 4.5) ve AgNP ile modifiye edilmiş DPA kompozit filmler için DPA7'nin (Çizelge 4.6) optimum parametre tasarımına sahip olduğunu göstermiştir. TOPSIS yönteminin uygulanma basamakları DP kompozit filmi için örnek hesaplama olarak EK 4'de verilmiştir.

Çizelge 4.4 DP kompozit filmleri için TOPSIS yönteminin uygulanması

	S/N oranları					Ağırlıklandırılmış normalize karar matrisi						S_i^*	S_i^-	C_i^*
	R1	R2	R3	R4	R5		ν_{i1}	ν_{i2}	ν_{i3}	ν_{i4}	ν_{i5}			
Ağırlık	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2									
DP1	53,39	-1,94	-33,04	6,26	-39,80		0,070	-0,008	-0,074	0,086	-0,070	0,143	0,075	0,345
DP2	39,81	-4,47	-32,12	3,76	-39,62		0,052	-0,019	-0,072	0,052	-0,069	0,160	0,048	0,231
DP3	54,90	3,91	-25,67	5,58	-37,24		0,072	0,016	-0,057	0,076	-0,065	0,118	0,094	0,443
DP4	60,02	16,57	-31,24	5,08	-38,91		0,079	0,069	-0,070	0,070	-0,068	0,068	0,141	0,676
DP5	64,40	24,98	-27,11	4,28	-40,00		0,085	0,105	-0,061	0,059	-0,070	0,041	0,176	**0,811****
DP6	58,11	10,39	-25,47	4,70	-39,56		0,077	0,044	-0,057	0,064	-0,069	0,093	0,117	0,557
DP7	24,22	-14,85	-32,88	5,31	-38,87		0,032	-0,062	-0,074	0,073	-0,068	0,204	0,023	0,101
DP8	37,20	-0,54	-29,11	4,57	-34,32		0,049	-0,002	-0,065	0,063	-0,060	0,142	0,065	0,314
DP9	49,68	31,77	-30,48	3,64	-33,64		0,065	0,133	-0,068	0,050	-0,059	0,042	0,199	**0,825***
R_{ij}	***151,70***	***47,70***	***89,44***	***14,60***	***114,19***	***A^****	***0,085***	***0,133***	***-0,057***	***0,086***	***-0,059***			
						A^-	***0,032***	***-0,062***	***-0,074***	***0,050***	***-0,070***			

*İdeal çözüme en yakın deney koşumudur (optimum deney).
**İdeal çözüme en yakın ikinci deney koşumudur.

Çizelge 4.5 DPG kompozit filmleri için TOPSIS yönteminin uygulanması

	S/N oranları					Ağırlıklandırılmış normalize karar matrisi						S_i^*	S_i^-	C_i^*
	R1	R2	R3	R4	R5		ν_{i1}	ν_{i2}	ν_{i3}	ν_{i4}	ν_{i5}			
Ağırlık	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2									
DPG1	59,21	23,41	-33,09	5,47	-36,82		0,080	0,128	-0,067	0,059	-0,065	0,021	0,245	**0,922***
DPG2	51,80	5,98	-32,73	6,26	-38,65		0,070	0,033	-0,066	0,068	-0,068	0,097	0,149	0,606
DPG3	56,42	13,37	-32,73	6,92	-38,40		0,076	0,073	-0,066	0,075	-0,067	0,056	0,190	0,774
DPG4	51,51	8,75	-34,11	5,64	-34,10		0,069	0,048	-0,069	0,061	-0,060	0,083	0,164	0,664
DPG5	42,16	-2,01	-32,47	6,02	-35,70		0,057	-0,011	-0,065	0,065	-0,063	0,142	0,105	0,425
DPG6	44,29	-2,93	-33,20	5,78	-39,91		0,060	-0,016	-0,067	0,063	-0,070	0,147	0,099	0,404
DPG7	37,31	-21,01	-33,64	6,19	-37,93		0,050	-0,115	-0,068	0,067	-0,067	0,245	0,009	0,035
DPG8	44,88	-1,03	-33,00	7,32	-39,61		0,061	-0,006	-0,066	0,079	-0,070	0,135	0,112	0,452
DPG9	53,07	6,79	-32,76	5,43	-39,88		0,072	0,037	-0,066	0,059	-0,070	0,094	0,153	0,620
R_{ij}	***148,28***	***36,61***	***99,25***	***18,44***	***113,81***	***A^****	***0,080***	***0,128***	***-0,065***	***0,079***	***-0,060***			
						A^-	***0,050***	***-0,115***	***-0,069***	***0,059***	***-0,070***			

*İdeal çözüme en yakın deney koşumudur (optimum deney).

Çizelge 4.6 DPA kompozit filmleri için TOPSIS yönteminin uygulanması

	S/N oranları					Ağırlıklandırılmış normalize karar matrisi					S_i^*	S_i^-	C_i^*
	R1	R2	R3	R4	R5	v_{i1}	v_{i2}	v_{i3}	v_{i4}	v_{i5}			
Ağırlık	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2								
DPA1	52,80	4,40	-32,17	5,93	-39,89	0,064	0,038	-0,070	0,070	-0,071	0,077	0,046	0,373
DPA2	55,93	9,86	-29,50	6,52	-37,89	0,068	0,086	-0,064	0,077	-0,067	0,030	0,086	0,744
DPA3	48,96	1,63	-31,31	6,53	-34,88	0,060	0,014	-0,068	0,077	-0,062	0,100	0,046	0,317
DPA4	52,01	1,55	-31,83	6,70	-39,77	0,064	0,013	-0,069	0,079	-0,071	0,101	0,048	0,320
DPA5	53,48	4,02	-30,69	4,79	-39,13	0,065	0,035	-0,067	0,056	-0,070	0,082	0,034	0,289
DPA6	58,39	8,88	-29,01	2,68	-32,05	0,071	0,077	-0,063	0,032	-0,057	0,059	0,067	0,529
DPA7	59,95	12,98	-31,15	5,08	-39,29	0,073	0,113	-0,068	0,060	-0,070	0,023	0,104	**0,816***
DPA8	53,81	6,48	-30,11	5,65	-33,32	0,066	0,056	-0,065	0,067	-0,059	0,058	0,057	0,494
DPA9	55,29	10,18	-30,01	5,89	-39,58	0,068	0,088	-0,065	0,069	-0,071	0,030	0,084	0,738
R_{ij}	***163,81***	***23,03***	***91,98***	***16,96***	***112,27***	A^*	***0,073***	***0,113***	***-0,063***	***0,079***	***-0,057***		
						A^-	***0,060***	***0,013***	***-0,070***	***0,032***	***-0,071***		

*İdeal çözüme en yakın deney koşumudur (optimum deney).

Optimum olarak belirlenen kalite kriterlerine ait özet tablo Çizelge 4.7 ile verilmiştir. Elde edilen kompozit filmlerin özellikleri için PVA'ya kıyasla iyileşme veya kötüleşme oranlarının hesaplanması EK 5'de verilmiş ve elde edilen sonuçlar Çizelge 4.7'ye aktarılmıştır. Çizelge 4.7'de hesaplanan iyileşme ve kötüleşme oranları Çizelge 3.2'deki kalite kriterleri için belirlenen hedef değerler (en düşük en iyidir veya en yüksek en iyidir) dikkate alınarak hesaplanmıştır. Çizelge 4.8'de iyileşme oranları artı işareti ile, kötüleşme oranları ise eksi işareti ile simgelenmiştir.

Çizelge 4.7 Optimum olarak belirlenen kalite kriterlerine ait özet tablo

Kalite kriterleri	**Referans PVA1**	**Referans PVA2**	**Optimum DP (DP9)**	**Optimum DP (DP5)**	**Optimum DPG (DPG9)**	**Optimum DPA (DPA7)**
Sertlik (MPa)	455,074	807,308	304,807	1658,932	450,131	994,514
Elastisite modülü (GPa)	2,890	2,392	38,759	17,735	2,184	4,457
Temas açısı (˚)	51,380	49,070	33,410	22,680	43,430	36,090
Özgül ısı kapasitesi (J/g*˚C)	1,951	2,130	1,521	1,637	1,869	1,795
Ağırlık kaybı (%)	57,180	97,060	48,080	99,980	98,660	92,130

Çizelge 4.8 Optimum olarak belirlenen kalite kriterlerinin iyileşme/kötüleşme oranları

Kalite kriterleri	**İyileşme ya da kötüleşme oranları**			
	DP9	**DP5**	**DPG9**	**DPA7**
Sertlik (MPa)	-33,02	264,54	-44,24	23,19
Elastisite modülü (GPa)	1241,14	513,67	-8,70	86,33
Temas açısı (˚)	34,98	55,86	11,49	26,45
Özgül ısı kapasitesi (J/g*˚C)	-22,04	-16,09	-12,25	-15,73
Ağırlık kaybı (%)	15,92	-74,85	-1,65	5,08

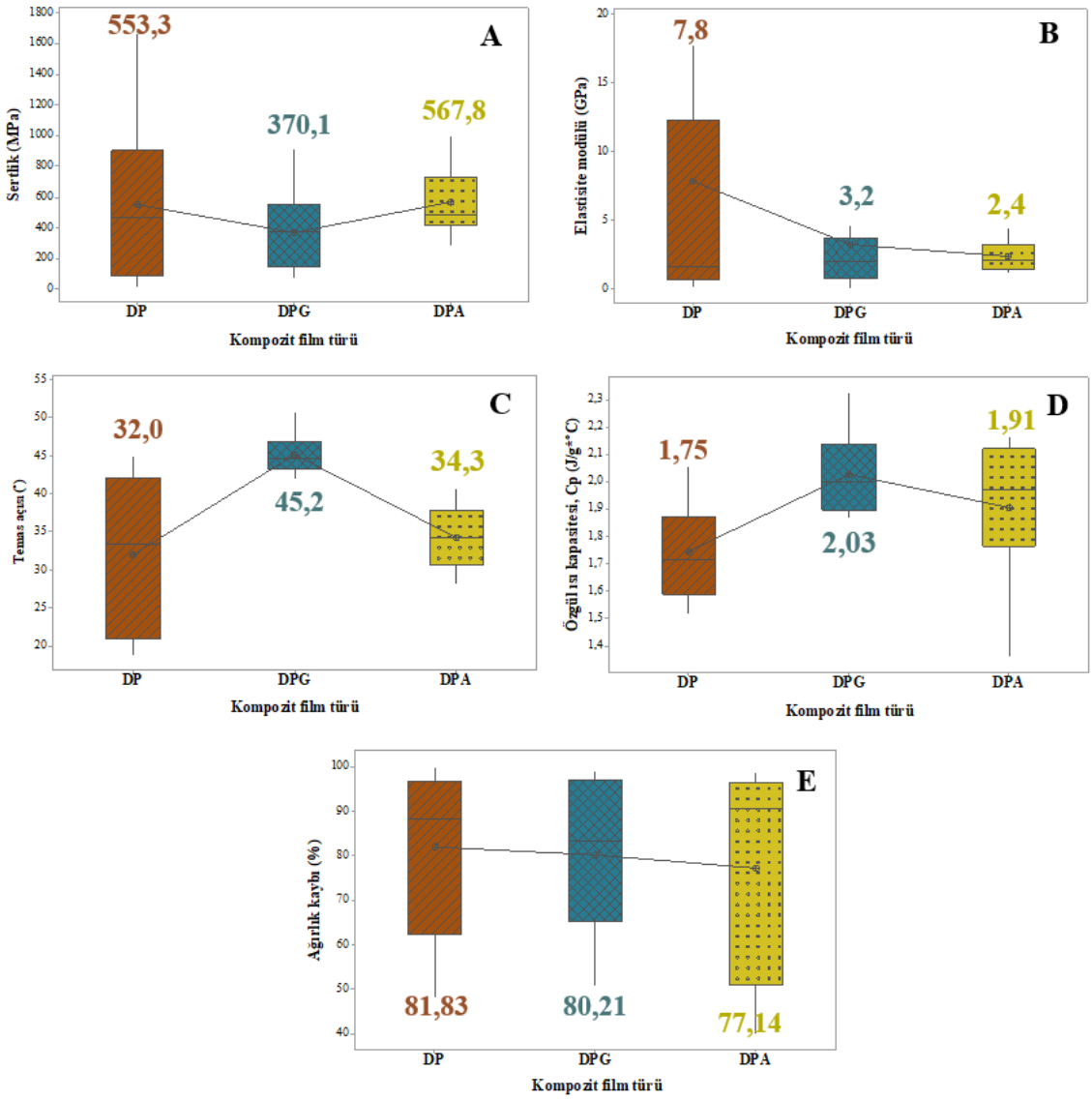
5. TARTIŞMA VE SONUÇ

5.1 Sentezlenen Kompozit Filmlerin Karşılaştırılması

DP, DPG ve DPA kompozit filmleri için seçilen kalite kriterlerinin (yanıtların) ortalama değerleri MINITAB (versiyon 17) programı ile elde edilen box plot grafikleri ile karşılaştırılmıştır (Şekil 5.1). Box plot grafiklerine göre sertliği, elastisite modülü ve hidrofilikliği yüksek kompozit filmler DP kompozitleri; yüksek ısı depolama özelliğine sahip kompozit filmler DPG kompozit filmleri ve termal kararlılığı yüksek kompozit filmler DPA kompozit filmleri olarak görülmüştür.

Kitlesel olarak değerlendirildiğinde DPA numunelerinin diğer numune gruplarına kıyasla (DP'ye göre %2,56, DPG'ye göre %34,8) daha yüksek sertliğe sahip olduğu belirlenmiştir. DPA numune grubunun DP ve DPG numune gruplarına kıyasla daha düşük varyansa sahip olduğu gözlenmiştir. Bu sonuç ile DPA numunelerinin daha homojen bir karışım oluşturduğu söylenebilir. Yine DP numuneleri temas açısında kitlesel olarak diğer numunelere göre (DPG'ye göre %41,25, DPA'ya göre %7,19) daha düşük temas açısı değeri sergilemiştir. Elastisite modülünde ise DP numunelerinin DPG ve DPA numune gruplarına göre kitlesel olarak sırasıyla %58,97 ve %69,23 daha yüksek elastisite modülüne sahip olduğu görülmüştür. Fakat yüksek varyansa sahip olması DP numunelerinin DPA numunelerine göre daha az homojen yapıda olduğunu düşündürmüştür. Özgül ısı kapasitesi kitlesel olarak tüm kompozitler arasında kıyaslandığında DPG numunelerinin özgül ısı kapasitelerinin DP numunelerine göre %13,79, DPA numunelerine göre ise %5,91 daha yüksek değerlere sahip olduğu belirlenmiştir. Özgül ısı kapasitesinde DP, DPG ve DPA numunelerinin hemen hemen aynı varyansa sahip olduğu box plot grafiklerinden açıkça görülmüştür. Ağırlık kaybı yüzdeleri DPA numunelerinde kitlesel olarak diğer numune gruplarına kıyasla (DP'ye göre %6,04, DPG'ye %3,98) daha düşük olarak gözlenmiştir. Bu sonuçlar ile ağırlık kaybı sonuçları hariç tüm filmlerde nano malzeme katkısı varyans azaltılması konusunda (daha homojen bir yapı oluşturması sebebiyle) çok olumlu bir katkı sağlamıştır. Yine en dikkat çekici sonuçlardan biri DOTP'nin filme sağladığı elastisite modülü ve hidrofiliklik

derecesi artışıdır. Bu da kullanılan diğer nano malzemelere göre çok önemli bir katkı sunulmasını sağlamıştır.



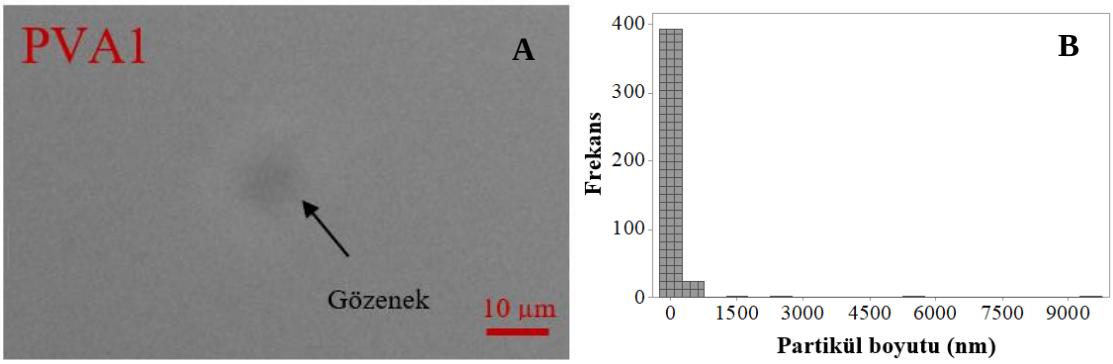
Şekil 5.1 Kompozit filmler için box plot grafikleri (değerlerin ortalaması cinsinden) a) Sertlik, b) Elastisite modülü, c) Temas açısı, d) Özgül ısı kapasitesi ve e) Ağırlık kaybı

5.2 Morfolojik Analiz

Optimum DOTP/PVA, DOTP/PVA/GO ve DOTP/PVA/Ag kompozit filmlerin yüzey görüntüleri, polimer kompozitler, tane/gözenek büyüklüğü, gözenek sayısı, yüzeylerin

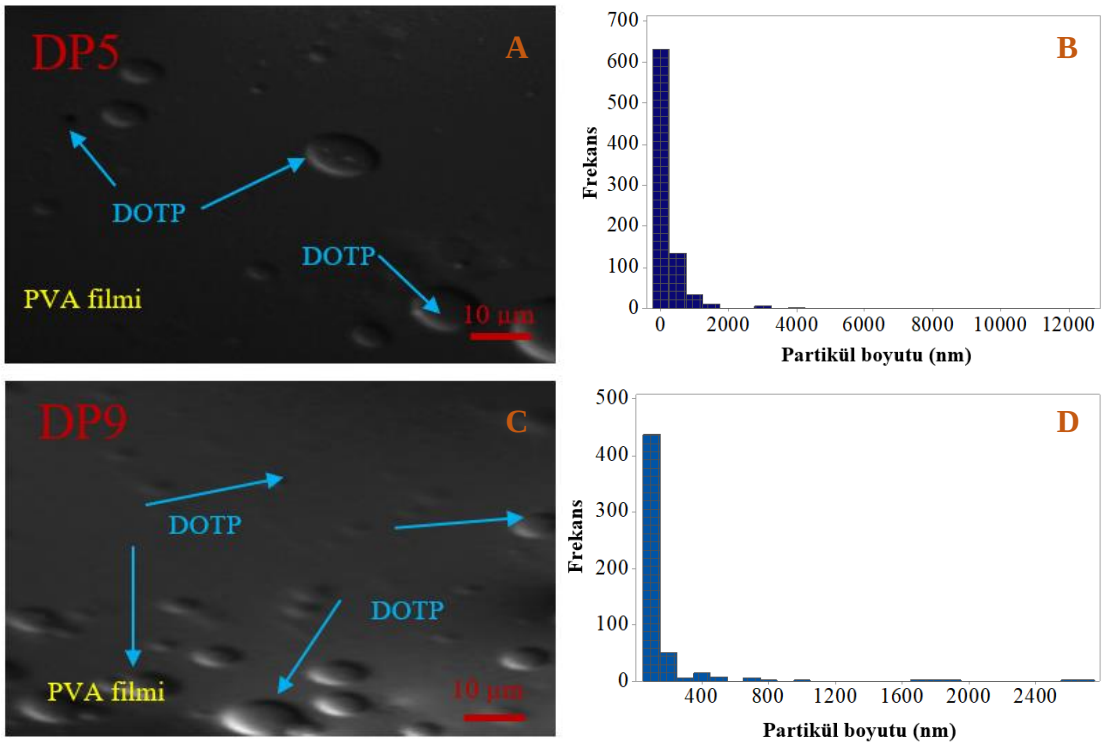
çatlak analizi gibi alanlarda kullanılan ve lamel substrat yardımıyla yüksek optik performansları nedeniyle yaygın olarak tercih edilen Nikon SMZ800 stereoskopik zoom mikroskobu kullanılarak elde edilmiştir. Tüm numunelerin gözenek boyutu dağılımlarının ortalamaları ve standart sapmaları, MINITAB programı kullanılarak bir görüntü işleme tekniği olan Image J ile analiz edilmiştir. Stereoskopik zoom mikroskobu ile polimer matrisindeki organik bileşikler, nano malzemelerin yapışkanlık derecesi ve gözeneklerin sayısı da analiz edilmiştir.

Referans PVA filminin gözenek sayısı 421, ortalama parçacık boyutu ise 117 nm (parçacık boyutunun standart sapması 567,1 nm) olarak belirlenmiş ve optik mikroskop görüntüsü ile parçacık boyut analizi Şekil 5.2 ile gösterilmiştir.



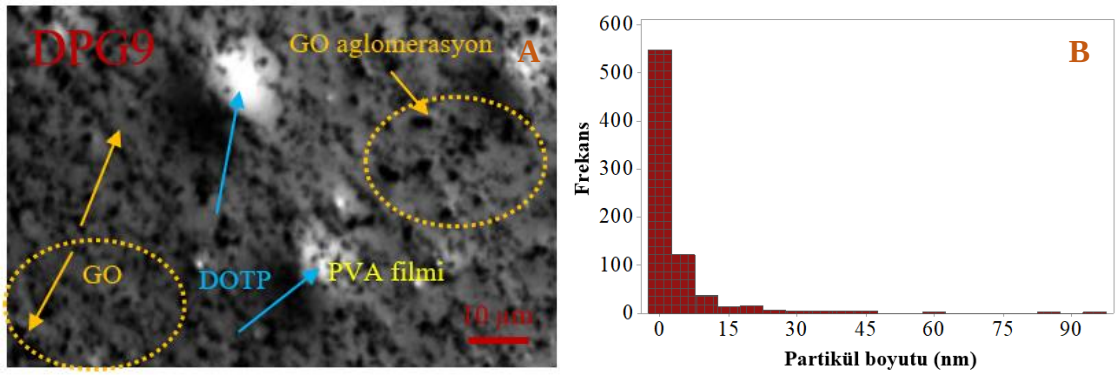
Şekil 5.2 Referans PVA filminin a) Optik mikroskop görüntüsü ve b) Parçacık boyut analizi

DP kompozit filmleri için belirlenmiş olan optimum DP5 ve DP9 kompozit filmlerinin optik mikroskop görüntüleri ve parçacık boyut analizleri Şekil 5.3 ile verilmiştir. DP5 ve DP9 kompozit filmlerinin gözenek sayısı sırasıyla 826 ve 528 olarak, ortalama parçacık boyutları ise 290,4 nm (parçacık boyutunun standart sapması 790,2 nm) ve 129,9 nm (parçacık boyutunun standart sapması 232,7 nm) olarak bulunmuştur. Toplam gözenek sayısı ve gözenek çapları göz önüne alındığında, optimum DP kompozit filmlerin referans PVA filminden farklı bir morfolojik yapıya sahip olmadığı söylenebilir. Bu nedenle, numuneler arasındaki mekanik, hidrofilik ve termal özelliklerdeki farklılıkların nano parçacıklardan kaynaklandığı öngörülmektedir.



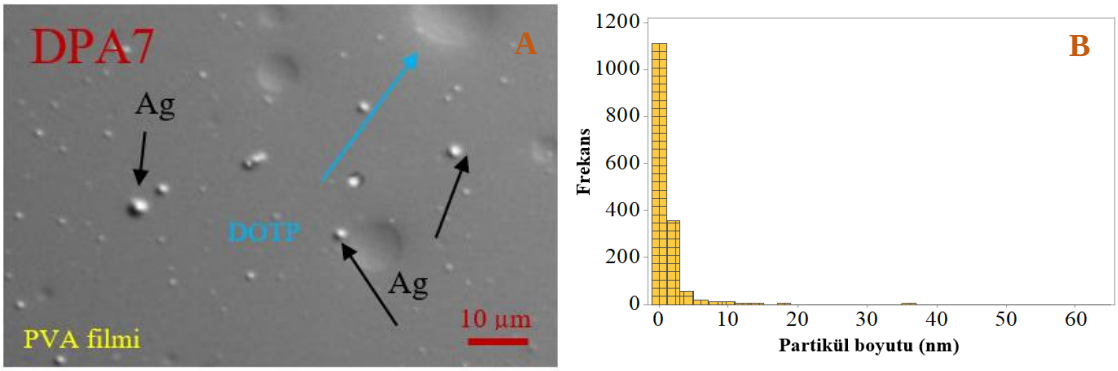
Şekil 5.3 Optimum DP kompozit filmlerinin a) Optik mikroskop görüntüsü (DP5), b) Parçacık boyut analizi (DP5), c) Optik mikroskop görüntüsü (DP9) ve d) Parçacık boyut analizi (DP9)

DPG kompozit filmlerinde optimum olan DPG9 kompozit filmi için gözeneklerin sayısının 774, ortalama tanecik boyutunun 4,58 µm (parçacık boyutunun standart sapması 11,39 µm) olduğu tespit edilmiştir (Şekil 5.4). Gözenek sayısının, grafen oksit parçacıklarının ağırlıkça %1'e kadar artmasıyla çarpıcı biçimde arttığı tespit edilmiştir. Optimum DPG9 örneğinde Van der Waals kuvvetleri nedeni ile birkaç belirgin aglomerasyon da optik mikroskop görüntüsü ile belirlenmiştir. Gerek topaklaşma gerekse grafen oksitin yüksek yüzey alanı bu sonucu doğurmuş olabilir.



Şekil 5.4 Optimum DPG kompozit filminin (DPG9) a) Optik mikroskop görüntüsü, b) Parçacık boyut analizi

DPA kompozit filmlerde gözeneklerin sayısının ve ortalama boyutlarının optimum numune DPA7 için sırasıyla 1596 ve 1,37 µm (parçacık boyutunun standart sapması 3,71 µm) olduğu tespit edilmiş ve elde edilen mikroskop görüntüsüyle birlikte parçacık boyut analizi Şekil 5.5 ile verilmiştir. Gümüş nano parçacıklar ile kompozit filmlerin ortalama gözenek büyüklüğü, düşük aglomerasyon nedeniyle grafen oksit katkılı kompozit filmlerden daha azdır. Sertlikte meydana gelen varyasyonun pürüzlülük, gözenekler veya yapısal boşluklardan çok etkilendiği iyi bilinmektedir.

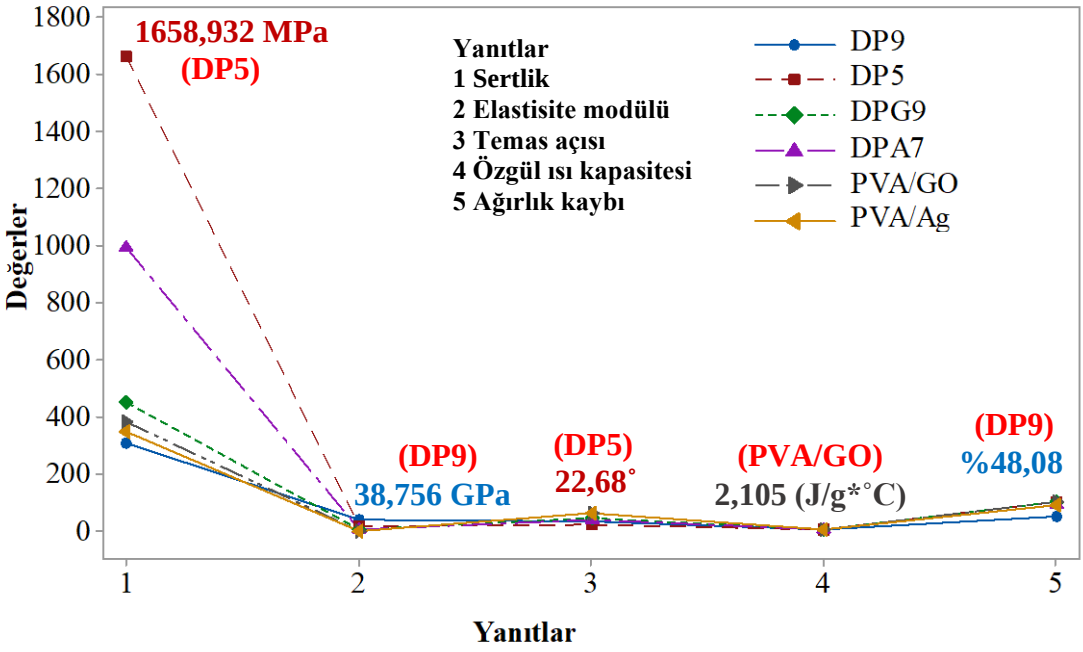


Şekil 5.5 Optimum DPA kompozit filminin (DPA7) a) Optik mikroskop görüntüsü, b) Parçacık boyut analizi

Elde edilen diğer tüm kompozit filmlerin (DOTP/PVA, DOTP/PVA/GO ve DOTP/PVA/Ag) optik mikroskop görüntüleri EK 6'da verilmiştir.

5.3 PVA/GO ve PVA/Ag Kompozit Filmleri ile Karşılaştırma

DOTP/PVA ve nano malzemelerle modifiye edilen DOTP/PVA kompozit filmlerinin özellikleri üzerinde DOTP'nin etkinliğini ortaya koyabilmek için bu kompozit filmlerin, yaygın olarak kullanılan PVA/GO ve PVA/Ag kompozit filmlerle mekanik, hidrofilik ve termal performans açısından karşılaştırılması yapılmıştır. %1 grafen oksitle güçlendirilmiş PVA/GO kompozit filmi en yüksek sertlik (381,17 MPa), temas açısı (62,5°) ve ağırlık kaybı değerini (%99) göstermiştir. Bu değerler DP kompozit filmleri içinde optimum olarak bulunan DP5 kompozit filmi ile kıyaslandığında, DP5 kompozit filminin sertliği (1658,932 MPa), PVA/GO kompozit filminden %335,2 daha yüksek, ağırlık kaybı ve temas açısı ise sırasıyla %51,43 ve %63,71 daha düşük bulunmuştur. Diğer bir optimum kompozit film olan DP9 kompozit filminin temas açısı PVA/GO kompozit filminden %46,54 daha düşük olarak bulunmuştur. Elastisite modülü ağırlıkça %1 grafen oksit ve gümüş nano parçacıklar ile modifiye edilmiş PVA için sırasıyla 0,810 GPa ve 1,382 GPa olarak bulunmuştur. 161,4 μm kalınlığa sahip olan DP9 kompozit filminin 83,0 μm kalınlığa sahip PVA/GO ve 90,0 μm kalınlığa sahip PVA/Ag kompozit filminden sırasıyla 47,85 ve 28,04 kat daha yüksek elastisite modülü (38,756 GPa) değerine sahip olduğu bulunmuştur. Bu sonuçlara göre DOTP katkılı kompozit filmlerin, özgül ısı kapasitesi dışında mekanik özellik olarak sertlik ve elastisite modülünde, hidrofilik özellik olarak temas açısı değerinde ve termal performans olarak ağırlık kaybı gibi diğer tüm kriterlerde başarılı olduğu ortaya çıkmıştır (Şekil 5.6).



Şekil 5.6 Yaygın kullanılan kompozit filmlerle sentezlenen kompozit filmlerin karşılaştırılması (En başarılı kompozit filmler: sertlik ve temas açısı için DP5, elastisite modülü için DP9, özgül ısı kapasitesi için PVA/GO, ağırlık kaybı için DP9) (Ceran *et al.* 2020)

5.4 Tartışma

Kompozit filmlerin mekanik dayanımını ortaya koyan sertlik değeri ile gerilme dayanımını gösteren elastisite modülü ve hidrofilik özelliklerini temsil eden temas açısında elde edilen optimum tasarımlı kompozit filmler dikkate alındığında referans PVA'ya göre iyileşme görülmüştür. Bu sonuçlar da PVA filmine DOTP'nin katkı maddesi olarak eklenmesinin ve TOPSIS tabanlı Taguchi yöntemi ile optimize edilmesinin başarılı sonuçlar ortaya çıkardığını göstermiştir.

Matris ile takviye arasındaki reaksiyonun kimyasal açıdan yani zincir yapısı açısından iyi olması mekanik özellikleri etkileyen önemli bir parametredir. DP5 numunesinin sertliğinde ve elastisite modülünde PVA'ya göre artış olmuştur. Bu artışın DOTP ile çevresindeki matris yani PVA arasında yüksek ara yüzey çekimi ve etkili yük aktarımı sebebiyle gerçekleştiği tahmin edilmiştir. Mekanik özelliklerde meydana gelen bu yüksek artışlar ancak takviye maddesi polimer matrisinde iyice dağılmışsa elde edilebilir. Bu

sebeple optimum noktalarda elde edilen bu artışlar DOTP'nin PVA matrisi içerisinde karışımının iyi sağlanmasına ve örneğin homojen olmasına bağlanmıştır. Bunun yanında kompozit filmlerin mekanik özelliklerinde meydana gelen yüksek iyileşmelerin gerçekleşebilmesindeki en etkili yöntem takviye ile matris arasında bağ kurulmasıdır. Buradan yola çıkarak elde edilen DOTP/PVA kompozitlerinin DOTP'nin yapısında bulunan karbonil gruplarında halka açılma reaksiyonu sonucu PVA'ya bağlanmasıyla oluştuğu tahmin edilmiştir. DOTP/PVA kompozit filmleri ile nano malzemelerle modifiye edilen DOTP/PVA kompozit filmlerinin oluşumunda halka açılma reaksiyonu, hidrojen bağının oluşması ve serbest radikal polimerizasyonunun rol oynadığı düşünülmüştür.

DPG kompozit filmlerinde PVA yapısına DOTP'nin yanında PVA'nın ağırlığına göre %1 oranında GO ilave edilmiş olması sertlik ve elastisite modülünde artış sağlarken, bir noktadan sonra GO ve DOTP miktarının artmasıyla mekanik özelliklerin değerlerinde düşüş görülmüştür. GO yüklemesinin içeriği %1 olduğunda, GO levhaları PVA zincirleriyle tamamen çevrelenmiş böylece kompozitin sertlik ve elastisite modülü artmıştır. Fakat buradan sonra meydana gelen azalmanın GO parçacıklarının güçlü Van der Waals kuvveti nedeniyle sulu ortam varlığında topaklanma eğilimi göstermesi ve matris içinde yığılması nedeniyle gerçekleştiği düşünülmüştür. DPG kompozit filmlerinin, GO matrise eklendiği zaman PVA'daki hidroksil grubu ile GO levhaları üzerinde oksijen içeren fonksiyonel gruplar (hidroksil ve karboksil) arasında hidrojen bağı meydana gelmesiyle ve DOTP ve GO arasında serbest radikal polimerizasyonu ve -COO gruplarına konjuge edilmiş metil grupları ($-CH_3$) şeklinde bağ oluşması ile meydana geldiği tahmin edilmiştir.

DPA kompozit filmlerinde glikoz/$AgNO_3$ mol oranının 15'e çıkmasıyla en yüksek sertlik ve elastisite modülü görülmüştür. Glikoz/$AgNO_3$ mol oranının artmasıyla parçacık boyutunun küçülmesi ve AgNP miktarının artması sonucu daha homojen ve topaklanma sorununun olmadığı bir PVA matrisi elde edildiği öngörülmüş ve mekanik özelliklerde meydana gelen iyileşmeler AgNP'lerin PVA matrisinde homojen dağılımına bağlanmıştır. DPA kompozit filmlerinin AgNP'lerin PVA'da bulunan hidroksil grupları ile arasında hidrojen bağı ile kolayca bağ oluşturabilmesiyle elde edildiği tahmin

edilmiştir. Önerilen ve tahmin edilen tüm bağlantı mekanizmaları farklı spektroskopik yöntemler ve organik kimya simülasyonları ile desteklenmelidir.

Elde edilen mekanik test sonuçlarına göre büyük miktarlarda kullanılan nano malzemelerin DOTP'nin sertlik ve elastikiyet üzerindeki olumlu etkilerini gölgede bıraktığı açıktır. Mekanik test sonuçları, uzun karıştırma süresinin kompozit filmlerin daha başarılı homojenizasyonunu sağladığını göstermiştir. Ayrıca bu noktada sentezlenen filmlerin dezavantajı nano malzemelerin eklenmesinden dolayı homojenliğin kaybolmasıdır. Ancak; bu problem küçük boyutlu gümüş nano parçacıklarda meydana gelmemiş, topaklanma eğilimi gösteren grafen oksit homojenlik problemine neden olmuştur. Gümüş nano parçacık sentezinde kullanılan kaplama ajanı (patatesten çözünür nişasta) aglomerasyonu engellemiş ve böylelikle daha homojen bir DPA filmi elde edilmiştir. DPG kompozit filmlerindeki homojenlik sorunu, grafen oksitin PVA matrisine eklenmesi sırasında yüzey aktif maddelerin kullanılmasıyla aşılabilir.

Yüksek sıcaklık ve düşük sıcaklık uygulamalarında termal olarak daha kararlı olan filmler endüstriyel uygulamalar açısından daha çok tercih edilirdir. Dolayısıyla düşük ağırlık kaybı yüksek termal kararlılığın olduğuna işaret eder. Elde edilen tüm kompozit filmler incelendiğinde referans PVA'ya kıyasla ağırlık kaybı yüzdesindeki en az düşüş DPA6 numunesiyle %40,06 oranında 472ºC maksimum sıcaklıkta sağlanmıştır. Genel olarak DP kompozit filmlerinde DOTP miktarındaki artış ağırlık kaybı yüzdesini düşürürken, DPG kompozit filmlerinde GO ve DOTP miktarının artması ağrılık kaybı yüzdesini artırmış, DPA kompozit filmlerinde ise DOTP miktarındaki ve glikoz/$AgNO_3$ mol oranındaki artış ağırlık kaybı yüzdesini düşürmüştür. Termal ayrışmanın meydana geldiği ilk basamak kompozit filmlerin yapısındaki nem ve uçucu maddelerin giderilmesinden kaynaklanırken, ikinci basamakta meydana gelen ayrışma ise PVA zinciri ile diğer moleküller arasında meydana gelen bağlanmanın bölünmesi yani yan zincirlerde meydana gelen kopma nedeniyledir. Ağırlık kaybının üçüncü basamağı ise polimer omurgası ve diğer katkı maddelerindeki termal bozulmadan ileri gelmektedir. Son basamaktan sonra yani bozulma tamamen gerçekleştikten sonra DPA6 kompozit filminde kalan artığın daha fazla olması etkileşimin büyüklüğünden dolayı katkı maddesi olan DOTP'nin fonksiyonel gruplarının mevcudiyetine ve yapı içindeki AgNP'lerin PVA ile

arasındaki hidrojen bağlarının oluşumuna bağlanmıştır. Bu etkileşimlerin varlığının polimer molekül zincirlerinin hareketinde bir kısıtlamaya neden olduğu ve PVA'nın ayrışmasının baskılanmasına katkıda bulunacak olan daha kompakt bir yapının oluşmasını sağladığı düşünülmüştür.

Özgül ısı kapasitesi enerji depolama kapasitesini ifade eder ve malzemenin elektronik, manyetik ve yapısal özellikleri hakkında bilgi verir. Malzemenin ısısal bir etkiye maruz kaldığında malzeme bünyesindeki ısı akışının tanımlanmasını sağlar. Yüzey pürüzlülüğünün ve tane büyüklüğünün düşük olması gelişmiş özgül ısı kapasitesini ifade eder. Yapılan deneyler sonucunda DP, DPG ve DPA kompozit filmlerinin özgül ısı kapasitelerinde hemen hemen aynı kalan örneklerin yanında, referans PVA filmine kıyasla genel olarak düşüş görülmüştür. Kompozit film tabanlı DOTP sahip olduğu düşük ısı kapasitesiyle daha az ısı depolama yeteneğine sahiptir. Düşük özgül ısı kapasiteli DOTP tabanlı kompozit filmler ısıl enerjiyi depolayamamaktadır. DPA kompozit filmlerinin özgül ısı kapasitesi değerlerinde meydana gelen düşüş aynı şekilde AgNP'lerin ısı kapasitelerinin düşük olmasıyla açıklanmıştır. Yüksek oranda katkı maddesi kullanımı daha az polimer matris olan bölgelerin oluşumuna yol açtığından düşük ısı kapasiteli takviyeler sebebiyle kompozit filmlerin de özgül ısı kapasitelerinin düştüğü tahmin edilmiştir.

Elde edilen tüm kompozit filmlerin temas açıları malzeme yüzeylerinin hidrofobik ve hidrofilik özelliklerini ortaya çıkarmak için ölçülmüştür. Temas açısı değerleri yüzey bileşimine ve yüzey morfolojisine bağlıdır. PVA çok sayıda hidroksil grubu içerir ve sulu çözelti içinde çözüldüğünde bu gruplar su ile hidrojen bağları oluşturur, bu nedenle PVA filminin temas açısı küçüktür ve PVA hidrofilik malzeme olarak bilinir. Temas açısı değerinin azalması, kompozit filmlerin saf bileşenlere kıyasla daha fazla ıslanabilir olduğunu gösterir. Ayrıca, ıslanabilirliğin artması, saf bileşenlerde bulunan serbest hidroksil gruplarının sayısında artış ile açıklanabilir. Referans PVA filmi ile kıyaslandığında elde edilen tüm kompozit filmlerin temas açısı değerlerinde düşüş görülmüştür. Bu durum DOTP ilavesinin tüm kompozit filmlerin temas açısını düşürdüğünü ve yapıyı daha hidrofilik hale getirdiğini göstermiştir. Gereğinden fazla veya az karıştırma uygulaması filmlerin temas açısı özelliğini olumsuz etkiler.

Optimizasyon çalışması ile bu dezavantaj ortadan kaldırılabilir. Kompozit filmlerin oluşumunda tahmin edilen mekanizmalara dayanarak oksijen atomlarının halka açılma reaksiyonu ile hidroksil gruplarına bağlanmasının hidrofilikliği artırdığı öngörülmüştür. Böylece kompozit filmlerin yüzeyi su moleküllerini daha kolay emecek bir yapıya kavuşmuştur.

Sentezlenen kompozit filmler yaygın olarak kullanılan PVA/GO ve PVA/Ag kompozit filmleriyle de ürün özellikleri açısından kıyaslanmıştır. DOTP ilavesiyle sertlik ve elastisite modülünde yüksek bir artış temas açısı değerinde ise yüksek bir düşüş görülmesiyle, bu kompozit filmlerin özelliklerinin geliştirildiği ortaya çıkmıştır. Bununla birlikte, PVA kütlesinin %1'i üzerindeki GO miktarları, aglomerasyon eğilimi olan daha gözenekli bir yapı üretmiş, böylece kompozit filmler üzerindeki olumlu etkisini kaybederek kötüleşme eğilimi göstermiştir. Optimum kompozit filmlerin görüntü analizi, GO'nun aglomerasyon problemini desteklemiştir. Bununla birlikte, daha küçük parçacık boyutuna sahip AgNP'lerin daha yüksek sertlik, elastisite modülü ve düşük temas açısına yol açtığı anlaşılmıştır. Sonuçlar, daha küçük AgNP'lerin PVA ile modifikasyonunun hem mekanik hem de hidrofilik özellikler açısından daha etkili olduğunu göstermiştir.

Bu çalışma ile kanserojen ortoftalatlara karşı önemli bir genel amaçlı plastikleştirici alternatifi olan DOTP ile kompozit filmlerin güçlendirilmesinin umut verici bir uygulama imkânı olduğu sunulmuştur. Aynı zamanda TOPSIS tabanlı Taguchi optimizasyonu kullanılarak, sertlikte, elastisite modülünde ve temas açısında aynı anda iyileşme sağlanmıştır. Buna ek olarak DOTP miktarının artırılmasıyla düşük ağırlık kayıplarıyla kompozit filmler sentezlenmiş ve bu sentezlenen kompozit filmlerin temizlik bezleri, hidrofilik membranlar, koruyucu ambalaj malzemeleri, yüksek maliyetli beton lif katkıları ve 3D baskılama teknolojisi gibi sektörlerde uygulanması için yeni bir alan önerisi oluşturulmuştur. Bu sektörlerde ortoftalat içermeyen ve kanserojen olmayan özelliklere sahip DOTP'nin kullanılması önerilmiş ve böylece PET'in sürdürülebilir katı atık bertarafı için de gelecek vaat eden bir yöntem sunulmuştur. Sentezlenmiş filmler, üretimde kullanılmak üzere büyük bir potansiyele sahiptir. Ayrıca yanıtlar üzerinde etkili olan parametrelerin fazla olması fakat kullanılan deneysel tasarım yönteminin deney

sayısını azaltması sebebiyle zaman ve maddi olarak tasarruf sağlanması açısından da yapılan bu çalışma teşvik edici bir araştırma olmuştur.

5.5 Sonuçlar

Deneysel sonuçlar ışığında aşağıdaki sonuçlar vurgulanabilir.

- DP kompozit filmlerinde PVA'ya DOTP ilave edilmesi ile sertlikte 3,65 katlık artış, elastisite modülünde ise 13,41 katlık yüksek artış meydana gelmiştir.
- DPG kompozit filmlerinde PVA yapısına DOTP'nin yanında GO ilave edilmiş olması sertlik ve elastisite modülünü sırasıyla 1,13 ve 6,19 kat artırmıştır, ancak belli bir değerin üzerinde GO ve DOTP miktarının artmasıyla mekanik özelliklerin değerlerinde tekrar düşüş görülmüştür.
- DPA kompozit filmlerinde AgNP'lerin kullanılması sertlik ve elastisite modülünde PVA'ya göre sırasıyla 1,23 kat ve 1,86 kat artış sağlamıştır. AgNP'lerin parçacık boyutunun (glikoz/$AgNO_3$ mol oranına bağlı olarak) mekanik özellikler üzerinde önemli bir etkiye sahip olduğu görülmüştür.
- Optimum tasarımlı kompozit filmler dikkate alındığında sertlik ve elastisite modülünde referans PVA'ya göre sırasıyla %264,54 (DP5) ve %1241,14 (DP9) oranında iyileşme görülmüştür. Bunun yanında kompozit filmlerin hidrofilik özelliklerini temsil eden temas açısında ise referans PVA'ya göre %55,86'lık (DP5) bir iyileşme oranı belirlenmiştir.
- TOPSIS tabanlı Taguchi optimizasyonu kullanılarak, DP5 kompozit filmi için sertlikte (%264,54), elastisite modülünde (%513,67) ve temas açısında (%55,86) aynı anda iyileşme sağlanmıştır. Isı kapasitesi tüm kompozit filmlerde referans PVA'ya göre düşüş göstermiş ve en az kötüleşme oranı %12,25 olarak tespit edilmiştir. Ağırlık kaybında ise kompozit filmlerde en iyi iyileşme oranı %15,92 olmuştur.

6. KAYNAKLAR

Abid, S. R., Shamkhi, M., S. Mahdi, N. S. and Daek, Y. H. 2018. Hydro-abrasive resistance of engineered cementitious composites with PP and PVA fibers. Construction and Building Materials, 187: 168-177.

Aghaei, R., Eshaghi, A. and Aghaei, A. A. 2018. Durable transparent super-hydrophilic hollow SiO_2-SiO_2 nanocomposite thin film. Materials Chemistry and Physics, 219: 347-360.

Ahmad, S. and Umar, A. 2018. Rheological and mechanical properties of self-compacting concrete with glass and polyvinyl alcohol fibres. Journal of Building Engineering, 17: 65-74.

Ahmed, F., Kumar, S., Arshi, N., Anwar, M. S., Su-Yeon, L., Kil, G., Park, D., Koo, B. and Lee, C. G. 2011. Preparation and characterizations of polyaniline (PANI)/ZnO nanocomposites film using solution casting method. Thin Solid Films, 519(23), 8375-8378.

Akand, L., Yang, M. and Wang, X. 2018. Effectiveness of chemical treatment on polypropylene fibers as reinforcement in pervious concrete. Construction and Building Materials, 163: 32-39.

Al-Gemeel, A. N. and Zhuge, Y. 2019. Using textile reinforced engineered cementitious composite for concrete columns confinement. Composite Structures, 210: 695-706.

Al-Sabagh, A. M., Yehia, F. Z., Eissa, A. M. F., Moustafa, M. E., Eshaq, Gh, Rabie, A. M. and ElMetwally, A. E. 2014. Cu- and Zn-acetate-containing ionic liquids as catalysts for the glycolysis of poly(ethylene terephthalate). Polymer Degradation and Stability, 110: 364-377.

Algin, Z. And Ozen, M. 2018. The properties of chopped basalt fibre reinforced self-compacting concrete. Construction and Building Materials, 186: 678-685.

Alrowaili, Z. A., Ezzeldien, M., Mohammed, M. I. and Yahia, I. S. 2020. Design of a low-cost laser CUT-OFF filters using carmine dye-doped PVA polymeric composite films. Results in Physics, 18: 103203.

Anandaraj, S., Rooby, J., Awoyera, P. O. and Gobinath, R. 2019. Structural distress in glass fibre-reinforced concrete under loading and exposure to aggressive environments. Construction and Building Materials, 197: 862-870.

Ardalan, R. B., Joshaghani, A. and Hooton, R. D. 2017. Workability retention and compressive strength of self-compacting concrete incorporating pumice powder and silica fume. Construction and Building Materials, 134: 116-122.

Aryan, Y., Yadav, P. and Samadder, S. R. 2019. Life Cycle Assessment of the existing and proposed plastic waste management options in India: A case study. Journal of Cleaner Production, 211: 1268-1283.

Asadi, I., Shafigh, P., Hassan, Z. F. B. A. and Mahyuddin, N. B. 2018. Thermal conductivity of concrete – A review. Journal of Building Engineering, 20: 81-93.

Azadeh, A., Miri-Nargesi, S. S., Goldansaz, S. M. and Zoraghi, N. 2012. Design and implementation of an integrated Taguchi method for continuous assessment and improvement of manufacturing systems. The International Journal of Advanced Manufacturing Technology, 59(9), 1073-1089.

BASF. 2017. Begins production of dioctyl terephthalate at Texas facility. Focus on Catalysts, 2017(10), 6.

Bhattacharjee, S. 2016. DLS and zeta potential – What they are and what they are not?. Journal of Controlled Release, 235: 337-51.

Bicer, A. 2018. Effect of fly ash particle size on thermal and mechanical properties of fly ash-cement composites. Thermal Science and Engineering Progress, 8: 78-82.

Brown, P. S. and Bhushan, B. 2015. Mechanically durable, superoleophobic coatings prepared by layer-by-layer technique for anti-smudge and oil-water separation. Scientific Reports, 5: 8701.

Carniel, A., Valoni, É., Nicomedes, J., Gomes, A. C. and Castro, A. M. 2017. Lipase from Candida antarctica (CALB) and cutinase from Humicola insolens act synergistically for PET hydrolysis to terephthalic acid. Process Biochemistry, 59: 84-90.

Castro, A. M. and Carniel, A. 2017. A novel process for poly(ethylene terephthalate) depolymerization via enzyme-catalyzed glycolysis. Biochemical Engineering Journal, 124: 64-68.

Celik, K., Jackson, M. D., Mancio, M., Meral, C., Emwas, A. H., Mehta, P. K. and Monteiro, P. J. M. 2014. High-volume natural volcanic pozzolan and limestone powder as partial replacements for portland cement in self-compacting and sustainable concrete. Cement and Concrete Composites, 45: 136-147.

Ceran, Ö. B., Şimşek, B., Doruk, S., Uygunoğlu, T. and Şara, O. N. 2019. Effects of dispersed and powdered silver nanoparticles on the mechanical, thermal, electrical and durability properties of cementitious composites. Construction and Building Materials, 222: 152-167.

Ceran, Ö. B., Şimşek, B. and Şara, O. N. 2020. Preparation and characterization novel dioctyl terephthalate blended polyvinyl alcohol-composite films incorporated with the graphene oxide and silver nanoparticles. Polymer Testing, 82: 106315.

Chahal, R. P., Mahendia, S., Tomar, A. K. and Kumar, S. 2012. γ-Irradiated PVA/Ag nanocomposite films: Materials for optical applications. Journal of Alloys and Compounds, 538: 212-219.

Chahal, R. P., Mahendia, S., Tomar, A. K. and Kumar, S. 2016. SHI irradiated PVA/Ag nanocomposites and possibility of UV blocking. Optical Materials, 52: 237-241.

Chee, W. K., Lim, H. N., Huang, N. M. and Harrison, I. 2015. Nanocomposites of graphene/polymers: a review. RSC Advances, 5(83), 68014-68051.

Chen, J., Yao, B., Li, C. and Shi, G. 2013. An improved Hummers method for eco-friendly synthesis of graphene oxide. Carbon, 64: 225-229.

Chen, J., Lv, J., Ji, Y., Ding, J., Yang, X., Zou, M. and Xing, L. 2014. Alcoholysis of PET to produce dioctyl terephthalate by isooctyl alcohol with ionic liquid as cosolvent. Polymer Degradation and Stability, 107: 178-183.

Chen, K., Liu, J., Yang, X. and Zhang, D. 2017. Preparation, optimization and property of PVA-HA/PAA composite hydrogel. Materials Science and Engineering: C, 78: 520-529.

Dave, H. K. and Nath, K. 2016. Graphene oxide incorporated novel polyvinyl alcohol composite membrane for pervaporative recovery of acetic acid from vinegar wastewater. Journal of Water Process Engineering, 14: 124-134.

Dayakar, T., Rao, K. V., Park, J., Sadasivuni, K. K., Rao, K. R. and Rambabu, N. J. 2018. Non-enzymatic biosensing of glucose based on silver nanoparticles synthesized

from Ocimum tenuiflorum leaf extract and silver nitrate. Materials Chemistry and Physics, 216: 502-07.

Deb, S. and Sarkar, D. 2018. Effect of annealing temperature on optical properties of silver-PVA nanocomposite. Optik, 157: 1115-1121.

Diaz-Silvarrey, L. S., McMahon, A. and Phan, A. N. 2018. Benzoic acid recovery via waste poly(ethylene terephthalate) (PET) catalytic pyrolysis using sulphated zirconia catalyst. Journal of Analytical and Applied Pyrolysis, 134: 621-631.

Ding, J., Chen, J., Ji, Y., Ni, P., Li, Z. and Xing, L. 2014. Kinetics of alcoholysis of poly(ethylene terephthalate) in sub- and super-critical isooctyl alcohol to produce dioctyl terephthalate. Journal of Analytical and Applied Pyrolysis, 106: 99-103.

Durakovic, B. 2017. Design of experiments application, concepts, examples: State of the art. Periodicals of Engineering and Natural Sciences, 5: 421-439.

El-Shamy, A. G., Maati, A. A., Attia, W. and Abd El-Kader, K. M. 2018. Promising method for preparation the PVA/Ag nanocomposite and Ag nano-rods. Journal of Alloys and Compounds, 744: 701-711.

Elashmawi, I. S. and Menazea, A. A. 2019. Different time's Nd:YAG laser-irradiated PVA/Ag nanocomposites: structural, optical, and electrical characterization. Journal of Materials Research and Technology, 8(2), 1944-1951.

Elsagh, A. 2014. Enhanced electrical conductivity properties of Graphene Oxide nanocomposites functionalized with Polyvinyl Alcohol. International Journal of Nano Dimension, 5(5), 447-451.

Elsheikh, A. H., Sharshir, S. W., Ali, M. K. A., Shaibo, J., Edreis, E. M. A., Abdelhamid, T., Du, C. and Haiou, Z. 2019. Thin film technology for solar steam generation: A new dawn. Solar Energy, 177: 561-575.

Eshaghi, A. and Aghaei, A. A. 2019. Transparent hydrophobic micro-nano silica-silica nano-composite thin film with environmental durability. Materials Chemistry and Physics, 227: 318-323.

Eskandari-Naddaf, H. and Azimi-Pour, M. 2018. Performance evaluation of dry-pressed concrete curbs with variable cement grades by using Taguchi method. Ain Shams Engineering Journal, 9(4), 1357-1364.

García, K. E., Navarro, R., Ramírez-Hernández, A. and Marcos-Fernández, Á. 2017. New routes to difunctional macroglycols using ethylene carbonate: Reaction with bis-

(2-hydroxyethyl) terephthalate and degradation of poly(ethylene terephthalate). Polymer Degradation and Stability, 144: 195-206.

Fatema, U. K., Rahman, M. M., Islam, M. R., Mollah, M. Y. and Susan, M. A. B. H. 2018. Silver/poly(vinyl alcohol) nanocomposite film prepared using water in oil microemulsion for antibacterial applications. Journal of Colloid and Interface Science, 514: 648-655.

Fávero, L. P. and Belfiore, P. 2019. Chapter 21 - Design and Analysis of Experiments. In Luiz, P. F. and Patrícia, B. (eds), Data Science for Business and Decision Making, pp. 935-939, Academic Press.

Feng, D. and Nguyen, A. V. 2017. Effect of contact angle and contact angle hysteresis on the floatability of spheres at the air-water interface. Advances in Colloid and Interface Science, 248: 69-84.

Fu, Q., Niu, D., Zhang, J., Huang, D., Wang, Y., Hong, M. and Zhang, L. 2018. Dynamic compressive mechanical behaviour and modelling of basalt–polypropylene fibre-reinforced concrete. Archives of Civil and Mechanical Engineering, 18(3), 914-927.

Gahlot, S., Kulshrestha, V., Agarwal, G. and Jha, P. K. 2015. Synthesis and Characterization of PVA/GO Nanocomposite Films. Macromolecular Symposia, 357(1), 173-177.

Geim, A. K. and Novoselov, K. S. 2007. The rise of graphene. Nature Materials, 6: 183-191.

Golla, N., Janardhan, A., Alzohairy, M., Khadri, H. and Mallikarjuna, K. 2013. Extracellular synthesis, characterization and antibacterial activity of silver nanoparticles by Actinomycetes isolative. International Journal of Nano Dimension, 4: 77-83.

Goumri, M., Poilâne, C., Ruterana, P., Doudou, B. B., Wéry, J., Bakour, A. and Baitoul, M. 2017. Synthesis and characterization of nanocomposites films with graphene oxide and reduced graphene oxide nanosheets. Chinese Journal of Physics, 55(2), 412-422.

Greenland, S., Senn, S. J., Rothman, K. J., Carlin, J. B., Poole, C., Goodman, S. N. and Altman, D. G. 2016. Statistical tests, P values, confidence intervals, and power: a guide to misinterpretations. European Journal of Epidemiology, 31(4), 337-350.

Guo, Y., Staedler, T., Fu, H., Heuser, S. and Jiang, X. 2019. A novel way to quantitatively determine the mechanical properties of thin films from the initial-grown surface by nanoindentation. Applied Surface Science, 479: 253-259.

Hadi, M. N. S., Al-Azzawi, M. and Yu, T. 2018. Effects of fly ash characteristics and alkaline activator components on compressive strength of fly ash-based geopolymer mortar. Construction and Building Materials, 175: 41-54.

He, Y., Wang, X., Wu, D., Gong, Q., Qiu, H., Liu, Y., Wu, T., Ma, J. and Gao, J. 2013. Biodegradable amylose films reinforced by graphene oxide and polyvinyl alcohol. Materials Chemistry and Physics, 142(1), 1-11.

Hebbar, V., Bhajantri, R. F., Ravikumar, H. B. and Ningaraju, S. 2019. Role of free volumes in conducting properties of GO and rGO filled PVA-PEDOT:PSS composite free standing films: A positron annihilation lifetime study. Journal of Physics and Chemistry of Solids, 126: 242-256.

Honarvar, M. G. and Latifi, M. 2017. Overview of wearable electronics and smart textiles. The Journal of The Textile Institute, 108(4), 631-652.

Hwang, C. L. and Yoon, P. 1981. Multiple Attribute Decision Making, In: Lecture Notes in Economics and Mathematical Systems. Fandel, G. and Trockel, W. (eds), Lecture Notes in Economics and Mathematical Systems, pp. 58-191 Springer, Verlag-Berlin, Germany.

Iqbal, S., Ali, A., Holschemacher, K. and Bier, T. A. 2015. Mechanical properties of steel fiber reinforced high strength lightweight self-compacting concrete (SHLSCC). Construction and Building Materials, 98: 325-333.

Issa, C. A. and Assaad, J. J. 2016. Stability and bond properties of polymer-modified self-consolidating concrete for repair applications. Materials and Structures, 50(1), 28.

Jamdar, V., Kathalewar, M., Dubey, K. A. and Sabnis, A. 2017. Recycling of PET wastes using Electron beam radiations and preparation of polyurethane coatings using recycled material. Progress in Organic Coatings, 107: 54-63.

Ji, Z., Shen, X., Yue, X., Zhou, H., Yang, J, Wang, Y., Ma, L. And Chen, K. 2015. Facile synthesis of magnetically separable reduced graphene oxide/magnetite/silver nanocomposites with enhanced catalytic activity. Journal of Colloid and Interface Science, 459: 79-85.

Jiang, C., Fan, K., Wu, F. and Chen, D. 2014. Experimental study on the mechanical properties and microstructure of chopped basalt fibre reinforced concrete. Materials & Design, 58: 187-193.

Kamal, Y., Li San, T., Zulhelmi, I. and Abu Hannifa, A. 2019. Solution Casting of Polyvinyl Alcohol–Functionalized Graphene Nanocomposites. Materials Today: Proceedings, 17: 640-645.

Karhan, Ö., Ceran, Ö. B., Şara, O. N. and Şimşek, B. 2017. Response Surface Methodology Based Desirability Function Approach To Investigate Optimal Mixture Ratio of Silver Nanoparticles Synthesis Process. Industrial & Engineering Chemistry Research, 56(28), 8180-8189.

Kariduraganavar, M. Y., Kittur, A. A. and Kamble, R. R. 2014. Chapter 1 - Polymer Synthesis and Processing. Sangamesh, G. K., Cato, T. L. and Meng, D. (eds), Natural and Synthetic Biomedical Polymers, pp. 1-31, Oxford: Elsevier.

Karthikeyan, B., Hariharan, S., Sasidharan, A., Gayathri, V., Arun, T., Akbari-Fakhrabadi, A. and Madhumitha, C. 2019. Optical, vibrational and fluorescence recombination pathway properties of nano SiO_2-PVA composite films. Optical Materials, 90: 139-144.

Kasagani, H. and Rao, C. B. K. 2018. Effect of graded fibers on stress strain behaviour of Glass Fiber Reinforced Concrete in tension. Construction and Building Materials, 183: 592-604.

Kashyap, S., Pratihar, S. K. and Behera, S. K. 2016. Strong and ductile graphene oxide reinforced PVA nanocomposites. Journal of Alloys and Compounds, 684: 254-260.

Kizilkanat, A. B., Kabay, N., Akyüncü, V., Chowdhury, S. and Akça, A. H. 2015. Mechanical properties and fracture behavior of basalt and glass fiber reinforced concrete: An experimental study. Construction and Building Materials, 100: 218-224.

Kobayashi, K., Suzuki, M., Dung, L. A., Yun, H. and Rokugo, K. 2018. The effects of PE and PVA fiber and water cement ratio on chloride penetration and rebar corrosion protection performance of cracked SHCC. Construction and Building Materials, 178: 372-383.

Koduru, H. K., Marino, L., Janardhanam, V. and Scaramuzza, N. 2016. Influence of thin layer of silver nanoparticles on optical and dielectric properties of poly(vinyl alcohol) composite films. Surfaces and Interfaces, 5: 47-54.

Koomen, M. 2015. Using Polymer Solution Casting to Deliver High-Quality Films. Web sitesi. https://www.carestream.com/specials/contract-manufacturing/using-polymer-solution-casting-to-deliver-high-quality-films/index.html. Date of access: 01.09.2020.

Korucu, H., Şimşek, B., Uygunoğlu, T., Güvenç, A. B. and Yartaşı, A. 2019. Statistical approach to carbon based materials reinforced cementitious composites: Mechanical, thermal, electrical and sulfuric acid resistance properties. Composites Part B: Engineering, 171: 347-360.

Korucu, H., Şimşek, B. and Yartaşı, A. 2018. A TOPSIS-based Taguchi design to investigate optimum mixture proportions of graphene oxide powder synthesized by hummers method. Arabian Journal for Science and Engineering, 43(11), 6033-6055.

Kou, S. and Poon, C. 2010. Properties of concrete prepared with PVA-impregnated recycled concrete aggregates. Cement and Concrete Composites, 32(8), 649-654.

Lerf, A., He, H., Forster, M. and Klinowski, J. 1998. Structure of graphite oxide revisited. The Journal of Physical Chemistry B, 102(23), 4477-4482.

Li, Y., Li, W., Deng, D., Wang, K. and Duan, W. H. 2018. Reinforcement effects of polyvinyl alcohol and polypropylene fibers on flexural behaviors of sulfoaluminate cement matrices. Cement and Concrete Composites, 88: 139-149.

Liew, K. M., Sojobi, A. O. and Zhang, L. W. 2017. Green concrete: Prospects and challenges. Construction and Building Materials, 156: 1063-1095.

Liu, C., Shi, C., Zhu, S., Wei, R. and Yin, C. 2019. Structural and functional characterization of polyethylene terephthalate hydrolase from Ideonella sakaiensis. Biochemical and Biophysical Research Communications, 508(1), 289-294.

Liu, D., Bian, Q., Li, Y., Wang, Y., Xiang, A. and Tian, H. 2016. Effect of oxidation degrees of graphene oxide on the structure and properties of poly (vinyl alcohol) composite films. Composites Science and Technology, 129: 146-152.

Liu, F., Chen, J., Li, Z., Ni, P., Ji, Y. and Meng, Q. 2013. Alcoholysis of poly (ethylene terephthalate) to produce dioctyl terephthalate with sub-and super-critical isooctyl alcohol. Journal of Analytical and Applied Pyrolysis, 99: 16-22.

López-Fonseca, R., Duque-Ingunza, I., de Rivas, B., Arnaiz, S. and Gutiérrez-Ortiz, J. I. 2010. Chemical recycling of post-consumer PET wastes by glycolysis in the presence of metal salts. Polymer Degradation and Stability, 95(6), 1022-1028.

Loryuenyong, V., Saewong, C., Aranchaiya, C. and Buasri, A. 2015. The improvement in mechanical and barrier properties of poly (vinyl alcohol)/graphene oxide packaging films. Packaging Technology and Science, 28(11), 939-947.

Lu, C., Wang, W., Li, Q., Hao, M. and Xu, Y. 2018a. Effects of micro-environmental climate on the carbonation depth and the pH value in fly ash concrete. Journal of Cleaner Production, 181: 309-317.

Lu, Y., Hu, J., Li, S. and Tang, W. 2018b. Active and passive protection of steel reinforcement in concrete column using carbon fibre reinforced polymer against corrosion. Electrochimica Acta, 278: 124-136.

Ma, H., Qian, S., Zhang, Z., Lin, Z. and Li, V. C. 2015. Tailoring Engineered Cementitious Composites with local ingredients. Construction and Building Materials, 101: 584-595.

Ma, J., Li, Y., Yin, X., Xu, Y., Yue, J., Bao, J. and Zhou, T. 2016. Poly(vinyl alcohol)/graphene oxide nanocomposites prepared by in situ polymerization with enhanced mechanical properties and water vapor barrier properties. RSC Advances, 6(55), 49448-49458.

Mahmoud, K. H. 2015. Synthesis, characterization, optical and antimicrobial studies of polyvinyl alcohol–silver nanocomposites. Spectrochimica Acta Part A: Molecular and Biomolecular Spectroscopy, 138: 434-440.

Malarvannan, G., Onghena, M., Verstraete, S., van Puffelen, E., Jacobs, A., Vanhorebeek, I., Verbruggen, S. C. A. T., Joosten, K. F. M., Berghe, G. V., Jorens, P. G. and Covaci, A. 2019. Phthalate and alternative plasticizers in indwelling medical devices in pediatric intensive care units. Journal of Hazardous Materials, 363: 64-72.

Marcano, D. C., Kosynkin, D. V., Berlin, J. M., Sinitskii, A., Sun, Z., Slesarev, A., Alemany, L. B., Lu, W. and Tour, J. M. 2010. Improved Synthesis of Graphene Oxide. ACS Nano, 4(8), 4806-4814.

Mastali, M., Kinnunen, P., Isomoisio, H., Karhu, M. and Illikainen, M. 2018. Mechanical and acoustic properties of fiber-reinforced alkali-activated slag foam concretes containing lightweight structural aggregates. Construction and Building Materials, 187: 371-381.

Meltem, 2022. Sürdürülebilirlik. https://www.meltemkimya.com.tr/surdurulebilirlik/. Erişim tarihi: 20.06.2022.

Meng, D., Huang, T., Zhang, Y. X. and Lee, C. K. 2017. Mechanical behaviour of a polyvinyl alcohol fibre reinforced engineered cementitious composite (PVA-ECC) using local ingredients. Construction and Building Materials, 141: 259-270.

Minal, S. P. and Prakash, S. 2020. Laboratory analysis of Au–Pd bimetallic nanoparticles synthesized with Citrus limon leaf extract and its efficacy on mosquito larvae and non-target organisms. Scientific Reports, 10(1), 21610.

Moayyedian, M., Abhary, K. and Marian, R. 2018. Optimization of injection molding process based on fuzzy quality evaluation and Taguchi experimental design. CIRP Journal of Manufacturing Science and Technology, 21: 150-160.

Mohammed, A., Al-Saadi, N. T. K. and Sanjayan, J. 2018a. Inclusion of graphene oxide in cementitious composites: state-of-the-art review. Australian Journal of Civil Engineering, 16(2), 81-95.

Mohammed, B. S., Khed, V. C. and Liew, M. S. 2018b. Optimization of hybrid fibres in engineered cementitious composites. Construction and Building Materials, 190: 24-37.

Moharir, R. V. and Kumar, S. 2019. Challenges associated with plastic waste disposal and allied microbial routes for its effective degradation: A comprehensive review. Journal of Cleaner Production, 208: 65-76.

Monteiro, V. M. A., Lima, L. R. and Silva, F. A. 2018. On the mechanical behavior of polypropylene, steel and hybrid fiber reinforced self-consolidating concrete. Construction and Building Materials, 188: 280-291.

Mukherjee, P. S., Das, A. K., Dutta, B. and Meikap, A. K. 2017. Role of silver nanotube on conductivity, dielectric permittivity and current voltage characteristics of

polyvinyl alcohol-silver nanocomposite film. Journal of Physics and Chemistry of Solids, 111: 266-273.

Nematzadeh, M., Dashti, J. and Ganjavi, B. 2018. Optimizing compressive behavior of concrete containing fine recycled refractory brick aggregate together with calcium aluminate cement and polyvinyl alcohol fibers exposed to acidic environment. Construction and Building Materials, 164: 837-849.

Nguyet, T. H. L., Ngo, D. M., Cho, J. and Jung, H. M. 2018. Enhanced catalytic glycolysis conditions for chemical recycling of glycol-modified poly(ethylene terephthalate). Polymer Degradation and Stability, 155: 15-21.

Noushini, A., Hastings, M., Castel, A. and Aslani, F. 2018. Mechanical and flexural performance of synthetic fibre reinforced geopolymer concrete. Construction and Building Materials, 186: 454-475.

Noushini, A., Samali, B. and Vessalas, K. 2013. Effect of polyvinyl alcohol (PVA) fibre on dynamic and material properties of fibre reinforced concrete. Construction and Building Materials, 49: 374-383.

Nyakundi, E. O. and Padmanabhan, M. N. 2015. Green chemistry focus on optimization of silver nanoparticles using response surface methodology (RSM) and mosquitocidal activity: Anopheles stephensi (Diptera: Culicidae). Spectrochimica Acta Part A: Molecular and Biomolecular Spectroscopy, 149: 978-984.

Oxea. 2018. Oxea aims to become major European supplier of DOTP plasticizer. Additives for Polymers, 2018(2), 7.

Pal, N., Banerjee, S., Roy, P. and Pal, K. 2021. Cellulose nanocrystals-silver nanoparticles-reduced graphene oxide based hybrid PVA nanocomposites and its antimicrobial properties. International Journal of Biological Macromolecules, 191: 445-56.

Pan, Z., Wu, C., Liu, J., Wang, W. and Liu, J. 2015. Study on mechanical properties of cost-effective polyvinyl alcohol engineered cementitious composites (PVA-ECC). Construction and Building Materials, 78: 397-404.

Pawar, P. B., Shukla, S. and Saxena, S. 2016. Graphene oxide–Polyvinyl alcohol nanocomposite based electrode material for supercapacitors. Journal of Power Sources, 321: 102-105.

Phadke, M. S. 1995. Quality engineering using robust design, Prentice Hall PTR, 250 pages, United States.

Purohit, J., Chawada, G., Choubisa, B., Patel, M. and Dholakiya, B. 2012. Polyester Polyol Derived From Waste Poly (Ethylene Terephthalate) for Coating Application on Mild Steel. Chemical Sciences Journal, 76: 1-7.

Qi, X., Yao, X., Deng, S., Zhou, T. and Fu, Q. 2014. Water-induced shape memory effect of graphene oxide reinforced polyvinyl alcohol nanocomposites. Journal of Materials Chemistry A, 2(7), 2240-2249.

Qin, J., Kim, M. S., Chao, K., Dhakal, S., Cho, B., Lohumi, S., Mo, C., Peng, Y. and Huang, M. 2019. Advances in Raman spectroscopy and imaging techniques for quality and safety inspection of horticultural products. Postharvest Biology and Technology, 149: 101-117.

Rekik, S. B., Gassara, S., Bouaziz, J., Deratani, A. and Baklouti, S. 2019. Enhancing hydrophilicity and permeation flux of chitosan/kaolin composite membranes by using polyethylene glycol as porogen. Applied Clay Science, 168: 312-323.

Ren, Y., Yang, H., Wang, T. and Wang, C. 2019. Bio-synthesis of silver nanoparticles with antibacterial activity. Materials Chemistry and Physics, 235: 121746.

Restrepo, C. V. and Villa, C. C. 2021. Synthesis of silver nanoparticles, influence of capping agents, and dependence on size and shape: A review. Environmental Nanotechnology, Monitoring & Management, 15: 100428.

Rivière, L., Caussé, N., Lonjon, A., Dantras, E. and Lacabanne, C. 2016. Specific heat capacity and thermal conductivity of PEEK/Ag nanoparticles composites determined by Modulated-Temperature Differential Scanning Calorimetry. Polymer Degradation and Stability, 127: 98-104.

Ryan, S., Cristina, C. and Mateo, A. 2013. Review of Recent Patents on Flexible Photovoltaic Applications in Portable and Niche Markets. Recent Patents on Engineering, 7(3), 153-166.

Sadowski, A. J., Michael, R. J., Reinke, T. and Ummenhofer, T. 2015. Analysis of variance of tensile tests from spiral welded carbon steel tubes. Construction and Building Materials, 75: 208-212.

Safiuddin, M., Yakhlaf, M. and Soudki, K. A. 2018. Key mechanical properties and microstructure of carbon fibre reinforced self-consolidating concrete. Construction and Building Materials, 164: 477-488.

Said, S. H. and Razak, H. A. 2015. The effect of synthetic polyethylene fiber on the strain hardening behavior of engineered cementitious composite (ECC). Materials & Design, 86: 447-457.

Sakharova, N. A., Oliveira, M. C., Antunes, J. M. and Fernandes, J. V. 2013. On the determination of the film hardness in hard film/substrate composites using depth-sensing indentation. Ceramics International, 39(6), 6251-6263.

Salah, M., Murphy, P., Hall, C., Francis, C., Kerr, R. and Fabretto, M. 2019. Pure silicon thin-film anodes for lithium-ion batteries: A review. Journal of Power Sources, 414: 48-67.

Sanchayan, S. and Foster, S. J. 2016. High temperature behaviour of hybrid steel–PVA fibre reinforced reactive powder concrete. Materials and Structures, 49(3), 769-782.

Sawyer, S. 2009. Analysis of Variance: The Fundamental Concepts. Journal of Manual & Manipulative Therapy, 17: 27E-38E.

Senani, M., Ferhoune, N., Guettala, A. and Aguiar, J. B. 2018. Eco-concrete with incorporation of blast furnace slag as natural aggregates replacement. Science and Tecnology of Materials, 30(3), 144-150.

Senthil, P., Vinodh, S. and Singh, A. K. 2014. Parametric optimisation of EDM on Al-Cu/TiB_2 in-situ metal matrix composites using TOPSIS method. International Journal of Machining and Machinability of Materials, 16(1), 80-94.

Sertel, B. C., Sonmez, N. A., Kaya, M. D. and Ozcelik, S. 2019. Development of MgO:TiO_2 thin films for gas sensor applications. Ceramics International, 45(3), 2917-2921.

Severin, I., Boiko, V., Moiseyenko, V., Olenchuk, M., Goushcha, A., Barillé, R., Posudievsky, O. Y. and Dovbeshko, G. 2018. Optical properties of graphene oxide coupled with 3D opal based photonic crystal. Optical Materials, 86: 326-330.

Shafiq, N., Ayub, T. and Khan, S. U. 2016. Investigating the performance of PVA and basalt fibre reinforced beams subjected to flexural action. Composite Structures, 153: 30-41.

Shanour, A. S., Said, M., Arafa, A. I. and Maher, A. 2018. Flexural performance of concrete beams containing engineered cementitious composites. Construction and Building Materials, 180: 23-34.

Shaygan, N. A. and Binder, W. H. 2017. Graphene as initiator/catalyst in polymerization chemistry. Progress in Polymer Science, 67: 48-76.

Siddiqui, M. N., Redhwi, H. H. and Achilias, D. S. 2012. Recycling of poly(ethylene terephthalate) waste through methanolic pyrolysis in a microwave reactor. Journal of Analytical and Applied Pyrolysis, 98: 214-220.

Smalheiser, N. R. 2017. Chapter 11 - ANOVA. Smalheiser, N. R. (Ed.), Data Literacy, pp. 149-155, Academic Press.

Soe, K. T., Zhang, Y. X. and Zhang, L. C. 2013. Impact resistance of hybrid-fiber engineered cementitious composite panels. Composite Structures, 104: 320-330.

Song, P. S. and Hwang, S. 2004. Mechanical properties of high-strength steel fiber-reinforced concrete. Construction and Building Materials, 18(9), 669-673.

Strungaru, S., Jijie, R., Nicoara, M., Plavan, G. and Faggio, C. 2019. Micro-(nano) plastics in freshwater ecosystems: Abundance, toxicological impact and quantification methodology. TrAC Trends in Analytical Chemistry, 110: 116-128.

Sun, L., Hao, Q., Zhao, J., Wu, D. and Yang, F. 2018. Stress strain behavior of hybrid steel-PVA fiber reinforced cementitious composites under uniaxial compression. Construction and Building Materials, 188: 349-360.

Şenoğlu, B. ve Acıtaş, Ş. 2014. İstatistiksel Deney Tasarımı: Sabit Etkili Modeller, 3. Basım. Nobel Akademik Yayıncılık, 408 sayfa, Ankara.

Şimşek, B., İç, Y. T. and Şimşek, E. H. 2013. A TOPSIS-based Taguchi optimization to determine optimal mixture proportions of the high strength self-compacting concrete. Chemometrics and Intelligent Laboratory Systems, 125: 18-32.

Şimşek, B. 2014. Hazır betonun optimal karışım oranlarının belirlenmesi için bir çok yanıtlı modelleme ve eniyileme uygulaması: TOPSIS tabanlı Taguchi Yaklaşımı ile Cevap Yüzey Yöntemi. Doktora tezi, Ankara Üniversitesi, 207 sayfa, Ankara.

Şimşek, B. and Uygunoğlu, T. 2016. Multi-response optimization of polymer blended concrete: A TOPSIS based Taguchi application. Construction and Building Materials, 117: 251-262.

Şimşek, B., Ultav, G., Korucu, H. and Yartaşı, A. 2018a. Improvement of the graphene oxide dispersion properties with the use of TOPSIS based Taguchi application. Periodica Polytechnica Chemical Engineering, 62(3), 323-335.

Şimşek, B., Uygunoğlu, T., Korucu, H. and Kocakerim, M. M. 2018b. Analysis of the effects of dioctyl terephthalate obtained from polyethylene terephthalate wastes on concrete mortar: A response surface methodology based desirability function approach application. Journal of Cleaner Production, 170: 437-445.

Şimşek, B., Uygunoğlu, T., Korucu, H. and Kocakerim, M. M. 2019a. 11 - Performance of dioctyl terephthalate concrete. Pacheco-Torgal, F., Khatib, J., Colangelo, F. And Tuladhar, R. (Eds.), Use of Recycled Plastics in Eco-efficient Concrete, pp. 249-267, Woodhead Publishing.

Şimşek, B., Sevgili, İ., Ceran, Ö. B., Korucu, H. and Şara, O. N. 2019b. Nanomaterials Based Drinking Water Purification: Comparative Study with a Conventional Water Purification Process. Periodica Polytechnica Chemical Engineering, 63(1), 96-112.

Şimşek, B. 2019. TOPSIS based Taguchi design optimization for CVD growth of graphene using different carbon sources: Graphene thickness, defectiveness and homogeneity. Chinese Journal of Chemical Engineering, 27(3), 685-694.

Tang, F., Yu, Q., Yuan, B. and Feng, Y. 2017. Hydrophilic materials in sample pretreatment. TrAC Trends in Analytical Chemistry, 86: 172-184.

Teng, S., Liu, Y. and Lim, T. Y. D. 2014. Determination of fracture energy of ultra high strength concrete. Engineering Fracture Mechanics, 131: 602-615.

Teng, S., Afroughsabet, V. and Ostertag, C. P. 2018. Flexural behavior and durability properties of high performance hybrid-fiber-reinforced concrete. Construction and Building Materials, 182: 504-515.

Theophile, N. and Jeong, H. K. 2017. Electrochemical properties of poly(vinyl alcohol) and graphene oxide composite for supercapacitor applications. Chemical Physics Letters, 669: 125-129.

Thimmappa, S. K., Golla, B. R., Prasad, V. V. B., Majumdar, B. and Basu, B. 2019. Phase stability, hardness and oxidation behaviour of spark plasma sintered ZrB_2-SiC-Si_3N_4 composites. Ceramics International, 45(7), 9061-9073.

Timoumi, A., Alamri, S. N. and Alamri, H. 2018. The development of TiO_2-graphene oxide nano composite thin films for solar cells. Results in Physics, 11: 46-51.

Tomaszewska, E., Soliwoda, K., Kadziola, K., Tkacz-Szczesna, B., Celichowski, G., Cichomski, M., Szmaja, W. and Grobelny, J. 2013. Detection Limits of DLS and UV-Vis Spectroscopy in Characterization of Polydisperse Nanoparticles Colloids. Journal of Nanomaterials, 2013: 313081.

Torpanyacharn, O., Sukpuang, P., Petchsuk, A., Opaprakasit, P. and Opaprakasit, M. 2018. Curable precursors derived from chemical recycling of poly(ethylene terephthalate) and polylactic acid and physical properties of their thermosetting (co)polyesters. Polymer Bulletin, 75(1), 395-414.

Tran, H. T., Lin, C., Bui, X. T., Itayama, T., Dang, B. T., Cheruiyot, N. K., Hoang, H. G. and Vu, C. T. 2021. Bacterial community progression during food waste composting containing high dioctyl terephthalate (DOTP) concentration. Chemosphere, 265: 129064.

Uygunoğlu, T., Şimşek, B., Ceran, Ö. B. and Eryeşil, Ö. 2021. Novel Hybrid Fiber Reinforced Mortar Production Using Polyvinyl Alcohol with a Blend of Graphene Oxide and Silver Nanoparticles. Journal of Building Engineering, 44: 102641.

Uygunoğlu, T., Topçu, İ. and Şimşek, B. 2018. Influence of steel-fiber type and content on electrical resistivity of old-concrete, 21(1), 1-9

Vahdani, B., Mousavi, S. M. and Tavakkoli-Moghaddam, R. 2011. Group decision making based on novel fuzzy modified TOPSIS method. Applied Mathematical Modelling, 35(9), 4257-4269.

Vargas, A. L. M., Blando, E. and Hübler, R. 2019. Elasto–Plastic Materials Behavior Evaluation According to Different Models Applied in Indentation Hardness Tests. Measurement, 139: 134-139.

Viante, M. F., Zanela, T. M. P., Stoski, A., Muniz, E. C. and Almeida, C. A. P. 2018. Magnetic microspheres composite from poly(ethylene terephthalate) (PET) waste: Synthesis and characterization. Journal of Cleaner Production, 198: 979-986.

Vopson, M. M., Naylor, J., Saengow, T., Rogers, E. G., Lepadatu, S. and Fetisov, Y. K. 2017. Development of flexible Ni80Fe20 magnetic nano-thin films. Physica B: Condensed Matter, 525: 12-15.

Voronov, A. and Atarah, S. A. 2018. Control and broadband monitoring of transparent multilayer thin films deposited by magnetron sputtering. Surface and Coatings Technology, 347: 252-256.

Wang, J., Jing, Y., Zhang, C. and Zhao, J. 2009. Review on multi-criteria decision analysis aid in sustainable energy decision-making. Renewable and Sustainable Energy Reviews, 13(9), 2263-2278.

Wang, J., Dai, Q., Si, R. and Guo, S. 2018. Investigation of properties and performances of Polyvinyl Alcohol (PVA) fiber-reinforced rubber concrete. Construction and Building Materials, 193: 631-642.

Wang, Q., Yu, D., Zhang, L., Liu, X., Deng, Y. and Zhao, M. 2017. Electrospun hypromellose-based hydrophilic composites for rapid dissolution of poorly water-soluble drug. Carbohydrate Polymers, 174: 617-625.

Wu, Q., Lv, Y., Lin, L., Zhang, X., Liu, Y. and Zhou, X. 2019. An improved thin-film electrode for vanadium redox flow batteries enabled by a dual layered structure. Journal of Power Sources, 410-411, 152-161.

Xi, G., Lu, M. and Sun, C. 2005. Study on depolymerization of waste polyethylene terephthalate into monomer of bis(2-hydroxyethyl terephthalate). Polymer Degradation and Stability, 87(1), 117-120.

Xie, T., Zhu, J., Fu, L., Zhang, R., Li, N., Yang, M., Wang, J., Qin, W., Yang, W., Li, D. and Zhou, L. 2018. The evolution of hardness in Cu-W alloy thin films. Materials Science and Engineering: A, 729: 170-177.

Xu, G. and Shi, X. 2018. Characteristics and applications of fly ash as a sustainable construction material: A state-of-the-art review. Resources, Conservation and Recycling, 136: 95-109.

Xu, S., Malik, M. A., Qi, Z., Huang, B., Li, Q. and Sarkar, M. 2018. Influence of the PVA fibers and SiO_2 NPs on the structural properties of fly ash based sustainable geopolymer. Construction and Building Materials, 164: 238-245.

Yang, Y., Asiri, A. M., Tang, Z., Du, D. and Lin, Y. 2013. Graphene based materials for biomedical applications. Materials Today, 16(10), 365-373.

Yu, M. and Feng, X. 2019. Thin-Film Electrode-Based Supercapacitors. Joule, 3(2), 338-360.

Zhang, J., Wang, Z., Wang, Q., Ma, J., Cao, J., Hu, W. and Wu, Z. 2017. Relationship between polymers compatibility and casting solution stability in fabricating PVDF/PVA membranes. Journal of Membrane Science, 537: 263-271.

Zhang, P. and Li, Q. 2013. Effect of polypropylene fiber on durability of concrete composite containing fly ash and silica fume. Composites Part B: Engineering, 45(1), 1587-1594.

Zhang, Z. and Zhang, Q. 2018. Matrix tailoring of Engineered Cementitious Composites (ECC) with non-oil-coated, low tensile strength PVA fiber. Construction and Building Materials, 161: 420-431.

Zhang, Z., Wu, Y., Wang, Z., Zou, X., Zhao, Y. and Sun, L. 2016. Fabrication of silver nanoparticles embedded into polyvinyl alcohol (Ag/PVA) composite nanofibrous films through electrospinning for antibacterial and surface-enhanced Raman scattering (SERS) activities. Materials Science and Engineering: C, 69: 462-469.

Zhou, L., Lu, X., Ju, Z., Liu, B., Yao, H., Xu, J., Zhou, Q., Hu, Y. and Zhang, S. 2019. Alcoholysis of polyethylene terephthalate to produce dioctyl terephthalate using choline chloride-based deep eutectic solvents as efficient catalysts. Green Chemistry, 21(4), 897-906.

Zhu, C., Zhang, J., Peng, J., Cao, W. and Liu, J. 2018. Physical and mechanical properties of gypsum-based composites reinforced with PVA and PP fibers. Construction and Building Materials, 163: 695-705.

Zhu, Y., Wang, H., Zhu, J., Chang, L. and Ye, L. 2015. Nanoindentation and thermal study of polyvinylalcohol/graphene oxide nanocomposite film through organic/inorganic assembly. Applied Surface Science, 349: 27-34.

EKLER

EK 1. DOTP'ye ait güvenlik bilgi formu

EK 2. Kompozit filmlere yerleştirilen su damlacıklarının fotoğrafları

EK 3. Kompozit filmler için elde edilen TGA grafikleri

EK 4. DP kompozit filmleri için TOPSIS yönteminin uygulanması örneği

EK 5. Optimum olarak belirlenen kalite kriterlerinin iyileşme/kötüleşme oranlarının hesaplanması

EK 6. Kompozit filmlerin optik mikroskop görüntüleri

EK 1. DOTP'ye ait güvenlik bilgi formu

MELTEM KİMYA

MELFLEX®
Adana - TÜRKİYE

GÜVENLİK BİLGİ FORMU

GBF-TR-2020
'' Zararlı Maddeler ve Karışımlara İlişkin Güvenlik Bilgi Formları Hakkında Yönetmelik R.G. 13.12.2014 tarih ve 29204 sayısına uygun olarak hazırlanmıştır.''

Düzenlenme Tarihi : 14. TEMMUZ. 2020
Kaçıncı Düzenleme Olduğu: 3.0/TR

BÖLÜM 1: MADDENİN/KARIŞIMIN VE ŞIRKETIN/DAĞITICININ KIMLIĞI

1.1. Madde/Karışımın kimliği

Ürün şekli	: Madde
Maddenin adı	: Dİ 2-ETİLHEGZİL TEREFTALAT
AB numarası	: 229-176-9
CAS numarası	: 6422-86-2
REACH kayıt numarası	: 01-2119446265-39-0007
Marka	: MELFLEX® D.O.T.P-H
Maddenin diğer adı	: Bis(2-ethylhexyl)-1,4-benzenedicarboxylate

1.2. Madde veya karışımın belirlenmiş kullanımları ve tavsiye edilmeyen kullanımları

Maddenin / karışımın kullanımı : Yüzey kaplayıcılar, lastik ve PVC için plastikleştiricidir

1.3. Güvenlik bilgi formu tedarikçisinin bilgileri

Firma : Meltem Kimya Tekstil San. İth. İhr. ve Tic. A.Ş.
Adres : Batı Otoban Bağlantı Yolu Üzeri Büyük Dikili Mah.
93099 Sok. No:4/A S eyhan/ADANA/TURKEY
Tel.No : +90 322 485 62 67
Fax No : +90 322 485 62 03
GBF'den sorumlu yetkili kişi E-mail: goknur.gokce@meltemkimya.com.tr

1.4. Acil durum telefon numarası

Sağlık Bakanlığı UZEM Telefon No. 114 (Ulusal Zehir Danışma Merkezi)
Acil çağrı merkezi numarası: 112
Acil durumda aranacak numara : +90/322/4856267-68

EK 1. (devam) DOTP'ye ait güvenlik bilgi formu

MELTEM KİMYA

MELFLEX®
Adana - TÜRKİYE

BÖLÜM 2: ZARARLILIK TANIMLANMASI

2.1. Madde ve karışımın sınıflandırılması

Zararlı Maddeler ve Karışımlara İlişkin Güvenlik Bilgi Formları Hakkında Yönetmelik R.G. 13.12.2014 tarih ve 29204 sayısına uygun olarak hazırlanmıştır

Sınıflandırılmadı

2.2. Etiket unsurları

Tehlikeli olmayan madde veya karışım.

2.3. Diğer Zararlar

Yok

BÖLÜM 3: BILEŞIMI/İÇINDEKILER HAKKINDA BILGI

3.1. Maddeler

Adı	Madde / Karışımın kimliği	%	Zararlı Maddeler ve Karışımlara İlişkin Güvenlik Bilgi Formları Hakkında Yönetmelik R.G.13.12.2014 tarih ve 29204 sayısına uygun olarak hazırlanmıştır
Bis(2-etilhegzil)-1,4-benzendikarboksilat	(CAS numarası) 6422-86-2 (AB numarası) 229-176-9 (REACH No) 01-2119446265-39-0007	100	Sınıflandırılmadı

R- ve H-cümlelerin tam metni: 16 bölümüne bkz H cümlelerinin metinleri: Bkz. kısım 16.

3.2. Karışım

Uygulanamaz

BÖLÜM 4: İLK YARDIM ÖNLEMLERI

4.1. İlk yardım önlemlerinin açıklaması

Solunması halinde

Solunması halinde, kazazedeyi açık havaya çıkartınız. Solunum durmuşsa suni solunum yapınız.

Deriyle teması halinde

Sabun ve bol miktarda su ile yıkayınız.

Gözle teması halinde

Tedbir olarak gözlere su tutunuz.

Yutulması halinde

Bilinci yerinde olmayan bir kişiye asla ağız yoluyla bir şey vermeyiniz. Ağzı suyla çalkalayınız.

4.2. Akut ve sonradan görülen önemli belirtiler ve etkiler

Tamamlayıcı bilgi yok

4.3. Tıbbi müdahale ve özel tedavi gereği için ilk işaretler

EK 1. (devam) DOTP'ye ait güvenlik bilgi formu

Uygun veri yoktur

BÖLÜM 5: YANGINLA MÜCADELE ÖNLEMLERI

5.1. Yangın söndürücüler
Uygun söndürme maddeleri : Su spreyi. Kuru toz. Köpük. Karbondioksit.

5.2. Madde veya karışımdan kaynaklanan özel zararlar
Yangın halinde, tehlikeli ayrışma maddeleri; : Zehirli dumanlar açığa çıkabilir.

5.3. Yangın söndürme ekipleri için tavsiyeler
Yangın anında korunma : Uygun koruyucu ekipman olmadan müdahale etmeye kalkışmayın. Bağımsız solunum aparatı. Komple koruyucu kıyafet.

BÖLÜM 6: KAZA SONUCU YAYILMAYA KARŞI ÖNLEMLER

6.1. Kişisel önlemler, koruyucu donanım ve acil durum prosedürleri

6.1.1. Acil durum personeli olmayanlar için
Acil durum planları : Dökülme alanını havalandırın.
6.1.2. Acil durumda müdahale eden kişiler için
Koruyucu donanım : Uygun koruyucu ekipman olmadan müdahale etmeye kalkışmayın.
Daha fazla bilgi için bakınız bölüm 8: "Maruziyet kontrolleri/kişisel korunma".

6.2. Çevresel önlemler
Çevreye verilmesinden kaçının.

6.2. Muhafaza etme ve temizleme için yöntemler ve materyaller
Temizlik işlemleri : Sıvı dökülmeyi absorban malzemeyle toplayın.
Diğer bilgiler : Malzeme veya katı artıkları yetkili bir tesiste bertaraf edin.

6.3. Diğer bölümlere atıflar
Daha fazla bilgi için bakınız bölüm 13.

BÖLÜM 7: ELLEÇLEME VE DEPOLAMA

7.1. Güvenli elleçleme için önlemler
Güvenli elleçleme için önlemler : Çalışma alanında iyi havalandırma sağlayın. Kişisel koruyucu ekipman kullanın.
Hijyen ölçütleri : Bu ürünü kullanırken hiçbir şey yemeyin, içmeyiniz veya sigara içmeyin. Ürünü elleçledikten sonra daima ellerinizi yıkayın.

7.2. Uyuşmazlıkları da içeren güvenli depolama için koşullar
Saklama koşulları : İyi havalandırılan yerde depolayın. Soğuk tutun.

7.3. Belirli son kullanımlar
Tamamlayıcı bilgi yok

EK 1. (devam) DOTP'ye ait güvenlik bilgi formu

MELTEM KİMYA

MELFLEX®
Adana - TÜRKİYE

BÖLÜM 8: MARUZ KALMA KONTROLLERI/KIŞISEL KORUNMA

8.1. Kontrol parametreleri

Tamamlayıcı bilgi yok

8.2. Maruz kalma kontrolleri

Uygun mühendislik kontrolleri	: Çalışma alanında iyi havalandırma sağlayın.
Bireysel korunma donanımı	: Eminyet gözlükleri. Eldivenler. Koruyucu
kıyafetler. Ellerin koruması	: Koruyucu eldivenler
Gözlerin koruması	: Eminyet gözlükleri
Deri ve vücudun korunması	: Uygun koruyucu kıyafet giyin
Solunum yollarının koruması	: Yetersiz havalandırma durumunda uygun solunum ekipmanı giyin



Çevre maruziyetinin sınırlanması ve denetlenmesi : Çevreye verilmesinden kaçının.

BÖLÜM 9: FIZIKSEL VE KIMYASAL ÖZELLIKLER

9.1. Temel fiziksel ve kimyasal özellikler hakkında bilgi

Fiziksel Hali	: Sıvı madde
Renk	: Amber/Sarımtırak
Koku	: Karakteristik
Koku eşiği	: Kullanılabilir veriler yok
pH	: Ölçülemez
Bağıl buharlaşma hızı (bütil asetat=1)	: Kullanılabilir veriler yok
Erime noktası	: Kullanılabilir veriler yok
Donma noktası	: -48 °C
Kaynama noktası	: 400 °C nin 1.013 hPa
Parlama noktası	: 212 °C
Kendi kendini tutuşturma ısısı	: 387 °C 980 hPa
Ayrışma ısısı	: Kullanılabilir veriler yok
Yanabilirlik (katı, gaz)	: Kullanılabilir veriler yok
Buhar basıncı	: 1 mmHg / 0.19 kPa (215 °C)
20 °C'de bağıl buhar yoğunluğu	: Kullanılabilir veriler yok
Rölatif yoğunluk	: 0,980-1,015
Yoğunluk	: 0,980-1,015 g/cm³ (20 °C)
Çözünürlük	: İhmal edilebilir
Log Pow	: Kullanılabilir veriler yok
Viskosite, kinematik	: Kullanılabilir veriler yok
Viskosite, dinamik	: 85-105 mPa.s (25 °C)
Patlayıcı özellikler	: Kullanılabilir veriler yok
Oksitleyici özellikler	: Kullanılabilir veriler yok
Patlama sınırı	: Kullanılabilir veriler yok

9.2. Diğer bilgiler

Tamamlayıcı bilgi yok

EK 1. (devam) DOTP'ye ait güvenlik bilgi formu

MELTEM KİMYA

MELFLEX®
Adana - TÜRKİYE

BÖLÜM 10: KARARLILIK VE TEPKIME

10.1. Tepkime
Ürün, normal kullanım, depolama ve taşıma koşulları altında reaktif değildir.

10.2. Kimyasal kararlılık
Normal koşullar altında kararlıdır.

10.3. Zararlı tepkime olasılığı
Normal kullanım koşulları altında bilinen tehlikeli tepkimeleri yoktur.

10.4. Kaçınılması gereken durumlar
Tamamlayıcı bilgi yok.

10.5. Kaçınılması gereken maddeler
Kuvvetli yükseltgen madde.

10.6. Zararlı bozunma ürünleri
Yangın esnasında ya da yüksek sıcaklıklara maruz bırakıldığında aşağıdaki bozunma ürünlerinin oluşması mümkündür; karbon monoksit, karbondioksit.

BÖLÜM 11: TOKSIKOLOJIK BILGILER

11.1. Toksik etkiler hakkında bilgi
Akut toksik : Sınıflandırılmadı

Dİ-2-ETİLHEGZİL TEREFTALAT (6422-86-2)	
LD50 ağız yolu	> 5000 mg/kg (sıçan, erkek/dişi)
LC50 solunum yolu	20 ml/kg

Cilt aşınması/tahrişi : Sınıflandırılmadı
pH: Ölçülemez
Ciddi göz hasarları/tahrişi : Sınıflandırılmadı
pH: Ölçülemez
Solunum yolları veya cilt hassaslaşması : Sınıflandırılmadı
Eşey hücre mutajenitesi : Sınıflandırılmadı
Kanserojenite : Sınıflandırılmadı
Üreme toksisitesi : Sınıflandırılmadı
Belirli Hedef Organ Toksisitesi-tekmaruz kalma : Sınıflandırılmadı
Belirli Hedef Organ Toksisitesi-tekrarlı maruz kalma : Sınıflandırılmadı
Aspirasyon zararı : Sınıflandırılmadı

EK 1. (devam) DOTP'ye ait güvenlik bilgi formu

MELTEM KİMYA

MELFLEX®
Adana - TÜRKİYE

BÖLÜM 12: EKOLOJIK BILGILER

12.1. Toksisite

Ekoloji – genel : Ürünün, sucul organizmalar için zararlı olduğu veya çevre için uzun vadeli olumsuz etkilere sebep olduğu kabul edilmez.

Su açısından akut toksisite : Sınıflandırılmadı

Su açısından kronik toksisite : Sınıflandırılmadı

Dİ 2-ETİLHEGZİL TEREFTALAT (6422-86-2)	
LC 50 Balık	> 984 mg/l
EC50 Su piresi	> 624 µg/l
EC50 72h Alg	> 0,86 mg/l

12.2. Kalıcılık ve bozunabilirlik

Tamamlayıcı bilgi yok

12.3. Biyobirikim potansiyeli

Dİ-2-ETİLHEGZİL TEREFTALAT (6422-86-2)	
Biyobirikim potansiyeli	Tamamlayıcı bilgi yok

12.4. Toprakta hareketlilik

Dİ-2-ETİLHEGZİL TEREFTALAT (6422-86-2)	
Toprakta hareketlilik	Tamamlayıcı bilgi yok

12.5. PBT ve vPvB değerlendirme sonuçları

Tamamlayıcı bilgi yok

12.6. Diğer olumsuz etkiler

Ozon : Sınıflandırılmadı

Diğer olumsuz etkiler : Tamamlayıcı bilgi yok

BÖLÜM 13: BERTARAF ETME BILGILERI

13.1. Atık işleme yöntemleri

Atık işleme yöntemleri : Lisanslı toplayıcının ayırma talimatlarına uygun olarak,içeriği/kabını bertaraf edin.

EK 1. (devam) DOTP'ye ait güvenlik bilgi formu

MELTEM KİMYA

MELFLEX®
Adana - TÜRKİYE

BÖLÜM 14: TAŞIMACILIK BILGILERI

ADR / RID / IMDG / IATA / ADN talimatlarına uygun olarak

14.1. UN Numarası
Ürün, nakliyesine ilişkin olarak, yürürlükte bulunan düzenlemelere göre tehlikeli ürün olarak sınıflandırılmamaktadır

14.2. Uygun UN taşımacılık adı
Uygun sevkiyat adı (ADR) :
Uygun sevkiyat adı (IMDG) :
Uygun sevkiyat adı (IATA) :
Uygun sevkiyat adı (ADN) :
Uygun sevkiyat adı (RID) :

14.3. Taşımacılık zararlılık sınıf(lar)ı
ADR
Taşımacılık zararlılık sınıf(lar)ı : Uygulanamaz
IMDG
Taşımacılık zararlılık sınıf(lar)ı (IMDG) : Uygulanamaz
IATA
Ambalajlama grubu (IATA) : Uygulanamaz
ADN
Taşımacılık zararlılık sınıf(lar)ı (ADN) : Uygulanamaz
RID
Taşımacılık zararlılık sınıf(lar)ı (RID) : Uygulanamaz

14.4. Ambalajlama grubu
Ambalajlama grubu (ADR) : Uygulanamaz
Ambalajlama grubu (IMDG) : Uygulanamaz
Ambalajlama grubu (IATA) : Uygulanamaz
Ambalajlama grubu (ADN) : Uygulanamaz
Ambalajlama grubu (RID) : Uygulanamaz

14.5. Çevresel zararlar
Çevreye zararlıdır : Hayır
Denizi kirletici : Hayır
Diğer bilgiler : Mevcut ek bilgi bulunmamaktadır

14.6. Kullanıcı için özel önlemler

- **Karayolu Taşımacılığı**

Kullanılabilir veriler yok

- **Deniz taşımacılığı**

Kullanılabilir veriler yok

- **Hava taşımacılığı**

Kullanılabilir veriler yok

- **İç sularda gemi nakliyesi**

Kullanılabilir veriler yok

- **Demiryolu taşımacılığı**

Kullanılabilir veriler yok

14.7. MARPOL 73/78 ek II ve IBC koduna göre dökme taşımacılık : Uygulanamaz

EK 1. (devam) DOTP'ye ait güvenlik bilgi formu

MELTEM KİMYA

MELFLEX®
Adana - TÜRKİYE

BÖLÜM 15: MEVZUAT BILGILERI

15.1. Madde veya karışıma özgü güvenlik, sağlık ve çevre mevzuatı

15.1.1 Mevzuat Bilgisi

Düzenlemeye yönelik referans :

- 13 Aralık 2014 tarih ve 29204 sayılı "Zararlı Maddeler ve Karışımlara İlişkin Güvenlik Bilgi Formları Hakkında Yönetmelik" çerçevesinde yönetmeliğin öngördüğü şekilde belgelendirilmiş akredite uzman personel tarafından hazırlanmıştır.
- ADR - Tehlikeli Malların Karayolu ile Uluslararası Taşımacılığına İlişkin Avrupa Anlaşması
- Atık Yönetimi Yönetmeliği - (2 Nisan 2015 Tarih ve 29314 Sayılı)
- Kanserojen ve Mutajen Maddelerle Çalışmalarda Sağlık ve Güvenlik Önlemleri Hakkında Yönetmelik - (6 Ağustos 2013 Tarih ve 28730 Sayılı)
- Kimyasal Maddelerle Çalışmalarda Sağlık ve Güvenlik Önlemleri Hakkında Yönetmelik - (12 Ağustos 2013 Tarih ve 28733 Sayılı)
- Kişisel Koruyucu Donanımların İşyerlerinde Kullanılması Hakkında Yönetmelik - (2 Temmuz 2013 Tarih ve 28695 Sayılı)
- Maddelerin ve Karışımların Sınıflandırılması, Ambalajlanması ve Etiketlenmesi Hakkında Yönetmelik - (11 Aralık 2013 Tarih ve 28848 Mük. Sayılı).

15.2. Kimyasalgüvenlik değerlendirilmesi

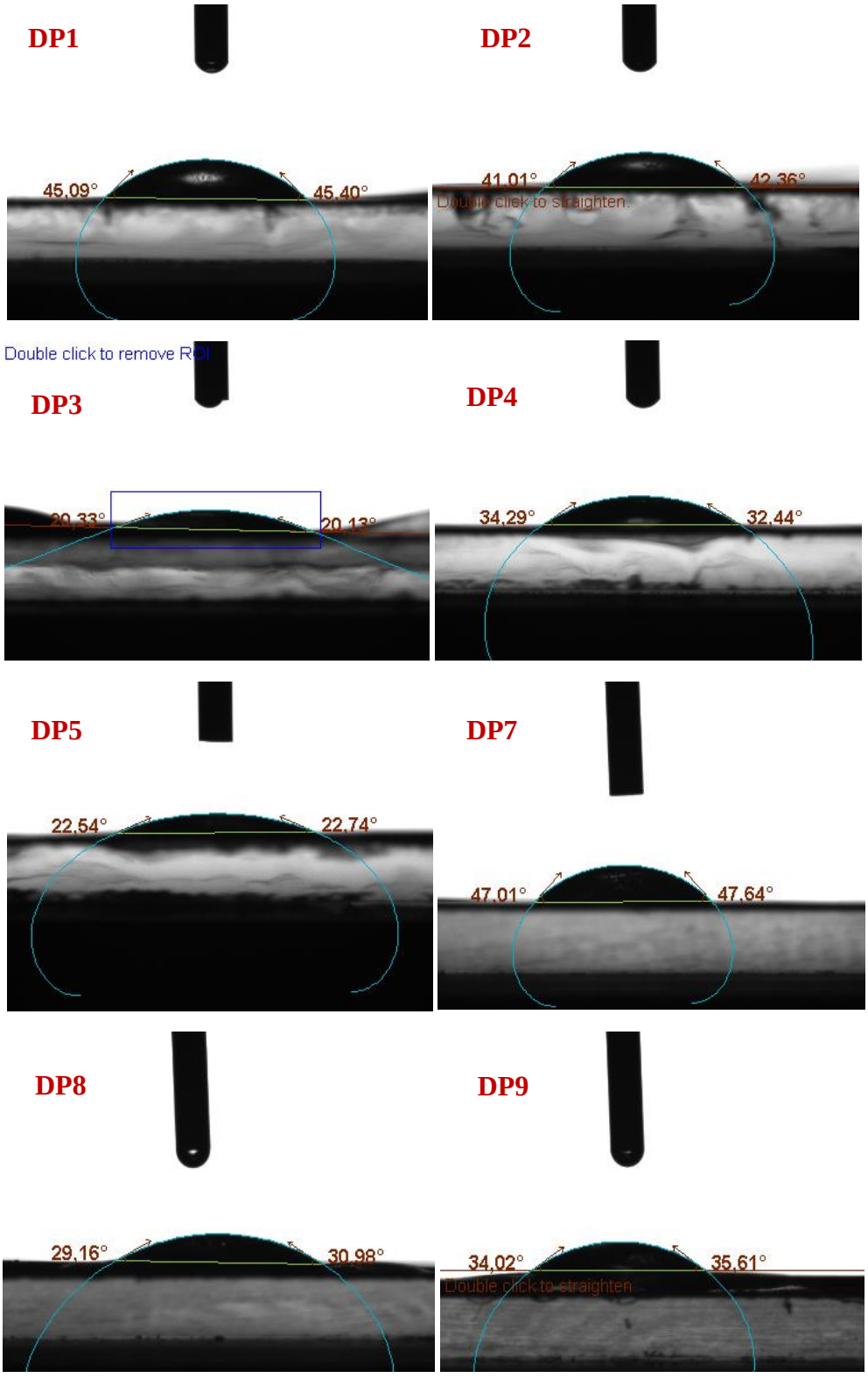
Bu ürün için bir kimyasal güvenlik değerlendirmesi uygulanmamıştır.

BÖLÜM 16: DİĞER BILGILER

Düzenleyen: GÖKNUR GÖKÇE DİREK
GBF Hazırlayıcısı Sertifika No ve Tarihi : TÜV/01.209.07/23.12.2019
Yeni düzenleme tarihi: 14.07.2020
Kaçıncı düzenleme olduğu : 3
Hazırlama tarihi : 18.04.2018
GBF No: MELFLEX 002/TR

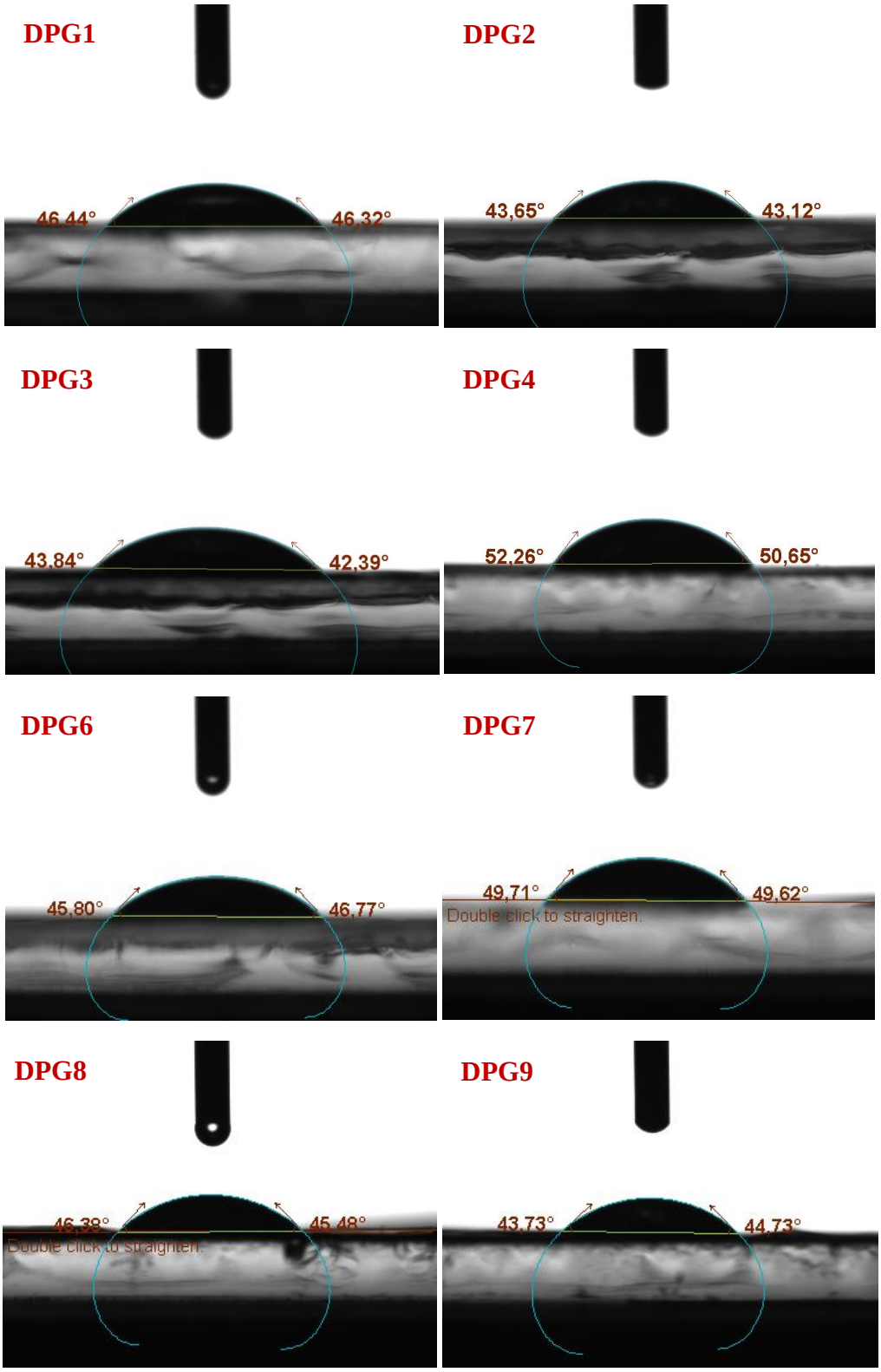
İş bu Güvenlik Bilgi Formu Meltem Kimya Tekstil San. İth. İhr. ve Tic. A.Ş. . tarafından elde edilen bilgiler doğrultusunda hazırlanmıştır. Formda yer alan sağlık, emniyet ve çevre koşulları ile ilgili bilgiler her durumda yeterli olmayabilir. Ürünü emniyetli kullanmak, değerlendirmek, kanun ve kurallara uymak kullanıcının sorumluluğundadır. Ürünün anormal kullanımından, tavsiyeleri uygulamamaktan veya malzemede tabii olarak bulunan tehlikelerden doğacak herhangi bir zarar veya yaralanma için Meltem Kimya Tekstil San. İth. İhr. ve Tic. A.Ş. sorumlu tutulmayacaktır.

EK 2. Kompozit filmlere yerleştirilen su damlacıklarının fotoğrafları



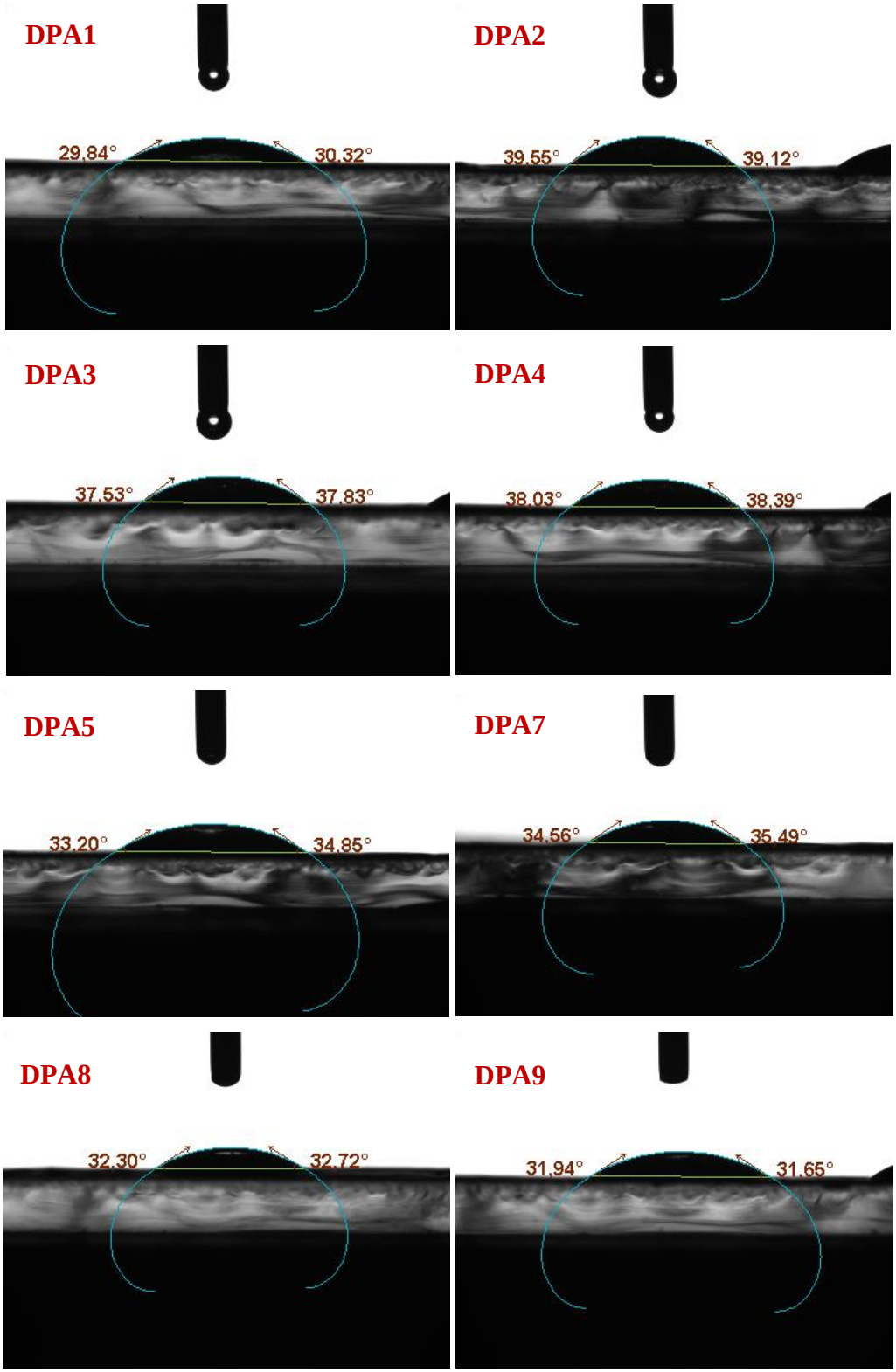
Şekil Ek.2.1 DP kompozit filmlere yerleştirilen su damlacıklarının fotoğrafları

EK 2. (devam) Kompozit filmlere yerleştirilen su damlacıklarının fotoğrafları



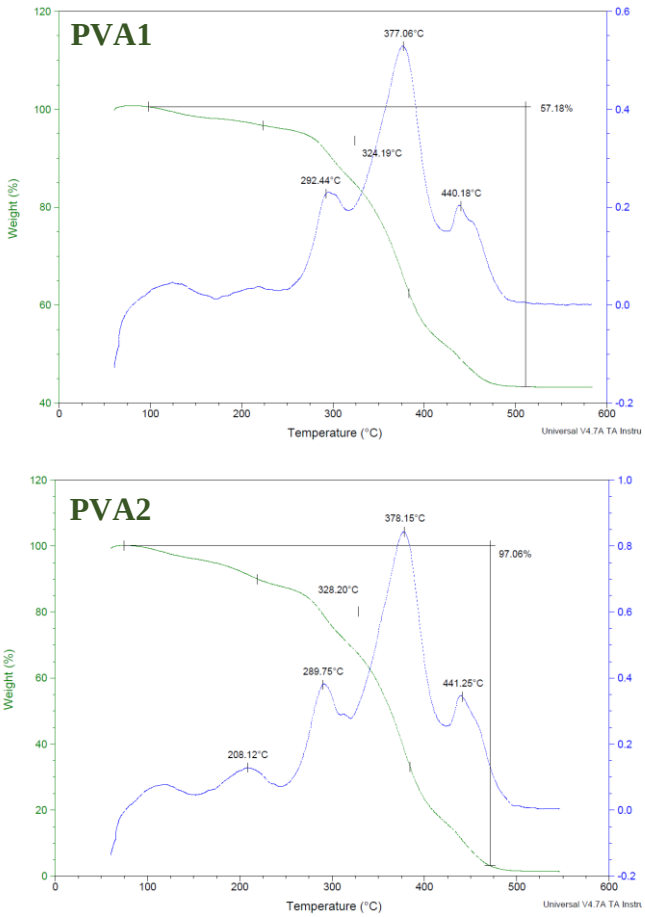
Şekil Ek.2.2 DPG kompozit filmlere yerleştirilen su damlacıklarının fotoğrafları

EK 2. (devam) Kompozit filmlere yerleştirilen su damlacıklarının fotoğrafları



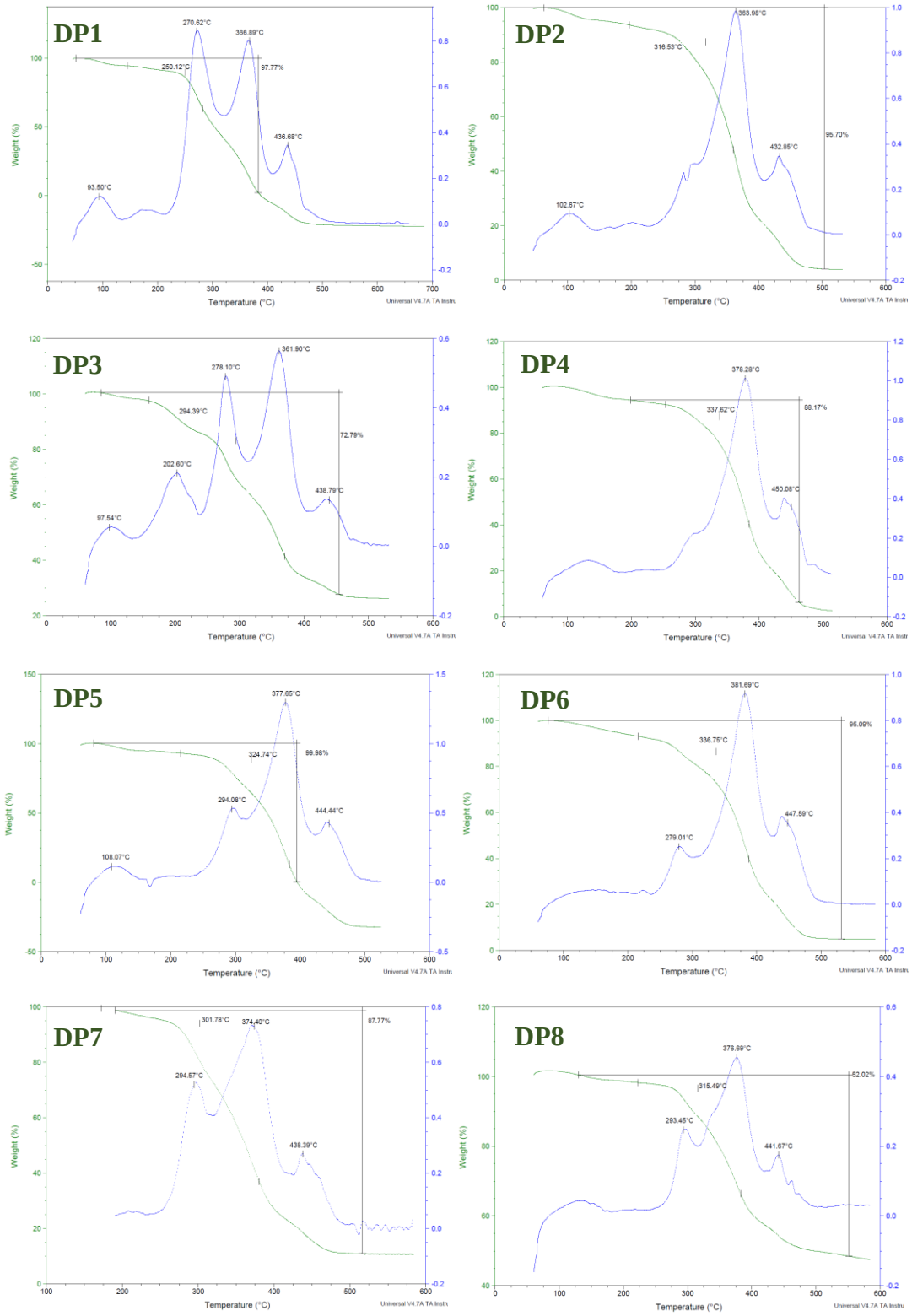
Şekil Ek.2.3 DPA kompozit filmlere yerleştirilen su damlacıklarının fotoğrafları

EK 3. Kompozit filmler için elde edilen TGA grafikleri



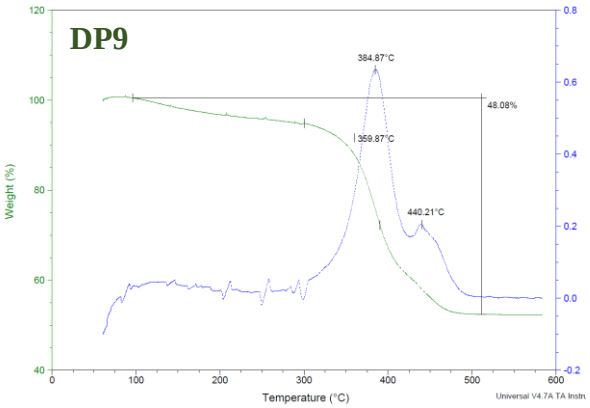
Şekil Ek.3.1 Referans PVA filmleri için elde edilen TGA eğrileri

EK 3. (devam) Kompozit filmler için elde edilen TGA grafikleri



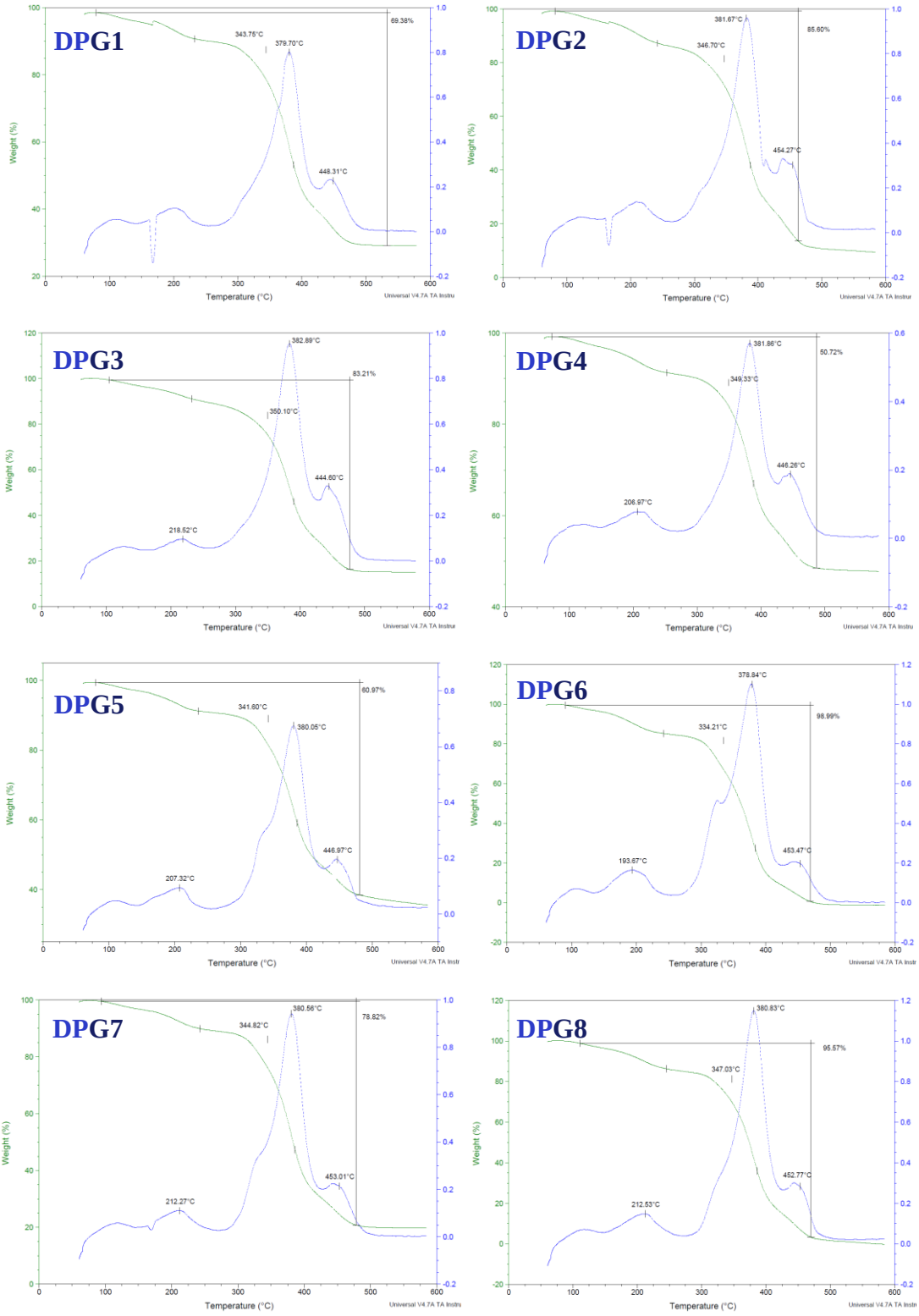
Şekil Ek.3.2 DP kompozit filmleri için TGA eğrileri

EK 3. (devam) Kompozit filmler için elde edilen TGA grafikleri



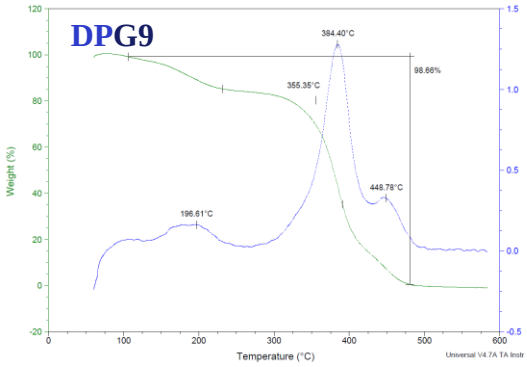
Şekil Ek.3.2 (devam) DP kompozit filmleri için TGA eğrileri

EK 3. (devam) Kompozit filmler için elde edilen TGA grafikleri



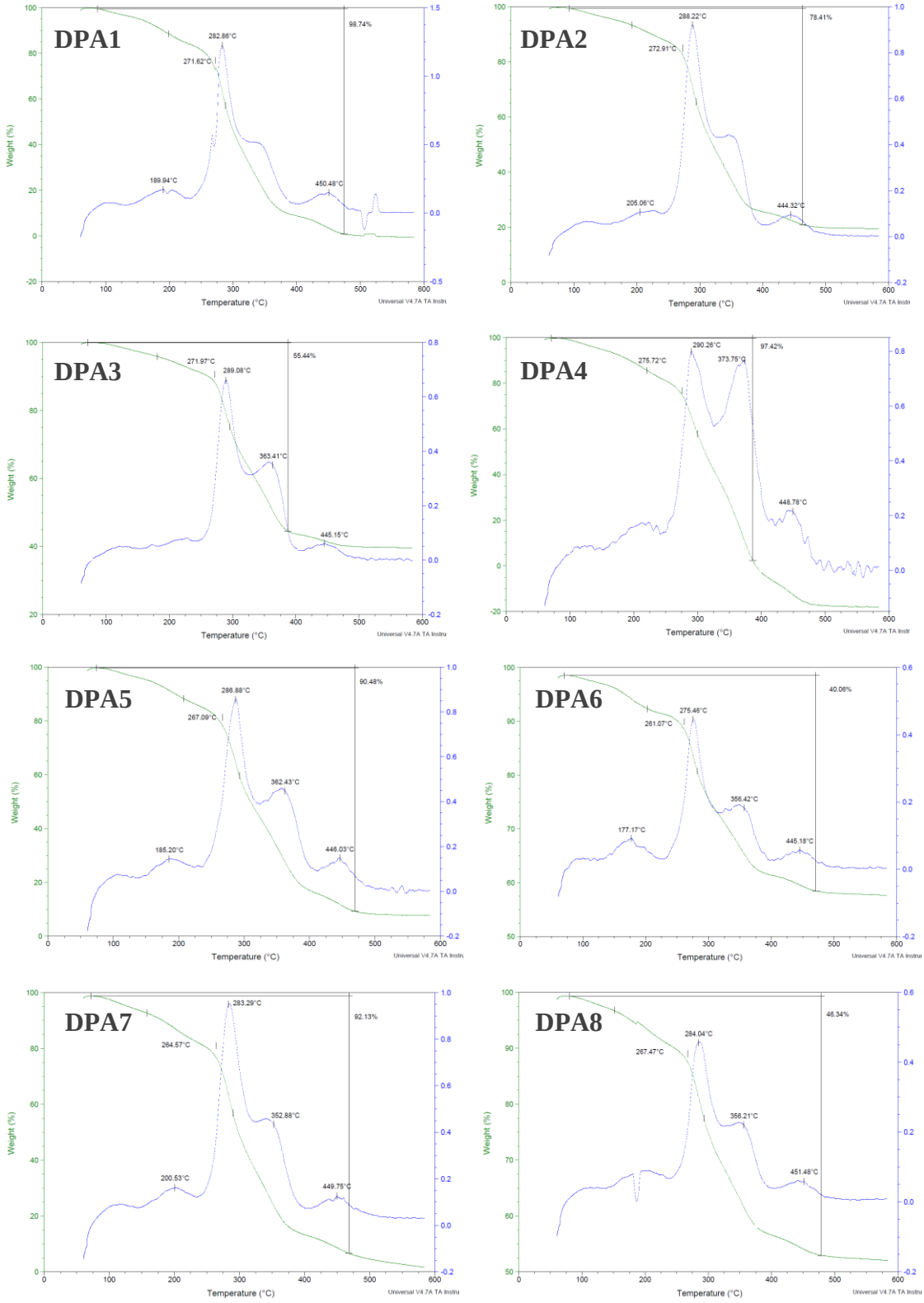
Şekil Ek.3.3 DPG kompozit filmleri için TGA eğrileri

EK 3. (devam) Kompozit filmler için elde edilen TGA grafikleri



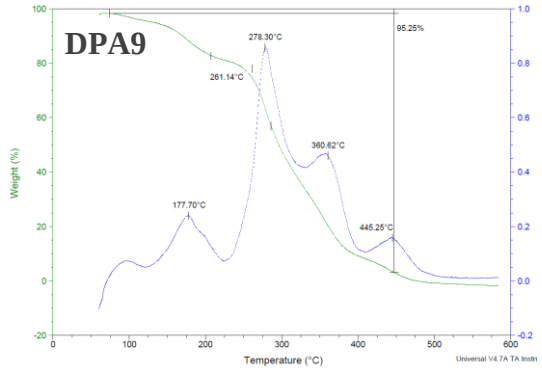
Şekil Ek.3.3 (devam) DPG kompozit filmleri için TGA eğrileri

EK 3. (devam) Kompozit filmler için elde edilen TGA grafikleri



Şekil Ek.3.4 DPA kompozit filmleri için TGA eğrileri

EK 3. (devam) Kompozit filmler için elde edilen TGA grafikleri



Şekil Ek.3.4 (devam) DPA kompozit filmleri için TGA eğrileri

EK 4. DP kompozit filmi için TOPSIS yönteminin uygulanması örneği

Adım 1: Karar matrisinin (A) oluşturulması

	S/N oranları				
	R1	**R2**	**R3**	**R4**	**R5**
Ağırlık	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2
DP1	53,39 (a_{11})	-1,94 (a_{12})	-33,05 (a_{13})	6,26 (a_{14})	-39,80 (a_{15})
DP2	39,81 (a_{21})	-4,47 (a_{22})	-32,12 (a_{23})	3,76 (a_{24})	-39,62 (a_{25})
DP3	54,90 (a_{31})	3,91 (a_{32})	-25,67 (a_{33})	5,58 (a_{34})	-37,24 (a_{35})
DP4	60,02 (a_{41})	16,57 (a_{42})	-31,24 (a_{43})	5,08 (a_{44})	-38,91 (a_{45})
DP5	64,40 (a_{51})	24,98 (a_{52})	-27,11 (a_{53})	4,28 (a_{54})	-40 (a_{55})
DP6	58,11 (a_{61})	10,39 (a_{62})	-25,47 (a_{63})	4,70 (a_{64})	-39,56 (a_{65})
DP7	24,22 (a_{71})	-14,85 (a_{72})	-32,88 (a_{73})	5,31 (a_{74})	-38,87 (a_{75})
DP8	37,20 (a_{81})	-0,54 (a_{82})	-29,11 (a_{83})	4,57 (a_{84})	-34,32 (a_{85})
DP9	49,68 (a_{91})	31,77 (a_{92})	-30,48 (a_{93})	3,64 (a_{94})	-33,64 (a_{95})

Adım 2: Normalize karar matrisinin (R) oluşturulması

- $r_{11} = \frac{53,39}{\sqrt{53,39^2+39,81^2+54,9^2+60,02^2+64,40^2+58,11^2+24,22^2+37,20^2+49,68^2}} = 0,352$
- $r_{21} = \frac{39,81}{\sqrt{53,39^2+39,81^2+54,9^2+60,02^2+64,40^2+58,11^2+24,22^2+37,20^2+49,68^2}} = 0,262$
- $r_{31} = \frac{54,90}{\sqrt{53,39^2+39,81^2+54,9^2+60,02^2+64,40^2+58,11^2+24,22^2+37,20^2+49,68^2}} = 0,362$
- $r_{41} = \frac{60,02}{\sqrt{53,39^2+39,81^2+54,9^2+60,02^2+64,40^2+58,11^2+24,22^2+37,20^2+49,68^2}} = 0,396$
- $r_{51} = \frac{64,40}{\sqrt{53,39^2+39,81^2+54,9^2+60,02^2+64,40^2+58,11^2+24,22^2+37,20^2+49,68^2}} = 0,425$
- $r_{61} = \frac{58,11}{\sqrt{53,39^2+39,81^2+54,9^2+60,02^2+64,40^2+58,11^2+24,22^2+37,20^2+49,68^2}} = 0,383$
- $r_{71} = \frac{24,22}{\sqrt{53,39^2+39,81^2+54,9^2+60,02^2+64,40^2+58,11^2+24,22^2+37,20^2+49,68^2}} = 0,160$
- $r_{81} = \frac{37,20}{\sqrt{53,39^2+39,81^2+54,9^2+60,02^2+64,40^2+58,11^2+24,22^2+37,20^2+49,68^2}} = 0,245$
- $r_{91} = \frac{49,68}{\sqrt{53,39^2+39,81^2+54,9^2+60,02^2+64,40^2+58,11^2+24,22^2+37,20^2+49,68^2}} = 0,328$
- $r_{12} = \frac{-1,94}{\sqrt{(-1,94)^2+(-4,47)^2+(3,91)^2+(16,57)^2+(24,98)^2+(10,39)^2+(-14,85)^2+(-0,54)^2+(31,77)^2}} = -0,04$
- $r_{22} = \frac{-4,47}{\sqrt{(-1,94)^2+(-4,47)^2+(3,91)^2+(16,57)^2+(24,98)^2+(10,39)^2+(-14,85)^2+(-0,54)^2+(31,77)^2}} = -0,094$

- $r_{32} = \frac{3,91}{\sqrt{(-1,94)^2+(-4,47)^2+(3,91)^2+(16,57)^2+(24,98)^2+(10,39)^2+(-14,85)^2+(-0,54)^2+(31,77)^2}} = 0,082$
- $r_{42} = \frac{16,57}{\sqrt{(-1,94)^2+(-4,47)^2+(3,91)^2+(16,57)^2+(24,98)^2+(10,39)^2+(-14,85)^2+(-0,54)^2+(31,77)^2}} = 0,350$
- $r_{52} = \frac{24,98}{\sqrt{(-1,94)^2+(-4,47)^2+(3,91)^2+(16,57)^2+(24,98)^2+(10,39)^2+(-14,85)^2+(-0,54)^2+(31,77)^2}} = 0,524$
- $r_{62} = \frac{10,39}{\sqrt{(-1,94)^2+(-4,47)^2+(3,91)^2+(16,57)^2+(24,98)^2+(10,39)^2+(-14,85)^2+(-0,54)^2+(31,77)^2}} = 0,218$
- $r_{72} = \frac{-14,85}{\sqrt{(-1,94)^2+(-4,47)^2+(3,91)^2+(16,57)^2+(24,98)^2+(10,39)^2+(-14,85)^2+(-0,54)^2+(31,77)^2}} = -0,311$
- $r_{82} = \frac{-0,54}{\sqrt{(-1,94)^2+(-4,47)^2+(3,91)^2+(16,57)^2+(24,98)^2+(10,39)^2+(-14,85)^2+(-0,54)^2+(31,77)^2}} = -0,011$
- $r_{92} = \frac{31,77}{\sqrt{(-1,94)^2+(-4,47)^2+(3,91)^2+(16,57)^2+(24,98)^2+(10,39)^2+(-14,85)^2+(-0,54)^2+(31,77)^2}} = 0,666$
- $r_{13} = \frac{-33,04}{\sqrt{(-33,04)^2+(-32,12)^2+(-25,67)^2+(-31,24)^2+(-27,11)^2+(-25,46)^2+(-32,88)^2+(-29,11)^2+(-30,48)^2}} = -0,369$
- $r_{23} = \frac{-32,12}{\sqrt{(-33,04)^2+(-32,12)^2+(-25,67)^2+(-31,24)^2+(-27,11)^2+(-25,46)^2+(-32,88)^2+(-29,11)^2+(-30,48)^2}} = -0,359$
- $r_{33} = \frac{-25,67}{\sqrt{(-33,04)^2+(-32,12)^2+(-25,67)^2+(-31,24)^2+(-27,11)^2+(-25,46)^2+(-32,88)^2+(-29,11)^2+(-30,48)^2}} = -0,287$
- $r_{43} = \frac{-31,24}{\sqrt{(-33,04)^2+(-32,12)^2+(-25,67)^2+(-31,24)^2+(-27,11)^2+(-25,46)^2+(-32,88)^2+(-29,11)^2+(-30,48)^2}} = -0,349$
- $r_{53} = \frac{-27,11}{\sqrt{(-33,04)^2+(-32,12)^2+(-25,67)^2+(-31,24)^2+(-27,11)^2+(-25,46)^2+(-32,88)^2+(-29,11)^2+(-30,48)^2}} = -0,303$
- $r_{63} = \frac{-25,46}{\sqrt{(-33,04)^2+(-32,12)^2+(-25,67)^2+(-31,24)^2+(-27,11)^2+(-25,46)^2+(-32,88)^2+(-29,11)^2+(-30,48)^2}} = -0,285$
- $r_{73} = \frac{-32,88}{\sqrt{(-33,04)^2+(-32,12)^2+(-25,67)^2+(-31,24)^2+(-27,11)^2+(-25,46)^2+(-32,88)^2+(-29,11)^2+(-30,48)^2}} = -0,368$

- $r_{83} = \frac{-29,11}{\sqrt{(-33,04)^2+(-32,12)^2+(-25,67)^2+(-31,24)^2+(-27,11)^2+(-25,46)^2+(-32,88)^2+(-29,11)^2+(-30,48)^2}} = -0,326$
- $r_{93} = \frac{-30,48}{\sqrt{(-33,04)^2+(-32,12)^2+(-25,67)^2+(-31,24)^2+(-27,11)^2+(-25,46)^2+(-32,88)^2+(-29,11)^2+(-30,48)^2}} = -0,341$
- $r_{14} = \frac{6,26}{\sqrt{6,26^2+3,76^2+5,58^2+5,08^2+4,28^2+4,70^2+5,31^2+4,57^2+3,64^2}} = 0,429$
- $r_{24} = \frac{3,76}{\sqrt{6,26^2+3,76^2+5,58^2+5,08^2+4,28^2+4,70^2+5,31^2+4,57^2+3,64^2}} = 0,258$
- $r_{34} = \frac{5,58}{\sqrt{6,26^2+3,76^2+5,58^2+5,08^2+4,28^2+4,70^2+5,31^2+4,57^2+3,64^2}} = 0,382$
- $r_{44} = \frac{5,08}{\sqrt{6,26^2+3,76^2+5,58^2+5,08^2+4,28^2+4,70^2+5,31^2+4,57^2+3,64^2}} = 0,348$
- $r_{54} = \frac{4,28}{\sqrt{6,26^2+3,76^2+5,58^2+5,08^2+4,28^2+4,70^2+5,31^2+4,57^2+3,64^2}} = 0,293$
- $r_{64} = \frac{4,70}{\sqrt{6,26^2+3,76^2+5,58^2+5,08^2+4,28^2+4,70^2+5,31^2+4,57^2+3,64^2}} = 0,322$
- $r_{74} = \frac{5,31}{\sqrt{6,26^2+3,76^2+5,58^2+5,08^2+4,28^2+4,70^2+5,31^2+4,57^2+3,64^2}} = 0,364$
- $r_{84} = \frac{4,57}{\sqrt{6,26^2+3,76^2+5,58^2+5,08^2+4,28^2+4,70^2+5,31^2+4,57^2+3,64^2}} = 0,313$
- $r_{94} = \frac{3,64}{\sqrt{6,26^2+3,76^2+5,58^2+5,08^2+4,28^2+4,70^2+5,31^2+4,57^2+3,64^2}} = 0,249$
- $r_{15} = \frac{-39,80}{\sqrt{(-39,80)^2+(-39,62)^2+(-37,24)^2+(-38,91)^2+(-40)^2+(-39,56)^2+(-38,87)^2+(-34,32)^2+(-33,64)^2}} = -0,349$
- $r_{25} = \frac{-39,62}{\sqrt{(-39,80)^2+(-39,62)^2+(-37,24)^2+(-38,91)^2+(-40)^2+(-39,56)^2+(-38,87)^2+(-34,32)^2+(-33,64)^2}} = -0,347$
- $r_{35} = \frac{-37,24}{\sqrt{(-39,80)^2+(-39,62)^2+(-37,24)^2+(-38,91)^2+(-40)^2+(-39,56)^2+(-38,87)^2+(-34,32)^2+(-33,64)^2}} = -0,326$
- $r_{45} = \frac{-38,91}{\sqrt{(-39,80)^2+(-39,62)^2+(-37,24)^2+(-38,91)^2+(-40)^2+(-39,56)^2+(-38,87)^2+(-34,32)^2+(-33,64)^2}} = -0,341$
- $r_{55} = \frac{-40}{\sqrt{(-39,80)^2+(-39,62)^2+(-37,24)^2+(-38,91)^2+(-40)^2+(-39,56)^2+(-38,87)^2+(-34,32)^2+(-33,64)^2}} = -0,350$
- $r_{65} = \frac{-39,56}{\sqrt{(-39,80)^2+(-39,62)^2+(-37,24)^2+(-38,91)^2+(-40)^2+(-39,56)^2+(-38,87)^2+(-34,32)^2+(-33,64)^2}} = -0,346$

- $r_{75} = \frac{-38,87}{\sqrt{(-39,80)^2+(-39,62)^2+(-37,24)^2+(-38,91)^2+(-40)^2+(-39,56)^2+(-38,87)^2+(-34,32)^2+(-33,64)^2}} = -0,340$
- $r_{85} = \frac{-34,32}{\sqrt{(-39,80)^2+(-39,62)^2+(-37,24)^2+(-38,91)^2+(-40)^2+(-39,56)^2+(-38,87)^2+(-34,32)^2+(-33,64)^2}} = -0,301$
- $r_{95} = \frac{-33,64}{\sqrt{(-39,80)^2+(-39,62)^2+(-37,24)^2+(-38,91)^2+(-40)^2+(-39,56)^2+(-38,87)^2+(-34,32)^2+(-33,64)^2}} = -0,295$

Adım 3: Ağırlıklandırılmış normalize karar matrisinin (V) oluşturulması

$V_{11} = 0,352 \times 0,2 = 0,070$

$V_{21} = 0,262 \times 0,2 = 0,052$

$V_{31} = 0,362 \times 0,2 = 0,072$

$V_{41} = 0,396 \times 0,2 = 0,079$

$V_{51} = 0,425 \times 0,2 = 0,085$

$V_{61} = 0,383 \times 0,2 = 0,077$

$V_{71} = 0,160 \times 0,2 = 0,032$

$V_{81} = 0,245 \times 0,2 = 0,049$

$V_{91} = 0,328 \times 0,2 = 0,066$

$V_{12} = -0,04 \times 0,2 = -0,008$

$V_{22} = -0,094 \times 0,2 = -0,019$

$V_{32} = 0,082 \times 0,2 = 0,016$

$V_{42} = 0,350 \times 0,2 = 0,069$

$V_{52} = 0,524 \times 0,2 = 0,105$

$V_{62} = 0,218 \times 0,2 = 0,044$

$V_{72} = -0,311 \times 0,2 = -0,062$

$V_{82} = -0,011 \times 0,2 = -0,002$

$V_{92} = 0,666 \times 0,2 = 0,133$

$V_{13} = -0,369 \times 0,2 = -0,074$

$V_{23} = -0,359 \times 0,2 = -0,072$

$V_{33} = -0,287 \times 0,2 = -0,057$

$V_{43} = -0{,}349 \times 0{,}2 = -0{,}070$

$V_{53} = -0{,}303 \times 0{,}2 = -0{,}061$

$V_{63} = -0{,}285 \times 0{,}2 = -0{,}057$

$V_{73} = -0{,}368 \times 0{,}2 = -0{,}074$

$V_{83} = -0{,}326 \times 0{,}2 = -0{,}065$

$V_{93} = -0{,}341 \times 0{,}2 = -0{,}068$

$V_{14} = 0{,}429 \times 0{,}2 = 0{,}086$

$V_{24} = 0{,}258 \times 0{,}2 = 0{,}052$

$V_{34} = 0{,}382 \times 0{,}2 = 0{,}076$

$V_{44} = 0{,}348 \times 0{,}2 = 0{,}070$

$V_{54} = 0{,}293 \times 0{,}2 = 0{,}059$

$V_{64} = 0{,}322 \times 0{,}2 = 0{,}064$

$V_{74} = 0{,}364 \times 0{,}2 = 0{,}073$

$V_{84} = 0{,}313 \times 0{,}2 = 0{,}063$

$V_{94} = 0{,}249 \times 0{,}2 = 0{,}050$

$V_{15} = -0{,}349 \times 0{,}2 = -0{,}070$

$V_{25} = -0{,}347 \times 0{,}2 = -0{,}070$

$V_{35} = -0{,}326 \times 0{,}2 = -0{,}065$

$V_{45} = -0{,}341 \times 0{,}2 = -0{,}068$

$V_{55} = -0{,}350 \times 0{,}2 = -0{,}070$

$V_{65} = -0{,}346 \times 0{,}2 = -0{,}069$

$V_{75} = -0{,}340 \times 0{,}2 = -0{,}068$

$V_{85} = -0{,}301 \times 0{,}2 = -0{,}060$

$V_{95} = -0{,}295 \times 0{,}2 = -0{,}059$

Adım 4: Pozitif ideal (A^*) ve negatif ideal (A^-) çözümlerin oluşturulması

Pozitif ideal çözüm değerleri:

$A^* = \{(0{,}085), (0{,}133), (-0{,}057), (0{,}086), (-0{,}059)\}$

Negatif ideal çözüm değerleri:

$$A^{-} = \{(0{,}032), (-0{,}062), (-0{,}074), (0{,}050), (-0{,}070)\}$$

Adım 5: İdeal ve negatif ideal noktalara olan uzaklık değerlerinin oluşturulması

$$S_1^* = \sqrt{\sum_{j=1}^{n}(0{,}070 - 0{,}085)^2 + (-0{,}008 - 0{,}133)^2 + (-0{,}074 + 0{,}057)^2 + (0{,}086 - 0{,}086)^2 + (-0{,}070 + 0{,}059)^2} = 0{,}143$$

$$S_2^* = \sqrt{\sum_{j=1}^{n}(0{,}052 - 0{,}085)^2 + (-0{,}019 - 0{,}133)^2 + (-0{,}072 + 0{,}057)^2 + (0{,}052 - 0{,}086)^2 + (-0{,}069 + 0{,}059)^2} = 0{,}160$$

$$S_3^* = \sqrt{\sum_{j=1}^{n}(0{,}072 - 0{,}085)^2 + (0{,}016 - 0{,}133)^2 + (-0{,}057 + 0{,}057)^2 + (0{,}076 - 0{,}086)^2 + (-0{,}065 + 0{,}059)^2} = 0{,}118$$

$$S_4^* = \sqrt{\sum_{j=1}^{n}(0{,}079 - 0{,}085)^2 + (0{,}069 - 0{,}133)^2 + (-0{,}070 + 0{,}057)^2 + (0{,}070 - 0{,}086)^2 + (-0{,}068 + 0{,}059)^2} = 0{,}068$$

$$S_5^* = \sqrt{\sum_{j=1}^{n}(0{,}085 - 0{,}085)^2 + (0{,}105 - 0{,}133)^2 + (-0{,}061 + 0{,}057)^2 + (0{,}059 - 0{,}086)^2 + (-0{,}070 + 0{,}059)^2} = 0{,}041$$

$$S_6^* = \sqrt{\sum_{j=1}^{n}(0{,}077 - 0{,}085)^2 + (0{,}044 - 0{,}133)^2 + (-0{,}057 + 0{,}057)^2 + (0{,}064 - 0{,}086)^2 + (-0{,}069 + 0{,}059)^2} = 0{,}093$$

$$S_7^* = \sqrt{\sum_{j=1}^{n}(0{,}032 - 0{,}085)^2 + (-0{,}062 - 0{,}133)^2 + (-0{,}074 + 0{,}057)^2 + (0{,}073 - 0{,}086)^2 + (-0{,}068 + 0{,}059)^2} = 0{,}204$$

$$S_8^* = \sqrt{\sum_{j=1}^{n}(0{,}049 - 0{,}085)^2 + (-0{,}002 - 0{,}133)^2 + (-0{,}065 + 0{,}057)^2 + (0{,}063 - 0{,}086)^2 + (-0{,}060 + 0{,}059)^2} =$$

$0{,}142$

$$S_9^* = \sqrt{\sum_{j=1}^{n}(0{,}065 - 0{,}085)^2 + (0{,}133 - 0{,}133)^2 + (-0{,}068 + 0{,}057)^2 + (0{,}050 - 0{,}086)^2 + (-0{,}059 + 0{,}059)^2} =$$

$0{,}042$

$$S_1^- = \sqrt{\sum_{j=1}^{n}(0{,}070 - 0{,}032)^2 + (-0{,}008 + 0{,}062)^2 + (-0{,}074 + 0{,}074)^2 + (0{,}086 - 0{,}050)^2 + (-0{,}070 + 0{,}070)^2} =$$

$0{,}075$

$$S_2^- = \sqrt{\sum_{j=1}^{n}(0{,}052 - 0{,}032)^2 + (-0{,}019 + 0{,}062)^2 + (-0{,}072 + 0{,}074)^2 + (0{,}052 - 0{,}050)^2 + (-0{,}069 + 0{,}070)^2} =$$

$0{,}160$

$$S_3^- = \sqrt{\sum_{j=1}^{n}(0{,}072 - 0{,}032)^2 + (0{,}016 + 0{,}062)^2 + (-0{,}057 + 0{,}074)^2 + (0{,}076 - 0{,}050)^2 + (-0{,}065 + 0{,}070)^2} =$$

$0{,}118$

$$S_4^- = \sqrt{\sum_{j=1}^{n}(0{,}079 - 0{,}032)^2 + (0{,}069 + 0{,}062)^2 + (-0{,}070 + 0{,}074)^2 + (0{,}070 - 0{,}050)^2 + (-0{,}068 + 0{,}070)^2} =$$

$0{,}068$

$$S_5^- = \sqrt{\sum_{j=1}^{n}(0{,}085 - 0{,}032)^2 + (0{,}105 + 0{,}062)^2 + (-0{,}061 + 0{,}074)^2 + (0{,}059 - 0{,}050)^2 + (-0{,}070 + 0{,}070)^2} =$$

$0{,}041$

$$S_6^- = \sqrt{\sum_{j=1}^{n}(0{,}077 - 0{,}032)^2 + (0{,}044 + 0{,}062)^2 + (-0{,}057 + 0{,}074)^2 + (0{,}064 - 0{,}050)^2 + (-0{,}069 + 0{,}070)^2} =$$

$0{,}093$

$$S_7^- = \sqrt{\sum_{j=1}^{n}(0{,}032 - 0{,}032)^2 + (-0{,}062 + 0{,}062)^2 + (-0{,}074 + 0{,}074)^2 + (0{,}073 - 0{,}050)^2 + (-0{,}068 + 0{,}070)^2} =$$

$0{,}204$

$S_8^- =$

$\sqrt{\sum_{j=1}^{n}(0{,}049 - 0{,}032)^2 + (-0{,}002 + 0{,}062)^2 + (-0{,}065 + 0{,}074)^2 + (0{,}063 - 0{,}050)^2 + (-0{,}060 + 0{,}070)^2} =$

$0{,}142$

$S_9^- =$

$\sqrt{\sum_{j=1}^{n}(0{,}065 - 0{,}032)^2 + (0{,}133 + 0{,}062)^2 + (-0{,}068 + 0{,}074)^2 + (0{,}050 - 0{,}050)^2 + (-0{,}059 + 0{,}070)^2} =$

$0{,}042$

Adım 6: İdeal Çözüme Göreli Yakınlığın Hesaplanması

$$C_1^* = \frac{0{,}075}{0{,}075 + 0{,}143} = 0{,}345$$

$$C_2^* = \frac{0{,}048}{0{,}048 + 0{,}160} = 0{,}231$$

$$C_3^* = \frac{0{,}094}{0{,}094 + 0{,}118} = 0{,}443$$

$$C_4^* = \frac{0{,}141}{0{,}141 + 0{,}068} = 0{,}676$$

$$C_5^* = \frac{0{,}176}{0{,}176 + 0{,}041} = \mathbf{0{,}811}$$

$$C_6^* = \frac{0{,}117}{0{,}117 + 0{,}093} = 0{,}557$$

$$C_7^* = \frac{0{,}023}{0{,}023 + 0{,}204} = 0{,}101$$

$$C_8^* = \frac{0{,}065}{0{,}065 + 0{,}142} = 0{,}314$$

$$C_9^* = \frac{0{,}199}{0{,}199 + 0{,}042} = \mathbf{0{,}825}$$

EK 5. Optimum olarak belirlenen kalite kriterlerinin iyileşme/kötüleşme oranlarının hesaplanması

1. DP9 Kompozit Filmi İçin İyileşme/Kötüleşme Oranlarının Hesaplanması

Referans PVA1 filmine göre yapılan hesaplamalar;

✓ Sertlik (MPa) = $\left[\left(\frac{304,807-455,074}{455,074}\right)*100\right] = \%-33,02$

✓ Elastisite modülü (GPa) = $\left[\left(\frac{38,759-2,89}{2,89}\right)*100\right] = \%1241,14$

✓ Temas açısı (˚) = $\left[\left(\frac{33,41-51,38}{51,38}\right)*100\right] = \%-34,98$

✓ Özgül ısı kapasitesi (J/g*˚C) = $\left[\left(\frac{1,521-1,951}{1,951}\right)*100\right] = \%-22,04$

✓ Ağırlık kaybı (%) = $\left[\left(\frac{48,08-57,18}{57,18}\right)*100\right] = \%-15,92$

2. DP5 Kompozit Filmi İçin İyileşme/Kötüleşme Oranlarının Hesaplanması

Referans PVA1 filmine göre yapılan hesaplamalar;

✓ Sertlik (MPa) = $\left[\left(\frac{1658,932-455,074}{455,074}\right)*100\right] = \%264,54$

✓ Elastisite modülü (GPa) = $\left[\left(\frac{17,735-2,89}{2,89}\right)*100\right] = \%513,67$

✓ Temas açısı (˚) = $\left[\left(\frac{22,68-51,38}{51,38}\right)*100\right] = \%-55,86$

✓ Özgül ısı kapasitesi (J/g*˚C) = $\left[\left(\frac{1,637-1,951}{1,951}\right)*100\right] = \%-16,09$

✓ Ağırlık kaybı (%) = $\left[\left(\frac{99,98-57,18}{57,18}\right)*100\right] = \%74,85$

3. DPG9 Kompozit Filmi İçin İyileşme/Kötüleşme Oranlarının Hesaplanması

Referans PVA2 filmine göre yapılan hesaplamalar;

✓ Sertlik (MPa) = $\left[\left(\frac{450,131-807,308}{807,308}\right)*100\right] = \%-44,24$

✓ Elastisite modülü (GPa) = $\left[\left(\frac{2,184-2,392}{2,392}\right)*100\right] = \%-8,70$

✓ Temas açısı (˚) = $\left[\left(\frac{43,43-49,07}{49,07}\right)*100\right] = \%-11,49$

✓ Özgül ısı kapasitesi (J/g*˚C) = $\left[\left(\frac{1,869-2,13}{2,13}\right)*100\right] = \%-12,25$

✓ Ağırlık kaybı (%) = $\left[\left(\frac{98,66-97,06}{97,06}\right)*100\right] = \%1,65$

4. DPA7 Kompozit Filmi İçin İyileşme/Kötüleşme Oranlarının Hesaplanması

Referans PVA2 filmine göre yapılan hesaplamalar;

✓ Sertlik (MPa) = $\left[\left(\frac{994,514-807,308}{807,308}\right)*100\right] = \%23,19$

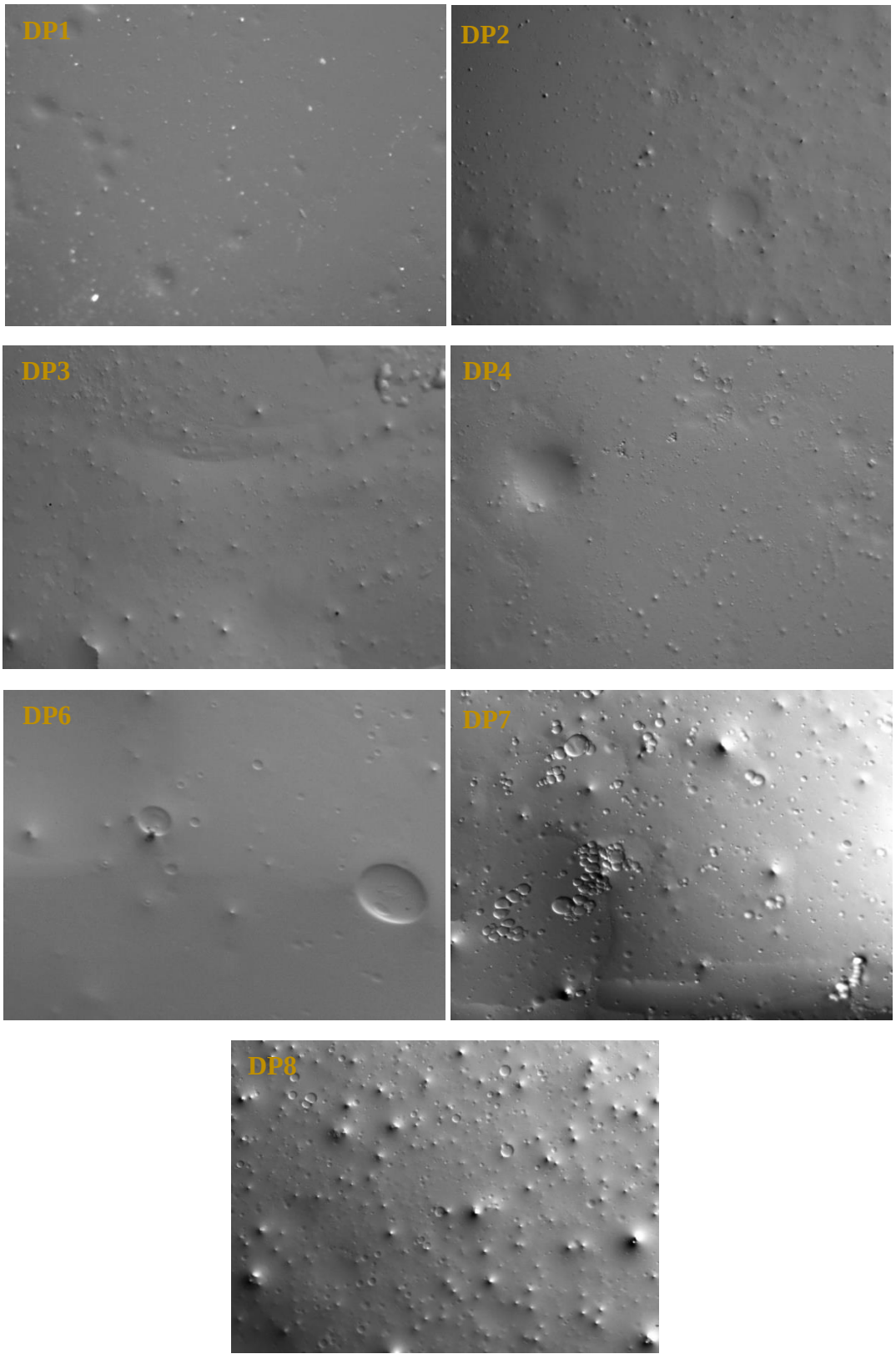
✓ Elastisite modülü (GPa) = $\left[\left(\frac{4,457-2,392}{2,392}\right)*100\right] = \%86,33$

✓ Temas açısı (˚) = $\left[\left(\frac{36,09-49,07}{49,07}\right)*100\right] = \%-26,45$

✓ Özgül ısı kapasitesi (J/g*˚C) = $\left[\left(\frac{1,795-2,13}{2,13}\right)*100\right] = \%-15,73$

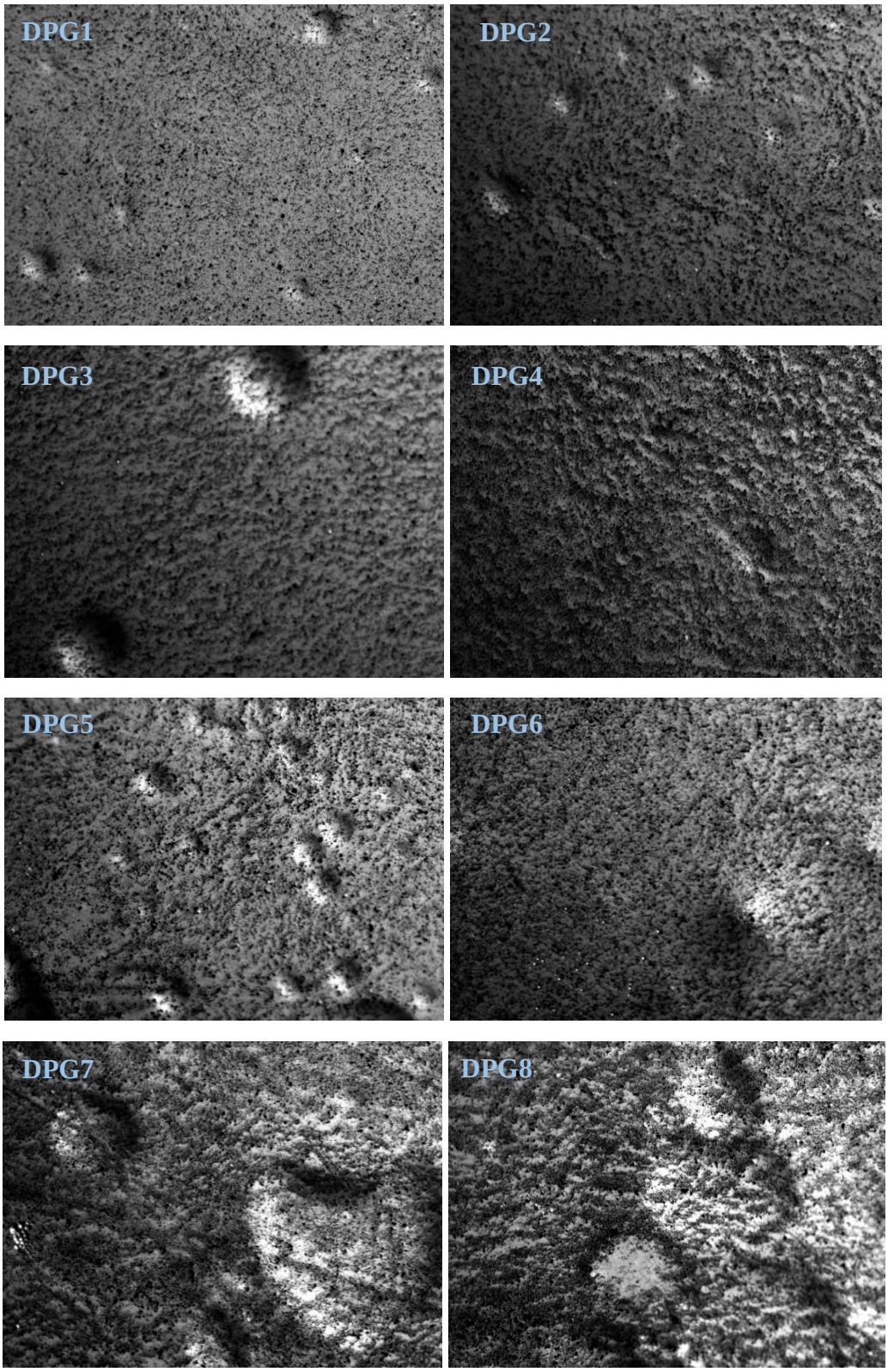
✓ Ağırlık kaybı (%) = $\left[\left(\frac{92,13-97,06}{97,06}\right)*100\right] = \%-5,08$

EK 6. Kompozit filmlerin optik mikroskop görüntüleri



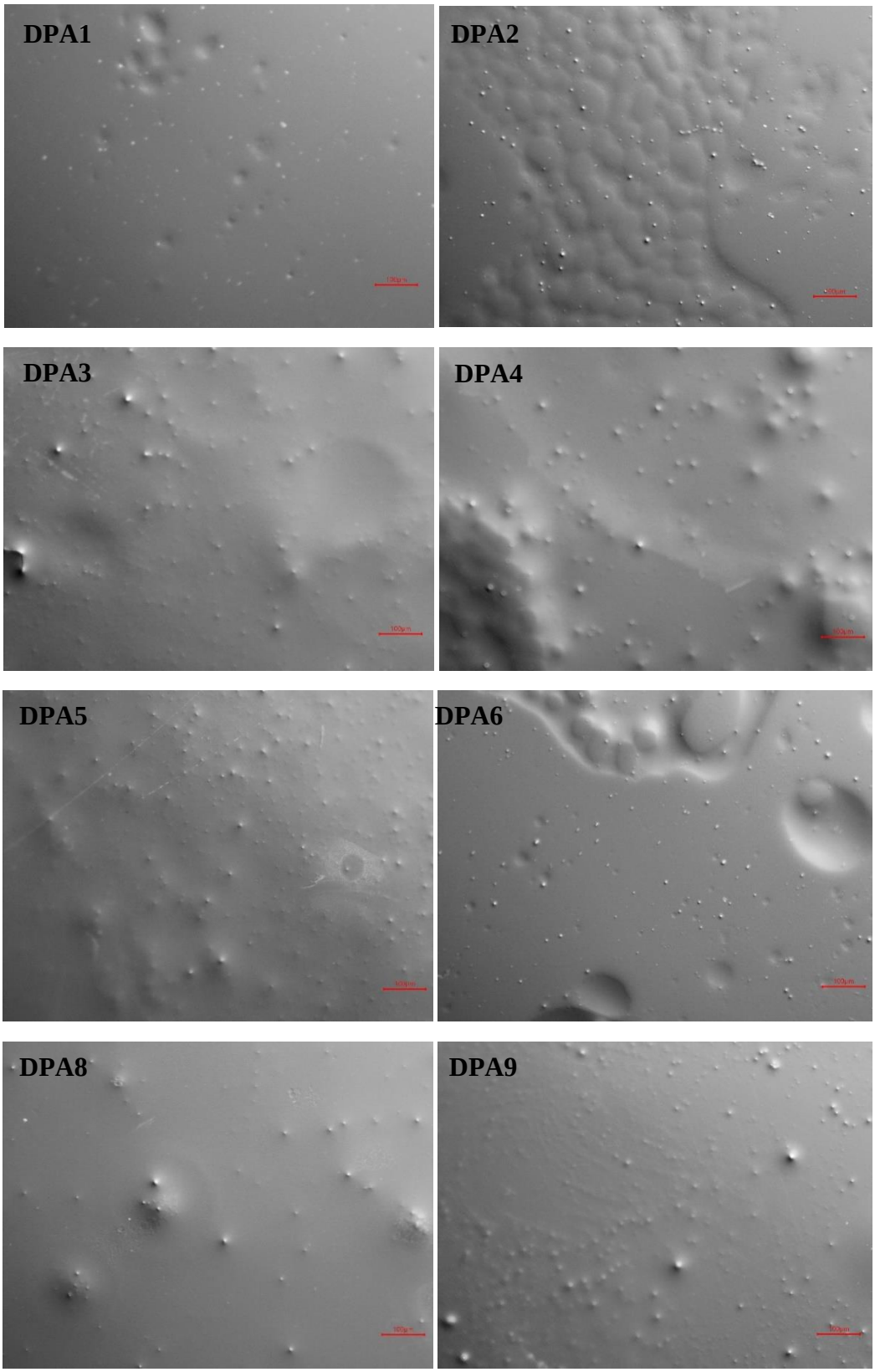
Şekil Ek.6.1 DP kompozit filmlerinin optik mikroskop görüntüleri

EK 6. (devam) Kompozit filmlerin optik mikroskop görüntüleri



Şekil Ek.6.2 DPG kompozit filmlerinin optik mikroskop görüntüleri

EK 6. (devam) Kompozit filmlerin optik mikroskop görüntüleri



Şekil Ek.6.3 DPA kompozit filmlerinin optik mikroskop görüntüleri

ÖZGEÇMİŞ

Kişisel Bilgiler

Adı ve Soyadı : Özge BİLDİ CERAN

Eğitim

Doktora	Çankırı Karatekin Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Kimya Mühendisliği Anabilim Dalı	2015-Halen
Yüksek Lisans	Gazi Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Kimya Mühendisliği Anabilim Dalı	2012-2015
Lisans	Gazi Üniversitesi Mühendislik-Mimarlık Fakültesi Kimya Mühendisliği Bölümü	2007-2011

İş Deneyimi

Yıl	**Kurum**	**Görev**
2014-Halen	ÇAKÜ, Kimya Müh. Böl.	Arş. Görevlisi