




**T.C.**

**SELÇUK ÜNİVERSİTESİ**

**FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**

# Ag ve Co NANOPARÇACIK KATKILI POLİVİNİL BUTİRAL NANOKOMPOZİTLERİNİN FİZİKSEL, MEKANİK ve RADAR SOĞURMA ÖZELLİKLERİNİN ARAŞTIRILMASI

**Erdi AKMAN**

**DOKTORA TEZİ**

**Makine Mühendisliği Anabilim Dalı**

**Kasım-2019**
**KONYA**
**Her Hakkı Saklıdır**

# ÖZET

## DOKTORA TEZİ

## Ag ve Co NANOPARÇACIK KATKILI POLİVİNİL BUTİRAL NANOKOMPOZİTLERİNİN FİZİKSEL, MEKANİK ve RADAR SOĞURMA ÖZELLİKLERİNİN ARAŞTIRILMASI

**Erdi AKMAN**

**Selçuk Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü**
**Makine Mühendisliği Anabilim Dalı**

**Danışman: Prof. Dr. Ahmet AVCI**
**2. Danışman: Prof. Dr. Savaş SÖNMEZOĞLU**

**2019, 124 sayfa**

**Jüri**
**Prof. Dr. Ahmet AVCI**
**Prof. Dr. Hayrettin DÜZCÜKOĞLU**
**Prof. Dr. Ömer Sinan ŞAHİN**
**Doç. Dr. Mehmet BAĞCI**
**Dr. Öğr. Üyesi Gürol ÖNAL**

Bu tez çalışmasında, ark deşarj yöntemi ile saf gümüş (Ag) ve kobalt (Co) nanoparçacıklar (NPs)'nın sentezi yapılmış ve bu NPs farklı oranlarda polivinil butiral (PVB) polimerine katkısı yapılarak PVB-tabanlı nanokompozitlerin üretimi gerçekleştirilmiştir. Üretilen NPs'ın saf halde olup olmadığının belirlenmesi için X-ışınları difraktometresi (XRD) analizi yapılmıştır. Nanokompozitler üretilirken katkı elemanı olarak % 1.0 oranında Ag NPs, % 1.0 oranında Co NPs, % 0.5 oranında Ag:Co NPs ve % 1.0 oranında Ag:Co NPs katkısı yapılarak elde edilmiştir. Üretilen nanokompozitlerin yüzey mofojilerinin araştırılması için taramalı elektron mikroskobu (SEM) ve atomik kuvvet mikroskobu (AFM) analizleri yapılmıştır. SEM görüntülerinden katkıyla beraber ciddi yüzey değişimlerinin meydana geldiği gözlemlenmiştir. Ayrıca, nanokompozitler için yapılan FTIR analizlerinde katkısı yapılan NPs ile polimer etkileşiminin sonucu olarak başta mekanik ve termal özellikleri olmak üzere birçok özelliğinin iyileşme gösterdiği görülmüştür. Nitekim saf PVB polimerine kıyasla tüm nanokompozitlerin hem çekme gerilmesi (σ) hem de elastite modülü (E) ciddi artış göstermiştir. Aynı şekilde düşük sıcaklıklarda katkının etkisiyle beraber nanokompozitlerin termal kararlılık kazandığı anlaşılmıştır. Bununla beraber, üretilen saf PVB filminin ve % 1.0 Ag:Co NPs katkısı yapılarak üretilen nanokompozit filminin radar dalgasının süper yüksek frekans bandı için ölçümleri alınmıştır. Elde edilen yansıma kaybı frekans eğrisine göre saf PVB 2.29 GHz frekans değerinde -4 dB'lik soğurum yaparken, % 1.0 Ag:Co NPs katkılı nanokompozit -15 dB'lik bir dalga soğurumunun yaptığı tespit edilmiştir. Elde edilen tüm bu sonuçlar göz önüne alındığında, PVB polimerinin sahip olduğu özelliklerin yapılan katkı ile daha da geliştiği ve bu gelişme ile birlikte kullanım alanının daha da artacağı anlaşılmıştır.

**Anahtar Kelimeler:** Ag ve Co nanoparçacık (NPs), Ark deşarj yöntemi, Karakterizasyon yöntemleri, Nanokompozitler, NPs sentezi, Polivinil butiral (PVB).

# ABSTRACT

## Ph.D THESIS

## INVESTIGATION of PHYSICAL, MECHANICAL and RADIO FREQUENCY ABSORPTION PROPERTIES of Ag and Co NANOPARTİCLES DOPED THE POLYVINYL BUTYRAL NANOCOMPOSITES

**Erdi AKMAN**

**THE GRADUATE SCHOOL OF NATURAL AND APPLIED SCIENCE OF SELÇUK UNIVERSITY**
**THE DEGREE OF DOCTOR OF PHILOSOPHY**
**IN MECHANICAL ENGINEERING**

**Advisor: Prof. Dr. Ahmet AVCI**
**2nd advisor: Prof. Dr. Savaş SÖNMEZOĞLU**

**2019, 124 pages**

**Jury**
**Prof. Dr. Ahmet AVCI**
**Prof. Dr. Hayrettin DÜZCÜKOĞLU**
**Prof. Dr. Ömer Sinan ŞAHİN**
**Assoc. Prof. Dr. Mehmet BAĞCI**
**Asst. Prof. Dr. Gürol ÖNAL**

In this thesis study, the synthesis of pure silver (Ag) and cobalt (Co) nanoparticles (NPs) was carried out with arc discharge method, and these NPs were doped to polyvinyl butyral (PVB) polymer at different rates to produce PVB-based nanocomposites. To determine whether the produced NPs were pure or not, X-ray diffractometer (XRD) analysis was made. When the nanocomposites were produced, 1.0% Ag NPs, 1.0% Co NPs, 0.5% Ag:Co NPs, and 1.0% Ag:Co NPs were used as doping. To investigate the surface morphologies of the nanocomposites, scanning electron microscope (SEM) and atomic force microscopy (AFM) analyses were made. It was observed in the SEM images that serious surface changes occurred with the doping. In addition, in the FTIR analysis that were made for nanocomposites, it was observed that there were improvements in many characteristics mainly in mechanical and thermal characteristics as a result of the interaction of NPs with polymer. As a matter of fact, both the tensile stress ($\sigma$) and the elasticity modulus (E) of all nanocomposites increased at a significant level compared to pure PVB polymer. Similarly, it was understood that nanocomposites had thermal stability with the effect of the doping in low temperatures. In addition, the radar wave measurements of the pure PVB film and nanocomposite film, which was produced by doping 1.0% Ag:Co NPs, was also carried out. It was determined according to the reflection loss frequency curve that pure PVB adsorption at 2.29 GHz frequency at -4 dB, and the nanocomposite to which 1.0% Ag:Co NPs was added had a wave adsorption at -15 dB. In the light of these data, it was understood that the characteristics of PVB polymer improved with the doping, and the usage area of it will also increase with this improvement.

**Keywords:** Ag ve Co nanoparticles (NPs), Arc discharge method, Characterization methods, Nanocomposites, NPs synthesis, Polyvinyl butyral (PVB).

# ÖNSÖZ

Yapmış olduğum bu doktora tez çalışmalarım süresince beni her konuda yönlendiren ve engin bilgisi ile problemlerimizi çözen saygıdeğer danışmanım Sayın Prof. Dr. Ahmet AVCI hocama sonsuz teşekkür ederim. Ayrıca lisans yıllarımdan bugüne kadar ki süreçte beni maddi manevi her türlü konuda destekleyen, çoğu zaman bir abi yaklaşımıyla yanımızda olduğunu hissettiren, gerek çalışma azmiyle gerekse de hayattaki duruşuyla bana örnek olan ikinci danışmanım Sayın Prof. Dr. Savaş SÖNMEZOĞLU'na teşekkürü bir borç bilirim.

Karamanoğlu Mehmetbey Üniversitesi bulunan Nanoteknoloji Ar-Ge laboratuvarındaki çalışma arkadaşlarım Dr. Öğr. Üyesi Mahir Gülen'e, Arş. Gör. Dr. Seçkin AKIN'a, Arş. Gör. İsmail Cihan Kaya'ya, Hanife ARSLAN'a ve Ayşe CULU'ya teşekkür ediyorum. Ayrıca, Karamanoğlu Mehmetbey Üniversitesi Bilimsel ve Teknolojik Araştırmalar Uygulama ve Araştırma Merkezi (BİLTEM)'deki tüm çalışma arkadaşlarıma teşekkür ederim. Son olarak, Konya Teknik Üniversitesi Makine Mühendisliği Anabilim Dalı'nda bulunan Arş. Gör. Ahmet Caner TATAR'a desteklerinden ötürü teşekkür ederim.

Yapmış olduğum bu tez çalışmasında numunelerimin termal özelliklerinin analizinde bana yardımcı olan Arş. Gör. Dr. Erkin AKDOĞAN'a, çekme deneyi sürecinde yardımlarını esirgemeyen Arş. Gör. Dr. Mehmet ŞAHBAZ'a ve DMA analizlerinde yardımcı olan Dr. Öğr. Üyesi Volkan ESKİZEYBEK'e ve M. Sevban AKKAYA'ya teşekkür ederim. Ayrıca, numunelerin radar soğurma özelliklerinin araştırılmasında bana gerekli desteği veren Doç. Dr. Enes YİĞİT hocama ve Arş. Gör. Hüseyin DUYSAK'a ayrıca teşekkür etmek istiyorum.

Doktora TEZ sürecinde gösterdikleri ilgi ve yaptıkları önerilerle tez çalışmalarıma katkı sağlayan Prof. Dr. Hayrettin DÜZCÜKOĞLU ve Dr. Öğr. Üyesi Gürol ÖNAL hocalarıma teşekkürlerimi sunuyorum.

Ayrıca, yapmış olduğum bu tezi 18201007 numaralı tez projesi ile finansal olarak destekleyen Selçuk Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Koordinatörlüğü (BAP)'ne katkılarından ötürü teşekkür ederim.

Son olarak, manevi destek kaynağım olan ve varlığının kutsallığına inandığım kıymetli aileme her türlü destekleri için sonsuz teşekkürlerimi sunuyorum.

Erdi AKMAN
Konya-2019

# İÇİNDEKİLER

**ÖZET** ..... **iv**

**ABSTRACT** ..... **v**

**ÖNSÖZ** ..... **vi**

**İÇİNDEKİLER** ..... **vii**

**SİMGELER VE KISALTMALAR** ..... **ix**

**1. GİRİŞ** ..... **1**

1.1. Kompozit Malzemeler ve Sınıflandırılması ..... 4
1.1.1. Metal matrisli kompozitler ..... 4
1.1.2. Seramik matrisli kompozitler ..... 5
1.1.3. Polimer matrisli kompozitler ..... 6
1.1.4. Kompoziti oluşturan matris malzemelerin karşılaştırılması ..... 7
1.2. Nanokompozit Malzemeler ve Sınıflandırılması ..... 8
1.2.1. Metal matrisli nanokompozitler ..... 8
1.2.2. Seramik matrisli nanokompozitler ..... 8
1.2.3. Polimer matrisli nanokompozitler ..... 9
1.2.4. Polimer matrisli nanokompozitlerin üretim yöntemleri ..... 9
1.2.4.1. Yerinde (in situ) polimerizasyon ..... 9
1.2.4.2. Eriyik halinde üretim metodu ..... 10
1.2.4.3. Çözelti halinde üretim metodu ..... 11
1.2.5. Bir matris polimeri olarak PVB ..... 11
1.3. Nanokompozit Malzemelerin Takviye Elemanları ..... 15
1.3.1. Karbon tabanlı takviyeler ..... 15
1.3.1.1. Karbon nanotüpler ..... 15
1.3.1.2. Karbon fiberler ..... 16
1.3.1.3. Grafen ..... 17
1.3.2. Metal oksit tabanlı takviyeler ..... 18
1.3.3. Nano metal tabanlı takviyeler ..... 20
1.3.4. Takviye elemanı olarak Gümüş (Ag) ve Kobalt (Co) nano malzemeleri ..... 23
1.3.4.1. Nano-boyutta Ag ve özellikleri ..... 23
1.3.4.2. Nano-boyutta Co ve özellikleri ..... 25
1.4. Metal Nano Malzeme Üretim Yöntemleri ..... 27
1.5. Ark deşarj yöntemi ..... 28
1.5.1. Ark deşarj yöntemiyle nano malzeme üretim basamakları ..... 28
1.4.6.2. Ark deşarj yönteminde nanoparçacığın boyutuna etki eden parametreler ..... 30
1.6. Nanakompozitlerin Analiz Yöntemleri ..... 31
1.7. Nanokompozitlerin Elektromanyetik Teoremi ..... 35
1.7.1. Elektromanyetik dalgaların hızı ..... 36
1.7.2. Elektromanyetik dalgaların farklı kırlma indisli ortamlarda hızı ..... 38
1.7.3. Dalgaboyuna göre elektromanyetik spektrum ..... 38
1.7.1. Elektromanyetik dalgaları kullanarak cisim tespititnin yapılması ..... 39

**2. KAYNAK ARAŞTIRMASI ..... 41**

2.1. Ark Deşarj Yöntemiyle Nanoboyutlu Ag ve Co Sentezi Çalışmaları ..... 41
2.1.1. Ark deşarj yöntemiyle nanoboyutlu Ag çalışmaları..... 41
2.1.2. Ark deşarj yöntemiyle nanoboyutlu Co çalışmaları..... 44
2.2. PVB Tabanlı Polimerlere Nano-Boyutlu Parçacık Katkılayarak Hazırlanan Çalışmalar ..... 46

**3. MATERYAL VE YÖNTEM..... 52**

3.1. Tez Çalışmasında Kullanılan Malzemeler..... 52
3.2. Tezde Yapılan Deneysel Çalışmalar..... 52
3.2.1. Soğutma sıvısının belirlenmesi ..... 52
3.2.2. Polivinil butiral (PVB) polimerinin çözücüsünün belirlenmesi..... 53
3.2.3. Gümüş ve kobalt nano malzemelerinin üretilmesi..... 54
3.2.4. Nanokompozitlerin üretilmesi..... 56
3.3. Karektrizasyon için Kullanılan Ekipmanlar ..... 58

**4. ARAŞTIRMA SONUÇLARI VE TARTIŞMA..... 62**

4.1. Yapısal Özellikler ..... 62
4.1.1. Üretilen Ag ve Co NPs'nın yapısal özellikleri..... 62
4.1.2. Nanokompozitlerin yapısal özellikleri..... 64
4.2. Morfolojik Özellikler..... 71
4.2.1. Üretilen Ag ve Co NPs'nın morfojojik özellikleri..... 71
4.2.2. Nanokompozitlerin morfolojik özellikleri ..... 75
4.3. Optik Özellikler ..... 87
4.2.1. Üretilen Ag ve Co NPs'ın optik özellikleri..... 87
4.2.2. Üretilen nanokompozitlerin optik özellikleri ..... 88
4.4. Nanokompozitlerin Termal Özellikleri..... 90
4.5. Nanokompozitlerin Mekanik Özellikleri ..... 96
4.5.1. Nanokompozitlerin çekme testi sonuçları……..……97
4.5.2. Nanokompozitlerin sertlik testi sonuçları……99
4.5.3. Nanokompozitlerin dinamik mekanik analiz sonuçları……..…...100
4.6. Nanokompozitlerin Radar Soğurma Özellikleri ..... 104

**5. SONUÇLAR VE ÖNERİLER ..... 107**

5.1 Sonuçlar ..... 107
5.2 Öneriler ..... 109

**KAYNAKLAR ..... 110**

**ÖZGEÇMİŞ ..... 123**

## SİMGELER VE KISALTMALAR

**Simgeler**

| | |
|---|---|
| Å | :Angstrom |
| *a,b,c* | :Kristalografik örgü parametreleri |
| *A* | :Soğurma |
| Al | :Alüminyum |
| Ag | :Gümüş |
| Au | :Altın |
| β | :Yarı pik genişliğinin gösterimi |
| *c* | :Işık hızı |
| C | :Karbon |
| °C | :Santigrat derece |
| Cu | :Bakır |
| Co | :Kobalt |
| *d* | :Kristal düzlemleri arası mesafe |
| *D* | :Tanecik boyutu |
| *E* | :Elastisite modülü |
| *E* | :Enerji |
| *E* | :Enerji |
| *e* | :Elektron yükü |
| $E_g$ | :Yasak enerji band aralığı |
| *eV* | :Elektron volt |
| Fe | :Demir |
| *hkl* | :Miller indisleri |
| *hν* | :Fotonun enerjisi |
| *Hz* | :Frekans |
| *K* | :Scherrer sabiti |
| Ni | :Nikel |
| O | :Oksijen |
| *R* | :Yansıma |
| Si | :Silisyum |
| *T* | :Geçirgenlik |
| W | :Tungsten |
| Ω | :Ohm |
| $\Sigma_ç$ | :Çekme dayanımı |
| λ | :Dalgaboyu |
| Θ | :Açı |
| 2θ | :Kırınım açısı |

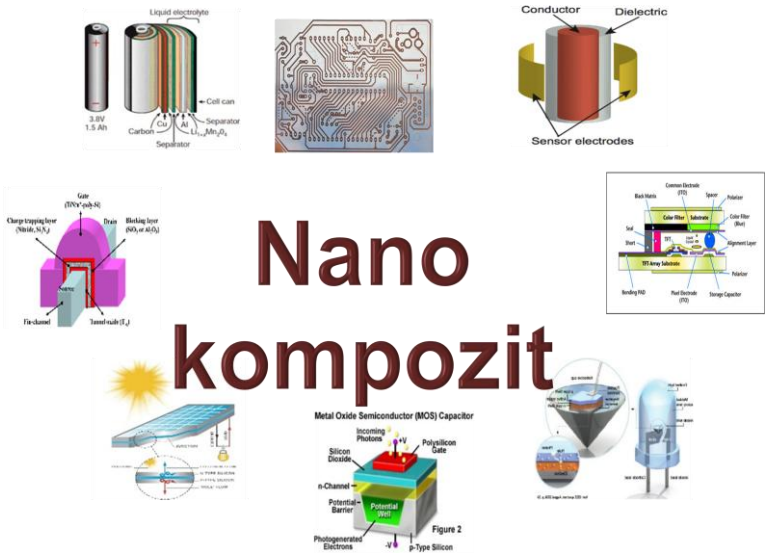
**Kısaltmalar**

| | |
|---|---|
| AFM | :Atomik kuvvet mikroskobu |
| CVD | :Kimyasal buhar biriktirme |
| DTG | :TGA'nın anlık türevi |
| DDSC | :DSC'nin anlık türevi |
| DSC | :Diferansiyel taramalı kalorimetre |
| DMA | :Dinamik mekanik analiz |
| EDAX | :Enerji dağılımlı X-ışını spektroskopisi |
| FE-SEM | :Alan emisyonu taramalı elektron mikroskobu |
| FTIR | :Fourier dönüşümü kızıl ötesi |
| FTO | :Flor katkılı kalay oksit |
| GPa | :Ciga Paskal |
| ITO | :Indiyum katkılı kalay oksit |
| KMK | :Karbon matrisli kompozitler |
| MMK | :Metal matrisli kompozitler |
| MPa | :Mega Paskal |
| MWCNT | :Çok duvarlı karbon nano-tüp |
| NPs | :Nanoparçacıklar |
| Pa | :Paskal |
| PL | :Fotolüminesans |
| PMK | :Polimer matrisli kompozitler |
| PVA | :Polivinil alkol |
| PVB | :Polivinil butiral |
| SEM | :Taramalı elektron mikroskobu |
| SMK | :Seramik matrisli kompozitler |
| TEM | :Geçirimli elektron mikroskobu |
| SWNT | :Tek duvarlı karbon nano-tüp |
| Tan ($\delta$) | :Depolamadaki kayıp oranı |
| TGA | :Termogravimetrik analizi |
| $TiO_2$ | :Titanyum dioksit |
| XPS | :X-ışını Foto-elektron Spektroskopisi |
| XRD | :X-ışınları difraktometresi |

# 1. GİRİŞ

Bilim dünyası teknolojinin ilerlemesi ile birlikte yeni malzeme geliştirme ve yeni buluşlar yapma konusunda büyük atılımlar yapmıştır. Bu buluşlar ise farklı kombinasyonlarla oluşturulan başta kompozitler, alaşımlar ve bileşikler olmak üzere çeşitli bileşim oranlarıyla elde edilen yeni malzemelerin oluşturulmasıdır. Kompozit malzemeler ise bu malzemeler içerinde en önemlilerinden biri olarak kapsamlı bir kullanım alanına sahiptir. Savunma sanayisinden ulaşım sektörüne kadar hemen hemen her alan, kompozit malzemelerin önemini kabul etmiş ve yaygın bir şekilde kullanmaya başlamışlardır. Kompozitin yaygın olarak bilinen fiziksel tanımı; farklı iki veya daha fazla malzemenin bir birleştirilerek daha iyi performanslı bir malzemenin ortaya çıkarılmasıdır. Kompozit yapılar takviye elemanları ve matris diyebileceğimiz iki farklı oluşumun belirli oranlarla bir araya getirilmesiyle oluşturulurlar. Matris yapı kompozit malzemede çatı görevi görmekte ve kompoziti bir arada tutma görevi yapmaktadır. Kompozit üzerine gelen kuvvetler ilk olarak matris tarafından karşılanır ve matris aracılığıyla takviye elemanlarına aktarılır. Ayrıca matris, takviye elemanlarının belirlenen yerlerinde kalmasını ve bulundukları pozisyonu korumalarında yardımcı olmaktadır. Takviye faz ise oluşturulan kompozit yapının tane büyüklüğünü kontrol ederek iletilen yüklere karşı koyar. Böylelikle matris fazın taşıyabileceği yük kapasitesinin arttırarak mukavemeti arttırır.

Kompozitlerin yanında hayatımıza girdiği günden beri sürekli gelişen, yepyeni malzeme özellikleri ile bizleri buluşturan bir diğer malzeme türü ise nanokompozitlerdir. Yapıyı oluşturan elemanlardan birinin nanoboyutta karıştırılması ile oluşturulan temel yapıya nanokompozit denmektedir. Nanokompozitler, bir matris içerisinde mikron-altı büyüklüğünde partiküllerin dağılması ile meydana getirilen nano bileşimli malzemelerdir (Şekil 1.2). Geniş bir alanı kapsayan nanokompozitler, makro boyutta hazırlanan kompozitlerde olduğu gibi kendini oluşturan malzemelerin özelliklerini tek bir malzemede taşırlar. Deneysel olarak yapılan çalışmalara göre nanokompozitler makro boyutta hazırlanan kompozitlere göre birçok üstün özellikler göstermektedir.




**Şekil 1.1**. Nanokompozitlerin kullanım alanları

Nanokompozitlerin malzemeye getirdiği üstünlükler;

- ✓ Özgül modülü arttırması,
- ✓ Termal, yapısal, optik ve morfolojik özelliklerini geliştirilmesi,
- ✓ Mekanik olarak güçlendirmesi,
- ✓ Yapılan nano malzeme katkısıyla birlikte ısıya karşı direncin yükseltilmesi,
- ✓ Malzemeye termal kararlılık özelliğinin kazandırılması,
- ✓ Katkı malzemesi türünün fazla olması sebebiyle arzu edilen özelliklerin kolayca verilebilmesi olarak sıralanabilir.




**Şekil 1.2.** Nanokompozitin oluşumu

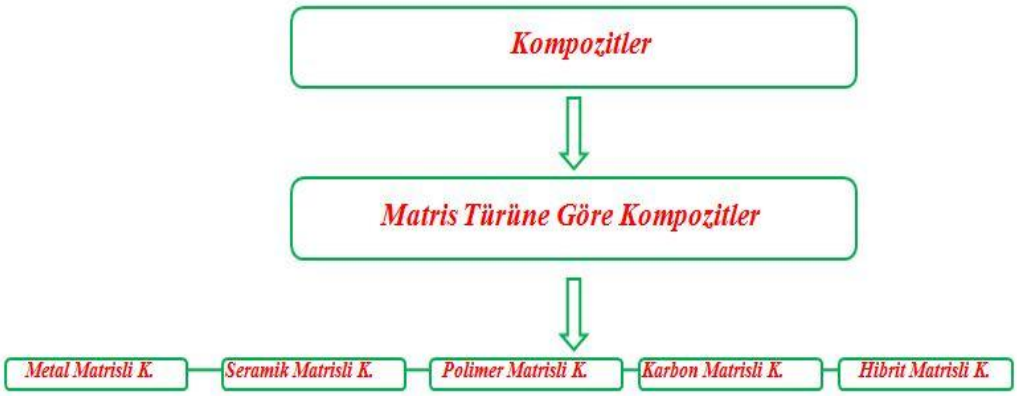
Nanokompozitler de tıpkı kompozitler gibi matris elemanlarının yanında takviye elemanlarından oluşmaktadır. İlerideki bölümlerde daha ayrıntılı olarak açıklanan matris türlerinden olan polimer tabanlı matris türleri, en yaygın kullanılan türdür. Polimer matrisli nanokompozitler; kolay şekil verilebilme kabiliyeti, optiksel özelliklerinin kolay bir şekilde ayarlanabilme özelliği, ekonomik olarak daha uygun olmaları ve üretim kolaylıkları sebebiyle geniş kullanım alanına sahiptir. Temel matrisini polimerin oluşturduğu bu nanokompozitlerin takviye elemanları ise genellikle karbon tabanlı

takviyeler, nanokil tabanlı takviyeler ve (NPs) tabanlı takviyelerin birleştirilmesiyle elde edilmektedir.

Bu tez çalışmasında, üretimini gerçekleştirdiğimiz nanokompozit malzemeler ise metal nanoparçacık katkılı polimer tabanlı nanokompozitlerdir. Üretimi yapılan nanokompozitlerin belirli özellikleri göz önüne alınarak üstün özelliklere sahip filmler elde edilmiştir. Üretilen polimer tabanlı nanokompozitlerde polimer kaynağı olarak hem darbe dayanımına dayanıklı hem de optik geçirgenliği yüksek olan polivinil butiral (PVB) polimeri kullanılmıştır. Nanoparçacık kaynağı olarak da iletkenlik derecesi yüksek gümüş ve manyetiklik derecesi iyi olan kobalt kaynağı kullanılmıştır. Kullanılan gümüş ve kobalt nanoparçacıkları yaygın olarak bilinen yöntem olan ark deşarj yöntemi ile üretilmiştir. Üretilen nanoparçacıklar, PVB polimerine belirli parametreleri göz önüne alınarak farklı oranlarda katkı yapılarak nanokompozitler oluşturululmuştur. Bu oranlar ise % 1.0 Ag katkısı, % 1.0 Co katkısı, % 0.5 Ag:Co eş-katkısı ve % 1.0 Ag:Co eş-katkısı şeklinde gerçekleştilmiştir. Bu katkı oranları ile birlikte üretimi gerçekleştirilen farklı nanokompozit filmlerinin başta mekanik, yapısal, termal, optik, morfolojik özellikleri ve radar dalgası soğurma özellikleri olmak üzere farklı özellikleri ayrıntılı olarak incelenmiştir.

## 1.1. Kompozit Malzemeler ve Sınıflandırılması

Kompozit malzemeleri üretirken kullanılabilecek malzeme sayısının bir hayli fazla olması, kompozitlerin gruplandırılması konusunda çeşitli tartışmalara neden olmuştur. Bu nedenle sınıflandırma konusunda kesin sınırlar çizmek mümkün olmamakla birlikte, matris bileşenlerinin ve takviye elemanlarının türüne göre genel sınıflandırmalar yapılmıştır. Kompozit malzemelerin takviye elemanları cinsinden sınıflandırılması parçacık takviyeli, fiber takviyeli, tabakalı ve karma kompozit olmak üzere 4 temel gruba ayrılmıştır (Sepet, 2014). Matris türüne göre sınıflandırmaları ise Şekil 1.3'de gösterilmiştir.




**Şekil 1.3.** Kompozitlerin matris türüne göre sınıflandırılması

### 1.1.1. Metal matrisli kompozitler

Artan ihtiyaçlarla birlikte artan yeni malzeme gereksinimi bilim insanlarını yeni ve daha fazla kullanım alanına sahip malzemeleri üretmeye itmiştir. Bunun en bariz örneklerinden birisi olan metal matrisli kompozitler (MMK)'dir. MMK'in yüksek sıcaklıklarda kullanılabiliyor olması ve daha yüksek spesifik mukavemet özelliği sayesinde kritik alanlarda kullanılmaktadır (Shukla ve ark., 2018; Kalemtaş, 2014). MMK malzemeler, arzu edilen özellikleri sağlamak üzere en az biri metal olmak kaydıyla iki veya daha fazla malzemenin belirli oranlarda birleştirilerek elde edilmesiyle oluşturulmaktadır. MMK malzemeler, metal matris içinde fiber veya partikül şeklinde takviye edilen diğer malzemelerle elde edilmektedir. MMK'in üretilmesindeki temel amaçlardan birisi ise alaşımlardan tam randımanlı performans alınamamasıdır. Takviye elemanının; miktarı, yapı içerisinde ki dağılımı, partikül boyutu, yüzey şekli, yanı sıra homojenliği gibi özellikler elde edilen kompozitin davranışını ciddi şekilde etkilemektedir. Bu nedenle MMK üretilirken dikkat edilecek parametreler oldukça fazladır. Örneğin, uzun fiberler, MMK yüksek mekanik performans ve dayanım kazandığı gözükürken kısa fiberlerin kullanılmasıyla bu özelliklerin tam olarak

sağlanamadığı görülmektedir. Piyasada kullanılan çeşitli MMK mevcut olmakla birlikte, bu çeşitler arasında alüminyum tabanlı MMK rezerv sıkıntısının olmaması, düşük yoğunluklu olması ve yüksek ısı iletimi özelliği sebebiyle piyasanın yaklaşık % 30'nu oluşturmaktadır (Kalemtaş, 2014). Takviye elemanı bakımından ise alüminyum oksit ($Al_2O_3$) ve silisyum karbür (SiC) ön plana çıkmaktadır (Shukla ve ark., 2018).

### 1.1.2. Seramik matrisli kompozitler

Seramik malzemeler, yüksek sıcaklığa karşı bozunmadan kalabilmeleri ve yoğunluğundan dolayı hafif malzeme olmaları (d=1.4-3.1 gr/cm$^3$) sebebiyle bilim dünyasının ilgisini çekmiştir. Seramik matrisli kompozit (SMK) malzemeler genellikle yüksek sıcaklık gerektiren yerlerde tercih edilirler. Sert ve kırılgan malzemeler olması sebebiyle her alanda kullanımı zordur. Bu nedenle çeşitli takviye elamanlarıyla birleştirilerek çeşitli özellikleri geliştirilmeye çalışılmıştır. Seramik kompozitler lithium peroksit-alüminyum oksit-silisyum dioksit ($Li_2O_2$-$Al_2O3$-$SiO_2$) ve baryum oksit-silisyum dioksit-nikel silikat BaO-$SiO_2$-$Al_2O_3$-$Si_3N_4$ gibi matrislerden hazırlanırken, takviye edici malzeme olarak ise başta SiC ve $Al_2O_3$ olmak üzere çeşitli katkı malzemeleri kullanılır (Yang ve Liu, 2014; Şahin, 2006).

Geniş bir kullanım alanına sahip olam SMK 4 ana yöntem ile üretilmektedirler. Bunlardan ilki "**ergitilmiş matrisin sızdırılması ve sıcak preslenme**" yöntemidir. Yaygın olarak cam seramik tabanlı malzemelerin elde edilmesi amacıyla kullanılan yöntemdir. İlk aşama olarak fiber formundaki ipliklerin, matris malzemesi içerisine sıvı halde dağıtılır. Sonra dağıtılmış matris bir kalıpta sıcak olarak preslenir. Cam seramikler bu yöntemin uygulanmasına oldukça elverişli olduğu için takviye malzemesi olarak süreksiz fiberler tercih edilir. Bu süreç tavlama sıcaklıklığı ve basıncı düşük olarak tabir edilen mertebelerde yapılmaktadır. Düşük sıcaklık ve basınç altında gerçekleştiriliyor olması; hem fiber-matris etkileşiminin minimuma inmesini sağlar hem de fiberlere gelen mekaniksel yükü azaltmaktadır (Kopeliovich, 2018). Diğer ise "**kimayasal buhar kaplama ve sızdırma**" yöntemidir. Bu yöntemde bir önceki yöntem gibi düşük sıcaklıklarda gerçekleştirilir. Üretim aşamasında malzeme üzerine herhangi bir basınç uygulanması gerektirmez. Ekonomik yani düşük maliyetli bir sistemi olması sebebiyle tercih edilen bir yöntemdir. Yavaş bir teknik olması, çoğu zaman istenilen yoğunluğun sağlanamaması bu yöntemin dezavantajlarındandır (Kopeliovich, 2018). Bir diğer yöntem ise **"kimyasal reaksiyonla bağlama**" yöntemidir. Fiber ilk başta Si elementi ile aynı ortama sokulur. Sonradan gaz azot ile birlikte tavlanarak fiberin etrafında silisyum nitrat

oluşumu sağlanır. Son aşama olarak, silisyum fiberin üzerine püskürtülerek kaplama gerçekleştirilir (Kopeliovich, 2018; Kumar ve ark., 2019). Bu üretim yöntemiyle yüksek kimyasal özellikler kazandırılmasına karşın, bu metot şu anda sadece basit şekilli parçalara uygulanabilmektedir. En son yöntem ise, "**toz metalürjisi yöntemi**"dir. İstenilen forma sahip bir kalıp içerisinde preslenerek ön mukavemet kazandırılan tozlar daha sonra tavlanarak güçlendirilir.

SMK'leri avantajlı kılan özellikler; yüksek sıcaklık dayanımı, yüksek korozyon direnci, düşük yoğunluklu olmaları, mukavim ve sert olmaları ve hafif olmaları iken dezavantajlı yapan özellikleri ise sert ve kırılgan olmaları, tasarlanma zorunluluğu ve akma dayanımının düşük olmasıdır.

### 1.1.3. Polimer matrisli kompozitler

Polimer malzemeler, son çeyrek yüzyılda ciddi gelişme göstererek hayatımızın her noktasında ve sanayinin neredeyse her uygulama alanında kullanılan malzemeler halini almıştır. Polimerler, belki bir metal ve çelik kadar çekici olmasa da barındırdığı özellikler bakımından merak edilen malzemeler haline gelmişlerdir. Polimerden imal edilen polimer matrisli kompozitlerin (PMK) baslıca hedefleri çelik/metal kadar sağlam olması, hafiflik, yüksek kullanım sıcaklıklarına dayanıklı malzeme olarak üretilmesidir. Günümüzde ileri mühendislik malzemelerinin kullanımında hiç şüphesiz ulaşım sektörü en büyük payı almaktadır. Özellikle kara ulaşım araçlarında çeşitli plastik malzemelerin kullanımı her geçen gün artmaktadır. Bu da polimer tabanlı kompozitin gerek hafiflik gerekse de maliyet anlamındaki avantajlarından dolayı ön plana çıkmasını sağlamaktadır **(**Shui ve ark., 2011**).**

Geniş kullanım alanına sahip olması hedeflenen PMK sadece hafiflik, mekanik dayanım gibi özellikler değil, aynı zamanda insan dokuları ile uyumlu olması sebebiyle tıbbı cihaz ve optik malzeme üretiminde de kullanılmaktadır. Polimer kompozitler, takviye elamanları bakımından 2 ana kategoride incelenebilir. Bu gruplar parçacık dolgulu kompozitler ve sürekli elyaf takviyeli gruplardır. Özellikle sürekli elyaf takviyeli çeşidi yüksek mukavemet, kolay üretim ve istenilen performans alınabildiğinden yaygın olarak kullanılan yöntemdir **(**Shui ve ark., 2011**).** PMK ise termoset ve termoplastik olmak üzere 2 temel formu mevcuttur. Termoset formu en yaygın kullanılan matris türüdür. Sıvı halde bulunanan bu tür ısıl işlem görerek sertleşir ve güçlenir. Termoset polimerlerin polimerizasyon süreci, termoplastiklerden farklı olarak geri dönüşü olmayan bir süreçtir. Yüksek sıcaklıklarda dahi yumuşamazlar. Bu bilinen en büyük

dezavantajıdır. Yüksek dayanım istenmeyen durumlarda yaygın olarak tercih edilen matris çeşidi polyester reçine grubudur (Akay, 2015). Gelişmiş kompozitlerin üretiminde ise genellikle epoksi reçinesi tercih edilmektedir. Termoplastik formu ise matris çeşidi bakımından kısıtlıdır. Termoplastikler düşük sıcaklıklarda sert halde bulunurlar verilen ısı yardımıyla yumuşatılıp tekrar istenilen şekle sokulabilirler (Li ve Strachan, 2015). Termosetlere göre dezavantajının matris elemanının sınırlı olması olsa da üstün kırılma tokluğu, hammaddenin kullanım süresinin uzun olması, tekrar şekillendirilebilme ve sertleşme sürecinde çözücülere ihtiyaç duyulmaması sebebiyle kullanımı bakımından tercih edileme olasılığını artırmaktadır (Li ve Strachan, 2015). Ayrıca atmosfer ortamında katı formlu termoplastik herhangi bir soğutucuya gerek kalmadan saklanabilirler.

### 1.1.4. Kompoziti oluşturan matris malzemelerin karşılaştırılması

Kompozit malzemeyi oluşturan temel malzemeler olan metaller, seramikler ve polimerler kendilerine göre belirli özellikler taşımaktadırlar. Taşıdıkları bu özellikler doğrudan kompozit yapıya etki etmektedir. Bu temel malzemeler yapı içerinde gerek matris elemanı gerekse de takviye elamanı olarak bulunabilmektedirler. Aşağıdaki Çizelge 1.1'de bu üç temel malzemenin belirli fiziksel ve mekaniksel özelliklerinin mukayesesinin özeti gösterilmiştir. Tablodan da anlaşılacağı üzere her malzemenin kendine göre avantaj ve dezavantajları mevcuttur.

**Çizelge 1.1.** Kompoziti oluşturan temel matrislerin kıyaslanması (Kelly ve Zweben, 2000)

| | **Metaller** | **Seramikler** | **Plastikler** |
|---|---|---|---|
| **Yoğunluk** | yüksek | düşük | düşük |
| **Dayanım** | yüksek | yüksek | orta |
| **Tokluk** | iyi | düşük | düşük |
| **Isıl Kararlılık** | orta | yüksek | düşük |
| **Biçimlendirme** | orta | kötü | iyi |
| **Korozyon direnci** | orta | iyi | kötü |
| **Elektriksel iletkenlik** | iyi | kötü | kötü |
| **Termal iletkenlik** | iyi | orta | kötü |
| **Aşınma direnci** | orta | yüksek | kötü |
| **Süneklik** | yüksek | kötü | yüksek |
| **Yüksek sıcaklık dayanımı** | iyi | yüksek | kötü |
| **Elastiklik modülü** | iyi | yüksek | düşük |

## 1.2. Nanokompozit Malzemeler ve Sınıflandırılması

Nanokompozit malzemeler, takviye veya matris türlerinden en az birinin boyutunun nanometre büyüklüğünde olması durumunda bu yapılara nanokompozit yapı denmektedir (Ajayan ve ark., 2003). Nano malzemenin temeli 1960'lı yıllara dayanmakla birlikte, malzemenin atomik boyutta kontrol edilmesi mantığı yatmaktadır. Nano malzemelerin atomik boyutta kontrol edilmesi, bilim adamlarına molekülleri yeniden tasarlayarak arzu edilen malzeme üretimini gerçekleştirme şansını vermiştir. Bu kapsamda hem nano malzeme çeşidinin hem de katkısı yapılacak malzeme sayısının fazla olması araştırmacıları bu nano malzemeleri sınıflandırmaya itmiştir. Bu sınıflandırma girişiminde nanokompozitler malzemeler de belirli parametreler göz önüne alınarak ve tıpkı kompozit malzemeler gibi belirli sınıflara ayrılmıştır. Bu sınıflandırmanın ayrıntılı açıklamaları aşağıda verilmiştir.

### 1.2.1. Metal matrisli nanokompozitler

Metal matrisli nanokompozitler metal tabanlı NPs'ler ile güçlendirilmiş nanokompozit çeşididir. Yapısal uygulama alanlarının geniş olması sebebiyle de literatürde geniş bir çalışma alanı bulmuştur. Bu nanokompozitler sürekli ve süreksiz takviye elemanlı kompozit malzeme olarak da adlandırılırlar. Literatürde en yaygın olarak bilinen türü ise karbon nanotüp takviyeli metal matris kompozitler çeşididir. Bu nanokompozitler, karbonun sahip olduğu yüksek elektrik/termal özelliğinden ve yüksek dayanıklılığından faydalanmak amacıyla geliştirilmekte olup metal matrisin kabiliyetini arttırma amaçlanmıştır (Vaganov ve ark., 2012). Araştırmacılar karbon anatüp dışında, bor nitrür katkı elemanlı metal matrisli nanokompozitler ve karbon nitrit katkı elemanlı metal matrisli nanokompozitler üzerinde de durmaktadırlar (Bakshi ve ark., 2010)

### 1.2.2. Seramik matrisli nanokompozitler

Seramikler kullanıma başlandığı günden günümüze yüksek sıcaklık, yüksek aşınma dayanıklılığı ve kimyasal korozyona direnç gibi özellikleri nedeniyle pek çok uygulamada rahatlıkla kullanılan malzemelerdir. Fakat kırılgan olmaları bu malzemelerin en büyük dezavantajı olarak kabul edilmekte ve kullanım alanlarını ciddi anlamda sınırlandırmaktadır. Seramiklerin kırılganlığının giderilmesi veya minimize edilmesi amacıyla matris yapıya için NPs takviyeli malzemeler kullanılmaya başlanmıştır (Srinivas ve ark., 2017). Genel olarak biri takviye elemanı diğeri seramik olan iki bileşenden, metalik olan takviye malzemesi olarak kullanılmakta ve matris içine homojen olarak dağıtılmaktadır. Katkı ile birlikte ortaya çıkan bu yeni nanokompozitler kendi

mekaniksel, elektriksel ve korozyonel özellikleri geliştirdiği literatür çalışmalarından anlaşılmıştır (Zhang ve ark., 2003; Silvestre ve ark., 2015).

### 1.2.3. Polimer matrisli nanokompozitler

Polimer matrisli nanokompozitler, polimer matrisi içerisine olabildiğince homojen olarak dağıtılmış nano-boyutlu organik ya da inorganik takviye elemanlarının (tanecik, elyaf, tabaka vs.) oluşturduğu yapıya denmektedir. Burada matrisi polimer oluştururken takviye elemanını ise nanoboyutlu partiküller oluşturmaktadır.

Geleneksel polimer tabanlı kompozit malzemelerde takviye oranı %10'dan büyük olduğu zaman mekanik anlamda (elastik modül ve çekme mukavemeti) değişim gözlenirken bu oran polimer tabanlı nanokompozitlerde % 5'in altındaki oranlarda ciddi şekilde fark edilmektedir (Müller ve ark., 2017). Nano seviyede yapılan katkılarda % 10'un üzerinde katkı oranında üretilen nanokompozitin takviye yoğunluğu yüksek olacağından takviye ve matris arasında ara-yüzey uyumsuzlukları sebebiyle kompozitin mekanik özelliklerine olumsuz etki yapmaktadır (Rodrigues ve ark., 2019). Bu sebeple polimer tabanlı nanokompozitlerin kontrolü açısından % 5 katkı oranın altında katkılama tercih sebebidir.

Polimer Nanokompozitleri oluşturan bileşiklerin arasındaki etkileşimler ve birbirleriyle uyumlu olmaları, oluşturulacak NK'in mekaniksel, morfolojik, optiksel özellikleri başta olmak üzere termal ve yapısal özelliklerini doğrudan etkileyecektir. Bu uyumun yanında katkısı yapılacak takviye elemanının şekli, miktarı, dağılım durumu da her türlü fiziksel ve mekaniksel özelliklerine etki etmektedir (Hussain ve ark., 2006).

### 1.2.4. Polimer matrisli nanokompozitlerin üretim yöntemleri

Polimer matrisli nanokompozit eldesinde nano-boyutlu takviye elemanını matris içerisine istenilen homojen düzeyde dağıtabilecek farklı üretim yöntemleri kullanılmaktadır. Bu yöntemler yerinde (in situ) polimerizasyon, eriyik halinde üretim metodu ve çözelti halinde üretim metodu olmak üzere üç temel başlık altında toplanmıştır.

#### 1.2.4.1. Yerinde (in situ) polimerizasyon

Nanokompozit üretiminde yaygın bir yöntem olan yerinde polirimizasyon metodunda, monomer ve nano malzeme takviye elamanı bir yüzey üzerinde birleştirilir. Daha sonra, farklı metotlarla polimerizasyon işlemi başlatılarak matris elemanı

oluşturulur (Liang ve ark., 2009). Bu metotlar arasında yaygın olarak kullanılanlar kimyasal ve elektokimyasal yöntemler metotlarıdır. Genellikle tabakalı kompozit üretim amacıyla kullanılan bu yöntemlerin kendi aralarında birbirine üstünlükleri vardır (Gülen, 2018). Elektrokimyasal polimerizasyon tekniğinin genel olarak sağladığı avantajlar şu şekildedir;

- ✓ Bu üretim yöntemi gerek fiziksel gerekse de mekanik anlamda güçlü nanokompozit malzemeler hazırlanmasına fırsat tanır.
- ✓ Kaplama işlemi sentez anında yapılabildiğinden elde edilen nanokompozit üretim aşamaları kolaylıkla gözlemlenebilir. (Wang ve ark., 2009; Sun ve Shi, 2013).
- ✓ Kullanılan bu yönteminde, uygulanan gerilimin kontrol edilebilmesi üretilecek nanokompozitlerin başta mekanik özelliği olmak üzere birçok fiziksel özelliği de kontrol altına alınabilmektedir. (Xue ve ark., 2012).
- ✓ Monomerlerin yüzeye kontrollü atılması yapılabildiği için takviye edici nanometre bileşenlerinin yüzeye topaklanması engellenir ve takviye edici fazın uygun bir şekilde dağılmasına olanak verir.
- ✓ Karbon tabanlı nanomalzemler ile yapılacak olan nanokompozitlerin üretiminde en yaygın kullanılan metot olması bu üretim yönteminin başlıca avantajlarındandır.

#### 1.2.4.2. Eriyik halinde üretim metodu

Nanokompozit üretiminde sıklıkla kullanılan bu yöntem 1990'lı yılların başında ilk olarak denenmiştir (Gao, 2004). Diğer üretim metotlarına göre üstünlükleri bulunmaktadır. Bu üstünlüklerin en önemlisi herhangi bir çözücüye ihtiyaç duyulmamasıdır. Bu yöntem herhangi bir çözücüye ihtiyaç duyulmaması sebebiyle üretim esnasında hem malzeme tüketimini azaltmakta hem de ekonomik kolaylık sunmaktadır (Tanahashi, 2010).

Eriyik halinde üretim metodunda, polimer ilk olarak sıcaklık vasıtasıyla eriyik haline getirilir ve eriyik halde bulunan polimerin içersine hedeflenen oranlarda nano malzemeler katılarak bu sıcaklıkta yeteri süre karıştırılır. Bilinen karıştırma yöntemleri kullanılarak nano malzemenin polimer matrisi içinde homojen dağılması sağlanır. Katkısı yapılan nano malzeme tabakaları polimer zincirleri arasında tamamen dağılmış veya aralanmış tabakalı yapıya dönüşür. Bu üretim yönteminde eriyiğin gerçektirileceği sıcaklık, nano malzeme ile eriyiğin karışma süreleri ve NK'in vizkosotesi önemlidir. Bu parametrelerin doğru ayarlanamaması durumunda oluşturulacak NK'in hem mekanik

hem de fiziksel özeliğini olumsuz yönde etkileyecektir (Tanahashi ve ark., 2007). Yukarıda da ifade dildiği üzere, bu yöntemde herhangi bir çözücüye ihtiyaç duyulmaması bu üretim metodu üzerindeki ilgiyi arttırmaktadır. Bu metot ile üretimi gerçekleştirilen termoplastik nanokompozitleri başta olmak üzere çok sayıda farklı nanokompozitler ticari boyut kazanmıştır.

### 1.2.4.3. Çözelti halinde üretim metodu

Çözelti halinde üretim metodu ile nanokompozit üretirken ilk olarak polimeri çözebilen bir çözücü ile polimer jel haline getirilmektedir. Daha sonra NPs polimer çözeltisine hedeflenen miktarda ilave edilerek iyice homojen olması için belirli süre karıştırılır. Bu karışım işlemleri devam ederken, nanoparikül ve çözücü arasındaki etkileşim sonucu nanopariküller arasındaki Van der Waals bağlarının zayıflaması ve bu durumun polimer zincirlerinin nanopariküller arasındaki yeni bağların oluşumu sağlanmaktadır (Atif ve Inam, 2016). Elde edilen son ürün, uygulanan bir sıcaklıkla veya oda sıcaklığında bekletilerek çözücünün yapıdan uzaklaştırılması sağlanır. Bu üretim yönteminin avantajı ise;

- ✓ Polimer malzemede NPs'ın dağılımının maksimium olmasında dolayı yığılma olma olasılığının (aglomerasyon) ve birbirine yapışma oranın düşük olması,
- ✓ Kolay bir yöntem olması sebebiyle yaygın olarak kullanılması,
- ✓ Polimer çözeltisinin konsantrasyonunun, viskositesinin ve karıştırma şartlarının rahatlıkla kontrol edilebiliyor olması,
- ✓ Organik çözücülerde veya suda çözülebilen hemen hemen her polimerin bu yöntem aracılığıyla sentezlenebilir olmasıdır.

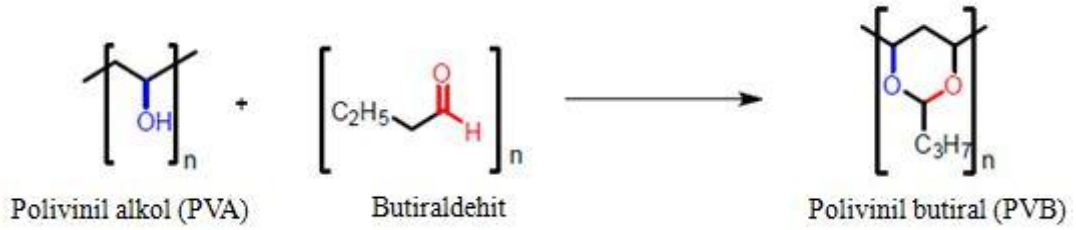
### 1.2.5. Bir matris polimeri olarak PVB

Bir matris polimer kaynağı olarak polivinil butiral (PVB), güçlü bağlanma özelliği, yüksek optiksel geçirgenlik özelliği, oluşturduğu yapıya sağladığı yüksek tokluk ve esneklik kabiliyeti sayesinde oluşturulacak kompozit ve nanokompozitlerin yapısında rahatlıkla kullanılabilecek bir malzemedir. Beyaz renkte ve plastikimsi bir kokuya sahip olan PVB polimerinin toz görüntüsü Şekil 1.4'de verilmiştir.



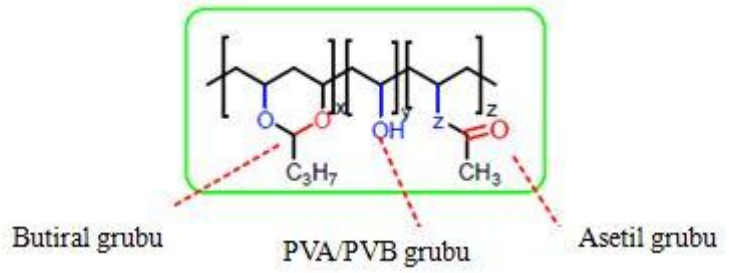
**Şekil 1.4**. PVB polimerinin toz hali

PVB'nin rastgele yapısı, çok yüksek alkol içeriği hariç, görünür kristalliliğe sahip camsı bir polimer görünümündedir. Doğada amorf halde bulunan bu polimer asidik ortamda polivinil alkolden ve butiraldehitten sentezlenmektedir (Şekil 1.5).




**Şekil 1.5** . Polivinil butiral'in polivinil alkol ve butirdehitten sentezi

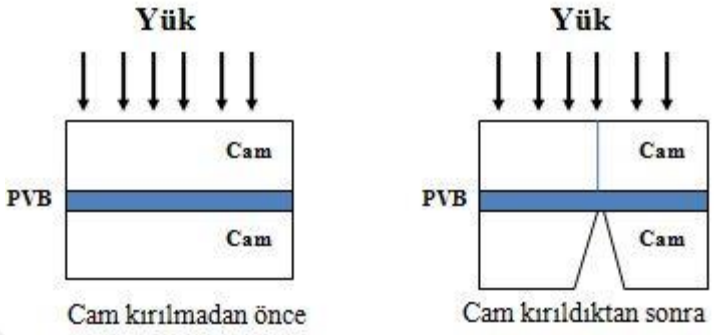
Kimyasal förmülü $(C_8H_{14}O_2)_n$ olan PVB, yüksek oranda butiral, hidroksil ve (çok daha az) asetil gruplarını içermektedir (Şekil 1.6). PVB oluşturan vinil alkol grubu doğada hidrofilik formada bulunurken vinil butiral grubu hidrofobik formda bulunmaktadır.




**Şekil 1.6**. Farklı grupların temsil ettiği PVB grubu

PVB polimerinin ilgi çeken en önemli noktalarında birisi de kullanım alanlarıdır. Sahip olduğu mekanik özelliklerinden dolayı araba lamine camları ve kurşun geçirmez camlarda kullanılmaktadır. Bilindiği üzere araba camları çift camlı yapıdadır. Bu camları

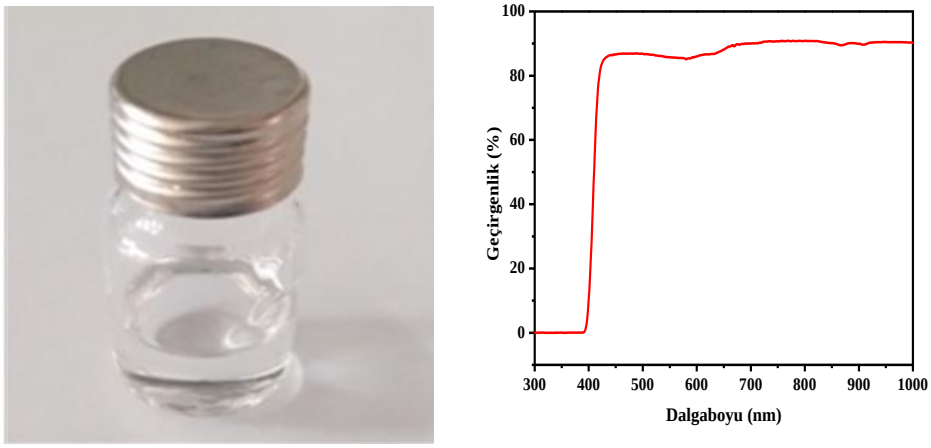
bir arada tutan şeffaf bir polimer ara katmanı vardır. Bu katmanın olası cam kırılma durumunda yükleri taşıyabilmesi adına kayma özelliğinin düşük olması istenir. Cam kırıldıktan sonra ara-yapı devreye girer. Parçalanmış cam parçalarını bir arada tutar ve yük altındaki alanlara uçmalarını önler. Bu ara-yapı elemanı olarak PVB kullanılır. Cam kırılmasından sonra cam sadece basınç kuvvetini taşırken, kırılmış cam parçaları arasında köprü oluşturan PVB ara-yapısı gerilme kuvvetlerinin tamamını taşır (Şekil 1.7).




**Şekil 1.7.** PVB polimerinin cam ara yüzeyindeki görevi

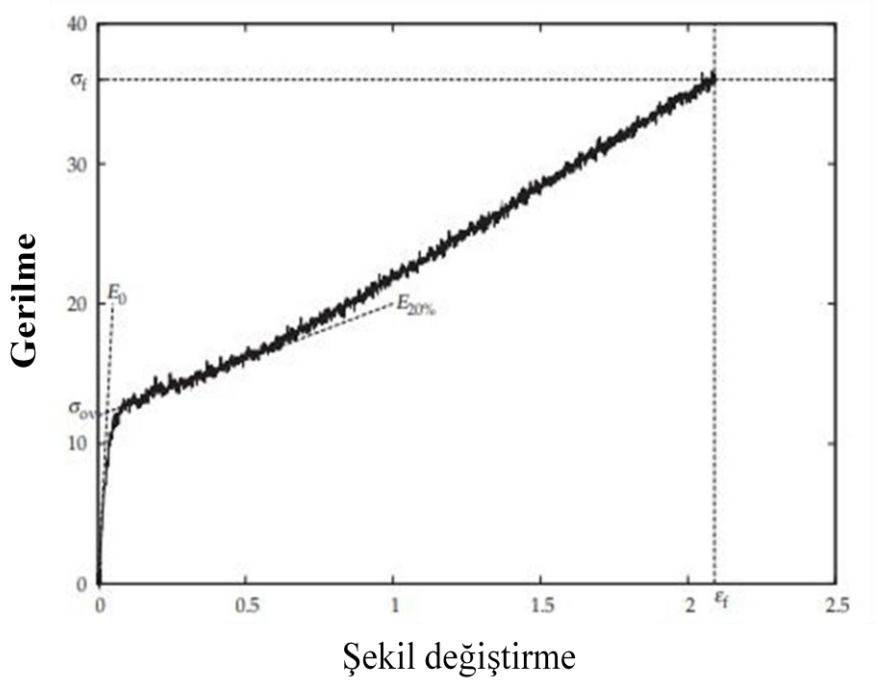
Çeşitli cihazlarla termal karakterizasyonu yapılan PVB polimerinin camsı geçiş sıcaklığının tespiti için farklı çalışmalar yapılmıştır. Bu polimere yapılan katkı ile bu camsı sıcaklığın azaldığı veya arttığı tespit edilmiştir. Ticari boyut kazanmış PVB polimerinin camsı geçiş sıcaklığının 30 $^0$C ile 60 $^0$C arasında olduğu görülmektedir (Tupý ve ark., 2015; Torki, ve ark., 2010). Yapılan başka termal analizleri sonucu PVB polimerinin 200 $^0$C'nin üzerindeki sıcaklıklarda ciddi kütle kaybına uğradığı görülmüştür (Liu ve ark., 2014).

PVB polimerini çekici kılan bir diğer özellik ise optiksel geçirgenliğinin oldukça yüksek olmasıdır. Normal hali beyazımsı toz olan PVB uygun çözücü yardımıyla şeffaf jel haline dönüştürülür. Jel olarak da berrak bir yapıya sahip olan PVB, çözücünün uzaklaştırılmasından sonra da berraklık özelliğini korumaya devam etmektedir. Yapılan UV-gör ölçümlerinde % 90'ın üzerinde optiksel geçirgenliğe sahip olduğu görülmüştür (Şekil 1.8).




**Şekil 1.8**. PVB polimerinin çözücü içerisindeki görünümü ve geçirgenlik dalgaboyu eğrisi

PVB'nin mekanik davranışının ise karmaşık olduğu kabul edilmektedir. Belirli doğrusallık göstermemekle birlikte zamana bağlıdır ve önemli ölçüde uzama kabiliyetine sahiptir. PVB'in klasik gerilme-şekil değiştirme grafiği aşağıda gösterilmiştir (Şekil 1.9). Yapılan literatür çalışmalarda düşük hızda çekmede PVB'in Young modülünün 30-50 MPa arasında, akma gerilmesinin 20 MPa, poisson oranının 0.3 ile 0.6 arasında olduğu hesaplanmıştır (Munsch ve ark., 2011).




**Şekil 1.9.** PVB polimerinin gerilme-şekil değiştirme eğrisi (Hooper ve ark., 2012)

### 1.3. Nanokompozit Malzemelerin Takviye Elemanları

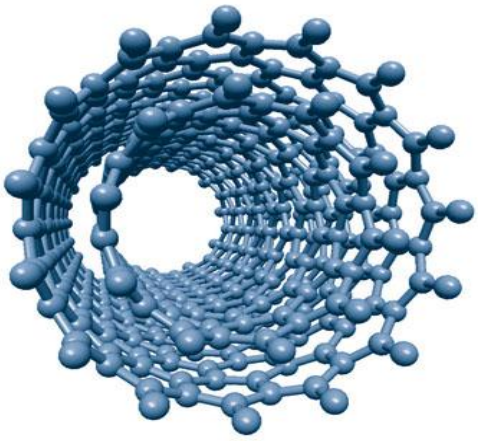
NK'in bir diğer bileşeni olan takviye elemanları tıpkı matris elemanları gibi kompozitin türünü ve özelliğini belirlemektedir. Takviye elemanının özellikleri doğrudan yapıyı etkilmekte ve malzemenin özelliklerine etki etmektedir. İkinci faz olarak da adlandırılan takviye elemanları dayanıklılık, elektrik iletkenliği, manyetik özellikleri geliştirmek adına nanometre ölçeğinde katkısı yapılan parçacıklardır. Matriste takviye edici parçacıkların dağıtılmasıyla mekanik dayanım, kullanım ömrü ve fiziksel özellikler gibi parametreler değişebilmekte ve nihayetinde malzeme kontrolüne olanak vermektedir. Aşağıda dört temel başlık altında verilen takviye elamanları, literatürde en yaygın olarak kullanılan nano malzeme kaynakları olarak anılmaktadırlar. Bu kaynakların, oluşturulan NK'in üzerine ne gibi etki ettikleri olduğu açıklanmaya çalışılmıştır.

#### 1.3.1. Karbon tabanlı takviyeler

Karbon; mekanik özelliği, elektriksel özelliği, korozyon direnci ve termal dayanıklığının yüksek olması, fiziksel ve elektrokimyasal özelliklerinin benzersiz olmasından takviye elemanı olarak kullanımda ön plana çıkmaktadır (Falcao ve Wudl, 2007). Karbon türevlerinden olan karbon nanotüpler, karbon fiberler, grafen ve grafen oksit gibi karbon allotropları başta nanokompozitler olmak üzere birçok teknolojik uygulamalarda kullanılmaktadır (Coleman ve ark., 2006).

##### 1.3.1.1. Karbon nanotüpler

Karbonun bir türevi olup, yapıyı oluşturan tabakalarının silindir şeklinde kıvrılmasıyla oluşturulan ve iç içe geçmiş tüpleri andıran yapılardır. Karbon nanotüpün temsili görünümü Şekil 1.10'de gösterilmiştir. Karbon nanotüplerin duvar sayılarını ve kristal yapıları bu tüplerin hem isimlerini hem de türlerini belirlemektedir. Yapıyı oluşturan katman (wall) sayıları tek katmandan oluşmuşsa tek katmanlı karbon nanotüp (SWCNT) ve çok katmandan oluşmuşsa çoklu katmanlı karbon nanotüpler (MWCNT) olarak kategorize edilir (Aqela ve ark., 2012).



**Şekil 1.10.** Karbon nanotüpün temsili gösterimi (https://physicsworld.com)

Karbon nanotüplerin çekme mukavemetinin ve elastiklik modülünün yüksek olması sebebiyle mekanik anlamda güçlendirici olarak kullanılmaktadır. Bu yüksek mukavemet karbon atomları arasındaki güçlü kovalent $sp^2$ bağlarından kaynaklandığı düşünülmektedir. Literatürde yapılan çalışmalarda MWCNT karbon nanotüplerin çekme mukavemetinin 50 GPa seviyesinde olduğu, elastiklik modülünün ise 900 GPa'lara çıktığı görülmüştür. Bu denli yüksek mukavemete sahip olan tüplerin nanokompozitler için büyük potansiyel barındırdığı açıktır (Jafari, ve ark., 2012; Shokrieh, ve ark., 2013).

Karbon nanotüplerin sentezlenmesi için kullanılan birçok metot vardır. Kullanıla bu sentezleme yöntemlerinin kendine göre avantaj ve dezavantajları bulunmaktadır. Temel olarak ark deşarj yöntemi (arc-discharge) (Sharma, 2015), lazer buharlaştırma yöntemi (laser ablation) (Chrzanowska ve ark., 2015) ve kimyasal buhar biriktirme (chemical vapor deposition) (Cao ve ark., 2011) olmak üzere üç ana yöntemle üretimi gerçekleştirilir. Bu yöntemler arasında kimyasal buhar biriktirme yaygın olarak kullanılan üretim yöntemidir. Kimyasal buhar biriktirme yardımıyla üretilen malzemeler ticari boyut kazanmış ve tüm dünya tarafından kabul görmüştür.

### 1.3.1.2. Karbon fiberler

Karbon fiber, diğer adıyla karbon elyaf ve karbon iplik, ana kaynağı karbon olan poliakrilonitril, zift ve selülozdan elde edilen muazzam özelliklere sahip iplikçiklerdir. Katran, naylon ve orlondan oluşan fiber malzemeler, dayanıklılığı ile bilinen çelikten bile daha sağlamdır (O'Brien ve ark., 2017). Günümüzde karbon elyaf ulaşım araçlarında, hava sanayi sistemlerinde, uydularda, yarış arabalarının iskelet sisteminde yaygın olarak kullanılmaktadır. Ağırlıklı üretim yeri ABD ve Japonya olsa da günümüzde ülkemizde de

üretimi başlayan karbon elyaf, deprem bölgelerindeki binaların yapı güçlendirmelerinde sıklıkla kullanılmaya başlanmıştır.

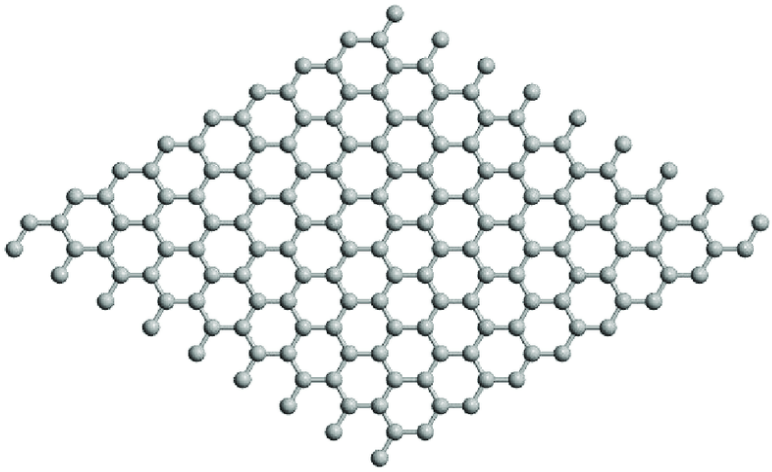
Karbon fiberlerin üretim aşamaları birkaç aşamadan oluşmaktadır. Birinci işlem elyaflar atmosfer şartlarında 300 $^{0}$C sıcaklığa çıkarılır. İlk işlemle beraber elyafta var olan hidrojenin yapıdan uzaklaşması oksijenin yapıya girmesine olanak tanır. Daha sonra karbonlama safhası için elyaflar bölünerek karbondan imal edilen grafit kaplarına yerleştirilir. Ortam sıcaklığı 3000 °C'ye kadar ısıtılmasıyla, fiberlerin tamamının karbonlaşması sağlanır. Karbonun yüzeyinde oluşan kirliliklerden arındırılması ve elyafın nanokompozit matrisine daha iyi tutunması maksadıyla elektrolit banyosu olarak adlandırılan işleme tabi tutulur. Son aşama olarak da, fiberi sonraki işlemlerden korumak için yapılan nötr bir sonlandırma işlemidir. Arzu edilen özelliklere göre matris belirlenerek bu kaplama işlemi yapılır (Anthony ve ark., 2018).



**Şekil 1.11**. Karbon fiberden yapılmış hortumun görüntüsü

### 1.3.1.3. Grafen

Grafen esasında karbon nanotüplerin, karbon fiberlerin temel yapı taşı olup, karbon türevlerinin bir elemanıdır (Şekil 1.12). Bilimsel olarak biraz geç ortaya çıkarılan grafen katman sayısına göre sınıflandırılmaktadır. Genellikle, bir katmandan oluşan grafene tek tabakalı grafen, iki katmandan oluşana iki-tabakalı grafen, 3 veya 4 katmandan oluşana 3-4 tabakalı grafen ve 10 katman ve üzeri oluşana ise multi-tabakalı grafen olarak adnaldırılmaktadır. Atomik düzeyde bal peteğini (altıgen) andıran grafen, % 95'in üzerinde optiksel geçirgenlik, 2600 $m^2.g^{-1}$ yüzey alanı, tera paskal seviyelerinde elastisite modülü, 300-5000 W/m.K termal iletim katsayısı, yüksek mukavemet özelliği ve birçok sıra dışı özelliği ile yeni çalışma alanlarının öncüsü olmuştur (Gülen, 2018).



**Şekil 1.12.** Grafenin temsili gösterimi

Grafen üretiminde birçok yöntem vardır. Bu yöntemlerin neredeyse tamamı yüksek teknolojik üretim yöntemidir. Bu yöntemlerin başlıcaları, mekanik eksfoliasyon yöntemi, kimyasal eksfoliasyon yöntemi, kimyasal sentez yöntemi, epitaksiyel büyütme yöntemi, kimyasal buhar biriktirme yöntemidir.

Grafenin sahip olduğu üstün mekanik özelliklerinden dolayı nanokompozit üretiminde takviye elemanı olarak kullanılması cazip hale gelmiştir. Ayrıca grafen takviyesinin yüzde miktarı olarak az dahi katkılanmasında yapıda ciddi iyileşmelerin olduğu görülmüştür. Örneğin, son yıllarda grafen takviyeli Al kompozitlerin üretimine yönelik yapılan çalışmalar ve elde edilen sonuçlar grafenin mekanik özelliklere ne denli etki ettiği gözlemlenmiştir. Elde edilen sonuçlara göre saf Al 150 MPa'lık bir dayanıma sahipken sadece % 0.1'lik katkıyla bu dayanım 260 MPa'a çıkmıştır (Bartolucci ve ark., 2011). Başka bir çalışmada ise göre saf Al 200 MPa'lık bir dayanıma sahipken yapılan % 0.5'lik katkıyla bu dayanım 315 MPa'a çıkmıştır (Yan ve ark., 2014).

### 1.3.2. Metal oksit tabanlı takviyeler

Metal oksitler; metallerin oksijenle tepkimeye girerek oluşturdukları bileşiklerdir. Sıvı formunda bazik davranış gösterdiği için metal oksitlere aynı zamanda bazik oksitte denmektedir (Vedrine ve ark., 2016). Baziklik derecelerin göre özellikleri değişen bu oksit malzemelerin birçok çeşidi mevcuttur. En yaygın kullanılan metal oksitler ise $Al_2O_3$, $TiO_2$, $SiO_2$, ZnO, $Fe_2O_3$ $Fe_2O_3$, $SnO_2$ nano malzemeleridir. Bu metal oksitler çeşitli oranlarda farklı matris türlerine katkılanarak oluşturulan nanokompozitlerin çeşitli özellikleri incelenmiştir. Bu metal oksitlerin kararlı bir davranış göstermeleri için takviye elamanlarının homojen dağılımının yanında takviye

elemanlarının tane dağılımının da düzenli olması önemlidir. Metal oksitler de tane dağılım diyagramının düzgün olması kompozitin özelliklerinin düzenli olması anlamına gelmektedir. Üretimi yapılan metal oksitleri için çeşitli yöntemler kullanılmaktadır. En yaygın olarak kullanılan metotlar birlikte çökeltme, sol jel ve hidrotermal yöntemleridir.

Birlikte çökeltme, saf veya katkılı oksit malzeme hazırlamak amacıyla saf ya da çeşitli şekilde karmaşık birçok bileşenleri bir arada çökelterek yapılan yöntemdir. Bu yöntem, inorganik tuzlara ve stokiyometrik miktarlarda baz ya da asit ilavesiyle çökeltilen başlangıç materyallerindeki iyonlarına doğrudan bağlıdır. Çözelti su içerisinde yapılır ve çözeltinin pH'lık derececini iyi ayarlanması gerekmektedir. Yapılan çalışmalarda pH'lık derecesinin doğrudan parçacık şekline etki ettiği saptanmıştır (Zhang, ve ark., 2010). Bu yöntemimi avantajlı kılan özellikler; düşük maliyetli, basit bir yöntem olması, su bazlı reaksiyon, esneklik, hafif reaksiyon koşulları ve parçacık boyut kontrolü olmasıdır (Stankic ve ark., 2016). Bir diğer yöntem ise sol jel yöntemidir. Bilindiği üzere sol kavramı, katı (solid) parçacığın sıvı çözeltisindeki askıda kalma olayına verilen addır. Solüsyon içerisinde bukunan malzemelerin atomları arası Van Der Waals kuvvetlerinin etkisi sebebiyle malzemeler anlık olarak dibe doğru hareket etmezler. Bahsedilen bu durum küçük bir miktarda gerçekleşen durumlardır. Bu durum büyüyerek daha geniş bir boyut halini alırsa bu oluşan malzemeye ise jel denmektedir. Sol-jel prosedüründe, elde edilen çözelti miktarın da bağlı olarak daldırma, püskürtme ve döndürme teknikleriyle kaplanabilir. Bu yöntemin üstünlükleri; vakum gerektirmemesi dolaysıyla uygun maliyetli bir üretim tekniği olması, her türlü malzeme çeşidinin üretiminin yapılıyor olabilmesi, kontrol edilebiliyor olması ve basit olması en büyük avantajlarındandır (Koç, 2012). Son olarak, hidrotermal yöntem son yıllarda kullanımı artmış bir yöntemdir. Hidrotermal terimi genellikle normal şartlar altında malzemeye kristal özellik kazandırmak amacıyla yüksek basınç ve sıcaklık altında sulu çözelti ortamlarında gerçekleştirilen işlemidir. İlk olarak Roderick Murchison (1792-1871) tarafından kullanıldığı düşünülen bu yöntem çeşitli kayaç ve minerallerin yüksek sıcaklık ve basınçta suyun nasıl davrandığını gözlemlemek için kullanmıştır (Ay, 2011). Bu yöntem yüksek sıcaklık ve basınç altında yapıldığı için genelde mineral elde edilmesinde tercih edilmektedir.

### 1.3.3. Nano metal tabanlı takviyeler

Günümüzde takviye elemanı olarak kullanılan birçok malzemenin NPs olarak üretimi yapılmaktadır. Bu NPs arasında metal tabanlı NPs'ler ise barındırdıkları üstün özellikleriyle her geçen gün kullanım alanlarını genişletmektedir. NPs takviyeli malzemeler, katıldıkları matris fazlarının daha iyi yapışmasını ve ana yapının daha mukavim olmasına katkı sağlarlar (Šupová ve ark., 2019; Hore, 2019). Katkısı yapılacak metalin barındırdığı karakteristik özellik sayesinde oluşturulacak yapı istenilen yönde hazırlanabilmektedir. Örneğin, malzemeye iletken özellik kazandırmak isteniyorsa Ag, Au, Cu veya W katılırken, manyetik özellik kazandırmak isteniyorsa Co, Ni veya Fe katkısı yapılmaktadır. Bu yapılan işlemler tamamen elde edilmek istenen malzemenin özelliklerine bağlıdır.

Metaller sahip oldukları avantajlardan dolayı bilim adamları tarafından yıllarca farklı uygulamalarda sıklıkla kullandıkları malzemeler olmuştur. Metallerin sahip olduğu eşsiz özelliklerin bir kaçı şunlardır;

- Metaller normal koşullarda katı halde bulunmaktadır. Bu nedenle oluşturulacak yapı içersine rahatlıkla katılabilirler.
- Metallerin büyük kısmı parlak yapıya sahiptirler. Bu nedenle elde edilecek kompozit veya nanokompozit yapı için yansıtıcı özellik istenmesi durumunda geniş bir seçenek kitlesi mevcut olacaktır.
- Metaller sert ve yumuşak olabilir. Kullanım alanlarına göre oluşturulacak alaşım ve kompozitlerde yapının sert ya da yumuşak istenmesi durumunda katkı elemanının seçimi yapılabilir.
- Metallerin sahip olduğu yüksek iletkenlik ve yüksek ısı iletim özelliği sayesinde neredeyse tüm teknolojik cihazların olmazsa olmaz parçaları haline gelmişlerdir. Özellikle geniş kullanım alanları bulan iletken nanokompozitler için katkı malzemesi olarak nanometaller her zaman ilk tercih olmaktadırlar.
- Metallerin erime noktalarının yüksek olması (örn.; kolablt 1500 $^{o}$C, molibden 2600 $^{o}$C) jet motoru gibi yüksek ortam sıcaklıklarında kullanılma olasılıklarını arttırmaktadır.

Metallerin sahip olduğu bu muazzam özellikler nanoboyutta olan metaller içinde geçerli özelliklerdir. Bu özelliklerden faydalanarak kompozitlerde de nano-boyuttaki metaller yaygın olarak kullanılmaktadırlar. Nano metallerin farklı türlerde matris elemanına katılması üzerine birçok çalışma yapılmıştır. Bu matris elemanlarından olan

polimere katılarak yapılan çalışmalar ise oldukça fazladır. Nano metal ile polimer arasında ki uyum, nano metalin polimer içerisinde kolay dağılıyor olması, oluşturulacak yapı için takviye eleman çeşidinin oldukça fazla olması sebebiyle son yıllarda bu konu üzerine çalışmalar yoğunlaşmıştır. Aşağıda nano metal katkısıyla üretilen polimer tabanlı nanokompozitlerin elde edilmesiyle ne gibi özelliklerin geliştiğini anlatan çalışmalar bulunmaktadır.

Yazıcı tarafından hazırlanan yüksek lisans tez çalışmasında, polietersülfon (PES) ve polivinilidenflorid (PVDF) polimerlerine farklı oranlarda gümüş NPs (AgNP, % 0.4, % 0.8 ve % 1.2) katkılanmış ve elde edilen NK'in davranışları incelenmiştir. Gözenek boyutu araştırması sonucunda PES polimeri için, saf PES için 0.082 µm, % 0.4 Ag NPs için ~0.133 µm, % 0.8 Ag NPs için ~0.134 µm, 1.2 Ag NPs için ise ~0.135 µm olarak bulunmuştur. PVDF polimeri için, saf PVDF için 0.14 µm gözenek boyutu değerleri, % 0.4 Ag NPs için ~0.205 µm, % 0.8 Ag NPs için ~0.22 µm, % 1.2 Ag NPs için ise ~0.205 µm olarak bulunmuştur. Mekanik ölçüm sonuçlarında ise her iki polimerde de Ag NPs eklenmesi ile PES membranların young modül değerleri 8,00 $E^6$ Pa'dan 1,40 $E^7$ Pa'a artmıştır. Artan Ag NPs oralarında ise young modül değerinde çok fazla bir değişim olmamıştır (Yazıcı, 2016).

Senthilkumar ve Rajendran tarafından yapılan çalışmada yerinde kimyasal oksidatif polimerizasyon yöntemi kullanılarak iletken polianilin (pani) polimerine nano-boyutta Al (n-Alpani) ve nano alüminyum oksit katkısı yapılarak kompozitler malzeme oluşturmuşlardır. Yapılan analiz sonucunda saf pani'ye göre katkılı polimerin elektirksel iletkenlik 8.2 x $10^{-9}$ S/cm'dan 2.15 x $10^{-6}$ S/cm' yükselmiştir (Senthilkumar ve Rajendran, 2017). Yapılan çalışmada görüldü ki nano metallerin sahip olduğu iletken özelliği nanokompozit yapıya kolaylıkla aktarılmaktadır.

Tseng ve arkadaşları çalışmasında ise konjuge polimer olan polianilin polimerine Au NPs'ü katkılayıp farklı özellikler üzerindeki etkiyi incelemişlerdir. Uygulanan voltaj döngüsüyle Au nano katkılı kompozitin devamlılığının ve kararlılığının daha iyi olduğunu görmüşlerdir. Yapılan tartışma kısmında ise nano metallerin polimerlere kararlılık anlamında dayanım kattıkları fikrine varmışlardır (Tseng ve ark., 2005).

Li ve ark., epoksiye katkıladıkları farklı oranlarda Eu'un mekanik özelliklere etkisini incelediler. Saf epoksi reçinesininkilerle karşılaştırıldığında, mekanik özellikler, kompleks içinde harmanlandığında çekme dayanımlarında düşüş göstermiş olsa da

Ağırlıkça % 1, % 3 ve % 5 katkılı olan epoksi nanokompozitleri için yaklaşık 19.1, 19.5 ve 19.7 MPa'lık gerilme kuvvetleri elde edilmiştir (Li, 2008).

Yukarıda da örneklendirilen birkaç çalışma gibi polimer tabanlı nanokompozitlerin üretiminde nano-boyutta metal katkılama geniş çalışma alanları bulmuştur. Ayrıca, Çizelge 1.2 ise yaygın şekilde kullanılan nano metallerin farklı polimerlere katkılanmasıyla oluşturulan nanokompozitlerin listesi verilmiştir. Literatürde yapılan çalışmaların özetlendiği çizelgede hangi nano-boyuttaki metalin hangi polimere katkılandığı ve oluşturulan nanokompozitlerin hangi özelliğinin incelendiği gösterilmiştir. Yapılan araştırmalarda da görüldüğü üzere nano metaller katıldıkları polimerin özelliklerini değiştirerek yeni özellik katmış ve var olan özelliklerini daha ileriye götürmüştür. Bizde bu literatür çalışmaları ışığında Ag ve Co nano metallerini hem tek başlarına hem de eş-katkı oranlarında PVB polimerine katkılayarak ne gibi özelliklerinin geliştiğini araştırmaya çalıştık.

**Çizelge 1.2.** Farklı türde nano metallerin farklı türdeki polimerlere katılmasıyla oluşturulan nanokompozitlerin özeti

| Nano metal | Polimer | İncelenen Özellikler | Referans |
|---|---|---|---|
| Altın | Poli (vinil pirolidon) | Nem algılama | Chen , X. J. |
| Altın | Polipirol | Camsı geçiş sıcaklığı | Selvan , T. |
| Paladyum | Polianilin | Katalitik aktivite | Gao , Y. |
| Paladyum, Gümüş, Kurşun | poli (amid imid) | Katalitik aktivite, morfolojik | Tröger , L. |
| Platin | Polianilin | Mekanik, korozyona dayanım | Malik , M. A. |
| Platin | Polianilin | Elektro-katalitik | O'Mullane , |
| Bakır | Polianilin | Sensor uygulaması | Sharma , S. |
| Demir, Nikel, Kobalt | Politetra-floroetilen | Manyetiklik | Greve , H. |
| Titanyum | Hidrokarbon | Morfolojik, sensor | Choukourov , A |
| Gümüş | Poliimid | Optiksel | Matsuda , S. |
| Gümüş | Politetra-floroetilen | Elektriksel, optiksel | Schurmann , W. |
| Gümüş | Polivinil alkol | Gaz algılama | Gradess , R. |
| Demir, Kobalt | Decarboksyla matrisi | Manyetik, elektiriksel | Pomogailo , A. |
| Kobalt | Akrilik | Elektriksel, Manyetik | Luechinger , N. A., |
| Niksel, Alimünyum, Bakır | Perklorat / hidroksitlenmiş polibütadien | Termal | Liu , L. |

### 1.3.4. Takviye elemanı olarak Gümüş (Ag) ve Kobalt (Co) nano malzemeleri

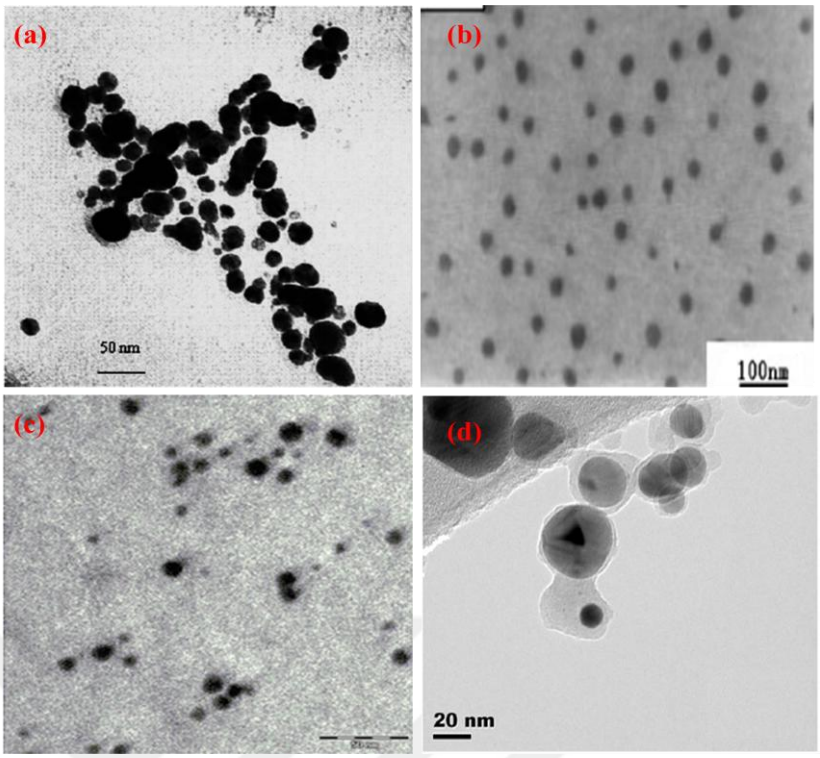
#### 1.3.4.1. Nano-boyutta Ag ve özellikleri

Periyodik tabloda simgesi Ag olan, gri renge yakın bir renk tonunda, parlak, bol miktarda bulunan bir elementtir. Ag elemntinin spesifik özellikleri Çizelge 1.3'de özetlenmiştir (Yer, 2012).

**Çizelge 1.3.** Gümüşün spesifik özelliklerinin özeti

| Özellikler | Birim | Değer |
|---|---|---|
| Atom Numarası | | 47 |
| Atom Ağırlığı | gr/mol | 107,87 |
| Kaynama Noktası | °C | 2212 |
| Erime Noktası | °C | 967,93 |
| Yoğunluk | | |
| Buharlaşma Isısı | kj/mol | 254,1 |
| Kaynaşma Isısı (Füzyon) | kj/mol | 11,95 |
| Elektrik Direnci (20°C'de) | nΩ m | 15,87 |
| Isıl İletkenlik | W/(m K) | 429 |
| Isı Kapasitesi | J/(mol K) | 25,35 |
| Vickers Sertliği | Mpa | 251 |
| Brinell Sertliği | Mpa | 24,5 |
| Isıl Genleşme (25°C) | µm/(m K) | 18,9 |
| Vickers Sertliği | Mpa | 251 |

Aşağıdaki bölümlerde de anlatıldığı üzere metaller belirli yöntemlerle nano-boyuta indirilir ve bu şekilde kullanım alanları genişletilir. Tezin ilgili kısmında da anlatıldığı üzere farklı metotlarla Ag NPs'ı üretilmektedir. Şekil 1.13'de bazı üretim metotlarıyla üretimi yapılan Ag NPs'ın nano görünümleri verilmiştir.




**Şekil 1.13.** a) Ultrasonik sprey piroliz yöntemi (Pingali ve ark., 2005), b) poliol yöntemi (Zhoo ve ark., 2010), c) elektrokimyasal yöntem (Khaydarov ve ark., 2009) ve d) kimyasal buhar birikim yöntemi (CVD) (Boies ve ark., 2009) ile üretilen Ag NPs'ı

Birçok üstün özelliğe sahip Ag nanoboyutta oldukça yaygın kullanım alanı bulmuştur. Nano-boyuttaki Ag elementinin sahip olduğu özelliklerinden dolayı kullanım alanlarının bazılar şunlardır;

**İletkenlik özelliğinden dolayı kullanımı**: Gümüş bilindiği üzere elementler arasında en iyi iletkenlik değerine sahip olanıdır. Bu ise sahip olduğu en düşük öz direnç (**$1.59\times10^{-8}$ Ω.m)** düşüklüğünden kaynaklanmaktadır. Gümüşten sonraki en güçlü iletkenler ise bakır (**$1.72\times10^{-8}$ Ω.m)** ve altındır (**$2.44\times10^{-8}$ Ω.m)** (Ruedy, 1928). Gümüş sahip olduğu güçlü iletkenlik özellikleri sayesinde elektronik devrelerde, televizyonda, bilgisayar teknolojilerinin ekran ve kasa bağlantılarında, opto ve mikro aygıt yapımında ve günlük hayatta kullandığımız neredeyse her cihaz ve ekipmanlarda yaygın olarak kullanılmaktadır. Tıpkı gümüş gibi nano gümüşte geniş bir kullanım alanı bulmuştur. Başta nanokompozitler yapımı olmak üzere, üretilecek malzemeye iletkenlik özellik kazandırmak için nono boyutta gümüş katkısı yapılarak malzemenin iletkenliği arttırılmaktadır.

**Anti bakteriyel özelliğinden dolayı kullanımı**: Yapılan bilimsel çalışmalarda, Ag elementi bakterinin yaşayabilmesi için gereken aktiviteleri engellediği ve zamanla bu aktiviteleri tamamen durdurduğunu ortaya koymuştur (Zou, 2018). Engellenen aktiviteler

sayesinde bakterilerin çoğalamadığı ve kendilerini yok ettikleri saptanmıştır. Bunun yanında Ag'nin, insan vücudu ile uyumlu olduğu ve hastalıklara karşı üretilen ilaçlarda kullanılabileceğini gösteren çeşitli araştırmaların olduğu bilinmektedir. Teknolojik gelişmelerle birlikte özellikle diş dolgularında sıklıkla gümüş NPs tercih edilmektedir (Şekil 1.16) (Wong, ve ark., 2017).

**Dayanım özelliklerinden dolayı güçlendirici olarak kullanımı**: Özellikle polimer tabanlı nanokompozitlerde Ag NPS katkı elemanı olarak kullanılmaktadır. Yapılan çalışmalar da saf polimere nazaran katkısı yapılan nano Ag'nin oluşturduğu NK'in dayanım ve mukavementinin arttığı görülmüştür. Örneğin; Makvandi ve ark., yaptığı çalışmada % 0.5 katkılı PMMA polimerinin eğilme dayanımı ve modül değerleri saf PMMA ya göre daha yüksek olduğunu tespit etmişlerdir (Makvandi, 2015).

**Alaşım yapabilme eğiliminden dolayı kullanımı**: Saf gümüş, kolay paslanmayan ve yumuşaklığından dolayı şekil vermeye elverişli bir elementtir. Şekil verilebilme kabiliyetini yüksek olması sebebiyle de alaşım yapımında sıklıkla kullanılır (Zadorozhnyy ve ark., 2016). Ag'nin özellikle kadmiyum (Cd), kalay (Sn) ve çinko (Zn) ile yaptığı alaşımlar, mekanik anlamda hem güçlü alaşımlar elde edilmekte hem de alaşımın renanokompozit kontrolü kolaylıkla yapılabilmektedir. Ag Cd, Sn ve Zn dışında diğer metalik elementlerle birçok farklı alaşım yapabilmektedir. Bilinen bir diğer altın gümüş alaşımlarıdır. Altın (Au)-Gümüş alaşımlarının kompozisyonları Au/Ag mol oranlarına göre oranları 0:1; 0.25:0.75; 0.5:0.5; 0.75:0.25; 1:0 şeklinde yapılmakta ve hassas ve pahalı elektronik sistemlerde kullanılmaktadır.

**Radar soğurma özelliğinden dolayı kullanımı:** Ag NPs'ı son yıllarda radar soğurma çalışmalarında da yaygın kullanılmaya başlanmıştır. Ag NPs'ı yanında bir başka element ile belirli oranlarda birleştirilerek radar soğurma özelliğini arttırdığı tespit edilmiştir. Örneğin; Melvin ve ark., Ag NPs'i CNT ile karışım yaparak radar soğurum özelliklerini incelemişlerdir. CNT li numune -12.9 dB'lik bir soğurma yaparken Ag NPS katkılı numune -21.9 dB'lik soğurma yaptığını bulmuşlardır (Melvin, 2014).

### 1.3.4.2. Nano-boyutta Co ve özellikleri

Geçiş grubu elementi olan kobalt, atom numarası 27, atom ağırlığı 58,93 gr/mol yoğunluğu 8,9 g/cm$^3$, erime/kaynama sıcaklıkları 1495/2900 °C olan, sert, parlak/mavimsi/beyaz renkte bulunabilen metalik bir elementtir. Yer kabuğunda yaklaşık 25 ppm'lik konsantrasyonlarda bulunur ve olağanüstü manyetik özelliklere sahiptir

(Cobalt-British Geological Survey). George Brandt tarafından 1739'da İsveç'te keşfedilmiştir.

Kobalt denildiğinde akla ilk gelen özellik manyetik özellik olmaktadır. Bilindiğin üzere atmosfer şartları altında elemenler arasında sadece demir (Fe), nikel (Ni) ve kobalt (Co) manyetik özellik göstermektedir. Son olarak 2018 de Nature Communications isimli prestijli bir dergide yapılan bir çalışmada 4. Manyetik özellik taşıyan bir elementin ise rutenyum (Ru) olduğu ispatlanmıştır (Quarterman ve ark., 2018). Co'ın atmosfer şartlarında manyetik özellik taşıması kullanım alanlarını da genişletmektedir. Al ve Ni ile yaptığı alniko adlı alaşımından elde edilen alaşım geniş bir kullanım alanı bulmuştur (Kim ve ark., 2018). Bunların dışında, kobalt kaynağından üretilen elektrotlar özellikler boya duyarlı güneş pillerinde alternatif elektrot kaynağı olarak kullanılan çeşitli çalışmalar mevcuttur. **(**Yella ve ark., 2017; Bella ve ark., 2016). Sağlık alanında ise hem B12 vitamininin bileşiminde de bulunması sebebiyle hem de yapılan ışın tedavisinde kobalt-60 radyoizotopu kullanılmasıyla önemli bir yere sahiptir. Birçok kobalt bileşiği nem altında renanokompozit kayması özelliğiyle, nem sensör uygulamalarında kullanılmaktadır (Strohmaier ve Zwierzchowski, 2011).

Ag elementinde olduğu gibi Co elementi de birçok yöntem ile nanoboyuta indirilmektedir. Nanoboyuta indirmede ise birçok kobalt kaynağı kullanılmaktadır. Bunlar arasında kobalt sülfat heptahidrat ($CoSO_4 \cdot 7H_2O$), kobalt nitrat heksahidrat ($Co(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$), kobalt (II) karbonat hidrat ($CoCO_3 \cdot xH_2O$), kobalt (II) klorat ($CoCl_2$) ve kobalt (II) hidroksit ( $Co(OH)_2$)'dir (Sigma-Aldrich). Bu Co kaynakları kullanarak çeşitli yöntemlerle Co NPs'ı elde edilmekte ve çeşitli uygulamalarda kullanılmaktadır. Bu uygulamaların arasında ise radar soğurma uygulamaları önemli bir yer tutmaktadır. Bilindiği üzere radar soğurma malzemenin karakteristik özelliği olan manyetiklik ile doğrudan ilgilidir (Rana ve ark., 2018). İşte bu noktada manyetik özelliğe sahip nano-boyutta Co radar uygulamalarında katkı malzemesi olarak kullanım alanı bulmuştur. Özellikler bilimsel anlamda çeşitli matris elemanlarına Co nanoparçaççık katkısı yapılarak radar soğurma özellikleri incelenmiştir. Bu çalışmalara birkaç örnek verecek olursak; Khan 2013 yılında farklı oranlarda $Fe_2O_3$ içine Co NPs katkılayarak $Fe_2O_3$ malzemesine göre 2.47 GHz frekans değerinde -18 dB'lik daha fazla soğurum elde etmiştir (Khan, 2014). Yapılan bir diğer çalışmada ise Wang ve ark., Co NPs'ını polipirol polimerine katarak elektromanyetik ve radar özelliklerini incelemişlerdir. Yapılan Co katkısı ile birlikte saf polipirol polimerine nazaran katkılı Co/polipirol NK'in reflektans kaybının -20 dB'lik bir skalaya ulaştığı görülmüştür (Wang, ve ark., 2015). Hem burada

gösterilen çalışmalar da hem de literatür özeti kısmında gösterilen çalışmalarda anlaşılacağı üzere Co NPs'ı yüksek önem arz eden radar soğurma konusunda yaygın bir şekilde kullanılmaktadır.

### 1.4. Metal Nano Malzeme Üretim Yöntemleri

Bilim dünyası son yarım yüzyılda nanoteknoloji odaklı çalışmaktadır. Nanoteknolojide ki gelişmelerin günlük yaşantıyı etkilemesiyle bu alana doğru yönelim hızlıca artmıştır. Bu yönelim ile beraber bilim insanları malzemeleri metreden milimetreye, milimetreden mikron seviyesine, mikron seviyesinden ise nano seviyeye taşımışlardır. Malzemelerin nano seviyesine gelmesiyle beraber nanoteknoloji terimi ortaya çıkmış ve malzemelerin nanoboyutta üretimine hız verilmiştir. Bu malzemeleri elde ederken çeşitli teorik hesaplamalara da göz önüne alınarak farklı yöntemler geliştirilmiştir. Geliştirilen bu yöntemlerin bir birine kıyasla avantaj ve dezavantajları bulunmaktadır. Bu yöntemlerin başlıcaları;

- Birlikte çökeltme yöntemi,
- Sol jel yöntemi,
- Hidrotermal yöntem,
- Sprey piroliz yöntemi,
- Poliol yöntemi,
- Elektrokimyasal yöntem,
- Kimyasal buhar birikim yöntemi,
- Mekanik aşındırma yöntemi,
- Ark deşarj yöntemidir.

Bu yöntemler arasında bulunan ark deşarj yöntemi ise belirli özellikleri ile ön plana çıkmaktadır. Ark deşarj yönteminin tanımı ve genel özellikleri aşağıda ayrıntılı olarak anlatılmıştır.

### 1.5. Ark Deşarj Yöntemi

Ark deşarj olayı ilk kez 1802'de Vasily Vladimirovich Petrov tarafından, "elektriksel özelliklere sahip özel bir sıvı" olarak tanımlanmıştır. 19. yy yüzyılın başlarında Sir Humphry Davy ise birbirine çok yaklaştırılmış karbon çubuklardan kısmen elektriksel etkilenmenin olduğundan bahsetmiştir. 1991 yılına gelindiğinde ise Iijima ve ekibi, grafit tozuna karıştırılmış metal katalizörler (kobalt, demir veya nikel gibi) içeren bir katot ile bir ark boşalması olayını gerçekleştirmiştir (Iijima, 1991).

Ark, uygulanan yüksek gerilimin etkisiyle hızlandırılmış elektronların anot yüzeyine çarptırılmasıyla ortaya çıkan yüksek enerjili bir elektrik patlamasıdır. Başka bir değişle, meydana gelen bu olay moleküler boyutta meydana gelen bir patlama olayıdır. Bu patlama ile birlikte elektrotların temas noktalarına yakın bölgeleri de muazzam sıcaklıklar ortaya çıkmaktadır. Ortaya çıkan sıcaklıklar kullanılan elektrot türüne bağlı olarak değişmektedir. Örneğin, metal (Ag, Fe, Al Co, Ti, W gibi) elektrotlar üzerindeki kullanıldığında temas bölgesi sıcaklığı 2000 °C-10000 °C arasında olurken, karbon tabanlı elektrotlar kullanıldığında bu sıcaklık 3000 °C-4000 °C'ye kadar çıkmaktadır (Das ve ark., 2016).

#### 1.5.1. Ark deşarj yöntemiyle nano malzeme üretim basamakları

Ark deşarj yöntemiyle nano malzeme üretimi son yıllarda sıklıkla kullanılmaya başlandı. Üretilen malzemelerin saflık derecesini yüksek olması, nano-boyutta stabillik ve nispeten kolay yöntem olması sebebiyle bu üretim yöntemi ilgi odağı olmuştur. Bu yöntem ile kaliteli nano malzeme üretiminde ise dikkat edilmesi gereken noktalar mevcuttur. Bu yöntem ile nano malzeme üretimi belirli aşamalardan oluşmaktadır. Bu aşamalarda dikkat edilmesi geren hususlar ve bu aşamaların ayrıntılı basamaklar aşağıda verilmiştir. (Chang ve Hong, 2005). Nano malzeme eldesi için kullanılacak elektrotlar belirlenir ve elektrotların genel temizliği yapılır.

i) Hazır hale getirilen elektrotlar aralarında belirli mesafe (arkın başlayamayacağı bir mesafe) kalacak şekilde ayarlanır ve sistem bağlantıları yapılır.

ii) Sisteme montesi yapılan elektrotlar soğutma sıvısı (saf su, sıvı azot veya ticari başka bir sıvı) olarak kullanılacak sıvının içerisine daldırılır. Burada iki ark oluşacak bölgenin sıvı içerisinde kaldığına emin olmak gerekir.

iii) Güç ünitesi yardımıyla elektrik akımı elektrik arkı oluşturmak için elektrotlara verilir.

iv) Bir elektrot sabit kalmak şartıyla diğer elektrot manüel veya bir motor yardımıyla hareket ettirilir ve yaklaşma sonrasında temas olayı ile birlikte ark oluşumu gerçekleştirilir.

v) Ortaya çıkan yüksek sıcaklık etkisiyle elektrot malzemesinin eriyerek buhar haline daha sonra plazma haline gelmesi gerçekleşir.

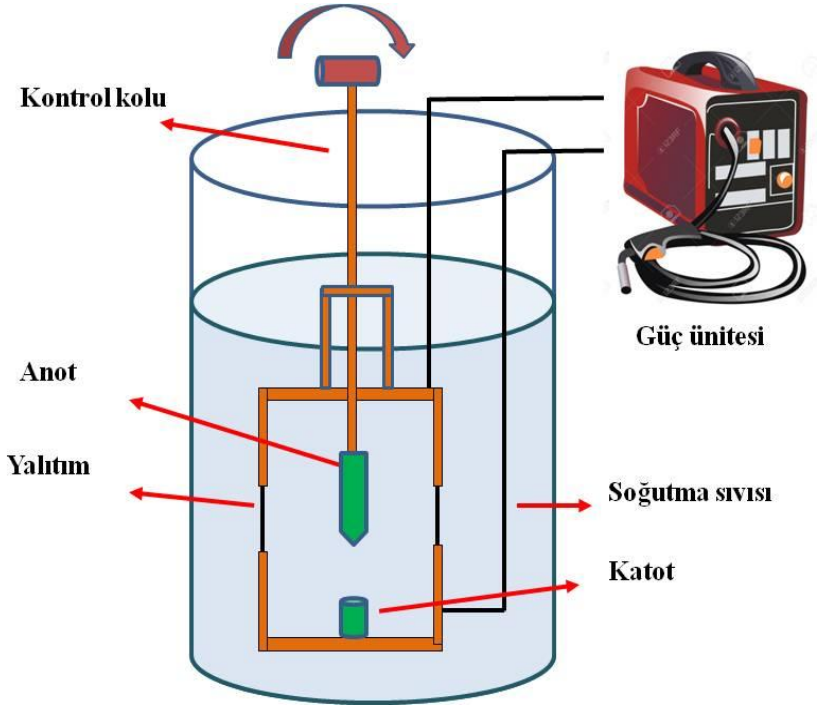
vi) Bu arada plazma formundaki parçacıklar soğutucu sıvının etkisiyle katı form NPs haline dönüşmeye başlar.

vii) Bu işlem birkaç kez tekrar edilir ve yeteri kadar nano malzeme üretimi yapılır.

viii) Sistemin güç kaynağı kapatılıp, elektrotlar birbirinden uzaklaştırılır ve sistem bağlantıları sökülür.

ix) Son aşamada soğutucu sıvı içerisindeki nano malzemeler toplanarak analiz ve kullanım için eppendorf tüplere doldurulur.

Yukarıda işlem basamakları verilen ark deşarj metodunun şematik görünümü Şekil 1.14'de gösterilmiştir. Üretilecek malzemeler anot ve katot kısmına bağlanarak şeklin üzerinde gösterilen kontrol kolu yardımıyla yaklaştırılır ve ark ile birlikte oluşturulan plazma halinin neticesinde NPs üretim işlemleri başlar. Şekilde de görüleceği üzere sistem bir soğutma sıvısının içerisinde bulunmaktadır. Ayrıca ark başlatmak amacıyla ayarlanabilir güç sistemi bulunmaktadır.




**Şekil 1.14**. Ark deşarj ünitesinin şematik gösterimi

### 1.5.2. Ark deşarj yönteminde nanoparçacığın boyutuna etki eden parametreler

Ark deşarj yönteminde üretilen NPs'ın boyutuna etki eden belirli parametreler bulunmaktadır. Üretim aşamasının başlamasından bitişine kadar farklı aşamalardan oluşan bu sistem de her aşama üretilen malzeme için önem arz etmektedir. Literatür çalışmalarında da görüldüğü gibi bu parametrelerin herhangi birinin olası değişmesi durumunda üretilen NPs doğrudan etkilenmektedir. Aşağıda partikül boyutuna etki eden parametreler açıklanmıştır.

**Elektrotların ve sistemin temizliği:** Bu temizleme aşaması oldukça önemlidir. Elektrotlar malzeme özelliğine göre organik çözücüler ve saf su ile ultrasonik banyo sonikatörde 15-20 dakika çalkalatıp yıkanması önerilmektedir. Şöyle ki ilk aşamada elektrotların iyi temizlenememesi durumunda, elde edilecek malzemelerde safsızlıkların ve kirliliklerin olması muhtemeldir.

**Elektrot malzemesinin türü:** Nano malzeme üretiminde üretilecek malzeme için tercih edilen birçok elektrot türü mevcuttur. Seçilen elektrot türü ise elde edilecek nano malzemenin boyutunu değiştirmektedir. Şöyle ki aynı şartlar altında Ag ve Co'dan veya başka bir elektrot kaynağından üretilmiş nano malzemenin boyutları aynı olmayacaktır. Çünkü her malzemenin kendine göre oluşturulmuş plazma ortamında ki davranış dinamikleri farklılık göstermektedir.

**Uygulanan gerilim:** Elektrotlara verilen gerilim ile birlikte oluşturulan akımın malzeme boyutuna doğrudan etkisi vardır. Uygulanacak akımın parçacık boyutuna etkisini hakkında yorum yapabilmek için hangi elektrot türünün kullanıldığını bilmek gerekmektedir. Uygulanacak akım-gerilim seviyesi doğrudan elektrot türüne bağlıdır. Örneğin; El-Khatib ve ark., yaptığı çalışma incelendiğinde Cu bazlı elektrotların 30 A'den fazla uygulanan akımın partikül boyutu arttığını göstermiştir. (El-Khatib ve ark., 2018). Başka bir elektrot malzemesi olarak kullanılan malzeme olan Zn ile yapılan çalışma da ise 5-10-15 A değerinde akımlar sisteme uygulanmış ve partikül boyutu analizi yapılmıştır. TEM sonuçlarına göre partikül boyutları uygulanan akım ile birlikte artış göstermiştir (Ashkarran ve ark., 2010b). Charinpanitkul ve ark., yaptığı çalışmada grafit elektrotu ile farklı akım şiddetinin etkisin incelemişlerdir. Uyguladıkları 75 A-100 A-150 A akım değerlerine karşılık parçalanan grafitlerde, 70 A de parçacık şeklinde olan tanelerin, 100 ve 150 A de ise nano-çiçek (nanoflowers) şeklini aldıklarını görmüşleridir (Charinpanitkul ve ark., 2010). Bu çalışmalar da göz önünde bulundurulduğunda uygulanan gerilim ve akımın malzeme özelliklerine etki ettiği belirtilmiştir. Ayrıca,

yukarıda da belirtildiği gibi uygulanacak akım-gerilim miktarı kullanılan elektrot malzemesine de bağlıdır.

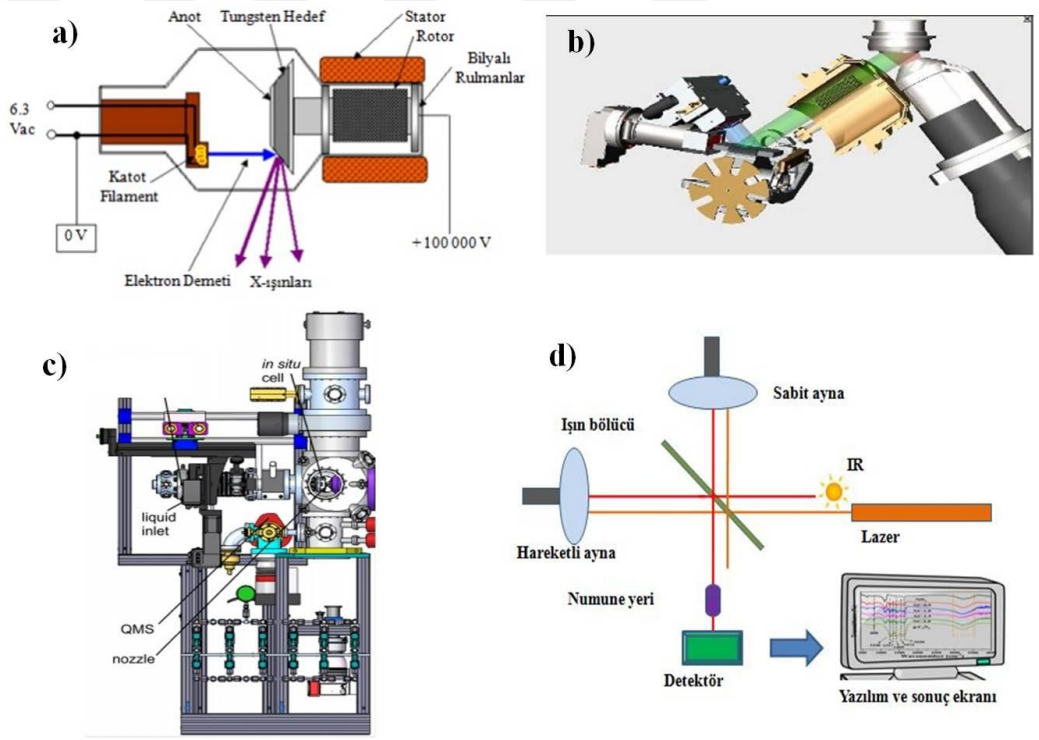
**Kullanılan soğutucu sıvı:** Uygulanan gerilim ile birlikte buharlaşmaya başlayan malzemeler su verme diye adlandırılan prosedür ile birlikte katı forma dönüşmeye başlarlar. Bu plazma formunda bulunan parçacıklar ise ortam da bulunan soğutucu sıvılar etkisiyle farklı boyutlarda NPs haline dönüşmektedir. Parçacık boyutuna etki eden bir diğer parametre ise soğutma sıvılarıdır. Kullanılan sıvıya bağlı olarak parçacık boyutu değişim göstermektedir. Örneğin Gazanfari ve ark., yaptığı çalışma da Al nanoparçacık üretiminde damıtılmış su, etilen glikol, polietilen glikol ve musluk suyunu soğutucu olarak kullanmıştır. Yaptıkları TEM analiz sonuçlarında damıtılmış su için 32 nm, etilen glikol için 20 nm, polietilen glikol için 195 nm ve musluk suyu için 25 nm parçacık boyutu elde ettiklerini açıklamışlardır (Gazanfari ve ark., 2014).

### 1.6. Nanakompozitlerin Analiz Yöntemleri

Nanokompozitlerin üretim yöntemi ve üretimi kadar onların karakterize edilmesi de oldukça önemlidir. Elde edilen kompozitlerin veya nanokompozitlerin nasıl bir özelliğe sahip olduğunu ve hangi uygulamalarda kullanılabileceği yapılan analizlerin sonucunda belirlenebilmektedir. Üretimi yapılan nanokompozite her analizin yapılması mümkün değildir. Bu sebeple kullanım amacına göre analiz yapmak hem zaman hem de enerji tasarrufu sağlamaktadır. Günümüzde nanokompozitlerin özelliğinin ve davranışının belirlenmesinde kullanılan ileri düzey birçok analiz metotları bulunmaktadır. Bu analizler oldukça pahalı ölçüm sistemleri ile yapılmakta ve her ölçüm sistemi kendi arasında belirli gruplar oluşturmaktadırlar.

Bu gruplar arasında bulunan yapısal analizlerden olan X-ışını kırınım difraktometresi (XRD) ile katkı elemanı olarak takviye edilen kristal yapılı NPs hakkında sahip olduğu kristal sistem ve kristal boyut olmak üzere çeşitli özellikleri hakkında bilgi elde edebiliriz (Akman, 2013; Cullity, 1956). Yapısal analizlerden olan X-Ray Fluoresans Spektroskopisi (XRF) tekniği yardımıyla ise numuneyi oluşturan atamların atamoik konsantrasyonunun belirlenmesi kolaylıkla yapılabilir (Melquiades ve Appoloni, 2004). X-Ray fotoelektron spektroskopisi (XPS) veya kimyasal analiz için elektron spektroskopisi katı malzemelerin yüzeyleri hakkında kimyasal bilgi elde etmek için kullanılan gelişmiş bir yüzey analiz tekniğidir (Moulder ve ark., 1992; Öztürk ve ark., 2017). Son yapısal özelliklerin karakterizasyonu olan Fourier dönüşümü kızılötesi spektroskopisi (FTIR) malzemenin tüm formları için (katı, sıvı, gaz) bağ titreşim

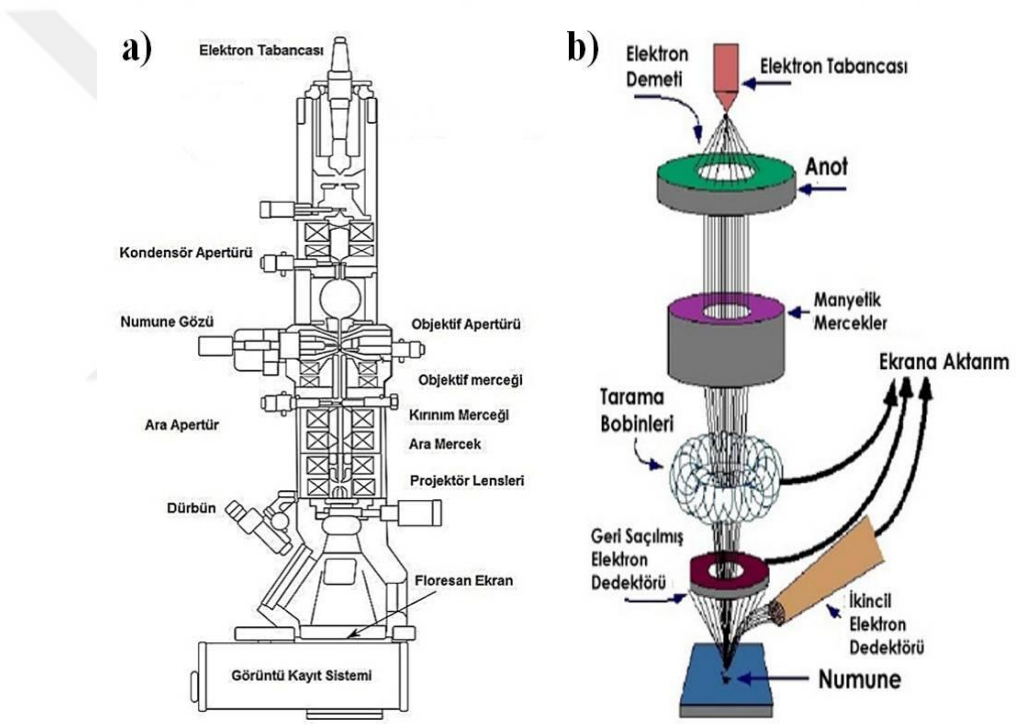
bilgilerinden faydanılarak malzemeler hakkında bilgi toplanılan gelişmiş bir tekniktir (McDonald, 1982). FTIR'ın çalışmasının temelinde; bir numune infrared (IR) ışınlara maruz bırakılarak molekül veya atomların bağlarının titreşim veya dönme hareketleri yaptırılarak eğilmesi, bükülmesi veya gerilmesi sonucu bir soğurum elde edilmesi yatmaktadır. Gönderilen IR ışınları moleküllerdeki çeşitli bağların titreşim miktarlarını ölçer ve moleküldeki fonksiyonel gruplar (metil, metilen, karbonil, keton, hidroksil vb.) hakkında bilgi verir (McDonald, 1982). İlk yıllarda, moleküldeki fonksiyonel gruplar hakkında bilgiler IR spektrometreleri ile alınmakta idi. Teknolojik gelişmelerle birlikte Fourier dönüşümü IR spektrometrelerine adapte edildi. Fourier dönüşümü, bir sinyal fonksiyonel zaman serileri şeklindeki gösteriminin bazı algoritmalar ile frekans spektrumuna dönüştürülmesidir. Böylelikle günümüzde de yaygın olarak kullanılan FTIR spektrometresi geliştirilmiş oldu (Toyran, 2008).




**Şekil 1.15.** a) XRD, b) XRF c) XPS ve d) FTIR sistemlerinin içyapılarının şematik gösterimi

Nanokompozitlerin morfolojik analizleri ise genellikle geçirimli elektron mikroskobu (TEM), taramalı elektron mikroskobu (SEM) ve atomik kuvvet mikroskobu (AFM) yardımıyla yapılmaktadır. TEM'de örnekler üzerine gönderilen elektron demeti yardımıyla yansıma yapan elektronlar ile malzeme yüzeyi hakkında bilgiler verirken, numunenin diğer tarafından çıkan elektronlar ise malzemeyi oluşturan elementler hakkında bilgi vermektedir. SEM, TEM gibi elektron demetinin numuneden

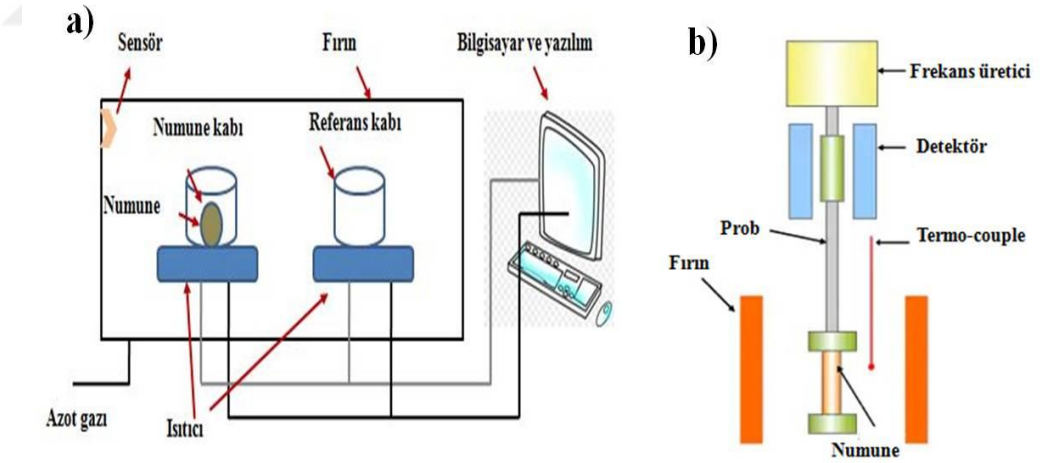
geçirilmesinden ziyade odaklanmış bir elektron demetinin yüzeyden yansıtılması prensibi ile çalışmaktadır. SEM yardımıyla malzemelerin yüzey morfolojilerini belirlenmesi, dizilim hataları, kusurlu yüzeylerin belirlenmesi, faz sınırlarının belirlenmesi gibi uygulamalarda yaygın olarak kullanılır (Koç, 2012). AFM sisteminde ise kentilivir olarak adlandırılan başlığa takılmış uç yardımıyla, numuneye mikron seviyelerinde yaklaşılır ve uç ile numunenin atomik düzeyde etkileşimlerinin başlamasıyla numune yüzeyindeki tanelerin görüntüleri ekrana aktarılır. Ekranda görüntülenen görüntüyü bir yazılım aracılığıyla 3D (3-Dimension) görüntüye çevirerek 3 boyutlu halde de görüntülenebilir. Bu sayede de numunenin tane dağılımları ve yüzey pürüzlülüğü gibi parametreleri kolaylıkla tespit edilebilir (Akman, 2013; Erkoç, 2010).




**Şekil 1.16.** a) TEM ve b) SEM sistemlerinin içyapılarının şematik gösterimi

Nanokompozitlerin optik analizleri ise genel olarak ultraviyole (UV) ile karakterize edilmektedir. Görnür bçölge dalga aralığı için ise UV-gör olarak adlandırılan sistemde numunenin optiksel geçirgenliği, ışığı soğurma kabiliyeti ve ışını geri yansıtma miktarları tespit edilmektedir. Bu ölçülen parametreler yardımıyla da çeşitli denklemler kullanılarak malzemelerin direkt (doğrudan) veya indirekt (dolaylı) geçiş davranışları, yasak enerji bant değeri ve soğurma katsayısı gibi önemli optiksel parametreleri hesaplanmaktadır (Sönmezoğlu ve Akman, 2014).

Nanokompozitlerin termal analizleri ise yaygın olarak termogravimetrik analiz (TGA), diferansiyel taramalı kalorimetre (DSC) ve dinamik mekanik analiz (DMA) ile gerçekleştirilmektedir. TGA, inert gazlar (genellikle azot) altında numunenin kütle değişim miktarını sıcaklığa veya zamana bağlı olarak ölçmek için kullanılan tekniktir. Malzeme türüne bağlı olarak malzemelerde kütle kaybı veya artışı gözlemlenebilir. Bazı malzemeler artan sıcaklık miktarıyla bünyesinde bulunan nem veya su gibi uçucu bileşenlerden ayrılarak kütle kaybına uğrarken, bazı numuneler ise artan sıcaklıkla birlikte oksit bileşiklerle bağ yaparak kütle kazanımı gerçekleştirebilir. Bu kütle artış ve azalışı TGA analizi yardımıyla karakterize edilebilir. DSC, artan veya azalan sıcaklığa bağlı olarak malzemelerde ki termal geçişler ile ilgili sıcaklıkları tespit ederek ve ısı akış miktarlarını tayin eder. Üretilen numunelerin özellikle de nanokompozit malzemelerin katkı ile birlikte sıcaklık davranışlarının nasıl değiştiğini analiz etmede en yaygın kullanılan yöntemlerdendir. Bilindiği üzere malzemelere sıcaklık verildiğinde belli başlı termal geçişler olmaktadır. Bu geçişlere örnek olarak malzemenin bağlarının ilk olarak gevşediği camsı geçiş sıcaklığı, katı formundan sıvı formuna geçiş olan erime sıcaklığı ve sıvı formundan gaz formuna geçiş olan kaynama sıcaklığı verilebilir. Bu geçişlerin tamamı DSC analizi ile tespit edilebilir (Ciprioti ark., 2017).




**Şekil 1.17.** a) TGA ve b) DMA sistemlerinin içyapılarının şematik gösterimi

Nanokompozitlerin mekanik analizler ise malzeme/numune türüne göre farklılık göstermektedir. Geçmişten günümüze gelişen teknolojilerle birlikte malzemenin mekanik özelliklerinin belirlenmesi için çeşitli teknikler geliştirilmiş ve halende geliştirilmeye devam etmektedir. Bu teknikler arasında sıklıkla kullanılanlar ise çekme testi deneyi, numuneyi üç noktadan eğme testi deneyi, darbe testi ve dinamik mekanik analiz testidir. Bu teknikler üretilen malzeme cinsine bağlı olarak kullanılmaktadır. Örneğin metal

matrisli kompozit olarak üretilmiş numunelerde üretiminde üç nokta eğme testi yaygın olarak kullanılırken polimer matrisli kompozit olarak üretilmiş numunelerde çekme testi ve dinamik mekanik analiz tekniği kullanılmaktadır. Bunun birlikte bahsedilen tekniklerin kendi aralarında avantaj ve dezavantajları bulunmaktadır (Ashraf ve ark., 2018; Crosby ve Lee, 2007).

### 1.7. Nanokompozitlerin Elektromanyetik Teoremi

Manyetik alanın oluşumu hareketli bir yük sayesinde meydana gelir. Yük değişmeyen bir hareket yaparak bir manyetik alanın meydana gelmesini sağlar. Yük sabit olan hızını, değişken olan hıza dönüştürürse bu defa ortaya değişken bir manyetik alan çıkar. Değişken bir manyetik alan da elektrik alan meydana getirir. Bu durumun terside gerçekleşebilir yani değişken elektrik alanda manyetik alan meydana getirebilir. Böylece değişken hareketi yapan bir yük elektromanyetik alan oluşturur. Bu durumda elektrik alan ile manyetik alan birbirini etkileyen iki farklı kavramdır. Bu iki kavramın temelini yani elektromanyetik teorinin temelini İskoç fizikçi ve matematikçi olan James Clerk Maxwell'in bulduğu 4 farklı Maxwell denklemleri oluşturmaktadır. Maxwell denklemleri elektromanyetizmanın bütünü için temel denklemleridir. Manyetik ve dielektrik madde yok iken Maxwell denklemleri şöyledir:

1) $\oint_A \vec{E}.d\vec{A} = \frac{Q}{\epsilon_0}$ : $\vec{E}$ için Gauss Yasası

2) $\oint_A \vec{B}.d\vec{A} = 0$ : $\vec{B}$ için Gauss Yasası

3) $\oint \vec{E}.d\vec{l} = -\frac{\partial \emptyset_B}{dt}$ : Faraday Yasası

4) $\oint \vec{B}.d\vec{l} = \mu_0 I + \mu_0 \epsilon_0 \frac{d\emptyset_E}{dt}$ : Yer değiştirme akımını da içeren Amper yasası

Maxwell denklemlerinin birincisi; Gauss yasası statik elektrik alanı ve statik elektrik alanını pozitif yükten negatif yüke doğru itilmesine neden olan elektrik yükleri arasındaki ilişkiyi tanımlamaktadır. Maxwell denklemlerinin ikincisi; manyetik için olan Gauss yasası elektrik yükleriyle kıyas edilebilen manyetik yükün (manyetik tek kutuplu da denilir) bulunmadığı ifade etmektedir. Başka bir ifadeyle, belirli bir hacim içine girmiş herhangi bir manyetik alan çizgisi o hacminin herhangi bir yerinden çıkmak zorundadır. Maxwell denklemlerinin üçüncüsü; bu denklem elektrik alan ile manyetik alan arasındaki ilişkiyi açıklamaktadır. Maxwell denklemlerinin dördüncüsü; Maxwell ampere yasası, manyetik alanın elektrik alan değiştirme yoluyla oluşturulduğunu açıklamaktadır. Bu denklem sadece manyetik alandaki değişimin elektrik alanının oluşmasına neden olmasını

değil, elektrik alanındaki değişimin manyetik alanın oluşmasına neden olduğunu göstermektedir (Amat ve Muñoz, 2008; Hu ve ark., 2018).

### 1.7.1. Elektromanyetik dalgaların hızı

Yukarıda da bahsedildiği üzere elektrik ve manyetik alanlar birbirlerine bağlı olarak değişkenlik göstermektedirler. Bu iki alan içinde dalga denklerimleri ile teoremi kurularak zamana ve ortama göre hareketleri belirlenebilir. Maxwell denklemleri hem elektrik alana ve manyetik alana uyduğunu için her ikiside z eksenine ve zamana bağlıdır.

$$-\frac{\partial B_y}{\partial z} = \mu_o \varepsilon_o \frac{\partial E_x}{\partial t}$$

$$-\frac{\partial B_y}{\partial t} = \frac{\partial E_x}{\partial z}$$

$E_x$ ve $B_y$ alan bileşenlerinin, üstteki denkleminin zamana ve alttaki denkleminin z göre kısmi türevleri alınırsa;

$$-\frac{\partial^2 B_y}{\partial t \partial z} = \mu_o \varepsilon_o \frac{\partial^2 E_x}{\partial t^2}$$

$$-\frac{\partial^2 B_y}{\partial z \partial t} = \frac{\partial^2 E_x}{\partial z^2}$$

denklemlerine dönüşür. Gerek kısmi türevde sıranın olmaması gerekse de deklemeklerin iki tarafındaki özdeşliğinden dolayı sağ kısımda kalan eşitlikler birbirine eşitlenirse;

$$\frac{\partial^2 E_x}{\partial z^2} = \mu_o \varepsilon_o \frac{\partial^2 E_x}{\partial t^2}$$

eşitlikleri elde edilir. Bu ifade bir dalga denklemi ile aynı yapıya sahiptir. Çözümü z ekseninde ilerleyen harmonik bir düzlem dalgadır. Z ekseninde ilerleyen dalga hareketi için denklem;

$$E_x = E_o \cos(kz - \omega t + \phi)$$

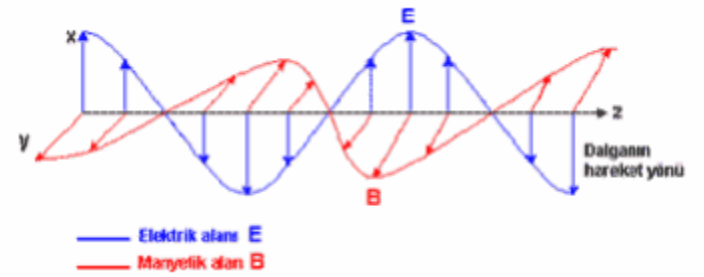
Burada; $E_0$ elektrik alan genliği, $k$; dalga sayısı, $\omega$; açısal frekans, $Ø$ faz açısıdır. Manyetik alanın $B_y$ bileşeni de;

$$\frac{\partial^2 B_y}{\partial z^2} = \mu_o \varepsilon_o \frac{\partial^2 B_y}{\partial t^2}$$

denklemini sağlar. Bu denklemin çözümü,

$$B_y = B_o \cos(kz - \omega t + \phi)$$

$E_x$ ve $B_y$ için türetilen denklemlerden de anlaşılacağı üzere elektrik ve manyetik alanlar aynı fazdadır. Bir maksimum olduğunda diğeri de maksimum; biri sıfır olduğunda diğeri de sıfırdır. Bu alanlar Şekil 18'de görüldüğü gibi birlikte salınım yaparlar. Bu dalgalar birbirlerine ve dalganın yayılma doğrultusuna (z ekseni) dik olan ve titreşen elektrik ve manyetik alanlardan oluşmaktadır. Bu nedenle elektromanyetik dalgalar enine dalgalardır.




**Şekil 18.** z ekseni boyunca ilerleyen enine elektrik ve manyetik alanın görünüşü

Bilindiği üzere bir dalganın dalga boyu uzunluğu ve frekansı;

$$\lambda = \frac{2\pi}{k}$$

$$f = \frac{\omega}{2\pi}$$

Denklemlerinden tespit edilir. Dalganın yayılma hızı ise;

$$v = \lambda f = \frac{\omega}{k}$$

olarak denklemi yardımıyla bulunur. Bir eksen boyunca ilerleyen enine bir dalganın hızı;

$$\frac{\partial^2 Z}{\partial z^2} = \frac{1}{v^2}\frac{\partial^2 Z}{\partial t^2}$$

olduğundan belirlenen denklemler ile elektrik ve manyetik alan için dalganın ilerleme hızınını;

$$v^2 = \frac{1}{\mu_o \varepsilon_o}$$

Şeklinde ifade edebiliriz. Burada $\varepsilon_0$ = 8.854 x $10^{-12}$ F/m boşluğun dielektrik geçirgenliği; $\mu_0$=1.257 x $10^{-6}$ H/m boşluğun manyetik geçirgenliğidir. Bu değerler yerine konduğunda denklemi ışık hızının karesini vermektedir. Buna göre;

$$c = \frac{1}{\sqrt{\mu_o \varepsilon_o}}$$

Elektrik alanın x bileşeni ve manyetik alanın y bileşeni, z yönünde ışık hızında yayılan bir dalgadır. Bir elektromanyetik dalgada, elektrik alanın genliği ile manyetik alanın genliği arasında;

$$\frac{E_o}{B_o} = \frac{E}{B} = c$$

bağlantısı vardır.

### 1.7.2. Elektromanyetik dalgaların farklı kırılma indisli ortamda hızı

Yukarıdaki bölümde ideal boşlukta ilerleyen dalgaların oluşumu ve ilerlemeleri incelenmiştir. Elektromanyetik dalgalar boşlukta olduğu gibi numunelerin içinde de ilerleyebilmektedir. Optiksel olarak geçirgen olan ortamlarda elektromanyetik dalganın yayılma hızını, boşlukta ilerleyen elektromanyetik dalgalar için kullandığımız yöntemi takip ederek, dalgaların hızı belirlenebilir

$$v = \frac{1}{\sqrt{\epsilon\mu}} = \frac{1}{\sqrt{\kappa\kappa_m}} \frac{1}{\sqrt{\epsilon_0\mu_0}} = \frac{c}{\sqrt{\kappa\kappa_m}}$$

Burada; $k$ numunenin dielektrik sabit iken, $k_m$ ise bazı ferromanyetik malzemeler dışında değeri 1 civarındadır. $k_m$'nin değeri 1 olduğu düşünüldüğünde dalganın numune içindeki hızı şu şekilde olur;

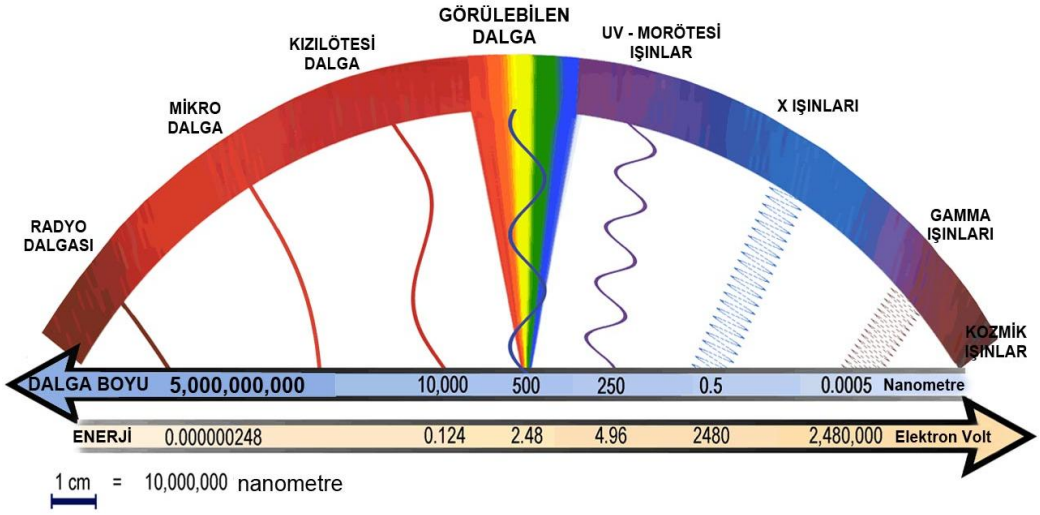
$$v = \frac{1}{\sqrt{\kappa\kappa_m}} \frac{1}{\sqrt{\epsilon_0\mu_0}} = \frac{c}{\sqrt{\kappa}}$$

### 1.7.3. Dalga boyuna göre elektromanyetik spektrum

Günümüzde çeşitli amaçlarla kullanılan birçok elektromanyetik dalga türü bulunmaktadır. Bu elektromanyetik dalga türleri sahip oldukları bölgenin dalgaboylarına göre özellikleri değişmektedir. Sınıflandırma yapılırkende sahip oldukları dalgaboyları büyüklükleri göz önüne alınarak sınıflandırılmışlardır. Şekil 1.19'da oluşturulan sınıflandırma tablolarına göre bu dalgaların hem isimleri hemde şematik gösterimi verilmiştir.

Bu sınıflandırma tablosunda verilen radyo dalgası kısmı ise kendi frekans skala aralığına bağlı olarak isimlendirilmesi değişmektedir. Bu isimlendirlemerrin bazıları

şunlardır; 1 Hz'e kadar olana ultra düşük frekans, 1 kHz'e kadar olana aşırı düşük frekans, 3-30 kHz arasına çok düşük frekans, 30-300 kHz arasına düşük frekans, 300 kHz ile 3 MHz arasına orta frekans, 3-30 MHz arasına yüksek frekans, 30 MHz-300 MHz arasına çok yüksek frekans, 30 MHz ile 3 GHz arasına ultra yüksek frekans, 3-30 GHz arasına süper yüksek frekans ve 30-300 GHz arasına da aşırı yüksek frekans denmektedir.




**Şekil 1.19.** Dalga boyu büyüklüğüne göre elektromanyetik dalgaların sınıflandırılması

### 1.7.4. Elektromanyetik dalgaları kullanarak cisim tespitinin yapılışı

Elektromanyetik dalgaları günümüzde bir cismin yerini ve uzaklığını tespit ederken yaygın olarak kullaılmaktadır. Özellikle askeri alanlarda ve savunma sistemlerinde yaygın kullanılması bu alanı hem ekonomik olarak hem de stretejik olarak önemli kılmıştır. Gerek yabancı bir askeri uçağın tespitinde gerekse de uzaktaki herhangi bir cismin tespitinde elektromanyetik dalga çeşidi olan radar dalgaları sıklıkla kullanılmaktadır. Uzaktaki cisimlerin tespiti ise geri yansıma prensibi ile gerçekleştirilmektedir. Şekil 1.20'de uzaktaki olası bir cismin tespit mekanizmaları gösterilmiştir. Aşağıda ise Şekil 1 20'de gösterilen mekanizmanın basamak basamak anlatımı verilmiştir.

1) Bunun için magnetron olarak adlandırılan sistem ile yüksek frekanslı radyo dalgaları oluşturur.
2) Duplekser olarak bilinen ve yüksek frekanslarda sistemin zarar görmesini engellemek adına sinyalleri zayıflatan daha sonra antene sinyali aktaran ünitedir.
3) Anten, ilk aşamada verici olarak davranarak havaya dar radyo dalgaları ışınını gönderir.

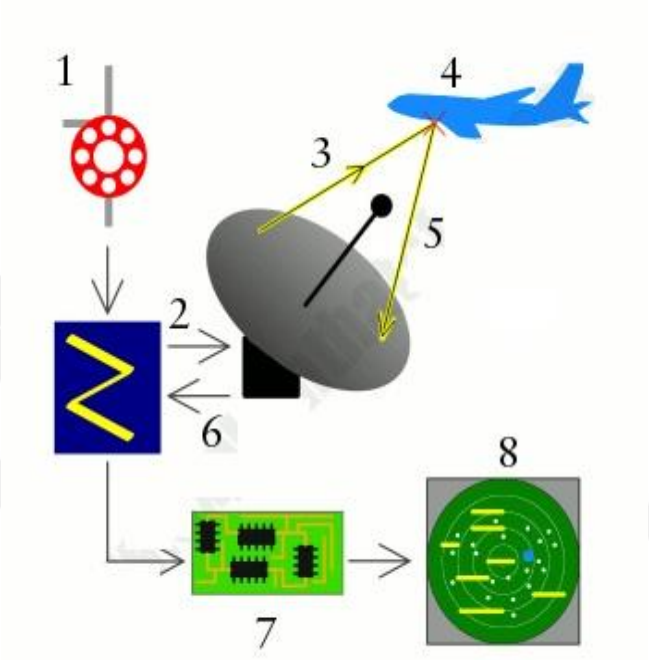
4) Radyo dalgaları düşman uçağına veya yabancı bir cisme çarparak ve geri yansıyarak antene gelir.

5) Anten, bu defa alıcı rölü oynayarak geri yansıyan dalgaları toplar.

6) Duplekser anteni alıcı birime geçirir.

7) Alıcı ünitedeki bilgisayar yansıyan dalgaları işler ve onları bir monitor ekranına çeker.

8) Düşman uçağı veya yabancı cisimler yakınlardaki diğer hedeflerle birlikte monitor ekranında görünür.




**Şekil 1.20.** Radar dalgaları kullanarak cisim tespitinin gösterimi

Yabancı cismin tespiti için kullanılan elektromanyetik dalgalardan kaçmak amacıyla da çeşitli çalışmalar yapılmaktadır. Burada ki temel mantık gelen ışının tekrar kaynağa veya dedektöre gitmesinin engellemektir. Bu sebeple gelen ışının geri yansıma miktarı olabilidiğince azaltılması istenmektedir. Bu ise iki şekilde mümkündür. Birincisi dalganın çarpma neticesinde sağa sola dağılmasını sağlayarak kaynağa ulaşmasını engellemek. İkincisi ise gelen dalganın bir numune aracılığıyla soğrulması yapılarak geri dönen dalga şiddetini azatlıması ile yapılabilir.

# 2. KAYNAK ARAŞTIRMASI

## 2.1. Ark Deşarj Yöntemiyle Nanoboyutlu Ag ve Co Sentezi Çalışmaları

NPs üretimi yöntemlerinin gelişmesiyle birlikte NPs üretimi konusunda geniş yelpazede çalışmalar yapılmıştır. Bu üretim yöntemleri arasında bulunan ark deşarj yöntemi ilk kullanılışından günümüze kadar sıklıkla kullanılan yöntemlerden biri olmuştur. Bu yöntemi ile birçok elementin saf halleri kullanılarak NPs üretimi gerçekleştirilmiştir. Bu elementler arasında özellikler Ag en yaygın üretimi yapılan element olarak dikkat çekmektedir. Bu bölümde tez çalışmasında kullanılan Ag ve Co NPs'nın ark deşarj yöntemi ile üretimi hakkında literatür çalışmaları verilmiştir. Verilen çalışmalarda üretilen NPs hangi şartlar altında elde edildikleri ve ne gibi sonuçların ortaya konduğu ifade edilmeye çalışılmıştır. Son kısımda ise yine tez çalışmasında kullanılan PVB polimerine NPs katkısı ile ilgili çalışmalar özetlenmiştir.

### 2.1.1. Ark deşarj yöntemiyle nanoboyutlu Ag çalışmaları

Lo ve ark., 2007 yılında yaptikları araştırmada, tasarladıkları sistemle metal kaynaklarını 12.000 $^{o}$C'ye kadar ısıtabildiklerini ve dolaysıyla da Ag NPs'ını da yüksek sıcaklığa çıkardıktan sonra sentez işlemlerinin yaptıklarını ifade etmişlerdir. Yapılan SEM ve TEM analizlerinde tane boyutunun 20 nm civarında olduğunu fakat yer yer kümelenmelerin olduğu belirtilmiştir. Ayrıca yapılan XRD analizlerinde (111) (200), (220), (311), (220) ve (400) yönelimlerine sahip standart Ag'e 6 adet pik tespit etmişlerdir (Lo ve ark., 2007).

Tien ve ark., 2008 yılında yaptıkları çalışmada, 1 mm çapında iki Ag çubuklarından ark deşarj yöntemiyle Ag NPs üretimi gerçekleştirmişlerdir. Elektrotları kullanılmadan önce birkaç kez saf su ile titreşimi yapıldıktan sonra kullanıma hazır hale getirip sisteme yerleştirmişlerdir. Ark süresini ise 3 ms tutarak 70 V altında deneyi yapmışlardır. Saf suyun soğutucu olarak kullanıldığı deney sonuçlarında; SEM sonuçlarından ortalama tane boyutunun 20 nm civarında olduğunu, UV-gör spektrometresi analizlerinde ise 396 nm dalgaboyunda pik tespit etkilerini ifade etmişlerdir (Tien ve ark., 2008).

Tien ve ark., 2010 yılında Au ve Ag çubuklar kullanarak ark deşarz yöntemiyle sentez yapmışlardır. Soğutucu olarak saf suyun kullanıldığı sistem de Ag NPs'ı herhangi bir safsızlık olmadan üretimi gerçekleştirilmiştir. Yapılan SEM analizlerinde Ag için ortalama tane boyutu 40 nm olurken Au için 30 nm olarak tespit edilmiştir. UV-gör spektometresinde yapılan analizler de ise kolladial Ag NPs'ın 396 nm, kolladial Au NPs'ın 525 nm dalgaboylarında pik verdiğini grafiklerle göstermişlerdir. Yapılan Zeta

potansiyel analizlerinde ise Ag NPs -35 mV değer gösterirken, Au NPs -45 mV'luk değer göstermiştir (Tien ve ark., 2010).

Naik ve ark., 2011 yılındaki bilimsel çalışmalarında, saf Ag çubuklarından ark deşarj yöntemiyle NPs sentezi yapmışlardır. Yapılan XRD ölçümlerinde elde edilen 5 pikin (111), (200), (220), (311) ve (222) yönelimlerinde olduğunu göstermişlerdir. Yapılan BET analizlerinde ise yüzey alanı 826 ($m^2/g$), gözenek hacminin ise 1.1 ($cm^3/g$) olduğunu hesaplamışlardır. Yapılan TEM analizlerinde ise parçacık boyutunun 3-5 mikron seviyelerinde olduğunu göstermişleridr (Naik ve ark., 2011).

Tseng ve ark. 2013 yılında yaptıkları çalışmada, ark deşarj yöntemiyle sentezlenen Ag NPs'ın sentez parametreleri ile oluşturulan NPs arasındaki ilişkiyi incelemişlerdir. Zamana bağlı ölçülen Zeta potansiyelinde 1 dk olarak sürdürülen prosüdürde potansiyel -24 mV elde edilirken 3 dk'lik prosüdürde potansiyel -15 mV olarak elde edilmiştir. Yine zamana bağlı yapılan tane boyutu analizlerinde 1 dk için tane boyutu 600-700 nm iken, 3 dk için 1300-1400 nm civarında bulunmuştur. Yapılan UV-gör bölge testlerinde her iki zaman içinde 400 nm civarında pik gördüklerinin anlatmışlardır (Tseng ve ark., 2013).

Miranzadeh ve Kassaee 2014 yılında yaptıkları ortak çalışmada, kullandıkları farklı karışım içeren farklı çözücülerle Ag NPs'in değişimini gözlemlemişlerdir. Elde ettikleri ölçüm sonuçları ve gözlemleri Çizelge 2.1'de özetlenmiştir (Miranzadeh ve Kassaee, 2014).

**Çizelge 2.1.** Miranzadeh ve Kassaee çalışmasının özeti

| Numuneler | Oran | Renk | Tane boyutu (nm) | Verim (mg) | Morfoloji |
|---|---|---|---|---|---|
| **1** | Glikoz / su | Gri | 65 | 113 | Pirinç benzeri |
| **2** | | | | | Tane |
| **3** | Gliserin / su | Açık gri | 35 | 60 | Küre |
| **4** | Fenol / su | Koyu gri | 100 | 25 | Bilye |
| **5** | Mg'lu Su | Siyah | 55 | 10 | Pirinç benzeri |
| **6** | Kselin Etil | Siyah | 85 | 43 | Bulutumsu |
| **7** | asetat | Açık Gri | 35 | 25 | Plaka |
| **8** | Etilen glikol | Siyah | 65 | 70 | Tohum |
| | Fenol / toluen | Siyah | 35 | 20 | şeklinde |

Zhang ve çalışma ark., 2016 yılında yaptıkları çalışmada farklı voltaj değerlerinde Ag NPs sentezi gerçekleştirmişlerdir. XRD ile yapılan yapısal analizlerde standart Ag piklerini görmüşlerdir ve voltajla birlikte pik şiddetinde değişiklik olmadığını

vurgulamışlardır. Yine XRD ile yaptıkları parametre hesaplarında piklerin yarı pik genişlikleri 0.33 ile 0.54 arasında değiştiğini, kristalite boyutunun ise 14.8 ile 24.2 nm arasında olduğunu tablo halinde göstermişleridir. Yapılan XPS analizlerinde ise tüm voltaj değerleri için Ag 3d pikinin olduğunu ve artan voltaj değerleri ile de bağlanma enerjisinin 284.5 eV'dan 285.4 eV'a kaydığını ifade etmişlerdir. TEM analizlerinde elde ettikleri sonuçları ortalama tanecik boyutu şeklinde grafiklerindirdikleri çalışmada değişen voltaj miktarıyla tanecik boyutunun çok ciddi şekilde değişmediğini göstermişlerdir (Zhang ve ark., 2016).

Zhang ve ark., 2017 yılında yaptıkları çalışma da Ag NPs tane boyutu ve çeşitli özellikleri üzerinde akımın etkisini incelemişlerdir. Sentez aşamasında sırayısla 40 A, 56 A, 72 A, 88 A, 104 A ve 124 A değerlerinde akım uygulamışlardır. Yapılan XRD analizlerinde uygulanan tüm akım değerlerinde (111), (200), (220), (311) ve (222) yönelimleinde pikler elde etmişleridr. Uygulanan akım değerleriyle birlikte kristalite boyutunun 27 nm ile 37 nm arasında olduğunu, herhangi bir pik kaymasının ise olmadığını göstermişleridr. SEM analizlerinde ise artan akım ile birlikte tane boyutunun ve kümeleşmenin artığını göstermişlerdir. Ayrıca değişen akım ile birlikte dakikada üretim miktarı analizi de yapılmıştır. Elde edilen sonuçlara göre 104 A'lik akımda dakikada üretim 250 mg seviyelerinde ve en yüksek iken, 40 A akım değerinde bu miktar 50 mg seviyelerinde ve en düşük miktarda olduğunu vurgulamışlardır (Zhang ve ark., 2017).

El-Khatib ve ark., 2018 yılında yaptıkları çalışmada, % 99.99 saflıktaki Ag çubuklarından Ag NPs'ı üretmişlerdir. Hazırladıkları iki farklı sistem de birinde Ag çubuklarının dönen disk sistemine yerleştirmişler diğer sistemde ise Ag çubuklarını normal elektroda bağlayarak gerçekleştirmişlerdir. Yapılan yapısal analizlerde her sistem için de (111), (200), (220) ve (311) yönelimlerinde piklerin olduğunu tespit etmişlerdir. Ayrıca, ayrıca diskli sistemin kristalite boyutunun yaklaşık % 10 daha küçük olduğunu hesaplamışlardır. TEM analizlerinde ise diskli sistemin tane dağılımının hojenliğinin daha düzgün olduğu tespit edilmiştir. Son olarak yapılan Zeta potansiyeli testinde ise yine diskli sistemin daha yüksek olduğu grafiklerle gösterilmiştir (El-Khatib ve ark., 2018).

Tseng ve ark., 2018 yılında yaptıkları araştırmada, Ag çubuklarından Ag NPs üreterek elde ettikleri NPs'in çeşitli özelliklerini araştırmışlardır. UV-gör bölge analizlerinde 394 nm dalgaboyunda 0.045 soğurma şiddetinde klasik Ag eğrisini çizdirmişlerdir. SEM analizlerinde ise yer yer kümelenmelerle birlikte ortalama tane boyutunun 100 nm civarında olduğunu ifade etmişleridr. Yapılan anti-bakteriyel testlerde

ise ark deşarj yöntemiyle elde edilen Ag NPs'ının zamanla birlikte ciddi bakteri azalmasının gerçekleştiğini ıspatlamışlardır (Tseng ve ark, 2018).

### 2.1.2. Ark deşarj yöntemiyle nanoboyutlu Co çalışmaları

Sergiienko ve ark., 2007 yılında ki çalışmalarında Co ve C'nu bimetal olarak birleştirmişlerdir. Burada ki Co NPs'ını ark deşarj yöntemiyle sentezleyerek bimetali elde etmişlerdir. XRD analizlerinde küçük açılarda saf karbon piki elde etmişlerdir. Farklı sıcaklıklar altında Co NPs'ının manyetiklik ölçümlerinin yapmışlardır. Manyetik alanıların büyüklüğünün sıcaklıkla beraber -1200 kA $m^{-1}$ ile +1200 kA $m^{-1}$ arasındaki tarama için 24 A $m^2kg^{-1}$ ile 50 A $m^2kg^{-1}$ arasında olduğunu ölçmüşlerdir (Sergiienko ve ark., 2007).

Khezri ve ark., 2013 yılında yaptıkları çalışmada, % 99 saflık oranındaki Co ark deşarj yöntemiyle farklı akım değerlerinde sentezlemişlerdir. Sentezi yapılan Co NPs'ının çeşitli karakterizasyonları yapmışlardır. Yapılan analizler de 30 A akım ile sentezlenen Co NPs'ının en yüksek soğurma gösterdiğini 10 A değerindeki akımda ise en düşük en düşük soğurma gösterdiğini açıklamışlardır. XRD analizlerinde ise yönelimlerin (111) ve (200) olduğunu söylemişlerdir. Yapılan bir başka analizde ise dinamik ışık saçılımı ile tane boyununun akım ile birlikte arttığını açıklamışlardır (Khezri ve ark., 2013).

Danfeng ve ark., 2014 yılında yaptikları çalışmada, ark deşarj yöntem ile Co NPs sentezi yapılmış ve belirli oranlarda karbona katkı yapılarak çeşitli özellikleri incelenmiştir. Yapılan XRD analizlerinde $44.34^o$, $51.54^o$ ve $75.86^o$ açılarında ve (111), (200) ve (220) yönelimlerinde üç belirgin pik gözlemlemişlerdir. Bu piklerin tamamının klasik Co ile uyuşma gösterdiğini ifade etmişlerdir. RAMAN analizlerinde ise 1331 and 1588 $cm^{-1}$ dalgaboylarında D ve G bantlarını çizdirmişlerdir. TEM ile yapılan tane boyutu analizlerinde tane büyüklüklerinin 10-50 nm arasında değiştiğini ifade etmişlerdir. Ayrıca elde edilen Co NPs'ı % 10, % 40, % 50, % 70 ve % 80 oranında karbona katkılayarak elektromanyetik dalga soğurma özelliklerine bakmışlardır. Yapılan dB ölçümlerinde % 50'lik katkıya kadarki oranlarda reflektans kaybı oranının arttığı daha sonraki katkı oranlarında bu değerin azaldığını grafiklerle göstermişlerdir (Zhang ve ark., 2014).

Khezri ve ark., 2014 yılında yaptıkları başka bir çalışmada, yüksek saflıktaki Co ve Fe çubukları kullanarak ark deşarj yöntemiyle sentez yapmışlardır. Yapılan sentez Co NPs'ını üzerinde de çözücü etkisi incelenmiştir. Çözücü olarak deiyonize su, etanol, metanol, propanol ve etilen glikol kullanılmıştır. Alınan SEM görüntülerinde etanol ve

etilen glikol çözücülerinde dağılım homojenken, diğer çözücülerde ciddi kümelenmeler olduğu anlaşılmıştır. Yapılan XRD analizlerinde ise tüm çözücüler için elde edilen Co NPslarının yönelimleri (111) ve (200) olduğunu belirtilmiştir (Khezri, ve ark., 2014).

Wang ve ark., 2015 yılında yaptıkları çalışmada % 99.99 saflığa sahip külçe şeklindeki Co'da ark de şarz yöntemiyle Co NPs üreterek çeşitli karakterizasyonlar yapmışlardır. Soğutucu olarak alkol bazlı çözücünün kullanıldığı deneyde XRD sonuçlarında ve (111), (200) ve (220) yönelimli Co pikleri olduğunu düzlemler arası mesafenin ise 2.44 $A^o$ ile 2.86 $A^o$ arasında değiştiğini belirtmişlerdir. Ayrıca yüksek sıcaklıklarda tavlama ile birlikte yapı içerisnde CoO yapılı bileşiklerin belirdiğini göstermişlerdir. Ayrıca TEM analizlerinde yüksek sıcaklıklarda düzlemler arası mesafelerin yavaş yavaş kaybolduğunu anlatmışlardır (Wang ve ark., 2015).

Orpe ve ark., 2017 yılında yaptıkları araştırmada, sisteme uygulanacak akım ile Co NPs'ının değişimi üzerine bir araştırma yapmışlardır. Uygulanan amper değerleri ise 50 A, 100 A ve 150 A olarak seçilmiştir. Uygulanan akım ile düzlemler arasındaki mesafenin 1.77 $A^o$ ile 2.12 $A^o$ arasında değiştiğini ve 50 A, 100 A and 150 A için kristalite boyut büyüklüğünün 29 nm, 30 nm ve 38 nm olduğunu hesaplamışlardır. Manyetiklenme kabiliyetinin ise 50 A, 100 A ve 150 A için 49.1 Ms (emu/g) 58.9 Ms (emu/g) ve 63.2 Ms (emu/g) olarak bulmuşlardır. Yapılan TEM analizlerinde ise 50 A ile sentezlenen Co NPs'ının kübük benzeri bir şekilde olduğu gözlemlenirken, 100 A ve 150 A ile sentezlenen Co NPs'nın küre ve rot benzeri bir şekilde oluştuğunu tespit etmişlerdir (Orpe ve ark., 2017).

El-Khatib ve ark., 2018 yılında yaptıkları çalışmada; % 99,997 saflıktaki Co ile ark deşarj yöntemi kullanarak Co NPs elde etmişlerdir. Yapılan XRD analizlerinde $44.3^0$, $51.6^0$ ve $75.9^0$ açılarında pikler elde etmişlerdir. Elde ettikleri piklerin karekteristik Co pikleri olduğunu vurgulamışlardır. Morfolojik analizlerde ise SEM ve TEM de parçacık boyutunun yaklaşık olarak 20 nm olduğunu göstermişleridr. Manyetiklik ölçümünde ise Co NPsların manyetiklik dercesinin 150 A $m^2kg^{-1}$ seviyelerinde olduğunu grafiklerle göstermişlerdir (El-Khatib ve ark., 2018).

## 2.2. PVB Tabanlı Polimerlere Nano-Boyutlu Parçacık Katkılayarak Hazırlanan Çalışmalar

Metal ve oksit malzemelerin polimer malzemesine katkılanıp özelliklerini incelenmesi başlı başına bilim dünyasının ilgisini çekmektedir. Bu nedenle bu alanda binlerce çalışma mevcuttur. Bu alanda araştırma sayısı fazla olmasına rağmen literatür de ciddi boşluklar ve araştırmaya değer oldukça farklı yöntemler ve malzemeler vardır. Aşağıda ağırlıklı olarak geçirgen polimerlere katkı yapılan metal ve metal türevlerinin incelendiği ve araştırıldığı literatür çalışmaları yer almaktadır.

Gopal ve arkadaşlarının 1997 yılında yaptıkları çalışmada polivinil butirala lityum tuzunu farklı oranlarda katkılayarak polimer üzerinde ne gibi etkisi olduğunu tespit etmeye çalışmışlardır. Yapısal özelliklerin tespiti için kullanılan XRD analizinde herhangi bir pikin olmadığı ve yapının amorf olduğu gözlemlemişlerdir. Katkı oranlarına bağlı olarak malzeme iletkenliklerinin ise $1.0x10^{-6}$ $Scm^{-1}$ ile $1.7x10^{-7}$ $Scm^{-1}$ arasında değiştiğini hesaplamışlardır. UV-gör spektrometre ile yapılan optiksel analizlerde ise 300 nm ile 900 nm arasında geçirgenlik değerleri ölçülmüş ve bu değerlerin % 30 ile % 55 arasında olduğu grafiklerle gösterilmiştir (Gopal., 1997).

El-Sherbiny ve ark., 2001 yılında yapmış oldukları çalışmada polivinil butirala % 2, % 4, % 6, % 8 ve % 10 oranlarında nikel katkılayarak optiksel, dielektirik ve spektroskopik gibi bazı özelliklerini incelemişlerdir. Yapılan katkı miktarlarıyla beraber optiksel geçirgenlik ciddi miktarda artarken optiksel soğurmanın ise arttığını ifade etmişlerdir. FTIR analizlerinde ise 1730 $cm^{-1}$, 2900 $cm^{-1}$ ve 3100 $cm^{-1}$ dalgaboyların da bağların olduğunu göstermişlerdir. Ayrıca Ni katkısıyla beraber değişen sıcaklık ve frekans eşliğinde elektriksel özellikler incelenmiştir. Artan sıcaklığın elektriksel özelliğe olumlu katkı yaptığı gözlemlenirken, frekansın belirli bir noktadan sonra olumsuz etki yaptığı görülmüştür (El-Sherbiny ve ark., 2001).

Manzoor ve arkadaşlarının 2004 yılında yaptıkları çalışmada kimyasal yöntemle ZnS nanokristalini polivinil pirolidon polimerine katkılayarak yapısal ve optiksel özelliklerini incelemişlerdir. Fotolüminesans sonuçları 235, 253, 260, 275 ve 310 nm dalgaboylarında uyarım pikleri verdiğini ifade etmişlerdir. XRD grafiklerinden ise ZnS'ye ait (111), (200) ve (311) yönelimlerinde üç tane pikin olduğu gösterilmiştir (Manzoor ve ark., 2004).

Dong ve arkadaşlarının 2006 yılında yaptıkları çalışmada polivinil butirala ferroelektrik özelliğe sahip kurşun zirkonat titanatlar % 15:85 ve %40:60 oranlarında katkılanarak dielektrik ve morfolojik özellikleri incelemişlerdir. Artan zirkonat titanat

oranı ile dielektrik özellik dolaysıyla yük depolama özelliğinin arttığını gözlemlemişlerdir. SEM analizlerinde ise çok az yerlerde topaklanmaların olduğu ifade edilmiştir (Dong ve ark., 2006).

Clemenson ve ark., 2008 yılında yaptıkları çalışmada $AgNO_3$ kaynağını kullanarak PVA polimerine katkı yaparak tavlama ve lazer ışınımına tabi tutarak davranış değişikliğini incelemişlerdir. XRD analizlerinde tavlamadan önce belirgin piklerin olmadığını tavlama işlemlerinden sonra piklerin belirgenliştiği ortaya çıkmıştır. Yine XRD sonuçlarından yapılan yorumda lazer ışınına maruz bırakılan numunulerde ciddi bir pik kaymasının olmadığını belirtmişlerdir. Yapılan optiksel analizlerde ise tavlama ve lazer ışınımına maruz bırakılan numunelerin soğurma şiddetinin arttığını açıklamışlardır. Ayrıca soğurma ölçümlerinde 400 nm civarında piklerin belirdiğini göstermişlerdir (Clemenson ve ark., 2008).

Berutti ve arkadaşlarının 2009 yılında yaptıkları çalışmada ise polivinil butirala elektro-eğirme yöntemiyle itriyum ve seryum iyonları katkılayarak çeşitli özelliklerini incelemişlerdir. Elde edilen yapının 100 $^oC$-1400 oc arasında DTA-TGA analizi yapılmış ve en ciddi kütle kaybının 100 $^oC$ -800 $^oC$ arasında olduğu gözlemlenmiştir. XRD analizlerinde ise $CeO_2$, $Ce_{0.9}Y_{0.1}O_{1.95}$, $Ce_{0.7}Y_{0.3}O_{1.85}$, $Ce_{0.5}Y_{0.5}O_{1.75}$ ve $Ce_{0.3}Y_{0.7}O_{1.65}$ yapılarının $20.37^o$, $40.0^o$, $43^o$ derecelerinde pik verdiği gösterilmiştir. SEM görüntülerinde ise üretilen kompozitlerin fiber şeklini aldığı ve homojen çap dağılımına sahip olduğunu gözlemlemişlerdir (Berutti ve ark., 2009).

Jabbar ve ark., 2010 yılında yaptıkları çalışmada polivinil alkola gümüş katkılayarak üretilen NK'in sadece optiksel özelliklerini incelemişlerdir. FTIR analizlerinden elde edilen sonuçlara göre katkılanan % 3 ve % 5 gümüşü için 1714-2843-3343-3353 $cm^{-1}$ dalgaboylarında pik gözlemlemişlerdir. Soğurma-dalgaboyu grafiğinden ise 350-600 nm dalgaboyu aralığı için katkı oranı ile soğurma miktarının arttığı gösterilmişlerdir. Yasak enerji bant aralığının değerleri ise % 3 ve %5 için sırasıyla 2.4 eV ve 1.3 eV olarak hesaplanmıştır (Jabbar ve ark., 2010).

Kim ve ark., 2011 yılında yaptıkları çalışmada polivinil alkole Hummers metodu ile grafen oksit katkıladılar. Yapılan çalışmada elde edilen kompozit malzemenin iyi bir gaz sensörü özelliği gösterdiğini tespit ettiler. % 3 grafen katkılanmış kompozitin saf polivinil alkole göre 17 kat daha fazla oksijen tuttğunu görmüşlerdir. İncelenen optiksel özelliklerde ise katkı oranlarına bağlı olarak 550 nm dalgaboyu değeri için geçirgenlik değerlerinin % 78 ile % 92 arasında değiştiğini ve en yüksek değerin % 3'te elde edildiğini gözlemlemişlerdir. XRD analizlerinde ise grafenin karekteriristik piki olan

26.5$^{o}$'deki (002) tercihli yönelimindeki piki gözlemlenmiştir. SEM analizlerinde ise tanelerin yer yer homojen yer yer ise boşluklu dağıldığı ifade edilmişlerdir (Kim ve ark., 2011).

Li ve ark., 2011 yılında yaptıkları bir diğer çalışmada ise tek duvarlı ve çok duvarlı karbon nanotüpleri farkı oranlarda polivinil butirala katkılayarak farklı fiziksel ve mekaniksel özelliklerini araştırdılar. Karbon nanotüpleri % 0 ile % 80 oranında olacak şekilde farklı oranlarda kullandılar. Kompozit içerisindeki fiber çapının ise değişen oranlara bağlı olarak 10-100 μm olduğunu hesapladılar. Değişen bu oranlar için gerilme miktarının optimal olduğu oranın % 8 civarındaki oranda olduğu açıklanmıştır. Tek duvarlı katkılar için % 75 oranında çok duvarlı katkılar için ise % 66.7 oranında en iyi iletkenlik değerine ulaşıldığını hesaplamışlardır (Li ve ark., 2011).

Li ve ark., 2013 yılında yaptıkları çalışmada elektro-eğirme yöntemiyle grafen katkılayarak poli(metil metakrilat) tabanlı nanokompozitler üretmiş ve çeşitli özelliklerinin incelemişlerdir. Morfolojik özellikleri SEM tarafından analiz edilen nanokompozitlerin katkı oranlarına bağlı olarak 300 nm ile 500 nm arasında değiştiği ve fiberlerin istenilen homojenlikte dağıldığı gösterilmişlerdir. Yapılan elektriksel analizlerde ise iletkenliğin artan grafen oranıyla arttığı ve 20 μS/cm'den 28 μS/cm'e çıktığı hesaplanmıştır. Belirlenen katkı oranlarında ise grafenin belli oranda arttırılması durumunda geçirgenlik oranın görünür bölge için % 10 azaldığı tespit edilmiştir (Li ve ark., 2013).

Poostforush ve Azizi 2014 yılında yaptıkları ortak çalışmada geçirgen polimere anodik alüminyum oksit katkılayarak yapısal, optiksel ve morfolojik özelliklerinin incelemişlerdir. Katkı ile beraber elde edilen yapının multikristal bir yapıya sahip olduğunu, anodik alüminyum oksit katkısıyla birlikte optiksel geçirgenliğin azaldığını ve tane dağılımının ise oldukça homojen olduğunu ispatlamışlardır (Poostforush ve Azizi, 2014).

Roy ve ark., 2014 yılında gerçekleştirdikleri çalışmasında, PVB polimerine Si NPs'ı katkılayarak polimer üzerindeki etkiyi araştırmışlardır. Yapılan FTIR analizlerinde 3296 $cm^{-1}$'de gözlenen geniş tepe noktası OH gerilmesinden kaynaklandığını, 2918 $cm^{-1}$ ve 2870 $cm^{-1}$'de piklerinin ise $CH_2$ gerilmelerinden geldiğini ifade etmişlerdir. Yapılan % 0.25, % 0.50 ve % 1.5 lik katkı oranlarında NK'in elektirksel ve dielektriksel özelliklerini incelemişlerdir. Artan katkı ile birlikte iletkenlikte artışın olduğunu dielektrikte ise düşüşün olduğunu bulmuşlardır. SEM analizlerinde ise yüzeyde belirgin düzenlilik

olmadığını fakat saf olan PVB polimerine kıyasla katkılı olanların daha pürüzlü olduğu vurgulanmıştır (Roy ve ark., 2014).

Kim ve ark., 2015 yılında yaptıkları bilimsel çalışmada elektro-eğirme yöntemiyle gümüşe alternatif bir malzeme olan bakır elementini PVB ve PVA polimerlerine katkılamışlardır. Nano-fiber büyütmeyi normal geçirgen camlar üzerine yaparak çeşitli özelliklerinin incelediler. SEM analiz sonuçlarında nano-fiberlerin çapının 50 nm ile 150 nm arasında değişiklik gösterdiğini tespit ettiler. Optiksel özelliklerde ise Cu katkısıyla beraber geçirgenliğin arttığını gözlemlediler. XRD analizlerinde ise bakıra ait piklerin $40^{o}$ ve $52^{o}$'lerde (111) ve (200) yönelimlerinde olduğunu ifade etmişlerdir (Kim ve ark., 2015).

Ding ve ark., 2015 yılında yaptıkları çalışmada ise elektro-eğirme yöntemiyle PVB polimerine grafen oksit katkılayarak belirli karakterizasyonlar yapmış ve yüksek duyarlılıklı sensor elde etmişlerdir. Grafen oksiti farkı konsantrasyomlarda kullanıp morfolojik özellikleri incelendiğinde artan katkı oranlarıyla fiberlerin sıklaştığı ve daha belirginleştiği gözlemlenmiştir. FTIR grafiklerinden ise 1628 $cm^{-1}$, 3400 $cm^{-1}$ ve 1628 $cm^{-1}$ dalgaboylarında pikler tespit edilmiştir. Üretilen sensor için yapılan analizlerde ise 0.06-10 μM aralığında algılama özelliğinin olduğu ölçülmüşlerdir (Ding ve ark., 2015).

Abudabbusa ve ark., 2016 yılında yaptıkları çalışmada PVA polimerine nanoboyutlu Ag ve grafen katkısı yaparak biyomedikal uygulamalarını incelemişlerdir. Yapılan RAMAN analizlerinde 1370 $cm^{-1}$ (D-piki) and 1580 $cm^{-1}$ (G-piki) görmüşlerdir. FE-SEM analizlerinde ise Ag katkılı PVA NK'ininde tane boyutunu 34 nm olarak, grafen katkılı PVA NK'inde ise tane boyutunu 17 nm olarak tespit etmişlerdir. Yine FE-SEM görüntülerinden Ag katkılı olan numunelerin daha az kümelenme gösterdiğini açıklamışlardır. Üretilen numunelerin hidrojen disk yöntemi yardımıyla antibakteriyel özellikleri incelenmiş ve Ag katkılı PVA numunesinin daha antibakteriyel özellikli olduğu vurgulanmıştır (Abudabbusa ve ark., 2016).

Yalçınkaya ve ark., 2016 yılında yaptıkları çalışmada elekto-püskrtme yöntemiyle Ag NPs'ı % 6 ve % 10 oranında PVB polimerine katkılayarak karakterizasyonlar yapmışlardır. SEM görüntülerinden artan konsantrasyon oranıyla beraber fiberlerin yoğunluğunun arttığı anlaşılmaktadır. Yapılan optiksel analizlerde ise reflektans datası alınmış ve numunelerini reflektansının zamana bağlı olarak % 20 ile % 80 arasında değiştiği ifade edilmiştir (Yalçınkaya ve ark., 2016).

Wei ve ark., 2017 yılında yaptıkları çalışmada PVB polimerine farklı oranlarda kalay katkılı indiyum oksit (ITO) katkısı yaparak nanokompozit üretimi yapmışlardır.

Katkısı yapılan ITO NPs'nın tane boyutu 180 ile 350 nm arasında değiştiği fakat ortalama tane boyutunun 270 nm olduğu bildirilmiştir. PVB polimerine katkılanan ITO oranları ise % 0.1, % 0.2, % 0.3, % 0.5, % 0.7 ve % 0.9 olarak belirlenmiştir. Yapılan optiksel analizlerde tüm filmlerin UV-gör bölgede % 65 üzerinde optiksel geçirgenlik gösterdiği, NIR bölgesinde ise bu oranın % 85'in üzerinde olduğu grafiklerle gösterilmiştir. 1 mikronmetre ölçeklerinde çekilen SEM görüntülerinde ise ITO'nun NK'in içerisnde homojen dağıldığı gösterilmiştir (Wei ve ark., 2017).

Bora ve ark., 2018 yılında yaptıkları çalışmada PVB polimerine $MnO_2$ katkısı yaparak nanokompozit üretimini yapmışlardır. PVB içerisine nanoküre ve nanorot şeklinde katkılanan $MnO_2$'nun genel olarak elektromanyetik özellikleri incelenmiştir. Nanorot katkılı olan numunelerin hem x bandında (8-12 GHz) hem de Ku bandında (12-18 GHz) soğurma yaptığı ifade edilmiştir. Ayrıca analiz edilen radar sonuçlarına göre reflektans kaybı olarak nanorot katkısıyla -37 dB olurken, nanoküre katkısi ile -10 dB olarak bulunmuştur (Bora ve ark., 2018).

Arthisree ve ark., 2018 yılında yaptıkları çalışmada grafen kuantum dot (GQDs) malzemesini belirli oranlarda PVB polimerine katkılayarak üretilen NK'in çeşitli özelliklerini incelemişlerdir. GQDs malzemesini PVB polimerine % 0.5, % 1.0 ve % 1.5 katkı oranlarında katıp katkının polimer üzerinde etkisinin araştırmışlardır. XRD sonuçlarında PVB polimerinden gelen standart $18.7^{o}$'lerde pikin olduğunu Ag NPs ait bir pikin olmadığını göstermişlerdir. UV-gör spektrometresinde ise 231 nm ve 330 nm dalgaboylarında pik gördüklerini ve bu piklerin $\pi$-$\pi^*$ geçişine ait C-C'dan kaynaklı olduğu tahmininde bulunulmuştur. Ayrıca hesaplanan yasak enerji bant aralığında ise katkı oranıyla beraber bant aralığının 3.67 eV'dan 3.25 eV'a düşüş gösterdiğinin hesaplamışlardır. Yapılan FTIR analizlerinde ise 3436 $cm^{-1}$ (-OH germe), 2951 ila 2850 $cm^{-1}$ (-CH, $-CH_2$ germe), 1720 $cm^{-1}$ (C¼O germe), 1428 - 1379 $cm^{-1}$ ($CH_2$ bükme), 1240 - 1055 $cm^{-1}$ (C-O-C) ve 974 $cm^{-1}$ (C- O) dalgaboylarında piklerin olduğu anlatılmıştır. FTIR analizlerinde bazı piklerim yaklaşık 5 $cm^{-1}$ mertebesinde kaymaların olduğunu ifade etmişleridir. Başka bir optiksel analiz olan PL sonuçlarına göre tüm numuneler 455 nm dalgaboyunda pik verdiğini göstermilerdir. PL pikini şiddetinin ise % 1'lik katkıya kadar arttığı daha sonra azaldığı belirtilmiştir. RAMAN analizleride ise 1380 $cm^{-1}$ ve 1439 $cm^{-1}$ dalgaboylarında pik gözlemlendiğini ve katkı ile berabe daha küçük dalgaboylarına kaydığı anlatılmıştır. Yapılan yüzey morfolojisi analizlerinde ise % 1.5 katkısının en iyi dağılım gösterdiği vurgulanmıştır (Arthisree ve ark., 2018).

Literatür çalışmalarında da görüldüğü gibi bilim dünyası polimer tabanlı metal matrisli kompozit/nanokompozit malzemelere oldukça önem vermektedir. Bu nanokompozit malzemelerin gerek elektriksel gerek mekanik gerekse de optiksel özelliklerinden faydalanmak isteyen bilim adamları daha geniş yelpazede araştırma yapmak adına farklı malzeme üretip farklı teknikler denemektedirler.

Bu tez çalışmasının amacı, yüksek saflıkta Ag ve Co nanoparçacıklarının sentezinin yapılması ve bu nanoparçacıkların PVB polimerine katkısı ile PVB-tabanlı nanokompozitlerinin üretilmesidir. Çalışmada yapılan deneyler temel olarak iki kısımdan oluşmaktadır. Birinci kısımda ark deşarj yöntemi ile Ag ve Co NPs'nın sentezi ve bu NPs'nın ayrıntılı karakterizasyonun yapılması, ikinci kısımda ise sentezlenen Ag ve Co NPs'nın farklı oranlarda PVB polimerine katkısı ile birlikte nanokompozitlerin oluşturulmasıdır. Birinci kısımda sentezlenen Ag ve Co NPs'nın saflık ve tane yapısının analizleri için XRD, SEM, TEM ve AFM analizleri yapılarak NPs hakkında geniş bilgiler elde edilmiştir. İkinci kısımda ise Ag ve Co NPs'nın farklı oranlar olan 1.0 % Ag katkılı PVB, 1.0 % Co katkılı PVB, 0.5 % Ag:Co katkılı PVB ve 1.0 % Ag:Co katkılı PVB katkısı ile birlikte üretilen nanokompozitlerin yapısal, morfolojik, optik, mekanik ve radar soğurma özellikleri araştırılmıştır. Nanokompozitler için alınan SEM görüntülerinde saf PVB filminin yüzeyi pürüzsüz bir şekilde görünürken Ag:Co:NPs/katkılarıyla oluşturulan nanokompozit filmlerin yüzeyi daha pürüzlü ve tepecikli bir hale gelmiştir. Ayrıca ölçülen EDAX sonuçlarına göre tüm nanokompozit filmlerde polimer içerisindeki NPs dağılımının düzgün olduğu görülmüştür. Elde edilen nanokompozit filmlerin termal analizleri ise TGA ve DSC ile gerçekleştirilmiştir. TGA sonuçlarında katkılı olan tüm numunelerin kütle kaybı başlangıç sıcaklığının saf PVB filmine kıyasla daha yüksek sıcaklık değerlerinde olduğu görülmüştür. Elde edilen nanokompozitlerin mekanik özellikleri ise çekme testi ve dinamik mekanik analiz testi kullanılarak araştırılmıştır. Saf PVB filminin çekme gerilmesi (**σ**) 20.62 MPa olarak hesaplanırken buna karşılık gelen katkılı PVB'in çekme gerilmesi (**σ**) sırasıyla 1.0 % Ag katkılı PVB, 1.0 % Co katkılı PVB, 0.5 % Ag:Co katkılı PVB ve 1.0 % Ag:Co katkılı PVB için 37.62 MPa, 27.26 MPa, 32.84 MPa ve 43.41 MPa olarak hesaplanmıştır. Son olarak 1.0 % Ag:Co katkılı film için ölçülen yansıma kaybı (reflection loss) 2.29 GHz frekans değerinde -15 dB olarak bulunmuştur.

.

# 3. MATERYAL VE YÖNTEM

## 3.1. Tez Çalışmasında Kullanılan Malzemeler

Yapılan bu tez çalışmasında nanomalzeme kaynağı olarak saf Ag ve Co kaynağı kullanıldı. Polimer kaynağı ise Acros Organic marka polivinil butiral kullanılmıştır. Optimizasyon sonrası kararlaştırılan soğutma sıvısı itmek/cryogenics marka cnp 10 model cihazdan üretilmiş sıvı azot kullanılmıştır. Bunların dışında tartım için hassas terazi, manyetik karıştırıcı, sıcaklığa dananıklı cam beher ve falkon tüpler gibi bir takım laboratuar malzemelerinden yararlanılmıştır. Optimizasyon için 4 farklı çözücü olan % 99.8'den daha yüksek saflıktaki Sigma-Aldirch marka **2-proponal, kloroform, metanol** ve Zeener Power marka cihazdan üretilmiş **saf su** çözücüleri kullanılmıştır. nanokompozit üretimi yapılırken çözücü olarak sentez amaçlı üretilen % 99.8'den daha yüksek saflıkta Sigma-Aldirch **ethanol** kullanılmıştır.

## 3.2. Tezde Yapılan Deneysel Çalışmalar

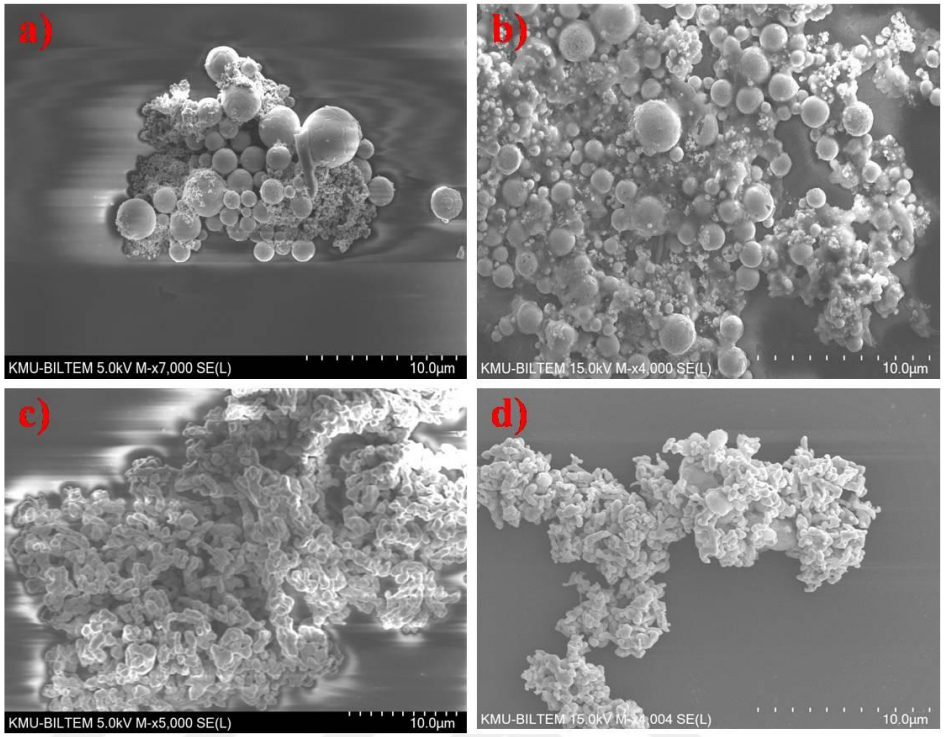
Bu tez çalışması birkaç aşamadan oluşmaktadır. Bu aşamalar sırasıyla belirli optimazasyonların yapılması ve nanokompozit üretiminin gerçekleştirilmesidir. Nankompozitlerin üretim aşamasına geçmeden önce belirli optimizasyonlar yapıldıktan sonra üretim aşamasına geçilmiştir. Bu optimizasyonlar sırasıyla; soğutma sıvısının belirlenmesi ve PVB polimerinin ideal çözücüsünün belirlenmesi işlemleridir. Bu optimizasyon işlemlerinin aşamaları aşağıda açıklanmıştır.

### 3.2.1. Soğutma sıvısının belirlenmesi

Ag ve Co NPs üretimi için birçok parametre bulunmaktadır. Bu parametreler üzerine yaygın literatür çalışmaları olsada belirli konularda en iyi deney şartlarının sağlanması için eksiklikler bulunmaktadır. Bu eksikliklerden birisi de üretilen malzemelerin özelliklerine etki eden soğutma sıvısının türüdür. Biz bu tez çalışmasında ideal soğutma sıvısının belirlenmesi amacıyla, saf su ve sıvı azot soğutma sıvılarını NPs üretiminde denendi. Her iki soğutma sıvısı içinde Ag ve Co üretimini yapıp tane boyutu analizi olan SEM görüntülerine bakıldı.

Yapılan SEM analizlerinde, saf suda yapılan NPs üretiminde tanelerin daha büyük olduğunu ve yer yer tanelerin birbirine yapışma gösterdiğini tespit edildi. Sıvı azot içerisinde yapılan üretimde ise tane boyutunun ve dağılımının daha iyi olduğunu görüldü. Bu nedenle nano malzeme üretimi için sıvı azotun kullanılması kullanılmasına karar

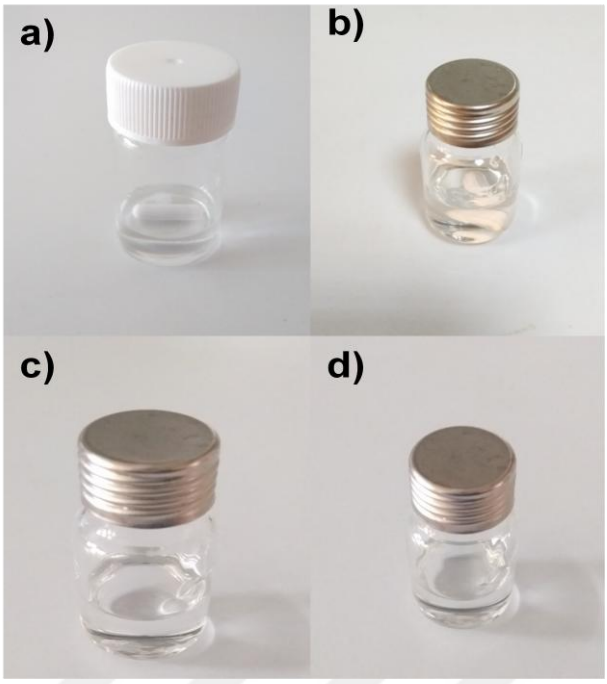
verdik. Aşağıda hem saf su (Şekil 3.1a) hem de sıvı azot (Şekil 3.1b) için elde edilen SEM görüntülerinin resimleri verilmiştir.




**Şekil 3.1.** Ark deşarj yöntemiyle Ag NPs üretimi a) saf su b) sıvı azot, ark deşarj yöntemiyle Co NPs üretimi c) saf su d) sıvı azot

### 3.2.2. Polivinil butiral (PVB) polimerinin çözücüsünün belirlenmesi

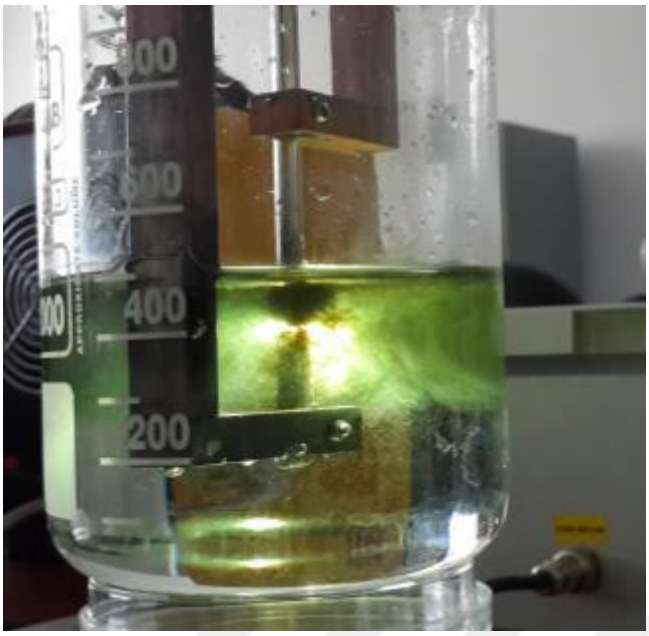
PVB polimerinin ideal çözücüsünün belirlenmesi amacıyla yüksek saflıkta **2-proponal, etanol, kloroform, metanol** ve **saf su** çözücülerinde çözme işlemleri gerçekleştirilmiştir. Yapılan çözme işlemleri neticesinde polimerin saf su haricinde diğer çözücülerde oda sıcaklığında 2 saat karıştırılması neticesinde çözündüğü görülmüştür. Şekil 3.2'de de bu çözücüler içerisinde ki PVB polimerinin çözünmüş hallerdeki resimleri gösterilmiştir. 2-proponal içinde çözünen PVB'in renanokompozit olarak açık ama berraklık derecesi diğerlerine nazaran daha düşük olduğu gözlemlenmiştir (Şekil 3. 2b). Bu nedenle 2-proponalli olan çözücü kullanılmamıştır. Kloroform ve metanollü olan çözeltilerde ise çözelti içerisinde hava kabarcıklarının fazla olduğu tespit edilmiştir. Hava kabarcıklarının nanokompozitlerin mekanik özelliklerine olumsuz etki edeceğinin düşünerek bu iki çözeltinin de elenmesine karar verdik. Netice itibari ile etanol ile çözülen çözücünü gerek berraklığının yüksek olması gerekse de içerisinde hava kabarcıkalarının olmaması sebebiyle çözücü olarak **etanol** kullanılması kararlaştırılmıştır.




**Şekil 3.2.** a) 2-proponal, b) Etanol, c) kloroform, d) metanol çözücüsü içinde çözünmüş PVB solüsyonları

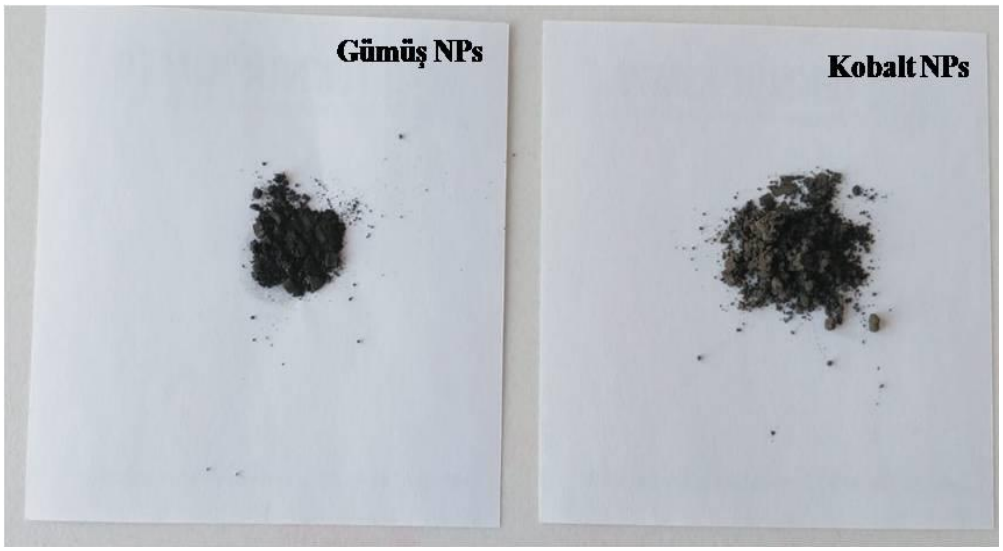
### 3.2.3. Gümüş ve kobalt nano malzemelerinin üretilmesi

Ag ve Co nano malzemelerinin üretimine başlamadan önce belirli hazırlık safhaları bulunmaktadır. Bunlardan bir tanesi nanomalzeme kaynağı olan çubukların temizlenmesi aşamasıdır. Bu temizleme aşaması oldukça önemlidir. Elektrotlar önce ethanol ile sonrada saf su ile ultrasonik banyo sonikatöründe 15-20 dakika çalkalatıp etüv ortamında (70 $^{o}$C) kurutulmuştur. Hazır hale getirilen elektrotlar aralarında belirli mesafe (arkın başlayamayacağı bir mesafe) kalacak şekilde sistemin numune tutucu bölgelerine yerleştirildi ve sistem bağlantıları yapıldı. Sisteme montesi yapılan elektrotlar soğutma olan sıvı azot içine içerisine daldırıldı. Güç ünitesi yardımıyla elektrik arkı oluşturmak için elektrotlara 50 A akım verildi. Bir elektrot sabit kalmak şartıyla diğer elektrot manüel olarak elle hareket ettirildi ve ark oluşumu gerçekleştirildi (Şekil 3.3). Şekil 3.3'de görüldüğü gibi ark oluşumunda yeşil renkli bir plazma ortamı oluşmaktadır.




**Şekil 3.3**. Ark deşarj yöntemi ile NPs üretimi

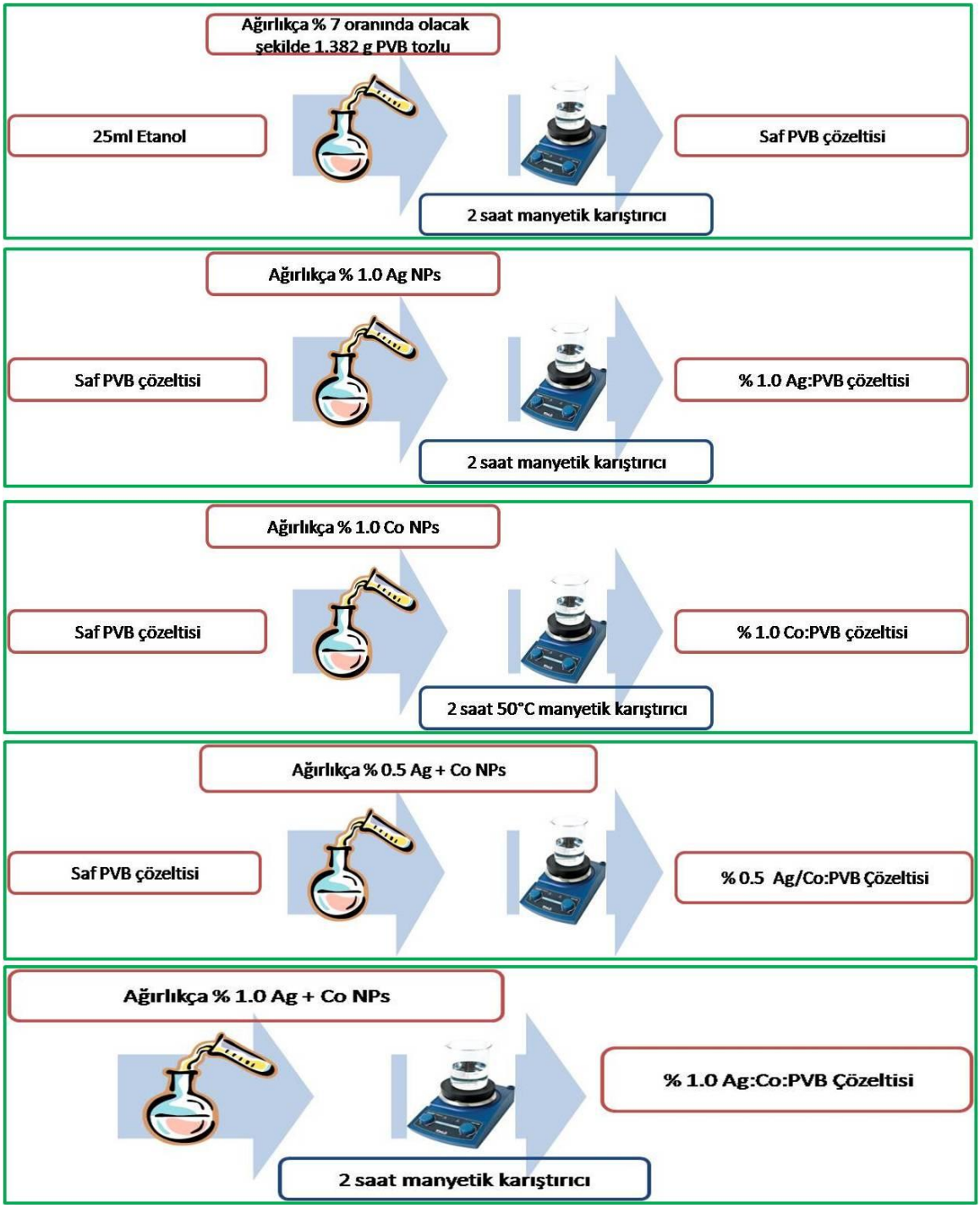
Ortaya çıkan yüksek sıcaklık etkisiyle elektrot malzemesinin eriyerek buhar haline daha sonra plazma haline gelmesi gerçekleştikten sonra sıvı azot içerisine nano malzemler düşmeye başladı. Son aşama olarak da sistem kapatıldı ve sıvı azotun ısınması amacıyla 1 saat bekledikten sonra etanol kullanılarak cam içerisinde kalan nano malzemeler falkon tüplere dolduruldu. Son aşamada ise saf nano malzemelerin eldesi için numuneler 50 $^{o}$C'ye ayarlanmış kurutma fırınına koyularak sıvıların uzaklaştırılıp toz halde eldesi sağlandı. Elde edilen Ag ve Co nanoparçacıklarının resimleri Şekil 3.4'de gösterilmiştir.




**Şekil 4.3.** Elde edilen Gümüş ve Kobalt NPs toz halleri

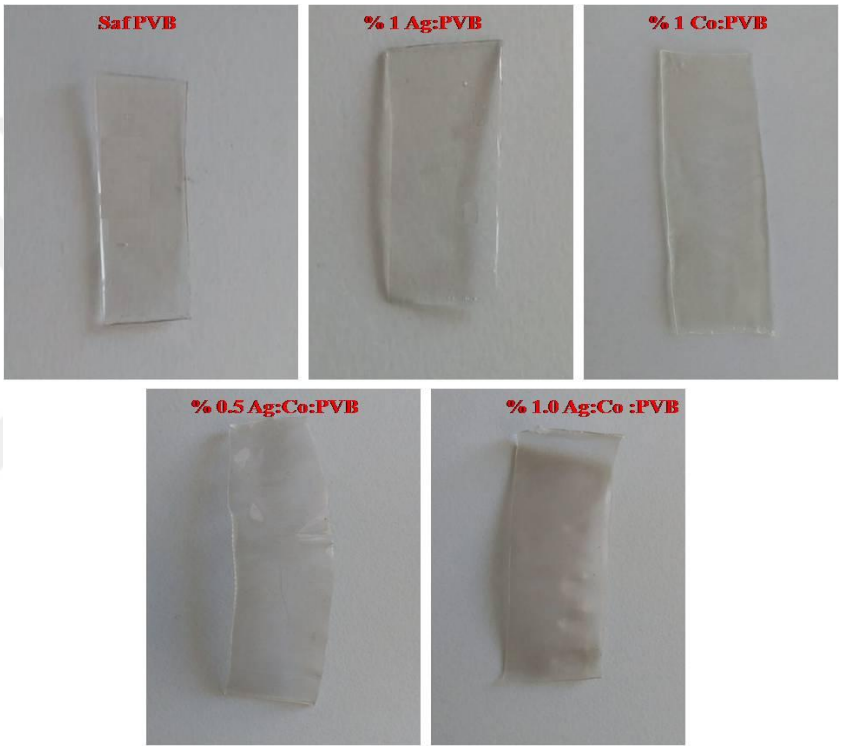
### 3.2.4. Nanokompozitlerin üretilmesi

Yukarıda bahsedilen belirli optimizasyon şartları ile birlikte üretilen Ag/Co NPs ve PVB polimeri ile birlikte nanokompozitlerin üretimi yapılmıştır. Polimer oranının % 7 olarak belirlendiği ve NPs katkı oranlarının ise ağırlıkça saf PVB, % 1.0 Ag katkılı PVB, % 1.0 Co katkılı PVB, % 0.5 Ag:Co eş katkılı PVB ve % 1.0 Ag:Co eş katkılı PVB nanokompozitleri üretimi yapılmıştır. Hazırlanan bu çözeltilerin şematik anlatımı Şekil 3.5'de gösterilmiştir.




**Şekil 3.5.** Çözeltilerin hazırlanışının şematik olarak gösterimi

Nanokompozitleri üretirken polimer tabanlı nanokompozitlerin üretim yöntemi olan **çözelti halinde üretim metodu** kullanılmıştır**.** Hesaplanan miktarlarla birlikte 5 farklı beher içerisinde Şekil 3.5'de özetlendiği gibi nanokompozit çözeltileri 3 saat süreyle manyetik karıştırıcıda ve oda sıcaklığında karıştırarak nano malzemelerin tüm polimer içerisine homojen dağılması sağlanmıştır. Beher içerisinde 3 saat boyunca karıştırılan solüsyonlar daha sonra önceden hazırlanan kalıplara dökümü yapılarak çeşitli karekterizasyonları yapılmak üzere polimer film haline getirildi. Elde edilen polimer filmlerin dijital fotoğrafları Şekil 3.6'de gösterilmiştir.



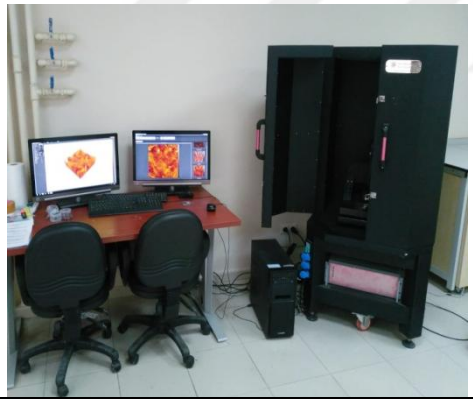

**Şekil 3.6.** Üretilen nanokompozitler filmler

### 3.3. Karektrizasyon için Kullanılan Ekipmanlar

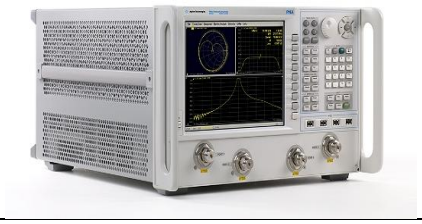
Bu tez çalışmasında, üretilen nano malzemelerin ve nanokompozitlerin özelliklerini ve davranışlarını belirlemek adına birçok ileri seviye analiz cihazları ile karekterizasyonu yapılmıştır. Bu karekterizasyon cihazlarından olan XRD ile malzeme saflığı ve kristal kalitesi başta olmak üzere farklı özellikleri araştırılmıştır. SEM, TEM ve AFM cihazları yardımıyla numunelerin tane boyut analizi ve tane dağılımı hakkında bilgi edinilmiş aynı zamanda yüzey morfoloji ile ilgili yorumlar yapılmıştır. UV-gör spektrometre ile malzemelerin optiksel bilgileri hakkında bilgiler araştırılmıştır. Yapılan FTIR analizleriyle NPs ile polimer arasında oluşan bağların titreşimlerinde faydalanılarak ekstra bağ oluşup oluşmadığı tespit edilmiştir. Kullanılan XPS tekniğiyle malzemelerin kimyasal durumu, elektronik durumu, bağlanma enerjisi ve moleküllerin oksidasyon durumları araştırılmıştır. Nanokompozitlerin termal özellikleri ise TGA ve DSC ile analiz edilmiş olup sıcaklığa bağlı kütle kaybı, anlık kütle kaybı ve camsı geçiş sıcaklıkları tespit edilmiştir. Elde edilen malzemelerin mekanik özellikleri ise çekme deneyi ve dinamik mekanik analiz cihazı kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Ayrıca, üretilen nanokompozitlerin radar soğurma ölçümleri için ise osiloskop kullanılmıştır. Bu tez çalışmasında kullanılan bu cihazların marka model ve teknik özellikleri Tablo 3.1'de özetlenmiştir.

**Tablo 3.1.** Tez çalışmasında kullanılan cihazların marka model ve teknik özelliklerinin özeti

| Cihaz Adı ve Dijital Resmi Görüntüsü | Marka/Model | Teknik Özellik | Bulunduğu Kurum | Kullanım Amacı |
|---|---|---|---|---|
| **XRD**  | Bruker D8 Advance | $0.5^{o}$-$95^{o}$ aralığında tarama | KMÜ | Yapısal özelliklerin araştırılması |
| **SEM** | Hitachi su500 | 1.000.000 büyütme/EDAX detektörlü | KMÜ | Yüzey morfolojisi ve tane boyutu |

| | | | | |
|---|---|---|---|---|
|  | | | | |
| **TEM**<br> | Jeol Jem-2100 (UHR) | High resulotion 200 kV | Selçuk Ü. | Yüzey morfolojisi ve tane boyutu |
| **AFM**<br> | Nanomagnetic Insturement | 1-50 µm alanlarda tarama | KMÜ | Yüzey morfolojisi ve pürüzlülüğü |
| **UV-gör**<br> | Shimadzu 3600 | 190 nm-3600 nm arasında tarama | KMÜ | Optiksel özelliğin tayini |
| **FTIR** | Vertex 70 | 450-4000 ($cm^{-1}$) | KMÜ | Bağ yapıları |

| | | | | |
|---|---|---|---|---|
|  | | dalga sayısı | | analizi |
| **XPS**  | APEX III NASA | o 180 ° çift odaklı odaklama yarım küre analizörü | Boğaziçi Ü. | Elektronik durumu, bağlanma enerjisi |
| **TGA**  | Perkin Elmer Diamond S2 | 25 $^{o}$C-1300$^{o}$C | Pamukkale Ü. | Termal özelliklerin tayini |
| **DSC**  | Perkin Elmer 5800 | -80 $^{o}$C-450$^{o}$C | Pamukkale Ü. | Termal özelliklerin tayini |
| **DMA** | Perkin Elmer DMA 800 | Frekans; Hz ile GHz seviyesi Sıcaklık; -190 $^{o}$C - 400 $^{o}$C | Çanakkale 18 Mart Ü | Sıcaklığa bağlı mekanik analiz |

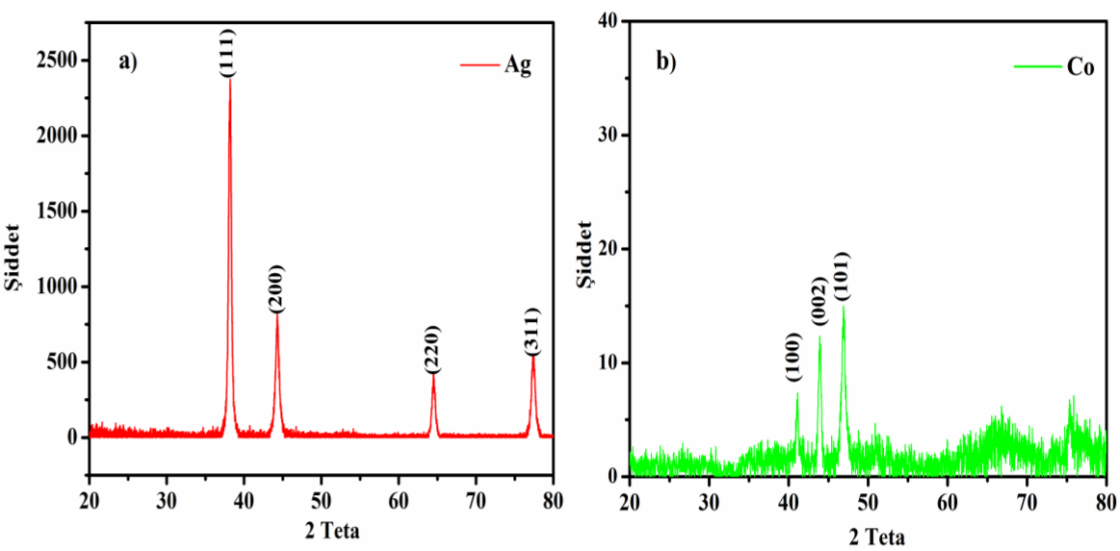
| | | | | |
|---|---|---|---|---|
|  | | | | |
| **Çekme cihazı**<br> | Shimadzu | 10 kN'a kadar ölçüm aralığı | KMÜ | Mekanik özelliklerin tayini |
| **Sertlik ölçüm cihazı**<br> | HUATEC | 0-100 HA | KMÜ | Sertlik derecesinni tayini |
| **Osiloskop**<br> | Keysight | 5224 A | KMÜ | Radar soğurma tayini |

# 4. ARAŞTIRMA SONUÇLARI VE TARTIŞMA

## 4.1. Yapısal Özellikler

### 4.1.1. Üretilen Ag ve Co NPs'nın yapısal özellikleri

Üretilen malzemelerin atomsal diziliş şeklinin ve kristalite kalitesinin tespiti için yapısal analizler kullanılmaktadır. Bu analizler arasında yer alan XRD analizi malzeme özelliklerinin belirlenmesinde sıklıkla kullanılan gelişmiş bir analiz yöntemidir. Tez çalışması kapsamında üretilen NPs'ın analizi için XRD ile $2\theta$ açısının $20^o \leq 2\theta \leq 80^o$ arasında olacak şekilde taraması gerçekleştirilmiştir. Elde edilen kırınım eğrileri Şekil 4.1'de gösterilmiştir. Şekil 4.1a ark deşarj yöntemi ile üretilen Ag NPs'ın sonuçlarını gösterirken, Şekil 4.1b Co NPs'ın sonuçlarını göstermektedir. Ark deşarj ile üretilen Ag NPs sırasıyla $38.21^o$, $44.30^o$, $64.45^o$ ve $77.41^o$ açılarda (111), (200), (220) ve (311) yönelimlerinde pikler vermiştir. Elde edilen pikler XRD kütüphanesinden eşleştirme yapılarak malzeme içerisinde herhangi bir safsızlık içerip içermediğine bakılmıştır. Ag NPs için yapılan eşleştirme neticesinde tüm piklerin JCPDS standartına göre **00-004-0783** numaralı PDF kartı ile birebir uyuştuğu tespit edilmiştir. Bu eşleşmenin birebir uyuşması üretimini yaptığımız Ag NPs'ının oldukça saf ve yüksek kalitede olduğunu işaret etmektedir (Zhang ve ark., 2016; El-Khatib ve ark., 2018). Co NPs için yapılan eşleştirme neticesinde elde edilen 3 pikinde JCPDS standartına göre **00-001-1254** numaralı PDF kartı ile uyuşma gösterdiği görülmüştür. Ag NPs'da olduğu gibi Co NPs'da da ektra bir safsızlığın olmadığı görülmüştür. Her iki NPs'ın XRD kırınım desenleri göz önüne alındığında Ag NPs numunenin şiddetinin oldukça yüksek olduğu görülmektedir. Bilindiği üzere XRD desenlerinde elde edilen sonuçlarda şiddetin yüksek olması kristalite kalitesinin bir göstergesi olarak kabul edilmektedir (Muniz ve ark., 2016). Bu sebeple Ag NPs'ı Co NPs'a nazaran daha iyi ve kaliteli bir kristal yapıya sahiptir diyebiliriz.




**Şekil 4.1**. Ark deşarj ile üretilen a) Ag ve b) Co NPs'nın XRD desenleri

XRD desenlerinden faydalanılarak üretilen Ag ve Co NPs'ın belirli yapısal parametreleri hesaplanmaktadır. Bu parametrelerden birisi Debye-Scherrer (denklem 4.1) denkleminden kristalite boyut hesabıdır.

$$\boldsymbol{D = \frac{0.9\,\lambda}{\beta\, cos\theta}} \qquad (4.1)$$

Burada *D*; kristal boyut λ; X-ışını dalga boyu (0,15406 nm), $\theta$; Bragg açısı ve $\beta$; maksimum yarı pik genişliğidir (FWHM). Elde edilen tüm pikler için ortalama kristalite boyut ve FWHM değerleri hesaplanmış ve Çizelge 4.1'de özetlenmiştir. Ag NPs için FWHM değerleri 0.410 ile 0.554 arasında değişirken, Co NPs için bu değerler 0.359 ile 0.509 arasında değişmektedir. Ag NPs için ortalama kristalite boyut ise 16.3 ile 21.5 nm arasında olduğu hesaplanmıştır. Bu değer Co NPs için 17.0 ile 23.6 nm olarak bulunmuştur.

Diğer bir yapısal parametre ise düzlemler arası mesefa ve lattice parametreleridir. Bu iki değer denklem 4.2 ve 4.3 yardımıyla belirlenmektedir. Burada *d*;düzlemler arası mesafeyi, *a*;birim hücrenin uzunluğunu *h,k,l*; yönelimleri göstermektedir.

$$\boldsymbol{n\,\lambda = 2dsin(\theta)} \qquad (4.2)$$

$$\boldsymbol{\frac{1}{d_{hkl}{}^{2}} = \frac{h^2+k^2+l^2}{a^2}} \qquad (4.3)$$

Denklem 4.2 ve 4.3'den hesaplanan değerler Çizelge 4.1'de gösterilmiştir. Düzlemler arası mesafe, hem Ag NPs için hem de Co NPs için artan açı ile birlikte azalmaktadır. Bu azalış denklemde ki sinüsel değerlerden kaynaklanmaktadır. Birim hücre uzunluğu ise Ag NPs için 2.6467 $A^o$ ile 2.6540 $A^o$ arasında Co NPs için ise 1.4212 $A^o$ ile 2.6469 $A^o$ arasında değişmektedir. PDF kart sisteminde Ag için belirtilen teorik değer ise 2.8890 $A^o$ olarak verilmiştir. Bizim elde ettiğimiz değerlerle teorik değer karşılaştırıldığında ufak bir farklılık gözlemlenmiştir. Bu farklılığın sebebi ise üretim yönteminin farklılıklarına ve ölçüm anındaki küçük açı kaymalarına atfedilebilir.

Ag ve Co NPs için hesaplanan yapısal parametreler

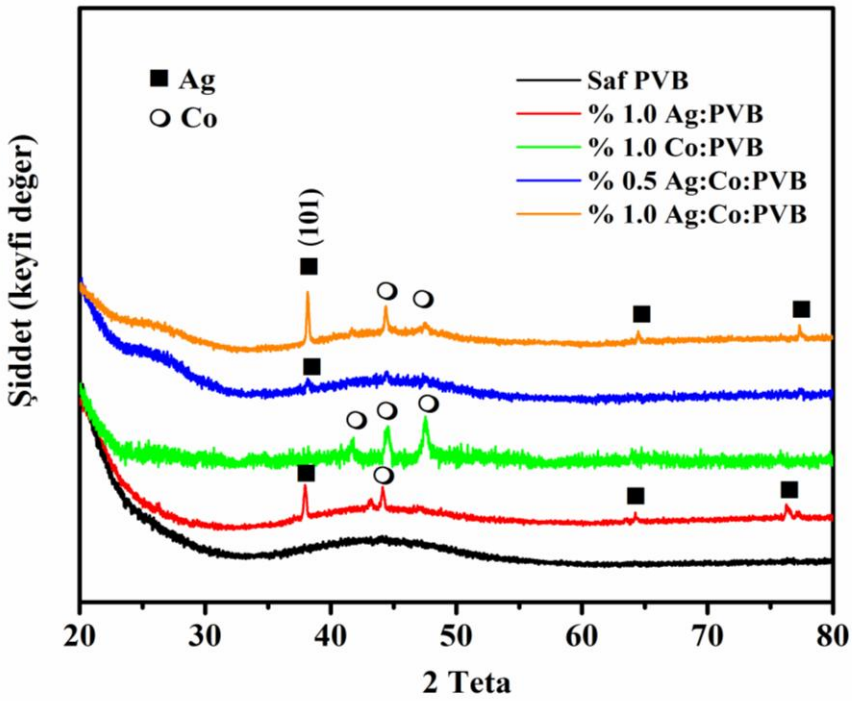
| Numune | 2θ | (hkl) | FWHM | D (nm) | d ($A^o$) | a ($A^o$) |
|---|---|---|---|---|---|---|
| Ag | 38.2 | (111) | 0.410 | 20.5 | 1.5281 | 2.6467 |
| | 44.3 | (200) | 0.526 | 16.3 | 1.3262 | 2.6525 |
| | 64.4 | (220) | 0.437 | 21.5 | 0.9384 | 2.6540 |
| | 77.4 | (311) | 0.554 | 18.3 | 0.7997 | 2.6524 |
| Co | 41.2 | (100) | 0.359 | 23.6 | 1.4212 | 1.4212 |
| | 44.4 | (002) | 0.434 | 19.7 | 1.3234 | 2.6469 |
| | 47.5 | (101) | 0.509 | 17.0 | 1.2416 | 1.7556 |

### 4.1.2. Nanokompozitlerin yapısal özellikleri

Nanokompozitlerin XRD analizlerinin yapılması yaygın olarak kullanılan bir yöntemdir. XRD yardımıyla katkısı yapılan NPs'ın polimer içerisine girip girmediğive homojen dağılıp dağılmadığı tespit edilebilmektedir. Sentezi gerçekleştirilen Ag ve Co NPs ağırlıkça % 1.0 Ag, % 1.0 Co, % 0.5 Ag:Co ve % 1.0 Ag:Co oranında PVB polimerine katkılanarak nanokompozitlerin üretimi yapıldı. Üretilemi gerçekleştirilen nanokompozitlerin analizi için XRD ile 2θ açısının $20^o \leq 2\theta \leq 80^o$ arasında olacak şekilde taraması gerçekleştirildi. Elde edilen grafikler Şekil 4.2'de gösterilmiştir. Sonuçlar incelendiğinde saf PVB polimerinin keskin bir kristal yapı içermediği ve belirgin piklerin olmadığı görülmüştür.

% 1.0 Ag NPs katkılı nanokompozit incelendiğinde $38.21^o$, $44.30^o$, $64.45^o$ ve $77.41^o$ dereceleride pik görülmüştür. Bu sonuçlar bize yapı içerisinde Ag'nin varlığının olduğunu ve nanokompozit içerisine homojen bir şekilde dağıldığını göstermektedir (Ghanipour ve Dorranian, 2013). Ayrıca saf Ag NPs XRD sonuçlarına göre şiddette ciddi bir düşüş olmaktadır (bkn. Şekil 4.1a). Şiddetteki bu azalış polimerle birlikte kristalite kalitesinin azaldığın ifade etmektedir (Abdelrazek ve ark., 2018). % 1.0 Co NPs katkılı

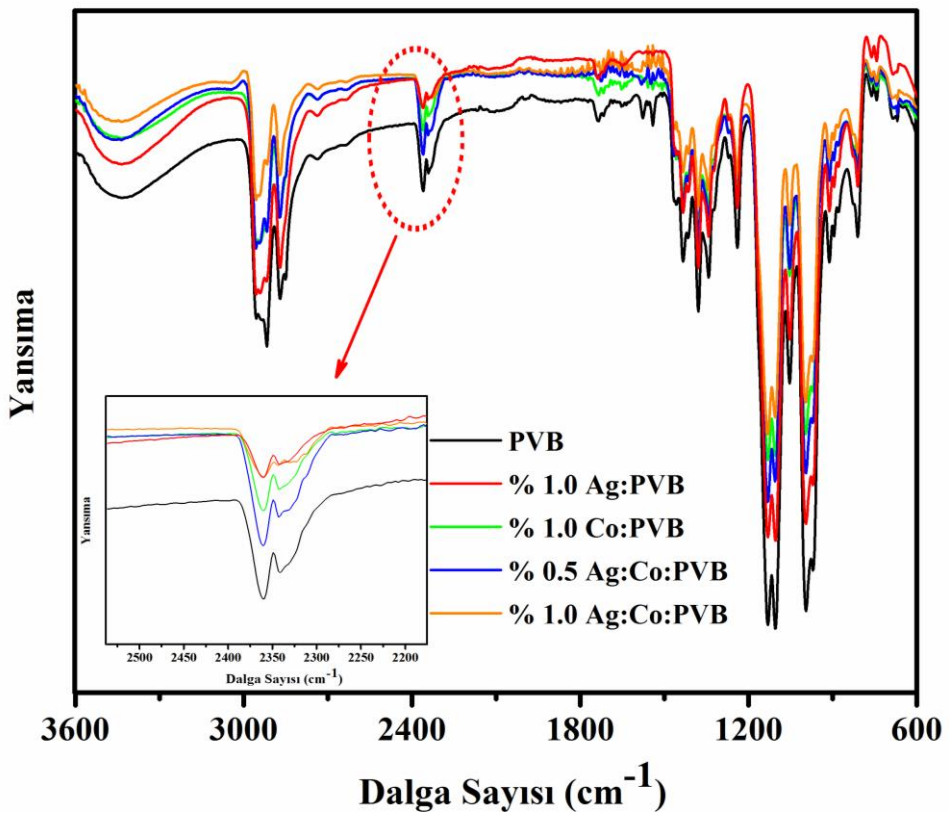
nanokompozit incelendiğinde 44.40$^{o}$ ve 47. 50$^{o}$ derecelerinde pik olduğu görülmektedir. % 0.5 Ag:Co eş katkılı PVB numuneye göz atıldığında sadece 44.40$^{o}$ oluşan pikin Ag'ye ait olduğu ve Co ait olan pikin kaybolmaya başladığı görülmüştür. 1.0 Ag:Co eş katkılı PVB numuneye göz atıldığında ise % 0.5 Ag:Co eş katkılı PVB numuneye nazaran hem Ag hem de Co NPs piklerinin daha belirgin olduğu görülmüştür. Piklerdeki bu belirginliği yapı içerisindeki artan Ag ve Co NPs miktarı ile ilişkilendirebiliriz. Sonuç olarak PVB polimerine yapılan farklı katkı oranlarıyla elde edilen XRD sonuçlarında katkısı yapılan NPs ait kırınım piklerinin çıkması polimer yapıdaki NPs varlığına ve NPs'ın homojen dağılımına işarettir.




**Şekil 4.2**. Ag ve Co NPs katkılı üretilen nanokompozitlerin XRD desenleri

Nanokompozit filmlerdeki Ag/Co ve PVB polimeri arasındaki bağ etkileşimlerini incelemek için Şekil 4.3'de gösterilen FTIR spektrumları alınmıştır. İlk olarak geniş aralıklarda (3600-600 $s^{-1}$) ölçülen FTIR spektrumları daha sonra detaylı analiz yapılması amacıyla piklerin belirgin olduğu dalga-sayılarına odaklanılmıştır. FTIR spektrumları incelendiğinde, nanokompozit filmlerin spektrumları ile PVB spektrumları karşılaştırıldığında var olan pikler haricinde ekstra yeni piklerin/bandların oluşmadığı ya da kaybolmadığı görülmektedir. nanokompozit yapıda ekstra piklerin oluşmaması NPs ile polimerin güçlü bağ çeşidi olan kovalent bağ yapmadığını göstermektedir (Inuwa ve ark. 2014). Ag ve Co NPs yapıları herhangi bir fonksiyonel grup (O=H=C) barındırmadığından kovelent bağ yapması beklenen bir sonuç değildir. Bu yüzden, NPs

metal/polimer nanokompozitler yapımında, hidrojen bağı ile bağlanma, elektrostatik etkileşim ve π-π istiflemesi daha olası bir durum olarak açıklanmaktadır (Wang ve ark., 2016). Yapılan FTIR analizlerinde ektra piklerin olmadığı fakat katkı yapılmasıyla birlikte pik şiddetlerinde azalmanın meydana geldiği görülmektedir. Şiddetteki bu azalmanın daha iyi gözlemlenmesi amacıyla belirgin pikleri arasında bulunan 2360 $cm^{-1}$ dalga-sayısındaki pik Şekil 4.3'de iç grafik olarak gösterilmiştir. Bu iç grafik incelendiğinde katkının başlamasından itibaren pik şiddetinde azalışın başladığı ve bu azalışın katkı oranıyla birlikte devam ettiğini görmekteyiz. Pik şiddetindeki en büyük azalma miktarı ise % 1.0 Ag:Co eş katkılı nanokompozit numunesinde meydana gelmiştir. Pik şiddetlerindeki bu azalışın sebebinin PVB'nın yapı içerisine dahil olan NPs ile beraber etkileşime girerek kendi -OH grupları arasında hidrojen bağı oluşumundan kaynaklandığı düşünülmektedir (Hajian ve ark., 2012; Singho ve ark., 2012).




**Şekil 4.3.** Üretilen nanokompozitlerin FTIR eğrisi ve 2360 $cm^{-1}$ dalga sayısındaki pikin gösterimi

Şekil 4.3'de FTIR genel spekturumu incelendiğinde belirli dalga-sayılarında belirgin piklerin ortaya çıktığı görülmektedir. Bu pikler yapı içerisindeki bağlanmalardan kaynaklı olarak meydana gelmektedir. Farklı şiddetlere sahip ortaya çıkan piklerin hangi bağlanma türlerine ait olduğunu göstermek amacıyla Çizelge 4.2 hazırlanmıştır. Ortaya

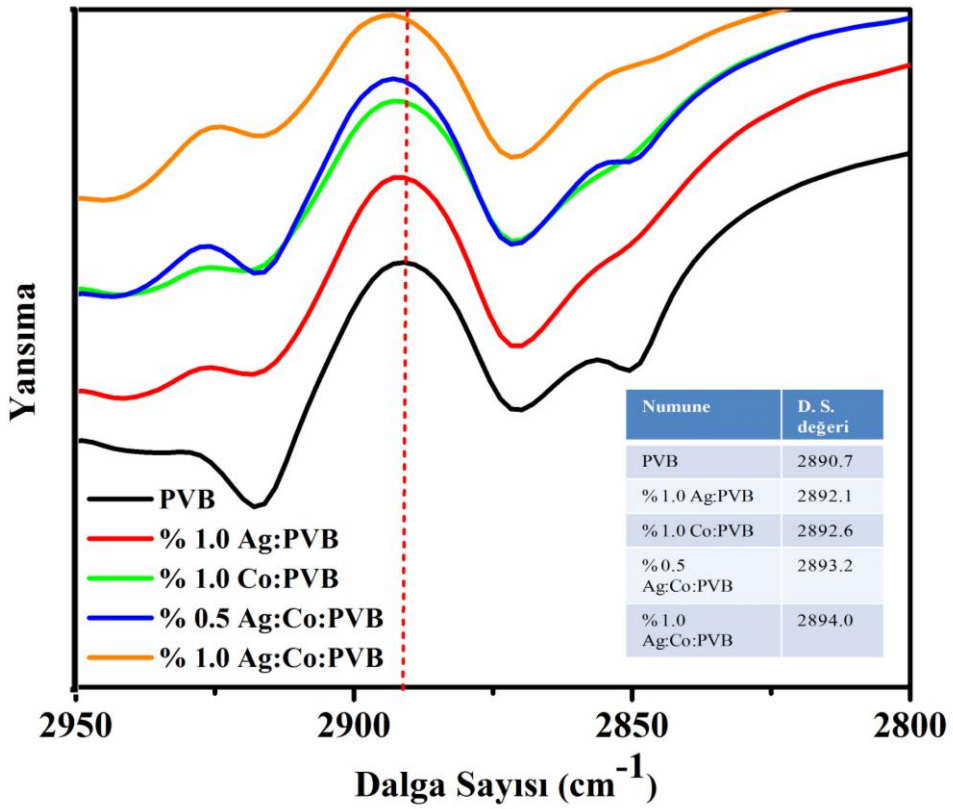
çıkan bu pikler arasında belirgin ve yüksek şiddete sahip 2951 $cm^{-1}$ ve 2850 $cm^{-1}$ dalga sayılarında pikler -CH, $-CH_2$ bağlanmalarının göstergesidir. 2360 $cm^{-1}$ dalga-sayısındaki pik (C=O) bağlanmalarını, 1100 ve 1050 $cm^{-1}$ dalga-sayılarında ki pikler (C=O) bağlanmalarını temsil etmektedir. Bu bağlanmalarla birlikte, Şekil 4.3'de FTIR genel spekturumunda diğer piklerin hangi bağlanma türlerinden kaynaklandığı Çizelge 4.2 de belirtilmiştir (Chaudhry ve ark., 2015; Ding ve ark., 2015).

**Çizelge 4.2.** Üretilen PVB ve nanokompozit filmlerinin FTIR dalga-sayıları ve bağlanma türlerinin gösterilmesi

| Numune | Dalga Sayısı ($cm^{-1}$) | Pikin Ait Olduğu Bağlanma Grubu |
|---|---|---|
| Saf PVB | 3430 | -OH |
| | 2951-2850 | -CH, $-CH_2$ |
| | 2800-2750 | -CH, $-CH_2$ |
| | 2360-2340 | C=O |
| | 1720 | C=O |
| | 1630-1600 | $-CH_2$ |
| | 1450-1300 | $-CH_2$ |
| | 1220 | C-O-C |
| | 1150-1060 | C-O-C |
| | 1000 | C-H |
| % 1.0 Ag katkılı PVB | 3432.2 | -OH |
| | 2951-2850 | -CH, $-CH_2$ |
| | 2800-2750 | -CH, $-CH_2$ |
| | 2360-2340 | C=O |
| | 1722.2 | C=O |
| | 1630-1600 | $-CH_2$ |
| | 1450-1300 | $-CH_2$ |
| | 1222.2 | C-O-C |
| | 1150-1060 | C-O-C |
| | 1002.2 | C-H |
| % 1.0 Co katkılı PVB | 3432.6 | -OH |
| | 2951-2850 | -CH, $-CH_2$ |
| | 2800-2750 | -CH, $-CH_2$ |
| | 2360-2340 | C=O |
| | 1722.6 | C=O |
| | 1630-1600 | $-CH_2$ |
| | 1450-1300 | $-CH_2$ |
| | 1222.6 | C-O-C |
| | 1150-1060 | C-O-C |
| | 1002.6 | C-H |
| % 0.5 Ag:Co eş katkılı PVB | 3433.2 | -OH |
| | 2951-2850 | -CH, $-CH_2$ |
| | 2800-2750 | -CH, $-CH_2$ |
| | 2360-2340 | C=O |
| | 1723.2 | C=O |
| | 1630-1600 | $-CH_2$ |
| | 1450-1300 | $-CH_2$ |
| | 1223.2 | C-O-C |
| | 1150-1060 | C-O-C |
| | 1003.2 | C-H |
| % 1.0 Ag:Co eş katkılı PVB | 3437 | -OH |
| | 2951-2850 | -CH, $-CH_2$ |

| | |
|---|---|
| 2800-2750 | -CH, -$CH_2$ |
| 1724 | C=O |
| 1630-1600 | -$CH_2$ |
| 1450-1300 | -$CH_2$ |
| 1224 | C-O-C |
| 1100-1050 | C-O-C |
| 1004 | C-H |

Yukarıda da belirtildiği üzere katkı elemanlarıyla birlikte FTIR eğrilerinde ekstra pik gözlemlenmemiştir. Fakat pikler ayrıntılı incelendiğinde belirli pik kaymalarının varlığı söz konusudur. Bu sebeple, FTIR analizlerinin daha sağlıklı yorumlanması adına belirgin piklerden olan 2890 $cm^{-1}$ dalga sayısındaki pik incelendiğinde katkı oranlarıyla birlikte dalga sayısında yaklaşık olarak 4 $cm^{-1}$ civarında kaymanın meydana geldiği görülmektedir. Saf PVB filmi için dalga sayısı 2890.7 $cm^{-1}$ iken % 1.0 Ag:Co:PVB eş katkılı nanokompozit için bu değer 2894 $cm^{-1}$ olarak elde edilmiştir (Şekil 4.4). Bu kaymanın temel sebebi; NPs'ın polimer içerisine yerleştiğini göstermekte ve iki bileşen arasında güçlü hidrojen bağlarını meydana getirdiği olarak açıklanmaktadır (Arthisree ve ark., 2018; Singho ve ark., 2012).




**Şekil 4.4.** Üretilen nanokompozitlerin 2800 $cm^{-1}$ de belirginleşen FTIR analizi

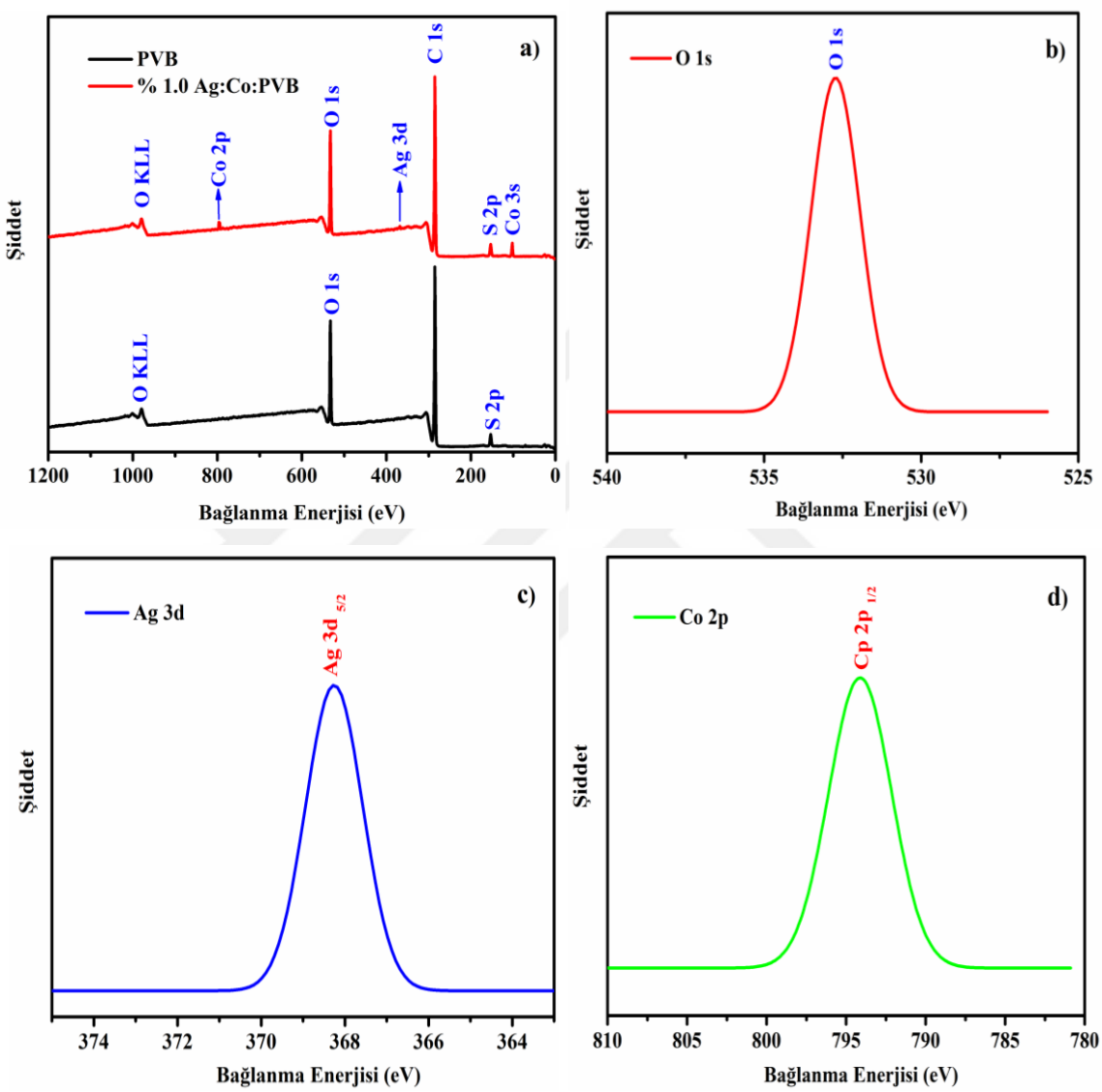
Nanokompozitlerin yapısal özelliğinin daha iyi anlaşılması adına X-Ray fotoelektron spektroskopisi (XPS) ölçümleri yapılmıştır. XPS yardımıyla filmlerin yüzeylerinden belirli mesefeden içeri girerek; malzemelerin element bileşimi miktarlarını, deneysel formül belirleme özelliğini, kimyasal/elektronik durum, bağlanma enerjisi ve moleküllerin oksidasyon durumlarını tespit edilebilir. Bu tez çalışmasında, saf PVB filminin ve polimer içerisine katkılanan Ag ve Co NPs'nın tespiti için eş katkı oranı olan % 1.0 Ag:Co:PVB nanokompoziti için XPS analizleri yapılmıştır. Elde edilen saf PVB ve % 1.0 Ag:Co:PVB nanokompozit XPS sonuçları Şekil 4.5'de gösterilmiştir. Her iki film içinde genel tarama 1200-0 eV aralığında yapılmıştır. Bu geniş taramanın genel sonuçları Şekil 4.5a'da gösterilmiştir. Elde edilen sonuçlar incelendiğinde her iki filmde de 979.7 eV bağlanma enerjisinde O (KLL), 530.6 eV bağlanma enerjisinde O 1s, 284.6 eV bağlanma enerjisinde C 1s ve 152 eV bağlanma enerjisinde S 2p karekteristik pikler mevcuttur (Kumar ve ark., 2016). Her iki numunede de var olan C 1s; *C=C-O* karbon bağlarını temsil ederken S 2p ise sülfür *C-*$S_3^-$*/* $SO_4^{-2}$ bağlanmalarını temsil etmektedir (Jonsson, ve ark., 2003).

Şekil 4.5b'da moleküllerin oksidasyon durumlarını araştırmak ve oksijen elementinin bağlanma durumunun tespiti için yüksek çözünürlükte spesifik tarama gösterilmiştir. Bu spesifik tarama aralığı ise 540-525 eV bağlanma enerjisi aralığında gerçekleştirilmiştir. Elde elden XPS sonuçlarına göre PVB ve nanokompozit için yaklaşık olarak 533.0 eV değerinde *C-O-C* bağlanması olduğu belirlenmiştir (Gill ve ark., 2007).

Şekil 4.5c'de saf PVB polimerine katkı malzemesi olan Ag NPs'nın polimer içerisindeki durumunu incelemek için spesifik tarama aralığını göstermektedir. Şekil 4.5c'de çizdirilen sonuç ele alındığında O 1s ve C1 s piklerine nazaran küçük şiddette Ag 3d pikinin oluştuğu görülmektedir. Pik şiddetinin küçük olması metalik Ag NPs katkı miktarının düşük olmasından kaynaklanmaktadır. Şiddetin az olmasıyla birlikte hem genel spektutumlarda hem de yapılan spesifik taramalarda Ag NPs'ından kaynaklanan 368.1 eV bağlanma enerjisinde Ag $3d_{5/2}$ spin-yörünge etkileşiminin oluştuğu görülmüştür. Bu sonuçlar göz önüne alındığında % 1.0 Ag:Co:PVB nanokompozit için yapılan XPS taramasında film içinde Ag NPs'nın olduğu ıspatlanmıştır (Banerjee ve ark., 2012).

Şekil 4.5d'de % 1.0 Ag:Co:PVB nanokompozitinde Co NPs'nın tespiti için 810-780 eV bağlanma enerjileri aralığında yapılan spesifik tarama sonucunu göstermektedir. Elde edilen sonuçlara göre 794.28 eV bağlanma enerjisinde Co 2p piki için Co $2p_{1/2}$ spin-yörünge etkileşiminin oluştuğu görülmüştür. Yapılan literatür çalışmaları göz önüne

alındığında bu bağlanma enerjisinde Co 2p pikinde Co $2p_{1/2}$ spin-yörünge etkileşiminde piklerinin olduğu görülmüştür (Kundu ve ark., 2013; Sharma ve ark. 2006; Yang ve ark., 2004; Mi ve ark., 2003). Bu bağlanma enerjisindeki sonuçlar dikkate alındığında nanokompozit yapı içerisinde metalik Co NPs'nın varlığını doğrulamaktadır.

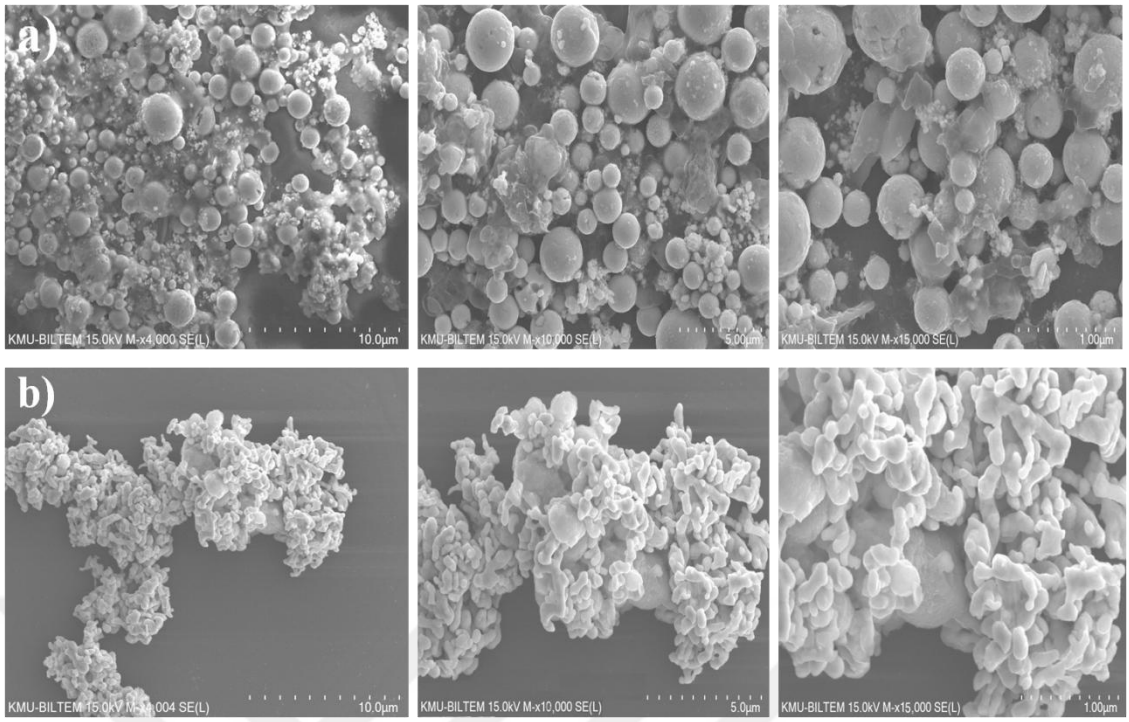



**Şekil 4. 5**. a) Saf PVB ve % 1.0 Ag:Co:PVB nanokompozit için genel XPS taraması, b) O 1s için spesifik XPS taraması, c)Ag 3d için spesifik XPS taraması, d) Co 2p için spesifik XPS taraması sonuçları

## 4.2. Morfolojik Özellikler

### 4.2.1. Üretilen Co ve Ag NPs'nın morfojojik özellikleri

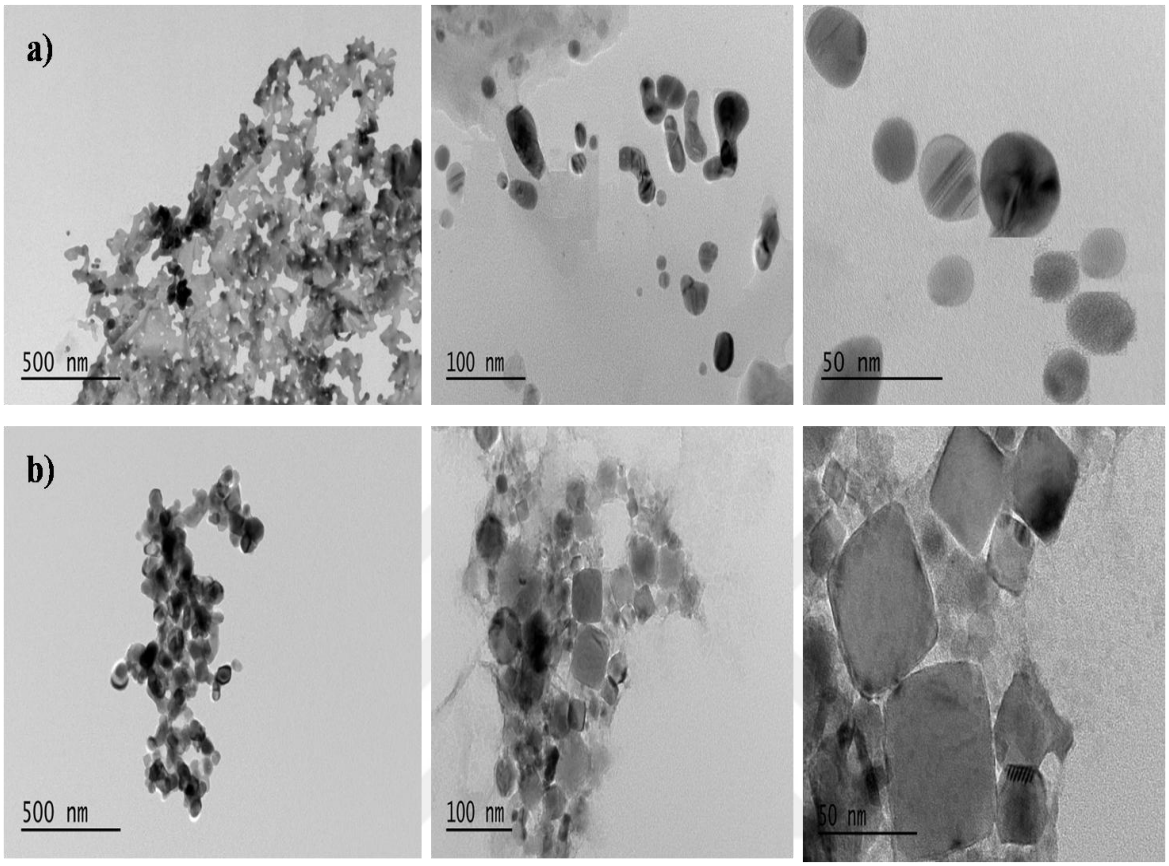
Üretimi gerçekleştirilen Co ve Ag NPs tane dağılımlarının tespiti, ortalama tanecik boyut analizi ve nano yapının şeklinin anlaşılması adına belirli morfolojik analizler yapılmıştır. Ag ve Co NPs için yapılan yüzey morfolojisinin bir diğeri ise aramalı elektron mikroskobu (SEM) analizidir. SEM NPs için tane dağılım şekli ve düzeni hakkında geniş bilgiler sunmaktadır. Tez çalışmaları kapsamında üretimi gerçekleştirilen NPs'ın aytıntılı SEM analizleri yaptırılmıştır. Yapılan bu analizler, ark deşarj yöntemi ile sentezi gerçekleştirilen Ag ve Co NPs farklı büyütme miktarlarıyla (10 μm, 5 μm, 1 μm) çekilmiş ve Şekil 4.6(a-b)'de gösterilmiştir. Şekil 4.6a'da gösterilen Ag NPs ait görüntü iken, Şekil 4.6b'de gösterilen görüntü ise Co NPs ait SEM görüntüleridir. Şekil 4.6a'da gösterilen Ag NPs SEM görüntüleri irdelendiğinde tanelerin genel olarak küre şeklinde olduğu görülmekle birlikte tanelerin birbirine yapışma veya aggremine olmaksızın homojen bir şekilde dağılım gösterdiği göze çarpmaktadır. Yapılan literatür çalışmalarında da görüldüğü üzere ark deşarj yöntemi ile yapılan Ag NPs üretiminde tane şekillerinin küre olarak belirdiği ve aggremine miktarının olduça az olduğu görülmüştür (Ashkarran, 2010a; Tien ve ark., 2010). Şekil 4.6a'da elde edilen görüntüler göz önüne alındığında tanelerin hem aggremine olmadan dağılması hem de homojen dağılım göstermesi, Ag NPs'ın ark deşarj yöntemi ile üretilmesinin uygun bir metot olduğunu göstermektedir. Ayrıca, SEM görüntülerinden yapılan tane boyutu analizinde Ag NPs'ın tanecik boyutunun ise 50 nm'den 300 nm aralığında değiştiği görülmektedir. Şekil 4.6b'da gösterilen Co NPs SEM görüntüleri incelendiğinde ise tanelerin kısmen aggremine olduğu, belli bir geometrik şekle sahip olmayan tanelerin oluştuğu ve yapışmaların meydana geldiği gözlemlenmiştir. Bu kısmı aggremine oluşun ve düzensiz şekilli tanelerin meydana gelmesinin temel nedeni manyetik özellik taşıyan malzemelerde uygulanan akım değeri ile birlikte yeteri kadar ısıl dengesinin sağlanamaması olarak açıklanmaktadır (Khezri ve ark., 2013). Bu nedenle bu tanelerin daha düzgün olabilmesi için farklı deneysel şartlar altında farklı optimizasyonların yapılması gerekmektedir. Ayrıca, Co NPs için çekilen SEM görüntülerinden tanecik boyutunun ise 80 nm ile 400 nm arasında değişim gösterdiği tespit edilmiştir.




**Şekil 4.6**. Ark deşarj ile sentezi gerçekleştirilen farklı büyütmelerde ki a) Ag NPs ve b) Co NPs SEM görüntüleri

Ag ve Co NPs için yapılan yüzey morfolojisinin bir diğeri ise geçirimli elektron mikroskobu (TEM) analizidir. TEM görüntüsü almadan önce solüsyon içerisindeki numuneler analizden 1 gün önce 2 saat boyunca karıştırılıldı ve grid üzerine damlatılarak gece boyunca kurmaya bırakıldı. TEM ölçümü için hazır hale getirilen her iki NPs için de TEM analizleri yapılmış ve Şekil 4.7'da gösterilmiştir. Şekil 4.7a'da gösterilen Ag NPs ait farklı büyütmelerdeki görüntüler iken, Şekil 4.7b'de gösterilen görüntüler ise Co NPs ait TEM görüntüleridir. Şekil 4.7'da ki 500 nm büyütmelerdeki görüntülerde de görüldüğü üzere her iki numunede de farklı büyüklükte ve farklı şekillerde taneler bulunmaktadır. Bu tanelerin tanecik boyut ve şekillerinin daha iyi görülmesi adına yüksek büyütmelerde görüntüleri çekilmiştir. Yüksek büyütmelerde (100 nm ve 50 nm olarak büyütülmüş şekillerde) Ag NPs için görüntülere bakıldığında tanelerin büyük çoğunluğunun küre şeklini aldığını ve birbirine yapışmaların oldukça az olduğu görülmektedir. Ayrıca parçacık boyunun ise 20 nm başladığı ve büyüdüğü gözlemlenmiştir. Şekil 4.7b'de Co NPs için yapılan yüksek büyütmelere (100 nm ve 50 nm olarak büyütülmüş şekillerde) bakıldığında ise farklı geometrilere sahip şekillerin olduğu ve aggremine olmuş yığınların bulunduğu görülmektedir. Ayrıca, Co NPs için tane büyüklüğünün 50 nm civarında başladığı görülmektedir. Her iki NPs için elde edilen tanecik şekil geometrilerine benzer sonuçlar, SEM analizlerinde de elde edilmiştir. Ag

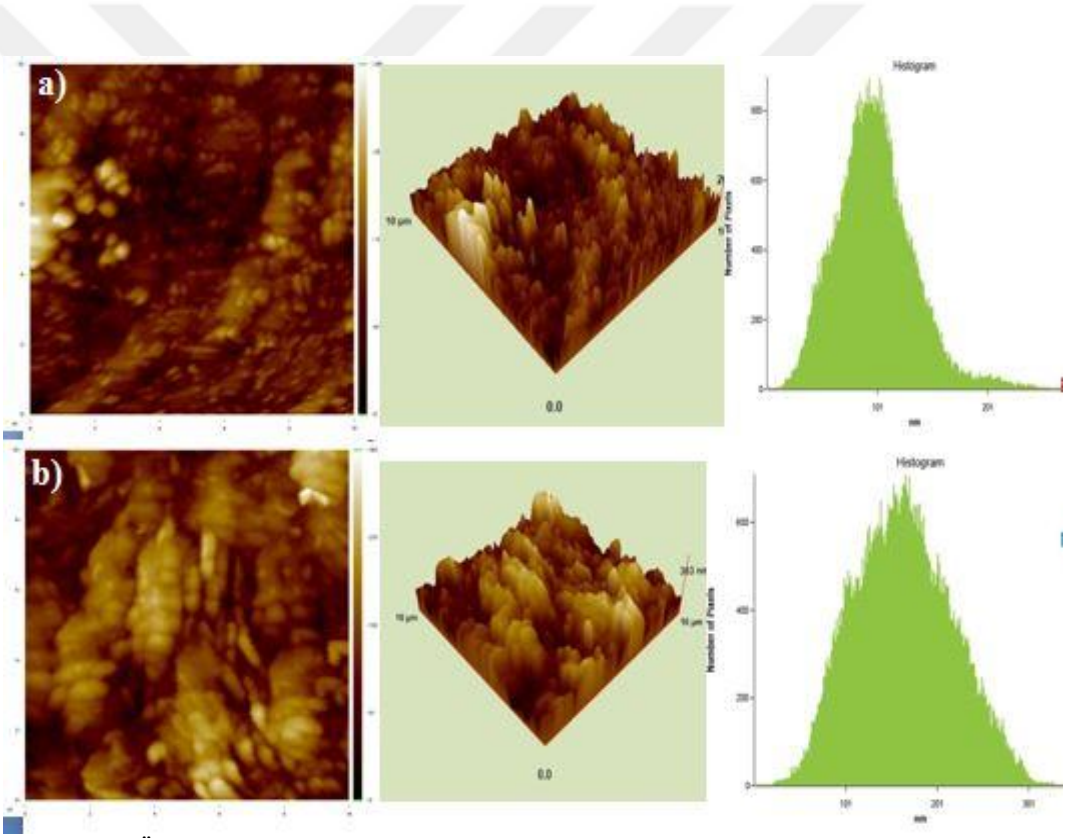
NPs için küresel olarak şekillenen taneler, Co NPs için ise düzensiz geometrik şekillerde dağılım göstermişlerdir.




**Şekil 4. 7.** Ark deşarj yöntemi ile üretilen farklı büyütmelerde ki a) Ag ve b) Co NPs TEM görüntüleri

Nanoparçacıkların bir diğer morfolojik analizi Nanomagnetics Instruments marka atomik kuvvet mikroskobu (Atomic Force Microscopy, AFM) ile 10 x 10 $\mu m^2$ tarama alanında, 10 μm/s tarama hızında ve yarı kontak mod olan tapping modda yapılmıştır. Sentezi yapılan Ag ve Co NPs'nın AFM analizi yapılmadan önce ethanol içerisinde dağıtıldıktan (disperse edildikten sonra) sonra spin kaplama yardımıyla lamel cam üzerine döndürülerek 10 kat kaplama işlemi yapıldı ve AFM analizi için hazır hale getirildi. Hazır hale getirilen numunelerin AFM vasıtasıyla yüzey taraması yapıldı ve elde edilen görüntüler Şekil 4.8(a-b)'da gösterildi. Şekil 4.8a Ag NPs AFM görüntülerini gösterirken, Şekil 4.8b ise Co NPs'nın AFM görüntülerini temsil etmektedir. Şekil 4.8(a-b)'da elde edilen nanokompozitler yüzey görüntüleri daha detaylı incelemek amacıyla 2 boyutlu ve 3 boyutlu ölçümler alınarak detaylı görüntüler alınmıştır. AFM görüntülerinden Ag NPs için taranan bölgede topaklanma/aggremine miktarının az olduğu ve tanelerin homojen dağılım gösterdiği görülmektedir. Ayrıca SEM analizlerinde

elde edilen küresel şekilleri andıran tanelerin belirdiği görülmektedir. Diğer yandan Co NPs için yapılan AFM taramasında tanecik dağılımının daha düzensiz olduğu, tanelerin yapışmalar gösterdiği ve yer yer kümelenmelerin olduğu göze çarpmaktadır. Her iki numune için yapılan AFM taramarında da elde edilen sonuçlar SEM analizlerinde de elde edilmiştir. Ayrıca AFM ile elde edilen yüzey görüntülerinde yapılan ortalama tanecik boyutu analizine göre; Ag NPs için ortalama tanecik boyutu 100 nm iken, Co NPs için ortalama tanecik boyutu ise yaklaşık olarak 180 nm olarak tespit edilmiştir. Diğer karakterize metotlarıyla elde edilen sonuçlarda da görüldüğü üzere Co NPs tane boyutunun Ag NPs tane boyutuna kıyasla daha büyük olduğu saptanmıştır. Son olarak yine kullanılan yazılım aracılığıyla Ag ve Co NPs NPs için elde edilen yüzey pürüzlülüğü sırasıyla 36.05 nm ve 54.16 nm olarak hesaplanmıştır.

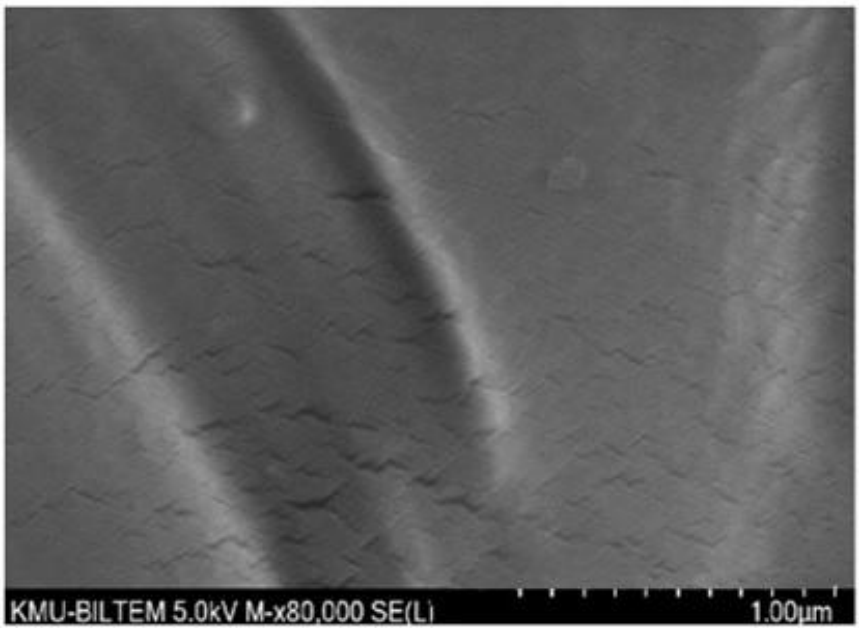



**Şekil 4. 8.** Üretilen filmlerinin 2 boyutlu ve 3 boyutlu AFM görüntüleri a) Ag NPs, b) Co NPs

### 4.2.2. Nanokompozitlerin morfolojik özellikleri

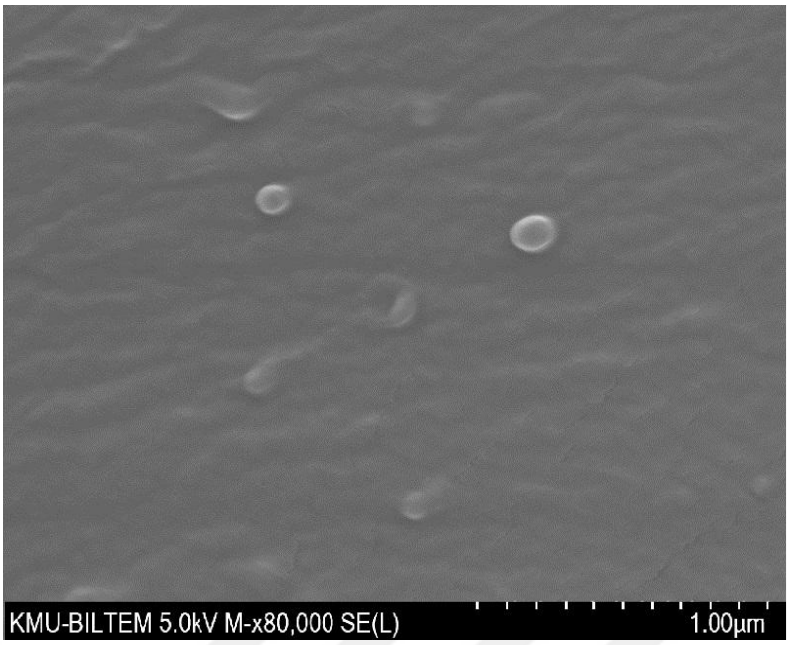
Tez çalışmasında üretimi gerçekleştirilen saf PVB filmi için ve farklı nanokompozitler olan % 1.0 Ag katkılı PVB, % 1.0 Co katkılı PVB, % 0.5 Ag:Co eş katkılı PVB ve % 1.0 Ag:Co eş katkılı PVB nanokompozitlerin SEM ve AFM yardımıyla morfolojik özellikleri incelenmiştir. Ayrıca SEM görüntüleri ile birlikte EDAX ölçümleri alınmış ve polimer içerisindeki NPs oranları ağırlıkça yüzde olarak belirlenmiştir. Bunun yanında, NPs'in polimer içerisine dağılımının tespiti için haritalama (mapping) yöntemi kullanılarak her oran için nanokompozitlerin tane dağılım haritaları çıkarılmıştır.

İlk olarak üretimi gerçekleştirilen saf PVB filminin SEM görüntüleri alınarak üretilen filmin yüzey bilgileri elde edilmiştir. Elde edilen SEM görüntüsü Şekil 4.9'da gösterilmiştir. Görüntüler incelendiğinde saf PVB numunesinin yüzeyi düzgün bir zemin gibi dururken numune yüzeyinde belirli yüksekliklerin olduğu görülmektedir.



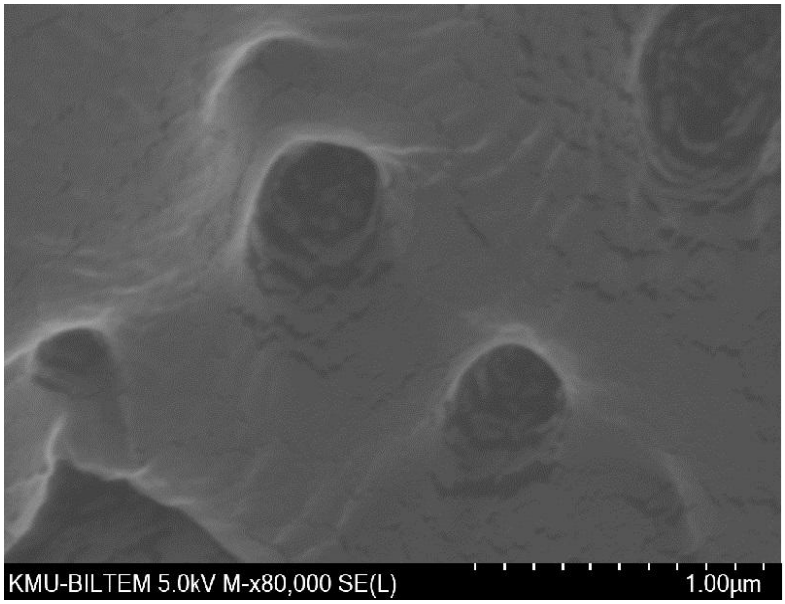

**Şekil 4.9.** Saf PVB polimer filminin SEM görüntüsü

Şekil 4.10'da ise % 1.0 Ag:PVB nanokompozitin SEM görüntüsü gösterilmiştir. % 1.0 Ag:PVB nanokompoziti için alınan görüntü de incelendiğinde PVB yapısına Ag girmesiyle birlikte yüzeyde küçük boşlukların oluştuğu ve filmin yüzeyeyinde Ag NPs'ın belirdiği görülmektedir. Ayrıca saf PVB filmine kıyasla tepeciklerin azaldığı ve kısmı dalgalanmaların meydana geldiği görülmektedir.




**Şekil 4.10.** % 1.0 Ag katkılı PVB filminin SEM görüntüsü

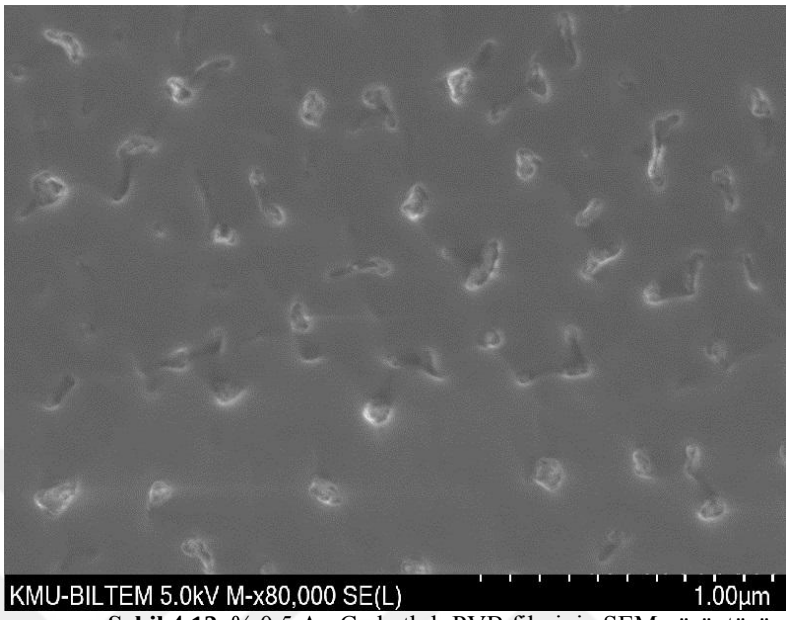
Şekil 4.11'de ise % 1.0 Co:PVB nanokompozit filminin SEM görüntüsü sergilenmiştir. % 1.0 Co:PVB nanokompozit filminin SEM görüntüsünde ise NPs yapıya dahil olmasıyla beraber yüzeylerde taneler ve dalgalanmaların başladığı tespit edilmiştir. Ayrıca topaklanmış Co NPs, film yüzeyinde birikintiler oluşturduğu gözlemlenmektedir. Saf PVB filmine kıyasla yüzeyde ciddi morfolojik değişimin oluduğu anlaşılmıştır.




**Şekil 4.11.** % 1.0 Co katkılı PVB filminin SEM görüntüsü

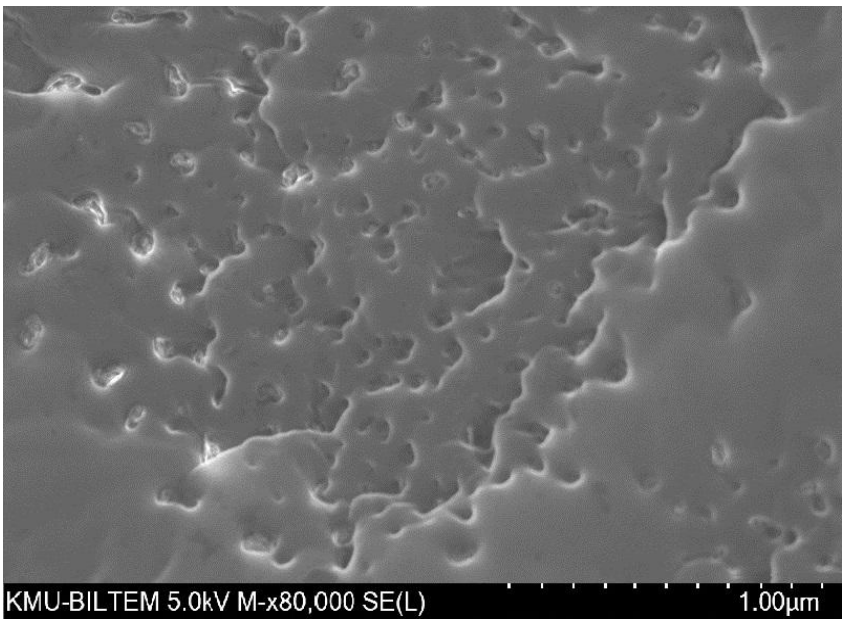
Şekil 4.12'de ise % 0.5 Ag:Co:PVB nanokompozit filminin SEM görüntüsü sergilenmiştir. Elde edilen SEM görüntüsü incelendiğinde diğer katkı filmlerine kıyasla

nanokompozitlerde gözle görülür yer yer boşlukların oluştuğu ve NPs daha belirgenleştiği göze çarpmaktadır.



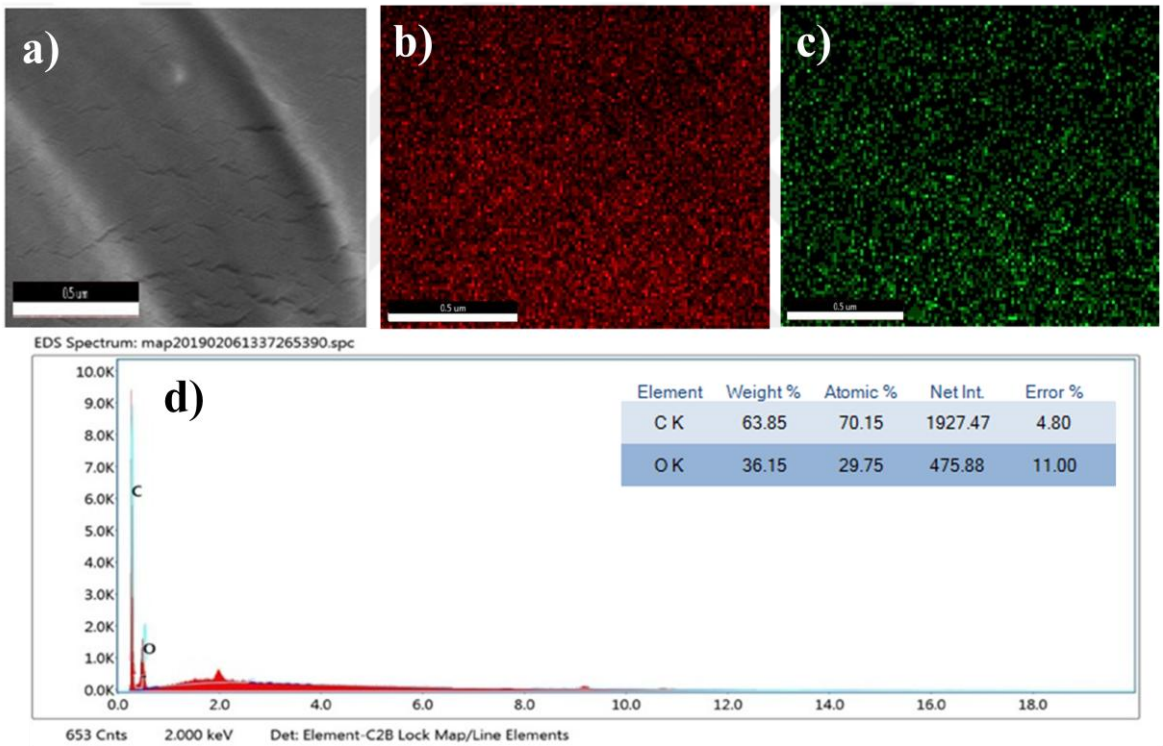

**Şekil 4.12.** % 0.5 Ag:Co katkılı PVB filminin SEM görüntüsü

Şekil 4.13'de ise % 1.0 Ag:Co:PVB nanokompozit filminin SEM görüntüsü gösterilmiştir. Elde edilen SEM görüntüsü incelendiğinde artan katkı oranıyla birlikte meydana gelen boşlukların sayısında artmanın meydana geldiği ve yüzeyde NPs sayısının arttığı gözlemlenmiştir. Sonuç olarak katkılı olan tüm görüntüler göz önüne alındığında saf PVB filmine kıyasla polimer yapısı içerisine NPs'ın dahil olmasıyla beraber ciddi yüzey değişimleri meydana geldiği gözlemlenmiştir.




**Şekil 4.13.** % 0.5 Ag:Co katkılı PVB filminin SEM görüntüsü

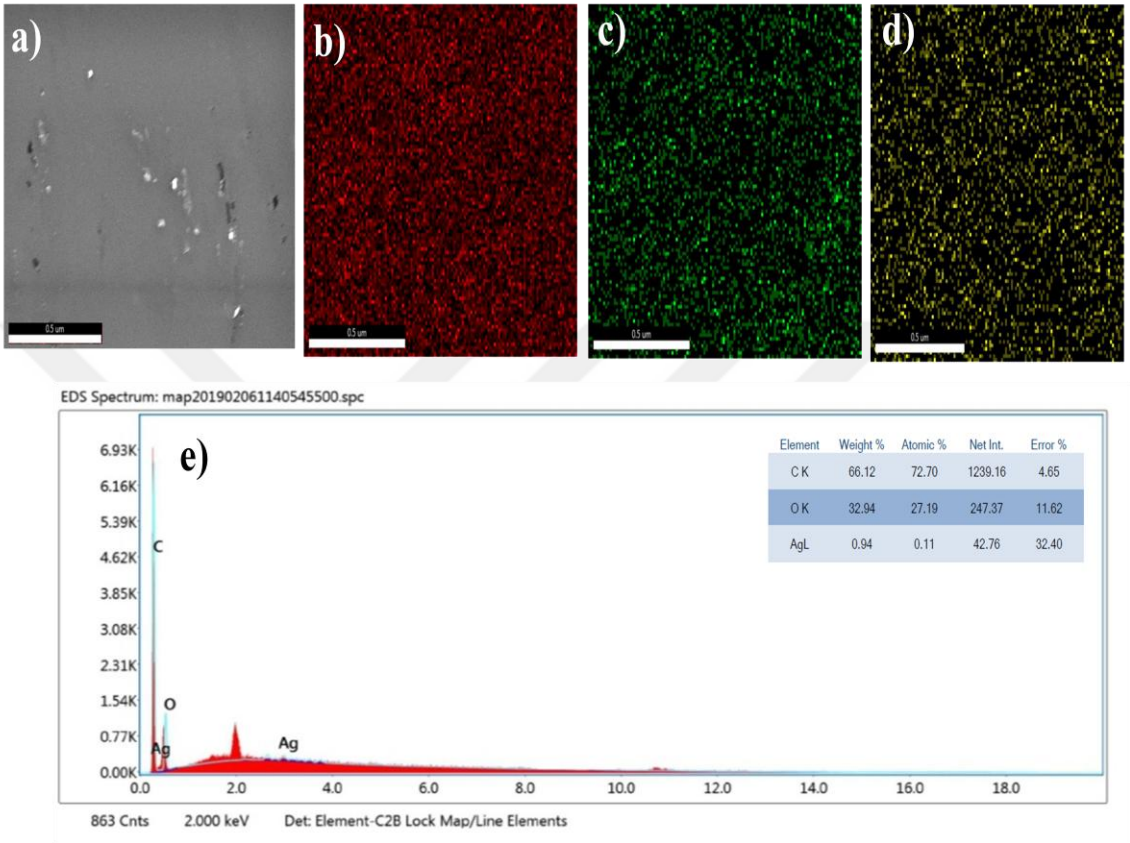
Nanokompozitler yüzey morfolojisinin yanında haritalama olarak bilinen EDAX görüntüleride alınmıştır. Alınan EDAX görüntüleri ile birlikte hem katkı oranlarının tespiti hem de NPs yapıya dağılım şeklinin tespiti yapılmıştır. NPs dağılım şeklinin homojenliği numunenin kullanım alanına doğrudan etki etmektedir. Bu sebeple katkısı yapılan NPs oldukça homojen dağılımı istenen bir durumdur. Şekil 4.14 saf PVB filminin yüzey görüntüsünü, elementlerin haritalandırmasını ve EDAX sonuçlarını göstermektedir. Şekil 4.14'de saf PVB için ölçülen EDAX sonuçlarında numunede yapı içerisinde polimeri oluşturan yüzde ağırlıkça % 63.85 karbon (C) ve % 36.15 oranında oksijen (O) varlığı tespit edilmiştir. Ayrıca alınan SEM görüntüsünde ise yüzeyin düzgün ve az dalgalı olduğu gözlemlenmiştir.




**Şekil 4.14**. Saf PVB filmine ait a) filmin yüzey görüntüsü, b) C elementinin haritalandırılmış görüntüsü c) O elementinin haritalandırılmış görüntüsü d) yapıyı oluşturan elementlerin EDAX spektrum ve oranları

Şekil 4.15'de % 1.0 Ag:PVB nanokompozit filminin haritalandırılması ve NK'i oluşturan elementlerin EDAX oranları gösterilmiştir. Polimerin ana kaynağı olan C ve O miktarlarının sırasyla % 66.12 ve % 32.94 olduğu görülmekle birlikte her iki elementinde saf filminde olduğu gibi yüzey dağılımının homojen olduğu görülmektedir. Şekil 4.15'de alınan ölçümde ise film içerine katılan Ag NPs'ının dağılım şeklinin tespiti yapılmıştır. Elde edilen haritalama incelendiğinde Ag NPs'nın oldukça homojen dağılım gösterdiği görülmektedir. Ayrıca Şekil 4.15'de ki EDAX spekturumunda Ag NPs açıkça

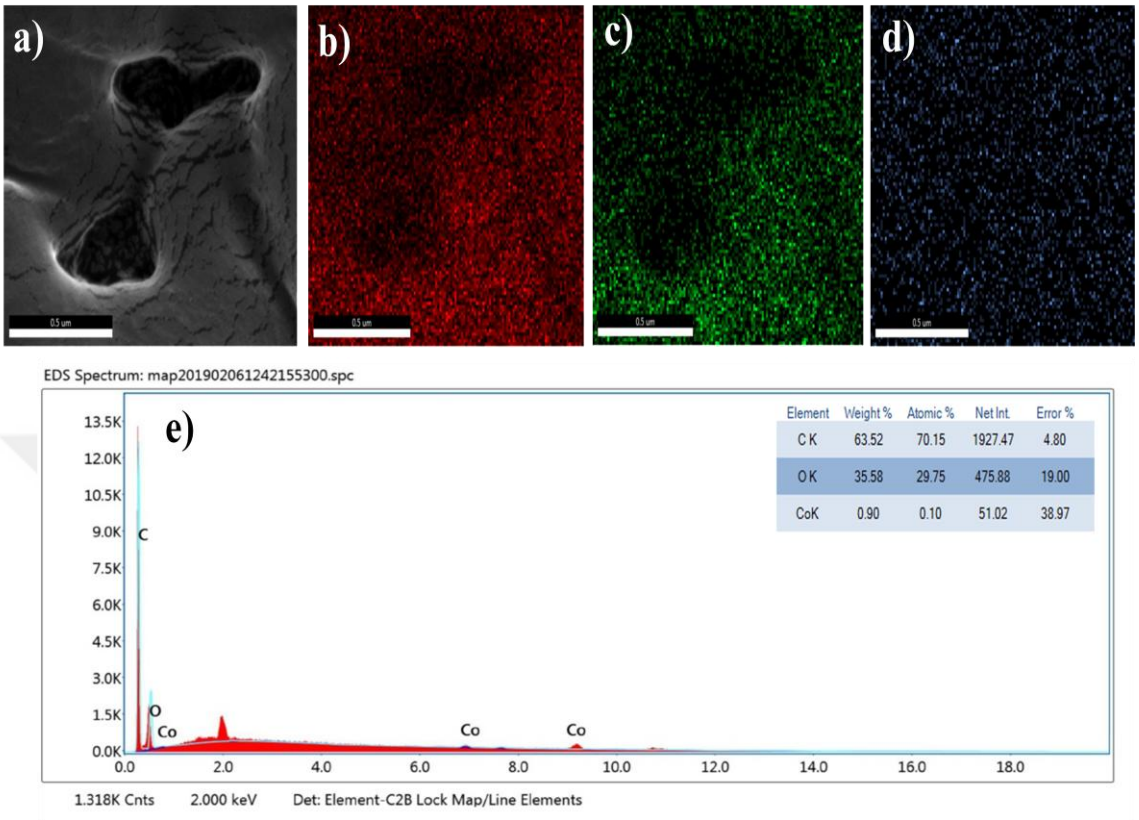
görülmektedir. Bunu yanında katkı elemanı olan Ag NPs ait EDAX sonucunda ise ağırlıkça % 0.94 oranında olduğu elde edilmiştir. Elde edilen bu sonuç hedeflenen katkı oranı olan % 1.0 oranına çok yakın olduğu görülmüştür. Bu sonuçlar hem hedeflenen oranda yapı içerisine NPs katkısının yapıldığını hem de katkısı yapılan NPs yapı içerisinde homojen dağıldığını göstermiştir.




**Şekil 4.15**. % 1.0 Ag:PVB nanokompozit filmine ait a) filmin yüzey görüntüsü, b) C elementinin haritalandırlmış görüntüsü c) O elementinin haritalandırlmış görüntüsü d) Ag elementinin haritalandırlmış görüntüsü e) yapıyı oluşturan elementlerin EDAX spektrum ve oranları

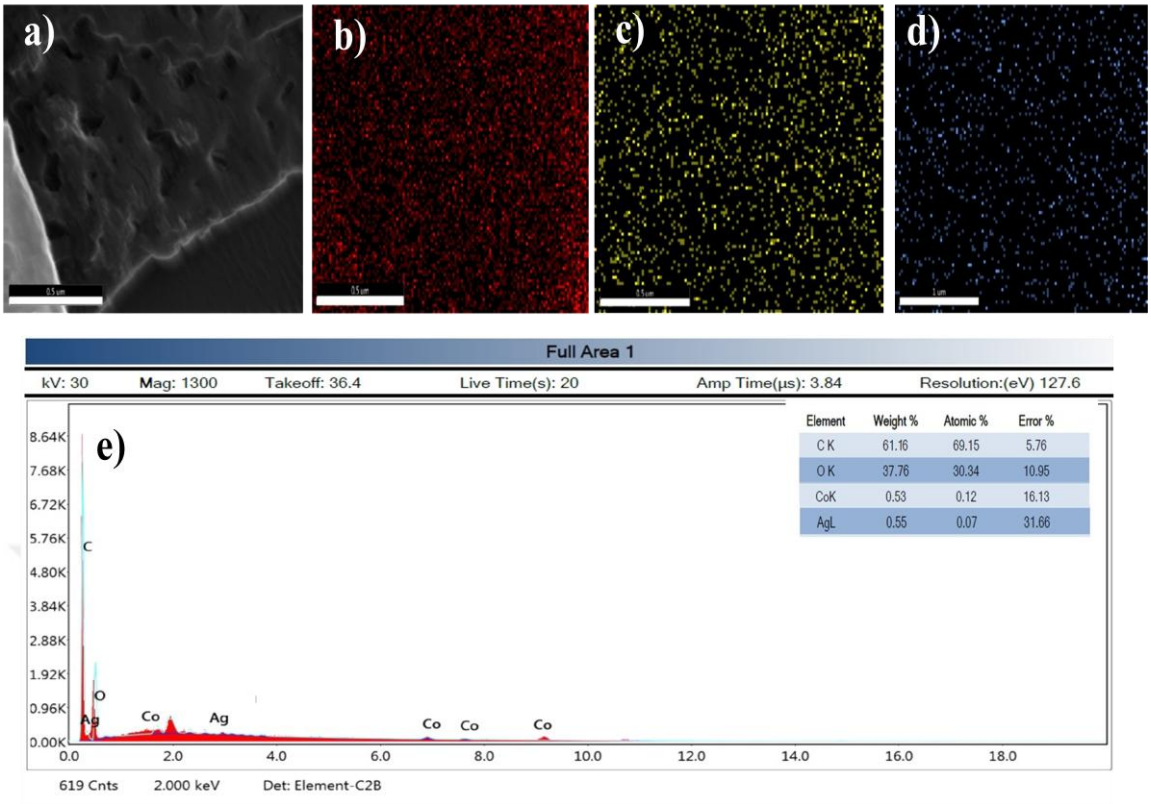
Şekil 4.16'da % 1.0 Co:PVB nanokompozit filminin yüzey görüntüsünü, NK'i oluşturan elementlerin haritalandırılması ve NK'i oluşturan elementlerin EDAX oranları gösterilmiştir. Şekil 4.16a'da elde edilen filmin görüntüsü daha önce alınan filmin yüzey yapısına oldukça benzemektedir. Co NPs'nın katkıyla birlikte yüzeyde boşlukların oluştuğu gözlemlenmiştir. Şekil 4.16'da yapılan haritalandırma sonuçlarına göre C ve O elemenitinin yoğun ve homojen dağılım gösterdiği ve yapı içerisinde yüksek oranda olduğu görülmüştür. Katkı malzemesi olan Co NPs'nın dağılım bilgileri ise Şekil 4.16d'de gösterilmiştir. Yapılan haritalandırmaya göre Co NPs (mavi renkli dağılım) oldukça homejen dağılımlı olduğu göze çarpmaktadır. Ayrıca alınan EDAX ölçümlerinde Co NPs ağırlıkça % 0.90 oranında olduğu ve hedef katkı oranına yakın bir oran olduğu

anlaşılmıştır. Son olarak Şekil 4.16e'de ölçülen EDAX spektumunda ise Co NPs varlığı belirli spektrum noktalarında gözlemlenmiştir.



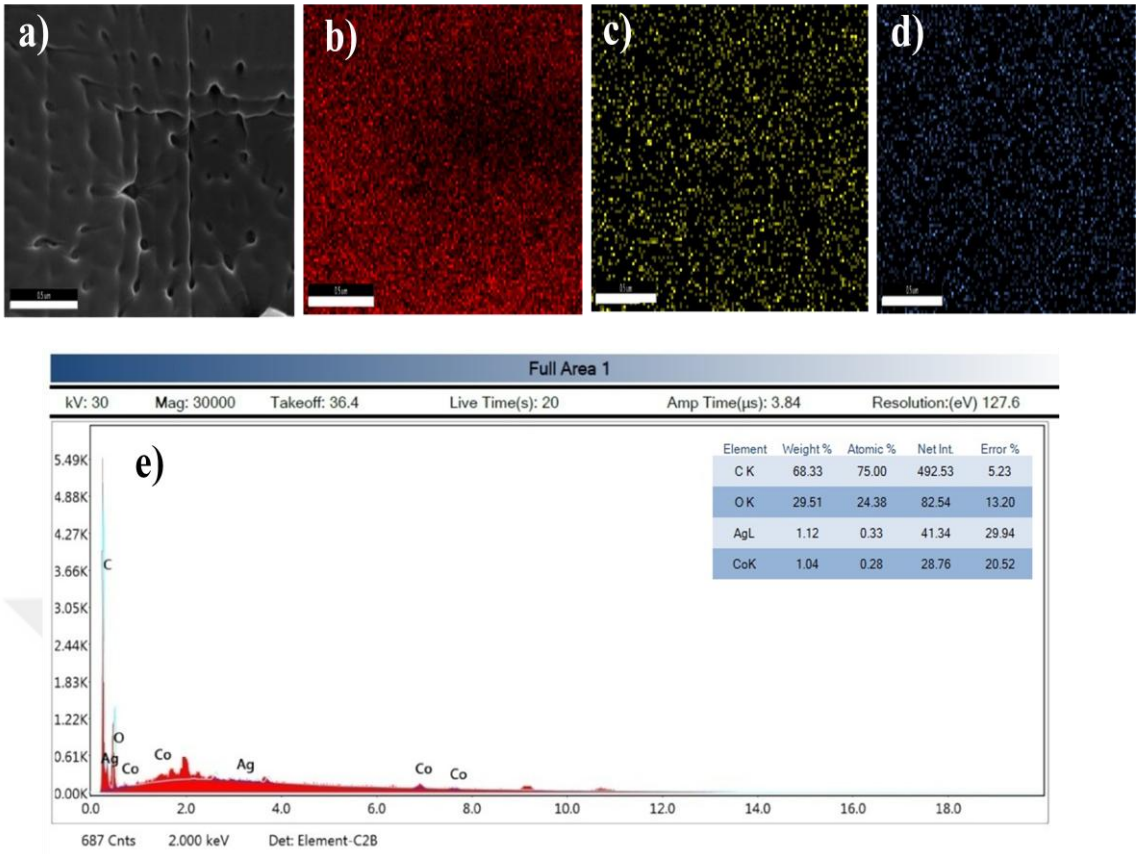

**Şekil 4.16.** % 1.0 Co:PVB nanokompozit filmine ait a) filmin yüzey görüntüsü, b) C elementinin haritalandırlmış görüntüsü c) O elementinin haritalandırlmış görüntüsü d) Co elementinin haritalandırlmış görüntüsü e) yapıyı oluşturan elementlerin EDAX spektrum ve oranları

Şekil 4.17'de % 0.5 Ag:Co:PVB nanokompozit filmini oluşturan elementlerin haritalandırılması ve nanokompozit oluşturan elementlerin EDAX oranları gösterilmiştir. Şekil 4.17a filmin yüzey görüntüsünü göstermektedir. Elde edilen filmin yüzey görüntüsünde küçüklü büyüklü boşlukların olduğu farkedilmektedir. Şekil 4.17b ise filmi oluşturan C elementini dağılımını göstermektedir. nanokompozit oluşturan C ve O oranı ise sırasıyla % 61.16 ve % 37.76 oranında olduğu EDAX sonuçlarıyla belirlenmiştir. PVB polimerine katkı malzemesi olarak da Ag ve Co eş katkısı beraber yapılmıştır. % 0.5 oranında yapılan katkı ile birlikte oluşturulan nanokompozit için haritalandırma ve EDAX ölçümleri gerçekleştirilmiştir. Şekil 4.17(c-d) Ag ve Co NPs'nın yapı içerisinde dağılımının homojen olduğunu göstermektedir. Ayrıca alınan EDAX spekturumunda Ag ve Co elementinin ise katkı oranlarının sırasıyla ağırlıkça % 0.55 ve % 0.53 oranında olduğu hesaplanmıştır. Son olarak Şekil 4.17e'de ki EDAX spekturumunda hem Ag hem de Co NPs ait belirli spekturum noktalarında piklerin olduğu gözlemlenmektedir.




**Şekil 4.17.** % 0.5 Ag:Co:PVB nanokompozit filmine ait a) filmin yüzey görüntüsü, b) C elementinin haritalandırlmış görüntüsü c) Ag elementinin haritalandırlmış görüntüsü d) Co elementinin haritalandırlmış görüntüsü e) yapıyı oluşturan elementlerin EDAX spektrum ve oranları

Üretilen nanokompozitlerden % 1.0 Ag:Co:PVB nanokompozit filmini oluşturan elementlerin haritalandırılması ve nanokompoziti oluşturan elementlerin EDAX oranları Şekil 4.18'de gösterilmiştir. Elde edilen sonuçlar incelendiğinde katkı malzemesi olarak kullanılan Ag ve Co NPs'nın yapı içerisindeki dağılımının tespiti için alınan harıtalamalardan da anlaşılacağı üzere her iki metal kaynağıda nanokompozit içerisinde homojen dağılım gösterdiği gözlemlenmektedir. Şekil 4.18c'de Ag NPs'nın dağılımı ve Şekil 4.18d'de sergilenen Co NPs'nın dağılımı incelendiğinde, Şekil 4.17'de gösterilmiş % 0.5 Ag:Co:PVB NK'e nazaran daha yoğun bir dağılım gösterdiği söylenebilir. Bu yoğunluk farkının sebebi ise katkı oranındaki farklılıktan kaynaklandığı düşünülmektedir. Ayrıca yapılan EDAX ölçümlerinde Ag ve Co NPs'nın katkı oranlarının % 1.12 ve % 1.04 oranında olduğu Şekil 4.18e'de gösterilmiştir. EDAX analizleri incelendiğinde elde edilen ölçümlerle hedef katkı oranlarının yaklaşık olarak aynı olduğu görülmektedir. Şekil 4.18e'de ölçülen EDAX spekturumunda hem Ag hem de Co NPs ait belirli spekturum noktalarında piklerin olduğu gözlemlenmektedir.



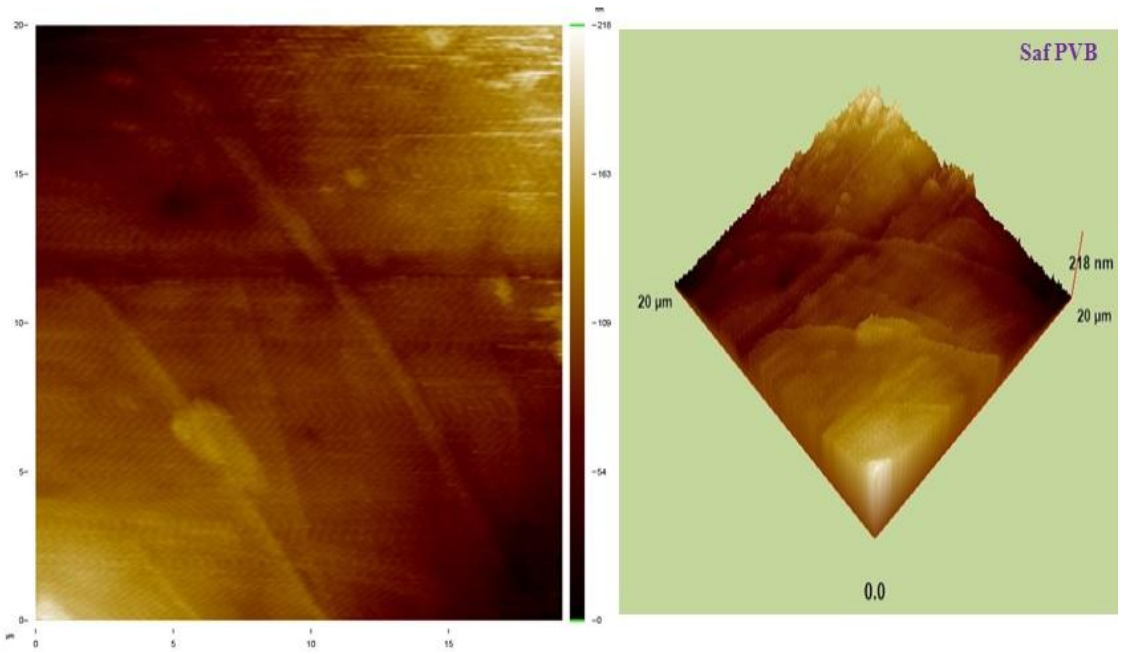

**Şekil 4.18**. % 1.0 Ag:Co:PVB nanokompozit filmine ait a) filmin yüzey görüntüsü, b) C elementinin haritalandırlmış görüntüsü c) Ag elementinin haritalandırlmış görüntüsü d) Co elementinin haritalandırlmış görüntüsü e) yapıyı oluşturan elementlerin EDAX spektrum ve oranları

Üretimi gerçekleştirilen saf PVB filmi için ve farklı nanokompozitler olan % 1.0 Ag katkılı PVB, % 1.0 Co katkılı PVB, % 0.5 Ag:Co eş katkılı PVB ve % 1.0 Ag:Co eş katkılı PVB nanokompozitlerin SEM analizlerinin yanında AFM analizleri de yapılmıştır. AFM yardımıyla filmlerin yüzey bilgisi toplamakla birlikte belirli yüzey parametreleri de elde edilmiştir. Yüzey pürüzlülüğünün tespiti malzemenin kullanım alanını belirlemede önemli bir değişkendir. Özellikle optik ve radar uygulamalarda ışığın yönünün değiştirilmesinde sıklıkla başvurulan bir yöntem olması sebebiyle bu parametrenin tespiti önem kazanmıştır.

Bu parametreler ise sırasıyla ortalama tanecik boyutunda pürüzlülük (avarege, Ra) ve numunelerin pürüzlülük dağılımı (root mean square, Rq) oranı AFM aracıla kolaylıkla tespit edilebilir. Bu parametrelerden olan RMS aşağıda belirtilen denklem 4.4 aracılığıyla ile hesaplanmaktadır;

$$RMS = \sqrt{\frac{1}{MN}\sum_{j=1}^{N}\sum_{i=1}^{M} z^2(x_i, y_j)} \qquad (4.4)$$

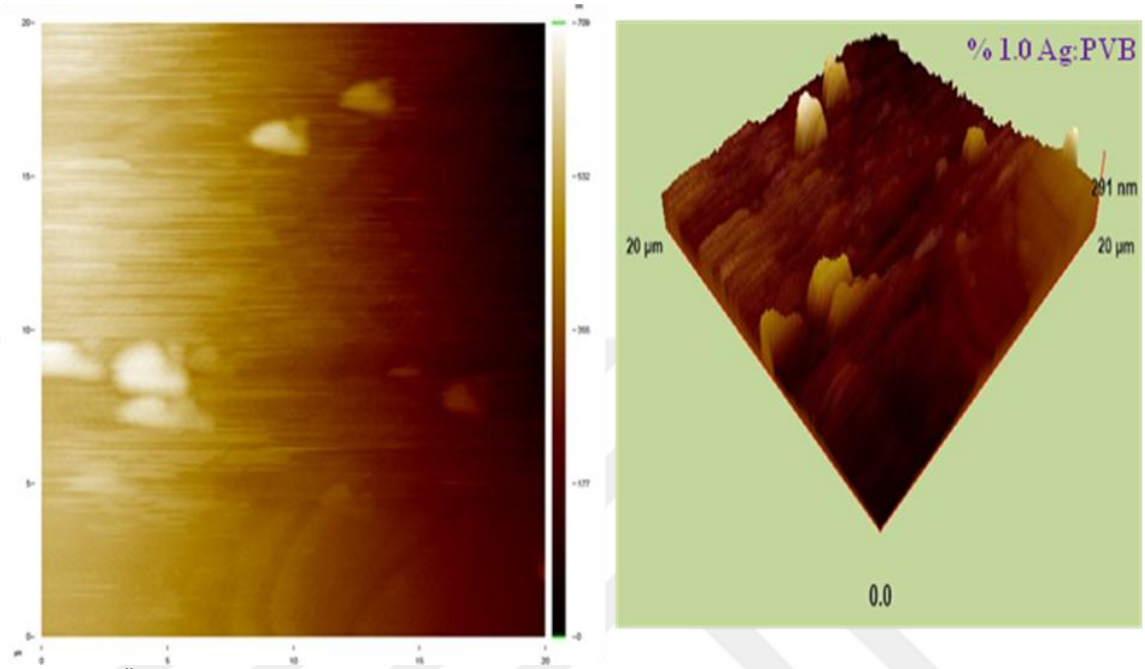
Her numunenin 2-boyutlu ve 3-boyutlu AFM analizleri yapılmış ve ayrı ayrı değerlendirilmiştir. Şekil 4.19 saf PVB filmi için yapılan 2 boyutlu ve 3 boyutlu AFM analizlerini temsil etmektedir. Geniş bir tarama alanı olan 20 x 20 $\mu m^2$ tarama alanında, 20 μm/s tarama hızında ve yarı kontak modda yapılan analizlerde yüzeyin kısmen pürüzlü olduğu ve belirli bölgelerde yükseltilerin oluştuğu saptanmıştır. Saf PVB filminden elde edilen morfolojik parametreler Çizelge 4.3'de özetlenmiştir.




**Şekil 4.19**. Üretilen saf PVB filminin 2-boyutlu ve 3-boyutlu AFM görüntüsü (sol; 2-boyutlu, sağ; 3-boyutlu görüntü)

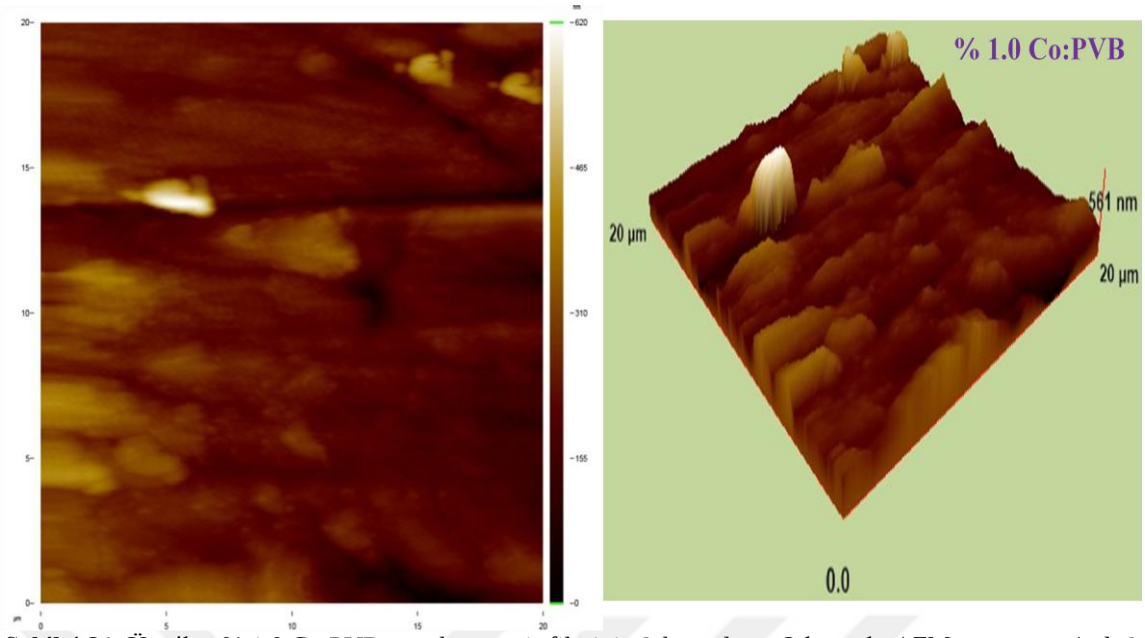
Şekil 4.20 % 1.0 Ag:PVB nanokompozit filmi için yapılan 2-boyutlu ve 3-boyutlu AFM analizlerinin sonucudur. Şekil 4.20 de elde edilen görüntü incelendiğinde saf PVB polimerinin içerisine nano-boyutlu taneler girdiği andan itibaren yüzeyde bulunan yükseltilerin arttığı ve taneciklerin polimer içersine ve yüzeyine yerleştiği açıkça görülmektedir. Ortaya çıkan yükseltilerle beraber belirli tarama bölgelerinde ise çukurlukların oluştuğu saptanmıştır. Sonuç olarak % 1.0 Ag:PVB nanokompozit filmi için elde edilen yüzey görüntüsü saf PVB filmi ile kıyaslandığında yüzey morfolojisinde ciddi değişiklikler meydana geldiği gözlemlenmektedir. Polimer yapıya Ag NPs katkılanmasıyla birlikte oluşan NK'in ortalama tanecik boyutu ve pürüzlülük dağılımı parametreleri değişmiştir. Çizelge 4.3'de özetlenen bu parametrelerden ortalama tanecik boyutundaki pürüzlülük saf PVB filmi için 20.56 nm iken, % 1.0 Ag:PVB nanokompozit filmi için 25.94 nm olarak değişmiştir. Ayrıca filmlerin RMS değeri saf PVB filmine nazaran 27.82 nm'den 34.10 nm değerine ulaşmıştır. Yüzey parametrelerindeki bu

değişimin sebebi nanoyoyuttaki metallerin polimer içerisindeki varlıkları ile beraber yüzeye yerleşmesi ve yüzeyde yeni bosluklarla beraber yeni tepecikleri ortaya çıkarmasından kaynaklanmaktadır (Guinovarta ve ark., 2014; Xiong ve ark., 2019; Reddy ve ark., 2019).



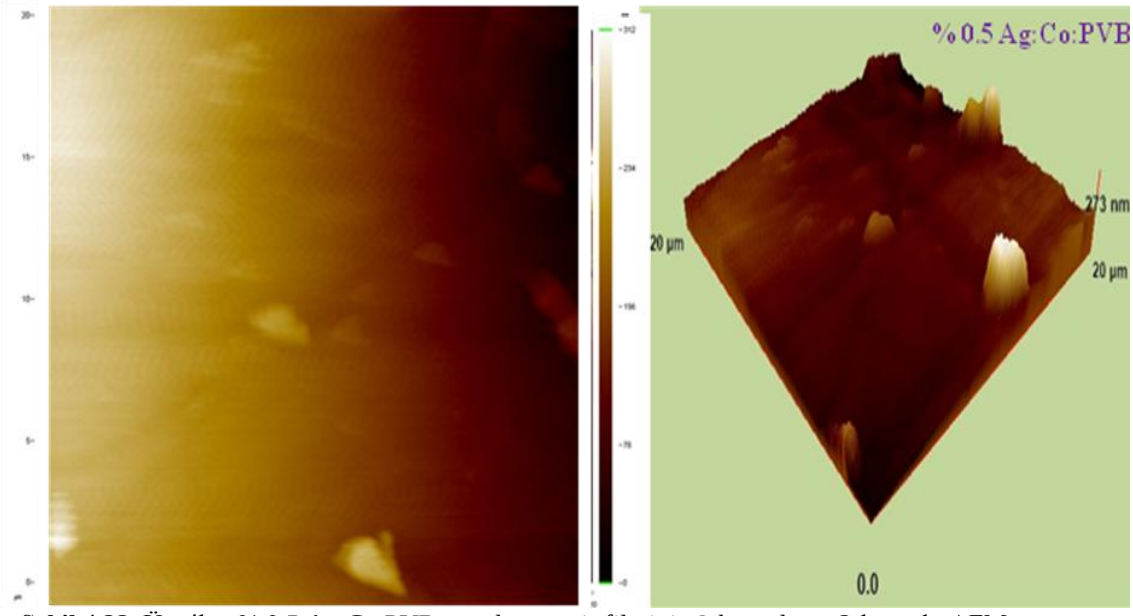

**Şekil 4.20**. Üretilen % 1.0 Ag:PVB nanokompozit filminin 2-boyutlu ve 3-boyutlu AFM görüntüsü (sol; 2-boyutlu, sağ; 3-boyutlu görüntü)

Şekil 4.21 % 1.0 Co:PVB nanokompozit filmi için 20 x 20 µm$^2$ tarama alanında 2-boyutlu ve 3-boyutlu AFM tarama görüntülerini temsil etmektedir. Saf PVB polimerine % 1.0 Co katkı oranında eklenmesiyle yüzey görüntüsünde belirgin değişimler olmuştur. Saf PVB filminde yüzey nispeten pürüzsüz ve düz bir şekilde gözükürken, % 1.0 Co katkılanmasıyla birlikte yüzeyde Co NPs ile birlikte tümseklikler ve yükseltiler gözükmeye başlamıştır. Geniş bir tarama alanında yapılan analizlerde % 1.0 Ag NPs ile elde edilene görüntülerele kıyaslandığında ise film yüzeyinde belirginleşen taneciklerin daha büyük olduğu gözlemlenmiştir. Bu büyüklüklük farkı ark deşarj yöntemi ile sentezlenen Co NPs parçacık büyüklüğünün Ag NPs parçacık büyüklüğünden daha büyük olmasından kaynaklanmaktadır. Ayrıca % 1.0 Co:PVB nanokompozit filmi Çizelge 4.3'de görüleceği üzere saf PVB ve diğer nanokompozitlere kıyasla en büyük ortalama tanecik boyutunda pürüzlülük değerine ve en büyük RMS değerine sahiptir.



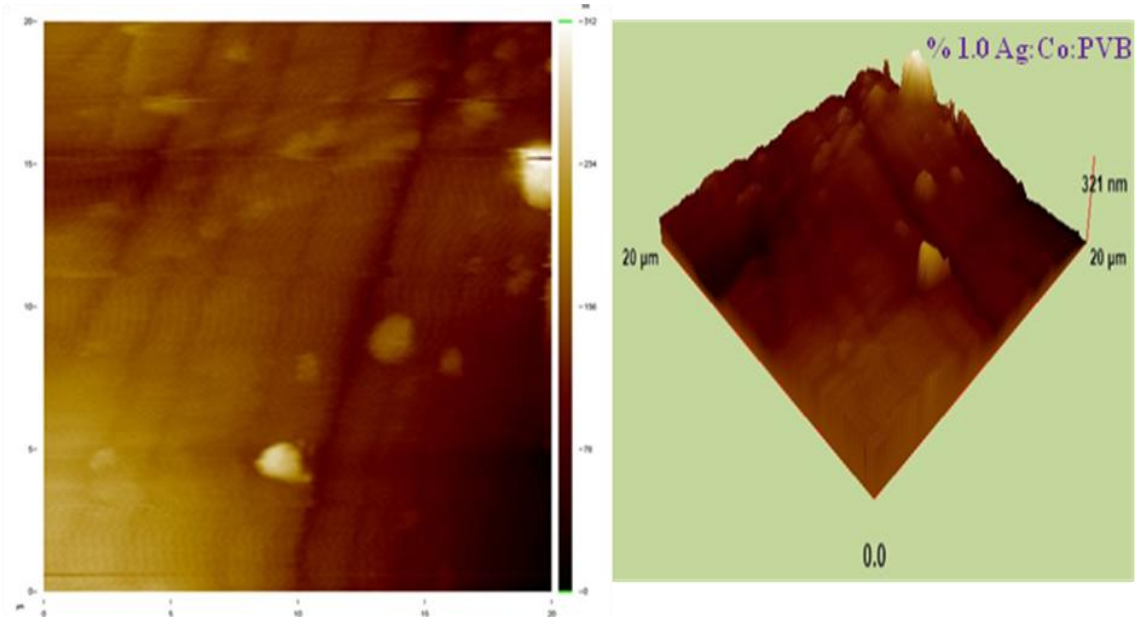

**Şekil 4.21**. Üretilen % 1.0 Co:PVB nanokompozit filminin 2-boyutlu ve 3-boyutlu AFM görüntüsü (sol; 2-boyutlu, sağ; 3-boyutlu görüntü)

% 0.5 Ag:Co:PVB nanokompozit filmi için geniş bir tarama alanında 2-boyutlu ve 3-boyutlu AFM tarama görüntüleri Şekil 4.22'de gösterilmiştir. Saf PVB polimerine ilk eş-katkı oranı olan % 0.5 Ag:Co oranında katkılanmasıyla üretilen filmin yüzeyinde NPs'dan kaynaklı küçüklü büyüklü yükseltilerin oluştuğu görülmektedir. Saf PVB filmine kıyasla film yüzeyinde gözle görülür değişimlerin olduğu tespit edilmiştir. % 0.5 Ag:Co:PVB nanokompozit filmi için elde edilen ortalama tanecik boyutunda pürüzlülük ve yüzey pürüzlülüğü değeri ise sırasıyla 26.31 nm ve 40.25 nm şeklindedir.




**Şekil 4.22**. Üretilen % 0.5 Ag:Co:PVB nanokompozit filminin 2-boyutlu ve 3-boyutlu AFM görüntüsü (sol; 2-boyutlu, sağ; 3-boyutlu görüntü)

Nanokompozit üretiminde ki son oran olan % 1.0 Ag:Co:PVB nanokompozit filmi için geniş bir tarama alanında 2-boyutlu ve 3-boyutlu AFM tarama taraması gerçekleştirilmiş ve elde edilen görüntüler Şekil 4.23'de sergilenmiştir. Elde edilen 2-boyutlu ve 3-boyutlu AFM görüntüleri incelendiğinde saf PVB polimerine göre yüzeyde ciddi değişimler elde edilirken, % 0.5 Ag:Co:PVB nanokompozit filmine benzer görüntülerin oluştuğu gözlemlenmiştir. Ayrıca Şekil 4.23'da ki görüntüler incelendiğinde tananan alandaki tepecik yoğunluğu % 0.5 Ag:Co:PVB nanokompozit filmine nazaran daha fazla olduğu görülmektedir. Bu yoğunluğun sebebi yapı içerisinde ki NPs miktarının fazlalığı olarak düşünülebilir. Buna benzer durum SEM görüntülerinde de ortaya çıkmıştır. % 1.0 Ag:Co:PVB nanokompozit filmi için elde edilen ortalama tanecik boyutu ve yüzey pürüzlülüğü değeri ise sırasıyla 27.12 nm ve 45.75 nm şeklinde elde hesaplanmıştır. Bu numune için elde edilen yüzey parametreleri % 1.0 Co:PVB nanokompozit ile birlikte en büyük parametreler olarak göze çarpmaktadır. Yine saf PVB polimerine nazaran bu parametrelerin büyük olması yapı içerisindeki NPs varlıklarının bir göstergesi olarak yorumlanabilir. (Xiong ve ark., 2019; Reddy ve ark., 2019).




**Şekil 4.23**. Üretilen % 1.0 Ag:Co:PVB nanokompozit filminin 2-boyutlu ve 3-boyutlu AFM görüntüsü (sol; 2-boyutlu, sağ; 3-boyutlu görüntü)

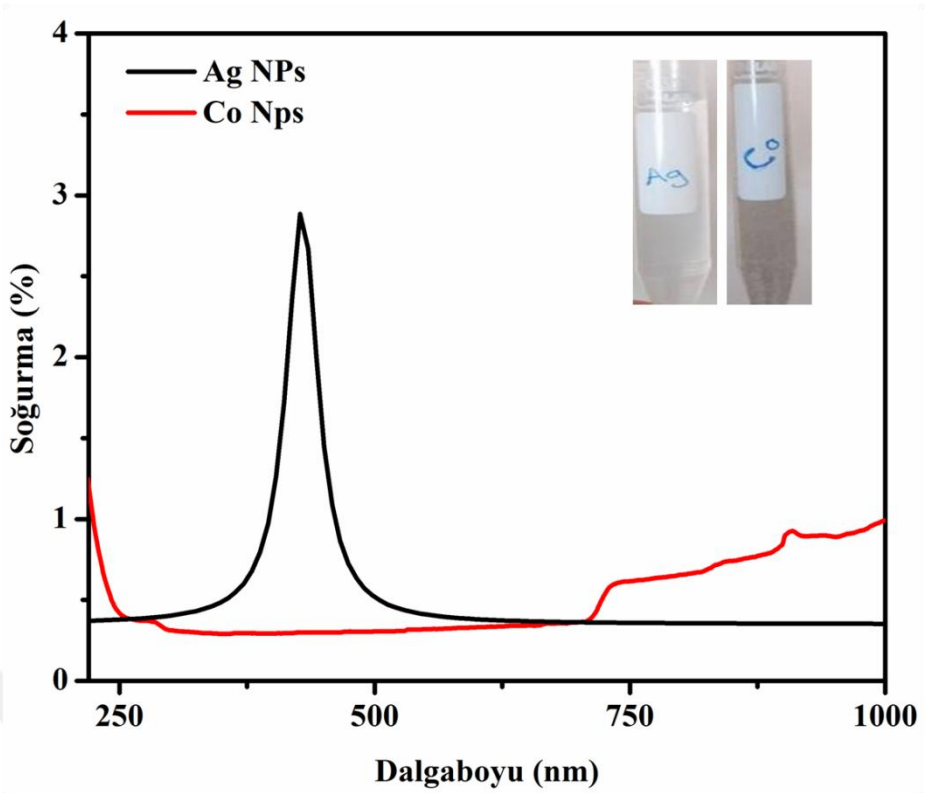
**Çizelge 4.3**. Üretilen numunelerin atomik kuvvet mikroskobu parametreleri

| Numune | Rort. (nm) | RMS (nm) |
|---|---|---|
| Saf PVB | 20.56 | 27.82 |
| % 1.0 Ag:PVB NK | 25.94 | 34.10 |
| % 1.0 Co:PVB NK | 35.71 | 50.65 |
| % 0.5 Ag:Co:PVB NK | 26.31 | 40.25 |
| % 1.0 Ag:Co:PVB NK | 27.12 | 45.75 |

## 4.3. Optik Özellikler

### 4.2.1. Üretilen Ag ve Co NPs'ın optik özellikleri

Bu tez çalışmasının katkı malzemeleri olan ve ark deşarj yöntemi ile üretilen Ag NPs ve Co NPs optik özellikleri UV-gör spektrometre aracılığıyla incelenmiştir. Ark deşarj yöntemi ile elde edilen NPs'ın değişen dalgaboyuna göre yüzde soğurma değerleri 200-1000 nm arasında ölçülmüştür. Ethanol çözücüsünde disperse edilen her iki numunede kuvars küvete aktarılarak optik analizleri yapılmıştır. Elde edilen numunelerin soğurma eğrileri Şekil 4.24 gösterilmiştir. Şekil 4.24 incelendiğinde Ag NPs numunesine ait tepe noktasının 427 nm olan ve 350 nm ile 500 nm arasında yayvan pik ortaya ortaya çıktığı görülmüştür. Ortaya çıkan bu pik Ag NPs ait karekteristik piktir (Rashed, 2016; Echavarri-Bravo ve ark., 2015; El-Khatib ve ark. 2018). Bu pikin olması solüsyon içerisinde Ag NPs varlığının bir göstergesidir. Yine aynı eğrinin içinde gösterilen Co NPs ait ise bir pik oluşumu yoktur. Literatürde yapılan çalışmalarda Co NPs ait UV-gör spektometresinde pik olmamasını yüksek sönümleme ve bantlar arası geçiş nedeniyle Co NP'in UV dalga boyunda algılanmaması durumlarının olabileceği şeklinde açıklanmaktadır (Kaminskienė ve ark., 2013; Simon ve ark., 2016).

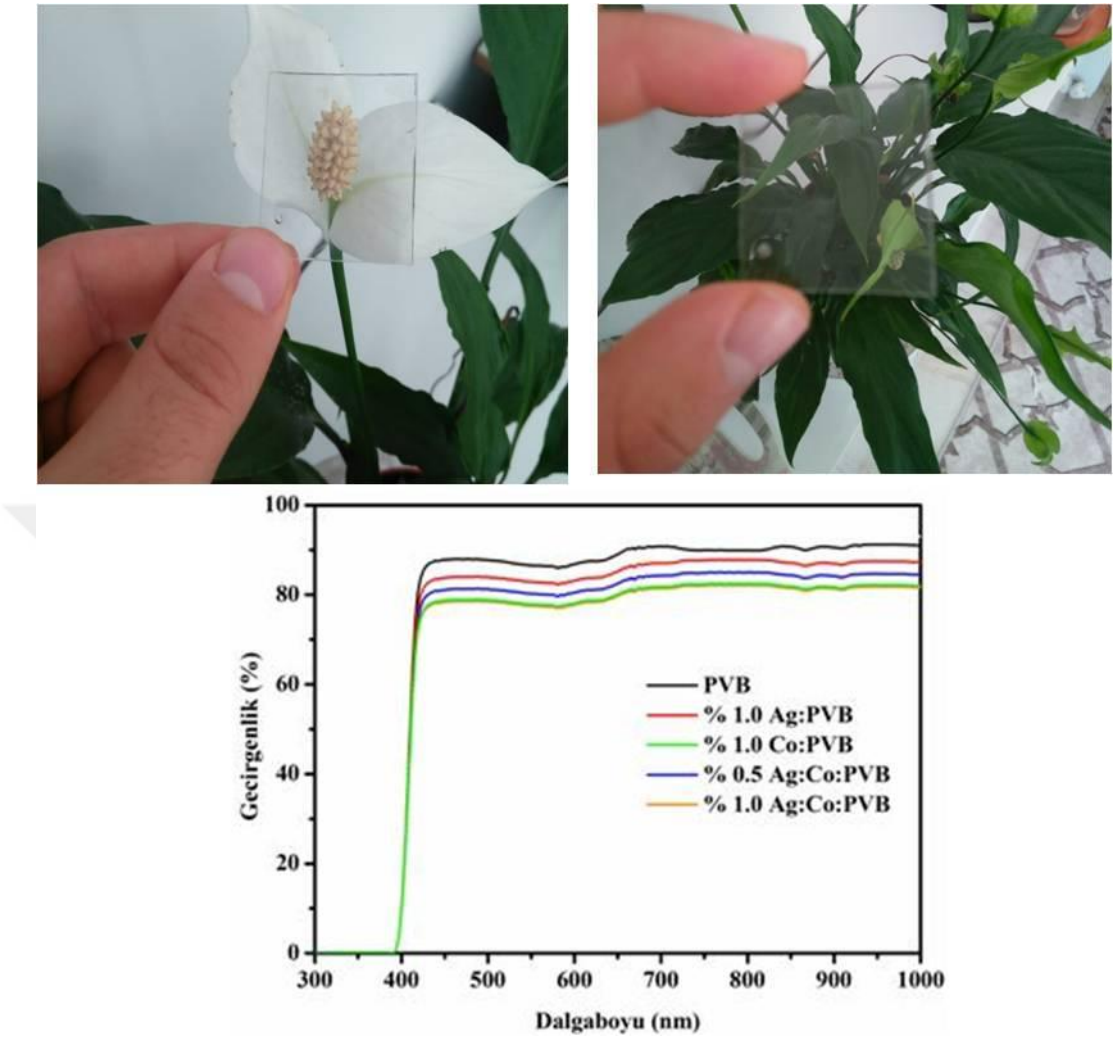



**Şekil 4.24.** Ark deşarj yöntemi ile elde edilen Ag NPs ve Co NPs soğurma eğrileri

### 4.2.2. Üretilen nanokompozitlerin optik özellikleri

Ark deşarj yöntemi ile üretilen NPs ağırlıkça belirli oranlarda katkısı yapılarak üretilen nanokompozitlerin optik analizleri yine UV-gör spektrometre yardımıyla gerçekleştirilmiştir. Optiksel ölçümler için hazırlanan saf PVB filmi ve farklı nanokompozitler olan % 1.0 Ag katkılı PVB, % 1.0 Co katkılı PVB, % 0.5 Ag:Co eş katkılı PVB ve % 1.0 Ag:Co eş katkılı PVB'in yüzde geçirgenlik değerleri Şekil 4.25'de sergilenmiştir. Şekil 4.25'de gösterilen geçirgenlik-dalgaboyu grafiğinde görünür bölge için saf PVB filmi için optiksel geçirgenlik % 87 ile % 91 arasında değişmektedir. Saf PVB polimerine yapılan % 1'lik Ag NPs katkısı ile birlikte bu değerler % 84 ile % 87 aralığına düşmüştür. Aynı şekilde saf PVB polimerine yapılan % 1'lik Co NPs katkısı ile bu değerler % 78 ile % 81 değerlerine gerilemiştir. Eş katkı değerlerinde üretilen nanokompozitlerde ise optiksel geçirgenlik değerleri % 0.5 Ag:Co eş katkılı PVB ve % 1.0 Ag:Co eş katkılı PVB için sırasıyla % 81-% 85 ve % 77-% 81 arasındaki değerlere düşmüştür. Optik ölçümlerden elde edilen sonuçlara göre hem Ag NPs katkısı ile hem de Co NPs katkısı ile yüksek optiksel geçirgenliğe sahip PVB filminin optiksel geçirgenliğin azaldığı tespit edilmiştir. Bu düşüşün nedeni polimer zincirleri ile katkı malzemeleri

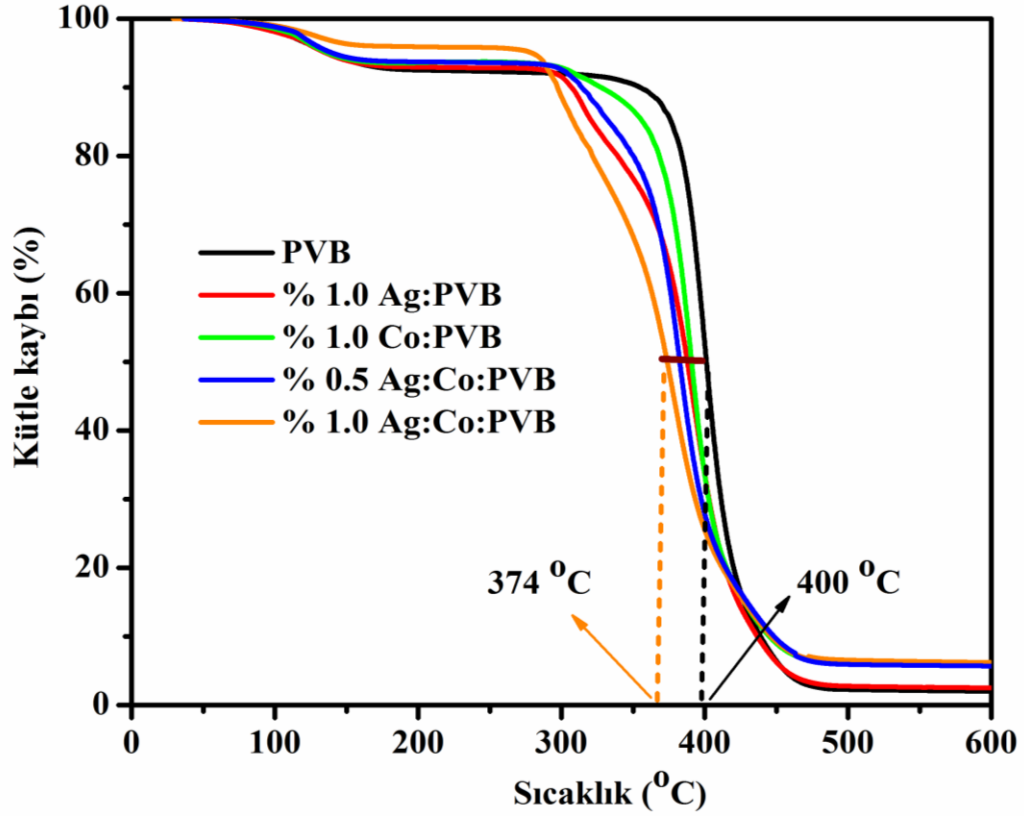
arasında meydana gelen hidrojen bağları ışığın karşıya geçmesine engel olmasındandır (Mustafa, 2013).




**Şekil 4.25.** Üretilen filmlerin optik görüntüsünü göstermek amacıyla çekilen dijital fotoğraflar ve nanokompozitler optik geçirgenlik eğrileri

### 4.3. Nanokompozitlerin Termal Özellikleri

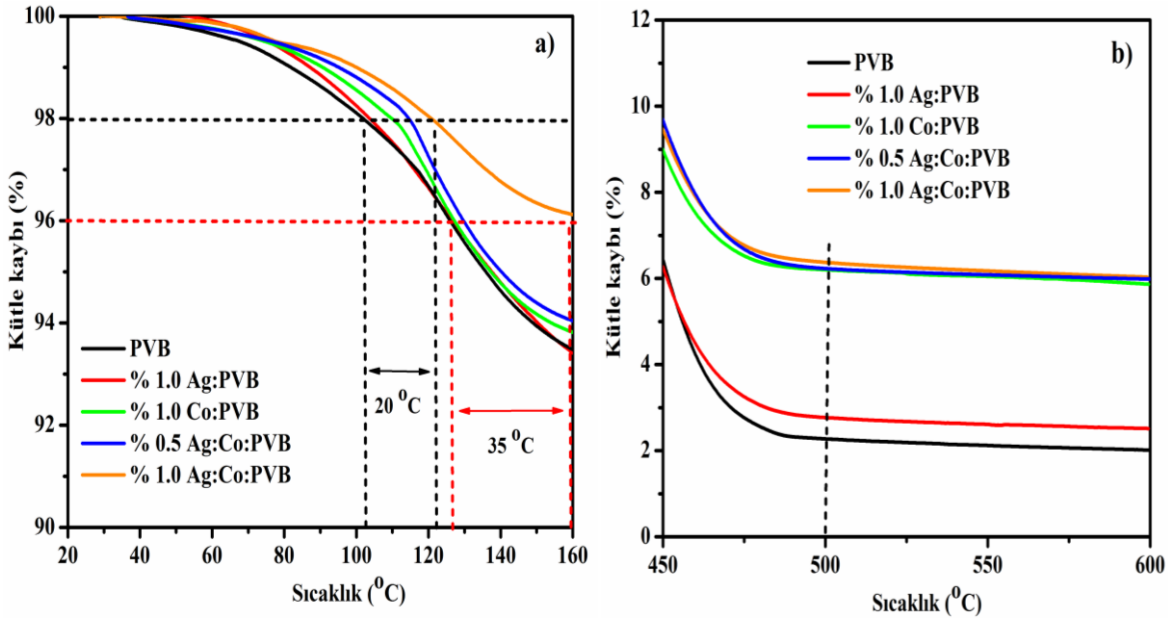
Polimer tabanlı nanokompozitlerin termal özelliklerinin analizi oldukça önemlidir. Çünkü üretilen nanokompozitlerin kullanım alanını tespit ederken numunenin dayanabileceği maksimum ve minumum sıcaklık değerlerini bilmek gerekir. Bunu tespit ederkende farklı sıcaklık analiz yöntemlerinden faydalanılabilir. Bu sebeple bu tez çalışmasında üretilen nanokompozitlerin termogravimetrik analizleri (TGA) ve diferansiyel taramalı kalorimetre (DSC) analizleri yapılarak termal davranışları anlaşılmaya çalışılmıştır. İlk olarak saf PVB filminin ve nanokompozitlerin TGA analizleri yapılarak saf PVB polimerine göre nasıl değişiklikler olduğu tespit edilmiştir. Üretimi gerçekleştirilen tüm filmlerden 10 mg ağırlığında tartılarak alümina kaplara yerleştirildikten sonra 0-600 $^{o}$C arasında 10 $^{o}$C/dk artış hızında ölçümleri yapılmıştır. Ayrıca termal dengenin sağlanması için her sıcaklıkta 5 dk bekletilerek yapılan ölçümlerde her numune 3'er kez tekrarlı ölçümü alınmıştır. Termal ölçümler için hazır hale getirilen saf PVB filmi ve farklı nanokompozitler olan % 1.0 Ag katkılı PVB, % 1.0 Co katkılı PVB, % 0.5 Ag:Co eş katkılı PVB ve % 1.0 Ag:Co eş katkılı PVB'in TGA analizleri Şekil 4.26'da sergilenmiştir. Şekil 4.26'da gösterilen TGA eğrilerinde yüzde olarak kütle kaybına (% weight loss) karşı artan sıcaklık değerleri verilmiştir. Şekil 4.26 incelendiğinde 290 $^{o}$C sıcaklığa kadar düşük oranda gerçekleşen kütle kaybının bu sıcaklık değerinden 450 $^{o}$C sıcaklığa kadar neredeyse tüm kütle kaybının gerçekleştiği görülmektedir. 290 $^{o}$C sıcaklık değerinden sonra keskin bir düşüş olması saf PVB ve diğer nanokompozitlerin bozunmaya uğradığı olarak açıklanabilir. Şekil 4.26'da görüleceği üzere 290 $^{o}$C ile 450 $^{o}$C arasındaki bozunma bölgesinde katkı ile birlikte daha düşük sıcaklıklara kaymanın olduğu gözlemlenmiştir. Bu kaymanın sebebi ise literatürde yapılan çalışmalarda **yüksek sıcaklıklarda** NPs özellikle PVB tabanlı polimerlerde polimer bağlarının ayrışmasını hızlandırdığı olarak açıklanmıştır (Cho, 2004; Ogata ve ark., 1997; Chang ve ark., 2003; Bharadwaj, 2002). Ayrıca bu kaymanın miktarı ise kütle kaybının yarısı baz alınarak tahmin edilmeye çalışılmıştır. Kütle kaybının yarısı baz alındığında (kütle kaybının % 50 olduğu noktada)kayma miktarı 400 $^{o}$C'den 374 $^{o}$C'ye kayarak 26 $^{o}$C daha bir düşük sıcaklıkta gerçekleşmiştir.




**Şekil 4.26.** Saf PVB ve farklı oranlarda üretilmiş nanokompozitlerin TGA eğrileri

Şekil 4.26'da saf PVB ve farklı oranlarda üretilen nanokompozitler filmlerinin genel olarak TGA eğrileri üzerine değerlendirilmeler yapılmıştır. Şekil 4.26'da ki grafiğin geniş bir gösterge çizelgesi aralığında olmasından dolayı fark edilemeyen belirli bölgeler bulunmaktadır. Bu bölgelerde ise ciddi değişimlerin olduğu görülmektedir. Bu değişimlerin daha ayrıntılı olarak incelenmesi ve yorumlanabilmesi amacıyla Şekil 4.27(a-b)'de farklı gösterge çizelgesinde büyütmeler yapılmıştır. Şekil 4.27a düşük sıcaklıklardaki yüzde olarak kütle kaybını gösterirken, Şekil 4.27b yüksek sıcaklıklardaki yüzde olarak kütle kaybını göstermektedir. Şekil 4.27a'da yani **düşük sıcaklıklardaki** kütle kaybında iki farklı kütle kaybı için durum tespiti yapılmıştır. Birinci kütle kaybı noktası % 2'lik kütle kaybının olduğu nokta iken, diğeri ise % 4'lük kütle kaybının olduğu noktadır. Şekil 4.27a ve Çizelge 4.4 incelendiğinde, % 2'lik kütle kaybınına saf PVB filmi 102 $^{o}$C sıcaklıkta ulaşırken, katkılı olan % 1.0 Ag katkılı PVB, % 1.0 Co katkılı PVB, % 0.5 Ag:Co eş katkılı PVB ve % 1.0 Ag:Co eş katkılı PVB nanokompozitler ise sırasıyla 104 $^{o}$C, 110 $^{o}$C, 114 $^{o}$C ve 122 $^{o}$C sıcaklıklarda ulaşmışlardır. Aynı şekilde Çizelge 4.4 özetlendiği üzere, % 4'lik kütle kaybınına saf PVB filmi 125 $^{o}$C sıcaklıkta ulaşırken, katkılı olan % 1.0 Ag katkılı PVB, % 1.0 Co katkılı PVB, % 0.5 Ag:Co eş katkılı PVB ve % 1.0 Ag:Co eş katkılı PVB

nanokompozitler ise sırasıyla 125 $^{o}$C, 127 $^{o}$C, 131 $^{o}$C ve 160 $^{o}$C sıcaklıklarda ulaşmışlardır. Hem % 2 hem de % 4 kütle kaybı noktalarında da görüldüğü üzere katkı ile birlikte sıcaklık değişimlerine karşı nanokompozitler davranışları ciddi oranda değişmiştir. Düşük olarak kabul edilen bu sıcaklık değerlerinde NPs polimer yapısını güçlendirdiği ve kütle kaybını geniş bir sıcaklık aralığında genişlettiği görülmektedir. Bu da katkısı yapılan nanoparçacıkların polimer içerinde iyi bir dispersiyon göstermesi ve nanoparçacıkların polimer yapı ile daha iyi etkileşim kurabilmesi sonucunda küçük gaz moleküllerinin emisyonunu engelleyerek termal bozunmayı geciktirmesi sayesinde polimerin erken erimesini engellediğini göstermektedir (Zanjanijam ve ark. 2014; Wang ve ark., 2013). Şekil 4.27b yüksek sıcaklık olan 450 $^{o}$C ve üzerindeki sıcaklıklarda ki yüzde olarak kütle kaybını göstermektedir. Şekil 4.27b görüldüğü üzere 500 $^{o}$C sıcaklık değerinde numune kaplarında kalan numune miktarlarına bakıldığında saf PVB filminden % 2.3 kalmışken, eş katkılı olan numunelerde bu oran % 6.5 civarında olduğu görülmektedir. Numune kabında kalan numune miktarının farklı olmasının sebebi NPs bağlanma reaksiyonu ile polimer zincirlerinin hareketlerinin kısıtlaması ile gaz birikintilerinin dışarı çıkmasını engelleyerek malzemenin termal dayanıklılığını arttırmasından dolayıdır. Sonuç olarak, NPs katkı oranının artışıyla nanokompozitlerde polimerlerin zincir hareketleri zorlaştırılarak termal kararlılıkları ortaya çıkarmıştır.

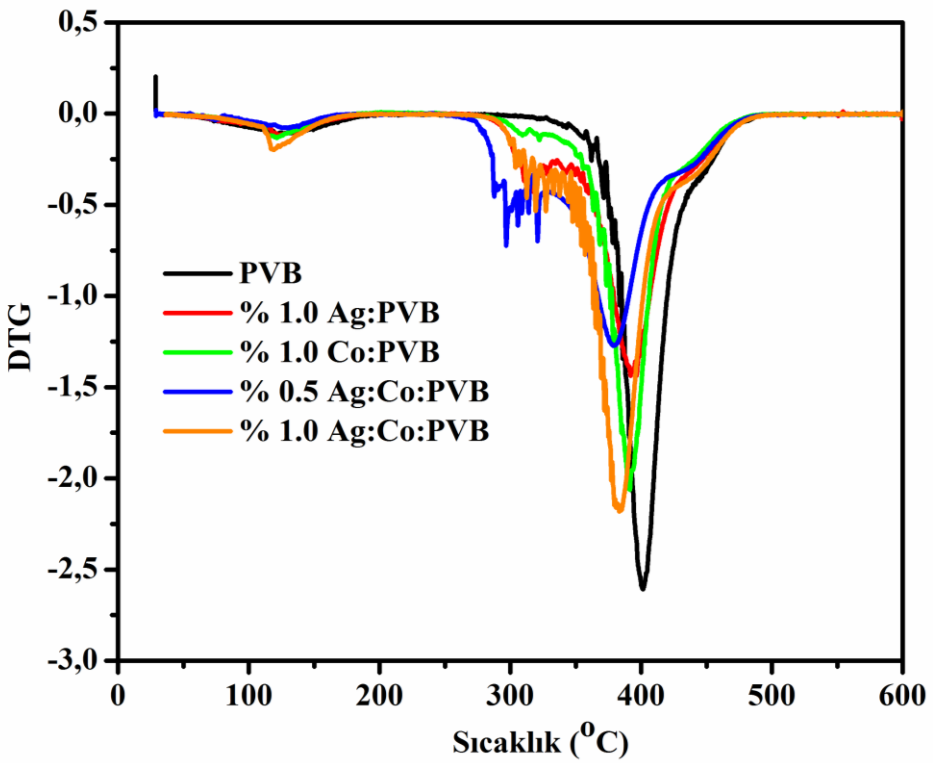



**Şekil 4.27.** Üretilen numunelerin a) düşük sıcaklıklardaki TGA eğrisi b) yüksek sıcaklıklardaki TGA eğrisi

**Çizelge 4. 4**. Saf PVB ve farklı oranlarda hazırlanmış nanokompozitlerin TGA eğrilerinden hesaplanan belirli termal parametreler

| Numune | $T_{\%\,2}$ ($^{o}$C) | $T_{\%\,4}$ ($^{o}$C) | $T_{\%\,50}$ ($^{o}$C) | $T_{300}$'de ki kütle kaybı (%) | $T_{400}$'de ki kütle kaybı (%) | $T_{500}$'de ki kütle kaybı (%) | Tg; camsı geçiş sıcaklığı ($^{o}$C) |
|---|---|---|---|---|---|---|---|
| Saf PVB | 102 | 125 | 400 | 7.8 | 50 | 97.7 | 45.6 |
| % 1.0 Ag:PVB NK | 104 | 125 | 386 | 8.1 | 67 | 97.2 | 46.2 |
| % 1.0 Co:PVB NK | 110 | 127 | 390 | 7.2 | 67 | 93.8 | 46.9 |
| % 0.5 Ag:Co:PVB NK | 114 | 131 | 382 | 10.7 | 73 | 94.1 | 49.2 |
| % 1.0 Ag:Co:PVB NK | 122 | 160 | 374 | 15.4 | 75 | 93.3 | 55.1 |

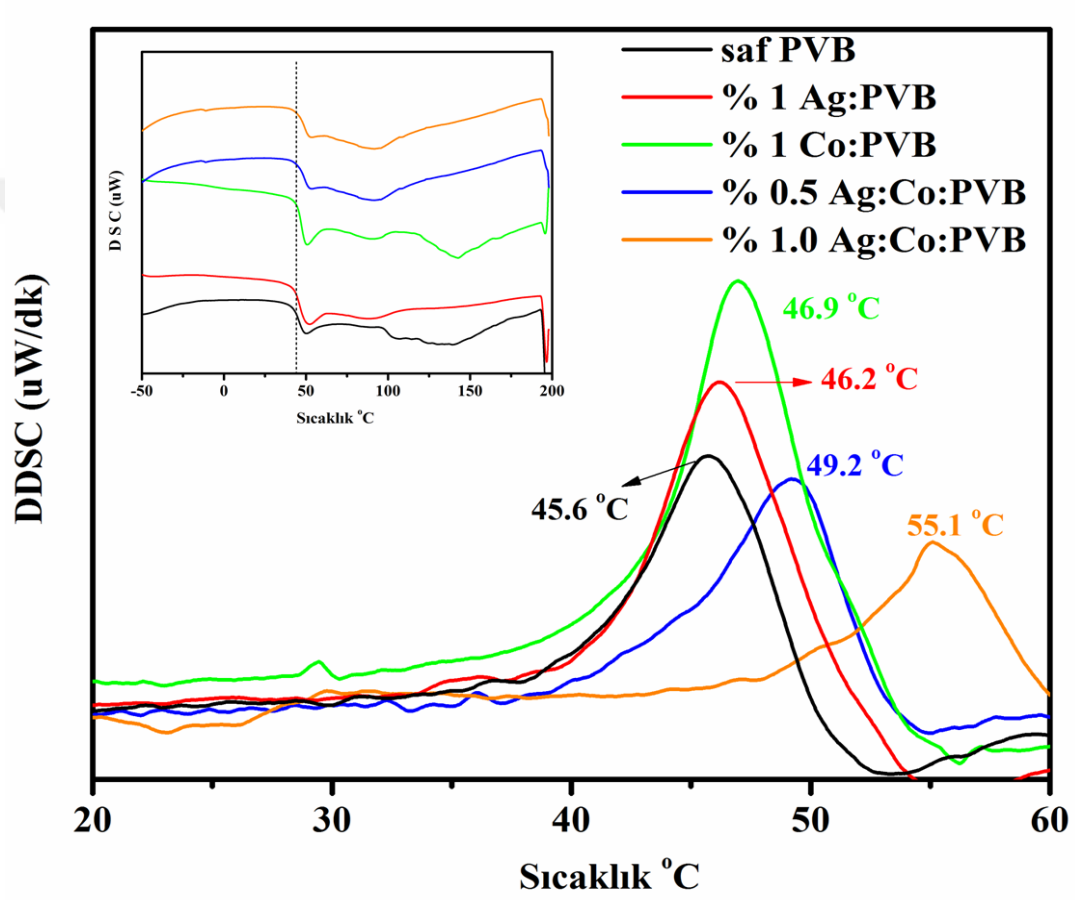
Şekil 4.28 saf PVB ve farklı katkı oranlarında nanokompozitler olan % 1.0 Ag katkılı PVB, % 1.0 Co katkılı PVB, % 0.5 Ag:Co eş katkılı PVB ve % 1.0 Ag:Co eş katkılı PVB'in birinci türevi olan kütle kaybı hızının (DTG) sonuçlarını göstermektedir. Şekil 4.28 incelendiğinde yapılan DTG analizlerinin iki farklı bölgeden oluştuğunu göstermektedir. Birinci bölge düşük sıcaklıkların olduğu bölge iken, ikinci bölge yüksek sıcaklıkların olduğu bölgedir. Birinci bölgede katkılı olan nanokompozitlerin daha yüksek sıcaklıklarda kütle kaybına başladığı görülmektedir. İkinci bölge olan yüksek sıcaklıkların olduğu bölgelerde ise saf PVB 350 $^{o}$C civarındaki sıcaklıklarda en büyük kütle kaybının başlangıcını yaparken, katklı nanokompozitlerde ise bu sıcaklık 290 $^{o}$C sıcaklıklarda en büyük kütle kaybınının yaşandığı gözlemlenmiştir. Sonuç olarak yapılan DTG analizlerin sonuçları düşük sıcaklık için NPs katkısının polimer yapıyı daha güçlü hale getirdiğini gösterirken yüksek sıcaklıklar için NPs katkısının polimer yapının bozulmasını hızlandırdığını göstermiştir.




**Şekil 4.28.** Saf PVB ve farklı oranlarda üretilmiş nanokompozitlerin DTG eğrileri

Termal özelliklerin incelenmesi amacıyla üretilen nanokompozitler için yapılan bir diğer termal analiz çeşidi ise diferansiyel taramalı kalorimetre (DSC) analizidir. DSC artan veya azalan sıcaklığa bağlı olarak malzemelerde ki termal geçişler ile ilgili sıcaklıkları tespit ederek belirli termal parametrelerin belirlenmesini sağlar. DSC, özellikle de polimer tabanlı nanokompozit malzemelerin katkı ile birlikte sıcaklık davranışlarının tespiti için kullanılan önemli bir analiz çeşididir. Hazırlanan saf PVB filmi ve farklı nanokompozitler olan % 1.0 Ag katkılı PVB, % 1.0 Co katkılı PVB, % 0.5 Ag:Co eş katkılı PVB ve % 1.0 Ag:Co eş katkılı PVB'in DSC analizleri Şekil 4.29'da iç grafik (inset) olarak gösterilmiştir. Saf PVB ve nanokompozitlerin DSC ölçümleri -50 $^{o}$C ile 200 $^{o}$C arasında ölçülmüştür. Şekil 4.29 incelendiğinde iç grafikte katkı ile birlikte numunenin ilk yumuşama sıcaklığının sağa doğru yani daha yüksek sıcaklıklarıa doğru kayma gösterdiği gözlemlenmektedir. Bu kaymaların olduğu 45 $^{o}$C civarındaki pikler ve kaymalar üretilen filmlerin ilk yumuşama sıcaklığı olan camsı geçiş sıcaklığını (***Tg***) ifade etmektedir. Camsı geçiş sıcaklığının net olarak tespiti için kullanılan birinci türev işlemlerinin ardından elde edilen eğri Şekil 4.29'da sergilenmiştir. Üretilen filmlerden elde edilen camsı geçiş sıcaklıklarının değerleri Şekil 4.29'da ve ve Çizelge 4.4'de özetlenmiştir. DDSC analizleri yardımıyla hesaplanan camsı geçiş sıcaklığının değerleri ise 45.6 $^{o}$C'den 55.1 $^{o}$C'ye kaydığını ve yaklaşık 10 $^{o}$C artış sağlandığını görmekteyiz. Bu

10 $^{o}$C' artışın birinci sebebi katkısı yapılan NPs ile PVB polimeri arasında güçlü bir etkileşimin olduğunu ikinci sebebi ise katkısı yapılan NPs'ın polimer yapısı içinde homojen dağılmasından dolayıdır. Polimer yapı ile NPs arasındaki güçlü etkileşim ve yüksek homojen dağılım oranı polimer zincirlerinin hareketlerinin kısıtlanmasını sağlayarak matris elemanı olan polimerin sıcaklık karşısında kendini kolay bırakmasını engeller. Böylelikle polimere kazandırılan bu direnç polimer tabanlı nanokompozitler için camsı geçiş sıcaklıklarına olumlu etki etmesini sağlar (Dhaliwal ve Hay, 2002).

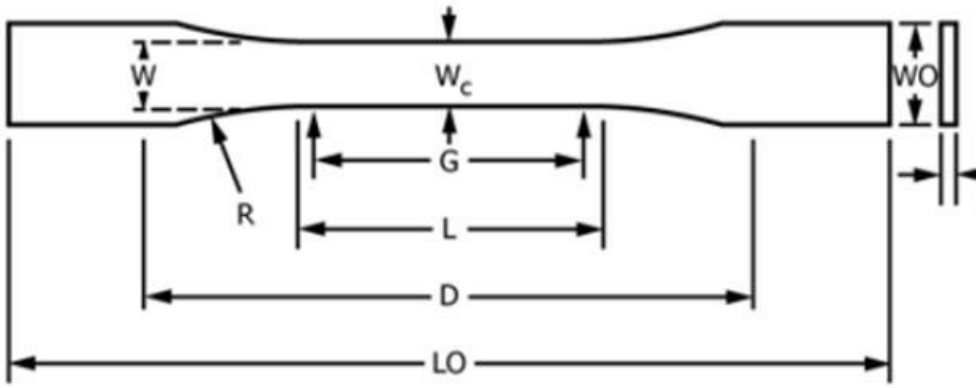



**Şekil 4.29.** Camsı geçiş sıcaklıklarının tespiti amacıyla ölçülen saf PVB ve katkılı nanokompozitler filmlerin DSC analiz eğrileri

## 4.4. Nanokompozitlerin Mekanik Özellikleri

Polimer tabanlı nanokompozitlerin kullanım alanlarının tespiti için yapılan mekanik testler önem arz etmektedir. Nitekim ürettiğimiz geçirgen özellikli nanokompozitlerin kullanım alanı olarak düşünülen kokpit veya uçuş güverte bölümü için olası darbe veya gerilmeye karşı direncinin tespiti için mekanik testler elzemdir. Bununla beraber hava şartları göz önüne alındığında değişen sıcaklığa bağlı olarak mekanik özelliklerin tespitide farklı bir önem arz etmektedir. Bu maksatla üretilen numunelerin mekanik özelliklerin belirlenmesinde en yaygın olarak kullanılan yöntemlerden biri çekme yöntemi ile test edilmiştir. Daha sonra da Shore metodu ilenumunelerin sertlik davranışları irdelenmiştir. Son olarakta değişen sıcaklığa bağlı olarak mekanik özelliğin tespiti için DMA testleri yapılmıştır.

Bu tez çalışmasında ilk olarak üretilen filmlerin mekanik özelliklerinin belirlenmesi amacıyla çekme testlerine tabi tutulmuştur. Üretimi gerçekleştirilen saf PVB filmi ve farklı oranlardaki nanokompozitler test öncesi D638-14 standardına göre hazırlanmıştır. D638-14 standardının boyutsal gösterimi ve boyutsal ölçüleri Şekil 4.30'da şematik olarak sergilenmiştir.

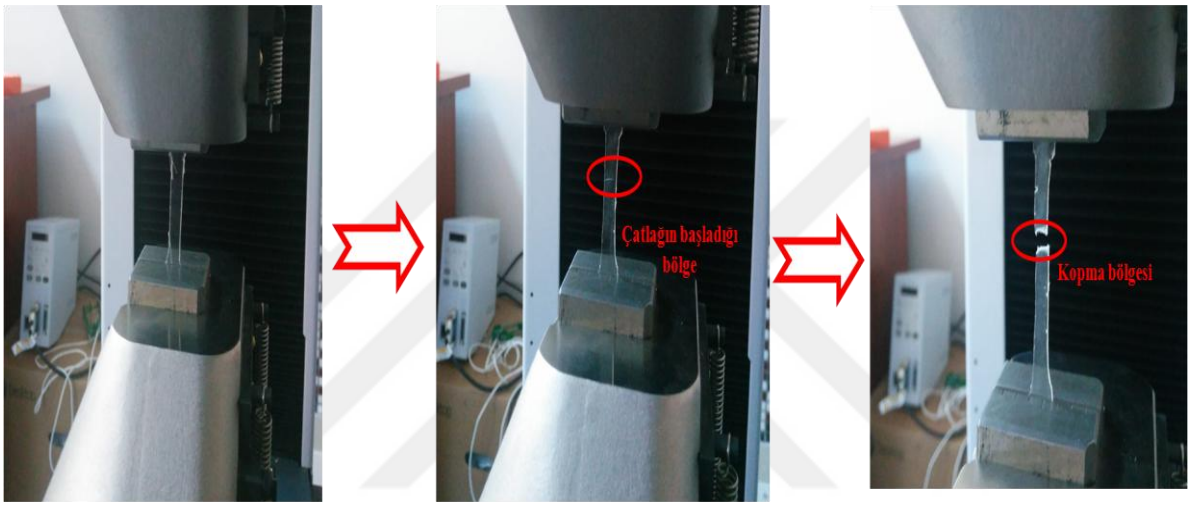



| Boyutlar | Değeri, mm |
|---|---|
| Dar kesit genişliği, $W_0$ | 13 |
| Ölçme uzunluğu, G | 50 |
| Dar kesitin uzunluğu, L | 57 |
| Tutma çeneleri arasındaki mesafe, D | 115 |
| Toplam uzunluk, $L_0$ | 165 |
| Kalınlık, t | 4 (≤ 7) |
| Kavis yarıçap, R | 76 |

**Şekil 4.30.** ASTM D638-14 standardına göre çekme test numune boyutları ve ölçüleri

### 4.4.1. Nanokompozitlerin çekme testi sonuçları

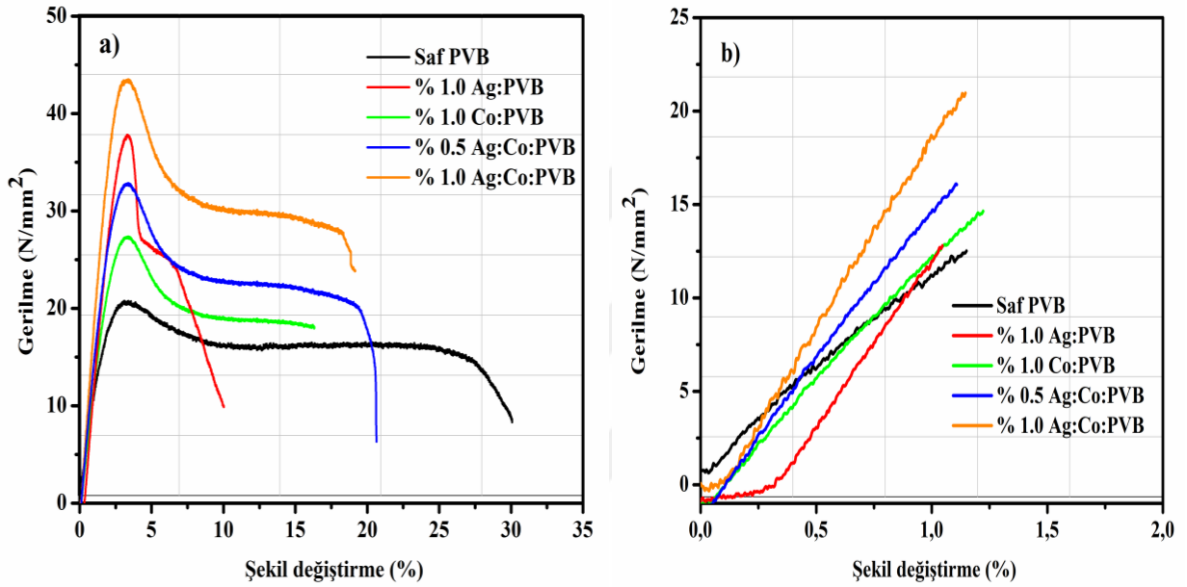
Çekme işlemleri için hazır hale getirilen saf ve farklı katkı oranlarında hazırlanan PVB tabanlı nanokompozitlerin her biri ayrı ayrı çekme işmelerine tabi tutularak mekanik parametrelerinin tespiti yapılmıştır. Şekil 4.31'de bir numune için çekme aşamaları çekilen dijital resimlerle anlatılmıştır. Yerleştirilen numune 10 mm/dk hızda çekme işlemlerine başlatılmasından itibaren kopmanın gerçekleşeceği bölgede belirgin bir çatlak oluşumu başladığı görülmektedir. Bu çatlak bölgesi, çekme işleminin devam ettirilmesiyle kopmanın gerçekleştiği olduğu bölge olmuştur.




**Şekil 4.31.** Çekme testinin bir numune üzerinde ki aşamalarının gösterimi; soldan sağa numunenin yerleştirilmesi, çekme işleminin başlatılması ve çekme işleminin bitirilmesi

Saf PVB filmi ve farklı nanokompozitler olan % 1.0 Ag katkılı PVB, % 1.0 Co katkılı PVB, % 0.5 Ag:Co eş katkılı PVB ve % 1.0 Ag:Co eş katkılı PVB nanokompozitlerin çekme deney sonuçlarından elde edilen eğriler Şekil 4.32'de 2 farklı grafikte gösterilmiştir. Şekil 4.32a'da elde edilen gerilmeye karşı yüzde şekil değişimini göstermektedir. Çekme deneyi ile elde edilen sonuçlar irdelendiğinde saf PVB için maksimum çekme gerilmesi (**σ**) 20.62 MPa olarak hesaplanırken bu değer % 1.0 Ag katkılı PVB, % 1.0 Co katkılı PVB, % 0.5 Ag:Co eş katkılı PVB ve % 1.0 Ag:Co eş katkılı PVB'in için sırasıyla 37.62 MPa, 27.26 MPa, 32.84 MPa ve 43.41 MPa olarak hesaplanmıştır. Sonuçlardan da anlaşılacağı üzere saf polimer yapısı içine katkısı yapılan NPs ile üretilen nanokompozitlerin çekme gerilmesi ciddi anlamda artma göstermiştir. Katkı ile birlikte meydana gelen bu ciddi artışın nedeni; katkısı yapılan NPs'in polimer içerisinde hem var olan hava boşluklarını kapatması hem de polimer zincirlerinin çekmeye karşı direncini arttırmasından kaynakladığı düşünülmektedir (Renukappa ve ark., 2011; Zhang ve ark., 2009; Blattmann ve ark., 2019). Şekil 4.32b'de gerilme-birim

şekil değiştirmenin lineer bölgesi olarak adlandıralan eğrisinden faydalanarak ise saf ve katkılı filmlerin elastite modülü hesaplanmıştır. Hesaplanan elastite modülü değerleri saf PVB, % 1.0 Ag katkılı PVB, % 1.0 Co katkılı PVB, % 0.5 Ag:Co eş katkılı PVB ve % 1.0 Ag:Co eş katkılı PVB'in için sırasıyla 1.09 MPa, 1.73 MPa, 1.41 MPa, 1.68 MPa ve 2.07 MPa olarak elde edilmiştir. Bu artış katkılı nanokompozitte var olan boşlukların doldurulması ile çatlak başlamasına sebep olan kusurlar üzerinde güçlendirici etkisinden kaynaklanmaktadır.



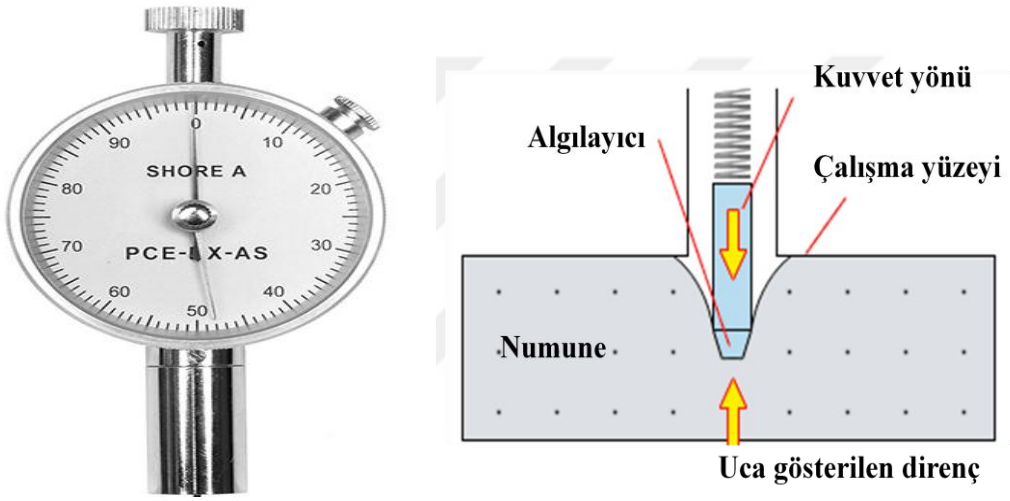

**Şekil 4.32.** Saf PVB ve farklı oranlardaki nanokompozitler a) gerilme-birim şekil değiştirme grafiği b) çekme-şekil değiştirme eğrisine karşılık gelen lineer bölgenin gösterimi

**Çizelge 4.6**. Saf PVB ve farklı oranlardaki nanokompozitler çekme testlerinden hesapalanan temel mekanik parametrelerin listesi

| Numune | Çekme gerilmesi (MPa) | Elastisite modülü (GPa) |
|---|---|---|
| Saf PVB | 20.62 | 1.09 |
| % 1.0 Ag:PVB NK | 37.62 | 1.73 |
| % 1.0 Co:PVB NK | 27.26 | 1.41 |
| % 0.5 Ag:Co:PVB NK | 32.84 | 1.68 |
| % 1.0 Ag:Co:PVB NK | 43.41 | 2.07 |

### 4.4.2. Nanokompozitlerin sertlik testi sonuçları

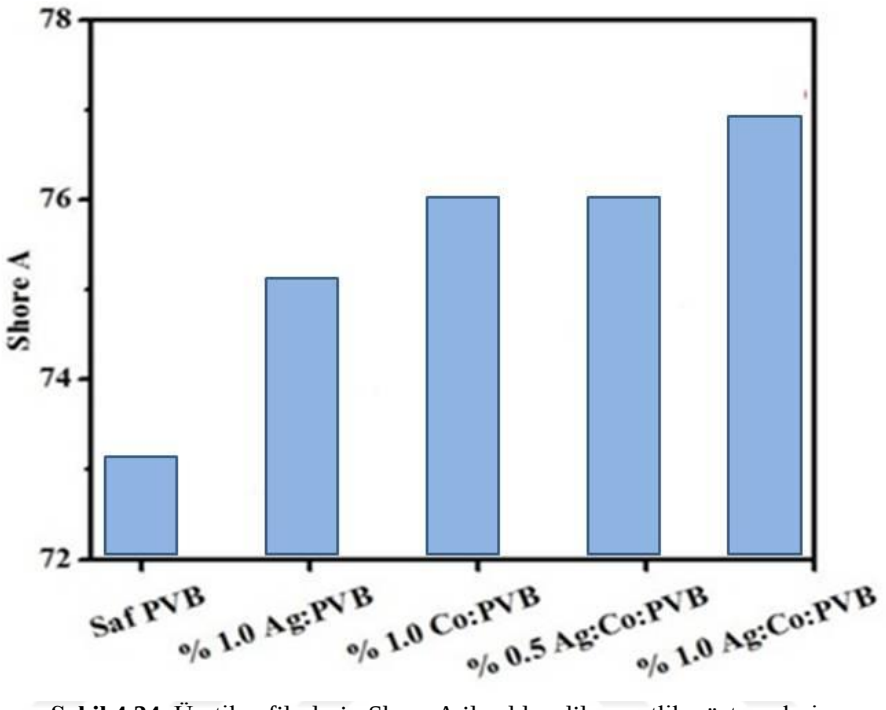
Nanokompozitlerin mekanik parametrelerinden biriside sertliktir. Sertlik için genel olarak kullanılan tanım; olası darbeye, çizmeye, batırmaya ve plastik deformasyona karşı gösterilen direnç olarak tanımlanmaktadır. Bu tez çalışmasında yapılan setlik testi, ölçüm aralığı "0 ile 100" olarak ayarlanmış aralıktan oluşan, numunelerin kendi arasında bir kıyaslama yapılabilmesine olanak tanıyan ve "Shore A Durometer" olarak bilinen serlik ölçüm cihazı ile ölçülmüştür. Ölçümlerin gerçekleştirildiği Shore A Durometer sistemi ve çalışma mantığı Şekil 4.33'de gösterilmiştir. Setlik ölçümleri oda sıcaklığında yapılmıştır.




**Şekil 4.33.** Sertlik ölçümünün yapıldığı Shore A Durometer sistemi ve sitemin çalışmasını gösteren temsili resim

Saf PVB, % 1.0 Ag katkılı PVB, % 1.0 Co katkılı PVB, % 0.5 Ag:Co eş katkılı PVB ve % 1.0 Ag:Co eş katkılı PVB'in için Shore A Durometer yardımıyla yapılan sertlik ölçüm sonuçları Şekil 4.34'de gösterilmiştir. Şekil 4.34'de gösterilen sonuçlar her numunenin en az 5 farklı bölgesinden ölçüm alınarak aritmetik ortalaması verilmiştir. Elde edilen sertlik değerleri değerleri saf PVB, % 1.0 Ag katkılı PVB, % 1.0 Co katkılı PVB, % 0.5 Ag:Co eş katkılı PVB ve % 1.0 Ag:Co eş katkılı PVB'in için sırasıyla 73, 75, 76, 76 ve 77 olarak elde edilmiştir. Saf PVB filmine kıyasla katkılı nanokompozitler olan % 1.0 Ag katkılı PVB, % 1.0 Co katkılı PVB, % 0.5 Ag:Co eş katkılı PVB ve % 1.0 Ag:Co eş katkılı PVB'in sırasıyla % 2.73, 4.11, 4.11, 4.11 ve 5.48'lik artış gözlemlenmiştir. Bu artış miktarı NPs poimerlerle etkileşimi ile beraber kısmı olarak polimer yapıyı gevrek hale getirmesinden kaynaklanmaktadır. Ayrıca Shore A sertlik skala aralığına göre sertlik değerlerinin 0-20 olması ektra yumuşak malzeme olduğunu, 20-40 arasında olması malzemenin yumuşak özellikli olduğunun göstergesi, 40-70 arası

orta dereceli yumuşak malzeme olduğunu, 70-80 arasının orta sertlikte, 80-90 arasının sert ve 90-100 arasının ise ektra sert malzeme olduğunun göstergesidir. Bizim ürettiğimiz malzemelerin sertlik derecesi ise 70-80 sklası arasında olduğu görülmüştür dolaysıyla elde edilen filmlerin orta dereceli sertlikte malzeme olduğu anlaşılmıştır.



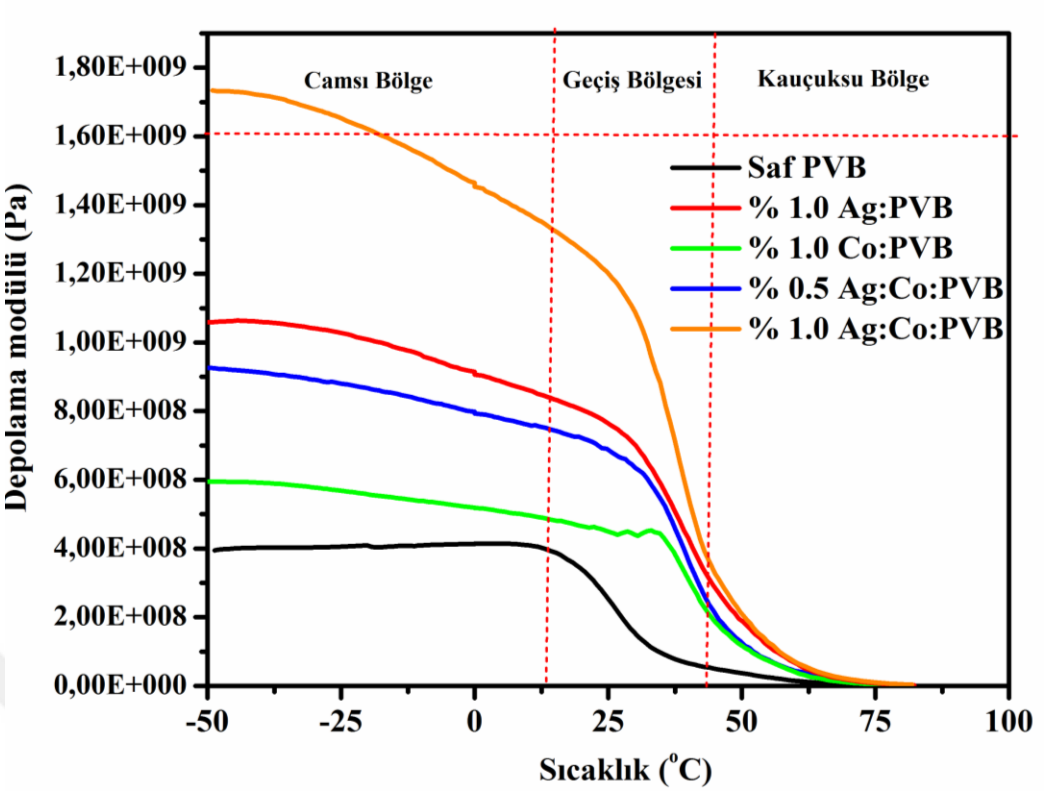

**Şekil 4.34.** Üretilen filmlerin Shore A ile elde edilen sertlik göstergeleri

### 4.4.3. Nanokompozitlerin dinamik mekanik analiz sonuçları

Nanokompozitlerin mekanik analizlerinde kullanılan diğer bir yöntem ise dinamik mekanik analiz (DMA) yöntemidir. Bu yöntem numunelerin değişen sıcaklık altında hem mekaniksel davranışları hakkında bilgi toplanmamıza yardımcı olan hem de termal analiz yapabilen kapsamlı bir karakterizasyon ekipmanıdır. Bu yöntem yardımıyla farklı noktalardaki sıcaklık değerleriyle beraber numunelerin mekanik tepkilerinin tespiti yapılabilmesi bu yöntemi önemli kılmaktadır. Yapılan bu analiz yardımıyla değişen sıcaklık ile birlikte malzemelerin elestiklik tepkisi olan ve enerji depolama kabiliyetinin bir göstergesi olan depolama modülü (storage modulus), malzemenin viskos tepkisinin bir ölçüsü olan kayıp modülü (loss modulus) ve depolamadaki kayıp oranı olarak bilinen Tan (δ) deltanın değerleri belirlenebilir.

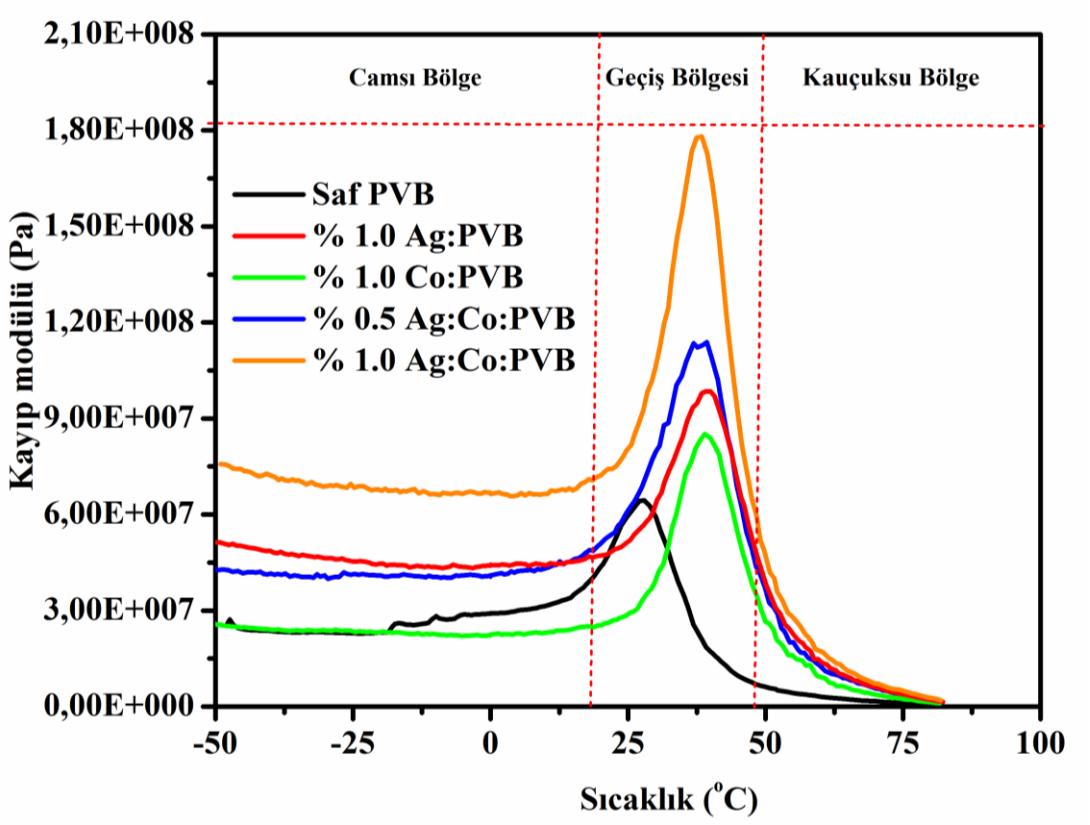
Saf PVB filminin ve farklı katkı oranlarında üretilen nanokompozitlerin ölçülen DMA analizlerinden olan depolama modülü sonuçları Şekil 4.35'de gösterilmiştir. Elde edilen sonuçlar ve 5 $^{o}$C/dk artış hızında, sıfırın altındaki sıcaklık olan sıcaklık 50 $^{o}$C'den

+80 $^{o}$C arasında ve 1 Hz sabit frekans şartlarında gerçekleştirilmiştir. Şekil 4.35'de incelendiğinde numunelerin depolama modülünün sıcaklık karşısında üç farklı fiziksel halinin bulunduğu söylenebilir. Bunlardan birincisi sıfırın altındaki sıcaklıkta camsı halde bulunmasıdır. Bu bölge için çizdirilen eğriler incelendiğinde saf PVB polimerinin storage modülü -50 $^{o}$C'de $4x10^{8}$ Pa iken, katkılı olan nanokompozitler ise bu değerler $5x10^{8}$ Pa ile $1.7x10^{9}$ Pa seviyelerinde seyretmektedir. Gerilme-sıcaklık eğrilerinde elde elden sonuçlara göre % 1.0 Ag:Co:PVB nanokompozit en yüksek gerilme miktarına sahiptir. Dolayısıyla % 1.0 Ag:Co:PVB nanokompozit numunesinin deformasyon enerjisini elastik bir şekilde saklama yeteneğinin en fazla olduğu numune anlamına gelmektedir (Böhning ve ark., 2019, Tee ve ark., 2012). Elde edilen bu sonuç, nanokompozitler için yapılan çekme deneyinde gerilme-şekil değiştirme eğrilerinde de görülmüştür. Saf PVB filmine kıyasla özellikle camsı bölge için katkı miktarının nanokompozitler yapıyı güçlendiriği görülmektedir. İkinci bölge ise geçiş bölgesidir. Saf PVB filmi için geçiş bölgesine girişi daha erken olurken katkı nanokompozitler için bu geçiş daha geç olduğu görülmektedir. Buradaki geçikme mikarı NPs ile polimer arasındaki etkileşimin olduğunun bir göstergesidir. Ayrıca, bu bölgede depolama modülünde sıcaklık artışıyla birlikte meydana gelen bağların zayıflamasının bir sonucu olarak ani düşüşlerin başladığı görülmektedir. Buna benzer davranışların DSC analizlerinde de gözlemlendiği tespit edilmiştir. Son bölge olan üçüncü bölge ise yaklaşık 40 $^{o}$C'den sonraki bölgedir. Bu sıcaklık değerlerinden sonra saf ve katkılı nanokompozitler kendini bırakmaya başlamaktadırlar. Sıcaklık etkisiyle GPa seviyelerinde ki dayanım miktarları zamanla Pa seviyelerine düştüğü görülmektedir (Hooper ve ark., 2012).



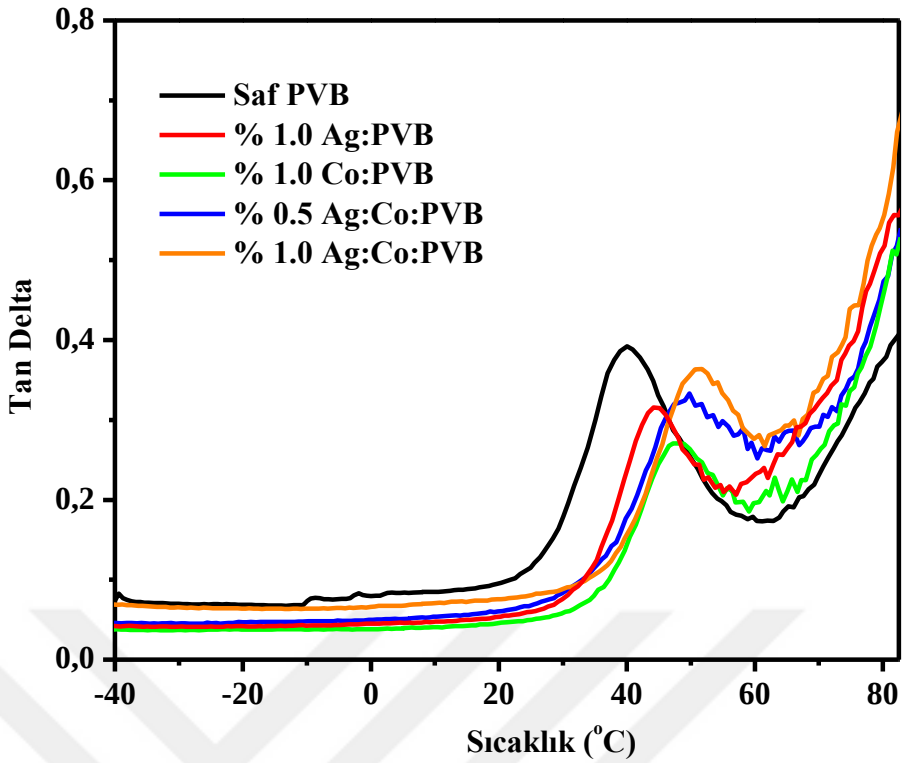

**Şekil 4.35.** Numunelerin değişen sıcaklığa bağlı olarak ölçülen depolama modülü eğrileri

Saf PVB filminin ve farklı katkı oranlarında üretilen nanokompozitlerin ölçülen DMA analizlerinden olan kayıp modülü sonuçları Şekil 4.36'de gösterilmiştir. Çizdirilen kayıp modülü analizinde de tıpkı depolama modülünde olduğu gibi üç farklı bölge bulunmaktadır. Artan sıcaklıkla beraber bölgeler sırasıyla camsı, geçiş ve kauçuk olarak belirmiştir. Özellikle geçiş bölgesinde saf PVB filmine nazaran katkılı olan numunelerde gerilme değerleri daha yüksektir. Daha yüksek olması katkılı olan nanokompozitlerde viskoz davranışın daha yüksek olduğunu anlamı taşımaktadır (Obradović ve ark., 2015). Ayrıca, eğrilerden de görüleceği üzere kayıp modülü için bulunan gerilme değerleri depolama modülü için bulunan değerlerden daha düşüktür. Bu düşüklük üretilen nanokompozitlerin elastiklik özelliğinin viskoz özelliğine nazaran daha fazla olduğunu göstermektedir.




**Şekil 4.36.** Numunelerin değişen sıcaklığa bağlı olarak ölçülen kayıp modülü eğrileri

Saf PVB filminin ve farklı katkı oranlarında üretilen nanokompozitlerin ölçülen DMA analizlerinden olan Tan(δ) sonuçları Şekil 4.37'de gösterilmiştir. Tan(δ), nanokompozitlerin enerji sönümleyebilme yeteneğinin bir göstergesi olarak kabul edilir. Bu Tan(δ) yardımıyla zamanın, sıcaklığın, frekansının değişimi ile elde edilebilir. Bu tez çalışmasında Tan(δ) sıcaklığın fonksiyonu olarak ölçülmüştür. Elde edilen sonuçlarda geçiş sıcaklığında ve yüksek sıcaklıklarda tüm katkılı nanokompozitlerin saf PVB filmine nazaran daha fazla enerji sönümleme kabiliyeti olduğu anlaşılmıştır. Bunun yanında Tan(δ) eğrilerinde % 1.0 Ag:Co:PVB nanokompozitinin pik şiddetinin diğerlerinden daha yüksek olması bu numune için harcanan enerjinin, deformasyon döngüsü başına depolanan enerjiye oranının en yüksek olduğunun göstergesidir.



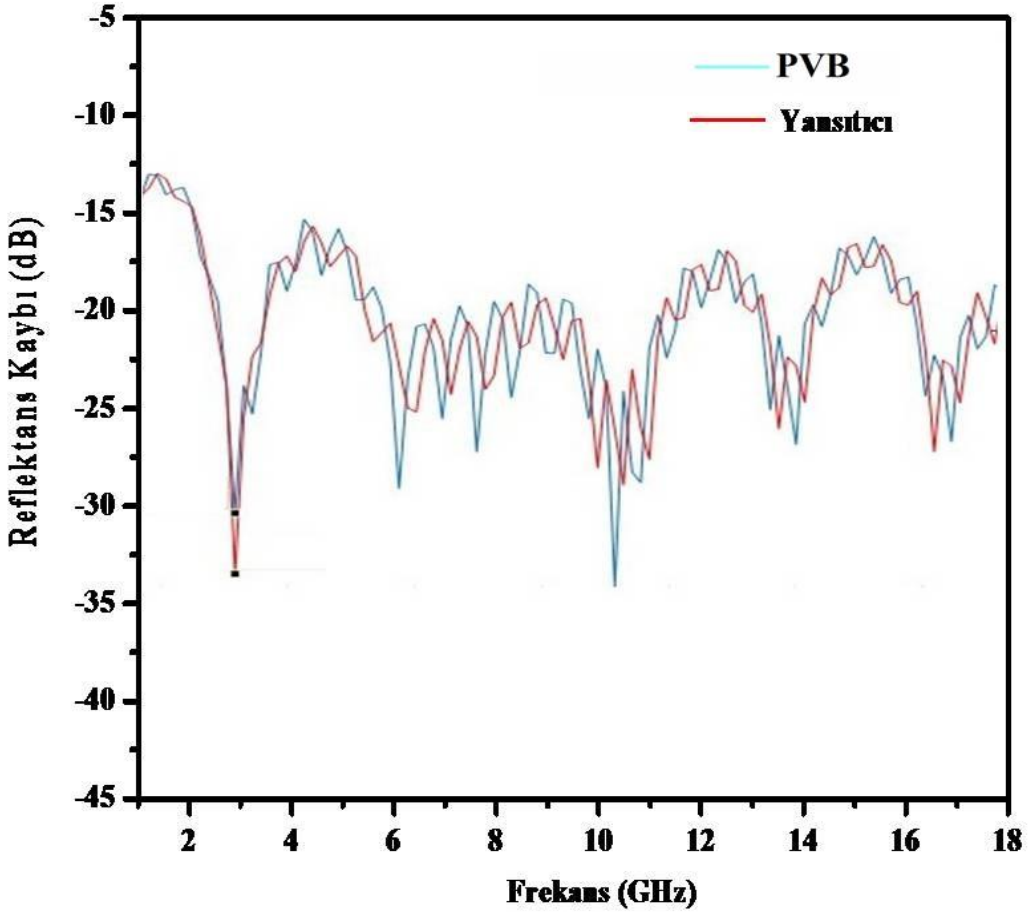

**Şekil 4. 37.** Nanokompozitlerin Tan(δ) sonuçları

## 4.5. Nanokompozitlerin Radar Soğurma Özellikleri

Son yıllarda polimer tabanlı nanokompozitlerin barındırdığı özelliklerden dolayı radar soğurma malzemesi olarak kullanımı artmış durumdadır. Bu tez çalışmasında üretilen nanokompozitlerin optiksel berraklığı ve geniş alanlara uygulanabilirliği sayesinde uçakların uçuş güvertelerinde uygulanabilirliğini ön plana çıkarmıştır. Bilindiği üzere son yıllarda savaş uçaklarında ve insansız hava araçlarında düşmana yakalanmama konusunda yoğun çalışmaları yapılmaktadır. Bu yakalanmama olayı ise uçakların radar dalgalarına yakalanmaması olarak bilinmektedir. Bu amaçla üretilen numunelerin ve maketlerin radar dalgalarını ya soğurmasını (bünyesinde hapsetmesini) ya da geri yansıtmaması istenir. Bu maksatla bizde ürettiğimiz numunelerin radar dalgası dalga boyunda bulunan kısmı frekans değerleri için belirli ölçümler gerçekleştirildi.

Elde edilen PVB ve % 1.0 Ag:Co:PVB nanokompozit filmlerinin radar soğurma özellikleri analiz edildi. Ölçümler radar dalgasının süper yüksek frekans bandı olarak olarak adlandırılan 2-18 GHz aralığında frekans değerinde Karamanoğlu Mehmetbey Üniversitesinde, Mühendislik Fakültesi Elektrik Elektronik Bölümünde alınmıştır. Numuneler 30 x 30 $cm^2$'lik geniş alana sahip olan çok ince bir polikarbon yüzeye büyütülerek ölçülmüştür. Radar ölçümleri için oldukça büyük bir alana büyütülerek ve 1

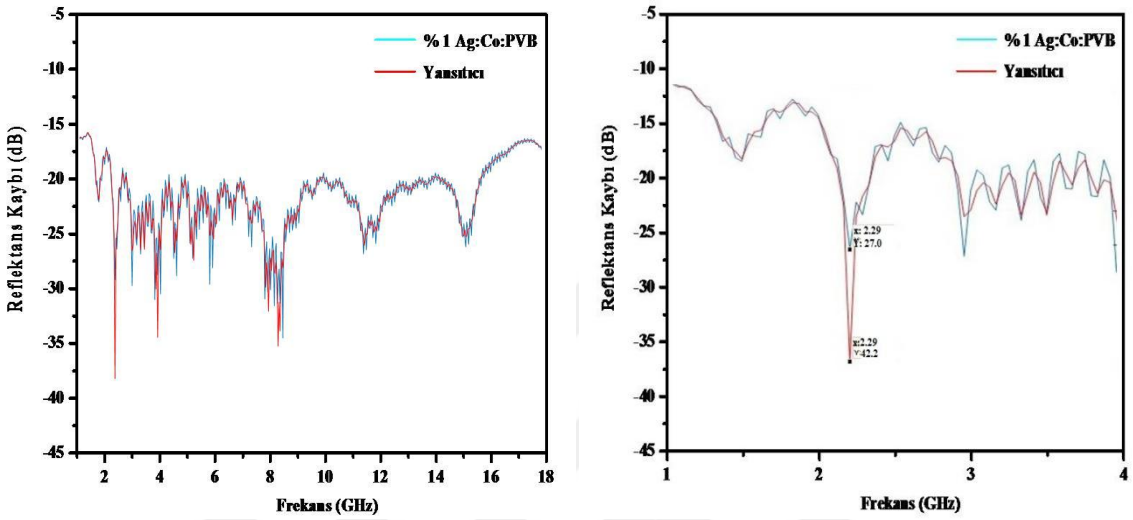
m uzunuktaki mesafede alınan ölçümler endistüriyel olarak uygulanabilirlik konusunda avantaj sağlamaktadır. Şekil 4.38 büyütülen saf PVB polimer filminin radar soğurma kabiliyetinin sonucunu göstermektedir. Elde edilen ölçüm sonuçlarına göre tek bir frekan değeri olan 2.29 GHz frekans değerinde -4 dB'lik bir refktans kaybı yani soğurum gerçekleşmiştir. Diğer frekans değerlerinde herhangi bir soğurum olayı gerçekleşmemiştir.




**Şekil 4.38.** Elde edilen saf PVB polimer filminin radar soğurma eğrisi

Şekil 4.39'da yine geniş bir alan olan 30 x 30 $cm^2$'lik ince polikarbon üzerine büyütülen % 1.0 Ag:Co:PVB nanokompozit numunesine ait elde edilen radar soğurma eğrisini göstermektedir. Radar soğurum ölçümleri saf PVB filminde olduğu gibi 2-18 GHz gibi geniş bir frekans değerleri arasında alınmıştır. Nanokompozit yapıda alınan ölçümlerde ise 2.29 GHz dışında 3.85 GHz frekans değerlerinde soğurma olduğu görülmüştür. 2.29 GHz frekansında yaklaşık -15 dB lik bir soğurum varken, 3.85 GHz

frekansında ise -7 dB lik soğurum gerçekleşmiştir. Bu ektra soğurma değeri numune içinde var olan ve manyetik özelliği ile radar dalgalarına karşı soğurma kabiliyeti bulunan Co NPs'ından kaynaklı olabilieceği düşünülmektedir. Ayrıca yapılan morfolojik analizler yardımıyla yüzeyde meydana gelen farklı pürüzlülük ve yükseltilerdende kaynaklı olabileceği de düşünülmektedir. Bu soğurum değerinin daha iyi görülmesi adına Şekil 4.39'da sağ grafik olarak dar frekans aralığında ayrıntılı gösterim yapılmıştır.




**Şekil 4.39.** Elde edilen % 1.0 Ag:Co NPs katkılı PVB nanokompozitinin radar soğurma eğrisi

# 5. SONUÇLAR VE ÖNERİLER

## 5.1 Sonuçlar

Yapılan bu tez çalışmasında, ilk olarak nanopartikül üretiminde yaygın olarak kullanılan yöntem olan ark deşarj yöntemiyle yüksek saflıkta Ag ve Co NPs'nın üretimi yapılmıştır. Ardından üretilen NPs'ın farklı oranlardaki katkısı ile birlikte nanokompozitler üretimi yapılmış olup farklı fizikseli termal ve mekaniksel analizler yapılarak numunelerin davranışları tespit edilmeye çalışılmıştır. Yapılan kapsamlı analizler yardımıyla üretilen NPs ve nanokompozitler için aşağıda özetlenen sonuçlar elde edilmiştir;

1) Ark deşarj yöntemiyle üretilen Ag ve Co NPs'nın saflığının tespiti için XRD analizleri yapılmıştır. Saflık derecesinin belirlenmesinde yaygın kullanılan XRD yönteminin analiz sonuçlarına göre hem Ag hem de Co saf halde bulunmakla birlikte herhangi bir oksitlenme veya bileşik yapma gibi bir durumun olmadığı görülmüştür. Bu sonuçlarda bize ark deraj yönteminin saf NPs üretimi için uygun bir yöntem olduğunu göstermiştir.
2) Katkı elemanlarının polimer yapıya farklı oranlarda katkılanmasıyla beraber elde edilen nanokompozitlerin belirli karakterizasyonları yapılmıştır. Bu karakterizasyonların arasında bulunan XRD analizlerine göre nanokompozitler içinde hem Co hem de Ag NPs ait piklerin olduğu gözlemlenmiştir. Ayrıca yapılan XPS analizlerinde Ag 3d ve Co 2p için spesifik piklerinin çıkmış olması XRD sonucunu doğrulamıştır. Bu iki analizde elde edilen verilere göre polimer içerisindeki hem NPs varlığının ispatı yapılmış hem de NPs polimer içerisinde homojen dağılım gösterdiği anlaşılmıştır.
3) Nanokompozitler için yapılan FTIR analizinde katkı ile birlikte yaklaşık 4 dalga sayısı civarında bir kaymanın olduğu tespit edilmiştir. Bu kayma miktarı NPs ile polimer etkileşiminin bir göstergesi olmakla birlikte bu ikilinin hidrojen bağı yaparak polimer yapıyı güçlendirdiği sonucuna varılmıştır.
4) Nanokompozitler için yapılan SEM ve AFM sonuçlarına göre saf PVB polimer filminin yüzeyi düzgün bir görüntü verirken Ag ve Co NPs yapıya dahil olmasıyla beraber yüzeylerde tepecikler ve çıkıntıların oluştuğu görülmüştür. Ayrıca AFM aracılığıyla yapılan yüzey pürüzlülük değerleri saf PVB polimerinde en düşük olarak bulunmuşken, % 1.0 Co:PVB nanokompoziti için en yüksek değerde bulunmuştur.

5) Yapılan EDAX analizi ile de polimer içerisindeki ağırlıkça NPs miktarı ve NPs yapı içerindeki dağılımları analiz edilmiştir. Elde edilen bulgulara göre hedeflenen katkı oranı ile EDAX sonuçlarının uyum içinde olduğu anlaşılmıştır. Ayrıca elde edilen EDAX sonuçlarına göre tane dağılımının homojenliği oldukça iyi olduğu gözlemlenmiştir. Bu homojen sağılım sebebiyle de nanokompozitlerin başta mekanik özellikleri olmak üzere çeşitli özelliklerine olumlu etki ettiği açıkça görülmüştür.
6) Üretilen nanokompozitlerin termal davranışları ayrıntılı olarak analiz edilmiştir. TGA ile yapılan analizlerde hem düşük sıcaklıklardaki hem de yüksek sıcaklıklardaki değişimler ayrıntılı olarak irdelenmiştir. TGA eğrilerinden elde edilen sonuçlara göre 2'lik kütle kaybınına saf PVB filmi 102 $^{o}$C sıcaklıkta ulaşırken, katkılı olan % 1.0 Ag katkılı PVB, % 1.0 Co katkılı PVB, % 0.5 Ag:Co eş katkılı PVB ve % 1.0 Ag:Co eş katkılı PVB nanokompozitler ise sırasıyla 104 $^{o}$C, 110 $^{o}$C, 114 $^{o}$C ve 122 $^{o}$C sıcaklıklarda ulaşmışlardır. Buna benzer durumun % 4'lük kütle kaybının olduğu bölgede de görüldüğü tespit edilmiştir. Elde edilen bu sonuçlar NPs'ın PVB polimerine katkılanmasıyla polimer zincirlerinin hareketlerinin kısıtlanarak sıcaklığa karşı dayanımın arttığını göstermektedir. Bu sonuçlarla beraber polimerilerin termal dayanıklılığının artışı gözlenmiştir. Termal dayanıklılıktaki bu artış polimerlerin yaygın olan kullanım alanını daha da ileriye taşıma ihtimalini arttırtmıştır.
7) Numunelerin mekanik özelliklerinin tayinin için kullanılan çekme deneyi ile elde edilen sonuçlar irdelendiğinde saf PVB için maksimum çekme gerilmesi (**σ**) 20.62 MPa olarak hesaplanırken bu değer % 1.0 Ag katkılı PVB, % 1.0 Co katkılı PVB, % 0.5 Ag:Co eş katkılı PVB ve % 1.0 Ag:Co eş katkılı PVB'in için sırasıyla 37.62 MPa, 27.26 MPa, 32.84 MPa ve 43.41 MPa olarak hesaplanmıştır. Sonuçlardan da anlaşılacağı üzere saf polimer yapısı içine katkısı yapılan NPs ile üretilen nanokompozitlerin çekme gerilmesi ciddi anlamda artma göstermiştir. Bu sebeple polimerlerin deazavantajı olarak kabul edilen mekanik dayanımının ciddi anlamda iyileşme gösterdiği anlaşılmıştır. Bu noktada özellikle polimer tabanlı nanokompozitlerde mekanik özelliklerin geliştirilmesi noktasında katkı işlemlerinin başvurulabilecek bir yöntem olduğu tespit edilmiştir.
8) Yapılan radar dalgasının süper yüksek frekans aralığı için elde edilen sonuçlara göre elde edilen -15 dB'lik yansıma kaybı üretilen nanokompozitlerin radar soğurma sistemleri için bir aday malzeme olabilieceğini göstermiştir.

## 5.2 Öneriler

Polimerler hayatımızın hemen hemen her yerinde geniş kullanım alanı bulmuştur. Polimerlerin geniş bir kullanım alanına sahip olmasının sebepleri ise üretim maliyetinin düşük olması, kolay üretim teknikleriyle elde edilmesi, hafif olmaları, kolay şekil verilmesi gibi temel özellikleri sayılabilir. Bu avantajlarının yanında erime noktalarının düşüklüğü, kullanım ömrünün yeterince uzun olmaması ve mekanik anlamda kısıtlamalarının bulunması gibi dezavantajlarıda vardır. Bu dezavantajlarının giderilmesi amacıyla bilim insanları polimer yapısının güçlendirilmesi amaçlanmıştır. Polimer yapısını güçlendirmenin etkili bir yoluda katkı yapmaktır. Bizde gerçekleştirdiğimiz bu tez çalışmasında belirli dezavantajları bulunan PVB polimerine Ag ve Co katkı elementlerini katarak bu dezavantajlarını gidermeye çalıştık. Bu noktada PVB gibi polimerlerin dezavantajlarının giderilmesi noktasında yapacağımız öneriler sırasıyla;

- PVB polimerine Ag ve Co NPs dışında farklı metal kaynaklarından üretilmiş NPs katkısı yaparak PVB polimerinin özelliklerinin geliştirilmesi sağlanabilir.
- NPs farklı üretim yöntemleri ile üreterek PVB polimer tabanlı nanokompozitlerin üretilmesi yapılabilir.
- Ag ve Co veya üçüncü bir elementin farklı stokiometrik oranlarla PVB polimere katkısı yapılarak nanokompozitlerin üretimi yapılabilir.
- PVB polimerinin yerine alternatif polimer kaynakları denenebilir ve farklı bir matris kaynaği ile yeni nanokompozit üretilebilir.
- Bizim kullandığımız nanokompozit üretim yöntemi dışında farklı bir nanokompozit yöntemi ile nanokompozit üretimi yapılıp faklı özellikleri geliştirilebilir.

**KAYNAKLAR**


Abdelrazek, E. M., Abdelghany, A. M., Badr, S. I. ve Morsi, M. A., 2018, Structural, Optical, Morphological and Thermal Properties of PEO/PVP Blend Containing Different Concentrations of Biosynthesized Au Nanoparticles, *Journal of Materials Research and Technology*, 7(4), 419-431.

Abudabbusa, M. M., Jevremovic, I., Jankovic, A., Peric-Grujic, A., Matic, I., Vukasinovic-Sekulic, M., Hui, D., Rheed, K. Y. ve Miskovic-Stankovi, V., 2016, Biological Activity of Electrochemically Synthesized Silver Dopedpolyvinyl Alcohol/Graphene Composite Hydrogel Discs for Biomedical Applications, *Composites Part B*,104, 26-34.

Ajayan, M., Schadler, L. S. ve Braun. P. V., 2003, Bulk Metal and Ceramics Nanocomposites, *Nanocomposite Science and Technology*, M, 1, 1-75.

Akay, M., 2015, An Introduction to Polymer-Matrix Composites, 1, Kuzey İrlanda, 39-45.

Akbulut, H., 1995, Alümina Fiber Takviyeli Al-Si Metal Matriksli Kompozit Üretimi ve Mikroyapı Özellik İlişkilerinin İncelenmesi, Doktora Tezi, *İstanbul Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, İstanbul, 20-50.

Akman, E., 2013, Sol-Jel Yöntemiyle Kalkoprit $Cu(Al_xGa_{1-x})Se_2$ (CAGS) İnce Filmlerinin Sentezi ve Karakterizasyonu, Yüksek Lisans Tezi, *Selçuk* Üniversitesi *Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü,* Konya, 20-90.

Al-Kuhaili, M. F., 2007, Characterization of Thin Films Produced by The Thermal Evaporation of Silver Oxide, *Journal of Physics D: Applied Physics*, 40(9), 2847.

Amat, S., Blázquez, P. J. Busquier, S. ve Bermúdez, C., 2017, Wavelets for the Maxwell's Equations: An Overview, *Journal of Computational and Applied Mathematics*, 321, 555-565.

Amat, S. ve Muñoz, J., 2008, Some Wavelets Tools for Maxwell's Equations, *Carthagonova Journal of Mathematics*, 1(1), 1-18.

Anthony, D. B., Sui, X. M., Kellersztein, I., De Lucaa, H. G., White , E. R., Wagner, H. D., Greenhalgh, H. S., Bismarck. ve Shaffer, M. S. P., 2018, Continuous Carbon Nanotube Synthesis on Charged Carbon Fibers, *Composites Part A*, 112, 525-538.

Aqela, A., El-Nourb, K. M. M. A., Ammar, R. A. A. ve Al-Warthan, A., 2012, Carbon Nanotubes, Science and Technology Part (I) Structure, Synthesis and Characterisation, *Arabian Journal of Chemistry*, 5 (1), 1-23.

Arthisree, D. L., Sumathi, R. ve Joshi, G., 2018, Effect of Graphene Quantum Dots on Photoluminescence Property of Polyvinyl Butyral Nanocomposite, *Polymers for Advanced Technologies*, 30, 790-798.

Ashkarran, A. A., 2010a, A Novel Method for Synthesis of Colloidal Silver Nanoparticles by Arc Discharge İn Liquid, *Current Applied Physics*, 10, 1442-1447.

Ashkarran, A. A., Zad, A. I., Mahdavi, S. M. ve Ahadian, M. M., 2010b, Photocatalytic Activity of ZnO Nanoparticles Prepared via Submerged Arc Discharge Method, *Appied Physics A*, 10, 1097-1102.

Ashraf, M. A., Peng, W., Zare, Y. ve Rhee, Y. K., 2018, Effects of Size and Aggregation/Agglomeration of Nanoparticles on the Interfacial/Interphase Properties and Tensile Strength of Polymer Nanocomposites, *Nanoscale Research Letters*, 13, 214-221.

Atif, R., ve Inam, F., 2016, Reasons and Remedies for the Agglomeration of Multilayered Graphene and Carbon Nanotubes in Polymers, *Beilstein Journal of Nanotechnology*, 7, 1174-1196.

Ay, B., 2011, Dikarboksilik Asit Grupları İçeren Geçiş Metal Komplekslerinin Hidrotermal Sentezi, UV Etkileşimlerinin ve Katalitik Aktivitelerinin İncelenmesi, Yüksek Lisans Tezi, *Çukurova Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, Adana, 30-50.

Bakshi, S.R., Lahiri, D. ve Argawal, A., 2010, Carbon Nanotube Reinforced Metal Matrix Composites- A Review, *International Materials Reviews*, 55(1), 41-64.

Banerjee, M., Sachdev, P. ve Mukherjee, G. S., 2012, Preparation of PVA/Co/Ag Film and Evaluation of Its Magnetic and Microstructural Properties, *Journal Of Applied Physıcs*, 111, 094302.

Bartolucci, S. F., Paras, J., Rafiee, M. A., Rafiee, J., Lee, S., Kapoor, D. ve Koratkar, N. 2011., Graphene-Aluminum Nanocomposites, *Materials Science and Engineering A*, 528(27), 7933-7937.

Bayram. A. B., 2018, Ultrasonik Sprey Piroliz Yöntemi İle Biriktirilmiş Titanyum Dioksit ($TiO_2$) İnce Filmlerin Üretimi ve Karakterizasyonu, Yüksek Lisans Tezi, *Süleyman Demirel Fen Bilimleri Enstitüsü,* Isparta, 20-60.

Berutti, F. A., Alves, A. K., Bergmann, C. P., Clemens, F. J. ve Graule, T., 2009, Synthesis of $CeO_2$ and $Y_2O_3$-Doped $CeO_2$ Composite Fibers by Electrospinning, *Particulate Science and Technology*, 27, 203-209.

Bella, F., Galliano, S., Gerbaldi, C. ve Viscardi, G., 2016, Cobalt-Based Electrolytes for Dye-Sensitized Solar Cells: Recent Advances towards Stable Devices, *Energies*, 9, 384-406.

Bharadwaj, R. K., Mehrabi, A. R., Hamilton, C., Trujillo, C., Murga, M., Fan, R., Chavira, A. ve Thompson, A. K., 2002, Structure-Property Relationships in Cross-Linked Polyester-Clay Nanocomposites, *Polymer*, 43(13), 3699-3705.

Blattmann, C. O. ve Pratsinis, S. E., 2019, Nanoparticle Filler Content and Shape in Polymer Nanocomposites, *KONA Powder and Particle Journal*, 36, 2-32.

Boies, M. A., Roberts, J. T., Girshick, S. L., Zhang, B., Nakamura, T. ve Mochizuki, A., 2009, $SiO_2$ Coating of Silver Nanoparticles by Photoinduced Chemical Vapor Deposition, *Nanotechnology*, 20, 295604-295612.

Bora, P. J., Azeem, I., Vinoy, K. J., Ramamurthy, P. C. ve Madras, G., 2018, Morphology Controllable Microwave Absorption Property of Polyvinylbutyral (PVB)-$MnO_2$ Nanocomposites, *Composites Part B*, 132, 188-196.

Böhning, M., Frasca, D., Schulze, D. ve Schartel, B., 2019, Multilayer Graphene/Elastomer Nanocomposites, Carbon-Based Nanofiller and Their Rubber Nanocomposites, *Fundamentals and Applications*, 6, 139-200.

Cao, T. T., Ngo, T. T. T., Nguyen, V. C., Than, X. T., Nguyen, B. T. ve Phan, N. M., 2011, Single-Walled Carbon Nanotubes Synthesized by Chemical Vapor Deposition of $C_2H_2$ Over an $Al_2O_3$ Supported Mixture of Fe, Mo, Co Catalysts, *Advances in Natural Sciences: Nanoscience and Nanotechnology*, 2, 1-5.

Chang, I. ve Hong, T., 2005, Powder and Coating Formation Method and Apparatus, *International Application Published Under The Patent Cooperation Treaty (Pct)*, Birmingham, 1-10.

Chang, J. H., An, Y. U., Cho, D. H. ve Giannelis, E. P., 2003, Poly(lactic acid) Nanocomposites: Comparison of Their Properties with Montmorillonite and Synthetic Mica (II), *Polymer*, 4, 3715-3720.

Charinpanitkul, T., Kanjanaprapakul, K., Leelaviwat, N., Kurukitkoson, N. ve Kim, K. S., 2010, Effect of Arc Current on Characteristics of Nanocarbons Prepared by Cryogenic Arc Discharge Method, *Journal of Industrial and Engineering Chemistry*, 16, 912-917.

Chaudhry, A. U., Mittal, V. ve Mishra, B., 2015, Inhibition and Promotion of Electrochemical Reactions by Graphene in Organic Coatings, *RSC Advances*, 5, 80365-80368.

Chen, X. J., Zhang, J., Ma, D. F., Hui, S. C., Liu, Y. L. ve Yao W., 2011 . Preparation of Gold-Poly(Vinyl Pyrrolidone) Core-Shell Nanocomposites and Their Humidity-Sensing Properties, *Journal of Applied Polymer Science*, 121, 1685-1690.

Cho, C. H., Cho, M. S., Sung, J. H. ve Choi, H. J., 2004, Preparation and Characterization of Poly(Vinyl Butyral)/$Na^+$ Montmorillonite Nanocomposite, *Journal of Materıals Science*, 39, 3151-3153.

Choukourov, A., Solar, P., Polonskyi, O., Hanus, J. ve Drabik, M., 2010, Structured Ti/ Hydrocarbon Plasma Polymer Nanocomposites Produced by Magnetron Sputtering with Glancing Angle Deposition, *Plasma Processes and Polymers*, 7, 25-32.

Chrzanowska, J., Hoffman, J., Małolepszy , A., Mazurkiewicz , M., Kowalewski , T. A., Szymanski , Z. ve Stobinski, L., 2015, Synthesis of Carbon Nanotubes by the Laser Ablation Method: Effect of Laser Wavelength, *Basic Solid State Physics*, 252 (8), 1860-1867.

Ciprioti, S. V., Paciulli, M. ve Chiavaro, E., 2017, Application of Different Thermal Analysis Techniques to Characterize Oxidized Olive Oils, *European Journal of Lipid Science and Technology*, 119, 1600074-1600090.

Clemenson, S., Leonard, D., Sage, D., David, L. ve Espuche, E., 2008, Metal Nanocomposite Films Prepared in Situ from PVA and Silver Nitrate. Study of the Nanostructuration Process and Morphology as a Function of the in Situ Routes, *Journal of Polymer Science: Part A: Polymer Chemistry*, 46(6), 2062-2071.

Cobalt-British Geological Survey, 2009, Natural Environment Research Council, https://www.bgs.ac.uk › downloads › start, [Ziyaret Tarihi: 4 Eylül 2019].

Coleman, J. N., Khan, U., Blau, W. J. ve Gun'ko, Y. K., 2006, Small But Strong: A Review of The Mechanical Properties of Carbon Nanotube-Polymer Composites, *Carbon*, 44 (9), 1624-1652.

Crosby , A. J. ve Lee, J. Y., 2007, Polymer Nanocomposites: The "Nano" Effect on Mechanical Properties, *Article in Polymer Reviews*, 47(2), 217-229.

Cullity, B. D., 1956, Elements of X-ray Diffraction, *Addison Wesley*, Hindistan, 531.

Danfeng, Z., Fangxing, X., Jin, L., Zhenda, Y. ve Min, Z., 2014, Electromagnetic Characteristics and Microwave Absorption Properties of Carbon-Encapsulated Cobalt Nanoparticles in 2–18-GHz Frequency Range, *Carbon*, 80, 103-111.

Das, R., Shahnavaz, Z., Ali, E., Islam, M. M. ve Hamid, S. B. E., 2016, Can We Optimize Arc Discharge and Laser Ablation for Well-Controlled Carbon Nanotube Synthesis?, *Nanoscale Research Letters*, 11, 510-533.

Dhaliwal, A.K. ve Hay, J.N., 2002, The characterization of polyvinyl butyral by thermal analysis, Thermochimica Acta, 391, 1(2), 245-255.

Ding, R., Luo, Z., Ma, X., Fan, X., Xue, L., Lin, X. ve Chen, 2015, S., High Sensitive Sensor Fabricated by Reduced Graphene Oxide/Polyvinyl Butyral Nanofibers for Detecting Cu (II) in Water, *International Journal of Analytical, Chemistry* 723276, 1-7.

Dong, L., Xiong C., Quanb, H. ve Zhao. G., 2006, Polyvinyl-Butyral/Lead Zirconate Titanates Composites with High Dielectric Constant and Low Dielectric Loss, *Scripta Materialia*, 55, 835–837.

Echavarri-Bravo, V., Paterson, L., Aspray, T. J., Porter, J. S., Winson, M. K., Thornton, B. ve Hartl, M. G. J., 2015, Shifts in The Metabolic Function of A Benthic Estuarine Microbial Community Following A Single Pulse Exposure to Silver Nanoparticles, *Environmental Pollution*, 201, 91-99.

El-Khatib, A. M., Mohamed, M. M. Badawi, M. S., Doma, A. S., Mohamed A. S. ve Thabet, A. A., 2018, Copper Nanoparticles Obtained by Arc Discharge Method: Synthesis, Characterization, and Properties, *International Journal of Advanced Research*, 6(4), 1-19.

El-Khatib, A. M., Badawi, M. S., Roston, G. D., Khalil, A. M., Moussa, R. M. ve Mohamed, M. M., 2018, Synthesis and Characterization of Cobalt Nanoparticles Prepared by Arc Discharge Method Using an Ultrasonic Nebulizer, *Journal of Nano Research,* 52, 88-101.

El-Khatib, A. M., Badawi, M. S., Ghatass, Z. F., Mohamed, M. M. ve Elkhatib, M., 2018, Synthesize of Silver Nanoparticles by Arc Discharge Method Using Two Different Rotational Electrode Shapes, *Journal of Cluster Science*, 29(6), 1169-1175.

El-Khatib, A. M., Ghatass, Z. F., Badawi, M. S., El-Khatib, M. ve Mohamed, M. M., 2018, New Method to Control of Size and Yield Silver Nanoparticles Synthesized by Rotational Disk Electrode Arc Discharge, *International Journal of Scientific & Engineering Research*, 9(3), 3, 2229-5518.

El-Sherbiny, M. A., Saieh, N. ve El-Rehim, A., 2001, Spectroscopic and Dielectric Behavior of Pure and Nickel Doped Polyvinyl Butyral Films, 2001, *Polymer Testing*, 20, 371-378.

Erkoç, Ş., 2010, Nanobilim ve Nanoteknoloji, *ODTÜ Yayıncılık*, Ankara.

Falcao, E. H. L. ve Wudl, F., 2007, Carbon Allotropes: Beyond Graphite and Diamond, *Journal of Chemical Technology and Biotechnology*, 82 (6), 524-531.

Gao, F., 2004, Feature Clay/polymer Composites: the Story, *Materials Today.* 7 (11), 50-55.

Gao, Y., Chen, C. A., Gau, H. M., Bailey, J., Akhadov, E. A. Williams, D. ve Wang, H. L., 2008, Facile Synthesis of Polyaniline-Supported Pd Nanoparticles and Their Catalytic Properties Toward Selective Hydrogenation of Alkynes and Cinnamaldehyde , *Chemistry of Material*, 20, 2839-2844.

Gazanfari , M., Karimzadeh, M., Ghorbani , S., Sadeghı, M. R., Azizi, G., Karimi, H., Fattahi, N. ve Karimzadeh, Z., 2014, Synthesis of Aluminium Nanoparticles by Arc Evaporation of an Aluminium Cathode, *Bulletin of Materials Science*, 37(4). 871–876.

Ghanipour, M. ve Dorranian, D., 2013, Effect of Ag-Nanoparticles Doped in Polyvinyl Alcohol on the Structural and Optical Properties of PVA Films, *Journal of Nanomaterials*, 897043, 1-10.

Gill, E., Arshak, A., Arshak, K. ve Korostynska, O., 2007, pH Sensitivity of Novel PANI/PVB/PS3 Composite Films, *Sensors*, 7, 3329-3346.

Gopal, S., Ramchandran, R. ve Rashmi S.A., 1997, Polyvinyl Butyral Based Solid Polymeric Electrolytes, Preliminary Studies, *Solar Energy Materials and Solar Cells*, 45, 17-25.

Greve, H., Pochstein, C., Takele, H., Zaporojtchenko, V. ve Gerber, A., 2006, Nanostructured Magnetic Fe–Ni–Co/Tefl on Multilayers for High-Frequency Applications in The Gigahertz Range , *Applied Physics Letters*, 89, 42501-42503.

Gradess, R., Abargues, R., Habbou, A. Canet-Ferrer, J. ve Pedreuza, E, 2009, Localised Surface Plasman Resonance Sensor Based on Ag-PVA Nanocomposite Thin Films. *Journal of Materials Chemistry*, 51, 9233–9240.

Guinovarta, T., Crespob, G. A., Riusa, F. X. ve Andradea, F. J., 2014, A Reference Electrode Based on Polyvinyl Butyral (PVB) Polymer Fordecentralized Chemical Measurements, *Analytica Chimica Acta*, 821, 72-80.

Gülen, M., 2018, Yeni Nesil Grafen/Pprodot-X (X = 0, $Et_2$ Ve $Me_2$) Nanokompozit Üretimi ve Karşıt Elektrot Olarak Boya-Duyarlı Güneş Hücrelerindeki

Uygulamaları, Doktora Tezi, *Selçuk* Üniversitesi *Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü,* Konya, 10-100.

Hajian, M., Reisi, M. R., Koohmareh, G. A. ve Jam, A. Z. Z., 2012, Preparation and Characterization of Polyvinylbutyral/Graphene Nanocomposite, *Journal of Polymer Research*, 19, 9966.

Hooper, P. A., Blackman, B. R. K. ve Dear, J. P., 2012, The Mechanical Behaviour of Poly(vinyl butyral) at Different Strain Magnitudes and Strain Rates, *Journal of Materials Science*, 47 (8), 3564-3576.

Hore, M. J. A., 2019, Polymers on Nanoparticles: Structure & Dynamics, *Soft Matter*, 15, 1120-1134.

https://www.sigmaaldrich.com/catalog/search?term=Co&interface=Molecular%20Formula&N=0&mode=match%20partialmax&lang=en&region=TR&focus=product.

https://physicsworld.com/a/scientists-delve-deeper-into-carbon-nanotubes/

Hu, L., Zhao, D., Wang, X. ve Luoa, M. K., 2018, Analytic Methods for Solving The Cylindrical Nonlinear Maxwell Equations, *Optik*, 170, 287-294.

Hussain, F., Hojjati, M., Okamoto, M. ve Gorga, R.E., 2006, Polymer-Matrix Nanocomposites, Processing, Manufacturing, and Application: An Overview, *Journal of Composite Materials*, 40, 1511-1549.

Inuwa, I. M., Hassan, A., Samsudin, S. A., Kassim, M. H. M. ve Jawaid, M., 2014, Mechanical and Thermal Properties of Exfoliated Graphite Nanoplatelets Reinforced Polyethylene Terephthalate/Polypropylene Composites, *Polymer Composites*, 35 (10), 2029-2035.

Iijima, S., 1991, Helical Microtubules of Graphitic Carbon, *Nature*, 354 (6348), 56.

Jabbar, W. A., Habubi N. F. ve. Chiad, S. S., 2010, Optical Characterization of Silver Doped Poly (Vinyl Alcohol) Films, *Journal of the Arkansas Academy of Science*, 64, 101-103.

Jafari, M., Abbasi, M. H., Enayati, M. H. ve Karimzadeh, F., 2012, Mechanical Properties of Nanostructured Al2024–MWCNT Composite Preparedby Optimized Mechanical Milling and Hot Pressing Methods, *Advanced Powder Technology*, 23, 205-210.

Jonsson, S. K. M., Birgerson, J., Crispin, X., Greczynski, G., Osikowicz, W., van der Gon, A. W. D., Salaneck, W. R. ve Fahlman, M., 2003, The effects of Solvents on The Morphology and Sheet Resistance in Poly (3,4-Ethylenedioxythiophene)-Polystyrenesulfonic Acid (PEDOT-PSS) Films, *Synthetic Metals*, 139 (1), 1-10.

Kalemtaş, A., 2014, Metal Matrisli Kompozitlere Genel Bir Bakış, *Putech&Composites*, 22, 18-30.

Kaminskienė, Ž, Prosyčevas, I., Stonkutė, J. ve Guobienė, A., 2013, Evaluation of Optical Properties of Ag, Cu, and Co Nanoparticles Synthesized in Organic Medium, *Acta Physica Polonica A*, 123(1), 111-114.

Kelly, A. ve Zweben, C., 2000, Comprehensive Composite Materials, Pergamon, 1-6000.

Khaydarov, R. A., Khaydarov, R. R., Gapurova, O., Estrin, Y. ve Scheper, T., 2009, Electrochemical Method for The Synthesis of Silver Nanoparticles, *Journal of Nanoparticle*, 11(5), 1193-1200.

Khan, K., 2014, Microwave Absorption Properties of Radar Absorbing Nanosized Cobalt Ferrites for High Frequency Applications, *Journal of Superconductivity and Novel Magnetism*, 27(2), 453-461.

Khezri, H. S., Yazdani, A., ve Khordad, R., 2014, Effect of Characteristics of Media on Cobalt and Iron Nanoparticles Prepared by Arc Discharge Method, *Journal of Industrial and Engineering Chemistry*, 20, 521-527.

Khezri, S. H., Yazdani, A., Khordad R. ve Ravan, B. A., 2013, Preparation of Pure Cobalt Nanoparticles by Electrıc Arc Discharge Method in Ethylene Glycol, *Modern Physics Letters B*, 27(9), 1350057.

Kim, H. M., Lee, J. K. ve Lee., H. S., 2011, Transparent and High Gas Barrier Films Based on Poly(Vinyl Alcohol)/Graphene Oxide Composites, *Thin Solid Films*, 519, 7766-7771.

Kim, S. Y., Lee, G. Y., Park, G. Y., Kim, H. A., Lee, A. Y., Scudino, S., Prashanth, K. G., Kim, D. Y., Eckert, J. ve Lee, H. H., 2018, High Strength Nanostructured Al Based Alloys Through Optimized Processing of Rapidly Quenched Amorphous Precursors, *Scientific Reports*, 8, 1090-1102.

Kim, S., Lee, H., Kim, D., Ko, D. A., Kim, D., Kim, H. ve Yoon, S. G., 2015, Transparent Conductive Films of Copper Nanofiber Network Fabricated by Electrospinning, *Journal of Nanomaterials*, 10, 1-8.

Koç, M., 2012, Sol-Jel Yöntemiyle Elde Edilen Alüminyum, Antimon ve Bakır Katkılı Nano Tanecikli $TiO_2$ İnce Filmlerinin Optiksel, Yapısal ve Morfolojik Özelliklerinin İncelenmesi, Yüksek Lisans Tezi, *Selçuk* Üniversitesi *Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü,* Konya, 16-25.

Kopeliovich, D., 2018, Advances in Ceramic Matrix Composites, Avustralya, 1, 93-119.

Kumar, V., Vasudev, H. ve Kumar, N., 2019, International Journal of Management, A Comprehensive Review on The Ceramics Matrix Composites for Defence Applications, *Technology and Engineering*, 9, 2249-7455.

Kumar, P., Khan, N. ve Kumar, D., 2016, Polyvinyl Butyral (PVB), Versetile Template for Designing Nanocomposite/Composite Materials: A Review, *Green Chemistry & Technology Letters* , 2(4), 185-194.

Kundu, S. ve Jayachandran, M., 2013, Shape-Selective Synthesis of Non-Micellar Cobalt Oxide (CoO), Nanomaterials by Microwave İrradiations, *Journal of Nanoparticle Research*, 15(4), 1543.

Li, B., Yuan, H. ve Zhang, Y., 2013, Transparent PMMA-Based Nanocomposite Using Electrospun Graphene-İncorporated PA-6 Nanofibers As The Reinforcement, *Composites Science and Technology*, 89, 134-141.

Liu, B., Xu, J. ve Li, Y., 2014, Constitutive Investigation on Viscoelasticity of PolyVinyl Butyral: Experiments Based on Dynamic Mechanical Analysis Method, *Advances in Materials Science and Engineering*, 1014, 1-10.

Lo, C. H., Tsung, T. T. ve Lin, H. M., 2007, Preparation of Silver Nanofluid by The Submerged Arc Nanoparticle Synthesis System (SANSS), *Journal of Alloys and Compounds*, 434 659-662.

Liang, J. J., Wang, Y., Huang, Y., Ma, Y. F., Liu, Z. F., Cai, J. M., Zhang, C. D., Gao, H. J. ve Chen, Y. S., 2009, Electromagnetic Interference Shielding of Graphene /Epoxy Composites, *Carbon*, 47 (3), 922-925.

Liu, L, Li, F., Tan, L., Li, M. ve Yang, Y., 2004, Effect of Metal and Composite Metal Nanopowders on the Thermal Decomposition of Ammonium Perchlorate (AP) and The Ammonium Perchlorate/Hydroxyterminated Polybutadiene (AP/HTPB) Composite Solid Propellant, *Chinese Journal of Chemical Engineering*, 12 , 595-598.

Li, C. ve Strachan, A., 2015, Molecular Scale Simulations on Thermoset Polymers: A Review, *Journal of Polymer Science, Part B: Polymer Physics*, 53, 103-122.

Li, X. F., Lau, K. T., An, Y., Yin, Y. S. ve Wong T. T., 2008, Luminescent and Mechanical Properties of The Epoxy Composites Doped with Europium Complex, *Materials Letters*, 62, 4434-4436.

Li, Y., Yu, T., Pui, T., Chen, P., Zheng, L. ve Liao, L., 2011, Fabrication and Characterization of Recyclable Carbon Nanotube/Polyvinyl Butyral Composite Fiber, *Composites Science and Technology*, 71, 1665-1670.

Luechinger, N. A., Booth, N., Heness, G., Bandyopadhyay, S. ve Grass, R. N., 2008, Surfactant-Free, Melt-Processable Metal-Polymer Hybrid Materials: Use of Graphene As A Dispersing Agent, *Advanced Materials*, 20, 3044-3049.

Makvandi, P., Nikfarjam , N., Sanjani, N. S. ve Qazvini, N. T., 2015, Effect of Silver Nanoparticle on The Properties of Poly(Methyl Methacrylate) Nanocomposite Network Made by in Situ Photoiniferter-Mediated Photopolymerization, *Bulletin of Materials Science*, 38(6), 1625–1631.

Malik, M. A., Galkowski, M.T., Bala, H., Grzybowska, B. ve Kulesza, P. J., 1999, Evaluation of Polyaniline Films Containing Traces of Dispersed Platinum For Protection of Stainless Steel Against Corrosion, *Electrochimica Acta*, 44, 2157-2163.

Manzoor, K., Vaderaa, S.R., Kumar, N. ve Kutty, T.R.N., 2004, Energy Transfer from Organic Surface Adsorbate-Polyvinyl Pyrrolidone Molecules to Luminescent Centers in Zns Nanocrystals, *Solid State Communications*, 129, 469-473.

Matsuda, S. ve Ando, S., 2005, Generation Behaviors of Optical Anisotropy Caused by Silver Nanoparticles Precipitated in Uniaxially Drawn Polyimide films, *Japanese Journal of Applied Physics*, 44, 187-192.

McDonald, R. S., 1982, Review: Infrared Spectrometry, *Analytical Chemistry*, 1986, 58(9), 1906-1925.

Melquiades, F. L. ve Appoloni, C. R., 2004, Application of XRF and Field Portable XRF for Environmental Analysis, *Journal of Radioanalytical and Nuclear Chemistry*, 262(2), 533-541.

Melvin, G. J. H., Ni, Q. Q., Suzuki, Y. ve Natsuki, T., 2014, Microwave-Absorbing Properties of Silver Nanoparticle/Carbon Nanotube Hybrid Nanocomposites, *Journal of Materials Science*, 49, 5199–5207.

Mi, W. B., Guo, L., Jiang, E. Y., Li, Z. Q., Wu, P. ve Bai, H. L., 2003, Structure and Magnetic Properties of Facing-Target Sputtered Co–C Granular Films, *Journal of Physics D: Applied Physics*, 36, 2393.

Miranzadeh, M. ve Kassaee, Z., 2014, Solvent Effects on Arc Discharge Fabrication of Durable Silver Nanopowder and İts Application As A Recyclable Catalyst for Elimination of Toxic P-Nitrophenol, *Chemical Engineering Journal*, 257, 105-111.

Moulder, J. F., Stickle, W. F., Sobol, P. E. ve Bomben, K. D. 1992, Handbook of X-ray Photoelectron Spectroscopy, *Physical Electronics Division*, Amerika 198-261

Munsch, M., Bourdet N., Deck, C. ve Willinger, R., 2011, Lateral Glazıng Characterızatıon Under Head Impact: Experimental and Numerical Investigation, *Society of Automotive Engineers*, Amerika, 3, 123-135.

Muniz, F. T. L., Miranda, M. A. R., Santos, C. M. ve Jose´ Sasaki, M., 2016, The Scherrer Equation and the Dynamical Theory of X-ray Diffraction, *Acta Crystallographica Section A: Foundations and Advances*, 72, 385-390.

Mustafa, F. A., 2013, Optical Properties of NaI Doped Polyvinyl Alcohol Films, *Physical Sciences Research International*, 1(1), 1-9.

Müller, K., Bugnicourt, E., Latorre, M., Jorda, M., Sanz, Y. E., Lagaron, J. M., Miesbauer, O., Bianchin, A., Hankin, S., Bölz, U., Pérez, G., Jesdinszki, M., Lindner, M., Scheuerer, Z., Castelló, S. ve Schmid, M., 2017, Review on the Processing and Properties of Polymer Nanocomposites and Nanocoatings and Their Applications in the Packaging, Automotive and Solar Energy Fields, *Nanomaterials*, 7(4), 74.

Naik, B., Hazra, S., Prasad, P. S. ve Ghosh, N., 2011, Synthesis of Ag Nanoparticles Within The Pores of SBA-15: An Efficient Catalyst for Reduction of 4-Nitrophenol, *Catalysis Communications*, 12, 1104-1108.

Obradović, V., Stojanović, D. B., Živković, I., Radojević, V., Uskoković, P. S. ve Aleksić, R., 2015, Dynamic Mechanical and Impact Properties of Composites Reinforced with Carbon Nanotubes, *Fibers and Polymers*, 16(1), 138-145.

O'Brien, C., McBride, A., Zaghi, A. E., Burke, K. A. ve Hill, A., 2017, Mechanical Behavior of Stainless Steel Fiber-Reinforced Composites Exposed to Accelerated Corrosion *Materials*, 10, 772-789.

Ogata, N., Jimenez G., Kawai H. ve Ogihara T., 1997, Structure and Thermal/Mechanical Properties of Poly(L-Lactide)-Clay Blend. *Journal of Polymer Science Part B: Polymer Physics*, 35, 389-396.

O'Mullane, A., Dale, S., Macpherson, J. ve Unwin, P. R., 2004, Fabrication and Electrocatalytic Properties of Polyaniline/Pt Nanoparticles Composites, *Chemical Communications*, 21, 1606-1607.

Orpe, P. B., Balasubramanian, C. ve Mukherjee, S., 2017, Influence of DC Arc Current On The Formation of Cobalt-Based Nanostructures, *Pramana- Journal of Physics*, 89, 20.

Öztürk, T., Gülveren, B., Gülen, M., Akman, E. ve Sönmezoğlu. S., 2017, An Insight Into Titania Nanopowders Modifying with Manganese Ions: A Promising Route for Highly Efficient and Stable Photoelectrochemical Solar Cells, *Solar Energy*, 157, 47-57.

Pannirselvam, M., 2008, Design, Development and Characterization of Polypropylene Clay Nanocomposites, Doktora Tezi, *RMIT Üniversitesi*.

Pingali, K. C., Rockstraw, D. A. ve Deng, S., 2005, Silver Nanoparticles from Ultrasonic Spray Pyrolysis of Aqueous Silver Nitrate, *Aerosol Science and Technology*, 39, 1010-1014.

Pomogailo, A., Rosenberg, A. ve Dzhardimalieva, G., 2003, Self-Organized Metal-Polymer Nanocomposites, *Solid State Phenomena*, 94, 313-318.

Poostforush, M. ve Azizi, H., 2014, Superior Thermal Conductivity of Transparent Polymer Nanocomposites With A Crystallized Alumina Membrane, *Polymer Letters*, 8(4), 293-299.

Qi, J., Tao, W., Wang, Y. ve Xue, G., 2019, Synthesis and Application of Carbon Matrix Composites, *Materials Physics and Chemistry*, 1, 28-36.

Quarterman, P., Sun, C., Garcia-Barriocanal, J., Mahendra, D. C, Yang L. V, Manipatruni, S., Nikonov, D. E., Young, I. A., Voyles, P. M. ve Wang, J. P., 2018, Demonstration of Ru As the 4th Ferromagnetic Element at Room Temperature, *Nature Communications*, 9, 2058-2064.

Rana, K., Thakur, P., Tomar, M., Gupta, V. ve Thakurd, A., 2018, Investigation of Cobalt Substituted M-Type Barium Ferrite Synthesized via Co-Precipitation Method for Radar Absorbing Material in Ku-Band (12–18 GHz), *Ceramics International*, 44(6), 6370-6375.

Rashed, H., 2016, Silver Nanoparticles Prepared by Electrical Arc Discharge Method in DIW, *Engineering and Technology Journal*, 34(2), 295-301.

Reddy, P. L., Deshmukh, K., Chidambaram, K., Ali, M. M. N., Sadasivuni, K. K., Kumar, Y. R., Lakshmipathy, R. ve Pasha, K., 2019, Dielectric Properties of Polyvinyl Alcohol (PVA) Nanocomposites Filled with Green Synthesized Zinc Sulphide (Zns) Nanoparticles, *Journal of Materials Science: Materials in Electronics*, 30(5), 4676–4687.

Renukappa, R., R. Chikkakuntappa, R. ve Kunigal, N. S., 2011, Montmorillonite Nanoclay Filler Effects on Electrical Conductivity, Thermal and Mechanical Properties of Epoxy-Based Nanocomposites, *Polymer Engineering & Science*, 51 (9), 1827-1836.

Rodrigues, T. A., Duarte, V., Miranda, R. M., Santos, T. G. ve Oliveira, J. P., 2019, Current Status and Perspectives on Wire and Arc Additive Manufacturing (WAAM), *Materials*, 12 (7), 1121.

Roy, A. S., Gupta, S., Seethamraju, S., Madras, G. ve Ramamurthy, P. C., 2014, Impedance Spectroscopy of Novel Hybrid Composite Films of Polyvinylbutyral (PVB)/Functionalized Mesoporous Silica, *Composites: Part B*, 58, 134-139.

Ruedy, R., 1928, The Electrical Conductivity of Metals, *Nature*, 122, 882.

Schurmann, W., Hartung, A., Takele, H., Zaporojtchenko, V. ve Fauple, F., 2005, Controlled Syntheses of Ag–Polytetrafl Uoroethylene Nanocomposite Thin Films by co-Sputtering From Two Magnetron Sources, *Nanotechnology*, 16, 1078-1082.

Selvan, T., Spatz, J. P., Klok, H. A. ve Möller, M., 1998, Gold–Polypyrrole Core–Shell Particles in Diblock Copolymer Micelles, *Advanced Materials*, 10, 132-134.

Senthilkumar, S. ve Rajendran, A., 2017, Synthesis, Characterization and Electrical Properties of Nano Metal and Metal-Oxide Doped with Conducting Polymer Composites by in-Situ Chemical Polymerization, *MOJ Polymer Science*, 1(6), 192-195.

Sepet, H., 2014, Nano-Partikül Takviyeli Yüksek Yoğunluklu Polietilen Nanokompozitlerin Üretimi ve Mekanik Özelliğklerġnin Araştırılması, Yüksek Lisans Tezi, *Selçuk* Üniversitesi *Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü,* Konya, 6-7.

Sergiienko, R., Shibata, E., Zentaro, A., Shindo, D., Nakamura, T. ve Qin, G., 2007 Formation and Characterization of Graphite-Encapsulated Cobalt Nanoparticles Synthesized by Electric Discharge in An Ultrasonic Cavitation Field of Liquid Ethanol, *Acta Materialia*, 55(11), 3671-3680.

Sharma, R., Sharma, A. K., Sharma, V. ve Jones, E. H., 2015, Synthesis of Carbon Nanotubes by Arc-Discharge and Chemical Vapor Deposition Method with Analysis of Its Morphology, Dispersion and Functionalization Characteristics, *Journal Cogent Engineering*, 2, 1-10.

Sharma, A., Brajpuriya, R., Tripathi, S. ve Chaudahri, S. M., 2006, Study of Annealed Co Thin Films Deposited by Ion Beam Sputtering, *Journal of Vacuum Science & Technology A*, 24, 74.

Sharma, S., Nirkhe, C., Pethkar, S. ve Athawale, A., 2002, Chloroform Vapor Sensor Based on Copper/Polyaniline Nanocomposites, *Sensors & Actuators B*, 85, 131-136.

Shokrieh, M. M., Saeedi, A. ve Chitsazzadeh, M., 2013, Mechanical Properties of Multi-Walled Carbon Nanotube/Polyester Nanocomposites, *Journal of Nanostructure in Chemistry*, 3(20), 25.

Shui, R. M. V., Zheng, R.,Zheng. ve Y. P., 2011, Introduction to Polymer Matrix Composites, 1, 547-548.

Shukla, M., Dhakad, S.K., Agarwal, P. ve Pradhan, M. K., 2018, Characteristic Behaviour of Aluminium Metal Matrix Composites: A Review, *Materials Today: Proceedings*, 5, 5830-5836.

Silvestre, J., Silvestre, N. ve Brito, J., 2015, An Overview on the Improvement of Mechanical Properties of Ceramics Nanocomposites, *Journal of Nanomaterials*, 106494, 1-13.

Simon, G., Meziane, L., Courty, A., Colomban, P. ve Lisiecki, I., 2016, Low Wavenumber Raman Scattering Of Cobalt Nanoparticles Self-Organized İn 3D

Superlattices Far From Surface Plasmon Resonance, *Journal of Raman Spectroscopy*, 47, 248-251.

Singho, N.D., Lah, N.A.C., Johan, M.R. ve Ahmad, R., 2012, FTIR Studies on Silver-Poly(Methylmethacrylate) Nanocomposites via In-Situ Polymerization Technique, *International Journal of Electrochemical Science*, 7, 5596-5603.

Snyder, R. L., 1992, Characterization of materials, *VCH Publishers*, New York, 262.

Sönmezoğlu, A. ve Akman, E., 2014, Improvement of Physical Properties Of ZnO Thin Films by Tellurium Doping, *Applied Surface Science*, 318, 319-323.

Srinivas, A., Somasundaram, B. ve Prakash, J. N., 2017, An Overview on Ceramic Matrix Composites with Nano Technology, *International Journal of Innovative Research in Science, Engineering and Technology*, 6 (7), 15323-17327.

Stankic S, Suman S, Haque F. ve Vidic J., 2016, Pure and Multi Metal Oxide Nanoparticles: Synthesis, Antibacterial and Cytotoxic Properties. *Journal of Nanobiotechnology*. 14(1), 73.

Strohmaier, S. ve Zwierzchowski, G., 2011, Comparison of $^{60}$Co and $^{192}$Ir Sources in HDR Brachytherapy, *Journal of Contemporary Brachytherapy*, 3(4), 199-208.

Sun, Y. Q. ve Shi, G. Q., 2013, Graphene/Polymer composites for Energy Applications, *Journal of Polymer Science Part B-Polymer Physics*, 51(4), 231-253.

Šupová, M., Martynková, G. S. ve Barabaszová, K., 2019, Effect of Nanofillers Dispersion in Polymer Matrices: A Review, *Science of Advanced Materials.* 3(1), 1-25.

Suryanarayana, C. ve Ivanov, E., 2013, Mechanochemical Synthesis of Nanocrystalline Metal Powders, Advances in Powder Metallurgy, Properties, Processing and Applications, *Woodhead Publishing Series in Metals and Surface Engineering*, 42-68.

Şahin, Y., 2006, Kompozit Malzemelere Giriş, *Gazi Kitap Evi*, Ankara, 113-131.

Tanahashi, M., 2010, Development of Fabrication Methods of Filler/Polymer Nanocomposites: With Focus on Simple Melt-Compounding-Based Approach without Surface Modification of Nanofillers, *Materials*, 3(3), 1593-1619.

Tanahashi, M., Hirose, M., Watanabe, Y., Lee, J. C. ve Takeda, K., 2007, Silica/Perfluoropolymer Nanocomposites Fabricated by Direct Melt-Compounding: A Novel Method Without Surface Modification on Nano-Silica, *Journal of Nanoscience and Nanotechnology*, 7, 2433–2442.

Tartakoğlu, R., 2016, Elektrokimyasal Yöntemle ZnO İnce Film Üretimi ve Karakterizasyonu, Yüksek Lisans Tezi, *Çukurova Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, Adana, 33-47.

Tee, B. C. K., Wang, C., Allen, R. ve Bao, Z., 2012, An Electrically and Mechanically Self-Healing Composite with Pressure and Flexion-Sensitive Properties for Electronic Skin Applications, *Nature Nanotechnology*, 7(12), 825-832.

Tien, D. C., Chen, L. C., Thai, N. V. ve Ashraf, S., 2010, Study of Ag and Au Nanoparticles Synthesized by Arc Discharge in Deionized Water, *Journal of Nanomaterials*, 634757, 1-9.

Tien, D. C., Liao, C. Y., Huang, J. C., Tseng, K. H., Lung, J. K., Tsung, T. T., Kao, W. S., Tsai, T. H., Cheng, T. W., Yu, B. S., Lin, H. Stobinski, M., L., Tien, D. C., Liao, C. Y., Huang, J. C., Tseng, K. H., Lung, J. K., Tsung, T. T. ve W. S., 2008, Novel Technique for Preparıng A Nano-Silver Water Suspensıon By The Arc-Discharge Method, *Revıew on Advanced Materials Science*, 18, 750-756.

Torki, A. M., Živković, I., Radmilović, V. R., Stojanović, D. B., Radojević, V. J., Uskoković, P. S. ve Aleksić, R. R., 2010, Dynamic Mechanical Properties Of

Nanocomposites With Poly (Vinyl Butyral) Matrix, *International Journal of Modern Physics B*, 24 (6), 805–812.

Toyran, N., 2008, Fourier Transform İnfrared Mikrospektroskopi Tekniği, *Türkiye Klinikleri Medical Sciences*, 28, 704-714.

Tröger, L., Hünnefeld, H., Nunes, S., Oehring, M. ve Fritsch, D., 1997, Structural Characterization of Catalytically Active Metal Nanoclusters in Poly(Amide İmide) Fi Lms With High Metal Loading, *Journal of Physical Chemistry B*, 101, 1279-1291.

Tseng, R. , Huang, J., Ouyang, J., Kaner, R. ve Yang, Y., 2005, Polyaniline Nanofi Ber/Gold Nanoparticle Nonvolatile Memory . *Nano Letters*, 5, 1077-1080.

Tseng, K. H., Chung, M. Y. ve Chiu, J. L., 2018, Antimicrobial Property of Nanosilver Colloid Prepared by Electrical Spark Discharge Method on Aspergillus Niger, *Journal of Cluster Science*, 29, 215-224.

Tseng, K. H., Lee, H. L., Liao, C. Y., Chen, K. C. ve Lin, H. S., 2013, Rapid and Efficient Synthesis of Silver Nanofluid Using Electrical Discharge Machining, *Journal of Nanomaterials*, 174939, 1-6.

Tupý, M., Císař, J., Mokrejš, P., Měřínská, D. ve Svobodová, A. T, 2015, Comparison of Processing Conditions for Plasticized PVC and PVB, *International Scholarly and Scientific Research & Innovation*, 9(5), 647-621.

Vaganov, V. E., Evdokimov, I. A., Reshetnyak, V. V., Zaharov, V. D., Pivovarov, G. I. ve Tat'yanin, E.V., 2012, Metal Matrix Carbon Consisting Nanocomposiıtes, IX International Congress "Machines, Technologies, Materials", Bulgaristan, 100-101.

Vedrine, J. C. ve Fechete, I., 2016, Heterogeneous Partial Oxidation Catalysis on Metal Oxides, *Comptes Rendus Chimie*, 19 (10), 1203-1225.

Wang, B. ve Huang, H. X., 2013, Effects of Halloysite Nanotube Orientation on Crystallization and Thermal Stability of Polypropylene Nanocomposites. *Polymer Degradation and Stability*, 98, 1601-1608.

Wang, D. W., Li, F., Zhao, J. P., Ren, W. C., Chen, Z. G., Tan, J., Wu, Z. S., Gentle, I., Lu, G. Q. ve Cheng, H. M., 2009, Fabrication of Graphene/Polyaniline Composite Paper via In Situ Anodic Electropolymerization for High- Performance Flexible Electrode, *ACS Nano*, 3 (7), 1745-1752.

Wang, H., Chen, C., Zhang, Y., Peng, L., Ma, S., Yang, T., Guo, H., Zhang, Z., Su, S. ve Zhang, J., 2015, In Situ Oxidation of Carbon-Encapsulated Cobalt Nanocapsules Creates Highly Active Cobalt Oxide Catalysts for Hydrocarbon Combustion, *Nature Communıcatıons*, 6, 7181-71-89.

Wang, H., Ma, N., Yan, Z., Deng, L., He, J., Hou,Y., Jianga Y. ve Yu, G., 2015, Cobalt/Polypyrrole Nanocomposites with Controllable Electromagnetic Properties, *Nanoscale*, 7, 7189-7196.

Wang, M., Duan, X. D., Xu, Y. X. ve Duan, X. F., 2016, Functional Three-Dimensional Graphene/Polymer Composites, *ACS Nano*, 10 (8), 7231-7247.

Wei, Y., Haiyan, X., Tao, J., Weibo, L. ve Gangshen, Z., 2017, Fabrication and Thermal Insulating Properties of ITO/ PVB Nanocomposites for Energy Saving Glass, *Journal of Wuhan University of Technology-Mater. Sci. Ed*, 32(1), 63-66.

Wong, M. S., Chen, C. W., Hsieh, C. C., Hung, S. C., Sun, D. S. ve Chang, H. H., 2017, Antibacterial Property of Ag Nanoparticle-İmpregnated N-Doped Titania Films Under Visible Light Scientific Reports, *Scientific Reports*, 5, 11978-11989.

Xiong, L., Liu, J., Yu, M. ve Li, S., 2019, Improving the Corrosion Protection Properties of PVB Coating by Usingsalicylaldehyde@ZIF-8/Graphene Oxide Two-Dimensional Nanocomposites, *Corrosion Science*, 146, 70-79.

Xue, Y. H., Liu, J., Chen, H., Wang, R. G., Li, D. Q., Qu, J. ve Dai, L. M., 2012, Nitrogen-Doped Graphene Foams as Metal-Free Counter Electrodes in High-Performance Dye-Sensitized Solar Cells, *Angewandte Chemie-International Edition*, 51(48), 12124-12127.

Yalçınkaya, F., Yalçınkaya, B. ve Maryska, J., 2016, Preparation and Characterization of Polyvinyl Butyral Nanofibers Containing Silver Nanoparticles, *Journal of Materials Science and Chemical Engineering*, 4, 8-12.

Yan, S. J., Dai, S. L., Zhang, X. Y., Yang, C., Hong, Q. H., Chen, J. Z. ve Lin, Z. M. 2014, Investigation Aluminum Alloy Reinforced by Graphene Nanoflakes, *Materials Science&Engineering A*, 612, 440-444.

Yang, T. ve Liu, S., 2014, $Li_2O–Al_2O_3–SiO_2$ Glass–Ceramic Coating on A Porous Silica Ceramicsubstrate, *Journal of Alloys and Compounds*, 600, 51–54.

Yang, H. T., Shen, C. M., Wang, Y. G., Su, Y. K., Yang, T. Z. ve Gao, H. J., 2004, Stable Cobalt Nanoparticles Passivated with Oleic Acid and Triphenylphosphine, *Nanotechnology*, 15(1), 70.

Yazıcı, Y., 2016, Gümüş Nps (AgNp) İçeren Polimerik Nanokompozit Düz Plaka Membranların Üretilmesi ve Membran Biyoreaktör (Mbr) Sisteminde Uzun Süreli Biyokirlenme Davranışlarının İncelenmesi, Yüksek Lisans Tezi, *Süleyman Demirel Fen Bilimleri Enstitüsü,* Isparta, 40-60.

Yella, A., Mathew, S., Aghazada, S., Comte, P, Grätzel, M. ve Nazeeruddin, M. K., 2017, Dye-sensitized Solar Cells Using Cobalt Electrolytes: The Influence of Porosity and Pore Size to Achieve High-Efficiency, *Journal of Materials Chemistry C*, 5, 2833-2843.

Yer, M., 2012, Gümüş Nanopartiküllerin Sentezlenmesi ve Karakterizasyonu, Yüksek Lisans Tezi, *Selçuk Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, Konya, 20-450.

Zadorozhnyy, V. Y., Shi, X., Gorshenkov, M. V., Kozak, D. S., Wada, T., Louzguine Luzgin, D.V., Inoue, A. ve Kato, H., 2016, Ti–Ag–Pd Alloy with Good Mechanical Properties and High Potential for Biological Applications, *Scientific Reports*, 6, 25142-25151.

Zanjanijam, A. R., Hajian, M. ve Koohmareh, G. A., 2014, Fabrication of Single Wall Carbon Nanotubes-Based Poly(vinyl butyral) Nanocomposites with Enhanced Mechanical and Thermal Properties, *Journal of Macromolecular Science, Part A:Pure and Applied Chemistry*, 51, 369-377.

Zhang, H., Chen, B. ve Banfield, J. F., 2010, Particle Size and pH Effects on Nanoparticle Dissolution, *The Journal of Physical Chemistry C*, 114, 14876-14884.

Zhang, H., Zou, G., Liu, L., Li, Y., Tong, H., Sun, Z. ve Zhou, Y. N., 2016, A Comparative Study of Silver Nanoparticles Synthesized by Arc Discharge and Femtosecond Laser Ablation in Aqueous Solution, *Applied Physics A*, 122, 896-910.

Zhang, H., Zou, G., Liu, L., Tong, H., Li, Y., Bai, H. ve Wu, A., 2017, Synthesis of Silver Nanoparticles Using Large-Area Arc Discharge and Its Application in Electronic Packaging, *Journal of Materials Science*, 52, 3375-3387.

Zhang, M. Q., Rong, M. Z. ve Ruan, W. H., 2009, Nano-and MicroMechanics of Polymer Blends and Composites, *Carl Hanser Verlag GmbH & Co.*, Münih, 625.

Zhang, S., Sun, D., Fu, F. ve Du, H., 2003, Recent Advances of Superhard Nanocomposite Coatings: A Review, *Surface and Coatings Technology*, 167, 113-119.

Zhao, T., Sun, R., Yu, S., Zhang, Z., Limin Zhou, Huang, H. ve Due, R., 2010, Size-Controlled Preparation of Silver Nanoparticles by A Modified Polyol Method, *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, 20, 197-202.

Zhang, X. F., Liu, Z. G., Shen. W. ve Gurunathan, S., 2016, Silver Nanoparticles: Synthesis, Characterization, Properties, Applications, and Therapeutic Approaches, *International Journal of Molecular Sciences*, 17(9), 1534.

Zou, L., Wang, J., Gao, Y., Ren, X., Rottenberg, M. E., Lu, J. ve Holmgren, A., 2018, Synergistic Antibacterial Activity of Silver with Antibiotics Correlating with The Upregulation of The ROS Production, *Scientific Reports*, 8, 11131-11142.

# ÖZGEÇMİŞ

## KİŞİSEL BİLGİLER

**Adı Soyadı** :Erdi AKMAN
**Uyruğu** :T. C.
**Doğum Yeri ve Tarihi** :Selim 01/12/1989
**Telefon** :0 (506) 830 95 92
**Faks** :
**e-mail** :erdiakman3636@gmail.com

## EĞİTİM

| Derece | | Adı, İlçe, İl | Bitirme Yılı |
|---|---|---|---|
| Lise | : | Kocamustafapaşa Lisesi, İstanbul | 2006 |
| Üniversite | : | Gaziosmanpaşa Üniversitesi, Tokat | 2011 |
| Yüksek Lisans | : | Selçuk Üniversitesi, Konya | 2013 |
| Doktora | : | Konya Teknik Üniversitesi, Konya | 2019 |

## İŞ DENEYİMLERİ

| Yıl | Kurum | Görevi |
|---|---|---|
| 2013-2015 | TÜBİTAK 1001 Araştırma Projesi | Bursiyer |
| 2015- | Karamanoğlu Mehmetbey Üniversitesi | Öğr. Gör. |

**UZMANLIK ALANI:** Nanokompozitler, Malzeme karakterizasyonu, Güneş hücreleri, İnce film üretim teknikleri.

**YABANCI DİLLER:** İngilizce

**BELİRTMEK İSTEĞİNİZ DİĞER ÖZELLİKLER:** SEM, XRD, AFM, TGA-DSC, UV-vis gibi malzeme karakterizasyon cihazlarını ileri seviyede kullanabilme.

## YAYINLAR

**Akman E.,** Akın, S., Karanfil G. ve Sönmezoğlu, S., 2013, Organik Güneş Pilleri, *Trakya Üniversitesi Mühendislik Bilimleri Dergisi*, 1, 1-30.

Sönmezoğlu, S. ve **Akman E. 2014,** Improvement of Physical Properties of ZnO Thin Films by Tellurium Doping, *Applied Surface Science*, 318, 319-323.

Özturk, B., Gülveren, M., Gülen, **E. Akman.** ve S. Sönmezoğlu. 2017, An Insight Into Titania Nanopowders Modifying With Manganese Ions: A Promising Route for

Highly Efficient and Stable Photoelectrochemical Solar Cells, *Solar Energy*, 157, 47-57.

**Akman, E.,** Altintas, Y., Gülen, M., Yılmaz M., Mutlugün, E. ve Sönmezoğlu, S. 2020, Improving Performance and Stability In Quantum Dot-Sensitized Solar Cell Through Single Layer Graphene/$Cu_2S$ Nanocomposite Counter Electrode, *Renewable Energy*, 145, 2192-2200.

Akın**,** S. Erol**,** E., Gülen, M., **Akman, E.,** Bezgin Çarbaş, B., Özel, F. ve Sönmezoğlu, S. 2017, Synthesis of CXTS (X=$Mn^{2+}$, $Ni^{2+}$) thin films by two step electrodeposition and their application in DSSC as counter electrode, *European Materials Research Society (E-MRS, Fall Meeting)*, 18–21 September, Warsaw-POLAND (sözlü sunum).

Tekin, B., Gülen, M., Akın, S., **Akman, E.,** Bezgin Çarbas, B., Özel, F. ve Sönmezoğlu, S. 2017, Solution Processed $Cu_2XSnS_4$ (X=Zn, Mn, Ni, Fe, Co) photoelectrochemical solar cells via electrochemical process free-sulphurization, *European Materials Research Society (E-MRS, Fall Meeting)*, 18–21 September, Warsaw-POLAND (sözlü sunum).

**Akman**, E., Avcı, A., Sönmezoğlu, S. 2017, Synthesis of Cobalt and Silver Nanoparticles by Arc Discharge Method, *European Materials Research Society (E-MRS, Fall Meeting)*, 18–21 September, Warsaw-POLAND (sözlü sunum, Doktora tez çalışmasından yapılmıştır).

**Akman**, E., Avcı, A., Sönmezoğlu, S. 2018, Investigatıon of Physical Properties Of PVB-Based Nanocomposites Forming By Using Ag And Co Nanoparticles, The International Conference on Materials Science, Machine and Automotive Engineerings and Technology (IMSMATEC-2018), 10-12 April, 2018, Çeşme, İzmir. (sözlü sunum, Doktora tez çalışmasından yapılmıştır).