



**POLİPİROL/METAL OKSİT KOMPOZİTLERİNİN
SENTEZİ VE KARAKTERİZASYONU**

Fatma Sena ÖZPEKER

**Yüksek Lisans Tezi
Kimya Mühendisliği Anabilim Dalı
Temel İşlemler ve Termodinamik Bilim Dalı
Dr. Öğr. Üyesi Hatice BAYRAKÇEKEN
2019
Her hakkı saklıdır**

**ATATÜRK ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**

YÜKSEK LİSANS TEZİ

**POLİPİROL/METAL OKSİT KOMPOZİTLERİNİN SENTEZİ VE
KARAKTERİZASYONU**

Fatma Sena ÖZPEKER

**KİMYA MÜHENDİSLİĞİ ANABİLİM DALI
Temel İşlemeler ve Termodinamik Bilim Dalı**

**ERZURUM
2019**



T.C.
ATATÜRK ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ



TEZ ONAY FORMU

POLİPİROL/METAL OKSİT KOMPOZİTLERİNİN SENTEZİ VE
KARAKTERİZASYONU

Dr. Öğretim Üyesi Hatice BAYRAKÇEKEN danışmanlığında, Fatma Sena ÖZPEKER tarafından hazırlanan bu çalışma 04.10.2019 tarihinde aşağıdaki jüri tarafından Kimya Mühendisliği Anabilim Dalı – Temel İşlemler ve Termodinamik Bilim Dalı'nda Yüksek Lisans Tezi olarak **oybirliği (3/3.)** ile kabul edilmiştir.

Başkan : Prof. Dr. Songül DUMAN

İmza :

Üye : Prof. Dr. A. Vildan BEŞE

İmza :

Üye : Dr. Öğr. Üyesi Hatice BAYRAKÇEKEN

İmza :

Yukarıdaki sonuç;

Enstitü Yönetim Kurulu 25.04.2019 tarih ve 18/13 nolu kararı ile onaylanmıştır.

Prof. Dr. Mehmet KARAKAN
Enstitü Müdürü

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

ÖZET

Yüksek Lisans Tezi

POLİPİROL/METAL OKSİT KOMPOZİTLERİNİN SENTEZİ VE KARAKTERİZASYONU

Fatma Sena ÖZPEKER

Atatürk Üniversitesi
Fen Bilimleri Enstitüsü
Kimya Mühendisliği Anabilim Dalı
Temel İşlemler ve Termodinamik Bilim Dalı

Danışman: Dr. Öğr. Üyesi Hatice BAYRAKÇEKEN

Günümüzde kullanım alanlarının oldukça fazla olması nedeniyle polimerler oldukça önemli bir yere sahiptirler. Bu polimerik malzemelerin özellikleri farklı katkı maddeleri kullanılarak daha da iyileştirilerek kullanım alanları genişletilmekte olup malzemelere üstün özellikler sağlamaktadırlar. Katkı malzemesi polimer içinde oldukça iyi dağıtılmalıdır. İlave edilen katkı maddesi kompozit malzemenin bütün özelliklerini değiştirmektedir.

Bu çalışmada TiO_2 ve Al_2O_3 destek malzemelerinden farklı oranlarda kullanılarak hazırlanan polipirrol esaslı kompozit malzemeler PTSA'lı ve PTSA'sız olmak üzere iki farklı iletken polimer oluşturulmuştur. Elde edilen polipirrol esaslı kompozit malzemelerin XRD, SEM, BET, TGA, DSC, FTIR ve İletkenlik analizleri ile karakterizasyonları yapılmıştır. Bu analizlerin sonucunda katkı malzemesine göre oldukça farklı özellikler gösterdikleri belirlenmiştir

2019, 48 sayfa

Anahtar Kelimeler: Polimer Kompozitler, Polipirrol (PPy) Sentezi, Metal Oksit Katkıları

ABSTRACT

Master Thesis

SYNTHESIS AND CHARACTERIZATION OF POLYPYRROL / METAL OXIDE COMPOSITES

Fatma Sena ÖZPEKER

Atatürk University
Graduate School of Natural and Applied Sciences
Department of Chemical Engineering
Division of Process and Reactor Design

Supervisor: Assoc. Prof. Dr. Hatice BAYRAKÇEKEN

Polymers have a very important place due to their high usage areas. The properties of these polymeric materials are further improved by using different additives, expanding their application areas and providing superior properties to the materials. The additive material should be well dispersed in the polymer. The added additive changes all properties of the composite material.

In this study, polypyrrole-based composite materials prepared using different ratios of TiO_2 and Al_2O_3 support materials were formed. Polymers of polypyrrole-based composite materials were characterized by XRD, SEM, BET, TGA, DSC, FTIR and Conductivity analyzes. As a result of these analyzes, it has been determined that they show very different characteristics according to the additive material.

2019, 48 pages

Keywords: Polymer Composites, Polypyrrole (PPy) Synthesis, Metal Oxide Additives

TEŞEKKÜR

Yüksek lisans eğitim sürecinde danışmanlığımı yapan, bana her konuda yol gösteren, her konuda bilgisini, tecrübesini ve desteğini esirgemeyen, karşı karşıya kaldığım problemlerde yanımda olan, sabrı ve yüreğinin güzelliği ile bu tezin hazırlanmasında ve yazılmasında beni teşvik edip yönlendiren kıymetli hocam Sayın Hatice BAYRAKÇEKEN’e teşekkürlerimi sunarım.

Her koşulda desteklerini esirgemeyen, en kötü günümde yanımda olan varlıklarını her daim hissettiren benim canım ailem; şefkati ve güzel yüreği ile bizi her zaman destekleyen canım fedakâr annem, süreç boyunca okul önünde beni bekleyen eğitim konusunda bizi her daim azımlendiren babaların en mükemmeli canım babam, benim bu hayatta ki yoldaşlarım her şeylerim kardeşlerime sonsuz teşekkürlerimi sunarım.

Yüksek lisans süreci boyunca yardımlarını esirgemeyen çalışma arkadaşlarım güzide insanlar Şaban TURAN ve Meryem GÖDEKMERDAN’a çok teşekkür ederim.

Fatma Sena ÖZPEKER

Nisan, 2019

İÇİNDEKİLER

ÖZET.....	i
ABSTRACT.....	ii
TEŞEKKÜR.....	iii
SİMGELER ve KISALTMALAR DİZİNİ	vi
ŞEKİLLER DİZİNİ.....	viii
ÇİZELGELER DİZİNİ	x
1. GİRİŞ.....	1
2. KURAMSAL TEMELLER.....	5
2.1. Polimerler	5
2.2. Polimerlerin Sınıflandırılması	5
2.3. Polimerlerin Erime ve Camsı Geçiş Sıcaklığı	8
2.4. Polimerlerin Polimerleşme Prosesleri	9
2.5. İletken Polimerler	9
2.5.1. İletken polimerlerin tarihsel gelişimi	9
2.5.2. İletken polimerlerin tanımı ve metallerle karşılaştırma	10
2.5.3. İletken polimer çeşitleri.....	11
2.5.4. İletken polimerlerin sentezi	13
2.5.5. İletken polimerlerin kullanım alanları.....	16
3. MATERYEL ve YÖNTEM	18
3.1. Deneysel Yöntem	18
3.1.1. Kullanılan Kimyasallar.....	18
3.1.2. Katkılı kompozit polimerlerin hazırlanması.....	19
3.2. Sentezlenen Kompozit Malzemelerin Karakterizasyon Yöntemleri	20
3.2.1. XRD çalışmaları	20
3.2.2. SEM görüntüleri	20
3.2.3. BET analizleri.....	20
3.2.4. TGA ve DSC analizleri	20
3.2.5. FTIR analizleri	21
4. ARAŞTIRMA BULGULARI ve TARTIŞMA.....	22

4.1. XRD sonuçları	22
4.2. SEM sonuçları	25
4.3. BET sonuçları	31
4.4. TGA sonuçları	31
4.5. DSC sonuçları	37
5. SONUÇLAR ve ÖNERİLER	44
KAYNAKLAR	45
ÖZGEÇMİŞ	48



SİMGELER ve KISALTMALAR DİZİNİ

Simgeler

°C	Santigrat Derece
µm	Mikrometre
A	Kesit alanı
cm	Santimetre
dak	Dakika
g	Gram
l	Uzunluk
L	Litre
mg	Miligram
mL	Mililitre
n	Mol
R	Direnç
V	Potansiyel
ρ	İletkenlik

Kısaltmalar

ABS	Akrinolitrik bütadien stiren
APS	Amonyum Peroksidisülfat
APS	Peroksidisülfat
PA	Poliasetilen
PANİ	Polianilin
PC	Polikarbonat
PE	Polietilen
PET	Polietilenteraftalat

PFu	Polifuran
PIn	Poliinden
PInd	Vepoliindol
PMMA	Polietilmetakrilot
PPY	Polipirol
PS	Polistiren
PTP	Politiyofen
PTSA	p-Toluen Sülfonik Asit
PVC	Polivinil klorür

ŞEKİLLER DİZİNİ

Şekil 1.1. Polimer örneği	1
Şekil 2.1. Polimer ve metaller için iletkenlik skalası.....	11
Şekil 2.2. Konjüge yapıya sahip iletken polimerler	12
Şekil 2.3. PPy'nin açık molekül formülü.....	12
Şekil 4.1. Katkı maddesi olarak TiO_2 içeren PTSA'lı kompozit polimer XRD malzemenin grafiği.....	22
Şekil 4.2. Katkı maddesi olarak TiO_2 içeren PTSA'sız kompozit polimer XRD malzemenin grafiği.....	23
Şekil 4.3. Katkı maddesi olarak Al_2O_3 içeren PTSA'lı kompozit polimer XRD malzemenin grafiği.....	23
Şekil 4.4. Katkı maddesi olarak Al_2O_3 içeren PTSA'sız kompozit polimer XRD malzemenin grafiği.....	24
Şekil 4.5. TiO_2 , Al_2O_3 ile olan farklı bileşimlerdeki polimer kompozitlere ait SEM görüntüleri	30
Şekil 4.6. Katkı maddesi olarak TiO_2 içeren PTSA'lı kompozit polimer malzemenin TGA grafiği.....	32
Şekil 4.7. Katkı maddesi olarak TiO_2 içeren PTSA'sız kompozit polimer malzemenin TGA grafiği.....	33
Şekil 4.8. Katkı maddesi olarak Al_2O_3 içeren PTSA'lı kompozit polimer malzemenin TGA grafiği.....	34
Şekil 4.9. Katkı maddesi olarak Al_2O_3 içeren PTSA'sız kompozit polimer malzemenin TGA grafiği.....	35
Şekil 4.10. Katkı maddesi olarak TiO_2 içeren PTSA'lı kompozit polimer malzemenin DSC grafiği.....	37
Şekil 4.11. Katkı maddesi olarak TiO_2 içeren PTSA'sız kompozit polimer malzemenin DSC grafiği.....	37
Şekil 4.12. Katkı maddesi olarak Al_2O_3 içeren PTSA'lı kompozit polimer malzemenin DSC grafiği.....	38

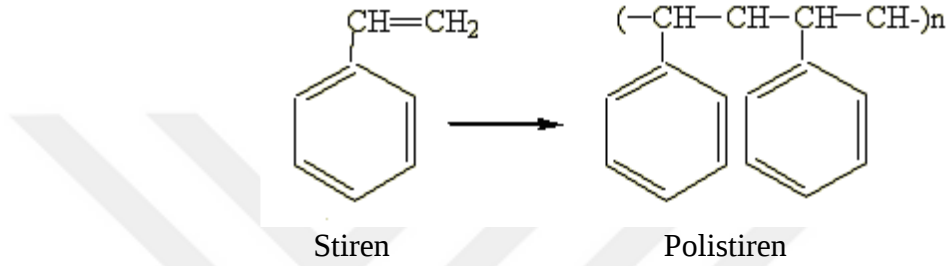
Şekil 4.13. Katkı maddesi olarak Al_2O_3 içeren PTSA'sız kompozit polimer malzemenin DSC grafiği.....	38
Şekil 4.14. Katkı maddesi olarak TiO_2 içeren PTSA'lı kompozit polimer malzemenin FTIR grafiği.....	41
Şekil 4.15. Katkı maddesi olarak TiO_2 içeren PTSA'lı kompozit polimer malzemenin FTIR grafiği.....	42
Şekil 4.16. Katkı maddesi olarak Al_2O_3 içeren PTSA'lı kompozit polimer malzemenin FTIR grafiği.....	42
Şekil 4.17. Katkı maddesi olarak Al_2O_3 içeren PTSA'lı kompozit polimer malzemenin FTIR grafiği.....	43

ÇİZELGELER DİZİNİ

Çizelge 2.1. Polimerlerin Kullanım Alanları	16
Çizelge 3.1. Kullanılan destek malzemeleri ve yüzey alanları	18
Çizelge 3.2. Farklı bileşimlerde hazırlanan polimer kompozit malzemelerin numaralandırılma	19
Çizelge 4.1. BET Yüzey alanı sonuçları	31
Çizelge 4.2. TiO_2 ve Al_2O_3 ile olan farklı bileşimlerde ki polimer kompozit malzemenin toplam ağırlık kayıpları	36
Çizelge 4.3. TiO_2 ve Al_2O_3 katkılı farklı bileşimlerde ki polimer kompozit malzemenin camsı geçiş sıcaklığı	39

1. GİRİŞ

Monomerler birleşerek yüksek molekül ağırlığına sahip polimerleri oluşturmaktadır (Akar 1989).



Şekil 1.1. Polimer örneği

Polimerler aynı moleküllerden oluşabileceği gibi, moleküllerin bir araya gelmesiyle de oluşabilirler. Monomerlerin birbirine tutunması elektron çiftlerini paylaşmaları ile gerçekleşmektedir. Monomerler bu şekilde ortak bağ kurduklarında ortaya bu yapı çıkmaktadır. Bu yapının şeklini belirleyen monomerlerin bağ sayısıdır. Eğer bir monomer sadece iki farklı moleküle bağlanırsa ortaya zincire benzer bir polimer, üç farklı moleküle bağlanır ise üç boyutlu bir yapı oluşuyor (Atasoy 1999).

Polimerler doğada da bulunmaktadır. Örneğin DNA ve RNA doğal polimerlerdendir. İpek, yün, tırnaklarımız ve saçlarımızda doğal polimerlerdir fakat polimerlerin bakteri vs. gibi faktörler ile parçalanma gibi olumsuz bir özelliği vardır (Akar 1989).

Günümüzde kullanım alanlarının oldukça fazla olması nedeniyle polimerik malzemeler hayatımızda önemli bir yere sahiptir. Yiyeceklerimizin saklanmasıyla giydiğimiz kıyafetlere kadar hayatımızın her alanında yer almaktadırlar. Bu nedenle polimerler, insanların hayat kalitesini artırmak adına önemli bir yere sahiptir (Goel 2010). Metalize termoplastik malzemeler artık koruyucu olarak da kullanılmaktadır. Örneğin, polimerlerinden kurşun geçirmez yelekler yapılmakta, ışık geçirgenliğine iyi olan

levhalar hazırlanabilmektedir. Polimerler son yıllarda önemli gelişme göstererek metaller ile aynı oranda kullanılmaya başlanılmıştır. Yüksek frekanslı elektromagnetik alanlara maruz kalan kişiler için metalize edilmiş kumaşlar geliştirilmiştir. Bu malzemenin ucuz, kolay işlenebilir, hafif ve yüksek dirence sahip olmaları geliştirilme nedenleri için aranılan özelliklerdir. Ayrıca yüksek elektriksel özelliklere ve yeterli mekanik dayanıma sahiptirler(Bott 1985). Yüksek elektriksel özelliklerinden dolayı organik polimerlerin yaklaşık olarak hepsinin oda sıcaklığında çok düşük iletkenliğe sahip olduğu bilinmekteydi. Polimerler düşük iletkenliğe sahip olmalarından, dolayı dolayı uzun yıllar elektriksel açıdan yalıtkan malzeme olarak kullanılmışlardır(Huang, 2009). Poliasetilen ile yapılan çalışmada polimerlerin düşük iletkenliğe sahip oldukları ilk kez anlaşılmıştır. Yapılan çalışmalar ile π bağlarına sahip olan anilin, pirol, furan, tiyofen, inden ve azulen gibi organik malzemelerden iletken polimerler sentezlenmiştir (Yalçın ve Gürü 2002). Çok sayıdaki çalışmada polipirol, polianilin, politiyofen ve polifenilen gibi konjuge polimerler elektrik iletkenliği nedeniyle iletken polimer olarak adlandırılmışlardır (Atkins and Jones 1999). İlerleyen yıllarda yapılan çalışmalarda farklı iletken polimerlerin sentezi ve mevcut da var olan iletkenlerinde iletkenlik değerlerinin artırılması yönünde önemli gelişmeler gözlenmiştir

İletken polimerler elektriği iletme veya dağıtma özelliğe sahip polimerlerdir ve iki gruba ayrılırlar. Birinci tür polimer karbon siyahı, metal tabakaları ve metal fiberleri gibi iletken dolgu maddeleri ile oluşturulmuş polimerlerdir ve bunların çoğu ticari polimer olarak kullanılır (Fred, 1984). İkinci tür polimer kendiliğinden iletken olup kimyasal yapıları nedeniyle kendi molekül zincirleri boyunca elektriği dağıtabilen ve iletebilen polimerlerdir (Akar 1989).

İletken polimerlerin çeşitli katkı maddeleri kullanılarak, metallerle kıyaslanacak kadar elektriksel iletkenliklerinin yüksek oranda olduğu saptanmıştır. Metaller polimerlere oranla daha yüksek dirençli malzemelerdir, ayrıca genleşme oranları da polimerlere kıyasla daha yüksektir (Harun, 2008). Fakat ağır ve pahalı olma gibi dezavantajları da mevcuttur. Polimerler de işlenme kolaylığı, mekanik davranışları, esnek yapıları ve düşük yoğunluğa sahip olmaları gibi avantajları bulunmaktadır (Kalaycı 2008).

İletken polimerler arasında Polipirol (PPy) ve türevleri, teknolojik uygulamalar için elverişli olması, elektriksel özelliği çevresel kararlılığı ve kimyasal ve elektrokimyasal sentezinin daha kolay olması nedeniyle en yoğun şekilde uygulanamaya ve incelenmeye alınmış grubu oluşturmuştur (Pratt 1996).

Zamanla tükenen doğal materyallerin yerine kullanılan polimerler geniş bir uygulama alanına sahiptir. Polimerler üzerinde hem deneysel hem de teorik çalışmalar sürdürülmektedir. İletken polimerler çeşitli özelliklerinden ötürü şarj olabilen piller, fotoelektrokimsayal hücreler ve iyon seçici elektrotların yapımında sensörlerde ve daha birçok uygulama alanında kullanılmaktadır (Macdonald, 2005).

Son yıllarda sentetik polimerler ile ilgili bilimsel çalışmaların çok hızlı gelişimine şahit olunmuştur. Polimer teknolojisindeki büyüme hızı gelişmiş ülkelerde yaklaşık olarak % 10'dan fazladır. İleriki yıllarda yıllık polimer üretiminin 300-400 milyon ton olması beklenmektedir. Günümüzde de büyük kapasitelerde üretilen ve günlük hayatta kullanımı yüzlerce tonu bulan Polivinil klorür(PVC), Polietilen(PE), Polistiren(PS) gibi polimerlerin yanı sıra mühendislik polimerleri de spesifik ve üstün özellikleri sebebi ile çalışmalar da önemli rol almaktadır (Pratt 1996; Şahmetlioğlu vd 2007).

Polimerik malzemelerin özellikleri farklı katkı maddeleri kullanılarak daha da iyileştirilebilmekte ve üstün özellikler kazandırıldığı için kullanımları genişlemektedir. Katkı malzemesi polimer içerisinde çok iyi dağılmaktadır. İlave edilen katkı maddesi kompozit malzemenin bütün özelliklerini değiştirmektedir.

Bu çalışmada kullanım alanı en yaygın olan iletken polimerlerden birisi olan polipirol (PPy) kullanılmıştır. Çok sayıda çalışma da polipirol gibi konjuge polimerlere odaklanmıştır. Yaptığımız çalışmada polipirol esaslı kompozit malzemeye farklı oranlarda yaptığımız ilave ile elde ettiğimiz malzemelerin özellikleri incelenmiştir. Bu çalışmada, TiO_2 ve Al_2O_3 olmak üzere iki farklı katkı maddesi kullanılarak polimer sentezi gerçekleştirilmiştir. Sentezlenen bu polimerlerin karakterizasyonu XRD, SEM, BET, TGA, DSC, FTIR ve İletkenlik analizleri ile yapılmıştır. Katkı maddelerinin türleri

değiştirilerek bu maddelerin etkileri incelenmiştir. Sentezlenen bu malzemelerin elektriksel iletkenlikleri de ölçülmüştür.



2. KURAMSAL TEMELLER

2.1. Polimerler

Polimerler büyük moleküllerden oluşan maddelerdir. Büyük polimer molekülleri kovalent bağlar ile bir araya gelerek polimerleri oluşturmaktadır. Kovalent bağlar ile bağlanarak polimeri oluşturan maddelere ‘monomer’ adı verilir (Rempp and Merril 1991; Saçak 2006). Monomer iki veya daha fazla bileşiğin birleşmesi ile oluşmuş yapıdır (Akar 1989).

Bu polimer moleküllerinin oluşturduğu tepkimelere ise ‘polimerleşme’ denir. Polimer molekülü binlerce monomer biriminden oluşan tek bir zincir içeriyorsa böyle polimerlere ‘doğrusal polimer’ denir. Diğer bir polimer şekli ise dallanmış yapıdır.

Eğer bir polimer zincirinin içerdiği monomerlerin cinsi bir ise ‘homopolimer’ iki ise ‘kopolimer’ üç ise ‘terpolimer’ adını alır (Rempp and Merril 1991; Saçak 2006).

2.2. Polimerlerin Sınıflandırılması

Polimerler özellikleri bakımından farklı şekilde sınıflandırılabilirler. Polimerlerin selüloz, nişasta, doğal kauçuk gibi doğada bulunabilen örnekleri ‘doğal polimerler olarak adlandırılır. Yapay olarak elde edilenleri ise ‘yapay (sentetik)polimer’ olarak adlandırılır. İşleme yöntemlerine göre yapılan polimerler ise ‘termoplastik’ ve ‘termoset’olarak ayrılır. Termoplastik malzemeler ısıtıldıklarında kalıcı değişime girmez akıcı hale gelir ve soğutulduklarında bulunduğu kabın şeklini alırlar (Ingham, 2000). Termoset malzemeler ise ısı işlemi ile sadece bir kere istenilen şekli alabilirler. Polimerler, “organik” ve “inorganik” olarak da sınıflandırılabilirler. Organik polimerler yapılarında hidrojen, oksijen, azot ve halojen atomlarını barındırır. İnorganik polimerler ise, ana zincirlerinde karbon atomu içermezler (Yalçın ve Gürü 2002).

Polimerlerin camsı geçiş sıcaklığı T_g , erime sıcaklığı ise T_m 'dir. Düşük sıcaklıkta bütün polimerler katıdır. Sıcaklık artırıldığı zaman belli bir kinetik enerjiye sahip olurlar ve viskoz bir sıvı gibi davranırlar. Cam gibi katı ama amorf yapıya sahip olabilirler. Polimer kristali yarı kristal bir yapıdadır yani kristal ve amorf bölgeler içerir (Lee, 2009).

Düzensiz karışık yapıya sahip polimer çeşitlerine amorf yapıya sahip polimerler denilmektedir. Bu yapıdaki polimerlerin dayanımı ve sıcaklık direnci düşüktür, yapışma yani tutunma özelliği genel anlamda iyidir, saydamdır aynı zamanda maliyetleri düşüktür. Bu polimerlere örnek olarak polimetil metakrilat (PMMA), polistiren (PS), akrilonitril bütadien stiren (ABS), polikarbonat (PC) ve polivinil klorür (PVC) verilebilir.

Basit yapıya sahip polimer yapılarına ise kristal yapı denilmektedir. %100 kristal yapıya sahip polimer bulunmamaktadır.

Yarı kristal yapıli polimerlerde ise amorf ve kristal bölgeler birlikte bulunur. Bu yapıdaki polimerlerin dayanma mukavemeti ve sıcaklık direnci oldukça düşüktür, kimyasal direnci oldukça iyidir, nem emilimi yok denecek kadar azdır, elektriksel özellikleri iyidir ve maliyetleri oldukça düşüktür. Bu yapıdaki polimerlere örnek olarak polietilen (PE), polipropilen (PP), poliamid (PA) ve polietilen teraftalat (PET) verilebilir (Fried 1995; Epstein 1999).

Polimerleşme iki farklı türden oluşur. Birincisi kademeli tepkime ile polimerleşme, ikincisi ise katılma veya zincir tepkimesi ile polimerleşmedir (Wang, 2004).

Polimerleşme proseslerinde de dört farklı polimerleşme çeşidi değerlendirilmektedir. Bunlar kütle polimerleşmesi, çözücü içinde polimerleşme, boncuk(süspansiyon) polimerleşmesi ve emülsiyon polimerleşmesidir (Akar 1989).

Polimerlerin heterojen karışımları “kompozit malzemeler” olarak adlandırılır (Atkins and Jones 1999). Kompozit malzemeler birçok bileşikten oluşmuş, bir ara yüzeye sahip birbirinden ayrılmış halde olan yapılardan oluşmaktadır. Bileşenler kompozit

içerisindeki özelliklerini korumaktadırlar. Kompozit malzemeler bileşenlerin en iyi özelliklerini bir arada barındırabilmektedir(Yalçın, Gürü,2002).

Polimer kompozit veya "Fiberglas" cam elyafı ile takviye edilmiş poliester reçineler karışımdır. Cam elyafı katkı oranlarında poliester reçineye istenilen sertlik, fiziksel özellikler kazandırmaktadır. Amacı veya talebi yanıtlayabilmek için inorganik dolgu maddeleri ve pigmentler(boyar maddeler) çeşitli fiziksel yöntemler ile katılarak polimer kompozitlerin çeşit zenginliği arttırılmaktadır. Bu bilinen karbon fiber, cam fiber gibi polimer kompozitlere alternatif olarak polimer nanokompozitler/yüksek performanl polimerler son 20 yılda hızla gelişmektedir. Birçok nanokompozit polimer nanometre ölçütündeki tanecik boyutları nitelik ve şekil özellikleri değiştirildiğinde elde edilmektedir. Nano katkılı polimerler aşağıdaki gibi sınıflandırılmaktadırlar.

- Kil-polimer nanokompozitler
- Metal- polimer nanokompozitler
- Karbon Nanotüp polimer nanokompozitler

Kompozit malzemeler üç ana gruptan oluşmaktadır. Birinci grup, termoset ve termoplastik polimer malzeme olarak sürekli fazı oluşturmaktadır. İkinci grup, kompozit yapının temel mukavemet elemanlarıdır. Üçüncü grup ise, matrise niteliklerine göre özelliklerin geliştirilmesi amacıyla takviye edilirler.

Kompozit malzemeler; yüksek mukavemet, hafiflik, esneklik, yüksek korozyon karşı direnç, şeffaflık, yanmazlık özelliği, sıcaklıktan etkilenmemesi, içerisine farklı malzemelerin gömülebilmesi ve kesilip delinebilme gibi birçok özelliğe sahip olduklarından, uçak, savunma, yapı, inşaat, korozyon dayanımı gerektiren uygulamalar, elektrik-elektronik, denizcilik, kara taşıtları ve özel amaçlı uygulamalarda yaygın olarak kullanılmaktadırlar (Kalaycı 2008).

2.3. Polimerlerin Erime ve Camsı Geçiş Sıcaklığı

Farklı yapıda ki zincirlerden amorf ve yarı kristal halde olan polimerler camsı geçiş sıcaklığında yumuşarlar. Isıtma sürdürüldüğü zaman polimerler erime noktasında sıvılaşır. Bu ısı geçişler sırasında polimerlerin bazı fiziksel özelliklerinde değişimler oluşturmaktadır. Isıtılan veya soğutulan polimerin örneğin özgül hacmi gözlemlenerek, camsı geçiş ve erime sıcaklıkları elde edilebilir.

Tam kristal haldeki maddelerin özgül hacimleri sıvılaşma noktasına gelene kadar rutin bir hızda artar. Sıvılaşma noktasına geldiğinde yapı bozularak madde sıvılaşır. Sıvılaşma olduğu içinde hacimde sıçramalar gözlenir. Hal değişiminin gözlenir. Çapraz bağ yapılı, pek çok polimerlerin T_g ve T_e sıcaklıkları yoktur. Bu nedenle çapraz bağlı polimerlerde bozunmalar gözlenmektedir.

Camsı geçiş sıcaklığından daha düşük sıcaklıktaki termoplastikler sert ve oldukça kırılgandır. Camsı geçiş sıcaklığına geçiş yapıldığında yarı kristal haldeki polimerlerin kristal bölgeleri amorf bölgeler için bağlayıcı rol üstlenmektedir ve erime sıcaklığına kadar polimer esnekliğini korur. Erime sıcaklığından daha fazla bir sıcaklığa sahip polimer sıvılaşır. Camsı geçiş sıcaklığından daha düşük sıcaklıkta sert ve kırılgan yapıya sahip olan amorf polimerler, camsı geçiş sıcaklığından daha yüksek sıcaklıkta ise kauçuk özellikleri gösterirler ve zamksı davranışlarından sıvılaşır. Bu tür davranışlar gösterebilen maddelere termoplastik denilir.

Camsı geçiş sıcaklığından daha düşük sıcaklığa sahip olan polimerlerin amorf ve kristal yapıya sahip bu bölgelerindeki zincirlerde olan atomlar, öteleme, titreşim, makaslama gibi ufak moleküller içinde atom hareketlerini devam ederler. Fakat polimer halkaları eğilip-bükülme gibi davranışlarını camsı geçiş sıcaklığı altında yapamazlar. Bu nedenle dış etmenler altında yapı içerisindeki hallerini değiştiremezler ve verilen enerjinin birikeceği bağlar üzerinde kırılmalar gerçekleşir. Camsı geçiş sıcaklığına ulaşıldığında amorf bölgelerdeki polimer zincirleri esnek hareketler yapabilirler. Bu anlamda camsı geçiş sıcaklığı zincir hareketlerinin başladığı sıcaklıktır (Oliveira, 2003).

Polimerlerin özellikleri ve kullanım yerleri camsı geçiş sıcaklığı ile doğrudan ilişkilidir. Camsı geçiş sıcaklığı üzerinde kullanılan polimerlerde dıştan yapılan mekaniksel etkiler zincir hareketleriyle karşılanarak enerji polimer örgüsünde dağıtılır. Alışveriş poşetleri yapımında kullanılan polietilen bu tip polimerdir ve ele yumuşak gelir. Polietilenin camsı geçiş sıcaklığı -100°C ise yumuşama noktası üstünde kullanılıyorsa kırılma, bükülme gibi fiziksel etkilerden etkilenmez (Omastova, 2003).

Polisitiren, ayran ve yoğurt kaplarının yapımında, ambalaj köpüğü olarak ve ısı yalıtımı amacıyla son yıllarda binaların mantolanmasında kullanılan, camsı geçiş sıcaklığı 100°C dolaylarında olan polimerlerdir (Saçak 2012).

2.4. Polimerlerin Polimerleşme Prosesleri

Monomerin yapısına, polimerin kullanım alanına ve masraflar göz önünde bulundurularak polimer için uygulanacak yöntem seçilmelidir (Sari, 2003). Molekül ağırlığı, yan tepkimelerin kontrolü ve polimerleşme hızının ayarlanması da göz önünde bulundurulması gereken önemli parametrelerdendir. Dört farklı polimerleşme çeşidi yer almaktadır. Bunlar kütle polimerleşmesi, çözücü içinde polimerleşme, boncuk polimerleşmesi ve emülsiyon polimerleşmesidir (Akar 1989).

2.5. İletken Polimerler

2.5.1. İletken polimerlerin tarihsel gelişimi

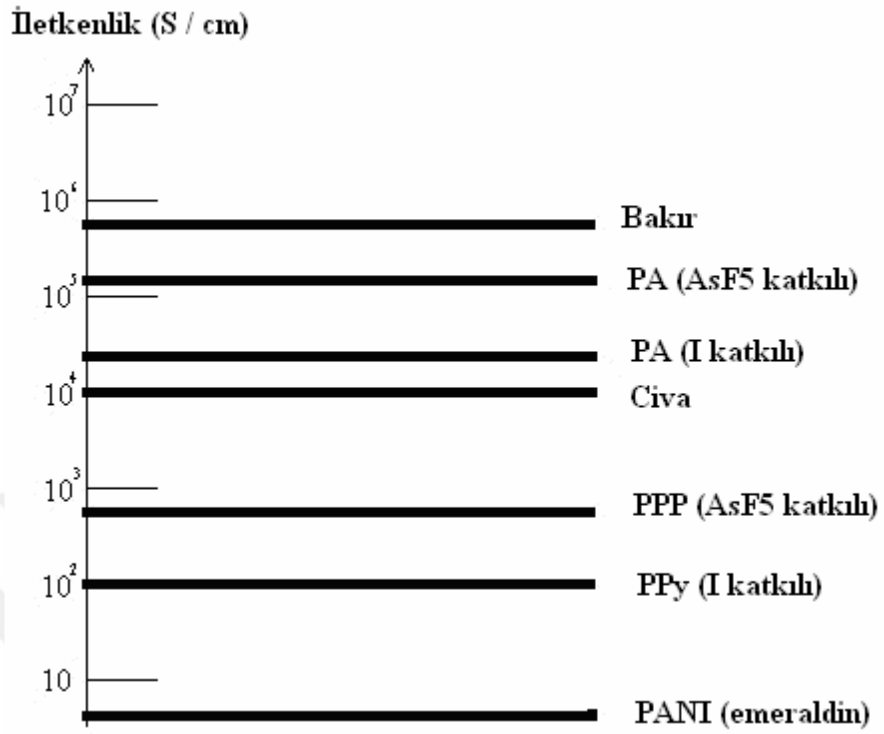
İletken polimerler ile ilgili ilk çalışma 1835 yılında polianilinin (PANI) elektrokimyasal sentezidir ve PANI için anilin siyahı terimi kullanılmıştır. 1958 yılında PA ilk kez siyah bir toz halinde sentezlenmiştir. İletkenliği ise 7×10^{-11} ile $7 \times 10^{-3} \text{ S / m}$ arasında bulunmuştur. 1970 yıllarında PA gümüş renkli olarak sentezlenmiştir. I gibi bileşenler ile katkılандığında altın rengine döndüğü iletkenliğinin ise yaklaşık olarak 104 S / m olduğu görülmüştür (Sari, 2009). 1980 de ise poliheterosiklikler keşfedilmiş ve iletkenliklerinin havaya karşı PA'dan daha kararlı oldukları gözlenmiştir (Pamuk, 1988).

İlerleyen yıllarda farklı polimer ve türevleri az baskın bir oksitleyici ile veya indirgen kullanılarak sentezlenmiştir. İletkenlik mekanizmalarını anlamak amacıyla birçok çalışma yapılmıştır ve halen günümüzde çalışmalara devam edilmektedir (Kalaycı 2008).

2.5.2. İletken polimerlerin tanımı ve metallerle karşılaştırma

Organik polimerler temel hallerinde yalıtkandır fakat yükseltgen veya indirgen bir madde ile reaksiyona sokulduklarında metaller ile karıştırılacak düzeyde iletken polimerler elde edilir. Polimerler metallere göre kolay işlenebilen, esnek, estetik görüntüye sahip, hafif ve kimyasal açıdan nötr bir yapıya sahiptir (Su, 2007).

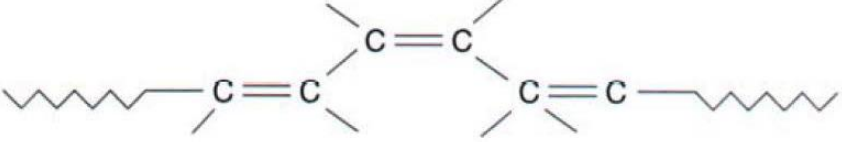
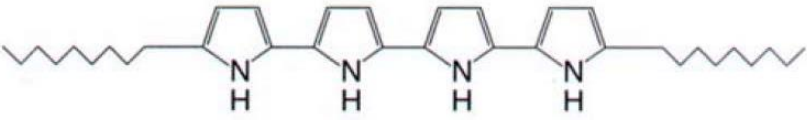
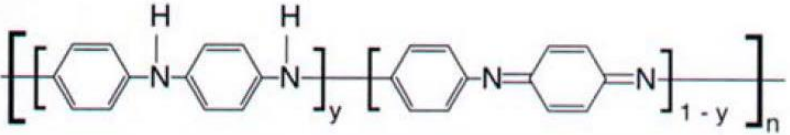
Uygun bir reaktif kullanılarak monomerin indirgenmesi veya yükseltgenmesi yöntemi ile elde edilen polimer “iletken polimerler” denir (Fried 1995). Bu işleme “dop etme (katkılama)” denir. “Dopant” adı verilen atom veya moleküller kullanılır. Genelde; Oksitleyici katkılama malzemesi olarak ; I, AsCl₅, FeCl₃, NOPF₆, indirgeyici dopant olarak sodyum naftalid kullanılmaktadır (Pratt 1996).



Şekil 2.1. Polimer ve metaller için iletkenlik skalası (Pratt 1996)

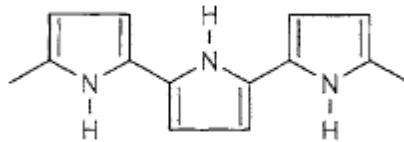
2.5.3. İletken polimer çeşitleri

Günümüzde birçok iletken polimer çeşidi bilinmektedir. Bunlar poliasetilen (PA), polianilin (PANI), polipirrol (PPy), politiyofen (PTP), polifuran (PFu), polifenilen (PP), poli(para-fenilen) (PPP), poli(vinil klorür) (PVC), poliinden (PIn) ve poliindol (PInd) olarak sayılabilir (Fried 1995; Epstein 1999).

Polimer	Yapısı
Poliasetilen	
Polipirol	
Politiyofen	
Poli-parafenilen	
Polianilin	

Şekil 2.2. Konjüge yapıya sahip iletken polimerler

Polipirol(PPY);



Şekil 2.3. PPY'nin açık molekül formülü (Holze 2001)

Şekil 2.2'de açık formülü verilen PPy, pirolün H_2O_2 ile sentezinden amorf toz bir ürün elde edilmiştir. Daha sonra elektrokimyasal sentez yöntemi ile Pt elektrot üzerinde pirolün H_2SO_4 ile yükseltgenmesinden PPy elde etmiştir.

Pirol ve türevleri ile sulu ve susuz ortamda çalışılabilmektedir. PPy ve türevleri genellikle pirolün kimyasal ve elektrokimyasal oksidasyonu ile elde edilmektedir. Pirolün kimyasal polimerizasyonunda başlatıcı etken madde olarak en çok amonyum persülfat (APS), FeCl_3 , CuCl_2 ; dopant olarak da su ve asetonitril kullanılmaktadır (Saçak 2006). PPy'nin diğer polimerlere nazaran yüksek sıcaklıkta kararlı olması ve iyi bir elektrot olarak kullanılabilmesi en önemli özellikleri arasındadır (Fried 1995; Holze 2001).

2.5.4. İletken polimerlerin sentezi

Polimerler, katılma ve kondenzasyon polimerizasyonu olmak üzere iki şekilde sentezlenebilirler. Katılma polimerizasyonunda monomerler hedef birimlere ard arda katılarak zincir oluştururlar. Temel reaksiyonlar genelde aktif halkalarla monomer molekülleri arasındadır. İlk başlarda yüksek mol kütleli polimer ortamda mevcuttur. Aşamalı polimerizasyon fonksiyonel gruplar taşıyan moleküller arasında adım adım ilerler. İlk olarak iki molekül tepkimeye girer bir dimer oluşturur (Sun, 2009). Dimer başka bir monomer ile etkileşime girerek trimer veya kendisi gibi bir dimer ile etkileşerek tetramere dönüşür. Bu şekilde zincirler oluşmaya devam eder. Polimerizasyon ortamında bulunan her molekül birbirleriyle tepkimeye girebilir. Bu şekilde polimerin kütlesi uzun bir zaman aralığında büyür (İnternet).

Kondenzasyon polimerizasyonu; Kondenzasyon tepkimeleri $-\text{OH}$, $-\text{NH}_2$, $-\text{COOH}$ türü fonksiyonel gruplar taşıyan moleküller arasında gözlenir. Tepkimedeki moleküller içerisinde küçük olan molekül ayrılır ve bu molekül genellikle sudur. Kondenzasyon tepkimeleri ile polimer elde edilebilmesi için en az iki noktadan kondenzasyona girebilecek kimyasal maddeler gereklidir. Kondenzasyon tepkimelerinde mevcut noktadan hızla ilerlemesi polimer zincirleri oluşur (Macdonald, 2005). Polimerleşme için kullanılacak yöntem polimerin yapısına, üretilen polimerin kullanım alanına ve masraflara bağlı olarak seçilir. Polimerleşme proseslerinde göz önünde bulundurulması gereken parametreler bulunmaktadır. Bunlar molekül ağırlığı, molekül dağılımı, oluşan yan tepkimeler ve polimerleşme hızı gibi değişkenler polimerleşme tepkimeleridir. Dört

farklı polimer çeşidi vardır. Bunlar kütle polimerleşmesi, çözücü içinde polimerleşme, boncuk (süspansiyon) polimerleşmesi ve emülsiyon polimerleşmesidir (Akar 1989).

1) Kütle polimerleşmesi;

Kütle polimerizasyonunu başlatıcı etkenler ısı, ışın vb gibi yardımcı maddelerdir. Sıvı, katı veya gaz haldeki monomerler bu yardımcı etken maddeler ile polimerleştirilebilse polimerizasyon daha elverişli hale gelmektedir(Talu, 2001)

Üretilen polimer saf haldedir. Bunun nedeni ortamda başka kimyasal olmamasıdır. Ortamdaki ısı kontrol altına alınmalıdır. Alınmaz ise polimerin özelliği bozulabilir. Oluşan ürün doğrudan satışa sunulabilir. Kütle polimerizasyonun diğer polimerizasyon çeşitlerine göre uygulama kolaylığı, ekonomik olması, polimerizasyon hızının yüksek olması gibi avantajlara sahiptir (Tu, 2009).

2) Çözücü içinde polimerleşme;

Çözücü içinde polimerleşme türünde, polimerizasyon meydana gelen monomerler reaksiyona katılmayan inert bir çözücü içinde polimerleştirilir. Polimerizasyon bir faz içinde gerçekleştirilir. Bunun için uygun görülen bir çözücü faz seçilir ve polimerleşme işlemi başlatılır. Homojen ve heterojen olmak üzere iki farklı çözelti prosesleri vardır.

Çözücü bulunduğu yeri seyrelttiği için viskozite azalır, karıştırma işlemi basit bir hal alır ve daha etkin bir ısı transferi gerçekleşir. Bu polimerizasyon işleminde saf polimerlere ulaşılabilmesi için çözücünün uzaklaştırılması zor ve masraflıdır (Türkaskan, 2006).

3) Süspansiyon polimerleşmesi;

Bu polimerleşme prosesinde birbiri içinde homojen dağılmayan bir sıvı içerisinde dağıtılıp sıvı içinde asılı tutulması sırasında oluşan polimerleşme çeşididir. Bu polimerizasyonda iyi bir karıştırma sağlanarak monomerin su içerisinde dağıtılması sağlanır ve faz ayrılmasının önüne geçilir. Sıvı olarak su kullanılmaktadır. Oluşan damlacıkların içinde sıcaklık ve başlatıcılar sayesinde polimerizasyon gerçekleşmektedir. Başlatıcılar yardımıyla oluşan bütün damlalar içerisinde polimerleşme başlar (Ülger, 2006).

Su içerisinde dağılan monomer damlalarının çapı değişmektedir. Monomer damlaların birleşmesini önleyen stabilizatör denilen kimyasallar katılır. Meydana gelen polimerlerdeki damlacıklarda kıvam artışı meydana gelmektedir. Kritik yapışma sayesinde sert polimer tanelerine dönüşür. Polimerizasyon da elde edilen toz polimer suda süzülerek uzaklaştırılır ve kurutulur. Granül şeklinde paketlenir. Bu polimerizasyon çeşidinin avantajları; ısı aktarımının basitliği, viskozitenin az olması, sıcaklık denetiminin sağlanabilmesi, kaplama veya boya olarak kullanılabilmesidir (Demirboğa, B.1999).

4) Emülsiyon polimerleşmesi;

Emülsiyon polimerleşmesi yapıcılar kullanılarak su içinde dağıtılmış monomerlerin polimerleştirilmesi yöntemidir. Emülsiyon yapıcılar bir tarafı suda diğer bir tarafıda monomerde bulunabilen ve çözünebilen kimyasallardır (Choi, H-J2009). Suyu seven emülsiyon yapıcı maddeler suda çözünür ve suyu seven kısımlar yan yana sıralanarak top haline gelmektedir. Bu toplara mise ismi verilmektedir. Emülsiyon polimerizasyonunda temel maddeler su, monomer, başlatıcıdır ve misel yapıcılarıdır. Misel çapı ise emülsiyon yapıcıya göre değişmektedir (Amarnath2009). Başlatıcılar misel içindeki monomer üzerinden hareket etmektedir. Monomer damlaları serbest hareket ettikleri için monomerin içine girerek polimerleşmeyi sağlamaktadır. Oluşan polimer tanecikleri çok ince halde bulunmaktadır. Emülsiyon şeklindedir (Bobade, 2009).Avantajları ise; sıcaklığın az olması, reaksiyonun rahat kontrol altına alınabilmesi, üretimin basitliği, su

ile çalışmanın rahatlığı ucuz ve kolaylık gibi, yüksek molekül ağırlığına çıkabilmesidir (Akar 1989).

2.5.5. İletken polimerlerin kullanım alanları

Çizelge 2.1. Polimerlerin Kullanım Alanları

Polimerler	Katkı Maddeleri	Kullanım Alanları
PPy	Pt, Pd TiO ₂ , WO ₃ RuO ₂ , MnO ₂ , PbO ₂ Fe ₂ O ₃ Kil Karbon siyahı CdS gibi metal sülfidler	Elektrokataliz, sensörler Elektrokromizm Fotoelektrokimyasal aygıtlar Elektrokataliz ve magnetik Cihazlar da İyon değiştiriciler ve elektrokatalizörler Çevre kirliliğinin Giderilmesin de,
PTP	Pt, Ag ve Cu Elektrokataliz	Pt, Ag ve Cu Elektrokataliz
PANİ	Pt, Ag TiO ₂ Silika ve kil	Elektrokataliz ve sensörler Elektro- ve fotokromizm Elektrokataliz
Poli(2-hidroksi-3-aminofenazin)	Au	Elektrokataliz

İletken polimerlerin kullanım alanları genel olarak iki ana grupta toplanmaktadır. Birincil grupta iletkenlikleri, ikinci gruptakilerin ise elektroaktifliği önem kazanmaktadır (Fried 1995; Pratt 1996).

İletken polimerler arasından polipirol (PPy) ve türevleri, uygulamalar açısından birçok avantaja sahiptir (Sothorn 1998).

İletken polimerler çeşitli elektrokimyasal özelliklerinden dolayı şarj edilebilen piller, fotoelektrokimyasal hücreler, sensörlerde ve daha birçok teknolojik uygulamada kullanılmaktadırlar (Fried 1995; Holze 2001).

İnsan ve çevrenin korunması amacıyla fiziksel ve kimyasal değişiklikleri ölçmek için yeni ve gelişmiş sensörlere ihtiyaç duyulmaktadır (Vargas, 1999). İletken polimerlerin sensör olarak kullanımı son zamanlarda ilgi çekmektedir (Fried 1995; Epstein 1999).

Polipirol (PPy) çeşitli katkı maddeleri yani; Pt,Pd , TiO_2 , WO_3 , RuO_2 , MnO_2 , PbO_2 , Fe_2O_3 , kil, karbon siyahı, CdS gibi metal sülfidler ile karıştırıldıklarıda kullanım alanları daha da artmaktadır (Sotherm 1998).

Başlıca kullanım alanları; elektrokataliz, sensörler, elektrokromizm, fotoelektrokimyasal aygıtlar, elektrokataliz ve magnetik cihazlarda iyon değiştiriciler ve elektrokatalizörler, çevre kirliliğinin giderilmesinde, elektrokataliz ve sensörler başlıca kullanım alanlarıdır (Pratt 1996).

Diğer kullanım alanları ise; elektrostatik materyaller, suni damar, statik olmayan kıyafetler, Piezoseramikler, Diod ve transistörler, uçak yapımı gibi alanlarda kullanılabilmektedir (Pratt 1996).

3. MATERYEL ve YÖNTEM

Organik polimerlerin hemen hemen hepsinin oda sıcaklığında çok düşük iletkenliğe sahip yalıtkanlar olduğu bilinmekteydi. Polimerler bu özelliklerinden dolayı yalıtkan malzeme olarak kullanılmışlardır. İletken polimerlere çeşitli katkı malzemeleri kullanılarak metaller ile kıyaslanabilecek kadar elektriksel iletkenliklerinin yüksek olduğu saptanmıştır. Polimerler işleme kolaylığı mekanik davranışları, esnek yapıları ve düşük yoğunluğa sahip olmaları gibi avantajları ile ön plana çıkmaktadır.

Bu çalışmamızda TiO_2 ve Al_2O_3 destek malzemelerinden farklı oranlarda kullanılarak polimer üretilmiş olup SEM, TEM, FTIR ve TG analizleri yapılmıştır.

3.1. Deneysel Yöntem

3.1.1. Kullanılan Kimyasallar

Bu çalışmamızda polimer üretimi için TiO_2 (%99,7 ve 45 m^2/g , %99,9, Alfa Aesar) ve Al_2O_3 (30 m^2/g , Alfa Aesar) kullanılmıştır. Çözelti hazırlanması için etanol (Merck) kullanılmıştır. Pirol'den polipirole geçiş için pirol(Sigma Aldrich) kullanılmıştır. Çözeltilerin hazırlanma aşamasında iletkenliği 0,065 $\mu\text{c}/\text{cm}$ olan ultra saf su kullanılmıştır. Katkı maddeleri olarak APS (Merck) ve PTSA (Sigma Aldrich) kullanıldı. Kullanılan malzemelerin temizliği için aseton (Merck) kullanılmıştır.

Çizelge 3.1. Kullanılan destek malzemeleri ve yüzey alanları

Satın alınan ticari destek malzemeler	Yüzey alanı (m^2/g)
TiO_2	45
Al_2O_3	30

Çizelge 3.2. Farklı bileşimlerde hazırlanan polimer kompozit malzemelerin numaralandırılma

Katkı Maddesi Ti_2O		Katkı Maddesi Al_2O_3	
PTSA'lı	PTSA'sız	PTSA'lı	PTSA'sız
Numune Numarası	Numune Numarası	Numune Numarası	Numune Numarası
1	2	3	4
5	6	7	8
9	10	11	12
13	17	15	16
		14	18

3.1.2. Katkılı kompozit polimerlerin hazırlanması

Yukarıdaki tabloda belirlenen gramlarda Al_2O_3 tartılıp 450 ml etanol içerisinde 30 dakika boyunca karıştırılmıştır. Başka bir balon joje de ise 9 mmol yani 0,63 g pirol tartılmış ve 300 ml saf su içerisine ilave edilmiş homojen bir karışım sağlanabilmesi için 30 dakika karıştırıcıya konulup beklenmiştir.

Diğer bir balon jodede ise 4,1 g Amonyum peroksidi sülfat (APS) tartılmış 300 ml saf su içerisine ilave edilmiştir daha sonra başka bir balon jodede 0,57 gr p-toluen Sülfonik Asit (PTSA) 300 ml saf su içerisine alınmış ve bu iki çözelti birleştirilmiştir. Aynı ayrı üç balon jodede oluşturulan bu çözeltiler 30 dakika boyunca karıştırıcıda sürekli bir şekilde karıştırılmıştır. 30 dakika sonunda üç çözelti birleştirilmiş ve 24 saat boyunca homojen bir karışım elde edebilmek adına karıştırıcıda bekletilmiştir. Elde edilen çözelti pompa yardımı ile süzüldü ve süzöntü etüvde kurutulmuştur. Böylelikle PTSA'lı Al_2O_3 katkılı polimer sentezlemiştir. Aynı işlemler PTSA konulmadan tekrarlanmıştır ve PTSA'sız Al_2O_3 katkılı polipirol polimerleri sentezlenmiştir. Katkı maddesi olarak Al_2O_3 yerine TiO_2 kullanarak TiO_2 katkılı PTSA'lı ve PTSA'sız polipirol polimerler sentezlenmiştir.

3.2. Sentezlenen Kompozit Malzemelerin Karakterizasyon Yöntemleri

3.2.1. XRD çalışmaları

Hazırlanan destek malzemelerinin yapı analizleri için Rigaku Miniflex X-ray diffractometer CuK α kullanılmıştır.

3.2.2. SEM görüntüleri

Farklı oranlarda TiO $_2$ ve Al $_2$ O $_3$ içeren polimer kompozit malzemelerin SEM analizleri ZEISS SİGMA 300 cihazı ile yapılmıştır.

3.2.3. BET analizleri

BET analizleriyle BET yüzey alanı, mikro gözenek boyut dağılımı, mezo gözenek boyut dağılımı, toplam gözenek hacmi, ortalama gözenek boyutu gibi parametreleri hesaplayabilmektedir. BET analizleri, Quantachrome Carporotion Autosob-6 cihazı ile yapılmıştır sentezlenen polimerleri belirlemek için kullanılmıştır.

3.2.4. TGA ve DSC analizleri

Termal analiz, hazırlanan polimer kompozit malzemelerin termal davranışlarının incelenmesi amacıyla TG (Termal Gravimetri) ve DSC (Diferansiyel Taramalı Kalorimetre) yöntemleri kullanılarak analiz edilmiştir. Analizlerde Netzsch marka STA 409 PC Luxx marka cihaz kullanılmıştır. Deneyler oda sıcaklığından 900°C'ye kadar olan sıcaklık aralığında da, 10°C/dak ısıtma hızında, 60 mL/dak akış hızında hava ortamında, alumüna pan kullanılarak yapılmıştır. Elde edilen malzemelerin ağırlık kayıpları TG analizlerinden, camsı geçiş sıcaklıkları ise DSC analizlerinden belirlenmiştir.

3.2.5. FTIR analizleri

Kızıl ötesi adsorbsiyon spektroskopisi bir tür titreşim spektroskopisidir. IR ışınları molekülün titreşim hareketleri tarafından soğrulmaktadır. Her dalga boyunu ayrı ayrı tarama gerekmeksizin hızlı ve yüksek çözünürlükte spektrumlar elde edilir. Az miktarda örnekte bile kısa sürede sonuç vermektedir. Analizler Perkin Elmer marka cihaz kullanılarak yapılmıştır.

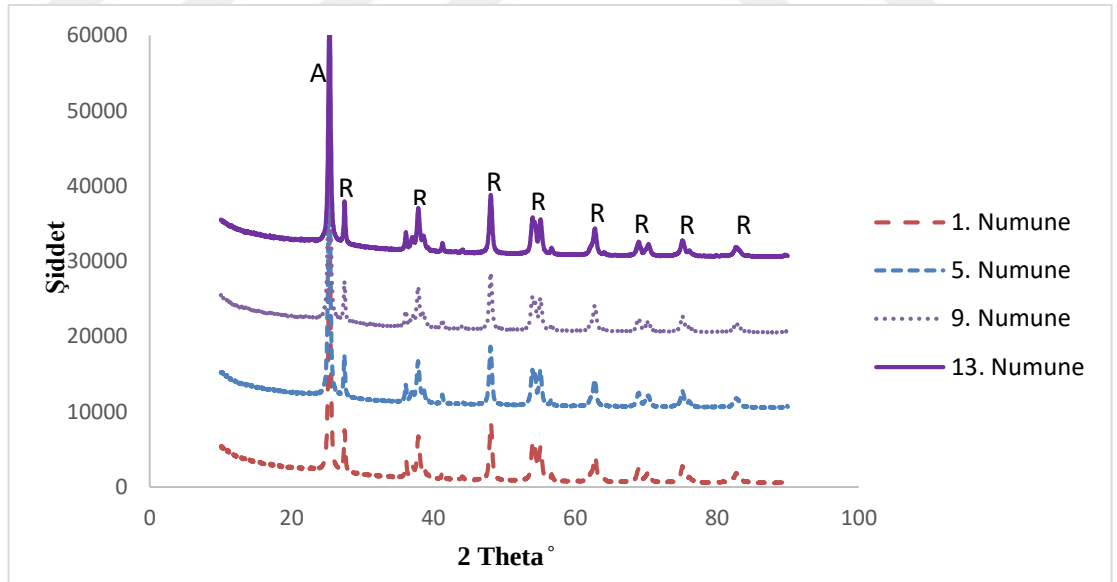


4. ARAŞTIRMA BULGULARI ve TARTIŞMA

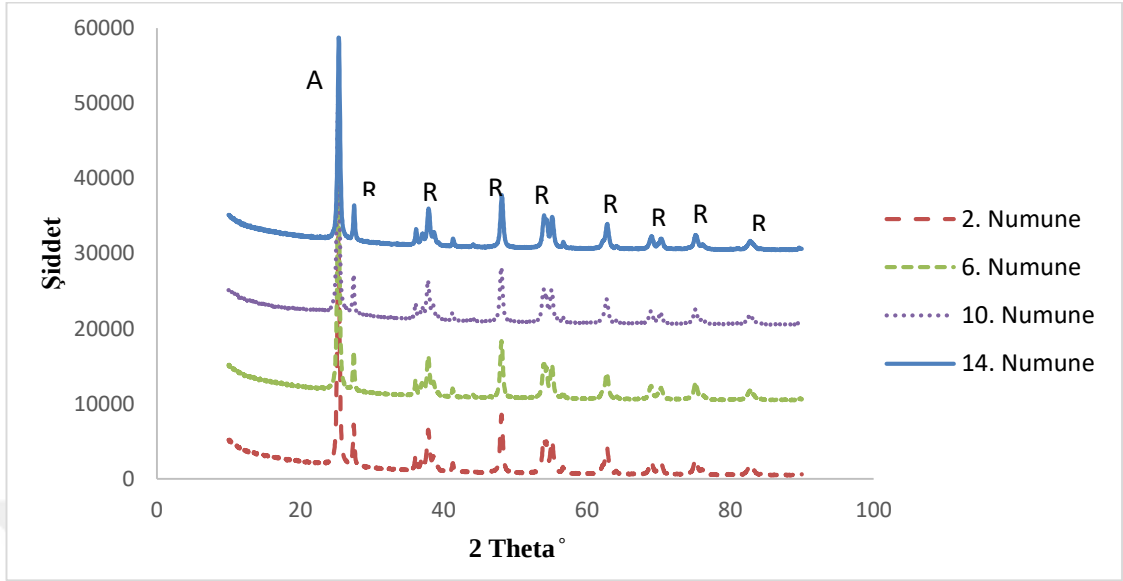
Hazırlanan polipirrol esaslı kompozit malzemeler içerdikleri katkı malzemelerine göre sınıflandırılmıştır. TiO_2 ya da Al_2O_3 kullanarak PTSA'lı ve PTSA'sız olarak gruplandırılmış ve karakterizasyon sonuçları buna göre sunulmuştur.

4.1. XRD sonuçları

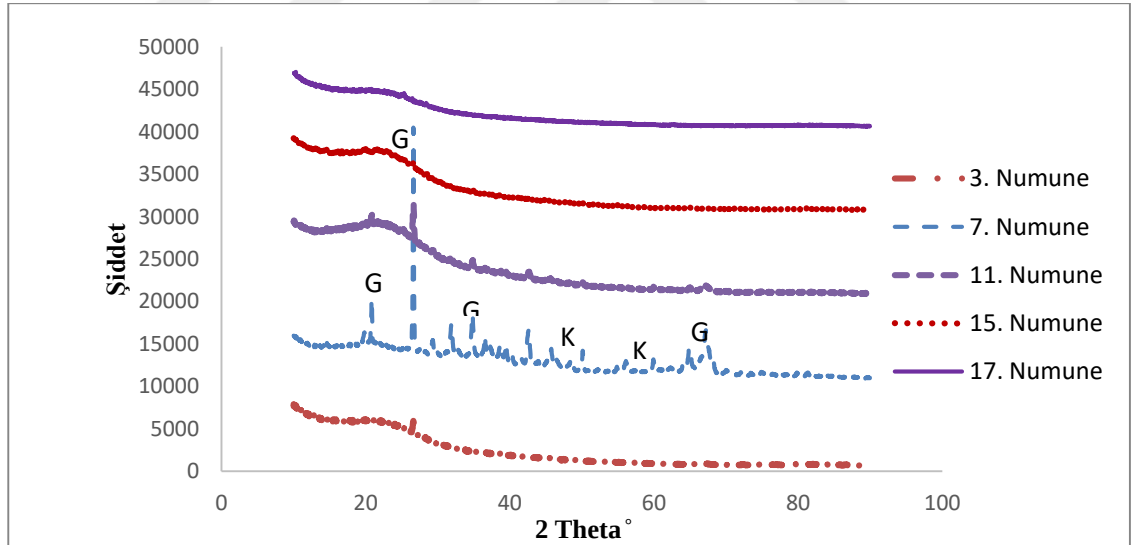
TiO_2 ve Al_2O_3 maddeleri eklenmiş polimer kompozitlerin XRD sonuçları Şekil 4.1-4.4'de verilmiştir. Sentezlenmiş olan polimer kompozit malzemelerin XRD sonuçları, içerdikleri katkı maddelerinin türüne göre sınıflandırılmıştır (Attout, 2008). TiO_2 , anataz ve rutil fazlarına sahiptir (Miao *et al.* 2003). Diğer katkı maddesi olan Al_2O_3 ise gamma fazına ilaveten kappa fazında olduğu belirlenmiştir (Souzo *et al.* 2000). Buda XRD grafiklerinde çok açık bir şekilde görülmektedir.



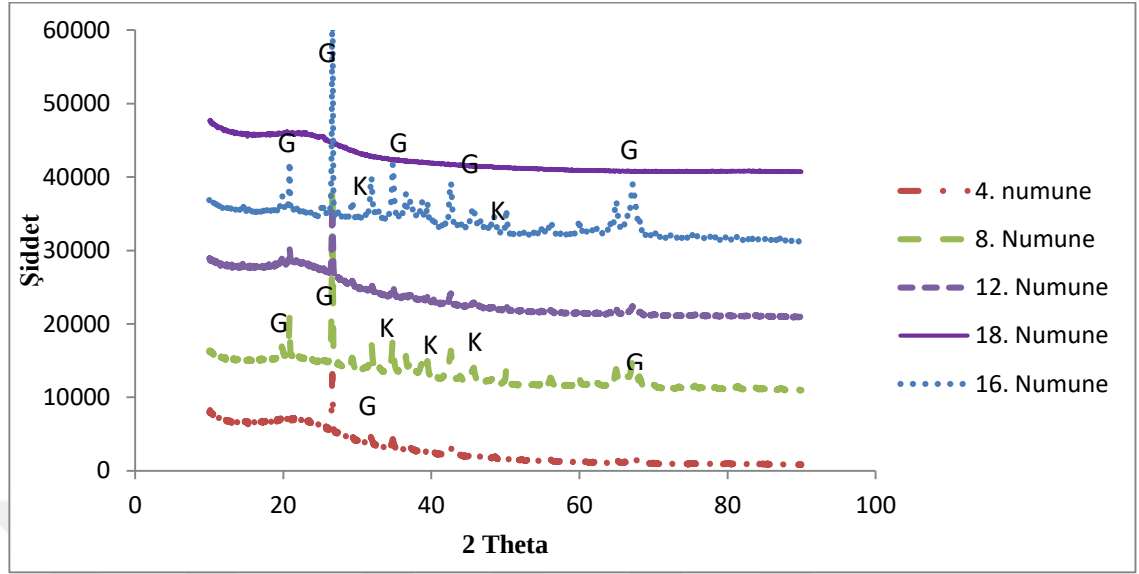
Şekil 4.1. Katkı maddesi olarak TiO_2 içeren PTSA'lı kompozit polimer malzemenin XRD grafiği



Şekil 4.2. Katkı maddesi olarak TiO_2 içeren PTSA'sız kompozit polimer malzemenin XRD grafiği



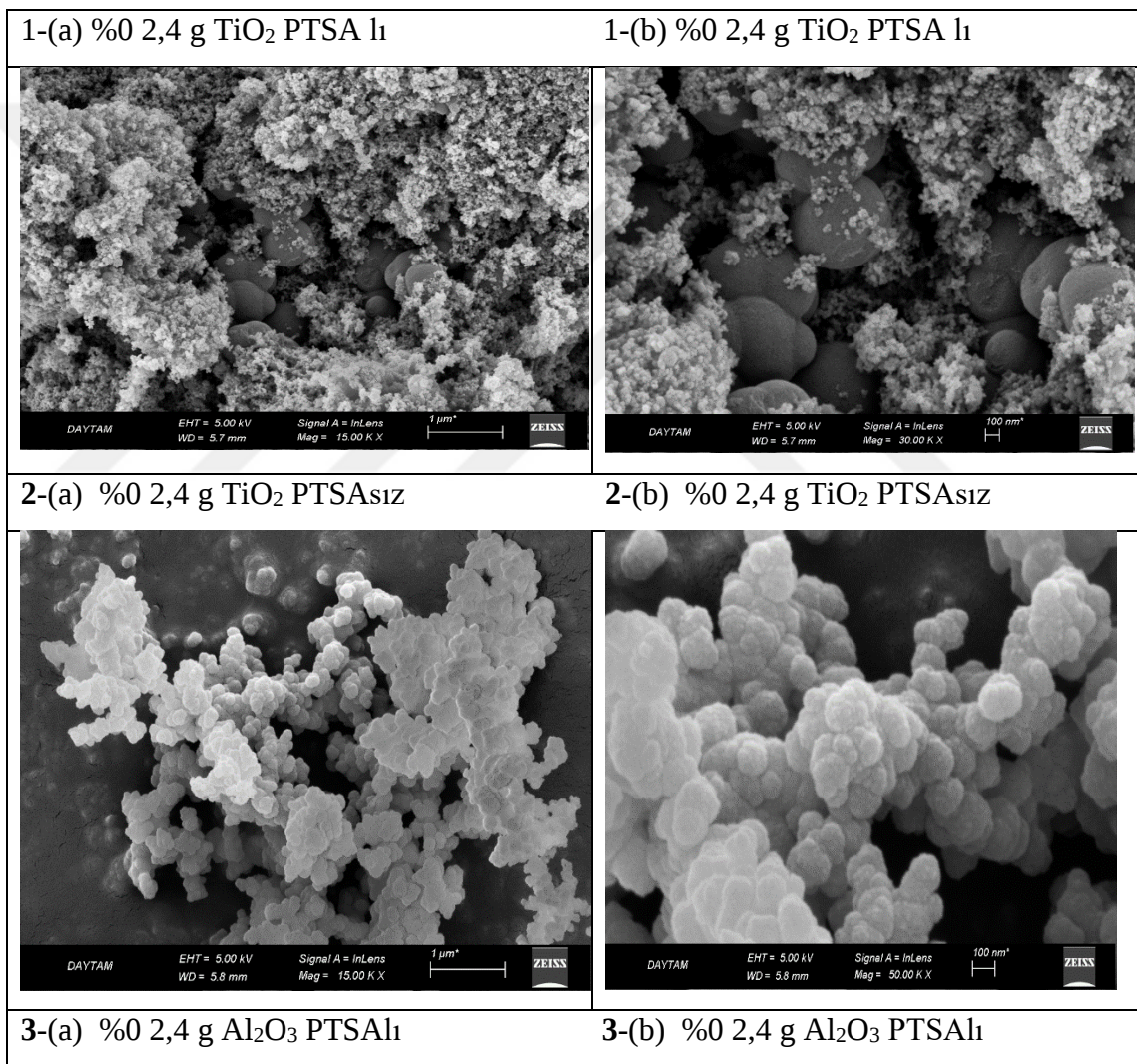
Şekil 4.3. Katkı maddesi olarak Al_2O_3 içeren PTSA'lı kompozit polimer malzemenin XRD grafiği

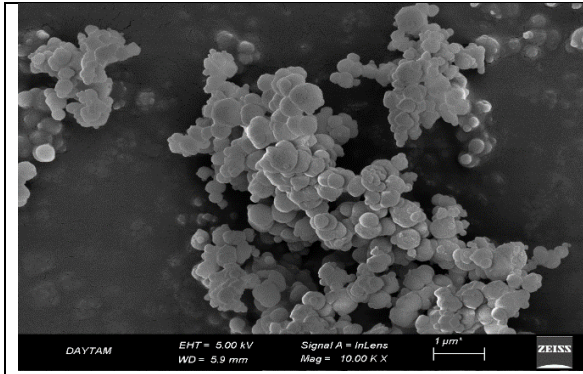


Şekil 4.4. Katkı maddesi olarak Al_2O_3 içeren PTSA'sız kompozit polimer malzemenin XRD grafiği

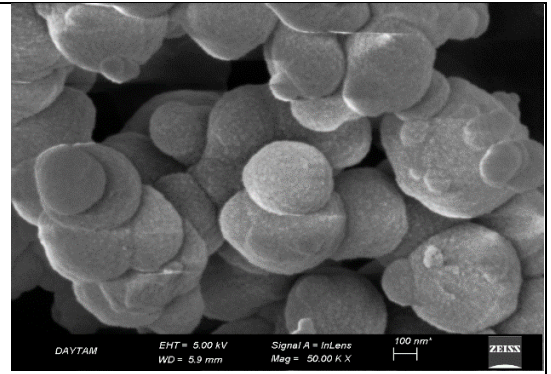
4.2. SEM sonuçları

Farklı yüzey alanlarına sahip sade TiO_2 , Al_2O_3 ile hazırlanmış kompozit polimer malzemelere ait SEM görüntüleri Şekil 4.5’de verilmektedir. Şekil 4.5’den de görülebileceği gibi farklı yüzey alanlarına sahip TiO_2 ve Al_2O_3 içeren polimer kompozitlerin yapıları birbirinden oldukça farklılık göstermektedir. (a:45m²/g b:30m²/g)

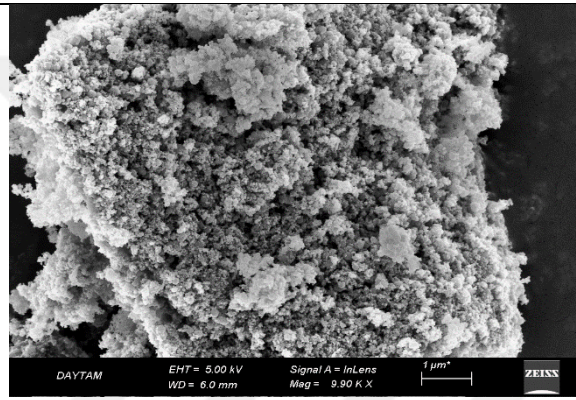




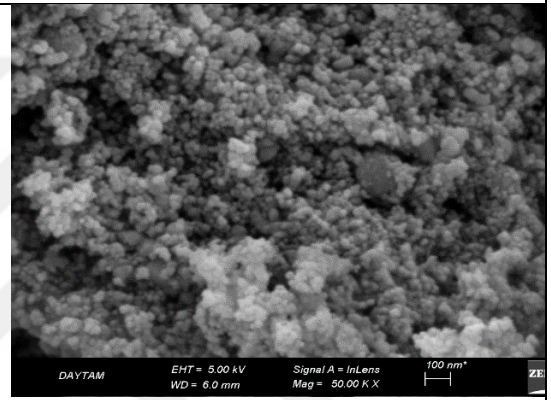
4-(a) %0 2,4 g Al_2O_3 PTSA sız



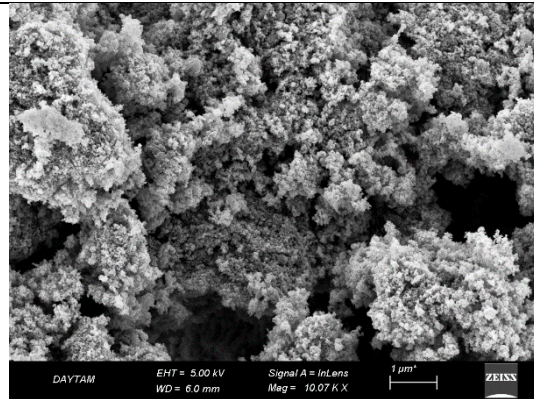
4-(b) %0 2,4 g Al_2O_3 PTSA sız



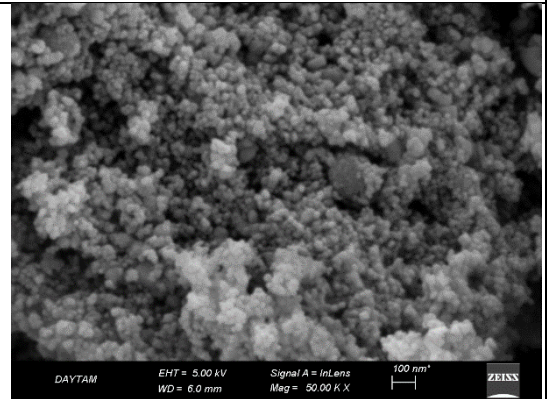
5-(a) %25 1,8 g TiO_2 PTSA lı



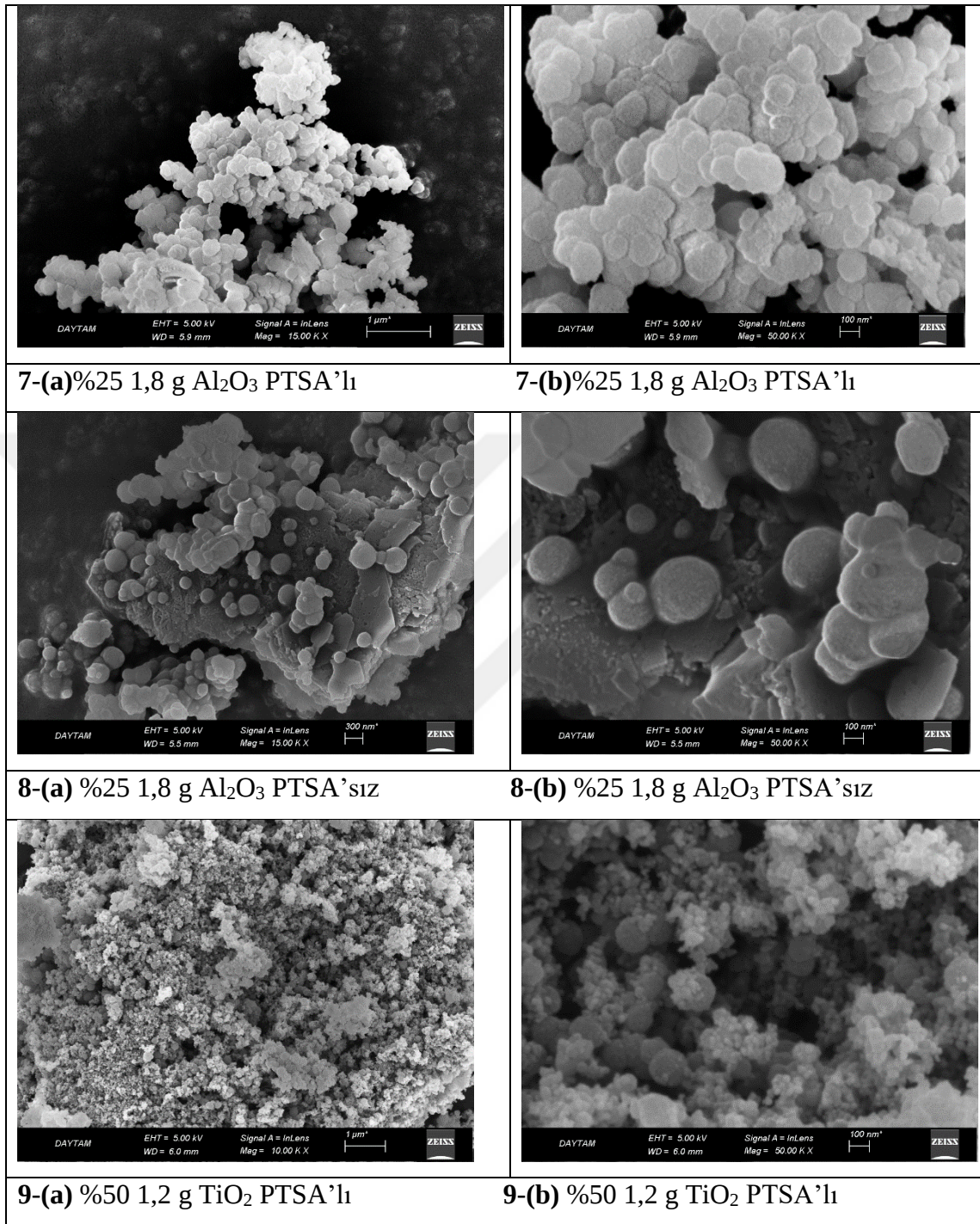
5-(b) %25 1,8 g TiO_2 PTSA lı

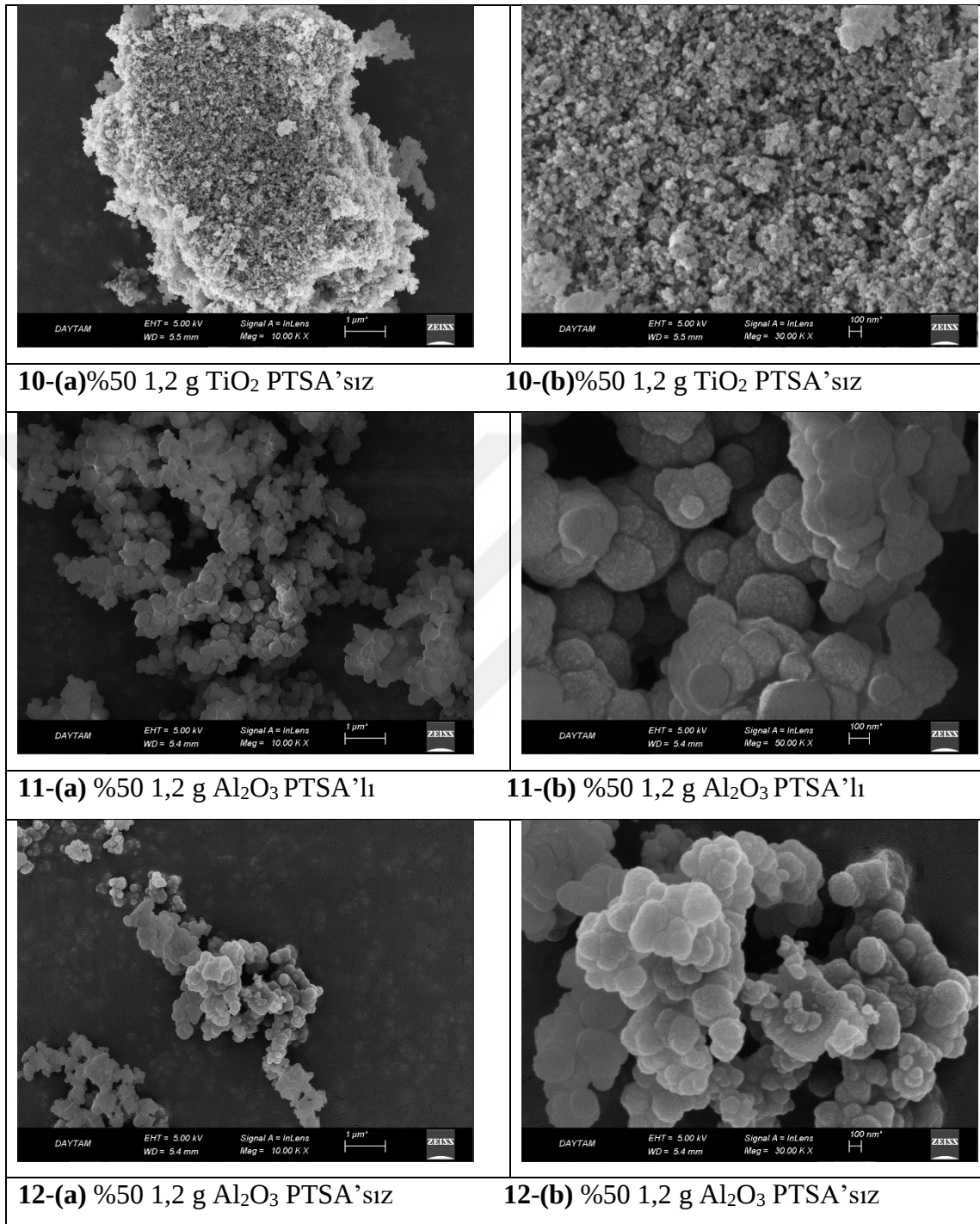


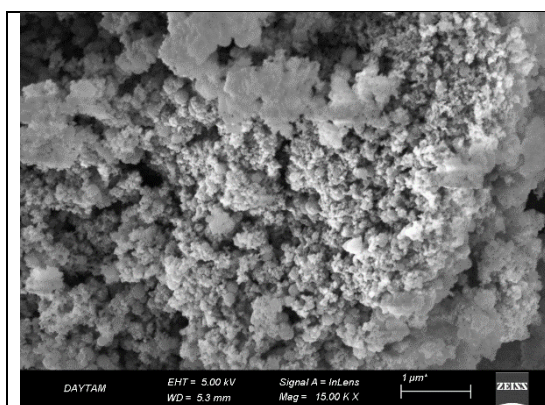
6-(a) %25 1,8 g TiO_2 PTSA sız



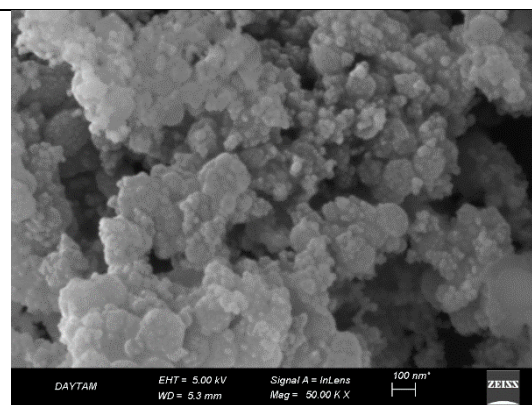
6-(b) %25 1,8 g TiO_2 PTSA sız



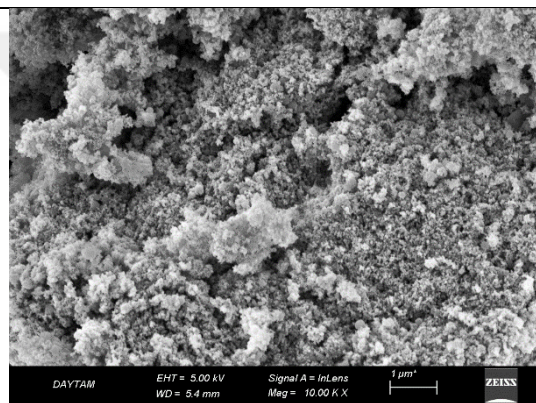




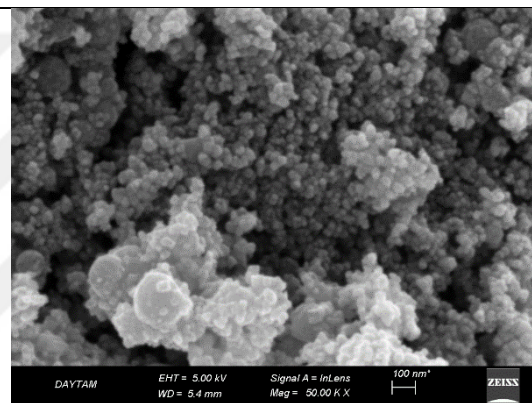
13-(a) %75 0,6 g TiO₂ PTS'lı



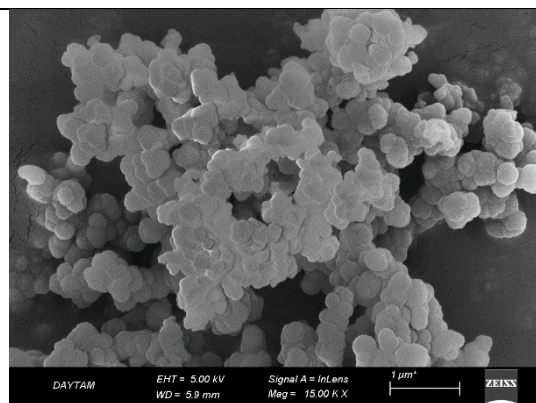
13-(b) %75 0,6 g TiO₂ PTS'lı



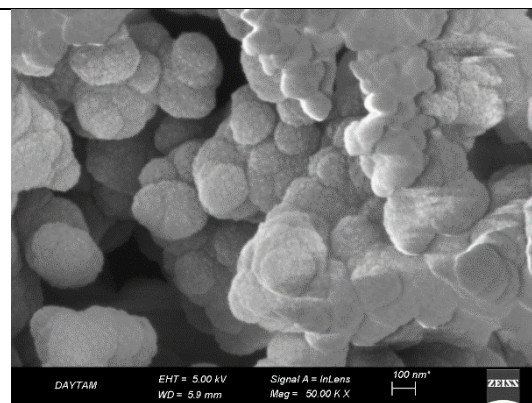
14-(a) %75 0,6 g TiO₂ PTSA'sız



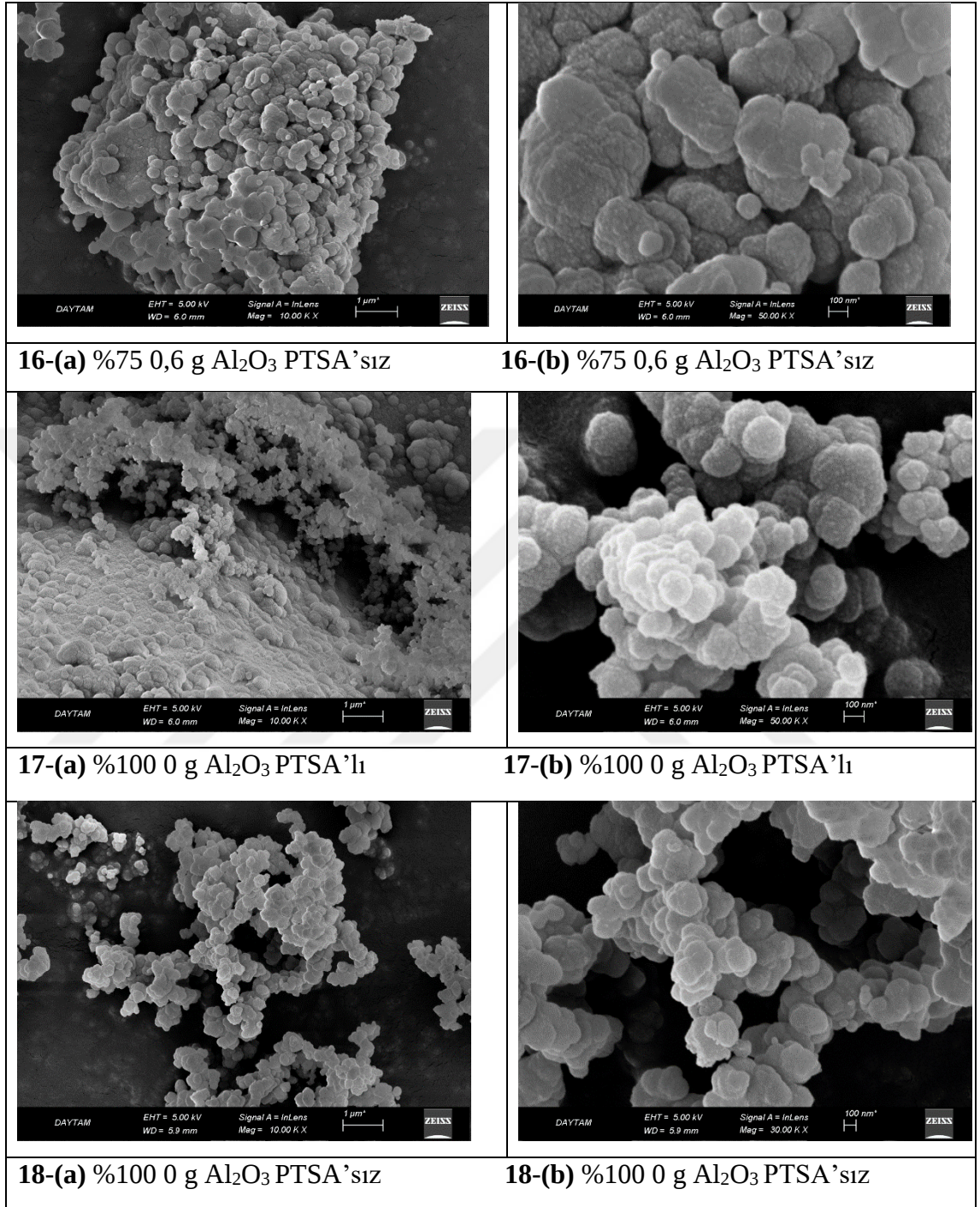
14-(b) %75 0,6 g TiO₂ PTSA'sız



15-(a) %75 0,6 g Al₂O₃ PTSA'lı



15-(b) %75 0,6 g Al₂O₃ PTSA'lı



Şekil 4.5. TiO_2 , Al_2O_3 ile olan farklı bileşimlerdeki polimer kompozitlere ait SEM görüntüleri

4.3. BET sonuçları

Farklı oranlarda TiO_2 , Al_2O_3 içeren polimer kompozitlerine ait BET yüzey alanı sonuçları Çizelge 4.4’de verilmiştir. Bu analiz sonuçlarından daha büyük yüzey alanına sahip olan polimerler Ti_2O ’den hazırlanmış olan polimer olarak gözlenmiştir. Bu beklenen bir sonuçtur. Örneklerin PTSA içerip içermemelerine göre de yüzey alanlarında değişiklikler görülmektedir. PTSA içeren örnekler PTSA içermeyen örneklerle göre daha büyük yüzey alanlarına sahip olduğu görülmektedir. Bu durum hem Ti_2O hem de Al_2O_3 içeren örnekler içinde geçerlidir.

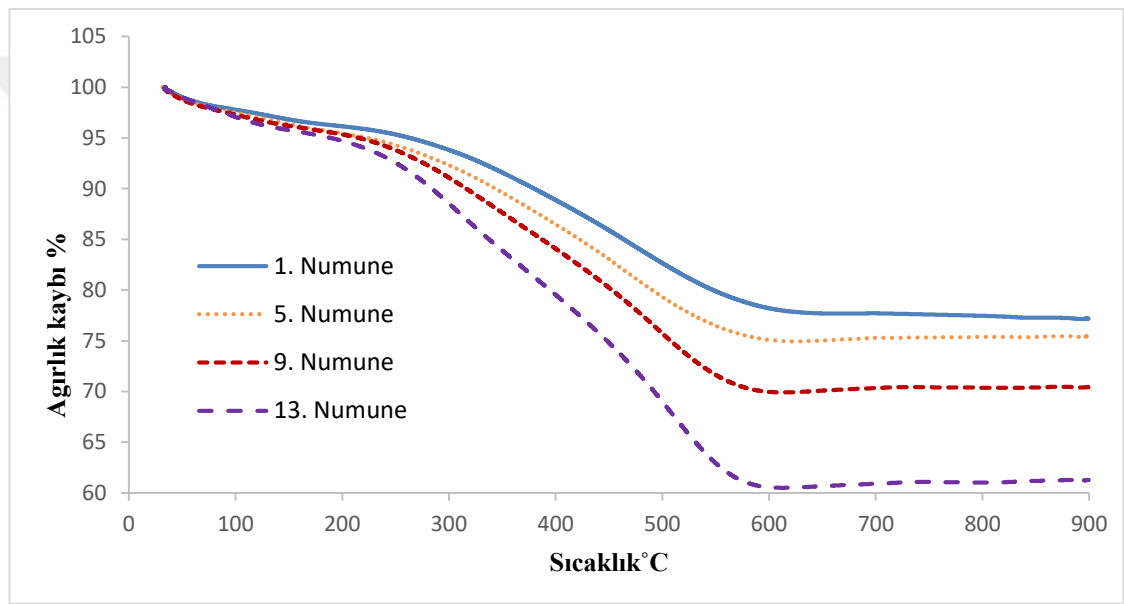
Çizelge 4.1. BET Yüzey alanı sonuçları

Katkı Maddesi Ti_2O				Katkı Maddesi Al_2O_3			
PTSA’lı		PTSA’sız		PTSA’lı		PTSA’sız	
Numune Numarası	Yüzey Alanı (m^2/g)	Numune Numarası	Yüzey Alanı (m^2/g)	Numune Numarası	Yüzey Alanı (m^2/g)	Numune Numarası	Yüzey Alanı (m^2/g)
1	53,13	2	42,98	3	33,21	4	17,19
5	59,97	6	50,55	7	33,41	8	22,58
9	48,70	10	50,20	11	15,71	12	25,33
13	47,27	14	47,66	15	15,73	16	20,87
				17	20,49	18	12,59

4.4. TGA sonuçları

Termal analiz genellikle malzemelerin ısı kararlılıklarının belirlenmesi amacıyla kullanılmaktadır. Termal analizde sentezlenen kompozit malzemelerin termal davranışları incelenmektedir. Eklenen katkı maddelerine göre ve PTSA’lı, PTSA’sız

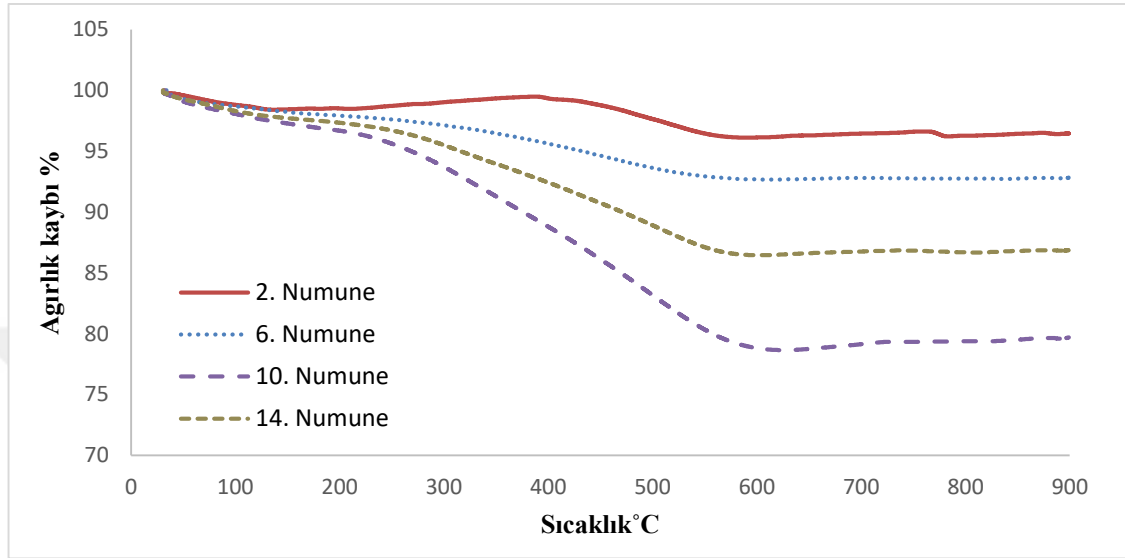
oluşlarına göre örnekler sınıflandırılmıştır. Şekil 4.6-4.9’da sentezlenen polimerlerin TGA sonuçları göstermektedir. Artan sıcaklıkla beraber malzemelerin termal davranışlarının da değiştiği bilinmektedir. Termal analizler 25-900°C arasındaki sıcaklık aralığında 10°C/dak. Isıtma hızında hava atmosferinde gerçekleştirilmiştir. Hazırlanmış olan polimerik kompozit malzemelerin tek basamakta bozunduğu TGA grafikleri ile çok net bir şekilde görülmektedir. Bozunma katkı maddesi içeriğine göre yaklaşık 180°C sıcaklıkta başlayıp, 630°C civarında bittiği gözlenmektedir.



Şekil 4.6. Katkı maddesi olarak TiO_2 içeren PTSA’lı kompozit polimer malzemenin TGA grafiği

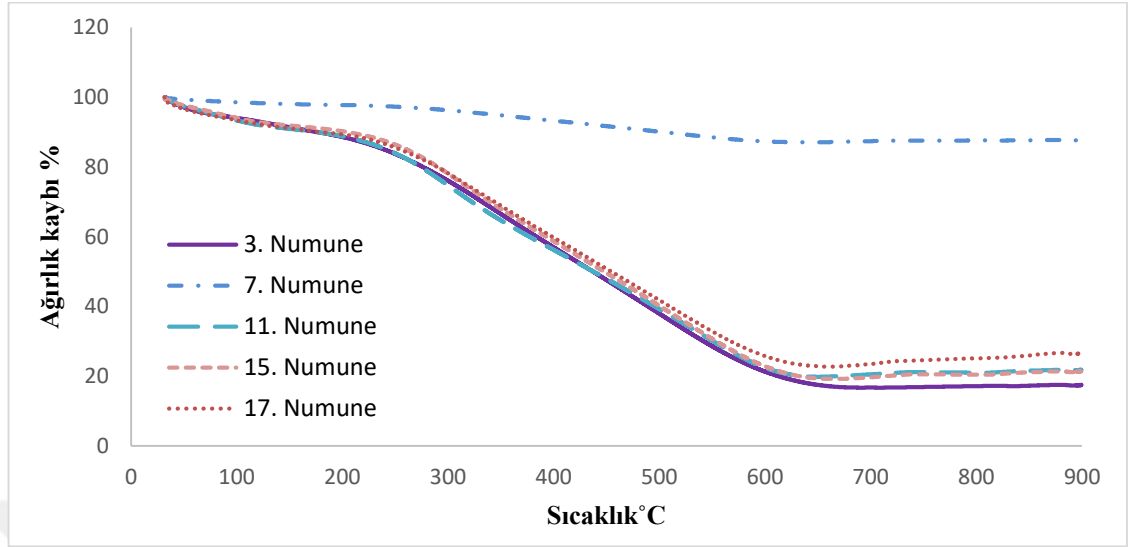
Şekil 4.6’da görülmekte olan 1,5,9 ve 13. numuneler yaklaşık 180°C ye kadar termal kararlılık göstermiştir ve ihmal edilebilir bir kütle kaybı gözlenmiştir. 600°C’den önce 1, 5, 9 ve 13. numuneler için sırasıyla 589, 588, 579 ve 577°C ye kadar belirgin bir bozunma gözlenmiştir. Bu yapılara PPy eklenmesi ile termal kararlılığın azaldığı gözlenmiştir. Kompozitler de kütle kayıpları iki aşamada gerçekleşmiştir. Düşük sıcaklıklar da nem kaybından ve organiklerin ortamdaki uzaklaşmasından dolayı kütle kaybı gözlenmiştir. Yaklaşık 200-600°C’de ise polimerin bozunması gerçekleşmiştir (Imani *et al.* 2013). PPy kompozitlerinin termal kararlılıklarının oldukça farklı olduğu gözlenmiştir. PPy

kompozitlerinin termal kararlılıkları sıralanırsa en fazla 1. numune daha sonra 5. numune ardından 9. numune en son olarak da 13. numune gelmektedir.



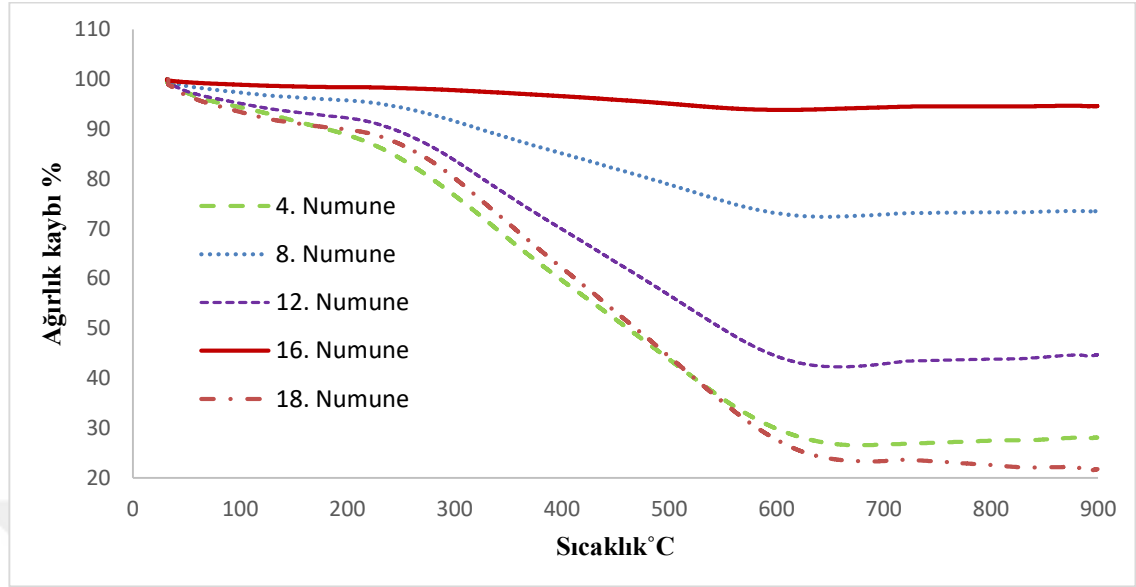
Şekil 4.7. Katkı maddesi olarak TiO_2 içeren PTSA'sız kompozit polimer malzemenin TGA grafiği

Şekil 4.7'de görülmekte olan 2,6,10 ve 14. numuneler yaklaşık 150°C 'ye kadar termal kararlılık göstermiştir ve ihmal edilebilir bir kütle kaybı gözlenmiştir. 600°C 'den önce 2, 6, 10 ve 14. numuneler için sırasıyla 553, 564, 579 ve 599°C 'ye kadar belirgin bir bozunma gözlenmiştir. Bu yapılara PPy eklenmesi ile termal kararlılığın azaldığı gözlenmiştir. Kompozitler de kütle kayıpları iki aşamada gerçekleşmiştir. Düşük sıcaklıklar da nem kaybından ve organiklerin ortamdaki uzaklaşmasından dolayı kütle kaybı gözlenmiştir. Yaklaşık $200\text{--}600^\circ\text{C}$ 'de ise polimerin bozunması gerçekleşmiştir (Imani *et al.* 2013). PPy kompozitlerinin termal kararlılıklarının oldukça farklı olduğu gözlenmiştir. PPy kompozitlerinin termal kararlılıkları sıralanırsa en fazla 2. numune daha sonra 6. numune ardından 10. numune en son olarak da 14. numune gelmektedir.



Şekil 4.8. Katkı maddesi olarak Al_2O_3 içeren PTSA'lı kompozit polimer malzemenin TGA grafiği

Şekil 4.8'de görülmekte olan 3, 7, 11, 15 ve 17. Numuneler yaklaşık $190^{\circ}C$ 'ye kadar termal kararlılık göstermiştir ve ihmal edilebilir bir kütle kaybı gözlenmiştir. $650^{\circ}C$ 'den önce 3, 7, 11, 15 ve 17. numuneler için sırasıyla 595, 637, 641, 642 ve $655^{\circ}C$ 'ye kadar belirgin bir bozunma gözlenmiştir. Bu yapılar PPy eklenmesi ile termal kararlılığın azaldığı gözlenmiştir. Kompozitlerde kütle kayıpları iki aşamada gerçekleşmiştir. Düşük sıcaklıklar da nem kaybından ve organiklerin ortamdan uzaklaşmasından dolayı kütle kaybı gözlenmiştir. Yaklaşık $200-650^{\circ}C$ 'de ise polimerin bozunması gerçekleşmiştir (Imani *et al.* 2013). PPy kompozitlerinin termal kararlılıklarının oldukça farklı olduğu gözlenmiştir. PPy kompozitlerinin termal kararlılıkları sıralanırsa en fazla 3. numune daha sonra 7. numune ardından 11. numune daha sonra 15. numune en son olarak da 17. numune gelmektedir.



Şekil 4.9. Katkı maddesi olarak Al_2O_3 içeren PTSA'sız kompozit polimer malzemenin TGA grafiği

Şekil 4.9'da görülmekte olan 4, 8, 12, 16 ve 18. Numuneler yaklaşık 200°C'ye kadar termal kararlılık göstermiştir ve ihmal edilebilir bir kütle kaybı gözlenmiştir. 650°C'den önce 4, 8, 12, 16 ve 18. numuneler için sırasıyla 616, 615, 639, 616 ve 641°C ye kadar belirgin bir bozunma gözlenmiştir. Bu yapılara PPy eklenmesi ile termal kararlılığın azaldığı gözlenmiştir. Kompozitlerde kütle kayıpları iki aşamada gerçekleşmiştir. Düşük sıcaklıklar da nem kaybından ve organiklerin ortamdan uzaklaşmasından dolayı kütle kaybı gözlenmiştir. Yaklaşık 200-650°C'de ise polimerin bozunması gerçekleşmiştir (Imani *et al.* 2013). PPy kompozitlerin termal kararlılıklarının oldukça farklı olduğu gözlenmiştir. PPy kompozitlerinin termal kararlılıkları sıralanırsa en fazla 3. numune daha sonra 7. numune ardından 11. numune daha sonra 15. numune en son olarak da 17. numune gelmektedir.

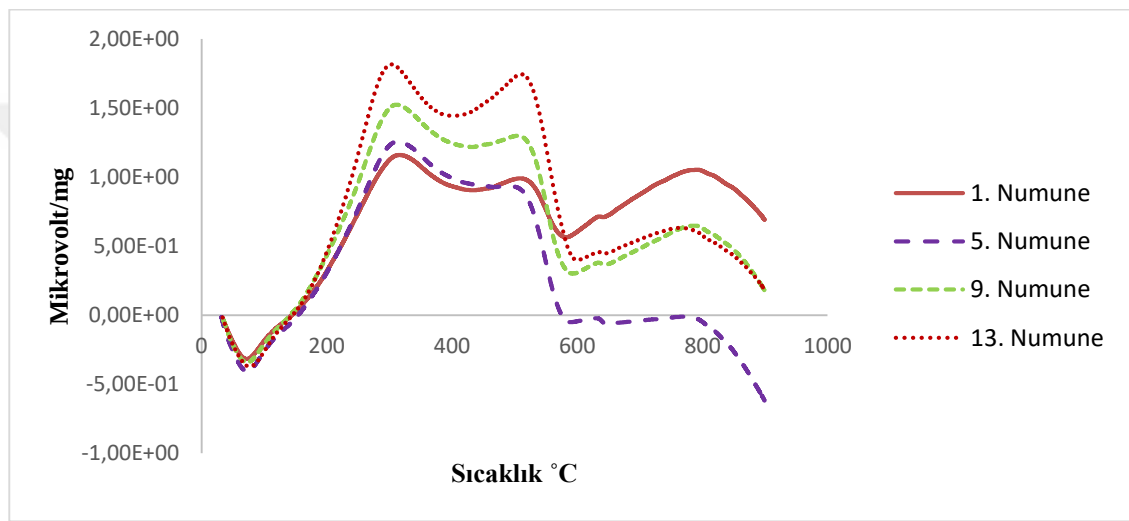
Çizelge 4.2. TiO_2 ve Al_2O_3 ile olan farklı bileşimlerde ki polimer kompozit malzemenin toplam ağırlık kayıpları

Katkı Maddesi TiO_2				Katkı Maddesi Al_2O_3			
PTSA'lı		PTSA'sız		PTSA'lı		PTSA'sız	
Numune Numarası	Ağırlık Kaybı (%)	Numune Numarası	Ağırlık Kaybı (%)	Numune Numarası	Ağırlık Kaybı (%)	Numune Numarası	Ağırlık Kaybı (%)
1	22,81	2	3,54	3	82,54	4	71,92
5	24,55	6	7,17	7	12,30	8	26,46
9	29,56	10	20,30	11	78,17	12	55,29
13	38,72	14	13,09	15	78,76	16	5,36
				17	73,58	18	78,24

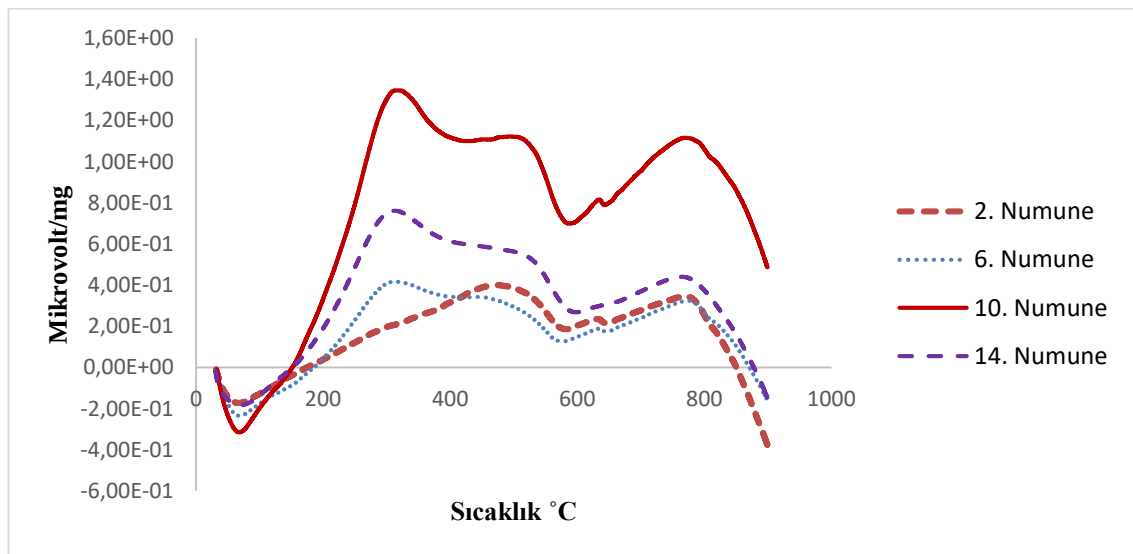
Yukarıda ki çizelgeden de anlaşılacağı üzere TiO_2 ve Al_2O_3 bileşiklerde ki PTSA'nın varlığı ağırlık kayıp oranlarda ki yüzde dağılımında önemli bir rol almıştır. PTSA'lı numunelerin ağırlık kayıpları PTSA'sız numunelerde ki ağırlık kayıplarına göre daha fazladır.

4.5. DSC sonuçları

Sentezlenmiş olan polimer kompozit malzemelerin DSC sonuçları Şekil 4.10-4.13’de verilmiştir. Bu grafiklerden kompozit malzemelerin camsı geçiş sıcaklıkları bulunmuştur. Camsı geçiş sıcaklıkları kompozit malzemelerin katkı maddeleri dikkate alınarak Çizelge 4.6’da verilmiştir.

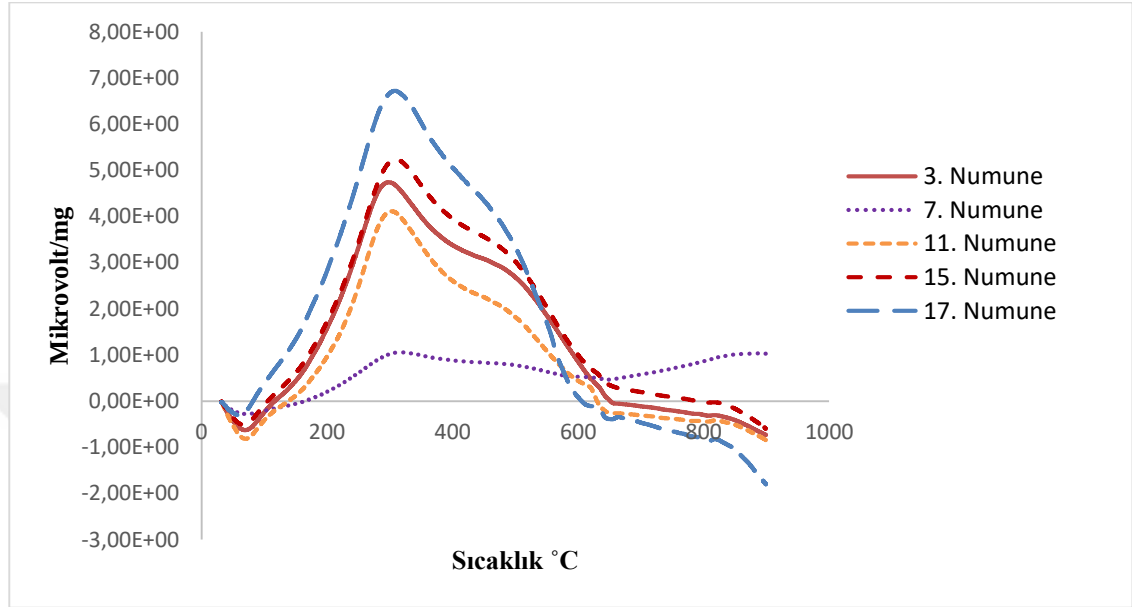


Şekil 4.10.Katkı maddesi olarak TiO_2 içeren PTSA’lı kompozit polimer malzemenin DSC grafiği

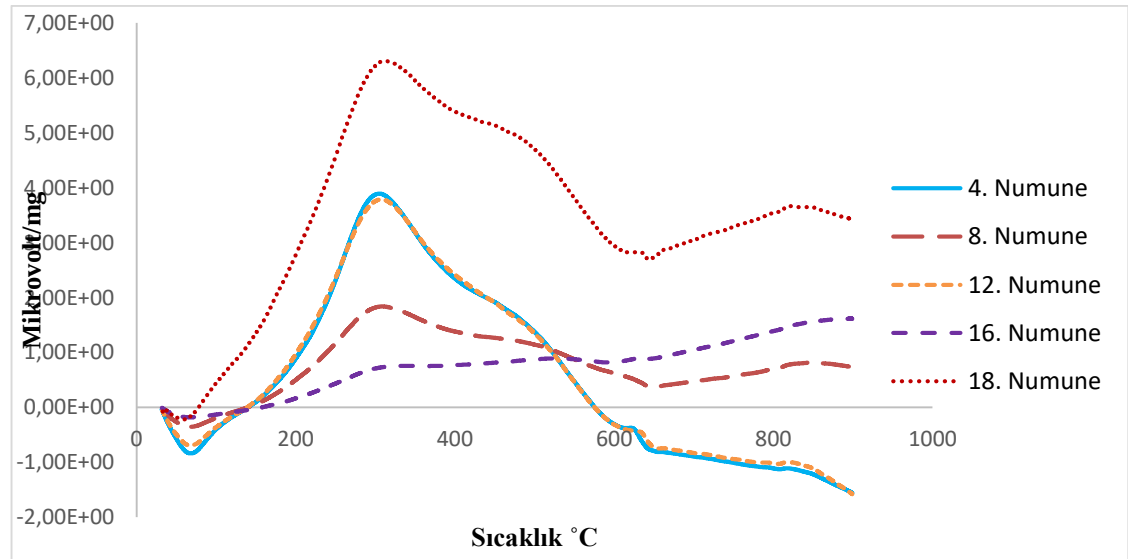


Şekil 4.11.Katkı maddesi olarak TiO_2 içeren PTSA’sız kompozit polimer malzemenin DSC grafiği

DSC grafiđi



Şekil 4.12. Katkı maddesi olarak Al_2O_3 içeren PTSA'lı kompozit polimer malzemenin DSC grafiđi



Şekil 4.13. Katkı maddesi olarak Al_2O_3 içeren PTSA'sız kompozit polimer malzemenin DSC grafiđi

Çizelge 4.3. TiO_2 ve Al_2O_3 katkılı farklı bileşimlerde ki polimer kompozit malzemenin camsı geçiş sıcaklığı ($^{\circ}\text{C}$)

Katkı Maddesi TiO_2				Katkı Maddesi Al_2O_3			
PTSA'lı		PTSA'sız		PTSA'lı		PTSA'sız	
Numune Numarası	Camsı Geçiş Sıcaklığı ($^{\circ}\text{C}$)	Numune Numarası	Camsı Geçiş Sıcaklığı ($^{\circ}\text{C}$)	Numune Numarası	Camsı Geçiş Sıcaklığı ($^{\circ}\text{C}$)	Numune Numarası	Camsı Geçiş Sıcaklığı ($^{\circ}\text{C}$)
1	Başlangıç;425,54 Orta;377,06 Bitiş;555,86	2	Başlangıç;114,79 Orta;283,26 Bitiş;451,73	3	Başlangıç;292,82 Orta;584,34 Bitiş;473,91	4	Başlangıç;308,17 Orta;561,17 Bitiş;714,32
5	Başlangıç;338,79 Orta;561,17 Bitiş;714,32	6	Başlangıç;185,9 Orta;299,39 Bitiş;412,87	7	Başlangıç;196,79 Orta;207,31 Bitiş;218,11	8	Başlangıç;204,36 Orta;259,13 Bitiş;280,15
9	Başlangıç;445,09 Orta;400,43 Bitiş;574,46	10	Başlangıç;191,91 Orta;246,19 Bitiş;274,91	11	Başlangıç;288,45 Orta;679,36 Bitiş;748,48:	12	Başlangıç;302,61 Orta;664,29 Bitiş;659,96
13	Başlangıç;463,24 Orta;416,16 Bitiş;585,93	14	Başlangıç;213,49 Orta;187,64 Bitiş;198,82	15	Başlangıç;229,83 Orta;272,39 Bitiş;314,94	16	Başlangıç;199,05 Orta;274,90 Bitiş;370,96
				17	Başlangıç;185,57 Orta;395,57 Bitiş;321,78	18	Başlangıç;227,76 Orta;273,78 Bitiş;319,79

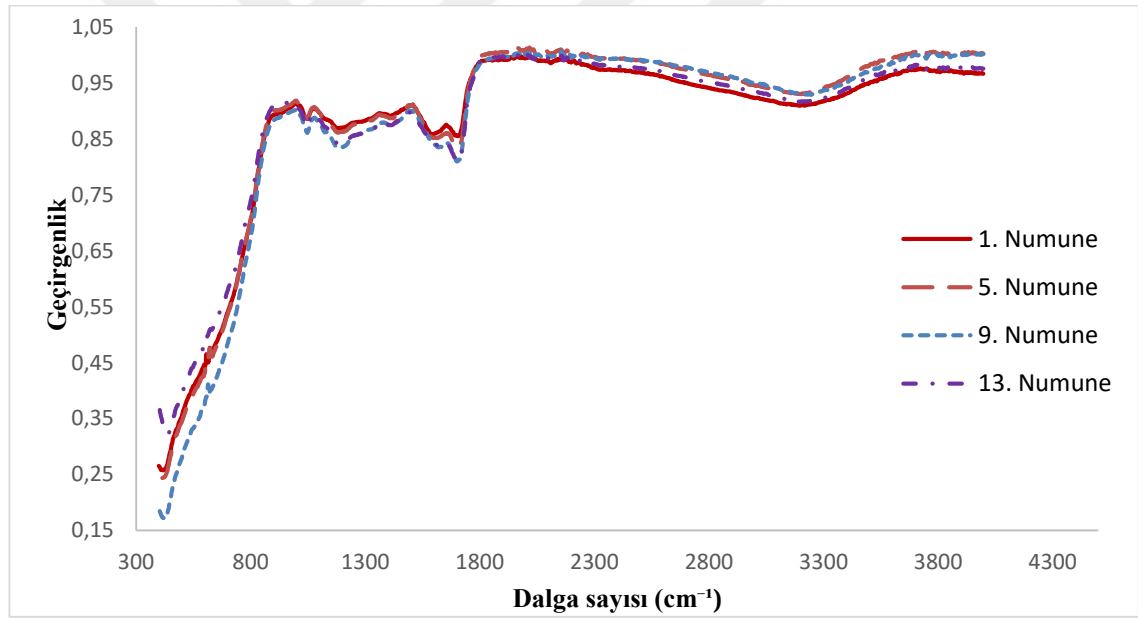
4.6. FTIR sonuçları

Şekil 4.14'deki 1-5-9-13. numunelere ait FTIR sonuçlarına ait grafik yer almaktadır. Grafikte pirol ekli numunelere ait 628, 1024, 1047, 1049, 1078, 1080, 1392, 1423, 1498, 1620, 1666, 1704, 1849, 3251 cm^{-1} dalga sayılarında on dört tane keskin pik görülmektedir. 1620 cm^{-1} , 1666 cm^{-1} , 1704 cm^{-1} , dalga sayılarındaki pikler polimerleşmiş pirolün varlığını göstermektedir (pirol halkalarının olduğunu gösterir. 1024 cm^{-1} , 1047 cm^{-1} , 1049 cm^{-1} , 1392 cm^{-1} dalga sayısı C-H gerilmesini göstermektedir. 628 cm^{-1} , 1423 cm^{-1} , 1498 cm^{-1} , 1704 cm^{-1} , 1849 cm^{-1} , dalga sayıları C=C ve 1078 cm^{-1} , 1080 cm^{-1} , dalga sayıları, 1620 cm^{-1} , 1666 cm^{-1} , dalga sayıları N-H gerilmesini, 3251 cm^{-1} dalga sayısı -OH gerilmesini göstermektedir (An *et al.* 2010).

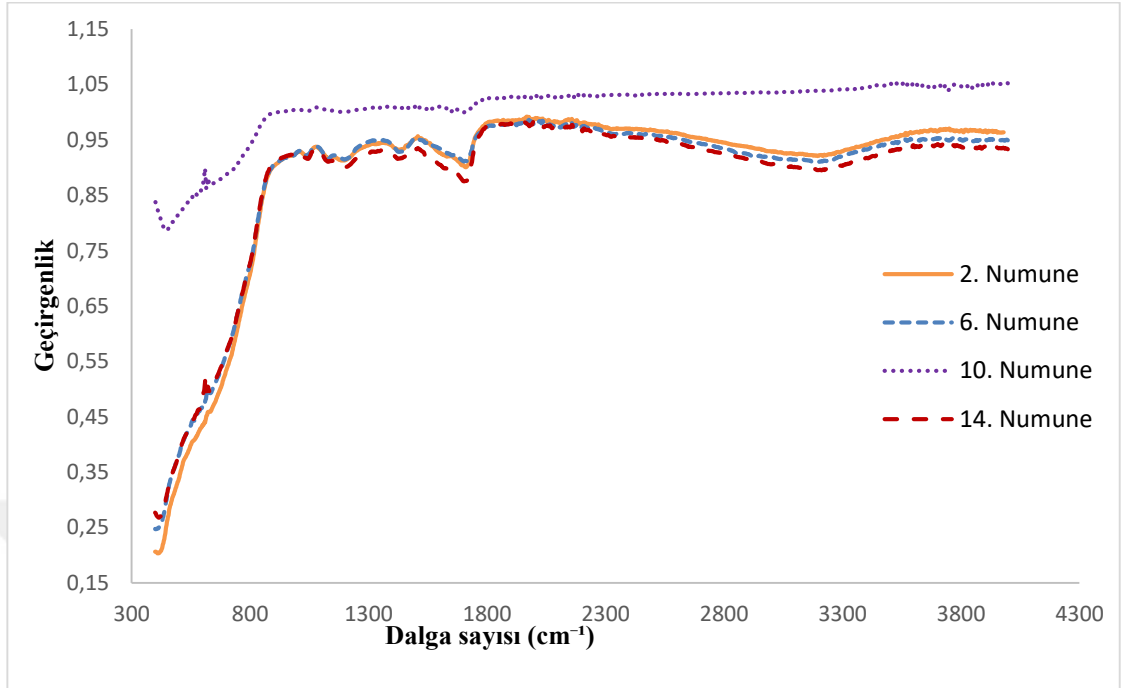
Şekil 4.15'deki 2-6-10-14. numunelere ait görülen FTIR sonuçlarına ait grafik yer almaktadır. Grafikte pirol ekli numunelere ait 628, 1047, 1097, 1216, 1440, 1519, 1716, 1785, 3272, cm^{-1} dalga sayılarında dokuz tane keskin pik görülmektedir. 1519 cm^{-1} , 1716 cm^{-1} , 1785 cm^{-1} , dalga sayılarındaki pikler polimerleşmiş pirolün varlığını göstermektedir (pirol halkalarının olduğunu gösterir. 1097 cm^{-1} dalga sayısı C-H gerilmesini göstermektedir. 628 cm^{-1} , 1440 cm^{-1} , 1519 cm^{-1} , 1716 cm^{-1} , 1785 cm^{-1} dalga sayıları C=C, 1097 cm^{-1} , 1216 cm^{-1} , dalga sayısı C-N gerilmesini, 3272 cm^{-1} dalga sayısı -OH gerilmesini göstermektedir (Shariff *et al.* 2010).

Şekil 4.16'deki 3-7-11-15-17. numunelere ait FTIR sonuçlarına ait grafik yer almaktadır. Grafikte pirol ekli numunelere ait 999, 1016, 1527, 1739, 1600, 1818 cm^{-1} dalga boylarında dokuz tane keskin pik görülmektedir. 999 cm^{-1} , 1016 cm^{-1} , 1739 cm^{-1} , 1818 cm^{-1} dalga sayılarındaki pikler polimerleşmiş pirolün varlığını göstermektedir (pirol halkalarının olduğunu gösterir. 999 cm^{-1} ve 1016 cm^{-1} dalga sayısı C-H gerilmesini göstermektedir. 1527 cm^{-1} , 1739 cm^{-1} , 1818 cm^{-1} , dalga sayıları C=C, 1600 cm^{-1} dalga sayısı N-H gerilmesini göstermektedir (An *et al.* 2010).

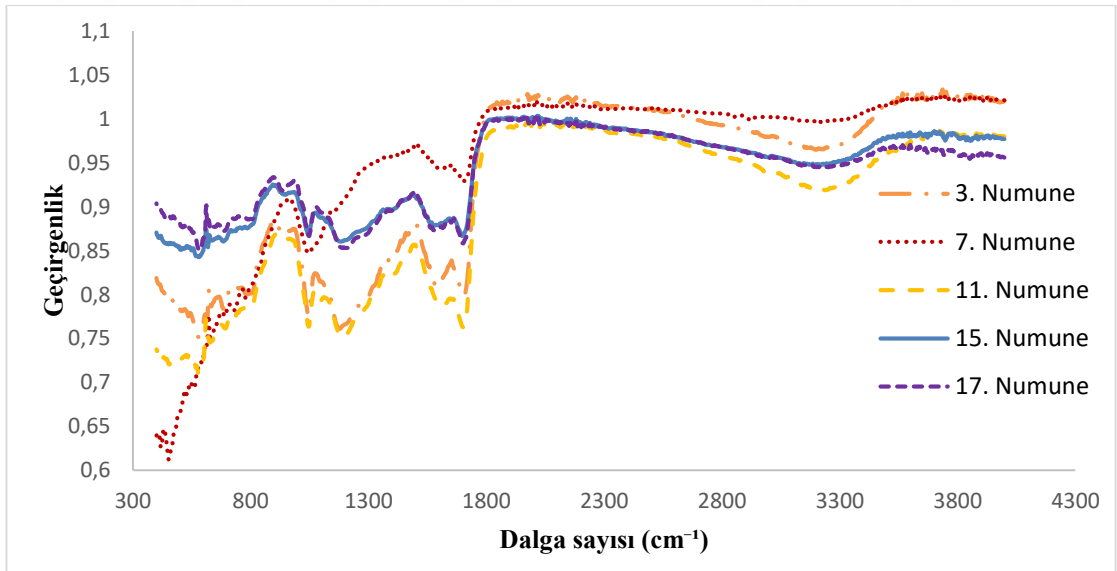
Şekil 4.17'deki 4-8-12-16-18. numunelere ait FTIR sonuçlarına ait grafik yer almaktadır. Grafikte pirol ekli numunelere ait 914, 1014, 1047, 1189, 1542, 1674, 1704, 1836 cm^{-1} dalga sayılarında sekiz tane keskin pik görülmektedir. 1014 cm^{-1} , 1047 cm^{-1} , 1542 cm^{-1} , dalga sayılarındaki pikler polimerleşmiş pirolün varlığını göstermektedir.(pirol halkalarının olduğunu gösterir. 914 cm^{-1} , 1014 cm^{-1} , 1047 cm^{-1} dalga sayısı C-H gerilmesini göstermektedir. 1542 cm^{-1} , 1704 cm^{-1} , 1836 cm^{-1} dalga sayıları C=C, 1674 cm^{-1} dalga sayısı N-H gerilmesini, 1189 cm^{-1} dalga sayısı N-H gerilmesini göstermektedir (An *et al.* 2010).



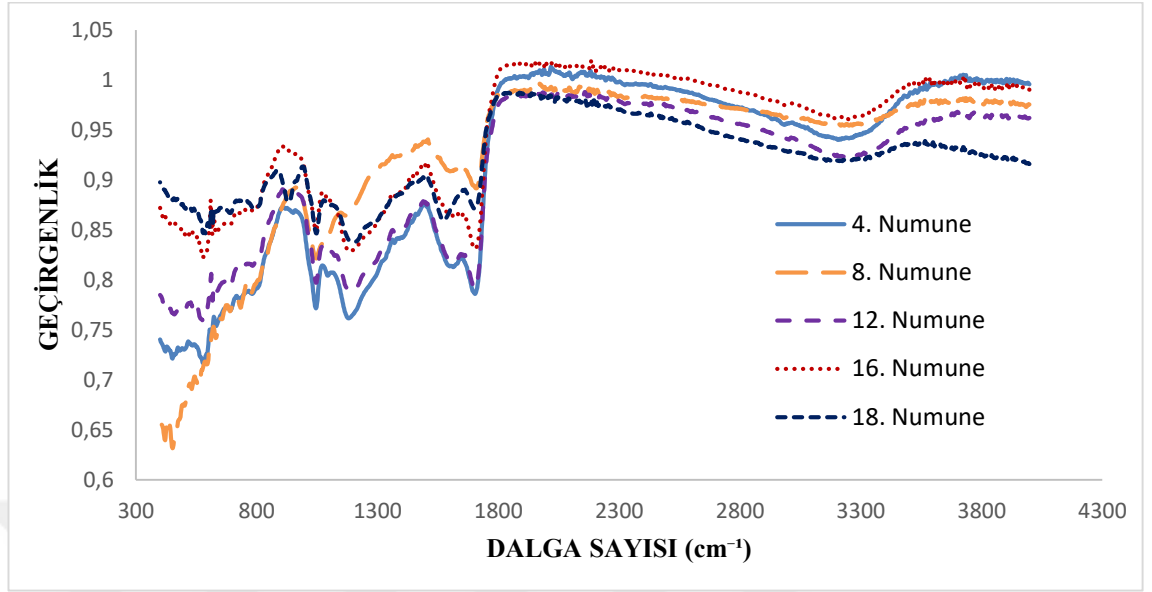
Şekil 4.14. Katkı maddesi olarak TiO_2 içeren PTSA'lı kompozit polimer malzemenin FTIR grafiği



Şekil 4.15. Katkı maddesi olarak TiO_2 içeren PTSA'lı kompozit polimer malzemenin FTIR grafiği



Şekil 4.16. Katkı maddesi olarak Al_2O_3 içeren PTSA'lı kompozit polimer malzemenin FTIR grafiği



Şekil 4.17. Katkı maddesi olarak Al_2O_3 içeren PTSA'lı kompozit polimer malzemenin FTIR grafiği

5. SONUÇLAR ve ÖNERİLER

Günümüzde kullanım alanlarının oldukça fazla olması nedeniyle polimerler oldukça önemli bir yere sahiptirler. Bu polimerik malzemelerin özellikleri farklı katkı maddeleri kullanılarak iyileştirilebilmekte, üstün özellikler kazanabilmekte ve bu sayede kullanım alanları genişlemektedir. Katkı malzemesi polimer içinde oldukça iyi dağıtılmalıdır. İlave edilen katkı maddesi kompozit malzemenin bütün özelliklerini değiştirmektedir. Yaptığımız çalışmada polipirol esaslı kompozit malzemeye farklı oranlardaki yaptığımız ilavelerle elde ettiğimiz malzemelerin özelliklerini incelenmiştir. Sentezlenen bu polimerlerin karakterizasyonu XRD, SEM, FTIR, BET ve TG analizleri ile yapılmış. Katkı malzemelerinin türleri değiştirilerek bu maddelerin etkileri de incelenmiştir. Karakterizasyonu yapılarak olan malzemelerin elektriksel iletkenlikleri de ölçülmüştür.

Bu çalışmada farklı katkı maddesi olarak TiO_2 ve Al_2O_3 katkı maddesi olarak kullanılmıştır. Sentezlenen bu polimer kompozit malzemelerin;

- XRD sonuçlarına bakıldığında TiO_2 ve Al_2O_3 katkı maddelerinin türüne göre sınıflandırılmıştır.
- Başlangıçta daha fazla yüzey alanına sahip olan TiO_2 'den hazırlanan kompozitlerin yüzey alanları büyük bulunmuştur. PTSA içeren örnekler PTSA içermeyen örneklere göre daha büyük yüzey alanlarına sahip olduğu görülmüştür. Bu durum hem Ti_2O hem de Al_2O_3 içeren örnekler içinde geçerlidir.
- SEM sonuçlarına bakıldığında farklı oranlarda hazırlanan TiO_2 ve Al_2O_3 'ün morfolojik yapıları gözlenmiştir.

KAYNAKLAR

- Adamhasan, A.S., (2008). “Poliester / Polianilin, Pamuk Polianilin Kompozit Kumaşlarının Hazırlanması ve Elektriksel Özelliklerinin İncelenmesi” Yüksek Lisans Tezi, Süleyman Demirel Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Isparta, 6 – 19.
- Akar, A., (1989). “Polimer Kimyasına Giriş 2. Baskı”, İ.T.Ü. Fen - Edebiyat Fak. Matbaası, İstanbul, 13, 14, 27, 49 - 59, 65 – 70.
- Amarnath, C.A., (2009). Chang, J.H., Kim, D., Mane, R.S., Han, S., Sohn, D., “Elektrochemical Supercapacitor Application of Electroless Surface Polymerization of Polyaniline Nanostructures”, Materials Chemistry and Physics, 113: 14- 17.
- An, H. Wang, Y. Wang, X. Zheng, L. Wang, X. Yi, L. Bai, L. and Zhang, X., 2010. Polypyrrole/carbon aerogel composite materials for supercapacitor. Journal of Power Sources, 195, 6964-6969
- Atasoy, B., (1999). “Genel Kimya”, Gündüz Eğitim ve Yayıncılık, Ankara, 325 - 326, (2000).
- Atkins, P., Jones, L., “Chemistry 3rd Ed.”, W. H. Freeman and Company, New York, 410 – 420.
- Attout, A., (2008). Yunus, S., Bertrand, P., “ Electroless Deposition of Polyaniline: Synthesis and Characterization “, Surface and Interface Analysis, 40: 657 - 660.
- Bobade, R.S., (2009). Pakade, S.V., Yawale, S.P., “Electrical Investigation of Polythiophene-Poly(vinyl acetate) Composite Films via VTF and Impedans Spectroscopy”, Journal of Non-Crystalline Solids, 355: 2410 - 2414.
- Bott, D., 1985: Electrically Conducting Polymers, Physic and Tecnology: Molecular Electronics 3, DOI 10.1088/0305-4624/16/3/I03.
- Choi, H-J., (2009). Song, Y-M., Chung, I., Ryu, K-S., Jo, N-J., “Conducting Polymer Actuator Based on Chemically Deposited Polypyrrole and Polyurethane – Based Solid Polymer Electrolyte Working in Air”, Smart Materials and Structures, 18: 1 - 6 .
- Demirboğa, B., (1999). Önal, A.M., “Electrochemical Polymerization of Furan and 2-Methylfuran”, Synthetic Metals, 99: 237-242.
- Epstein, A.J.,(1999). “Electrical Conductivity in Conjugated Polymers”, Conductive Polymer and Plastics, Larry Rupperecht, Society of Plastics Engineers, USA, 1 – 11.
- Fred, W., Billmeyer, JR.,(1984). “Textbook of Polymer Science 3rd Ed.”, Rensselaer Polytechnic Institute, Troy, New York, 127 - 133 76.
- Fried, J.R.,(1995) “Polymer Science and Technology”, Simon&Schuster Company, USA, 367 - 465.
- Goel, S., Mazumdar, N.A., Gupta, A.,(2010) “Fabrication of Polyindene and Nanostructures”, Applied Surface Science, 1 - 31.
- Harun, M.H., Saion, E., Kassim, A., (2008). Hussain, M.Y., Mustafa, I.S., Omer, M.A.A., “Temperature Dependence of AC Electrical Conductivity of PVA - PPy - FeCl₃ Composite Polymer Films “, Malaysian Polymer Journal, 3 (2): 24 – 31.

- Holze, R., (2001). "Spectroelectrochemistry of Conducting Polymers", Handbook of Advanced Electronic and Photonic Materials and Devices, 8, Nalwa, H.S., Academic, Press, Germany, 210, 256, 257 .
- Huang, S-Y., Ganesan, P., Popov, B.N., (2009). " Development of Conducting Polypyrrole as Corrosion - Resistant Catalyst Support for Polymer Electrolyte Membrane Fuel Cell (PEMFC) Application", Applied Catalysis B: Environmental, 93: 75 – 81.
- Ingham, J., Dunn, I.J., Heinzle, E., Prenosil, J.E.,(2000) "Chemical Engineering Dynamics 2nd Ed.", Wiley - Vch, Germany, 62 - 63, 77.
- İnternet: Süleyman Demirel Üniversitesi,(2005). "Nem Sensörü ve Otomatik Aspiratör Uygulaması" <http://ab.org.tr/ab06/bildiri/71.doc>.
- Kalaycı, G.,(2008). "Polianilin / Aktif Karbon Kompozit Maddesinin Sentezi, Karakterizasyonu ve İletken Film Yapımı", Yüksek Lisans Tezi, Kahramanmaraş Sütçü İmam Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Kahramanmaraş, 21 - 32.
- Lee, J.Y., Kim, D.Y., Kim, C.Y., Song, K.T., Kim, S.Y., (2009). "Effect of Thermal Treatment on Electrical Conductivity of Polypyrrole Film Cast from Solution", Conductive Polymer and Plastics, Larry Rupprecht, Society of Plastics Engineers, USA, 69 - 77.
- Macdonald, J.R. And Barsoukov, E., (2005). "Fundamentals of Impedance Spectroscopy", Impedance Spectroscopy 2nd ed., Wiley - Interscience, New Jersey, 1 - 27. 77
- Oliveira, H. P., Santos, M.V.B., Santos, C.G., Melo, C.P.,(2003). "Electrical Properties of PVA / PPY Blends", Synthetic Metals, 135 - 136: 447 - 448.
- Omastova, M., Trchova, M., Kovarova, J., Stejskal, J.,(2003) "Synthesis and Structural Study of Polypyrroles Prepared in the Presence of Surfactants", Synthetic Metals, 138: 447 – 455.
- Pamuk, Ö., Güçer, Ş., Kızılyalı, M., Akman, S., Doğan, M., Aras, N., Aygün, S., Süzer, Ş., Gökmen, A.,(1988). "Spektroskopi 88 Yaz Okulu Seminer", K.T.Ü. Basımevi, Trabzon, 2.
- Pratt, C.,(1996). "Applications of Conducting Polymers", Kingston University, London, 1 -7.
- Rempp, P., Merrill, E.W.,(1991) "Polymer Synthesis", Hutting&Wepf., USA, 320 – 331.
- Saçak, M., (2006). "Polimer Kimyası 3. Baskı", Gazi Kitabevi, Ankara, 1 - 3. 78
- Sari, B., Talu, M., Yildirim, F., Balci, E.K.,(2003). "Synthesis of Characterization of Polyurethane / Polythiophene Conducting Copolymer by Electrochemical Method", Applied Surface Science, 205: 27 - 38.
- Sari, B., Yavas, N., Makuloğulları, M., Erol, O., Unal, H.I.,(2009). "Synthesis, Electrorheology and Creep Behavior of Polyindole / Polyethylene Composites", Reactive & Functional Polymers, 69: 808 - 815.
- Shariff, A.M. Beshir, D.M. Bustam, M.A. Maitera, S., 2010. Some Studies on the Synthesis and characterization of Carbon Aerogel. The Indian Ceramic Society.
- Sothorn, T.A., Elsenbaumer, R.L., Reynolds, J.R.,(1998). "Handbook of Conducting Polymers 2nd Edition, Marcel Dekker, New York, 29, 86, 124 - 134, 533 - 588, 708.
- Souza Santosa, P., Souza Santos, H, Toledob, S.P., 2000. Standard Transition Aluminas. Electron Microscopy Studies, Materials Research, Vol. 3, No. 4, 104-114.

- Su, P - G., Huang, L - N.,(2007). “Humidity Sensors Based on TiO₂ Nanoparticles /Polypyrrole Composite Thin Films”, *Sensors and Actuators, B* (123): 501 – 507.
- Sun, A., Li, Z., Wei, T., Li, Y., Cui, P.,(2009). “Highly Sensitive Humidity Sensor at Low Humidity Based on The Quaternized Polypyrrole Composite Film”, *Sensors and Actuators, B* (142): 197 203.
- Sun, A.H., Huang, L., Li, Y., (2009). “Study on Humidity Sensing Property Based on TiO₂ Porous Film and Polystyrene Sulfonic Sodium”, *Sensors and Actuators, B* (139): 543 - 547.
- Şahmetlioğlu, E., Toppare, L., Demir, İ.,(2007). “Metal İçerikli İletken Polimerlerin Sentez ve Karakterizasyonu”, *Araştırma Projesi, Niğde Üniversitesi, Niğde*, 1 - 20.
- Talu, M., Kabasakaloğlu, M.,Yıldırım, F., Sarı, B.,(2001).“Electrochemical Synthesis and
- Tu, J., Li, N., Yuan, Q., Wang, R., Geng, W., Li, Y., Zhang, T., Li, X.,(2009). “Humidity - Sensitive Property of Fe²⁺ Doped Polypyrrole”, *Synthetic Metals*, 159: 2469 – 2473.
- Türkaslan, B.E., (2006).“İletken Polimer - Kil Kompozitlerinin Sentezi ve Bu Kompozitlerin Adsorpsiyon Özelliklerinin İncelenmesi”, *Yüksek Lisans Tezi, Süleyman Demirel Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Isparta*, 3 - 27 .
- Ülger, E., (2006).“Glikozun Betonarme Çeliği Korozyonuna Etkisi”, *Yüksek Lisans Tezi, Çukurova Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Adana*, 35 - 49. 79
- Vargas, M.A., Vargas, R.A., Mellander, B - E.,(1999). “New Proton Conducting Membranes Based on PVAL / H₃PO₂ / H₂O”, *Electrochimica Acta*, 44: 4227 – 4232.
- Wang, J., Wu, F.Q., Shi, K.H., Wang, X.H., Sun, P.P.,(2004). “Humidity Sensitivity of Composite Material of Lanthanum Ferrite / Polymer Quaternary Acrylic Resin”, *Sensors and Actuators, B* (99): 586 - 591.
- Yalçın, H., Gürü, M.,(2000). “Stokiyometri 1. Baskı”, *Palme Yayıncılık, Ankara*, 425 – 439.
- Yalçın, H., Gürü, M.,(2002). “Malzeme Bilgisi”, *Palme Yayıncılık, Ankara*, 279 – 333.
- Amin Imani, Facile synthesis and characterization of polypyrrole-multiwalled carbon nanotubes by in situ oxidative polymerization *International Nano Letters,İRAN*,2013.

ÖZGEÇMİŞ

1990 yılında Erzurum’da doğdu. İlk, orta ve lise öğrenimini aynı ilde tamamladı. Atatürk Üniversitesi Mühendislik Fakültesi Kimya Mühendisliği Bölümünden 2015 yılında mezun oldu. 2016 Yılında Atatürk Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsünde Temel İşlemler ve Termodinamik Ana Bilim Dalında Yüksek Lisansa başlamıştır.

