

**T. C.**  
**HİTİT ÜNİVERSİTESİ**  
**FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**  
**KİMYA MÜHENDİSLİĞİ ANABİLİM DALI**

**MANYETİK NANOPARÇACIK/POLİBUTADİEN**  
**KOMPOZİTLERİNİN HAZIRLANMASI, ISISAL VE**  
**MANYETİK ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ**

**Doktora Tezi**

**Cihan YAYLACI**

**Çorum 2019**



**MANYETİK NANOPARÇACIK/POLİBUTADİEN  
KOMPOZİTLERİNİN HAZIRLANMASI, ISISAL VE  
MANYETİK ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ**

**Cihan YAYLACI**

**Fen Bilimleri Enstitüsü  
Kimya Mühendisliği Anabilim Dalı**

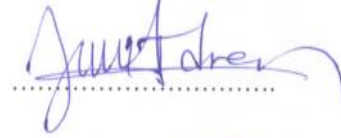
**Doktora Tezi**

**TEZ DANIŞMANI  
Prof. Dr. Satılmış BASAN**

**Çorum 2019**

Cihan YAYLACI tarafından hazırlanan “Manyetik Nanoparçacık/Polibutadien Kompozitlerinin hazırlanması, ısısal ve manyetik özelliklerinin incelenmesi” adlı tez çalışması 11/12/2019 tarihinde aşağıdaki jüri üyeleri tarafından oy birliği/oy çokluğu ile Hitit Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Kimya Mühendisliği Anabilim Dalında Doktora tezi olarak kabul edilmiştir.

Prof. Dr. Uğur Adnan SEVİL



Prof. Dr. Satılmış BASAN



Doç. Dr. Feza GEYİKÇİ



Dr. Öğr. Üyesi Erdal KARADURMUŞ



Dr. Öğr. Üyesi Gediz UĞUZ

Hitit Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Yönetim Kurulunun 09/01/2020 tarihli ve 2020/10. sayılı kararı ile Cihan YAYLACI'nın Kimya Mühendisliği Anabilim Dalı'nda Doktora derecesi alması onanmıştır.



Doç. Dr. Cengiz BAYKASOĞLU  
Fen Bilimleri Enstitüsü Müdürü

## TEZ BEYANI

Tez içindeki bütün bilgilerin etik davranış ve akademik kurallar çerçevesinde elde edilerek sunulduğunu, ayrıca tez yazım kurallarına uygun olarak hazırlanan bu çalışmada bana ait olmayan her türlü ifade ve bilginin kaynağına eksiksiz atıf yapıldığını beyan ederim.



Cihan YAYLACI



**MANYETİK NANOPARÇACIK/POLİBUTADİEN  
KOMPOZİTLERİNİN HAZIRLANMASI, ISISAL VE MANYETİK  
ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ**

Cihan YAYLACI

HİTİT ÜNİVERSİTESİ  
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

Aralık 2019

**ÖZET**

Bu tezde kullanılan nanoparçacıklar nikel ferrit ( $\text{NiFe}_2\text{O}_4$ ), baryum ferrit ( $\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$ ) ve stronsiyum ferrit ( $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$ ) Sol-Jel yöntemi, manyetit ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ) birlikte çöktürme yöntemi kullanılarak sentezlenmiştir. Polimerik ana faz PBD (polibutadien), kütlece farklı bileşimlerde manyetik nanoparçacıkları ile kompozit filmler elde edilmiştir. Elde edilen bu filmlerin ısısal ve manyetik özellikleri incelenmiştir.

Sentezlenen nanoparçacıklar X-ışını difraktometresi (XRD), taramalı elektron mikroskobu (SEM) ve Zeta-Sizer ile karakterize edilmiştir. Zeta-Sizer ve SEM analizleri nanoparçacıkların başarılı bir şekilde üretildiği, XRD analiz sonuçlarından da nanoparçacıkların istenilen yapı da olduğu görülmüştür. Termogravimetrik analiz (TGA) ve diferansiyel taramalı analiz (DSC) analizleri ile kompozitlerin ısısal özellikleri incelenmiştir. Kompozit içerisindeki nanoparçacıklarının yüzdesinin artması ile aktifleşme enerjileri artmıştır. Titreşen örnek magnetometresi (VSM) kullanılarak yapılan ölçümlerde nanoparçacıkların ve kompozitlerin manyetizasyon ölçümleri yapılmıştır.  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ,  $\text{NiFe}_2\text{O}_4$  superparamanyetik,  $\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$  ve  $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$  ferromanyetik özellik göstermiştir.  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  nanoparçacığına Mössbauer analizi sonucunda da örneklerin superparamanyetik özellik gösterdiği görülmüştür.  $\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}/\text{PBD}$ ,  $\text{NiFe}_2\text{O}_4/\text{PBD}$ ,  $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}/\text{PBD}$  ve  $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{PBD}$  kompozitlerinin manyetik özelliklerinin analiz sonucunda manyetik nanoparçacıklarının kütlece %

oranının artması ile  $M_s$  (doymu miknatıslanması) artmıştır. Sonuç olarak manyetik nanoparçacıkların sentezi ve yeni bir kompozit malzeme üretimi gerçekleştirilmiştir.

**Anahtar Kelimeler:** Nanoparçacık, baryum ferrit, stronsiyum ferrit, nikel ferrit, manyetit, manyetik kompozit malzeme



**SYNTHESIS OF MAGNETIC NANOPARTICLE/POLYBUTADIEN  
COMPOSITES AND INVESTIGATION OF HEAT AND MAGNETIC  
PROPERTIES**

Cihan YAYLACI

HİTİT ÜNİVERSİTESİ  
GRADUATE SCHOOL OF NATURAL AND APPLIED SCIENCES

December 2019

**ABSTRACT**

In this thesis, barium ferrite ( $\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$ ), nickel ferrite ( $\text{NiFe}_2\text{O}_4$ ) and strontium ferrite ( $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$ ) were synthesized by Sol-Gel method, magnetite ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ) was synthesized by co-precipitated. With the polymeric main phase PBD (polybutadiene), magnetic composite films were produced in different mass compositions. Thermal and magnetic properties of these films were investigated.

The synthesized nanoparticles were characterized by X-ray diffractometer (XRD), scanning electron microscopy (SEM) and Zeta-Sizer. Zeta-Sizer and SEM analyzes showed that nanoparticles were produced successfully, and XRD analysis showed that the nanoparticles were in the desired structure. Thermogravimetric analysis (TGA) and differential scanning analysis (DSC) analysis of the thermal strength of composites were investigated. Increasing the percentage of nanoparticles in the composite increased the crosslinking density and as a result increased activation energies. Magnetization measurements of nanoparticles and composites were made by using vibrating sample magnetometer (VSM).  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  and  $\text{NiFe}_2\text{O}_4$  showed superparamagnetic,  $\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$  and  $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$  showed ferromagnetic properties. Mössbauer analysis of  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  nanoparticle showed superparamagnetic properties. As a result of analysis of magnetic properties of  $\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}/\text{PBD}$ ,  $\text{NiFe}_2\text{O}_4/\text{PBD}$ ,  $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}/\text{PBD}$  and  $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{PBD}$  composites,  $M_s$  (saturation magnetization) increased



with the increase of % of the mass of magnetic nanoparticles. As a result, the synthesis of magnetic nanoparticles and the production of a new composite material was realized.


**Keywords:** Nanoparticle, barium ferrite, strontium ferrite, nickel ferrite, magnetite, magnetic composite material



## TEŐEKKÜR

Doktora tez alıőmamın hazırlanması sırasında kıymetli bilgi, birikim ve tecrübeleri ile bana yol gösterici ve destek olan deęerli danıőmanım sayın Prof. Dr. Satılmıő BASAN'a sonsuz teőekkür ve saygılarımı sunarım.

alıőmalarım boyunca sevgi, hoőgörü ve sabrını esirgemeyen deęerli aileme ve tez alıőmasının gerekleőmesinde emeęi geen herkese ok teőekkür ederim.



Cihan YAYLACI  
Kimya Mühendisi

## İÇİNDEKİLER

	<b>Sayfa</b>
ÖZET .....	iv
ABSTRACT .....	vi
TEŞEKKÜR .....	viii
ÇİZELGELER DİZİNİ .....	xii
ŞEKİLLER DİZİNİ .....	xiiiv
RESİMLER DİZİNİ.....	xiv
SİMGELER VE KISALTMALAR .....	xxii
1. GİRİŞ .....	1
2. KURAMSAL TEMELLER VE KAYNAK ARAŞTIRMASI .....	3
2.1. Polimerler .....	3
2.1.1. Polimer tanımı.....	3
2.1.2. Elastomerler .....	3
2.1.3. Elastomerlerin özellikleri ve kullanım alanları .....	5
2.1.4. Polibütadien (PBD) .....	7
2.2. Nanoteknoloji.....	8
2.2.1. Nano ölçek ve nanobilim .....	8
2.2.2. Nanoparçacık hareketi .....	9
2.2.3. Nanoparçacık sentezi.....	10
2.3. Manyetik Malzemelerin Özellikleri .....	11
2.3.1. Manyetik malzemelerin sınıflandırılması .....	11
2.3.2. Curie sıcaklığı .....	21

**Sayfa**

2.3.3. Histeresis eğrisi .....	22
2.4. Anizotropi .....	24
2.4.1. Manyetik kristal anizotropisi .....	25
2.5. Manyetik Gerilme .....	27
2.6. Manyetik Kompozit Sentezi .....	29
2.7. Karakterizasyon Yöntemleri .....	47
2.7.1. Termogravimetrik analiz (TGA) .....	47
2.7.2. Diferansiyel taramalı kalorimetri (DSC) .....	48
2.7.3. X-ışınları toz kırınım yöntemi (XRD) .....	50
2.7.4. Taramalı elektron mikroskobu (SEM) .....	50
2.7.4. Titreşen örnek magnetometresi (VSM) .....	49
2.7.5. Mössbauer spektrometrisi .....	50
3. MATERYAL VE YÖNTEM .....	51
3.1. Deneşlerde Kullanılan Kimyasal Madde ve Özellikleri .....	51
3.2. Sentezlenen Nanoparçacıkların Karakterizasyonu .....	51
3.3. Yöntem .....	52
3.3.1. Baryum ferrit ( $BaFe_{12}O_{19}$ ) sentezi .....	52
3.3.2. Stronsiyum ferrit ( $SrFe_{12}O_{19}$ ) sentezi .....	53
3.3.3. Nikel ferrit ( $NiFe_2O_4$ ) sentezi .....	54
3.3.4. Manyetit ( $Fe_3O_4$ ) sentezi .....	55
3.3.5. Nanokompozit hazırlanması .....	56
4. ARAŞTIRMA SONUÇLARI VE TARTIŞMA .....	57
4.1. Manyetik Nanoparçacıkların Sentez Sonuçları .....	57
4.1.1. $BaFe_{12}O_{19}$ nanoparçacığı sentez sonuçları .....	57
4.1.2. $SrFe_{12}O_{19}$ nanoparçacığı sentez sonuçları .....	60

**Sayfa**

4.1.3. NiFe <sub>2</sub> O <sub>4</sub> nanoparçacığı sentez sonuçları.....	63
4.1.4. Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> nanoparçacığı sentez sonuçları.....	66
4.2. Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> /PBD kompozitlerinin ısısal ve manyetik özellikleri .....	69
4.2.1. PBD ve Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> /PBD kompozitlerinin ısısal özellikleri .....	70
4.2.2. Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> ve Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> /PBD kompozitlerinin manyetik özellikleri .....	91
4.2.3. Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> ve Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> /PBD kompozitlerinin Mössbauer analiz sonuçları.....	92
4.3. NiFe <sub>2</sub> O <sub>4</sub> /PBD kompozitlerinin ısısal ve manyetik özellikleri .....	94
4.3.1. PBD ve NiFe <sub>2</sub> O <sub>4</sub> /PBD kompozitlerinin ısısal özellikleri .....	94
4.3.2. PBD ve NiFe <sub>2</sub> O <sub>4</sub> /PBD kompozitlerinin manyetik özellikleri .....	100
4.4. SrFe <sub>12</sub> O <sub>19</sub> /PBD kompozitlerinin ısısal ve manyetik özellikleri .....	102
4.4.1. PBD ve SrFe <sub>12</sub> O <sub>19</sub> /PBD kompozitlerinin ısısal özellikleri .....	102
4.4.2. PBD ve SrFe <sub>12</sub> O <sub>19</sub> /PBD kompozitlerinin manyetik özellikleri.....	108
4.5. BaFe <sub>12</sub> O <sub>19</sub> /PBD kompozitlerinin ısısal ve manyetik özellikleri .....	110
4.5.1. PBD ve BaFe <sub>12</sub> O <sub>19</sub> /PBD kompozitlerinin ısısal özellikleri .....	110
4.5.2. PBD ve BaFe <sub>12</sub> O <sub>19</sub> /PBD kompozitlerinin manyetik özellikleri .....	116
5. SONUÇ VE ÖNERİLER .....	119
KAYNAKLAR.....	121
ÖZ GEÇMİŞ.....	127

## ÇİZELGELER DİZİNİ

Çizelge	Sayfa
Çizelge 2.1. Çapraz bağlanmış ve bağlanmamış elastomerlerin özellikleri.....	4
Çizelge 2.2. Doğal kauçuğun özellikleri .....	6
Çizelge 2.3. Manyetik davranış türlerinin özeti .....	13
Çizelge 2.4. Paramanyetik ve ferromanyetik malzemelerin doyum manyetizasyonlarının karşılaştırılması .....	17
Çizelge 2.5. Baryum oksit içeren ferrit yapılar .....	19
Çizelge 2.6. Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> nanoparçacıklarının Mössbauer spektrum parametreleri.....	43
Çizelge 3.1. Deneylede Kullanılan Kimyasal Madde ve Özellikleri.....	51
Çizelge 4.1. Azot ortamında Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> /PBD kompozitlerinin T <sub>i</sub> , T <sub>h</sub> , T <sub>m</sub> , T <sub>f</sub> , R <sub>m</sub> , W <sub>m</sub> ve R <sub>600</sub> değerleri.....	74
Çizelge 4.2. Hava ortamında Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> /PBD kompozitlerinin T <sub>i</sub> , T <sub>h</sub> , T <sub>m</sub> , T <sub>f</sub> , R <sub>m</sub> , W <sub>m</sub> ve R <sub>600</sub> değerleri.....	74
Çizelge 4.3. %30 Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> içeren Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> /PBD örneğinin azot ortamındaki ısısız bozunma tepkimesine Freeman- Carroll yönteminin uygulaması.....	80
Çizelge 4.4. Azot ortamında PBD ve Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> /PBD kompozit örneklerinin Friedmann ve Freeman-Caroll yöntemlerine göre E <sub>A</sub> , n, A ve R <sup>2</sup> değerleri .....	79
Çizelge 4.5. Hava ortamında PBD ve Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> /PBD kompozit örneklerinin Friedmann ve Freeman-Caroll yöntemlerine göre E <sub>A</sub> , n, A ve R <sup>2</sup> değerleri .....	80
Çizelge 4.6. Azot ortamında PBD/Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> kompozitlerinin T <sub>e</sub> , T <sub>c</sub> ve T <sub>m</sub> değerleri .....	90
Çizelge 4.7. Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> /PBD kompozitlerinin M <sub>s</sub> değerleri.....	91
Çizelge 4.8. Mössbauer parametreleri .....	97
Çizelge 4.9. Azot ortamında PBD ve NiFe <sub>2</sub> O <sub>4</sub> /PBD kompozitlerinin T <sub>i</sub> , T <sub>h</sub> , T <sub>m</sub> , T <sub>f</sub> , R <sub>m</sub> , W <sub>m</sub> ve W <sub>600</sub> değerleri.....	96

<b>Çizelge</b>	<b>Sayfa</b>
Çizelge 4.10. Azot ortamında PBD ve NiFe <sub>2</sub> O <sub>4</sub> /PBD kompozit örneklerinin Friedmann ve Freeman-Caroll yöntemlerine göre E <sub>A</sub> , n, A ve R <sup>2</sup> değerleri .....	97
Çizelge 4.11. Azot ortamında PBD ve NiFe <sub>2</sub> O <sub>4</sub> /PBD kompozitlerinin T <sub>e</sub> , T <sub>c</sub> ve T <sub>m</sub> değerleri.....	99
Çizelge 4.12. PBD ve NiFe <sub>2</sub> O <sub>4</sub> / PBD kompozitlerinin M <sub>s</sub> değerleri.....	100
Çizelge 4.13. Azot ortamında PBD ve SrFe <sub>12</sub> O <sub>19</sub> /PBD kompozitlerinin T <sub>b</sub> , T <sub>y</sub> , T <sub>m</sub> , T <sub>s</sub> , R <sub>m</sub> , W <sub>m</sub> ve W <sub>600</sub> değerleri.....	104
Çizelge 4.14. Azot ortamında PBD ve SrFe <sub>12</sub> O <sub>19</sub> /PBD kompozit örneklerinin Friedmann ve Freeman-Caroll yöntemlerine göre E <sub>A</sub> , n, A ve R <sup>2</sup> değerleri .....	105
Çizelge 4.15. Azot ortamında PBD ve SrFe <sub>12</sub> O <sub>19</sub> /PBD kompozitlerinin T <sub>e</sub> , T <sub>c</sub> ve T <sub>m</sub> değerleri.....	107
Çizelge 4.16. PBD ve SrFe <sub>12</sub> O <sub>19</sub> /PBD kompozitlerinin H <sub>c</sub> , M <sub>r</sub> ve M <sub>s</sub> değerleri .....	109
Çizelge 4.17. Azot ortamında PBD ve BaFe <sub>12</sub> O <sub>19</sub> /PBD kompozitlerinin T <sub>i</sub> , T <sub>h</sub> , T <sub>m</sub> , T <sub>f</sub> , R <sub>m</sub> , W <sub>m</sub> ve W <sub>600</sub> değerleri .....	112
Çizelge 4.18. Azot ortamında PBD ve BaFe <sub>12</sub> O <sub>19</sub> /PBD kompozit örneklerinin Friedmann ve Freeman-Caroll yöntemlerine göre E <sub>A</sub> , n, A ve R <sup>2</sup> değerleri .....	113
Çizelge 4.19. Azot ortamında PBD ve BaFe <sub>12</sub> O <sub>19</sub> /PBD kompozitlerinin T <sub>e</sub> , T <sub>c</sub> ve T <sub>m</sub> değerleri.....	115
Çizelge 4.20. PBD ve BaFe <sub>12</sub> O <sub>19</sub> /PBD kompozitlerinin H <sub>c</sub> , M <sub>r</sub> ve M <sub>s</sub> değerleri .....	117

## ŞEKİLLER DİZİNİ

Şekil	Sayfa
Şekil 2.1. Diyamanyetik maddenin manyetizasyon (M) ve manyetik alan (H) grafiği .....	14
Şekil 2.2. Paramanyetizma maddenin manyetizasyon (M) ve manyetik alan (H) ile paramanyetik yoğunluğun ( $\chi$ ) sıcaklıkla (T) değişim grafiği .....	15
Şekil 2.3. Oda sıcaklığına Fe, Co ve Ni'in mıknatıslanma eğrileri .....	17
Şekil 2.4. Mıknatıslanma (M) – sıcaklık(T) grafiği.....	21
Şekil 2.5. Mıknatıslanma eğrileri ve histeresis halkaları .....	22
Şekil 2.6. Farklı maddeler için manyetizasyon eğrileri .....	23
Şekil 2.7. Manyetik alan sıfırlaması .....	24
Şekil 2.8. Demir kristali manyetizasyon eğrisi.....	25
Şekil 2.9. Nikel kristali manyetizasyon eğrisi .....	26
Şekil 2.10. Kobalt kristali manyetizasyon eğrisi .....	27
Şekil 2.11. Hekzagonal kristalde domain yapısı.....	27
Şekil 2.12. Manyetik gerilmenin manyetik alana bağlılığı .....	30
Şekil 2.13. Manyetik kompozit sentezleme tekniklerinin genel sınıflandırılması .....	29
Şekil 2.14. Farklı yüzdelerde karbon nanotüp içeren (MWCNT) kompozitin XRD grafikleri.....	31
Şekil 2.15. Reçine içerisinde ağırlıkça farklı yüzdelerde baryum ferrit ilavesiyle elde edilen histeresis grafiği.....	33
Şekil 2.16. Baryum ferrit ve kompozit malzemenin XRD grafiği.....	33
Şekil 2.17. Manyetik histeresis grafiği a) Baryum ferrit ve b) %50 polianilin ve baryum ferrit.....	34
Şekil 2.18. 800 °C ve 1100 °C'de hazırlanan BaFe <sub>12</sub> O <sub>19</sub> 'nin XRD grafiği.....	35



<b>Şekil</b>	<b>Sayfa</b>
Şekil 2.19. Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> 'nin XRD grafiği a) 40 °C, b) 80 °C, c) 0,43 molL <sup>-1</sup> sodyum sitrat (C <sub>6</sub> H <sub>5</sub> Na <sub>3</sub> O <sub>7</sub> ), 80 °C, d) 0,86 mL <sup>-1</sup> oleik asit (C <sub>18</sub> H <sub>34</sub> O <sub>2</sub> ), 80 °C .....	36
Şekil 2.20. SrFe <sub>12</sub> O <sub>19</sub> 'nin XRD grafiği .....	37
Şekil 2.21. Histeresis eğrileri, manyetik derişim (hacimce) %55, %65 ve %80 .....	39
Şekil 2.22. XRD grafikleri a) Grafen oksit, b) Stronsiyum ferrit, c) Nanokompozit, d) Polianilin .....	40
Şekil 2.23. NiFe <sub>2</sub> O <sub>4</sub> nanokristallerinin XRD grafiği, standart NiFe <sub>2</sub> O <sub>4</sub> JCPDS No. 74–2081 .....	41
Şekil 2.24. Manyetit nanoparçacıklarının Mössbauer spektrumu .....	43
Şekil 4.1. BaFe <sub>12</sub> O <sub>19</sub> (baryum ferrit) XRD grafiği .....	60
Şekil 4.2. BaFe <sub>12</sub> O <sub>19</sub> (baryum ferrit) boyut dağılımı .....	60
Şekil 4.3. BaFe <sub>12</sub> O <sub>19</sub> nanoparçacıklarının manyetikleşme – alan eğrisi .....	59
Şekil 4.4. SrFe <sub>12</sub> O <sub>19</sub> (stronsiyum ferrit) XRD grafiği .....	61
Şekil 4.5. SrFe <sub>12</sub> O <sub>19</sub> (stronsiyum ferrit) boyut dağılımı .....	61
Şekil 4.6. SrFe <sub>12</sub> O <sub>19</sub> nanoparçacıklarının manyetikleşme – alan eğrisi .....	62
Şekil 4.7. NiFe <sub>2</sub> O <sub>4</sub> (nikel ferrit) XRD grafiği .....	64
Şekil 4.8. NiFe <sub>2</sub> O <sub>4</sub> (nikel ferrit) boyut dağılımı .....	64
Şekil 4.9. NiFe <sub>2</sub> O <sub>4</sub> nanoparçacıklarının manyetikleşme – alan eğrisi .....	65
Şekil 4.10. Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> (manyetit) XRD grafiği .....	67
Şekil 4.11. Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> (manyetit) boyut dağılımı .....	67
Şekil 4.12. Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> nanoparçacıklarının manyetikleşme – alan eğrisi .....	70
Şekil 4.13. %10 Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> içeren Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> /PBD kompozitinin azot ortamında kaydedilen TGA-DTGA eğrileri .....	70
Şekil 4.14. PBD ve Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> /PBD kompozitlerinin azot ortamında TGA eğrileri .....	71
Şekil 4.15. PBD ve Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> /PBD kompozitlerinin azot ortamında DTGA eğrileri .....	71

<b>Şekil</b>	<b>Sayfa</b>
Şekil 4.16. PBD ve Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> /PBD kompozitlerinin hava ortamında kaydedilen TGA eğrileri.....	72
Şekil 4.17. PBD ve Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> /PBD kompozitlerinin hava ortamında DTGA eğrileri.....	73
Şekil 4.18. PBD ve Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> /PBD kompozitinin azot ortamında TGA-DTGA eğrilerinden elde edilen T <sub>i</sub> , T <sub>f</sub> , T <sub>h</sub> ve T <sub>m</sub> değerlerinin Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> oranı ile değişimi.....	74
Şekil 4.19. PBD ve Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> /PBD kompozitinin hava ortamında TGA-DTGA eğrilerinden elde edilen T <sub>i</sub> , T <sub>f</sub> , T <sub>h</sub> ve T <sub>m</sub> değerlerinin Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> oranı ile değişimi.....	75
Şekil 4.20. PBD ve farklı miktarlarda Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> içeren Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> /PBD kompozit örneklerinin azot ortamındaki W <sub>m</sub> , R <sub>m</sub> ve W <sub>600</sub> değerlerinin Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> miktarı ile değişimi.....	76
Şekil 4.21. PBD ve farklı miktarlarda Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> içeren Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> /PBD kompozit örneklerinin havadaki W <sub>m</sub> , R <sub>m</sub> ve W <sub>600</sub> değerlerinin Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> miktarı ile değişimi.....	76
Şekil 4.22. Freeman-Carroll yöntemi ile %30 Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> içeren Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> /PBD örneğinin azot ortamındaki ısısal bozunma tepkimesine ait kinetik parametrelerinin bulunması.....	78
Şekil 4.23. Friedman Yöntemi ile %30 Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> içeren Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> /PBD örneğinin azot ortamındaki ısısal bozunma tepkimesine ait EA değerinin bulunması ...	79
Şekil 4.24. PBD örneğinin hava-azot ortamındaki TGA-DTGA eğrilerinin karşılaştırılması .....	81
Şekil 4.25. %10 Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> içeren Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> /PBD kompozit örneğinin hava-azot ortamındaki TGA-DTGA eğrilerinin karşılaştırılması .....	81
Şekil 4.26. %20 Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> içeren Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> /PBD kompozit örneğinin hava-azot ortamındaki TGA-DTGA eğrilerinin karşılaştırılması .....	82
Şekil 4.27. %25 Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> içeren Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> /PBD kompozit örneğinin hava-azot ortamındaki TGA-DTGA eğrilerinin karşılaştırılması .....	82
Şekil 4.28. %30 Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> içeren Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> /PBD kompozit örneğinin hava-azot ortamındaki TGA-DTGA eğrilerinin karşılaştırılması .....	83

<b>Şekil</b>	<b>Sayfa</b>
Şekil 4.29. Azot ve hava ortamında PBD ve PBD/Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> kompozit örneklerinin Freeman-Carroll yöntemine göre hesaplanan aktifleşme enerjilerinin (E <sub>A</sub> ) Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> oranı ile değişimi .....	84
Şekil 4.30. Azot ve hava ortamında PBD ve Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> /PBD kompozit örneklerinin Friedmann yöntemine göre hesaplanan aktifleşme enerjilerinin (E <sub>A</sub> ) Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> oranı ile değişimi .....	84
Şekil 4.31. Azot ve hava ortamında PBD ve Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> /PBD kompozit örneklerinin T <sub>i</sub> değerlerinin Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> oranı ile değişimi .....	85
Şekil 4.32. Azot ve hava ortamında PBD ve Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> /PBD kompozit örneklerinin T <sub>i</sub> değerlerinin Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> oranı ile değişimi.....	85
Şekil 4.33. Azot ve hava ortamında PBD ve Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> /PBD kompozit örneklerinin T <sub>m</sub> değerlerinin Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> oranı ile değişimi .....	86
Şekil 4.34. Azot ve hava ortamında PBD ve Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> /PBD kompozit örneklerinin T <sub>f</sub> değerlerinin Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> miktarı ile değişimi .....	86
Şekil 4.35. Azot ve hava ortamında PBD ve Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> /PBD kompozit örneklerinin R <sub>m</sub> değerlerinin Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> miktarı ile değişimi.....	90
Şekil 4.36. Azot ve hava ortamında PBD ve Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> /PBD kompozit örneklerinin W <sub>m</sub> değerlerinin Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> miktarı ile değişimi.....	90
Şekil 4.37. Azot ve hava ortamında PBD ve Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> /PBD kompozit örneklerinin W <sub>600</sub> değerlerinin Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> miktarı ile değişimi.....	88
Şekil 4.38. Azot ortamında PBD'nin DSC eğrisi .....	89
Şekil 4.39. Azot ortamında PBD ve Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> /PBD kompozit örneklerinin DSC eğrileri .....	89
Şekil 4.40. PBD ve Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> /PBD kompozitlerinin DSC eğrilerinden belirlenen T <sub>c</sub> , T <sub>m</sub> ve T <sub>e</sub> değerlerin Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> miktarı ile değişimi .....	90
Şekil 4.41. Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> ve Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> /PBD kompozit örneklerinin manyetikleşme (M) – alan (H) eğrileri .....	91
Şekil 4.42. Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> ve Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> /PBD kompozit örneklerinin Ms değerlerinin değişimi...	92
Şekil 4.43. %25 Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> içeren Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> /PBD kompozit örneğinin Mössbauer spektrumu.....	93

<b>Şekil</b>	<b>Sayfa</b>
Şekil 4.44. PBD ve NiFe <sub>2</sub> O <sub>4</sub> /PBD kompozitlerinin azot ortamında kaydedilen TGA eğrileri.....	94
Şekil 4.45. PBD ve NiFe <sub>2</sub> O <sub>4</sub> /PBD kompozitlerinin azot ortamında kaydedilen DTGA eğrileri .....	95
Şekil 4.46. PBD ve NiFe <sub>2</sub> O <sub>4</sub> /PBD kompozitinin azot ortamında TGA-DTGA eğrilerinden elde edilen T <sub>i</sub> , T <sub>f</sub> , T <sub>h</sub> ve T <sub>m</sub> değerlerinin NiFe <sub>2</sub> O <sub>4</sub> miktarı ile değişimi.....	96
Şekil 4.47. PBD ve NiFe <sub>2</sub> O <sub>4</sub> /PBD kompozitinin azot ortamında TGA-DTGA eğrilerinden elde edilen W <sub>m</sub> , R <sub>m</sub> , ve W <sub>600</sub> değerlerinin NiFe <sub>2</sub> O <sub>4</sub> miktarı ile değişimi.....	100
Şekil 4.48. Azot ortamında PBD ve NiFe <sub>2</sub> O <sub>4</sub> /PBD kompozit örneklerinin Freeman Carroll ve Friedmann yöntemine göre hesaplanan aktifleşme enerjilerinin (E <sub>A</sub> ) NiFe <sub>2</sub> O <sub>4</sub> miktarı ile değişimi .....	98
Şekil 4.49. Azot ortamında PBD ve NiFe <sub>2</sub> O <sub>4</sub> /PBD kompozit örneklerinin DSC eğrileri.....	99
Şekil 4.50. Azot ortamında PBD ve NiFe <sub>2</sub> O <sub>4</sub> /PBD kompozitlerinin T <sub>e</sub> , T <sub>c</sub> ve T <sub>m</sub> değerlerinin NiFe <sub>2</sub> O <sub>4</sub> miktarı ile değişimi .....	100
Şekil 4.51. PBD ve NiFe <sub>2</sub> O <sub>4</sub> /PBD kompozit örneklerinin manyetikleşme (M) – alan (H) eğrileri .....	101
Şekil 4.52. PBD ve NiFe <sub>2</sub> O <sub>4</sub> / PBD kompozit örneklerinin M <sub>s</sub> değerlerinin NiFe <sub>2</sub> O <sub>4</sub> ile değişimi .....	101
Şekil 4.53. PBD ve SrFe <sub>12</sub> O <sub>19</sub> /PBD kompozitlerinin azot ortamında kaydedilen TGA eğrileri.....	102
Şekil 4.54. PBD ve SrFe <sub>12</sub> O <sub>19</sub> /PBD kompozitlerinin azot ortamında kaydedilen DTGA eğrileri .....	103
Şekil 4.55. PBD ve SrFe <sub>12</sub> O <sub>19</sub> /PBD kompozitinin azot ortamında TGA-DTGA eğrilerinden elde edilen T <sub>i</sub> , T <sub>f</sub> , T <sub>h</sub> ve T <sub>m</sub> değerlerinin SrFe <sub>12</sub> O <sub>19</sub> miktarı ile değişimi.....	104
Şekil 4.56. PBD ve SrFe <sub>12</sub> O <sub>19</sub> /PBD kompozitinin azot ortamında TGA-DTGA eğrilerinden elde edilen W <sub>m</sub> , R <sub>m</sub> , ve W <sub>600</sub> değerlerinin SrFe <sub>12</sub> O <sub>19</sub> miktarı ile değişimi.....	105

<b>Şekil</b>	<b>Sayfa</b>
Şekil 4.57. Azot ortamında PBD ve SrFe <sub>12</sub> O <sub>19</sub> /PBD kompozit örneklerinin Friedmann ve Freeman-Carroll yöntemlerine göre bulunan E <sub>A</sub> değerlerinin ve SrFe <sub>12</sub> O <sub>19</sub> miktarı ile değişimi.....	106
Şekil 4.58. Azot ortamında PBD ve SrFe <sub>12</sub> O <sub>19</sub> /PBD kompozit örneklerinin DSC eğrileri.....	107
Şekil 4.59. Azot ortamında PBD ve SrFe <sub>12</sub> O <sub>19</sub> /PBD kompozitlerinin T <sub>e</sub> , T <sub>c</sub> ve T <sub>m</sub> değerlerinin SrFe <sub>12</sub> O <sub>19</sub> miktarı ile değişimi.....	108
Şekil 4.60. PBD ve SrFe <sub>12</sub> O <sub>19</sub> /PBD kompozit örneklerinin manyetikleşme (M) – alan (H) eğrileri .....	109
Şekil 4.61. PBD ve SrFe <sub>12</sub> O <sub>19</sub> /PBD kompozitlerinin H <sub>c</sub> , M <sub>r</sub> ve M <sub>s</sub> değerlerinin SrFe <sub>12</sub> O <sub>19</sub> miktarı ile değişimi.....	110
Şekil 4.62. PBD ve BaFe <sub>12</sub> O <sub>19</sub> /PBD kompozitlerinin azot ortamında kaydedilen TGA eğrileri .....	111
Şekil 4.63. PBD ve BaFe <sub>12</sub> O <sub>19</sub> /PBD kompozitlerinin azot ortamında DTGA eğrileri.....	111
Şekil 4.64. PBD ve BaFe <sub>12</sub> O <sub>19</sub> /PBD kompozitinin azot ortamında TGA-DTGA eğrilerinden elde edilen T <sub>i</sub> , T <sub>f</sub> , T <sub>h</sub> ve T <sub>m</sub> değerlerinin BaFe <sub>12</sub> O <sub>19</sub> miktarı ile değişimi.....	112
Şekil 4.65. PBD ve BaFe <sub>12</sub> O <sub>19</sub> /PBD kompozitinin azot ortamında TGA-DTGA eğrilerinden elde edilen W <sub>m</sub> , R <sub>m</sub> ve W <sub>600</sub> değerlerinin BaFe <sub>12</sub> O <sub>19</sub> miktarı ile değişimi.....	113
Şekil 4.66. Azot ortamında PBD ve BaFe <sub>12</sub> O <sub>19</sub> /PBD kompozit örneklerinin Freeman Carroll yöntemine ve Friedmann yöntemine göre hesaplanan aktifleşme enerjilerinin (E <sub>A</sub> ) BaFe <sub>12</sub> O <sub>19</sub> miktarı ile değişimi.....	114
Şekil 4.67. Azot ortamında PBD/BaFe <sub>12</sub> O <sub>19</sub> kompozit örneklerinin DSC eğrileri .....	115
Şekil 4.68. Farklı miktarlarda BaFe <sub>12</sub> O <sub>19</sub> içeren BaFe <sub>12</sub> O <sub>19</sub> /PBD kompozitlerin T <sub>e</sub> , T <sub>c</sub> ve T <sub>m</sub> değerlerinin BaFe <sub>12</sub> O <sub>19</sub> miktarı ile değişimi.....	116
Şekil 4.69. PBD ve BaFe <sub>12</sub> O <sub>19</sub> /PBD kompozit örneklerinin manyetikleşme (M) – alan (H) eğrileri .....	117
Şekil 4.70. PBD ve BaFe <sub>12</sub> O <sub>19</sub> /PBD kompozitlerinin H <sub>c</sub> , M <sub>r</sub> ve M <sub>s</sub> değerlerinin BaFe <sub>12</sub> O <sub>19</sub> miktarı ile değişimi.....	118

## RESİMLER DİZİNİ

<b>Resim</b>	<b>Sayfa</b>
Resim 2.1. Polimer molekülü (a) çapraz bağlanmamış, (b) çapraz bağlanmış .....	3
Resim 2.2. Hevea Brasiliensis ağacı.....	5
Resim 2.3. Bütadien.....	7
Resim 2.4. Doğal ve yapay nesnelerin nano ölçek ile karşılaştırılması.....	9
Resim 2.5. Brownian hareket .....	10
Resim 2.6. Nanoparçacık üretiminde kullanılan yöntemler .....	10
Resim 2.7. Akım halkasındaki elektronun hareketi.....	11
Resim 2.8. Oda sıcaklığında elementlerin manyetik özelliklerinin periyodik tabloda gösterimi .....	12
Resim 2.9. Ferromanyetik malzemelerin manyetik momentlerinin dizilişi.....	16
Resim 2.10. Ferrimanyetik malzemelerin manyetik momentlerinin dizilişi .....	18
Resim 2.11. A ve B alt örgülerin antiferromanyetik düzeni .....	20
Resim 2.12. [110] yönünde manyetik alanda demir kristalinin domain yapısı.....	26
Resim 2.13. a) Sentezlenen kompozit b) BaFe <sub>12</sub> O <sub>19</sub> c) Polianilin ve d) Karbon nanotüp SEM görüntüleri.....	32
Resim 2.14. Farklı sıcaklıklarda kalsine edilen BaFe <sub>12</sub> O <sub>19</sub> 'in SEM görüntüleri.....	35
Resim 2.15. Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> 'nin SEM görüntüsü .....	37
Resim 2.16. SrFe <sub>12</sub> O <sub>19</sub> 'nin SEM görüntüleri, (a) 900 °C, (b) 950 °C ve (c)1000 °C .....	38
Resim 2.17. FESEM görüntüleri a) SrFe <sub>12</sub> O <sub>19</sub> nanoparçacığı, b) R-GO/SF nanokompozitler ve TEM görüntüleri, c) R-GO/SF nanokompozitler ve d) R-GO/SF/PANI nanokompozitler .....	40
Resim 2.18. NiFe <sub>2</sub> O <sub>4</sub> 'nin SEM görüntüleri.....	41
Resim 2.19. SEM görüntüleri a) Polianilin ve polianilin/NiFe <sub>2</sub> O <sub>4</sub> kompozitler (ağırlıkça), b) %10 c) %30 d) %50.....	42

<b>Resim</b>	<b>Sayfa</b>
Resim 2.20. Taramalı elektron mikroskobu şematik diyagramı.....	49
Resim 2.21. Titreşen örnek magnetometresi şematik diyagramı .....	49
Resim 2.22. Mössbauer spektrometrisi şematik diyagramı.....	50
Resim 3.1. BaFe <sub>12</sub> O <sub>19</sub> (baryum ferrit) sentezi .....	52
Resim 3.2. Sentezlenen BaFe <sub>12</sub> O <sub>19</sub> (baryum ferrit) .....	52
Resim 3.3. SrFe <sub>12</sub> O <sub>19</sub> (stronsiyum ferrit) sentezi.....	53
Resim 3.4. Sentezlenen SrFe <sub>12</sub> O <sub>19</sub> (stronsiyum ferrit).....	53
Resim 3.5. NiFe <sub>2</sub> O <sub>4</sub> (nikel ferrit) sentezi .....	54
Resim 3.6. Sentezlenen NiFe <sub>2</sub> O <sub>4</sub> (nikel ferrit) .....	54
Resim 3.7. Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> (manyetit) sentezi .....	55
Resim 3.8. Sentezlenen Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> (manyetit) .....	55
Resim 3.9. Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> içeren nanokompozit karışımı.....	56
Resim 3.10. Nanokompozit filmi .....	56
Resim 4.1. BaFe <sub>12</sub> O <sub>19</sub> (baryum ferrit) mıknatısa karşı verdiği tepki.....	57
Resim 4.2. BaFe <sub>12</sub> O <sub>19</sub> (baryum ferrit) SEM görüntüsü.....	59
Resim 4.3. SrFe <sub>12</sub> O <sub>19</sub> (stronsiyum ferrit) mıknatısa karşı verdiği tepki .....	60
Resim 4.4. SrFe <sub>12</sub> O <sub>19</sub> (stronsiyum ferrit) SEM görüntüsü .....	62
Resim 4.5. NiFe <sub>2</sub> O <sub>4</sub> (nikel ferrit) mıknatısa karşı verdiği tepki.....	63
Resim 4.6. NiFe <sub>2</sub> O <sub>4</sub> (nikel ferrit) SEM görüntüsü.....	65
Resim 4.7. Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> (manyetit) mıknatısa karşı verdiği tepki.....	66
Resim 4.8. Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> (manyetit) SEM görüntüsü .....	70

## SİMGELER VE KISALTMALAR

### Simgeler

$\mu\text{m}$	Mikrometre
nm	Nanometre
$\lambda$	X-ışını dalga boyu
$\Theta$	Bragg kırınım açısı
A	Frekans faktörü
B	Yarı pik genişliği (radyan)
Dc	Ortalama Kristal boyutu
$\rho$	Yoğunluk
$E_A$	Aktifleşme enerjisi
en	Erime noktası
H	Manyetik alan
$H_c$	Koersivite
$H_{hf}$	İç manyetik alan
IS	İzomer kayma değeri
kn	Kaynama noktası
M	Manyetizasyon
$M_r$	Kalıcı mıknatıslanma
$M_s$	Doyum mıknatıslanması
$R_m$	Maksimum bozunma hızı
$T_i$	Isısal bozunma tepkimesinin başlama sıcaklığı
$T_c$	Çapraz bağlanma hızının maksimum olduğu sıcaklık
$T_e$	Kristal faz erime sıcaklığı
$T_m$	Isısal bozunma hızının maksimum olduğu sıcaklık
$T_f$	Isısal bozunmanın sonlanma sıcaklığı
$T_h$	Isısal bozunmanın yarı ömür sıcaklığı
n	Tepkime derecesi
$W_m$	Maksimum bozunma hızında kalan kütle yüzdesi
$W_{600}$	600 °C'de kalan kütle yüzdesi



**Kısaltmalar**

w/w %	Ağırlıkça yüzde
Ba(NO <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	Baryum nitrat
C <sub>6</sub> H <sub>8</sub> O <sub>7</sub> .H <sub>2</sub> O	Sitrik asit mono hidrat
Fe(NO <sub>3</sub> ) <sub>3</sub> .9H <sub>2</sub> O	Demir (III) nitrat nano hidrat
FeCl <sub>3</sub> .6H <sub>2</sub> O	Demir(III) klorür hekza hidrat
FeSO <sub>4</sub> .7H <sub>2</sub> O	Demir (II) sülfat hepta hidrat
NH <sub>4</sub> OH	Amonyum hidroksit
Ni(NO <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> .6H <sub>2</sub> O	Nikel (II) nitrat hekza hidrat
NaOH	Sodyum hidroksit
Sr(NO <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	Stronsiyum nitrat

## 1. GİRİŞ

Nanobilim, nanometre (nm) ölçeğindeki malzemeler ile çalışır. Nanoboyuttaki malzemeler elektrik, optik ve manyetik bakımdan sıra dışı özelliklere sahiptir. Çapları 1-100 nm arasında değişen manyetik nanoparçacıkların iyi manyetik özelliklerinden dolayı uygulama alanları oldukça geniştir. Manyetik nanoparçacıklar, manyetik rezonans görüntüleme (MRI), ilaç salınımı, çevresel arıtma, hipertermi tedavisi, elektronik ve enerji sektörlerinde kullanılır (Benfield ve ark., 2001; Sun ve ark., 2002).

Polimerik malzemeler günlük hayatımızda vazgeçilmez bir öneme sahiptir. Giyim (polyester, poliakrilonitril), ambalaj (nylon), ev yapı malzemeleri (polivinil klorür borular) ve sağlık (sentetik organlar) gibi birçok sektörde farklı alanlarda polimerik malzemeler görülür. Polimerlerin mekanik ve kimyasal özelliklerinden yararlanılarak çeşitli polimerik malzemeler üretilir. Cep telefonu, bilgisayar, biyomedikal malzemeler ve ulaşım araçları başta olmak üzere birçok ürün içerisinde polimer ve lifleri kullanılır (Wang ve ark., 2018).

Manyetik kompozitler, polimer ana fazı içerisinde manyetik dolgu malzemesi içeren bir grup akıllı malzemedir. Kompozitin yapısı, özellikle polimer ana fazının özelliklerine büyük ölçüde bağlıdır. Polimerler genellikle esneklik ve kalıplanabilirliğinin kolaylığından dolayı tercih edilir. Genel olarak polimer malzemelerine manyetik malzemelerin hazırlanmasıyla yeni özellikler elde edilir. Manyetik dolgulu kompozitler, titreşimlere hassas bir şekilde tepki verebilir ve çeşitli dalga boylarındaki salınımları absorplar. Bu özelliklerinden dolayı Dc motor, motor parçaları, akıllı lastikler, mikro dalga ve radar teknolojisi gibi çok çeşitli ileri teknolojik malzeme üretiminde kullanılır (Varfolomeev ve ark., 2005; Bunoiu ve ark., 2016).

Çalışmamıza konu edilen manyetik nanoparçacıkların sentezlenmesinde sol-jel yöntemi ve birlikte çöktürme yönteminden yararlanıldı. Sol-jel yöntemi, koloidal bir çözelti (sol) içerisinde hidroliz ve öncülerin yoğunlaştırılmasına dayanır. Teknolojik

olarak sol-jel yönteminin en önemli noktası; katılaşmadan önce sıvı sol ve çözeltinin; daldırma (dipping), döndürme (spinning) ve püskürtme (sprey) yöntemleri ile ince filmlerinin hazırlanmasında ideal olmasıdır. Sentezlenen nanoparçacıkların boyutunu çözücünün seçimi, derişimi,  $p^H$  ve sıcaklık etkiler (Wang ve ark., 2006; Hedayati ve ark., 2015; Makarova ve ark., 2017).

Birlikte çöktürme yönteminde ise  $Fe^{+2}$  ve  $Fe^{+3}$  iyonları uygun oranlarda karıştırılır. Birlikte çöktürme yönteminde dikkat edilmesi gereken en önemli nokta bazik bir ortam oluşturulması ve güçlü karıştırıcı ile çöktürmenin gerçekleşmesidir. Sentezlenen nanoparçacıkların boyutunu,  $Fe^{+2}$  ve  $Fe^{+3}$  oranı, iyonik şiddet,  $p^H$ , karıştırma hızı, sıcaklık, baz tipi ve ortamın niceliğinden etkilenmektedir. Birlikte çöktürme işlemi oda sıcaklığında veya yüksek sıcaklıklarda gerçekleştirilebilir (Chhabra ve ark., 2006; Zhou ve ark., 2010; Oroujeni ve ark., 2018).

Sentezlenen nanoparçacıkların boyut ve yapısal özellikleri SEM, Zeta-Sizer ve XRD kullanılarak incelenmiştir. Manyetik özellikleri, Titreşken Örnek Manyetometresi (Vibrating Sample Magnetometry, VSM) kullanılmıştır. Birlikte çöktürme yöntemi ile sentezlenen  $Fe_3O_4$ ,  $BaFe_{12}O_{19}$ ,  $NiFe_2O_4$  ve  $SrFe_{12}O_{19}$  nanomanyetik parçacıkları ultrasonik karıştırıcı kullanılarak polibutadien ile kompozit filmi hazırlanmıştır. Kompozit filmlere TGA, VSM ve DSC analizleri uygulanmıştır.

## 2. KURAMSAL TEMELLER VE KAYNAK ARAŞTIRMASI

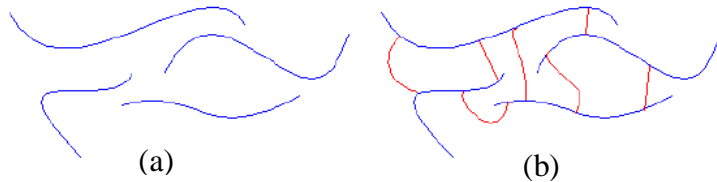
### 2.1. Polimerler

#### 2.1.1. Polimer tanımı

Polimerler, çok sayıda küçük moleküllerin kimyasal olarak bağlanmasıyla oluşan büyük moleküllü bileşiklerdir. Bazı polimerler doğal olarak bulunurken diğerleri ise laboratuvar veya işletme ortamında üretilir. Polimer malzemeleri, kimyasal yapılarına (organik polimerler, inorganik polimerler), bileşiklerin kaynağına (doğal polimerler, sentetik polimerler, yarı sentetik polimerler), zincir şekline (düz zincirli polimerler, dallanmış zincirli polimerler, çapraz bağlı polimerler) ve fiziksel özelliklerine (plastikler, elastomerler ve elyaf) gibi farklı ölçütlere göre sınıflandırılmaktadır (Basan, 2013).

#### 2.1.2. Elastomerler

Elastomer malzemelere oda sıcaklığında belirli bir kuvvet uygulandığında boyunda en az iki katına kadar uzama sağlanır. Ayrıca bu kuvvetin ortadan kalkmasıyla malzemenin boyu eski haline döner. Elastomerlerdeki bu esnekliği ikili bağlar sağlar. Elastomer malzemelerin özellikleri, kimyasal bir işlem uygulanmadan önce ticari faaliyetler için uygun değildir. Elastomerler ticari kullanımlar için kimyasallar ile vulkanize (pişirilir) edilir. Vulkanizasyon işlemi sonrasında Resim 2.1'deki gözlendiği gibi çapraz bağlanmalar gözlenir (Ebewele, 2000).



**Resim 2.1.** Polimer molekülü (a) çapraz bağlanmamış, (b) çapraz bağlanmış (Ebewele, 2000)

Çapraz bağlanan polimerde, polimerin zincirleri birbirlerine daha kuvvetli bağlanmıştır.

**Çizelge 2.1.** Çapraz bağlanmış ve bağlanmamış elastomerlerin özellikleri

Çapraz Bağlanmamış (Çiğ) Elastomerler	Çapraz Bağlanmış (Vulkanize) Elastomer
Yumuşak, Yapışkan	Daha Sert, Yapışkan olmayan
Termoplastik özellik	Elastik özellik
Yüksek kalıcı deformasyon	Düşük kalıcı deformasyon
Düşük mukavemet	Yüksek mukavemet
Isıdan etkilenme	Isıdan az etkilenme
Çözünme	Çözünmezlik ya da az çözünme

Kauçuklar pişme ve şekillendirme özelliğine sahip tabii (doğal) ya da sentetik olmak üzere iki sınıfa ayrılır. Kauçuk malzemesini La Condamine ilk kez Amerika gezisinde keşfetti. Paris Akademisi için hazırladığı raporda kauçuğun Hevea Brasiliensis ağacının (Resim 2.2) gövdesinden süte benzer lateks sıvıdan elde edildiğini ve bu ağacın yerliler tarafından “Cau-ochu” olarak adlandırıldığını bildirdi. Cau (odun) ve ochu (ağlamak) kelimelerinin birleştirilmesiyle türetilen “Cau-ochu”, ağlayan ağaç anlamına gelir. Hevea Brasiliensis ağacı, yağış miktarının 200 cm aştığı ve sıcaklığın 25-30°C arasında olduğu Endonezya, Sri Lanka ve Malezya gibi tropik bölgelerdeki plantasyonlarda yetiştirilir (Kumar, 1997).



**Resim 2.2.** Hevea Brasiliensis ağacı (Anonim, 2019)

### 2.1.3. Elastomerlerin özellikleri ve kullanım alanları

Elastik özelliği ile öne çıkan başlıca elastomerler doğal kauçuk (NR), stiren butadien kauçuk (SBR), polibütadien kauçuk (BDR), akrilonitril ve bütadien kopolimerleri (NBR), etilen propilen kauçukları (EPDM), üretan ve silikon kauçuklarıdır. Doğal kauçuk molekül ağırlığının (200 000 - 400 000) geniş dağılımından dolayı iyi işlenebilme özelliğine sahiptir. Doğal kauçuktan üretilen ürünlerin kopma dayanıklılığı yüksektir. Fakat bu ürünlerin ısıya karşı dayanımı düşüktür. Çizelge 2.2’de doğal kauçuğun iyi ve kötü özellikleri karşılaştırıldı (Charles, 2003).

Doğal kauçuk genellikle araç lastiği üretiminde hammadde olarak kullanılır. Elastikliğinin az olması kırılmalara neden olabileceği için lastik üretiminde sırt ve yanak bölümlerinde doğal kauçuk tercih edilir. Ayrıca lastiğin iç kısmında da doğal kauçuk havanın gözeneklerden çıkma ihtimaline karşı kullanılır. Kord bezinin kaplı olduğu bölgenin mukavemetinin fazla olması istendiği için bu bölgede çok fazla doğal kauçuk kullanılır. Doğal kauçuğun kullanım alanları oldukça geniştir. Taşıyıcı bant, araç parçaları, ayakkabıların tabanları, yapışkan üretimi, yer döşemeleri, hortum/conta üretimi, sağlık ürünleri ve lateks üretimlerinde de sıklıkla kullanılır (Charles, 2003).

**Çizelge 2.2.** Doğal kauçuğun özellikleri

İyi	Kötü
Yüksek dayanıklılık	Hidrokarbonlara dayanıksızlık
Düşük deformasyon	Geniş gözenek yapısı
İyi dinamik özellikler	Hava ve ozon ile reaksiyona girerek yaşlanmaya sebep olur
Kolay işleme	Fiyat değişkenlikleri
Aşınmaya dayanım	Isıya dayanıksız

Stiren-bütadien kopolimerleri (SBR), 1929 yılında Almanya’da ilk kez sentezlendi. Yaklaşık 50 °C’de emülsiyon polimerizasyonu ile üretilen en önemli sentetik kauçuk türüdür. Kullanım alanları çok geniş bir elastomerdir. Dış lastiğin üretimi en önemli kullanım alanıdır (Ebewele, 2000).

Polibütadien (PB), polibütadien kauçukların öncüsü, 1920'lerde Almanya'da ilk kez sentezlenen bütadien ve sodyum bileşiği karışımıdır. I. Dünya savaşı sırasında bu bileşiğin soğuk direncinin yeterince iyi olmadığı fark edildi. Amerikalı bilim insanları 1954 yılında polibütadieni sentezledi. Lastik üretimi en önemli kullanım alanıdır (Kruzelak, 2017).

Nitril kauçuğu, nitril-bütadien kauçuk, akrilonitril Kauçuk (NBR), poli-akrilonitril-bütadien kauçuğu, bütadien ve akrilonitrilin bir kopolimeridir. İlk kez 1930 yılında sentezlendi. Akrilonitril kauçuklarına nitril kauçuk da denir. NBR, emülsiyon polimerizasyonu ile üretilir. Esnek kaplamalar en önemli kullanım alanıdır (Charles, 2003).

Bütül kauçukları, bütül kauçukları, az miktarda izoprenin izobütülen ile kopolimerleştirilmesi ile hazırlanır. Polimerleşme sıcaklığı ve monomerlerin oranı, polimer bileşimini değiştirir. Yüksek sıcaklık ve ağır iş koşulları için tercih edilir (Charles, 2003).

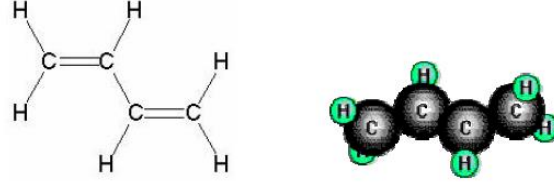
Etilen propilen kauçukları (EPDM), EPDM, etilen, propilen ve dien terpolimeridir. Hava koşullarına dayanıklı olan EPDM otomobil parçası, yalıtım malzemesi en önemli kullanım alanıdır (Mazlum, 2015).

Üretan elastomerler, poliüretanlar, termoset veya termoplastik olabilir. Poliüretanlar çok yönlü polimer ailesidir. Poliüretanlar katı, köpük, boya, fiber veya yapıştırıcı olabilir. İşleme yöntemlerine göre dökülebilir veya yoğrulabilir olarak sınıflandırılabilir. En önemli kullanım alanı uçak tekerleğidir (Zhou, 2010).

Silikon kauçukları, silikon kauçuklar, ana zincir yapıları karbon atomu içermediğinden inorganik polimerlerdir. Silikon ve oksijen atomları polimer ana zincirini oluşturur. Polimer zincirine bağlı genellikle metil grupları bulunur. Molar kütlesi geniş bir aralıktadır. Kararlılığını ve esnekliğini geniş sıcaklık aralığında korur. En önemli kullanım alanı kablo izolasyonudur (Charles, 2003).

### 2.1.4. Polibütadien (PBD)

Polibütadien (PBD), bütadienin (Resim 2.3) polimerleşmesi sonucu elde edilen sentetik bir elastomerdir. Polibütadien kauçuklar, bütadienin çözelti polimerleşmesi ile elde edilir.



**Resim 2.3.** Bütadien (Anonim, 2019)

Polibütadien (PBD) kauçuğunda bütadien tekrarlanan birimdir. Bütadienin polimerleşmesi sonucu, çift bağlar uzayda belli bir açıyla yönelerek yönlendirilerek özel bir yapı oluşturur. Tipik olarak bütadienin polimerleşmesinde hidrokarbon çözücü içerisinde çözelti polimerleşmesidir. Uygun katalizörler, Ziegler-Natta kombinasyonları, lityum veya onların bileşikleridir. Elastomerler genellikle katalizöre veya içerisindeki metale göre adlandırılır. Örneğin, kullanılan kısaltmalar Li-BDR (lityum), Co-BDR (kobalt) ve Ni-BDR (nikel) olabilir (Kruzelak, 2017).

Polibütadienin avantajları:

- Mükemmel soğuk direnç,
- Isı direnci,
- Esneklik,
- Düşük sıcaklıkta esneklik,
- Aşınma direnci.

Polibütadienin dezavantajları:

- Zayıf işlenebilirlik,
- Zayıf mekanik özellikler.



PBD'nin işlenmesi zor olduğu için doğal kauçuk (NR) ve strien bütadien kauçuk (SBR) ile karıştırılarak kullanılır. Karışımdaki karbon siyahı ve yağın miktarı artırılarak, kalıplama sırasında akma özelliği iyileştirilir ve parça boyutları da daha iyi korunur. Ayrıca bu karışımın hazırlanmasındaki diğer bir amaç ısı birikimini azaltma ve aşınma direncini geliştirmektir (Kruzelak, 2017).

Stiren bütadien kauçuk (SBR)'den sonra en yaygın kullanıma sahiptir. Bütadien kauçuğu; lastik, ayakkabı tabanı, silindir kaplamalar, V kayış, conta, boru, oyuncak, transmisyon kayışı ve taşıma bantları üretiminde kullanılır (Ebewele, 2000).

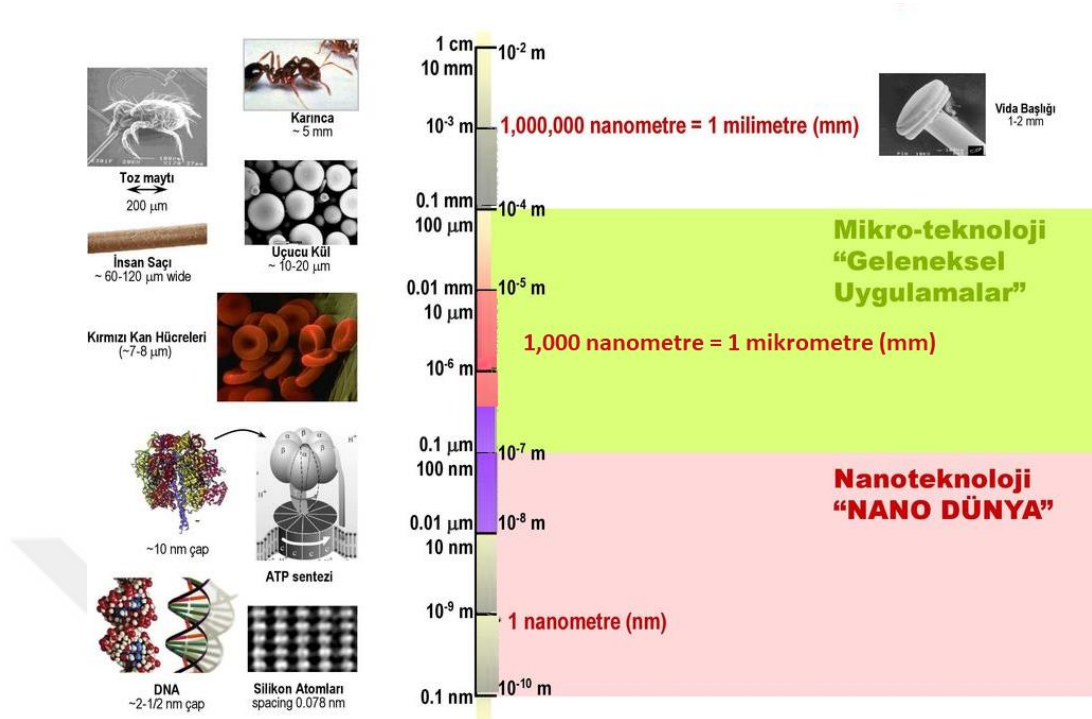
## **2.2. Nanoteknoloji**

Ünlü fizikçi Feynman'ın 1959 yılında “en aşağıda bolca yer var” sözü nanoteknoloji biliminin ilk ortaya çıkışı olarak kabul edilir. Nanoteknolojinin uygulama alanları ilaç, gıda üretimi, kozmetik ve birçok spesifik özelliğe sahip nanomalzemeleri içerir.

Nanoteknolojinin temeli birkaç bin yıl öncesine kadar dayanır. Nanoparçacıklar ile renklendirilmiş camlar yaklaşık 2000 yıl önce eski Roma cam sanatında kullanıldı. Faraday, 1857 yılında ilk kez saf altın (etkinleştirilmiş altın) hazırladı. 19. yüzyıl boyunca fotoğrafçılığın gelişimi nanoteknoloji unsurlarını ve nanoparçacıkların kullanımını olarak görülebilir (Barber, 1990).

### **2.2.1. Nano ölçek ve nanobilim**

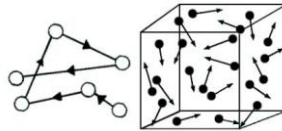
Nanoparçacıklar, 1-100 nm arasında bir boyuta sahiptir. Nanoteknoloji, bu büyüklükteki parçacıkları moleküler ve atomik olarak inceleyen bir bilimdir. Resim 2.4'te nano boyut ölçeklendirme ile ilgili örnekler verilmiştir.



**Resim 2.4.** Doğal ve yapay nesnelerin nano ölçek ile karşılaştırılması (Anonim, 2004)

## 2.2.2. Nanoparçacık hareketi

Parçacıkların akışkan içerisindeki rastgele hareketi Brownian hareket (Resim 2.5) olarak adlandırılır. Nanoparçacıkların hareket hızı, asılı parçacıkların boyutu azaldıkça artar. Hareket, parçacıkların sıvıda asılı kaldığı sürece devam eder. Bununla birlikte hareket üzerinde sıcaklığın ve ortam viskozitesinin belirgin bir etkisi vardır (Kakuboviks, 1994).



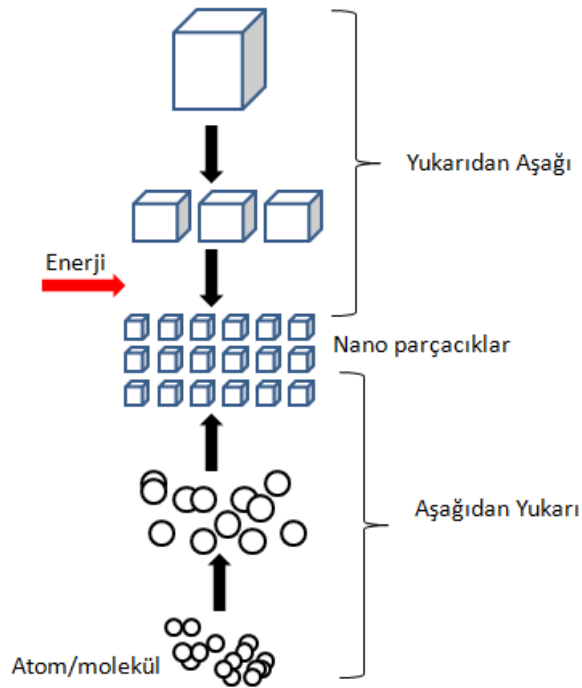
**Resim 2.5.** Brownian hareket (Anonim, 2018)

### 2.2.3. Nanoparçacık sentezi

Nanoparçacık üretimi için iki genel yaklaşım bulunur:

- Yukarıdan aşağıya yaklaşım,
- Aşağıdan yukarıya yaklaşım.

Yukarıdan aşağıya doğru yaklaşımda malzemeye mekanik veya kimyasal olarak dışarıdan enerji verilerek parçalara ayrılması işlemidir. Aşağıdan yukarıya doğru olan yaklaşımda (Resim 2.6), atom ve moleküller kimyasal tepkime ile büyütülür.

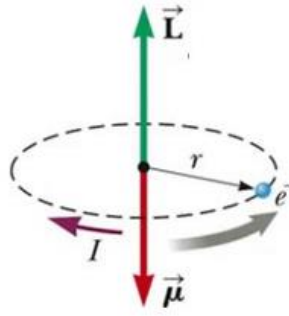


**Resim 2.6.** Nanoparçacık üretiminde kullanılan yöntemler

Her iki yöntem ile ilgili örnekler doğada gözlemlenebilir. Yukarıdan aşağıya doğru yaklaşıma örnek olarak erozyon, volkanik aktivite, güneş enerjisi etkinliği, biyolojik ayrışma, sindirim, bilyalı değirmen ve atomizasyon verilebilir. Aşağıdan yukarıya doğru yaklaşıma örnek olarak protein sentezi, DNA sentezi ve RNA sentezi verilebilir (Barber, 1990).

### 2.3. Manyetik Malzemelerin Özellikleri

Manyetizma kavramı, ilk doğal manyetik malzeme manyetitin yani diğer adıyla mıknatıs taşının bulunmasından itibaren bilinen bir gerçektir. Atomlardaki elektronların yörünge hareketleri Resim 2.7’de gösterildiği gibidir. Elektronlar manyetik momente sahiptir (Jakuboviks, 1994).



**Resim 2.7.** Akım halkasındaki elektronun hareketi (Anonim, 2019)

Bir malzemenin manyetizasyonu (M) malzemeye uygulanan manyetik alana (H) bağlıdır.

$$M = \chi \cdot H \quad (2.1)$$

Eş. 2.1’deki  $\chi$  malzemenin yapısı ile ilgili olan manyetik doyumluktur ve boyutsuzdur. Manyetizasyon (M) ve manyetik alan (H) birimleri ise A/m’dir. Bir malzemenin geçirgenliği ( $\mu$ ), manyetik akı yoğunluğunun (B) manyetik alana (H) verdiği tepkinin derecesi olarak tanımlanır.

$$B = \mu \cdot H \quad (2.2)$$

#### 2.3.1. Manyetik malzemelerin sınıflandırılması

Elektronların yörünge, spin hareketleri ve elektronlar arasındaki etkileşim maddenin manyetizmasını etkiler. Manyetizasyon, M, manyetik alana paralel olarak hizalanmış birim hacim başına net manyetik momenti temsil eder. Malzemenin manyetizması ya

elektronlardan (elektronik manyetizma) ya da atom çekirdeğinden (nükleer manyetizma) gelir (Derebaşı, 2018).

Elektron tarafından oluşturulan manyetizasyon proton tarafından oluşturulan manyetizasyondan 657 kat daha yüksektir. Manyetik alan uygulandığında sergilenen davranışa göre manyetizasyon sınıflandırılabilir.

Malzemelerin manyetizma türüne göre ayırt edilmesinde en etkili yöntem, manyetik alana karşı verdiği tepkidir. Fakat her malzemenin gösterdiği manyetik özellik aynı değildir.

Malzemelerin gösterdiği manyetik davranışlar beş grup altında sınıflandırılabilir:

- Diyamanyetik,
- Paramanyetik,
- Ferromanyetik,
- Ferrimanyetik,
- Antiferromanyetik.

Oda sıcaklığında periyodik cetveldeki birçok element paramanyetik ve diyamanyetik özellik gösterir (Resim 2.8).

1												2						
H												He						
3	4											5	6	7	8	9	10	
Li	Be											B	C	N	O	F	Ne	
11	12											13	14	15	16	17	18	
Na	Mg											Al	Si	P	S	Cl	Ar	
19	20	21	22	23	24	25	26	27	28	29	30	31	32	33	34	35	36	
K	Ca	Sc	Ti	V	Cr	Mn	Fe	Co	Ni	Cu	Zn	Ga	Ge	As	Se	Br	Kr	
37	38	39	40	41	42	43	44	45	46	47	48	49	50	51	52	53	54	
Rb	Sr	Y	Zr	Nb	Mo	Tc	Ru	Rh	Pd	Ag	Cd	In	Sn	Sb	Te	I	Xe	
55	56	57	72	73	74	75	76	77	78	79	80	81	82	83	84	85	86	
Cs	Ba	La	Hf	Ta	W	Re	Os	Ir	Pt	Au	Hg	Tl	Pb	Bi	Po	At	Rn	
87	88	89																
Fr	Ra	Ac																
			58	59	60	61	62	63	64	65	66	67	68	69	70	71		
			Ce	Pr	Nd	Pm	Sm	Eu	Gd	Tb	Dy	Ho	Er	Tm	Yb	Lu		

**Resim 2.8.** Oda sıcaklığında elementlerin manyetik özelliklerinin periyodik tabloda gösterimi (Anonim, 2019)

Malzemelerin manyetik özelliklerine göre sınıflandırılmasında manyetik duyarlılık değerleri kullanılabilir. Manyetik duyarlılık değerleri belirli bir aralığa sahiptir ve bu değerler Çizelge 2.3'te gösterilmiştir.

**Çizelge 2.3.** Manyetik davranış türlerinin özeti

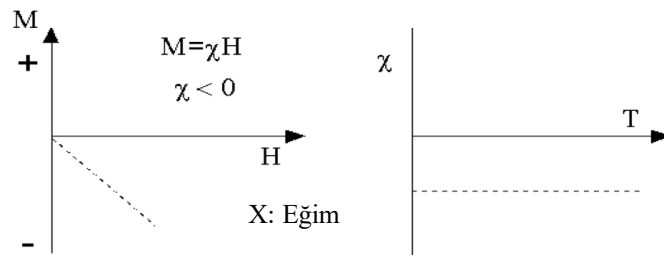
Tür	Örnek	Atomik/Manyetik Davranış
Diyamanyetizma	Metallar, örneğin Au, Cu, Metalik olmayan elementler, örneğin B, Si İyonlar, $\text{Na}^+$ , $\text{Cl}^-$ ve tuzları, Birçok organik bileşik,	Atomların manyetik momentleri yoktur, Duyarlılıkları negatif ve küçük ( $-10^{-6}$ , $-10^{-5}$ )
Paramanyetizma	Bazı metaller, örneğin. Al; Bazı iki atomlu gazlar, örneğin, $\text{O}_2$ , NO; Geçiş metallere iyonları ve nadir toprak metalleri ve onların tuzları; nadir toprak oksitleri,	Manyetik momentler rastgele yönlendirilmiş, Duyarlılık küçük ve pozitif, ( $+10^{-5}$ , $+10^{-3}$ )
Ferromanyetizma	Geçiş metalleri Fe, Co, Ni; Ferromanyetik elementlerin alaşımları; Bazı Mn alaşımları, örneğin MnBi, $\text{Cu}_2\text{MnAl}$ .	Manyetik momentler paralel, Duyarlılıkları büyük,
Antiferromanyetizma	Geçiş metalleri Mn, Cr ve onların birçok bileşiği, örneğin MnO, CoO, NiO, $\text{Cr}_2\text{O}_3$ ,	Manyetik momentler antiparalel hizalı, Duyarlılık küçük ve pozitif, ( $+10^{-5}$ , $+10^{-3}$ )
Ferrimanyetizma	$\text{Fe}_3\text{O}_4$ (manyetit); $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ (maghemite); Demir oksit karışımları ve diğer elementler, Örneğin Sr ferrit gibi.	Manyetik momentler karışık hizalı, Duyarlılıkları büyük

### 2.3.1.1. Diyamanyetizma

Atomların yörüngelerinde hareket eden birçok elektron bulunur. Atomların sahip olduğu tüm elektronların manyetik momentlerinin vektörel toplamları toplam manyetik momenti verir. Toplam manyetik momentler ile ilgili olarak aşağıdaki durumlar söz konusu olabilir;

- Elektronların manyetik momentleri birbirini yok edecek şekilde yönelmesi sonucu net manyetik moment sıfır olur. Diyamanyetizmanın sebebi bu durumdur.
- Elektronların manyetik momentleri birbirini kısmen yok ediyorsa net manyetik moment bulunur. Paramanyetik, ferrimanyetik ve ferromanyetik maddeler bu duruma örnek olarak verilebilir.

Diyamanyetik maddelerin manyetizasyon (M) ve manyetik alan (H) grafiği Şekil 2.1'de verilmiştir. Bu maddeler net bir manyetik momente sahip değildir. Yörünge kabuklarının tamamı doludur. Manyetik alana maruz kalan diyamanyetik malzemeler negatif mıknatıslanma gösterir ve duyunluğu ( $\chi$ ) negatiftir.

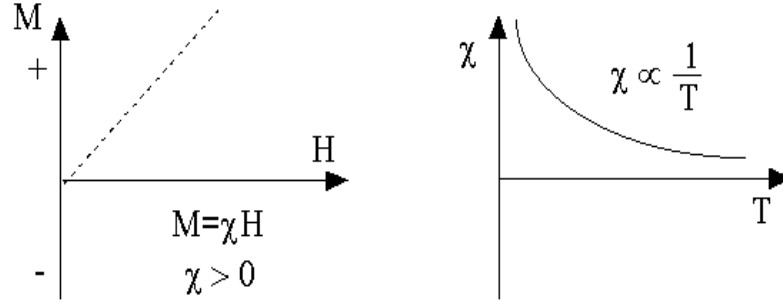


**Şekil 2.1.** Diyamanyetik maddenin manyetizasyon (M) ve manyetik alan (H) grafiği (Anonim, 2018)

Diyamanyetik maddelere manyetik alan uygulanmadığında manyetizasyon sıfır olur. Sonuç olarak diyamanyetik bir malzemeye manyetik alan uygulandığında manyetik momentlerin yönelimi alanın tersi yönünde gerçekleşir. Diyamanyetik maddelerin duyunluğu ( $\chi$ ) sıcaklığa bağlı değildir.

### 2.3.1.2. Paramanyetizma

Paramanyetik maddeler, yörüngelerdeki çiftlenmemiş elektronlardan dolayı net manyetik momente sahip olur. Demir atomları bu duruma örnek olarak verilebilir. Manyetik momentler manyetik alan uygulandığında etkinleşir. Fakat manyetik alanın kaldırılmasıyla manyetizasyon sıfır olur. Şekil 2.2 grafiğinde paramanyetik malzemelerin manyetizasyon (M) ve manyetik alan (H) ile ilişkisi verilmiştir. Grafikte de görülebileceği gibi manyetik alana maruz kalan paramanyetik maddelerin manyetik momentleri alan ile aynı yönde (pozitif manyetizasyon) yönelim gösterir (Coey, 2009).



**Şekil 2.2.** Paramanyetizma maddenin manyetizasyon (M) ve manyetik alan (H) ile paramanyetik yoğunluğun ( $\chi$ ) sıcaklıkla (T) değişim grafiği (Anonim, 2018)

Manyetik maddelerin elektronlarının yönelimi sıcaklık ile değişir. Elektronların yöneliminin değişmesi manyetik özelliklerini etkiler. Bu durum Langevin kuramı ile açıklanır. Paramanyetik maddelerin manyetik duyarlılığı Eş. 2.3'te gösterildiği gibi sıcaklık ile ters orantılı değişmektedir. Bu eşitlik Curie yasası olarak bilinir. C ile gösterilen Curie sabitidir (Jakubviks, 1994).

$$\chi = \frac{C}{T} \quad (2.3)$$

Curie yasası, geliştirilerek Curie-Weiss yasası tanımlanmıştır. Curie sıcaklığı ( $T_c$ ), sabit bir sıcaklıktır. Her madde için Kelvin cinsinden farklı bir değere sahiptir.

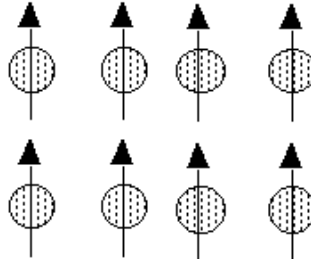


$$\chi = \frac{C}{T-T_c} \quad (2.4)$$

Paramanyetik duygunluk ( $\chi$ ), normal sıcaklık ve orta dereceli manyetik alanlarda küçük bir değerdir. Paramanyetik duygunluk ( $\chi$ ), çok düşük ( $\ll 100K$ ) sıcaklıklarda veya manyetik alanın çok yüksek olmadığı durumlarda manyetik alandan bağımsızdır (Jakubviks, 1994).

### 2.3.1.3. Ferromanyetizma

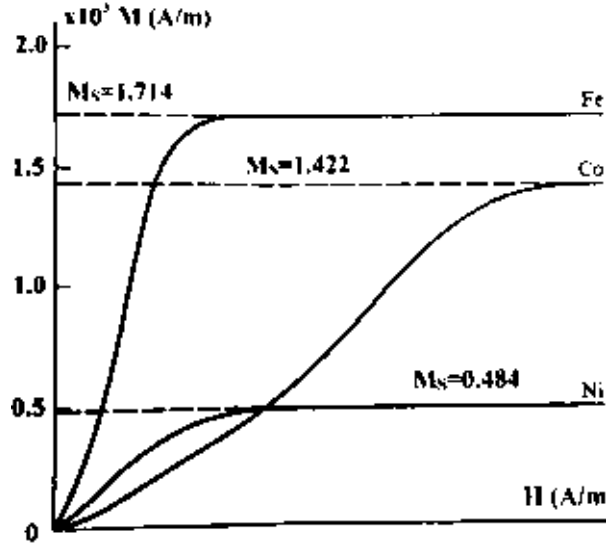
Ferromanyetik malzemeler, küçük bir manyetik alanın uygulanması ile çok büyük manyetizmaya sahip olur. Bu özelliklerinden dolayı paramanyetik ve diyamanyetik malzemelerden kolaylıkla ayırt edilir. Ferromanyetik malzemelerin manyetik momentlerinin dizilişleri Resim 2.9'daki gibi paraleldir.



**Resim 2.9.** Ferromanyetik malzemelerin manyetik momentlerinin dizilişini gösteren bir diagram (Derebaşı, 2018)

Ferromanyetik malzemeler oda sıcaklığında 1 T (Tesla)'lık bir alan uygulandığında doyum değerine ulaşır. Birçok ferromanyetik malzeme oda sıcaklığında 1 T'dan çok daha düşük alanda bile doyum değerine ulaşır. Manyetik alan uygulandığında ulaşılan en yüksek manyetik momente doyum manyetizasyonu denir. Şekil 2.3'deki manyetik alan ve manyetizasyon grafiğinde görüldüğü gibi ferromanyetik malzemeyi doyum manyetizasyonuna ulaştıran manyetik alan üzerindeki manyetizasyon değerinde herhangi bir artış olmaz. Doyum manyetizasyonu, sıcaklık (T) ile değişir. Fakat parçacığın boyutundan bağımsızdır. Sıcaklık 0 K'de en yüksek değere ulaşır. Sıcaklığın artması ile hızlı bir şekilde düşer. Curie sıcaklığında ( $T_c$ ) manyetizasyon

sıfırdır. Curie sıcaklığının üzerinde malzemelerin davranışı paramanyetik özelliklere benzerlik gösterir (Derebaşı, 2018).



Şekil 2.3. Oda sıcaklığına Fe, Co ve Ni'in mıknatıslanma eğrileri (Derebaşı, 2018)

Ferromanyetik malzemeler, paramanyetiklere göre daha yüksek sıcaklıklarda (oda sıcaklığı) ve 1 T'lık manyetik alanda doygunluğuna ulaşır. Ferromanyetik ve paramanyetik malzemelerin doyum manyetizasyonlarının karşılaştırılması Çizelge 2.4'te verilmiştir (Derebaşı, 2018).

Çizelge 2.4. Paramanyetik ve ferromanyetik malzemelerin doyum manyetizasyonlarının karşılaştırılması

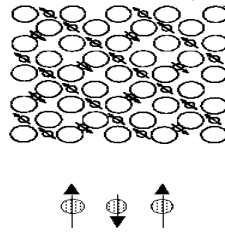
Malzeme Türü	Manyetik Alan (T)	Sıcaklık (K)	Doyum Manyetizasyonu (A/m)
Paramanyetik	>10	$\ll 100$	$\sim 50$
Ferromanyetik	$\sim 1$	$\sim 300$	1000-10000

Ferromanyetik malzemelerde manyetik momentler sürekli bir mıknatıs olarak davranır. Bu durum manyetik momentlerin düzgün hizalanması ile oluşan Weiss alanları (domain) ile açıklanır. Weiss, ferromanyetik malzemelerin domain denilen bölgelerden oluştuğunu ve bu bölgelerin manyetizasyonun doyum değerine eşit

olduğunu belirtmiştir. Weiss teorisine göre ferromanyetik malzemelerde manyetik alanın kaldırılması ile doyum manyetizasyonu ortadan kalkar (Jakuboviks, 1994).

#### 2.3.1.4. Ferrimanyetizma

Ferrimanyetik maddeler, oda sıcaklığında yüksek manyetizasyon özellik gösterir. Ayrıca ferrimanyetik maddelerde doymuş domainler bulunur (Resim 2.10). Curie sıcaklığında ( $T_c$ ) ferrimanyetik maddelerin kendiliğinden olan manyetizasyonu kaybolur ve paramanyetik hale dönüşür. Ferrit maddelerin manyetik özelliklerini manyetik iyonları belirler. Ferritler yarı iletken ve kırılkan olma özelliğine de sahiptir (Jakuboviks, 1994).



**Resim 2.10.** Ferrimanyetik malzemelerin manyetik momentlerinin dizilişi (Jakuboviks, 1994)

Neel, 1948 yılında ferrimanyetizmayı tanımlamıştır. Kristal yapılarına göre manyetik ferritler genel olarak kübik ve hegzagonal olarak iki gruba ayrılır. Kübik ferritler kolay mıknatıslanırken hegzagonal ferritler zor mıknatıslanır. Ferritlerin manyetik yapısı, oksijenin ayırdığı A veya B olarak adlandırılan manyetik alt örgülerden oluşur. Bu alt örgülerin manyetik momenti eşit olmadığından net manyetik momenti oluşturur.  $O^{2-}$  (oksijen anyonu) değişim etkileşiminin oluşmasını sağlar. Etkileşimler, “direkt olmayan” ya da “süper değişim etkileşimi” şeklinde adlandırılır. Süper değişim etkileşimi,  $O^{2-}$  iyonunun metaller ile oluşturduğu açığa bağlıdır. Açının artması etkileşim kuvvetini de artırır. Bu alt örgülerin manyetik momenti eşit olmadığından net manyetik momenti oluşturur.  $O^{2-}$  (oksijen anyonu) değişim etkileşiminin oluşmasını sağlar (Sugimata, 2000).

Ferrimanyetik malzemeleri 5 alt grupta sınıflandırabilir;

- Basit ferritler,
- Karışık ferritler,
- Hekzagonal ferritler,
- Garnetler ve ortoferritler,
- Diğer ferrit yapıları.

Basit ferritler,  $MFe_3O_4$  formülü ile tanımlanır. Formülde M ile gösterilen Mn (mangan), Co (kobalt), Ni (nikel), Cu (bakır) ya da Zn (çinko) olabilir. Manyetik moment,  $M^{+2}$  iyonunun manyetik momentine eşittir. Basit ferritlerde ters spinel yapı oluşur. Ayrıca tetrahedral yapı  $Fe^{+3}$  iyonları tarafından işgal edilir. Ortohedral yapıda da  $M^{+2}$  iyonları bulunur. Metal iyonları,  $M^{+2}$  iyonları tarafından ayrılır. Böylelikle metal iyonlarının manyetik moment dizilişinde etkisi azalır (Jakuboviks, 1994).

Karışık ferritler, basit ferritlerin birbiri içerisinde farklı oranlarda eritilmesi ile karışık ferritler elde edilir. Karışık ferritlerin manyetik momenti,  $M^{++}$  iyonu derişimine bağlıdır (Li, 2007).

Hekzagonal ferritler, bu ferritler karakteristik kristal yapıya sahiptir. Ferritleri tanımlayan formülde M divalent iyonları bulunur. Bu iyonlar Ba (baryum), Sr (stronsiyum) veya Pb (kurşun) olabilir. Özellikle baryum oksit içeren ferrit yapılar önemlidir. Baryumların oluşturduğu ferrit yapıları Çizelge 2.5 olduğu gibi 6 grupta sınıflandırılabilir (Schwertmann, 2000).

**Çizelge 2.5.** Baryum oksit içeren ferrit yapılar

Bileşiğin Tipi	Bileşik	Bileşiğin Kısaltması
M-tipi	$(MO)(Fe_2O_3)_6$	-
W-tipi	$(BaO)(MO)_2(Fe_2O_3)_8$	$M_2W$
Y-tipi	$(BaO)_2(MO)_2(Fe_2O_3)_6$	$M_2Y$
Z-tipi	$(BaO)_3(MO)_2(Fe_2O_3)_{12}$	$M_2Z$
X-tipi	$(BaO)_2(MO)_2(Fe_2O_3)_{14}$	$M_2X$
U-tipi	$(BaO)_4(MO)_2(Fe_2O_3)_{18}$	$M_2U$

Hekzagonal ferritler, düşük yoğunluğa ve kimyasal dengeye sahip manyetik malzemelerdir. Curie sıcaklıkları yüksektir. Ferritlerin manyetizasyonu sıcaklığın artması ile birlikte azalır.

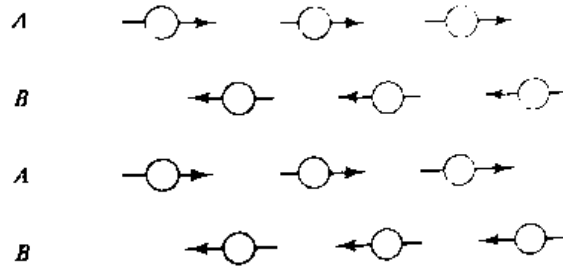
Garnetlerin formülleri  $(M_2O_3)_3(Fe_2O_3)_5$  şeklinde olup M ile gösterilen yitrium veya nadir toprak elementidir. Garnetlar kübik kristal yapıdadır (Coey, 2009).

Ortoferritler ise  $MFe_2O_3$  formülü ile gösterilir. Garnetlarda olduğu gibi M ile gösterilen yitrium veya nadir toprak elementidir. Ortoferritler az bozulmuş ortorombik yapıya sahiptir (Coey, 2009).

Diğer ferrit yapılar, bu yapılar örnek olarak  $\alpha-Fe_2O_3$  (hematit),  $\gamma-Fe_2O_3$  (maghamite) ve  $CrO_2$  (krom(IV)oksit) verilebilir.  $\alpha-Fe_2O_3$ , trigonal kristal yapıda ve zayıf manyetiktir.  $\gamma-Fe_2O_3$  ise kübik yapıda ve çok kuvvetli manyetik bir bileşiktir.

### 2.3.1.5. Antiferromanyetizma

Antiferromanyetik malzemelerde manyetik moment sıfırdır. Resim 2.11’de görüldüğü gibi A ve B alt örgü momentleri eşit ve zıt yönlüdür.



**Resim 2.11.** A ve B alt örgülerin antiferromanyetik düzeni (Derebaşı, 2018)

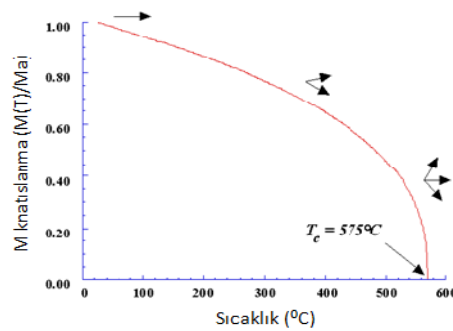
Antiferromanyetik malzemelerde sıcaklığın azalması ile duygunluk ( $\chi$ ) artar. Kritik bir sıcaklıkta (Neel sıcaklığı,  $T_N$ ) duygunluk ( $\chi$ ) en yüksek değere sahiptir. Bu malzemeler Neel sıcaklığının üzerinde paramanyetik özellik gösterir. Altında ise antiferromanyetik özellik gösterir. Bu malzemelerin Neel sıcaklığı ( $T_N$ ) oda

sıcaklığının altında olduğu için duygunluğun ölçülmesi düşük sıcaklıklarda gerçekleşir (Derebaşı, 2018).

### 2.3.2. Curie sıcaklığı

Ferromanyetlerin, Curie sıcaklığının belirlenmesinde iki farklı yöntem kullanılabilir. Bu yöntemlerden birincisi, Curie sıcaklığı üzerinde duyarlılığın sıcaklığın bir fonksiyonu olarak ölçülür. Teorikte Eş. 2.4 kullanılarak duyarlılığın sıcaklığa karşı grafiği çizilir.  $T=T_c$ 'de sıfıra yaklaşır. Pratikte  $T=T_c$ 'de Şekil 2.4'te gösterildiği gibi bir eğri oluşur. İkinci yöntemde ise Curie sıcaklığının altında manyetizasyon sıcaklığın fonksiyonu olarak ölçülür. Curie sıcaklığının altında ferromanyetler düzenlidir. Bu sıcaklığın üzerinde düzensizdir.

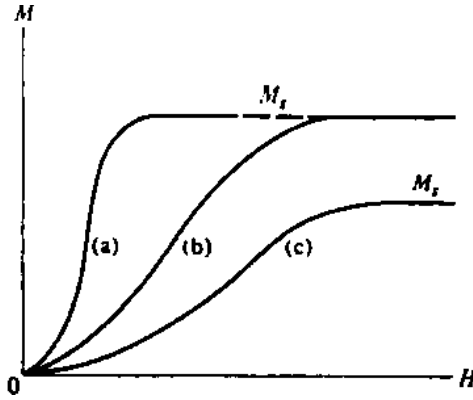
Doym manyetizasyonun ( $M_s$ ) sıfır olduğu sıcaklığa ferromanyetik Curie sıcaklığı denir. Manyetik alan ( $H$ ) uygulanarak örnekte manyetizasyon üretilir ve manyetizasyon ölçülür. Doym manyetizasyonun ( $M_s$ ) manyetik alan ( $H$ ) ile artışı düşük sıcaklıklarda azdır. Curie sıcaklığına yaklaştıkça doym manyetizasyonun ( $M_s$ ) değişimi manyetik alan ( $H$ ) ile hızlı bir şekilde değişir. Curie sıcaklığında doym manyetizasyonu sıfırdır.



Şekil 2.4. Manyetizasyon (M) – sıcaklık(T) grafiği (Anonim, 2018)

### 2.3.3. Histeresis eğrisi

Histeresis eğrileri, manyetik maddelerin karakterize edilmesinde önemli bir parametredir. Manyetizasyon eğrileri manyetizasyon özelliklerine göre maddeleri sınıflandırırken kullanılır. Manyetik bir maddenin manyetizasyonu uygulanan alanın fonksiyonu olarak ölçülür. Ölçüm sonuçlarına dayanarak malzemenin koersivitesi, doyum manyetizasyonu, kalıcılığı ve duyarlılığı bulunur. Ayrıca sıcaklığa bağlı olarak bu özelliklerin bir kısmında sıcaklıkla değişimi de ölçülür. Şekil 2.5'te genel bir manyetizasyon eğrisi verilmiştir. Şekil 2.5'de (a) ile verilen uygulanan manyetik alanın küçük olmasına rağmen doyum manyetizasyonuna ( $M_s$ ) kolay ulaşabilen bir maddeye aittir. Bu tür manyetik maddelere "kolay mıknatıslanır" denir. Şekil 2.5'te (c) ile verilen zor mıknatıslanır bir maddeye aittir. (a) ve (b) ile verilen eğriler arasındaki fark maddelere uygulanan fiziksel koşullardır. (a)'da verilen maddeye ısısal işlem (tavlama) yapılmışken (b) bu maddenin ısısal işlem görmemiş halidir (Derebaşı, 2018; Laure ve ark., 1997; Makarova ve ark., 2017).

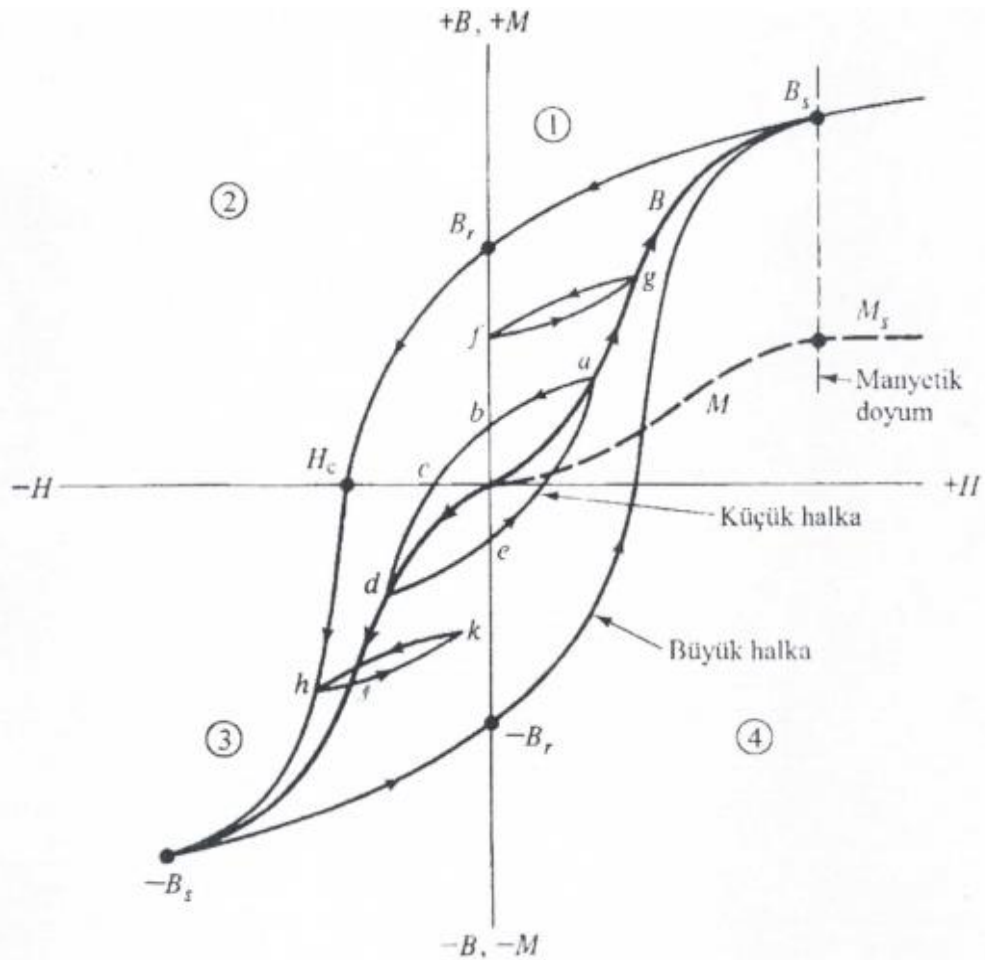


Şekil 2.5. Mıknatıslanma eğrileri ve histeresis halkaları (Derebaşı, 2018)

Şekil 2.6'da farklı maddeler için manyetizasyon eğrileri grafiğinde manyetik akı yoğunluğu  $n(B)$  eğrisi manyetik alan ( $H$ ) ile artmaktadır. Eş. 2.2'de gösterildiği gibi manyetik indüksiyonu oluşturan manyetik alandır. Manyetizasyon eğrisi alanın bir değerinden sonra sabit kalır. Bu değer "doyum manyetizasyonu" dur. Doyum manyetizasyonuna karşı gelen indüksiyon değerine doyum indüksiyonu ( $B_s$ ) denir. Sıfırdan doyuma kadar B-H eğrisine manyetizasyon veya indüksiyon eğrisi denir.

Doymum manyetizasyonuna ulaşan maddeye uygulanan manyetik alanın düşürülmesi ile indüksiyon  $B_r$  değerine doğru azalır. Bu değere artık indüksiyon denir.

Manyetik alanın negatif doğrultuda arttırılması ile  $H_c$  değerinde indüksiyon sıfır olur. Bu değere sıfırlayıcı alan ( $H_c$ ) denir.  $H_c$  değerinde manyetizasyon pozitiftir. Manyetik alanın negatif yönde artması ile negatif doyum indüksiyonuna ( $-B_s$ ) ulaşılır. Manyetik alanın pozitif doğrultuda arttırılması sonucu indüksiyon önce  $-B_r$  daha sonra  $+B_s$  noktalarına ulaşır. Bu eğriye histeresis eğrisi denir. Histeresis eğrisi içerisinde sonsuz sayıda küçük ve simetrik histeresis eğrileri bulunur. Ayrıca fg ve hk gibi simetrik olmayan küçük histeresis eğrileri de oluşur (Derebaş, 2018; Jakuboviks, 1994; Coey, 2009).

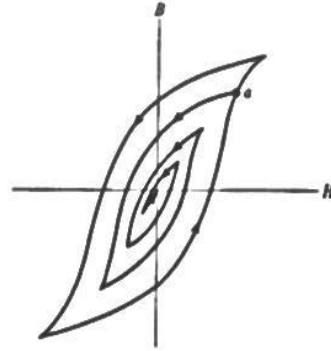


Şekil 2.6. Farklı maddeler için manyetizasyon eğrileri (Derebaş, 2018)



Histeresis eğrisinde bir H değerine birden fazla B ve bir B değerine de birden fazla H değeri gelmektedir.  $H = 0$  değerine karşılık gelen  $\pm B_r$  değerine artık mıknatıslanma (kalıcı mıknatıslık ya da remanans manyetik akı yoğunluğu) denir.  $B=0$  değerine karşılık gelen  $\pm H_c$  değerine zorlayıcı kuvvet (koersive kuvvet) denilmektedir. Şekil 2.6'da görüldüğü gibi doyma bölgesinde bulunması durumunda  $B_r$  ve  $H_c$  değerleri verilir. Manyetik bir maddenin karakteristikleri histeresis eğrisi üzerinde belirlenir. Histeresis eğrisi incelenerek doyum manyetizasyonu, kalıcı manyetizasyon ve koersivite hakkında bilgi edinilir.

Manyetik bir maddenin manyetizasyonunu sıfırlamak için alan sıfırlaması veya termal sıfırlama yöntemleri kullanılır. Alan sıfırlaması yönteminde manyetik alan azaltılarak küçük histeresis eğrileri elde edilir. Sonuç olarak Şekil 2.7'de görüldüğü gibi orijinde indüksiyon sıfıra ulaşır. Termal sıfırlama yönteminde ise manyetik bir madde Curie sıcaklığının ( $T_c$ ) üzerinde ısıtılır ve paramanyetik faza dönüştürülür. (Derebaşı, 2018; Jakuboviks, 1994; Coey, 2009).



**Şekil 2.7.** Manyetik alan sıfırlaması (Derebaşı, 2018)

## 2.4. Anizotropi

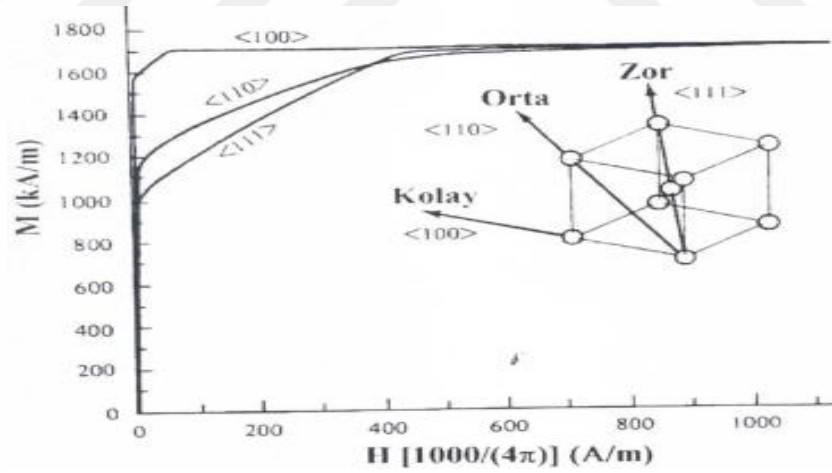
Manyetik anizotropi, maddenin kristal yapısına yani simetrisine bağlıdır. Maddenin histeresis eğrisini anizotropi etkiler. Maddenin kristallerinin her birinde aynı manyetik özellik göstermesine izotropik, farklı olması durumunda ise anizotropi denir. Anizotropi iç veya dış etkilere bağlıdır. Manyetik kristal anizotropi, maddenin

iç özelliklerinden etkilenir. Şekil anizotropisi, kuvvet anizotropisi, indüklenmiş anizotropi ve değişim anizotropisi dış etkiler ile indüklenir.

#### 2.4.1. Manyetik kristal anizotropisi

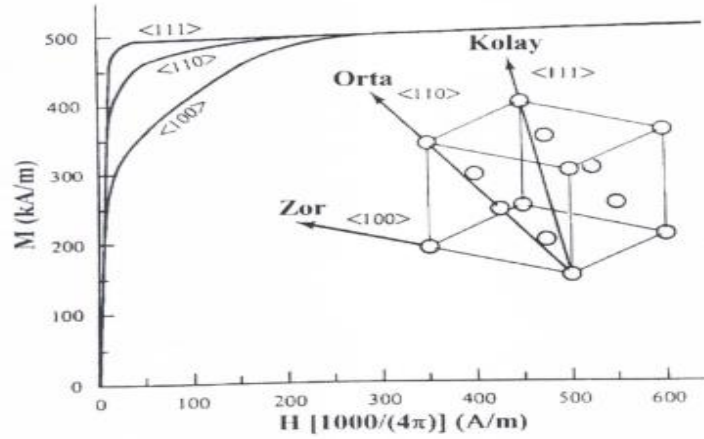
Kübik kristalde kristal anizotropisi; küp altı düzlemsel yüzeyden oluşur. Bu düzlemsel yüzeyler sırasıyla (100), (010), (001), ( $\bar{1}00$ ), ( $0\bar{1}0$ ) ve ( $00\bar{1}$ ) şeklindedir. Rakamların üzerinde bulunan çizgiler negatif yön olduğunu gösterir. Miller indisine göre kübün düzlemleri ve yönleri tanımlanır. Kübün düzlemleri {100} ile gösterilir. Kenar yönlerini [100], [010], [001], [ $\bar{1}00$ ], [ $0\bar{1}0$ ] ve [ $00\bar{1}$ ] şeklinde gösterilir. Yönlerin tümü  $\langle 100 \rangle$  ile gösterilir.

Demir kristali hacim merkezli kübik yapıdadır (Şekil 2.8). Demir kristalini,  $\langle 110 \rangle$  yönünde doyum manyetizasyonuna ulaştırmak istenirse  $\langle 100 \rangle$  yönünden yaklaşık sekiz kat daha yüksek manyetik alan uygulanır.



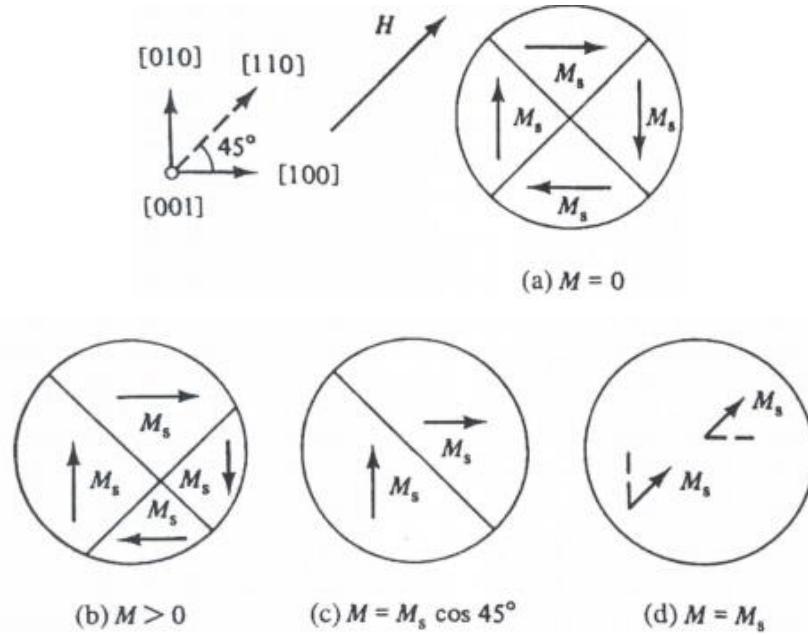
Şekil 2.8. Demir kristali manyetizasyon eğrisi (Derabaşı, 2018)

Nikel ise yüzey merkezli kübik yapıdadır (Şekil 2.9). Nikelin kolay manyetizasyon yönü  $\langle 111 \rangle$ 'dir.



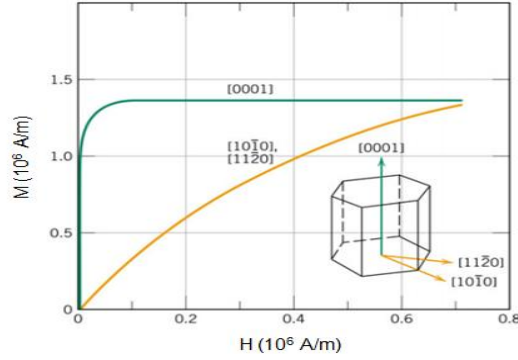
Şekil 2.9. Nikel kristali manyetizasyon eğrisi (Derebaşı, 2018)

Demir kristalinin domanin yapısı; kristallerdeki domain duvarları zayıf bir manyetik alanla hareket ettirilir. Bu hareket aynı potansiyel enerjili iki domain kalana kadar sürer (Resim 2.12). Domainlerin doyum manyetizasyon vektörü ( $M_s$ ), manyetik alana paralel olması yani domainlerin dönmesi sağlanır. Manyetik alan kristal anizotropi kuvvetine etkidiği için domainler döner. Kristal doyuma ulaştığında dönme işlemi durur ve domain duvarı ortadan kalkar.

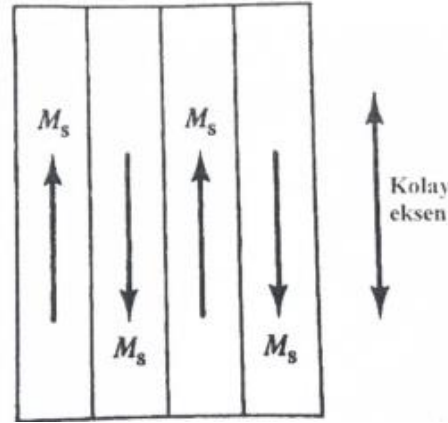


Resim 2.12. [110] yönünde manyetik alanda demir kristalinin domain yapısı  
(a)  $M=0$ , (b)  $M>0$ , (c)  $M=M_s \cos 45^\circ$ , (d)  $M=M_s$ , (Derebaşı, 2018)

Hekzagonal kristalde kristal anizotropisi; hekzagonal kristaller tek eksenli anizotropiye sahiptir. c-ekseni kolay manyetizasyon yönü, taban düzlemi yönleri ise zor mıknatıslanma yönüdür. Örnek olarak Şekil 2.10'da hekzagonal yapıya sahip kobalt kristalinin manyetizasyon eğrisi verilmiştir.



Şekil 2.10. Kobalt kristali manyetizasyon eğrisi (Anonim, 2019)



Şekil 2.11. Hekzagonal kristalde domain yapısı (Anonim, 2018)

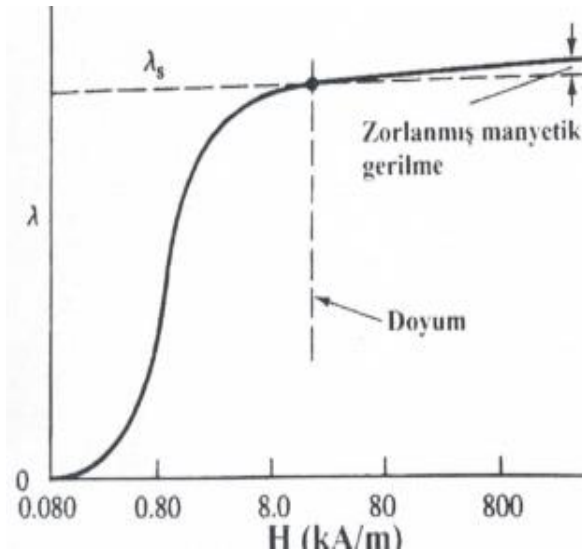
## 2.5. Manyetik Gerilme

Manyetik gerilme, manyetik alanın etkisi ile maddenin boyutlarının değişmesi olayıdır. Joule, 1842 yılında demir bir çubuğunun mıknatıslanma ile boyutunun değiştiğini keşfetti. Demir çubuğun boyutundaki değişme gerilmedir. Manyetik alan altında indüklenen gerilme  $\lambda$  ile gösterilir. Boyuna manyetik gerilme Eş. 2.5'te verilmiştir.

$$\lambda = \frac{\Delta l}{l} \quad (2.5)$$

Manyetik gerilmenin doyum manyetizasyonunda gerçekleşmesine ise doyum manyetik gerilmesi ( $\lambda_s$ ) denir. Boyuna gerilmenin haricinde hacimsel gerilmeler de meydana gelebilir. Kuvvetli bir manyetik alanda hekzagonal kristal yapıya sahip maddelerde hacim değişimi şekil değişerek gerçekleşir. Fakat izotropik kübik bir kristal yapıya sahip maddelerdeki hacimde küçük bir değişim gözlenir. Maddelerin hacimsel gerilmeleri elektron spinlerinin değişim enerjisi ile olduğu düşünülür. Manyetik gerilme ve anizotropi arasında bir ilişki söz konusudur.

Manyetik gerilme, manyetik alana bağlı olduğu Şekil 2.12’de görülmektedir. Manyetizasyon domain duvarlarının hareketi ve dönmesi ile gerçekleşir. Maddenin boyundaki gerilme değişimi domain dönmesine bağlıdır.



**Şekil 2.12.** Manyetik gerilmenin manyetik alana bağlılığı (Derebaşı, 2018)

Doyum manyetizasyonunda manyetiklenmiş domainler oluşur. Bu noktada manyetik alanda yavaş değişimlerin olması ile manyetik gerilmede de ( $\lambda$ ) yavaş yavaş değişimler gözlenir. Bu değişimlere zorlanmış manyetik gerilme denir.

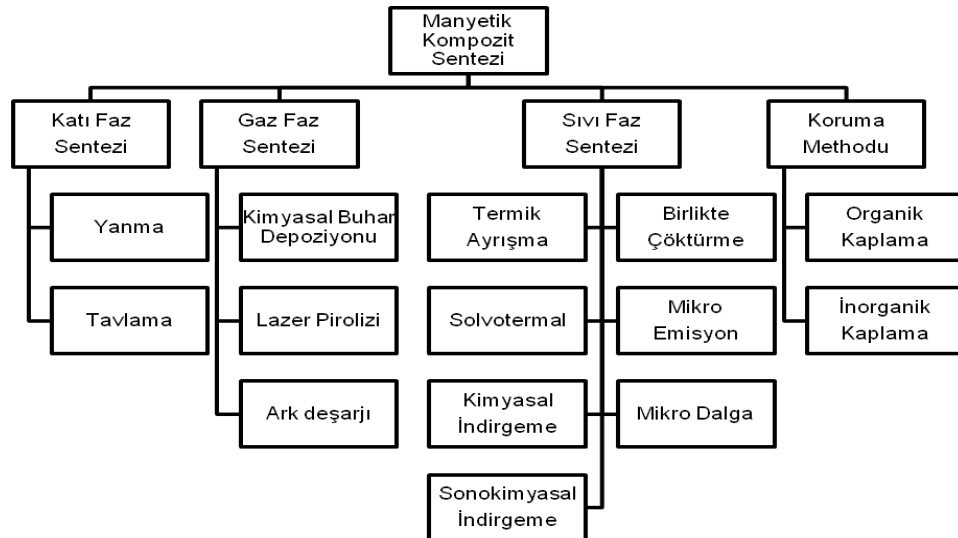
## 2.6. Manyetik Kompozit Sentezi

Manyetik kompozitlerin atık su arıtımı, protein saflaştırma, immune (bağışıklık sistemi) tanı, manyetik rezonans görüntüleme, hücre etiketleme ve ilaç hedeflemesi gibi alanlarda kullanımı yaygındır. Nanoparçacıklar, farklı boyut ve şekillerde onlarca atom veya moleküllerden oluşur. Nanoparçacıkların manyetik özellikleri, nanoparçacıkların boyut, şekil, morfoloji ve kristal özelliklerine bağlıdır. Manyetik parçacıklar nano veya mikron boyutta sentezlenebilir (Zhang ve ark., 2009).

Manyetik nanoparçacıklar farklı bileşimlerden oluşabilir:

- Demir oksit:  $Fe_3O_4$  (magnetit),  $\gamma-Fe_2O_3$  (maghemit),
- Toz metalleri: Fe ve Co,
- Spinel yapıda ferrimagnetler:  $MgFe_2O_4$ ,  $ZnFe_2O_4$  ve  $CoFe_2O_4$ ,
- Alaşımlar:  $CoPt_3$ , ve FePt.

Nanoparçacıkların sentezlenmesinde birçok yöntem kullanılır. Bu yöntemler Şekil 2.13'te gösterilmiştir.



Şekil 2.13. Manyetik kompozit sentezleme tekniklerinin genel sınıflandırılması (Sivashankar, 2014)

Birlikte çöktürme yönteminde uygun oranlarda karıştırılan  $Fe^{+2}$  ve  $Fe^{+3}$  iyonları bazik ortamda güçlü karıştırıcı altında çöktürülür. Bu yöntemle elde edilen parçacıkların boyutları,  $Fe^{+2}/Fe^{+3}$  oranı,  $p^H$ , karıştırma hızı, sıcaklık, baz tipi, iyonik şiddet ve ortamın niceliğinden etkilenir. Oda sıcaklığında ya da yüksek sıcaklıklarda gerçekleştirilebilir (Chhabra ve ark., 2006; Zhou ve ark., 2010; Oroujeni ve ark., 2018).

Sol-gel yönteminde başlangıç malzemesi olarak bir çözelti (sol) ve bu çözeltiyi kullanarak jel elde edilir. Teknolojik olarak sol-gel yönteminin en önemli noktası; katılaşmadan önce sıvı sol ve çözeltinin; daldırma (dipping), döndürme (spinning) ve püskürtme (sprey) yöntemleri ile ince filmlerin hazırlanmasında ideal olmasıdır (Wang ve ark., 2006).

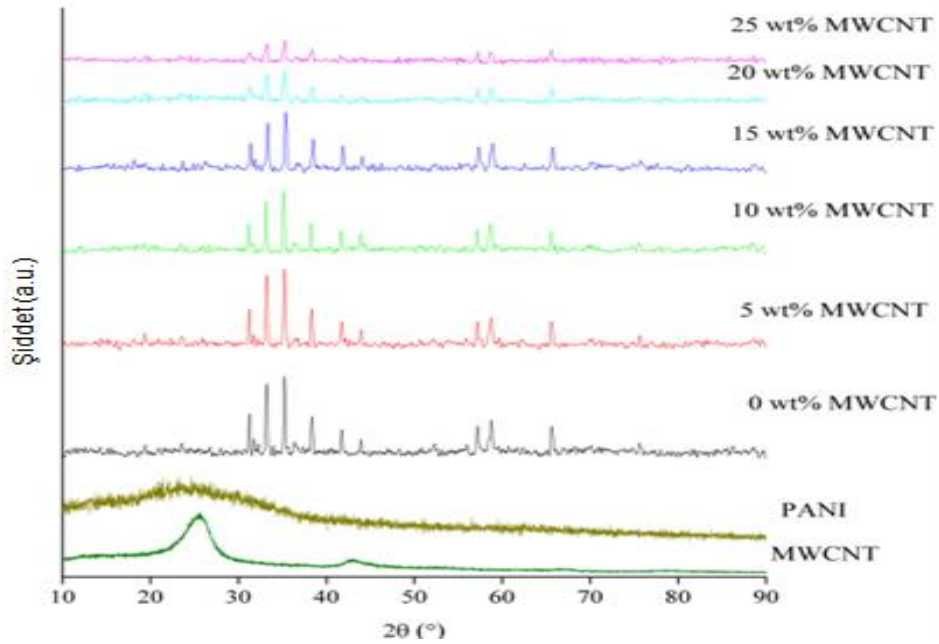
Manyetik kompozitlerin sentezlenmesinde topaklanma ve irileşmeden kaynaklı parçacıklarda büyüme gözlenir (Hedayati ve ark., 2015; Makarova ve ark., 2017). Kompozit içerisinde çekirdeklerin oluşumu ve bunların büyümesi ile bu süreç başlar. Heterojen çözeltilerde meydana gelen yüzey enerjisindeki azalmalar parçacıkların irileşmesine neden olur. Daha az kararlı küçük parçacıkların birleşerek büyük tanecikleri oluşturmasına Ostwald olgunlaşması denir (Banfield, 2001).

Topaklanmayı engellemek için genellikle nano parçacıkları kararlı hale getirme veya işlevselleştirilmesi gerekir. Nanoparçacıkların yüzey modifikasyonu karbon, silika, öncül metaller, organik polimerler ve surfaktanlar kullanılarak başarılı bir şekilde yapılır. En yaygın kullanılan yüzey atomlarına uygun organik grupların bağlanmasıdır (Neouze, 2008). Manyetik kolloidal sistemlerin kararlılığı itici ve çekici kuvvetler arasındaki dengeden kaynaklanır. Nano parçacıkların topaklanmasının korunması ve nano parçacıkları başka bir fazda kullanılabilir hale getirmek için yüzey modifikasyonu yapılır. Genellikle organik grupların, silisyum türevli inorganik kaplayıcıların ve polimerlerin bağlanması ile modifikasyonlar gerçekleştirilir (Chung, 2011). Bir malzemenin manyetik olması malzemeye fiziksel özellik katar. Demir oksit nano malzemelerin yüzey atomlarında yüzeye bağlı

hidroksil grupları bulunur. Bu hidroksil grupları sayesinde, fonksiyonel grup içeren birçok malzeme yüzeye kolaylıkla bağlanabilir (Ghose, 2008).

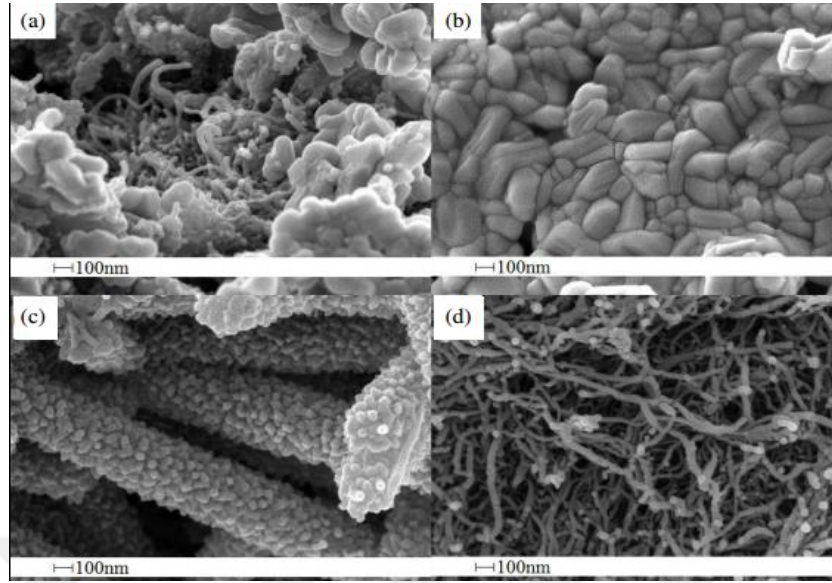
Ferrit nanoparçacıkları kimyasal kararlılığı ve kolay sentezlenmesinden dolayı birçok alanda yaygın olarak kullanılır. Kimyasal yapıları  $MFe_2O_4$  olarak ifade edilmektedir. Ferrit ters spinel kristal yapıya sahiptir. 32  $O_2$  iyonu yüzey merkezli kübik yapı oluşturur. 8  $Fe^{+3}$  iyonu A yüzeyinde tetrahedral kısımda, 8  $M^{+2}$  ve  $Fe^{+3}$  iyonu B yüzeyinde oktohedral kısımları doldurur (Cullity, 2008). Nikel ferritte, M alanları  $Ni^{+2}$  iyonlarıyla doludur. Çinko katkılı nikel ferrit (Ni-Zn ferrit), manyetik özellikleri çinko içeriğine göre değişir (Bercoff, 2000).

$BaFe_{12}O_{19}$ , karbon nanotüp (MWCNT) ve polianilin (PANI) içeren kompozit malzeme basit bir polimerleşme tekniği ile başarılı bir şekilde hazırlanmıştır (Zahari ve ark. 2016). XRD analizi sonucu Şekil 2.14'te karbon nanotüpünün yüzde bileşiminin artırılmasıyla pik şiddetlerinin azaldığını gösterir. SEM analiz sonucu Resim 2.13 ise polianilin parçacıklarının  $BaFe_{12}O_{19}$  ve karbon nanotüplerin yüzeylerinde oluştuğunu gösterir.



**Şekil 2.14.** Farklı yüzdelerde karbon nanotüp içeren (MWCNT) kompozitin XRD grafikleri (Zahari ve ark., 2016)

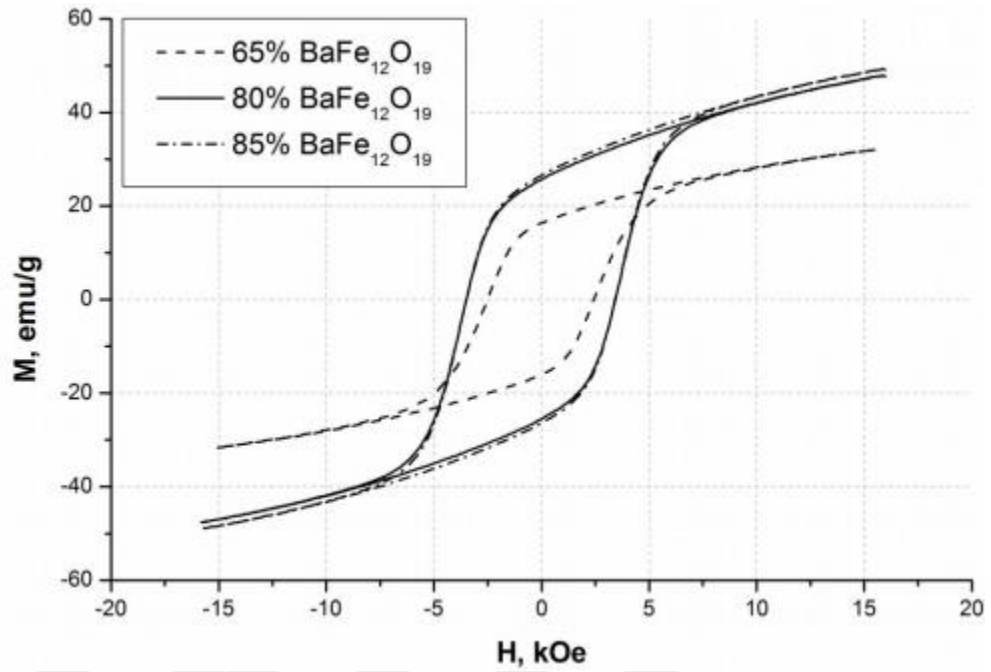




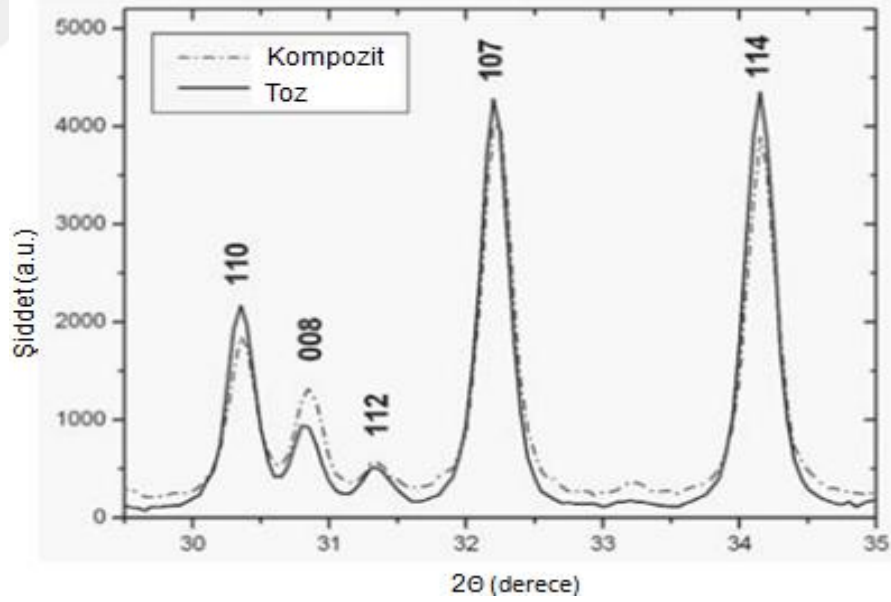
**Resim 2.13.** a) Sentezlenen kompozit b) BaFe<sub>12</sub>O<sub>19</sub> c) Polianilin ve d) Karbon nanotüp SEM görüntüleri (Zahari ve ark., 2016)

Jasna ve ark. (2014), bisfenol A ve bisfenol F reçine karışımlarını farklı oranlarda baryum ferrit kullanarak hibrit bir manyetik kompozit malzeme sentezlenmiştir. Eklenen baryum ferritin hibrit kompozit malzemelerin özelliklerine olan etkisi Şekil 2.13 histeresis grafiği kullanılarak incelenmiştir. Epoksi matriks içerisinde ağırlıkça % 65 ve % 85 oranında baryum ferrit bulunduğu zaman manyetik özelliklerde azalmalar olduğu gözlenir (Şekil 2.15).

Nowosielski ve ark. (2008), baryum ferrit tozlarını içeren poli(vinil klorür) polimer matrisi örneklerinin mikro yapılarını incelemiştir. Baryum ferrit ve kompozit malzemenin X-ışını kırınımında (Şekil 2.16) sadece (008) şiddetinde ( $2\theta=30,830$ ) bir fark olduğu bulunmuştur.

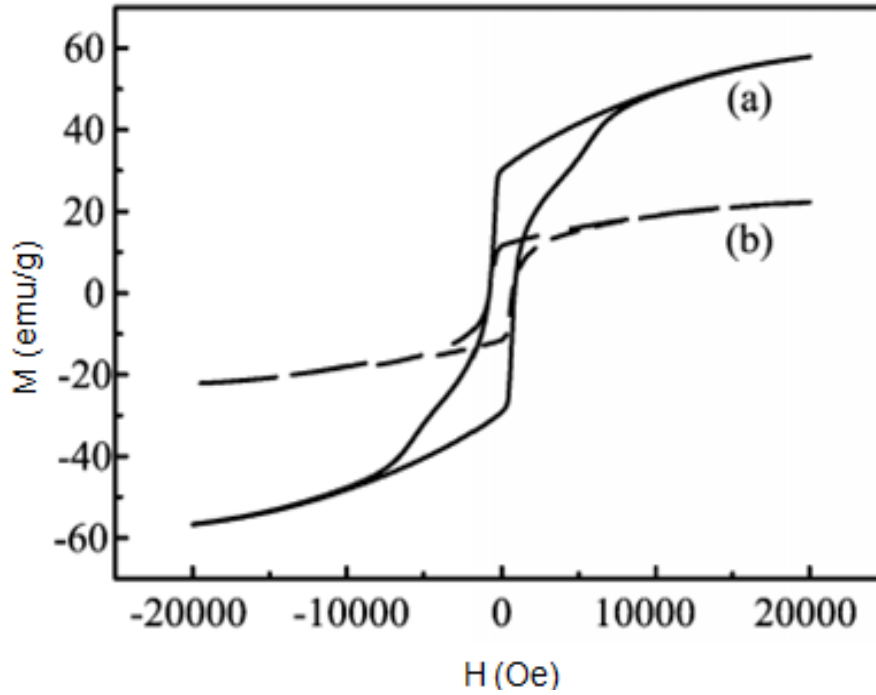


Şekil 2.15. Reçine içerisinde ağırlıkça farklı yüzdelerde baryum ferrit ilavesiyle elde edilen histeresis grafiği (Jasna ve ark., 2014)



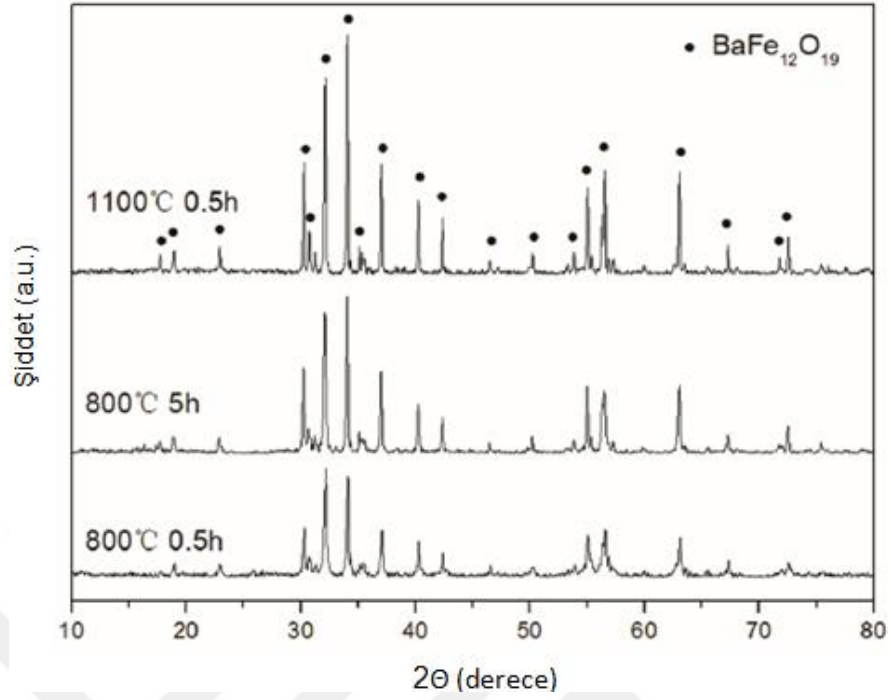
Şekil 2.16. Baryum ferrit ve kompozit malzemenin XRD grafiği (Nowosielski ve ark., 2008)

Li ve ark. (2007), polianilin ve baryum ferrit kompozitini başarılı bir şekilde hazırlanmıştır. Spektroanaliz sonuçları polianilin ve ferrit parçacıkları arasında etkileşim olduğunu gösterir. Kompozitin doygunluk mıknatıslanmasının ve koersivitesinin baryum ferrite kıyasla daha az olduğu görülür. Kompozitin  $M_s$  değeri 22,2 emu/g ve iletkenliği ise 0,069 S/cm olarak bulunmuştur.



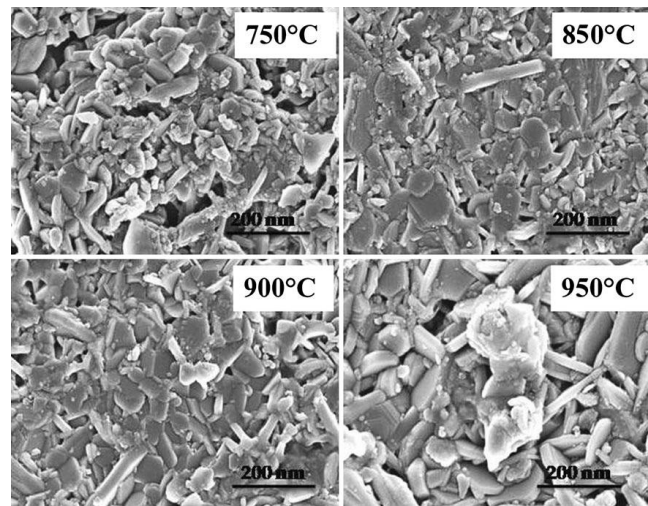
**Şekil 2.17.** Manyetik histeresis grafiği a) Baryum ferrit ve b) %50 Polianilin ve baryum ferrit (Li ve ark., 2007)

Chang (2015),  $BaFe_{12}O_{19}$  nanoparçacığını sol jel yöntemini kullanarak hazırlamıştır. X-ışını kırınımı (XRD) ile sentezlenen ürünlerinin analizi ile kristal boyutu 50 nm olduğu bulunmuştur. Şekil 2.18 çeşitli tutma süreleri için hazırlanan  $BaFe_{12}O_{19}$  için X-ışını kırınım modellerine göre şiddetlerde değişiklik olmasına rağmen XRD desenlerinde farklılık olmadığı görülür. Keskin ve tek kırınım dorukları, homojenliği ve iyi kristalleşme olduğunu gösterir. Ayrıca X-ışını analizi, hazırlanan tozun hekzagonal yapıya tek fazlı olduğunu gösterir.



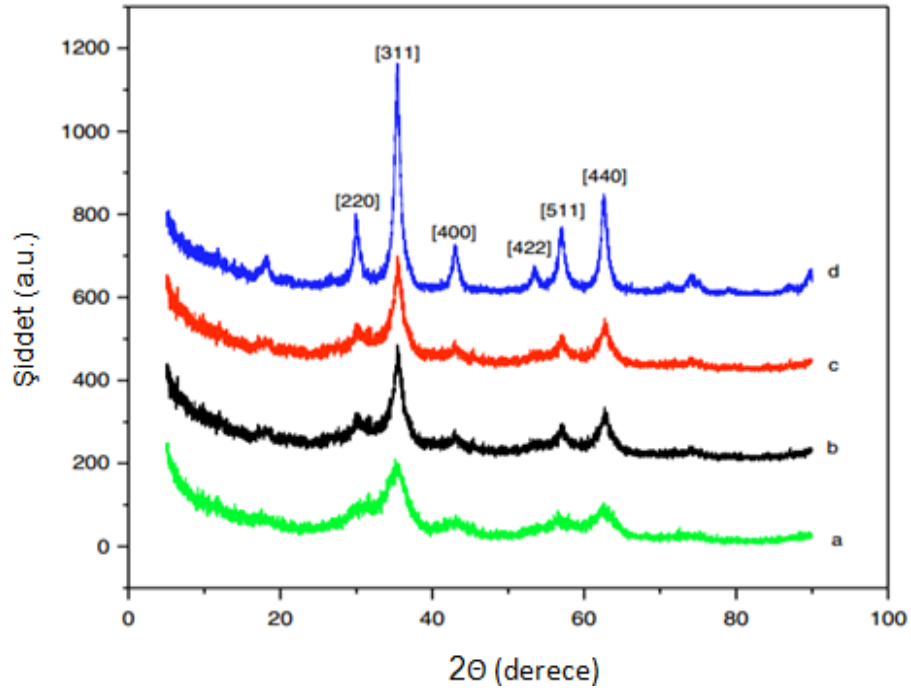
**Şekil 2.18.** 800 °C ve 1100 °C’de hazırlanan  $BaFe_{12}O_{19}$ 'nin XRD grafiği (Sun ve ark., 2015)

Sadhana ve ark. (2015), mikrodalga-hidrotermal yöntemini uygulayarak sentezledikleri  $BaFe_{12}O_{19}$ 'in SEM görüntüleri Resim 2.14 nanoparçacığın morfolojisinin heksagonal şeklinde olduğunu gösterir.



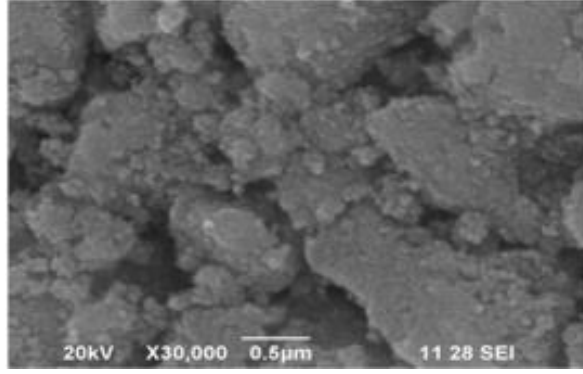
**Resim 2.14.** Farklı sıcaklıklarda kalsine edilen  $BaFe_{12}O_{19}$ 'in SEM görüntüleri (Sadhana ve ark., 2015)

Wei ve ark. (2011),  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  nanoparçacığını birlikte çöktürme yöntemini kullanarak hazırlamışlardır. Şekil 2.19, XRD grafiğindeki pikler kübik yapı (JCPDS 19- 0629) ile iyi bir şekilde eşleştiği görülür. Debye-Scherrer denklemi kullanılarak hesaplanan ortalama kristal boyutları yaklaşık a.) 12,6 nm, b) 13,4 nm, c) 14,2 nm ve d) 13,8 nm olarak hesaplanmıştır.



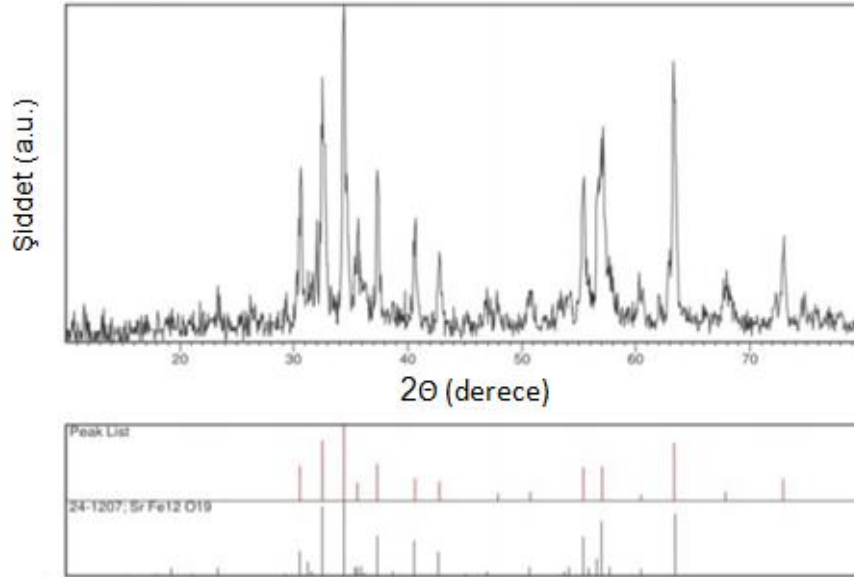
**Şekil 2.19.**  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  'nin XRD grafiği a) 40 °C, b) 80 °C, c) 0,43 molL<sup>-1</sup> sodyum sitrat ( $\text{C}_6\text{H}_5\text{Na}_3\text{O}_7$ ), 80 °C, d) 0,86 mL<sup>-1</sup> oleik asit ( $\text{C}_{18}\text{H}_{34}\text{O}_2$ ), 80 °C (Wei ve ark., 2011)

Saranya ve ark. (2015), birlikte çöktürme yöntemini kullanarak sentezledikleri  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  parçacıklarının SEM görüntüleri Resim 2.15'de görülmektedir. Nanoparçacıkların küre biçiminde olduğu ve Debye-Scherrer formülü ile hesaplanan boyutun 12,59 nm olduğu anlaşılmıştır. Taneciklerin aglomerasyonu taneler arasında iyi bir bağlantı olduğu ve büyüklüğünün yaklaşık 60-200 nm arasında olduğunu gösterir.



**Resim 2.15.**  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ 'nin SEM görüntüsü (Saranya ve ark., 2015)

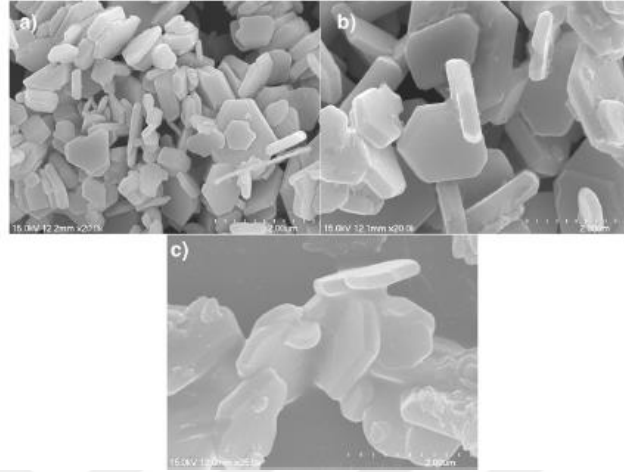
Nabiyouni ve ark. (2013),  $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$  nanoparçacığını sol-jel yöntemini kullanarak sentezlemişlerdir. Şekil 2.20, XRD grafiğindeki pikler hekzagonal yapı (JCPDS No. 24-1207) ile iyi bir şekilde eşleştiği görülmektedir. Kristal boyutu ölçümleri, Scherrer denklemi kullanılarak yaklaşık 24 nm olarak bulunmuştur.



**Şekil 2.20.**  $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$ 'nin XRD grafiği (Nabiyouni ve ark., 2013)

Lui ve ark. (2014), sol-jel yöntemini kullanarak sentezledikleri stronsiyum hekzaferrit ( $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$ ) parçacıklarının SEM görüntüleri Resim 2.16'da görülmektedir. Parçacıkların yaklaşık 100 nm boyutunda olduğu bulunmuştur. Nanoparçacıkların hekzagonal biçiminde olduğu ve 1000 °C'de aglomeralar

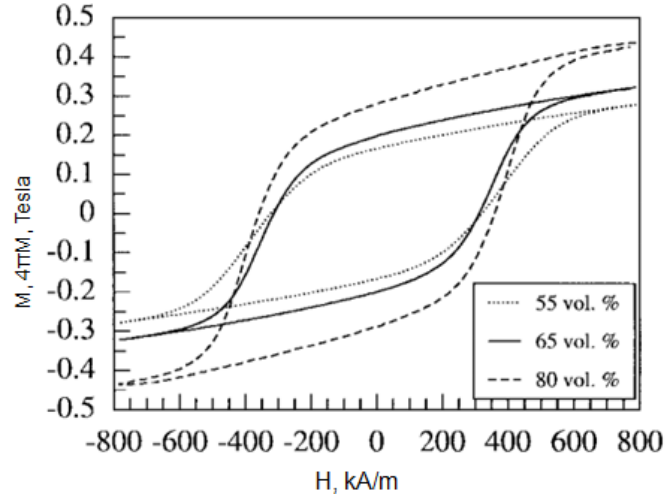
oluşmaktadır. Sıcaklığın artmasıyla parçacıkların boyutu ve kalınlığı düzenli olarak artmaktadır bu da parçacık büyümesine ve yüksek sıcaklıkta aglomeralar oluşturur.



**Resim 2.16.**  $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$ 'nin SEM görüntüleri, (a) 900 °C, (b) 950 °C ve (c) 1000 °C (Lui ve ark., 2014)

Muntenita ve ark. (2016), epoksi reçine ve stronsiyum ferriti kullanarak kompozit sentezlemiştir. Kompozitin mekanik özelliklerini değiştirmek için ajanlar (karbon nanotüpler, karbon siyahı, nano-metaller, talk, killer, nişasta ve nano seramikler) kullanılmıştır. Bu çalışmada, üretilen kompozitler bükme testine tabi tutularak değiştirici ajanların miktarı ve kompozitin kırılmaları incelenmiştir. R&G Gmbh Waldenbuch tipi reçineler iyi elastik özelliklere sahiptir ve aynı zamanda, diğer incelenen materyallere kıyasla iyi mekanik bükülme davranışı göstermektedir.

Laura ve ark. (1997), mikroelektronik ve mikro işlemlerle uyumlu manyetik polimer kompozitleri, organik matris malzemesi olarak bir poliimid ve gömülü bir inorganik manyetik malzeme olarak stronsiyum ferrit tozu kullanılarak elde etmişlerdir. Üretilen kompozitler iyi bir manyetik özellik sergilemektedir. Histeresis grafiği Şekil 2.21 incelendiğinde % 80 hacimce manyetik içeren kompozitin yaklaşık 320 kA/m civarında koersiviteye sahip olduğu bulunmuştur.



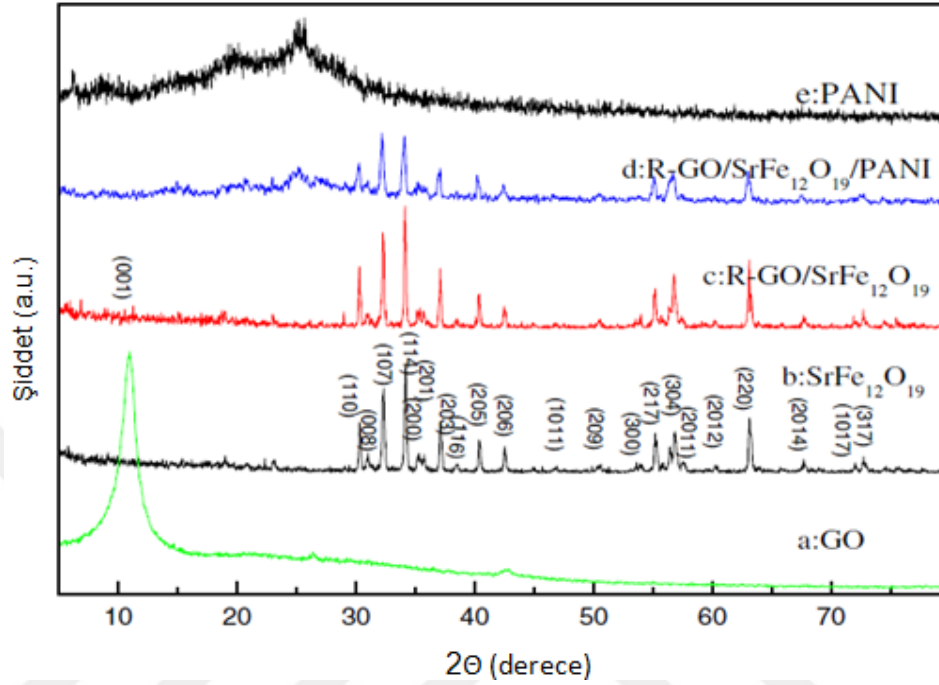
**Şekil 2.21.** Histeresis eğrileri, manyetik derişim (hacimce) %55, %65 ve %80 (Laura ve ark., 1997)

Kruzalak ve ark. (2017), butadien içerisine stronsiyum ferritlerin katılmasıyla manyetik kompozit üretmiştir. Bu çalışmada kompozitlerin hazırlanması ve manyetik dolgu maddelerinin çapraz bağlanması incelenmiştir. Sonuçlar, ferrit dolgu maddelerinin kauçuk matris içerisine dahil edilmesinin, kauçuk bileşiklerin çapraz bağlanma sürecinin hızlanmasına yol açtığını, manyetik özellikler kazandırdığını ve hazırlanan kompozitlerin fiziksel-mekanik özelliklerini önemli ölçüde değiştirdiğini ortaya çıkarmıştır. Test edilen kompozit malzemelerin manyetik etkisi büyük ölçüde manyetik dolguların içeriğine bağlıdır. Stronsiyum ferrit koersitiviteyi büyük ölçüde etkilemektedir. Kauçuk manyetik kompozitlerin fiziksel-mekanik özellikleri, özellikle kauçuk matrisin özelliklerine, ayrıca uygulanan ferritlerin içeriğine ve bileşenler arasındaki ara yüzey koşullarına bağlıdır. Kauçuk matris ve ferrit parçacıkları arasında iyi bir yapışma olduğuna işaret etmektedir.

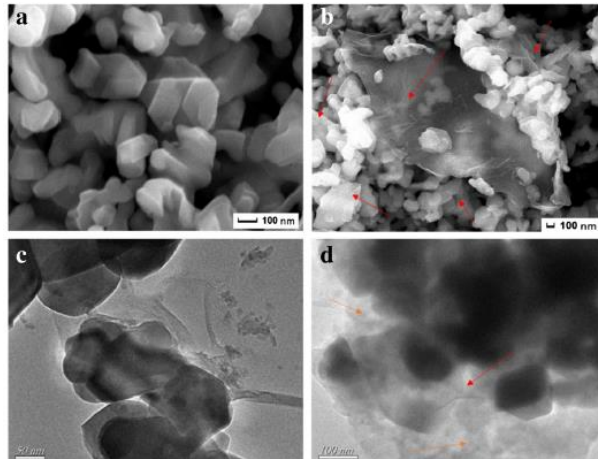
Luo ve ark. (2016), stronsiyum ferrit nanoparçacıkları, çöktürme yöntemi ile sentezlenmiştir. İndirgenmiş grafen oksit (GO)/stronsiyum ferrit (SF)/polianilin (PANI) üçlü nanokompozitler yerinde polimerleşme yöntemi ile hazırlanmıştır. XRD modelleri Şekil 2.22 diğer ara fazlar olmaksızın stronsiyum hekzaferrite ait tek fazı göstermektedir. TEM fotoğrafları Resim 2.12, stronsiyum ferrit nanoparçacıkların kompozitdeki tabakaların yüzeylerinde homojen olarak dağıldığını ortaya



koymaktadır. R-GO / SF / PANI nanokompozit, en iyi absorpsiyon özelliğini, 2–18 GHz frekansında 1,5 mm'lik optimum eşleşme kalınlığında sergilemiştir.

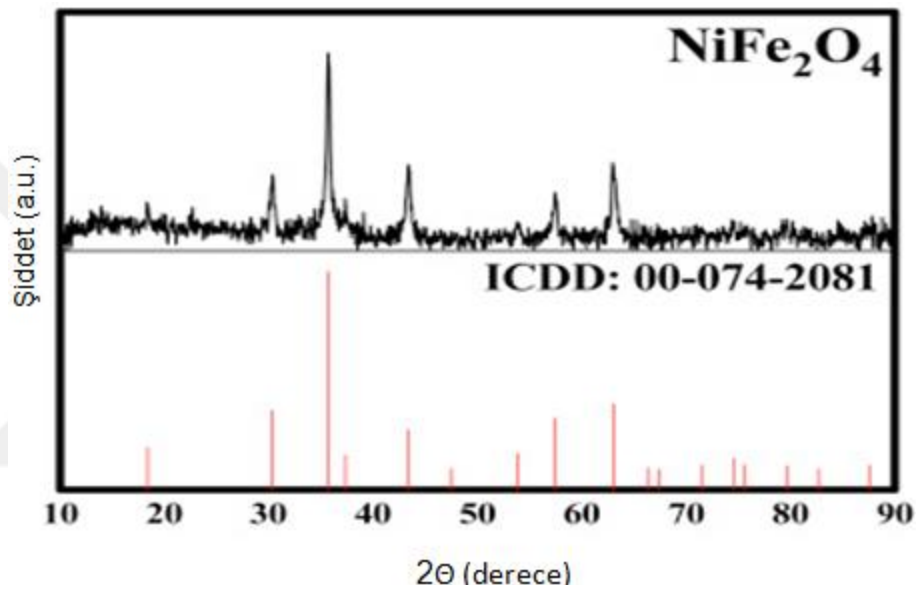


**Şekil 2.22.** XRD grafikleri a) Grafen oksit, b) Stronsiyum ferrit, c) Nanokompozit, d) Polianilin (Luo ve ark., 2016)

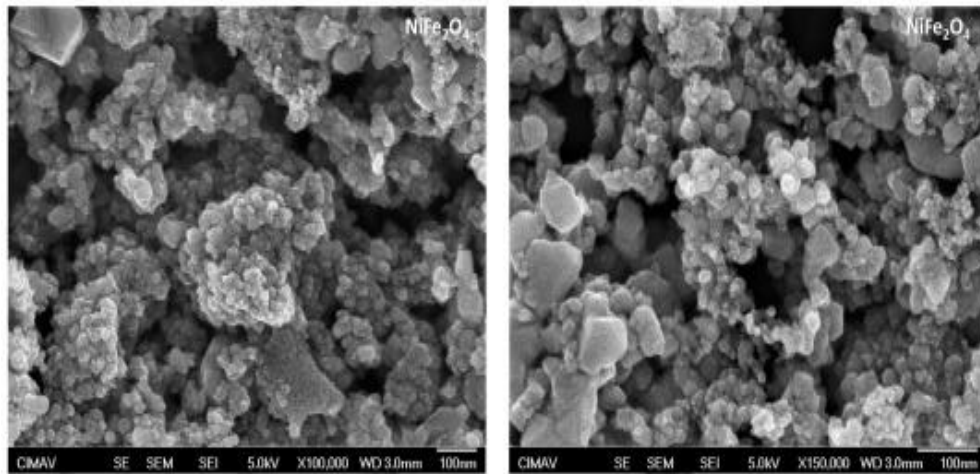


**Resim 2.17.** FESEM görüntüleri a)  $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$  nanoparçacığı, b) R-GO/SF nanokompozitler ve TEM görüntüleri, c) R-GO/SF nanokompozit ve d) R-GO/SF/PANI nanokompozitler (Luo ve ark., 2016)

Masoud ve ark. (2009),  $\text{NiFe}_2\text{O}_4$  (nikel ferrit) nanoparçacıklarını birlikte çöktürme yöntemini kullanarak sentezlemişlerdir. Şekil 2.23, XRD grafiğindeki pikler (JCPDS No. 74–208, ICDD PDF-4+kütüphanesi) ile iyi bir şekilde eşleştiği görülmektedir. Piklerdeki keskin çizgiler sentezlenen bileşiğin yüksek kristallığe sahip olduğunu gösterir. Kristal boyutu ölçümleri, Scherrer denklemi kullanılarak yaklaşık 22 nm olarak bulunmuştur. SEM görüntüleri (Resim 2.18) nanoparçacıkların küre biçiminde ve aglomerasyon olduğu gösterir.



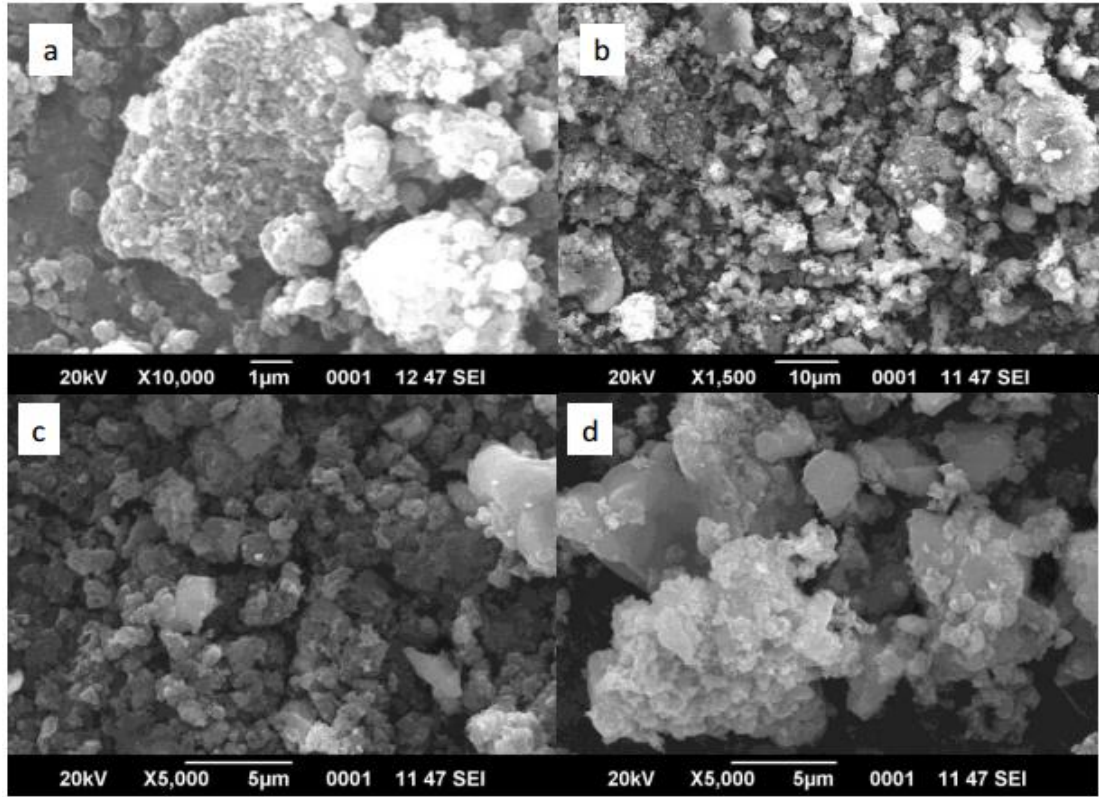
**Şekil 2.23.**  $\text{NiFe}_2\text{O}_4$  nanokristallerinin XRD grafiği, standart  $\text{NiFe}_2\text{O}_4$  JCPDS No. 74–2081 (Masoud ve ark., 2009)



**Resim 2.18.**  $\text{NiFe}_2\text{O}_4$ 'nin SEM görüntüleri (Masoud ve ark., 2009)

Ahmad ve ark. (2018), trietilen glikol (TREG) kaplı nikel-çinko (Ni-Zn) ferrit nanoparçacıklarını hidrotermal yöntem ile sentezlemiş ve karakterize etmişlerdir. Çinko içeriğine göre yapısal ve manyetik özellikleri araştırmak için, üç farklı çinko içeriği  $x = 0,2; 0,4$  ve  $0,6$  olan  $Ni_{1-x}Zn_xFe_2O_4$ 'ün Ni-Zn ferrit parçacıkları formüle edilmiştir. TEM analiz sonucuna göre, parçacıkların küre şeklinde oldukları ve parçacıkların ortalama çaplarının sırasıyla  $10,67$  nm,  $13,02$  nm ve  $18,73$  nm olduğu belirlenmiştir. FTIR analiz sonucu ise TREG'in parçacıkların yüzeyinde sıkıca kaplandığını doğrulamıştır. Doyum manyetizasyon değerinin artan çinko içeriği ile azaldığı sonucuna varılmıştır.

Kumar ve ark. (2017), iletken polianilin-nikel ferrit (PANI/NiFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub>) kompozitleri, ara yüzey polimerleşmesi yöntemi kullanılarak sentezlenmiştir. SEM görüntüleri Resim 2.19, polianilin kompozitlerin morfolojisinde topaklanmalar olduğunu göstermektedir.



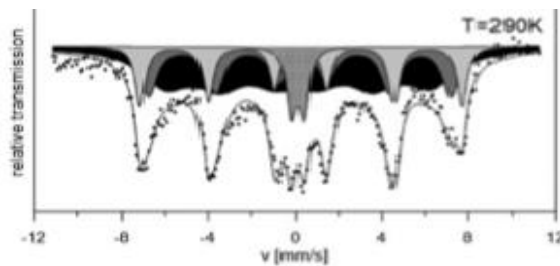
**Resim 2.19.** SEM görüntüleri a) Polianilin ve polianilin/NiFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> kompozitleri (ağırlıkça), b) %10 c) %30 d) %50 (Kumar ve ark., 2017)

Prasanna ve ark. (2014), polianilin/nikel ferrit kompozitini basit ve ucuz bir şekilde yerinde polimerleşme yöntemini kullanarak sentezlemiştir. XRD, FTIR spektroskopisi ve SEM görüntüleri kompozitin oluştuğunu göstermektedir. Nikel ferrit nanoparçacıklarının DC elektrik özellikleri üzerinde etkisi araştırılmıştır. Nikel ferritin derişimi artırılmasıyla nanokompozitin iletkenliđi azalmıştır.

Surowiec ve ark. (2017), Liquids Research Ltd. şirketinden temin ettikleri 10,3 nm boyutundaki Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> nanoparçacıklarının geçirimli elektron mikroskobu (TEM), X-ışını kırınım (XRD) ve Mössbauer yöntemlerini kullanarak analiz etmişlerdir. Mössbauer spektrumu Şekil 2.24 ve spektrum parametreleri de Çizelge 2.6'da görülmektedir. Oda sıcaklığında gerçekleşen Mössbauer spektrumunda nanoparçacıklar süperparamanyetik özellik göstermektedir.

**Çizelge 2.6.** Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> nanoparçacıklarının Mössbauer spektrum parametreleri (Surowiec ve ark., 2017)

Numune	Spektral Bileşen	I.S. (mm s <sup>-1</sup> )	Q.S. (mm s <sup>-1</sup> )	H <sub>hf</sub> (T)	R (%)
290 K	Oktahedral: Fe <sup>+3</sup>	0.19	0.01	46.6	17.7
	Tetrahedral: Fe <sup>+3</sup>	0.20	-0.07	44.1	22.2
	Düzensiz yüzey: Fe <sup>+3</sup>	0.29	0.037	39.3	53.2
	Superparamanyetik: Fe <sup>+3</sup>	0.05	0.276	-	6.9



**Şekil 2.24.** Manyetit nanoparçacıklarının Mössbauer spektrumu (Surowiec ve ark., 2017)

Manyetit (Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>), ters bir omurga üzerinde oluşmuş kübik bir yapıya sahiptir. Oda sıcaklığında elektronlar Fe<sup>+2</sup> ve Fe<sup>+3</sup> iyonları arasında geçiş özelliđi gösterdiğinden yarı metalik malzemeler sınıfında yer almaktadır (Schwertmann, 1996). Heteropoliasid /kitosan/Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> manyetik nano katalizörü sentezleyerek bu katalizörün

aktivitesini incelendiğinde yüksek aktiviteye sahip olduğu görülmektedir. Manyetit ( $Fe_3O_4$ ) sentezlenmesinde; poliol yöntemi (Sun, 2002), çöktürme yöntemi (Wu, 2007), sonokimyasal sentez (Enomoto, 1996) ve mikroemülsiyon teknikleri (Chhabra, 1996) olmak üzere birçok farklı yol kullanılabilir. Sentezlenen  $Fe_3O_4$  birçok uygulama alanında kullanılmaktadır. Örneğin, çevre için zararlı etkilerinden dolayı Cr(VI) giderilmesi amacıyla manyetit-polietilenimin-montmorilonit (magnetite-PEIx-MMT) manyetik yüzey tutucusu kullanılmıştır (Larraza, 2012). Bu çalışmada yüzeye tutunma kapasitesi 8,8 mg/g bulunmuştur. Yüzey tutunması için farklı manyetik özelliğe sahip nanoparçacıklar kullanılabilir.

Varfolomeev ve ark. (2005), polivinil alkol ana fazında  $Fe_3O_4$  nanoparçacıklı manyetik kompozitler hazırlanmıştır. Manyetodirenç ve manyetizasyon eğrileri deneysel sonuçlara dayanarak çizilmiştir. Manyetik gerilimler, doygunluk manyetizasyonu, manyetik çap ve yoğunluğun demir oksit derişimlerine bağlı olduğu sonucuna varılmıştır. Ayrıca polietilen anafazında  $Fe_3O_4$  nanoparçacıklarının boyutunun manyetodirence etkisi atomik kuvvet mikroskopisi (AFM) ve manyetik kuvvet mikroskopisi (MFM) kullanılarak incelendiğinde  $Fe_3O_4$  nanoparçacıklarının boyutunun artmasıyla manyetodirencin etkisinin de azaldığı gözlenmiştir (Ramazanov, 2010).

Sarıtaş ve ark. (2017), polifuran ve poli (vinil asetat)/poli (vinil klorür)/polifuran üçlü kompozitlerini oksitleyici olarak  $FeCl_3$  kullanılarak kimyasal yöntemle sentezlemiş ve farklı yöntemlerle karakterize etmişlerdir. Ayrıca  $Fe_3O_4$  (manyetit) katkılı PVAc/PVC/PF/ $Fe_3O_4$  nanokompozitini hazırlamışlardır. Polimer anafazı ve  $Fe_3O_4$  arasındaki etkileşimi FTIR, XRD, SEM ve TEM görüntüleri ile incelemişlerdir. Üçlü kompozitin ısıl kararlı olduğunu da TGA sonuçları ile göstermişlerdir. Nanokompozitin süperparamanyetik özelliğini ve Ms (Doygunluk manyetizasyon)  $5,3 \text{ emu.g}^{-1}$  olduğunu ise VSM sonuçlarından elde etmişlerdir. Bu çalışmanın sonucunda nanokompozitin antistatik malzemeler, korozyon önleyici kaplamalar, elektrik ve manyetik malzemeler için koruyucu kılıf gibi daha ileri uygulamalarda da kullanılabilceği ortaya çıkmıştır.

Debanjan Guin ve ark. (2007),  $Fe_3O_4$  ve  $NiFe_2O_4$  nanoparçacıklarını kararlı manyetik etkilerini korudukları için iki farklı paladyum katalizörleri sentezlenmiştir. Sentezlenen bu manyetik nanoparçacıklar kimyasal olarak aktif ve hava ile oksitlendiğinden kimyasal olarak kararlı hale getirmek için polimerle kaplanır. Hidrojenasyon tepkimesinde 10. kez tepkimeye giren katalizörlerin katalitik aktivitesinin değişmediği gözlemlenmiştir.

Vladislav ve ark. (2017), silikon kauçuğu ana fazında ve karbonil demir parçacıklarından (çap 3-5  $\mu m$  çapında) oluşan manyetoaktif elastomerler (MAE) sentezlenmiştir. Hem izotropik hem de manyetik alan 80 mT alınarak sentezlenen farklı tür kaplamalar yapılarak incelendiğinde dış manyetik alan ile temas açısının büyüdüğü, 80 mT'lik manyetik alanda sentezlenen anizotropik kaplamalar için hidrofobik zenginleşme oranının daha yüksek olduğu ve yüzey pürüzlülüğünün hafifletilmesi için yumuşak polimer ana fazının daha etkili olduğu sonucuna varılmıştır.

Hücre sinyallerinin daha iyi anlaşılması ve manyetit nanoparçacıkların hücre çoğalması ve hücre tepkimeleri üzerindeki etkileri için organik inorganik poliüretan (PU) nanokompozitleri hazırlanmıştır (Shahrousvand, 2017). Demir oksit nanoparçacıklarının varlığı poliüretan nanoparçacıklarının yığın morfolojisini, mekanik ve elektrokimyasal özelliklerini etkilediği FTIR, SEM, AFM, DSC ve EIS (elektrokimyasal impedans spektroskopisi) ile gösterilmiştir. Magnetit nanoparçacıklarının PU ana fazında arttırılmasıyla elektrik iletkenliği ve hidrofiliteyi iyileştirdiği ve bunun sonucundaysa su soğurumu, biyolojik bozunma ve hücre canlılığını değiştirdiği gözlenmiştir. Çalışmanın sonuçlarına göre, manyetit poliüretan nanokompozitleri özellikle sinir onarımında hücre tedavisi ve doku mühendisliği için potansiyel bir seçim olabilir.

Polipirol (PP) kaplı manyetit ( $Fe_3O_4$ ) nanoparçacıkları ara bağlayıcı olarak hyaluronik asit (HA) kullanılarak hazırlanmış ve etilendiamin türevleri de bu yapıya aşlanmıştır (Hong, 2018). Hazırlanan ilaç taşıyıcı TEM, TGA, XRD ve VSM ile karakterize edilmiştir ve kanser tedavisinde kullanılan doksorubisin hidroklorürün

(DOX) 447 mg/g gibi yüksek bir yükleme içeriğinde verilmesinde kullanılmıştır. Sonuç olarak, ilaç yüklü nanokompozitlerin kan hücreleri ile iyi biyouyumluluğa, manyetik nanokompozitlerin tümörde yüksek etkinliğe ve biyolojik ortamda artan kararlılığa sahip olması başarılı damar içi uygulamalarını garantilemektedir.

Oroujeni ve ark. (2018), polidopamin kaplı  $Fe_3O_4$  nanoparçacıkları hidrofobik ilaçların üretiminde kullanmışlardır. TEM, XRD, XPS (X-ışını fotoelektron spektroskopisi) ve VSM ile yapılan analizler sentezlenen manyetik taşıyıcının yüksek ilaç yükleme kapasitesine sahip olduğunu göstermektedir. Manyetik nanoparçacıkların polidopamin ile kolay kaplanması ve  $Fe_3O_4$  manyetik nanoparçacıkların hedefli ilaç sunumu için umut verici bir nano-araç görevi görebileceğini göstermektedir.

Makarova ve ark. (2017), parçacıklar arası etkileşimlerin, ana fazın elastik özelliklerinin ve parçacık hazırlama yönteminin, hem iletken hem de iletken olmayan yüksek manyetik parçacıkları içeren poliüretan kauçuk esaslı manyetoaktif elastomerlerin manyetik özelliklerine etkisini araştırmışlardır. Manyetik parçacık olarak iki farklı boyutta  $2\mu m$  ve  $50\mu m$   $NdFeB$  ve  $BaO(Fe_2O_3)_6$  (baryum ferrit) kullanılmıştır. Sonuç olarak, bileşenler arası etkileşim ve ana fazın elastik özellikleri kompozit sistemini etkilemektedir.

Mazlum ve ark. (2015), manyeto-reolojik etilen propilen dien monomer (EPDM) ve doğal kauçuk (NR) türü sentetik kauçukların izotrop ve anizotrop durumda tek eksenli yükleme altındaki mekanik özellikleri incelenmiştir. Kompozitler sıcak kalıp sistemi yardımıyla izotrop (homojen) ve anizotrop (hizalanmış) olarak ferromanyetik toz ( $3-27\mu m$  karbon katkılı demir tozu) ilave edilerek ve manyetik alan uygulanarak elde edilmiştir. Elde edilen kompozit malzemelere manyetik alanın etkisi incelenmiştir. EPDM kauçuk malzemesinde toz ilavesi gerilme düşüşüne neden olurken NR kauçuk örneklerinde ise gerilme artmış ve dış manyetik alan uygulandığında NR manyeto-reolojik örneklerinin EPDM örneklerine göre daha duyarlı hale gelmiştir.

Madalin ve ark. (2016), silikon kauçuk, karbonil demir, toz halinde Rochelle tuzu ve katalizör içeren bir karışımı iki düzlem elektrot arasında çapraz bir manyetik alanda 0,62 mm kalınlığa ulaşana kadar preslenmiştir. Elektriksel direnç, deformasyon ve gerilme alanları ve membranın elastik sabiti üzerine yerleştirilen alternatif bir elektrik alanının etkin yoğunluğunun etkisi incelenmiştir. Rochelle tuzu ve karbonil demir parçacıkları ile elde edilen membran elastik özelliklere sahip dirençli bir gövdedir. Alternatif elektrik alanı, statik manyetik alanı, manyetik alanın yönü bağlı elektrik direncini, deformasyon bileşenleri, gerilim ve elastikiyetini etkilemiştir. Silikon kauçuk, Rochelle tuzu ve karbonil demir duyarlılık alanlarına sahip olduğundan endüstriyel uygulamalarda elektrik alan sensörlerinde kullanılabilir.

## **2.7. Karakterizasyon Yöntemleri**

### **2.7.1. Termogravimetrik analiz (TGA)**

Bu yöntemde analizi yapılacak numunenin sıcaklık ya da zamanın fonksiyonu olarak kütledeki değişimler incelenmektedir. Analiz sonucunda elde edilen eğrilere termogram veya termal bozunma eğrisi denir.

Cihazın bileşenleri; hassas terazi, fırın, sıcaklık kontrol edici, programlayıcı ve analiz sonuçlarını kaydediciden oluşmaktadır. Numune kütlelerinin sıcaklığa göre değişimi kaydedici tarafından çizilir. Numunelerin konulduğu kapların kataliz etkisi olmamalı ve ortam gazlarını da adsorplamamalıdır.



### **2.7.2. Diferansiyel taramalı kalorimetri (DSC)**

Bu yöntem örnek ve referans maddelerinin aynı sıcaklıkta kalması için elektrik devre yardımı ile örneğe ya da referans maddesine dışarıdan ısı eklenmesine dayanmaktadır. Analiz sonucunda ısının sıcaklığa karşı grafiği çizilir. Termogram piklerinin altındaki alan açığa çıkan ya da absorlanma ısıyla doğru orantılıdır.

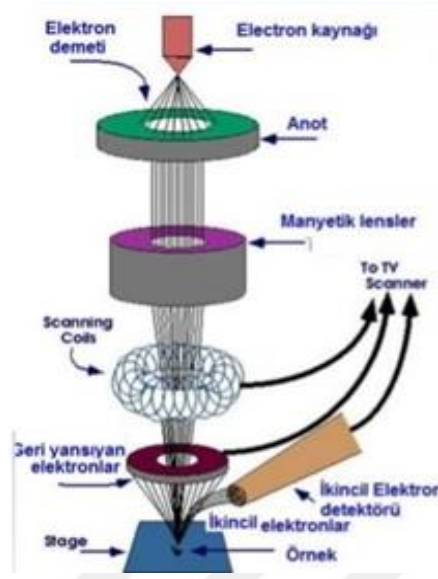
Diferansiyel taramalı kalorimetri yönteminde örneğin camsı geçiş sıcaklığı, erime, faz değişimi, ısı kapasitesi, oksitlenme/indirgenme, termal kararlılık ve bozunma olayları görülmektedir.

### **2.7.3. X-ışınları toz kırınım yöntemi (XRD)**

Bu yöntem karakteristik düzen içerisindeki X-ışınlarının Bragg yasasına göre kristal üzerinde kırınmasına dayanmaktadır. X-ışın demetleri kristal yapısı belli olmayan numunenin üzerine gönderilir ve numune arkasında bulunan film üzerine kırınımına uğrayan ışınlar yansır. Filmdeki çizgiler kristal yapı hakkında bilgi vermektedir.

### **2.7.4. Taramalı elektron mikroskobu (SEM)**

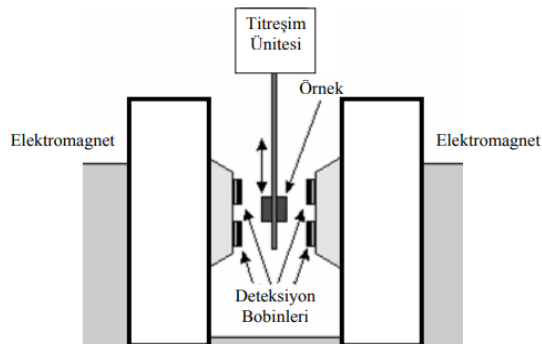
Bu yöntem Resim 2.20'de gösterildiği gibi numune yüzeyinin iyi odaklanmış elektron demetleri ile taranmasına dayanmaktadır. Öncelikle numune yüzeyi çizgi halinde taranır ve başlangıç noktasına geri gelir. Daha sonra belli aralıkta çizgi halinde tarama yapılır. Tarama iyice yapılıncaya kadar bu işlem devam eder (Anonim, 2007).



**Resim 2.20.** Taramalı elektron mikroskobu şematik diyagramı (Anonim, 2017)

#### 2.7.4. Titreşen örnek magnetometresi (VSM)

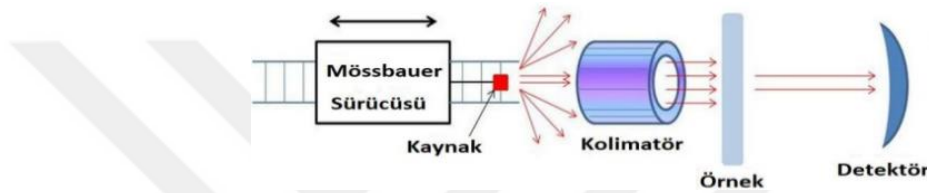
Numuneye dışarıdan manyetik alan uygulandığında numune içerisinde manyetizasyon oluşmaktadır. Resim 2.21’de şematik gösterimi görülen titreşen örnek magnetometrisinde sabit manyetik alanda numune titreştirilir ve numunede oluşan manyetik momentler titreşim frekansına paralel salınmaktadır. Faz kilitlemeli yükselteç ile indüklenen gerilim ölçülmektedir. Ölçülen gerilim belli bir madde ile kalibre edilerek numunenin manyetizasyon eğrisi elde edilmektedir (Karpuz, 2006).



**Resim 2.21.** Titreşen örnek magnetometresi şematik diyagramı (Karpuz, 2006)

### 2.7.5. Mössbauer spektrometrisi

Mössbauer spektroskopisi, molekül simetrisi ve manyetik özelliklerin incelenmesinde kullanılmaktadır. Mössbauer, kristal örgü içerisindeki çekirdeğin  $\gamma$  fotonu salınması işlemidir. Enerji kaybı olmadan analizi yapılacak örneğe ulaşması ve soğurulması prensibine dayanmaktadır. Mössbauer spektrometresi (Resim 2.22); kaynak,  $\gamma$  ışınlarının filtreleyen kolimatör ve dedektörden oluşmaktadır. Dedektör, örneğe ulaşan  $\gamma$  ışınlarının yoğunluğunu ölçmektedir (Anonim, 2017).



**Resim 2.22.** Mössbauer spektrometrisi şematik diyagramı (Anonim, 2017)

### 3. MATERYAL VE YÖNTEM

#### 3.1. DeneYlerde Kullanılan Kimyasal Madde ve Özellikleri

DeneYlerde kullanılan kimyasal maddelerin özellikleri Çizelge 3.1’de verilmiştir.

**Çizelge 3.1.** DeneYlerde kullanılan kimyasal madde ve özellikleri

Adı	Formül	Özellik
Baryum nitrat Merck	Ba(NO <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> 261,34 g/mol	ρ: 3,2 g/cm <sup>3</sup> (20 °C) en: 59 °C
Demir (III) nitrat nano hidrat Merck	Fe(NO <sub>3</sub> ) <sub>3</sub> .9H <sub>2</sub> O 403,95 g/mol	ρ: 1,68 g/cm <sup>3</sup> (20 °C) en: 47 °C
Sitrik asit mono hidrat Merck	C <sub>6</sub> H <sub>8</sub> O <sub>7</sub> .H <sub>2</sub> O 210,14 g/mol	ρ: 1,54 g/cm <sup>3</sup> (20 °C) en: 135 °C
Amonyum hidroksit Merck	NH <sub>4</sub> OH 35,04 g/mol	ρ: 0,903 g/cm <sup>3</sup> (20 °C) kn: 24,7 °C
Stronsiyum nitrat Merck	Sr(NO <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> 211,63 g/mol	ρ: 2,98 g/cm <sup>3</sup> (20 °C) en: 55 °C
Nikel (II) nitrat hekza hidrat Merck	Ni(NO <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> .6H <sub>2</sub> O 182,70 g/mol	ρ: 2,05 g/cm <sup>3</sup> (25 °C) en: 592 °C
Demir(III) klorür hekza hidrat Merck	FeCl <sub>3</sub> .6H <sub>2</sub> O 270,33 g/mol	ρ: 1,82 g/cm <sup>3</sup> (25 °C) en: 37 °C
Demir (II) sülfat hepta hidrat Merck	FeSO <sub>4</sub> .7H <sub>2</sub> O 278,02 g/mol	ρ: 1,89 g/cm <sup>3</sup> (20 °C) en: 56 °C
Sodyum hidroksit Merck	NaOH 40,00 g/mol	ρ: 2,13 g/cm <sup>3</sup> (20 °C) en: 319 °C
Toluen Sigma-Aldrich	C <sub>6</sub> H <sub>5</sub> CH <sub>3</sub> 92,14 g/mol	ρ: 0,865 g/cm <sup>3</sup> (25 °C)

#### 3.2. Sentezlenen Nanoparçacıkların Karakterizasyonu

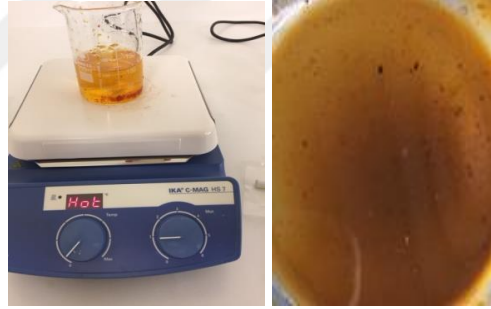
Sentezlenen nanoparçacıkların yapısal ve boyut özelliklerini analizi için Jeol JSM-7001F SEM, Rigaku SmartLab XRD ve Malvern Nano ZS90 Zeta-Sizer teknikleri kullanılmıştır. Kompozit örneklerinin sıcaklığa bağlı olarak kütle kayıpları oda sıcaklığından 600 °C’ye kadar 10 °C/dk ısıtma hızında inert (N<sub>2</sub>) ve hava ortamında Mettler-Toledo/TGA cihazı kullanılarak kaydedilmiştir. Kompozit örneklerinin soğurulan veya salıverilen enerji miktarları -100 °C ve 500 °C arasında inert (N<sub>2</sub>) ortamda Mettler-Toledo/DSC1/700 cihazı kullanılarak belirlenmiştir. Sentezlenen

nanoparçacıkların ve kompozitlerin manyetik özellikleri oda sıcaklığında Quatum Design PPMS VSM cihazı kullanılarak belirlenmiştir.

### 3.3. Yöntem

#### 3.3.1. Baryum ferrit ( $BaFe_{12}O_{19}$ ) sentezi

$BaFe_{12}O_{19}$  (baryum ferrit) Sol-Jel yöntemi kullanılarak sentezlenmiştir. Beher içerisinde 3,336 g  $Ba(NO_3)_2$  ve 0,278 g  $Fe(NO_3)_3 \cdot 9H_2O$  minimum miktarda damıtılmış su içerisinde manyetik karıştırıcı kullanılarak berrak çözelti elde edilene kadar karıştırılmıştır (Resim 3.1). Daha sonra sulu çözeltiye 0,121 g  $C_6H_8O_7 \cdot H_2O$  ilave edilmiştir. Çözelti,  $NH_4OH$  (amonyum hidroksit) kullanılarak  $p^H$  7'ye nötralize edilmiştir.



**Resim 3.1.**  $BaFe_{12}O_{19}$  (baryum ferrit) sentezi

Nötralize edilen çözelti sürekli karıştırılarak 80 °C'de kuruyana kadar buharlaştırılarak çözelti yapışkan ve kahverengi bir jel haline gelmiştir. Ferrit nano parçacıkları elde etmek için 950 °C'de kalsine edilmiştir (Resim 3.2).



**Resim 3.2.** Sentezlenen  $BaFe_{12}O_{19}$  (baryum ferrit)

### 3.3.2. Stronsiyum ferrit ( $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$ ) sentezi

$\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$  (stronsiyum ferrit) Sol-Jel yöntemi kullanılarak sentezlenmiştir. 0,211 g  $\text{Sr}(\text{NO}_3)_2$ , 4,840 g  $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$  minimum miktarda damıtılmış su içinde çözülmüştür. Daha sonra toplam nitrat iyonlarının 1:1 oranında sitrik asit, hazırlanan çözeltiye ilave edilmiştir. Çözelti, amonyum hidroksit ilave edilerek  $\text{p}^{\text{H}}$  7'ye nötrale edilmiştir.



**Resim 3.3.**  $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$  (stronsiyum ferrit) sentezi

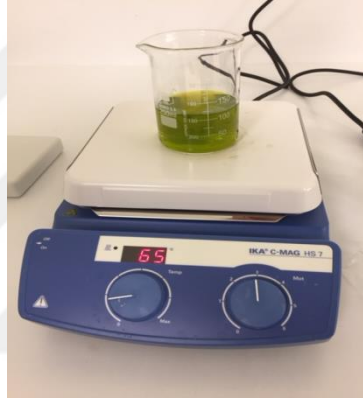
Nötrale edilen çözelti, sürekli karıştırılarak  $80\text{ }^{\circ}\text{C}$ 'de ısıtılarak kuruyuncaya kadar buharlaştırılmıştır. Su buharlaşınca çözelti, yapışkan ve kahverengi bir jel şekline dönüşmüştür (Resim 3.3). Ferrit nano parçacıkları elde etmek için  $950\text{ }^{\circ}\text{C}$ 'de kalsine edilmiştir (Resim 3.4).



**Resim 3.4.** Sentezlenen  $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$  (stronsiyum ferrit)

### 3.3.3. Nikel ferrit ( $\text{NiFe}_2\text{O}_4$ ) sentezi

$\text{NiFe}_2\text{O}_4$  (nikel ferrit) Sol-Jel yöntemi kullanılarak sentezlenmiştir.  $\text{NiFe}_2\text{O}_4$  hazırlamak için 2,90 g  $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  ve 4,03 g  $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$  minimum miktarda damıtılmış su içinde çözülmüştür (Resim 3.5). Daha sonra toplam nitrat iyonlarının 1:2 oranında sitrik asit sulu çözeltiye ilave edilmiştir. Çözelti, amonyak ilave edilerek  $\text{p}^{\text{H}}$  7'ye nötralize edilmiştir. Nitrat çözeltisi, 6 saat boyunca sürekli karıştırılarak 65 °C'de ısıtılmıştır. Daha sonra çözelti fırında 12 saat 120 °C sıcaklıkta tutulmuştur. Oluşan jel 12 saat içinde tamamen kurutulmuştur.



**Resim 3.5.**  $\text{NiFe}_2\text{O}_4$  (nikel ferrit) sentezi

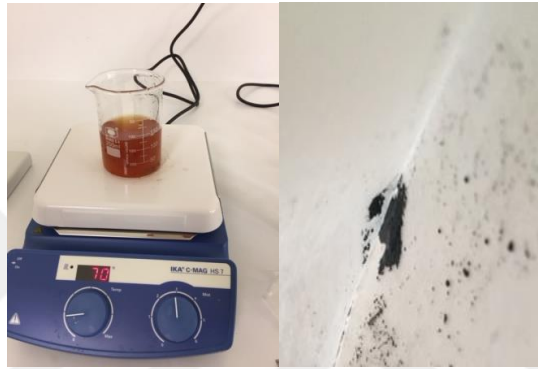
Daha sonra 2 saat boyunca 600 °C'de tavlansın ve yavaş yavaş oda sıcaklığına soğutulmuştur (Resim 3.6).



**Resim 3.6.** Sentezlenen  $\text{NiFe}_2\text{O}_4$  (nikel ferrit)

### 3.3.4. Manyetit ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ) sentezi

$\text{Fe}_3\text{O}_4$  (manyetit) birlikte çöktürme yöntemiyle sentezlenmiştir. 0,972 g  $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  ve 0,834 g  $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ , 120 ml suda çözülmüştür (Resim 3.7). Daha sonra 30 dakika  $70\text{ }^\circ\text{C}$ 'de ısıtılarak sırasıyla 15 ml, 1N NaOH ve ardından 15 ml, 3N NaOH eklenmiştir. Ortamda siyah parçacıklar oluştuğundan sonra çözelti süzüldü ve 5 kez saf suyla yıkanmıştır (Resim 3.7).  $70\text{ }^\circ\text{C}$ 'de kurumaya bırakılmıştır (Resim 3.8).



**Resim 3.7.**  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  (manyetit) sentezi



**Resim 3.8.** Sentezlenen  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  (manyetit)



### 3.3.5. Nanokompozit hazırlanması

#### 3.3.5.1. Manyetik nanoparçacık/PBD kompozitinin hazırlanması

Tez çalışması kapsamında  $BaFe_{12}O_{19}$ ,  $SrFe_{12}O_{19}$ ,  $NiFe_2O_4$  ve  $Fe_3O_4$  manyetik nanoparçacıklarının her biri ile %10, %20, %25 ve %30 oranlarında olacak şekilde kompozit filmler hazırlanmıştır. Kompozit filmlerin hazırlanmasında öncelikli olarak 1 g polibütadien 20 ml tolüen içerisinde çözülmüştür. Manyetik nanoparçacıklar da 20 ml tolüen içinde ultrasonik karıştırıcı (80 W, 2 saat) kullanılarak homojen bir şekilde dağıtılmıştır. Nanoparçacıklar yavaş yavaş polibütadien çözeltisine eklenmiştir. Bu karışım (80 W, 6 saat) ultrasonik karıştırıcı kullanılarak karıştırılmıştır. Hazırlanan nanokompozit cam petri kabına döküldü ve oda sıcaklığında kurumaya bırakılmıştır (Resim 3.9). 24 saat sonra petri kabındaki kompozit tamamen kurumuştur. Sonuç olarak Resim 3.10'da görülen nanokompozit filmi elde edilmiştir.



**Resim 3.9.**  $Fe_3O_4$  içeren nanokompozit karışımı



**Resim 3.10.** Nanokompozit filmi

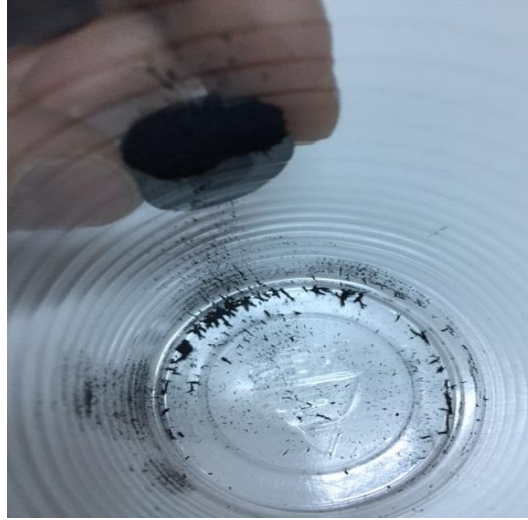
## 4. ARAŞTIRMA SONUÇLARI VE TARTIŞMA

Bu çalışmada  $Fe_3O_4$ ,  $BaFe_{12}O_{19}$ ,  $SrFe_{12}O_{19}$  ve  $NiFe_{12}O_{19}$  olmak üzere dört ayrı manyetik ferrit sentezlenmiş ve bunlar PBD karıştırılarak ferrit-PBD nanokompozitleri hazırlanmıştır. Önce sentezlenen ferritlerin doğal mıknatıs, XRD, Zeta-Sizer ve SEM ile karakterizasyonu yapılmış sonra da VSM ile manyetik özellikleri belirlenmiştir. Isısal özellikleri DSC ve TGA ile belirlenmiştir. Son olarak da ferritlerin PBD ile hazırlanan nanokompozitlerinin ısısal analizi ve manyetik özellikleri incelenmiştir.

### 4.1. Manyetik Nanoparçacıkların Sentez Sonuçları

#### 4.1.1. $BaFe_{12}O_{19}$ nanoparçacığı sentez sonuçları

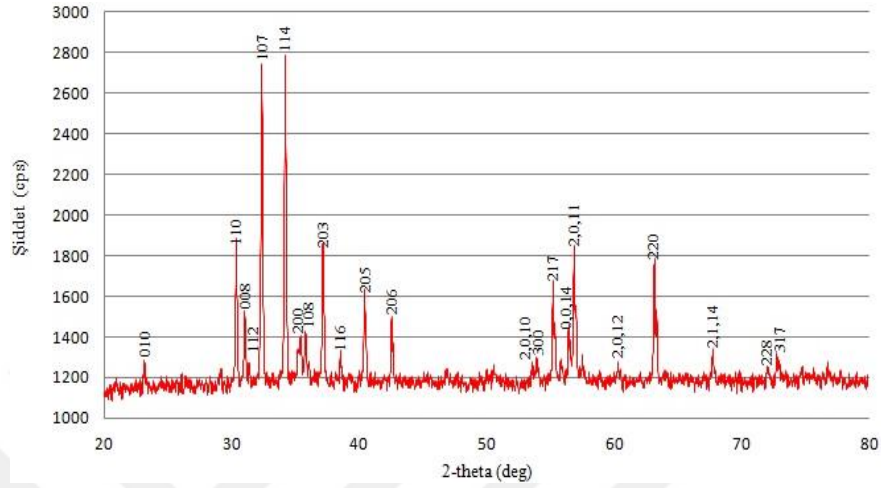
Her şeyden önce baryum ferritin doğal bir mıknatıs ile manyetik alandaki davranışı görsel olarak izlenmiş ve bu davranış kaydedilerek Resim 4.1’de verilmiştir.



**Resim 4.1.**  $BaFe_{12}O_{19}$  (baryum ferrit) mıknatısa karşı verdiği tepki

Resim 4.1’de görüldüğü gibi, sentezlenen  $BaFe_{12}O_{19}$ ’in uygulanan manyetik alana verdiği manyetik tepki onun manyetik özelliğini açık bir şekilde ortaya koymaktadır.

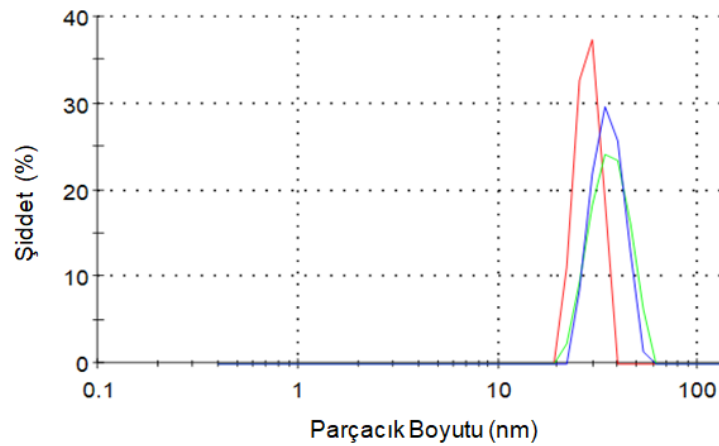
Baryum ferritin kristal düzenini belirlemek amacıyla XRD grafiği kaydedilmiş ve  $BaFe_{12}O_{19}$  nanoparçacığına ait XRD deseni Şekil 4.1’de verilmiştir.



**Şekil 4.1.**  $BaFe_{12}O_{19}$  (baryum ferrit) XRD grafiği

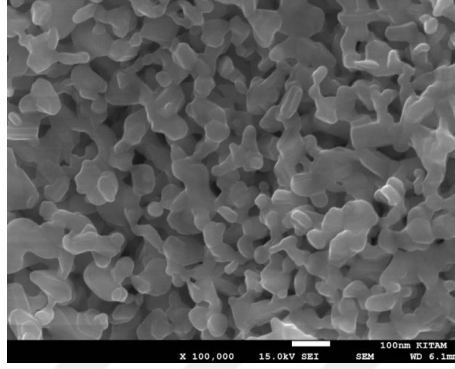
Şekil 4.1’de görülen baryum ferrite ait karakteristik pikler; (110), (112), (107), (114), (200), (203) ve (2,0,11) hegzagonal baryum ferritin kristal düzlemi ile uyum sağlamıştır (JCPDS 43-0002).

Sentezlenen ürünlerin kristal boyutlarının hesaplanması için Zeta-Sizer cihazı ile 3 farklı analiz yapılmıştır.  $BaFe_{12}O_{19}$  nanoparçacığının parçacık boyut dağılımı grafiği kaydedilmiş ve Şekil 4.2’de verilmiştir.



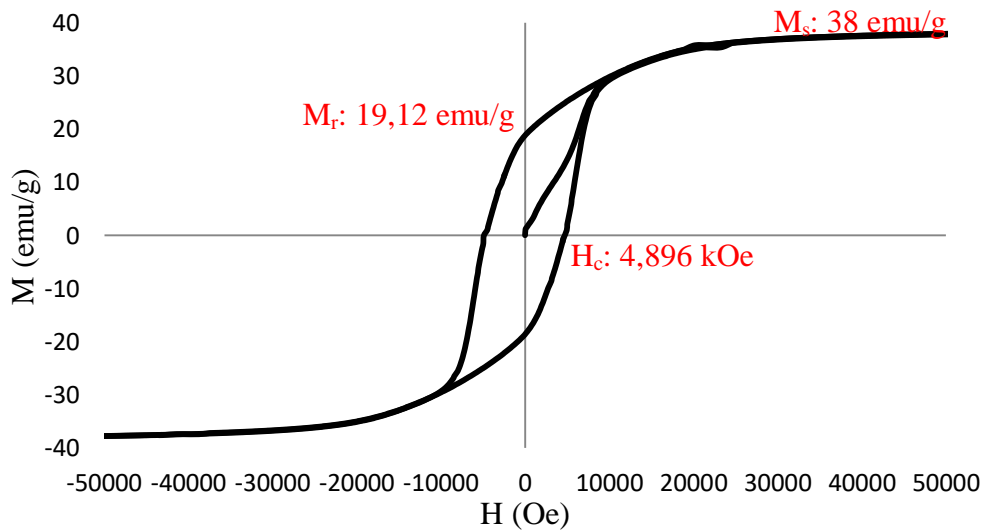
**Şekil 4.2.**  $BaFe_{12}O_{19}$  (baryum ferrit) boyut dağılımı

Bu grafikten  $\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$  nanoparçacığının ortalama boyutu 57,42 nm bulunmuştur. Sentezlenen  $\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$  parçacıklarının boyut analizi için SEM görüntüsü alınmış ve Resim 4.2’de verilmiştir.



**Resim 4.2.**  $\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$  (baryum ferrit) SEM görüntüsü

Resim 4.2’de baryum ferritin SEM görüntülerinde nanoboyutta ferritlerin sentezlendiği ve morfolojisinin hekzagonal olduğu görülmektedir. Baryum ferritin manyetik özelliklerinin belirlenmesi için oda sıcaklığında histeresis eğrisi kaydedilmiş ve kaydedilen  $\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$  nanoparçacığına ait grafiği Şekil 4.3’te verilmiştir.

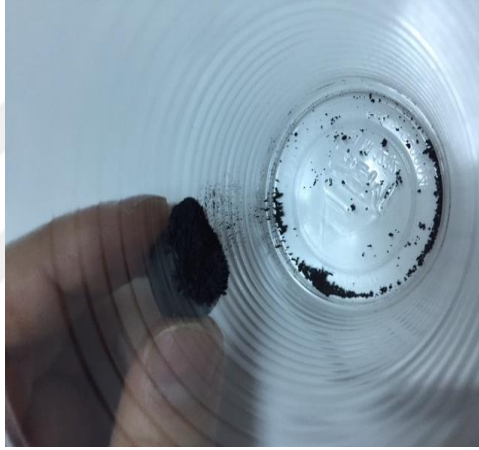


**Şekil 4.3.**  $\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$  nanoparçacıklarının manyetikleşme – alan eğrisi

Şekil 4.3'te görülen histeresis eğrisinden, koersivite değeri ( $H_c$ ) 4,896 kOe ve doyum mıknatıslanması ( $M_s$ ) ise 38,00 emu/g, kalıcı mıknatıslanma ( $M_r$ ) değeri ise 19,12 emu/g olarak belirlendi. Bu değerlere göre, sentezlenen baryum ferrit nanoparçacıkları ferromanyetik özellik göstermektedir.

#### 4.1.2. $SrFe_{12}O_{19}$ nanoparçacığı sentez sonuçları

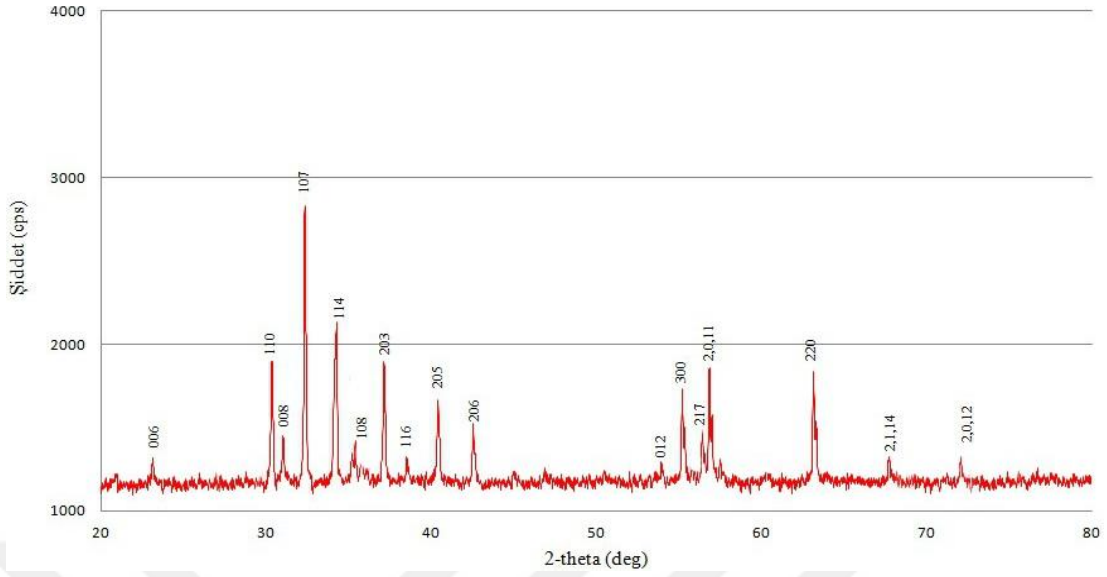
Öncelikle stronsiyum ferritin doğal bir mıknatıs ile manyetik alandaki davranışı görsel olarak izlenmiş ve bu davranış kaydedilerek Resim 4.3'te verilmiştir.



**Resim 4.3.**  $SrFe_{12}O_{19}$  (stronsiyum ferrit) mıknatısa karşı verdiği tepki

Resim 4.3'te görüldüğü gibi, sentezlenen  $SrFe_{12}O_{19}$ 'in uygulanan manyetik alana verdiği manyetik tepki onun manyetik özelliğini açık bir şekilde ortaya koymaktadır.

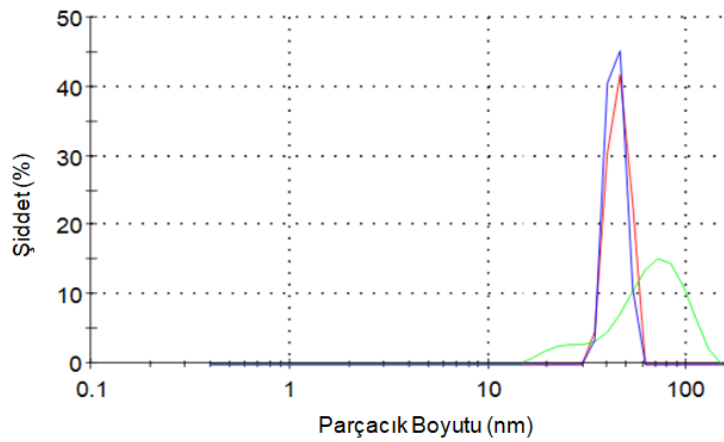
Sentezlenen stronsiyum ferritin kristal yapısını açıklığa kavuşturmak amacıyla XRD grafiği kaydedilmiş ve  $SrFe_{12}O_{19}$  nanoparçacığına ait XRD deseni Şekil 4.4'te verilmiştir.



**Şekil 4.4.** SrFe<sub>12</sub>O<sub>19</sub> (stronsiyum ferrit) XRD grafiği

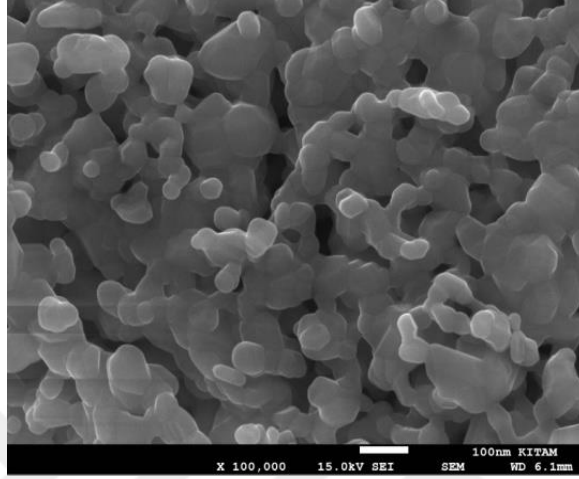
Şekil 4.4'te görülen stronsiyum ferrite ait karakteristik pikler hekzagonal stronsiyum ferrit yapının varlığının göstergesidir. Deneysel değerler literatüre çok yakındır (JCPDS 24-1207).

Sentezlenen ürünlerin kristal boyutlarının hesaplanması için Zeta-Sizer cihazı ile 3 farklı analiz yapılmıştır. SrFe<sub>12</sub>O<sub>19</sub> nanoparçacığının parçacık boyut dağılımı grafiği kaydedilmiş ve Şekil 4.5'te verilmiştir.



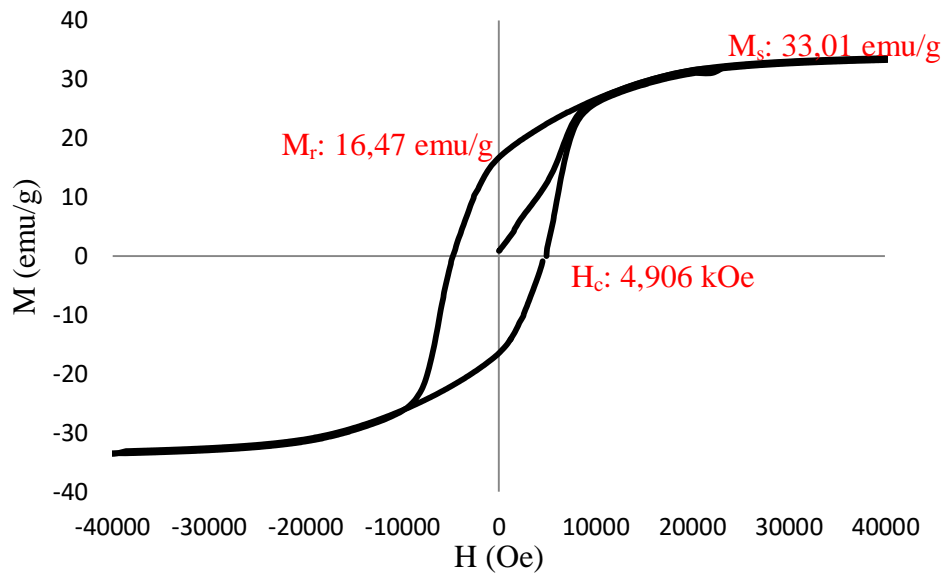
**Şekil 4.5.** SrFe<sub>12</sub>O<sub>19</sub> (stronsiyum ferrit) boyut dağılımı

Bu grafikten  $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$  nanoparçacığının ortalama boyutu 98,30 nm olarak bulunmuştur. Sentezlenen  $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$ 'in tanecik büyüklüğünü belirlemek için SEM görüntüleri kaydedilerek Resim 4.4'teki SEM'de verilmiştir.



**Resim 4.4.**  $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$  (stronsiyum ferrit) SEM görüntüsü

Resim 4.4'te SEM görüntüsünde nanoboyutta ferritlerin sentezlendiği görülmektedir. Ayrıca nanoparçacıkların morfolojisi hegzagonal olduğu biçimindedir. Oda sıcaklığında kaydedilen  $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$  nanoparçacığına ait histeresis grafiği Şekil 4.6'da verilmiştir.

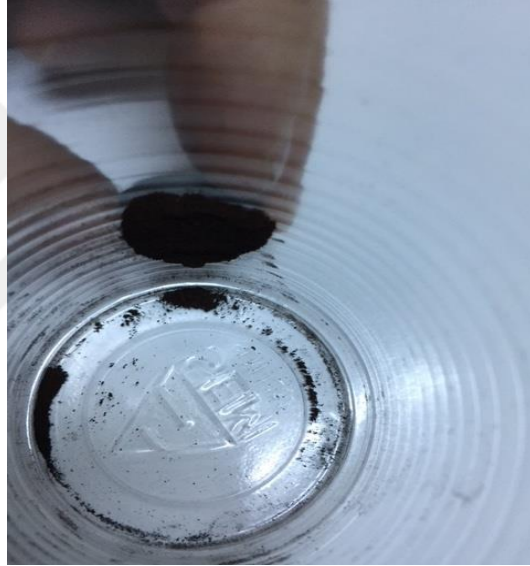


**Şekil 4.6.**  $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$  nanoparçacıklarının manyetikleşme – alan eğrisi

Şekil 4.5'te koersivite değeri ( $H_c$ ) 4,906 kOe ve doyum mıknatıslanması ( $M_s$ ) 33,01 emu/g belirlendi. Kalıcı mıknatıslanma ( $M_r$ ) değeri ise 16,47 emu/g'dır. Bu değerlere göre, sentezlenen baryum ferrit nanoparçacıkları ferromanyetik özellik göstermektedir.

#### 4.1.3. $NiFe_2O_4$ nanoparçacığı sentez sonuçları

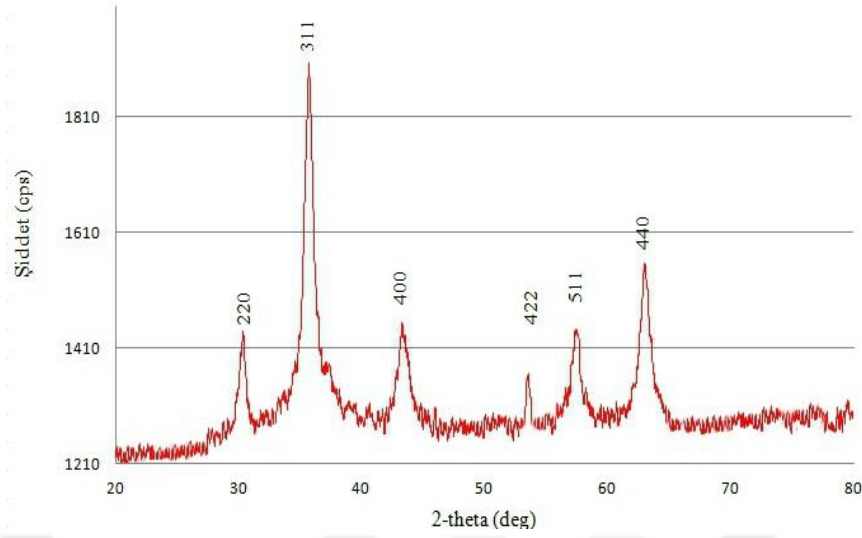
Nikel ferritin doğal bir mıknatıs ile manyetik alandaki davranışı görsel olarak izlenmiş ve kaydedilerek Resim 4.5'te verilmiştir.



**Resim 4.5.**  $NiFe_2O_4$  (nikel ferrit) mıknatısa karşı verdiği tepki

Resim 4.5'te görüldüğü gibi, sentezlenen  $NiFe_{12}O_{19}$ 'in uygulanan manyetik alana verdiği manyetik tepki onun manyetik özelliğini açık bir şekilde ortaya koymaktadır. Sentezlenen nikel ferritin kristal şeklinin belirlenmesi için XRD grafiği kaydedilmiş ve  $NiFe_2O_4$  nanoparçacığına ait XRD deseni Şekil 4.7'de verilmiştir.

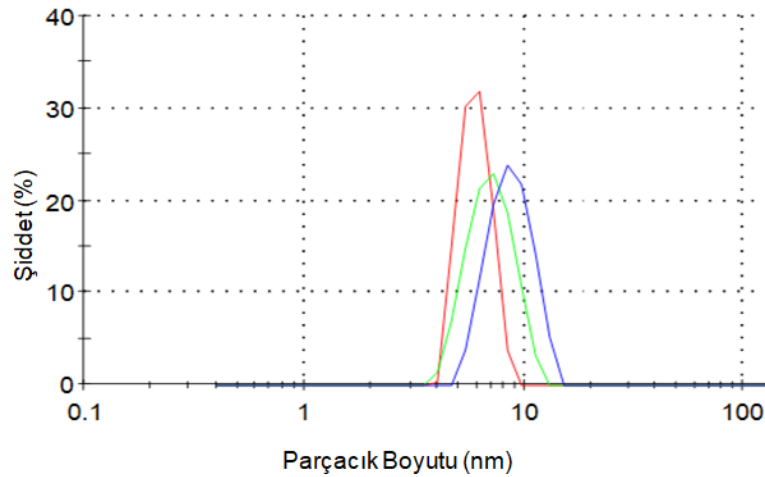




**Şekil 4.7.** NiFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> (nikel ferrit) XRD grafiği

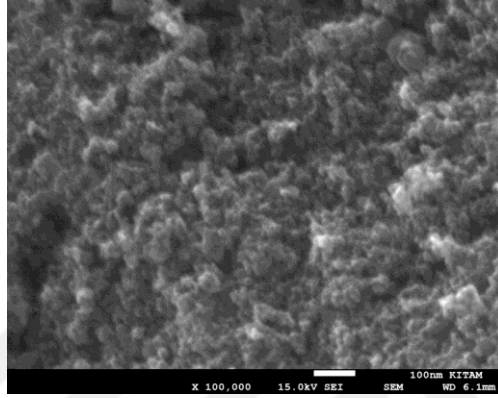
Şekil 4.7’de görülen nikel ferrite ait karakteristik pikler; 30,28° (220), 35° (311), 43,30° (400), 53,60° (422), 57,30° (511) ve 62,89° (440) yönelmelere sahiptir. Bu pikler kübik yapının varlığının göstergesidir. XRD pikleri kübik spinel yapının karakteristik pikleri ile iyi eşleşmektedir (JCPDS 10-0325).

Sentezlenen ürünlerin kristal boyutlarının hesaplanması için Zeta-Sizer cihazı ile 3 farklı analiz yapılmıştır. NiFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> nanoparçacığının parçacık boyut dağılımı grafiği kaydedilmiş ve Şekil 4.8’de verilmiştir.



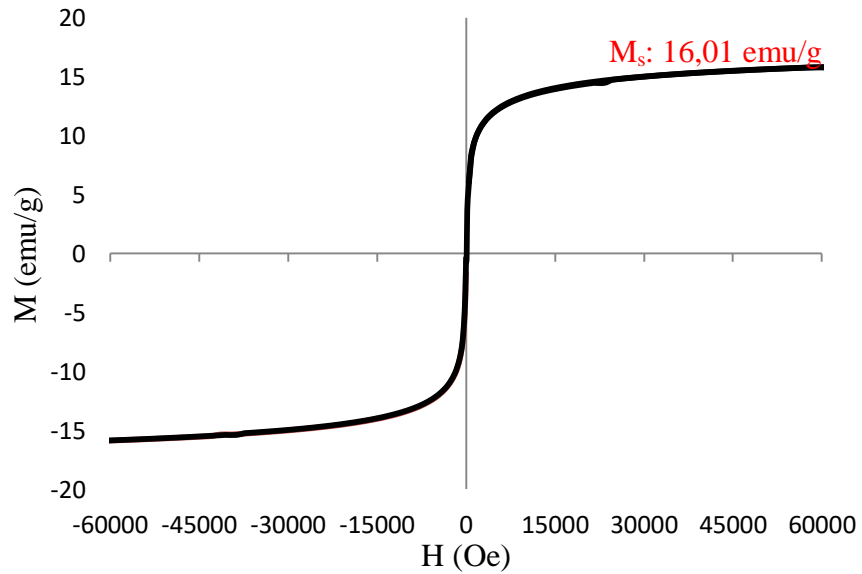
**Şekil 4.8.** NiFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> (nikel ferrit) boyut dağılımı

$\text{NiFe}_2\text{O}_4$  nanoparçacığının ortalama boyutu yaklaşık olarak 11,43 nm değerindedir. Sentezlenen  $\text{NiFe}_2\text{O}_4$ 'in tanecik boyutunu belirlemek için kaydedilen SEM görüntüsü Resim 4.6'da verilmiştir. SEM görüntülerinde nanoboyutta ferritlerin sentezlendiği görülmektedir. Nanoparçacıkların küre biçiminde ve aglomerasyonun olduğu anlaşılmaktadır.



**Resim 4.6.**  $\text{NiFe}_2\text{O}_4$  (nikel ferrit) SEM görüntüsü

$\text{NiFe}_2\text{O}_4$  nanoparçacığına manyetik özelliğini belirlemek için oda sıcaklığında kaydedilen  $M$  (emu/g) –  $H$  (Oe) grafiği Şekil 4.9'da verilmiştir.



**Şekil 4.9.**  $\text{NiFe}_2\text{O}_4$  nanoparçacıklarının manyetikleşme – alan eğrisi

$\text{NiFe}_2\text{O}_4$  nanoparçacığının manyetik özelliği  $\text{Fe}^{+3}$  iyonu ve oktohedral yapısındaki  $\text{Ni}^{+2}$  iyonundan kaynaklanır (Nejati ve ark., 2012).  $\text{NiFe}_2\text{O}_4$ 'in histeresis eğrisi S şeklinde bir eğridir. Çünkü  $\text{NiFe}_2\text{O}_4$  nanoparçacığı yumuşak manyetik bir malzemedir. Yapısında da süpermanyetik özellikte parçacıkları içerir. Şekil 4.9'da doyum miknatıslanması ( $M_s$ ) 16,01 emu/g olarak belirlenmiştir.

#### 4.1.4. $\text{Fe}_3\text{O}_4$ nanoparçacığı sentez sonuçları

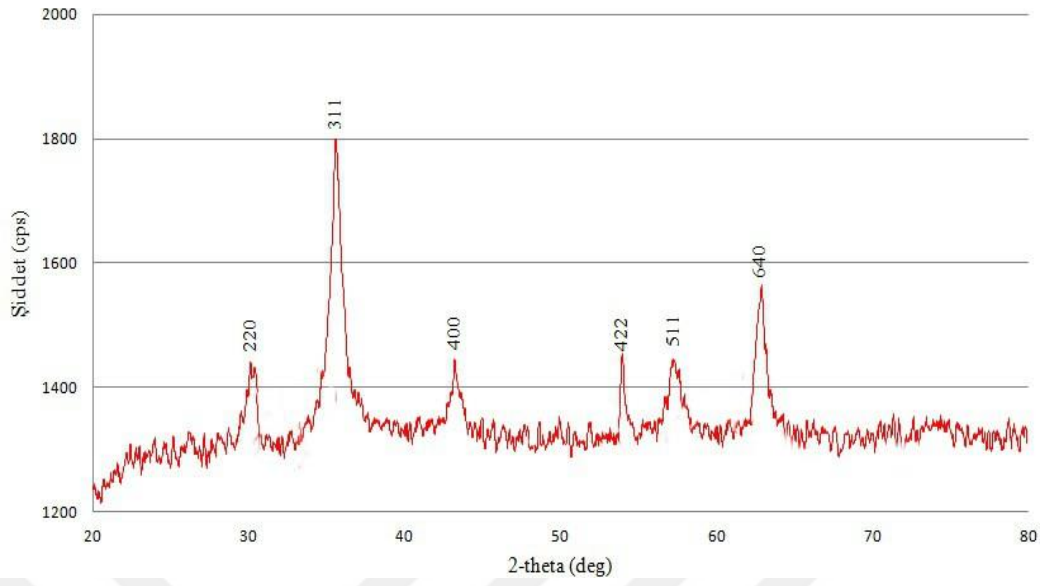
Manyetitin doğal bir miknatıs ile manyetik alandaki davranışı görsel olarak izlenmiş ve kaydedilerek Resim 4.7'de verilmiştir.



**Resim 4.7.**  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  (manyetit) miknatısa karşı verdiği tepki

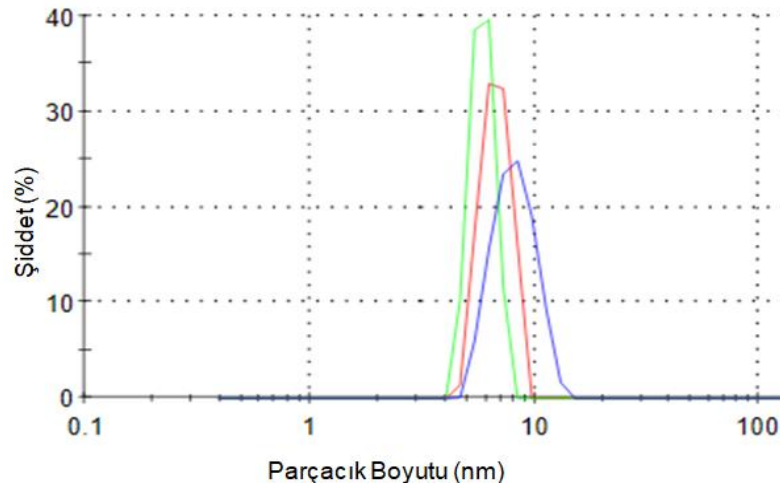
Resim 4.7'de görüldüğü gibi, bu çalışmada sentezlenen  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ 'ün uygulanan manyetik alana verdiği manyetik tepki onun manyetik özelliğini açık bir şekilde ortaya koymaktadır.

$\text{Fe}_3\text{O}_4$ 'ün kristal şeklini belirlemek için kaydedilen XRD deseni Şekil 4.10'da verilmiştir. Bu grafikteki piklerde  $2\theta$  açısı  $30^\circ$  (220),  $35^\circ$  (311),  $43,5^\circ$  (400),  $53,5^\circ$  (422),  $57,5^\circ$  (511) ve  $62,4^\circ$  (440) yönelmelere sahiptir. XRD pikleri kübik spinel yapının karakteristik pikleri ile iyi eşleşmektedir (JCPDS 19-0629).



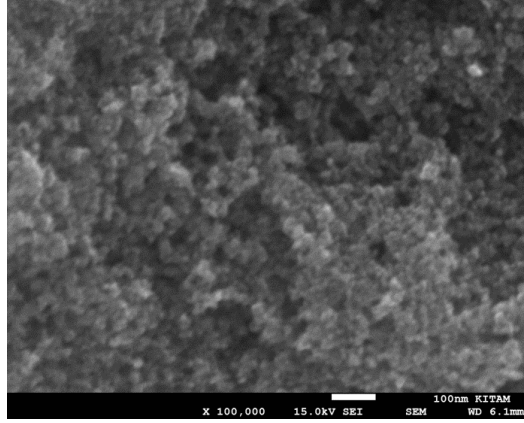
**Şekil 4.10.** Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> (manyetit) XRD grafiği

Sentezlenen ürünlerin kristal boyutlarının hesaplanması için Zeta-Sizer cihazı ile üç farklı analiz yapılmıştır. Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> nanoparçacığının parçacık boyut dağılımı grafiği kaydedilmiş ve Şekil 4.11’de verilmiştir.



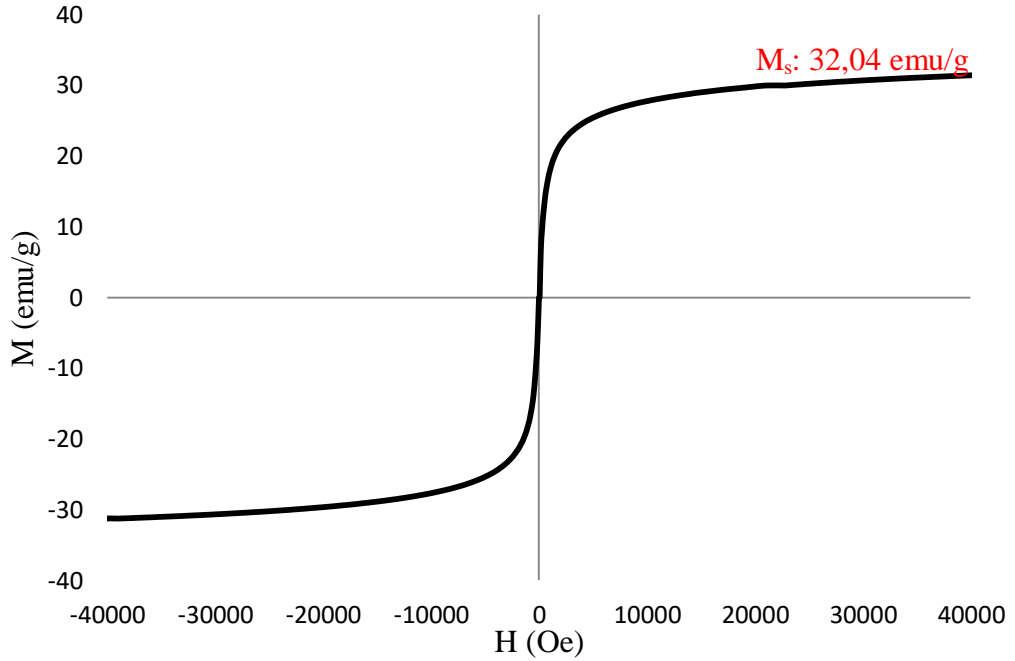
**Şekil 4.11.** Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> (manyetit) boyut dağılımı

Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> nanoparçacığının ortalama boyutu yaklaşık olarak 12,27 nm bulunmuştur. Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> taneciklerinin boyutları hakkında bilgi sahibi olma için SEM görüntüleri kaydedilmiş ve Resim 4.8’de verilmiştir.



**Resim 4.8.** Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> (manyetit) SEM görüntüsü

Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>'e ait SEM görüntüleri incelendiğinde parçacıkların nanoboyutta sentezlendiği görülmektedir. Nanoparçacıklar küre biçiminde ve tanecikler arasında aglomerasyon olduğu görülmektedir. Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>'in manyetik özelliğini saptamak için oda sıcaklığında kaydedilen manyetit nanoparçacığına ait M (emu/g) – H (Oe) grafiği Şekil 4.12'de verilmiştir.



**Şekil 4.12.** Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> nanoparçacıklarının manyetikleşme – alan eğrisi

Şekil 4.12'e göre,  $Fe_3O_4$  nanoparçacıkları oda sıcaklığında süperparamanyetik özellik göstermiştir. Watson ve ark. (2000), bu durumu nanoparçacıkların boyutunun 30 nm altında olmasına bağlamıştır. Sentezlenen manyetiklerin mıknatıslanma eğrisi orijinden geçmektedir. Koersivite ( $H_c$ ) ihmal edilebilir. Doyum mıknatıslanması ( $M_s$ ) 32,04 emu/g olarak ölçülmüştür.

#### 4.2. $Fe_3O_4$ /PBD Kompozitlerinin Isısal ve Manyetik Özellikleri

Genel olarak polimerlerin ısısal kararlılığını incelemek için polimer örneklerinin havada ve/veya azot ortamında belli bir ısıtma hızında ısıtıldığında meydana gelen ısısal bozunma tepkimesinin TGA'da kütle kaybı sıcaklığın veya zamanın bir fonksiyonu olarak kaydedilir. Polimerlerin ısısal kararlılıkları; TGA'da kaydedilen TGA eğrilerinden doğrudan elde edilebilen, ısısal bozunma tepkimesinin başlama sıcaklığı ( $T_i$ ), ısısal bozunmanın sonlanma sıcaklığı ( $T_f$ ), yarı ömür sıcaklığı ( $T_h$ ), ısısal bozunma hızının maksimum olduğu maksimum bozunma sıcaklığı ( $T_m$ ) gibi sıcaklık parametreleri ile maksimum bozunma hızı ( $R_m$ ), maksimum bozunma hızında kalan kütle yüzdesi ( $W_m$ ) ve 600 °C'de kalan kütle yüzdesi ( $W_{600}$ ) değerleri kıyaslanarak belirlenir (Basan, 2017). Ayrıca, kaydedilen TGA eğrilerinden elde edilen verilerle Freeman-Carroll yöntemi, Friedman Yöntemi gibi yöntemlerle bulunan ısısal bozunma tepkimesinin aktifleşme enerjileri ( $E_A$ ) kıyaslanarak da belirlenir.

DSC'de ise, ısıtılan örnekte meydana gelen hem kimyasal hem de fiziksel olaylarda alınan verilen ısı akısının sıcaklıkla değişimini gösteren DSC eğrileri kaydedilmektedir. Bu eğrilerden erime, kristallenme, nem giderimi veya kazanımı gibi fiziksel olaylar ile ısısal bozunma, çapraz bağlanma ve oksitlenme gibi kimyasal olayların olduğu sıcaklıklar belirlenir. Ayrıca, eğri altında kalan alan ile orantılı olan erime veya kristallenme entalpisi veya tepkime entalpisi belirlenir.

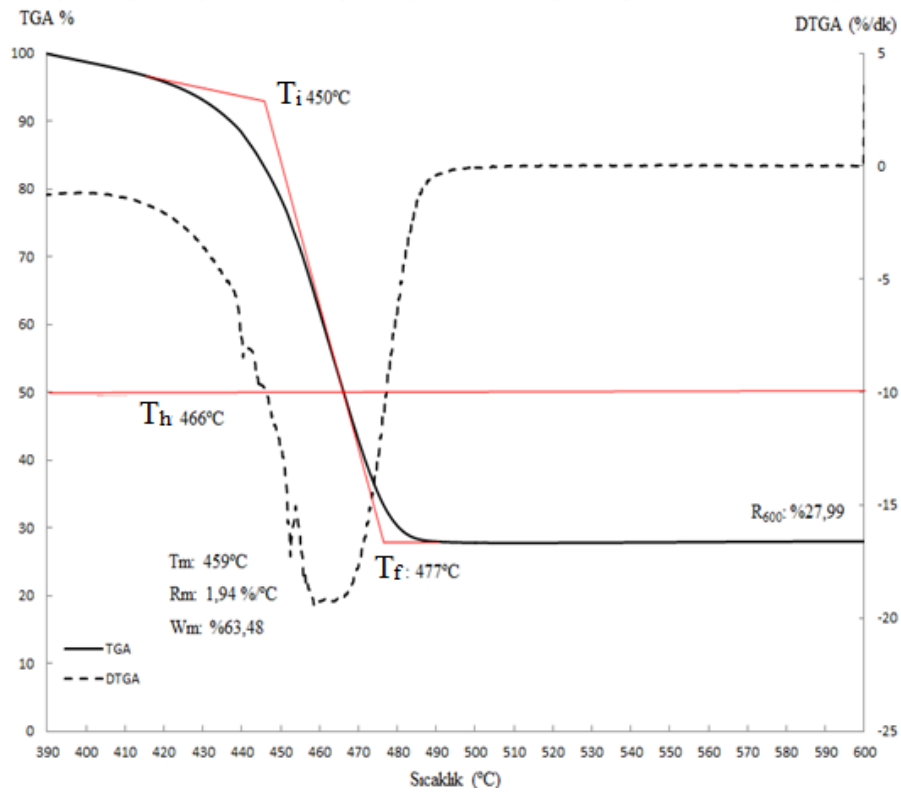
Bu çalışmada PBD ve onunla hazırlanan ferrit/PBD nanokompozitlerinin ısısal kararlılığını belirlemek için 10 °C/dk ısıtma hızında oda sıcaklığından 600 °C'a kadar havada veya 25 mL/dk azot akımında TGA eğrileri kaydedilmiştir. Aynı

örneklerinin DSC eğrileri ise 10 °C/dk ısıtma hızında -100 °C'den 500 °C'a kadar DSC eğrileri kaydedilmiştir. Tüm TGA eğrilerinin kaydedilmesinde ısıtılarda alümina örnek kabı, DSC'de ise alüminyum örnek kabı kullanılmıştır.

#### 4.2.1. PBD ve Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/PBD kompozitlerinin ısıl özellikleri

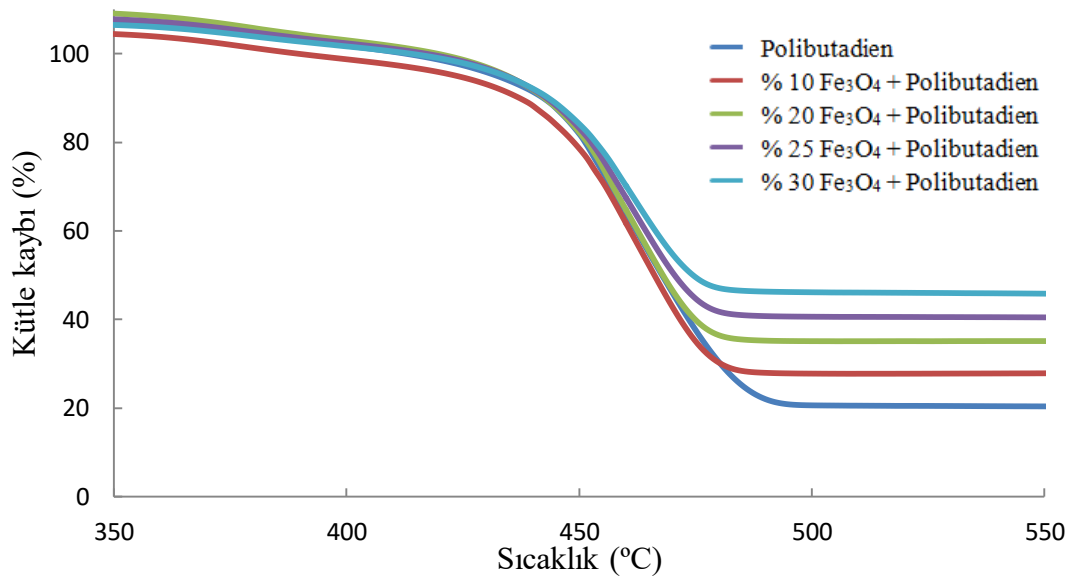
##### 4.2.1.1. PBD ve Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/PBD kompozitlerinin termogravimetrik analizi

Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/PBD kompozit örneklerinin azot ortamında TGA ve DTGA eğrileri kaydedilmiş ve %10 Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> içeren Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/PBD kompozitine ait termogramı Şekil 4.13'te gösterilmiştir. Bu grafik üzerinde T<sub>i</sub>, T<sub>f</sub>, T<sub>h</sub>, T<sub>m</sub> gibi sıcaklık parametreleri ile R<sub>m</sub>, W<sub>m</sub> ve W<sub>600</sub> değerlerinin nasıl belirlendiği gösterilmiştir.

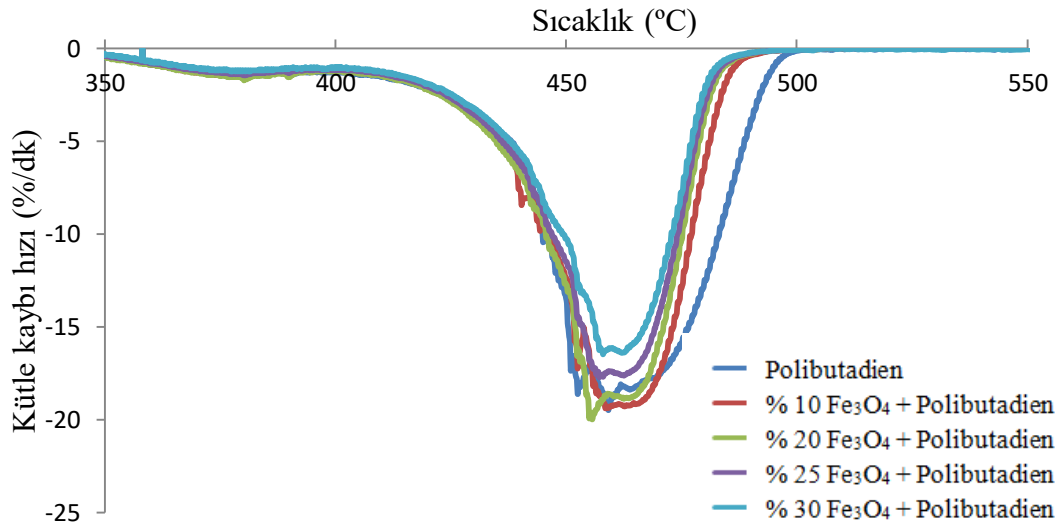


**Şekil 4.13.** %10 Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> içeren Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/PBD kompozitinin azot ortamında kaydedilen TGA-DTGA eğrileri

PBD ve farklı miktarlarda  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  içeren  $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{PBD}$  kompozitlerinin azot ortamında kaydedilen TGA eğrileri Şekil 4.14'te DTGA eğrileri Şekil 4.15'de gösterilmiştir. Ayrıca, oksijenin PBD ve farklı miktarlarda  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  içeren  $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{PBD}$  Kompozitlerinin ısıl kararlılığına etkisini incelemek amacıyla azot ve havada kaydedilen TGA ve DTGA eğrileri birlikte Şekil 4.16 ve Şekil 4.17'de gösterilmiştir.



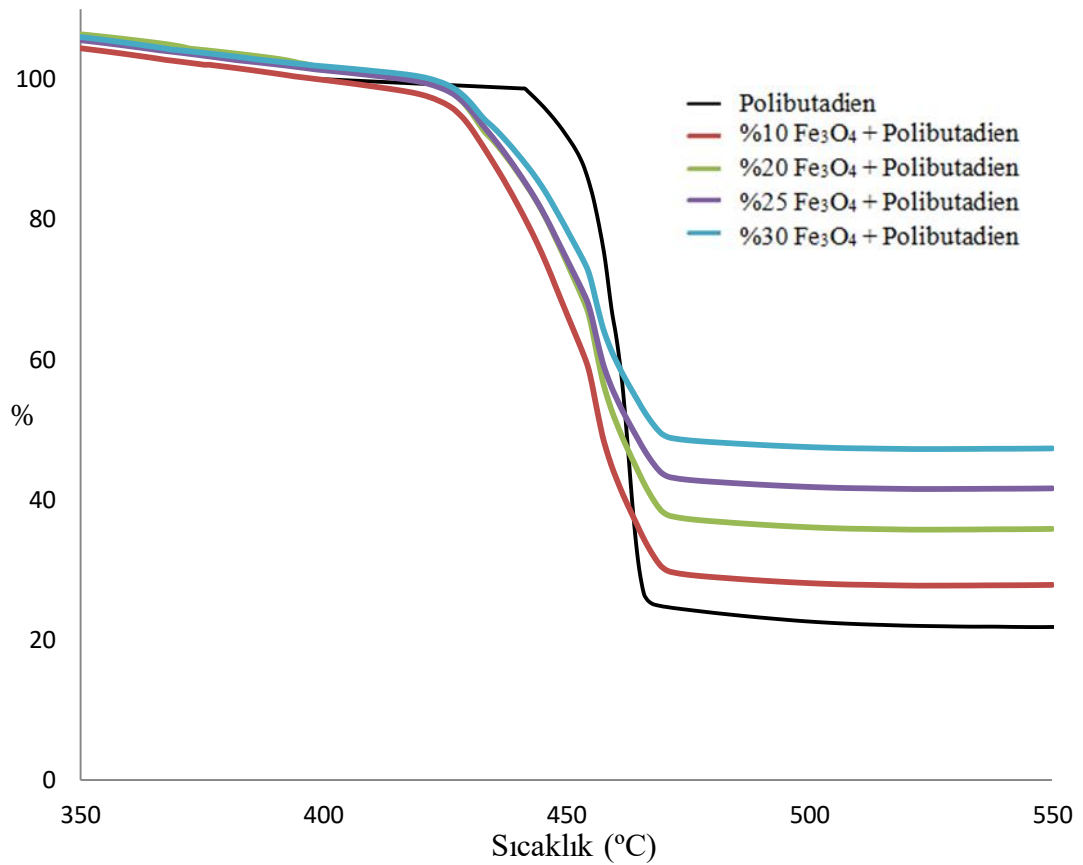
Şekil 4.14. PBD ve  $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{PBD}$  kompozitlerinin azot ortamında TGA eğrileri



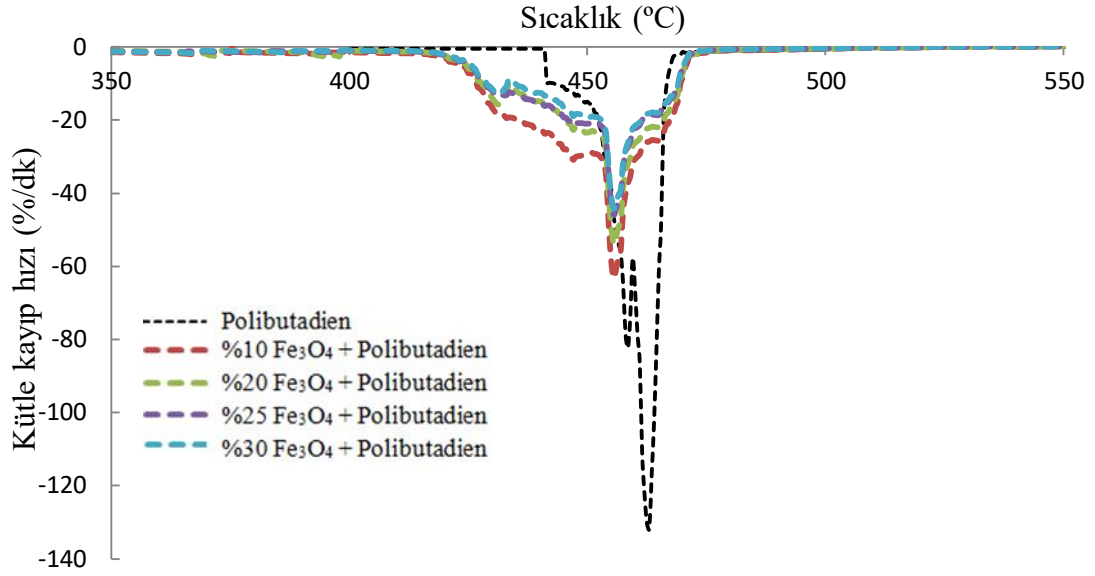
Şekil 4.15. PBD ve  $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{PBD}$  kompozitlerinin azot ortamında DTGA eğrileri



Şekil 4.14'te görülen PBD ve  $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{PBD}$  kompozitlerinin TGA eğrileri incelendiğinde, yaklaşık 350 °C ile 450 °C arasında %10  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  içeren kompozit örneği hariç diğer örneklerinin ısıl kararlılıkları birbirlerine çok yakın olduğu anlaşılmaktadır. Aynı eğrilerden %10  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  içeren kompozit örneğinin ısıl kararlılığının PBD ve diğer kompozit örneklerinden daha az olduğu da görülmektedir. 450 °C'den sonra PBD'e katılan  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ , PBD nin ısıl kararlılığına katkısı görülmektedir. Yaklaşık 480 °C'den sonra her bir örneğin ısıl bozunmasından sonra geriye artığın miktarları katılan  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  miktarı ile arttığı açıkça görülmektedir. Şekil 4.15 incelendiğinde de aynı ısıl davranışlar görülmektedir.



Şekil 4.16. PBD ve  $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{PBD}$  kompozitlerinin hava ortamında kaydedilen TGA eğrileri



**Şekil 4.17.** PBD ve Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/PBD kompozitlerinin hava ortamında DTGA eğrileri

Şekil 4.16 ve Şekil 4.17’de görülen havada kaydedilmiş PBD ve Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/PBD kompozit örneklerinin TGA ve DTGA eğrileri incelendiğinde oksijenin etkisiyle tüm örneklerin ısıl bozunma tepkimelerinde yaklaşık 430 °C ve 450 °C’da bariz bir hızlanmanın olduğu anlaşılmaktadır. Azot ortamında görülmeyen bu hızlanma Şekil 4.17’deki DTGA eğrilerinde aynı sıcaklıklarda gözlenen piklerde daha iyi anlaşılmaktadır.

Bu nitel değerlendirmeyi nicel olarak da yapabilmek için Şekil 4.13’te gösterildiği gibi Şekil 4.14-Şekil 4.17 arasında görülen PBD ve Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/PBD kompozitlerine ait azot ve hava ortamında TGA ve DTGA eğrilerinden elde edilen  $T_i$ ,  $T_f$ ,  $T_h$ ,  $T_m$ ,  $W_{600}$ ,  $R_m$  ve  $W_m$  değerleri Çizelge 4.1 ve Çizelge 4.2’de verilmiştir.

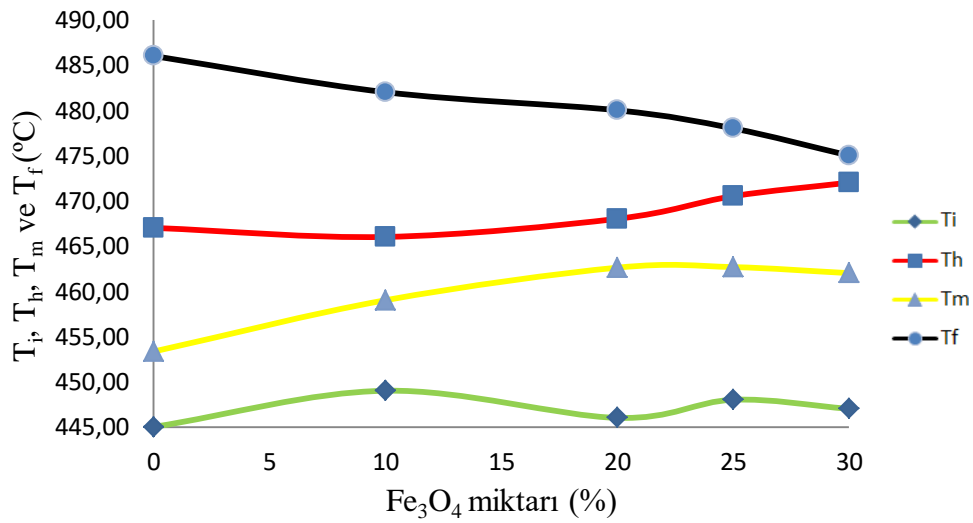
**Çizelge 4.1.** Azot ortamında Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/PBD kompozitlerinin T<sub>i</sub>, T<sub>h</sub>, T<sub>m</sub>, T<sub>f</sub>, R<sub>m</sub>, W<sub>m</sub> ve R<sub>600</sub> değerleri

%	T <sub>i</sub> (°C)	T <sub>h</sub> (°C)	T <sub>m</sub> (°C)	T <sub>f</sub> (°C)	R <sub>m</sub> (%/°C)	W <sub>m</sub> (%)	R <sub>600</sub> (%)
0	445,00	467,00	453,33	486,00	1,91	65,53	20,26
10	450,00	466,00	459,00	482,00	1,94	63,48	27,99
20	446,00	468,00	462,60	480,00	1,89	59,89	34,97
25	448,00	470,50	462,67	478,00	1,76	62,91	40,19
30	447,00	472,00	462,90	475,00	1,64	67,04	45,41

**Çizelge 4.2.** Hava ortamında Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/PBD kompozitlerinin T<sub>i</sub>, T<sub>h</sub>, T<sub>m</sub>, T<sub>f</sub>, R<sub>m</sub>, W<sub>m</sub> ve R<sub>600</sub> değerleri

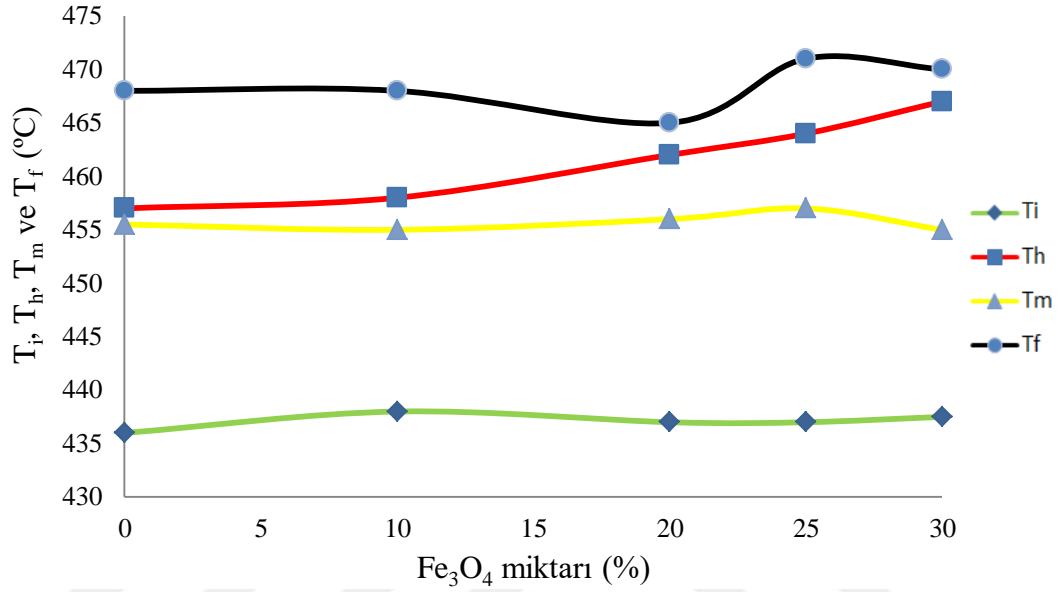
%	T <sub>i</sub> (°C)	T <sub>h</sub> (°C)	T <sub>m</sub> (°C)	T <sub>f</sub> (°C)	R <sub>m</sub> (%/°C)	W <sub>m</sub> (%)	R <sub>600</sub> (%)
0	436,00	457,00	455,50	468,00	3,38	53,04	22,02
10	438,00	458,00	455,00	468,00	3,34	57,44	28,12
20	437,00	462,00	456,00	465,00	3,30	59,90	36,12
25	437,00	464,00	457,00	471,00	2,70	60,92	41,87
30	437,50	467,00	455,00	470,00	2,69	67,51	47,55

Katılan Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>'in PBD nin ısıl kararlılığına etkisinin daha iyi kıyaslanması için Çizelge 4.1 ve Çizelge 4.2'de görülen T<sub>i</sub>, T<sub>h</sub>, T<sub>m</sub>, T<sub>f</sub>, değerleri Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> miktarına karşı grafiğe geçirilmiş ve Şekil 4.18 ve Şekil 4.19'da verilmiştir.



**Şekil 4.18.** PBD ve Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> /PBD kompozitinin azot ortamında TGA-DTGA eğrilerinden elde edilen T<sub>i</sub>, T<sub>f</sub>, T<sub>h</sub> ve T<sub>m</sub> değerlerinin Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> oranı ile değişimi

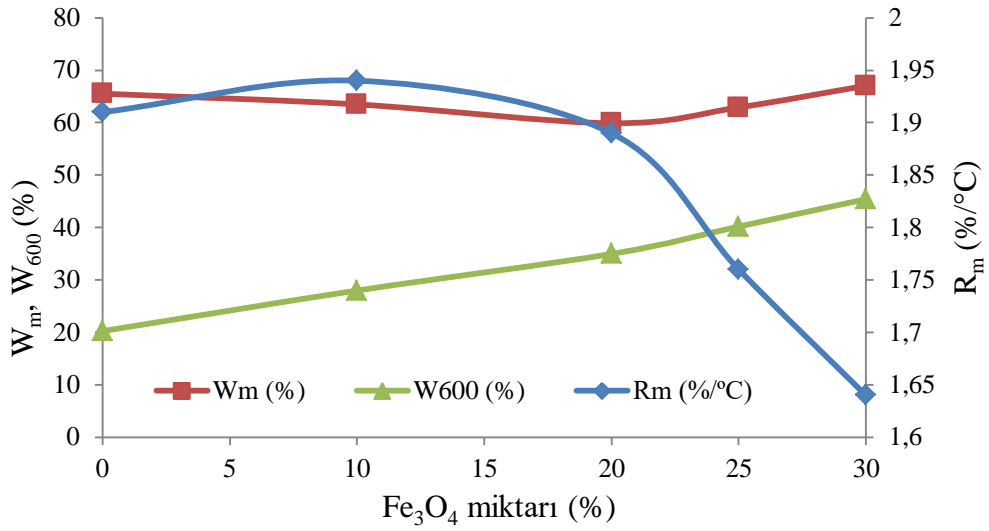
Şekil 4.18'e göre azot ortamında kompozit örneklerinin  $T_b$ ,  $T_s$ ,  $T_y$  ve  $T_m$  değerlerinin PBD örneği ile kıyaslandığında;  $T_m$  ve  $T_y$  değerlerinin  $Fe_3O_4$  miktarı ile arttığı,  $T_s$  değerlerinin azaldığı gözlenmiştir. Isısal bozunma tepkimesinin başlangıcını temsil eden  $T_b$  değerlerinde ise pek bir değişme görülmemiştir.



**Şekil 4.19.** PBD ve  $Fe_3O_4$ /PBD kompozitinin hava ortamında TGA-DTGA eğrilerinden elde edilen  $T_b$ ,  $T_s$ ,  $T_y$  ve  $T_m$  değerlerinin  $Fe_3O_4$  oranı ile değişimi

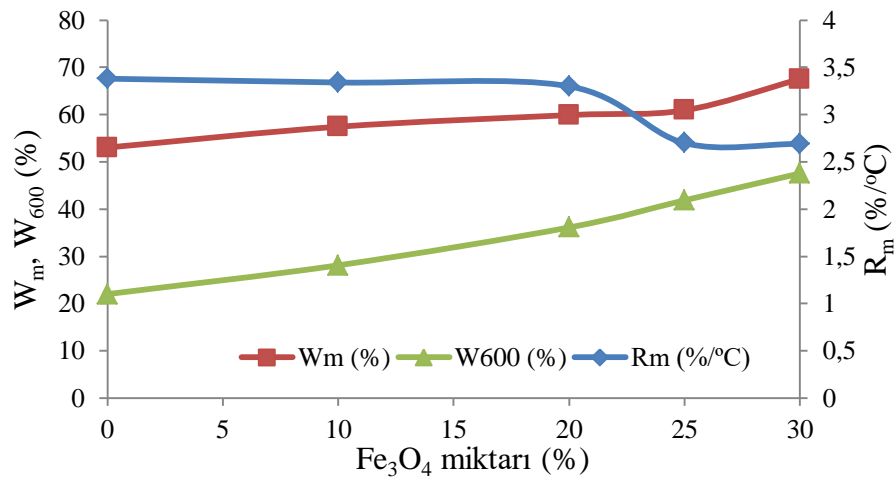
Şekil 4.19'a göre hava ortamında kompozit örneklerinin  $T_i$ ,  $T_f$ ,  $T_h$  ve  $T_m$  değerlerinin PBD örneği ile kıyaslandığında örneklerin ısısal kararlılığı genel olarak azot ortamında gözlenen ısısal davranışa benzemektedir. Tek fark %20 oranından sonra  $Fe_3O_4$ /PBD kompozit örneklerinin  $T_s$  değerindeki gözlene artıştır.

Çizelge 4.1 ve Çizelge 4.2'de bulunan  $R_m$ ,  $W_m$  ve  $W_{600}$  değerleri de  $Fe_3O_4$  miktarına karşı grafiğe geçirilmiş ve Şekil 4. 20 ve Şekil 4.21'de verilmiştir.



**Şekil 4.20.** PBD ve farklı miktarlarda Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> içeren Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/PBD kompozit örneklerinin azot ortamındaki W<sub>m</sub>, R<sub>m</sub> ve W<sub>600</sub> değerlerinin Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> miktarı ile değişimi

Şekil 4.20 ve Şekil 4.21 incelendiğinde, değişik miktarlarda Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> içeren kompozit örneklerinin W<sub>m</sub> ve W<sub>600</sub> miktarı ile ham azot hem de hava ortamında Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> miktarı ile arttığı görülmektedir. Ancak, R<sub>m</sub> değerleri azot ortamında Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> miktarı ile %10 oranına kadar hafif artmakta sonra Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> miktarı ile hızla azalmaktadır. Havada ise %20 oranına kadar Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> miktarı ile hemen hemen hiç değişmediği halde ondan sonra biraz azaldıktan sonra sabit kalmaktadır.



**Şekil 4.21.** PBD ve farklı miktarlarda Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> içeren Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/PBD kompozit örneklerinin havadaki W<sub>m</sub>, R<sub>m</sub> ve W<sub>600</sub> değerlerinin Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> miktarı ile değişimi

Bir ısısal bozunma tepkimesinin yukarıda değerlendirilen sıcaklık parametreleri tepkimenin sadece başını sonunu ya da ortasındaki ısısal davranışı temsil etmektedir. Bu nedenle, bunlara dayanılarak yapılan ısısal kararlılık kıyaslamaları da yerel bir değerlendirme olmaktadır. Halbu ki ısısal bozunma tepkimesinin aktifleşme enerjisi hemen hemen tüm tepkime aralığını temsil eden bir ölçüttür ve dolayısıyla onunla daha doğru bir ısısal kararlılık değerlendirmesi yapılmaktadır. Bir ısısal bozunma tepkimesinin aktifleşme enerjisinin hesaplamak için en çok kullanılan yöntemlerden birisi Freeman Carroll Yöntemi diğeri ise Friedman Yöntemidir.

### Freeman-Carroll yöntemi

Kompozit örneklerine ait termogravimetrik eğrilerinden elde edilen veriler Freeman-Carroll yöntemi kullanılarak örneklerin ısısal bozunma tepkimelerine ait aktifleşme enerjisi ( $E_A$ ), tepkime derecesi ( $n$ ) ve frekans faktörü ( $A$ ) belirlenmiştir. Kinetik parametrelerin hesaplanmasında Microsoft Excel programı kullanılmıştır.

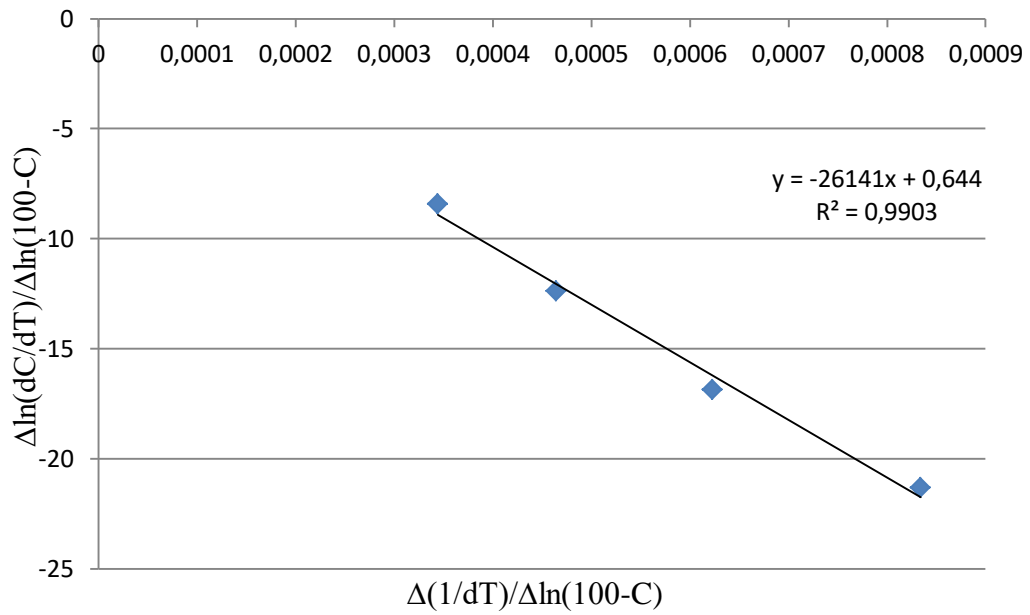
Freeman-Carroll eşitliği;

$$\frac{(\Delta \ln dC/dT)}{\Delta \ln(100-C)} = n - \frac{E_A}{R} * \frac{\Delta \ln(1/T)}{\Delta \ln(100-C)} \quad (4.1)$$

Örnek olarak Eşitlik (4.1) PBD'nin ısısal bozunma tepkimesine uygulanmış ve elde edilen veriler Çizelge 4.3'te verilmiştir. Bu çizelgede bulunan  $\frac{(\Delta \ln dC/dT)}{\Delta \ln(100-C)}$  değerlerinin  $\frac{\Delta \ln(1/T)}{\Delta \ln(100-C)}$  değerlerine karşı grafiğe geçirilerek Şekil 4.22'de verilmiştir. Bu şekilde elde edilen doğrunun eğiminden aktifleşme enerjisi ( $E_A$ ), kesim noktasında tepkime derecesi ( $n$ ) hesaplanmıştır.

**Çizelge 4.3.** %30 Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> içeren Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/PBD örneğinin azot ortamındaki ısıl bozunma tepkimesine Freeman-Carroll yönteminin uygulaması

Sıcaklık (K)	1/T (K)	ln(100-C)	ln(dC/dT)	$\frac{(\Delta \ln 1/T)}{\Delta \ln(100-C)}$	$\frac{(\Delta \ln dC/dT)}{\Delta \ln(100-C)}$
693	0,001443	4,606564	-7,14197	0,000834342	-21,31785963
698	0,001432	4,59418	-6,89205	0,000623219	-16,84823805
703	0,001422	4,577837	-6,6167	0,000464443	-12,37861648
708	0,001412	4,556216	-6,34907	0,000343974	-8,431942725



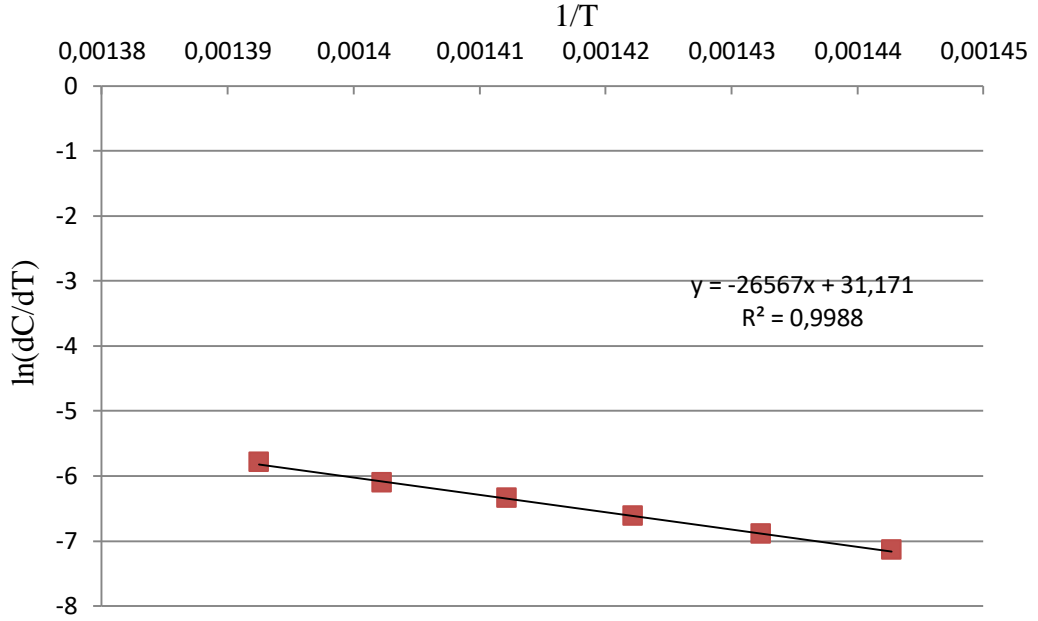
**Şekil 4.22.** Freeman-Carroll yöntemi ile %30 Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> içeren Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/PBD örneğinin azot ortamındaki ısıl bozunma tepkimesine ait kinetik parametrelerinin bulunması

### Friedman yöntemi

Kompozit örneklerine ait termogravimetrik eğrilerinden elde edilen veriler kullanılarak Eş. 4.2'ye göre aktifleşme enerjisi ( $E_A$ ) hesaplanmıştır. Aktifleşme enerjisinin hesaplanmasında Çizelge 4.3'te görülen  $\ln(dC/dT)$  değerleri  $1/T$  değerlerine karşı grafiğe geçirilmiş ve Şekil 4.23'de verilmiştir. Bu şekilde elde edilen doğru eğiminden ısıl bozunma tepkimesinin aktifleşme enerjisi ( $E_A$ ) hesaplanmıştır.

Friedman eşitliği;

$$\ln \frac{dC}{dT} = \ln A - \frac{E_A}{R} \frac{1}{T} + n \ln(100 - C) \quad (4.2)$$



**Şekil 4.23.** Friedman Yöntemi ile %30 Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> içeren Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/PBD örneğinin azot ortamındaki ısıl bozunma tepkimesine ait EA değerinin bulunması

PBD ve tüm Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/PBD örneklerinin azot ve havadaki ısıl bozunma tepkimelerinin Freeman-Carroll ve Friedmann yöntemleri kullanılarak hesaplanan E<sub>A</sub>, n, A ve R<sup>2</sup> değerleri Çizelge 4.4 ve Çizelge 4.5'te verilmiştir.

**Çizelge 4.4.** Azot ortamında PBD ve Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/PBD kompozit örneklerinin Friedman ve Freeman-Carroll yöntemlerine göre E<sub>A</sub>, n, A ve R<sup>2</sup> değerleri

%	Freeman-Carroll Yöntemi			Friedmann Yöntemi		
	E <sub>A</sub> (kJmol <sup>-1</sup> )	n	R <sup>2</sup>	E <sub>A</sub> (kJmol <sup>-1</sup> )	A(s <sup>2</sup> )	R <sup>2</sup>
0	127,270	1,63	0,991	132,889	7,02E+06	0,998
10	160,443	1,98	0,993	168,092	3,21E+06	0,993
20	183,756	1,67	0,996	186,677	2,33E+07	0,992
25	196,850	1,85	0,992	204,524	3,28E+07	0,998
30	217,336	0,64	0,990	220,878	5,28E+09	0,998



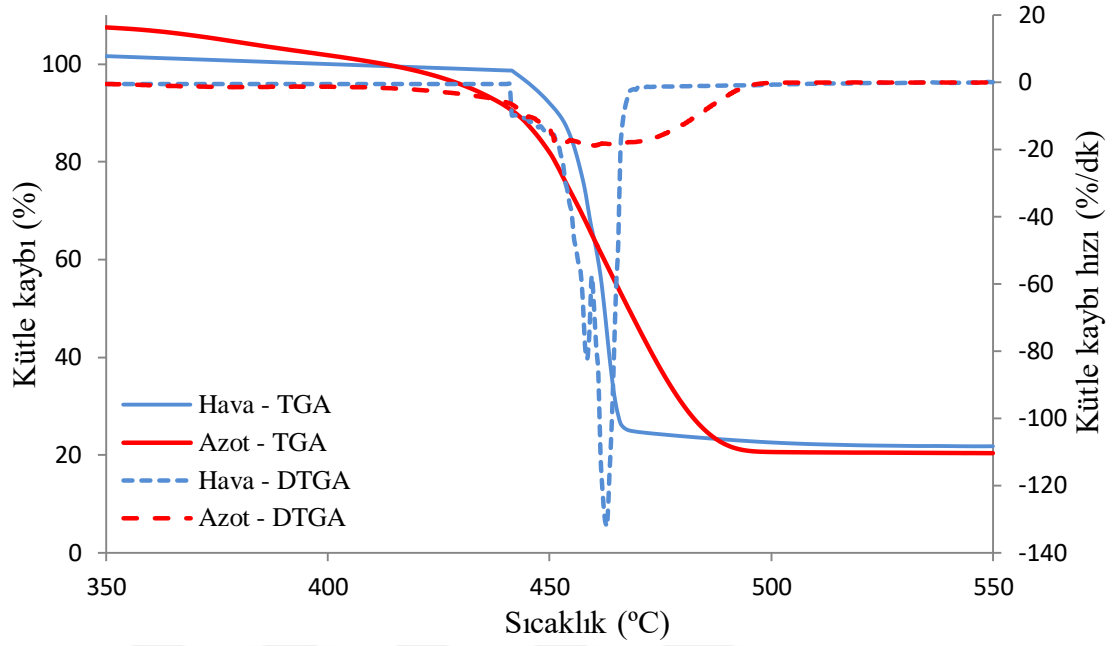
**Çizelge 4.5.** Hava ortamında PBD ve Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/PBD kompozit örneklerinin Friedmann ve Freeman-Carroll yöntemlerine göre E<sub>A</sub>, n, A ve R<sup>2</sup> değerleri

Freeman-Carroll yöntemi			Friedmann yöntemi			
%	E <sub>A</sub> (kJmol <sup>-1</sup> )	n	R <sup>2</sup>	E <sub>A</sub> (kJmol <sup>-1</sup> )	A(s <sup>2</sup> )	R <sup>2</sup>
<b>0</b>	124,729	1,58	0,992	128,055	2,02E+07	0,998
<b>10</b>	157,428	1,22	0,998	162,618	5,21E+06	0,997
<b>20</b>	189,278	2,11	0,996	182,529	2,51E+07	0,993
<b>25</b>	184,982	2,70	0,995	189,228	6,72E+06	0,999
<b>30</b>	182,232	1,79	0,998	192,029	1,28E+06	0,997

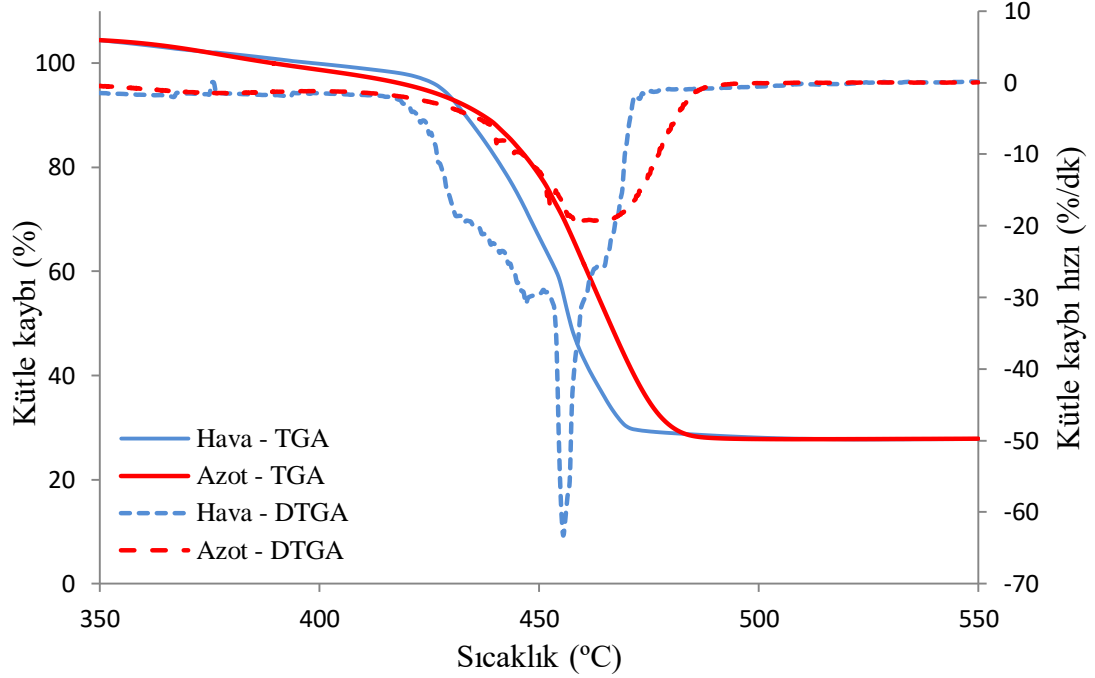
Çizelge 4.4'te verilen hem Freeman-Carroll hem de Friedman Yöntemi ile bulunan aktifleşme enerji değerleri incelendiğinde, azot ortamındaki Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/PBD kompozit örneklerinin ısıl kararlılığı Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> miktarı ile hemen hemen doğrusal olarak arttığı görülmektedir. Havada elde edilen değerleri gösteren Çizelge 4.5'te verilen Freeman-Carroll yöntemi ile hesaplanan değerlerde %25 ve %30 Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> içeren örneklerdeki değerlerin beklenenden biraz düşük olması hariç benzer davranışlar göstermektedir.

#### 4.2.1.2. PBD ve Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/PBD kompozitlerinin ısıl bozunmasına oksijenin etkisi

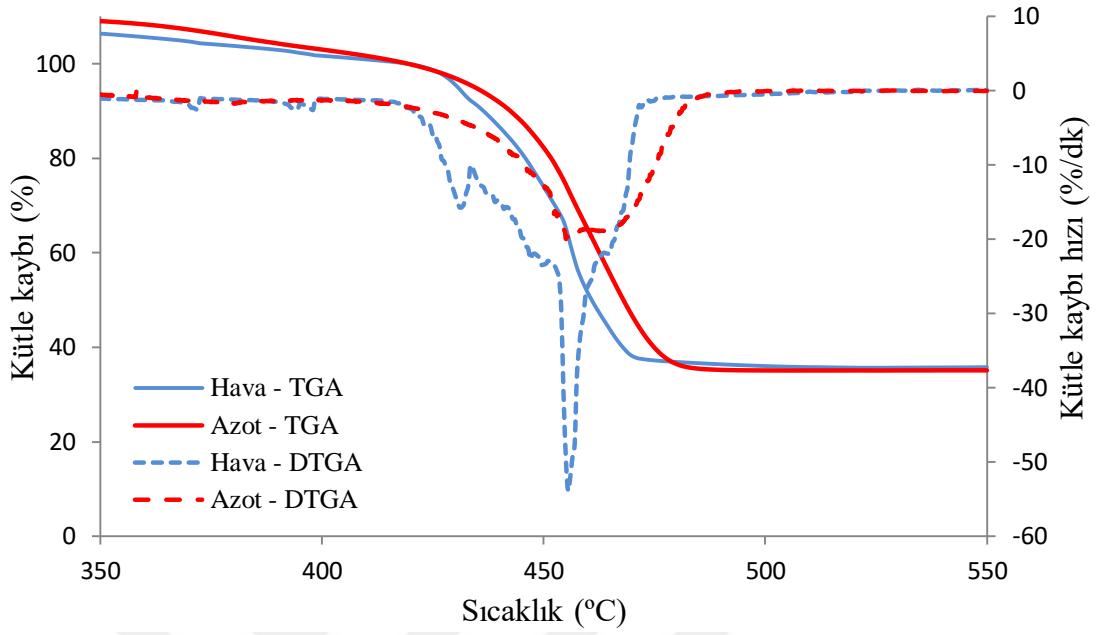
PBD ve Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/PBD kompozitlerinin ısıl bozunmasına havada bulunan oksijenin etkisini daha iyi görebilmek için her bir örneğin havada ve azot ortamında kaydedilen TGA ve DTGA eğrileri Şekil 4.24 - Şekil 4.28 arasındaki şekillerde birlikte verilmiştir.



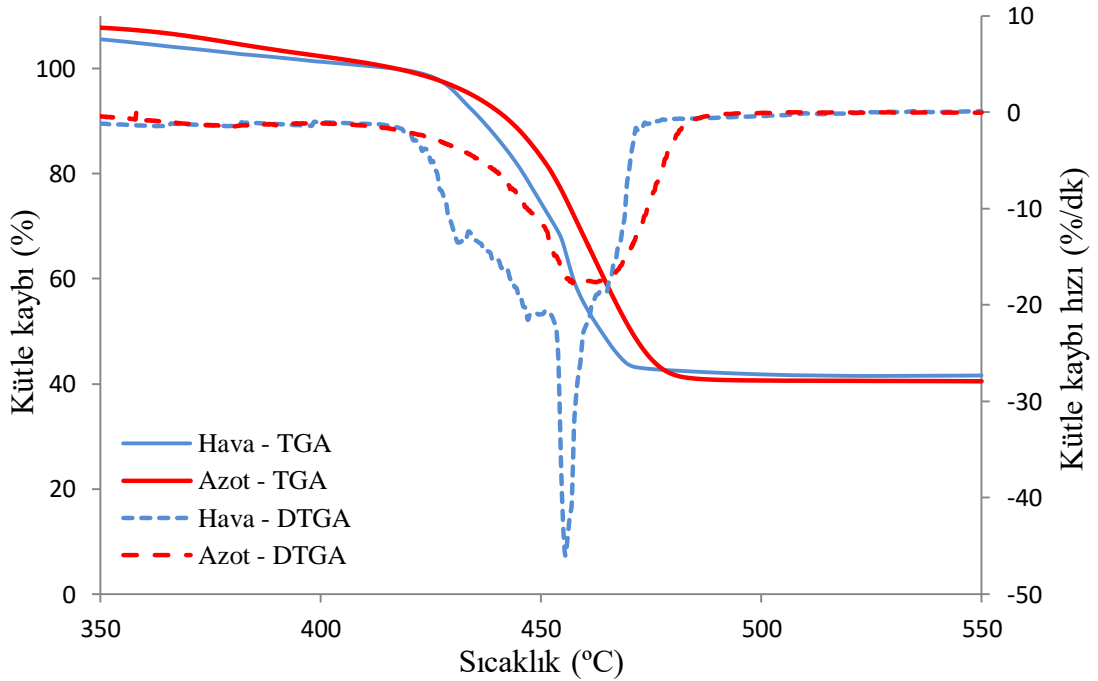
Şekil 4.24. PBD örneğinin hava-azot ortamındaki TGA-DTGA eğrilerinin karşılaştırılması



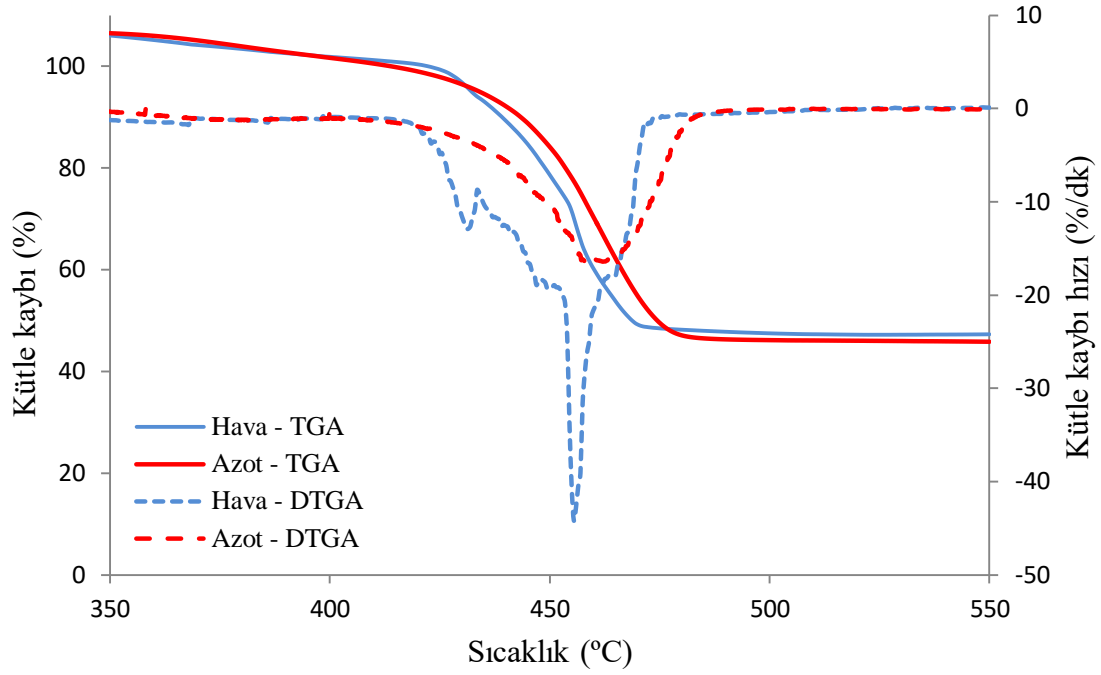
Şekil 4.25. %10 Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> içeren Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/PBD kompozit örneğinin hava-azot ortamındaki TGA-DTGA eğrilerinin karşılaştırılması



**Şekil 4.26.** %20 Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> içeren Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/PBD kompozit örneğinin hava-azot ortamındaki TGA-DTGA eğrilerinin karşılaştırılması



**Şekil 4.27.** %25 Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> içeren Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/PBD kompozit örneğinin hava-azot ortamındaki TGA-DTGA eğrilerinin karşılaştırılması

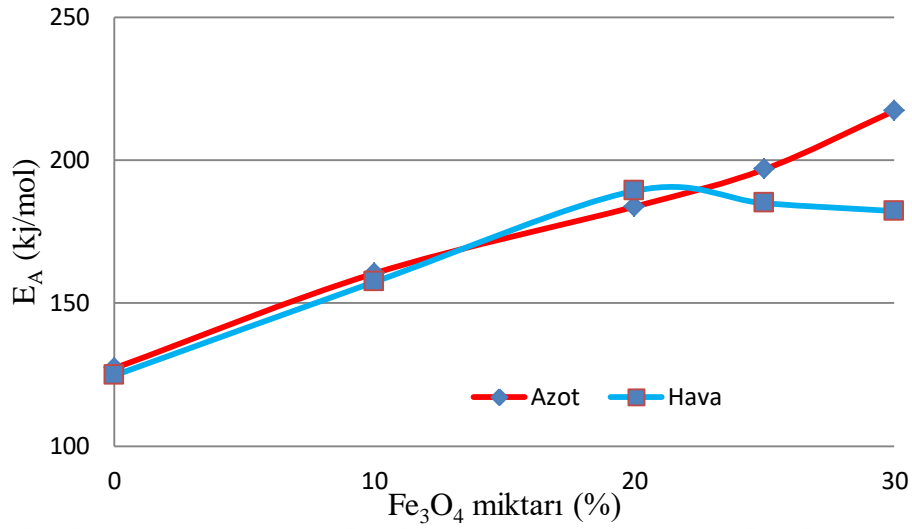


**Şekil 4.28.** %30  $Fe_3O_4$  içeren  $Fe_3O_4$ /PBD kompozit örneğinin hava-azot ortamındaki TGA-DTGA eğrilerinin karşılaştırılması

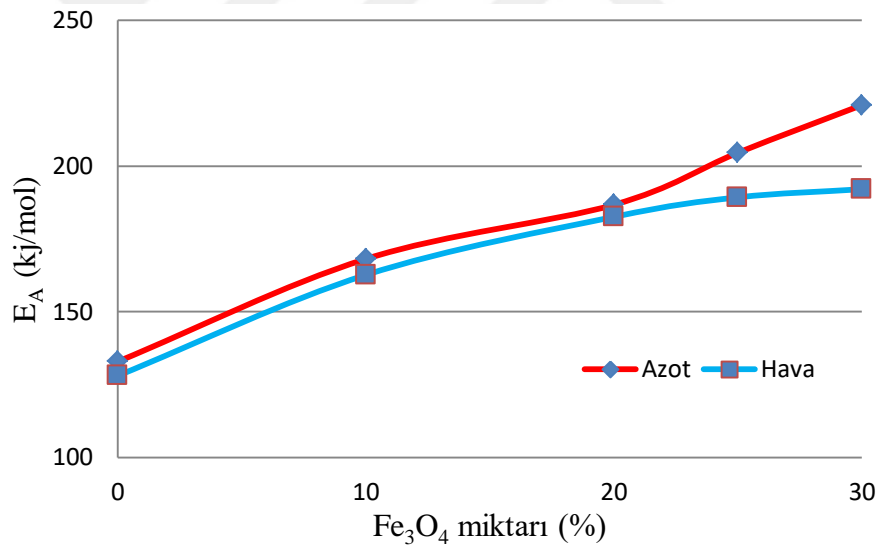
Şekil 4.24 - Şekil 4.28 arasındaki şekillerdeki TGA ve DTGA eğrileri incelendiğinde havada kaydedilen TGA eğrilerinin azotta kaydedilenden daha düşük sıcaklıklarda olduğu, DTGA eğrilerinde görülen piklerinde daha düşük sıcaklıkta, dar ve şiddetli olduğu görülmektedir. Buda havada bulunan oksijenin PBD'nin ısıl kararlılığını azalttığı açıkça görülmektedir. Bu davranış  $Fe_3O_4$ /PBD kompozitlerinde görülmekte ve ancak  $Fe_3O_4$  miktarı arttıkça bu etkinin azalmaktadır.

PBD ve  $Fe_3O_4$ /PBD Kompozitlerinin ısıl bozunmasına havada bulunan oksijenin etkisini daha iyi görebilmek için örneklerin havada ve azot ortamında kaydedilen TGA ve DTGA eğrilerinden hesaplanan aktifleşme enerjileride Şekil 4.29 ve Şekil 4.30'da birlikte gösterilmiştir.

Şekil 4.29'a göre azot ortamında  $Fe_3O_4$ /PBD kompozit örneklerinin Freeman-Carroll yöntemine göre belirlenen aktifleşme enerjileri ( $E_A$ );  $Fe_3O_4$  oranı artmıştır. Hava ortamında ise %20 oranına kadar bir artış daha sonra azalma göstermiştir.



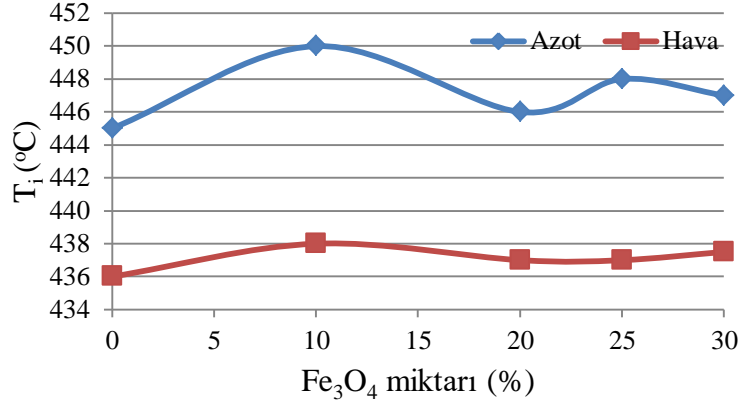
**Şekil 4.29.** Azot ve hava ortamında PBD ve PBD/Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> kompozit örneklerinin Freeman-Carroll yöntemine göre hesaplanan aktifleşme enerjilerinin ( $E_A$ ) Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> oranı ile değişimi



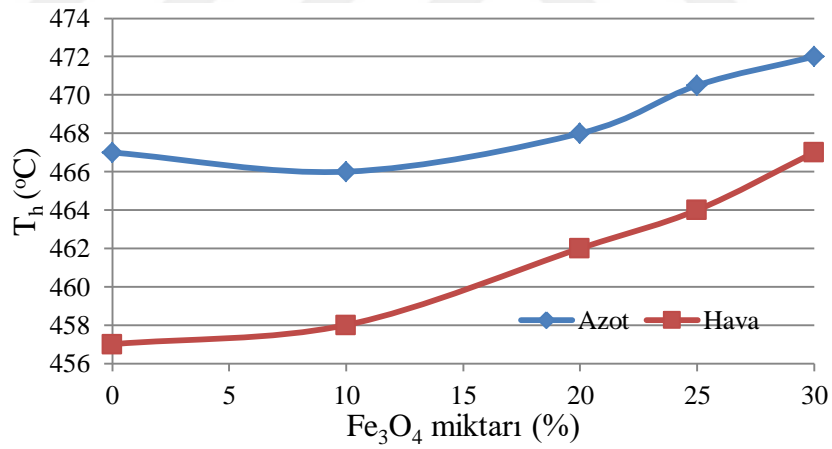
**Şekil 4.30.** Azot ve hava ortamında PBD ve Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/PBD kompozit örneklerinin Friedmann yöntemine göre hesaplanan aktifleşme enerjilerinin ( $E_A$ ) Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> oranı ile değişimi

Havada kaydedilen örneklerin TGA eğrilerinden hem Freeman-Carroll yöntemi ile hem de Friedman yöntemi ile hesaplanan aktifleşme enerjilerinin azot ortamında kaydedilen eğrilerden hesaplanan aktifleşme enerjilerinden daha küçük olduğu görülmektedir. Bu da havada bulunan oksijenin PBD ve kompozit örneklerinin ısıl kararlılıklarına olumsuz bir etki yaptığını göstermektedir.

Havada ve azot ortamında kaydedilen eğrilerden elde edilen ve Çizelge 4.1, Çizelge 4.2 ile Çizelge 4.4 ve Çizelge 4.5'te verilen  $T_i$ ,  $T_h$ ,  $T_m$  ve  $T_f$  değerleri ile  $W_m$ ,  $R_m$  ve  $W_{600}$  değerleri Şekil 4. 31 ve Şekil 4.37'de aynı grafikte gösterilmiştir.

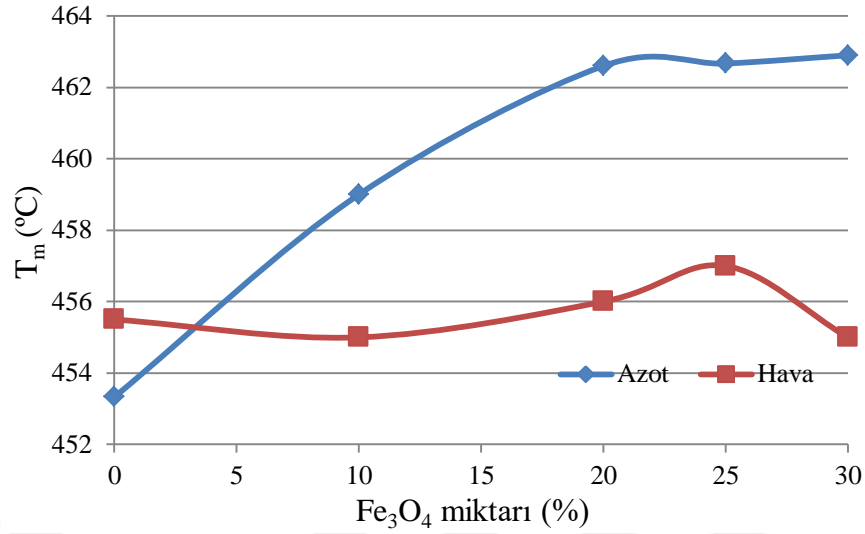


**Şekil 4.31.** Azot ve hava ortamında PBD ve Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/PBD kompozit örneklerinin  $T_i$  değerlerinin Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> oranı ile değişimi



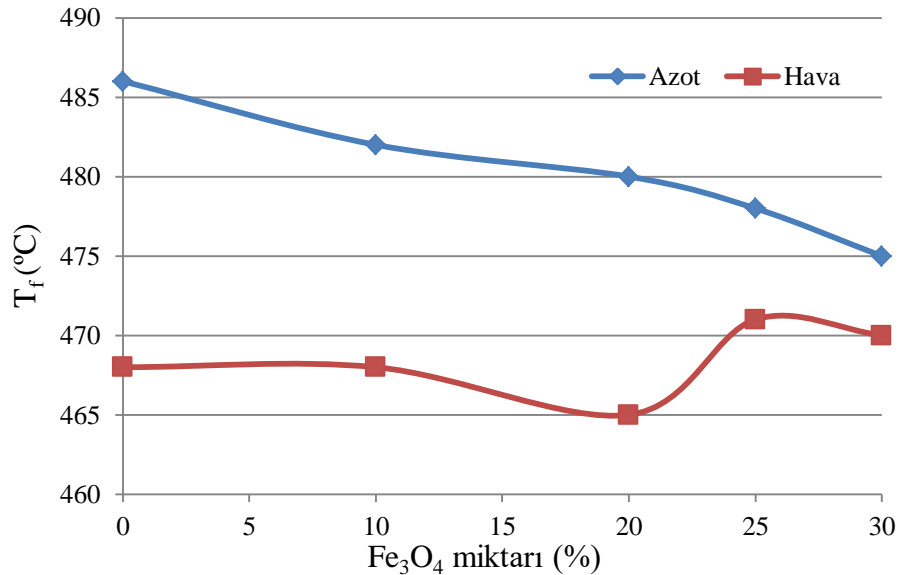
**Şekil 4.32.** Azot ve hava ortamında PBD ve Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/PBD kompozit örneklerinin  $T_h$  değerlerinin Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> oranı ile değişimi

Şekil 4.32'de PBD ve Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/PBD kompozit örneklerine ait havadaki  $T_h$  değerlerinin azot ortamında elde edilen  $T_h$  değerlerinin çok altında olması örneklerin havada daha düşük sıcaklıkta %50 kütle kaybına ulaştığını dolayısıyla havada bulunan oksijenin örneklerin ısısal kararlılığın daha fazla olumsuz etki yaptığını ama Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> miktarı arttıkça bu etkinin nispeten azaldığını göstermektedir.



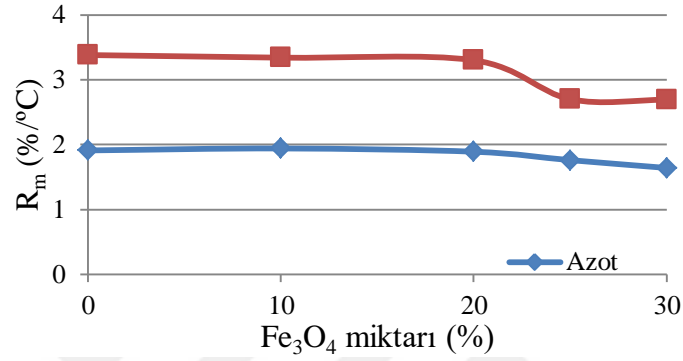
**Şekil 4.33.** Azot ve hava ortamında PBD ve Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/PBD kompozit örneklerinin T<sub>m</sub> değerlerinin Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> oranı ile değişimi

Şekil 4.33’de PBD ve Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/PBD kompozit örneklerine ait havadaki T<sub>m</sub> değerlerinin PBD hariç azot ortamında elde edilen T<sub>m</sub> değerlerinin çok altında seyretmesi örneklerin havada daha düşük sıcaklıkta maksimum hıza ulaştığını havada bulunan oksijenin örneklerin ısıl kararlılığın olumsuz etkisini açıkça göstermektedir.



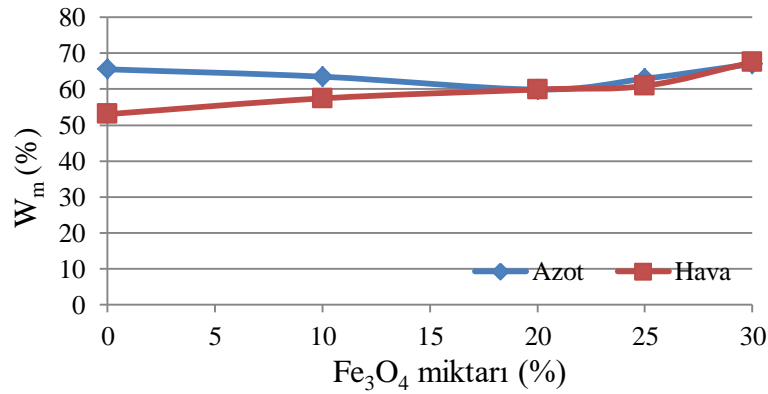
**Şekil 4.34.** Azot ve hava ortamında PBD ve Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/PBD kompozit örneklerinin T<sub>f</sub> değerlerinin Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> miktarı ile değişimi

Şekil 4.34'te PBD ve  $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{PBD}$  kompozit örneklerine ait havadaki  $T_f$  değerlerinin havada %25 ve %30  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  içeren kompozit örnekleri hariç azot ortamında elde edilen  $T_f$  değerlerinin çok altında seyretmesi, örneklerin ısısız bozunma tepkimesinin havada daha düşük sıcaklıkta sonlandığını havada bulunan oksijenin örneklerin ısısız kararlılığın olumsuz etkisini açıkça göstermektedir.



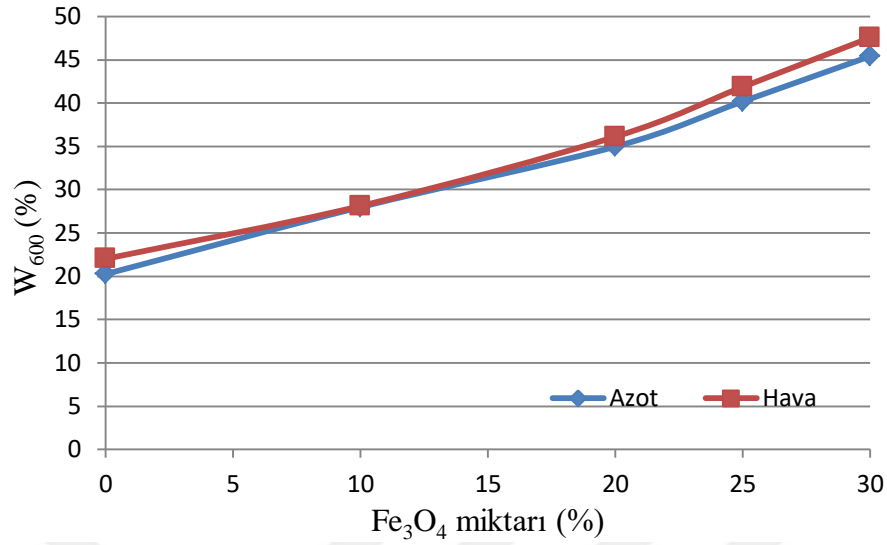
**Şekil 4.35.** Azot ve hava ortamında PBD ve  $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{PBD}$  kompozit örneklerinin  $R_m$  değerlerinin  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  miktarı ile değişimi

Şekil 4.35'te PBD ve  $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{PBD}$  kompozit örneklerine ait havadaki  $R_m$  değerlerinin azot ortamında elde edilen  $R_m$  değerlerinin çok üstünde seyretmesi, örneklerin ısısız bozunma tepkimesinin havada daha yüksek hızlara ulaştığını, dolayısıyla havada bulunan oksijenin örneklerin ısısız kararlılığın olumsuz etkisini açıkça göstermektedir.



**Şekil 4.36.** Azot ve hava ortamında PBD ve  $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{PBD}$  kompozit örneklerinin  $W_m$  değerlerinin  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  miktarı ile değişimi





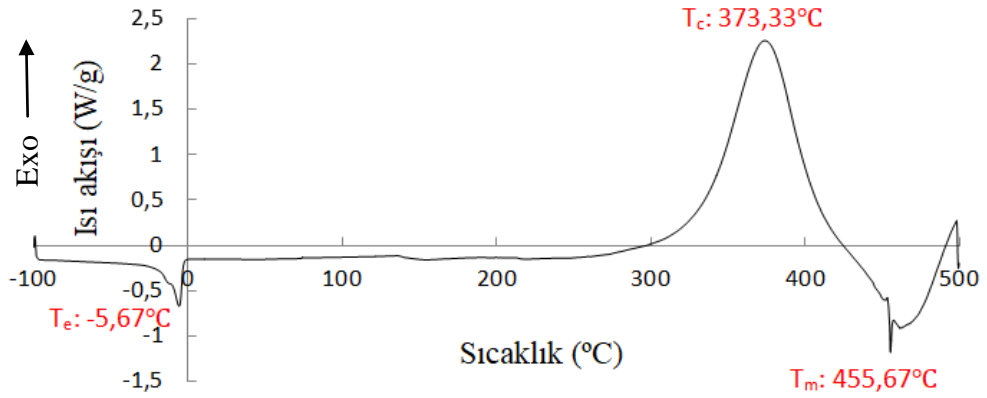
**Şekil 4.37.** Azot ve hava ortamında PBD ve Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/PBD kompozit örneklerinin W<sub>600</sub> değerlerinin Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> miktarı ile değişimi

Şekil 4.36 ve Şekil 4.37’de PBD ve Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/PBD kompozit örneklerine ait havadaki W<sub>m</sub> ve W<sub>600</sub> değerlerinin havada elde edilen W<sub>m</sub> ve W<sub>600</sub> değerlerinin azot ortamında elde edilen W<sub>m</sub> ve W<sub>600</sub> değerleri ile hemen hemen aynı eğilim göstermesi, örneklerin ısıl bozunma tepkimesinin havada bulunan oksijenin örneklerin ısıl kararlılığına önemli bir etkisinin olmadığını göstermektedir.

#### 4.2.1.3. PBD ve Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/PBD kompozitlerinin DSC analizi

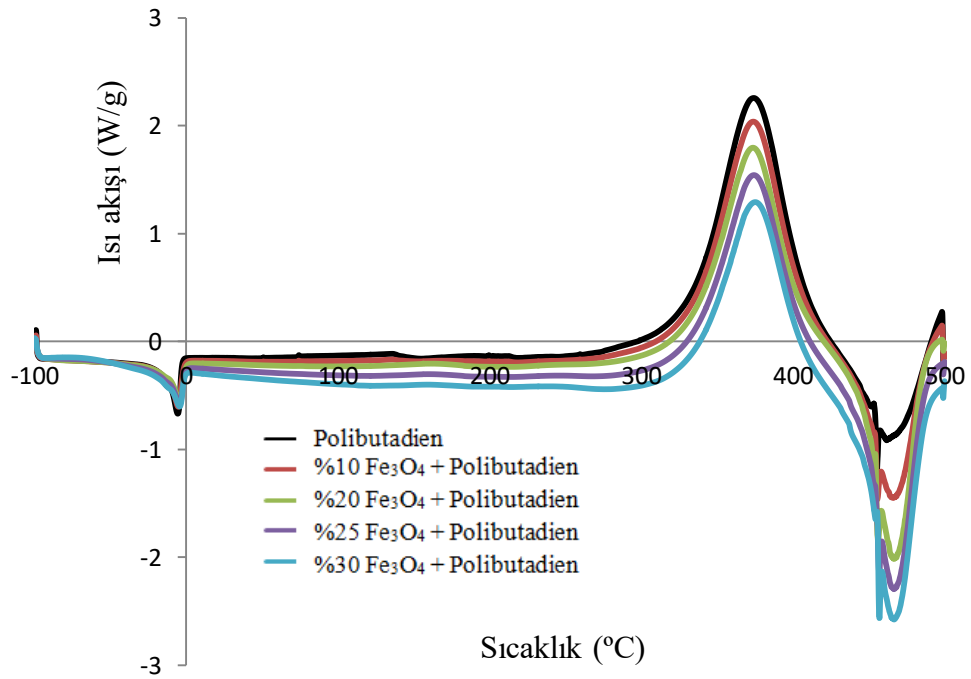
Isı etkisiyle PBD ve Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/PBD kompozitlerinde meydana gelen fiziksel ve kimyasal olayları alınan veya verilen ısıları belirleyerek incelemek için PBD ve kompozit örneklerinin azot ortamında ve havada DSC eğrileri kaydedilmiş ve Şekil 4.38 ve Şekil 4.39’da verilmiştir.

Bu termogramlardan, örneklerin kristal faz erime sıcaklığı (T<sub>e</sub>), çapraz bağlanma hızının maksimum olduğu sıcaklık (T<sub>c</sub>) ve bozunma hızının maksimum sıcaklık (T<sub>m</sub>) değerleri belirlenmiştir. Bu değerlerin belirlenmesi Şekil 4.38’de azot ortamında kaydedilen PBD’nin DSC eğrisinin üzerinde gösterilmiştir.



Şekil 4.38. Azot ortamında PBD'nin DSC eğrisi

PBD'nin DSC eğrisinde  $-5\text{ }^{\circ}\text{C}$ 'de görülen pik PBD'de bulunan kısmi kristallerin erimesini, maksimumu  $373,33\text{ }^{\circ}\text{C}$ 'de görülen pik PBD zincirleri arasında meydana gelen çapraz bağlanmayı ve  $455,67\text{ }^{\circ}\text{C}$ 'de görülen pik ise PBD'nin ısısız bozunma tepkimesini temsil etmektedir (Rybinski ve ark., 2014).

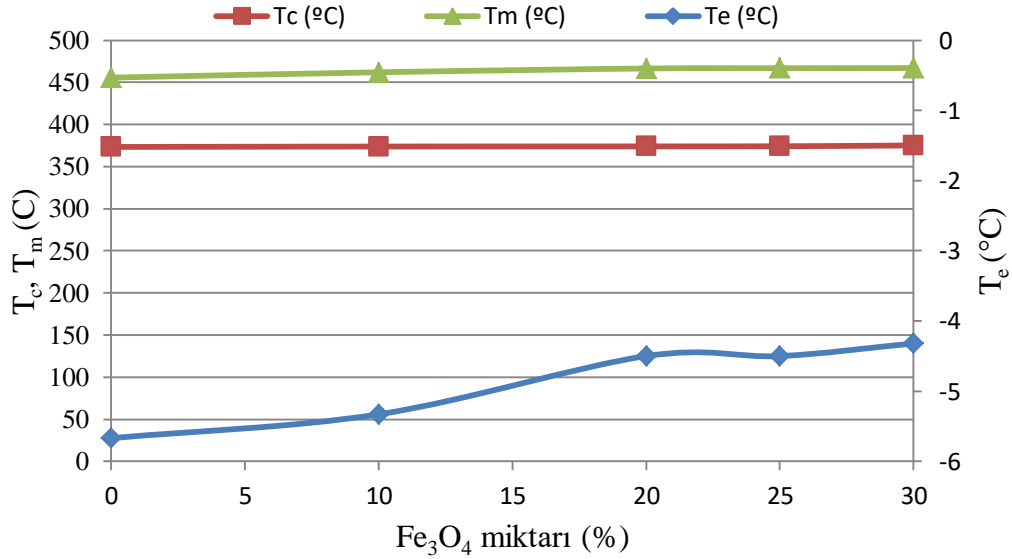


Şekil 4.39. Azot ortamında PBD ve  $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{PBD}$  kompozit örneklerinin DSC eğrileri

Şekil 4.39’da görülen PBD ve PBD/Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> kompozit örneklerinin DSC eğrileri kompozit örneklerinin erimişinin Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> miktarının artmasında pek etkilenmediği, çapraz bağlanma pikinin maksimumu pek değişmediği halde şiddetinin azaldığını ve ısıl bozunmasının ise arttığını göstermektedir. Çizelge 4.6’da verilen T<sub>e</sub>, T<sub>c</sub> ve T<sub>m</sub> değerleri ve bunların Şekil 4.40’da grafiklerde görülen davranışlar da bunu doğrulamaktadır. Şekil 4.40’da değişik oranlarda Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> içeren kompozitlerin T<sub>c</sub> ve T<sub>m</sub> değerleri Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> miktarı ile pek değişmediği halde T<sub>e</sub> değerleri azda olsa artmaktadır.

**Çizelge 4.6.** Azot ortamında PBD/Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> kompozitlerinin T<sub>e</sub>, T<sub>c</sub> ve T<sub>m</sub> değerleri

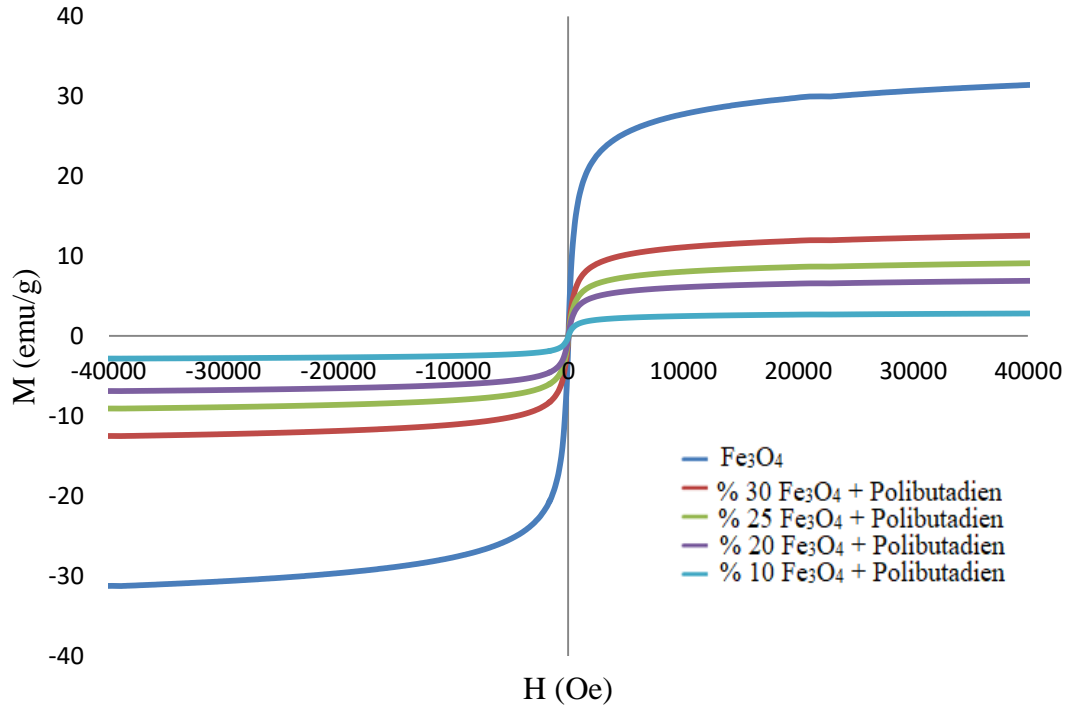
%	T <sub>e</sub> (°C)	T <sub>c</sub> (°C)	T <sub>m</sub> (°C)
0	-5,67	373,33	455,67
10	-5,33	373,83	462,00
20	-4,50	374,00	466,50
25	-4,50	374,17	466,83
30	-4,32	375,10	467,00



**Şekil 4.40.** PBD ve Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/PBD kompozitlerinin DSC eğrilerinden belirlenen T<sub>c</sub>, T<sub>m</sub> ve T<sub>e</sub> değerlerin Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> miktarı ile değişimi

#### 4.2.2. Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> ve Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/PBD kompozitlerinin manyetik özellikleri

Manyetik nanoparçacıkların ve nanokompozit filmlerin titreşen örnek magnetometre (VSM) cihazı ile oda sıcaklığında manyetikleşme (M) – alan (H) eğrileri kaydedilmiş ve Şekil 4.41’de verilmiştir.



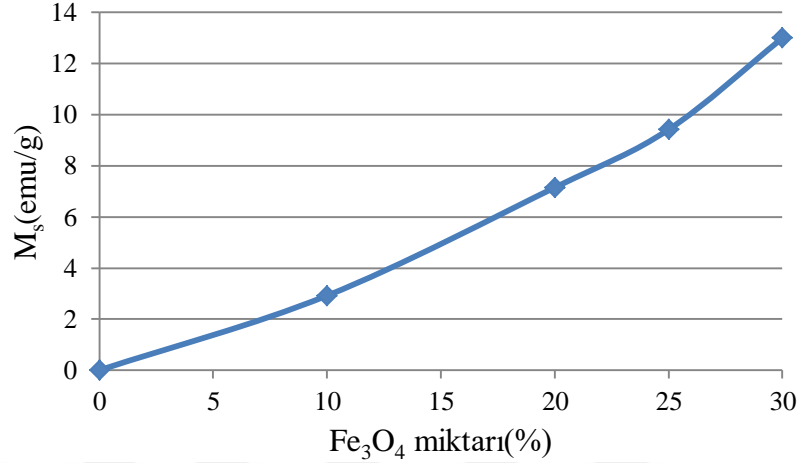
**Şekil 4.41.** Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> ve Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/PBD kompozit örneklerinin manyetikleşme (M) – alan (H) eğrileri

Şekil 4.41’de görülen eğrilerden Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> ve Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/PBD kompozitlerinin M<sub>s</sub> değerleri belirlenmiş ve Çizelge 4.7’de verilmiştir.

**Çizelge 4.7.** Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/PBD kompozitlerinin M<sub>s</sub> değerleri

%	M <sub>s</sub> (emu/g)
0	0,00
10	2,92
20	7,15
25	9,42
30	13,00

Çizelge 4.7’de verilen  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  ve  $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{PBD}$  kompozitlerinin  $M_s$  değerleri kompozite bulunan  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  miktarı ile değişimini veren grafikte Şekil 4.42’de gösterilmiştir.

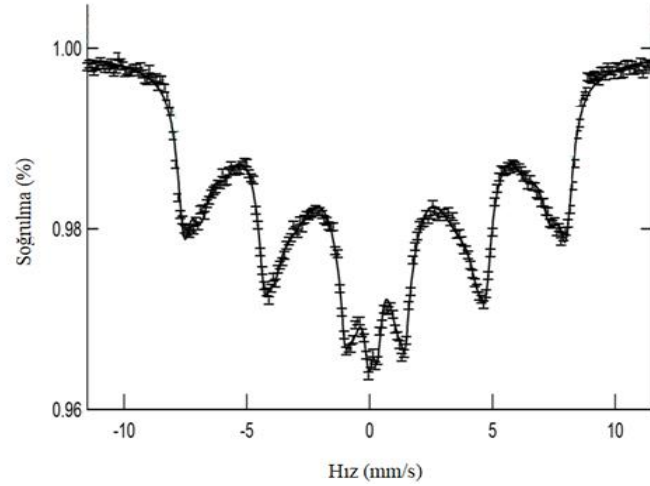


**Şekil 4.42.**  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  ve  $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{PBD}$  kompozit örneklerinin  $M_s$  değerlerinin değişimi

Şekil 4.42’ye göre  $M_s$  değerleri kompozitin içerisindeki  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  miktarını artmasıyla artış göstermiştir. Oda sıcaklığında süperparamanyetik özellik göstermiştir.

#### 4.2.3. $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ve $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{PBD}$ kompozitlerinin mössbauer analiz sonuçları

Mössbauer spektrometresi, manyetik malzemelerinin özelliklerinin belirlenmesi için kullanılan bir yöntemdir. Bu yöntem kullanılarak elektron yoğunluklarının değişimini gösteren izomer kayma değeri (I.S), demir atomlarının valans durumu, iç manyetik alan ( $H_{hf}$ ), yarı yükseklikteki tam genişlik (W) ve oluşan fazların hacimsel yüzdesi (R) belirlenebilmektedir. Şekil 4.43’de %25  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  içeren  $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{PBD}$  kompozit örneğinin Mössbauer spektrumu verilmiştir. Kompozitlere ait Mössbauer parametreleri Çizelge 4.8’de verilmiştir.



**Şekil 4.43.** %25 Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> içeren Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/PBD kompozit örneğinin Mössbauer spektrumu

Çizelge 4.8'e göre %10 ve %20 Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> içeren Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/PBD kompozitlerinin tetrahedral ve oktahedral spektral bileşenlerin hacimsel yüzdesi birbirine yakındır. Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> miktarının artması düzensiz nanoparçacık yüzeyleri ve nanoparçacıklar arasındaki manyetik etkileşim hacimsel yüzdeler arasında farkın açılmasına neden olmuştur. Ayrıca Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> oranının artmasıyla hacimsel yüzdelerde süperparamanyetik spektral bileşenin hacimsel yüzdesinde de artış gözlenmiştir.

**Çizelge 4.8.** Mössbauer parametreleri

Numune	Spektral Bileşen	I.S. (±0,01) (mm s <sup>-1</sup> )	Q.S. (±0,02) (mm s <sup>-1</sup> )	H <sub>hf</sub> (±0,1) (T)	R (%)
%10	Oktahedral: Fe <sup>+3</sup>	0,342	0	47,897	17,421
	Tetrahedral: Fe <sup>+3</sup>	0,351	-0,014	42,750	19,755
	Düzensiz yüzey: Fe <sup>+3</sup>	0,394	0,097	35,251	62,825
%20	Oktahedral: Fe <sup>+3</sup>	0,343	-0,013	48,062	18,371
	Tetrahedral: Fe <sup>+3</sup>	0,342	0	43,405	20,835
	Düzensiz yüzey: Fe <sup>+3</sup>	0,345	0,005	36,006	60,794
%25	Oktahedral: Fe <sup>+3</sup>	0,323	-0,001	48,225	11,806
	Tetrahedral: Fe <sup>+3</sup>	0,341	-0,012	44,276	15,105
	Düzensiz yüzey: Fe <sup>+3</sup>	0,343	-0,008	38,327	69,129
	Superparamanyetik: Fe <sup>+3</sup>	0,245	0,350	-	3,9596
%30	Oktahedral: Fe <sup>+3</sup>	0,343	0,009	48,424	8,963
	Tetrahedral: Fe <sup>+3</sup>	0,369	-0,069	45,022	13,883
	Düzensiz yüzey: Fe <sup>+3</sup>	0,338	0,054	39,622	68,018
	Superparamanyetik: Fe <sup>+3</sup>	0,245	0,313	-	9,136

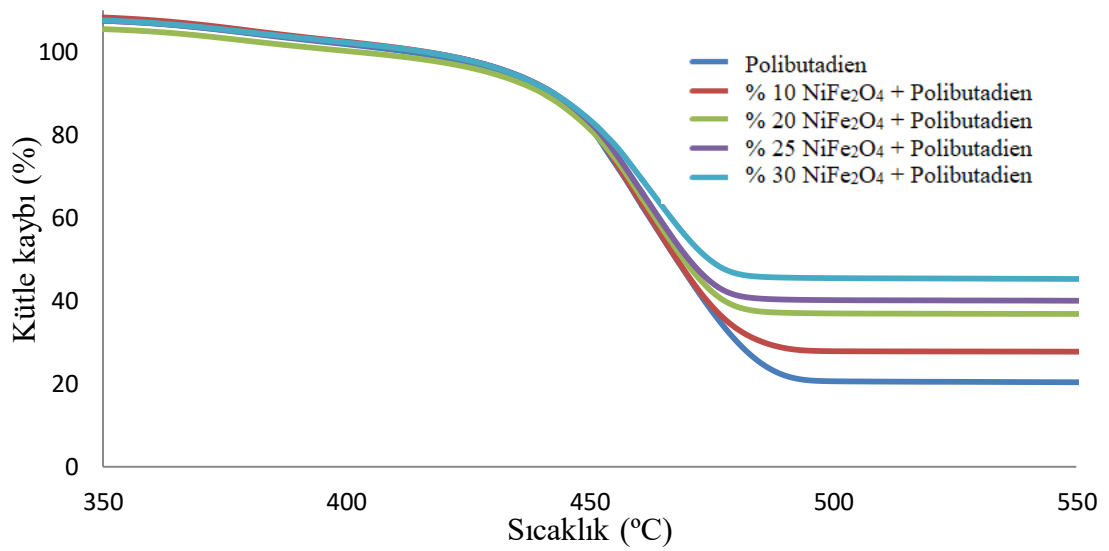
### 4.3. NiFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub>/PBD Kompozitlerinin Isısal ve Manyetik Özellikleri

#### 4.3.1. PBD ve NiFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub>/PBD kompozitlerinin ısısal özellikleri

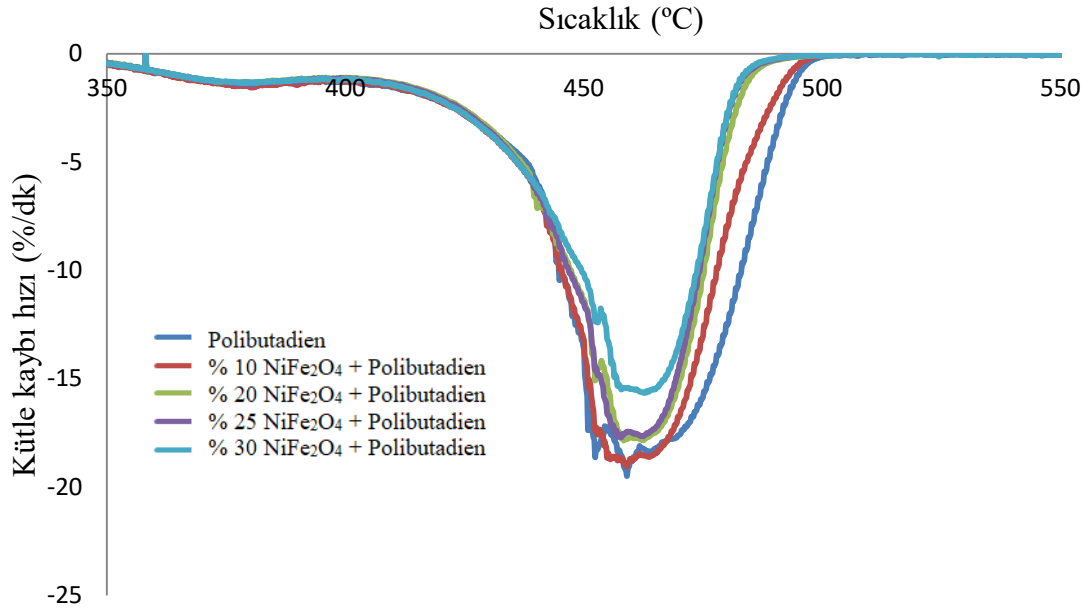
PBD ve NiFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub>/PBD kompozitlerinin ısısal özellikleri azot ortamında TGA ve DTGA eğrileri kaydedildikten sonra Freeman Carroll yöntemine ve Friedman yöntemine göre örneklerin ısısal bozunma tepkimelerine ait kinetik parametreleri hesaplanarak incelenmiştir. Ayrıca, azot ortamında kaydedilen DSC eğrilerinde değerlendirilmiştir.

##### 4.3.1.1. PBD ve NiFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub>/PBD kompozitlerinin termogravimetrik analizi

PBD ve farklı miktarlarda NiFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> içeren NiFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub>/PBD kompozitlerinin azot ortamında kaydedilen TGA eğrileri Şekil 4.44'te DTGA eğrileri Şekil 4.45'te gösterilmiştir.



Şekil 4.44. PBD ve NiFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub>/PBD kompozitlerinin azot ortamında kaydedilen TGA eğrileri



**Şekil 4.45.** PBD ve NiFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub>/PBD kompozitlerinin azot ortamında kaydedilen DTGA eğrileri

Şekil 4.44 ve Şekil 4.45'te görülen azot ortamında kaydedilmiş PBD ve NiFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub>/PBD kompozit örneklerinin TGA ve DTGA eğrileri incelendiğinde ısıl bozunma tepkimesinin başlangıcında NiFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub>/PBD kompozit örneklerinin PBD den biraz daha kararsız davranmasına rağmen ileri safhalarda daha kararlı olduğu anlaşılmaktadır. Şekil 4.45'deki DTGA eğrilerinde gözlenen piklerde daha iyi anlaşılmaktadır. Aynı zamanda, NiFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub>/PBD kompozitlerine ait piklerin şiddetlerinin de NiFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> içeriği ile orantılı bir şekilde azalmaktadır.

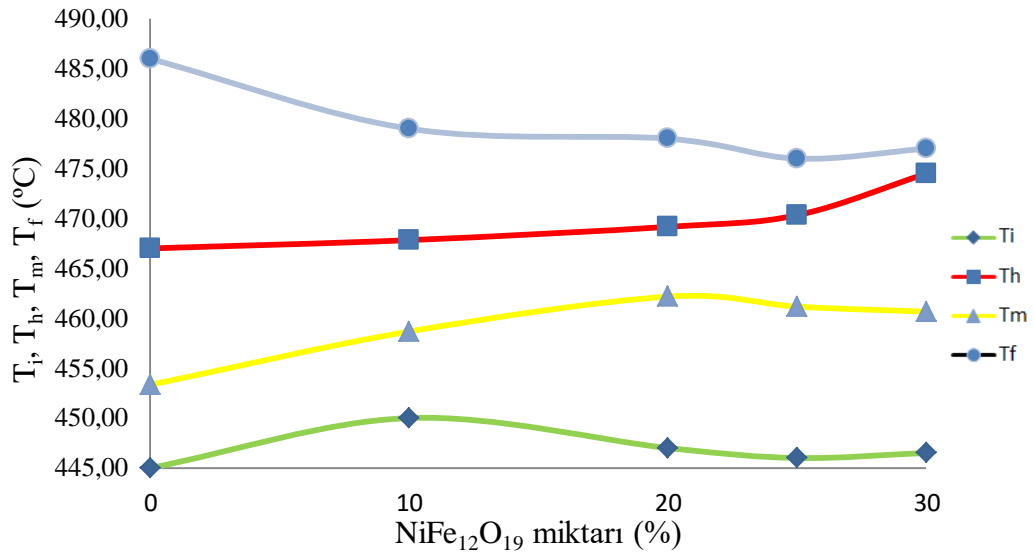
Bu nitel değerlendirmeyi nicel olarak yapabilmek için Şekil 4.44 ve Şekil 4.45'te görülen PBD ve NiFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub>/PBD kompozitlerine ait azot ortamında TGA ve DTGA eğrilerinden elde edilen  $T_i$ ,  $T_f$ ,  $T_h$ ,  $T_m$ ,  $W_{600}$ ,  $R_m$  ve  $W_m$  değerleri Çizelge 4.9'da verilmiştir.



**Çizelge 4.9.** Azot ortamında PBD ve NiFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub>/PBD kompozitlerinin T<sub>i</sub>, T<sub>h</sub>, T<sub>m</sub>, T<sub>f</sub>, R<sub>m</sub>, W<sub>m</sub> ve W<sub>600</sub> değerleri

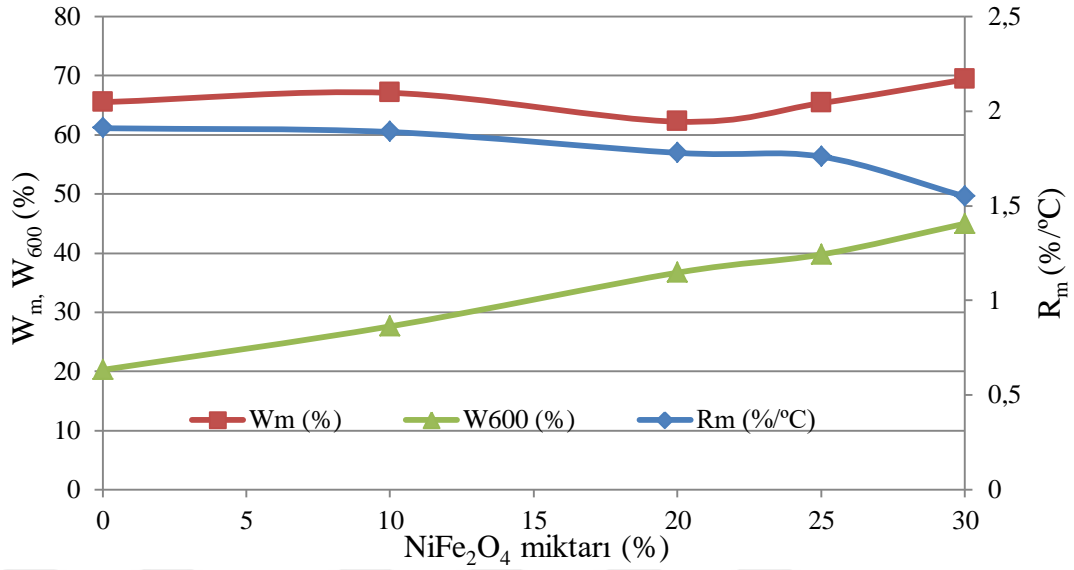
%	T <sub>i</sub> (°C)	T <sub>h</sub> (°C)	T <sub>m</sub> (°C)	T <sub>f</sub> (°C)	R <sub>m</sub> (%/°C)	W <sub>m</sub> (%)	W <sub>600</sub> (%)
0	445,00	467,00	453,33	486,00	1,91	65,53	20,26
10	450,00	467,83	458,67	479,00	1,89	67,10	27,62
20	447,00	469,16	462,17	478,00	1,78	62,23	36,70
25	446,00	470,33	461,17	476,00	1,76	65,36	39,76
30	446,50	474,50	460,66	477,00	1,55	69,35	44,98

PBD ve NiFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub>/PBD kompozitlerinin ısıl kararlılığının NiFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> miktarı ile değişimini daha iyi anlayabilmek için bu çizelgedeki sıcaklık parametreleri NiFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> miktarına karşı grafiğe geçirilmiş ve Şekil 4.46 ve Şekil 4.47’de verilmiştir.



**Şekil 4.46.** PBD ve NiFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub>/ PBD kompozitinin azot ortamında TGA – DTGA eğrilerinden elde edilen T<sub>i</sub>, T<sub>f</sub>, T<sub>h</sub> ve T<sub>m</sub> değerlerinin NiFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> miktarı ile değişimi

Şekil 4.46’ya göre azot ortamında %10, %20, %25 ve %30 oranında NiFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> içeren kompozit örneklerinin T<sub>f</sub>, T<sub>h</sub> ve T<sub>m</sub> değerlerinin PBD örneğine göre incelendiğinde; T<sub>m</sub> ve T<sub>h</sub> değerlerinde artış, T<sub>f</sub> değerlerinde ise azalış tespit edilmiştir. T<sub>i</sub> değerinde ise %10 oranında artış daha sonra azalma gözlenmiştir.



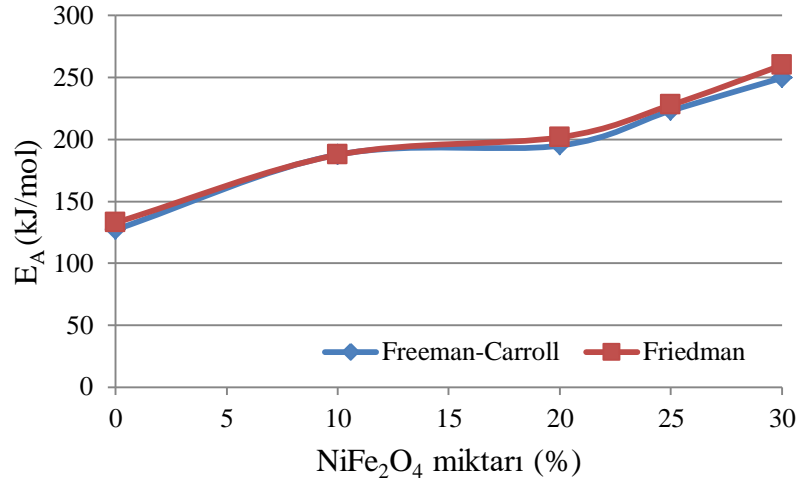
**Şekil 4.47.** PBD ve NiFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub>/PBD kompozitinin azot ortamında TGA-DTGA eğrilerinden elde edilen W<sub>m</sub>, R<sub>m</sub>, ve W<sub>600</sub> değerlerinin NiFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> miktarı ile değişimi

Şekil 4.47’de NiFe<sub>12</sub>O<sub>19</sub>/PBD kompozitlerinin W<sub>600</sub> değerinin NiFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> miktarı doğru orantılı olarak arttığını, W<sub>m</sub>’nin pek değişmediğini, R<sub>m</sub>’nin de azaldığını göstermektedir.

PBD ve tüm NiFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub>/PBD kompozit örneklerinin azot ortamındaki ısıl bozunma tepkimelerinin Freemann- Caroll ve Friedmann yöntemleri kullanılarak hesaplanan E<sub>A</sub>, n, A ve R<sup>2</sup> değerleri Çizelge 4.10’da, grafiği ise Şekil 4. 48’de verilmiştir.

**Çizelge 4.10.** Azot ortamında PBD ve NiFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub>/PBD kompozit örneklerinin Friedmann ve Freeman-Caroll yöntemlerine göre E<sub>A</sub>, n, A ve R<sup>2</sup> değerleri

%	Freemann-Carroll Yöntemi			Friedmann Yöntemi		
	E <sub>A</sub> (kJmol <sup>-1</sup> )	n	R <sup>2</sup>	E <sub>A</sub> (kJmol <sup>-1</sup> )	A(s <sup>2</sup> )	R <sup>2</sup>
0	127,270	1,63	0,991	132,889	7,02E+06	0,998
10	187,730	1,98	0,991	187,580	1,21E+07	0,993
20	195,046	1,45	0,998	201,730	4,29E+06	0,991
25	223,230	1,58	0,995	227,762	2,05E+07	0,998
30	249,727	1,78	0,998	259,870	2,98E+07	0,992

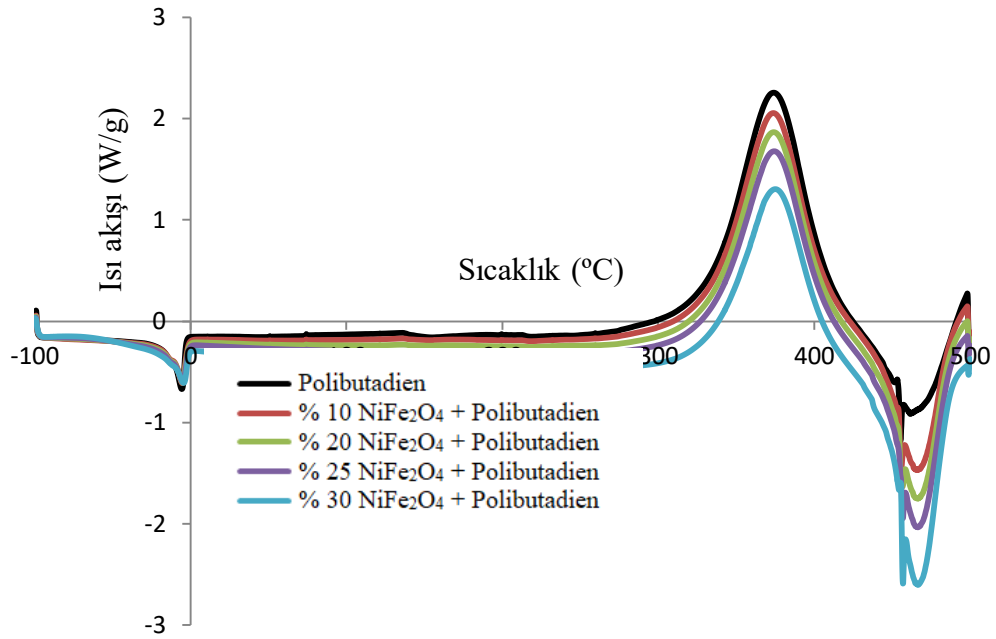


**Şekil 4.48.** Azot ortamında PBD ve NiFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub>/PBD kompozit örneklerinin Freeman-Carroll ve Friedman yöntemine göre hesaplanan aktifleşme enerjilerinin (E<sub>A</sub>) NiFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> miktarı ile değişimi

Şekil 4.48'e göre azot ortamında PBD ve NiFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub>/PBD kompozit örneklerinin hem Freeman-Carroll yöntemine hem de Friedman Yöntemine göre belirlenen aktifleşme enerjilerinde (E<sub>A</sub>) NiFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> miktarı ile bir artış gözlenmiştir.

#### 4.3.1.2. PBD ve NiFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub>/PBD kompozitlerinin DSC analizi

Nanokompozit filmlerin DSC yöntemi ile T<sub>e</sub>, T<sub>c</sub> ve T<sub>m</sub> değerlerinin belirlemek amacıyla PBD ve NiFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub>/PBD kompozitlerine ait azot ortamında kaydedilen DSC eğrileri Şekil 4.49'da verilmiştir.

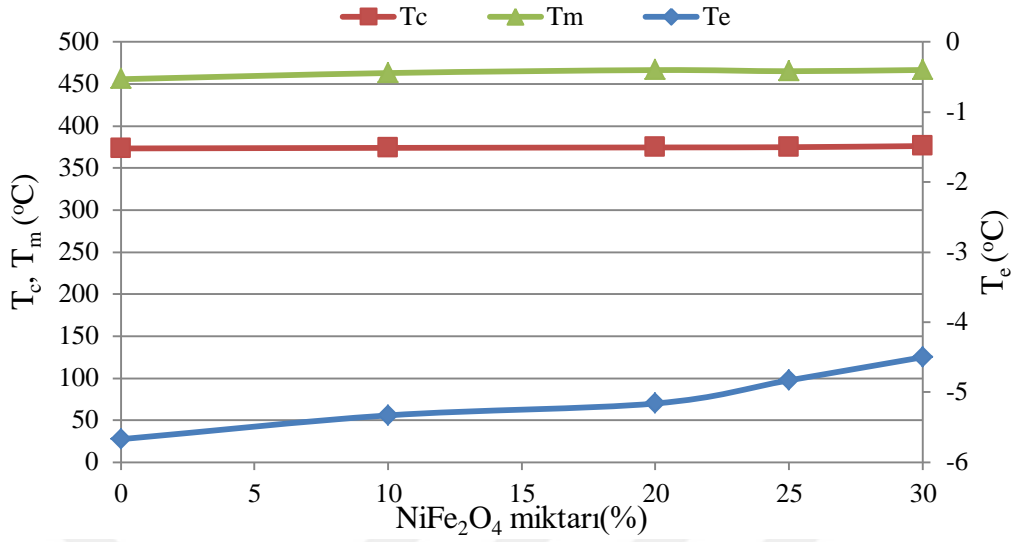


**Şekil 4.49.** Azot ortamında PBD ve NiFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub>/PBD kompozit örneklerinin DSC eğrileri

Şekil 4.49'dan elde edilen  $T_e$ ,  $T_c$  ve  $T_m$  değerleri Çizelge 4.10'da verilmiş ve Şekil 4.50'de miktarına karşı grafiğe geçirilmiştir.

**Çizelge 4.11.** Azot ortamında PBD ve NiFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub>/PBD kompozitlerinin  $T_e$ ,  $T_c$  ve  $T_m$  değerleri

%	$T_e$ (°C)	$T_c$ (°C)	$T_m$ (°C)
0	-5,67	373,33	455,67
10	-5,33	374,00	463,00
20	-5,16	374,50	466,50
25	-4,83	374,83	465,17
30	-4,50	376,16	466,65



**Şekil 4.50.** Azot ortamında PBD ve NiFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub>/PBD kompozitlerinin T<sub>e</sub>, T<sub>c</sub> ve T<sub>m</sub> değerlerinin NiFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> miktarı ile değişimi

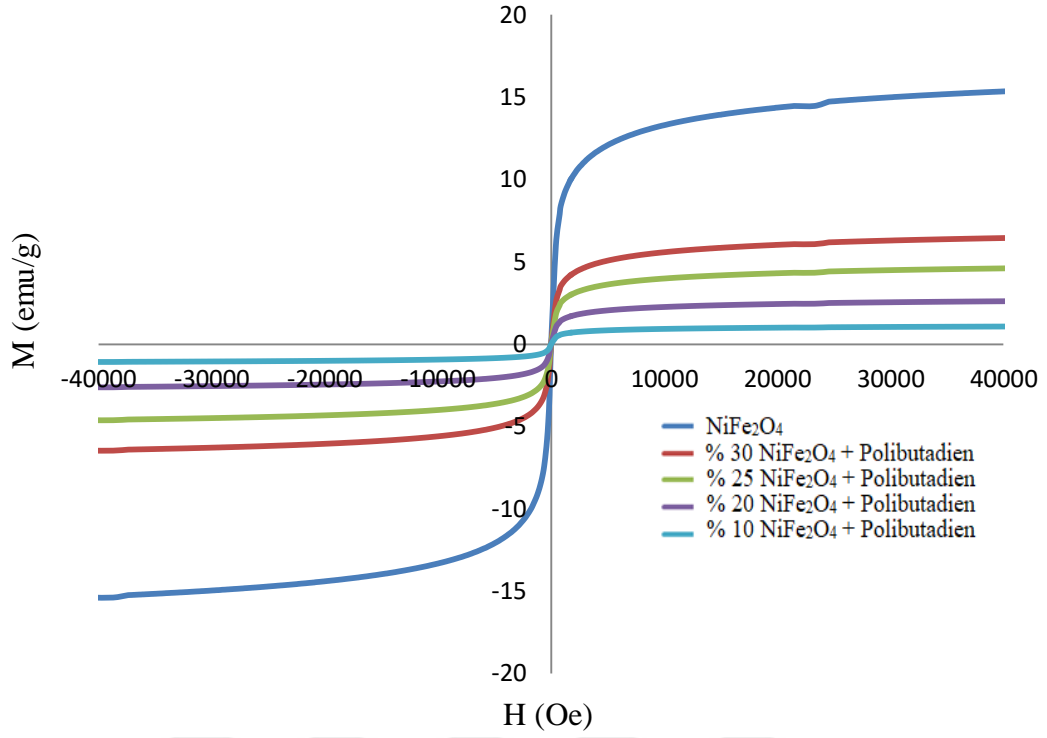
Şekil 4.50’de görüldüğü gibi, NiFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub>/PBD kompozitlerinin T<sub>c</sub> ve T<sub>m</sub> değerleri NiFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> miktarı ile hemen hemen hiç etkilenmediği halde T<sub>e</sub> değerleri NiFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> miktarı ile az da olsa artmaktadır.

#### 4.3.2. PBD ve NiFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub>/PBD kompozitlerinin manyetik özellikleri

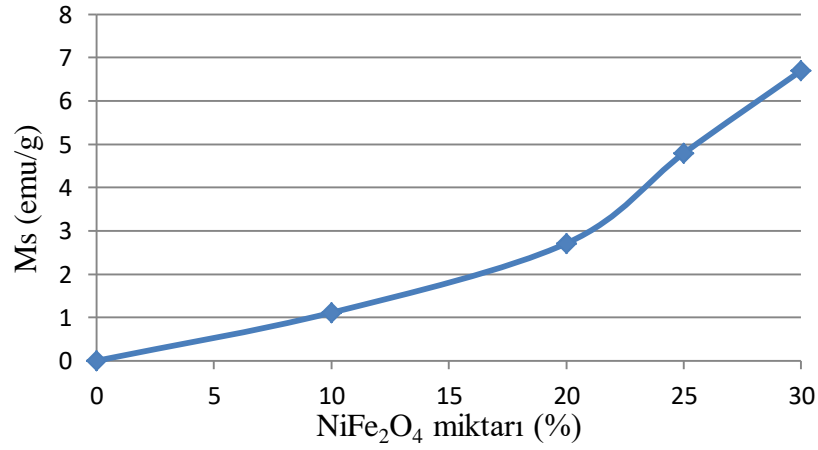
NiFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub>/PBD kompozit filmlerin manyetik özelliklerine NiFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub>’in etkisini incelemek amacıyla, titreşen örnek magnetometre (VSM) cihazı ile oda sıcaklığında manyetikleşme (M) – alan (H) eğrileri kaydedilmiş ve Şekil 4.50’de verilmiştir. Şekil 4.51’den elde edilen M<sub>s</sub> değerleri Çizelge 4.12’de görülmektedir.

**Çizelge 4.12.** PBD ve NiFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub>/ PBD kompozitlerinin M<sub>s</sub> değerleri

%	M <sub>s</sub> (emu/g)
0	0,0
10	1,11
20	2,71
25	4,79
30	6,70



Şekil 4.51. PBD ve  $\text{NiFe}_2\text{O}_4$ /PBD kompozit örneklerinin manyetikleşme (M) – alan (H) eğrileri



Şekil 4.52. PBD ve  $\text{NiFe}_2\text{O}_4$ / PBD kompozit örneklerinin  $M_s$  değerlerinin  $\text{NiFe}_2\text{O}_4$  ile değişimi

Şekil 4.52'den PBD ve  $\text{NiFe}_2\text{O}_4$ /PBD kompozit örneklerinin  $M_s$  değerlerinin  $\text{NiFe}_2\text{O}_4$  miktarı ile arttığı açıkça görülmektedir.

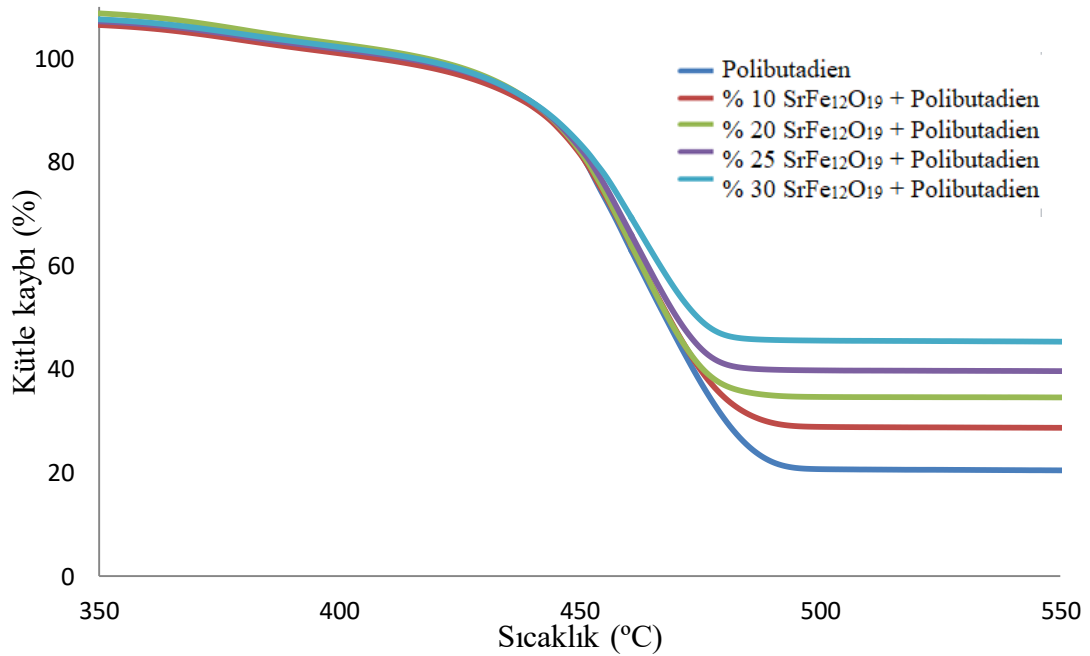
#### 4.4. SrFe<sub>12</sub>O<sub>19</sub>/PBD Kompozitlerinin Isısal ve Manyetik Özellikleri

##### 4.4.1. PBD ve SrFe<sub>12</sub>O<sub>19</sub>/PBD kompozitlerinin ısısal özellikleri

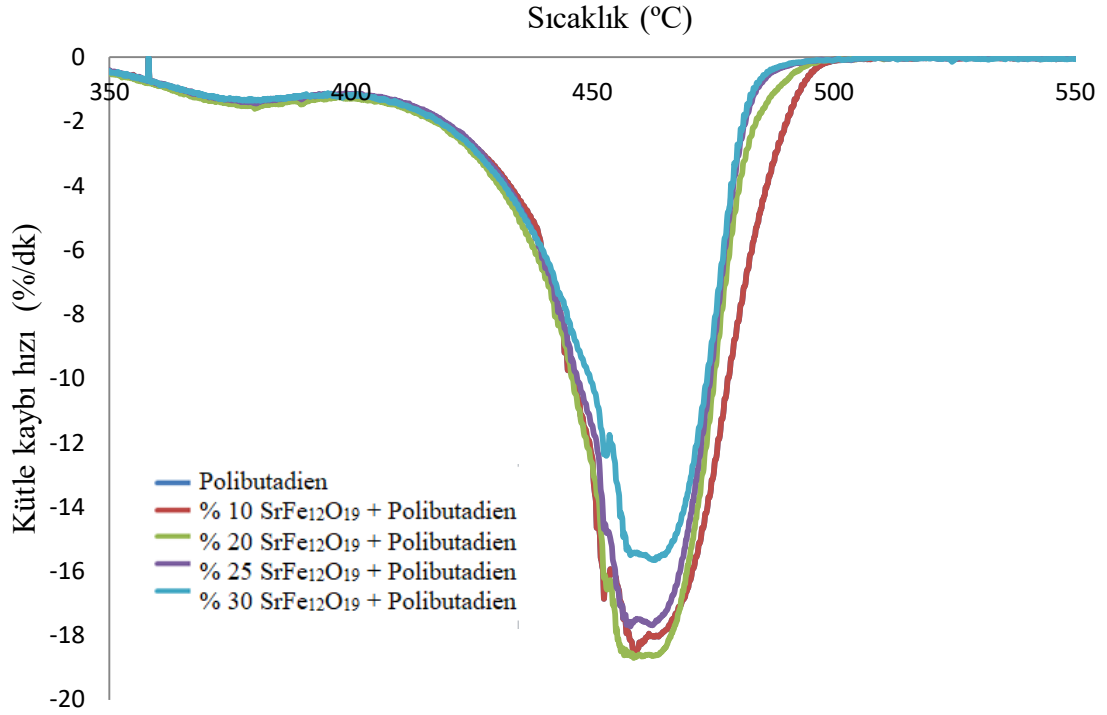
PBD ve SrFe<sub>12</sub>O<sub>19</sub>/PBD kompozitlerinin ısısal özellikleri azot ortamında TGA ve DTGA eğrileri kaydedildikten sonra Frreman Carroll yöntemine ve Friedman Yöntemine göre örneklerin ısısal bozunma tepkimelerine ait kinetic parametreleri hesaplanarak incelenmiştir. Ayrıca, azot ortamında kaydedilen DSC eğrilerinde değerlendirilmiştir.

##### 4.4.1.1. PBD ve SrFe<sub>12</sub>O<sub>19</sub>/PBD kompozitlerinin termogravimetrik analizi

PBD ve farklı miktarlarda SrFe<sub>12</sub>O<sub>19</sub> içeren SrFe<sub>12</sub>O<sub>19</sub>/PBD kompozitlerinin azot ortamında kaydedilen TGA eğrileri Şekil 4.53’de DTGA eğrileri Şekil 4.54’te gösterilmiştir.



Şekil 4.53. PBD ve SrFe<sub>12</sub>O<sub>19</sub>/PBD kompozitlerinin azot ortamında kaydedilen TGA eğrileri



**Şekil 4.54.** PBD ve SrFe<sub>12</sub>O<sub>19</sub>/PBD kompozitlerinin azot ortamında kaydedilen DTGA eğrileri

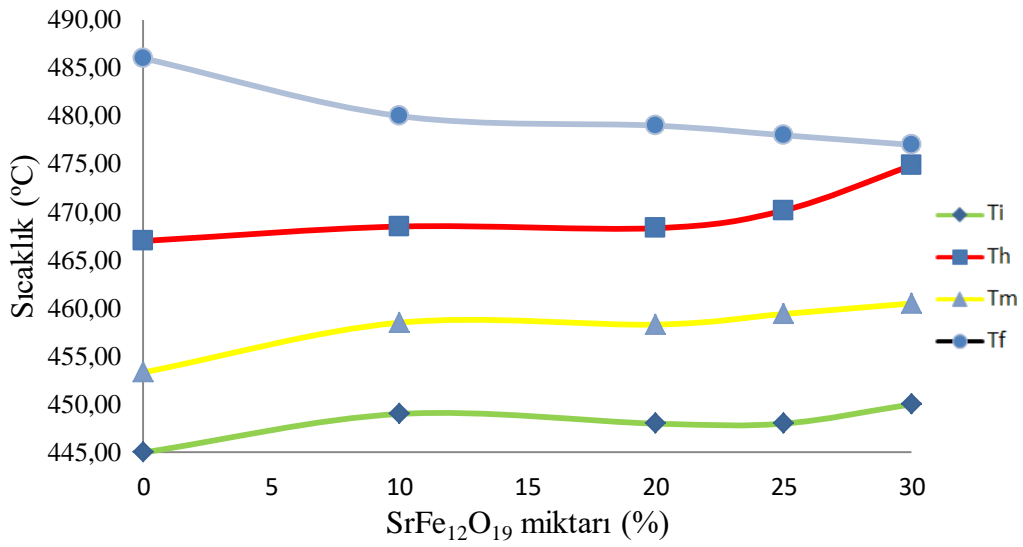
Şekil 4.53 ve Şekil 4.54'te görülen azot ortamında kaydedilmiş PBD ve SrFe<sub>12</sub>O<sub>19</sub>/PBD kompozit örneklerinin TGA ve DTGA eğrileri incelendiğinde ısıl bozunma tepkimesinin başlangıcında SrFe<sub>12</sub>O<sub>19</sub>/PBD kompozit örneklerinin ısıl kararlılığına SrFe<sub>12</sub>O<sub>19</sub> miktarının önemli bir etkisinin olmamasına rağmen, özellikle ileri safhalarda kompozit örneklerinin PBD den daha kararlı olduğu anlaşılmaktadır. Bu durum Şekil 4.54'teki DTGA eğrilerinde gözlenen piklerde daha iyi anlaşılmaktadır. Aynı zamanda, SrFe<sub>12</sub>O<sub>19</sub>/PBD kompozitlerine ait piklerin şiddetlerinin de SrFe<sub>12</sub>O<sub>19</sub> içeriği ile orantılı bir şekilde azalmaktadır.

Bu nitel değerlendirmeyi nicel olarak ta yapabilmek için Şekil 4.53 ve Şekil 4.54'te görülen PBD ve SrFe<sub>12</sub>O<sub>19</sub>/PBD kompozitlerine ait azot ortamında TGA ve DTGA eğrilerinden elde edilen T<sub>i</sub>, T<sub>f</sub>, T<sub>h</sub>, T<sub>m</sub>, W<sub>600</sub>, R<sub>m</sub> ve W<sub>m</sub> değerleri Çizelge 4.13'te ve Şekil 4.55 ve Şekil 4.56'da verilmiştir.



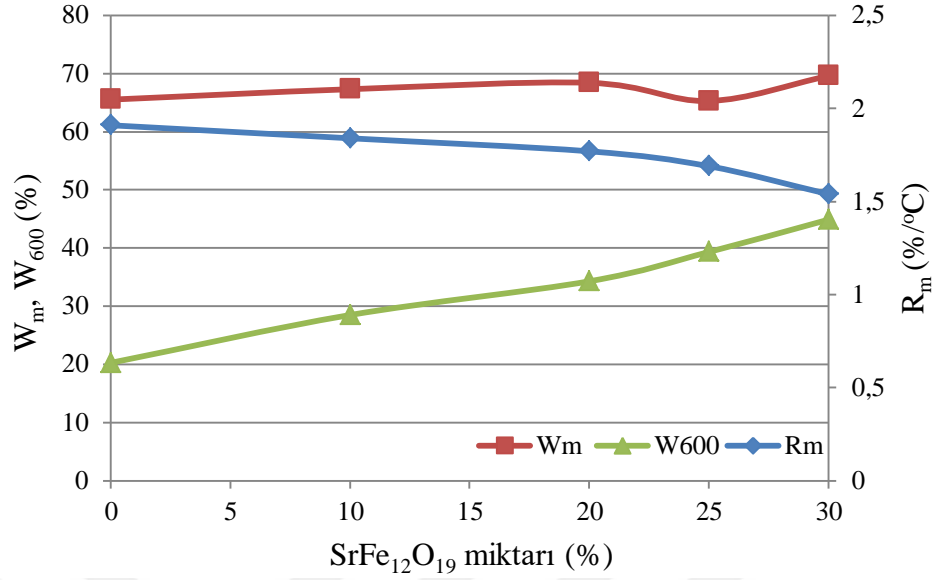
**Çizelge 4.13.** Azot ortamında PBD ve SrFe<sub>12</sub>O<sub>19</sub> / PBD kompozitlerinin T<sub>i</sub>, T<sub>h</sub>, T<sub>m</sub>, T<sub>f</sub>, R<sub>m</sub>, W<sub>m</sub> ve W<sub>600</sub> değerleri

%	T <sub>i</sub> (°C)	T <sub>h</sub> (°C)	T <sub>m</sub> (°C)	T <sub>f</sub> (°C)	R <sub>m</sub> (%/°C)	W <sub>m</sub> (%)	W <sub>600</sub> (%)
0	445,00	467,00	453,33	486,00	1,91	65,53	20,26
10	449,00	468,50	458,50	480,00	1,84	67,32	28,48
20	448,00	468,33	458,30	479,00	1,77	68,42	34,28
25	448,00	470,17	459,40	478,00	1,69	65,30	39,32
30	450,00	474,84	460,50	477,00	1,54	69,60	44,88



**Şekil 4.55.** PBD ve SrFe<sub>12</sub>O<sub>19</sub>/PBD kompozitinin azot ortamında TGA-DTGA eğrilerinden elde edilen T<sub>i</sub>, T<sub>f</sub>, T<sub>h</sub> ve T<sub>m</sub> değerlerinin SrFe<sub>12</sub>O<sub>19</sub> miktarı ile değişimi

Şekil 4.55'e göre azot ortamında farklı miktarlarda SrFe<sub>12</sub>O<sub>19</sub> içeren kompozit örneklerinin T<sub>i</sub>, T<sub>f</sub>, T<sub>h</sub> ve T<sub>m</sub> değerleri PBD örneği ile kıyaslandığında; T<sub>i</sub>, T<sub>m</sub> ve T<sub>h</sub> değerlerinde artış, T<sub>f</sub> değerlerinde ise azalma gözlenmiştir.



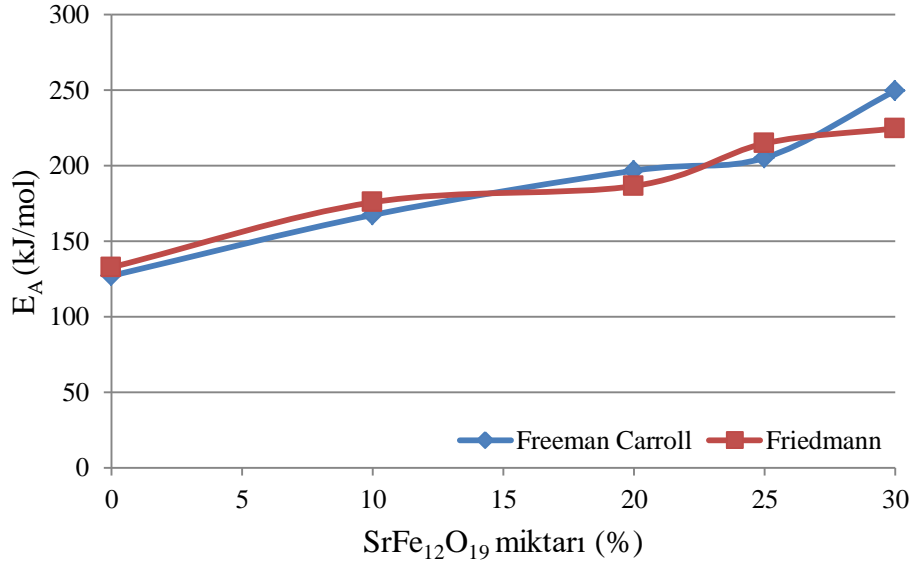
**Şekil 4.56.** PBD ve SrFe<sub>12</sub>O<sub>19</sub>/PBD kompozitinin azot ortamında TGA-DTGA eğrilerinden elde edilen W<sub>m</sub>, R<sub>m</sub>, ve W<sub>600</sub> değerlerinin SrFe<sub>12</sub>O<sub>19</sub> miktarı ile değişimi

Şekil 4.56'ya göre azot ortamında farklı miktarlarda SrFe<sub>12</sub>O<sub>19</sub> içeren kompozit örneklerinin W<sub>m</sub> değerleri PBD örneğine göre çok az artmıştır. R<sub>m</sub> değerleri çok az azalmış W<sub>600</sub> değerleri ise sürekli artmıştır.

PBD ve tüm SrFe<sub>12</sub>O<sub>19</sub>/PBD kompozit örneklerinin azot ortamındaki ısıl bozunma tepkimelerinin Freemann-Caroll ve Friedmann yöntemleri kullanılarak hesaplanan E<sub>A</sub>, n, A ve R<sup>2</sup> değerleri Çizelge 4.14'te verilmiştir. PBD ve tüm SrFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub>/PBD kompozit örneklerinin hesaplanan E<sub>A</sub> değerinin SrFe<sub>12</sub>O<sub>19</sub> miktarı ile değişimi de Şekil 4.57'de görülmektedir.

**Çizelge 4.14.** Azot ortamında PBD ve SrFe<sub>12</sub>O<sub>19</sub>/PBD kompozit örneklerinin Friedmann ve Freeman-Caroll yöntemlerine göre E<sub>A</sub>, n, A ve R<sup>2</sup> değerleri

%	Freemann-Carroll Yöntemi			Friedmann Yöntemi		
	E <sub>A</sub> (kJmol <sup>-1</sup> )	n	R <sup>2</sup>	E <sub>A</sub> (kJmol <sup>-1</sup> )	A(s <sup>2</sup> )	R <sup>2</sup>
0	127,270	1,63	0,991	132,889	7,02E+06	0,998
10	167,527	1,14	0,993	175,915	5,28E+06	0,995
20	196,842	2,10	0,992	186,657	1,08E+07	0,994
25	205,347	2,06	0,991	214,842	3,98E+06	0,996
30	249,727	1,78	0,994	224,843	2,69E+06	0,998

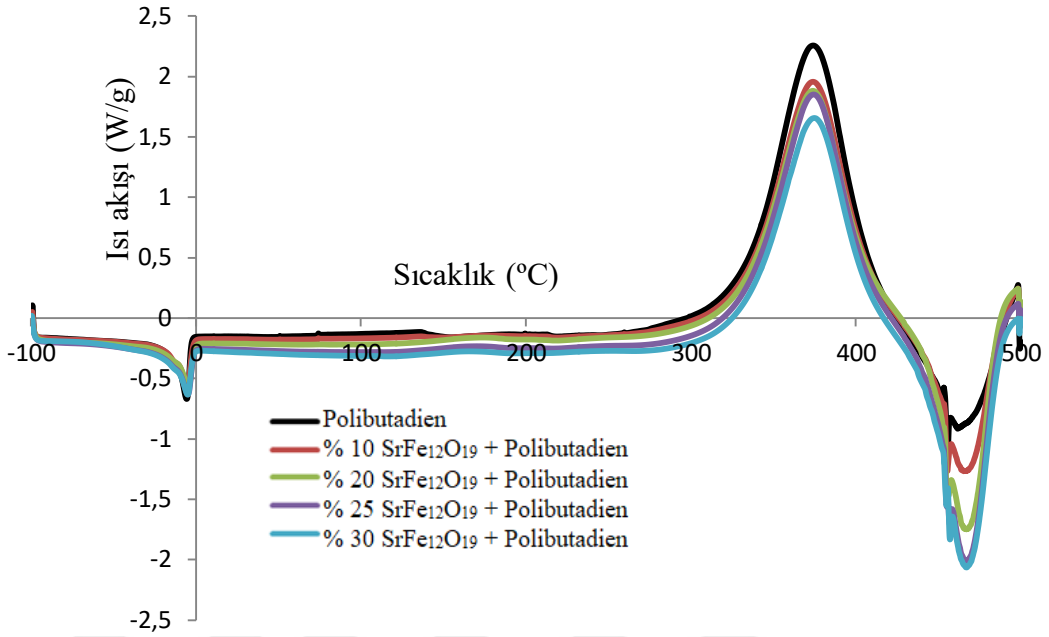


**Şekil 4.57.** Azot ortamında PBD ve SrFe<sub>12</sub>O<sub>19</sub>/PBD kompozit örneklerinin Friedmann ve Freeman-Carroll yöntemlerine göre bulunan E<sub>A</sub> değerlerinin ve SrFe<sub>12</sub>O<sub>19</sub> miktarı ile değişimi

Şekil 4.57'ye göre azot ortamında PBD ve SrFe<sub>12</sub>O<sub>19</sub>/PBD kompozit örneklerinin hem Freeman-Carroll yöntemine hem de Friedman yöntemine göre belirlenen aktifleşme enerjilerinde (E<sub>A</sub>) NiFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> miktarı ile bir artış gözlenmiştir.

#### 4.4.1.2. PBD ve SrFe<sub>12</sub>O<sub>19</sub>/PBD kompozitlerinin DSC analizi

PBD ve SrFe<sub>12</sub>O<sub>19</sub>/PBD kompozitlerinin filmlerin diferansiyel taramalı kalorimetre analizi (DSC) yöntemi ile T<sub>e</sub>, T<sub>c</sub> ve T<sub>m</sub> değerleri belirlenmiştir. PBD ve SrFe<sub>12</sub>O<sub>19</sub>/PBD kompozitlerine ait azot ortamında elde edilen DSC eğrileri Şekil 4.58 gösterilmiştir. Ondan elde edilen sonuçlar Çizelge 4.14 görülmektedir. Farklı yüzdelerde manyetik malzeme içeren kompozitlerin T<sub>e</sub>, T<sub>c</sub> ve T<sub>m</sub> değerlerinin SrFe<sub>12</sub>O<sub>19</sub> miktarı ile değişimleri Şekil 4.59'da gösterilmiştir.

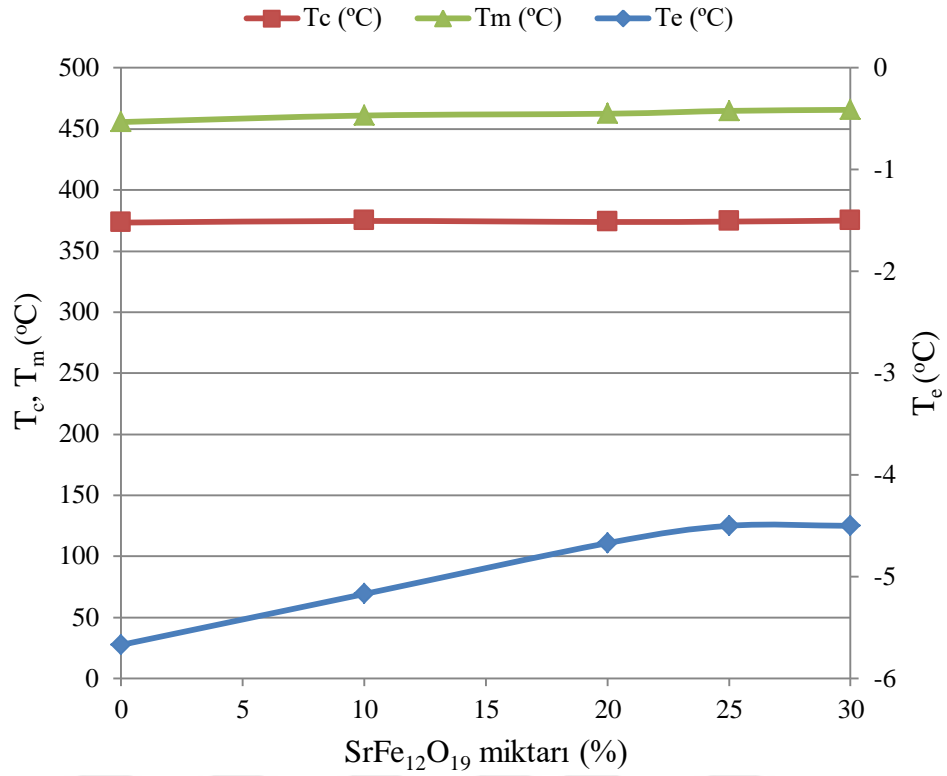


**Şekil 4.58.** Azot ortamında PBD ve  $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$  /PBD kompozit örneklerinin DSC eğrileri

Şekil 4.58'den elde edilen  $T_e$ ,  $T_c$  ve  $T_m$  değerleri Çizelge 4.15'te verilmiş ve Şekil 4.59'da miktarına karşı grafiğe geçirilmiştir.

**Çizelge 4.15.** Azot ortamında PBD ve  $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$ /PBD kompozitlerinin  $T_e$ ,  $T_c$  ve  $T_m$  değerleri

%	$T_e$ (°C)	$T_c$ (°C)	$T_m$ (°C)
0	-5,67	373,33	455,67
10	-5,17	374,67	461,00
20	-4,67	373,84	462,50
25	-4,50	374,17	464,83
30	-4,50	375,00	465,68

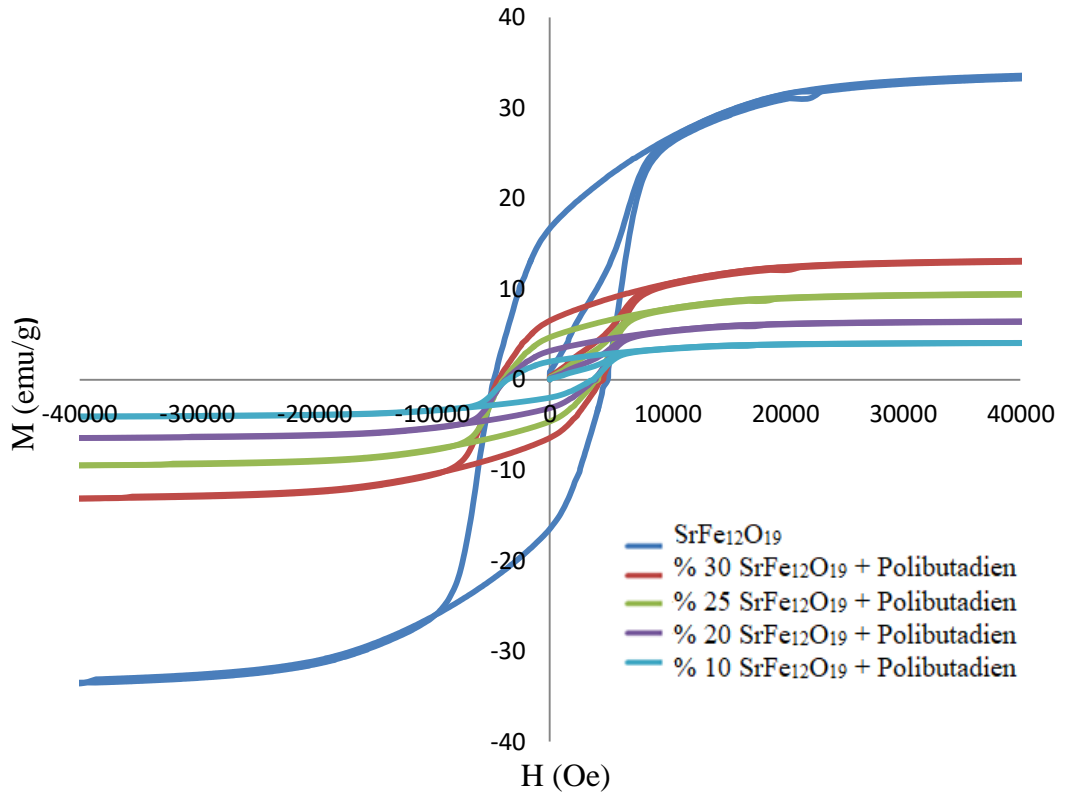


**Şekil 4.59.** Azot ortamında PBD ve SrFe<sub>12</sub>O<sub>19</sub>/PBD kompozitlerinin T<sub>e</sub>, T<sub>c</sub> ve T<sub>m</sub> değerlerinin SrFe<sub>12</sub>O<sub>19</sub> miktarı ile değişimi

Şekil 4.59'dan görüldüğü gibi, SrFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub>/PBD kompozitlerinin T<sub>c</sub> ve T<sub>m</sub> değerleri SrFe<sub>12</sub>O<sub>19</sub> miktarı ile hemen hemen hiç değişmezken T<sub>e</sub> değerleri SrFe<sub>12</sub>O<sub>19</sub> miktarı ile az da olsa sürekli olarak artmaktadır.

#### 4.4.2. PBD ve SrFe<sub>12</sub>O<sub>19</sub>/PBD kompozitlerinin manyetik özellikleri

SrFe<sub>12</sub>O<sub>19</sub>/PBD kompozit filmlerin manyetik özelliklerine SrFe<sub>12</sub>O<sub>19</sub>'ün etkisini incelemek amacıyla, titreşen örnek magnetometre (VSM) cihazı ile oda sıcaklığında manyetikleşme (M) – alan (H) eğrileri kaydedilmiş ve Şekil 4.60'da verilmiştir.

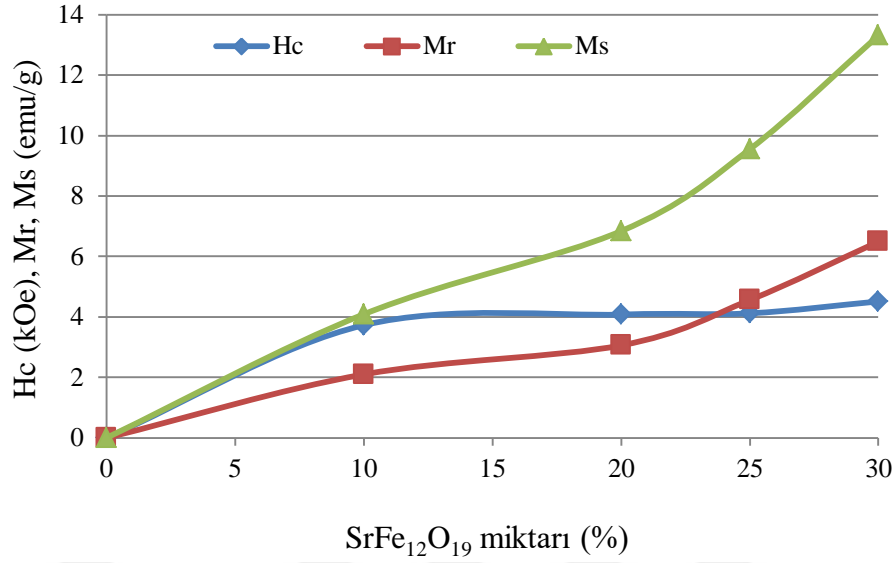


**Şekil 4.60.** PBD ve  $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$ /PBD kompozit örneklerinin manyetikleşme ( $M$ ) – alan ( $H$ ) eğrileri

Şekil 4.60'tan elde edilen  $H_c$ ,  $M_r$  ve  $M_s$  değerleri Çizelge 4.16'da  $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$  miktarı ile değişimi de Şekil 4.61'da verilmiştir.

**Çizelge 4.16.** PBD ve  $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$ /PBD kompozitlerinin  $H_c$ ,  $M_r$  ve  $M_s$  değerleri

%	$H_c$ (kOe)	$M_r$ (emu/g)	$M_s$ (emu/g)
0	0,000	0,00	0,00
10	3,728	2,10	4,09
20	4,080	3,06	6,84
25	4,121	4,56	9,55
30	4,513	6,49	13,31



**Şekil 4.61.** PBD ve SrFe<sub>12</sub>O<sub>19</sub> /PBD kompozitlerinin H<sub>c</sub>, M<sub>r</sub> ve M<sub>s</sub> değerlerinin SrFe<sub>12</sub>O<sub>19</sub> miktarı ile değişimi

Şekil 4.61'e göre, SrFe<sub>12</sub>O<sub>19</sub> /PBD kompozitlerinin koersivitesi SrFe<sub>12</sub>O<sub>19</sub> miktarı ile değişmemesine rağmen, kalıcı mıknatıslanma artmakta, doyum mıknatıslanma ise nispeten daha hızlı bir şekilde artmaktadır.

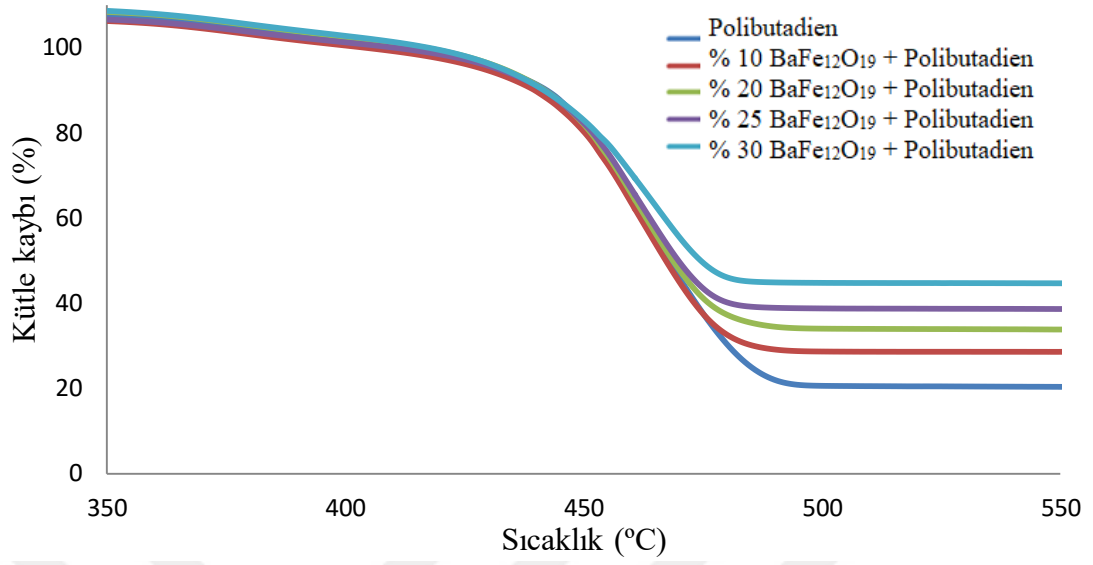
#### 4.5. BaFe<sub>12</sub>O<sub>19</sub>/PBD Kompozitlerinin Isısal ve Manyetik Özellikleri

##### 4.5.1. PBD ve BaFe<sub>12</sub>O<sub>19</sub>/PBD kompozitlerinin ısısal özellikleri

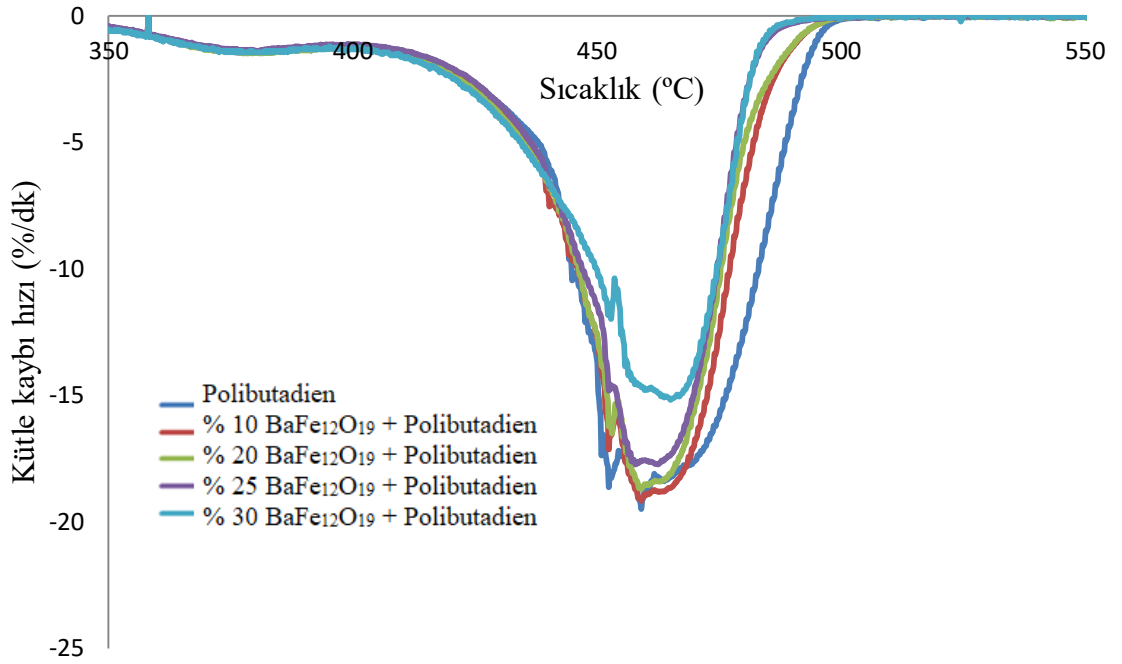
PBD ve BaFe<sub>12</sub>O<sub>19</sub>/PBD kompozitlerinin ısısal özellikleri azot ortamında TGA ve DTGA eğrileri kaydedildikten sonra Freeman-Carroll yöntemine ve Friedman yöntemine göre örneklerin ısısal bozunma tepkimelerine ait kinetik parametreleri hesaplanarak incelenmiştir. Ayrıca, azot ortamında kaydedilen DSC eğrilerinde değerlendirilmiştir.

##### 4.5.1.1. PBD ve BaFe<sub>12</sub>O<sub>19</sub>/PBD kompozitlerinin termogravimetrik analizi

PBD ve farklı miktarlarda BaFe<sub>12</sub>O<sub>19</sub> içeren BaFe<sub>12</sub>O<sub>19</sub>/PBD kompozitlerinin azot ortamında kaydedilen TGA eğrileri Şekil 4.62'de DTGA eğrileri Şekil 4.63'te gösterilmiştir.



Şekil 4.62. PBD ve BaFe<sub>12</sub>O<sub>19</sub>/PBD kompozitlerinin azot ortamında kaydedilen TGA eğrileri



Şekil 4.63. PBD ve BaFe<sub>12</sub>O<sub>19</sub>/PBD kompozitlerinin azot ortamında DTGA eğrileri

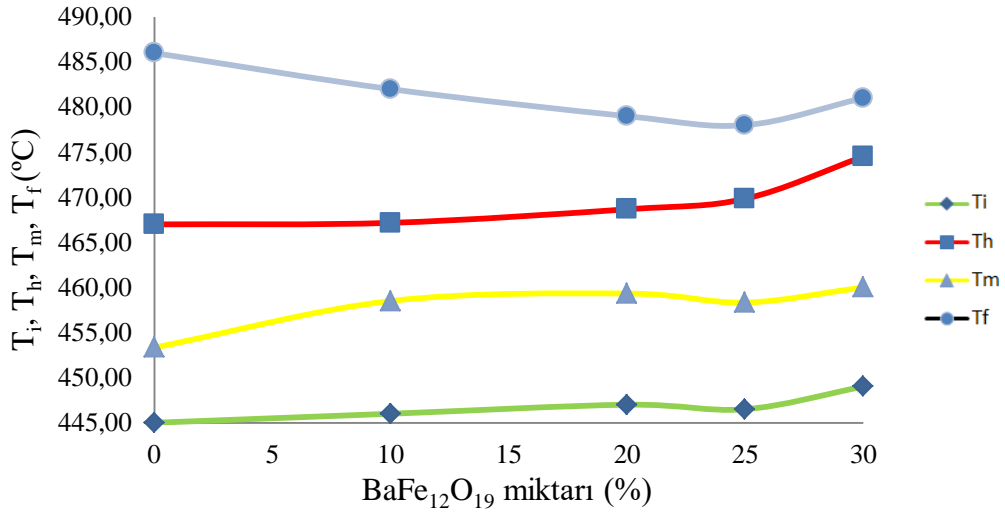
Şekil 4.62'deki TGA eğrilerinden Şekil 4.63'teki DTGA eğrilerinden elde edilen  $T_i$ ,  $T_h$ ,  $T_m$ ,  $T_f$ ,  $R_m$ ,  $W_m$  ve  $W_{600}$  değerleri Çizelge 4.17'de verilmiştir.



**Çizelge 4.17.** Azot ortamında PBD ve BaFe<sub>12</sub>O<sub>19</sub>/PBD kompozitlerinin T<sub>i</sub>, T<sub>h</sub>, T<sub>m</sub>, T<sub>f</sub>, R<sub>m</sub>, W<sub>m</sub> ve W<sub>600</sub> değerleri

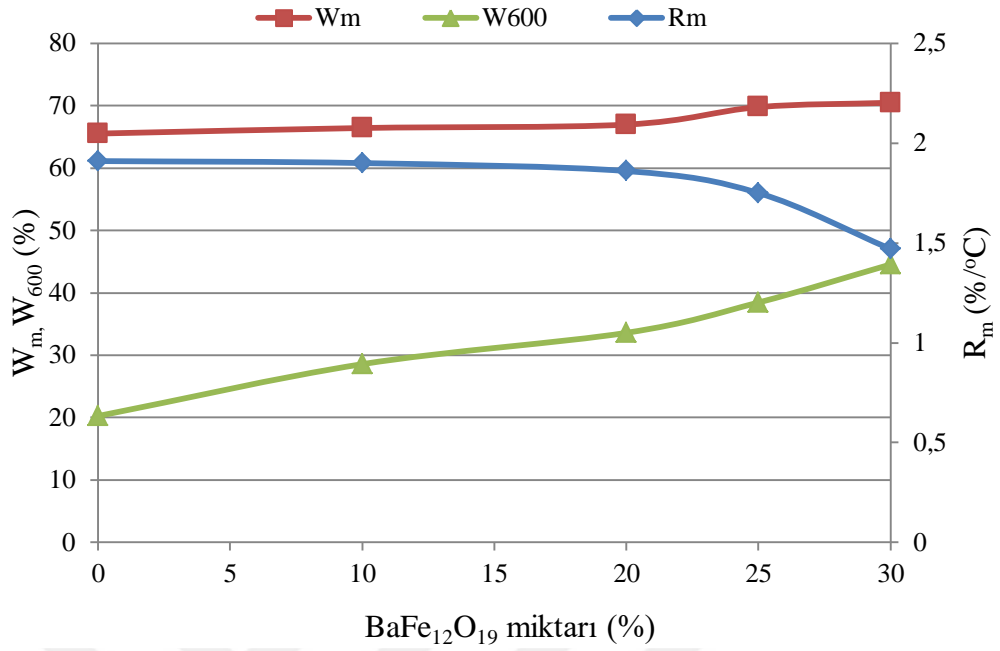
%	T <sub>i</sub> (°C)	T <sub>h</sub> (°C)	T <sub>m</sub> (°C)	T <sub>f</sub> (°C)	R <sub>m</sub> (%/°C)	W <sub>m</sub> (%)	W <sub>600</sub> (%)
0	445,00	467,00	453,33	486,00	1,91	65,53	20,26
10	446,00	467,17	458,50	482,00	1,90	66,42	28,57
20	447,00	468,67	459,33	479,00	1,86	66,97	33,59
25	446,00	469,83	458,33	478,00	1,75	69,77	38,45
30	449,00	474,50	460,00	481,00	1,47	70,47	44,54

Çizelge 4.17'deki azot ortamında PBD ve BaFe<sub>12</sub>O<sub>19</sub>/PBD kompozitlerinin T<sub>i</sub>, T<sub>h</sub>, T<sub>m</sub>, T<sub>f</sub>, R<sub>m</sub>, W<sub>m</sub> ve W<sub>600</sub> değerleri kompozitlerde bulunan BaFe<sub>12</sub>O<sub>19</sub> miktarına karşı grafiğe geçirilmiş sırasıyla Şekil 4.64 ve 4.65'te verilmiştir.



**Şekil 4.64.** PBD ve BaFe<sub>12</sub>O<sub>19</sub>/PBD kompozitinin azot ortamında TGA-DTGA eğrilerinden elde edilen T<sub>i</sub>, T<sub>f</sub>, T<sub>h</sub> ve T<sub>m</sub> değerlerinin BaFe<sub>12</sub>O<sub>19</sub> miktarı ile değişimi

Şekil 4.64'de görülen azot ortamındaki kompozit örneklerinin T<sub>i</sub>, T<sub>f</sub>, T<sub>h</sub> ve T<sub>m</sub> değerlerinin BaFe<sub>12</sub>O<sub>19</sub> miktarı ile değişimi incelendiğinde; T<sub>i</sub> ve T<sub>m</sub> değerlerinin BaFe<sub>12</sub>O<sub>19</sub> miktarı ile pek artmadığı halde T<sub>h</sub> değeri artmakta, T<sub>f</sub> değerlerinin ise azaldığı görülmektedir.



**Şekil 4.65.** PBD ve BaFe<sub>12</sub>O<sub>19</sub>/PBD kompozitinin azot ortamında TGA-DTGA eğrilerinden elde edilen W<sub>m</sub>, R<sub>m</sub> ve W<sub>600</sub> değerlerinin BaFe<sub>12</sub>O<sub>19</sub> miktarı ile değişimi

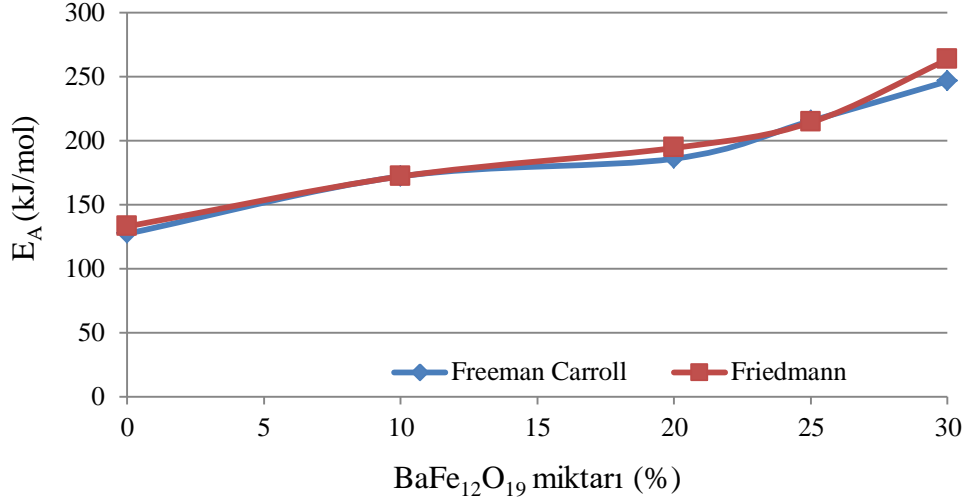
Şekil 4.65'e göre azot ortamında farklı miktarlarda BaFe<sub>12</sub>O<sub>19</sub> içeren kompozit örneklerinin W<sub>600</sub> değerlerinin BaFe<sub>12</sub>O<sub>19</sub> miktarı ile arttığı, R<sub>m</sub> değerlerinin ancak %20'den sonra azaldığı, W<sub>m</sub> değerinin pek değişmediği görülmektedir.

Şekil 4.62 ve Şekil 4.63'teki eğrilere Freeman-Carroll yönteminin ve Friedmann yönteminin uygulanmasıyla elde edilen kinetik parameteler Çizelge 4.18'de verilmiştir.

**Çizelge 4.18.** Azot ortamında PBD ve BaFe<sub>12</sub>O<sub>19</sub>/PBD kompozit örneklerinin Friedmann ve Freeman-Carroll yöntemlerine göre E<sub>A</sub>, n, A ve R<sup>2</sup> değerleri

%	Freemman-Carroll Yöntemi			Friedmann Yöntemi		
	E <sub>A</sub> (kJmol <sup>-1</sup> )	n	R <sup>2</sup>	E <sub>A</sub> (kJmol <sup>-1</sup> )	A(s <sup>2</sup> )	R <sup>2</sup>
0	127,270	1,63	0,991	132,889	7,02E+06	0,998
10	172,016	1,21	0,996	171,991	2,68E+07	0,996
20	185,817	1,90	0,994	194,206	1,74 E+06	0,994
25	215,332	1,14	0,996	214,185	3,28E+06	0,996
30	246,318	1,71	0,993	263,159	7,69E+05	0,993

PBD ve BaFe<sub>12</sub>O<sub>19</sub>/PBD kompozit örneklerinin azot ortamında verdiği ısıl bozunma tepkimelerine ait E<sub>A</sub> değerleri BaFe<sub>12</sub>O<sub>19</sub> miktarına karşı grafiğe geçirilmiş ve Şekil 4.66'da verilmiştir.

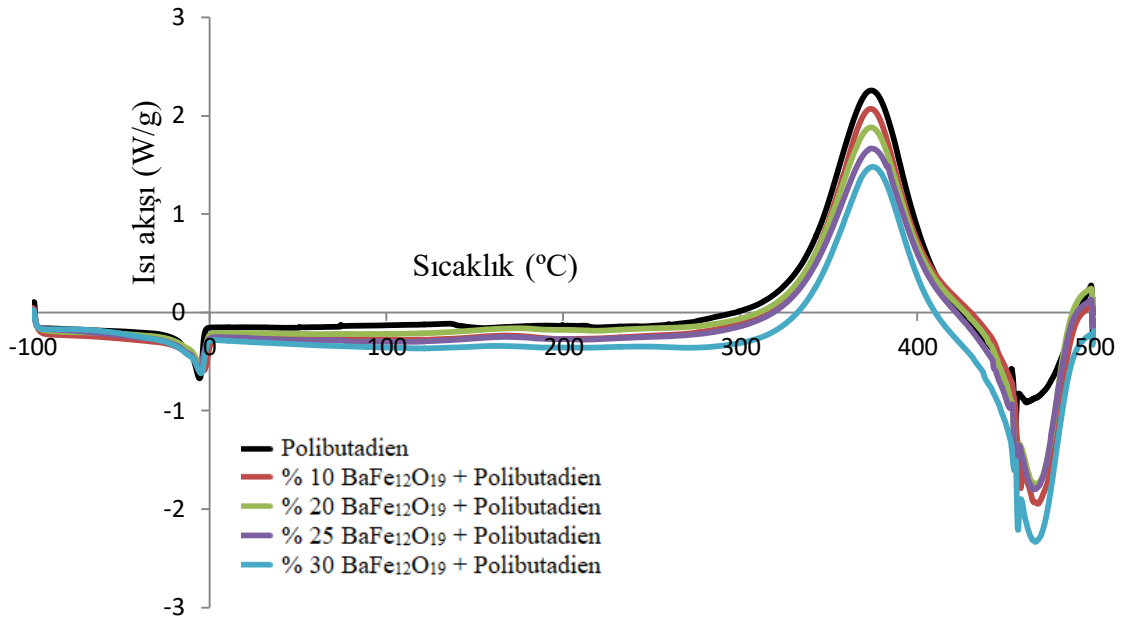


**Şekil 4.66.** Azot ortamında PBD ve BaFe<sub>12</sub>O<sub>19</sub>/PBD kompozit örneklerinin Freeman-Carroll yöntemine ve Friedmann yöntemine göre hesaplanan aktifleşme enerjilerinin (E<sub>A</sub>) BaFe<sub>12</sub>O<sub>19</sub> miktarı ile değişimi

Şekil 4.66'ya göre azot ortamında PBD ve BaFe<sub>12</sub>O<sub>19</sub>/PBD kompozit örneklerinin hem Freeman-Carroll yöntemine hem de Friedmann yöntemine göre hesaplanan aktifleşme enerjilerinin miktarı ile arttığı açıkça gözlenmektedir.

#### 4.5.1.2. PBD ve SrFe<sub>12</sub>O<sub>19</sub>/PBD kompozitlerinin DSC analizi

PBD ve BaFe<sub>12</sub>O<sub>19</sub>/PBD kompozitlerinin filmlerin DSC yöntemi ile T<sub>e</sub>, T<sub>c</sub> ve T<sub>m</sub> değerleri belirlenmiştir. PBD ve BaFe<sub>12</sub>O<sub>19</sub>/PBD kompozitlerine ait azot ortamında elde edilen DSC eğrileri Şekil 4.67'de gösterilmiştir.

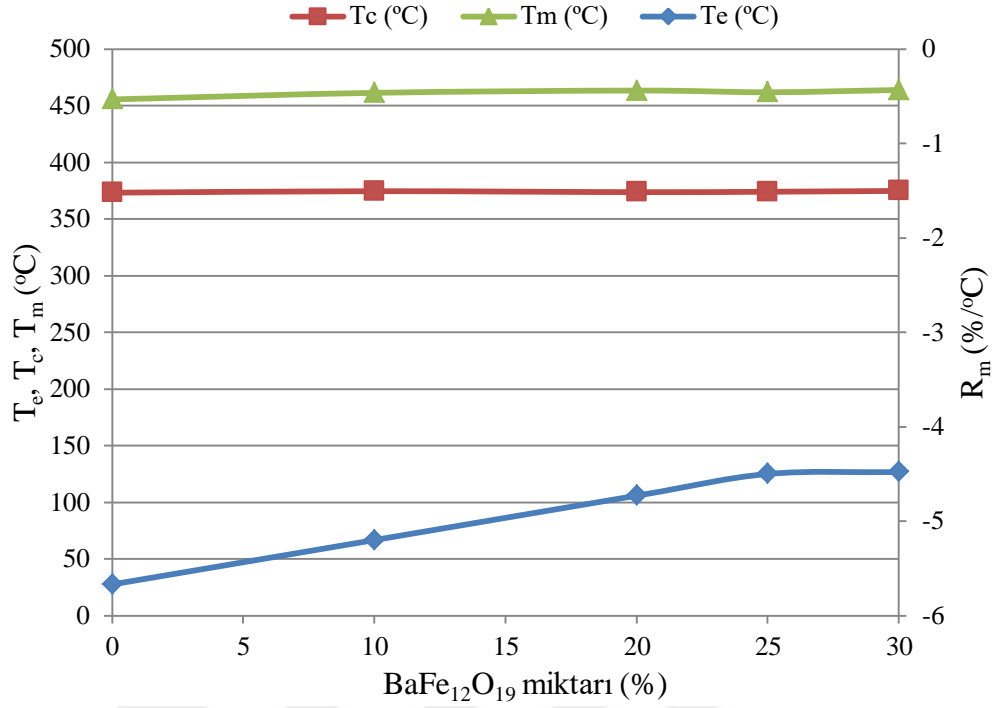


**Şekil 4.67.** Azot ortamında PBD/BaFe<sub>12</sub>O<sub>19</sub> kompozit örneklerinin DSC eğrileri

Şekil 4.67’de elde edilen sonuçlar Çizelge 4.19’da görülmektedir. Farklı miktarlarda BaFe<sub>12</sub>O<sub>19</sub> içeren kompozitlerin  $T_e$ ,  $T_c$  ve  $T_m$  değerlerinin BaFe<sub>12</sub>O<sub>19</sub> miktarı ile değişimleri Şekil 4.68’de gösterilmiştir.

**Çizelge 4.19.** Azot ortamında PBD ve BaFe<sub>12</sub>O<sub>19</sub>/PBD kompozitlerinin  $T_e$ ,  $T_c$  ve  $T_m$  değerleri

%	$T_e$ (°C)	$T_c$ (°C)	$T_m$ (°C)
0	-5,67	373,33	455,67
10	-5,20	374,65	461,50
20	-4,73	373,82	463,50
25	-4,50	374,19	462,00
30	-4,48	374,90	464,00

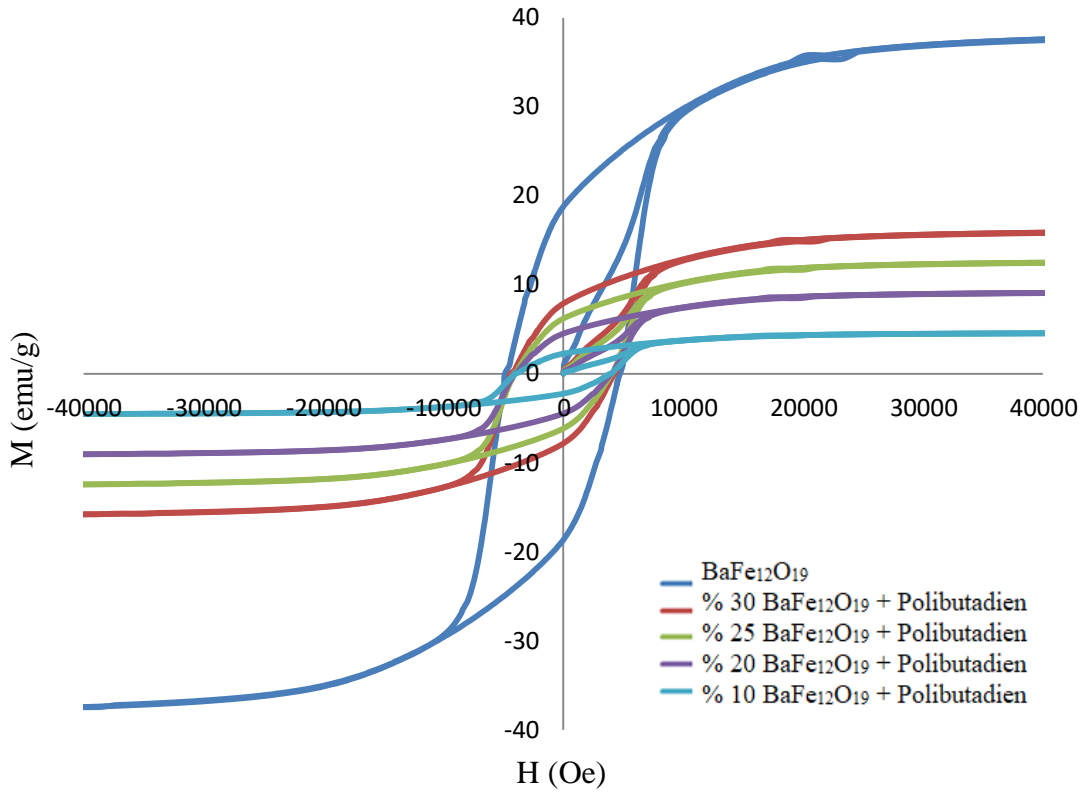


**Şekil 4.68.** Farklı miktarlarda BaFe<sub>12</sub>O<sub>19</sub> içeren BaFe<sub>12</sub>O<sub>19</sub>/PBD kompozitlerin T<sub>e</sub>, T<sub>c</sub> ve T<sub>m</sub> değerlerinin BaFe<sub>12</sub>O<sub>19</sub> miktarı ile değişimi

Şekil 4.68’de BaFe<sub>12</sub>O<sub>19</sub>/PBD kompozitlerin T<sub>c</sub> ve T<sub>m</sub> değerlerinin BaFe<sub>12</sub>O<sub>19</sub> miktarı ile pek değişmediği halde T<sub>e</sub> değeri arttığı görülmektedir.

#### 4.5.2. PBD ve BaFe<sub>12</sub>O<sub>19</sub>/PBD kompozitlerinin manyetik özellikleri

BaFe<sub>12</sub>O<sub>19</sub>/PBD kompozit filmlerin manyetik özelliklerine BaFe<sub>12</sub>O<sub>19</sub>’in etkisini incelemek amacıyla, titreşen örnek magnetometre (VSM) cihazı ile oda sıcaklığında manyetikleşme (M) – alan (H) eğrileri kaydedilmiş ve Şekil 4.69’da verilmiştir.

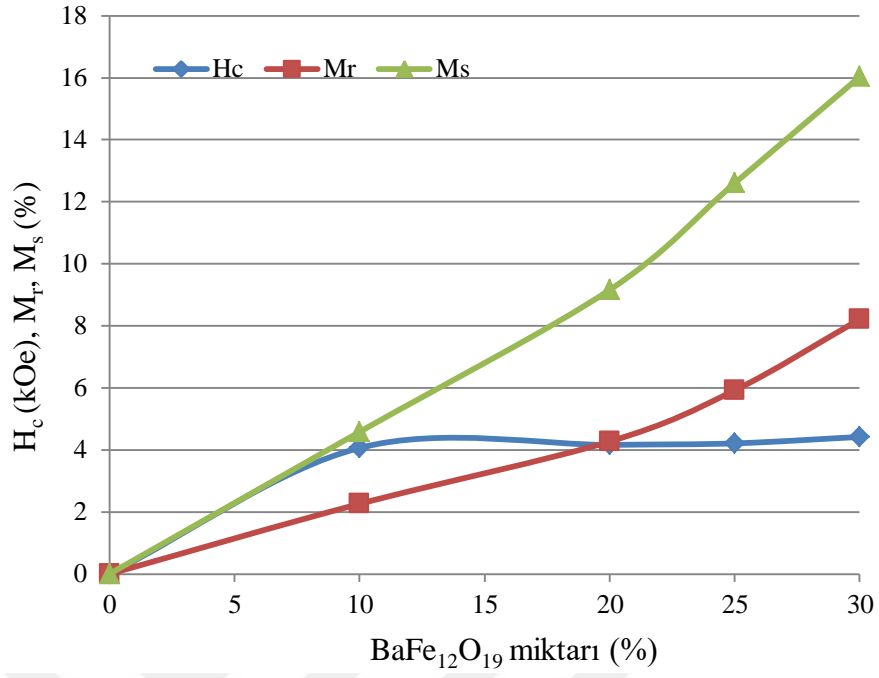


**Şekil 4.69.** PBD ve BaFe<sub>12</sub>O<sub>19</sub>/PBD kompozit örneklerinin manyetikleşme (M) – alan (H) eğrileri

Şekil 4.69'dan elde edilen BaFe<sub>12</sub>O<sub>19</sub>/PBD kompozit örneklerine ait H<sub>c</sub>, M<sub>r</sub> ve M<sub>s</sub> değerleri Çizelge 4.20'de; BaFe<sub>12</sub>O<sub>19</sub> miktarı ile değişimi de Şekil 4.70'te verilmiştir.

**Çizelge 4.20.** PBD ve BaFe<sub>12</sub>O<sub>19</sub>/PBD kompozitlerinin H<sub>c</sub>, M<sub>r</sub> ve M<sub>s</sub> değerleri

%	H <sub>c</sub> (kOe)	M <sub>r</sub> (emu/g)	M <sub>s</sub> (emu/g)
0	0,000	0,00	0,00
10	4,064	2,26	4,58
20	4,162	4,27	9,16
25	4,211	5,92	12,60
30	4,418	8,21	16,03
100	4,896	18,42	38,00



**Şekil 4.70.** PBD ve BaFe<sub>12</sub>O<sub>19</sub>/PBD kompozitlerinin H<sub>c</sub>, M<sub>r</sub> ve M<sub>s</sub> değerlerinin BaFe<sub>12</sub>O<sub>19</sub> miktarı ile değişimi

Şekil 4.70'e göre, BaFe<sub>12</sub>O<sub>19</sub> /PBD kompozitlerinin koersivitesi BaFe<sub>12</sub>O<sub>19</sub> miktarı ile değişmemesine rağmen, kalıcı mıknatıslanma artmakta, doyum mıknatıslanma ise nispeten daha hızlı bir şekilde artmaktadır.

## 5. SONUÇ VE ÖNERİLER

Bu tez çalışmasında farklı ferrit yapılarında kütlece farklı bileşimlerde manyetik kompozit malzeme hazırlanmıştır. Bunun için; kompozit malzemenin anafazı olarak polibütadien, dolgu malzemesi olarak ise ferrit yapılar seçilmiştir. Ferrit yapılardan;  $BaFe_{12}O_{19}$ ,  $NiFe_2O_4$  ve  $SrFe_{12}O_{19}$  Sol-Jel yöntemi kullanılarak sentezlenmiştir.  $Fe_3O_4$  sentezlenmesinde ise birlikte çöktürme yöntemi kullanılmıştır. Sentezlenen bu manyetik nanoparçacıkların yapısal karakterizasyonları XRD ve SEM cihazları kullanılarak yapılmıştır. Nanoparçacıkların boyutları Zeta Sizer ile tespit edilmiştir.  $BaFe_{12}O_{19}$ , 57,42 nm;  $SrFe_{12}O_{19}$ , 98,30 nm;  $NiFe_2O_4$ , 11,43 nm ve  $Fe_3O_4$ , 12,27 nm civarında oldukları bulunmuştur.

Nanoparçacıkların morfolojik yapılarını incelemek için SEM analizi yapılmıştır. SEM analizi sonuçları incelendiğinde sentezlenen parçacıkların nanoboyutta olduğu bulunmuştur.

$BaFe_{12}O_{19}$ ,  $SrFe_{12}O_{19}$ ,  $NiFe_2O_4$  ve  $Fe_3O_4$  manyetik nanoparçacıklarının her biri ile %10, %20, %25 ve %30 oranlarında olacak şekilde polibütadien ile kompozit filmler elde edilmiştir. Elde edilen kompozitlerin ısısal ve manyetik özellikleri incelenmiştir.

PBD/ $Fe_3O_4$  kompozit örnekleri hem azot hem de hava ortamında  $BaFe_{12}O_{19}$ ,  $SrFe_{12}O_{19}$ ,  $NiFe_2O_4$  ile hazırlanan kompozitlerin ise sadece azot ortamında ısısal özellikleri TGA ile incelenmiştir. TGA eğrilerine Freemann-Carroll ve Friedmann yöntemleri uygulanarak aktifleşme enerjileri ( $E_A$ ) ve regresyon katsayıları ( $R^2$ ) hesaplanmıştır. Ayrıca Freemann-Carroll yöntemi ile tepkime derecesi (n) belirlenmiştir. Aktifleşme enerjileri ısısal kararlılığın bir göstergesidir. Aktifleşme enerjilerinin yüksek olması ısısal kararlılığın yüksek olduğunu düşük olması da ısısal kararlılığın az olduğunu gösterir. Azot ortamında PBD/ $Fe_3O_4$  kompozit örneklerin Freemann-Carroll ve Friedmann yöntemine göre daha yüksek aktifleşme enerjileri gözlemlenmiştir. Manyetik nanoparçacık içeren kompozit örneklerinde nanoparçacık arttıkça aktifleşme enerjilerinin de arttığı tespit edilmiştir.



Nanokompozit filmlerin diferansiyel taramalı kalorimetre analizi (DSC) yöntemi ile azot ortamında sıcaklık etkisiyle kristal faz erime sıcaklığı ( $T_e$ ), çapraz bağlanma hızının maksimum olduğu sıcaklık ( $T_c$ ) ve bozunma hızının maksimum sıcaklık ( $T_m$ ) değerleri belirlenmiştir. Kompozit içerisindeki ferrit oranlarının artması ile fazlar arasındaki yüksek intermoleküler kuvvetler kristal faz erime sıcaklığını ( $T_e$ ) artırmıştır. Ayrıca manyetik nanoparçacıklarının PBD içerisinde artması matris malzemesinin moleküler hareketini engellemiştir. Bu da ısısal bozunmanın maksimum olduğu sıcaklık ( $T_m$ ) değerlerini artırmıştır.

Sentezlenen nanoparçacık ve kompozit filmlerin manyetik özellikleri oda sıcaklığında VSM ile belirlenmiştir.  $BaFe_{12}O_{19}$  ve  $SrFe_{12}O_{19}$  nanoparçacıkları ferromanyetik,  $NiFe_2O_4$  ve  $Fe_3O_4$  nanoparçacıkları ise süperparamanyetik özellik göstermiştir. Ferromanyetik malzemeler bir dış alan olmaksızın mıknatıslanma gösterebilmektedir. Ayrıca  $Fe_3O_4$  nanoparçacığına Mössbauer analizi yapılmıştır. Bu analiz sonucunda da süperparamanyetik özellik gösterdiği görülmüştür. Kompozit filmlerin analiz sonuçlarında manyetik nanoparçacıkların kompozit film içerisindeki miktarının artması ile doyum manyetizasyonu ( $M_s$ ) artış göstermiştir. Ayrıca ferromanyetik  $SrFe_{12}O_{19}$  ve  $BaFe_{12}O_{19}$  nanoparçacıklarının kompozit film içerisindeki miktarının artması ile koersivite ( $H_c$ ) ve kalıcı manyetizasyon ( $M_r$ ) değerleri de artış göstermiştir.  $M_r$  değerlerindeki artış oranı  $M_s$ 'e göre daha az olmuştur. Nanoparçacıkların etrafında bulunan polimer yapı manyetik parçacıkların doyum manyetizasyonunu düşürmüştür. PBD tabakasıyla kaplanan nanoparçacıkların manyetik özellikleri azalmıştır.

Tez kapsamında sentezlenen nanoparçacıklar, protein ya da biyomolekülleri yakalamak için kullanılan manyetik ayırma işlemleri, hipertermi yöntemi ile ısıya karşı duyarlı tümörlerin bozunması, ilaç sektöründe ilaçların nanoparçacıklara tutturularak tedavi uygulamaları ve manyetik kayıt cihazları gibi pek çok endüstriyel uygulama potansiyeline sahiptir.

## KAYNAKLAR

- Ahmad, A., Bae, H., Rhee, I., Hong, S., 2018, Magnetic heating of triethylene glycol (TREG)-coated zinc-doped nickel ferrite nanoparticles, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 447, 42–47.
- Barber, D.J., 1990, An investigation of The origin of the colour of the lycurgus cup by analytical transmission electron microscopy, *Archaeometry* 32, 1 (1990), 33-45.
- Baruwati, B., Guin, D., Manorama, S., 2007, Pd on surface-modified NiFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> nanoparticles: A magnetically recoverable catalyst for suzuki and heck reactions, *Organic Letters*, 26, 5377-5380.
- Basan S., 2013, *Polimer Kimyası*, Gazi Kitapevi, Ankara.
- Bercoff, P., Bertorello, H., 2000, Localized canting effect in Zn-substituted Ni ferrites, *J. Magn. Mang Mater.*, 213, 56-62.
- Chang, S., 2015, Fabrication of m-type barium ferrite nanopowder with citrate sol-gel precess, *International Journal Of Scientific & Technology Research*, 4, 32-38.
- Charles, E., Corroher, R. K., 2003. *Polymer Chemistry*. Marcel Dekker, USA, 902 p.
- Chhabra, V., Ayyub, P., Chattopadhyay, S., And Maitra, A.N., 2006. Preparation of acicular Y-Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> particles from a microemulsion-mediated reaction, *Material Letters*, 20, 21-26.
- Chung, H., Lee, K., Bae, Y., Lee, J., 2011, A facile synthesis route functionalized magnetic: Cell labeling magnetic resonance imaging studies, *ACS Nano*, 5(6), 4329-36,
- Coey, J.M., 2009. *Magnetism and Magnetic Materials*. Cambridge, USA, 633 p.
- Cullity, B., Graham, C., 2008, *Introduction to magnetic materials*, 2nd Edition, Wiley-IEEE Press, 215 p.
- Crawford, D.M. and Escarsega, J.A., 2000. Dynamic mechanical analysis of novel polyurethane coating for military applications, *Thermochimica Acta*, 357-358, 161-168.
- Debanjan, G., Sunkara, M., 2007, Room temperature synthesis of monodispersed iron oxide nanoparticles, *Materials Letters*, 62 , 17-18.
- Derabaşı, N., 2018. *Manyetizma Manyetik Maddeler ve Uygulamaları*. Cinius Yayınları, Türkiye, 475 s.

- Ebewele, O., 2000. *Polymer Science and Technology*. CRC Press LLC, USA, 544 p.
- Ghose, S., 2008, *Surfaces structure and reactivity of iron oxide-water interfaces*, Elsevier, 7001, 1-32.
- Gregorova, A., 2013, *Application of differential scanning calorimetry to the characterization of biopolymers*, Intech., ISBN 978-953-51-0947-1. Erişim Tarihi: 26.05.2018, <http://www.intechopen.com>
- Hedayati, K., 2015, *Synthesis and characterization of nickel zinc ferrite nanoparticles*, *Journal of Nanoparticle Science*, 5, 13-16.
- Hong, S., Zengbo, L., Chenzhong, L., Dong, C., 2018, *Cyclodextrin grafted polypyrrole magnetic nanocomposites toward the targeted delivery and controlled release of doxorubicin*, *Applied Surface Science*, 427, 1189–1198.
- Jakuboviks, J.B., 1994. *Magnetism And Magnetic Materials*. Maney Publishing, UK, 166 p.
- Jana, R., Chen, Y., Peng, X., 2004, *Size- and shape-controlled magnetic (Cr, Mn, Fe, Co, Ni) oxide nanocrystals via a simple and general approach*, *American Chemical Society*, 16 (20), pp 3931-3935.
- Jasna, S., Grujic, A., Stijepovic, M., Nedeljkovic, D., Stajčić, A., Žák, T., 2014, *Magnetic behaviour of hybrid magnetic composite materials*, *Zaštita Materijala*, 55 (2014), Broj 2, UDC: 620.179.14.
- Jillian, F., Banfield, H., 2001, *Nanoparticles in the environment*. *Research on Chemical Intermediates*, 22, 277–282.
- Kahlawy, A., Gaffera, A., Aman, D., 2017, *Magnetic zeolite-natural polymer composite for adsorption of chromium (VI)*, *Egyptian Journal of Petroleum*, 64, 314-320.
- Karaagaç, O., Kockar, H., 2010, *A simple way to synthesize superparamagnetic iron oxide nanoparticles in air atmosphere: iron ion concentration effect*, *Transactions on Magnetics*, 46, 3978-3983.
- Kumar, V., Ansari, A., Akhtar, M., 2017, *Synthesis of nickel ferrite nanoparticle via chemical coprecipitation method*, *Advanced Materials Proceedings*, 2(1), 32-34.
- Kumar, A., Gupta, R. K., 1997. *Fundamentals of Polymer Engineering*. McGraw-Hill, USA, 712 p.
- Kruzalak, J., Hudec, I., Dosoudil, B., 2017, *Magnetic composites based on butadiene rubber and strontium ferrites*, *MOJ Polymer Science*, 1, 5-20.

- Laure, K., Lagorce, A., 1997, Magnetic and mechanical properties of micromachined strontium ferrite/polyimide composites, *Journal Of Microelectromechanical Systems*, 6 (4), 307-312.
- Larraza, I., Gonzalez, L., Corrales, T., Marcelo, G., 2012, Hybrid materials: Magnetite–Polyethylenimine–Montmorillonite, as magnetic adsorbents for Cr(VI) water treatment, *Journal of Colloid and Interface Science*, 385, 24–33.
- Lincheng, Z., Guiying L., Taicheng A., Yanfeng L., 2010, Synthesis and characterization of novel magnetic Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/polyurethane foam composite applied to the carrier of immobilized microorganisms for wastewater treatment, *Research on Chemical Intermediates*, 36, 277–288.
- Li, A., Xu, P., Han, X., Jiang, X., Wang, X., 2007, Synthesis and characterization of novel coraloid polyaniline/BaFe<sub>12</sub>O<sub>19</sub> nanocomposites, *J. Phys. Chem.*, 34, 12603-12608.
- Lui, J., Hong, R., Feng, W., Badami, D., Wang, Y., 2014, Large-scale production of strontium ferrite by molten-salt-assisted coprecipitation, *Powder Technology*, 262, 142-149.
- Luo, J., Shen, P., Yao, W., Jiang, C., Xu, J., 2016, Synthesis, characterization, and microwave absorption properties of reduced graphene oxide/strontium ferrite/polyaniline nanocomposites, *Nanoscale Research Letters*, 11, 141-155.
- Madalin, B., Ioan, B., 2016, Magnetorheological elastomer based on silicone rubber, carbonyl iron and Rochelle salt: Effects of alternating electric and static magnetic fields intensities, *Journal of Industrial and Engineering Chemistry* 37, 312–318.
- Makarova, L., Yu, A., Alekhina, N., 2017, Peculiarities of magnetic properties of magnetoactive elastomers with hard magnetic filler in crossed magnetic fields, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 440, 30–32.
- Manova, E., Tsoncheva, T., Estournes, C., Paneva, D., Tenchev, K., Mitov, I., Petrov, L., 2006, Nanosized iron and iron-cobalt spinel oxides as catalysts formethanol decomposition, *Applied Catalysis A: General*, 300 (2), 170-180.
- Masoud, N., Kamali, A., 2009, Characteristics of thermal transitions during annealing of a nanocrystalline Ni<sub>3</sub>Al-based alloy, *Journal of Alloys and Compounds*, 62, 315-318.
- Mazlum, U., Gümrük, R., 2015, Manyeto-reolojik etilen propilen dien monomer ve doğal kauçuk türü sentetik kauçukların izotrop ve anizotrop durumda mekanik özelliklerinin incelenmesi, *Pamukkale Üniv. Müh. Bilim. Derg.*, 21 (8), 371-375.

- Mohomed, K., Bohnsack, D.A., 2013, Differential Scanning Calorimetry (DSC) as an analytical tool in plastics failure analysis. Erişim Tarihi: 24.07.2018. <http://www.americanlaboratory.com/914-Application-Notes/132221-DifferentialScanning-Calorimetry-DSC-as-an-Analytical-Tool-in-Plastics-Failure-Analysis/>
- Muntenita, C., Ungureanu, C., Bria, V., Graur, I., 2016, Bending behaviour of nano-ferrites modified epoxy resins, Transilvania University Press Of Braşov, ISSN 1844-9336, 262-266.
- Nabiyouni, G., Sharifi, S., Ghanbari, D., Niasari, M., 2014, A simple precipitation method for synthesis  $\text{CoFe}_2\text{O}_4$  nanoparticles, Journal of Alloys and Compounds, 4, 317-323.
- Nejati, K., Zabihi, R., 2012, Preparation and magnetic properties of nano size nickel ferrite particles using hydrothermal method, Chemistry Central Journal, 6, 23.
- Neouze, M., Schubert, U., 2008, Surface modification and functionalization of metal and metal oxide nanoparticles by organic ligands, Monatsh Chem, 139, 183-195
- Nowosielecka, U., Pelka, R., Moszynska, I. Guskos, N., Typek, J., Zołnierkiewicz, O., 2017, Studies of magnetic properties of nanocrystalline iron of different sizes of nanocrystallites, Journal of Magnetism and Magnetic Materials, 443, 324–333.
- Oroujeni, M., Kaboudin, B., Wei, X., Petra, J., Ossipov, D., 2018, Conjugation of cyclodextrin to magnetic  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  nanoparticles via polydopamine coating for drug delivery, Progress in Organic Coatings, 114, 154–161.
- Prasanna, L., Choi, L., Chang, Y., 2014, Preparation and characterization of porous reduced graphene oxide based inverse spinel nickel ferrite nanocomposite for adsorption removal of radionuclides, Journal of Hazardous Materials, 326, 145-156.
- Rybinski, P., Kucharska, A., Janowska, G., 2014, Thermal properties of diene elastomers, Polymer Science, 56, 477-486.
- Saranya, T., Parasuraman, K., Anbarasu, M., Balamurugan, M., 2015, XRD, FT-IR and SEM study of magnetite ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ) nanoparticles prepared by hydrothermal method, An International Research Journal of Nano Science & Technology, 5, 149-154.
- Sartas, S., Essiz, S., Sari, S., 2017, Synthesis and characterization of foldable and magnetic field-sensitive, freestanding poly(vinyl acetate)/poly(vinyl chloride)/polyfuran composite and nanocomposite films, Journal of Magnetism and Magnetic Materials, 430, 120–130.

- Schwertmann, C., Cornell, R., 1996. Iron oxides in the laboratory preparation and characterization. Second, Completely Revised and Extended Edition, Wiley, 145 p.
- Shahrousvand, M., Monireh, S., Hoseinian, M., 2017, Flexible magnetic polyurethane/Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> nanoparticles as organic-inorganic nanocomposites for biomedical applications: Properties and cell behavior, *Materials Science and Engineering*, 74, 556–567.
- Sivashankar, R., Sathya, K., Vasantharaj, V., 2014, Magnetic composite an environmental super adsorbent for dye sequestration, *Environmental Nanotechnology, Monitoring & Management*, 62, 28-35.
- Sun, S., Zeng, H., 2002. Size-controlled synthesis of magnetite nanoparticles, *Journal of the American Chemical Society*, 124, 8204-8205.
- Sun, S., Zeng, H., Robinson, D., 2004, Monodisperse MFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> (M = Fe, Co, Mn) nanoparticles, *American Chemical Society*, 126 (1), pp 273–279.
- Sugimoto, T., 2000. *Fine Particles: Synthesis, Characterization, and Mechanisms of Growth*. Marcel Dekker Inc., USA, 824.
- Varfolomeev, A., Volkov, V., Volkov, L., Moskvina, M., Zavyalov, A., 2005, Investigation of magnetic properties of polymer nanocomposites with iron oxide nanoparticles, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 258, 354-357.
- Vladislav, V. Sorokina, B., Sokolova, V., Stepanova, Y., 2017, Controllable Hydrophobicity of Magnetoactive Elastomer Coatings, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 29, 71-79.
- Zahari, M., Guan, B., Cheng, E., Meng, F., Mansor, C., Lee, K., 2016, EMI shielding effectiveness of composites based on barium ferrite, PANI, and MWCNT, *Progress In Electromagnetics Research M*, 52, 79–87.
- Zhang, J., Yu, D., Chen, W., Xie, Y., Wan, W., Liang, H., Min, C., 2009. Preparation of poly(styrene-glucidylmethacrylate)/Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> composite microspheres with high magnetite contents. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 321 (6), 572-577.
- Wang, G., Zhao, D., Yingying, M., Zhang, Z., 2018, Synthesis and characterization of polymer-coated manganese ferrite nanoparticles as controlled drug delivery, *Applied Surface Science*, 428, 258–263.
- Wang, Y., Lu, Y., Ma, J., Luo, G., 2006, In situ preparation of magnetic chitosan / Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> composite nanoparticles in tiny pools of water-in-oil microemulsion, *Reac. Funct. Polym.*, 66 (12), 1552-1558.

- Watson, J., Cressey, B., 2000, Structural and magnetic studies on heavy- metal-adsorbing iron sulphide nanoparticles produced by sulphate-reducing bacteria, *J. Magn. Magn. Mater.*, 214, 13–30.
- Wei, W., Xia, N., Du, Y., 2013, Magnetic Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>-based sandwich-type biosensor using modified gold nanoparticles as colorimetric probes for the detection of dopamine, *Materials (Basel)*, 12, 5690–5699.
- Wu, Z., Li, W., Zhang, M., Tao, K., 2007, Advances in chemical synthesis and application of metal-metalloid amorphous alloy nanoparticulate catalysts, *Front. Chem. Eng. China*, 1, 87–95.
- Anonim, 2019, Akım halkasındaki elektronun hareketi, <https://www.nitt.edu/home/academics/departments/physics/faculty/lecturers/justin/students/magnetic/origin/> (10.03.2018)
- Anonim, 2019, Butadien, <https://tr.depositphotos.com/203505662/stock-illustration-butadiene-divinyl-molecule-structural-chemical.html> (10.03.2018)
- Anonim, 2004, Doğal ve yapay nesnelere nano ölçek ile karşılaştırılması, <http://www.nanotec.org.uk/finalReport.htm>, (18.04.2019)
- Anonim, 2019, Hevea Brasiliensis ağacı, <https://tr.pinterest.com/pin/> (10.03.2018)
- Anonim, 2018, Mıknatıslanma (M) – Sıcaklık(T) grafiği, [http://www.irm.umn.edu/hg2m/hg2m\\_b/hg2m\\_b.html](http://www.irm.umn.edu/hg2m/hg2m_b/hg2m_b.html) (10.03.2018)
- Anonim, 2017, Mössbauer spektroskopisi şematik diyagramı, <http://www.wikipedia.org/datei:Mossbauer Spectrometer.jpg> (28.11.2019)
- Anonim, 2019, Oda sıcaklığında elementlerin manyetik özelliklerinin periyodik tabloda gösterimi, <https://www.doitpoms.ac.uk/tlplib/ferromagnetic/types.php>, (18.04.2019)
- Anonim, 2018, Paramanyetizma maddenin manyetizasyon (M) ve manyetik alan (H) grafiği, [http://www.irm.umn.edu/hg2m/hg2m\\_b/hg2m\\_b.html](http://www.irm.umn.edu/hg2m/hg2m_b/hg2m_b.html) (10.03.2018)
- Anonim, 2017, Taramalı elektron mikroskobu şematik diyagramı, <http://www.kuark.org/2017/04/taramali-elektron-mikroskobu-sem-eds-analizi/> (28.11.2019)

**ÖZ GEÇMİŞ****Kişisel Bilgiler**

SOYADI, Adı : YAYLACI, Cihan  
Uyruğu : T.C.  
Doğum yeri ve tarihi : Manisa, 1983  
Medeni hali : Bekar  
Telefon : 533 386 90 38  
e-Posta : cihan.yaylaci@omu.edu.tr

**Eğitim**

Derece	Eğitim Birimi	Mezuniyet tarihi
Yüksek lisans	Ege Üniversitesi	2010
Lisans	Ankara Üniversitesi	2006

**İş Deneyimi**

Yıl	Yer	Görev
2014- ...	Ondokuz Mayıs Üniversitesi	Öğretim Görevlisi
2012-2014	Micha Galvanizli Çelik Kons. A.Ş.	Yönetim Temsilcisi
2008-2012	Daussan Çukurova Kimya A.Ş.	Üretim Mühendisi

**Yabancı Dil**

İngilizce, Fransızca