

**ANKARA ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**

YÜKSEK LİSANS TEZİ

**POLİ(ETİLEN TERAFTALAT) DOKUNMAMIŞ KUMAŞ/POLİPİROL/FERRİT
İLETKEN KOMPOZİTİN HAZIRLANMASI, KARAKTERİZASYONU VE
ELEKTROMANYETİK DALGA KORUYUCU ÖZELLİĞİNİN İNCELENMESİ**

Burhan BEYCAN

KİMYA ANABİLİM DALI

**ANKARA
2019**

Her hakkı saklıdır

TEZ ONAYI

Burhan BEYCAN tarafından hazırlanan “**Poli(Etilen Teraftalat) Dokunmamış Kumaş/Polipirol/Ferrit İletken Kompozitin Hazırlanması, Karakterizasyonu ve Elektromanyetik Dalga Koruyucu Özelliğinin İncelenmesi**” adlı tez çalışması 27/06/2019 tarihinde aşağıdaki jüri tarafından oy birliği ile Ankara Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Kimya Anabilim Dalı’nda **YÜKSEK LİSANS TEZİ** olarak kabul edilmiştir.

Danışman : Prof. Dr. Mehmet Saçak
Ankara Üniversitesi Kimya Anabilim Dalı



Jüri Üyeleri:

Başkan: Prof. Dr. Emine ERDEM
Hacettepe Üniversitesi Kimya Eğitimi Anabilim Dalı



Üye : Prof. Dr. Mehmet SAÇAK
Ankara Üniversitesi Kimya Anabilim Dalı



Üye : Prof. Dr. Meral KARAKIŞLA
Ankara Üniversitesi Kimya Anabilim Dalı



Yukarıdaki sonucu onaylarım.

Prof. Dr. Özlem YILDIRIM
Enstitü Müdür Vekili

ETİK

Ankara Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü tez yazım kurallarına uygun olarak hazırladığım bu tez içindeki bütün bilgilerin doğru ve tam olduğunu, bilgilerin üretilmesi aşamasında bilimsel etiğe uygun davrandığımı, yararlandığım bütün kaynakları atıf yaparak belirttiğimi beyan ederim.

27/06/2019



Burhan BEYCAN

ÖZET

Yüksek Lisans Tezi

POLİ(ETİLEN TERAFTALAT) DOKUNMAMIŞ KUMAŞ/POLİPİROL/FERRİT İLETKEN KOMPOZİTİN HAZIRLANMASI, KARAKTERİZASYONU VE ELEKTROMANYETİK DALGA KORUYUCU ÖZELLİĞİNİN İNCELENMESİ

Burhan BEYCAN

Ankara Üniversitesi
Fen Bilimleri Enstitüsü
Kimya Anabilim Dalı

Danışman: Prof. Dr. Mehmet SAÇAK

Bu tez kapsamında, elektromanyetik dalga soğurucu özelliğe sahip manyetik ferrit parçacık (MP) ve iletken polipirol (PPy) ile kaplanmış dokunmamış poli (etilen teraftalat) (PET) kumaş kompozitleri hazırlandı. Çalışmada kullanılan Fe_3O_4 , $CoFe_2O_4$ ve $MnFe_2O_4$ parçacıkları, birlikte çöktürme yöntemi ile sentezlendi ve kristal yapıları X-Işımları Difraktometresi (XRD) tekniği ile aydınlatıldı. Örnekler üzerinde PPy kaplama işlemi, MP biriktirilmiş PET kumaşlara emdirilmiş pirol monomerinin, 0,5 M HCl ortamında amonyum peroksidisülfat (APS) yükseltgeni ile in-situ oksidatif polimerizasyonu ile gerçekleştirildi. Kompozitlerin içerdiği % PPy miktarı, % MP miktarı ve elektriksel yüzey direnci üzerine APS derişimi ve MP ekleme sırasının etkisi gibi koşulların etkisi araştırıldı. Buna göre, en düşük yüzey direnci ($40 \Omega/cm^2$), önce MP ($MnFe_2O_4$) sonra iletken PPy ile 0,2 M APS kullanılarak hazırlanmış kompozit örneğinde elde edildi. İletken ve manyetik kompozitlerin yapısal karakterizasyonunda ATR-FTIR, morfolojilerinin belirlenmesinde ise SEM tekniğinden faydalanıldı. Örneklerin manyetik özelliğinin tespitinde ise Titreşimli Numune Magnetometresi (VSM) tekniği kullanıldı. İletken ve manyetik kompozitlerin elektromanyetik koruma etkinliği (EMSE) ile Yansıma (R_c) ve Absorbsiyon (A_b) bağıl koruma etkinliği değerleri, 30 MHz - 3 GHz frekans aralığında gerçekleştirilen ölçümler ile belirlendi. En yüksek EMSE değeri, önce PPy sonra Fe_3O_4 ile kaplı kompozitte % 75 oranında absorpsiyon esaslı korumaya karşılık gelen 6,4 dB olarak tespit edildi.

Haziran 2019, 92 sayfa

Anahtar Kelimeler: İletken polimer, manyetik özellik, ferrit parçacıkları, iletken kumaş kompozit, elektromanyetik koruma etkinliği

ABSTRACT

Master Thesis

PREPARATION, CHARACTERIZATION AND INVESTIGATION OF ELECTROMAGNETIC SHIELDING PROPERTY OF POLY (ETHYLENE TERAPHTHALATE) NONWOVEN FABRIC/POLYPYRROLE/FERRITE CONDUCTIVE COMPOSITES

Burhan BEYCAN

Ankara University
Graduate School of Natural and Applied Sciences
Department of Chemistry

Supervisor: Prof. Dr. Mehmet SAÇAK

In the scope of this thesis, magnetic ferrite particles (MP) and conductive PPy coated-nonwoven PET fabric composites that possess electromagnetic wave absorbing properties, were prepared. The Fe_3O_4 , CoFe_2O_4 and MnFe_2O_4 magnetic particles used were synthesized by the co-precipitation method and their crystal structures revealed with X-Ray Diffraction (XRD) technique. The PPy coating process of PET fabrics was carried out with the in-situ oxidative polymerization of pyrrole monomer with APS oxidant in 0.5 M HCl medium, in presence of MP deposited-PET fabrics. The effects of APS concentration and order of MP application were investigated on the PPy amount (%), MP amount (%), and electrical surface resistivity of the composites. Accordingly, the lowest surface resistivity ($40 \Omega/\text{cm}^2$) of the composite was obtained using first MP (MnFe_2O_4) deposition followed by conductive PPy coating with 0.2 M APS. While the ATR-FTIR technique was used for the structural characterization of conductive and magnetic composites, the SEM technique was used for the determination of the morphology. Vibrating Sample Magnetometer (VSM) technique was used to determine the magnetic properties of the samples. Electromagnetic shielding effectiveness (EMSE) of conductive and magnetic composites and relative shielding efficiency values by Reflection (Re) and Absorption (Ab) were determined in the frequency range of 30 MHz - 3 GHz. The highest value of EMSE was obtained as 6.4 dB, which corresponds to 75 % of absorption based-shielding in the composite prepared by first PPy coating and then Fe_3O_4 deposition.

June 2019, 92 pages

Keywords: Conductive polymers, magnetic property, ferrite particles, conductive ferrite composites, electromagnetic shielding effectiveness

TEŐEKKÜR

Arařtırmalarım boyunca bilgi ve tecrübelerini benden esirgemeyen tez danıřmanım saygıdeđer hocam Prof. Dr. Mehmet SAÇAK'a (Ankara Üniversitesi, Kimya Anabilim Dalı) sonsuz saygı ve teőekkürlerimi sunarım.

Ayrıca tez çalışmalarım boyunca deneyim ve yardımlarıyla bana destek veren sayın hocam Prof. Dr. Meral KARAKIŐLA'ya (Ankara Üniversitesi, Kimya Anabilim Dalı) teőekkürlerimi sunarım. Çalışmalarım boyunca bana her an destek veren ve teővik eden deđerli hocam Arő. Gör. Dr. Meryem KALKAN ERDOĐAN'a teőekkürlerimi sunarım.

Bu güne gelinceye kadar çok büyük bir özveri gösteren anneme ve babama çok teőekkür ederim.

Burhan BEYCAN

Ankara, Haziran 2019

İÇİNDEKİLER

TEZ ONAY SAYFASI

ETİK.....	i
ÖZET.....	ii
ABSTRACT	iii
TEŞEKKÜR	iv
KISALTMALAR DİZİNİ	vii
ŞEKİLLER DİZİNİ	viii
1. GİRİŞ.....	1
2. KURAMSAL TEMELLER ve KAYNAK ÖZETLERİ.....	4
2.1 Manyetizma ve Türleri	4
2.2 Manyetik Ferritler.....	9
2.3 MP Sentez Yöntemleri	12
2.3.1 İkili çöktürme	13
2.3.2 Mikroemülsiyon.....	16
2.3.3 Termal parçalanma.....	17
2.3.4 Solvotermal yollar	17
2.3.5 Sonokimyasal	18
2.4 İletken Polimerler.....	19
2.4.1 Polimerlerin iletkenlik mekanizması.....	21
2.5 PPy	24
2.6 Kompozitler	28
2.7 Elektromanyetik Girişim.....	29
2.8 Kaynak Özetleri.....	34
2.8.1 İletken polimer/mp kompozitleri	34
2.8.2 MP ve iletken polimer içeren kumaş kompozitler.....	35
3 MATERYAL ve METOD.....	38
3.1 Kullanılan Kimyasal Maddeler.....	38
3.2 MP'lerin Sentezi	38
3.3 PPy ve MP İçeren PET Kumaş Kompozitlerin Hazırlanması	40
3.4 Karakterizasyon Çalışmaları	42
3.4.1 Direnç ölçümleri	42
3.4.2 XRD	42
3.4.3 ATR-FTIR.....	43

3.4.4 SEM ve enerji dağıtıcı X-ışınları spektroskopisi.....	43
3.4.5 Titreşimli numune magnetometresi.....	43
3.4.6 Elektromanyetik kalkanlama etkinliği ölçümü	43
4. ARAŞTIRMA BULGULARI ve TARTIŞMA.....	45
4.1 MP'lerin Eklenme Sırasına Göre Hazırlanan Kompozitlerin İçerdikleri % PPy ve % MP Miktarları ile Bağlı Olarak Direnç Değerlerinin Değişimi.....	45
4.1.1 PET/MP/PPy kumaş kompozitleri.....	45
4.1.2 PET/PPy/MP kumaş kompozitleri.....	48
4.2 XRD	54
4.3 FTIR	55
4.4 Yüzey Morfolojisi	58
4.5 Manyetik Analiz	66
4.6 EMSE.....	69
5. SONUÇ.....	82
KAYNAKLAR	84
ÖZGEÇMİŞ.....	92

KISALTMALAR DİZİNİ

PET	Poli (etilen teraftalat)
PPy	Polipirol
EMSE	Elektromanyetik koruma etkinliđi
PANI	Polianilin
PTh	Politiyofen
APS	Amonyum peroksidisülfat
MP	Manyetik parçacık
XRD	X ışınları kırınımı
SEM	Taramalı elektron mikroskobu
EDX	Enerji dağıtıcı x-ışınları spektroskopisi
VSM	Titreşimli numune magnetometresi
T	Geçirgenlik
Re	Yansıma
Ab	Absorbans
Fe ₃ O ₄	Manyetit
CoFe ₂ O ₄	Kobalt ferrit
MnFe ₂ O ₄	Mangan ferrit

ŞEKİLLER DİZİNİ

Şekil 1.1 Elektrikli cihazlardan ortama yayılan elektrik (a) ve manyetik (b) alan şiddetleri	1
Şekil 1.2 Elektromanyetik dalgaların kalsiyum iyon kanalına etkisi	2
Şekil 2.1 Fe ₃ O ₄ 'ün keşfi	4
Şekil 2.2 Fe ₃ O ₄ taşı	4
Şekil 2.3 Antik çin pusulası ve kutup yıldızı	5
Şekil 2.4 Orbital ve spin manyetik momentler	5
Şekil 2.5 Diyamanyetizma	6
Şekil 2.6 Paramanyetizma	7
Şekil 2.7 Malzemelerin Curie sıcaklıkları	7
Şekil 2.8 Ferromanyetizma	8
Şekil 2.9 Antiferromanyetizma	8
Şekil 2.10 Ferrimanyetizma	9
Şekil 2.11 AB ₂ O ₄ tipi kristallerin yapıları	10
Şekil 2.12 Önemli spinel ferritlerin manyetik momentleri	11
Şekil 2.13 Sert ve yumuşak ferritlerin histeresiz eğrileri	12
Şekil 2.14 Elektriksel alan varlığında yüklerin yeniden dağılımı	12
Şekil 2.15 MP sentezinde kullanılan yöntemlerin kullanım yüzdeleri	13
Şekil 2.16 Lamer diyagramı	15
Şekil 2.17 Farklı pH değerlerinde Fe ₃ O ₄ 'ün davranışı	15
Şekil 2.18 Termal parçalanma yöntemiyle nanoparçacıkların oluşumu	17
Şekil 2.19 Sonokimyasal yöntemde nanoparçacıkların oluşum süreci	19
Şekil 2.20 Dop edilmemiş önemli iletken polimerlerin kimyasal yapıları	19
Şekil 2.21 Malzemelerin iletkenlik değerleri	20
Şekil 2.22 Farklı büyüklükteki moleküllerin oluşumunda elektronların bulunduğu enerji düzeyleri	21
Şekil 2.23 Yalıtkan, yarı-iletken ve iletken katılarda enerji bandları	22
Şekil 2.24 Poliasetilenin n ve p tipi doplanması	23
Şekil 2.25 Atlama (hopping) mekanizması	24
Şekil 2.26 PPy'nin aromatik ve kinoid yapıları ile yükseltgenmiş polaron ve bipolaron yapıları	25
Şekil 2.27 Elektronik bant yapıları (a) nötr, (b) polaron, (c) bipolaron ve aşırı doplanmış (d) PPy yapıları	26
Şekil 2.28 PPy zincir büyümesi	27
Şekil 2.29 Prol monomerlerinin birleşmesi sonucu olası dimerlerin yapıları	27
Şekil 2.30 Doğrusal ve zincir yapıdaki PPy yapıları	28
Şekil 2.31 Farklı kumaş türleri üzerinde PPy birikmesi	29
Şekil 2.32 Elektromanyetik dalga bileşenleri	30
Şekil 2.33 Elektromanyetik dalgaların kalkan malzemesiyle etkileşimi ve kalkanın kalınlığına bağlı olarak elektrik-manyetik alandaki değişimi	31
Şekil 2.34 Yansıma, soğurma ve içsel yansımalar yoluyla sağlanan koruma değerlerini etkileyen değişkenler	32
Şekil 2.35 Düşük, dengeli ve yüksek iletkenlikli malzemelerde koruma mekanizmaları	33
Şekil 2.36 Koruma görevi gören malzemelerde üç farklı tasarım yapıları	34

Şekil 3.1 Fe ₃ O ₄ parçacıkların sentezi	39
Şekil 3.2 Reaksiyon sonrası çöktürülmüş ferrit parçacıkları	39
Şekil 3.3 PET/MP/PPy kompozitin hazırlanması	41
Şekil 3.4 PPy ve MFe ₂ O ₄ parçacıkların PET kumaş ile kompozitinin hazırlanması	41
Şekil 3.5 PET/PPy/MP kompozitin hazırlanması	42
Şekil 3.6 Network analizörü.....	44
Şekil 4.1 Fe ₃ O ₄ kaplı PET kumaşların içerdiği % PPy miktarının ve kompozit kumaşın yüzey direncinin APS derişimi ile deęişimi	46
Şekil 4.2 CoFe ₂ O ₄ kaplı PET kumaşların içerdiği % PPy miktarının ve kompozit kumaşın yüzey direncinin APS derişimi ile deęişimi	47
Şekil 4.3 MnFe ₂ O ₄ kaplı PET kumaşların içerdiği % PPy miktarının ve kompozit kumaşın yüzey direncinin APS derişimi ile deęişimi	48
Şekil 4.4 PPy kaplı PET kumaşların içerdiği % PPy miktarının ve PET/PPy kumaş kompozitin yüzey direncinin APS derişimi ile deęişimi	49
Şekil 4.5 PET/PPy kompozitlerinin içerdiği PPy miktarı ile kompozit üzerine kaplanan % Fe ₃ O ₄ miktarının ve PET/PPy/Fe ₃ O ₄ kompozitinin yüzey direncinin deęişimi.....	50
Şekil 4.6 PPy kaplı PET kumaşların içerdiği % PPy miktarının ve PET/PPy kumaş kompozitin yüzey direncinin APS derişimi ile deęişimi	51
Şekil 4.7 PET/PPy kompozitlerinin içerdiği PPy miktarı ile kompozit üzerine kaplanan % CoFe ₂ O ₄ miktarının ve PET/PPy/CoFe ₂ O ₄ kompozitinin yüzey direncinin deęişimi	52
Şekil 4.8 PPy kaplı PET kumaşların içerdiği % PPy miktarının ve PET/PPy kumaş kompozitin yüzey direncinin APS derişimi ile deęişimi	53
Şekil 4.9 PET/PPy kompozitlerinin içerdiği PPy miktarı ile kompozit üzerine kaplanan % MnFe ₂ O ₄ miktarının ve PET/PPy/MnFe ₂ O ₄ kompozitinin yüzey direncinin deęişimi	54
Şekil 4.10 Fe ₃ O ₄ , CoFe ₂ O ₄ ve MnFe ₂ O ₄ ait X ışınları kırınım deseni.....	55
Şekil 4.11 Saf PET, saf PPy ve PET/PPy kompozitine ait ATR-FTIR spektrumları	57
Şekil 4.12 Saf PET (a-b) ve PET/PPy (c-e) kompozite ait SEM görüntüleri	58
Şekil 4.13 PET/Fe ₃ O ₄ (a-c), PET/CoFe ₂ O ₄ (d-e) ve PET/MnFe ₂ O ₄ (g-1) kompozitlerine ait SEM görüntüleri	59
Şekil 4.14 MP'lerin PET kumaş yüzeyine emdirildikten sonraki PET/MP kompozitlerine ait EDX görüntüleri	60
Şekil 4.15 PET/Fe ₃ O ₄ /PPy (a-c), PET/CoFe ₂ O ₄ /PPy (d-f) ve PET/MnFe ₂ O ₄ /PPy (g-1) kompozitlerine ait SEM görüntüleri.....	61
Şekil 4.16 PET/Fe ₃ O ₄ /PPy, PET/CoFe ₂ O ₄ /PPy ve PET/MnFe ₂ O ₄ /PPy kompozitlerine ait EDX görüntüleri	62
Şekil 4.17 PET/PPy/Fe ₃ O ₄ (a-c), PET/PPy/CoFe ₂ O ₄ (d-f) ve PET/PPy/MnFe ₂ O ₄ (g-1) kompozitlerine ait SEM görüntüleri.....	63
Şekil 4.18 PET/PPy/Fe ₃ O ₄ , PET/PPy/CoFe ₂ O ₄ ve PET/PPy/MnFe ₂ O ₄ kompozitlerine ait EDX görüntüleri	65
Şekil 4.19 Kurutulmuş ferrit parçacıkların dışardan mıknatısa verdikleri tepki.....	66
Şekil 4.20 Fe ₃ O ₄ , CoFe ₂ O ₄ ve MnFe ₂ O ₄ parçacıkların oda sıcaklığında histeresiz eğrileri.....	67
Şekil 4.21 Fe ₃ O ₄ parçacıkları ile PET/Fe ₃ O ₄ ve PET/Fe ₃ O ₄ /PPy kompozitlerine ait mıknatıslanma eğrileri	68
Şekil 4.22 Ferritlerin eklenme sırasına göre % Ab, % Re, EMSE deęerleri.....	70

Şekil 4.23 PPy ve ferrit kaplı kumaşın elektromanyetik dalgalarla etkileşiminin genel gösterimi	70
Şekil 4.24 PET/PPy kompozitine ait EMSE değerleri	72
Şekil 4.25 PET/PPy kompozite ait Ab, T ve Re değerleri	73
Şekil 4.26 PET/Fe ₃ O ₄ /PPy, PET/CoFe ₂ O ₄ /PPy ve PET/MnFe ₂ O ₄ /PPy kompozitlerine ait EMSE değerleri	74
Şekil 4.27 PET/Fe ₃ O ₄ /PPy kompozite ait Ab, T ve Re değerleri.....	75
Şekil 4.28 PET/CoFe ₂ O ₄ /PPy kompozite ait Ab, T ve Re değerleri.....	75
Şekil 4.29 PET/MnFe ₂ O ₄ /PPy kompozite ait Ab, T ve Re değerleri.....	76
Şekil 4.30 PET/PPY/Fe ₃ O ₄ , PET/PPY/CoFe ₂ O ₄ ve PET/PPY/MnFe ₂ O ₄ kompozitlerine ait EMSE değerleri	77
Şekil 4.31 PET/PPy/Fe ₃ O ₄ kompozite ait Ab, T ve Re değerleri	78
Şekil 4.32 PET/PPy/CoFe ₂ O ₄ kompozite ait Ab, T ve Re değerleri.....	78
Şekil 4.33 PET/PPy/MnFe ₂ O ₄ kompozite ait Ab, T ve Re değerleri.....	79
Şekil 4.34 PET/Fe ₃ O ₄ /PPy tek ve üst üste konulmuş iki kompozitlere ait EMSE değerleri	79
Şekil 4.35 PET/Fe ₃ O ₄ /PPy üst üste konulmuş iki kompozitlere ait Ab, T ve Re değerleri	80
Şekil 4.36 PET/PPy/Fe ₃ O ₄ tek ve üst üste konulmuş iki kompozitlere ait EMSE değerleri	80
Şekil 4.37 PET/Fe ₃ O ₄ /PPy üst üste konulmuş iki kompozitlere ait Ab, T ve Re değerleri	81

1. GİRİŞ

Gelişen teknolojiyle birlikte günlük hayatımızdaki elektrikli ve elektronik cihazların kullanımı gittikçe artmaktadır. Evlerde sıklıkla kullanılan mikrodalga fırınlar gibi elektrikli mutfak eşyalarının AC motorları, televizyonlar, bilgisayarlar, klimalar, iş yerlerindeki ofis araç gereçleri, cep telefonları vb. haberleşme araçları ve daha birçok dijital devrelere sahip cihazlar çevreye değişik frekanslarda enerji yayılımına sebep olmaktadır. Yaşamımızın her alanında var olan bu cihazların kullanımı gündelik işlerimizi kolaylaştırmakla beraber aynı zamanda “elektrosmog” olarak bilinen elektromanyetik dalgaların çevreye yaydığı kirliliğe de neden olmaktadır. Şekil 1.1’de günlük hayatta sıklıkla kullanılan bazı cihazların mesafeye bağlı olarak yaydıkları elektrik ve manyetik alan şiddetleri görülmektedir.

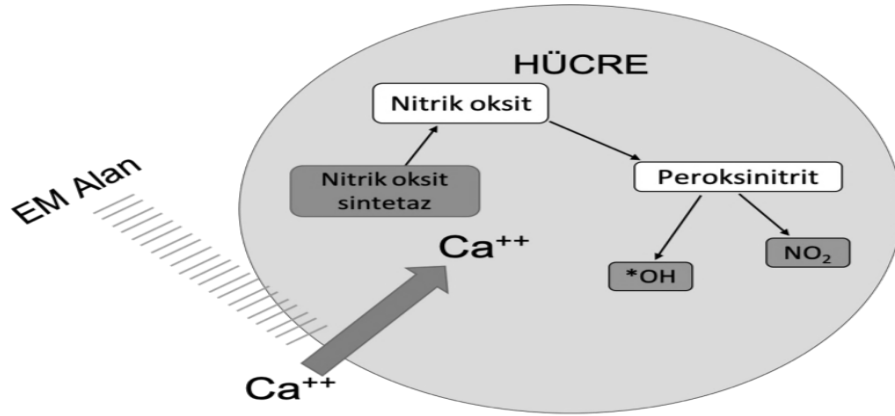
Elektrikli Cihaz	Elektrik Alan Şiddeti (V/m) 30 cm uzaklık	Manyetik Alan Şiddeti (μ T)	
		3 cm uzaklık	30 cm uzaklık
Stereo radyo	180	6-2000	0,01-7
Ütü	120	200-800	2-20
Buzdolabı	120	40-400	0,5-2
Mikser	100	73-200	4-8
Tost makinası	80	1-50	0,15-3
Saç kurutma makinası	80	0,8-50	0,15-3
Elektrikli süpürge	50	8-30	0,13-3
Elektrikli fırın	8	2,5-50	0,04-2
Sınır değeri	5000	100 μ T	

a) b)

Şekil 1.1 Elektrikli cihazlardan ortama yayılan elektrik (a) ve manyetik (b) alan şiddetleri (Anonymous 1999)

Elektrikli cihazlar başka cihazlar tarafından yayılan elektromanyetik dalgalardan etkilenerek normal şekilde çalışmayabilirler ve bu tür arızalar ticari, askeri vb. alanlarda kullanılan elektronik cihazlarda kritik etkilere neden olabilmektedir. Ayrıca elektromanyetik dalgaların insan vücuduna da zararları olduğu bilinmektedir. İnsan vücudu farklı alanlarda ve değişik yoğunluklarda elektromanyetik ışımalara maruz kalabilmektedir. Bu ışımaların frekansına, elektrik ve manyetik alan yoğunluklarına, yönüne ve polarizasyonuna bağlı olarak insan hücrelerine farklı oranlarda zarar

verebilmektedir. Son yıllarda yapılan çalışmalarda termal olmayan mikrodalga ya da düşük frekanslı Elektromanyetik alanlarının voltaj kapılı kalsiyum kanalını aktifleştirilmesine sebep olmaktadır (Pall 2016). Şekil 1.2’de elektromanyetik dalgaların kalsiyum iyon kanalının aktifliğinin bozulmasıyla hücrede gerçekleşen tepkimeler görülmektedir. Bu iyon kanalının bloke olmasıyla depresyon dahil olmak üzere nöropsikiyatrik etkilere de neden olabildiği bildirilmektedir. Elektromanyetik dalgalar insan dokusuna düştüğünde, gelen dalgaların bir kısmı daha derinlere sızarken geriye kalan büyük bir kısmı ise emilerek vücut sıcaklığının artmasına neden olmaktadır. İnsan sağlığını bu tür tehlikelere karşı korumak ve duyarlı elektrikli cihazları zararlı elektromanyetik girişimlere karşı önleyebilmek amacıyla koruma işlemlerine ihtiyaç duyulmaktadır.



Şekil 1.2 Elektromanyetik dalgaların kalsiyum iyon kanalına etkisi

Tekstil materyallerin kullanılmasıyla, elektrik-elektronik cihazlardan meydana gelen zararlı ışınların olumsuz etkilerinin azaltılabilmesi amaçlanmaktadır. Hafif, esnek ve ucuz olmalarından dolayı tekstil ürünleri tercih edilmektedir. Tekstil lifler yalıtkan malzemelerden olup elektromanyetik girişimlere karşı koruyucu özellikleri olmayan malzemelerdendir. Tekstil yüzeyini elektriksel olarak iletken hale getirebilmek için farklı yöntemler kullanılabilir. İletken polimerlerle yüzeylerin kaplanması bu yöntemlerden biridir. Elektriksel iletkenliğin yanı sıra zararlı ışınların manyetik alan şiddetinden dolayı manyetik özellikteki malzemeler de polimer matrisine dahil edilerek kompozitler oluşturulabilmekte ve ilave koruma sağlanabilmektedir.

Bu tez çalışmasında, önemli tekstil kumaşlarından olan PET (dokunmamış) kumaşı, iletken polimerlerden olan PPy ve farklı MP'ler (Fe_3O_4 , CoFe_2O_4 ve MnFe_2O_4) ile kaplanarak elektromanyetik ışımalara karşı koruyucu özellikleri olan kompozitlerin hazırlanması amaçlanmıştır.

2. KURAMSAL TEMELLER ve KAYNAK ÖZETLERİ

2.1 Manyetizma ve Türleri

Milattan önce 80'li yıllarda Doğa Tarihi ansiklopedisinde bahsi geçen, Yunan şair ve fizikçi Nicander'e göre Magnes adında bir çobanın İda Dağında sürüsünü otlatırken bir kaya parçasının ayakkabısındaki çivileri çektiğini ve manyetizma olarak bilinen bu fiziksel olayın çobanın isminden geldiği söylenilmektedir (Forbes 1972).



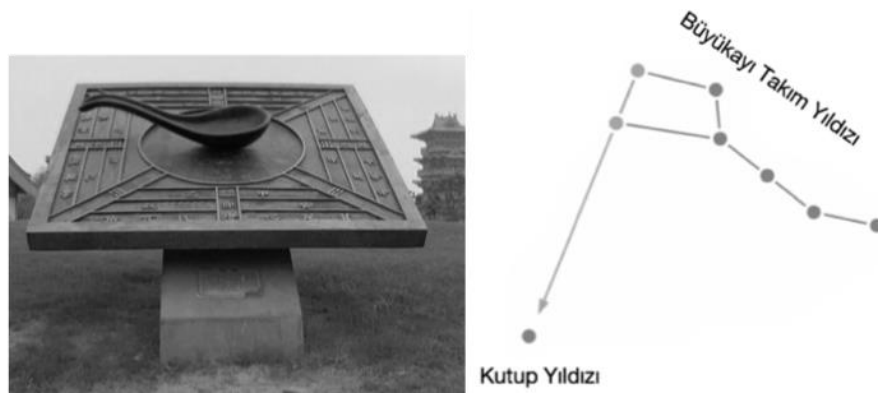
Şekil 2.1 Fe₃O₄'ün keşfi (López Sancho vd. 2005)

Bilinen ilk filozof olan Thales, deneylerinde bir taşın demir cevherlerini çektiğini farketmiş ve bu taşın Lidyalılar zamanında Magnesia olarak bilinen Manisa ilindeki Spil Dağı'ndan getirildiğini öğrenmiştir (Parker 1967). Bundan dolayı, Thales bu taşın magnesia adını vermiş ve manyetik isimde buradan gelmiştir (du Trémolet de Lacheisserie vd. 2002).



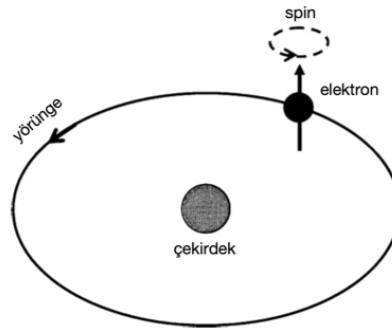
Şekil 2.2 Fe₃O₄ taşı

4000 yıl önce Çinli falcılar Fe_3O_4 taşı kehanet aracı olarak kullanmışlar ve daha sonraları bilinen ilk manyetik pusulayı yapmışlardır (Hummel 2004). Bu pusulaya Zhe'nan (Zhe = uç, nan = kuzey) denilmekte olup merkezdeki yuvarlak plaka cenneti temsil ederken, kare levha ise dünyayı temsil etmektedir. Fe_3O_4 taşı yontularak kepçe haline getirilmesinin nedeni Büyükayı takımyıldızını andırmasından kaynaklanmaktadır. Büyükayı takımyıldızı 7 yıldızdan oluşur ve kepçe şeklinde görünümü vardır. Kepçenin sapı güney noktası gelene kadar dönmekte olup kase şeklindeki kısmı ise manyetik kuzey tarafından çekildiği için kuzeyi göstermektedir.



Şekil 2.3 Antik Çin pusulası ve kutup yıldızı

Manyetizma, elektrik yüklerinin hareketi sonucu açığa çıkar. Manyetik alan, elektronların çekirdek etrafında dönmesinden kaynaklanan orbital açısal momentum ile elektronların spin hareketlerinden kaynaklanan spin açısal momentum ve bunlara karşılık gelen manyetik momentler neticesinde meydana gelmektedir (Şekil 2.4).

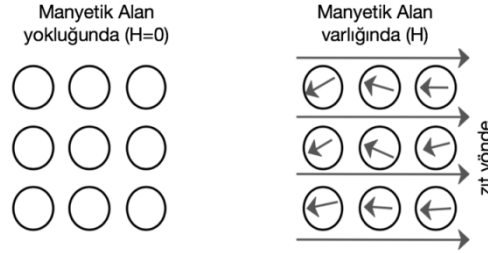


Şekil 2.4 Orbital ve spin manyetik momentler (Dionne 2009)

Malzemeler manyetik momentlerin birbirleriyle olan etkileşimleri sonucu farklı manyetik özellik gösterirler ve dışardan uygulanan bir manyetik alana karşı verdikleri tepkiye göre sınıflandırılırlar. Beş temel manyetizma türü bulunmaktadır.

Diyamanyetizma

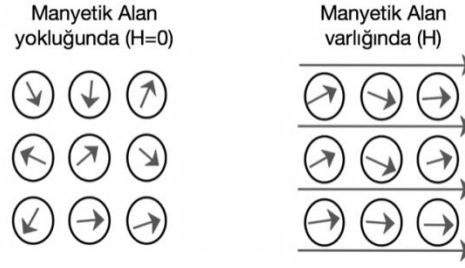
Malzemelerin elektronik konfigürasyonuna bakıldığında bütün elektronları eşleşmiş ve bunun sonucu olarak manyetik momentlerin genel olarak birbirlerini yok ettiği materyallerde diyamanyetizma gözlenmektedir. Diyamanyetik malzemeler negatif duyarlılığa sahiptir ve dışarıdan uygulanmış manyetik alanı zayıf bir şekilde iterler.



Şekil 2.5 Diyamanyetizma

Paramanyetizma

Diğer manyetizma türleri, atomun 3d veya 4f orbitallerinde kısmen eşleşmemiş elektronlara sahip malzemelerde gözlenmektedir. Atomik manyetik momentleri ayrılmış materyaller paramanyetizma özelliği gösterirler ve küçük bir pozitif manyetik duyarlılığa sahiptirler (Chen 2013). Paramanyetik malzemeler sadece uygulanan manyetik alan varlığında manyetizma özelliği gösterirler. Manyetik alan yoksunluğunda manyetik momentleri dağınık şekilde hizalanır. Manyetik alan varlığında ise, manyetik momentler aynı doğrultuda birbirlerine paralel olacak şekilde hizalanır.



Şekil 2.6 Paramanyetizma

Bütün malzemeler sadece Curie sıcaklığı üstünde paramanyetik özellik gösterirler. Curie sıcaklığı üstünde atomlar uyarıldığından dönme yönelimi gelişigüzel hale gelir ama manyetik alan uygulandığında yeniden düzenlenirler.

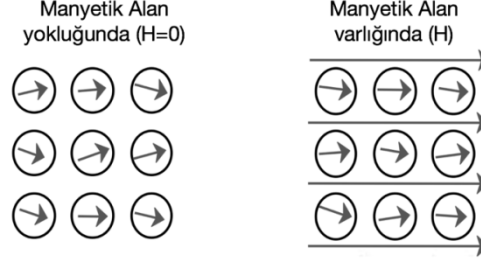
Malzeme	Curie Sıcaklığı T_c (K)
Fe	1043
Co	1400
Ni	627
Fe_2O_3	948
Fe_3O_4	858
$NiFe_2O_4$	858
$CoFe_2O_4$	793
$MnFe_2O_4$	573
$MgFe_2O_4$	713
$CuFe_2O_4$	728
$SrFe_{12}O_{19}$	723
$Y_3Fe_5O_{12}$	560

Şekil 2.7 Malzemelerin Curie sıcaklıkları (Haynes 2012)

Ferromanyetizma

Ferromanyetizmaya sahip malzemeler, eşit büyüklükteki atomik manyetik momentlerle hizalıdır ve kristal yapıları akı yoğunluğunu kuvvetli bir şekilde arttırabilen momentler arasında doğrudan bağlantı etkileşimlerine izin verir. Ayrıca ferromanyetik malzemelerdeki hizalanmış momentler, uygulanan bir manyetik alanın yokluğunda kendiliğinden bir mıknatıslanma sağlayabilirler. Uygulanan alanın yokluğunda kalıcı

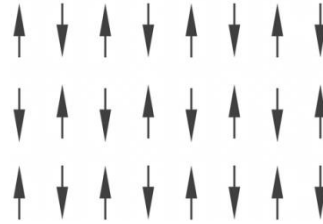
mıknatıslanmaya sahip olan malzemeler sert mıknatıslar olarak da bilinir. Ferromanyetik malzemeler Curie sıcaklığı üstüne çıkartıldıklarında mıknatıslık özelliklerini kaybederler.



Şekil 2.8 Ferromanyetizma

Antiferromanyetizma

Antiparalel bir şekilde, eşit büyüklükteki atomik manyetik momentleri olan malzemeler antiferromanyetik özellik gösterirler. Ferromanyetik malzemelerde görüldüğü gibi, antiferromanyetik malzemeler de belli bir sıcaklığın üstünde paramanyetik hal alır, yani termal enerji o kadar yüksek olur ki malzemenin içindeki mikroskobik düzeydeki manyetik hizalanmanın parçalanmasına neden olmaktadır. Bu sıcaklığa ise Neel sıcaklığı denilmektedir.

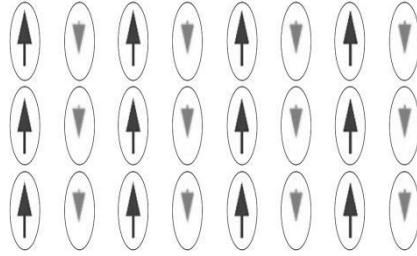


Şekil 2.9 Antiferromanyetizma

Ferrimanyetizma

Ferimanyetikler 1948'e kadar bilinen manyetik malzemelerden ayrı bir malzeme olarak görülememişlerdir. Louis Néel 1948 yılında yayınladığı makalede ferritleri anlamak için

bir teori geliştirerek ferrimanyetizma ismini vermiştir (Néel 1948). Ferromıknatıslar gibi, ferrimıknatıslar da manyetik alan yoksunluğunda mıknatıslık özelliğini gösterebilmektedirler. Ferrimanyetik malzemelerde, momentler birbirlerine zıt yönde paralel olacak şekilde dizilirler. Farklı yönlerde hizalanan momentlerin farkı sıfır olmadığından dolayı kalıcı manyetizma açığa çıkmaktadır.



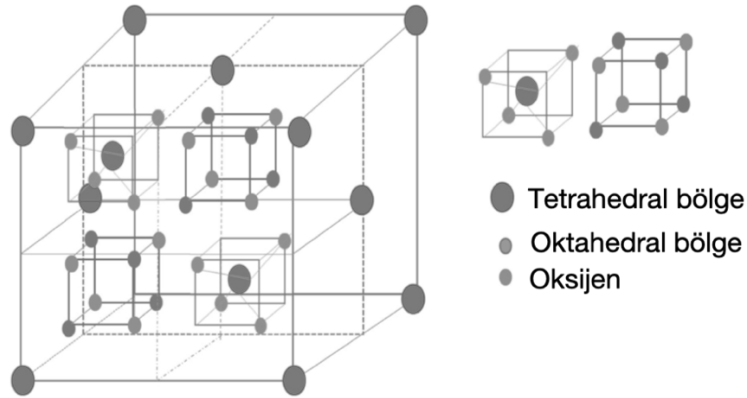
Şekil 2.10 Ferrimanyetizma

2.2 Manyetik Ferritler

Ferritlerin yalıtkanlık kalitesi manyetik çekirdek olarak kullanılmalarına olanak sağlar. Metalik ferromanyetik malzemeler alternatif manyetik alana bırakıldıklarında, indüksiyon akımından dolayı önemli bir miktarda ısı kayıpları açığa çıkar. Ferrit mıknatıslar ise yüksek dirençlere sahip olmalarından dolayı bu tür ısı kayıplarını büyük ölçüde azaltırlar. Ferromanyetik metallere aksine ferritler çok düşük elektriksel iletkenliğe sahiptirler ve dielektrik katsayıları 10^{-10} ile 10^{-12} arasındadır (Wang, X vd. 2017). Ayrıca uzun dalga boylarında EM dalgaları soğurma özelliğine de sahiptirler. Bu özelliğin sıra dışı olmasının sebebi ise metaller genellikle ışığı yansıtırken yalıtkanlar ise ışığı geçirirler. Ferritlerin kristalite yapılarında EM radyasyon, manyetik momentin ışık frekansında dönmesine neden olur. Işığın emilim sıklığı malzemenin kristalite yapısına bağlı olup polikristalin bir malzeme geniş bir radar frekansın emilmesini olanak sağlar.

Kristal yapıları ve manyetik özelliklerine dayanarak, ferritler spinel (MFe_2O_4 ; $M=Mn, Fe, Co, Ni, Zn$), garnet ($M_3Fe_5O_{12}$; $M =$ nadir toprak katyonları), hekzaferrit ($SrFe_{12}O_{19}$ ve $BaFe_{12}O_{19}$) ve ortoferrit ($MFeO_3$; $M =$ nadir toprak katyonları) olarak sınıflandırılır

(Dionne 2009). Spinel olarak adlandırılan kristal yapılar magnezyum aluminat ($MgAl_2O_4$) mineralinden gelmektedir. Spinel ferritler, kimyasal formülü AB_2O_4 ($A^{2+} B_2^{3+} O_4$) olan homojen materyaller olup A ve B sırasıyla tetrahedral ve oktahedral kristalografik bölgeye yerleşmiş metal katyonlardır. Bu yapıya sahip kristallerde oksijen atomları yüzey merkezli kübik yapıda yerleşmektedir. A^{2+} iyonları sadece oktahedral bölgeye konumlanırken, B^{3+} iyonları ise hem oktahedral hem de tetrahedral bölgelerde bulunmaktadır. Şekil 2.11’de spinel ferritlerin temsili yapısı görülmektedir.

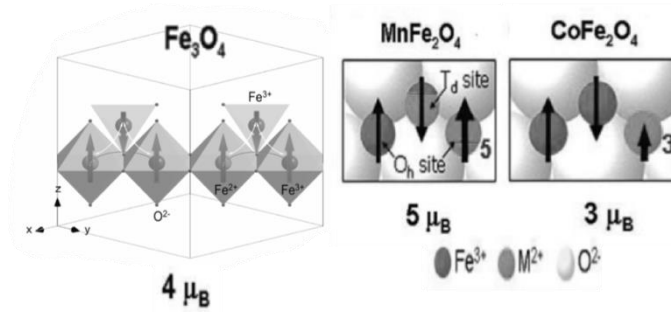


Şekil 2.11 AB_2O_4 tipi kristallerin yapıları (Kefeni vd. 2017)

MFe_2O_4 formülünde M(II) ve Fe(III) katyonlarının kristalografik bölge tercihlerine göre üç olası spinel ferrit yapısı bilinmekte olup, bunlar normal, ters ve karışık spinel ferritlerdir. Normal spinel ferrit yapısında tetrahedral bölgelerinde M(II) bulunurken, oktahedral bölgelerde Fe(III) bulunmaktadır. Ters spinel ferritlerde, Fe(III) her iki bölgede eşit olarak dağılırken, M(II) sadece oktahedral bölgelerde bulunur. Karışık spinel ferritlerde ise her iki metal iyonuda tetrahedral ve oktahedral bölgeleri rastgele işgal eder. $ZnFe_2O_4$ normal spinel ferrit yapısında iken, Fe_3O_4 ve $NiFe_2O_4$ ters spinel ferritlere yaygın örneklerdendir. $MnFe_2O_4$ ise, örneğin, $Mn_{0.8}Fe_{0.2}(Mn_{0.2}Fe_{1.8})O_4$ gibi karışık spinel ferrit için iyi bir örnektir (Kefeni vd. 2017).

Şekil 2.12’de Fe_3O_4 , $CoFe_2O_4$ ve $MnFe_2O_4$ ’ün manyetik momentleri görülmektedir. Fe_3O_4 ’ün yapısına bakıldığında iki demir atomu +3 değerlikli iken bir demir atomu +2 değerliklidir. Üç değerliğe sahip demir atomları birbirlerine zıt yönde olacak şekilde

hizalandıklarından dolayı momentleri birbirlerini sönümler. Bu tür malzemelere verilebilecek bir başka örnek ise garnet yapısında olan yitrium ferrit ($Y_3Fe_5O_{12}$) kristalidir (Dionne 2009). Fe_3O_4 'ün net manyetik moment, +2 değerlikli demir atomundan kaynaklanmış olmaktadır.

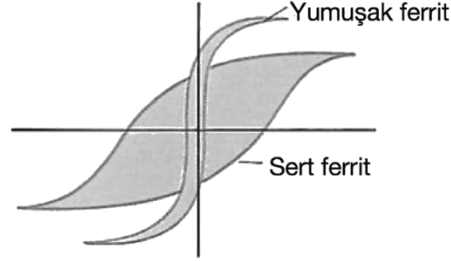


Şekil 2.12 Önemli spinel ferritlerin manyetik momentleri (Lee vd. 2007) (Fuentes-García vd. 2018)

Ferritler ayrıca yumuşak ve sert olmak üzere iki gruba ayrılabilir. Yumuşak ferritler düşük koersiviteye sahiptirler. Transformator veya EM çekirdeklerde kullanılan yumuşak ferritler nikel, çinko ve mangan bileşiklerinden oluşmaktadır. Düşük koersiviteye sahip olmaları, manyetizasyon yönünün çok fazla enerji kaybı yaşamadan kolayca tersine çevirebilmesi olarak düşünülmektedir. Ayrıca yumuşak ferritlerin yüksek öz dirence sahip olmalarından dolayı çekirdekteki edî akımından meydana gelen enerji kayıpları önlenmektedir. Mangan-çinko ferrit ve nikel-çinko ferrit en yaygın yumuşak ferritlerdir. Mangan-çinko ferrit nikel-çinko ferrite göre daha yüksek manyetik geçirgenliğe sahiptir. Buna karşın nikel-çinko ferrit ise daha yüksek direnç değerine sahiptir. Kalıcı mıknatıs olarak bilinen sert ferritler ise yüksek koersivite değerlerine sahiptirler. Yüksek koersiviteye sahip olmalarından dolayı demanyetizasyona uğramalarına yüksek mukavemet gösterirler. Bu durum malzemenin sert mıknatıs olabilmesi açısından önemli özelliklerindedir. Baryum hekza ferrit, stronsiyum ferrit ve $CoFe_2O_4$ yaygın olarak kullanılan sert ferritlerdir.

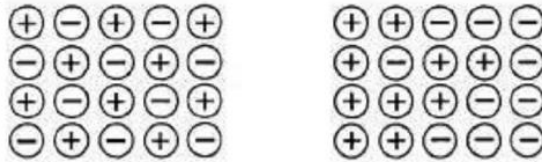
Malzemelerin manyetik derecelerinin ayarlanabilmesi için son yıllarda sert ve yumuşak ferritlerden oluşan kompozitler oluşturulmaya çalışılmaktadır. Kompozitteki sert ve

yumuşak fazlar arasında gerçekleşen deęiş-tokuş etkileşimleri, manyetizasyon ve koersivite deęerlerinin deęişmesine neden olmaktadır. Sert ve yumuşak ferritlere ait histeresis eęrileri Şekil 2.13’de görölmektedir.



Şekil 2.13 Sert ve yumuşak ferritlerin histeresis eęrileri

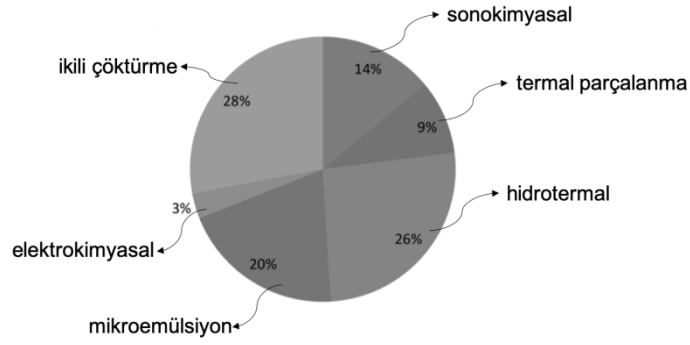
Nötr bir atom elektriksel alan varlığında pozitif yükler uygulanan alana doğru yönelirken, yörüngedeki negatif yükler de elektriksel alanın tersine doğru hareket ederler. Atomun içerisindeki her yerde bu şekilde oluşan dipollere elektriksel polarizasyon denir. Ferritler ve yarı-iletkenlerde sınır-yük polarizasyonu görölmektedir. Uygulanan elektriksel alana doğru iyonların difüzyonundan dolayı oluşmaktadır. Şekil 2.14’de uygulanan alan varlığında yüklerin yeniden dağıldığı görölmektedir.



Şekil 2.14 Elektriksel alan varlığında yüklerin yeniden dağılımı

2.3 MP Sentez Yöntemleri

Son yıllarda, manyetik nanoparçacıklar farklı alanlardaki uygulanma potansiyeline sahip olmalarından dolayı çeşitli yöntemlerle sentezlenebilmektedirler. Şekil 2.15’de kontrollü, kararlı ve dar boyuta sahip manyetik nanoparçacıkları sentezlemek için literatürde tercih edilen yöntemlerin yüzdesel deęerleri şekilde görölmektedir.



Şekil 2.15 MP sentezinde kullanılan yöntemlerin literatürdeki kullanım yüzdeleri (Ali vd. 2016)

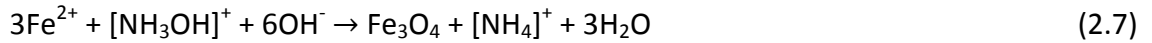
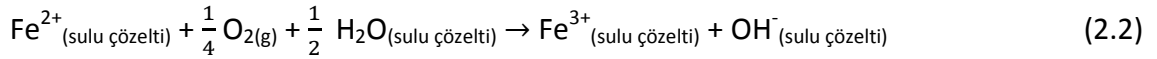
2.3.1 İkili çöktürme

Manyetik nanoparçacıkları (metal oksit ve ferritler) sulu çözeltilerinden sentezlemenin kolay ve kullanışlı yollarından biri ikili çöktürme yöntemidir. İnert atmosfer altında ve oda sıcaklığında (ya da daha yüksek sıcaklıklarda) bir baz ilavesiyle sentez yapılır. Ferritler genellikle sulu bir ortamda hazırlanırlar ve oluşum reaksiyonları Eşitlik 2.1’de gösterildiği gibidir:

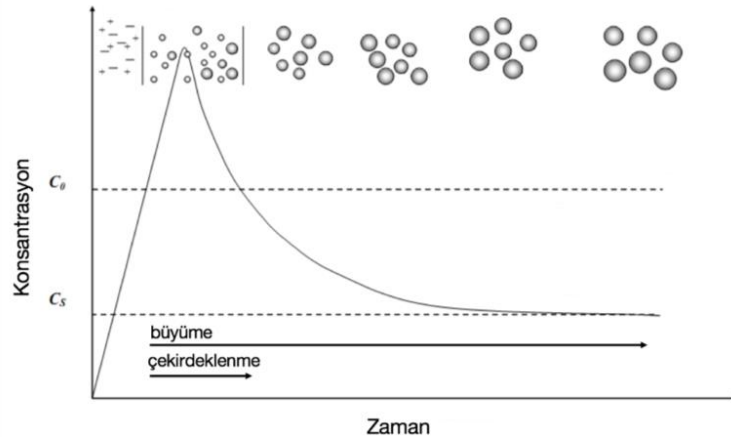


Bu reaksiyonda metal demir, mangan, kobalt, bakır, magnezyum, çinko ve nikel olabilir. Komple çöktürme oksijen olmayan ortamda demir:metal sitokiyometri oranının 2:1 ve pH'nın 8 ile 14 arasında olduğu anda gerçekleşmektedir (Iida vd. 2007). Fe_3O_4 nanoparçacıkları ortam şartlarında çok kararlı değildir ve oksijen varlığında kolayca kahverenginde maghemite parçacıklarına ($\gamma-Fe_2O_3$) yükseltgenmektedirler. Ortamdaki çözülmüş oksijen hidrazin ($N_2H_4.H_2O$) ile reaksiyona girerek ortamdan uzaklaştırılabilmektedir (Eşitlik 2.6) (Hong vd. 2008). Çözelti ortamında oluşan hidroksilamonyum katyonu ($[NH_3OH]^+$) demir (II) iyonlarıyla reaksiyona girerek Fe_3O_4 'ün oluşmasını sağlarlar (Eşitlik 2.7). Eşitlik 2.2’de görüldüğü üzere Fe^{2+} iyonlarının oksidasyonu bitene kadar dönüşüm devam etmektedir. Bu dönüşümün sonucunda suda çözünemeyen kırmızı-kahvemsii renkte olan $Fe(OH)_3$ oluşumu gözlenmektedir (Eşitlik 2.3) (Liu vd. 2004). Maghemit de ferrimanyetik özellikte

olduğundan manyetik özelliğın kaybolmasına fazla neden olmaz. Bundan dolayı Fe₃O₄ parçacıklarını maghemite dönüştürmek için bilinçli olarak oksidasyonuna maruz bırakılabilmektedir. Bu dönüşüm, asidik ortamda MP'lerin dağılmasından sonra demir nitrat eklenmesiyle tamamlanmaktadır. Maghemit parçacıkları asidik ve bazik ortamlarda kararlıdır. 300 °C üstündeki sıcaklıklarda daha hızlı bir reaksiyon sonucu Fe₃O₄ hematite (α -Fe₂O₃) dönüşür (Eşitlik 2.3) (Cornell and Schwertmann 2003).

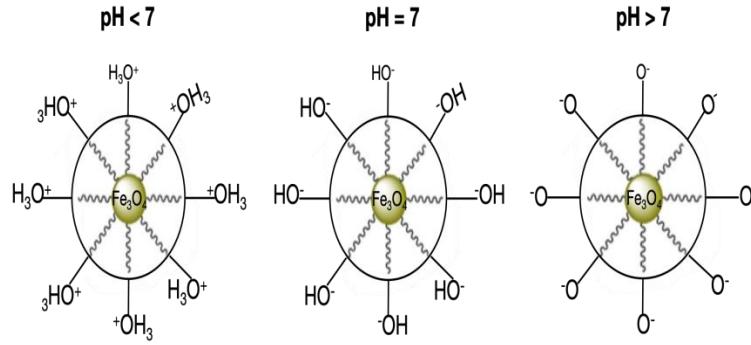


İki adımda ikili çöktürme yöntemi gerçekleşmektedir. Ortamdaki türler kritik doyum noktasına ulaşıncaya kadar ilk olarak küçük yapıdaki çekirdekler meydana gelmekte olup bunu kristal büyümesi takip etmektedir. Bu iki adım Şekil 2.16'deki Lamer diyagramında görülmektedir. Çekirdekleşmenin aynı anda oluştuğu aşırı doymuş çözeltilerde kristal büyümesinden sonra nanoparçacıkların boyut dağılımı çok küçük olmaktadır. Parçacıkların sayısının belirlenmesinde çekirdekleşme adımı önemlidir. Çekirdekleşme adımı baskınsa küçük boyutlu tanecikler meydana gelirken, kristal büyümenin baskın olduğu durumda ise iri boyutlu parçacıklar oluşmaktadır (Fu 2012).



Şekil 2.16 Lamer diyagramı

Fe_3O_4 parçacıklar sulu sistemlerde hidratlanarak yüzeylerinde Fe-OH grupları oluşmakta ve ortamın pH'ına göre Fe-OH kenarları hidronyum (H^+) ya da hidroksi (OH^-) iyonlarıyla tepkimeye girerek yüzeylerinde pozitif veya negatif yük meydana getirmektedirler. Fe_3O_4 parçacıkların kararlılığı, bazı polimerler veya silika ile kaplanarak elektrostatik ya da surfaktantlar kullanarak sterik stabilizasyonla sağlanabilmektedir.



Şekil 2.17 Farklı pH değerlerinde Fe_3O_4 'ün davranışı

MP'lerin boyutu, şekli ve bileşimi başlangıç maddesi olarak kullanılan tuzların türüne (kloritler, sülfatlar veya nitratlar), $M^{2+}:Fe^{3+}$ oranına, sıcaklığa, ortamın pH'ına ve iyonik kuvvetine, karıştırma hızına ve hatta ortamın inert atmosfer olmasını sağlayan azot gazından dolayı oluşacak baloncuklara da bağlıdır (Faraji vd. 2010).

Fe₃O₄ parçacıklarının sentezinde kullanılan demir tuzlarının da parçacıkların manyetik özelliklerinin değişmesine neden olmakta olup klorlu tuzlar yerine sülfat tuzları kullanıldığında doyum mıknatıslanma değerlerinin sırasıyla 55,4 ve 46,7 emu/g olduğu görülmektedir (Tronc vd. 1992, Ziolo vd. 1992). Fe₃O₄ sentezinde kullanılan demir tuzlarının oranı ($Fe^{2+}:Fe^{3+} = x$) parçacıkların şeklini, boyutunu, içeriğini ve manyetik özelliklerin değişebilmesine neden olmaktadır. Sentezde $Fe^{2+}:Fe^{3+}$ oranı arttığında, parçacıkların boyutunun da arttığı gözlenmektedir (Hyeon 2003). Sitokiyometrik oran (x) çok küçük olduğunda çözeltide FeO(OH) oluşmaktadır (Babes vd. 1999). Bu oran 0,3 olduğu zaman iki faz aynı anda gerçekleşmekte olup, bunlardan birinde 4 nm boyutunda nanoparçacıklar oluşurken diğer fazda ise daha büyük parçacıklar oluşmaktadır. Bu oran 0,35 olduğunda sadece tek faz oluşurken, 0,5'e doğru yükseldikçe parçacıklar boyut ve kimyasal içerik olarak homojen yapıda görülmektedir. Fe₃O₄ parçacıklarının oluşumunda sıcaklık arttırıldığında oluşan parçacıkların azaldığı gözlenmektedir (Babes vd. 1999). Ortamın pH'sı ve iyonik kuvveti parçacıkların boyutu üzerinde önemli bir etkiye sebep olmaktadır. Elektrostatik yüzey yüküne olan etkilerinden dolayı, pH ve iyonik kuvvet arttıkça parçacıkların büyüklüğü ve boyut dağılımı azalmaktadır (Tartaj vd. 2006). Sentez sırasında karıştırma hızı arttığında, parçacıkların boyutunun azalma eğiliminde olduğu belirtilmektedir (Massart and Cabuil 1987).

Sentez kolaylığı bakımından ikili çöktürme tercih edilen yöntemlerdendir. Düşük reaksiyon sıcaklığı ve kısa zamanda MP'lerin oluşması bakımından diğer yöntemlere göre daha kullanışlıdır. Ayrıca çevre dostu bir çözücü olan suyun kullanılması ve reaksiyon veriminin yüksek olması önemli avantajlarından olmasına rağmen, boyut dağılımının dar olması ve şekil kontrolünün sağlanamaması bu yöntemin olumsuz tarafları olarak görülmektedir (Faraji vd. 2010).

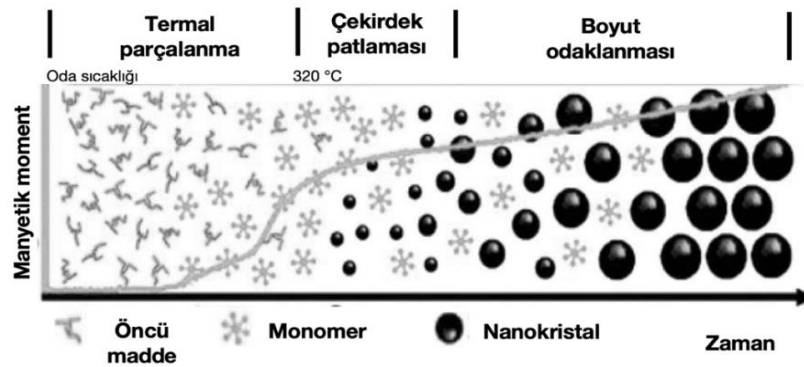
2.3.2 Mikroemülsiyon

Su/yağ mikroemülsiyonu yöntemi, benzer boyutlara sahip manyetik nanoparçacıkların sentezlenmesinde yaygın olarak kullanılmaktadır (Dresco vd. 1999, Liu vd. 2000, Lopez Perez vd. 1997, Santra vd. 2001). Su ve yağ arasındaki ara yüzey gerilimini

düşüren sürfaktant, çözeltinin şeffaf görünmesini sağlamaktadır. Tek boyut dağılımında değişik morfolojilere sahip nanoparçacıkların sentezlenebilmesi bu yöntemin olumlu taraflarından olmasına rağmen çok fazla miktarda çözücü gerektirmesi ve düşük verim vermesi olumsuz yönlerindedir.

2.3.3 Termal parçalanma

Yüksek düzeyde tek boyut dağılımına sahip nanoparçacıklar yüksek sıcaklıklarda başlangıç maddelerinin ayrışması sonucu oluşmaktadır. Başlangıç maddeleri olarak kullanılan organometalik bileşikler, yüzey aktif maddeleri ve çözücülerin oranları MP'lerin morfolojisini ve büyüklüğünü belirlemekte kullanılan değişkenlerdendir (Tartaj vd. 2006). Şekil 2.18'de reaksiyon sıcaklığı, zamanı ve olgunlaşma aşamaları MP'lerin boyut ve şekil kontrolünün yapılmasında önemli rol oynamaktadır (Kwon vd. 2007).



Şekil 2.18 Termal parçalanma yöntemiyle nanoparçacıkların oluşumu (Faraji vd. 2010)

2.3.4 Solvotermal yollar

Hidrotermal olarak da adlandırılan, çapı 100 nm nin altında manyetik nanoparçacıkların sentezinde kullanılabilen literatürdeki sentez yöntemlerinden biridir (Giri vd. 2005, Mao vd. 2006, Wang vd. 2003, Zhu vd. 2007). Reaksiyonda kullanılan çözücü su olduğunda hidrotermal, alkol ya da başka bir organik çözücü olduğunda ise solvotermal yöntem

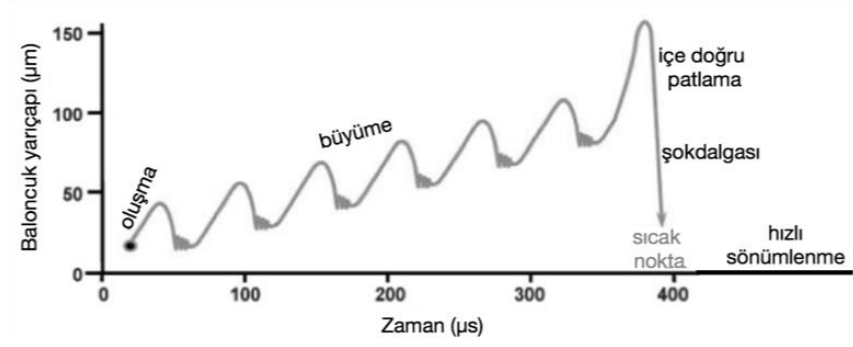
olarak adlandırılmaktadır. Bu reaksiyonlar sulu ortamlardaki reaktörlerin içinde ya da sıcaklığı 200 °C'nin basıncı da 2000 psi'in üzerine çıktığı otoklavlarda gerçekleştirilmektedir. Hidrotermal yöntemlerle birçok farklı malzemelerdeki kristallerin başarılı bir şekilde büyümesini sağlanmaktadır. Ayrıca bu yöntemle serbest halde bulunan tek kristal parçacıkların oluşması ve bu işlem sonucunda oluşan taneciklerin diğer sentez yöntemlerinden daha iyi bir kristalliğin oluşabildiği belirtilmektedir.

2.3.5 Sonokimyasal

Diğer zaman alıcı yöntemlerin aksine, alışılmadık özelliklere sahip yeni malzemelerde özellikle Fe_3O_4 ve maghemit nanoparçacıkların sentezinde sonokimyasal yöntem kullanılabilir (Shafi vd. 2001, Shafi vd. 2002). Ultrasonik ışınlamada, akustik kavitasyondan kaynaklanan sıvıdaki kabarcıkların oluşumu, büyümesi ve içe çökmesi aşamalarının sonucunda nanoparçacıklar meydana gelmektedir.

Baloncukların oluşması ve gelişmesi sırasında ortamla ve dışarıyla enerji alışverişinde bulunmazlar. Ortamda oluşan kabarcıklar ultrasonun dağıtık enerjisini etkili bir şekilde biriktirip, içe çökme aşamasından sonra biriktirilen yüksek enerjinin açığa çıkmasını neden olurlar. İçe doğru patlayarak çöken baloncuklar, yerel bölgelerde adyabatik sıkışmadan veya şok dalgasıyla gaz fazında çöken baloncuklardan dolayı sıcak noktalar oluşturur.

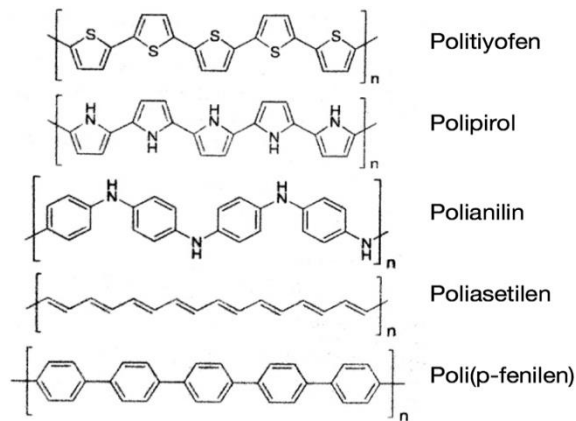
Bu yöntemle sentezlenen parçacıkların bileşimi kabarcıklardaki buharın bileşime ile aynı olduğundan dolayı oluşan nanoparçacıkların saflığını kontrol edilmesinde yardımcı olur (Tartaj vd. 2003).



Şekil 2.19 Sonokimyasal yöntemde nanoparçacıkların oluşum süreci (Teo 2015)

2.4 İletken Polimerler

Geleneksel olarak, polimerler yalıtkan olarak düşünülmekteydi. Ancak, 1977'de Alan G. MacDiarmid, Hideki Shirakawa ve Alan J. Heeger ve arkadaşları bu düşüncüyü değiştirerek yeni bir araştırma alanının kapısını araladılar ve 2000 yılında Nobel ödülüne layık gösterildiler. Poliasetileni elektron çeken AsF_5 ile doplanması sonrası iletkenliğinin dokuz kat arttığını bulmuşlardır. Bu keşifden kısa bir süre sonra, 1970'lerin sonundan 1980'lerin başlarına kadar PPy, polianilin (PANI) ve politiyofen (PTh) dahil olmak üzere bir dizi kararlı iletken polimerler rapor edilmiştir. Şekil 2.20'de dop edilmemiş bazı iletken polimerlerin kimyasal yapıları görülmektedir. İletken polimerler, doğustan ve katkılı iletken polimerler olmak üzere iki alt gruba ayrılırlar.

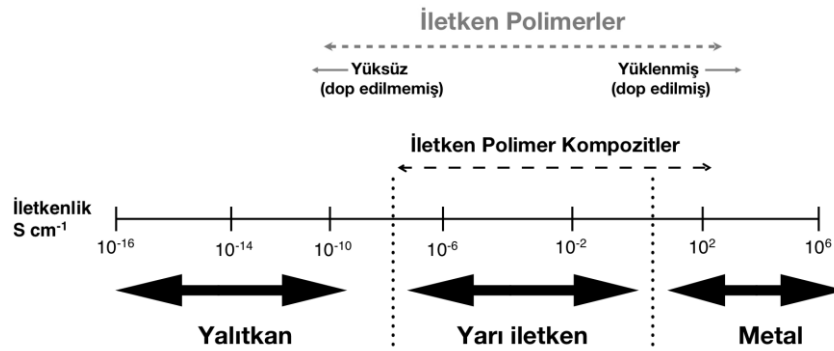


Şekil 2.20 Dop edilmemiş önemli iletken polimerlerin kimyasal yapıları

Konjuge olmuş polimerler doğuştan iletken polimerler olarak da adlandırılıp elektriksel ve optik özelliklere sahiptirler. İletkenlik değerleri 10^{-10} ile 10^{+5} S/cm arasında değişen birçok doğuştan iletken polimer sentezlenebilir. Yüksek elektriksel iletkenliğe ve çevresel karalılığa sahip, kolay sentezlenebilen polimerlerken aynı zamanda zayıf mekaniksel özelliklere sahiptirler.

Polimerin iletkenlik özelliği taşıması için iki gerekli şart bulunmaktadır. Konjuge çift bağ olarak adlandırılan, polimer zincirinde birbirini izleyen tek ve çift bağ bulundurulması birinci şarttır. Zincirde bulunan sigma bağları sert kimyasal bağlar olup, her çift bağda daha zayıf olan pi bağı içerir. Bağlanma konjugasyonu, polimerin elektriksel iletkenliğini sağlamada yeterli değildir. Bu yüzden ikinci koşul olarak yapıdaki elektronların çekilmesi (oksidasyon) veya dışardan yapının içine elektron sokulmasıyla (indirgenme) polimer yapısının bozulması gerçekleştirilir. Bu yolla yapılan işlemlere sırasıyla p-doplama ve n-doplama olarak adlandırılır ve bu şekilde iletkenliği sağlanan polimerlerin renk, gözeneklilik, hacim vb. özelliklerinin değişimine neden olmaktadır (Balint vd. 2014, Benhamou and Hamouni 2014, Dai 2004).

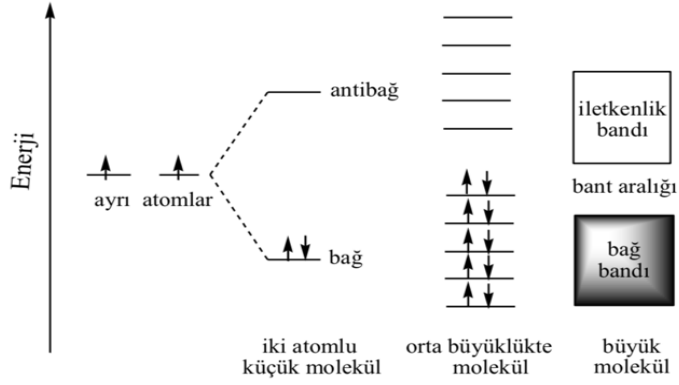
Malzemelerin iletkenliklerine göre sınıflandırılmış hali Şekil 2.21’de görülmektedir. Yalıtkan, yarı-iletken ve metal olmak üzere üçe ayrılmış olup iletken polimerler yarı-iletken kategorisinde yer alabilmektedir.



Şekil 2.21 Malzemelerin iletkenlik değerleri

2.4.1 Polimerlerin iletkenlik mekanizması

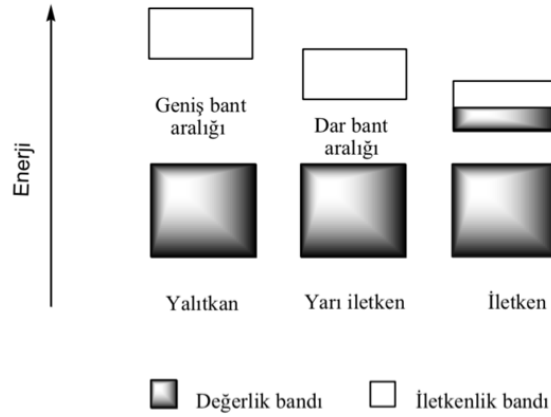
Bant Teorisi; malzemelerin elektronik özellikleri yapıları ile belirlenmekte olup bu yapıların izahındaki en makul yaklaşım band teorisi ile açıklanabilmektedir. Birer elektrona sahip benzer iki atomun bir araya gelmesiyle oluşan iki atomlu bir bileşiğin (H_2) bağ yapmadan önceki ve bağ yaptıktan sonraki elektron enerji düzeyleri Şekil 2.22’de gösterilmektedir. Bağ oluşumu sırasında iki yeni enerji düzeyi meydana gelmekte olup bunlara, iki elektronun bulunduğu bağ ve boş olan antibağ enerji düzeyleri denmektedir. Isı veya ışık etkisiyle yeterli enerjiyi alan bağ enerji düzeyindeki elektronlar daha yüksek enerjiye sahip antibağ düzeyine çıkabilmeleri sağlanmaktadır.



Şekil 2.22 Farklı büyüklükteki moleküllerin oluşumunda elektronların bulunduğu enerji düzeyleri

Birden fazla elektrona sahip karmaşık moleküller arasındaki bağ oluşumu da aynı şekilde açıklanabilmektedir. Moleküle her yeni bir atomun katılmasıyla molekülün elektronik yapısında yeni bir *bağ* ve *antibağ* enerji düzeyleri oluşmaktadır (Saçak 2002). Molekül büyüklüğü arttıkça bağ orbitallerinin sayısı artarken orbital enerji düzeyleri arasındaki fark ise azalmaktadır. Bir noktadan sonra birbirinden bariz bir şekilde ayrılmış enerji düzeylerinin yerini sürekli görünümde olan bir *enerji bandı* oluşmakta olup *bağ bandı* veya *değerlik bandı* olarak adlandırılmaktadır. Değerlik bandında bulunan elektronlar kolaylıkla yer değiştirerek band içinde hareket edebilmeleri sağlanmaktadır. Değerlik bandı oluşumuna benzer şekilde sayıları sonsuza yaklaşan antibağ orbitalleri de başka bir enerji bandı oluşturur ve bu banda ise *iletkenlik*

bandı denmektedir. Değerlik bandı ile iletkenlik bandı arasındaki aralığa *band eşiği* ve bu eşiğin geçilebilmesi için gerekli enerjiye ise *band eşik enerjisi* denilmektedir. Maddelerin elektriksel iletkenlikleri açısından sınıflandırılmasında band eşik enerjisinin büyüklüğü önem kazanmaktadır (Şekil 2.23). Bandların nasıl doldurulduğuna bağlı olarak malzemelerin elektriksel özellikleri belirlenmektedir. Elektriksel iletkenliğin sağlanabilmesi için bandlar kısmen dolmalıdır. Bantların tamamen dolu veya boş olması durumunda elektriksel iletkenlik sağlanamamaktadır. Metaller kısmen dolu enerji bantlarına sahip olduklarından dolayı yüksek iletkenliğe sahiptirler. Yalıtkan ve yarı-iletken malzemelerde ise enerji bantları tamamen dolu veya boştur. Yalıtkan polimerlerde değerlik bandı dolu iken iletkenlik bandı ise boştur ve geniş bir band eşiğiyle birbirlerinden ayrılmaktadır. Oda sıcaklığında elektronların değerlik bandından iletken bandına termal uyarımı yetersiz olduğu için yalıtkan özelliktedirler. İletken polimerlerde ise değerlik bandı ile iletkenlik bandı birbiriyle örtüştüğünden dolayı eşik daha dardır ve yüksek iletkenliklere sahiptir. İletken polimerlerde doplama işlemi uygulanarak band yapıları değiştirilebilmektedir.

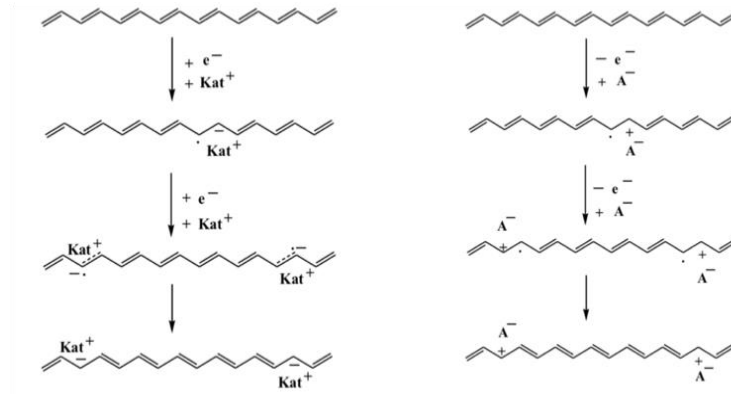


Şekil 2.23 Yalıtkan, yarı-iletken ve iletken katılarda enerji bandları

Polaron and Bipolaron Model; band teorisi iletken polimerlerin elektriksel iletkenliği açıklamada yetersiz kaldığı için katı hal fizikçileri tarafından polaron-bipolaron modeli ortaya çıkartılmıştır. Bu modele göre iletkenlik, polimer zincirindeki kusurlu yerler üzerinden ilerlediği öngörülen *spinsiz iletkenlik kavramıyla* yapılır. Yükseltgenme yapılan doplama işleminde yapıda boşluklar oluşurken, indirgenmeyle oluşan doplama işleminde ise elektronlar ortaya çıkar ve bunlar yük taşıyıcı türler olarak bilinmektedir.

Organik yarı iletkenler olarak bilinen iletken polimerler band eşiği genellikle 1,5eV'un üzerindedir ve doğuştan iletkenlikleri düşüktür. Doplama işlemi sonucu iletkenlikleri yükseltmek mümkündür. Aynı zamanda bu modeli kullanarak doplama işlemi sonucu renk değişiminin açıklanmasına da olanak sağlar. Kısmi delokalize olan radikal katyona *polaron*, radikal dikatyona ise *bipolaron* denir. Polaron ve bipolaronlar hareketlidir ve polimer zincirleri üzerinde hareket edebilmeleri mümkündür.

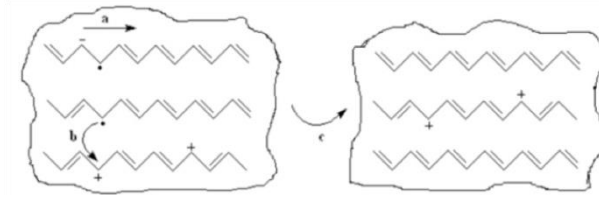
Poliasetilenin n-tipi doplanması sonucu iletken yapıda olabilmektedir. Polimer zincirinden bir elektronun uzaklaştırılmasıyla radikal katyon, ikinci bir elektronun uzaklaştırılması sonucu ikinci radikal katyon oluşmaktadır. Oluşan iki radikal katyonun birleşmesiyle spinsiz dikatyon oluşmaktadır. Bu şekilde ilerleyen yükseltgenme sonucu spinsiz yük taşıyan pozitif solitonlar oluşmakta ve zincir üzerinde polikarbyonyum anyonları meydana gelmektedir. Bu solitonlar arasında bunları birbirinden ayıran sınır bölgeler bulunmaktadır. Belirli sayıdaki katyonlar zincirler arasına yerleşip yük dengelenmesini sağlamaktadır. Bunun sonucunda ise negatif yüklü solitonlar meydana gelmektedir. Poliasetilenin p-tipi doplanmasında ise polikarbyonyum katyonları oluşmakta ve bu işlem sırasında belirli sayıdaki anyonların zincirlerin arasına yerleşmesiyle yük dengelenmesi sağlanmaktadır. Şekil 2.24'de poliasetilenin p ve n tipi doplanma süreçleri görülmektedir.



Şekil 2.24 Poliasetilenin n ve p tipi doplanması

Elektriksel iletkenlik konjuge polimer zincirleri üzerinden olabileceği gibi polimerin yığın halinde de gerçekleşmektedir. Bu olay Şekil 2.25'deki *atlama (hopping)* mekanizmasıyla açıklanmaktadır. İletken polimerler kristal ve amorf bölgelerin bileşiminden meydana gelmektedir. Polimer zincirinde yük transferi üç şekilde olmaktadır:

- Kristal bölgelerde zincir üzerinde
- Kristal bölgelerde zincirden zincire
- Amorf bölgelerde zincirden zincire



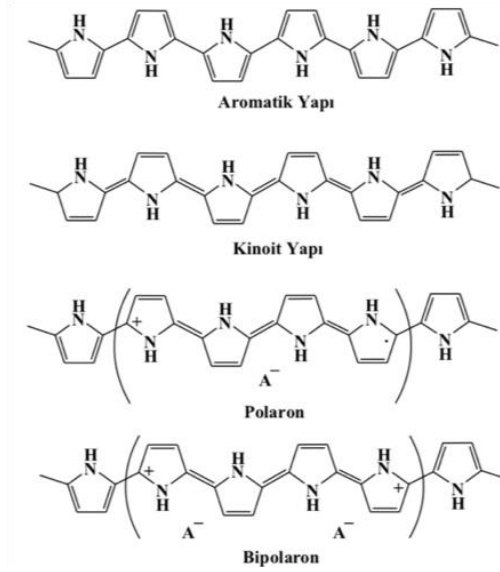
Şekil 2.25 Atlama (hopping) mekanizması

2.5 PPy

İlk zamanlar pirol siyahı olarak bilinen, pirol/H₂O₂ çözeltisinde çözünmeyen bir siyah çökelti olarak ilk kez Angeli (1916) tarafından sentezlenerek literatüre bildirilmiştir. Oluşan ürün fiziksel özellikleri bakımından doğal melaninlere benzediği için doğal pigmentler için araştırma konusu olarak düşünülmüştür. Ancak PPy'nin yarı-iletkenlik özellikleri ilk defa McNeil (1963) tarafından tetraiodopirolün piroliziyle ortaya çıkmıştır. Elektrokimyasal sentezle yüksek elektriksel iletkenliğe sahip filmlerin oluşması bu alandaki çalışmalara ilgiyi arttırmıştır (Diaz and Bargon 1986). Daha sonraları pirolün kimyasal polimerizasyonu sırasında anyonik sürfaktantların kullanılması sonucuyla çözünebilir PPy filmlerin oluşması sağlanmıştır (Lee vd. 1995).

PPy zinciri farklı miktarlarda doplanmış dört farklı elektronik band yapısı sergiler. Doplanmamış durumda PPy yaklaşık olarak 3,16 eV'luk geniş bir band aralığına sahip yalıtkan özellik göstermektedir. Oksidasyon sonucunda yüksüz PPy zincirinden bir pi-

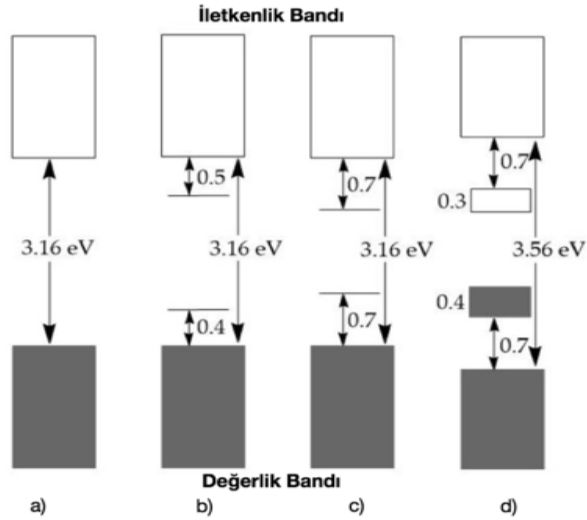
elektron çıkarılmasıyla serbest radikal ve spinsiz pozitif bir yük meydana gelmektedir (Şekil 2.26). Radikal ve kation bölgesel rezonanslarından dolayı birarada eşleşmiş olarak bulunan polaron yapılar oluşmaktadır. Polaronlar radikal kation ya da anyon olabilmektedir. Bu durum için bir dizi kinoit benzeri halka kullanılmaktadır. Polimer iskeletinde bu durumla oluşan yapısal bozuklukların enerjisi geri kalan kısımdan daha yüksek bir enerjiye sahiptir.



Şekil 2.26 PPy'nin aromatik ve kinoit yapıları ile yükseltgenmiş polaron ve bipolaron yapıları

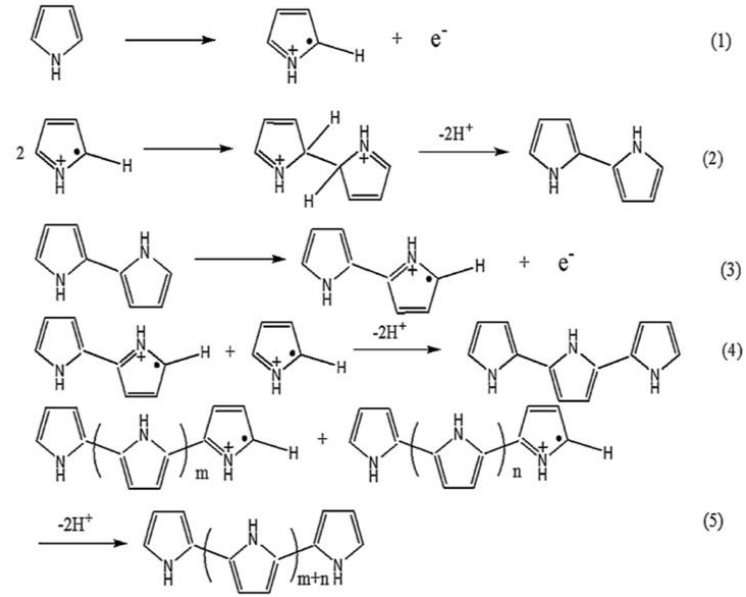
Bu kusurların yaratılması ve birbirinden ayrılması için önemli miktarda enerjiye ihtiyaç duyulacağından sınırlı sayıda kinoit benzeri halkalar oluşabilmektedir. PPy durumunda bu yapısal bozukluk en fazla dört pirol halkasına kadar yayılabileceği düşünülmektedir. Polaronların üzerinde bulunan eşleşmemiş elektronlar band aralığında daha düşük enerjili bölgesel elektronik düzeyler meydana getirir (Şekil 2.27). PPy'deki polaronlar band kenarlarına simetrik olarak 0,5 eV'luk bir aralıkla yerleşmektedir. Yükseltgenmenin devam etmesi durumunda polarondaki serbest radikal sistemden uzaklaştırılarak bipolaron olarak bilinen spinsiz kusurlu bir yapı meydana gelmektedir. Bipolaron oluşumu için gerekli enerji iki farklı polaronun birleşerek meydana gelmesinden daha düşüktür. Yüksek doplama derecelerindeki polaronun birleşerek bipolaron meydana getirmesi mümkündür. Bundan dolayı polaronların yerini bipolaronlar almaktadır. PPy'de bipolaronlar bant kenarlarına simetrik olarak 0,75

eV'luk bir aralıkla yerleşmektedir. Doplama derecesi arttıkça bipolaronlar sürekli yeni bantlar oluşturmaktadır. Bipolaron sayısı arttıkça da bantlarda genişleme meydana gelmektedir. Aşırı doplama yapılmış bir polimerde en üst bipolaron bandı iletkenlik bandı ile, en alttaki bipolaron bandı ise değerlik bandı ile kısmi dolu bantlar meydana getirerek metallere benzer bir elektriksel iletkenliğin oluşmasını sağlar (Le vd. 2017).

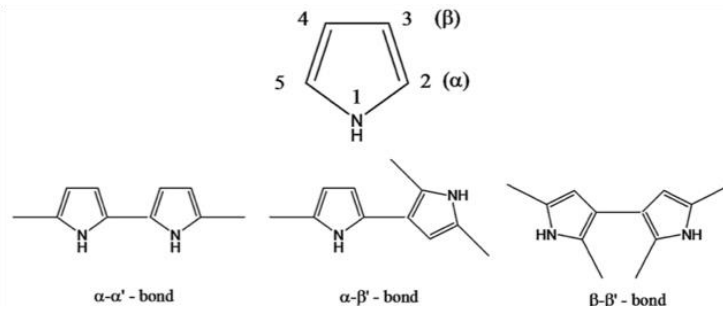


Şekil 2.27 Elektronik bant yapıları (a) nötr, (b) polaron, (c) bipolaron ve (d) aşırı doplanmış PPy yapıları

Kimyasal yöntemle PPy oluşumunun mekanizması tartışmalıdır (Gill vd. 1998, Sadki vd. 2000). Şekil 2.28'de PPy'nin en yaygın kabul gören polimerizasyon mekanizması olan radikal katyonların birleşmesi görülmektedir (Diaz vd. 1986). Polimerleşmenin başlama basamağında pirol monomerin oksidasyonu sonucu radikal katyon meydana gelmektedir. Oluşan iki radikal katyonun birleşip yapıdan iki proton kaybedilmesiyle bipirol olan dimer oluşturmaktadır (Andrieux vd. 1991). Bipirol yeniden yükseltgenir ve bir başka yükseltgenmiş segment ile birleşir. Büyüme basamağında yeniden yükseltgenme, birleşme ve proton kaybetme süreçleri sonucu oligomerler oluşur ve zincir büyümesi sağlanarak PPy oluşmaktadır.

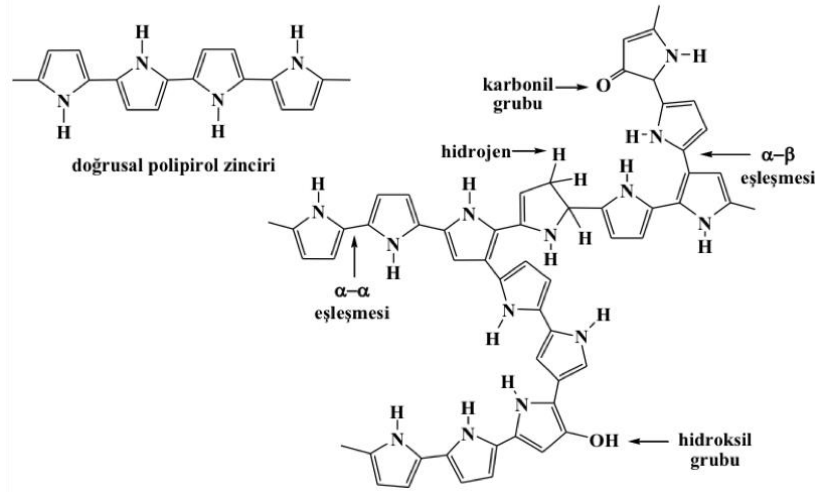


Şekil 2.28 PPy zincir büyümesi



Şekil 2.29 Pirol monomerlerinin birleşmesi sonucu olası dimerlerin yapıları

Yüksek elektriksel iletkenliğe sahip PPy'lerin sentezlenmesi için pirolün radikal kasyonları α - α eşleşmelerinin olması gerekmektedir (Şekil 2.29). Ancak polimerleşme sırasında istenmeyen α - β ve β - β eşleşmeleri meydana gelerek zincir yapısında dallanmalara sebep olur. Bu durumun sonucunda kristal yapıda bozulma ve elektriksel iletkenlikte düşüş gözlenmektedir. PPy'nin dallanmış ve doğrusal zincir yapısı Şekil 2.30'da gösterilmiştir.



Şekil 2.30 Doğrusal ve zincir yapısındaki PPy yapıları

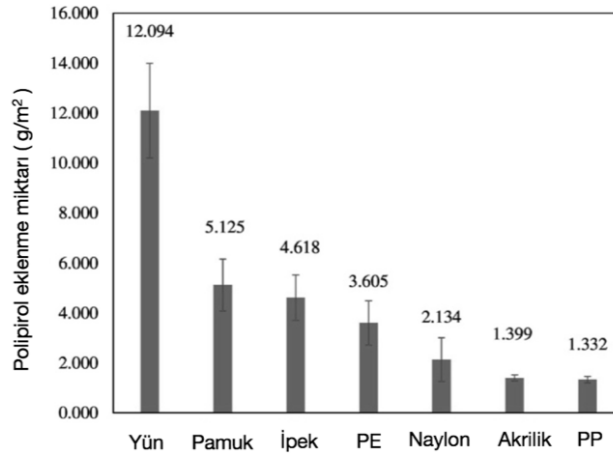
2.6 Kompozitler

En az iki farklı malzemenin aralarında kimyasal etkileşim olmadan biraraya getirilmesiyle oluşmuş, özellikleri daha iyi malzemelere kompozit denir. Kompozitler matris ve takviye malzemesi olarak iki bileşenden oluşmaktadır. Polimerler, metaller ve seramikler matris malzemeleri olarak sınıflandırılırken lifler ve tanecikler takviye malzemesi sınıfına girmektedir.

Manyetik kompozitlerin kataliz, sensör teknolojisi, su arıtma ve ilaç taşıma gibi kullanım potansiyelinden dolayı önemi son yıllarda ciddi şekilde artmaktadır. MP'ler silika, kitosan gibi yapılarla çekirdek-kabuk vb. değişik şekillerde kompozitler oluşturmaktadır.

İletken polimerlerin in-situ polimerizasyonu ile tekstil malzemelerin üzerine kaplanmasıyla da kompozit oluşturulabilmektedir. Kompozit tek veya çift banyolu bir işlemle in situ kimyasal polimerizasyon sonucu gerçekleştirilebilmektedir. Tek banyo işleminde, monomer ve yükseltgen çözeltileri tek bir beherde karıştırılır ve bu esnada tekstil malzemesi çözeltinin içine daldırılarak polimerizasyon gerçekleşmiş olur. Çift banyo işleminde ise tekstil malzemesi önce monomer çözeltisine daldırılır, daha sonra monomerce zenginleştirilmiş tekstil malzeme yükseltgen maddenin bulunduğu çözeltiliye

batırılır. Polimerizasyon başladığında bazı polimerler adsorpsiyondan dolayı tekstil malzeme üzerinde çökerken bazıları ise yığın halinde çözeltide bulunur. Tekstil yüzeyinin aynı zamanda çözeltinin yeşilimsi siyah renge dönüşmesi polimerin renginden kaynaklanmaktadır (Lin vd. 2005). Şekil 2.31’de farklı tekstil türlerinin pirolle in situ kimyasal polimerizasyonu sonucu oluşan PPy miktarları görülmektedir. Tekstil türlerinin kimyasal yapıları nedeniyle kaplanan PPy miktarları farklılık göstermiştir (Chatterjee vd. 2017).



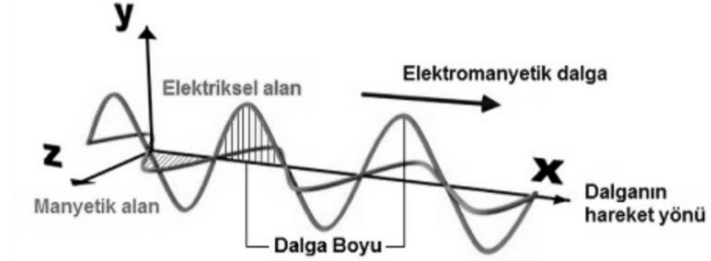
Şekil 2.31 Farklı kumaş türleri üzerinde PPy birikmesi

2.7 Elektromanyetik Girişim

Teknolojinin gelişmesiyle birlikte elektrik ve elektronik sistemlerin kullanılma oranı artmıştır. Bu malzemelerden yayılan elektromanyetik dalgalar hem insan vücuduna zarar vermekte hem de malzemelerin birbirleriyle düzgün çalışmalarına engel olmaktadır. Bu tür zararlardan insan sağlığını ve elektronik cihazların düzgün çalışmasını sağlayabilmek için elektromanyetik girişime (EMI) karşı koruma yapılmalıdır. İstenmeyen elektromanyetik radyasyonu önlemek amacıyla bu dalgalarının özelliklerinin ve davranışlarının anlaşılması gerekmektedir.

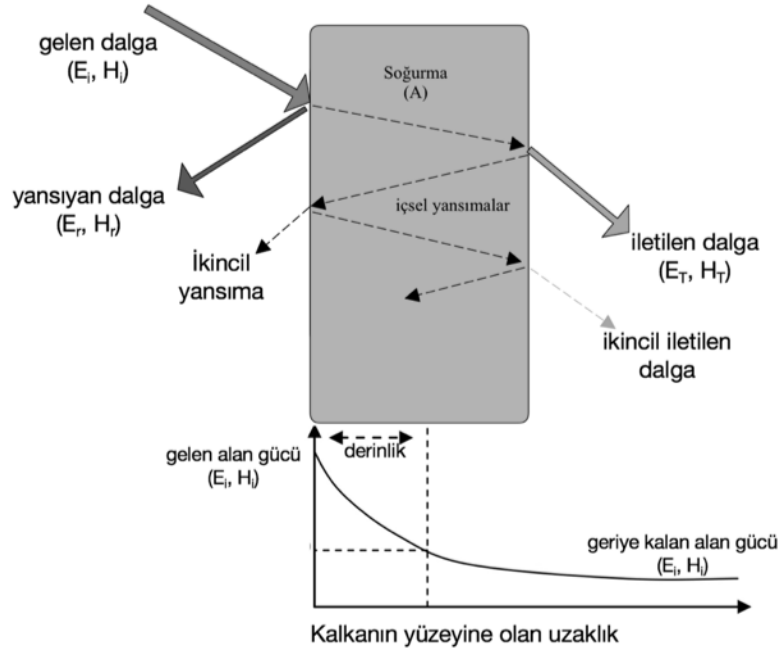
Elektrik (E) ve manyetik (H) alan bileşenlerinden oluşan elektromanyetik dalgalarda bir voltaj farkı ile elektrik alanı, hareketli yüklerden dolayı (yani akım) ise bir manyetik alan meydana gelir. Elektromanyetik dalgalar enine dalgalar olup elektrik ve manyetik

alanları birbirlerine diktir (Şekil 2.32). Elektromanyetik dalgalar enerji taşıdıkları için bu dalgaları soğuran cisimler ısınırlar.



Şekil 2.32 Elektromanyetik dalga bileşenleri

Koruma Etkinliği; elektromanyetik ışınlar bir nesnenin içinden geçtiğinde, ortamda bulunan moleküllerle etkileşime girerler. Bu etkileşim üç kısımdan oluşmaktadır. Bunlar yansıma, soğurma ve içsel yansımalar (Şekil 2.33). Dalga formundaki ışınlar iletken bir cisme çarptığında, cisimdeki yükler gelen ışının frekansında salınım yapmaya zorlanmaktadır. Bu şekilde salınım yapmaya zorlanan yükler anten gibi görev yaparak yüzeyden yansıma yapılmasını sağlar. Bu sinyal dalgaları birçok yöne yansıma yaparak sinyalin dağınıklığına dolayısıyla sinyal kayıplarına neden olmaktadır. Bu şekilde yansıma yoluyla elektromanyetik dalgalarının zayıflaması sağlanmaktadır. Soğurma yöntemiyle de EMI korunması yapılabilmektedir. Salınım zorlanan yükler soğurulma sırasında enerji kaybederek ısı enerjisi açığa çıkartmaktadır. Bu şekilde soğurma sayesinde sinyal kayıpları sağlanmaktadır. Ortam tabakasının derinliğine bağlı olarak da sinyal kayıpları olmaktadır. Ardışık içsel yansımalar sayesinde elektromanyetik dalgalarda zayıflamaya neden olmaktadır. Bu tür kayıpların etkisi malzemenin koruma etkinliğini belirlemede rol oynamaktadır.



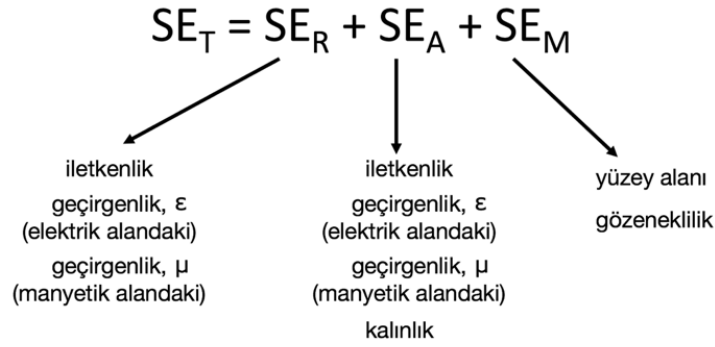
Şekil 2.33 Elektromanyetik dalgaların kalkan malzemesiyle etkileşimi ve kalkanın kalınlığına bağlı olarak elektrik-manyetik alandaki değişimi

Şekil 2.33'deki elektromanyetik alandaki zayıflama ya da soğrulma durumu, ortam içinde indüklenen akımlar (omik kayıplara) ve malzemede açığa çıkan ısıdan kaynaklanmaktadır. Yansıma kaybı ise gelen dalga ile kalkan olarak görev yapan malzemenin yüzey empedansı arasındaki uyumsuzluk ile ilgilidir.

Koruma etkinliği (SE) genellikle gelen alanın büyüklüğünün kalkan olarak görev yapan malzeme boyunca azalmasıyla ölçülmektedir. Matematiksel olarak SE logaritmik olarak ifade edilmekte olup gelen ışının gücü $P_I (E_I, H_I)$ ve iletilen ışının gücü $P_T (E_T, H_T)$ olarak ifade edilmektedir (Eşitlik 2.8). İletilen dalganın gücü gelen dalganınkinden daha az olduğundan SE negatif bir değer almakta olup birimi desibeldir (dB). $P_T / P_I = 0,1$ olduğunda -20 dB ile % 99 luk bir koruma sağlanırken bu oran 0,0001 olduğunda ise -40 db'lik % 99,99 luk bir koruma sağlanmış olur.

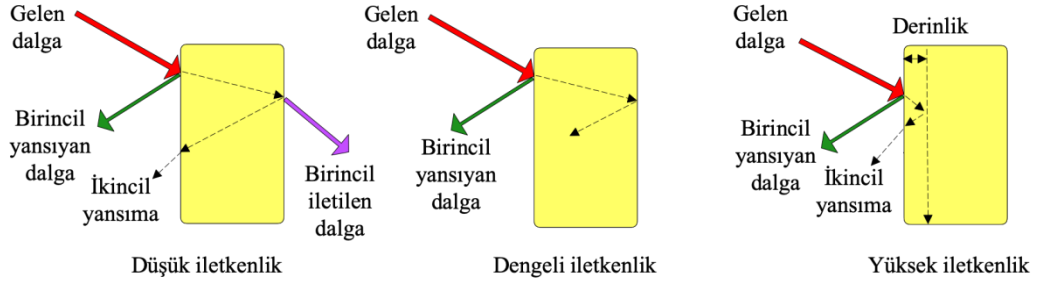
$$SE_T(\text{db}) = SE_R(\text{db}) + SE_A(\text{db}) + SE_M(\text{db}) = 10 \log_{10} \left[\frac{P_T}{P_I} \right] = 20 \log_{10} \left[\frac{E_T}{E_I} \right] = 20 \log_{10} \left[\frac{H_T}{H_I} \right] \quad (2.8)$$

EMI Koruyucu Malzeme Tasarımları; etkili EMI koruma malzemeleri tasarlayabilmek için doğuştan özelliklerden olan elektriksel iletkenlik (σ), dielektrik geçirgenlik (ϵ) ve manyetik geçirgenlik (μ) ile morfoloji, yüzey alanı ve geometri gibi katkılı özelliklerinin dengeli bir kombinasyonunu oluşturmak gerekir (Colaneri vd. 1992, Joo and Epstein 1994, Ott 2011, Saini 2013, Schulz vd. 1988, Skotheim 1997). Şekil 2.34’de yansıma, soğrulma ve içsel yansımalar yoluyla oluşan kayıpların nelere bağlı olduğu görülmektedir (Saini 2015).



Şekil 2.34 Yansıma, soğurma ve içsel yansımalar yoluyla sağlanan koruma değerlerini etkileyen değişkenler

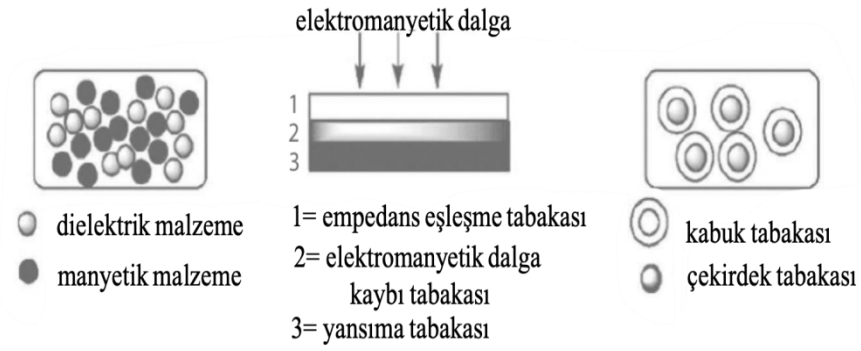
Farklı iletkenlik değerlerine sahip malzemelerin temsili EMI koruma mekanizması Şekil 2.35’de görülmektedir. Çok düşük iletkenlik değeri, gelen elektromanyetik dalganın büyük kısmının iletilmesine dolayısıyla çok düşük miktarlarda birincil ve ikincil yansımalara neden olarak çok düşük miktarda koruma veriminin oluşmasına yol açmaktadır. Benzer şekilde çok yüksek iletkenlik değeri, yüksek miktarda koruma verimi oluşmasına rağmen zayıf empedans uyumu ve sığ derinlikten dolayı yüksek oranda birincil yansımaların oluşmasına neden olmaktadır. Yani kalkan olarak kullanılan malzemenin kalınlığı malzemenin derinlik değerinden küçük olduğunda çok yüksek SE_R değeri ile zayıf SE_A değeri elde edilmektedir. Dengeli iletkenlik değerinde ise yeterli oranda yansıma değeri ile empedans eşleşmesinin önemli rol oynadığı soğrulmanın yeterli değerlere ulaşarak EMI düzenlenmesine yardımcı olmaktadır.



Şekil 2.35 Düşük, dengeli ve yüksek iletkenlikli malzemelerde kalkanlama mekanizmaları

Kuramsal olarak bakır, gümüş gibi metaller yüksek iletkenlik değerlere sahip malzemelerdir ve sadece elektriksel iletkenlik ve manyetik geçirgenlik önemlidir. Yansıma yoluyla koruma bu iki değer oranına bağlıyken, soğurma yoluyla koruma ise çarpımlarına bağlıdır (Saini 2015). Bundan dolayı yüksek iletkenliğe sahip ve manyetik özellikteki metaller yüksek oranda soğurma ve az oranda yansıma oluşması beklenmektedir. Nikel gibi ferromanyetik malzemeler, nikel-demir karışımları, bakır gibi manyetik olmayanlara göre daha iyi koruma mekanizması sağlamaktadır. Dengeli iletkenlik değerlerine sahip malzemelerde ise elektriksel iletkenlik ve manyetik geçirgenliğin yanı sıra dielektrik geçirgenlik de önemli rol oynamaktadır.

Çoğu iletken polimer manyetik özellik göstermediğinden dolayı elektromanyetik dalgaların zayıflatılmasında genellikle iletkenlik ve dielektrik geçirgenlik değerleri sorumludur. Bu nedenle iletken polimerlere manyetik özellikteki malzemelerin (ferrit yapıda olan baryum hekzaferrit, γ -Fe₂O₃, veya Fe₃O₄) eklenmesi, soğurmanın artmasına ve buna paralel olarak yansımanın azaltılmasına yol açmaktadır. Bunların yanısıra yüksek dielektrik sabitine sahip malzemelerin (baryum tinnat, çinko oksit veya titanyum dioksit) iletken polimer matrisine eklenmesiyle soğurma yeteneklerini geliştirmektedir. Bu nedenle iletken polimerlere dayalı EMI koruyucu malzemeler geliştirmek amacıyla Şekil 2.36'daki gibi çeşitli yapılar ya da bunların kombinasyonları oluşturulabilir.



Şekil 2.36 Kalkanlama görevi gören malzemelerde üç farklı tasarım yapıları

2.8 Kaynak Özetleri

2.8.1 İletken polimer/mp kompozitleri

Çekirdek-kabuk şeklinde sentezlenen $MnFe_2O_4/Fe_3O_4$ nanoparçacıkları, tiyofen monerinin $FeCl_3$ varlığında polimerleştirilmesiyle oluşan kompozitin iletkenlik ve mikrodalga (8-12 GHz) soğurma özellikleri incelenmiştir (Hosseini vd. 2014). PTh'ın iletkenliği 220 S/cm iken MP'ler ilave edildiğinde 60 S/cm ye düştüğü gözlenmiştir. Bu azalmanın sebebi ferritlerin yalıtkan özellikte olmaları ve dolayısıyla iletkenlik yolunun kısmi olarak kesilmesi olarak görülmektedir.

Tiyofen monomeri sol-jel şeklinde sentezlenen Fe_3O_4 spinel yapıdaki ferrit varlığında in-situ polimerizasyonu ile kompozit oluşturularak mikrodalga soğurucu özellikleri incelenmiştir (Unver and Durmus 2017). Fe_3O_4 parçacık PTh ile kaplandığında 6 GHz'de 50,3 db'lik bir korunma sağladığı bildirilmektedir.

Fe_3O_4 parçacık ve PPy çekirdek-kabuk şeklinde oluşturulan kompozitin numune kalınlığı artırılarak yansıma kaybı (R_L) değerleri bulunmuştur (Li vd. 2011). Kompozit kalınlığının 2,3 mm olduğu zaman 12,9 GHz'de 22,4 dB lik bir yansıma kaybıyla korunma sağladığı bulunmaktadır.

Pirol monomerini manyetik sıvı (ferrofluid) varlığında APS yükseltgeniyle değişen

ferrofluid/pirol hacimlerinde ve farklı polimerizasyon sürelerinde oluşturulan kompozitlerin iletkenlik değerleri ölçülmüştür (Turcu vd. 2006). Ferrofluid/pirol hacimsel oranın 5, polimerizasyon süresinin 6 saat oluğunda en yüksek iletkenlik değerine ulaşıldığı gözlenmektedir. Ayrıca polimerizasyon ortamına dodesilbensulfonik asit eklendiğinde oluşan kompozitin elektriksel iletkenliği arttırmadığı bildirilmektedir.

Sol-jel yöntemiyle oluşturulan $BaFe_{12}O_{19}$ ve TiO_2 parçacıklarını anilin monomeriyle in-situ polimerizasyonu sonucu oluşan kompozitin mikrodalga soğurucu özellikleri incelenmiştir (Akman vd. 2013). Baryum ferrit manyetik dolgu olarak kullanılırken TiO_2 ise dielektrik katkı olarak kullanılarak malzemenin manyetik ve dielektrik katsayılarını dolayısıyla EM dalgalara karşı koruyucu özelliğinin gelişmesinde katkı sağladığı görülmüştür. Kompozitteki dielektrik katkı madde miktarının artmasıyla daha iyi soğurma kapasitesine sahip olduğu görülmektedir.

İkili çöktürme yöntemiyle sentezlenen Fe_3O_4 parçacıklar varlığında pirol monomerinin polimerizasyonu sonucu oluşan kompozit, daha sonra anilin monomeri bulunan ortamda PANI sentezlenerek $Fe_3O_4/PPy/PANI$ kompoziti oluşturulmuştur (Li vd. 2017). Kompozitin mikrodalga soğurma özelliği incelenmiş olup 13,45 GHz'de -47,3 db'lik yansıma kaybı sağlandığı bulunmaktadır.

2.8.2 MP ve iletken polimer içeren kumaş kompozitler

Fe_3O_4 , silika ve polimer ile oluşturulan polyester kumaş kompoziti sentezlenmiştir (Wu vd. 2013). Polyester malzemeler hidrofilik ve oleofilik olduğundan su ve petrol malzeme yüzeyinden hızlıca emilir. Oluşturulan kompozit malzemeye nanoboyutta sertlik kazandırır. Kompozitin sertliğe ve düşük yüzey enerjisine sahip olmasından dolayı süperhidrofobik/süperoleofilik özellik kazanmış olur.

Keten kumaş pirol ile polimerleştirildikten sonra elektrotsuz kaplama tekniği ile nikel metali kaplanılarak elektromanyetik dalgalara karşı koruyucu kumaş elde edilmeye çalışılmıştır (Zhao vd. 2016). Kompozitin kalkanlama mekanizmasında elektromanyetik dalgalar ilk önce nikel metale çarparak gelen ışının büyük bir kısmı metal tarafından yansımaktadır. Geriye kalan dalganın küçük bir kısmı metal ve polimer arasındaki bölgede çoklu içsel yansıma yoluyla yok edilirken, polimer bölgesine geçen dalgalar ise soğrulma yoluyla EMI korumasına katkı sağlamış olmaktadır. Kumaş/PPy/nikel kompoziti kumaş/PPy ve kumaş/nikel kompozitlerine göre daha yüksek koruma değeri bulunmuş olup 20,22-43,51 dB'lik koruma sağlanmaktadır.

Pamuklu kumaş yüzeyi anilinle polimerleştirildikten sonra Fe_3O_4 ile iki kere kaplanma işlemi yapılarak elektromanyetik dalgalara karşı koruma sağlanmaya çalışılmıştır (Saini vd. 2012). Ayrıca, pamuklu kumaş/PANI/ Fe_3O_4 kompozitin iletkenlik değeri $2-9 \times 10^{-3}$ S/cm olarak ölçülmüştür. Kompozitlerin yansıma yoluyla koruma etkileri ölçülmüş olup, elektromanyetik dalgalara karşı en yüksek kalkanlama etkisi 19,4 dB olarak ölçülmüştür. Bu koruma etkisi % 99 civarında elektromanyetik dalgaları yansıma yoluyla koruduğu olarak da söylenebilir.

Oleik asit ile fonksiyonelleştirilmiş farklı oranlarda nikel ferrit $NiFe_2O_4$ MP'leri anilin ile kimyasal polimerizasyonu sonrasında poliimit kumaş yüzeyine kaplatılarak elektromanyetik dalgalara karşı koruyucu kompozit üretilmiştir (Wang, Y vd. 2017a). Kompozitin koruma mekanizmasında PANI dielektrik kayıpla, nikel ferrit parçacıkları ise manyetik kayıp ile mikrodalgaları söndürmeye katkıda bulunmaktadır. En iyi yansıma kaybı 42,5 dB ile % 30 nikel ferrit içeren kompozit tarafından sağlanmakta olup kompozite % 90'dan fazla koruma sağladığı bildirilmiştir.

Pamuklu kumaş, manyetik katkı maddesi olarak kullanılan baryum hekzaferrit ve pirol çözeltisi ile işlem görerek direnç değerleri ölçülmüş ve EMI koruyucu kompozit elde edilmiştir (Onar 2009). Pirol ile kaplanan kumaşın direnci 512 ohm iken baryum hekzaferrit ilave edildiğinde direncin 347 ohm'a düştüğü gözlenmiştir. Pirolle kaplanmış kumaşın koruma değeri 6 dB, baryum hekzaferrit ilave edildiğinde ise 3,92

dB olduđu gözlenmiştir.

Anilin monomeri kimyasal oksidatif polimerizasyonu ile sentezlenmiş ve oluşan PANI tozu N-metil-2-pirolidon ile çözdürülerek CoFe₂O₄ MP'leriyle mekaniksel olarak karıştırılması sağlanmıştır (Wang, Y vd. 2017b). Sonunda, PET kumaşı bıçakla kaplanma yöntemi kullanılarak kompozit oluşturmuştur. Kompozitin yüzey direnci 73 KΩ/sq ölçülmüştür. Yansıma kaybı (R_L) 11,5 GHz'de -18,1 dB olarak ölçülmüş olup etkili koruma değeri -10 dB (2,8 GHz) değerini geçtiği görülmüştür.

Selülozik liflerden olan liyosel kumaş, anilin monomeriyle APS yükseltgeni varlığında kimyasal polimerizasyon gerçekleştirilmiş olup ardından elektrotsuz kaplama tekniği ile kobalt-nikel, kumaşa kaplanmıştır (Zhao vd. 2017). Oluşturulan kompozitin elektromanyetik dalgalara karşı koruma etkinliği incelenmiş olup X bandı aralığında 33,95-46,22 dB görülmüştür.

3. MATERYAL VE METOD

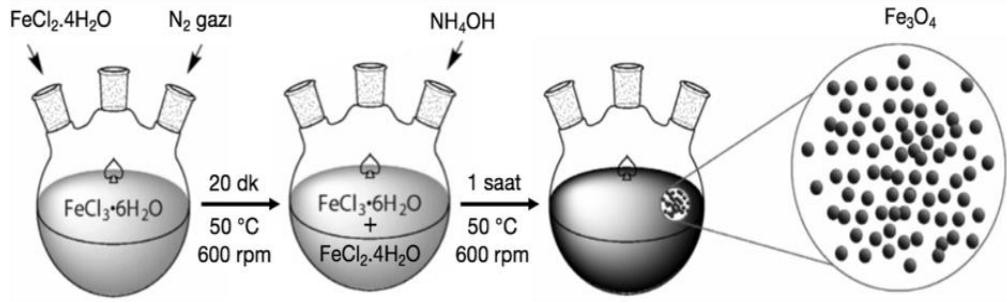
3.1 Kullanılan Kimyasal Maddeler

PET dokunmamış kumaş (kütlesi 130 g/m², kalınlığı 0,45 mm) KORDSA (Kocaeli, Türkiye) firmasından temin edilmiş olup ticari deterjan markasıyla yıkandıktan sonra kullanıldı.

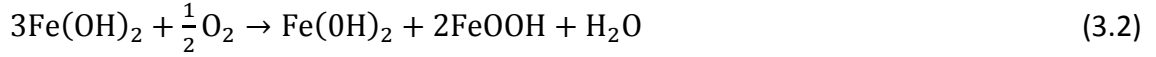
Pirol (> % 97, d) (Fluka), NH₄S₂O₈ (> % 98, M=228,2 g/mol) (Fluka), NH₃ (% 25) (Atabay Kimya), NaOH (Sigma Aldrich), HCl (% 37, d= 1,19 g/mL) (Merck), FeCl₃.6H₂O (% 97) (Merck), FeCl₃.6H₂O (% 97) (Merck), CoCl₂.4H₂O (% 97) (Merck), MnCl₂.4H₂O (% 97) (Merck) temin edildiği gibi kullanıldı.

3.2 MP'lerin Sentezi

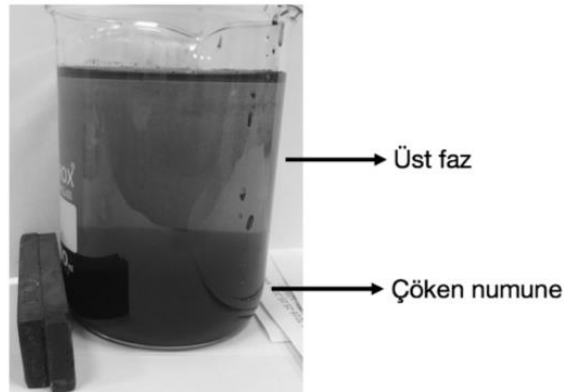
Fe₃O₄ parçacıkların sentezinde ikili çöktürme yöntemi kullanılmıştır (Khalil 2015). Fe₃O₄ sentezinde ilk olarak 0,3M FeCl₃.6H₂O (1,18 g) ve 0,15M FeCl₂.4H₂O (0,46 g) 20'şer ml sulu çözeltileri ayrı ayrı beherlerde hazırlanarak çözümleri sağlandı. Daha sonra bu karışımlar iki boyunlu balon jöjede 20 dk boyunca azot gazı geçirilerek 50 derecede karıştırıldı. Çöktürme maddesi olarak amonyak çözeltisi (4,5 ml) damla damla çözelti ortamına eklenerek pH'nın 11 olması sağlandı. Baz eklendiği anda çözelti renginin siyah renge döndüğü görüldü. Bir saat boyunca 50 derecede 700 rpm de karıştırıldı. MP'lerin oluşumu Şekil 3.2'de görüldüğü gibidir. Oda sıcaklığında manyetik olarak tortusunun ayrılması sağlandıktan sonra nötr çözelti (pH=7) elde edilinceye kadar deiyonize su ile 8000 rpm'de santrifüj (4 kere) yapılarak Fe₃O₄ parçacıkları elde edildi. Demir iyonlarının alkalizasyonu sonucu oluşan Fe₃O₄'ün önerilen oluşum mekanizması Reaksiyon 3.1-3'de görülmektedir (Olowe and Génin 1991, Refait and Génin 1993).



Şekil 3.1 Fe₃O₄ parçacıkların sentezi



Fe(OH)₂'nin (demir (II) hidroksit) havadaki çözülmüş oksijenle kısmi oksidasyonu sonucunda FeOOH (Demir oksihidroksit) oluşturuldu (reaksiyon 3.2). Demir oksihidroksit ile demir (II) hidroksitin dehidrasyonu sonucu üçüncü reaksiyonda görüldüğü üzere Fe₃O₄ parçacıkları oluşturuldu (reaksiyon 3.3).



Şekil 3.2 Reaksiyon sonrası çöktürülmüş ferrit parçacıkları

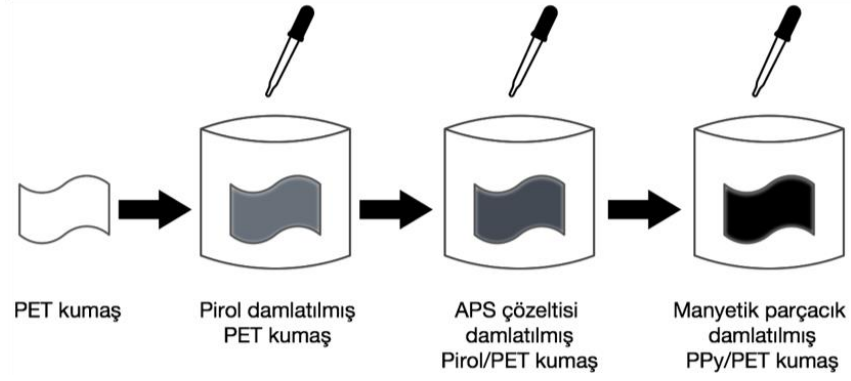
CoFe₂O₄ ve MnFe₂O₄ parçacıkların sentezleri ikili çöktürme yöntemiyle sağlandı. CoFe₂O₄ sentezinde 0,3M FeCl₃·6H₂O (0,81g) ve 0,15M CoCl₂·4H₂O (0,46 g) 10'ar ml 0,5 M HCl çözeltileri ayrı ayrı beherlerde hazırlanarak çözünmeleri sağlandı. Daha

sonra bu karışımlar iki boyunlu balon jöjede 20 dk boyunca azot gazı geçirilerek 80 derecede karıştırıldı. Çöktürme maddesi olarak 1,5 M NaOH (16 ml) damla damla çözelti ortamına eklenerek pH'nın 13 olması sağlandı. Çözeltinin siyahımsı bir renkte olduğu gözlemlendi. İki saat boyunca 80 derecede 700 rpm de karıştırıldıktan sonra oda sıcaklığında manyetik olarak tortusunun ayırımı sağlandı. Daha sonra nötr çözelti (pH=7) elde edilinceye kadar deiyonize su ile 8000 rpm'de santrifüj (4 kere) yapılarak CoFe_2O_4 parçacıkları elde edildi. Benzer şekilde MnFe_2O_4 sentezinde 0,3M $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ (0,81g) ve 0,15M $\text{CoCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ (0,168 g) 10 ar 0,5 M HCl çözeltileri ayrı ayrı beherlerde hazırlanarak çözümleri sağlandıktan sonra CoFe_2O_4 için yapılan işlemler uygulandı. Çözelti pH'sının 13 olması için gerekli baz miktarı olan 14 ml damla damla eklenerek rengin kahvemsı siyah olduğu gözlemlendi. Çözelti nötr oluncaya kadar santrifüj işlemi yapıldıktan sonra kullanıma hazır hale getirildi.

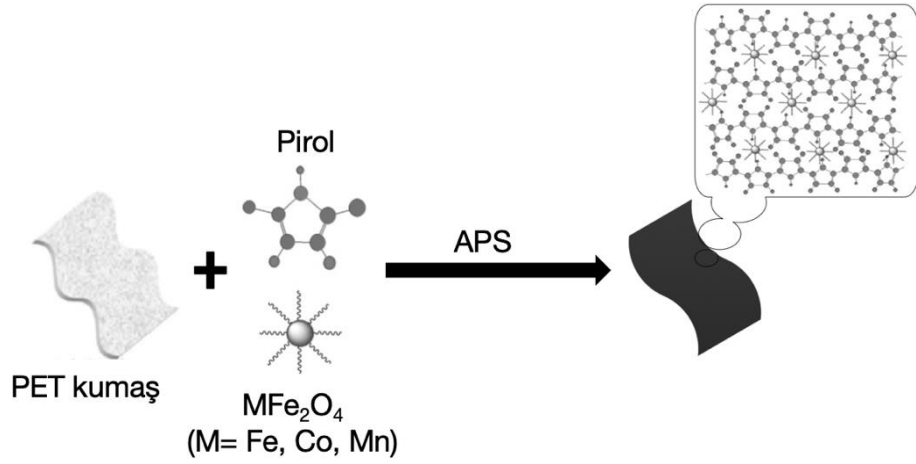
3.3 PPy ve MP İçeren PET Kumaş Kompozitlerin Hazırlanması

PET/MP/PPy kompozitin hazırlanması

PET kumaş yüzeyi Fe_3O_4 çözeltisi emdirilene kadar damlalıkla (1 ml) eklendi. PET/ Fe_3O_4 kumaş kompozitlerin içindeki suyun uçması için bir miktar hava ortamında bekletildikten sonra 50 derecede etüvde bir gün boyunca kurutma işlemi yapıldı. MP ile kaplanan kumaş kompozitlerin tartım işlemine alındıktan sonra direnç ölçümleri yapıldı. Daha sonra aynı miktarlarda Fe_3O_4 ile kaplı beş PET kumaş yüzeyine 0,2 M 1,2 ml 0,4 M HCl içindeki pirol çözeltisi ile emdirildikten sonra sırasıyla 0,20, 0,15, 0,10, 0,05 ve 0,025 M 1 ml 0,4 M HCl içindeki APS çözeltileri eklenerek 2 saat boyunca polimerizasyon gerçekleştirildi. PET/ Fe_3O_4 /PPy kumaş kompozitler önce deiyonize su, ardından 0,4 M HCl çözeltisinde yıkanma (yeniden doplama) işlemi uygulandı. Açık havada bir müddet bekletilen kumaşlar daha sonra 50 derecede etüvde bekletildi. Kompozitlerin tartım işlemi alındıktan sonra direnç ölçümleri yapıldı. CoFe_2O_4 ve MnFe_2O_4 parçacıkları içinde aynı işlemler uygulanarak PET/ CoFe_2O_4 /PPy ve PET/ MnFe_2O_4 /PPy kumaş kompozitleri üretildi. MP ile kaplı PET kumaşların pirolle polimerleşmesi Şekil 3.3'de görülmektedir.



Şekil 3.3 PET/MP/PPy kompozitin hazırlanması

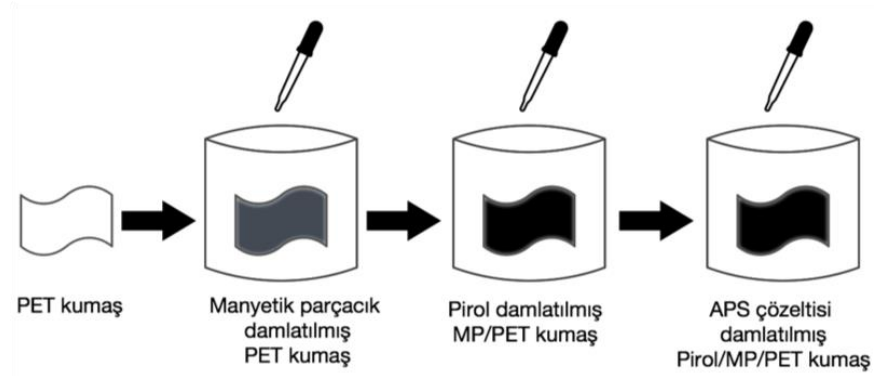


Şekil 3.4 PPy ve MFe_2O_4 parçacıkların PET kumaş ile kompozitinin hazırlanması

PET/PPy/MP kompozitin hazırlanması

Beş tane PET kumaş yüzeyine 0,2 M 1,2 ml 0,4 M HCl içindeki pirol çözeltisi emdirildikten sonra sırasıyla 0,20 M, 0,15 M, 0,10 M, 0,05 M ve 0,025 M 1 ml 0,4 M HCl içindeki APS çözeltileri eklenerek 2 saat boyunca polimerizasyon gerçekleştirildi. PPy ile kaplı PET kumaşlar önce deiyonize su, ardından 0,4 M HCl çözeltisinde yıkanma (yeniden doplama) işlemi uygulandı. Açık havada bir müddet bekletilen kumaşlar daha sonra 50 derecede etüvde bekletildi. Polimer kaplı kumaşların tartım işlemi alındıktan sonra direnç ölçümleri yapıldı. Daha sonra PPy kaplı PET kumaş yüzeyi Fe_3O_4 çözeltisi emdirilene kadar damlalıklarla (1 ml) eklenerek PET/PPy / Fe_3O_4 kumaş kompozitleri üretildi. Hava ortamında kompozitler bir süre bekletildikten sonra

50 derecede etüvde bir gün boyunca kurutma işlemi yapıldı. Fe_3O_4 ve PPy ile kaplanan kumaşlar tartım işlemi alındıktan sonra direnç ölçümleri yapıldı. $CoFe_2O_4$ ve $MnFe_2O_4$ parçacıkları içinde aynı işlemler uygulanarak PET/PPy/ $CoFe_2O_4$ ve PET/PPy/ $MnFe_2O_4$ kumaş kompozitleri üretildi. PPy ile kaplı PET kumaşların MP'ler ile emdirilerek kompozit oluşturma aşamaları Şekil 3.5'de görülmektedir.



Şekil 3.5 PET/PPy/MP kompozitin hazırlanması

3.4 Karakterizasyon Çalışmaları

3.4.1 Direnç ölçümleri

Hazırlanan MP ve iletken polimer kaplı kumaşların yüzey dirençleri THURLBY 1503 dijital multimetre kullanılarak ölçüldü.

3.4.2 XRD

Sentezlenen MP'lerin XRD analizleri RIGAKU Ultima-IV X-ışını kırınım cihazı ile yapıldı. Dalga boyu $\lambda=1,54 \text{ \AA}$ olan Cu $K\alpha$ ışınmasıyla, kırılma açısı (2θ) 2° - 90° aralığında ve $2^\circ/\text{dak}$ çekim hızıyla gerçekleştirildi.

3.4.3 ATR-FTIR

PET kumaş, PPy toz örneği ve PPy/PET kompozit ATR-FTIR (Zayıflatılmış Toplam Yansıma-Fourier Dönüşümlü İnfrared) Spektroskopisi BRUKER Alpha cihazı spektrumlar elde edilmiştir.

3.4.4 SEM ve enerji dağıtıcı X-ışınları spektroskopisi

Altın-palladyum (Au-Pd) karışımı ile kaplanan numunelerin SEM mikrografları ve EDX ölçümleri QUANTA 400F marka taramalı elektron mikroskobu ile elde edildi.

3.4.5 Titreşimli numune magnetometresi

Sentezlenen MP'lerin ve MP ile iletken polimer kaplı kumaşın manyetik histeresis ve AC alınganlık ölçümleri CRYOGENIC Limited PPMS cihazı NbTi mıknatısıyla yapıldı.

3.4.6 Elektromanyetik kalkanlama etkinliği ölçümü

EM kalkanlama etkinliği, 30 MHz-3 GHz aralığında ASTM D 4935-89 standartlarına uygun Rohde-Schwarz ZVL 9 kHz-13 GHz model VNA cihazında EM-2107A test sistemine göre ölçüldü. Standartta belirtildiği gibi kompozite gelen (E_i) ve kompozitten geçen (E_t) ışının elektrik alanına bağlı olarak EMSE hesaplamaları Eşitlik 3.4'e göre yapılmıştır. Numunelerin soğurma ve yansımadan kaynaklanan koruma etkinlik değerleri Eşitlik 3.5'ye göre hesaplandı.

$$EMSE=20 \log \left(\frac{E_i}{E_t} \right) \quad (3.4)$$

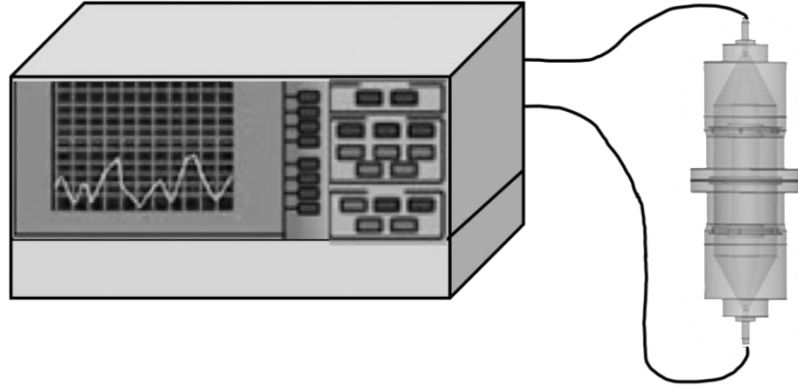
$$I=Ab+Re+T \quad (3.5)$$

S değişkenlerinden faydalanılarak eşitlikteki yansıma (Re) ve ışın geçirgenliği (T)

hesaplandı.

$$Re = \left| \frac{E_r}{E_i} \right|^2 = |S_{11}|^2 \text{ ya da } |S_{22}|^2 \quad (3.6)$$

$$T = \left| \frac{E_t}{E_i} \right|^2 = |S_{12}|^2 \text{ ya da } |S_{21}|^2 \quad (3.7)$$



Şekil 3.6 Network analizörü

4. ARAŞTIRMA BULGULARI VE TARTIŞMA

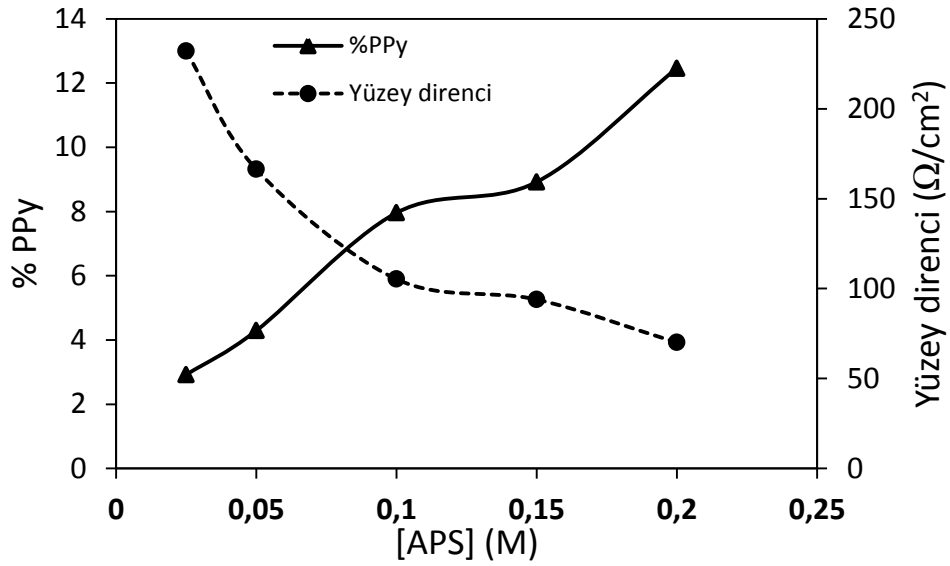
4.1 MP'lerin Eklenme Sırasına Göre Hazırlanan Kompozitlerin İçerdikleri % PPy ve % MP Miktarları ile Bağlı Olarak Direnç Değerlerinin Değişimi

Farklı APS derişimleriyle hazırlanan PPy-ferrit-kumaş kompozitlerin % PPy içeriđi, % ferrit içeriđi ve yüzey dirençlerindeki deđişim takip edildi. Bu amaçla kompozite ferritlerin eklenme sırasına göre 0,2 M pirol çözeltisi damlatılarak ve 0,05-0,2 M arasında deđişen derişimlerde APS içeren çözelti eklenerek polimerizasyonlar gerçekleştirildi. Ferritlerin önce ve sonra eklenme sırasına göre deneylerden elde edilen sonuçlar deđerlendirildi.

4.1.1 PET/MP/PPy kumaş kompozitleri

PET/Fe₃O₄/PPy

Kütlece ortalama % 14 Fe₃O₄ kaplı kumaşlar yüzeyinde farklı APS derişimlerinde pirol polimerizasyonu sonucu yüzey direncindeki deđişimler Şekil 4.1'de görölmektedir. Polimerizasyon ortamındaki yükseltgen derişimi arttıkça kompozitteki % PPy içeriđi artarken, kompozitin direnç deđerlerinin azaldığı yani iletkenliklerinin arttığı görölmektedir.



Şekil 4.1 Fe₃O₄ kaplı PET kumaşların içerdiği % PPy miktarının ve kompozit kumaşın yüzey direncinin APS derişimi ile deęişimi

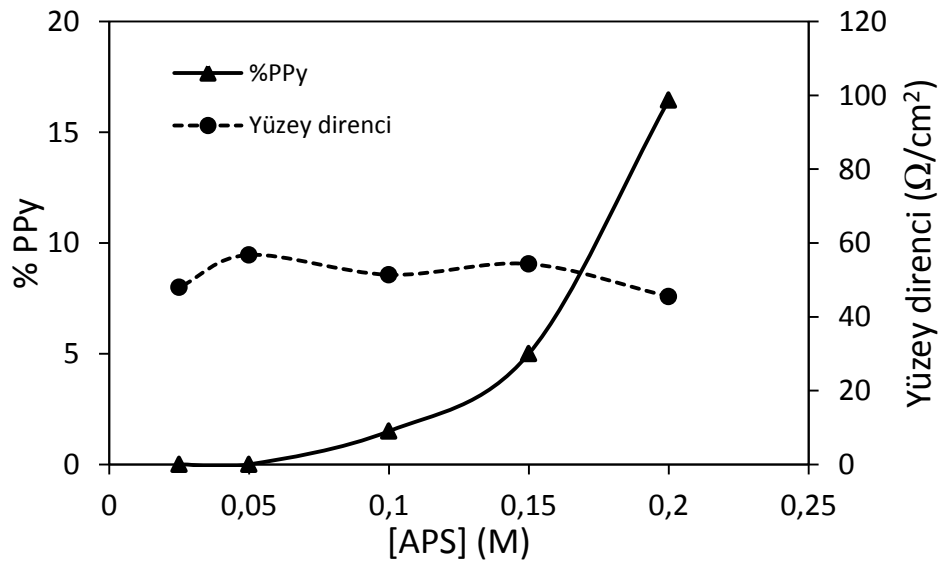
APS derişiminin artması, polimerizasyon hızının artmasına dolayısıyla konjugasyon uzunluğunun ve PPy doplama seviyesinin artmasına neden olmaktadır. Zincir uzunluğu arttıkça elektriksel iletkenlik değeri arttığı yani PET/Fe₃O₄ kompozitin yüzey direnci değeri azaldığı Şekil 4.1’de görülmektedir.

Fe₃O₄ içeriğinin % 14 oranında olması, kompozitin iletkenlik değeri deęişiminde önemli bir rol oynamadığı gözükmektedir. Kompozitin kompaktlığının gelişmesine ise Fe₃O₄ yardımcı olmaktadır. Literatürde kütlece Fe₃O₄ miktarı % 40 olduğunda, PPy/Fe₃O₄ kompozitin iletkenliği PPy’nin iletkenliğinden dokuz kat yüksek bir değere ulaştığı bildirilmiştir (Qiu 2005). Kütlece % Fe₃O₄ miktarının artmasıyla kompozitin kompaktlığını geliştirmekte rol oynamaktadır. PPy/Fe₃O₄ kompozitindeki % PPy içeriğinin azalmasıyla da iletkenlik değeri düştüğü bildirilmiştir. Literatürdeki bir başka araştırmada PANI/Fe₃O₄ kompozitinde kütlece Fe₃O₄ içeriğini % 16’ya ulaştığında iletkenliğin en üst seviyede olduğu gözlenmiştir (Aphesteguy and Jacobo 2007). PANI/Fe₃O₄ kompozitinde kütlece Fe₃O₄ içeriği arttıkça ise iletkenlik değeri düştüğü bildirilmiştir. İletken polimerler gibi düzensiz sistemlerde mikroskobik ve makroskopik iletkenlik kompozitin iletkenliğini belirlemede rol oynamaktadır. Mikroskobik iletkenlik doplama seviyesine ve zincir uzunluğuna bağıyken,

makroskopik iletkenlik ise malzemenin kompaktlığı ve mikroparçacıkların yönelimi gibi bazı dış etmenlere bağlıdır. Kompozit içindeki PPy içeriği düştükçe kompaktlıktaki değişim daha da önem kazanmakta olup sistemdeki Fe₃O₄ içeriği arttıkça kompozitin kompaktlığını geliştirmektedir. Sonuç olarak, tanecikler arasındaki zayıf bağlar giderek düzelmekte olup tane sınırları arasındaki kenetlenmeler daha da güçlenmektedir.

PET/CoFe₂O₄/PPy

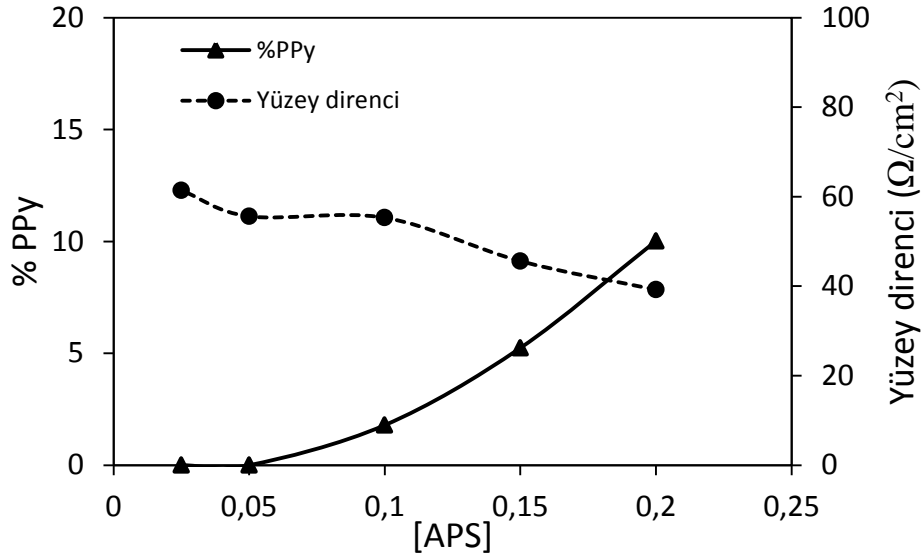
Kütlece ortalama % 18,7 CoFe₂O₄ kaplı PET kumaşlara farklı APS derişimlerinde pirol polimerizasyonu sonucu yüzey direncin değerlerindeki değişimler Şekil 4.2’de görülmektedir. Polimerizasyon ortamındaki yükseltgen derişimi arttıkça kompozitteki % PPy içeriği artarken, kompozitin direnç değerlerinde önemli bir değişiklik görülmedi. Düşük APS derişimlerinde kompozitteki PPy içeriğinin PET kumaş yüzeyine önce PPy’nin kaplandığı çalışma ile karşılaştırıldığında daha düşük görülmesinin sebebi, ferrit parçacıklarının polimerizasyon ortamında kumaş yüzeyinden çözelti ortamına geçmesiyle açıklanabilmektedir.



Şekil 4.2 CoFe₂O₄ kaplı PET kumaşların içerdiği % PPy miktarının ve kompozit kumaşın yüzey direncinin APS derişimi ile değişimi

PET/MnFe₂O₄/PPy

Kütlece ortalama % 21,5 MnFe₂O₄ kaplı kumaşlar yüzeyinde farklı APS derişimlerinde pirol polimerizasyonu sonucu yüzey direncindeki deęişimler Şekil 4.3'te görölmektedir. Polimerizasyon ortamındaki yükseltgen derişimi arttıkça kompozitteki % PPy içerięi artarken, kompozitin direnç deęerlerinde önemli bir deęişiklik görölmedi. Düşük yükseltgen derişimlerinde kompozitteki PPy içerięinin PET kumaş yüzeyine öne PPy'nin kaplandığı çalışma ile karşılaştırıldığında daha düşük görölmesinin sebebi MnFe₂O₄ parçacıklarının polimerizasyon ortamında kumaş yüzeyinden çözelti ortamına geçmesiyle açıklanabilmektedir.



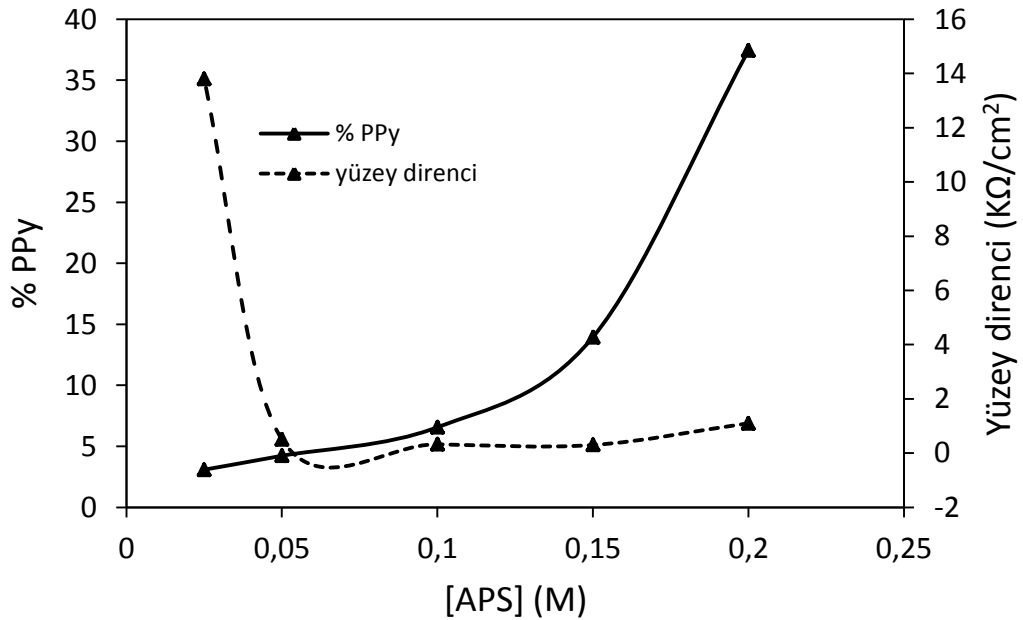
Şekil 4.3 MnFe₂O₄ kaplı PET kumaşların içerdiği % PPy miktarının ve kompozit kumaşın yüzey direncinin APS derişimi ile deęişimi

4.1.2 PET/PPy/MP kumaş kompozitleri

PET /PPy/Fe₃O₄

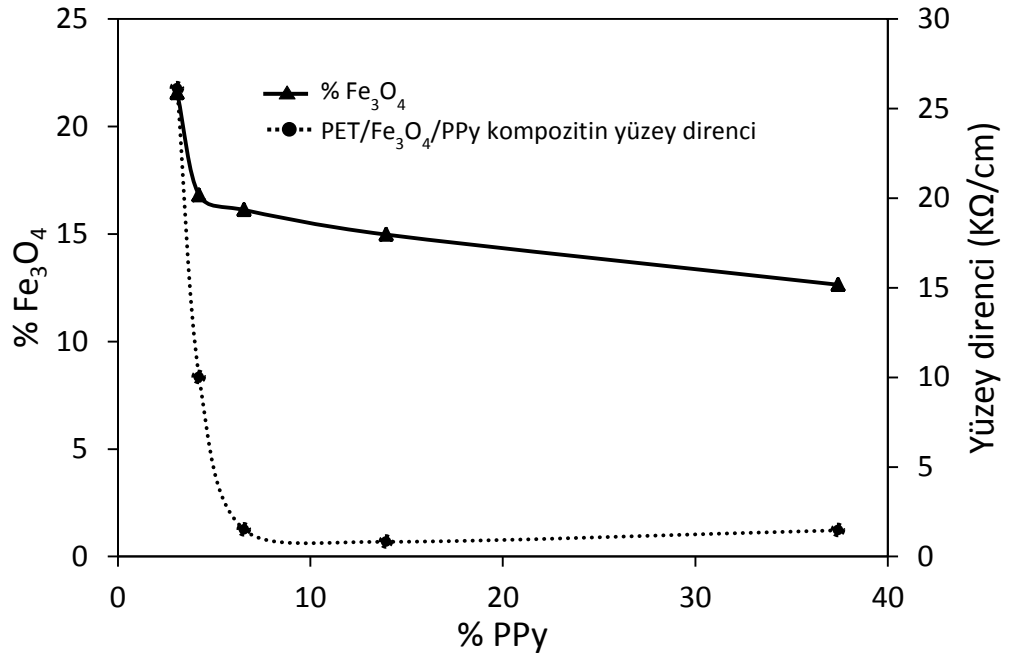
PET kumaşlara farklı APS derişimleriyle oluşan pirol polimerizasyonu sonucu oluşan PET/PPy kumaş kompozitin yüzey direnci ve PPy içerięi arasındaki ilişki Şekil 4.4'de görölmektedir. Yükseltgen derişiminin 0,15 M olduğu anda kompozitin en düşük yüzey

direnci değerine ulaştığı görüldü. Düşük APS derişimlerinde kumaş yüzeyinde yeterli miktarda PPy içeriđi olmadığından dolayı kompozit düşük iletkenlik değerine sahipken, yükseltgen derişimi 0,15 M olduğunda, kompozit en yüksek iletkenlik değerine ulaşmaktadır. Bu oran arttıkça kompozitteki PPy içeriđi artmasına rağmen iletkenliđin düşmesinin sebebi aşırı yükseltgenmeden kaynaklanmaktadır. Aşırı yükseltgenme sonucu oluşan karbonil kusurları konjugasyonda kesintilere neden olarak yük transferine engel olur. Bundan dolayı elektriksel iletkenliđin azalmasıyla sonuçlanmaktadır. Literatürde α , β -doymamış konjuge karbonil pik yoğunluđundaki artış elektriksel iletkenlikteki azalmayla ilişkilendirilebilmektedir (Najar vd. 2007).



Şekil 4.4 PPy kaplı PET kumaşların içerdiği % PPy miktarının ve PET/PPy kumaş kompozitin yüzey direncinin APS derişimi ile deđişimi

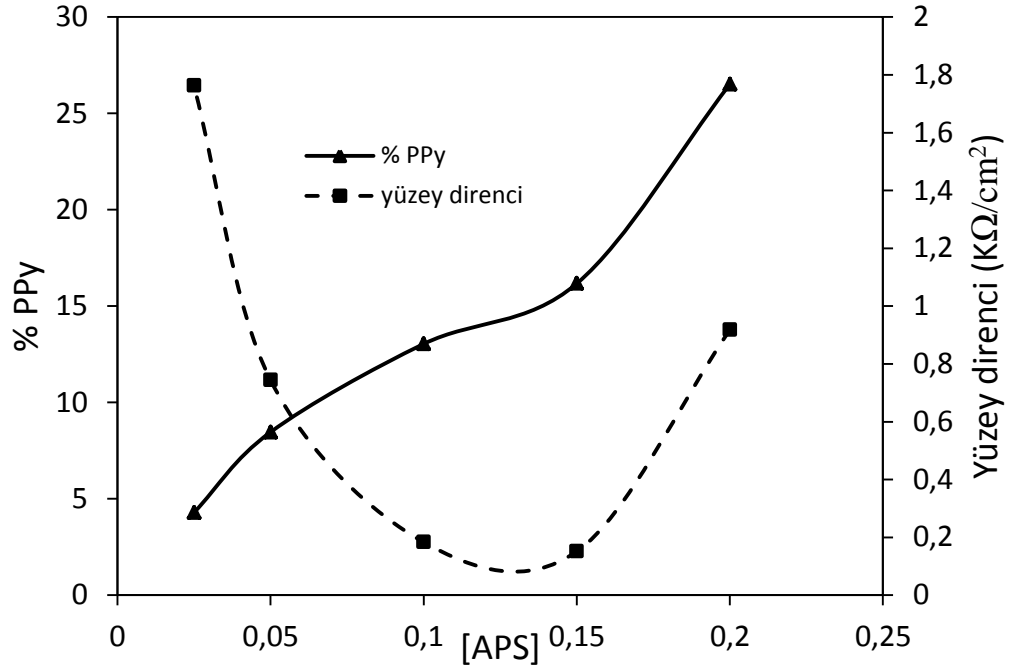
Farklı APS derişimleri sonucu oluşan PET/PPy kumaş kompozitlerin üzerine Fe₃O₄ parçacıkları damlatılarak PET/PPy/Fe₃O₄ kumaş kompozitleri yapıldı. üzerine damlatılan % Fe₃O₄ ve yüzey direncindeki deđişimler Şekil 4.5'te görülmektedir. Kompozitteki PPy içeriđi azaldıkça kumaş yüzeyine giren Fe₃O₄ miktarı arttığı, iletkenliđin ise azaldığı görülmektedir. Fe₃O₄ parçacıkları 10⁻¹⁰ S/cm iletkenliğe sahiptirler ve bundan dolayı elektronların PPy zinciri üzerindeki hareketini kısıtlamaları nedeniyle dolayı kompozitin iletkenliğini azaltmaktadır (Wang, X vd. 2017).



Şekil 4.5 PET/PPy kompozitlerinin içerdiği PPy miktarı ile kompozit üzerine kaplanan % Fe₃O₄ miktarının ve PET/PPy/Fe₃O₄ kompozitinin yüzey direncinin değişimi

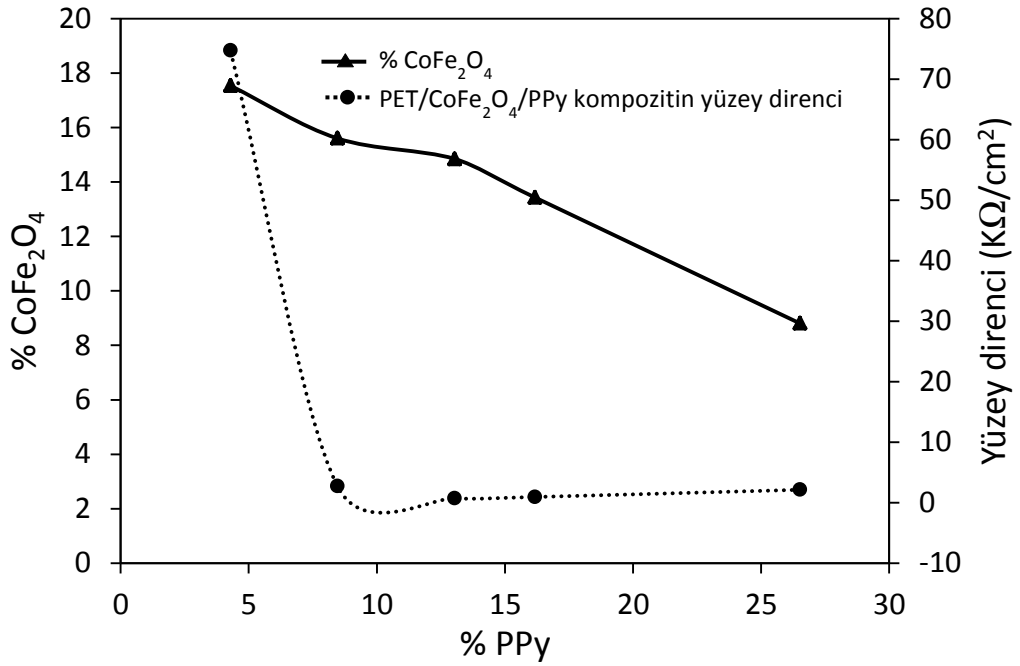
PET /PPy/CoFe₂O₄

Farklı APS derişimleri sonucu oluşan PET/PPy kompozitin yüzey direnci ve PPy içeriği arasındaki ilişkiyi gösteren grafik Şekil 4.6'da görülmektedir. APS derişiminin 0,15 M olduğu anda en düşük yüzey direnci değerine ulaştığı gözlemlendi. Yükseltgen miktarının giderek artmasıyla kompozitteki PPy içeriği artmasına rağmen, iletkenliğin azalmasının nedeni aşırı yükseltgenmeden kaynaklanmaktadır. Düşük APS derişimlerinde kumaş yüzeyinde yeterli miktarda PPy içeriği olmadığından dolayı kompozitin düşük direnç değerine sahip olduğu görüldü.



Şekil 4.6 PPy kaplı PET kumaşların içerdiği % PPy miktarının ve PET/PPy kumaş kompozitinin yüzey direncinin APS derişimi ile deęişimi

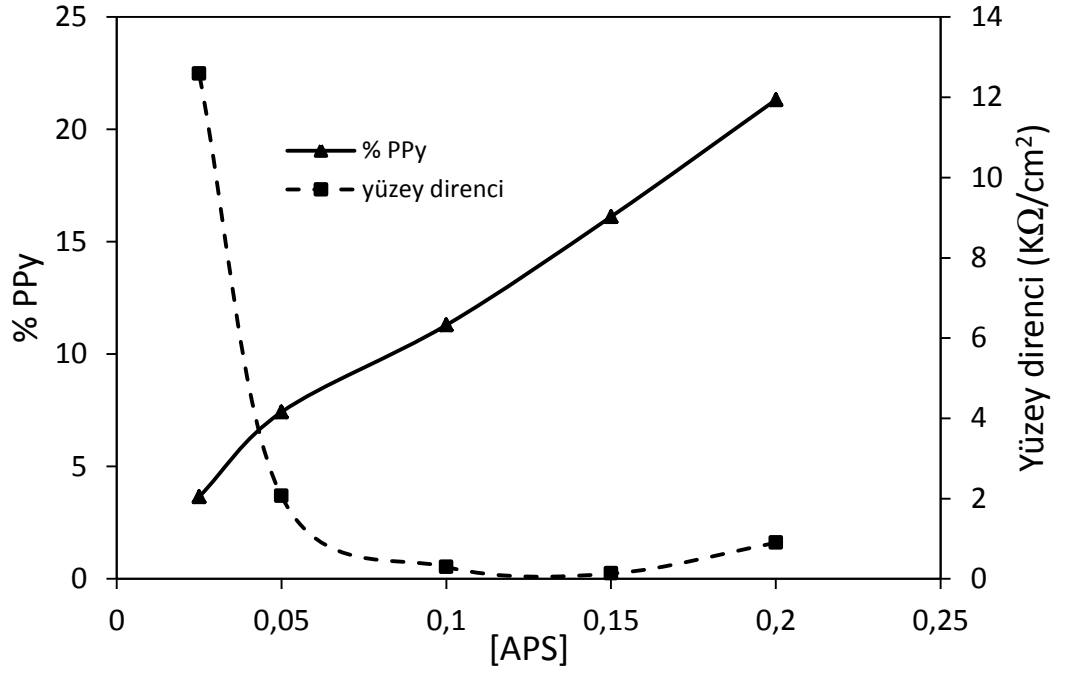
Şekil 4.7’de farklı yükseltgen derişimleri sonucu oluşan kompozitlerin üzerine damlatılan % CoFe_2O_4 ve yüzey direncindeki deęişimler görülmektedir. Kompozitteki PPy içerięi azaldıkça kompozitte giren CoFe_2O_4 miktarı arttığı ve buna baęlı olarak direncin de arttığı görülmektedir. CoFe_2O_4 parçacıkları düşük iletkenlik deęerine sahip olduğundan dolayı ve iletim yollarının oluşmasını kısmen engelleyerek kompozitin iletkenliğini azaltmaktadır (Prasanna vd. 2015).



Şekil 4.7 PET/PPy kompozitlerinin içerdiği PPy miktarı ile kompozit üzerine kaplanan % Fe₃O₄ miktarının ve PET/PPy/Fe₃O₄ kompozitinin yüzey direncinin değişimi

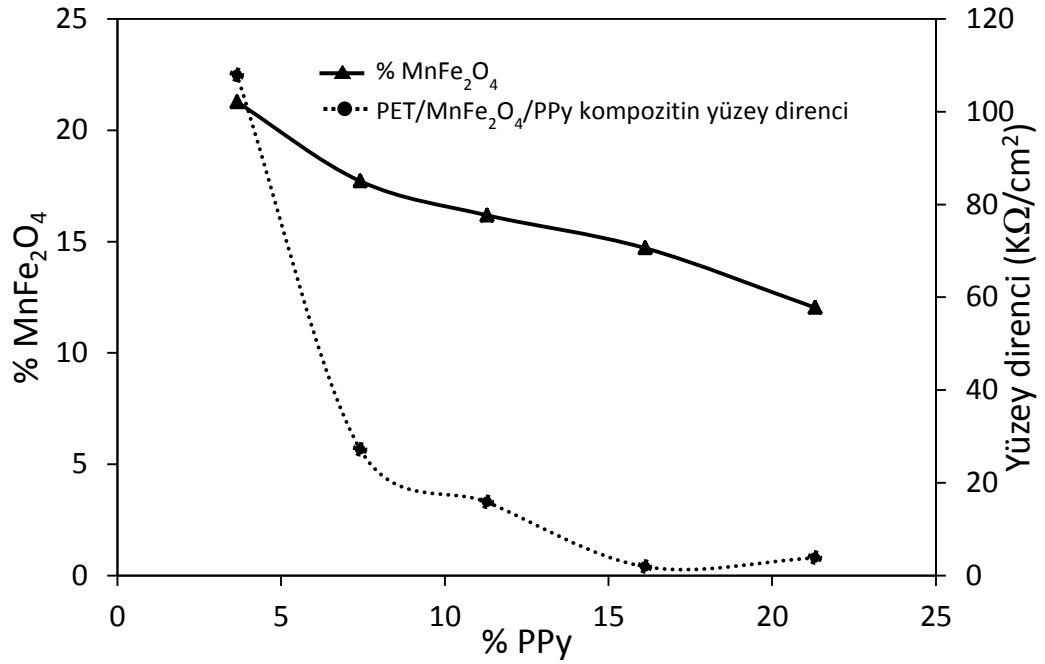
PET /PPy/MnFe₂O₄

Yükseltgen derişiminin deęişmesi sonucu oluşan PPy/PET kompozitin yüzey direnci ve PPy içerięi arasındaki ilişkiyi gösteren grafik Şekil 4.8'de görölmektedir. APS derişiminin 0,15 M olduęu anda en düşük yüzey direnci deęerine ulaştığı gözlemlendi. Yükseltgen derişiminin giderek azalması sonucu kompozitteki PPy içerięi azaldığından dolayı direnç deęerinin arttığı gözlenmektedir. APS derişiminin 0,2 M olduęu anda kompozitteki PPy içerięinin yüksek olmasına rağmen iletkenlięin düşük olmasının sebebi aşırı yükseltgenmeden kaynaklanmaktadır.



Şekil 4.8 PPy kaplı PET kumaşların içerdiği % PPy miktarının ve PET/PPy kumaş kompozitin yüzey direncinin APS derişimi ile deęişimi

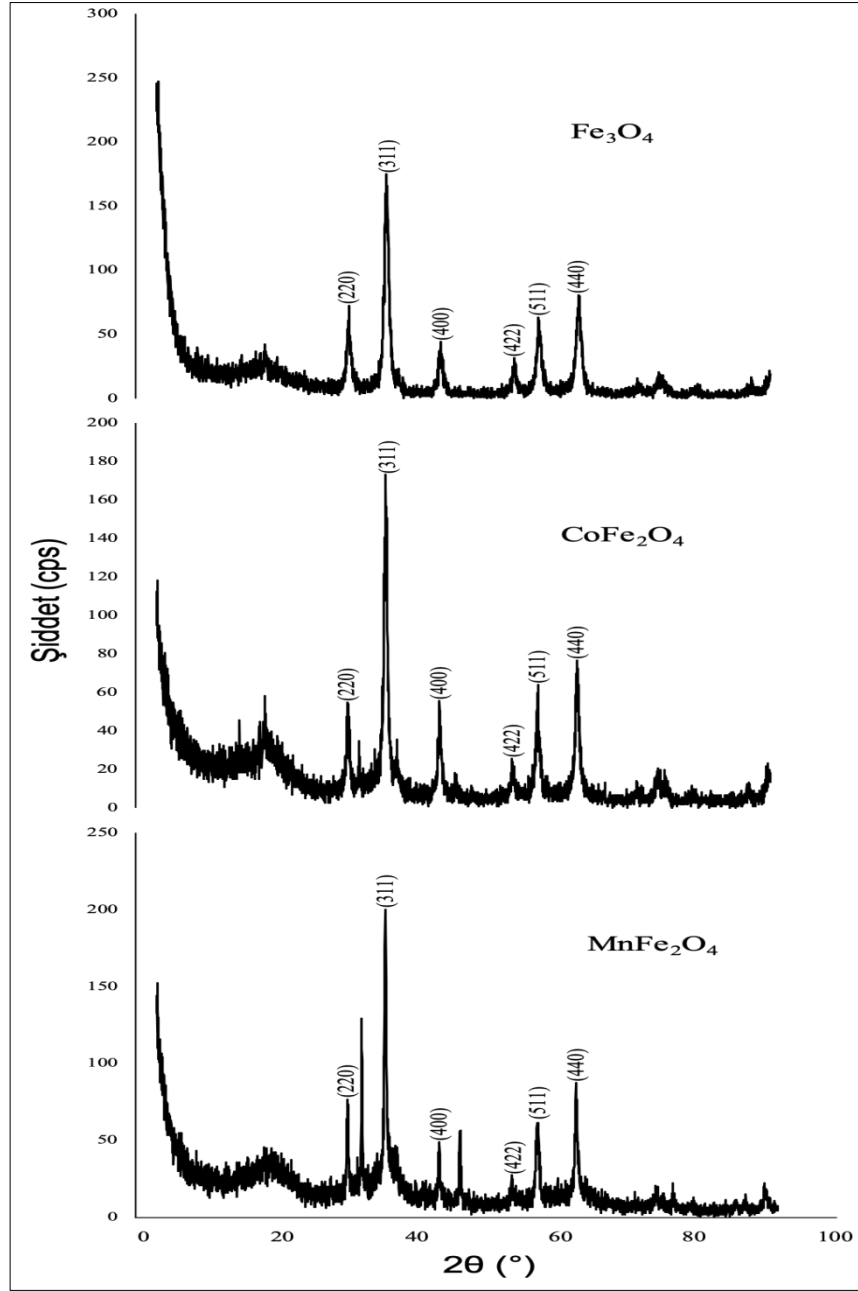
Şekil 4.9'da farklı APS derişimleri sonucu oluşan kompozitlerin üzerine damlatılan % $MnFe_2O_4$ ve yüzey direncindeki deęişimler görülmektedir. Kompozitteki PPy içerięi azaldıkça kompozitte giren $MnFe_2O_4$ miktarı arttığı ve buna baęlı olarak direncin de arttığı gözlemlendi. Ferrit parçacıklarının yalıtkan özelliklerinden dolayı kompozitin iletkenliğini azaldığı görülmektedir.



Şekil 4.9 PET/PPy kompozitlerinin içerdiği PPy miktarı ile kompozit üzerine kaplanan % Fe₃O₄ miktarının ve PET/PPy/Fe₃O₄ kompozitinin yüzey direncinin değişimi

4.2 XRD

Üç farklı bileşimde sentezlenen MP'lerin X ışınları kırınım desenleri Şekil 4.10'da verilmektedir. Bu desenlerin her birinde gözlemlenen 30,25° (220), 35,53° (311), 43,39° (400), 53,65° (422), 57,24° (511) ve 62,78° (440) pikleri yüzey merkezli spinel kübik kristal yapının varlığını ispatlamaktadır. Bu pikler Fe₃O₄ (JCPDS No. 19-0629), CoFe₂O₄ (JCPDS No. 22-1086), ve MnFe₂O₄ (JCPDS No. 74-2403) standartları ile örtüşmektedir (Liu vd. 2006). Kırınım desenlerine bakıldığında (113) ve (210) γ -Fe₂O₃'e (213) ve (210) ise α -Fe₂O₃'e ait piklerdir (Mürbe vd. 2008). Ferritlerin piklerine bakıldığında ise bu pikler gözükmediğinden, sentezlenen ürünlerde başka demir içerikli bileşik bulunmadığı anlaşılmaktadır. Fe₃O₄, CoFe₂O₄ ve MnFe₂O₄ MP'leri için parçacık boyutları sırasıyla 11,5 nm, 16,4 nm, 30,9 nm olduğu belirlendi.

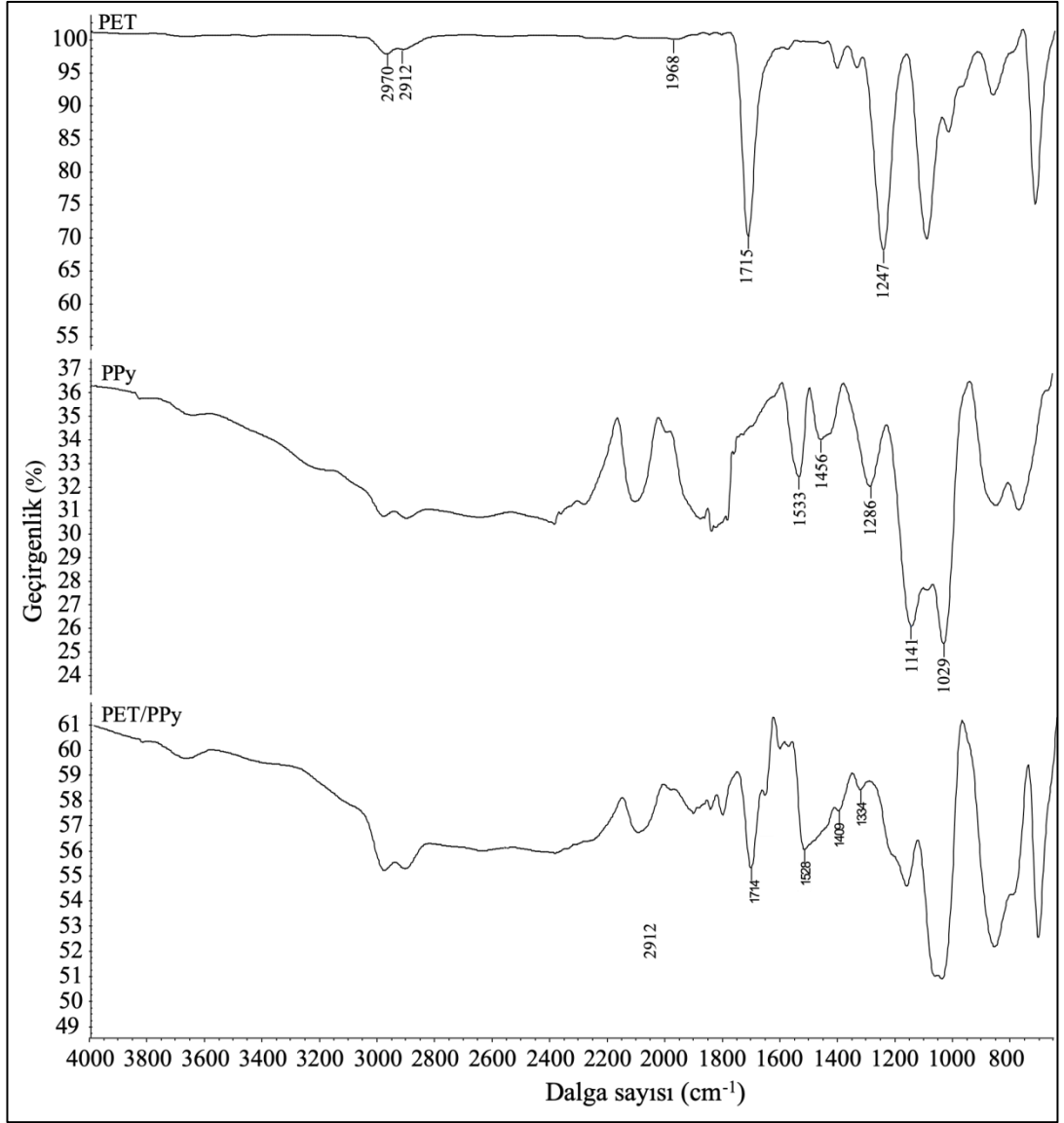


Şekil 4.10 Fe_3O_4 , CoFe_2O_4 ve MnFe_2O_4 ait X ışınları kırınım deseni

4.3 FTIR

PET kumaş ve PET kumaş yüzeyinde PPy oluşumunu incelemek ve yapılarını aydınlatmak amacıyla saf PET kumaş, saf PPy ve PET/PPy kumaş kompozitinin ATR-FTIR spektrumları Şekil 4.11'de görülmektedir. 2970 ve 2912 cm^{-1} 'deki bantlar alifatik C-H gerdirme titreşimiyle açıklanabilirken, 1968 cm^{-1} 'de bant aromatik yapı ile ilgili,

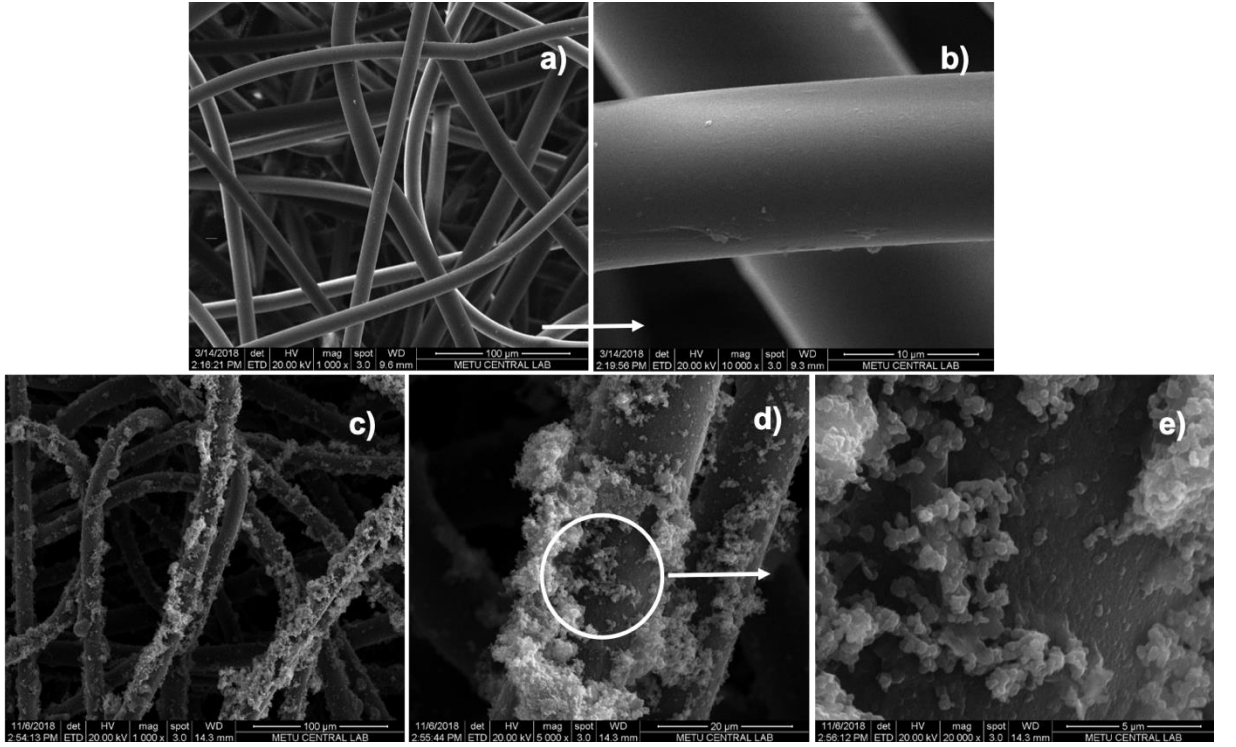
1715 cm^{-1} 'de bant ise -C=O gerilme titreşimine atfedilmektedir (Guo vd. 2009). 1247 cm^{-1} 'de gözlenen bant ise ester grubunun -COO- gerilmesine aittir (Malhotra vd. 2015). PPy'nin FTIR spektrumunda ise 1533 cm^{-1} deki bant, pirolün C=C halka gerilme titreşimiyle ilgilidir. Spektrumdaki 1456 cm^{-1} ve 1286 cm^{-1} bantlar ise sırasıyla C-C ve C-N gerilmesiyle ilişkilendirilmektedir (Boschi vd. 2008). PPy'nin C-H eğilme titreşim bantları ise 1141, 1029 cm^{-1} 'dir. PPy kaplı PET kumaşın spektrumunda ise PPy için 1533 cm^{-1} gözlenen -C=C halka gerilme titreşimi 1528 cm^{-1} 'de görülmektedir. Aynı zamanda yine PPy için -C-C ve C-N gerilme titreşimleri saf PPy'den biraz farklı olarak sırasıyla gerilme titreşimleri 1456'dan 1409 cm^{-1} 'e ve 1286'den 1334 cm^{-1} 'e kayarak gözlemlendi. PET kumaşta 1715 cm^{-1} 'deki gözlenen pik PET/PPy kompozitinde 1714 cm^{-1} görülmektedir.



Şekil 4.11 Saf PET, saf PPy ve PET/PPy kompozitine ait ATR-FTIR spektrumları

4.4 YüzeY Morfolojisi

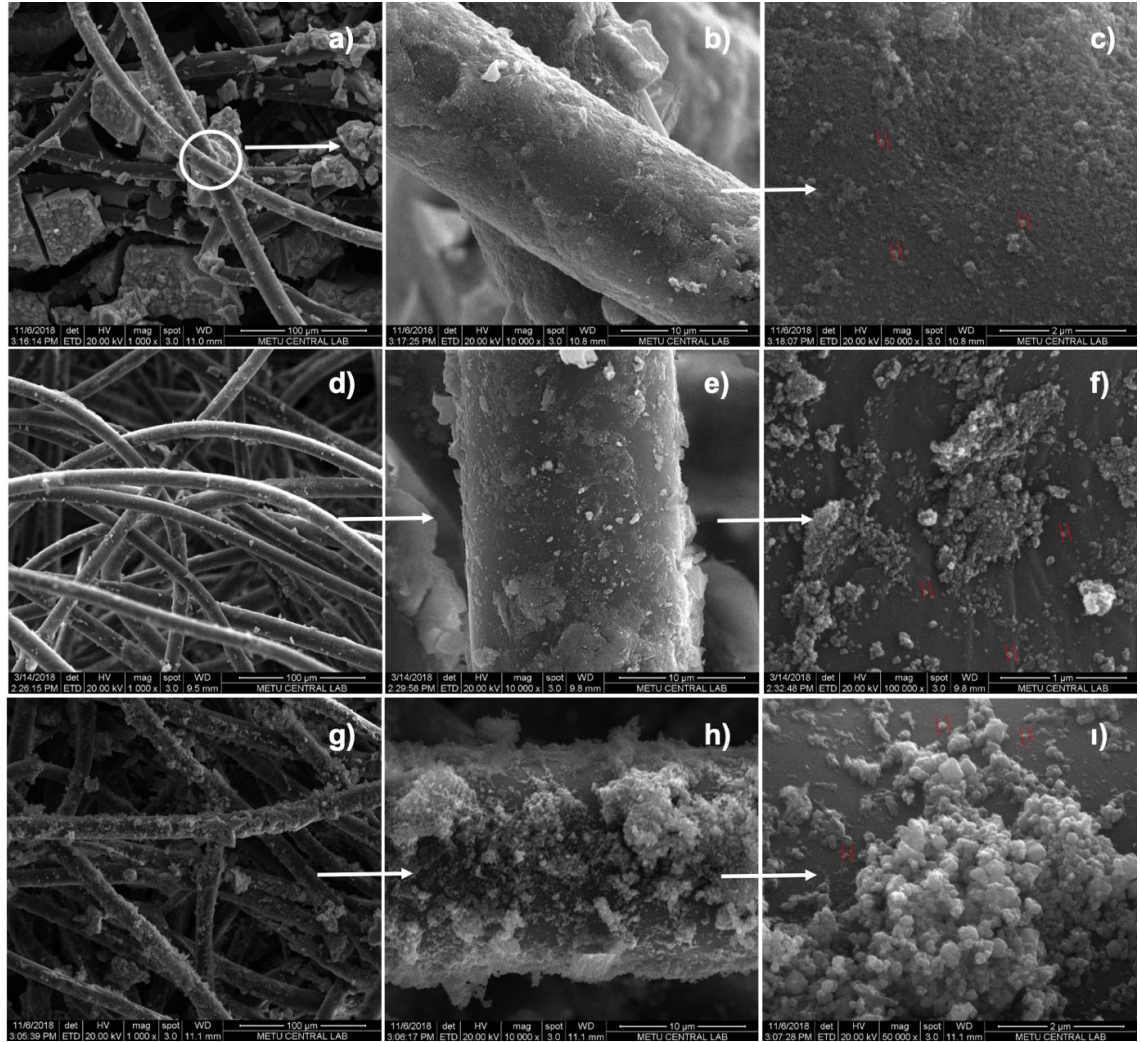
APS kullanılarak sentezlenen PET/PPy kompozit ile saf PET'in SEM görüntüleri Şekil 4.12' de farklı büyütmelemlerde karşılaştırmalı olarak sunulmaktadır. SEM'de saf PET için 1000 ve 10000, PET/PPy kompozit içinse 1000, 5000 ve 20000 büyütmelemler yapılmıştır. PPy'nin PET kumaş yüzeyini öncelik film gibi bir tabaka ile kaplamasının ardından küresel tanecikler şeklinde ayrı ayrı ve bir araya gelerek toplanmış gruplar şeklinde yığınlar oluşturduğu dikkat çekmektedir. Mikrodalga ışımalarında kürecikler yansıma görevi yaparken, lif üzerindeki küre taneleri arasındaki bölgelerde ya da PPy birikmesi olmayan yerlerde ise ışımaların geçmesini sağlar (Velhal vd. 2018).



Şekil 4.12 Saf PET (a-b) ve PET/PPy (c-e) kompozite ait SEM görüntüleri

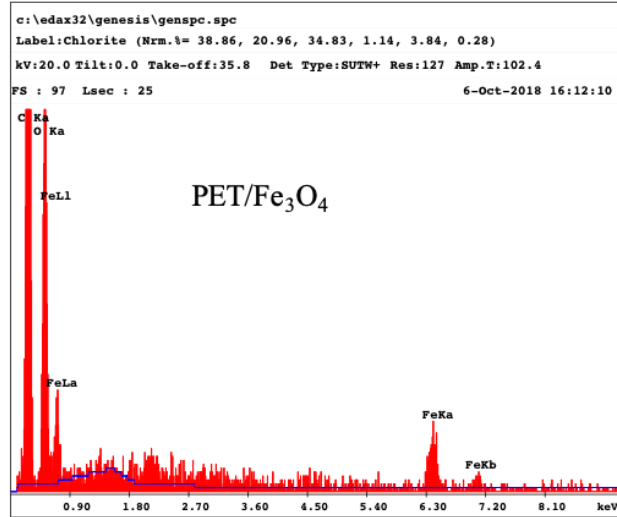
İkili çöktürme yöntemi ile sentezlenen PET/Fe₃O₄, PET/CoFe₂O₄ ve PET/MnFe₂O₄ Şekil 4.13'de farklı büyütmelemlerde (1000, 10000 ve 50000) karşılaştırmalı olarak sunuldu. Kompozitlerin tane boyutları SEM fotoğraflarından tespit edilmekte olup bu değerler literatürdeki benzer koşullardaki sentez şartlarında üretilen parçacıkların

boyutları arasında korelasyon bulunmaktadır (Harifi and Montazer 2014).

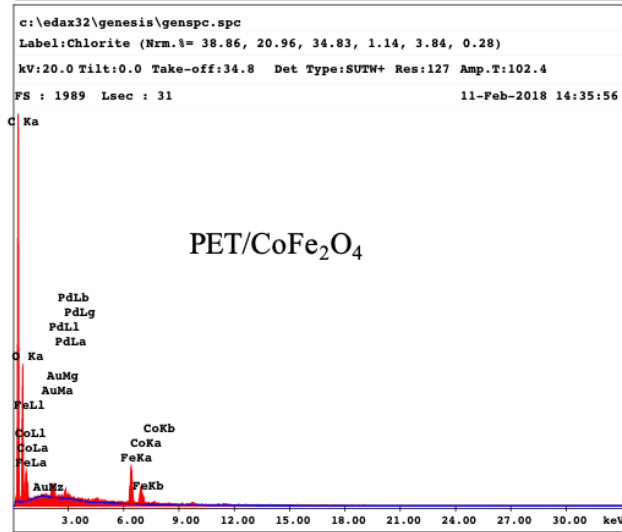


Şekil 4.13 PET/Fe₃O₄ (a-c), PET/CoFe₂O₄ (d-e) ve PET/MnFe₂O₄ (g-i) kompozitlerine ait SEM görüntüleri

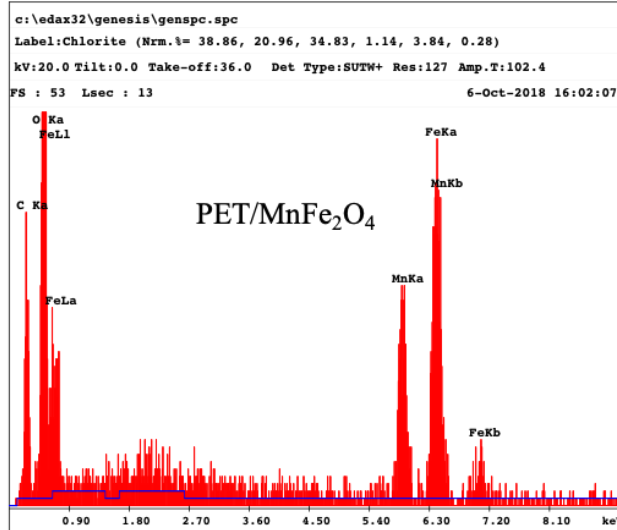
PET/Fe₃O₄, PET/CoFe₂O₄ ve PET/MnFe₂O₄ kumaş kompozitlere ait EDX görüntüleri Şekil 4.14'de görülmektedir. PET/MP kumaş kompozitlerde ferrit parçacıklarının PET kumaş yüzeyinde olduğunu EDX haritalama görüntüleri ile doğrulandı. PET/Fe₃O₄ kompozitindeki demir elementi içeriği literatürdeki çalışmayla korelasyon göstermektedir (Harifi vd. 2014).



% 4 Fe

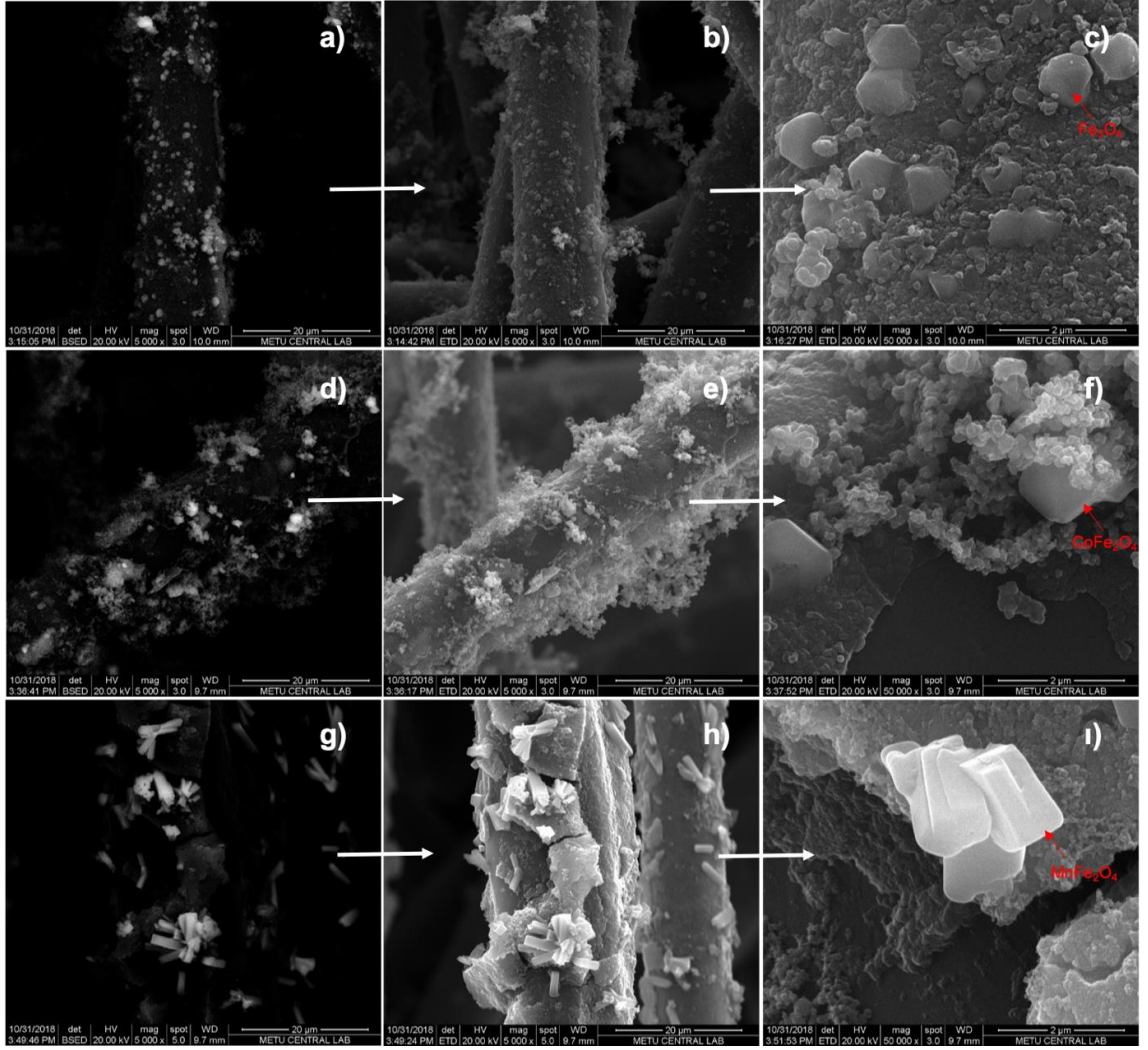


% 7 Fe
 % 4 Co



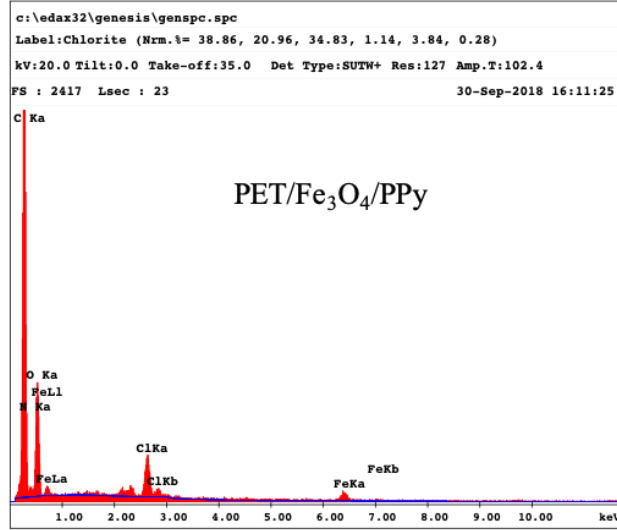
% 27 Fe
 % 14 Mn

Şekil 4.14 MP'lerin PET kumaş yüzeyine emdirildikten sonraki PET/MP kumaş kompozitlerine ait EDX görüntüleri

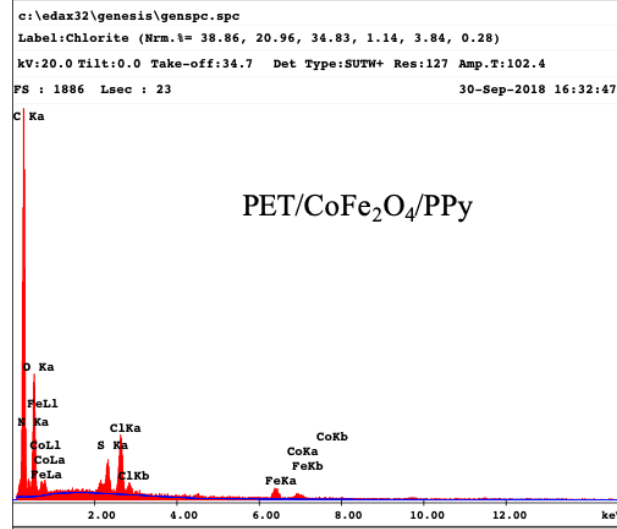


Şekil 4.15 PET/Fe₃O₄/PPy (a-c), PET/CoFe₂O₄/PPy (d-f) ve PET/MnFe₂O₄/PPy (g-i) kompozitlerine ait SEM görüntüleri

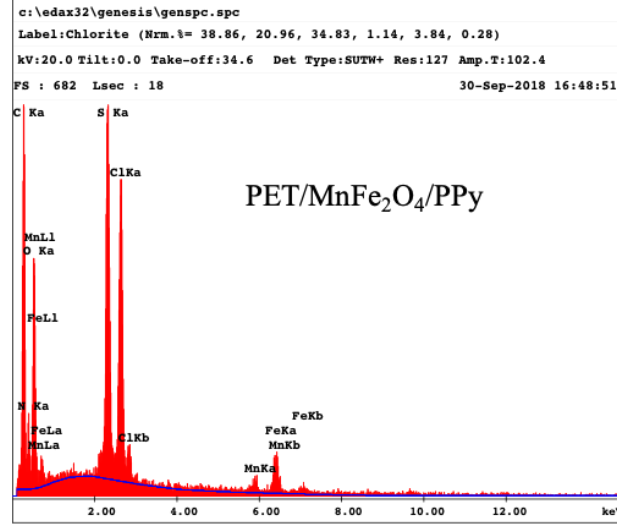
PET/Fe₃O₄/PPy, PET/CoFe₂O₄/PPy ve PET/MnFe₂O₄/PPy kompozitlerine ait SEM görüntüleri Şekil 4.15’de farklı büyütmelelerde (5000 ve 50000) karşılaştırmalı olarak sunuldu. SEM görüntülerinde MP’ler kumaşa önce damlatıldığında, bu parçacıkları PPy küresel şeklindeki yapılar tarafından üzerlerinin kaplandığı görülmektedir.



% 1,52 Fe



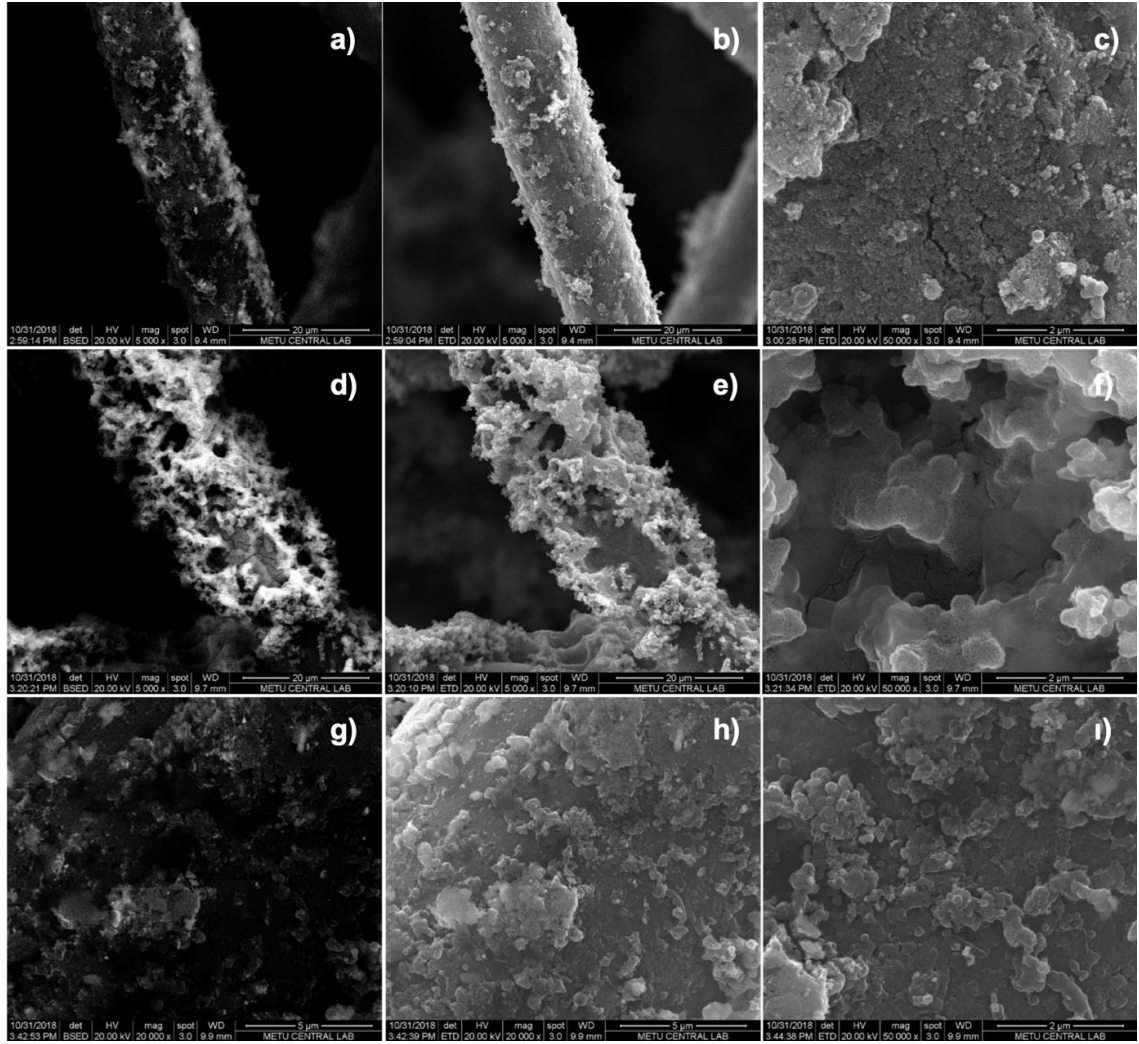
% 1,92 Fe
 % 1,17 Co



% 3 Fe
 % 0,92 Mn

Şekil 4.16 PET/Fe₃O₄/PPy, PET/CoFe₂O₄/PPy ve PET/MnFe₂O₄/PPy kompozitlerine ait EDX görüntüleri

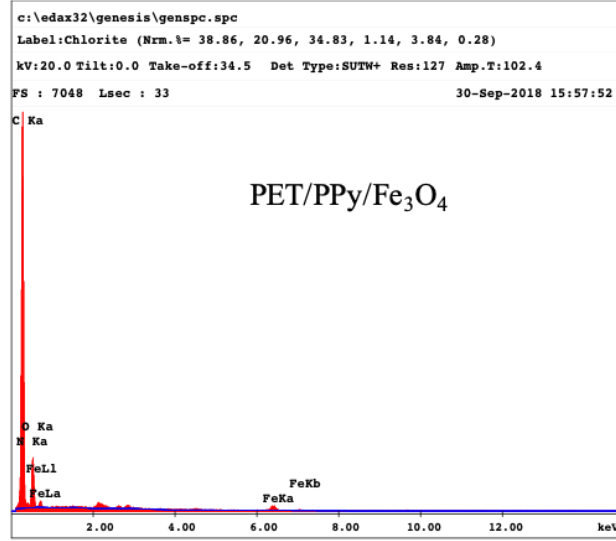
MP emdirilmiş PET kumaşların pirol polimerizasyonu sonucu EDX haritalama görüntüleri Şekil 4.16'de görülmekte olup ferritlerin kompozitlerdeki varlığı doğrulanmaktadır.



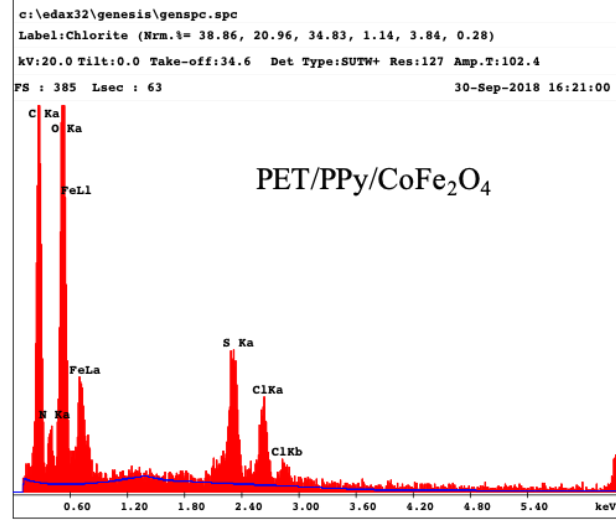
Şekil 4.17 PET/PPy/Fe₃O₄ (a-c), PET/PPy/CoFe₂O₄ (d-f) ve PET/PPy/MnFe₂O₄ (g-i) kompozitlerine ait SEM görüntüleri

PET/PPy/Fe₃O₄, PET/PPy/CoFe₂O₄ ve PET/PPy/MnFe₂O₄ kompozitlerine ait SEM görüntüleri Şekil 4.17'de farklı büyütme oranlarında (5000 ve 50000) karşılaştırmalı olarak sunuldu. MP'ler yığılmış şekilde ya PET/Fe₃O₄/PPy ve PET/MnFe₂O₄/PPy kompozitindeki gibi PPy küreciklerinin üzerinde ya da PET/CoFe₂O₄/PPy kompozitinde olduğu gibi polimerin içerisine girmiş şekilde bulunmaktadır. Bu parçacıkların yansıma

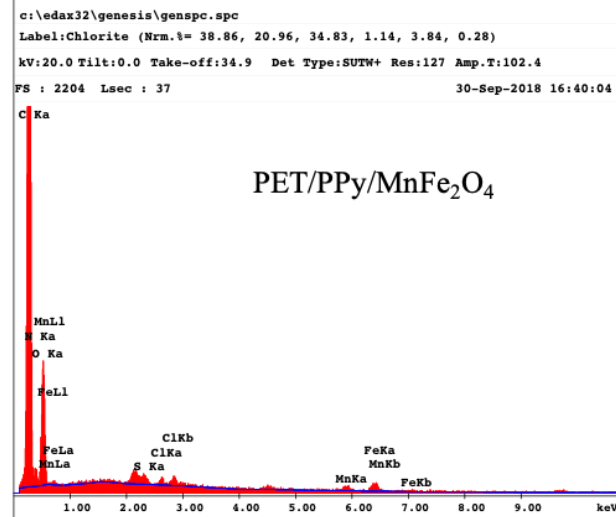
yoluyla da kalkanlama yapması beklenmektedir. Şekil 4.18’de PET/Fe₃O₄/PPy, PET/CoFe₂O₄ ve PET/MnFe₂O₄/PPy kompozitlere ait EDX haritalama görüntüleri verilmekte olup ferritlerin kompozitlerdeki varlığı doğrulanmaktadır.



% 1,58 Fe



% 3,16 Fe
 % 1,26 Co

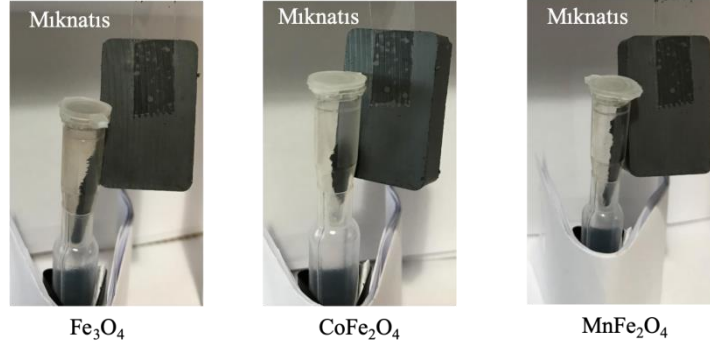


% 0,55 Fe
 % 1,03 Mn

Şekil 4.18 PET/PPy/Fe₃O₄, PET/PPy/CoFe₂O₄ ve PET/PPy/MnFe₂O₄ kompozitlerine ait EDX görüntüleri

4.5 Manyetik Analiz

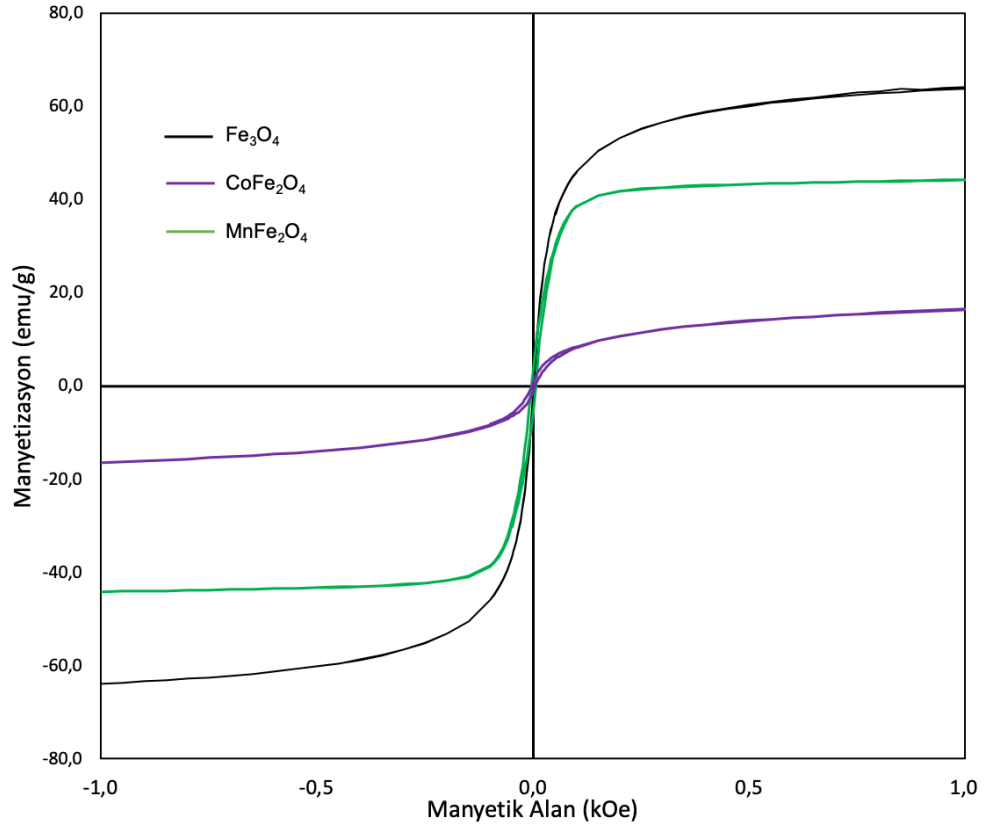
Sentezlenen ferrit parçacıklar kurutulduktan sonra mıknatısa verdiği tepki Şekil 4.19'de görülmektedir.



Şekil 4.19 Kurutulmuş ferrit parçacıkların dışardan mıknatısa verdikleri tepki

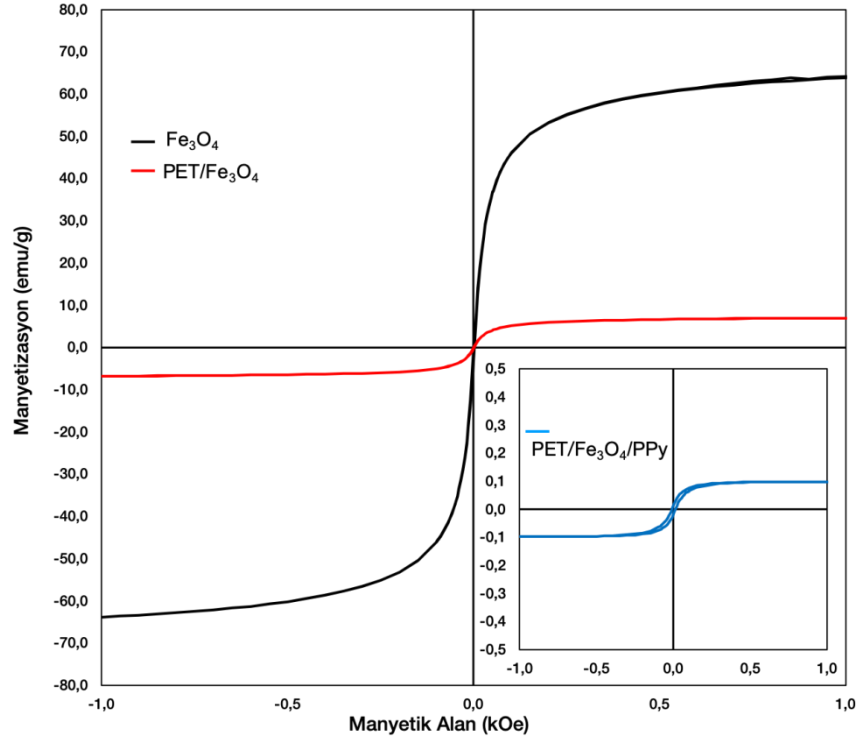
Ferrit parçacıkların manyetik özellikleri oda sıcaklığı histeresis eğrileri ile incelenmiştir. Titreşimli örnek magnetometresi kullanılarak Fe_3O_4 , $CoFe_2O_4$ ve $MnFe_2O_4$ parçacıklarına ait mıknatıslanma eğrileri Şekil 4.20'de görünmektedir. Mıknatıslanma eğrilerinde görüldüğü gibi Fe_3O_4 , $CoFe_2O_4$ ve $MnFe_2O_4$ parçacıkların doygunluk mıknatıslanma değerleri sırasıyla 63,87, 16,45 ve 44,2 emu/g olarak bulunmuş olup literatürdeki değerlere benzer sonuçlar gözlenmiştir (Blaskov vd. 1996, Karaagac and Kockar 2012, Vignesh vd. 2015). İri yapılı Fe_3O_4 parçacıkların mıknatıslanma değeri 90 emu/g iken sentezlenen parçacıkların SEM görüntülerinde görüldüğü üzere parçacık boyutu küçüldükçe manyetizasyon değerinin azaldığı görülmektedir (Chikazumi and Graham 2009). Ferromanyetik demir oksit nanoparçacıklarda, mıknatıslanma değerinin azalmasında yüzey ve boyut etkilerine bağlı olarak değişebilmektedir. Parçacık boyutunun küçüklüğü, düşük manyetik alanda doyumlanma mıknatısının yüksek olması ve remanans kuvvetinin olmamasından dolayı ferritlerin süperparamanyetik özellik gösterme eğilimi vardır.

$CoFe_2O_4$ parçacıklarının daha düşük doyum mıknatıslanmaya sahip olmasının nedeni sentezlenen ferritin küçük parçacık boyutuna sahip olmasından kaynaklanmaktadır.



Şekil 4.20 Fe₃O₄, CoFe₂O₄ ve MnFe₂O₄ parçacıklarının oda sıcaklığındaki histeresiz davranışları

Fe₃O₄ parçacıklarının kumaş üzerine damlatılması ve oluşan PET/Fe₃O₄ kompoziti pirolle polimerleştirildiğinde doygunluk manyetizasyon değerindeki değişimler Şekil 4.21’de görülmektedir. Fe₃O₄ damlatılmış kumaş kompozitin doyum mıknatıslanma değeri 6,92 emu/g olup, saf haldeki Fe₃O₄ parçacıklarından daha düşük bir değere sahip olduğu görülmektedir. Bu değer literatüdeki benzer çalışmadaki değerlerin iki katından fazladır (Rastgoo vd. 2016). PET/Fe₃O₄ kompozitin daha düşük mıknatıslık değerine sahip olmasının nedeni manyetik olmayan maddeler olan PET kumaşın kompozitte bulunması nedeniyle manyetikliğe katkıda bulunan ferrit miktarının oransal olarak azalmasından dolayı kaynaklanmaktadır. PET/Fe₃O₄ kompozitin pirolle polimerizasyonu sonucu oluşan PET/Fe₃O₄/PPy kompozitinde ise doyum mıknatıslanma değeri 0,76 emu/g’a düştüğü görülmektedir. Literatürdeki benzer çalışmalarda da doyum mıknatıslanma değerinin azaldığı gözlenmektedir (Unver vd. 2017). Bu kayda değer azalmanın nedeni MP’lerin PPy ile kaplanmasıyla açıklanabilmektedir.



Şekil 4.21 Fe₃O₄ parçacıkları ile PET/Fe₃O₄ ve PET/Fe₃O₄/PPy kompozitlerine ait manyetizasyon eğrileri

PET/Fe₃O₄ kompoziti hazırlandığında ferrit miktarı yüzdesi 13 olarak bulunmuştur. Bunu doğrulamak için kompozitin tamamı ferrit olsaydı;

$$\frac{63,9 \text{ emu}}{1 \text{ g ferrit}} \times 0,045 \text{ g}_{\text{ferrit}} \text{ PET kompozit} = 2,8755 \text{ emu}$$

değerinde olacaktı. Histeresiz analizinden elde edilen PET/Fe₃O₄ kompozitindeki manyetik katkı ferritten kaynaklanmaktadır. Ferritten gelen manyetik katkı;

$$\frac{6,92 \text{ emu}}{1 \text{ g kompozit}} \times 0,045 \text{ g}_{\text{ferrit}} \text{ PET kompozit} = 0,3114 \text{ emu}$$

ve deneysel olarak yüzde ferrit oranı ise

$$\% \text{ ferrit} = \frac{0,3114 \text{ emu}}{2,8755 \text{ emu}} \times 100 = 10,8$$

% 13 ferrit eklenmesine rağmen kompozitteki gerçek ferrit yüzdesi 10,8 olarak bulunmuştur. MP'lerin kumaş yüzeyinde yeterli miktarda tutunması, polimerizasyon sırasında kumaş yüzeyinden ortama giden MP'ler bu düşüşün sebebi olabilmektedir.

4.6 EMSE

Çalışmada en düşük direnç ölçümünden elde edilen ve Py:APS oranına göre oluşturulan PET/MP/PPy ve PET/PPy/MP kompozitlerin, ferritlerin eklenme sırasına göre elektromanyetik dalga koruyucu özellikleri mikrodalga frekans (30 MHz-3 GHz) aralığında incelenmiş olup % Ab, % Re ve EMSE değerleri Şekil 4.22'de görülmektedir.

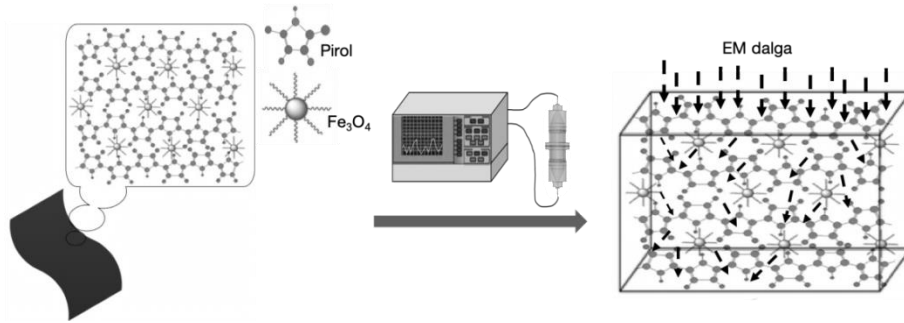
Şekil 4.22'de görüldüğü üzere PET kumaşın pirolle polimerizasyonu sonucunda oluşan kompozitin elektromanyetik dalgalara karşı koruma değeri 4,9 dB ve bu kompozitin % soğurma ve % yansıma değerleri sırasıyla 67,34 ve 14'dür. Literatürde PET kumaşın pirolle polimerizasyonu sonucunda 2 dB'lik koruma sağladığı belirtilmiştir (Yildiz vd. 2012). Kompozite gelen dalgaların enerjisini düşürmede, soğurmanın yansımadan daha belirleyici olduğu gözlemlendi.

Ferrit parçacıklar literatürde 8-12 GHz aralığında çalışılmış olup bu parçacıklarla oluşturulan kompozitlerin elektromanyetik dalgalara karşı yüksek koruma değerleri gözlemlendiği belirtilmiştir. Bu çalışmada ferrit parçacıklarla oluşturulan kompozitlerin 3 GHz'e kadar ki koruma etkinliği incelenmiştir.

		% Soğurma (Ab)	% Yansıma kaybı (Re)	EMSE
PPy-PET	-	67,34	14	4,9 dB
PET/MP/PPy Kompozit	Fe ₃ O ₄	56	21,2	3,57 dB
	CoFe ₂ O ₄	49	25	2,92 dB
	MnFe ₂ O ₄	62	17,6	3,99 dB
PET/PPy/MP Kompozit	Fe ₃ O ₄	74,2	11,42	6,41 dB
	CoFe ₂ O ₄	68	14,4	5,1 dB
	MnFe ₂ O ₄	63	15,2	3,87 dB

Şekil 4.22 Ferritlerin eklenme sırasına göre % Ab, % Re, EMSE değerleri

Şekil 4.23’de PPy ve ferrit (Fe₃O₄) kaplı PET kumaşın elektromanyetik dalgalara karşı gösterdiği tepki görülmektedir. Dalgaların yönlerindeki değişimlere bakılarak gücünü hafiflettiği ve bu sayede koruma sağladığı görülmektedir. Kompozit oluştururken MP’lerin eklenme sırasını EMSE değerleri üzerinde belirleyici bir değişken olduğu gözlemlendi.



Şekil 4.23 PPy ve ferrit kaplı kumaşın elektromanyetik dalgalarla etkileşiminin genel gösterimi

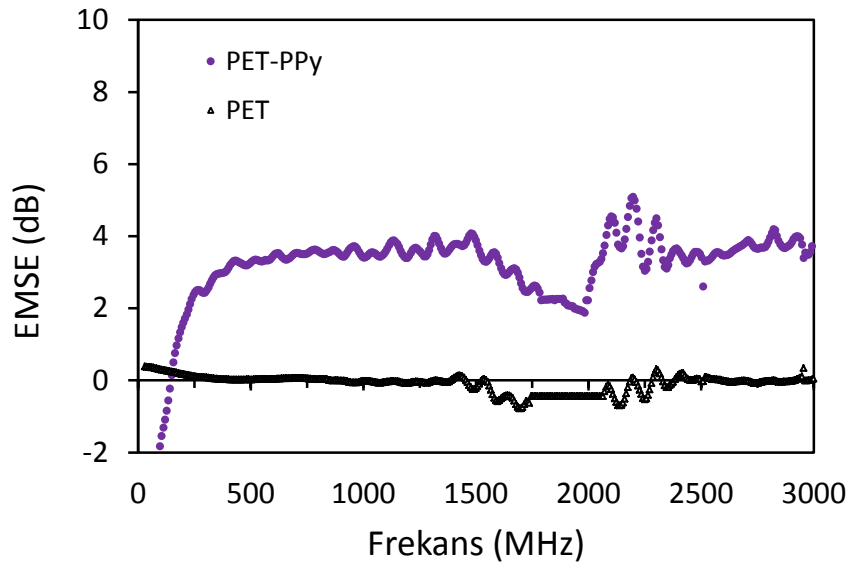
Fe_3O_4 parçacıkların önce ve sonra eklenmesiyle oluşan PET/ Fe_3O_4 /PPy ve PET/PPy/ Fe_3O_4 kompozitlerin koruma değerleri sırasıyla 3,57 ve 6,41 dB olarak ölçüldü. PET/PPy/ $CoFe_2O_4$ kompoziti PET/ $CoFe_2O_4$ /PPy kompozitinden daha yüksek koruma değeri sağlamış olup EMSE değerleri sırasıyla 2,92 ve 5,2 dB olarak ölçüldü. PET/PPy/ $MnFe_2O_4$ kompoziti ile PET/ $MnFe_2O_4$ /PPy kompozitinde benzer koruma değerlerine sahip olmakta olup $MnFe_2O_4$ parçacıkların eklenme sırası EMSE değerlerini etkilemediği görülmektedir. Bunun sebebi $MnFe_2O_4$ parçacıkların kompozit oluşturma sırasında kumaş yüzeyinde fazla tutunamadığından dolayı kaynaklanmaktadır. Fe_3O_4 ve $CoFe_2O_4$ parçacıkların sonra eklenmesiyle oluşan PET/PPy/ Fe_3O_4 ve PET/PPy/ $CoFe_2O_4$ kompozitlerin PET/PPy kompozite göre daha yüksek koruma değeri sağladığı görülmektedir.

MP'lerin önce eklenmesiyle oluşan PET/ Fe_3O_4 /PPy, PET/ $CoFe_2O_4$ /PPy ve PET/ $MnFe_2O_4$ /PPy kompozitlerin PET/PPy kompozite göre daha düşük koruma değerini göstermelerinin nedenlerinden biri PET kumaş yüzeyine yeterli miktarda PPy birikmesi sağlanamadığından kaynaklanmaktadır. PET/MP/PPy kompozitlerindeki PPy miktarı düştükçe % soğurma değerlerinin de düştüğü Şeikl 4.22'de belirtildi. EMSE değerinin düşük olmasının diğer bir nedeni ise ferrit parçacıkları PPy zincirini engelleyerek iletkenliğin düşmesine ve bu nedenle kalkanlama değerinin düşmesine sebep olmaktadır.

MP'lerin kompozitlere ilavesi dielektrik sabiti değerinin artmasına neden olmaktadır. Bu da empedans eşleşme seviyesinin artmasını sağlayarak soğurma değerinin artmasına katkı sağladığı bildirilmiştir (Gul and Maqsood 2008). Mikrodalga soğurmanın artmasını sağlayan diğer bir etken ise gelen enerjinin bir miktarının ısıya dönmesiyle sağlanmaktadır (Huo vd. 2009). Bu durum, MP'lerde var olan koersif kuvvetlerin histeresis kaybına neden olduğundan kaynaklanmaktadır.

PET/PPy kumaş kompozit

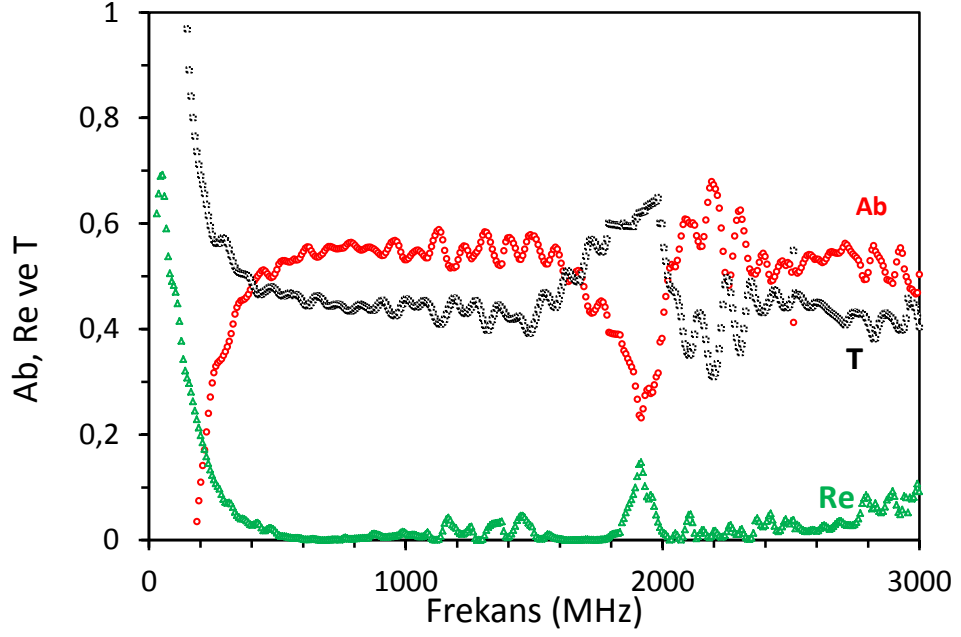
Py:APS oranının 0,2:0,15 olduğunda en düşük direnç değeri olan 126,08 ohm olduğu koşullardaki PET/PPy kompozitin ve saf PET in S_{11} değişkenlerinden yararlanılarak oluşturulan EMSE değeri Şekil 4.24’de grafiğe geçirilmiştir. PET/PPy kompozitinde PPy’nin kütlece % 22,77 olduğu zaman, 30 MHz-3 GHz frekans aralığında 4,9 dB’lik koruma sağladığı görülmektedir.



Şekil 4.24 PET/PPy kompozitine ait EMSE değerleri

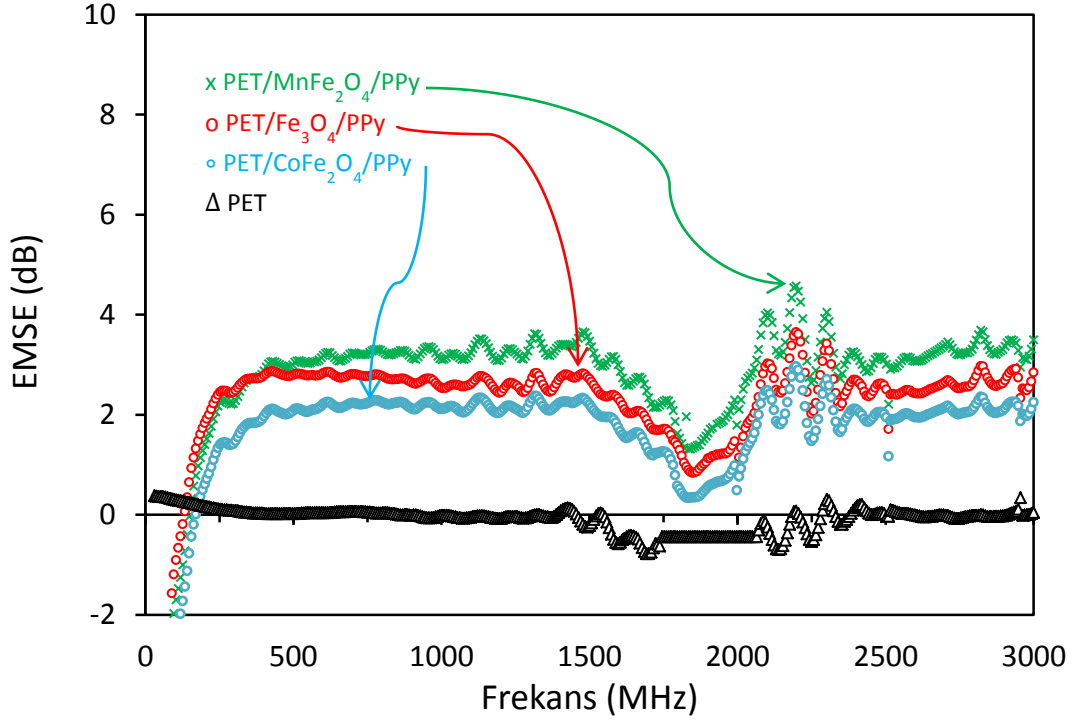
PET/PPy kompozitin S_{12} değişkenlerinden yararlanılarak oluşturulan soğurma (Ab) ve yansıma (Re) olarak bilinen bağıl koruma verimliliği Şekil 4.25’de görülmektedir. Şekilde görüldüğü üzere kompozitin elektromanyetik dalgaları soğurma yüzdesi 67,34 iken yansıma yoluyla ise % 14 lük koruma sağlamaktadır. Bu durumda kompozitin ana koruma mekanizması soğurma yoluyla gerçekleşmektedir. İletken polimerlerle hazırlanan kompozitlerin EMSE değerleri incelendiğinde daha çok soğurma mekanizması yoluyla koruma sağladığı bildirilmiştir (Kim vd. 2002). Şekil 4.12’deki PET/PPy kompozit yüzeyi kürecik yapılarından dolayı gelen dalgaları içsel yansımalar yaparak enerjisini azaltmaktadır. Küresel yapıdaki taneciklerin yığınlaşmasıyla karnabahar görünümündeki yapılar meydana gelmekte olup bu yapılar sayesinde

elektromanyetik dalgaların sönümlenmesine katkıda bulunmaktadır. Literatürde APS kullanılarak sentezlenen PPy filmin % 37 lik soğurma yaptığı görülmüş olup, bu çalışmada ise gelen ışımayı yaklaşık iki katı kadar daha fazla emilim yaptığı görülmektedir (Velhal vd. 2018).



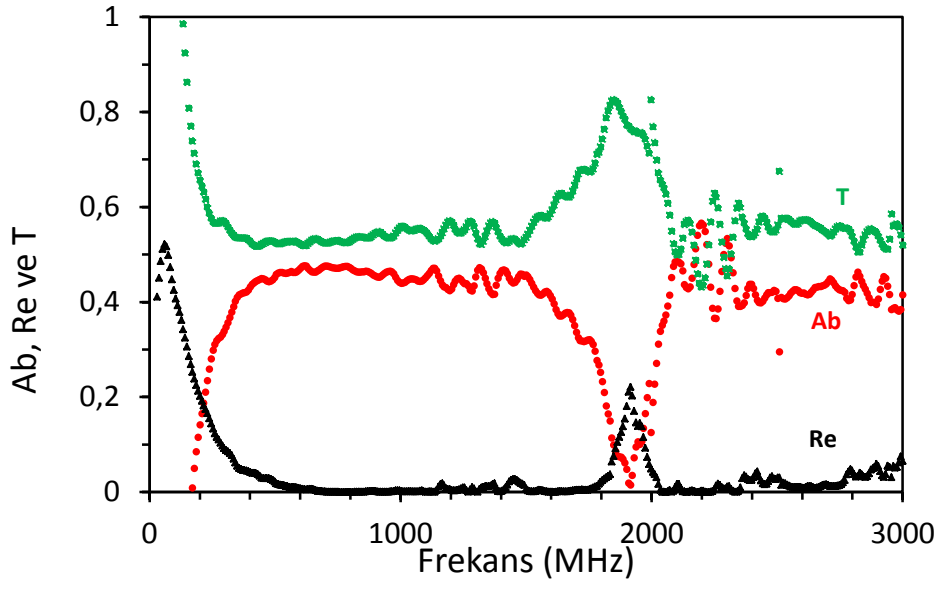
Şekil 4.25 PET/PPy kompozite ait Ab, T ve Re değerleri

PET/MP/PPy kompozitleri

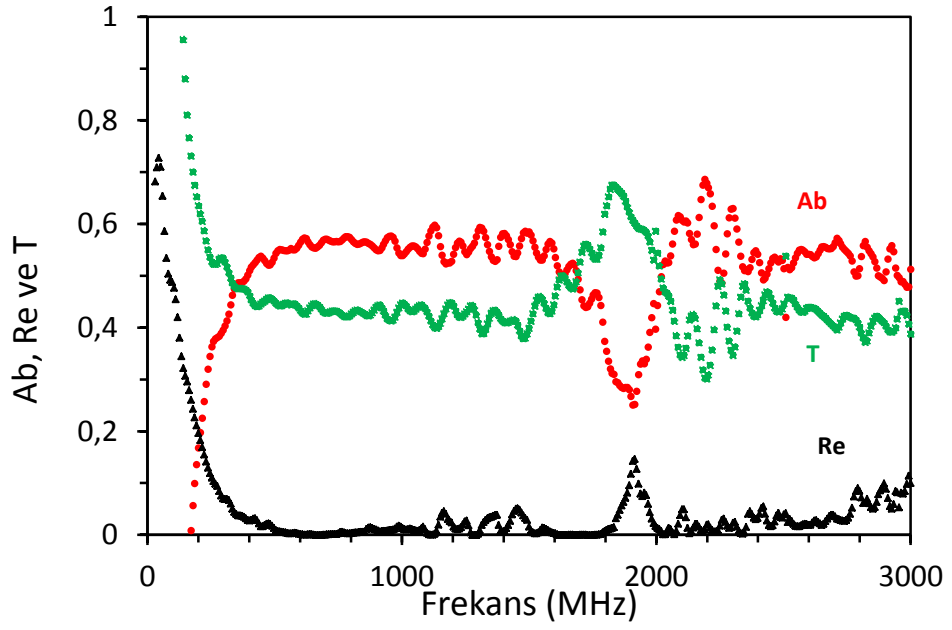


Şekil 4.26 PET/Fe₃O₄/PPy, PET/CoFe₂O₄/PPy ve PET/MnFe₂O₄/PPy kompozitlerine ait EMSE değerleri

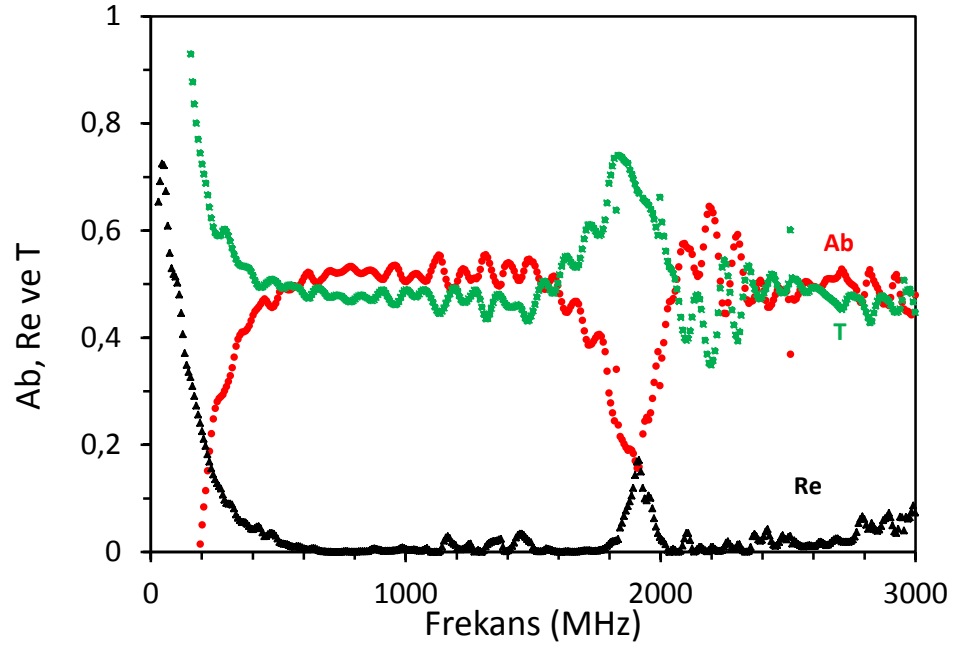
MP'lerin önce eklenmesiyle oluşan PET/MnFe₂O₄/PPy, PET/Fe₃O₄/PPy ve PET/CoFe₂O₄/PPy kompozitlerindeki koruma değerleri sırasıyla 3,99 dB, 3,57 dB ve 2,92 dB olarak ölçülmüştür. Önce ferrit eklenmesiyle oluşan kompozitlerdeki koruma değerlerinin tamamı PET/PPy kompozitinden daha düşüktür. Bunun sebebi kumaş yüzeyini ferrit parçacıkları kaplaması sonucu polimerizasyon sırasında yeterli miktarda PPy içeriği kumaş yüzeyine girememesinden kaynaklanmaktadır. Şekil 4.27-29 arasında kompozitlerin elektromanyetik dalgalara karşı bağıl Ab, T ve Re değerleri görülmektedir. Ferritlerin eklenmesiyle yansıma kaybı artarken, PPy içeriğinin azalmasıyla da soğurma kaybı azalmaktadır.



Şekil 4.27 PET/Fe₃O₄/PPy kompozite ait Ab, T ve Re değerleri

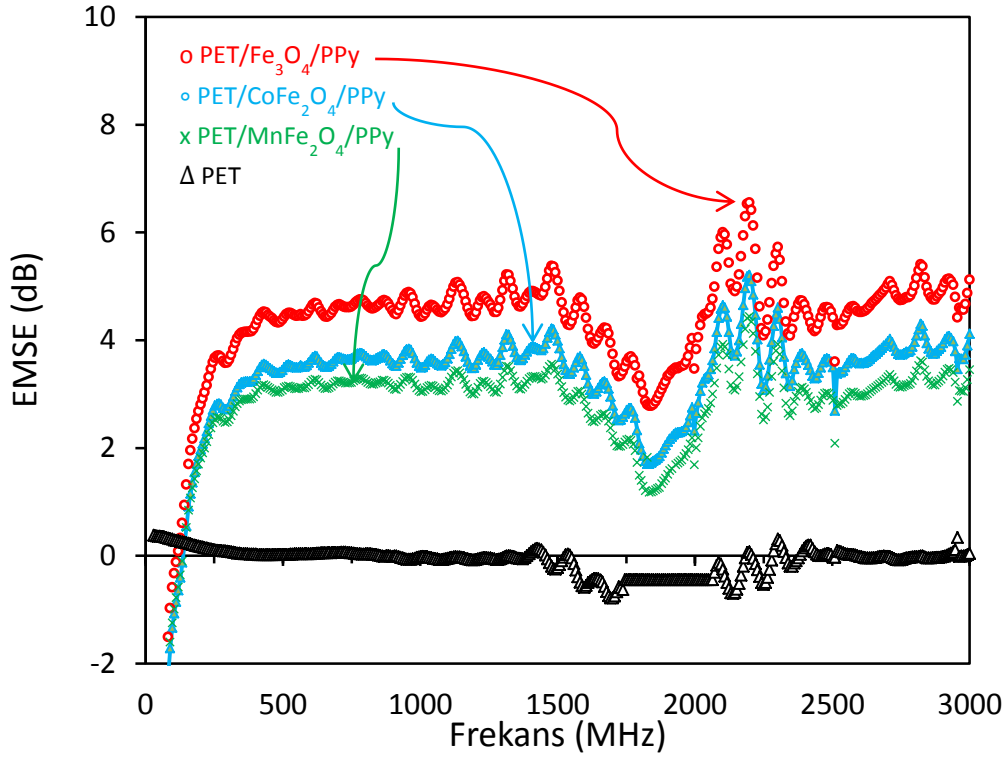


Şekil 4.28 PET/CoFe₂O₄/PPy kompozite ait Ab, T ve Re değerleri



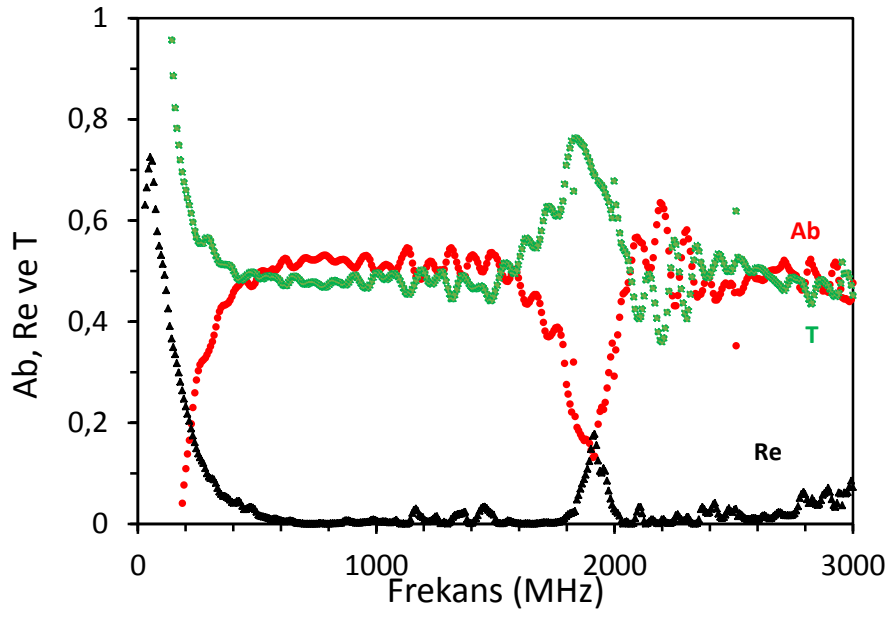
Şekil 4.29 PET/MnFe₂O₄/PPy kompozite ait Ab, T ve Re değerleri

PET/PPy/MP kompozitleri

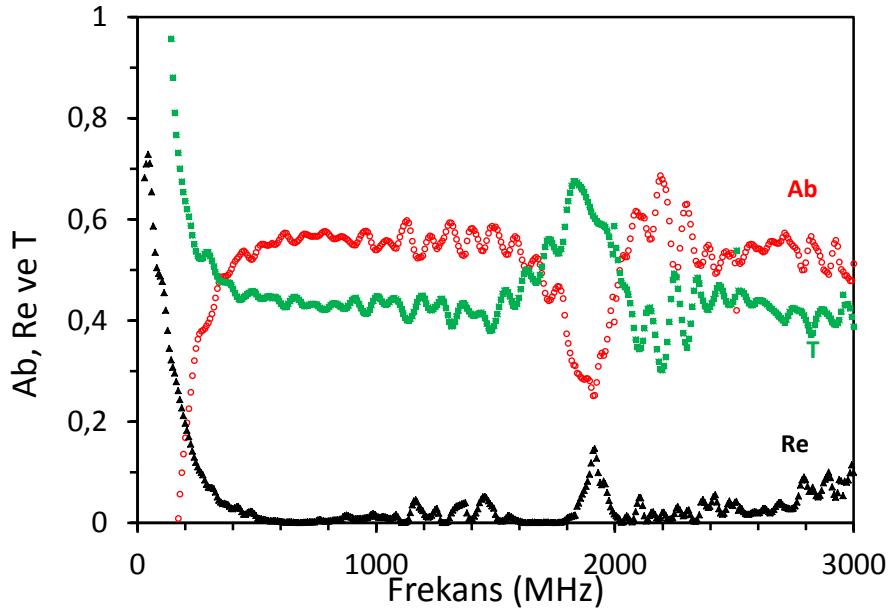


Şekil 4.30 PET/PPY/Fe₃O₄, PET/PPY/CoFe₂O₄ ve PET/PPY/MnFe₂O₄ kompozitlerine ait EMSE değerleri

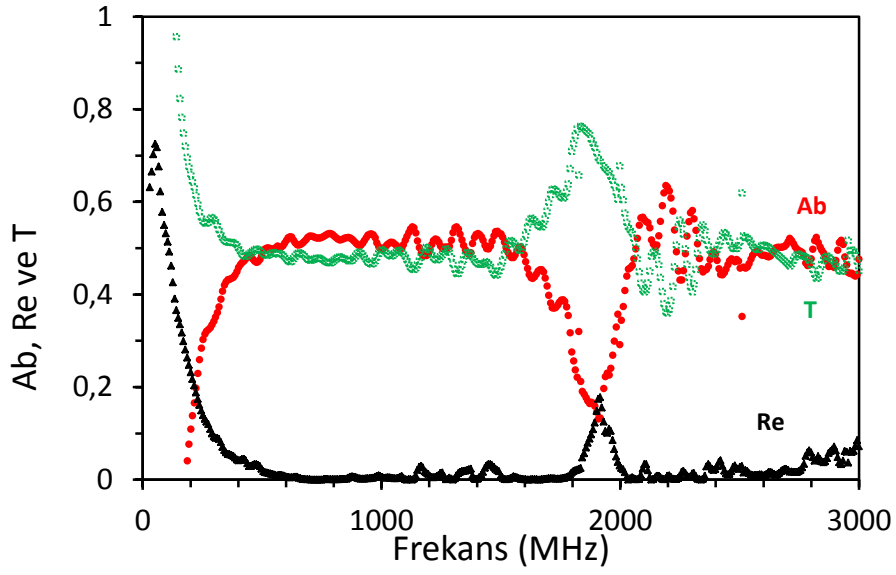
MP'lerin sonra eklenmesiyle oluşan kompozitlerde en yüksek koruma değeri 6,41 dB olup, bu koruma değeri PET/PPY/Fe₃O₄ kompozitten elde edilmiştir. PET/PPY/CoFe₂O₄ ve PET/PPY/MnFe₂O₄ kompozitlerindeki koruma değerleri sırasıyla 5,1 dB ve 3,87 dB'dir. PET/PPY/Fe₃O₄ ve PET/PPY/CoFe₂O₄ kompozitlerdeki koruma değerlerine bakıldığında PET/PPy kompozitinden daha yüksektir. PET/PPY/MnFe₂O₄ kompoziti ise PET/PPy kompozitine göre daha düşük bir koruma değerine sahiptir. Bunun sebebi ferritlerin yüksek dielektrik sabitine sahip olmalarından kaynaklanmaktadır. PPy ve ferritler arasındaki görece dielektrik sabiti farkı sınır-yüklerin hareketini sağlayarak kompozite gelen dalgalara karşı soğurmanın artmasını sağlamaktadır. Diğer bir sebebi ise, ferritlerin belli bir değere kadar kompozitte bulunmaları iletkenliği olumlu katkı sağlamasından kaynaklanmaktadır (Aphesteguy vd. 2007, Qiu vd. 2006). Şekil 4.31-33 arasında kompozitlerin elektromanyetik dalgalara karşı bağıl Ab, T ve Re değerleri görülmektedir.



Şekil 4.31 PET/PPy/Fe₃O₄ kompozite ait Ab, T ve Re değerleri



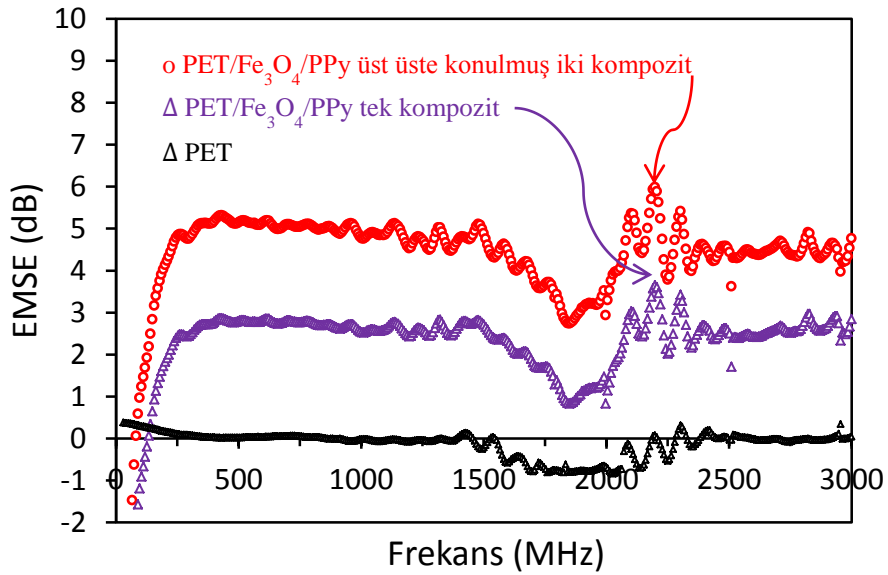
Şekil 4.32 PET/PPy/CoFe₂O₄ kompozite ait Ab, T ve Re değerleri



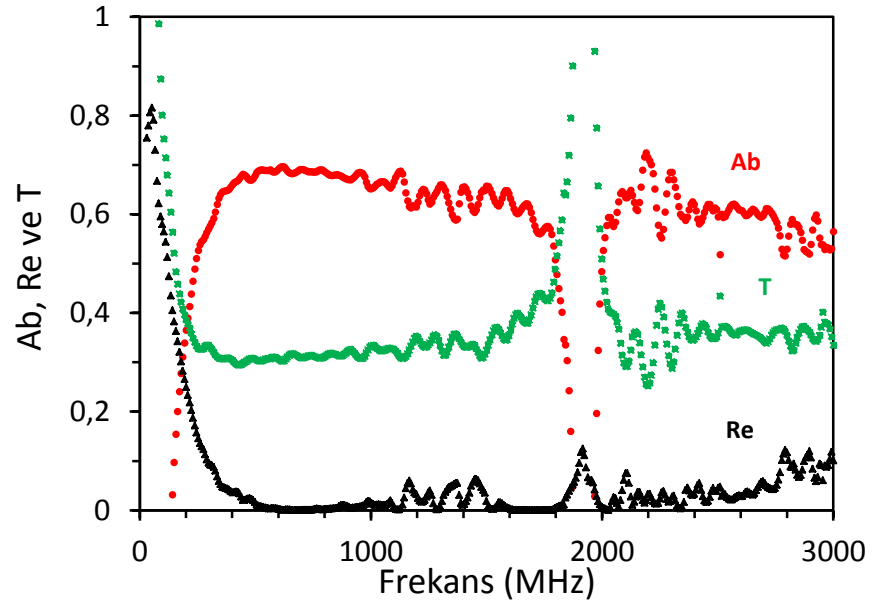
Şekil 4.33 PET/PPy/MnFe₂O₄ kompozite ait Ab, T ve Re değerleri

PET/Fe₃O₄/PPy üst üste konulmuş iki kompozit

Kompozitin kalınlığına bağlı olarak tek ve üst üste iki kumaşın koruma değerleri incelenmiştir. Derinlik arttıkça EM dalgalarına karşı koruma değeri iki katına çıktığı gözlenmiştir.



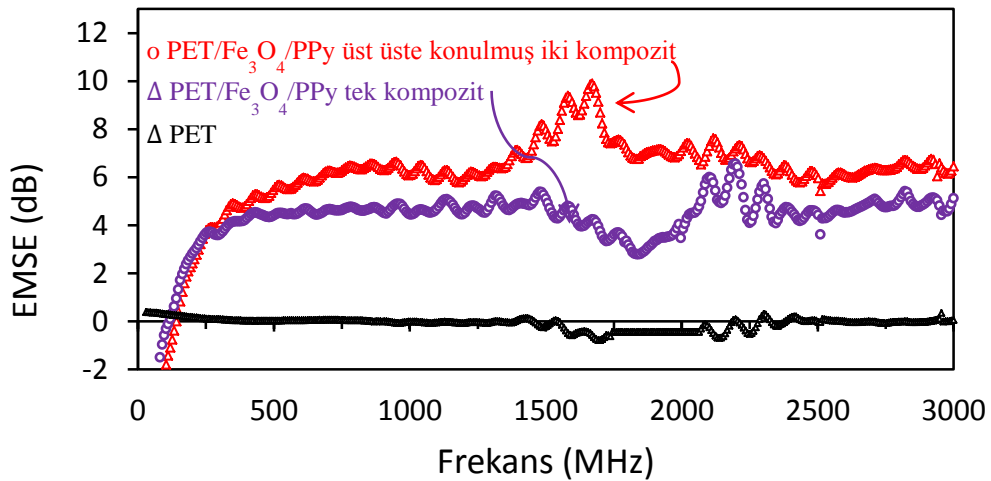
Şekil 4.34 PET/Fe₃O₄/PPy tek ve üst üste konulmuş iki kompozitlere ait EMSE değerleri



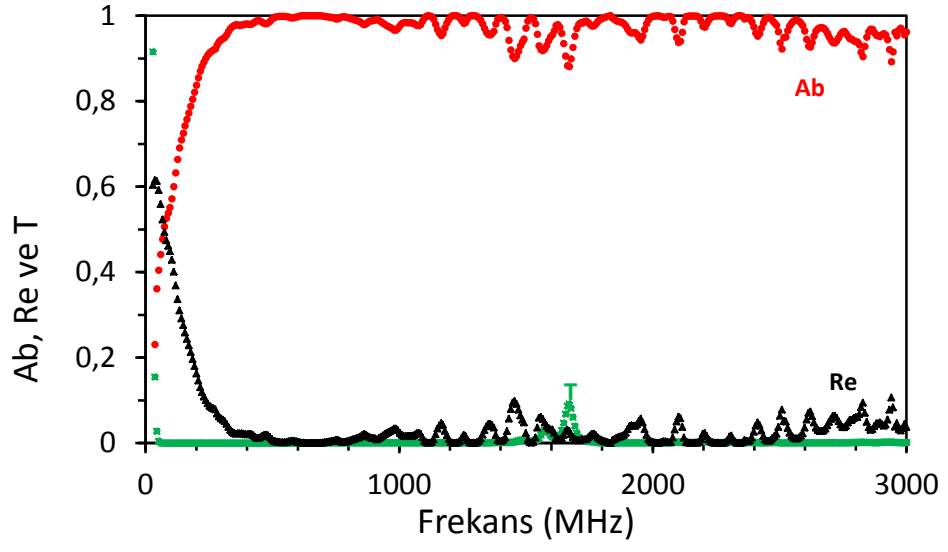
Şekil 4.35 PET/Fe₃O₄/PPy üst üste konulmuş iki kompozite ait Ab, T ve Re değerleri

PET/PPy/Fe₃O₄ üst üste konulmuş iki kompozit

Üst üste konulan iki *PET/PPy/Fe₃O₄* kompozitin elektromanyetik dalgalara karşı yaklaşık 10 dB'lik koruma sağladığı görülmektedir. Bu da gelen ışımaların % 90 lık kısmını geçirmeyerek katkıda bulunmaktadır.



Şekil 4.36 PET/PPy/Fe₃O₄ tek ve üst üste konulmuş iki kompozite ait EMSE değerleri



Şekil 4.37 PET/Fe₃O₄/PPy üst üste konulmuş iki kompozitlere ait Ab, T ve Re değerleri

5. SONUÇ

Bu çalışmada Fe_3O_4 , $CoFe_2O_4$ ve $MnFe_2O_4$ parçacıkları ve PPy'ün PET kumaş üzerine kaplanmasıyla elde edilen kompozitlerin 3 GHz'e kadar ki elektromanyetik dalgalara karşı koruma özellikleri incelendi.

MP'lerin VSM analizinde parçacıklar süperparamanyetik özellik göstermektedir. Bu özellik parçacıkların boyutlarının küçük olması, manyetik alanda doyumlanma mıknatısının yüksek olması ve koersif kuvvetlerinin olmamasından kaynaklanmaktadır. Ayrıca, PET/ Fe_3O_4 ve PET/ Fe_3O_4 /PPy kompozitlerinin doyum mıknatıslanma değerlerinin saf Fe_3O_4 'den daha düşük değerlerde olması kompozitlerdeki manyetik özellikte olmayan malzemelerden kaynaklanmaktadır.

APS derişimi ve ferrit parçacıkların eklenme sırasına göre oluşturulan PET/MP/PPy ve PET/PPy/MP kompozitlerinin yüzey direnci değerleri karşılaştırılmıştır. Ferrit parçacıkların önce eklenmesiyle oluşan PET/MP/PPy kompozitlerinde daha düşük yüzey direnci değerlerine ulaşılmıştır. Bunun nedeni ferrit parçacıklarının pirol polimerizasyonu sırasında kumaş yüzeyinden çözelti ortamına geçmesinden kaynaklanmaktadır. En düşük yüzey direnci 0,1 M APS varlığında PET/ $MnFe_2O_4$ /PPy kompozitinden elde edilmiş olup bu değer $40 \Omega/cm^2$ 'dir.

PET/MP/PPy ve PET/PPy/MP kompozitlerinin SEM görüntüleri elde edildi. Ferritler önce eklenmesiyle oluşan PET/MP/PPy kompozitlerde genellikle PPy MP'leri kapladığı görülmektedir. Bu durum manyetik parçacıklarının boyutlarının küçük olmasından kaynaklanmaktadır. PET/PPy/MP kompozitlerin görüntülerinde ise manyetik parçacıklar yüzeyde yığılmalar şeklinde olduğu görülmektedir. Bu durum ferrit parçacıkların manyetik dipol kuvvetlerinden kaynaklanmaktadır. Ferritlerin PPy üzerine eklenmesinde ise MP'lerin boyutlarına göre ya PPy içine ya da PPy üstünde biriktiği gözlenmektedir.

PET/MP/PPy ve PET/PPy/MP kompozitlerinin 30 MHz-3 GHz aralığında elektromanyetik dalgalara karşı koruma özellikleri incelendi. PET/MP/PPy kompozitleri

PET/PPy kompozitine göre daha düşük koruma seviyesi görülmektedir. Bunun sebebi polimerizasyon sırasında kompozitlerdeki ferrit parçacıkların bir kısmının ortama gitmesinden dolayı yansıma yoluyla korumanın azalmasından kaynaklanmaktadır. PET/PPy/Fe₃O₄ ve PET/PPy/CoFe₂O₄ kompozitlerinde ise koruma değeri PET/PPy kompozitinden daha yüksek koruma sağlanmıştır. Bu durum manyetik parçacıkların kompozitte sınır-yük polarizasyonuna neden olmasından kaynaklanmaktadır. En yüksek koruma değeri 6,41 dB olup PET/PPy/Fe₃O₄ kompozitinden elde edilmiştir

KAYNAKLAR

- Akman, O., Kavas, H., Baykal, A., Durmus, Z., Aktaş, B., Sözeri, H. J. J. o. s. andmagnetism, n. 2013. Microwave Absorption Properties of BaFe₁₂O₁₉-TiO₂ Composite Coated with Conducting Polymer. 26(4):1369-1373.
- Ali, A., Hira Zafar, M. Z., ul Haq, I., Phull, A. R., Ali, J. S. andHussain, A. 2016. Synthesis, characterization, applications, and challenges of iron oxide nanoparticles. Nanotechnology Science Applications, 9:49.
- Andrieux, C. P., Audebert, P., Hapiot, P. andSaveant, J. M. 1991. Identification of the first steps of the electrochemical polymerization of pyrroles by means of fast potential step techniques. The Journal of Physical Chemistry C, 95(24):10158-10164.
- Anonymous. 1999. Magnetic Field Strength of Household Appliances. Web Sitesi: Erişim Tarihi: 20.02.2019
- Aphesteguy, J. C. andJacob, S. E. 2007. Synthesis of a soluble polyaniline–ferrite composite: magnetic and electric properties. Journal of Materials Science, 42(17):7062-7068.
- Babes, L., Denizot, B., Tanguy, G., Le Jeune, J. J., Jallet, P. J. J. o. c. andscience, i. 1999. Synthesis of iron oxide nanoparticles used as MRI contrast agents: a parametric study. 212(2):474-482.
- Balint, R., Cassidy, N. J. andCartmell, S. H. J. A. b. 2014. Conductive polymers: towards a smart biomaterial for tissue engineering. 10(6):2341-2353.
- Benhamou, S. andHamouni, M. J. J. M. E. S. 2014. Determination of reflection loss, absorption loss, internal reflection and shielding effectiveness of a double electromagnetic shield of conductive polymer. 5(6):1982-1987.
- Blaskov, V., Petkov, V., Rusanov, V., Martinez, L. M., Martinez, B., Munoz, J. andMikhov, M. 1996. Magnetic properties of nanophase CoFe₂O₄ particles. Journal of Magnetism and Magnetic Materials, 162(2-3):331-337.
- Boschi, A., Arosio, C., Cucchi, I., Bertini, F., Catellani, M. andFreddi, G. 2008. Properties and performance of polypyrrole (PPy)-coated silk fibers. Fibers and Polymers, 9(6):698-707.
- Chatterjee, A., Maity, S. J. S. andTechnology, C. 2017. A comparative study of reaction kinetics of in-situ chemical polymerization of polypyrrole onto various textile fibres. 324:569-576.
- Chen, C.-W. 2013. Magnetism and metallurgy of soft magnetic materials Courier Corporation.

- Chikazumi, S. and Graham, C. D. 2009. *Physics of Ferromagnetism 2e* Oxford University Press on Demand.
- Colaneri, N. F., Schacklette, L. J. I. t. o. i. and measurement 1992. EMI shielding measurements of conductive polymer blends. 41(2):291-297.
- Cornell, R. M. and Schwertmann, U. 2003. *The iron oxides: structure, properties, reactions, occurrences and uses* John Wiley & Sons.
- Dai, L. 2004. *Intelligent macromolecules for smart devices: from materials synthesis to device applications* Springer Science & Business Media.
- Diaz, A. and Bargon, J. 1986. Electrochemical synthesis of conducting polymers. *Handbook of conducting polymers*, 1:81.
- Dionne, G. F. 2009. *Magnetic oxides* Springer.
- Dresco, P. A., Zaitsev, V. S., Gambino, R. J. and Chu, B. J. L. 1999. Preparation and properties of magnetite and polymer magnetite nanoparticles. 15(6):1945-1951.
- du Trémolet de Lacheisserie, É., Gignoux, D. and Schlenker, M. 2002. Magnetism, from the Dawn of Civilization to Today. In: *Book, Magnetism, from the Dawn of Civilization to Today*. editor (ed)^(eds.), Springer New York, 3-18, New York, NY.
- Faraji, M., Yamini, Y. and Rezaee, M. J. J. o. t. I. C. S. 2010. Magnetic nanoparticles: synthesis, stabilization, functionalization, characterization, and applications. 7(1):1-37.
- Forbes, R. J. 1972. *Studies in ancient technology* Brill Archive, 172, Leiden.
- Fu, C. 2012. *Magnetic Iron Oxide Nanoparticles: Synthesis, Characteristics, Magnetic Behavior, and Biomedical Applications*. New Jersey Institute of Technology, Committee for the Interdisciplinary
- Fuentes-García, J., Diaz-Cano, A., Guillen-Cervantes, A. and Santoyo-Salazar, J. 2018. Magnetic domain interactions of Fe₃O₄ nanoparticles embedded in a SiO₂ matrix. *Nature Journal of Scientific Reports*, 8(1):5096.
- Gill, M., Chapman, S., DeArmitt, C., Baines, F., Dadswell, C., Stamper, J., Lawless, G., Billingham, N. and Armes, S. J. S. m. 1998. A study of the kinetics of polymerization of aniline using proton NMR spectroscopy. 93(3):227-233.
- Giri, S., Samanta, S., Maji, S., Ganguli, S., Bhaumik, A. J. J. o. M. and Materials, M. 2005. Magnetic properties of α -Fe₂O₃ nanoparticle synthesized by a new hydrothermal method. 285(1-2):296-302.

- Gul, I. and Maqsood, A. 2008. Structural, magnetic and electrical properties of cobalt ferrites prepared by the sol-gel route. *Journal of Alloys and Compounds*, 465(1-2):227-231.
- Guo, R., Jiang, S., Yuen, C. and Ng, M. 2009. Microstructure and electromagnetic interference shielding effectiveness of electroless Ni-P plated polyester fabric. *Journal of Materials Science: Materials in Electronics*, 20(8):735-740.
- Harifi, T. and Montazer, M. 2014. In situ synthesis of iron oxide nanoparticles on polyester fabric utilizing color, magnetic, antibacterial and sono-Fenton catalytic properties. *Journal of Materials Chemistry B*, 2(3):272-282.
- Haynes, W. 2012. *CRC Handbook of Chemistry and Physics*. 93:114-116.
- Hong, R., Li, J., Li, H., Ding, J., Zheng, Y. and Wei, D. 2008. Synthesis of Fe₃O₄ nanoparticles without inert gas protection used as precursors of magnetic fluids. *Journal of Magnetism Magnetic Materials*, 320(9):1605-1614.
- Hosseini, S. H., Moghimi, A. and Moloudi, M. J. M. S. i. S. P. 2014. Magnetic, conductive, and microwave absorption properties of polythiophene nanofibers layered on MnFe₂O₄/Fe₃O₄ core-shell structures. 24:272-277.
- Hummel, R. E. 2004. *Understanding materials science: history, properties, applications* Springer Science & Business Media, 176.
- Huo, J., Wang, L. and Yu, H. 2009. Polymeric nanocomposites for electromagnetic wave absorption. *Journal of Materials Science*, 44(15):3917-3927.
- Hyeon, T. J. C. C. 2003. Chemical synthesis of magnetic nanoparticles. (8):927-934.
- Iida, H., Takayanagi, K., Nakanishi, T. and Osaka, T. 2007. Synthesis of Fe₃O₄ nanoparticles with various sizes and magnetic properties by controlled hydrolysis. *Journal of Colloid Interface Science*, 314(1):274-280.
- Joo, J. and Epstein, A. J. A. P. L. 1994. Electromagnetic radiation shielding by intrinsically conducting polymers. 65(18):2278-2280.
- Karaagac, O. and Kockar, H. 2012. Iron oxide nanoparticles co-precipitated in air environment: effect of [Fe⁺²]/[Fe⁺³] ratio. *IEEE Transactions on Magnetics*, 48(4):1532-1536.
- Kefeni, K. K., Msagati, T. A., Mamba, B. B. J. M. S. and B, E. 2017. Ferrite nanoparticles: synthesis, characterisation and applications in electronic device. 215:37-55.
- Khalil, M. I. J. A. J. o. C. 2015. Co-precipitation in aqueous solution synthesis of magnetite nanoparticles using iron (III) salts as precursors. 8(2):279-284.

- Kim, M., Kim, H., Byun, S., Jeong, S., Hong, Y., Joo, J., Song, K., Kim, J., Lee, C. and Lee, J. J. S. m. 2002. PET fabric/polypyrrole composite with high electrical conductivity for EMI shielding. 126(2-3):233-239.
- Kwon, S. G., Piao, Y., Park, J., Angappane, S., Jo, Y., Hwang, N.-M., Park, J.-G. and Hyeon, T. J. J. o. t. A. C. S. 2007. Kinetics of monodisperse iron oxide nanocrystal formation by "heating-up" process. 129(41):12571-12584.
- Le, T.-H., Kim, Y. and Yoon, H. J. P. 2017. Electrical and electrochemical properties of conducting polymers. 9(4):150.
- Lee, J.-H., Huh, Y.-M., Jun, Y.-w., Seo, J.-w., Jang, J.-t., Song, H.-T., Kim, S., Cho, E.-J., Yoon, H.-G. and Suh, J.-S. 2007. Artificially engineered magnetic nanoparticles for ultra-sensitive molecular imaging. *Nature Medicine*, 13(1):95.
- Lee, J., Kim, D. and Kim, C. 1995. Synthesis of soluble polypyrrole of the doped state in organic solvents. *Synthetic Metals*, 74(2):103-106.
- Li, B., Weng, X., Wu, G., Zhang, Y., Lv, X. and Gu, G. J. J. o. S. C. S. 2017. Synthesis of Fe₃O₄/polypyrrole/polyaniline nanocomposites by in-situ method and their electromagnetic absorbing properties. 21(4):466-472.
- Li, Y., Chen, G., Li, Q., Qiu, G., Liu, X. J. J. o. A. and Compounds 2011. Facile synthesis, magnetic and microwave absorption properties of Fe₃O₄/polypyrrole core/shell nanocomposite. 509(10):4104-4107.
- Lin, T., Wang, L., Wang, X. and Kaynak, A. J. T. s. f. 2005. Polymerising pyrrole on polyester textiles and controlling the conductivity through coating thickness. 479(1-2):77-82.
- Liu, C., Zou, B., Rondinone, A. J. and Zhang, Z. J. J. T. J. o. P. C. B. 2000. Reverse micelle synthesis and characterization of superparamagnetic MnFe₂O₄ spinel ferrite nanocrystallites. 104(6):1141-1145.
- Liu, X., Kaminski, M. D., Guan, Y., Chen, H., Liu, H. and Rosengart, A. J. 2006. Preparation and characterization of hydrophobic superparamagnetic magnetite gel. *Journal of magnetism and magnetic materials*, 306(2):248-253.
- Liu, Z., Wang, H., Lu, Q., Du, G., Peng, L., Du, Y., Zhang, S. and Yao, K. 2004. Synthesis and characterization of ultrafine well-dispersed magnetic nanoparticles. *Journal of Magnetism Magnetic Materials*, 283(2-3):258-262.
- Lopez Perez, J., Lopez Quintela, M., Mira, J., Rivas, J. and Charles, S. J. T. J. o. P. C. B. 1997. Advances in the preparation of magnetic nanoparticles by the microemulsion method. 101(41):8045-8047.

- López Sancho, J. M., Gómez Díaz, M. J., López Álvarez, J., Refolio Refolio, M. d. C., Martínez González, R., Cortada Cortes, M. and García García, I. 2005. Magnetismo en el Aula. Material didáctico para profesores de Educación Infantil y Primaria.
- Malhotra, U., Maity, S. and Chatterjee, A. J. J. o. A. P. S. 2015. Polypyrrole-silk electroconductive composite fabric by in situ chemical polymerization. 132(4).
- Mao, B., Kang, Z., Wang, E., Lian, S., Gao, L., Tian, C. and Wang, C. J. M. R. B. 2006. Synthesis of magnetite octahedrons from iron powders through a mild hydrothermal method. 41(12):2226-2231.
- Massart, R. and Cabuil, V. 1987. Alkaline synthesis of colloidal magnetite: control of particle yield and particle size. *Journal of Chemical Physics*, 84:967-973.
- Mürbe, J., Rechtenbach, A. and Töpfer, J. 2008. Synthesis and physical characterization of magnetite nanoparticles for biomedical applications. *Materials Chemistry and Physics*, 110(2-3):426-433.
- Najar, S. S., Kaynak, A. and Foitzik, R. C. 2007. Conductive wool yarns by continuous vapour phase polymerization of pyrrole. *Synthetic Metals*, 157(1):1-4.
- Néel, M. L., *Magnetic Properties of Ferrites; Ferrimagnetism and Antiferromagnetism. In: editor, eds. Annales de Physique Year of Conference Conference Location: EDP Sciences, 137-198.*
- Olowe, A. and Génin, J. 1991. The mechanism of oxidation of ferrous hydroxide in sulphated aqueous media: Importance of the initial ratio of the reactants. *Corrosion Science*, 32(9):965-984.
- Onar, N. 2009. Sol-jel yöntemi kullanılarak tekstil materyallerinin elektriksel, manyetik ve mikrodalga özelliklerinin modifikasyonu ile görünmezlik özelliği kazandırılması. DEÜ Fen Bilimleri Enstitüsü.
- Ott, H. W. 2011. *Electromagnetic compatibility engineering* John Wiley & Sons.
- Pall, M. L. J. J. o. c. n. 2016. Microwave frequency electromagnetic fields (EMFs) produce widespread neuropsychiatric effects including depression. 75:43-51.
- Parker, G. F. 1967. *A Short Account of Greek Philosophy from Thales to Epicurus.*
- Prasanna, G., Ashok, R., Prasad, V. and Jayanna, H. 2015. Synthesis and characterization of magnetic and conductive nickel ferrite-polyaniline nanocomposites. *Journal of Composite Materials*, 49(21):2649-2657.
- Qiu, G., Wang, Q. and Nie, M. 2006. Polypyrrole-Fe₃O₄ Magnetic Nanocomposite Prepared by Ultrasonic Irradiation. *Macromolecular Materials Engineering*, 291(1):68-74.

- Rastgoo, M., Montazer, M., Malek, R. M., Harifi, T. and Rad, M. M. 2016. Ultrasound mediation for one-pot sonosynthesis and deposition of magnetite nanoparticles on cotton/polyester fabric as a novel magnetic, photocatalytic, sonocatalytic, antibacterial and antifungal textile. *Ultrasonics sonochemistry*, 31:257-266.
- Refait, P. and Génin, J.-M. 1993. The oxidation of ferrous hydroxide in chloride-containing aqueous media and Pourbaix diagrams of green rust one. *Corrosion Science*, 34(5):797-819.
- Saçak, M. 2002. *Polimer kimyası Gazi Kitabevi*.
- Sadki, S., Schottland, P., Brodie, N. and Sabouraud, G. 2000. The mechanisms of pyrrole electropolymerization. *Chemical Society Reviews*, 29(5):283-293.
- Saini, P. 2013. Electrical properties and electromagnetic interference shielding response of electrically conducting thermosetting nanocomposites. *Thermoset Nanocomposites*:pp. 211-237.
- Saini, P. 2015. *Intrinsically conducting polymer-based blends and composites for electromagnetic interference shielding: Theoretical and experimental aspects* John Wiley & Sons, Inc., Hoboken, NJ, USA, Edition.
- Saini, P., Choudhary, V., Vijayan, N. and Kotnala, R. K. 2012. Improved Electromagnetic Interference Shielding Response of Poly(aniline)-Coated Fabrics Containing Dielectric and Magnetic Nanoparticles. *The Journal of Physical Chemistry C*, 116(24):13403-13412.
- Santra, S., Tapeç, R., Theodoropoulou, N., Dobson, J., Hebard, A. and Tan, W. J. L. 2001. Synthesis and characterization of silica-coated iron oxide nanoparticles in microemulsion: the effect of nonionic surfactants. *17(10):2900-2906*.
- Schulz, R. B., Plantz, V. and Brush, D. J. I. T. o. E. C. 1988. Shielding theory and practice. *30(3):187-201*.
- Shafi, K. V., Ulman, A., Yan, X., Yang, N.-L., Estournes, C., White, H. and Rafailovich, M. J. L. 2001. Sonochemical synthesis of functionalized amorphous iron oxide nanoparticles. *17(16):5093-5097*.
- Shafi, K. V., Ulman, A., Dyal, A., Yan, X., Yang, N.-L., Estournès, C., Fournes, L., Wattiaux, A., White, H. and Rafailovich, M. J. C. o. m. 2002. Magnetic enhancement of γ -Fe₂O₃ nanoparticles by sonochemical coating. *14(4):1778-1787*.
- Skotheim, T. A. 1997. *Handbook of conducting polymers* CRC press.
- Tartaj, P., del Puerto Morales, M., Veintemillas-Verdaguer, S., González-Carreño, T. and Serna, C. J. J. J. o. p. D. A. p. 2003. The preparation of magnetic nanoparticles for applications in biomedicine. *36(13):R182*.

- Tartaj, P., Morales, M. P., Veintemillas-Verdaguer, S., Gonzalez-Carreño, T. and Serna, C. J. J. H. o. m. m. 2006. Synthesis, properties and biomedical applications of magnetic nanoparticles. 16(5):403-482.
- Teo, B. M. 2015. Ultrasonic Synthesis of Polymer Nanoparticles. Handbook of Ultrasonics Sonochemistry:1-29.
- Tronc, E., Belleville, P., Jolivet, J. P. and Livage, J. J. L. 1992. Transformation of ferric hydroxide into spinel by iron (II) adsorption. 8(1):313-319.
- Turcu, R., Bica, D., Vekas, L., Aldea, N., Macovei, D., Nan, A., Pana, O., Marinica, O., Grecu, R. and Pop, C. J. R. R. i. P. 2006. Synthesis and characterization of nanostructured polypyrrole-magnetic particles hybrid material. 58(3):359.
- Unver, I. S. and Durmus, Z. J. I. T. o. M. 2017. Magnetic and microwave absorption properties of magnetite (Fe_3O_4) @ conducting polymer (PANI, PPY, PT) composites. 53(10):1-8.
- Velhal, N., Kulkarni, G., Patil, N. and Puri, V. J. M. R. E. 2018. Structural, electrical and microwave properties of conducting polypyrrole thin films: effect of oxidant. 5(10):106407.
- Vignesh, R. H., Sankar, K. V., Amaresh, S., Lee, Y. S. and Selvan, R. K. 2015. Synthesis and characterization of MnFe_2O_4 nanoparticles for impedometric ammonia gas sensor. Sensors and Actuators B: Chemical, 220:50-58.
- Wang, J., Sun, J., Sun, Q. and Chen, Q. J. M. r. b. 2003. One-step hydrothermal process to prepare highly crystalline Fe_3O_4 nanoparticles with improved magnetic properties. 38(7):1113-1118.
- Wang, X., Yan, H., Xue, R. and Qi, S. 2017. A polypyrrole/ CoFe_2O_4 /hollow glass microspheres three-layer sandwich structure microwave absorbing material with wide absorbing bandwidth and strong absorbing capacity. Journal of Materials Science: Materials in Electronics, 28(1):519-525.
- Wang, Y., Wang, W. and Yu, D. J. A. S. S. 2017a. Three-phase heterostructures f- NiFe_2O_4 /PANI/PI EMI shielding fabric with high microwave absorption performance. 425:518-525.
- Wang, Y., Wang, W., Zhu, J. and Yu, D. 2017b. Microwave Absorption and Electrical Properties of Coated Polyester Fabric with Cobalt Ferrite and Polyaniline. DEStech Transactions on Environment, Energy Earth Sciences.
- Yildiz, Z., Usta, I. and Gungor, A. J. T. R. J. 2012. Electrical properties and electromagnetic shielding effectiveness of polyester yarns with polypyrrole deposition. 82(20):2137-2148.

- Zhao, H., Hou, L., Lu, Y. J. M. and Design 2016. Electromagnetic interference shielding of layered linen fabric/polypyrrole/nickel (LF/PPy/Ni) composites. 95:97-106.
- Zhao, H., Hou, L., Bi, S., Lu, Y. J. A. a. m. and interfaces 2017. Enhanced X-Band Electromagnetic-Interference Shielding Performance of Layer-Structured Fabric-Supported Polyaniline/Cobalt–Nickel Coatings. 9(38):33059-33070.
- Zhu, H., Yang, D., Zhu, L. J. S. and Technology, C. 2007. Hydrothermal growth and characterization of magnetite (Fe_3O_4) thin films. 201(12):5870-5874.
- Ziolo, R. F., Giannelis, E. P., Weinstein, B. A., O'Horo, M. P., Ganguly, B. N., Mehrotra, V., Russell, M. W. and Huffman, D. R. J. S. 1992. Matrix-mediated synthesis of nanocrystalline $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$: a new optically transparent magnetic material. 257(5067):219-223.

ÖZGEÇMİŞ

Adı Soyadı : Burhan Beycan

Doğum Yeri : Ankara

Doğum Tarihi : 21.12.1989

Medeni Hali : Bekar

Yabancı Dili : İngilizce

Eğitim Durumu (Kurum ve Yıl)

Lise : Yahya Kemal Beyatlı Lisesi (2007)

Lisans : Orta Doğu Teknik Üniversitesi Kimya Bölümü (2015)

Yüksek Lisans: Ankara Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Kimya Anabilim Dalı
(Eylül 2016 – Haziran 2019)

Çalıştığı Kurum/Kurumlar ve Yıl

Türk Standardları Enstitüsü Enstrümental Laboratuvarı 2013 (stajyer)

Sertifikalar

Taramalı Elektron Mikroskopu (ODTÜ Sürekli Eğitim Merkezi-2018 Aralık)

Uygulamalı Gaz Kromatografisi Eğitimi (ETC Danışmanlık-2018 Aralık)

Uygulamalı HPLC Eğitimi (ETC Danışmanlık-2018 Aralık)