

**T.C.**  
**İSTANBUL SABAHATTİN ZAİM ÜNİVERSİTESİ**  
**LİSANSÜSTÜ EĞİTİM ENSTİTÜSÜ**  
**GIDA MÜHENDİSLİĞİ ANABİLİM DALI**  
**GIDA MÜHENDİSLİĞİ BİLİM DALI**

**MOLEKÜLER MODİFİKASYON İLE TERMAL**  
**DAYANIMI ARTIRILMIŞ NANOKOMPOZİT**  
**POLİETİLEN TEREFTALAT POLİMERİ SENTEZİ**

**YÜKSEK LİSANS TEZİ**

**Kübra TAYFUR**

**İstanbul**  
**Eylül-2024**

**T.C.**  
**İSTANBUL SABAHATTİN ZAİM ÜNİVERSİTESİ**  
**LİSANSÜSTÜ EĞİTİM ENSTİTÜSÜ**  
**GIDA MÜHENDSİLİĞİ ANABİLİM DALI**  
**GIDA MÜHENDİSLİĞİ BİLİM DALI**

**MOLEKÜLER MODİFİKASYON İLE TERMAL DAYANIMI**  
**ARTIRILMIŞ NANOKOMPOZİT POLİETİLEN TEREFTALAT**  
**POLİMERİ SENTEZİ**

**YÜKSEK LİSANS TEZİ**

**Kübra TAYFUR**

**Tez Danışmanı**  
**Dr. Öğr. Üyesi Osman ARSLAN**

**İstanbul**  
**Eylül- 2024**

Lisansüstü Eğitim Enstitüsü Müdürlüğüne,

Bu çalışma, jürimiz tarafından Gıda Mühendisliği Anabilim Dalı, Gıda Mühendisliği Bilim Dalında YÜKSEK LİSANS TEZİ olarak kabul edilmiştir.

Danışman Dr. Öğr. Üyesi Osman ARSLAN

Üye Doç. Dr. İbrahim GÜLSEREN

Üye Prof. Dr. Yüksel ABALI

Onay

Yukarıdaki imzaların, adı geçen öğretim üyelerine ait olduğunu onaylarım.

Prof. Dr. Erhan İÇENER  
Enstitü Müdürü

## **BİLİMSEL ETİK BİLDİRİMİ**

Yüksek lisans tezi olarak hazırladığım “**Moleküler Modifikasyon İle Termal Dayanımı Artırılmış Nanokompozit Polietilen Tereftalat Polimeri Sentezi**” adlı çalışmanın öneri aşamasından sonuçlandığı aşamaya kadar geçen süreçte bilimsel etiğe ve akademik kurallara özenle uyduğumu, tez içindeki tüm bilgileri bilimsel ahlak ve gelenek çerçevesinde elde ettiğimi, tez yazım kurallarına uygun olarak hazırladığımı, bu çalışmamda doğrudan veya dolaylı olarak yaptığım her alıntıya kaynak gösterdiğimi ve yararlandığım eserlerin kaynakçada gösterilenlerden oluştuğunu beyan ederim.

**Kübra TAYFUR**

## ÖN SÖZ

Tez çalışmam boyunca bana destek olan herkese içtenlikle teşekkür etmek istiyorum. Bu süreçte en büyük katkıyı sağlayan, beni yönlendiren ve destekleyen saygıdeğer hocam Dr. Öğr. Üyesi Osman Arslan'a sonsuz teşekkürlerimi sunarım. Kendisi, bilgi birikimi ve deneyimiyle bana rehberlik etti; sabrı ve anlayışı sayesinde bu çalışmayı tamamlamak benim için mümkün hale geldi. Onun desteği, akademik yolculuğumda önemli bir dönüm noktası oldu.

Ayrıca, aileme ve sevgili arkadaşlarıma da derin bir minnetle teşekkür etmek istiyorum. Onların sürekli desteği ve teşvikleri, bu zorlu süreçte benim için büyük bir motivasyon kaynağı oldu. Özellikle laboratuvarında birlikte çalıştığım ve bu süreci daha keyifli hale getiren değerli arkadaşlarım Ebru AL, Gökçe ASAN, Merve GENÇ ve Merve Esra ÜNGÖR'e özel bir teşekkür borçluyum. Onların varlığı, eğitim sürecimi neşeli kıldı ve birlikte geçirdiğimiz zamanlar, bu deneyimi unutulmaz kıldı. Moral destekleri ve anlayışları, her zaman beni motive etti ve çalışmalarımı sürdürmemde büyük bir destek sağladı.

Son olarak, çalıştığım firma olan Yıldız Plastik Ambalaj'daki değerli işverenlerim Abdurrahman ACAR ve Muharrem KAAN'a teşekkür etmek istiyorum. Onların iş birliği, destekleri ve sağladıkları fırsatlar sayesinde bu tez çalışmasını başarıyla tamamladım. İş ortamındaki teşvikleri ve anlayışları, akademik hedeflerime ulaşmamda önemli bir rol oynadı.

Tüm bu destekleriniz ve katkılarınız için minnettarım. Her birinizin bu süreçteki rolü benim için son derece kıymetli. Teşekkürler!

**Kübra TAYFUR**

**ÖZET**

**MOLEKÜLER MODİFİKASYON İLE TERMAL DAYANIMI  
ARTIRILMIŞ NANOKOMPOZİT POLİETİLEN TEREFTALAT  
PET POLİMERİ SENTEZİ**

**Kübra TAYFUR**

Yüksek Lisans, Gıda Mühendisliği

Tez Danışmanı: Dr. Öğr. Üyesi Osman ARSLAN

Eylül, 2024 -312 Sayfa

Polietilen tereftalat (PET) polimerleri, yüksek bariyer özellikleri, kolay taşınabilirlik ve işlenebilirlik gibi avantajlarıyla gıda ve diğer sektörlerde önemli bir yere sahiptir. Son on yılda üretim kapasitesinin artmasıyla birlikte dünya genelinde popüler hale gelmiştir. Ancak, PET polimerinin en büyük sorunu, yüksek sıcaklıklarda ısıl deformasyon göstermesidir.

Bu çalışmada, PET'in ısıl dayanımını artırmak amacıyla moleküler inorganik yapılar hem sentez sonrası hem de sentez esnasında sisteme eklenmiştir. Kullanılan inorganik yapılar genellikle silisyum bazlı polimerik ve dayanıklı malzemelerdir. TEOS (tetraetoksilana) ve metal silikat (sodyum silikat) yapıları, PET sentezi sırasında kimyasal davranışları ve ısıl dayanımını artırmak için sisteme dahil edilmiştir.

Çalışmada, PET sentezi esnasında geri kazanım ve baştan sentez yöntemlerinin hangisinin daha dayanıklı olduğu ve ısıl dayanım sağladığı metodik olarak incelenmiştir. Bu amaçla, tereftalik asit, etilen glikol ve silisyum katkı maddesi bileşenleri, farklı sistematik oranlarla bir araya getirilerek yeni bir nanokompozit PET üretilmiştir. SEM ve FT-IR incelemeleri, yüzeyde değişiklikler olduğunu göstermiştir. XPS analizi ve EX haritalaması, silisyum katkısının homojen bir şekilde dağıldığını ortaya koymuştur. TG-DTA analizleri ise ısıl davranışların istenilen biçimde modifiye edilebildiğini göstermiştir.

**Anahtar Kelimeler:** Nanokompozit, Dayanıklı Polietilen tereftalat (PET), Termal Özellikler, Moleküler katkılar

## ABSTRACT

# THE SYNTHESIS OF NANOCOMPOSITE POLYETHYLENE TEREPHTHALATE POLYMER WITH ENHANCED THERMAL STABILITY THROUGH MOLECULAR MODIFICATION

**Kübra TAYFUR**

Master of Science, Food Engineering

Supervisor: Asst. Prof. Dr. Osman ARSLAN

September,2024- 312 Pages

Polyethylene terephthalate (PET) polymers hold an important place in food and other sectors due to their high barrier properties, easy transportability, and processability. Over the past decade, their production capacity has increased, making them popular worldwide. However, the biggest problem with PET polymers is that they exhibit thermal deformation at high temperatures.

In this study, molecular inorganic structures were added to the system both after synthesis and during synthesis to enhance the thermal resistance of PET. These inorganic structures are generally silicon-based polymeric and durable materials. Tetraethoxysilane (TEOS) and metal silicate (sodium silicate) structures were incorporated into the PET synthesis to improve the chemical behavior and thermal resistance of the structure.

The study methodically examined which of the recovery and de novo synthesis methods is more durable and provides thermal resistance during the synthesis of PET. For this purpose, the components (terephthalic acid, ethylene glycol, and silicon additive) were combined using different systematic ratios to produce a new nanocomposite PET. SEM and FT-IR examinations showed that the surface exhibited changes, while XPS analysis and EX mapping demonstrated that the silicon additive could be distributed homogeneously. TG-DTA analyses indicated that the thermal behaviors could be modified as desired.

**Keywords:** Nanocomposite, Durable PET, Thermal Properties, Molecular additives

# İÇİNDEKİLER

TEZ ONAYI .....	i
BİLİMSEL ETİK BİLDİRİMİ.....	ii
ÖN SÖZ.....	iii
ÖZET.....	iv
ABSTRACT .....	v
İÇİNDEKİLER .....	vi
TABLolar LİSTESİ.....	viii
ŞEKİLLER LİSTESİ.....	ix
KISALTMALAR LİSTESİ.....	x
<b>BİRİNCİ BÖLÜM</b>	
GİRİŞ .....	1
<b>İKİNCİ BÖLÜM</b>	
LİTERATÜR TARAMASI .....	17
2.1.Polimerlerin Sentezi .....	17
2.1.1.Basamaklı Polimerizasyon.....	19
2.1.2.Katılma Polimerizasyonu .....	23
2.1.3.Polimerlerin Isıl Özellikleri .....	25
2.1.3.1.Camsı Geçiş Özellikleri .....	12
2.2.PET Polimeri.....	33
2.2.1.PET Sentezi.....	37
2.2.2.PET Mekanik ve Reolojik Özellikleri.....	41
2.2.3.PET Kimyasal Özellikleri .....	47
2.2.4.PET Fiziksel Özellikleri.....	48

2.2.5.PET Termal Özellikleri.....	51
2.2.6.PET Uygulamaları .....	62
2.3.Nanokompozit Malzemeler.....	66
2.3.1.Nanokompozit Malzemelerin Sınıflandırılması.....	66
2.3.1.1.Polimer Bazlı Nanokompozit.....	67
2.3.1.2.Metal Matris Nanokompozit .....	69
2.3.1.3.Seramik Matris Nanokompozit .....	71
2.3.2.Nanokompozitlerin Sentezi.....	72
2.3.2.1.Yerinde Polimerizasyon Yöntemi .....	73
2.3.2.2.Sol-jel Yöntemi.....	73
2.3.2.3.Eriyik Harmanlama Yöntemi .....	74
2.3.2.4.Elektrospinning Yöntemi .....	75
2.3.3.Nanokompozit Malzemelerin Uygulama Alanları.....	76

## ÜÇÜNCÜ BÖLÜM

<b>ARAŞTIRMA YÖNTEMİ .....</b>	<b>76</b>
3.1.Materyal .....	76
3.1.1.Kullanılan Kimyasallar .....	76
3.1.1.1.Sodyum Silikat .....	77
3.1.2.Kullanılan Cihazlar .....	80
3.2.Metot.....	86
3.2.1.PET Granül (Hazır)/Silisyum moleküler katkı .....	86
3.2.1.1 PET/ TEOS .....	86
3.2.2. PET Sentezi ve Sodyum Silikat ( $\text{Na}_2\text{SiO}_3$ ) Moleküler Katkı.....	86
3.2.2.1.Grup 1: TFA ve EG'den çıkarak PET Sentezi.....	92
3.2.2.2.Grup 2: Değişen TFA Oranları (EG ve $\text{Na}_2\text{SiO}_3$ sabit) .....	93

3.2.2.3.Grup 3: Değişen EG Oranları (TFA ve Na <sub>2</sub> SiO <sub>3</sub> sabit) .....	94
3.2.2.4.Grup 4: Değişen Na <sub>2</sub> SiO <sub>3</sub> oranları (TFA ve EG sabit) .....	96
3.2.2.5.Grup 5: Silikat miktarına göre değişen TFA oranları (EG ve Na <sub>2</sub> SiO <sub>3</sub> (2) sabit) .....	98
3.2.2.6.Grup 6: Silikat miktarına göre değişen EG oranları (TFA ve Na <sub>2</sub> SiO <sub>3</sub> (2) sabit) .....	99
3.2.2.7.Grup 7: PET granül sodyum silikat Na <sub>2</sub> SiO <sub>3</sub> katkısı .....	100

## **DÖRDÜNCÜ BÖLÜM**

### **ARAŞTIRMA BULGULAR .....**

4.1. PET Granül (Hazır)/Silisyum moleküler katkı . .....	104
4.1.1.PET/ TEOS.....	104
4.2.PET Sentezi ve Sodyum Silikat (Na <sub>2</sub> SiO <sub>3</sub> ) Moleküler Katkı .....	106
4.2.1.Grup 1: TFA ve EG'den çıkarak PET Sentezi .....	106
4.2.2.Grup 2: Değişen TFA Oranları (EG ve Na <sub>2</sub> SiO <sub>3</sub> sabit) .....	136
4.2.3.Grup 3: Değişen EG Oranları (TFA ve Na <sub>2</sub> SiO <sub>3</sub> sabit) .....	181
4.2.4.Grup 4: Değişen Na <sub>2</sub> SiO <sub>3</sub> oranları (TFA ve EG sabit) .....	212
4.2.5.Grup 5: Silikat miktarına göre değişen TFA oranları (EG ve Na <sub>2</sub> SiO <sub>3</sub> (2) sabit) .....	244
4.2.6.Grup 6: Silikat miktarına göre değişen EG oranları (TFA ve Na <sub>2</sub> SiO <sub>3</sub> (2) sabit) .....	272
4.2.7.Grup 7: PET sodyum silikat Na <sub>2</sub> SiO <sub>3</sub> katkısı .....	283

### **SONUÇ.....**

### **KAYNAKÇA .....**

### **ÖZGEÇMİŞ.....**

## TABLULAR LİSTESİ

<b>Tablo 2.1:</b> Bazı basamaklı polimerler ve karakteristik özellikleri .....	22
<b>Tablo 2.2:</b> Bazı katılma polimerleri.....	24
<b>Tablo 2.3:</b> Bazı polimerlerin camsı geçiş sıcaklığı .....	32
<b>Tablo 2.4:</b> PET'in standart fiziksel ve kimyasal özellikleri .....	35
<b>Tablo 2.5:</b> PET'in genel mekanik özellikleri .....	42
<b>Tablo 2.6:</b> PET'in kimyasal özellikleri .....	46
<b>Tablo 2.7:</b> PET'in fiziksel özellikleri.....	48
<b>Tablo 2.8:</b> PET'in optik özellikleri .....	49
<b>Tablo 2.9:</b> PET'in termal özellikleri .....	51
<b>Tablo 2.10:</b> Eriyikten söndürüldükten sonra ikinci ısıtma işlemi sırasında kaydedilen işlenmemiş PET'in DSC sonuçları .....	58
<b>Tablo 3.1:</b> Kullanılan kimyasalların kısaltma isimleri ve kimyasal gösterimleri .....	77
<b>Tablo 3.2:</b> PET Sentezi ve Sodyum Silikat ( $\text{Na}_2\text{SiO}_3$ ) sentezinin grup ve oranları ..	89
<b>Tablo 3.3:</b> KT40 ve KT41 mol oranları .....	93
<b>Tablo 3.4:</b> KT13, KT16 ve KT35 değişen TFA mol oranları .....	94
<b>Tablo 3.5:</b> KT8, KT16 ve KT19 değişen EG mol oranları .....	96
<b>Tablo 3.6:</b> KT12 KT16ve KT19 değişen oranları $\text{Na}_2\text{SiO}_3$ .....	98
<b>Tablo 3.7:</b> KT36 KT17 ve KT37 artan $\text{Na}_2\text{SiO}_3$ miktarına göre değişen TFA oranları .....	99
<b>Tablo 3.8:</b> KT15 KT17 ve KT35 artan $\text{Na}_2\text{SiO}_3$ miktarına göre değişen EG oranları .....	101
<b>Tablo 3.9:</b> KT17B mol oranları.....	102
<b>Tablo 3.10:</b> PET Sentezi ve Sodyum Silikat ( $\text{Na}_2\text{SiO}_3$ ) sentezinin oranları.....	104
<b>Tablo 4.1:</b> KT40 (1:1) için EDX analizi .....	109
<b>Tablo 4.2:</b> KT40 (1:1) XPS yüksek çözünürlüklü pikleri .....	110

<b>Tablo 4.3:</b> KT40(1:1) XPS analizi dekonvölasyon deęerleri.....	112
<b>Tablo 4.4:</b> KT40 (1:1) termal aęırlık kaybı toplamı .....	116
<b>Tablo 4.5:</b> KT41 (1:0,5) için EDX analizi .....	120
<b>Tablo 4.6:</b> KT41(1:0,5) XPS yüksek çözünürlüklü pikleri.....	121
<b>Tablo 4.7:</b> KT41(:0,5) XPS analizi dekonvölasyon deęerleri.....	123
<b>Tablo 4.8:</b> KT41 (1:0,5) termal aęırlık kaybı toplamı .....	124
<b>Tablo 4.9:</b> KT40 ve KT41 XPS yüksek çözünürlüklü pikleri.....	131
<b>Tablo 4.10:</b> KT13 (2:1:1) için EDX analizi .....	138
<b>Tablo 4.11:</b> KT13 (2:1:1) XPS yüksek çözünürlüklü pikleri.....	141
<b>Tablo 4.12:</b> KT13(2:1:1) için XPS analizi dekonvölasyon deęerleri.....	143
<b>Tablo 4.13:</b> KT13(2:1:1) termal aęırlık kaybı toplamı .....	147
<b>Tablo 4.14:</b> KT16 (1:1:1) için EDX analizi .....	152
<b>Tablo 4.15:</b> KT16 (1:1:1) XPS yüksek çözünürlüklü pikleri.....	156
<b>Tablo 4.16:</b> KT16 (1:1:1) için XPS dekonvölasyon deęerleri.....	158
<b>Tablo 4.17:</b> KT16 (1:1:1) termal aęırlık kaybı toplamı .....	159
<b>Tablo 4.18:</b> KT35 (0,5:1:1) için EDX analizi .....	166
<b>Tablo 4.19:</b> KT35 (0,5:1:1) XPS yüksek çözünürlüklü pikleri.....	167
<b>Tablo 4.20:</b> KT35 (0,5:1:1) için geniş spektrumlu XPS analizi dekonvölasyon deęerleri.....	169
<b>Tablo 4.21:</b> KT35 (0,5:1:1) termal aęırlık kaybı toplamı .....	171
<b>Tablo 4.22:</b> KT8 (1:0,5:1) için EDX analizi.....	184
<b>Tablo 4.23:</b> KT8 (1:0,5:1) XPS yüksek çözünürlüklü pikleri.....	185
<b>Tablo 4.24:</b> KT16 (1:1:1) için XPS dekonvölasyon deęerleri .....	187
<b>Tablo 4.25:</b> KT8 (1:0,5:1)termal aęırlık kaybı toplamı .....	191
<b>Tablo 4.26:</b> KT19(1:2:1) için EDX analizi .....	196
<b>Tablo 4.27:</b> KT19(1:2:1) XPS yüksek çözünürlüklü pikleri.....	198

<b>Tablo 4.28:</b> KT35 (0,5:1:1) için geniş spektrumlu XPS analizi dekonvolüsyon değerleri.....	200
<b>Tablo 4.29:</b> KT19(1:2:1) termal ağırlık kaybı toplamı .....	202
<b>Tablo 4.30:</b> KT12(1:1:0,5) için EDX analizi .....	214
<b>Tablo 4.31:</b> KT12(1:1:0,5) XPS yüksek çözünürlüklü pikleri .....	217
<b>Tablo 4.32:</b> KT12(1:1:0,5) için geniş spektrumlu XPS analizi dekonvolüsyon değerleri .....	219
<b>Tablo 4.33:</b> KT12(1:1:0,5) termal ağırlık kaybı toplamı .....	221
<b>Tablo 4.34:</b> KT17(1:1:2) için EDX analizi .....	227
<b>Tablo 4.35:</b> KT17(1:1:2) XPS yüksek çözünürlüklü pikleri .....	229
<b>Tablo 4.36:</b> için geniş spektrumlu XPS analizi dekonvolüsyon değerleri .....	231
<b>Tablo 4.37:</b> KT17(1:1:2) KT17(1:1:2) termal ağırlık kaybı toplamı .....	233
<b>Tablo 4.38:</b> KT36 EDX incelemesi.....	246
<b>Tablo 4.39:</b> KT36 XPS yüksek çözünürlüklü pikleri.....	247
<b>Tablo 4.40:</b> KT36 için geniş spektrumlu XPS analizi dekonvolüsyon değerleri.....	249
<b>Tablo 4.41:</b> KT36 termal ağırlık kaybı toplamı .....	251
<b>Tablo 4.42:</b> KT37 (2:1:2) EDX incelemesi.....	257
<b>Tablo 4.43:</b> KT37 (2:1:2) XPS yüksek çözünürlüklü pikleri.....	260
<b>Tablo 4.44:</b> KT37 (2:1:2) için geniş spektrumlu XPS analizi dekonvolüsyon değerleri .....	262
<b>Tablo 4.45:</b> KT15(1:0,5:2) için EDX analizi .....	274
<b>Tablo 4.46:</b> KT15(1:0,5:2) XPS yüksek çözünürlüklü pikler .....	275
<b>Tablo 4.47:</b> KT15(1:0,5:2) için geniş spektrumlu XPS analizi dekonvolüsyon değerleri .....	277
<b>Tablo 4.48:</b> KT15(1:0,5:2) termal ağırlık kaybı toplamı .....	279
<b>Tablo 4.49:</b> KT17B(1:1:2) için EDX analizi.....	285
<b>Tablo 4.51:</b> KT17B(1:1:2) XPS yüksek çözünürlüklü pikleri .....	291

<b>Tablo 4.52:</b> KT17B(1:1:2) için geniş spektrumlu XPS analizi dekonvolüsyon değerleri.....	293
--	-----



## ŞEKİLLER LİSTESİ

Şekil 2.1: Etilen molekülünün kimyasal gösterimi.....	17
Şekil 2.2: Polietilen molekülünün bir parçası.....	18
Şekil 2.3: Polimerizasyon tepkimesiyle monomer moleküllerinin kovalent bağlarla bağlanarak polimer molekülünün sentezlenmesi .....	18
Şekil 2.4: Katılma ve basamaklı polimerizasyonda mol kütlelerinin zamanla değişim grafiği .....	19
Şekil 2.5: Poliester oluşumu .....	21
Şekil 2.6: Yüksek mol kütleli polimer.....	21
Şekil 2.7: a) ilave polimerlerin oluşumuna yönelik reaksiyonlar (olası sonlandırma adımlarından biriyle radikal polimerizasyonu gösterir); ve (b) yoğunlaşma polimerleri. R· bir serbest radikali temsil ederken, R1 ve R2 iki farklı organik grubu temsil eder .	23
Şekil 2.8: Amorf, yarı- kristal ve kristal maddelerde ısıl geçişler sırasında gözlenen davranış değişiklikleri .....	26
Şekil 2.9: Amorf, yarı-kristal ve tam kristal maddelerin sıcaklıkla özgül hacimlerindeki değişim. Yarı-kristal polimerlerin camsı geçiş sıcaklıkları ( $T_g$ ) ve erime noktaları ( $T_e$ ) .....	27
Şekil 2.10: Vicat testi; (a) test başlangıcı, (b) test sonu.....	28
Şekil 2.11: Polimerin camsı geçiş sıcaklığını belirlemede kullanılacak basit dilatometre şekli .....	29
Şekil 2.12: Diferansiyel ısıl analiz (DTA) ve diferansiyel taramalı kalorimetre (DSC) yöntemlerinde örnek ve referans aynı anda ısıtılır .....	30
Şekil 2.13: PET uygulama alanları .....	33
Şekil 2.14: Polietilen tereftalat sentezi .....	34
Şekil 2.15: Eser-değişim tepkimeleri.....	37
Şekil 2.16: Polietilen tereftalat .....	37
Şekil 2.17: Esterleşme reaksiyonuyla PET üretim .....	39

<b>Şekil 2.18:</b> PET'in tipik bir gerilim-gerinim eğrisi .....	41
<b>Şekil 2.19:</b> Başlangıçta azalan (500 rad.s-1 ila 0,05 rad.s-1, kapalı semboller) ve ardından artan (0,05 rad.s-1 ila 1) için depolama modülü (üçgenler), kayıp modülü (kareler) ve karmaşık viskozite (daireler) N2'de sıkıştırılarak kalıplanmış bir PET numunesi için 500 rad.s-1, boş semboller) .....	43
<b>Şekil 2.20:</b> Polimerlerin reolojik davranışı .....	44
<b>Şekil 2.21:</b> Polietilen tereftalat enjeksiyon makinasında reoloji davranışı .....	45
<b>Şekil 2.22:</b> Polietilen tereftalat ısıtma oranında ağırlık kaybı .....	52
<b>Şekil 2.23:</b> Polietilen tereftalat ısıtma hızının logaritması .....	54
<b>Şekil 2.24:</b> Polietilen tereftalat 5 yılda %5 dönüşümü .....	56
<b>Şekil 2.25:</b> Polietilen tereftalat yapısı .....	57
<b>Şekil 2.26:</b> Polietilen tereftalat camsı geçiş sıcaklığı .....	58
<b>Şekil 2.27:</b> Eriyikten söndürüldükten sonra ikinci ısıtma işlemi sırasında kaydedilen işlenmemiş PET'in DSC termogramı .....	58
<b>Şekil 2.28:</b> PET'in kristal yapısı .....	60
<b>Şekil 2.29:</b> Polietilen tereftalat ambalaj sektörü .....	61
<b>Şekil 2.30:</b> Polietilen tereftalat tekstil sektörü .....	63
<b>Şekil 2.31:</b> Nano kompozitlerin mikroyapıya bağlı olarak sınıflandırılması a)taneler arası b)tane içi c)hibrit d)nano-nano yapılar .....	64
<b>Şekil 2.32:</b> Toplu bir mikroküre ile NP'lerden oluşan aynı mikroküre arasındaki yüzey/hacim oranındaki değişimin şematik gösterimi .....	66
<b>Şekil 2.33:</b> Nanokompozitlerin Sınıflandırılması .....	67
<b>Şekil 2.34:</b> Polimerik Nanokompozitler .....	67
<b>Şekil 2.35:</b> (a) aşağıdan yukarıya ilkesinin, (b) yukarıdan aşağıya ilkesinin şematik gösterimi .....	69
<b>Şekil 2.36:</b> Metal matris nanokompozit şematik gösterimi .....	69
<b>Şekil 2.37:</b> Yerinde ve yerinde olmayan metodolojiler arasındaki şematik karşılaştırma .....	70

<b>Şekil 2.38:</b> Seramik nanokompozit kullanımı.....	71
<b>Şekil 2.39:</b> Yerinde polimerizasyonun şematik gösterimi .....	72
<b>Şekil 2.40:</b> Sol-jel sürecinin uygulaması .....	73
<b>Şekil 2.41:</b> Eriyik harmanlama için arakatkılı yapıların şematik gösterimi .....	73
<b>Şekil 2.42:</b> Elektrospinning metodu .....	74
<b>Şekil 2.43:</b> Nanokompozit uygulama alanları .....	75
<b>Şekil 2.44:</b> Otomotiv sektöründe nanokompozit kullanımı.....	76
<b>Şekil 3.1:</b> Sodyum metasilikat kimyasal gösterimi.....	76
<b>Şekil 3.2:</b> Sodyum ortosilikat kimyasal gösterimi .....	79
<b>Şekil 3.3:</b> Sodyum piroasilikat kimyasal gösterimi.....	80
<b>Şekil 3.4:</b> Carry 600 serili ATR modüllü FT-IR cihazı .....	81
<b>Şekil 3.5:</b> Quanta FEG 250 model FEİ, Hollanda SEM-EDX cihazı.....	82
<b>Şekil 3.6:</b> Pelkin Elmer STA 6000 modeli TG-DTA cihazı.....	83
<b>Şekil 3.7:</b> XPS analizi için kullanılan Thermo Scientific K-Alpha, ABD cihazı .....	84
<b>Şekil 3.8:</b> Thermo Scientific ARL X'TRA modeli XRD cihazı.....	85
<b>Şekil 3.9:</b> PET granül/TEOS karışımın enjeksiyon makinasında işlenmesi.....	86
<b>Şekil 3.10:</b> TFA+EG+Na <sub>2</sub> SiO <sub>3</sub> sentezi polimeri.....	90
<b>Şekil 3.11:</b> TFA+EG+Na <sub>2</sub> SiO <sub>3</sub> sentezi polimerinin yapısı ve modeli .....	91
<b>Şekil 3.12:</b> KT40 ve KT41 polimer oluşumu .....	93
<b>Şekil 3.13:</b> KT13, KT16 ve KT35 polimer oluşumu .....	94
<b>Şekil 3.14:</b> KT16, KT19 ve KT8 polimer oluşumu .....	96
<b>Şekil 3.15:</b> KT12, KT16 ve KT17 polimer oluşumu .....	97
<b>Şekil 3.16:</b> KT37, KT17 ve KT36 polimer oluşumu .....	99
<b>Şekil 3.17:</b> KT15, KT17 ve KT35 polimer oluşumu .....	100
<b>Şekil 3.18:</b> PET granül/ SiO <sub>4</sub> karışımı.....	101
<b>Şekil 4.1:</b> PET granül/TEOS TGA çizimi .....	104

<b>Şekil 4.2:</b> PET sentezi/ TEOS karışımı DTG çizimi .....	105
<b>Şekil 4.3:</b> KT40(1:1) SEM görüntüleri (a) 4 µm'de ölçeklendirilmiş SEM analizi görüntüsü (b) 5 µm'de ölçeklendirilmiş SEM analizi görüntüsü (c) 20 µm'de ölçeklendirilmiş SEM analizi görüntüsü (d) 100 µm'de ölçeklendirilmiş SEM analizi görüntüsü.....	108
<b>Şekil 4.4:</b> KT40 (1:1) kompozisyonu için elde edilen atomik analiz .....	109
<b>Şekil 4.5:</b> KT40 (1:1) geniş spektrumlu XPS analizi .....	110
<b>Şekil 4.6:</b> KT40(1:1) için geniş spektrumlu XPS analizi C atomu ve O atomu dekonvülosyonu .....	111
<b>Şekil 4.7:</b> KT40 sentezinin FT-IR spektrumu.....	113
<b>Şekil 4.8:</b> KT40 (1:1) için termal bozunma eğrisi ve diferansiyeli .....	115
<b>Şekil 4.9:</b> KT40 (1:1) için DTA spektrumu.....	116
<b>Şekil 4.10:</b> KT40(1:1) XRD difraktogramı .....	117
<b>Şekil 4.11:</b> KT41(1:0,5) SEM görüntüleri (a) 4 µm'de ölçeklendirilmiş SEM analizi görüntüsü (b) 5 µm'de ölçeklendirilmiş SEM analizi görüntüsü (c) 20 µm'de ölçeklendirilmiş SEM analizi görüntüsü (d) 100 µm'de ölçeklendirilmiş SEM analizi görüntüsü.....	121
<b>Şekil 4.12:</b> KT41(1:0,5) geniş spektrumlu XPS analizi .....	122
<b>Şekil 4.13:</b> KT41(1:0,5) için geniş spektrumlu XPS analizi C atomu ve O atomu dekonvülosyonu .....	124
<b>Şekil 4.14:</b> KT41(1:0,5) FT-IR spektrumu .....	125
<b>Şekil 4.15:</b> KT41 (1:0,5) için termal bozunma eğrisi ve diferansiyeli .....	126
<b>Şekil 4.16:</b> KT41 (1:0,5) için DTA spektrumu.....	127
<b>Şekil 4.17:</b> KT41(1:0,5) XRD difraktogramı.....	128
<b>Şekil 4.18:</b> KT40 ve KT41 FT-IR spektrumu karşılaştırması.....	130
<b>Şekil 4.19:</b> KT40 ve KT41 SEM karşılaştırması .....	131
<b>Şekil 4.20:</b> KT40 (1:1) ve KT41(1:0,5) XPS karşılaştırması .....	131
<b>Şekil 4.21:</b> KT40 (1:1) ve KT41(1:0,5) XPS karşılaştırması .....	132

<b>Şekil 4.22:</b> KT 40 ve KT41 için üst üste çakıştırılmış TGA grafikleri .....	134
<b>Şekil 4.23:</b> KT40 ve KT41 XRD difraktogramı .....	135
<b>Şekil 4.24:</b> KT13(2:1:1) SEM görüntüleri (a) 4 µm'de ölçeklendirilmiş SEM analizi görüntüsü (b) 5 µm'de ölçeklendirilmiş SEM analizi görüntüsü (c) 10 µm'de ölçeklendirilmiş SEM analizi görüntüsü (d) 50 µm'de ölçeklendirilmiş SEM analizi görüntüsü.....	138
<b>Şekil 4.25:</b> KT13(2:1:1) için EDX ve atomik haritalama analizi sonuçları .....	140
<b>Şekil 4.26:</b> KT13(2:1:1) geniş spektrumlu XPS analizi .....	141
<b>Şekil 4.27:</b> KT13(2:1:1) için geniş spektrumlu XPS analizi C atomu, O atomu ve Si atomu dekonvülosyonu .....	142
<b>Şekil 4.28:</b> KT13(2:1:1) FT-IR spektrumu.....	145
<b>Şekil 4.29:</b> KT13(2:1:1) için termal bozunma eğrisi ve diferansiyeli .....	146
<b>Şekil 4.30:</b> KT13(2:1:1) için DTA spektrumu.....	148
<b>Şekil 4.31:</b> KT13(2:1:1) XRD difraktogramı .....	149
<b>Şekil 4.32:</b> KT16 (1:1:1) SEM görüntüleri (a) 4 µm'de ölçeklendirilmiş SEM analizi görüntüsü (b) 5 µm'de ölçeklendirilmiş SEM analizi görüntüsü (c) 10 µm'de ölçeklendirilmiş SEM analizi görüntüsü (d) 50 µm'de ölçeklendirilmiş SEM analizi görüntüsü.....	152
<b>Şekil 4.33:</b> KT16 (1:1:1) kompozisyonu için elde edilen atomik analiz .....	154
<b>Şekil 4.34:</b> KT16 (1:1:1) geniş spektrumlu XPS analizi .....	156
<b>Şekil 4.35:</b> KT16 (1:1:1) için geniş spektrumlu XPS analizi C atomu, O atomu ve Si atomu dekonvülosyonu .....	157
<b>Şekil 4.36:</b> KT16 (1:1:1) sentezinin FT-IR spektrumu.....	159
<b>Şekil 4.37:</b> KT16 (1:1:1) için termal bozunma eğrisi ve diferansiyeli .....	160
<b>Şekil 4.38:</b> KT16 (1:1:1) için DTA spektrumu.....	161
<b>Şekil 4.39:</b> KT16 (1:1:1) yapısı için XRD difraktogramı.....	162
<b>Şekil 4.40:</b> KT35 (0,5:1:1) SEM görüntüleri (a) 4 µm'de ölçeklendirilmiş SEM analizi görüntüsü (b) 5 µm'de ölçeklendirilmiş SEM analizi görüntüsü (c) 10 µm'de	

ölçeklendirilmiş SEM analizi görüntüsü (d) 50 $\mu\text{m}$ 'de ölçeklendirilmiş SEM analizi görüntüsü.....	165
<b>Şekil 4.41:</b> KT35 (0,5:1:1) geniş spektrumlu XPS analizi .....	167
<b>Şekil 4.42:</b> KT35 (0,5:1:1) için geniş spektrumlu XPS analizi C atomu, O atomu ve Si atomu dekonvülosyonu .....	168
<b>Şekil 4.43:</b> KT35 (0,5:1:1) sentezinin FT-IR spektrumu.....	170
<b>Şekil 4.44:</b> KT35 (0,5:1:1) için termal bozunma eğrisi ve diferansiyeli .....	172
<b>Şekil 4.45:</b> KT35 (0,5:1:1) için DTA spektrumu.....	173
<b>Şekil 4.46:</b> KT35 (0,5:1:1) XRD difraktogramı.....	174
<b>Şekil 4.47:</b> KT35 KT16 ve KT13 polimerlerinin SEM görüntüleri .....	176
<b>Şekil 4.48:</b> KT35 KT16 ve KT13 FT-IR spektrumu .....	175
<b>Şekil 4.49:</b> KT35 KT16 ve KT13 geniş spektrumlu XPS analizi .....	177
<b>Şekil 4.50:</b> KT35 KT16 ve KT13 TGA spektrumu .....	179
<b>Şekil 4.51:</b> KT13, KT16 ve KT35 XRD difraktogramı.....	180
<b>Şekil 4.52:</b> KT8 (1:0,5:1) SEM görüntüleri (a) 4 $\mu\text{m}$ 'de ölçeklendirilmiş SEM analizi görüntüsü (b) 5 $\mu\text{m}$ 'de ölçeklendirilmiş SEM analizi görüntüsü (c) 10 $\mu\text{m}$ 'de ölçeklendirilmiş SEM analizi görüntüsü (d) 50 $\mu\text{m}$ 'de ölçeklendirilmiş SEM analizi görüntüsü.....	183
<b>Şekil 4.53:</b> KT8 (1:0,5:1) geniş spektrumlu XPS analizi .....	185
<b>Şekil 4.54:</b> KT8 (1:0,5:1) için geniş spektrumlu XPS analizi C atomu, O atomu ve Si atomu dekonvülosyonu .....	188
<b>Şekil 4.55:</b> KT8 (1:0,5:1) sentezinin FT-IR spektrumu.....	190
<b>Şekil 4.56:</b> KT8 (1:0,5:1) için termal bozunma eğrisi ve diferansiyeli .....	192
<b>Şekil 4.57:</b> KT8 (1:0,5:1) için DTA spektrumu.....	193
<b>Şekil 4.58:</b> KT8 (1:0,5:1) XRD difraktogramı .....	195
<b>Şekil 4.59:</b> KT19(1:2:1) SEM görüntüleri (a) 4 $\mu\text{m}$ 'de ölçeklendirilmiş SEM analizi görüntüsü (b) 5 $\mu\text{m}$ 'de ölçeklendirilmiş SEM analizi görüntüsü (c) 10 $\mu\text{m}$ 'de	

ölçeklendirilmiş SEM analizi görüntüsü (d) 50 $\mu\text{m}$ 'de ölçeklendirilmiş SEM analizi görüntüsü.....	197
<b>Şekil 4.60:</b> KT19(1:2:1) kompozisyonu için elde edilen atomik analiz .....	198
<b>Şekil 4.61:</b> KT19(1:2:1) geniş spektrumlu XPS analizi .....	199
<b>Şekil 4.62:</b> KT19(1:2:1) için geniş spektrumlu XPS analizi C atomu, O atomu ve Si atomu dekonvülosyonu .....	201
<b>Şekil 4.63:</b> KT19(1:2:1) sentezinin FT-IR spektrumu.....	203
<b>Şekil 4.64:</b> KT19(1:2:1) için termal bozunma eğrisi ve diferansiyeli .....	204
<b>Şekil 4.65:</b> KT19(1:2:1) için DTA spektrumu.....	205
<b>Şekil 4.66:</b> KT19(1:2:1) XRD difraktogramı .....	206
<b>Şekil 4.67:</b> KT40 KT19 KT16 ve KT8.....	207
<b>Şekil 4.68:</b> KT40 KT19 KT16 ve KT8 FT-IR spektrumu karşılaştırması.....	208
<b>Şekil 4.69:</b> KT40 KT19 KT16 ve KT8 geniş spektrumlu XPS analizi.....	209
<b>Şekil 4.70:</b> KT40 KT9 KT16 KT8 XPS karşılaştırması .....	210
<b>Şekil 4.71:</b> KT8, KT16 ve KT19 için TGA karşılaştırması.....	211
<b>Şekil 4.72:</b> KT40 KT19 KT16 ve KT8 XRD difraktogramı .....	211
<b>Şekil 4.73:</b> KT12(1:1:0,5) SEM görüntüleri (a) 4 $\mu\text{m}$ 'de ölçeklendirilmiş SEM analizi görüntüsü (b) 5 $\mu\text{m}$ 'de ölçeklendirilmiş SEM analizi görüntüsü (c) 10 $\mu\text{m}$ 'de ölçeklendirilmiş SEM analizi görüntüsü (d) 50 $\mu\text{m}$ 'de ölçeklendirilmiş SEM analizi görüntüsü.....	214
<b>Şekil 4.74:</b> KT12(1:1:0,5) kompozisyonu için elde edilen atomik analiz .....	216
<b>Şekil 4.75:</b> KT12(1:1:0,5) geniş spektrumlu XPS analizi .....	217
<b>Şekil 4.76:</b> KT12(1:1:0,5) için geniş spektrumlu XPS analizi C atomu, O atomu ve Si atomu dekonvülosyonu sonuçları.....	218
<b>Şekil 4.77:</b> KT12(1:1:0,5) sentezinin FT-IR spektrumu.....	220
<b>Şekil 4.78:</b> KT12(1:1:0,5) için termal bozunma eğrisi ve diferansiyeli .....	222
<b>Şekil 4.79:</b> KT12(1:1:0,5) için DTA spektrumu.....	223

<b>Şekil 4.80:</b> KT12(1:1:0,5) XRD difraktogramı .....	224
<b>Şekil 4.81:</b> KT17(1:1:2) SEM görüntüleri (a) 4 µm'de ölçeklendirilmiş SEM analizi görüntüsü (b) 5 µm'de ölçeklendirilmiş SEM analizi görüntüsü (c) 10 µm'de ölçeklendirilmiş SEM analizi görüntüsü (d) 50 µm'de ölçeklendirilmiş SEM analizi görüntüsü.....	227
<b>Şekil 4.82:</b> KT17(1:1:2) kompozisyonu için elde edilen atomik analiz .....	228
<b>Şekil 4.83:</b> KT17(1:1:2) geniş spektrumlu XPS analizi .....	229
<b>Şekil 4.84:</b> KT17(1:1:2) için geniş spektrumlu XPS analizi C atomu, O atomu ve Si atomu dekonvülosyonu .....	230
<b>Şekil 4.85:</b> KT17(1:1:2) sentezinin FT-IR spektrumu.....	232
<b>Şekil 4.86:</b> KT17(1:1:2) için termal bozunma eğrisi ve diferansiyeli .....	234
<b>Şekil 4.87:</b> KT17(1:1:2) için DTA spektrumu.....	235
<b>Şekil 4.88:</b> KT17(1:1:2) XRD difraktogramı .....	236
<b>Şekil 4.89:</b> KT40 ve KT41 XRD difraktogramı .....	238
<b>Şekil 4.90:</b> KT40 KT 17 KT16 KT12 FT-IR spektrumu karşılaştırması .....	239
<b>Şekil 4.91:</b> KT40 KT17 KT16 KT12 XRD difraktogramı karşılaştırması.....	240
<b>Şekil 4.92:</b> KT17 KT16 KT12 XPS -HR-XPS karşılaştırması.....	241
<b>Şekil 4.93:</b> KT36(0,5:1:2) SEM görüntüleri (a) 4 µm'de ölçeklendirilmiş SEM analizi görüntüsü (b) 5 µm'de ölçeklendirilmiş SEM analizi görüntüsü (c) 10 µm'de ölçeklendirilmiş SEM analizi görüntüsü (d) 50 µm'de ölçeklendirilmiş SEM analizi görüntüsü.....	246
<b>Şekil 4.94:</b> KT36(0,5:1:2) geniş spektrumlu XPS analizi.....	247
<b>Şekil 4.95:</b> KT36(0,5:1:2) için geniş spektrumlu XPS analizi C atomu, O atomu ve Si atomu dekonvülosyonu .....	248
<b>Şekil 4.96:</b> KT36(0,5:1:2) sentezinin FT-IR spektrumu.....	250
<b>Şekil 4.97:</b> KT36(0,5:1:2) için termal bozunma eğrisi ve diferansiyeli .....	252
<b>Şekil 4.98:</b> KT36(0,5:1:2) için DTA spektrumu.....	253
<b>Şekil 4.99:</b> KT36(0,5:1:2) XRD difraktogramı.....	254

<b>Şekil 4.100:</b> KT37 (2:1:2) SEM görüntüleri (a) 4 µm'de ölçeklendirilmiş SEM analizi görüntüsü (b) 5 µm'de ölçeklendirilmiş SEM analizi görüntüsü (c) 20 µm'de ölçeklendirilmiş SEM analizi görüntüsü (d)100 µm'de ölçeklendirilmiş SEM analizi görüntüsü.....	256
<b>Şekil 4.101:</b> KT37 (2:1:2) geniş spektrumlu XPS analizi .....	258
<b>Şekil 4.102:</b> KT37 (2:1:2) için geniş spektrumlu XPS analizi C atomu, O atomu ve Si atomu dekonvülosyonu .....	259
<b>Şekil 4.103:</b> KT37 (2:1:2) sentezinin FT-IR spektrumu.....	261
<b>Şekil 4.104:</b> KT37 (2:1:2) için termal bozunma eğrisi ve diferansiyeli .....	263
<b>Şekil 4.105:</b> KT37 (2:1:2) için DTA spektrumu.....	264
<b>Şekil 4.106:</b> KT37 (2:1:2) XRD difraktogramı .....	265
<b>Şekil 4.107:</b> KT40 KT37 KT17 KT36 FT-IR spektrumu karşılaştırması.....	266
<b>Şekil 4.108:</b> KT40 KT36 KT17 KT36 XRD karşılaştırması.....	268
<b>Şekil 4.109:</b> KT36 KT17 KT37 TGA karşılaştırma .....	270
<b>Şekil 4.110:</b> KT36 KT17 KT37 geniş spektrumlu XPS analizi.....	271
<b>Şekil 4.111:</b> KT40 KT36 KT17 KT36 Sem görüntüsü.....	274
<b>Şekil 4.112:</b> KT15(1:0,5:2) SEM görüntüleri (a) 4 µm'de ölçeklendirilmiş SEM analizi görüntüsü (b) 5 µm'de ölçeklendirilmiş SEM analizi görüntüsü (c) 10 µm'de ölçeklendirilmiş SEM analizi görüntüsü (d) 50 µm'de ölçeklendirilmiş SEM analizi görüntüsü.....	274
<b>Şekil 4.113:</b> KT15(1:0,5:2) geniş spektrumlu XPS analizi .....	275
<b>Şekil 4.114:</b> KT15(1:0,5:2) için geniş spektrumlu XPS analizi C atomu, O atomu ve Si atomu dekonvülosyonu.....	276
<b>Şekil 4.115:</b> KT15(1:0,5:2) sentezinin FT-IR spektrumu.....	278
<b>Şekil 4.116:</b> KT15(1:0,5:2) için termal bozunma eğrisi ve diferansiyeli .....	280
<b>Şekil 4.117:</b> KT15(1:0,5:2) için DTA spektrumu.....	281
<b>Şekil 4.118:</b> KT15(1:0,5:2) XRD difraktogramı.....	282

<b>Şekil 4.119:</b> KT17B(1:1:2) SEM görüntüleri (a) 4 µm'de ölçeklendirilmiş SEM analizi görüntüsü (b) 5 µm'de ölçeklendirilmiş SEM analizi görüntüsü (c) 10 µm'de ölçeklendirilmiş SEM analizi görüntüsü (d) 50 µm'de ölçeklendirilmiş SEM analizi görüntüsü.....	285
<b>Şekil 4.120:</b> KT17B(1:1:2) kompozisyonu için elde edilen atomik analiz .....	286
<b>Şekil 4.121:</b> KT17B(1:1:2) sentezinin FT-IR spektrumunu .....	287
<b>Şekil 4.122:</b> KT17B(1:1:2) için termal bozunma eğrisi ve diferansiyeli.....	289
<b>Şekil 4.123:</b> KT17B(1:1:2) için DTA spektrumunu .....	290
<b>Şekil 4.124:</b> KT17B(1:1:2) geniş spektrumlu XPS analizi.....	291
<b>Şekil 4.125:</b> KT17B(1:1:2) için geniş spektrumlu XPS analizi C atomu, O atomu ve Si atomu dekonvülosyonu.....	292
<b>Şekil 4.126:</b> KT17B(1:1:2) XRD difraktogramı.....	294
<b>Şekil 4.127:</b> KT17B(1:1:2) SEM görüntüsü.....	296

## KISALTMALAR LİSTESİ

cm	:	Santimetre
dk	:	Dakika
EDX	:	Enerji Dağılımlı X-Işını Spektroskopisi
EG	:	Etilen Glikol
eV	:	Elektronvolt
FT-IR	:	Fourier Dönüşümlü Kıızıl Ötesi Spektrometresi
mg	:	Miligram
mg	:	Miligram
ml	:	Mililitre
mm	:	Milimetre
nm	:	Nanometre
nm	:	Nanometre
PET	:	Polietilen tereftalat
rpm	:	Dakikada devir sayısı (Revolutions per Minute)
s	:	Saat
SEM-EDX	:	Taramalı Elektron Mikroskobu-Enerji Yayılımlı X-Işını
SiO <sub>2</sub>	:	Silikon Dioksit
TFA	:	Teleftalik asit
TGA	:	Termogravimetrik Analiz

v.d. : Ve diđerleri  
vb : Ve benzeri  
XPS : X-Iřını Fotoelektron Spektrometresi  
XRD : X-Ray Kırınım Spektrometresi



## SEMBOLLER LİSTESİ

$2\theta$	:	Bragg Açısı	(Derece (°))
A	:	Absorbans	
b	:	Ekranlama Sabiti	
c	:	Işık hızı	(m/s)
c	:	Çözeltinin Molar Konsantrasyonu	(mol/L)
°C	:	Santigrat derece	(°C)
cm <sup>-1</sup>	:	Dalga Sayısı	(1/cm)
E	:	X-ışınının Enerjisi	(Joule (J) veya Elektron Volt (eV))
E <sub>b</sub>	:	Bağlanma Enerjisi	(Joule (J) veya Elektron Volt (eV))
E <sub>em</sub>	:	Yayılan Fotonun Enerjisi	(Joule (J) veya Elektron Volt (eV))
E <sub>k</sub>	:	Fotoelektronun Kinetik Enerjisi	(Joule (J) veya Elektron Volt (eV))
eV	:	Elektron volt	(eV (1.60218 x 10 <sup>-19</sup> J))
f	:	Frekans	(Hertz (Hz))
F(k)	:	Frekans Alanındaki Fonksiyon (spektrum)	
γ	:	Polimer Çözeltisinin Yüzey Gerilimi	(N/m (Newton/metre))

$h$	:	Planck Sabiti	(J.s)
$h\nu$	:	Gelen X-ışını fotonunun enerjisi	(Joule (J) veya Elektron Volt (eV))
$i$	:	Sanal Birim	
$k$	:	Sabit	
$l$	:	Işığın Geçtiği Yol Uzunluğu	(cm)
$n$	:	Kırınım Derecesi	(Tam sayı (1,2, 3,...))
$r$	:	Yarıçap	(m)
$v$	:	Hacim	(L (litre))
$V$	:	Uygulanan Voltaj	(Volt (V))
$v/v$	:	Hacim/Hacim	
$x$	:	Zaman veya mesafe	(s veya m)
$Z$	:	Atom Numarası	
$\alpha$	:	Alfa	
$\beta$	:	Beta	
$\varepsilon$	:	Molar Absorptivite	(L·mol <sup>-1</sup> ·cm <sup>-1</sup> )
$\varepsilon_0$	:	Boşluğun elektrik geçirgenliği	(F/m (Farad/metre))
$\theta$	:	Kırınım Açısı	(Derece (°))
$\lambda$	:	Lambda (dalga boyu)	(m)
$\phi$	:	Spektrometrenin iş fonksiyonu	(Joule (J) veya Elektron Volt (eV))

# BİRİNCİ BÖLÜM

## GİRİŞ

Günümüzde soğuk dolun PET (Polietilen tereftalat) ambalaj ile ambalajlanmış gıda maddelerine raf ömrünü uzatabilmek için kimyasal katkı maddeleri kullanılmaktadır. Gıda kodeksinde yapılan son deęişiklikler ile kullanılan bu kimyasallara karşı kısıtlamalar getirildiğinden buna göre ketçap, soğuk çay, meyve suyu, salça gibi gıdaların 80-85 °C’de yüksek ısıda doldurulması, kimyasal katkı maddesine ihtiyaç duymadan, pastörizasyon ve sterilizasyon ile bozulma yapan mikroorganizmalardan ürünün korunması ve ambalajlanması gerekmektedir. Bu deformasyonlar ambalajın fiziksel şekil deęiştirmesine, etiketleme safhasında da olumsuzlukların oluşmasına sebebiyet vermekte ve bu durumda tüketici tarafından kabul edilebilirliği azalmaktadır. Ayrıca mevcut hali hazırda bulunan pet ambalajlar sıcak dolun işleme uygunluk gösteremediklerinden ötürü, sıcak dolun öncesi pastörizasyon ve sterilizasyon safhalarında da olumsuzluklar gösterip istenilen sonuçlar alınamamaktadır. Bu çalışmada, silikat kullanarak nanokompozit malzeme oluşturarak PET’ in camsı geçiş sıcaklığını ve termal şekil stabilitesini yükseltmektir.

Bu tez çalışması, PET polimerine silisyum bazlı moleküler katkı yapılmasıyla elde edilen kompozit malzemelerin termal ve mekanik özelliklerinin detaylı bir şekilde incelenmesini amaçlamaktadır. Çalışmanın kapsamı, farklı oranlarda silisyum bazlı moleküler katkı kullanılarak sentezlenen modifiye PET kompozit malzemelerin sentez süreçlerini, karakterizasyonlarını ve performans analizlerini içerecektir.

Sentez aşamasında, silisyum bazlı moleküler katkının PET polimer matrisine homojen bir şekilde dağıtılması için çeşitli yöntemler (örneğin, mekanik karıştırma, eriyik karıştırma) kullanılacaktır. Elde edilen kompozit malzemelerin termal iletkenlik, termal ısı işlem dayanımı, mekanik dayanım, morfolojik yapı ve yüzey özellikleri çeşitli analiz yöntemleri (örneğin, termogravimetrik analiz, taramalı elektron mikroskobu, diferansiyel taramalı kalorimetre (DSC)) ile detaylı olarak incelenecektir.

Ayrıca, modifiye PET kompozit malzemelerin çeşitli fonksiyonel uygulamaları da araştırılacaktır. Bu uygulamalar arasında antibakteriyel PET malzemeleri, görünür bölge emisyonu yapan PET ve endüstriyel kullanım için uygun malzemeler yer alacaktır. Malzemenin çeşitli sıcaklık ve nem koşullarında performansının değerlendirilmesi de bu çalışmanın içeriğini oluşturacaktır.

Sonuç olarak, bu tez çalışması PET polimerine silisyum bazlı moleküler katkı ile malzemenin termal ve mekanik özelliklerine olan etkisini anlamak, yeni ve gelişmiş kompozit malzemelerin gerçekleştirilmesini sağlamaktır.



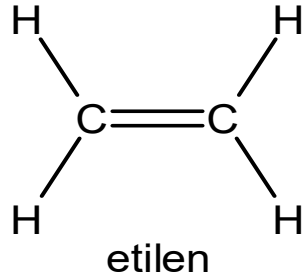
## İKİNCİ BÖLÜM

### LİTERATÜR TARAMASI

#### 2.1. Polimerlerin Sentezi

Polimerler, küçük molekülü maddelerden farklıdır çünkü kimyasal ve fiziksel özellikleri benzersizdir. Monomerler, kovalent bağlar aracılığıyla bir araya gelerek büyük molekülleri oluşturabilen düşük molekül ağırlıklı kimyasal maddeler olarak tanımlanmaktadır. Polimerler ise çok sayıda monomerin kovalent bağlar ile bir araya gelerek oluşturduğu büyük moleküllerdir. Bu yapılarıyla polimerler, geniş bir özellik yelpazesine sahip olabilir ve çeşitli endüstriyel uygulamalarda kullanılabilirler. Polimerlerin "monomerlerin bir araya gelmesiyle oluşan devasa moleküller" özelliği, onları diğer maddelerden ayıran temel özelliklerden biridir (Saçak, 2002).

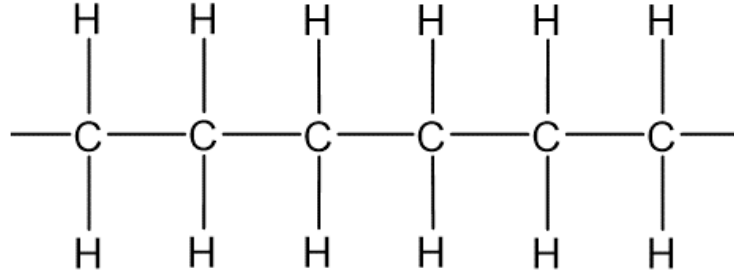
Şekil 2.1'de basit olarak şematize edilen monomer molekülleri, polimerizasyon tepkimeleri ile polimer moleküllerine dönüşür.



**Şekil 2.1:** Etilen molekülünün kimyasal gösterimi.

**Kaynak:** Mather ve Tapscott, 2002

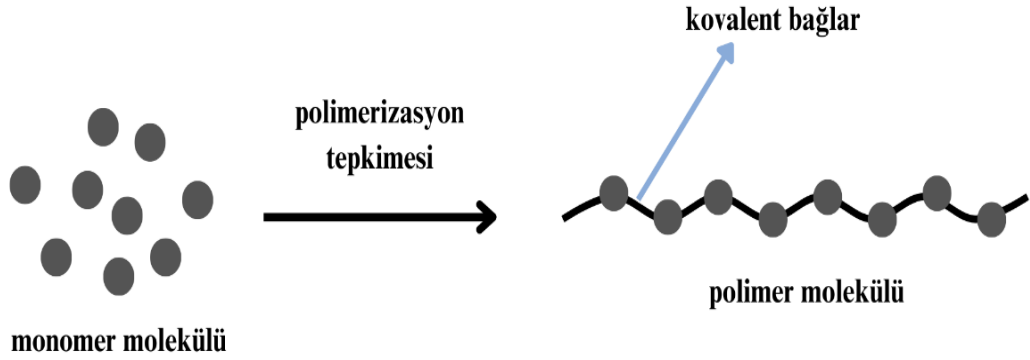
Şekil 2.1'deki Etilen molekülleri birbirine bağlanarak Şekil 2.2'deki gibi bir gösterime benzer şekilde, bir parçası olarak gösterilen polietilen molekülünün meydana getirir.



Polietilen molekülünün bir parçası

**Şekil 2.2:** Polietilen molekülünün bir parçası

**Kaynak:** Mather ve Tapscott, 2002



**Şekil 2.3:** Polimerizasyon tepkimesiyle monomer moleküllerinin kovalent bağlarla bağlanarak polimer molekülünün sentezlenmesi

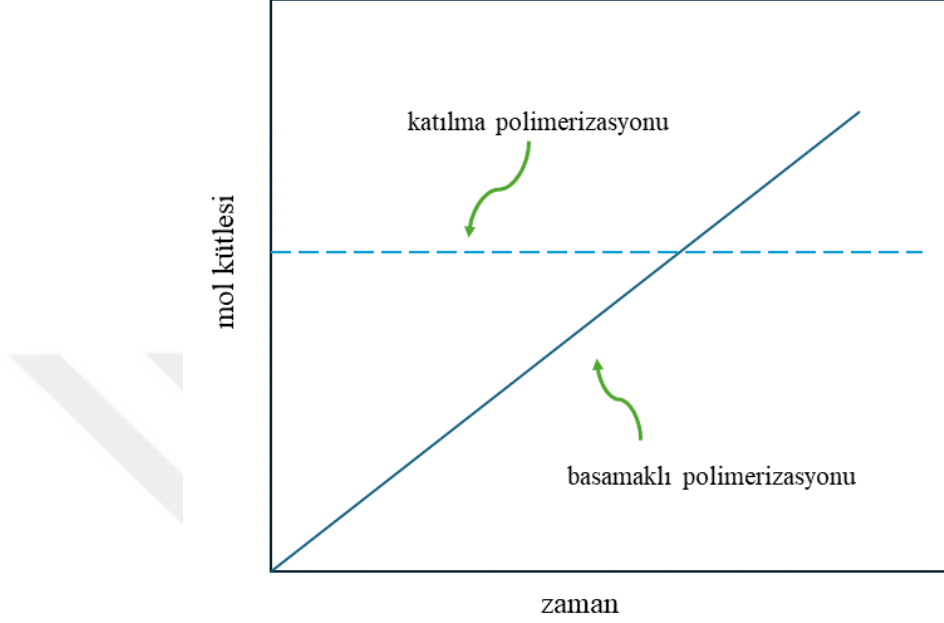
**Kaynak:** Sozer vd., 2021

Polimerler, farklı kimyasal tepkimelerden yararlanılarak sentezlenebilir. Bu tepkimeler

- Basamaklı polimerizasyon
- Katılma polimerizasyonu

olarak isimlendirilen iki temel polimerizasyon yöntemi ile gerçekleşir (Günel vd., 2024). Polimerleşmeye eğilimli kimyasal maddeler, basamaklı ya da katılma

mekanizmalarından birisini takip ederek polimer zincirlerine katılırlar ve polimer zincirin büyümesini sağlarlar. Polimerizasyonun reaksiyon süresince davranışının bilinmesi istenilen türde polimer üretiminin gerçekleştirilmesi açısından önemlidir.



**Şekil 2.4:** Katılma ve basamaklı polimerizasyonda mol kütleinin zamanla değişim grafiği

**Kaynak:** Karadağ, 2014

Polimer zincirlerinin büyümeleri adım adım ve yavaş ilerler. Tepkimelerin yenilenmesiyle zincirlerin büyümesi devam eder. Polimerizasyon başladıktan sonra monomer, dimerli ufak moleküller kalmaz (Bayrak vd., 2005). Yüksek moleküler ağırlıklı polimer ise ancak polimerizasyonun sonlarına doğru oluşur. Basamaklı polimerin zincirleri boyunca Şekil 2.4' te gösterildiği gibi belirli temel kimyasal bağlar tekrarlanır. PET'te ester, yinelenen kimyasal bağlardır (Saçak, 2002).

### 2.1.1. Basamaklı Polimerizasyon

Basamaklı polimerizasyon, fonksiyonel gruplar barındıran moleküller arasındaki adım adım ilerleyen bir süreçtir. Bu süreçte, önce iki monomer tepkimeye girerek bir dimer oluşturur (Bayrak vd., 2005). Daha sonra, bu dimer başka bir monomerle birleşerek trimer haline gelir veya kendi gibi bir dimerle daha birleşerek tetramere dönüşür. Bu

şekilde, zincirler zamanla büyümeye devam eder ve polimer molekülün kütlesi yavaş yavaş artar. Bu süreç, belirli bir zaman aralığında devam ederek polimerin moleküler ağırlığının istenilen seviyeye ulaşmasını sağlar. Bu süreç, polimerlerin uzun ve karmaşık molekül yapılarını oluşturan önemli bir mekanizmadır (Duran, 2016).

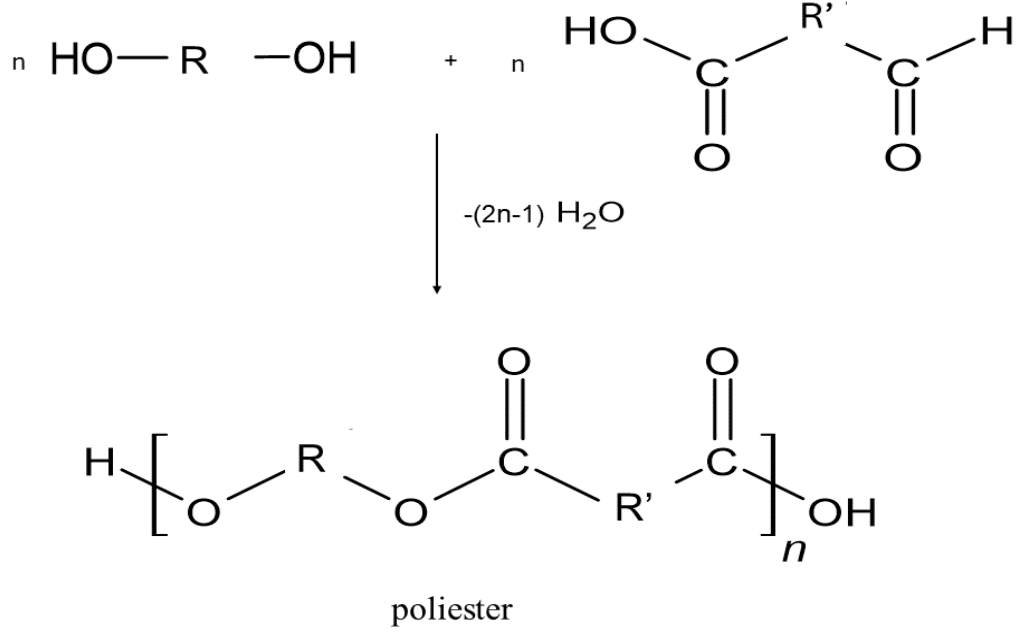
Basamaklı polimer eldesine en uygun yöntem, basamaklı polimer kondensasyondur ve çoğu ticari basamaklı polimer üretiminde bu yöntem kullanılır (Tuna, 2021).

#### ***a) Kondensasyon Tepkimeleri***

Kondensasyon tepkimeleri, genel olarak fonksiyonel grupları bulunan çift molekül arasındaki ufak bir molekülün ayrılıp birleşmesinde gerçekleşen tepkimelerdir. Fonksiyonel gruplar, bir molekülün kimyasal tepkimelerde yer aldığı belirli kısımları tanımlar. Kondensasyon tepkimeleri genellikle -OH, -NH<sub>2</sub>, -COOH gibi fonksiyonel gruplar taşıyan moleküllerdir. Bu tepkimeler sırasında, belirli fonksiyonel gruplardan gelen atom veya gruplar ayrılarak moleküller bir araya gelir ve yeni bir bileşik oluştururlar. Bu süreç sonucunda genellikle su veya başka bir basit molekül açığa çıkar. Kondensasyon tepkimeleri, organik kimyanın önemli bir konseptidir ve doğada ve endüstride çeşitli biyolojik ve kimyasal süreçlerde rol oynarlar (Fakirov, 2019). Poliesterler, dikarboksilik asit ile diol arasındaki kondensasyon tepkimelerinden sentezlenebilirler.

PET, etilen glikol ve tereftalik asit arasındaki polikondensasyon tepkimesiyle sentezlenen önemli ticari bir poliester polimeridir. Bu süreçte, etilen glikol ve tereftalik asit molekülleri arasındaki reaksiyon sonucunda polimer zincirleri oluşur. Polietilen tereftalat genellikle tekstil endüstrisinde, plastik şişe üretiminde ve film kaplama gibi çeşitli uygulamalarda kullanılır (Yang vd., 2024).

Polikondensasyon tepkimeleri, kondensasyona girebilecek iki fonksiyonel grubu beraber taşıyan tek bir molekülle de gerçekleştirilebilir.



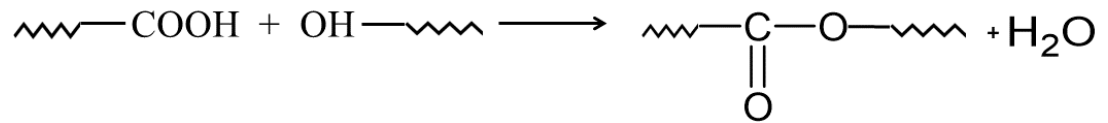
**Şekil 2.5:** Poliester oluşumu

**Kaynak:** Yan vd., 2022

Kondensasyon tepkimelerinden, daima doğrusal polimerler meydana gelmez. Polimerizasyon sürecinin her aşamasında, halkalaşma tepkimeleri sonucunda dimer, trimer veya daha yüksek halkalı oligomerler de oluşabilir. Bu durum, polimerizasyon reaksiyonlarının karmaşıklığını ve çeşitliliğini gösterir. Sonuç olarak, kondensasyon polimerizasyonu genellikle karmaşık ve çeşitli polimer yapılarının oluşumuna yol açar, bu da polimerin özelliklerini ve uygulama alanlarını önemli ölçüde etkiler

**b) Poliesterleşme Kinetiği**

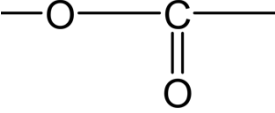
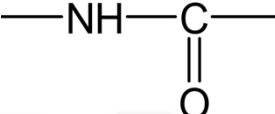
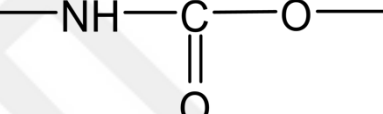
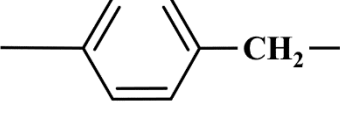
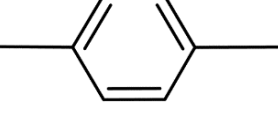
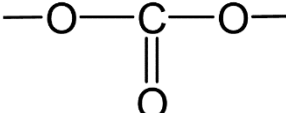
Dioller ve dikarboksilik asitler arasındaki poliesterleşme tepkimesi mekanizma üzerinde tamamı denge tepkimesidir. Birbirinden farklı uzunluğa sahip her zincir kondensasyon tepkimesine girebilir ve bu tepkimeler Şekil 2.5' teki gibi gösterilebilir.



**Şekil 2.6:** Yüksek mol kütleli polimer

**Kaynak:** Gensler vd., 2000

**Tablo 2.1:** Bazı basamaklı polimerler ve karakteristik bağları

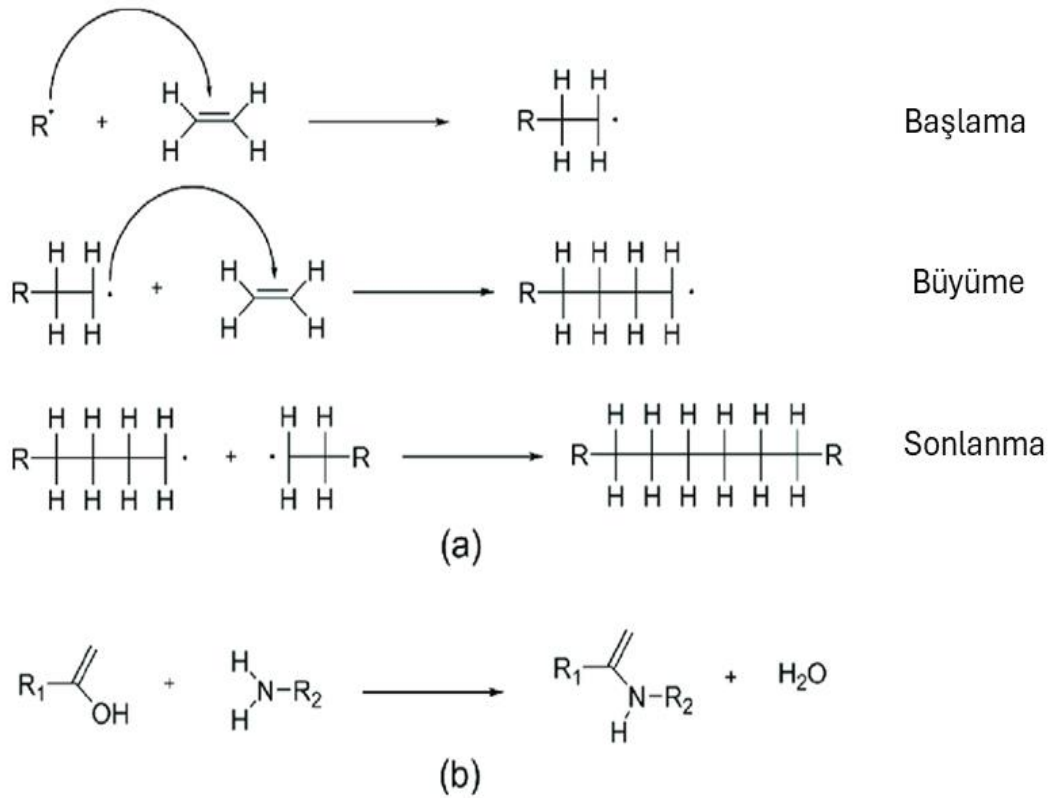
Polimer	Karakteristik bağ
Poliester	
Poliamit	
Poliüretan	
Fenol-formaldehit	
Poliarilen	
Polikarbonat	

**Kaynak:** Saçak, 2002

### 2.1.2. Katılma Polimerizasyonu

Polimerlerde katılma polimerizasyonu, polimer kimyasında önemli bir süreçtir. Bu süreç, monomer adı verilen küçük moleküllerin polimer zincirlerine birleşerek uzun ve zincirli polimer molekülleri oluşturmasıyla gerçekleşir. Katılma polimerizasyonu, genellikle radikal mekanizması ile gerçekleşir ve monomer moleküllerinin çift bağlarının açılmasıyla başlar. Bu reaksiyon, bir başlangıç maddesi ve uygun koşullar altında gerçekleşir. Başlatıcı, Şekil 2.7' deki gibi serbest radikal oluşturarak monomerlerin polimerleşme reaksiyonunu başlatır.

Polimerizasyon süreci, zincir büyümesi, dallanma ve sonlandırma adımlarını içerir. Katılma polimerizasyonu sonucunda elde edilen polimerler, endüstriyel uygulamalarda, malzeme biliminde ve biyomedikal alanında geniş bir kullanım alanına sahiptir. Bu süreç, polimer kimyasının temel prensiplerinden biridir.



**Şekil 2.7:** (a) ilave polimerlerin oluşumuna yönelik reaksiyonlar (olası sonlandırma adımlarından biriyle radikal polimerizasyonu gösterir); ve (b) yoğunlaşma polimerleri. R· bir serbest radikali temsil ederken, R1 ve R2 iki farklı organik grubu temsil eder.

**Kaynak:** Adnan vd., 2018

**Tablo 2.2:** Bazı katılma polimerleri

Monomer	Polimer	
$\begin{array}{c} \text{H}_2\text{C}=\text{CH} \\   \\ \text{H} \end{array}$	Polietilen	$\text{H}-\left[ \text{CH}_2-\underset{\text{H}}{\text{CH}} \right]_n-\text{H}$
$\begin{array}{c} \text{H}_2\text{C}=\text{CH} \\   \\ \text{C}_6\text{H}_5 \end{array}$	Polistiren	$\left[ \text{CH}_2-\underset{\text{C}_6\text{H}_5}{\text{CH}} \right]_n$
$\begin{array}{c} \text{H}_2\text{C}=\text{CH} \\   \\ \text{Cl} \end{array}$	Poli(vinil klorür)	$\left[ \text{CH}_2-\underset{\text{Cl}}{\text{CH}} \right]_n$
$\begin{array}{c} \text{H}_2\text{C}=\text{CH} \\   \\ \text{CH}_3 \end{array}$	Polipropilen	$\left[ \text{CH}_2-\underset{\text{CH}_3}{\text{CH}} \right]_n$
$\begin{array}{c} \text{H}_2\text{C}=\text{CH} \\   \\ \text{O} \\   \\ \text{C}=\text{O} \\   \\ \text{CH}_3 \end{array}$	Poli(vinil asetat)	$\left[ \text{CH}_2-\underset{\begin{array}{c} \text{O} \\   \\ \text{C}=\text{O} \\   \\ \text{CH}_3 \end{array}}{\text{CH}} \right]_n$
$\begin{array}{c} \text{CH}_3 \\   \\ \text{H}_2\text{C}=\text{C} \\   \\ \text{CH}_3 \end{array}$	Poli(vinil klorür)	$\left[ \text{CH}_2-\underset{\text{CH}_3}{\text{C}} \right]_n$
$\begin{array}{c} \text{CH}_3 \\   \\ \text{H}_2\text{C}=\text{C} \\   \\ \text{C}=\text{O} \\   \\ \text{O} \\   \\ \text{CH}_3 \end{array}$	Poli(metil metakrilat)	$\left[ \text{CH}_2-\underset{\begin{array}{c} \text{CH}_3 \\   \\ \text{C}=\text{O} \\   \\ \text{O} \\   \\ \text{CH}_3 \end{array}}{\text{C}} \right]_n$

**Kaynak:** Saçak, 2002

### 2.1.3. Polimerlerin ısı özellikleri

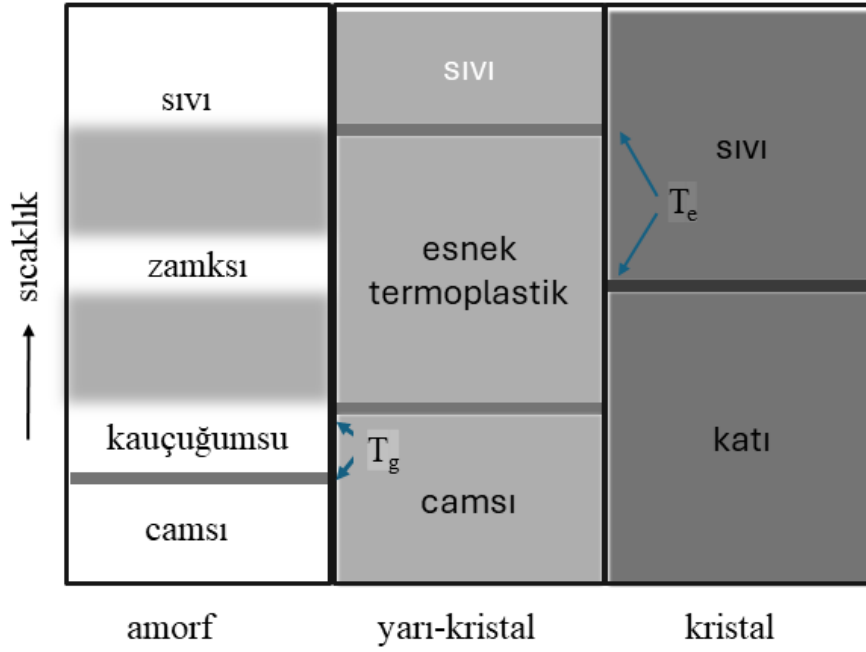
Polimer zincirleri, polimer örgüsü içinde düzenli bir biçimde istiflenerek kristal yapıda bölgeler oluşturabilir. Ancak, tüm polimer zincirlerinin tam kristal bir yapı oluşturacak şekilde düzgünce paketlenmesi beklenemez. Bu nedenle, endüstriyel uygulamalarda kullanılan çoğu polimer, tamamen amorf veya amorf ve kristal bölgelerin bir kombinasyonunu içeren yapılara sahiptir.

Yarı kristal polimerlerin genel yapısı, amorf faz içerisine gömülü kristal bölgelerden oluşan bir sisteme benzetilebilir. Bu yapıda, polimer zincirleri arasındaki düzensizlikler veya moleküler düzensizlikler kristal yapı oluşturma sürecini engelleyebilir ve polimerin amorf bölgeler oluşturmaya neden olabilir. Bunun sonucunda, polimerin genel yapısı amorf ve düzenli kristal bölgeler arasında bir denge oluşturabilir. Bu yapı, polimerin mekanik ve termal özelliklerini belirler ve çeşitli endüstriyel uygulamalarda istenilen özelliklere göre optimize edilir (He vd., 2023).

Amorf polimerler ise, düşük sıcaklıklarda sert ve kırılabilir bir yapıya sahiptir. Bu tür bir polimer ısıtıldığında, camsı geçiş sıcaklığı ( $T_g$ ) adı verilen belirli bir sıcaklıkta yumuşar ve kauçuk özellikleri göstermeye başlar. Polimerin  $T_g$ 'sinin üzerinde daha fazla ısıtılması durumunda, polimer kauçuğumsu bir davranış sergileyerek yumuşak ve esnek bir yapıya dönüşür (Majerczak vd., 2024).

Yarı-kristal polimerlerde de, hem amorf hem de kristal bölgeler bir arada bulunur. Bu polimerler,  $T_g$  altında amorf polimerlere benzer davranış gösterirler ve kırılırlar ve bu kırılabilirlik özelliklerini  $T_g$  sınırına kadar korurlar. Ancak, camsı geçiş sıcaklığının geçilmesiyle birlikte, mikrokristal yapılarından dolayı amorf bölgeleri bir arada tutan yarı-kristal polimerler, belirli bir derecede yumuşaklık kazanır ve esnek termoplastik yapılar haline gelirler. Bu durum, polimerin termal davranışının değişkenliğini ve uygulama alanlarının genişliğini belirleyen önemli bir özelliktir. Yarı-kristal polimerler, farklı sıcaklık ve basınç koşullarında çeşitli mekanik özelliklere sahip olabilirler, bu da onları çeşitli endüstriyel uygulamalar için ideal bir seçenek haline getirir (Alshammari, 2024).

Tam kristal polimerler ise serttirler, camsı geçiş göstermezler, belli bir erime sıcaklığında ( $T_e$ ) erime gösterirler. Amorf, yarı-kristal ve kristal polimerlerin ısı değişim davranışları Şekil 2.8' de gösterilmektedir.



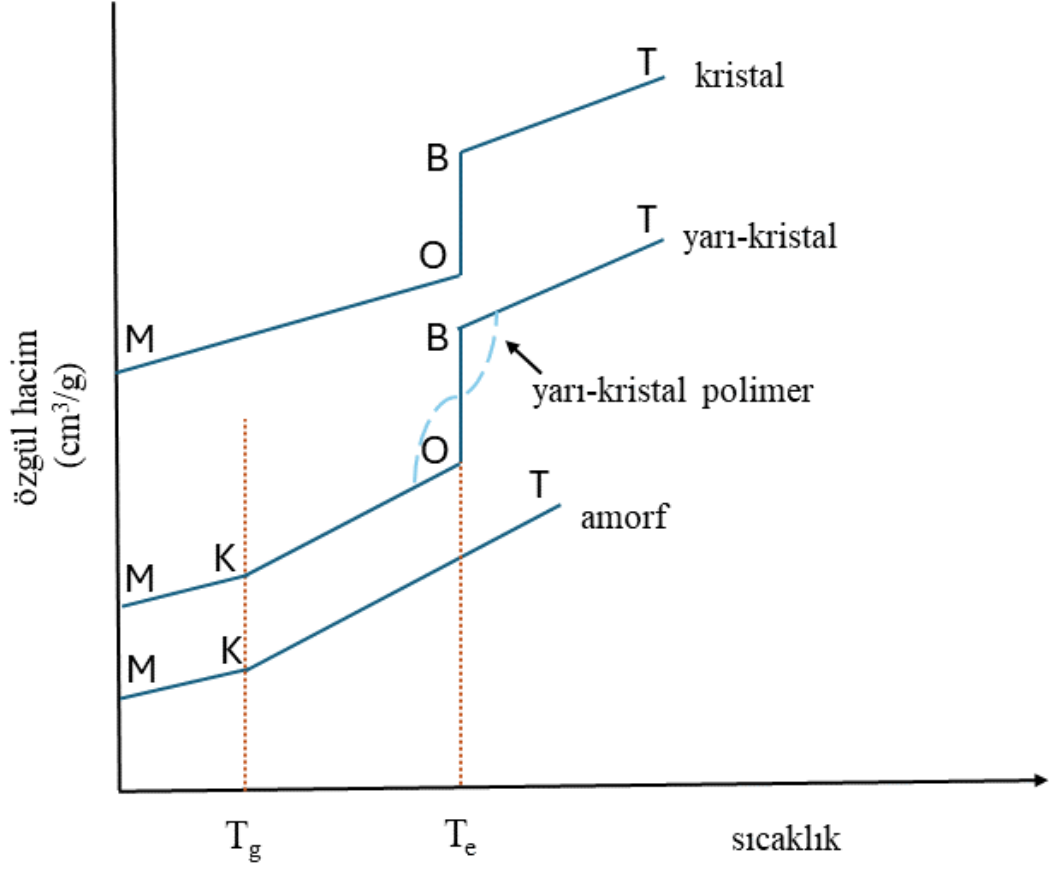
**Şekil 2.8:** Amorf, yarı- kristal ve kristal maddelerde ısıl geçişler sırasında gözlenen davranış değişiklikleri

**Kaynak:** Saçak, 2002

### 2.1.3.1 Camı geçiş özellikleri

Amorf ve yarı kristal polimerler hem doğrusal hem de dallanmış zincirlerden oluşurlar ve  $T_g$  üzerinde yumuşarlar. Isıtma işlemi devam ettirildiğinde, yarı-kristal ve kristal polimerler erime noktalarında eriyerek sıvı hale geçerken, amorf polimerler kauçukumsu ve zank görünümlü davranışlar üzerinden sıvılaşma sürecine girerler. Bu termal geçişler sırasında, polimerlerin bazı özellikleri değişir. Özgül hacim ( $\text{cm}^3/\text{g}$ ) polimerin hacmi ile kütlesi arasındaki oranı belirtir ve ısıl geçişler sırasında bu özellik değişebilir. Özgül ısınma ısı ( $\text{cal/g K}$ ) ise polimerin belirli bir kütlesini ısıtmak için gereken enerjinin ölçüsüdür ve polimerin termal özelliklerini yansıtır. Bu özellikler polimerlerin ısıl davranışlarını anlamak ve belirli uygulamalarda kullanımını optimize etmek için önemli parametrelerdir (Babbar vd., 2024).

Bir polimer örneği ısıtılarak özgül hacmi takip edilirse,  $T_g$  ve  $T_e$  bulunabilir. Amorf, yarı-kristal ve kristal polimerler için Şekil 2.9'da tipik bir sıcaklık-ölgül hacim ilişkileri gösterilmektedir.



**Şekil 2.9:** Amorf, yarı-kristal ve tam kristal maddelerin sıcaklıkla özgül hacimlerdeki değişim. Yarı-kristal polimerlerin camsı geçiş sıcaklıkları ( $T_g$ ) ve erime noktaları ( $T_e$ )

**Kaynak:** Babbar vd., 2024

Polimerlerin  $T_e$  ve  $T_g$  değerleri arasındaki ilişki çoğu kez,

$$\frac{T_g}{T_e} = \frac{2}{3}$$

(2.1)

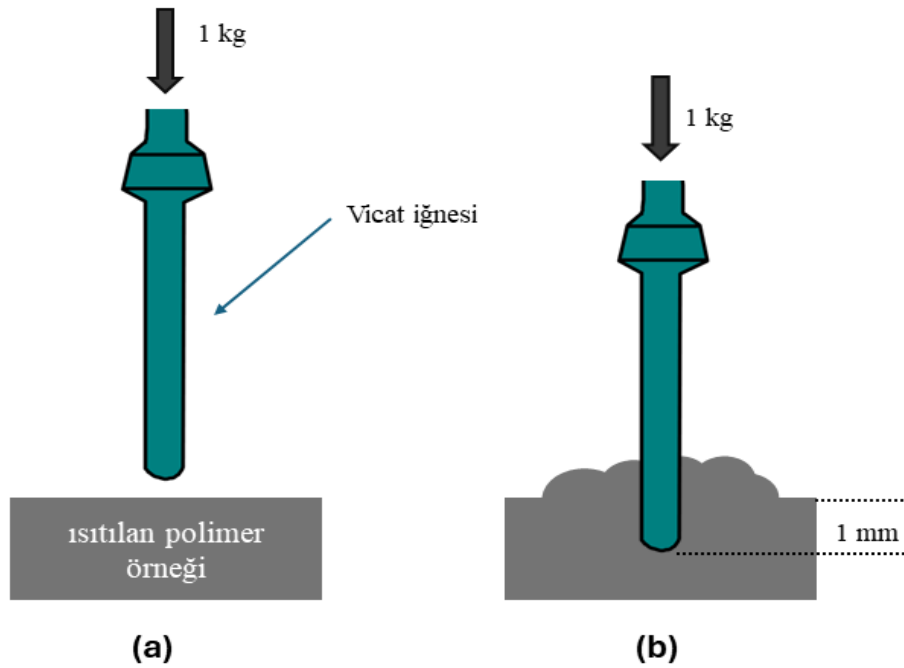
bağıntısına uyar. Bu oran polimerden polimere değişiklik gösterebilen yaklaşık bir değerdir.  $T_e$  ve  $T_g$  değeri bilinen bir polimerin diğer ısıl geçiş sıcaklığının büyüklüğü belirlenir.

## a) Camı geçiş sıcaklığının belirlenmesi

### Vicat testi

Vicat testi, polimerin vicat yumuşama sıcaklığını belirlemek için kullanılan bir test yöntemidir. Bu testte, 1 mm<sup>2</sup> kesitine sahip ve üzerinde belirli bir ağırlık (genellikle 1 kg) bulunan vicat iğnesi polimer yüzeyine değdirilir. Polimer, sabit bir hızla ısıtılarak iğnenin hareketi bir alet yardımı ile izlenir. İğnenin, polimerin yüzeyinden 1 mm içeri girdiği noktada ölçülen sıcaklık, polimerin vicat yumuşama sıcaklığına karşılık gelir.

Vicat yumuşama sıcaklığı ile örnek polimerin Tg değeri birbirine eşit olmasa dahi polimerin yumuşama noktasıyla ilgili önemli bilgiler sağlar. Bu test, polimerin belirli bir yük altında sıcaklık değişimine nasıl tepki verdiğini gösterir ve polimerin termal davranışları hakkında değerli bilgiler sunar. Vicat yumuşama sıcaklığı, polimerin işlem sıcaklığı, dayanıklılığı ve uygulama alanları hakkında ön bilgi edinmek için önemli bir test yöntemidir (Phongthakun vd., 2024).



Şekil 2.10: Vicat testi; (a) test başlangıcı, (b) test sonu.

**Kaynak:** Phongthakun vd., 2024

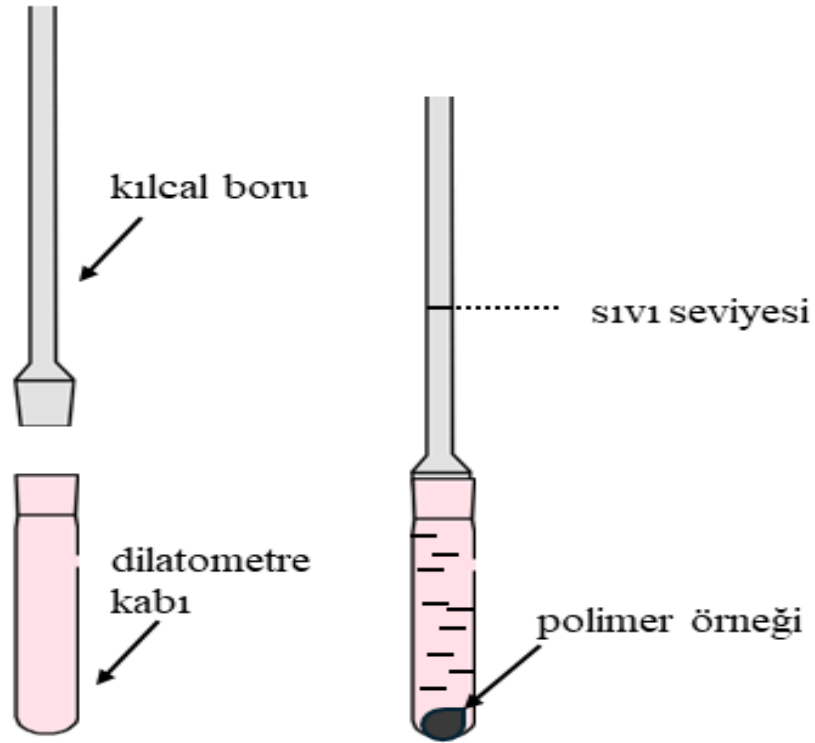
### Dilatometrik yöntem

Belirli bir kütledeki polimerin hacmin sıcaklığa bağlı değişim hızı; polimerin camı, esnek termoplastik ve sıvı haliyle ilişkilidir. Bu özellikten faydalanılarak Şekil 2.8'

dekine benzer bir sıcaklık-özgül hacim grafiđi çizilip  $T_g$  değeri doğrudan bu grafik ile okunabilir.

Hacim değışimlerinin izlenmesinde Şekil 2.11' de örnek olarak gösterilen ve dilatometre aleti yaygın kullanılır. Ölçümlerin alındığı kılcal borudan ve dilatometre kabı adı verilen bir parçadan oluşur.

Polimer örneđi dilatometre kabı içerisine konulduktan sonra üzeri polimerle etkileşmeyecek bir sıvıyla doldurulur ve kılcal kısım dilatometre kabına yerleştirilir. Daha sonra dilatometre sabit sıcaklıktaki bir yere alınır ve kılcaldaki su seviyesinin sabit kalması beklenir (Ming vd., 2024). Bu seviye okunduktan sonra sistem ısıtılır. Isıtma sırasında kılcaldaki sıvı seviyeleri sıcaklıklara karşı kaydedilir. Böylece Şekil 2.10' daki grafiđin çizimi için gerekli veriler elde edilir.



**Şekil 2.11:** Polimerin camsı geçiş sıcaklığını belirlemede kullanılabilecek basit dilatometre şekli

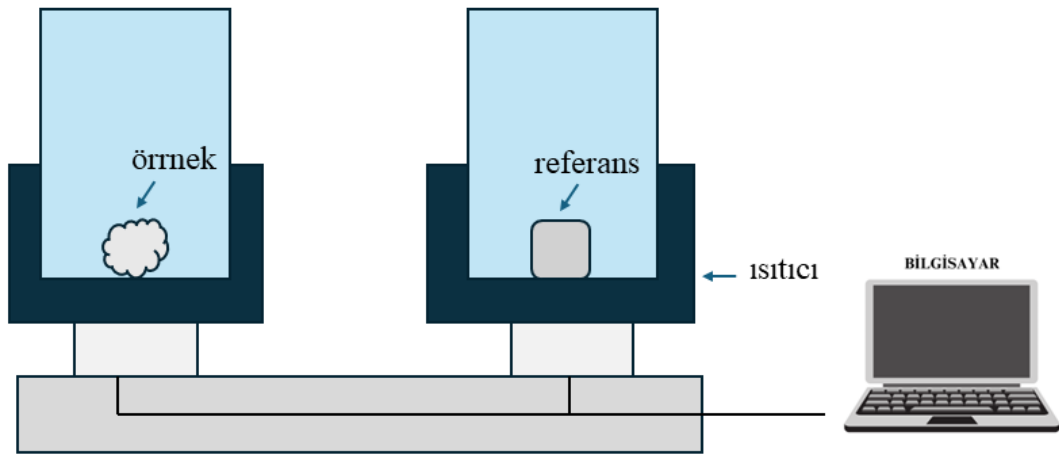
**Kaynak:** Klingler vd., 2024

## Diferansiyel ısı analiz (DTA)

DTA ve DSC, T<sub>g</sub> belirlenmesinde kullanılan en yaygın aletsel yöntemlerdir.

DTA yönteminde belirli bir miktardaki polimer örneği ile uygun bir referans madde sabit bir hızla ısıtılır (Şekil 2.11).

Maddenin birim kütlesinin sıcaklığını 1 Kelvin (K) artırmak için gerekli olan ısı miktarı, özgül ısınma ısısı olarak adlandırılır. Ancak, bu özgül ısınma ısısı, örnek maddenin bulunduğu koşullardan etkilenir. Maddenin fiziksel durumu (katı, sıvı, gaz), basınç ve sıcaklık gibi faktörler, özgül ısınma ısısının değerini belirler. Örneğin, bir maddenin katı hali ile sıvı veya gaz halindeki hali arasındaki farklılıklar, özgül ısınma ısısının farklı olmasına neden olabilir. Ayrıca, basınç ve sıcaklık değişiklikleri, maddenin özgül ısınma ısısını etkileyebilir ve bu da maddenin termal davranışını belirler. Dolayısıyla, maddenin bulunduğu koşullar, özgül ısınma ısısının değerini ve dolayısıyla maddenin termal özelliklerini belirlemede önemli bir rol oynar (Raj vd., 2024). Maddede gözlenecek erime, camsı hal, donma ve kristallenme gibi fiziksel değişimler özgül ısınma ısısının değerinde değişiklik meydana getirir.



**Şekil 2.12:** Diferansiyel ısı analiz (DTA) ve diferansiyel taramalı kalorimetre (DSC)

**Kaynak:** Raj vd., 2024

### **Diferansiyel taramalı kalorimetre (DSC)**

DTA yönteminde, örnek ve referans maddeler arasındaki sıcaklık farkı izlenir. Bu yöntemde, örnek ve referans maddeler aynı koşullarda ısıtılır ve her ikisinin de sıcaklığındaki değişim karşılaştırılır. Örnek maddenin sıcaklığındaki değişim, referans maddenin sıcaklığındaki değişimden farklılık gösterirse, bu fark DTA grafiğinde görüntülenir.

DSC yönteminde ise örnek ve referans maddelerin sıcaklıklarının eşit olması sağlanır ve bu sırada örnek ve referans maddelere verilen ısı izlenir. Örnek ve referans maddeler arasındaki ısı değişimleri karşılaştırılarak, örneğin farklı termal davranışları belirlenir. DSC, polimerlerin ısıtma ve soğutma süreçlerindeki entalpi değişimleri gibi termal özellikleri karakterize etmek için yaygın olarak kullanılan bir analiz yöntemidir (Lynch vd., 2024).

Polimer örneği erime gibi bir ısıl geçiş noktasına ulaştığında, ısıyı absorbe etmeye başlar ve tamamen eriyene kadar bu absorpsiyon sürebilir. Bu süreçte, polimerin sıcaklığı sabit kalırken, referans maddenin sıcaklığı yükselmeye devam eder. Bu durumda, polimerin bulunduğu ısıtıcıya daha fazla ısı uygulanarak ortaya çıkan sıcaklık farkı giderilmeye çalışılır. Bu yöntemle, polimerin erime süreci kontrol altında tutulabilir ve istenen koşullarda işlenebilir hale getirilebilir. Bu şekilde, polimerlerin ısıl özellikleri üzerindeki etkileri incelenebilir ve endüstriyel süreçlerde kullanımları optimize edilebilir.

**Tablo 2.3:** Bazı polimerlerin camsı geçiş sıcaklığı

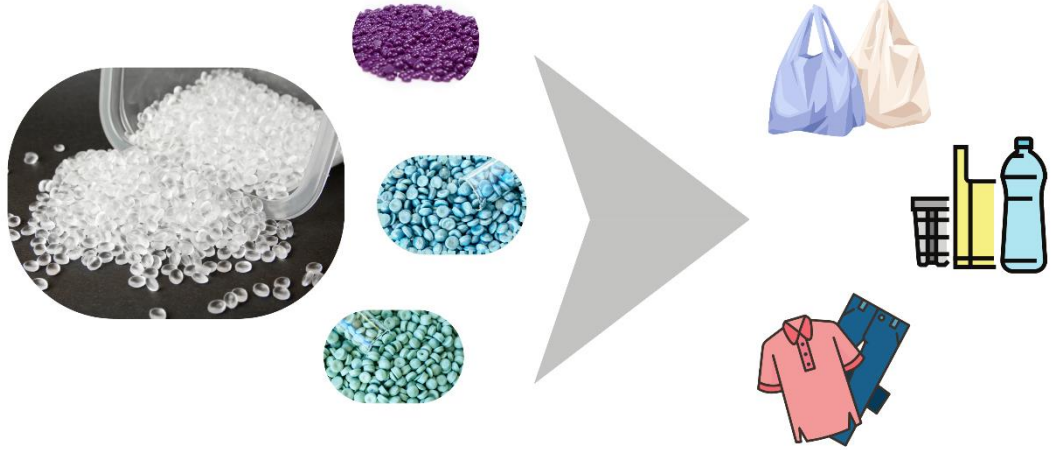
Polimer	Yinelenen Birim	T <sub>g</sub> (°C)
Polietilen	$\left[ \text{CH}_2 - \text{CH}_2 \right]_n$	-115
Poli (Etilen Oksit)	$\left[ \text{CH}_2 - \text{CH}_2 - \text{O} \right]_n$	-67
Poli (Dimetil siloksan)	$\left[ \begin{array}{c} \text{CH}_3 \\   \\ \text{Si} - \text{O} - \text{Si} \\   \quad   \\ \text{CH}_3 \quad \text{CH}_3 \end{array} \right]_n$	-123
Polieksimetin	$\left[ \text{CH}_2 - \text{O} \right]_n$	-85
Poli (Fenilen oksit)	$\left[ \text{C}_6\text{H}_4 - \text{O} \right]_n$	210

**Kaynak:** Malik vd., 2017

## 2.2. Polietilen Tereftalat Polimeri

Dünya çapında PET üretiminin büyük bir kısmı (%60'ı aşkın) sentetik elyaf üretimine yöneliktir, ayrıca bu polimerin kullanımı şişe üretimi için de önemli bir yer tutar ve küresel talebin yaklaşık %30'unu karşılar (Malik vd., 2017). Tekstil sektöründe

genellikle "poliester" adı altında anılan PET, ambalaj sektöründe ise daha çok PET kısaltmasıyla bilinir. Poliesterler, dünyada polimer üretiminin yaklaşık %18'ini oluşturan önemli bir malzemedir. Polietilen (PE), polivinil klorür (PVC) ve polipropilen (PP) gibi büyük hacimli polimerlerin ardından, poliester, dünya çapında en çok üretilen dördüncü polimerdir. Endüstride yaygın olarak kullanılmasının nedeni, çeşitli avantajlarına bağlıdır. Dayanıklılık, esneklik, kimyasal direnç ve iyi mekanik özellikler gibi özellikler, poliesterin geniş bir uygulama yelpazesine sahip olmasını sağlar. Tekstil ürünlerinden ambalaj malzemelerine, otomotiv sektöründen inşaat malzemelerine kadar pek çok alanda poliesterin kullanımı yaygındır. Bu özellikleriyle poliester, modern endüstrinin önemli bir köşe taşıdır (Kale vd., 2007).



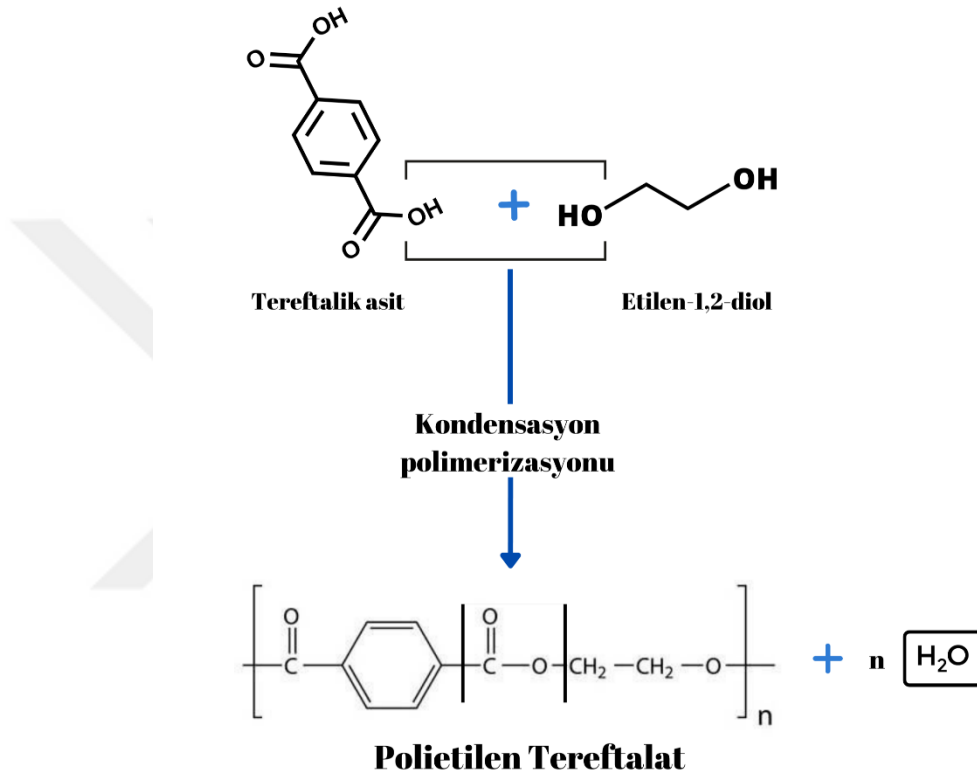
**Şekil 2.13:** PET uygulama alanları

**Kaynak:** Araştırmacı tarafından oluşturulmuştur.

Polietilen tereftalat, kısaca PET, plastik şişelerden elyaflara, filmlerden ambalaj malzemelerine kadar geniş bir kullanım alanına sahiptir. Bu çok yönlü polimer, etilen glikol ve tereftalik asit olmak üzere iki temel monomerin birleşmesiyle oluşur (Hsissou vd., 2021).

Polietilen tereftalat, genellikle PET veya PETE olarak bilinen, poliester reçine ailesine ait bir termoplastik polimerdir. Bu malzeme, esnekliği ve dayanıklılığı nedeniyle çeşitli uygulama alanlarında tercih edilir. PET, özellikle giysi üretiminde kullanılan elyaflar, sıvı ve gıda ambalajları, termoform işlemleri ve cam elyaf takviyeli

mühendislik reçineleri gibi geniş bir yelpazede kullanım bulur (Torres vd., 2001). Polietilen tereftalat, endüstride en yaygın olarak kullanılan polyester türlerinden biridir. Polietilen tereftalat, etilen glikol arasında tereftalik asit veya türevleri (örneğin dimetil tereftalat) arasındaki kondensasyon reaksiyonu ile elde edilir (Geçkil vd., 2020).



**Şekil 2.14:** Polietilen Tereftalat Sentezi

**Kaynak:** Araştırmacı tarafından oluşturulmuştur.

PET, en yaygın kullanılan plastiklerden biridir ve mevcut geri dönüşüm yöntemleri arasında mekanik yöntemlerin yanı sıra amonoliz, aminoliz, hidroliz, alkoliz ve glikoliz gibi kimyasal geri dönüşüm alternatifleri bulunmaktadır. PET glikolizinin, kimyasal geri dönüşüm yöntemleri arasında en umut verici seçeneklerden biri olduğu sonucuna varılmıştır. Glikoliz yoluyla bozunma süreci, artan etkileşimleri kolaylaştıran sinerjik reaksiyon mekanizmaları ve gelişmiş ısıtma teknikleri ile önemli ölçüde iyileştirilebilmektedir. Geniş yüzey alanına sahip heterojen katalizörlerin, PET'in kendi monomeri olan Bis(2-Hidroksietil) tereftalat (BHET)'e etkin şekilde bozunmasını teşvik ettiği gözlemlenmiştir. Bu katalizörler ayrıca çevresel ve

ekonomik avantajlar sunan ayrılma ve yeniden kullanılabilirlik kolaylıkları sağlamaktadır (Conroy & Zhang, 2024).

**Tablo 2.4:** Polietilen tereftalat özellikleri

Özellik (Birim)	Değer
Erime Sıcaklığı (°C)	265
Füzyon Isısı (j/g)	166
Özgül Yoğunluk (g.cm <sup>-3</sup> )	1.37-1.42
Su Emme Oranı (%)	min: -4
Kırılma Dayanımı (MPa)	50
Uzama (%)	70
Gerilme direnci (psi)	6600
Sıkıştırma mukavemeti (psi)	14000
Bükülme mukavemeti (psi)	16000
Eğilme Modülü (psi)	400000
Etki (Izod ft. lbs/in)	0.8
Sertlik	R120
Sapma Sıcaklığı (°F)	264 psi: 212
Kullanım Sıcaklığı (°F)	max: 212
Erime noktası (°F)	480
Genişleme Katsayısı	0.000039
Ark Direnci	80
Dielektrik gücü (kV/mm)	20
UV Dayanımı	İyi
Asit Direnci	İyi
Alkaliler	İyi
Çözücüler	İyi

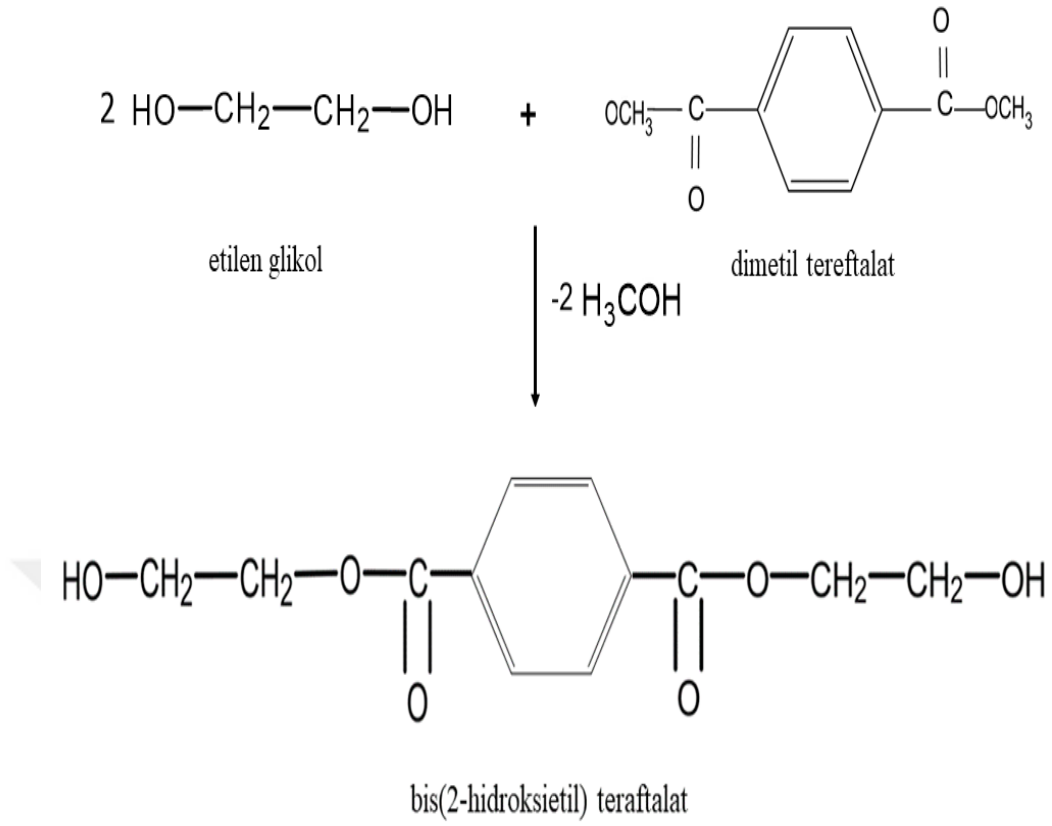
**Kaynak:** Chanda & Roy, 2006

### 2.2.1. PET Sentezi

PET'in temel yapı taşları olan monomerler, etilen glikol ve tereftalik asit, sırasıyla iki hidroksil ve iki karboksilik asit grubuna sahiptir. Bu kimyasal yapılar, polikondensasyon adı verilen bir süreçle birbirleriyle reaksiyona girerek PET polimer zincirlerini meydana getirir (Jankauskaite vd., 2008a).

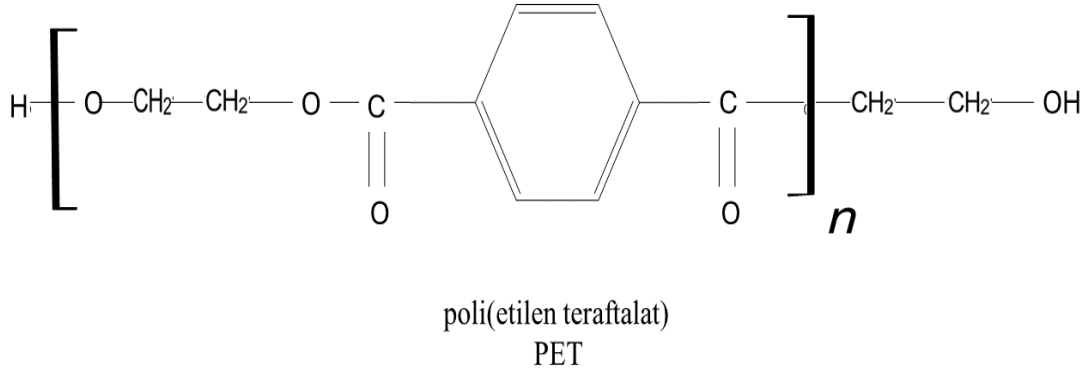
PET, genellikle güçlü bir asit veya güçlü bileşimlerle hazırlanan asit katalizörleri kullanılarak 1,2-etan diol (etilen glikol) ile tereftalik asit arasındaki bir polyesterleştirme reaksiyonuyla hazırlanabilir. Bununla birlikte, monomer veya oligomerin termal olarak indüklenen yan reaksiyonları (hidroliz), gerekli yüksek sıcaklık koşulları altında polyesterleşmeyi etkileyebilir. Ayrıca daha hızlı bir reaksiyon olan ve olası yan reaksiyonlara zaman tanımayan transesterifikasyon da vardır ve bu nedenle genellikle tercih edilen yöntemdir (Hocking, 2005). PET, polikondenzasyon reaksiyonuyla üretilen bir polimerdir. Bir polimerizasyon reaksiyonu ve moleküler yapı, fonksiyonel grupların yeniden düzenlenmesi olan esterifikasyon ve transesterifikasyon ile belirlenir. PET' in polikondenzasyon reaksiyonu iki aşamada gerçekleşir. İlk aşamada bis(2-hidroksietil) tereftalat (BHET) ara madde olarak çıkar ve ticari olarak farklı şekilde gerçekleştirilir. Sentez başlangıçta dimetil tereftalat (DMT) veya saflaştırılmış tereftalik asit (TPA) ile başlar (Sakallı, 2022). Dimetil tereftalat (DMT) veya tereftalik asit (TPA), etilen glikol ile reaksiyona girer. Bis(2-hidroksietil) tereftalat (BHET) oluştururken aynı zamanda yan ürünler, metanol veya su oluşumuna da neden olur (Chanda & Roy, 2006). İkinci adım, etilen glikolün ayrılmasının ve BHET'in transesterifikasyon reaksiyonunun gerçekleştiği adımdır. Bu adım, esterifikasyondan daha yüksek bir sıcaklık olan 270-285°C'de gerçekleşir. Nihai ürünün viskozitesi düşük olduğundan, üretilen etilen glikolün buharlaşması için gerekli olan eriyiğin iyice karışmasını sağlar (Ravve, 2013). Aksi takdirde, geri dönüşümlü reaksiyon daha yüksek molekül ağırlıklı bir polimerin oluşumunu engeller (Coltelli vd., 2007). Yüksek sıcaklıklara gelindiğinde homolitik kırılmalar meydana gelir.

Poliesterler, ilk kez lif üretilmesi amacıyla asipik asit ve etilen glikol gibi kimyasal maddelerle birlikte doğrusal poliesterler olarak sentezlenir. Ester-değişim tepkimeleri etilen glikol ve dimetil tereftalat arasındaki iki aşamalı ester-değişim tepkimesiyle PET üretilmiştir. Ester-değişim tepkimeleri, yüksek moleküler kütleli kondensasyon polimeri sentezleme yollarından bir tanesidir.



**Şekil 2.15:** Eser-değişim tepkimeleri

**Kaynak:** Wu vd., 2024



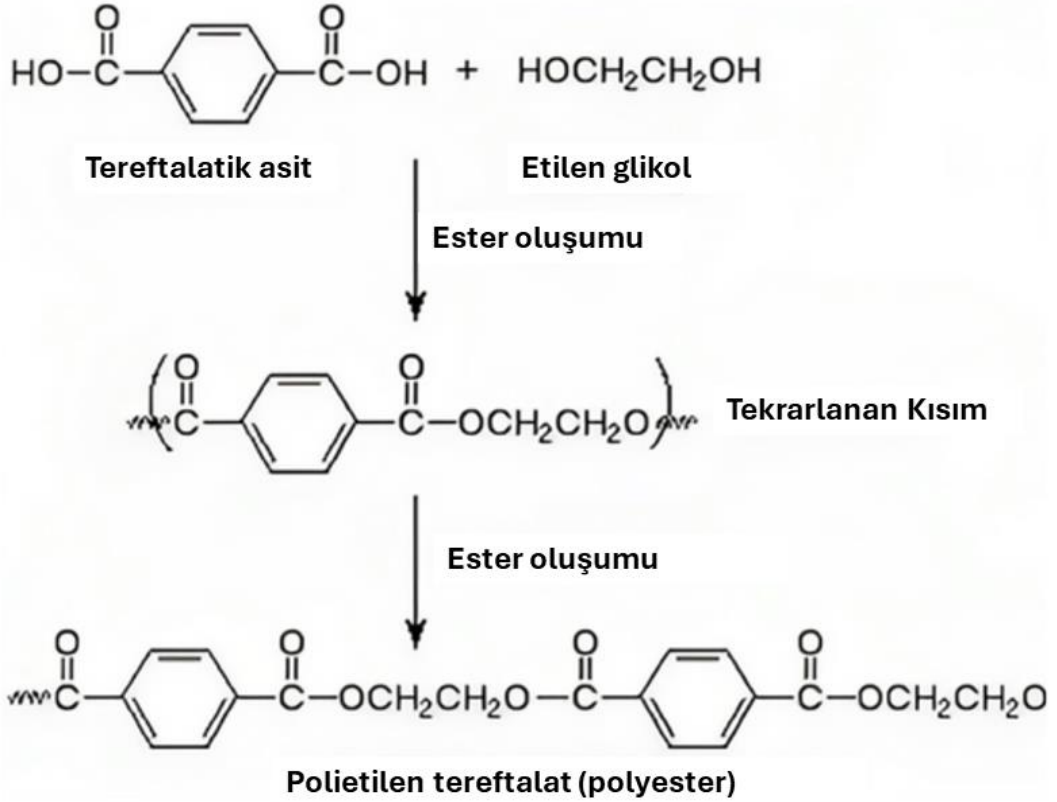
**Şekil 2.16:** Polietilen tereftalat

**Kaynak:** Wu vd., 2024

Bunu önlemek için PET tekniklerinin yüksek teknik uygulamaları, homolitik kırılmayı önlemek için katı polimerizasyon (SSP) ile işlenir. Katıların polimerizasyonu için inert bir atmosfer gereklidir ve SSP, erime noktasının altında çalışır (Ma vd., 2003). Bu

sistem için bileşim çok önemlidir ancak katalizörün de etkisi büyüktür. Özellikle polikondensasyon reaksiyonu için kullanılan iki farklı katalizörün veya farklı oranlardaki kombinasyonların, reaksiyon sırasında PET' in çözelti viskozitesini uzun süre azalttığı veya arttırdığı rapor edilmiştir (Zimmermann, 1984). Reaksiyon koşulları dikkate alınmalıdır. PET sentezi iki farklı adımdan oluşur. Bu iki reaksiyon ilk reaksiyondur. Birinci adımın reaksiyonu sırasında tereftalik asit (TPA), 240 °C ila 260 °C arasındaki bir sıcaklıkta ve 300 ila 500 kPa arasındaki bir basınçta etilen glikol (EG) ile bir esterifikasyon reaksiyonuna girer. İkinci reaksiyon, DMT ile (EG) arasında 150 °C, 180- 210 °C, 140- 220 °C ve 100 kPa'da gerçekleşen bir trans-esterifikasyon reaksiyonudur (Mandal & Dey, 2019). Trans-esterifikasyon reaksiyonu daha çok tercih edilen bir reaksiyondur. Arındırılması daha kolay olduğundan tercih edilir. Bu iki adımın sonucu bis(hidroksietil)tereftalattır (BHET). BHET' in %30 polimerizasyon derecesine ulaşana kadar yapılan işleme ön-polimerizasyon denir. Ön polimerizasyonun reaksiyon koşulları 250-280°C ile 2-3 kPa arasındaydı (Ignatyev vd., 2014). PET sentezinin aşamaları Şekil 2.3 ve Şekil 2.4 'te gösterilmektedir. Üçüncü adım ise son adım olup polimerizasyon derecesinin 100'e çıkarıldığı ve bu işlemin koşullarının 280-290 °C (Coltelli vd., 2007), 270-285 °C (Ma vd., 2003) olduğu ve 50-100 Pa. Son aşama molekül ağırlığının arttığı adımdır. Polimerizasyon reaksiyonu bu aşamada tamamlanacaktır. Bu adım öncesinde moleküler ağırlığın düşük olması nedeniyle bu süreçte üretilen PET' ler, yüksek moleküler ağırlık (MW) uygulamaları gerektirmeyen uygulamalar için önem taşımaktadır. Örnekler liflerdir. Yüksek moleküler ağırlıklı PET üretilecekse katı hal polimerizasyonu (SSP) gereklidir (Mandal & Dey, 2019).

Katı hal polimerizasyonu (SSP), üretilecek polimerin moleküler ağırlığını arttırmanın yanı sıra polimerizasyon derecesini 150' ye çıkarmak için kullanılır. Katı hal polimerizasyonu için çalışma koşulları incelendiğinde, polimerizasyon 100 kPa basınçta ve 200-240 °C' de 200-25 saatte gerçekleşmektedir (Chanda & Roy, 2006). İç viskozitesi  $[\eta]$  0,7-0,81 dl/g olan gradyan PET, 210°C'de yaklaşık 15-20 saat boyunca gradyan PET katı hal polimerizasyonu ile bir uygulama alanı üretilir (Jankauskaite vd., 2008b).



**Şekil 2.17:** Esterleşme reaksiyonuyla PET üretim

**Kaynak** Sahoo & Dash, 2023

PET polimerizasyonunda katalizör kullanımı da esastır. Katalizörler, kimyasal reaksiyonları hızlandıran ve polimerin moleküler ağırlığını düzenleyen maddelerdir. PET üretiminde sıklıkla kullanılan katalizörler arasında antimon trioksit ( $\text{Sb}_2\text{O}_3$ ) ve titanyum bileşikleri bulunur (Lepoittevin vd., 2011). Katalizör seçimi hem reaksiyon hızını hem de üretilen PET polimerinin özelliklerini önemli ölçüde etkileyebilir.

PET polimerizasyon süreci, esterleşme ve polikondensasyon adımlarını içeren ve katalizörlerin modülatif etkisi altında gerçekleşen kompleks bir kimyasal süreçtir. Bu sürecin detaylı anlaşılması ve katalizör seçiminin optimize edilmesi, çeşitli uygulamalar için özelleştirilmiş PET malzemelerinin geliştirilmesine olanak tanır (Shukla vd., 2009). Bu çalışmalar, PET' in endüstriyel uygulamalarını genişletme potansiyeline sahiptir ve polimer biliminin ilerlemesine katkıda bulunur.

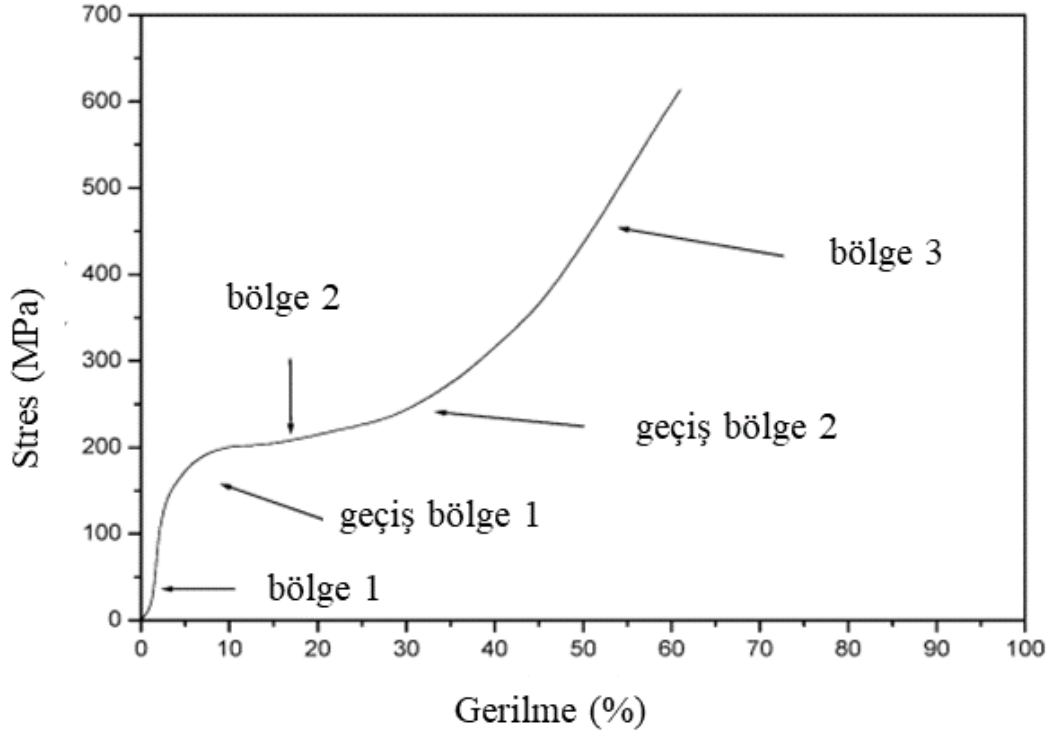
PET polimerizasyonunun etkin ve verimli olabilmesi için özel reaksiyon koşulları şarttır. Bu süreç genellikle 250-300 °C gibi yüksek sıcaklıklarda gerçekleştirilir. Yüksek sıcaklık, polimer zincirlerinin oluşumunu destekler ve reaksiyon sürecini hızlandırır (Denardin & Samios, 2005). Ayrıca, reaksiyon karışımından su gibi yan ürünlerin uzaklaştırılması için vakum koşulları altında yapılması gerekebilir.

Sonuç olarak, PET polimerizasyonu, etilen glikol ve tereftalik asit monomerlerinin birleşerek uzun polimer zincirleri oluşturduğu, sıcaklık ve katalizör kullanımı gibi özel reaksiyon koşullarını gerektiren karmaşık bir süreçtir. Bu sürecin başarılı yönetimi, çeşitli endüstriyel uygulamalarda kullanılmak üzere istenen özelliklere sahip PET malzemelerinin üretimi için kritik öneme sahiptir.

## **2.2.2 PET' in Mekanik ve Reolojik Özellikleri**

### ***a) Mekanik Özellikleri***

Polimerin mekanik özelliklerini anlamak için gerilim-gerinim eğrileri önemlidir. Çekme testinde elde edilen verilerden elastik modül, kırılma mukavemeti, çekme mukavemeti gibi değerler belirlenebilir (Ragaert vd., 2017). Elastik modül, malzemenin elastik bölgesindeki sertliğini gösterirken, kırılma mukavemeti malzemenin kırılma noktasındaki dayanıklılığını ifade eder. Çekme mukavemeti ise malzemenin maksimum dayanma kapasitesini temsil eder (Lepoittevin vd., 2011). Bu değerler polimerin performansını ve kullanım alanlarını belirlemede önemli rol oynar.



**Şekil 2.18:** PET'in tipik bir gerilim-gerinim eğrisi

**Kaynak** Denardin vd., 2005

Ekstrüzyonla yaklaşık 250°C'de üretilen yönlendirilmiş PET filmlerin mekanik özellikleri Tablo 2.2' de gösterilmektedir. PET 250°C'ye maruz bırakıldıktan sonra ekstrüder de yönlendirilmiş yapısı hazırlandı. Bu işlem sonucunda malzeme amorf olarak üretildi. Uygulanan ısı işlem sonrasında malzemenin mekanik özelliklerinin daha iyi olduğu gözlemlenmiştir (Lepoittevi vd., 2011). Amorf malzeme için kopma uzamasının daha yüksek olduğu görülmektedir. Ancak filmlerin kırılma davranış gösterdiğini gözlemler.

**Tablo 2.5:** PET'in genel mekanik özellikleri

Özellikler	Birim	Değerler
Gerilme direnci	MPa	55-75
Çekme Uzaması	%	50-165
Çekme Dayanımı	MPa	22.0-830
Esnek Çekme Dayanımı	MPa	55.3-210
Gerilim modülleri	MPa	2000-4000
Çentikli Darbe Dayanımı	J/m	13-35
Çentiksiz Darbe Dayanımı	J/m	2.67
Darbe Dayanımı	J/m	0,139-100
Nihai Çekme	MPa	40-45
Sertlik	Rocwell R	105-125
Yüzey Sertliği	MPa	117-194
Kopma Direnci	MPa	22.0-830
Kırılma Uzaması	%	1.10-600
Esneklik Modülü	GPa	1.57-5.20
Eğilme Modülü	GPa	0.138-73.8
Akma Uzunluğu	%	3.50-5.83
Sıkıştırma Dayanımı	MPa	20.0-109
Sıkıştırma Modülü	MPa	2.38-2.80
Sürtünme Katsayısı		0.120-0.300
Sürtünme Katsayısı, Statik		0.190-0.400
Yırtılma Noktası	N	15.0-120
Delik Enerjisi	J	12.0-41.0

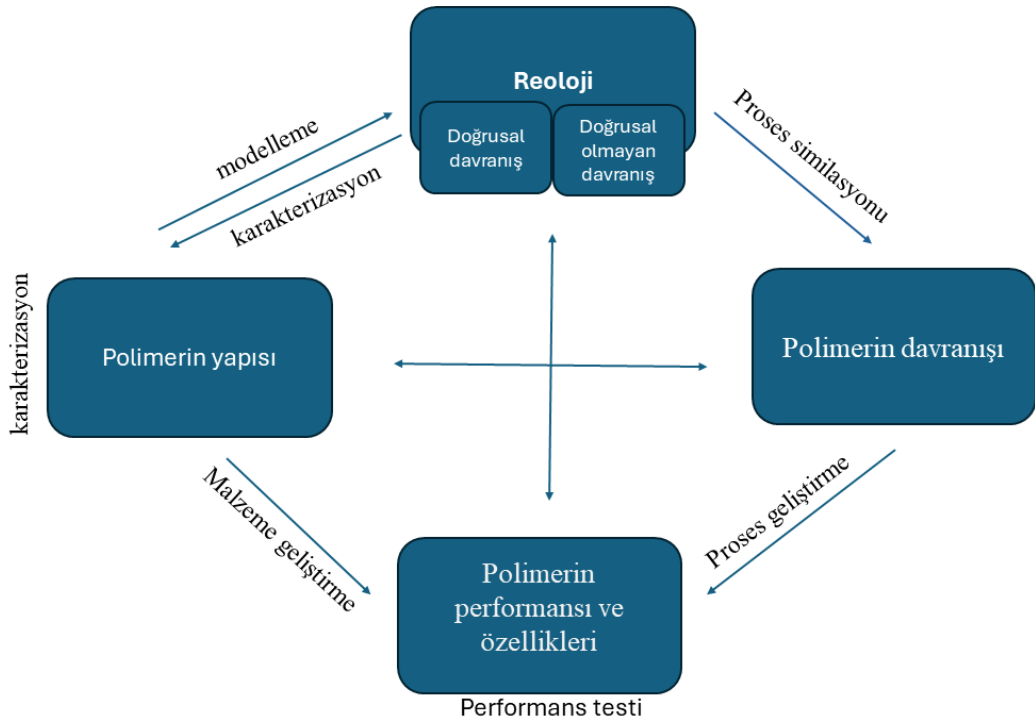
**Kaynak:** Lepoittevin & Roger, 2011

Mekanik özellikler açısından PET, yüksek çekme mukavemeti, sertlik ve boyutsal stabilite sergiler. Bu özellikler, PET' i yapısal uygulamalar için ideal bir malzeme yapar. PET' in mekanik özellikleri, şişeler, elyaflar, filmler ve otomotiv bileşenleri gibi geniş bir ürün yelpazesinde kullanılmasını sağlar (Ragaert vd., 2017).

PET, yüksek gerilme mukavemeti ve darbe dayanıklılığı ile öne çıkar. Bu özellikler, onu ambalaj malzemeleri, tekstil elyafları ve mühendislik bileşenleri gibi alanlarda ideal kılar. Mekanik strese ve deformasyona karşı üstün dayanıklılığı, PET' in endüstriyel kullanımlarını artırır.

### b) Reolojik Özellikleri

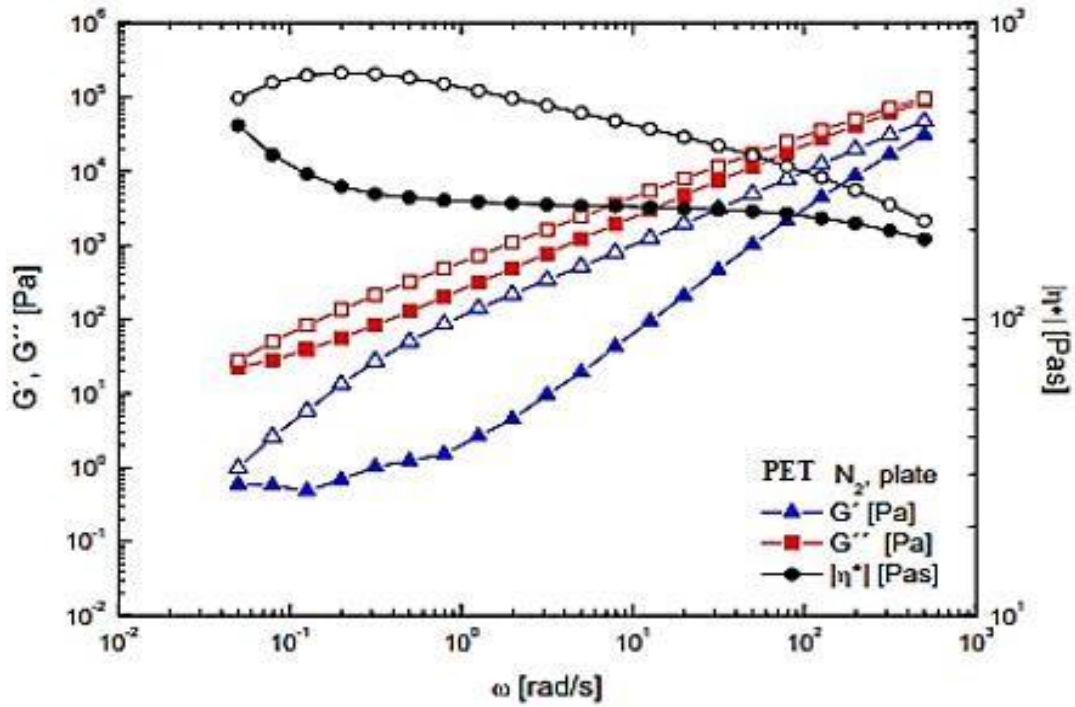
Reoloji bilimi, polimerik malzemelerin erimiş halde işlenme yeteneğini tanımlar ve moleküler özellikler üzerindeki etkisini detaylı bir şekilde inceler (Ferry, 1980). Polimerler, viskoelastik davranış sergileyen makromoleküler yapılar olarak tanımlanabilir. Viskoelastik davranış, viskoz ve elastik malzeme davranışının birleşimi olarak açıklanabilir.



Şekil 2.19: Polimerlerin reolojik davranışı

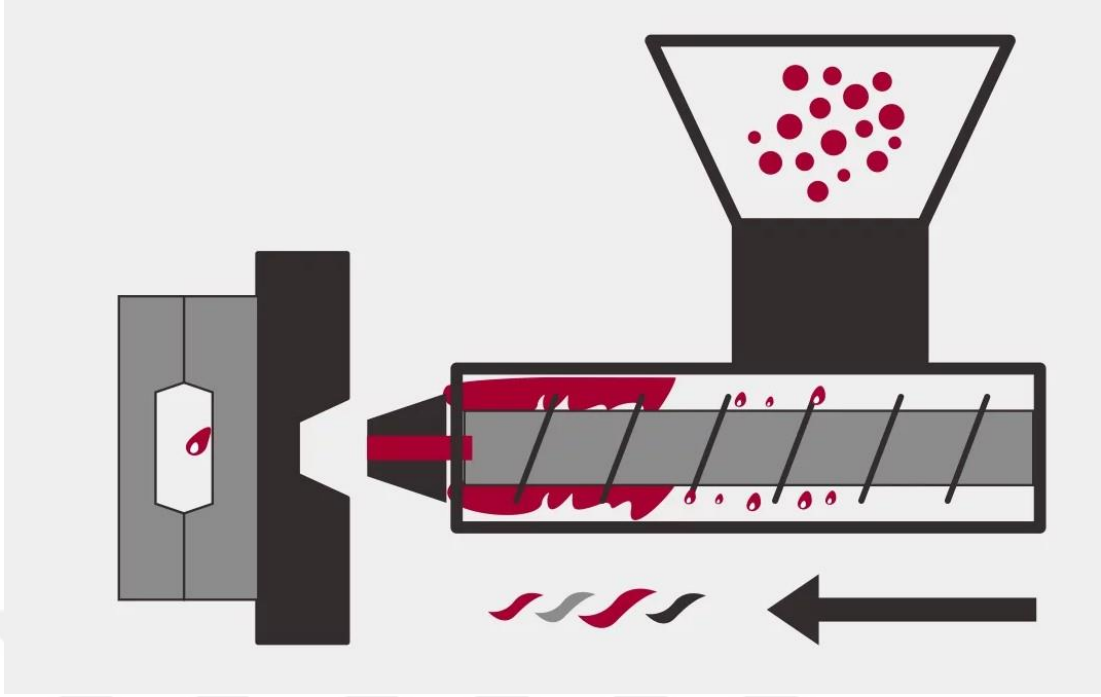
Kaynak: Akdevelioğlu vd., 2024

Molekül ağırlığının artmasıyla serbest hacmin azaldığı linear viskoelastik davranışta sürtünme ve gevşeme süreleri artar, bu da viskozitenin artmasına yol açar (Trinkle vd., 2002). Elastik ve viskoz kısımların dinamik ölçümlerle belirlenebildiği viskoelastik yapıda depolama ve kayıp modülleri ile kayıp açısı önemli rol oynar. Yüksek deformasyon hızlarında polimerik malzemelerde doğrusal olmayan davranışlar görülür ve uzama özellikleri işlenebilirlik üzerinde belirleyici olabilir. PET' in yapısının belirlenmesinde polikondensasyon ve transesterifikasyon reaksiyonları önemlidir (Winter vd., 1986). Yapılan çalışmalar, PET' in viskozite davranışının zamanla değiştiğini ve termal koşullar altında farklılıklar gösterdiğini göstermektedir. Reolojik ölçümler, PET' in depolama ve kayıp modüllerini incelerken zaman kaydırma faktörü ve kompleks viskozite gibi parametreleri kullanır (Incarnato vd., 2000). Bu çalışmalar, polimerik malzemelerin karmaşık davranışlarını anlamak ve işleme özelliklerini belirlemek için önemli bilgiler sağlar.



**Şekil 2.20:** Başlangıçta azalan (500 rad.s<sup>-1</sup> ila 0,05 rad.s<sup>-1</sup>, kapalı semboller) ve ardından artan (0,05 rad.s<sup>-1</sup> ila 1) için depolama modülü (üçgenler), kayıp modülü (kareler) ve karmaşık viskozite (daireler) N<sub>2</sub>'de sıkıştırılarak kalıplanmış bir PET numunesi için 500 rad.s<sup>-1</sup>, boş semboller)

**Kaynak:** Kruse, 2017



**Şekil 2.21:** Polietilen tereftalat enjeksiyon makinasında reoloji davranışı

**Kaynak:** Wong vd., 2024

Plastiğin reolojik özelliği iyi değilse Şekil 2.21’de gösterildiği gibi enjeksiyon kalıplama parçalarında kabarcık, büzülme delikleri, çatlaklar vb. kusurlara yol açabilir. Bu nedenle, enjeksiyon plastiğinin reolojik araştırmasında, en iyi enjeksiyon parametrelerini seçmek, ürünlerin kalitesini sağlamak ve üretim verimliliğini artırmak için türü, bileşimi, işleme koşullarını ve diğer faktörleri dikkate almak gerekir (Liu vd., 2004).

Plastik, doğru akma özelliklerine sahip olmalıdır; aksi takdirde enjeksiyon kalıplama sürecinde istenmeyen sonuçlar ortaya çıkabilir. Bu tür reolojik sorunlar, enjeksiyon kalıplama parçalarında kusurlara yol açabilir ve ürünlerin kalitesini olumsuz etkileyebilir. Dolayısıyla, enjeksiyon plastiklerinin reolojik incelenmesi önemlidir ve en uygun parametrelerin belirlenmesi ürün kalitesi ve verimliliği açısından hayati öneme sahiptir.

Polimerik malzemenin davranışı, çözelti veya eriyik haldeyken zaman, sıcaklık ve moleküller arası kuvvetlere bağlıdır. Özellikle ester grubunun varlığı, polimerin davranışını belirleyen önemli bir faktördür ve yapısı detaylı bir şekilde incelenmelidir. PET, bir polyesterdir ve genellikle bir alkol grubu ile bir asit grubunun reaksiyonu sonucu oluşur (Nofar vd., 2019). Bu reaksiyon tersinir olduğundan suyun

uzaklaştırılması gereklidir, çünkü su polimerde hidrolize neden olabilir ve yapıya zarar verebilir. PET' in yapısı polikondensasyon ve transesterifikasyon reaksiyonlarıyla belirlenir. Yapılan çalışmalar, PET' in viskozite davranışının zamanla değiştiğini ve farklı atmosfer koşullarında farklı sonuçlar elde edildiğini göstermektedir (Jankauskaite vd., 2008b). Reolojik ölçümler, PET' in termal davranışını incelemek için önemli bir araçtır ve yapılan çalışmalar PET' in erime özelliklerindeki değişiklikleri anlamamıza yardımcı olur. Matthias Kruse ve ark., termal maruziyetin PET' in yapısındaki değişiklikleri nasıl etkilediğini araştırdılar ve nitrojen atmosferinin etkilerini incelediler (Kruse, 2017). Sonuçlar, PET' in viskozite davranışının karmaşık olduğunu ve frekans bağımlılığının göz ardı edilmemesi gerektiğini göstermektedir.

### 2.2.3 PET' in Kimyasal Özellikleri

Kimyasal direnç açısından PET, asitler, bazlar, alkoller ve yağlar gibi geniş bir kimyasal yelpazeye karşı dayanıklıdır. Bu özellik, PET' i paketlenme, otomotiv ve elektronik gibi farklı endüstrilerde tercih edilen bir malzeme yapar. PET' in kimyasal bozulmaya karşı direnci, malzemenin zorlu koşullarda bile bütünlüğünü ve dayanıklılığını korumasını sağlar. PET' in kimyasal direncini artıran önemli bir özellik ise hidrofobik yapısıdır (Shukla vd., 2009). Bu yapı, su ve diğer polar maddeleri itme eğilimindedir, bu da PET' i nem emiliminden ve kimyasal saldırılardan korur. PET' in bu hidrofobik özelliği, onu sulu çözeltiler, asitler, alkaliler ve diğer polar solventlere karşı oldukça dirençli yapar.

**Tablo 2.6:** PET' in kimyasal özellikleri

Özellikler	Değer
Cam değişim ısısı	59 °C
Moleküler ağırlık	7250
Epoksi Eşdeğer Ağırlık	310 g/mol

**Kaynak:** Liu vd., 2004

Kimyasal inertlik, bir malzemenin çeşitli kimyasallarla temas halinde bile kimyasal reaksiyonlara girmeme yeteneğidir. PET, ester bağları aracılığıyla bir araya gelen

tekrar eden etilen tereftalat üniteleri sayesinde bu yüksek derecede inertliği kazanır. Bu ester bağları, PET' e hem stabilite kazandırır hem de kimyasal bozunmalara karşı bir kalkan oluşturur, bu da onu özellikle agresif kimyasalların bulunduğu ortamlar için ideal bir seçenek haline getirir (Shukla vd., 2009).

PET' in kimyasal inertliğini pekiştiren önemli bir özellik, onun sıkı moleküler yapısıdır. PET' in lineer polimer zincirleri, reaktif gruplar içermeyen sıkı bir yapıda düzenlenmiştir, bu da dış maddelerle kimyasal etkileşim olasılığını minimuma indirir. Bu yapısal özellik, PET' i asitler, bazlar, solventler ve diğer aşındırıcı kimyasallara karşı oldukça dirençli kılar ve malzemenin zorlu kimyasal ortamlarda uzun ömürlü olmasını sağlar (Chang vd., 2024).

PET, ambalaj sektöründe, gıda, içecek ve ilaç gibi hassas ürünlerin korunmasında kritik bir rol oynar. Kimyasal direnci sayesinde PET ambalajlar, içerikleri kimyasal bozulmaya karşı koruyarak ürünlerin kalitesini ve raf ömrünü uzatır. Otomotiv endüstrisinde ise PET' in kimyasal direnci, araç içinde kullanılan yakıtlar, yağlar ve soğutucular gibi kimyasallara karşı dayanıklılık sağlar. PET bileşenleri, motor kapakları, yakıt depoları ve iç kaplamalar gibi, kimyasal etkilere karşı dirençli olarak tasarlanmıştır, bu da araçların performansını ve ömrünü artırır. Elektronik alanında PET, cihazların nem, kimyasallar ve sıcaklık değişikliklerine karşı korunmasında önemli bir rol oynar. PET bileşenleri ve filmler, elektronik cihazların izolasyonunu ve korunmasını sağlayarak, aşındırıcı maddelerin varlığında bile performans ve işlevselliklerini korur.

#### **2.2.4 PET Fiziksel Özellikleri**

PET, geniş kullanım alanlarına sahip, fiziksel özellikleriyle dikkat çeken bir polimerdir. Bu tezde, PET' in mekanik direnci, termal kararlılığı, şeffaflığı, bariyer özellikleri ve boyutsal stabilitesi gibi fiziksel özellikleri, PET' in çeşitli endüstrilerde nasıl ve neden tercih edildiğini kavramak için elzemdir.

Termal kararlılık, geniş bir sıcaklık aralığında stabilitesini koruyarak termal direnç gösterir. Camsı geçiş sıcaklığının yüksek olması, yüksek sıcaklıklarda bile yapısal bütünlüğünü muhafaza etmesini sağlar. Bu özellik, termal dayanıklılık gerektiren uygulamalarda PET' in tercih edilmesine yol açar.

**Tablo 2.7:** Polietilen tereftalat fiziksel özellikleri

Özellikler	Birim	Değerler
Yoğunluk	g/cm <sup>3</sup>	0.0700-2.50
Su Emilim	%	0.0200-0.800
Dengede Nem Emilim	%	0.0400-0.600
Doymuş Durumda Su Emilimi	%	0.400-0.700
Parçacık Boyutu	µm	2500-3500
Su Buharı İletimi	g/m <sup>2</sup> /gün	0.490-6.00
Oksijen Taşıma	cc-mm/m <sup>2</sup> -24sa-atm	5.10-23.0
Oksijen Geçirgenlik Oranı	cc/m <sup>2</sup> /gün	2.00-20.0
Viskozite Testi	Cm <sup>3</sup> /g	62.0-86.0
Viskozite Numarası	Cm <sup>3</sup> /g	0.800-85.0
Maksimum Nem İçeriği		0.0100-0.400
Kalınlık	µ	100-1200
Ergime Akışı	g/10 dk	3.50-70.0

**Kaynak:** Shukla vd., 2009

PET' in olağanüstü şeffaflığı, optik netlik gerektiren uygulamalarda onu vazgeçilmez kılar. Işığı etkin bir şekilde ileten bu malzeme, ambalaj sektöründe ve şeffaf tüketim ürünlerinde tercih edilir. Görsel estetik ve içeriğin net görünürlüğü, PET' i ambalaj ve tüketim ürünlerinde popüler bir seçenek yapar (Sarwar vd., 2024).

Bariyer özellikleri, PET' e gaz ve nem geçirgenliğine karşı mükemmel direnç sunar. Bu bariyer özellikleri, ürün koruma ve raf ömrünü uzatma açısından kritik öneme sahiptir. Gıda ambalajı ve ilaç ambalajı gibi alanlarda PET, içeriklerin tazeliğini ve kalitesini koruma konusunda güvenilir bir seçenektir.

Boyutsal kararlılık, PET, çeşitli çevresel koşullarda boyut ve şekil stabilitesini korur. Büzülme, genleşme ve bükülmeye karşı dirençli olması, hassas uygulamalarda

güvenilirlik sağlar. Bu özellik, mühendislik bileşenleri ve doğru ölçülerin kritik olduğu diğer uygulamalarda PET' in tercih edilmesine neden olur.

PET' e işlenebilirlikte enjeksiyon kalıplama, ekstrüzyon ve şişirme kalıplama gibi çeşitli işleme teknikleri ile uyumlu olup, çeşitli şekil ve boyutlarda ürünlerin üretimine olanak tanır. Bu işlenebilirlik, üretim süreçlerinde esneklik ve maliyet etkinliği sağlar.

Geri dönüştürülebilirlikte ise PET, çevre dostu bir malzeme olarak dikkat çeker; mekanik ve kimyasal işlemler aracılığıyla etkili bir şekilde geri dönüştürülebilir. Geri dönüştürülmüş PET (rPET), atık miktarını azaltır ve kaynakların sürdürülebilir kullanımını teşvik eder.

### a) Optik Özellikleri

PET şeffaflık, parlaklık, renk stabilitesi ve UV direnci gibi öne çıkan optik özellikleri sayesinde, geniş bir uygulama yelpazesinde tercih edilen bir polimerdir (Shah vd., 2024)

**Tablo 2.8:** Polietilen tereftalat optik özellikleri

Özellikler	Birim	Değerler
Kırılma İndeksi		1.57-1.59
Sis	%	0.300-40.0
Parlaklık	%	108-166
Transparanlık, Görünürlük	%	67.0-99.0

**Kaynak:** Shah vd. 2024

**Şeffaflık:** PET, ışığın yüksek oranda geçişine izin veren cam benzeri bir şeffaflığa sahiptir. Bu özellik, malzemenin, içeriğin kolayca görülebilmesini sağlayarak ambalaj sektöründe özellikle değerlidir. Ayrıca, bu şeffaflık sayesinde, PET, optik lensler ve pencereler gibi uygulamalarda da tercih edilen bir malzeme haline gelmiştir.

**Parlaklık:** PET, yüksek parlaklık seviyesi ile ışığı etkin bir şekilde yansıtarak estetik bir çekicilik sunar. Bu parlaklık, özellikle ambalajlama ve etiketlerde ürünün görsel

algısını güçlendirir ve tüketicinin dikkatini çekmeyi başarır. PET' in sağladığı bu parlak yüzey, tüketici ürünlerinin genel estetik değerini artırarak, pazarlama ve marka imajı açısından önemli bir rol oynar.

**Renk Kararlılığı:** PET, renklerin solma, sararma veya bozulma olmadan uzun süre korunmasını sağlayan mükemmel bir renk stabilitesine sahiptir. Bu özellik, dış mekan tabelaları ve otomotiv bileşenleri gibi çevresel faktörlere maruz kalan uygulamalarda malzemenin estetik bütünlüğünü korumasını sağlar. PET' in bu renk koruma kabiliyeti, ürünlerin estetik kalitesini uzun süre muhafaza etmesine olanak tanır.

**UV Direnci:** PET, ultraviyole radyasyona karşı yüksek direnç gösterir, bu da malzemenin güneş ışığına maruz kaldığında sararmasını, solmasını ve bozulmasını önler. Bu UV direnci, dış mekan uygulamaları ve güneş ışığına direkt maruz kalabilecek ambalaj malzemeleri için idealdir. PET' in UV direnci, malzemeyi dış mekân koşullarına karşı daha dayanıklı hale getirerek, uzun vadeli kullanım ve sürdürülebilir performans sağlar.

Sonuç olarak, polietilen tereftalatın (PET) optik özellikleri, onu çeşitli endüstriyel ve tüketici uygulamaları için vazgeçilmez bir malzeme yapmaktadır. PET' in şeffaflık, parlaklık, renk stabilitesi ve UV direnci gibi özellikleri, performans ve estetik gereksinimleri karşılamada büyük bir rol oynar. Bu özelliklerin derinlemesine anlaşılması, PET'in benzersiz avantajlarından yararlanarak, çeşitli uygulamalarda maksimum potansiyelinin ortaya çıkarılmasını sağlar. Bu çalışma, PET' in optik özelliklerinin kapsamlı bir değerlendirmesini sunarak, bu özelliklerin uygulamalardaki etkilerini ve önemini vurgulamaktadır.

### **2.2.5 PET Termal Özellikleri**

Termal stabilite konusunda PET, yaklaşık 250-260 °C' lik bir erime noktasına sahiptir. Bu yüksek erime noktası, PET' in yüksek sıcaklıklarda şeklini korumasını ve bozulmadan kullanılmasını mümkün kılar. Bu özellik, PET' i özellikle elyaf, film ve mühendislik plastikleri üretimi gibi sıcaklık dayanımı gerektiren uygulamalar için uygun kılar. Ayrıca, PET' in termal stabilitesi, malzemenin birçok kez eritilip yeniden işlenmesine olanak tanıyarak geri dönüşümüne katkı sağlar.

PET, çok yönlülüğü ve dikkat çekici termal nitelikleriyle ön plana çıkan, geniş bir kullanım alanına sahip bir polimerdir.

**Tablo 2.9:** Polietilen tereftalat termal özellikleri

Özellikler	Birim	Değerler
Özgül Isı Kapasitesi	J/g-°C	1.00-1.50
Isıl İletkenlik	W/m-K	0.190-0.290
Erime Noktası	°C	200-260
0.46 MPa Sapma Sıcaklığı	°C	66.0-250
1.8 MPa Sapma Sıcaklığı	°C	60.0-230
Vicat Yumuşama Noktası	°C	74.0-85
Camsı Geçiş Sıcaklığı, T <sub>g</sub>	°C	70.0-82
Oksijen İndeksi	%	22.0-25.0

**Kaynak:** Klingler vd., 2024

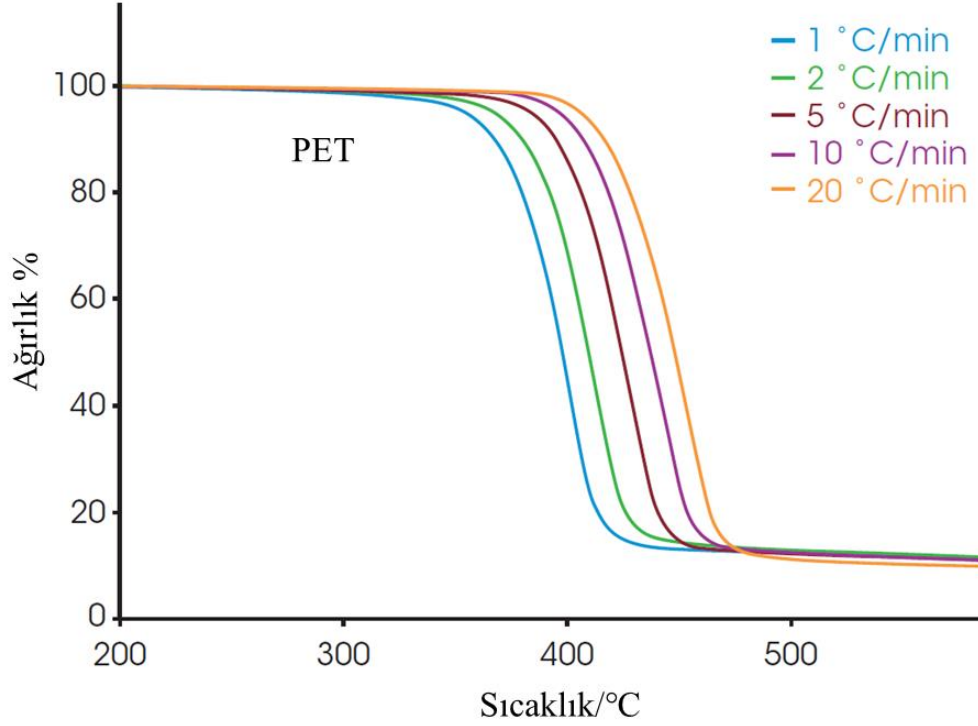
TGA kinetik analizinde, bir numunenin dönüşümü ( $\alpha$ ), gerçek kütle kaybının bir bozunma prosesinin toplam kütle kaybına oranıdır ve Denklem 2.2 kullanılarak hesaplanır.

$$\alpha = \frac{W_i - W}{W_i - W_f}$$

(2.2)

- $W$  = Bozunma sırasında herhangi bir noktada numune ağırlığı
- $W_i$  = Başlangıç ağırlığı
- $W_f$  = Son ağırlık

PET, beş farklı ısıtma oranındaki ağırlık kaybı profilleri Şekil 2.22’de gösterilmektedir. Bu termal eğrilerin her birinden, sabit bir dönüşümdeki mutlak sıcaklık belirlenmiştir (Zhan vd., 2024). İnert ortam nedeniyle her numunede kömür kalıntısı kaldığına ve dönüşüm yüzdesi hesaplamasında dikkate alındığına dikkat edilmiştir.



**Şekil 2.22:** Polietilen tereftalat ısıtma oranında ağırlık kaybı

**Kaynak:** Zhan vd., 2024

Şekil 2.23’ de gösterilen izodönüşüm sıcaklıklarının tersine göre ısıtma hızının logaritmasının grafikleri, aktivasyon enerjisini belirlemek için kullanılmıştır. Bu eğrilerin eğimleri her dönüşüm yüzdesi için aktivasyon enerjisini hesaplamak amacıyla Denklem 2.3’ de kullanılmıştır.

$$E = \frac{-R}{b} \left[ \frac{d \log \beta}{d(1/T)} \right]$$

(2.3)

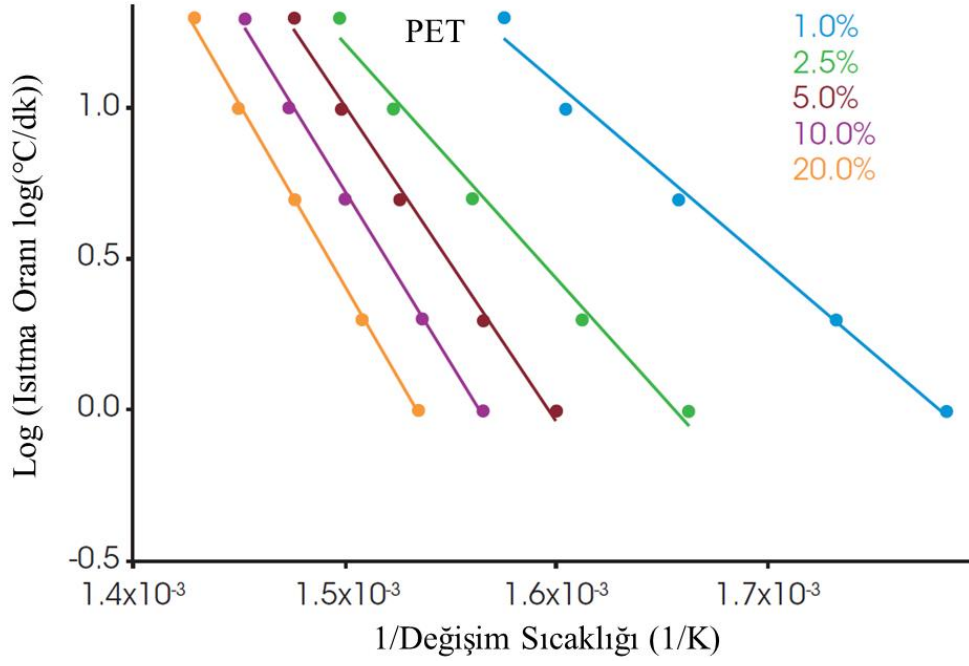
- $E = \text{aktivasyon enerjisi (J/mol)}$
- $R = \text{gaz sabiti (8,314 J/mol K)}$
- $T = \text{sabit dönüşümde sıcaklık (K)}$
- $b = \text{ısıtma hızı (K/dak)}$
- $b = \text{sabit, yaklaşık türev (0,457)}$

Bir polimer numunesinin ayrışmasını değerlendirirken bir "Log Isıtma Hızı" eğrisi bilgilendirici olabilir (Islam vd., 2024). Ayrıştırma mekanizması her izodönüşüm düzeyinde aynı olduğunda çizgiler eşdeğer eğimlerle paralel olacaktır. Düşük dönüşüm seviyelerinde, sistemden ayrılan küçük uçucu maddelerden kaynaklanan ağırlık kaybı nedeniyle eğimler eşleşmeyebilir. Sonuç olarak, ayrışmanın aktivasyon enerjisinin analizi genellikle biraz daha yüksek bir dönüşüm seviyesinde gerçekleştirilir; burada ağırlık kaybı, numunenin termal bozulmasına daha güvenli bir şekilde atfedilebilir. Yaygın olarak kullanılan dönüşüm düzeyi %5' tir.

%5' lik bir dönüşümde PET ve termal bozunması için aktivasyon enerjisi sırasıyla 210,6 ve 213,9 kJ/mol olarak hesaplanmıştır. Bu, farklı hammaddelerden elde edilmesine rağmen, polimer bozunmasının, ister geri dönüştürülmüş ister işlenmemiş malzemeden elde edilmiş olsun, her iki parti için de aynı olduğunu göstermektedir.

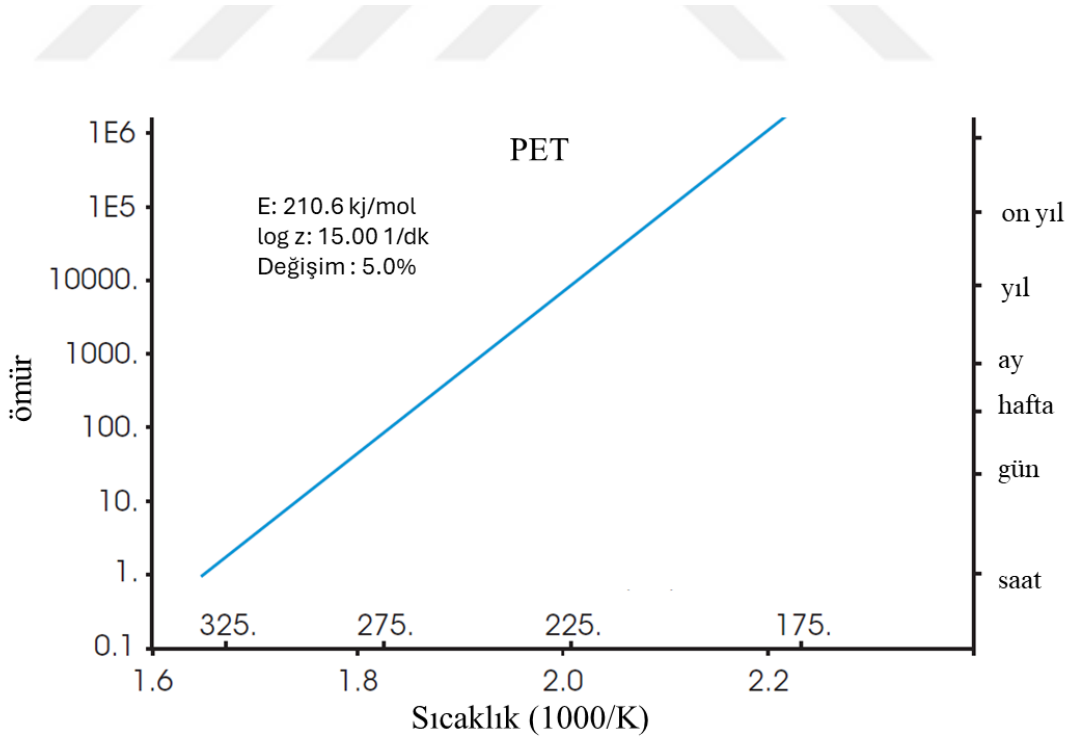
Hesaplanan aktivasyon enerjisi, ömür boyu termal stabiliteyi belirlemek için kullanılabilir. Sonuçta ortaya çıkan grafikler, zamanın ve sıcaklığın bir fonksiyonu olarak malzemenin termal stabilitesini tahmin eden Şekil 2.24' te gösterilmektedir.

İki veya daha fazla malzeme için RTI, ortak bir termal ömür seçilerek ve her sistemin belirlenen ömür boyunca belirlenen dönüşüme ulaşması için arıza sıcaklığının ( $T_f$ ) hesaplanmasıyla belirlenebilir. Şekil 2.24' ten PET' in beş yılda (43800 saat) %5 dönüşüme ulaşmasındaki başarısızlık sıcaklığının 208 °C olduğu hesaplanmıştır.



**Şekil 2.23:** Polietilen tereftalat ısıtma hızının logaritması

**Kaynak:** Zhan vd., 2024



**Şekil 2.24:** Polietilen tereftalat 5 yılda %5 dönüşümü

**Kaynak:** Zhan vd., 2024

### ***a) Termal İletkenliđi***

Isıyı iletme kabiliyeti, bir malzemenin termal performansını belirleyen kritik ölçütlerden biridir. PET, metallerle kıyaslandığında görece düşük bir ısı iletkenliğe sahip olmasına rağmen, bu özellik onu ısı yalıtımı, dağıtımı ve kontrolü gerektiren pek çok uygulama için ideal kılar. PET' in termal iletkenliği, onun moleküler yapısı, kristalliliđi ve katkı maddeleri gibi faktörlere bađlı olarak deđişkenlik gösterir (Khan vd., 2024).

Bu orta seviye ısı iletkenlik, PET' i elektrik izolasyonu, termal paketleme ve ısı eşanjörleri gibi ısı transferi gerektiren uygulamalar için uygun bir materyal haline getirir. PET' in ısıyı etkin bir şekilde yönetme ve sıcaklık stabilitesini muhafaza etme kapasitesi, termal yönetimin kritik olduđu durumlarda büyük önem taşır. PET, ısıyı etkili bir şekilde taşıırken aynı zamanda yalıtım sağlama özelliđi ile termal yönetim uygulamalarında çeşitlilik sunar.

### ***b) Isı Kapasitesi***

Isı kapasitesi, bir malzemenin sıcaklığını bir derece santigrat artırmak için gereken enerji miktarını ifade eder. PET, göreceli olarak yüksek bir ısı kapasitesine sahiptir, bu da onun büyük miktarda ısıyı emip depolayabileceđi anlamına gelir. PET'in ısı kapasitesi, moleküler ađırlık, kristallik derecesi ve işleme koşulları gibi unsurlarla şekillenir (Manjunathan vd., 2024).

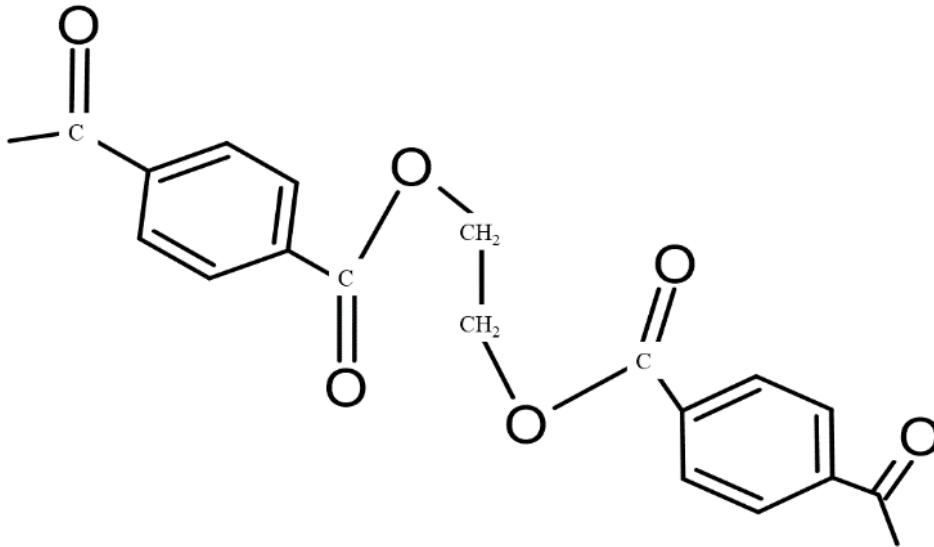
Yüksek ısı kapasitesi, PET' i termal tamponlama, enerji depolama ve sıcaklık düzenlemesi gerektiren uygulamalar için uygun kılar. PET' in ısıyı verimli bir şekilde emme ve bırakma kabiliyeti, onu ısı yalıtımı, gıda paketlemesi ve termal enerji depolama sistemleri gibi alanlarda tercih edilen bir materyal yapar. PET' in ısı kapasitesini anlamak, termal istikrar, enerji verimliliđi ve sıcaklık kontrolü gerektiren uygulamalarda onun performansını optimize etmek için zorunludur. Isı iletkenliği ve ısı kapasitesi, her ne kadar farklı termal özellikler olsa da bir malzemenin termal davranışını anlamada birbirlerini tamamlayıcı roller üstlenirler (Manjunathan vd., 2024). PET' in orta düzeydeki ısı iletkenliği, ısıyı etkin bir şekilde taşımasına imkan tanırken, yüksek ısı kapasitesi ise ısıyı verimli bir şekilde emip depolamasını sağlar.

Bu denge, PET' in termal yönetim, ısı dağıtımı ve sıcaklık kontrolü gerektiren uygulamalarda üstün performans sergilemesine olanak tanır. PET' in bu eşsiz termal özellikler kombinasyonu, onu güvenilir, dayanıklı ve enerji açısından verimli

çözümler sunan çeşitli uygulamalar için ideal bir materyal yapar. Mühendisler ve tasarımcılar, PET' in termal özelliklerinden yararlanarak, modern endüstrilerin ve tüketici pazarlarının ihtiyaçlarını karşılayacak yenilikçi ürünler geliştirebilirler.

### c) Camı geçiş sıcaklığı

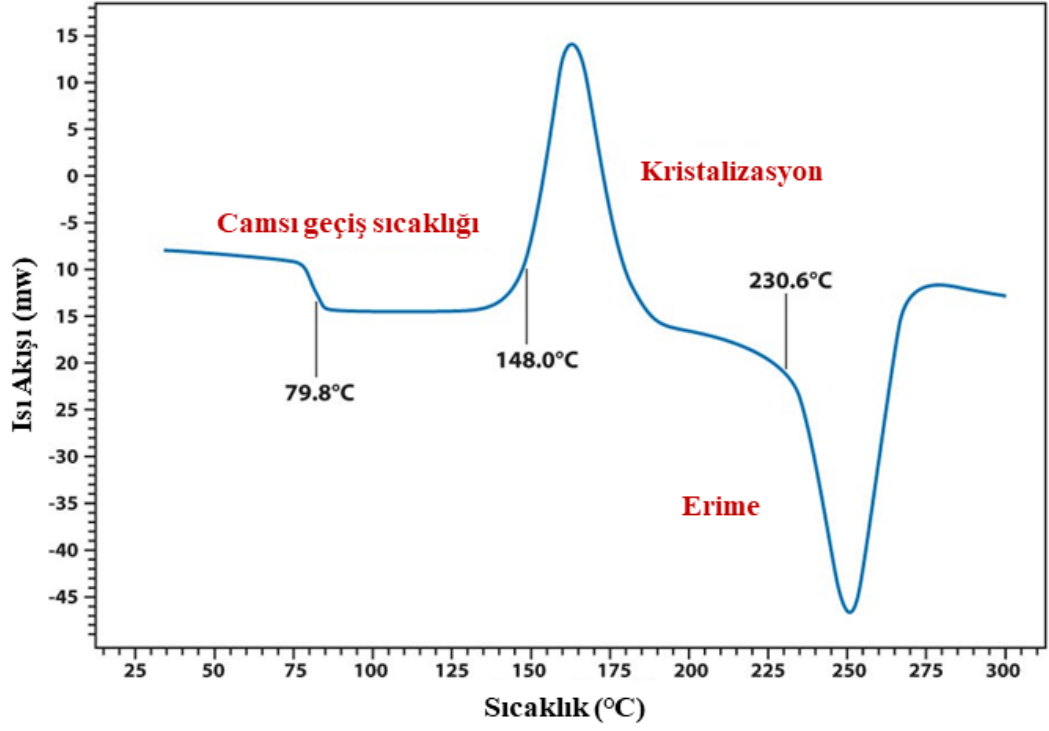
PET, termal özellikleri bakımından üstün bir polimer olarak öne çıkar. PET' in erime sıcaklığı; 250 ila 260 °C aralığında bir erime sıcaklığına sahiptir. Bu yüksek erime noktası, PET' i yüksek sıcaklıklara maruz kalan uygulamalarda ideal bir malzeme yapar. PET' in bu özelliği, sıcak doldurma teknikleri, otomotiv parçaları ve endüstriyel bileşenler gibi çeşitli alanlarda kullanılmasını mümkün kılar (Pintos vd., 2024). Bu yüksek erime sıcaklığı, PET' in yapısal bütünlüğünü ve dayanıklılığını korumasına olanak tanır, böylece yüksek sıcaklıklar altında bile deformasyona uğramadan kullanılabilir.



**Şekil 2.25:** Polietilen tereftalat yapısı

**Kaynak:** Araştırmacı tarafından oluşturulmuştur.

PET' in cam geçiş sıcaklığı; için belirlenen cam geçiş sıcaklığı, genellikle 65 ila 75 °C arasında değişir. Bu sıcaklıkta, PET daha yumuşak ve esnek bir yapıya bürünür. Bu özellik, PET' in işlenmesini ve şekillendirilmesini kolaylaştırırken, aynı zamanda düşük sıcaklıkta yüksek mukavemet ve sertlik sağlar. Cam geçiş sıcaklığı, PET' in kullanım alanlarını genişletir ve özellikle yapısal uygulamalar ve ambalajlama sektöründe önemli bir rol oynar (Gao vd., 2024).



**Şekil 2.26:** Polietilen tereftalat camsı geçiş sıcaklığı

**Kaynak:** Bashirgonbadi vd., 2024

PET' in termal stabilitesi; termal bozunmaya karşı yüksek direnç gösterir. Bu termal stabilite, PET' in gıda ambalajları, otomotiv bileşenleri ve elektrik yalıtım malzemeleri gibi çeşitli uygulamalarda güvenle kullanılmasını sağlar. PET, uzun süreli yüksek sıcaklık maruziyetine karşı mekanik özelliklerini koruyabilir, bu da onu sıcaklık dalgalanmalarının yoğun olduğu uygulamalarda ideal kılar.

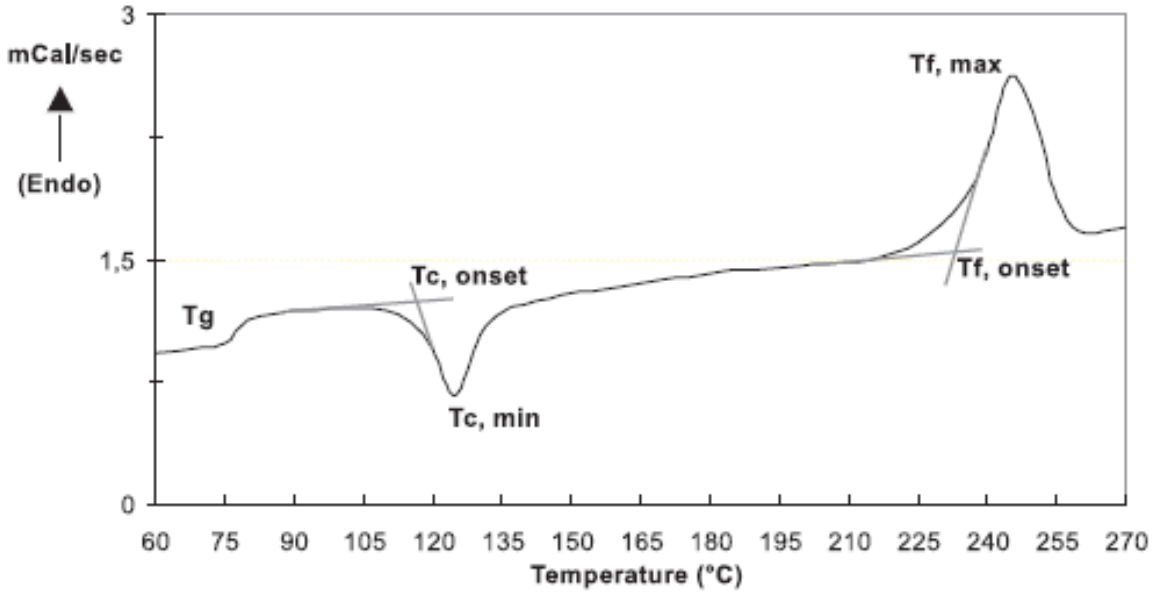
#### ***d) Termal genleşme***

PET, termal genleşme ve ısıl işleme tepkileri açısından üstün özelliklere sahip olan çok yönlü bir polimerdir. Bu özellikler, ambalaj, otomotiv, tekstil ve elektronik gibi endüstrilerde PET' in kullanımını optimize etmek için kritik öneme sahiptir.

**Tablo 2.10:** Eriyikten söndürüldükten sonra ikinci ısıtma işlemi sırasında kaydedilen işlenmemiş PET' in DSC sonuçları

	T <sub>g</sub> (°C)	T <sub>c,onset</sub> (°C)	T <sub>c,min</sub> (°C)	ΔH <sub>c</sub> (Jg <sup>-1</sup> )	T <sub>m,onset</sub> (°C)	T <sub>m,max</sub> (°C)	ΔH <sub>m</sub> (Jg <sup>-1</sup> )	X <sub>c</sub> (wt. %)
İlk Isıtma Çalışması	-	-	-	-	238	245	63	46
İkinci Isıtma Çalışması	81	141	160	15	229	243	22	5

**Kaynak:** Alkhazali vd., 2024



**Şekil 2.27:** Eriyikten söndürüldükten sonra ikinci ısıtma işlemi sırasında kaydedilen işlenmemiş PET' in DSC termogramı

**Kaynak:** Nofar vd., 2019

PET, 60 ila 70  $\mu\text{m}/\text{m}\cdot\text{K}$  arasında değişen düşük bir termal genişleme katsayısına sahiptir, bu da sıcaklık değişikliklerine karşı boyutlarında minimal değişiklik

gösterdiğini belirtir. Bu düşük termal genleşme, PET' i geniş sıcaklık aralıklarında boyutlarını ve formunu koruyabilen stabil bir malzeme yapar. PET' in termal genleşme davranışı, moleküler yapı, kristallik oranı ve işleme koşulları gibi faktörlere bağlı olarak değişiklik gösterir. Amorf haliyle PET, düzensiz moleküler düzenlemeler nedeniyle daha yüksek bir genleşme gösterirken, kristalin yapı daha az genleşme sergiler. Bu özellikler, optik bileşenler, elektronik cihazlar ve yapısal bileşenler gibi hassas uygulamalar için PET' in kullanılmasını tercih sebebi yapar (Alkhazali vd., 2024).

PET' in termal işlem tepkimeleri, yapısal ve performans özelliklerini iyileştirmek amacıyla çeşitli ısıtma işlemlere tabi tutulabilir. Bu işlemler arasında tavlama, kristalleştirme ve yönlendirme bulunmaktadır. Tavlama işlemi, PET' in iç gerilimlerini azaltır, boyutsal stabilitesini artırır ve mekanik özelliklerini iyileştirir. Kontrollü ısıtma ve soğutma süreçleri, polimer zincirlerinin daha düzenli hale gelmesini sağlar, kristal kusurlarını azaltır ve malzemenin termal ve mekanik özelliklerini güçlendirir (Dan vd., 2024). Kristalleşme, PET' in sertlik, dayanıklılık ve termal direnç gibi özelliklerini artıran kristalli bölgelerin oluşumunu tetikler. Yönlendirme işlemi ise, PET' in çekme mukavemeti, esneklik modülü ve boyutsal stabilitesini artırarak, özellikle ambalaj ve tekstil uygulamalarında tercih edilen özellikler sunar.

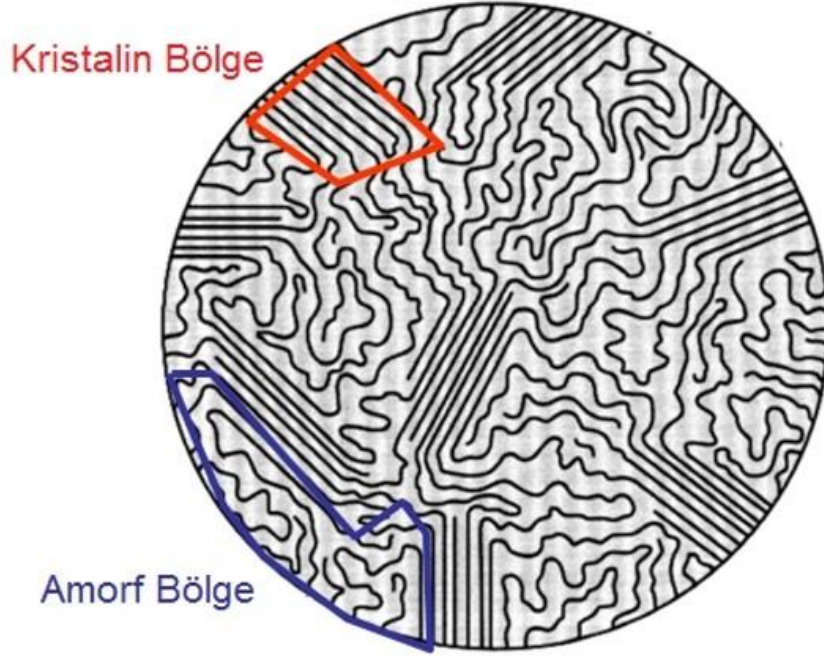
#### ***e) Yoğunluk***

PET, birim hacim başına sahip olduğu kütleyi ifade eden yoğunluk özelliği ile diğer polimerlerden ayrılır. Genellikle 1,35 ile 1,40 g/cm<sup>3</sup> arasında değişen bu yoğunluk, PET' in mekanik dayanımını, sertliğini ve bariyer özelliklerini önemli ölçüde etkiler. Bu yüksek yoğunluk, PET' i, özellikle yüksek güç ve sertlik gerektiren uygulamalarda, örneğin endüstriyel ambalajlama ve taşıma kapları gibi alanlarda tercih edilen bir malzeme yapar.

#### ***f) Kristallik***

PET, yarı kristal bir yapıya sahiptir; bu, moleküler düzenin hem düzenli kristal hem de düzensiz amorf bölgeler içermesi anlamına gelir. Kristallik seviyesi, PET' in mekanik özelliklerini, özellikle mukavemet, sertlik ve tokluğu doğrudan etkiler. Kristal bölgeler, malzemenin yapısal bütünlüğünü artırırken, amorf bölgeler ise darbe direnci ve esneklik sağlar. Bu özellik, PET' in, darbelere karşı dayanıklı olması

gereken tüketici elektroniği ve otomotiv bileşenleri gibi uygulamalarda kullanılmasını ideal kılar.



**Şekil 2.28:** PET' in kristal yapısı

**Kaynak:** Yin vd., 2024

Kristallik aynı zamanda PET' in termal özelliklerini de belirler. Yüksek kristal içerik, daha yüksek bir erime noktasına ve dolayısıyla daha iyi ısı direncine işaret eder. Bu, PET' in yüksek sıcaklıklara maruz kalabileceği uygulamalarda, örneğin sıcak dolum işlemleri veya yüksek sıcaklıkta sterilizasyon gerektiren medikal paketleme sistemlerinde tercih edilmesini sağlar.

Bu iki özellik, PET' in çeşitli endüstriyel ve tüketici uygulamalarında nasıl bir performans sergilediğini anlamak için kritik öneme sahiptir. PET' in yoğunluğu ve kristallığı, malzemenin sertlik, esneklik, termal kararlılık ve bariyer özellikleri gibi çeşitli yönlerini şekillendirir (Avadanei vd., 2024). Bu özelliklerin derinlemesine incelenmesi, PET' in benzersiz avantajlarından yararlanarak, geniş bir uygulama yelpazesinde optimal performans sağlamasına olanak tanır. Bu çalışma, PET' in yoğunluğunu ve kristallığını, malzemenin nasıl işlendiğini, hangi uygulamalarda

kullanıldığını ve genel performansını nasıl etkilediğini kapsamlı bir şekilde değerlendirerek, bu özelliklerin pratik uygulamalardaki etkilerini ve önemini vurgulamaktadır. PET, yoğunluk ve kristallik gibi özgün özellikleri ile endüstri ve tüketici sektörlerinde sıklıkla başvurulan bir polimerdir.

### 2.2.6 PET'in Uygulamaları

**Ambalaj:** Isıl işlem görmüş PET, gelişmiş bariyer özellikleri ve termal stabilitesi ile gıda ve içecek ambalajlarında kullanılır. Bu, ürünlerin tazeliğini ve güvenliğini uzun süre korumasına olanak tanır.



**Şekil 2.29:** Polietilen tereftalat ambalaj sektörü

**Kaynak:** Nofar vd., 2019



**Şekil 2.30:** Polietilen tereftalat tekstil sektörü

**Kaynak:** Nofar vd., 2019

**Tekstil:** Yönlendirilmiş PET elyafları, yüksek mukavemet ve dayanıklılık sunarak, giyim ve ev tekstilleri gibi alanlarda kullanım için idealdir

**Elektronik:** Tavlanmış PET filmler, elektronik ekranlar ve baskılı devre kartları gibi uygulamalarda yüksek termal stabilite ve elektriksel izolasyon sağlar.

**Otomotiv:** PET, motor kapakları ve iç trim parçaları gibi otomotiv bileşenlerinde, ısıya dayanıklılık ve hafiflik avantajları nedeniyle tercih edilir.

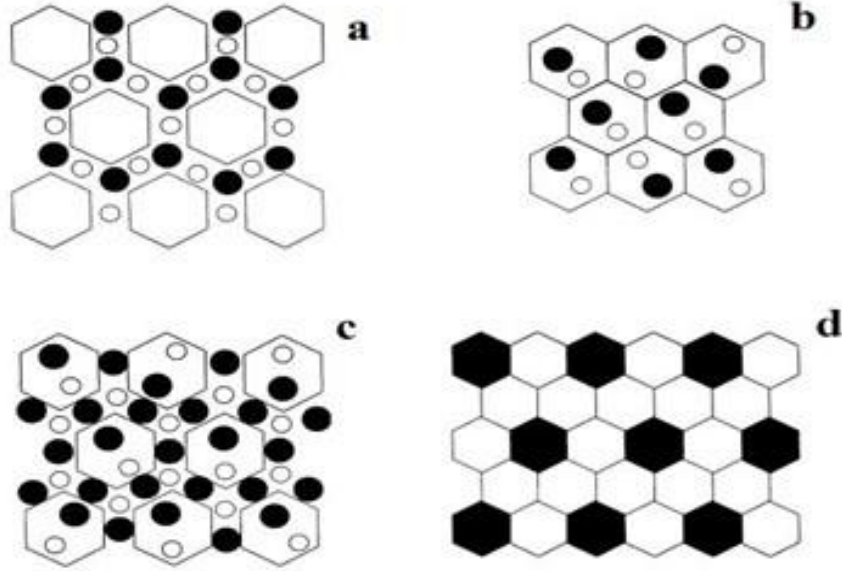
PET, termal genişleme ve ısıl işlem özellikleri sayesinde, çeşitli endüstriyel uygulamalarda yüksek performans ve güvenilirlik sunar. Mühendisler, bu özellikleri kullanarak, ambalaj, tekstil, elektronik ve otomotiv gibi alanlarda yenilikçi ve etkin çözümler geliştirebilir. PET' in özgün termal özellikleri, onu modern endüstrilerde vazgeçilmez bir malzeme haline getirmektedir.

### 2.3 Nanokompozit malzemeler

Nanomalzemeler, doğanın içinde yaygın olarak bulunan ve çevrenin temel parçalarından biri olan malzemelerdir. Kompozitler, istenilen özelliklerin elde edilmesi için farklı fazların uygun düzeylerde bir araya getirildiği çok fazlı kombinasyonlardır. Bu kombinasyonlarda matris sürekli bir faz olarak görev yapar, gerilimi diğer fazlara ileterek çevresel etkilere karşı koruma sağlar. Matris genellikle polimer, metal veya seramikten oluşabilir. Fazların yüzey arasında bağlanması, kompozitin etkili olabilmesi için gereklidir (Nofar vd., 2019)

Nanokompozitler, bir veya daha fazla fazın nano ölçekte (<100 nm) olduğu bir malzeme sınıfını oluşturur. Nano ölçekteki bir fazın eklenmesiyle amaç, çeşitli bileşenler arasında sinerji yaratarak malzemenin yüksek performans özelliklerine ulaşmasını sağlamaktır. Nanokompozitler, farklı boyut ve yapıda inorganik bileşenlerin kombinasyonundan oluşur. Her bir bileşen, nanokompozitin özelliklerini belirleyen ve çeşitli uygulamalarda kullanılmasını sağlayan önemli özelliklere sahiptir. Örneğin, zeolitler depolama kapasitesini artırırken, grafen mekanik dayanıklılığı veya iletkenlik özelliklerini geliştirebilir. Bu çeşitlilik, nanokompozitlerin geniş bir endüstriyel ve bilimsel uygulama yelpazesinde kullanılmasını mümkün kılar. (Levchenko vd., 2024). Malzeme boyutlarının nanometre seviyelerine indirilmesinin bir sonucu olarak, elektronların hareketi sınırlanır ve kuantum etkileri ortaya çıkar. Bu durum, farklı enerji seviyelerinin oluşmasına ve bulk malzemeden farklı özelliklere sahip yapay yapıların oluşturulmasına olanak tanır. Yapısal bileşimin ve boyutların

kontrol edilmesi sayesinde, özel uygulamalar için malzemelerin tasarlanması mümkün hale gelir.

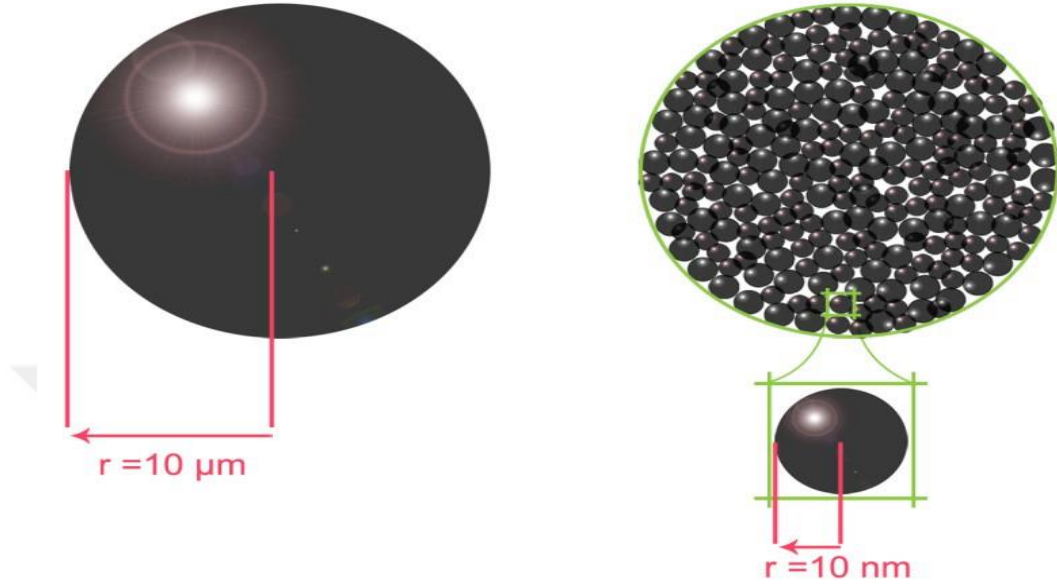


**Şekil 2.31:** Nanokompozitlerin mikroyapıya bağlı olarak sınıflandırılması a) taneler arası b) tane içi c) hibrit d) nano-nano yapılar

**Kaynak** Hvizdoš vd., 2013

Kompozit malzemelerin gelişimindeki en önemli faktörlerden biri, partikül boyutlarının nanometre seviyesine düşmesidir. Bu durum, arayüz etkileşimlerinin artmasına ve dolayısıyla malzemenin özelliklerinin belirgin bir şekilde gelişmesine neden olur. Özellikle, takviye malzemenin yüzey alanı/hacim oranı, nanokompozitlerin yapı-özellik ilişkisini belirleyen kritik bir parametredir. Partikül boyutunun küçülmesi, nanokompozit sistemlerin özelliklerinde çeşitli belirgin değişikliklere yol açabilir. Örneğin, katalitik aktivite üzerinde belirgin bir etkiye sahip olan partikül boyutları genellikle 5 nanometreden daha küçüktür. Benzer şekilde, sert manyetik malzemelerin yumuşatılması için optimal boyut genellikle 20 nanometrenin altındadır. Refraktif indekste belirgin bir değişiklik elde etmek içinse genellikle 50 nanometreden daha küçük partikül boyutları tercih edilir. Elektromagnetik özelliklerdeki değişiklikler için ise genellikle 100 nanometrenin altındaki partikül boyutlarına odaklanılır. Aynı şekilde, kuvvet ve dayanıklılığın artırılması, sertlik ve

plastiklikte modifikasyon gibi özellikler de genellikle 100 nanometrenin altındaki partikül boyutlarıyla kontrol edilebilir. Bu nedenle, partikül boyutunun nanoskala düzeyindeki kontrolü, nanokompozit malzemelerin özelliklerinde belirgin ve istenen değişiklikler elde etmek için kritik bir rol oynar.



**Şekil 2.32:** Toplu bir mikroküre ile NP'lerden oluşan aynı mikroküre arasındaki yüzey/hacim oranındaki değişimin şematik gösterimi.

**Kaynak:** Yadav vd., 2024

Malzemelerin boyutları küçüldüğünde, davranışları büyük ölçüde değişir. Özellikle, dökme malzemelerin nanometrik boyuta indirgenmesi şu boyuta bağlı etkilere neden olur:

- *Yüzey-Hacim Oranındaki Artış:* Malzemenin nano boyutlara indirgenmesiyle yüzey-hacim oranı artar, bu da toplam yüzey alanında ve yüzeydeki varlıkların oranında bir artışa yol açar.
- *Elektronik Yapıdaki Değişiklikler:* Bu değişiklikler nanopartiküllerin oluşumunu etkiler ve nanopartiküllerin genel yapıları üzerinde etkilidir.
- *Atomlar Arası İlişkilerdeki Değişiklikler ve Kusurlar:* Nanopartikülleri oluşturan varlıklar arasındaki ilişkilerdeki değişiklikler ve kusurlar, malzemenin özelliklerini belirleyen önemli faktörlerdir.

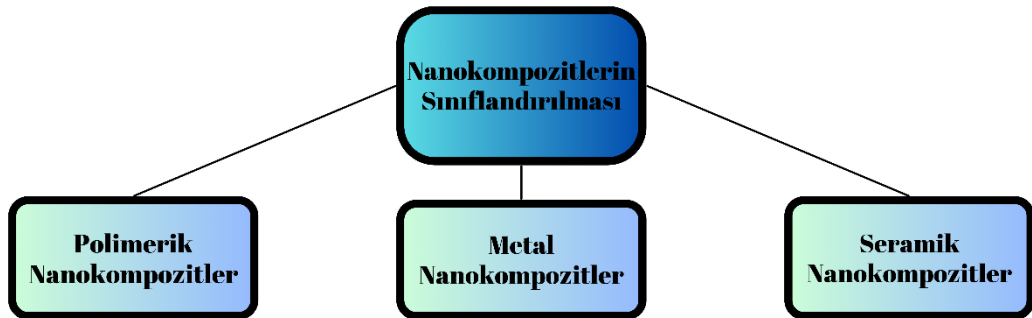
- *Hapsedilme ve Niceliksel Etkiler:* Malzemenin çok küçük boyutlarda olması, özellikle optik geçişler gibi özel etkilere neden olabilir ve daha büyük tane boyutlarındaki malzemelerde görülmeyen fiziksel olayları ortaya çıkarabilir.

Bu boyuta bağlı etkiler, altın ve gümüş nanoparçacıklarının özelliklerindeki değişiklikler gibi materyallerin nanometrik boyuttaki davranışlarını sergiler. Bu yeni özellikler sayesinde, nanomateryallerin araştırılması, elektronik endüstrisinden biyoteknolojiye kadar geniş bir uygulama alanına sahip olup, daha hızlı ve daha ucuz transistörlere kadar inovasyon getirebilir. Ayrıca, yakıt hücreleri ve algılama cihazları gibi alanlarda kullanılan nanomateryaller, yüzey bilimi alanında da büyük etkiler yaratmıştır (Yadav vd., 2024).

Nanokompozit malzemeler, matrislerin içerisine entegre edilen nanopartiküller aracılığıyla geliştirilmiş özellikler sunarak malzeme biliminde devrim yaratmaktadır. Bu malzemeler, yüksek yüzey alanı/hacim oranı ve nanopartiküllere özgü kuantum etkileri gibi özellikler sayesinde, kompozitlere yeni veya geliştirilmiş fonksiyonlar kazandırır.

### 2.3.1 Nanokompozitlerin Sınıflandırılması

Nanokompozitler, polimer, metal veya seramik gibi farklı matris malzemelerle sınıflandırılır. Her bir tür, benzersiz avantajlar sunar ve farklı uygulamalara yöneliktir.



**Şekil 2.33:** Nanokompozitlerin Sınıflandırılması

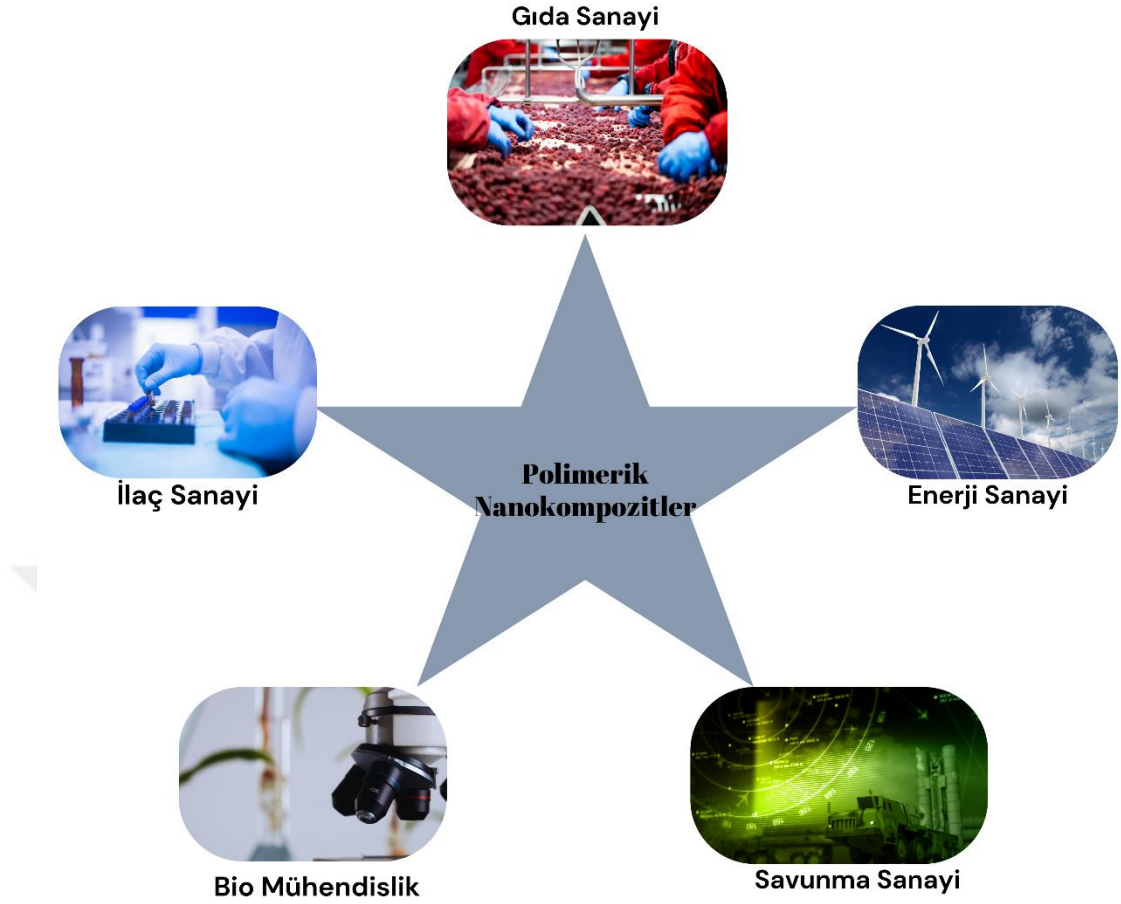
**Kaynak:** Araştırmacı tarafından oluşturulmuştur.

### 2.3.1.1 Polimer Bazlı Nanokompozitler

Polimer nanokompozitler, en az bir boyutu nanometre aralığında olan başka bir fazla birlikte oluşturulan hibrit malzemelerdir. Bu tanım, nanometre ölçeğinde gözeneklere sahip olan zeolitler ve moleküler süzgeçler gibi polimer imprenye üç boyutlu iskelet yapıları ve iç içe geçmiş ağları da içerir. Nanokompozitler genellikle polimer matrislerden oluşur ve içinde nanopartiküller bulunur. Nanopartiküller, en az bir boyutu  $\leq 100$  nm olan parçacıklardır ve farklı boyutlara sahip olabilirler (Sonkar vd., 2024).

Nanokompozitlerde kullanılan nanopartiküller, farklı boyutlara sahip olabilir ve genellikle iki boyutlu, bir boyutlu veya izo boyutlu olarak sınıflandırılırlar. İki boyutlu nanopartiküller, bir nanometre boyutunda lameller parçacıklardır; örneğin nanolameller silikatlar (kil). Bir boyutlu nanopartiküller ise genellikle iki nanometre boyutunda fibriler ve tübüler parçacıklardır; örneğin karbon nanotüpleri ve selüloz ipçikleri (D. Wu vd., 2024). İzo boyutlu nanopartiküller ise yaklaşık üç nanometre boyutunda küresel parçacıklardır; örneğin küresel silika ve lateks nanoparçacıklar, metal nanoparçacıklar ve karbon siyahı.

İzo boyutlu nanoparçacıklar, genellikle lastiklerde kullanılan ana takviye tipi olan karbon siyahı gibi geniş ölçüde kullanılmaktadır. Son zamanlarda, silika nanokürelerle doldurulmuş polimerler ve nanotüplerin dolgu maddesi olarak kullanıldığı çalışmalar da yapılmıştır. Ancak, mevcut araştırmalar genellikle nanometre ölçeğindeki lameller silikatlarla doldurulmuş malzemelere odaklanmıştır ve bu kompozitler, geleneksel mikro kompozitlere kıyasla gelişmiş özellikler sergilemektedir.

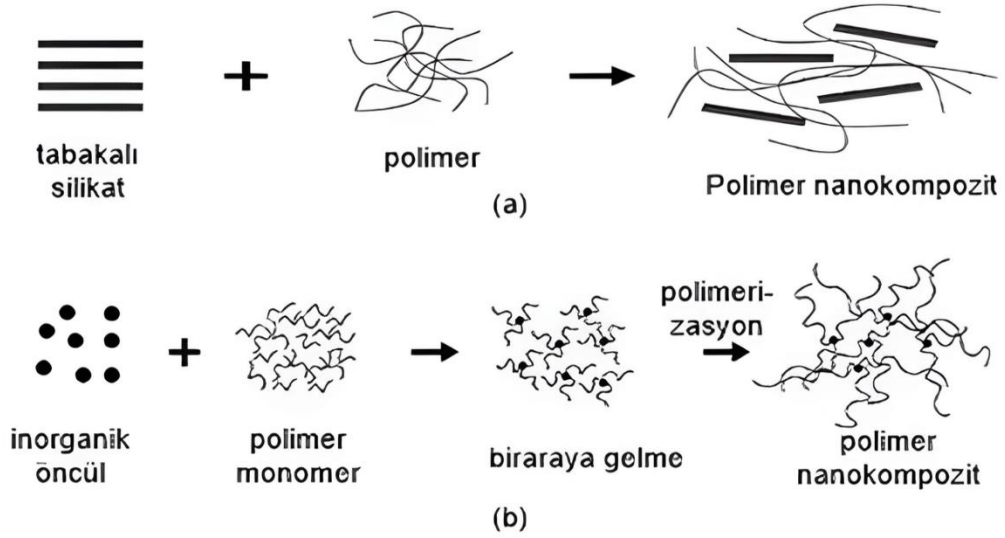


**Şekil 2.34:** Polimerik Nanokompozitler

**Kaynak:** Araştırmacı tarafından oluşturulmuştur.

Polimer nanokompozitlerin gelişmiş özellikleri arasında geliştirilmiş mekanik özellikler (dayanıklılık, rijitlik), boyutsal kararlılık, azaltılmış gaz, su ve hidrokarbon geçirgenliği, artırılmış termal kararlılık, alev geciktiricilik, azaltılmış duman emisyonu, geliştirilmiş kimyasal direnç, geliştirilmiş yüzey görünümü, artırılmış şeffaflık ve ağırlık azaltımı gibi özellikler bulunmaktadır. Bu özellikler, mikro kompozitlere benzer özelliklere sahip olsa da, çok daha küçük dolgu parçacıkları ile elde edilebilmektedir.

Bu tür, esas olarak polimerlerle karıştırılan karbon nanotüpler, grafen, veya metal oksitler gibi nanopartiküller içerir. PMNC' ler, dayanıklılık, iletkenlik ve termal direnç gibi özelliklerde önemli iyileştirmeler sunar.

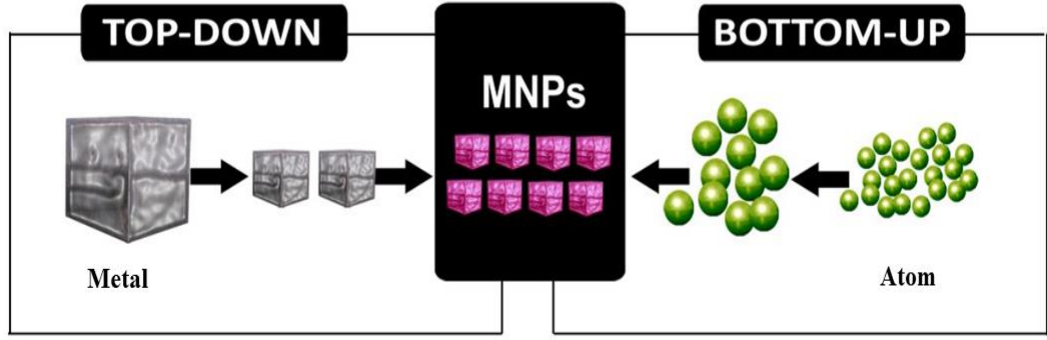


**Şekil 2.35:** (a) aşağıdan yukarıya ilkesinin, (b) yukarıdan aşağıya ilkesinin şematik gösterimi

**Kaynak** Hsissou vd., 2021

### 2.3.1.2. Metal Nanokompozitler

Magnetik Nanopartiküllerin (MNP' lerin) hazırlanmasında genel olarak iki yöntem mevcuttur: Aşağıdan Yukarı ve Yukarıdan Aşağı. Yukarıdan aşağı yöntemler, büyük parçacıkları nano boyuta indiren yöntemlerdir ve genellikle çok küçük boyuttaki tek biçimli parçacıkların hazırlanması için uygun değildir. Diğer yandan, aşağıdan yukarıya yöntemlerle tekdüze parçacıklar elde etmek mümkündür; genellikle farklı şekil ve yapılar sergilerler. Bu yöntemler, (çözelti veya gaz fazında) atomlardan başlayarak daha büyük parçacıklar oluşturur. MNP' lerin sentez yöntemlerini genel olarak Fiziksel, Fizikokimyasal ve Kimyasal yollar olarak sınıflandırmak mümkündür. Kimyasal yöntemler genellikle daha ucuz olup, spesifik ekipman gereksinimleri daha azdır. Ancak, MNP' lerin yetersiz stabilitesine neden olan yüksek kendi kendine toplanma eğilimi, geniş çapta uygulanmalarını sınırlayan ana dezavantajdır. Bu reaktivite sebebiyle MNP' ler birbirlerine dokunduklarında kaynaşabilir ve özel özelliklerinde kayıplara neden olabilir. Bu özellikler, MNP' lerin üretimi ve uygulamasında büyük zorluklar yaratabilir

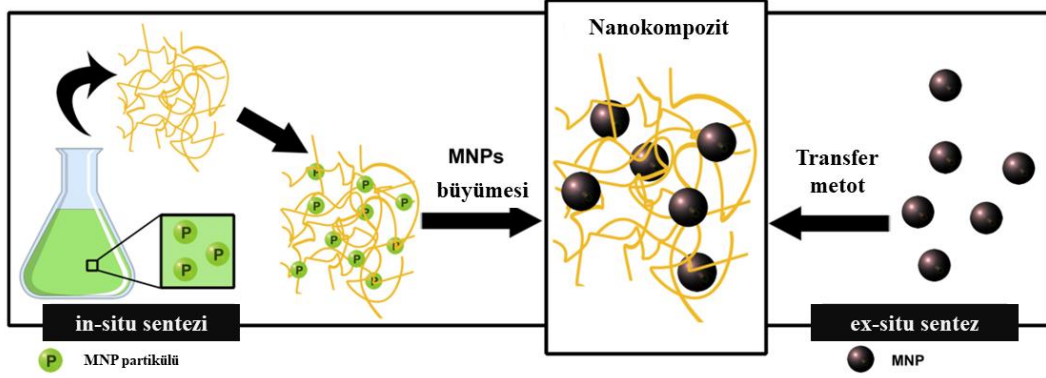


**Şekil 2.36:** Metal matris nanokompozit şematik gösterimi

**Kaynak:** Mondal, 2021

NP'lerin büyürken ve manipülasyon sırasında toplanabilme yetenekleri oldukça dikkat çekicidir. Ostwald olgunlaşması olarak bilinen tipik bir toplanma mekanizması, küçük parçacıkların çözünerek daha büyük parçacıklar tarafından tüketildiği bir büyüme sürecidir. Bu süreçte zamanla ortalama nanopartikül boyutu artar, parçacık konsantrasyonu azalır ve çözünürlük azalır. Bu nedenle, MNP'lerin stabilizasyonu belirli amaçlar için gereklidir: kontrolsüz büyümeyi engellemek, parçacık toplaşmasını önlemek, nihai şekil ve boyutları kontrol etmek, çeşitli çözücülerde parçacık çözünürlüğüne izin vermek, parçacık büyüme reaksiyonunu durdurmak. Başarılı bir nanopartikül sentezi genellikle çekirdeklenme, büyüme ve bir stabilizasyon ajanı veya ligand aracılığıyla sonlandırma gibi üç aşamadan oluşur. Bu süreçte etkili olan koloidal kuvvetler; Van der Waals etkileşimleri, elektriksel çift katmanlı etkileşimler, sterik etkileşimler ve hidrofobik kuvvetler gibi mekanizmaları içerir. Özellikle inorganik nanopartiküllerin polimer destekli üretimi, stabilite sorunlarıyla başa çıkmanın etkili ve evrensel bir yoludur. Bu yaklaşımla sentezlenen metal nanopartiküllerin, polimerlerin yokluğunda hazırlananlara kıyasla uzun süreli stabilite gösterdiği görülmüştür. Bu bağlamda, MNP'lerin stabilizasyonu için farklı stratejiler kullanılabilir. Ex-situ sentezde NP'ler farklı mekanokimyasal yöntemlerle dağıtılırken, yerinde sentez yöntemi doğrudan stabilizatör ortamında büyütülerek istenen amaçlar için kullanılabilir. Bu nedenle, teknolojik faydaları açısından yerinde yaklaşımlar daha fazla ilgi görmektedir. Polimerlerin nanopartiküllerle

etkileşimlerinin anlaşılması önemlidir. Bu bağlamda, polimerlerle MNP stabilizasyonunun mekanizması, polimer matrisinin viskozitesinin artması ve parçacık-parçacık etkileşimlerinin enerjisinin azalması üzerine kuruludur. Bu çalışmalar, stabilize edilmemiş MNP dispersiyonlarına karşı etkili bir çözüm sunabilir.



**Şekil 2.37:** Yerinde ve yerinde olmayan metodolojiler arasındaki şematik karşılaştırma

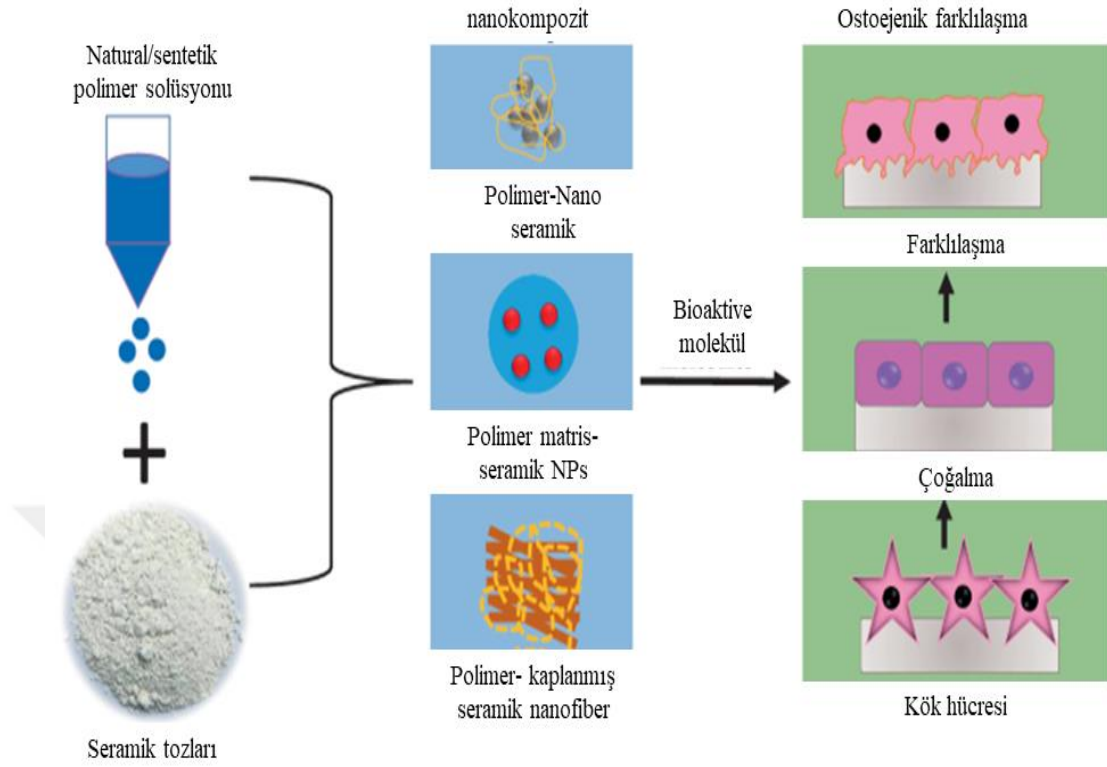
**Kaynak:** Mondal, 2021

### 2.3.1.3 Seramik Matris Nanokompozitleri

Seramik matris nanokompozitler, seramik matrisli nanomalzemeler olarak da bilinir ve seramik matrisli yapılar içinde nano boyutta dağılmış olan takviye malzemelerini içerir. Bu malzemeler genellikle karbon nanotüpler, grafen, nanoteller veya nano boyutta partiküller olabilir. Seramik matris nanokompozitlerin özellikleri, geleneksel seramik matrisli kompozitlere göre önemli ölçüde geliştirilmiştir. Bu gelişmeler arasında yüksek mukavemet, yüksek sertlik, düşük ağırlık, yüksek termal iletkenlik ve elektriksel özelliklerin iyileştirilmesi sayılabilir. Bu özellikler, seramik matris nanokompozitlerin uzay, havacılık, otomotiv ve enerji sektörlerinde yaygın olarak kullanılmasını sağlamaktadır (El-Morsy vd., 2024).

Nanopartiküller, seramiklerin genellikle zayıf olan tokluk ve termal şok direncini iyileştirir. Bu nanopartiküller genellikle silisyum karbür veya alümina gibi maddelerden oluşur. Seramiklerle birleştirilen nanopartiküller, özellikle termal şok

direnci ve mekanik dayanıklılık gibi alanlarda seramik matrislerin performansını yükseltir.



**Şekil 2.38:** Seramik matris nanokompozit kullanımı

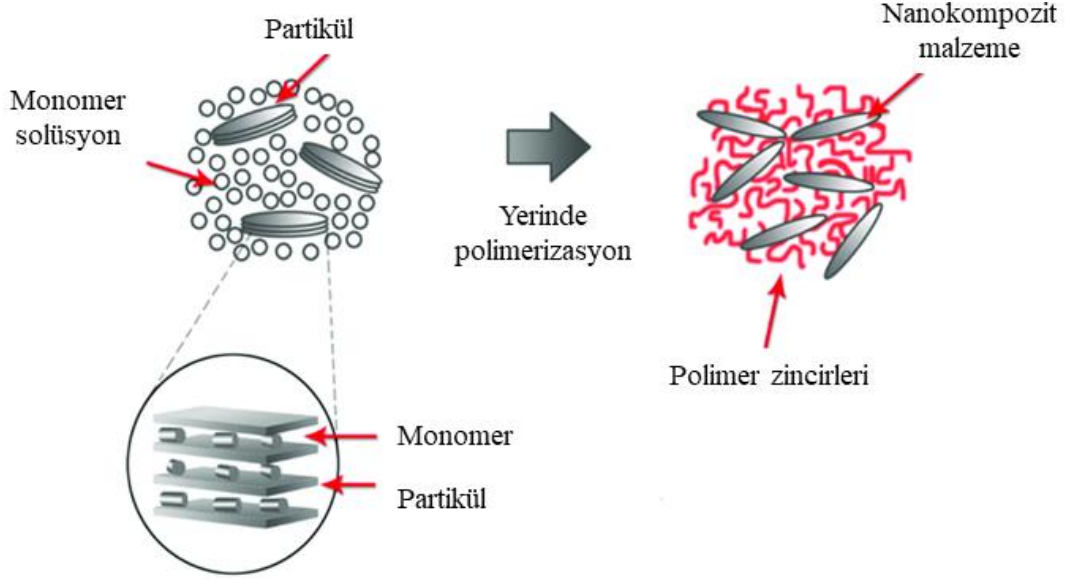
**Kaynak:** El-Morsy vd., 2024

### 2.3.2 Nanokompozit Sentez Yöntemleri

Nanokompozitlerin üretimi, nanopartiküllerin matris içindeki dağılımını, hizalanmasını ve sonuçta elde edilen performansı belirler. Üretim Teknikleri: Nanokompozitlerin üretimi için çeşitli yöntemler kullanılır. Bunlar arasında yerinde polimerizasyon, eriyik karıştırma ve sol-jel teknikleri bulunur. Her bir yöntem, nanopartiküllerin matris içindeki dağılımını optimize ederek, istenen özelliklerin elde edilmesini sağlar.

### 2.3.2.1. Yerinde Polimerizasyon

Bu yöntem, özellikle polimer bazlı nanokompozitlerde kullanılır ve monomerin, nanopartiküllerin varlığında polimerize edilmesini içerir. Bu süreç, matris ve dolgu maddesi arasında homojen bir dağılım ve güçlü bir etkileşim sağlar (Raja vd., 2024).

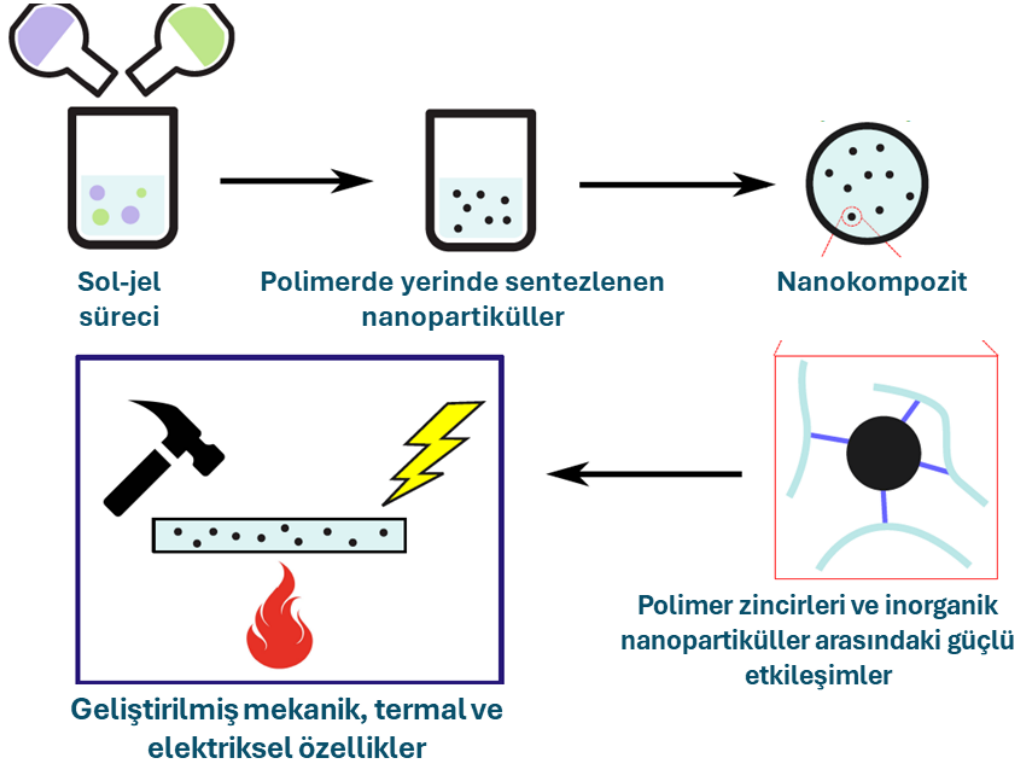


**Şekil 2.39:** Yerinde polimerizasyonun şematik gösterimi

**Kaynak** Arfaoui vd., 2024

### 2.3.2.2 Sol-Jel Süreci

Seramik nanokompozitlerin üretiminde kullanılır ve kolloidal çözeltinin, nanopartiküllerle entegre bir ağ yapısına dönüştürülmesini içerir.

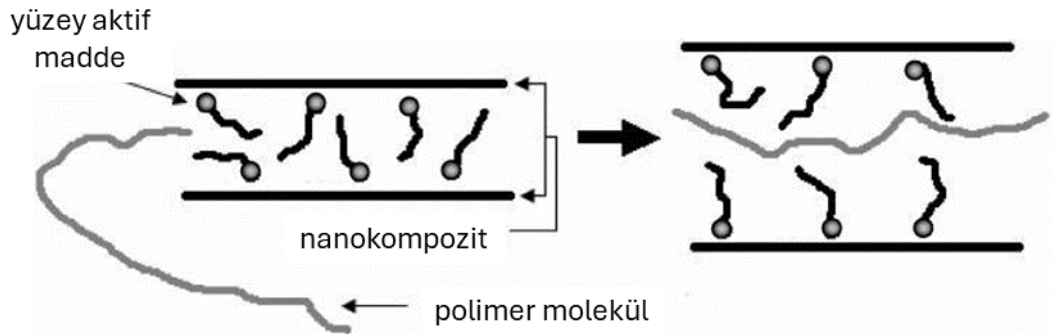


**Şekil 2.40:** Sol-jel sürecinin uygulanması

**Kaynak:** Liu vd., 2004

### 2.3.2.3 Eriyik Harmanlama

Polimer nanokompozitlerin üretiminde yaygın olarak kullanılan bu yöntem, nanopartiküllerin yüksek sıcaklıklarda polimer matris ile karıştırılmasını içerir.

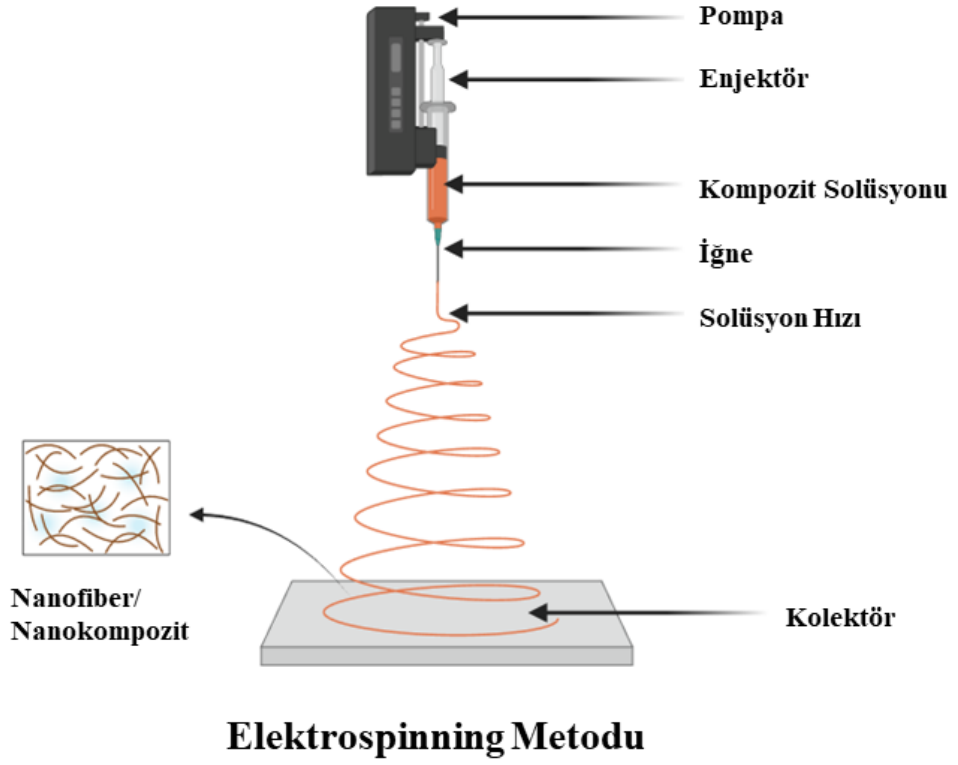


**Şekil 2.41:** Eriyik harmanlama için arakatlı yapıların şematik gösterimi

**Kaynak:** Franco-Urquiza, 2021

### 2.3.2.4 Elektrospinning

Nanometre çapında lifler üreten bu teknik, özellikle filtrasyon verimliliğini artırmak için kullanılır.



Şekil 2.42: Elektrospinning metodu

**Kaynak:** Jaworek vd., 2009

Geliştirilmiş özelliklerinde nanokompozitler, matris ve nanopartiküller arasındaki etkileşimler sayesinde geleneksel malzemelerden üstün özellikler gösterir. Mekanik güç ve dayanıklılıkta örneğin, karbon nanotüplerin eklenmesi, malzemenin çekme mukavemetini ve esnekliğini artırır. Metal ve seramik nanokompozitler, yüksek sıcaklıklara dayanıklılık ve iyileştirilmiş termal şok direnci sunar. Elektronik ve veri depolama cihazlarında kullanılan nanokompozitler, gelişmiş iletkenlik veya özgün manyetik özellikler sergileyebilir. Polimer nanokompozitler, kimyasallara ve UV ışınlarına karşı artırılmış direnç sunar.

Nanokompozitlerin gelişmiş özellikleri, çok çeşitli uygulamalar için onları ideal kılar. Uygulama Alanları: Nanokompozitler, otomotivden havacılığa, elektronikten tıba kadar geniş bir yelpazede uygulama bulur. Örneğin, otomotiv sektöründe hafif ancak yüksek mukavemetli malzemeler olarak, elektronikte ise üstün iletkenlik özellikleri nedeniyle tercih edilirler.

### 2.3.3. Nanokompozit Malzemelerin Endüstriyel Uygulamaları

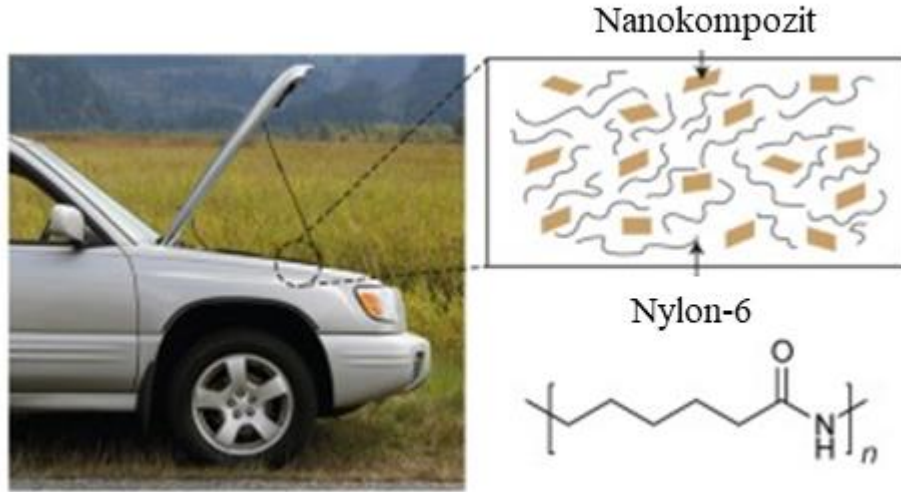
Nanoteknolojinin sınırlarını zorlayan nanokompozit malzemeler, metal, polimer veya seramik matrislerle bütünleşmiş nanopartiküller aracılığıyla endüstriyel alanda devrim yaratmıştır. Bu malzemelerin sunduğu artırılmış mekanik dayanıklılık, üstün termal direnç ve geliştirilmiş elektrik iletkenliği gibi özellikler, onları yüksek performans gerektiren uygulamalarda vazgeçilmez kılar.



Şekil 2.43: Nanokompozit uygulama alanları

**Kaynak:** Jaworek vd., 2009

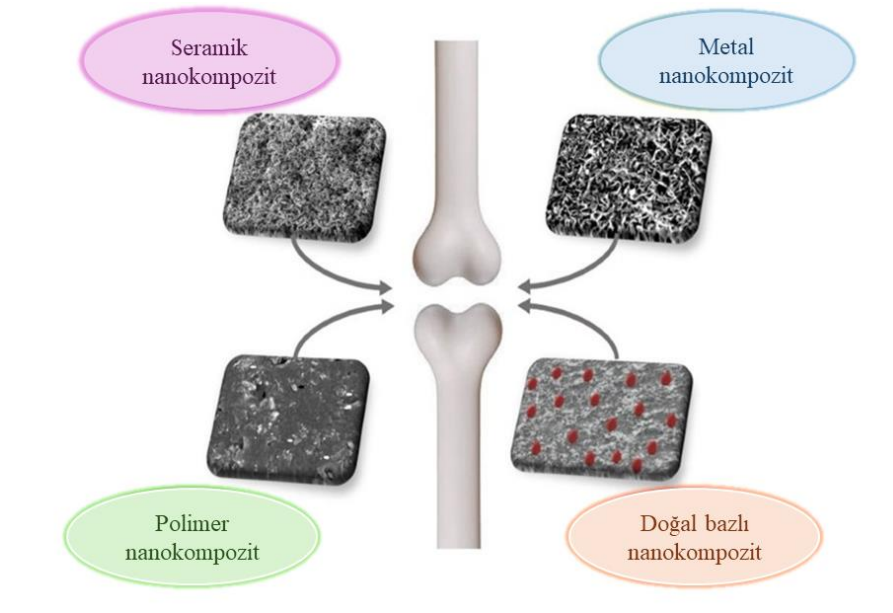
Hafif ve güçlü nanokompozitler, araçların genel ağırlığını azaltırken, yakıt verimliliğini ve performansı artırır. Otomotiv sektöründe, nanokompozitler araç performansını, güvenliğini ve yakıt verimliliğini artırmada kritik bir rol oynamaktadır.



Şekil 2.44: Otomotiv sektöründe nanokompozit kullanımı

**Kaynak:** Xavier, 2024

Tıp alanında, nanokompozitler özellikle ilaç dağıtım sistemlerinde ve biyomedikal implantlarda kullanılmaktadır. Biyouyumlu nanokompozitler, ilaçların hedeflenen dokuya doğru ve kontrollü bir şekilde salınımını sağlayarak, tedavi etkinliğini ve hasta uyumunu artırır.



Şekil 2.45: Nanokompozit tıpta kullanımı

**Kaynak:** Singh vd., 2024

## ÜÇÜNCÜ BÖLÜM

### ARAŞTIRMA YÖNTEMİ

#### 3.1. Materyal

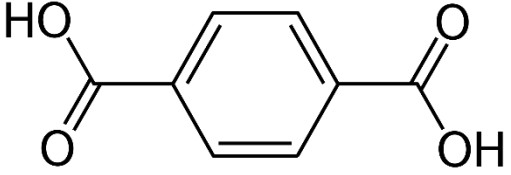

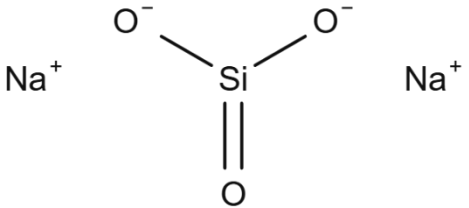
##### 3.1.1. Kullanılan Kimyasallar

Deneylede Polietilen Tereftalat (PET) sentezi için tereftalik asit (TPA), etilen glikol (EG) ve sodyum metasilikat ( $\text{Na}_2\text{SiO}_3$ ) kullanıldı.

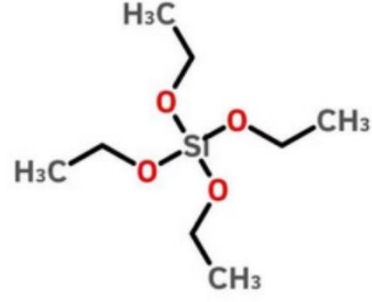
Polietilen tereftalat masterbachini çözündürmek için trifloroasetik asit (TFA) ve diklorometan (DCM) kullanıldı.

Polietilen tereftalat masterbachi üretim aşamasında katkı maddesi olarak tetraetilortosilikat (TEOS) kullanıldı.

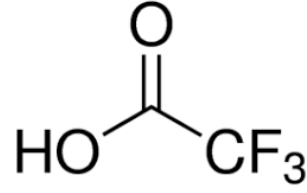
**Tablo 3.1:** Kullanılan kimyasalların kısaltma isimleri ve kimyasal gösterimleri.

KİMYASAL ADI	KİMYASAL GÖSTERİMİ
Tereftalik Asit	
Etilen Glikol	
Sodyum Metasilikat	

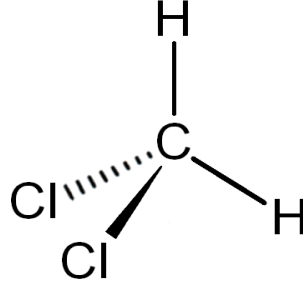
Tetraetoksisilan  
(TEOS)



Trifloroasetik asit



Diklorometan



### 3.1.1.1. Sodyum Silikat

Sodyum silikat, genellikle cam, seramik ve deterjan üretiminde kullanılan bir kimyasal bileşiktir. Kimyasal formülü  $\text{Na}_2\text{SiO}_3$  olan sodyum silikat, sodyum, silisyum ve oksijen atomlarından oluşur. Genellikle su ile çözüldüğünde jel benzeri bir yapı oluşturur.

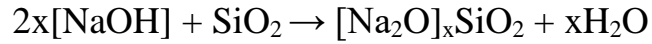
Fiziksel olarak genellikle beyaz veya açık mavi toz veya granül formunda bulunur. Su ile iyi çözünür, ancak organik çözücülerle çözünmez. Alkalin özellik gösterir ve bu nedenle pH değeri yüksektir.

Sodyum silikatın birçok kullanım alanı vardır. Cam ve seramik üretiminde, camın temel bileşenlerinden biri olarak dayanıklılığını artırmak için kullanılır. Deterjan formülasyonlarında, temizleme gücünü artırmak amacıyla yer alır. İnşaat sektöründe, beton ve harçlarda bağlayıcı olarak kullanılırken, tarımda toprak iyileştirici ve besin maddesi taşıyıcı olarak işlev görür.

Üretim yöntemleri arasında, genellikle sodyum karbonat ve silika (kum) arasında bir reaksiyon gerçekleştirilmesi yer alır. Bu süreç yüksek sıcaklıklarda gerçekleştirilir.

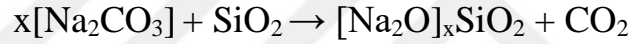
Çevresel ve sağlık etkileri açısından, sodyum silikat genellikle güvenli kabul edilse de, toz halinde solunması durumunda solunum yolu irritasyonuna neden olabilir. Ayrıca, ciltle teması durumunda tahrişe yol açabilir.

Sodyum silikat solüsyonları, genellikle kuvars kumu şeklinde bulunan silika, kostik soda ve su karışımının sıcak buhar ile bir reaktörde işlenmesiyle elde edilir. Genel reaksiyon aşağıdaki gibidir:



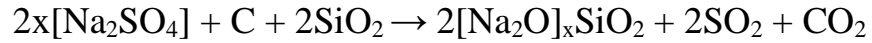
**3.1.**

Sodyum silikat ayrıca, eriyik sodyum karbonat içinde silika  $\text{SiO}_2$ 'nin (erime noktası  $1713\text{ }^\circ\text{C}$ ) çözülmesiyle elde edilebilir:



**3.2**

Bu madde ayrıca, karbon bir reduce ajan olarak kullanılarak sodyum sülfat (erime noktası  $884\text{ }^\circ\text{C}$ ) ile de elde edilebilir



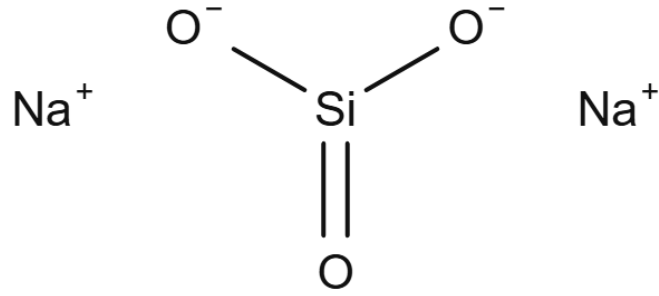
**3.3**

Sodyum silikat,  $\text{Na}_2x\text{Si}_y\text{O}_{2y+x}$  veya  $(\text{Na}_2\text{O})_x \cdot (\text{SiO}_2)_y$  formülüne sahip kimyasal bileşenlerin genel adıdır. Bu bileşenler arasında sodyum metasilikat ( $\text{Na}_2\text{SiO}_3$ ), sodyum ortosilikat ( $\text{Na}_4\text{SiO}_4$ ) ve sodyum piroasilikat ( $\text{Na}_6\text{Si}_2\text{O}_7$ ) bulunmaktadır. Bu bileşiklerin anyonları genellikle polimeriktir. Sodyum silikatlar genelde renksiz, şeffaf katı maddeler veya beyaz tozlar olup, çeşitli miktarlarda suda çözünürler.

- **Sodyum Metasilikat**

Sodyum metasilikat,  $\text{Na}_2\text{SiO}_3$  formülüne sahip bir kimyasal bileşiktir ve ticari sodyum silikat çözümlerinin ana bileşenidir. Bu bileşik, sodyum katyonları ( $\text{Na}^+$ ) ile polimerik metasilikat anyonları  $[\text{SiO}_3^{2-}]_n$ 'den oluşan iyonik bir bileşiktir. Renksiz, kristal yapıda, higroskopik ve deliquescent (sulu hale geçme özelliği olan) bir katı

olan sodyum metasilikat, suyla çözüldüğünde alkalın bir çözüm verir, ancak alkolde çözünmez.

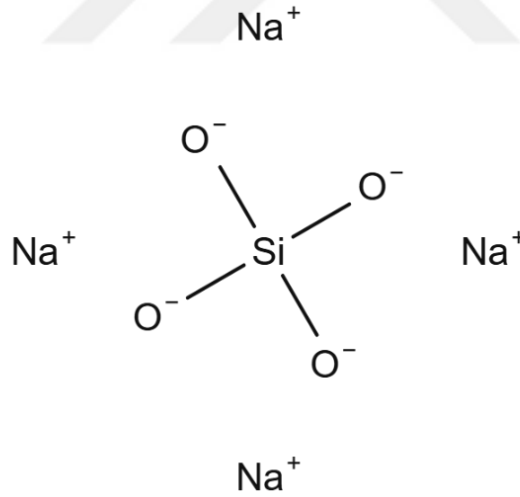


**Şekil 3.1:** Sodyum metasilikat kimyasal gösterimi.

**Kaynak:** Araştırmacı tarafından oluşturulmuştur.

- **Sodyum Ortosilikat**

Sodyum ortosilikat,  $\text{Na}_4\text{SiO}_4$  moleküler formülüne sahip bir kimyasal bileşiktir. Bu bileşik, sodyum silikatları arasında yer alır ve özellikle bir ortosilikattır. Resmi olarak, dengesiz ortosilikat asidi  $\text{H}_4\text{SiO}_4$ 'ün tuzu olarak kabul edilmektedir.



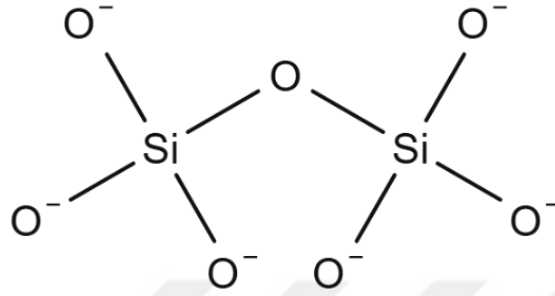
**Şekil 3.2:** Sodyum ortosilikat kimyasal gösterimi.

**Kaynak:** Araştırmacı tarafından oluşturulmuştur.

- **Sodyum Pirosilikat**

Sodyum piroasilikat,  $\text{Na}_6\text{Si}_2\text{O}_7$  kimyasal formülüne sahip bir bileşiktir. Bu bileşik, sodyum silikatları arasında yer alır ve özellikle bir piroasilikat olarak sınıflandırılır. Resmi olarak, dengesiz piroasilikat asidi  $\text{H}_6\text{Si}_2\text{O}_7$ 'nin tuzu olarak kabul edilmektedir.

Sodyum piroasilikat, genellikle su ile çözüldüğünde alkalın bir çözüm oluşturur ve çeşitli endüstriyel uygulamalarda kullanılır. Bu bileşik, cam üretimi, deterjan formülasyonları ve çeşitli kimyasal sentezlerde önemli bir rol oynamaktadır. Ayrıca, piroasilikat yapısı, silikatların polimerik doğasını yansıtır ve bu da onun fiziksel ve kimyasal özelliklerini etkiler.



**Şekil 3.3:** Sodyum piroasilikat kimyasal gösterimi.

**Kaynak:** Araştırmacı tarafından oluşturulmuştur.

### 3.1.2. Kullanılan Cihazlar

#### A. FT-IR Analizi

Fourier Dönüştümlü Kızıl Ötesi Spektrometresi kullanarak çalışmada kullanılan girdi kimyasallarım, sentezlenen nanokompozit malzemeli PET' in yapısındaki fonksiyonel gruplar ve var olan yapılardaki özellikler incelenecektir. Fourier dönüşümü kızılötesi görüntüleme (FT-IR) analizi, numunelerin taranması için kızılötesi ışık kullanılarak organik, inorganik ve polimerik malzemelerin tanımlanması için kullanılır. FTIR, bilinmeyen malzemelerin tanımlanması ve karakterize edilmesinde, bir malzemedeki kirlenici maddelerin tespit edilmesinde, katkı maddelerinin bulunmasında ve ayrışma ve oksidasyonun tanımlanmasında faydalıdır (Titus, Samuel, ve Roopan 2019).

Fourier dönüşümü, sinyalin, Denklem 3'e göre, gecikmenin bir fonksiyonu olduğu zaman alanından, frekansın bir fonksiyonu olduğu frekans alanına dönüştürüldüğü bir kod çözme prosedürüdür: burada x gecikmedir; I(x) interferogram; v herhangi bir dalga sayısıdır ve S(v) spektrumdur.

$$S(v) = 2 \int I(x) \cos(2\pi vx) dx \quad (3)$$



**Şekil 3.4:** Carry 600 serili ATR modüllü FT-IR cihazı

### **B. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM)-EDX Ölçümü**

Elde edilen PET- silisyum bazlı moleküler katkılı halinde, SEM-EDX vasıtası ile incelenecektir. Bu sayede farklı fonksiyonalitelerin yapısına ne derece katkı sağladığı tespit edilecektir.

SEM, topolojik bir görüntü ve göreceli kompozisyon oluşturmak için numuneye reaksiyona giren odaklanmış bir elektron ışınını kullanan bir elektron mikroskobudur. Numuneye temas ettiğinde, odaklanmış elektron ışını ikincil elektronlar , geri saçılan elektronlar ve karakteristik X-ışını üretecek ve bunlar daha sonra ilgili dedektörlerle tespit edilecek ve son olarak monitörde görüntülenecektir (Abd Mutalib vd. 2017). Tipik bir SEM'deki ana bileşenler, elektron kaynağını, elektromanyetik lensleri içeren sütunu, elektron detektörünü, numune odasını ve bilgisayar ekranını içerir. Quanta FEG 250 model FEİ, Hollanda SEM-EDX cihazı Şekil 3.5'de verilmiştir.

SEM-EDX, bir numunenin yüzeyini taramalı elektron mikroskobu (SEM) ile görüntülerken aynı zamanda enerji dağılımlı X-ışını spektroskopisi (EDX) ile elementel analiz yapılmasına olanak tanıyan bir cihazdır.

EDX analizinde Moseley Kanunu, saçılan X-ışınlarının enerjisi ile atom numarası arasındaki ilişkiyi ifade eder. Atom numarası arttıkça, saçılan X-ışınlarının enerjisi artar. Bu ilişkiyi matematiksel olarak ifade eden Moseley Kanunu şu şekildedir:

$$E=k \cdot (Z-\sigma)^2$$

### 3.5

E, saçılan X-ışınlarının enerjisi, Z, atom numarası, k, bir sabit,  $\sigma$ , ekranlama sabiti olarak belirtilir. Moseley, elementlerin X-ışınları tarafından saçılması sırasında ortaya çıkan enerji değişimlerini incelemiş ve atom numarasının karesi ile X-ışınlarının enerjisi arasında bir doğrusal ilişki olduğunu bulmuştur. Bu doğrusal ilişki, elementlerin atom numarası ile X-ışınlarının enerjisi arasında belirgin bir ilişki olduğunu gösterir ve bu da EDX analizinde kullanılan önemli bir bilgidir (Goldstein vd. 2017).

SEM analizleri için örnekler, etanol çözeltisinde hazırlandıktan sonra bazen bakır şeritler üzerine, bazen de karbon bantlara bir damla damlatılarak kurutulur. Yüzeyin iletkenliğini artırmak amacıyla yaklaşık 5 nm kalınlığında altın ile kaplanır. EDX analizleri 400  $\mu\text{m}^2$  alan üzerinde gerçekleştirilir.



**Şekil 3.5:** Quanta FEG 250 model FEİ, Hollanda SEM-EDX cihazı

### C. TGA/DTG

Elde edilen PET- silisyum bazlı moleküler katkı nanokompozitinin termal özellikleri ve bozunma mekanizması TGA-DTG ile belirlenecektir. Fotoelektron zirveleri, çıkarıldıkları element ve yörüngeye göre not edilmiştir. Örneğin “O 1s”, bir oksijen atomunun 1s yörüngesinden yayılan elektronları tanımlar. Bağlanma enerjisi x-ışını kaynak enerjisinden daha az olan herhangi bir elektron numuneden yayınlanmalı ve XPS tekniği ile gözlemlenmelidir. Bir elektronun bağlanma enerjisi maddi bir özelliktir ve onu fırlatmak için kullanılan x-ışını kaynağından bağımsızdır. Farklı x-ışını kaynaklarıyla deneyler yapıldığında fotoelektronların bağlanma enerjisi değişmeyecektir; ancak yayılan fotoelektronların kinetik enerjisi Denklem 1'de tanımlandığı gibi değişecektir(Stevie ve Donley 2020).

XPS, yüzey karakteri ve elementel kompozisyon ölçümleri için X-ışını fotoelektron spektroskopisi kullanılarak gerçekleştirilir.

Termogravimetrik analiz, sıcaklıktaki değişime bağlı olarak malzemelerin ağırlığındaki değişiklikleri ölçer. Bu nedenle analiz, ağırlık, sıcaklık ve sıcaklık değişiminin ölçümü için yüksek hassasiyet gerektirir. TG/DTA analizleri için genellikle 5-10 mg katı malzeme, 20 °C/dakika ısıtma hızıyla standart bir ağırlığa göre ayarlanarak, azot atmosferinde 900 °C'ye kadar ısıtılır.



**Şekil 3.6:** Pelkin Elmer STA 6000 modeli TG-DTA cihazı

#### D. XPS Analizi

Nanokompozit malzemeli PET' in yüzeyleri ve özellikleri XPS ile incelenecektir.

X-ışını fotoelektron spektroskopisi (XPS), geniş bir malzeme yelpazesine uygulanabilmesi ve incelenen malzemenin yüzeyinden değerli niceliksel ve kimyasal durum bilgileri sağlaması nedeniyle en yaygın kullanılan yüzey analiz tekniğidir (Aziz ve Ismail 2017).

XPS'de numune yumuşak x-ışınları (enerjileri ~6 keV'den düşük) ile ışınlanır ve yayılan elektronların kinetik enerjisi analiz edilmektedir. Yayılan fotoelektron, x-ışını enerjisinin çekirdek seviyesindeki bir elektrona tamamen aktarılmasının sonucudur. Bu matematiksel olarak Denklem 1'de ifade edilmiştir. Bu eşitliğe göre x-ışınının enerjisinin ( $h\nu$ ), elektronun bağlanma enerjisine (BE) (bağlandığı atoma/orbitale ne kadar sıkı bağlandığı) artı kinetik enerjiye (KE) eşit olduğu belirtilmiştir. Yayılan elektronun artı spektrometre çalışma fonksiyonu ( $\Phi_{spec}$ ) sabit bir değerdir.

$$BE = h\nu - KE - \Phi_{spec}.$$

3.6

Bir elektronun bağlanma enerjisini belirlemek için Denklem 2'de ifade edilmiştir.

$$h\nu = BE + KE + \Phi_{spec}.$$

3.7



Şekil 3.7: XPS analizi için kullanılan Thermo Scientific K-Alpha, ABD cihazı

### E.X Işınları Kırınımı Ölçümü (XRD)

PET- silisyum bazlı moleküler katkı nanokompozitin kristal özellikleri XRD ile karşılaştırmalı olarak incelenecektir. X-ışını radyografisi (XRD), bir nesnenin içinden geçen yoğunluğun, absorpsiyonun yerel değişimi nedeniyle iç yapısının görünür hale getirilmesini sağlayan filmler veya dedektörler kullanılarak kaydedilmesine dayanan bir görüntüleme tekniğidir. XRD yöntemleri, kristallerin X-ışınlarını karakteristik bir şekilde kırarak kristalin fazların yapısının kesin bir şekilde incelenmesine olanak sağlama yeteneğine dayanmaktadır. Kaydedilen kırınım desenleri, bir numunenin çeşitli mikro ve makroyapısal özelliklerinin ilave katkılarını içerir. Tepe konumu ile kafes parametreleri, uzay grubu, kimyasal bileşim, makro gerilimler veya niteliksel faz analizi araştırılabilir. Pik yoğunluğuna bağlı olarak kristal yapı (atomik konumlar, sıcaklık faktörü veya doluluk) ile doku ve niceliksel faz analizleri hakkında bilgi elde edilebilir. Son olarak tepe şekli, numune genişletme katkıları (mikro gerilimler ve kristalit boyutu) hakkında bilgi verir (Epp 2016).

$d$ , Bragg Yasası ile hesaplanan kristalin düzlemler arası mesafesidir ( $d$ ),  $\lambda$  x-ışınının dalga boyudur,  $\theta$  kırılan dalganın açısıdır ve  $n$  kırılan ışının derecesi olarak bilinen tamsayıdır (Arslan 2014).

$$n \lambda = 2 d \sin (\theta)$$

### 3.8

XRD ölçümleri, STOE-STADI MP dikey sistemde, iletim modunda Cu'nun  $K\alpha$  ( $\alpha = 0.15406$  nm) ışını kullanılarak  $2\theta$  (Theta) = 10-80 aralığında ölçülür.



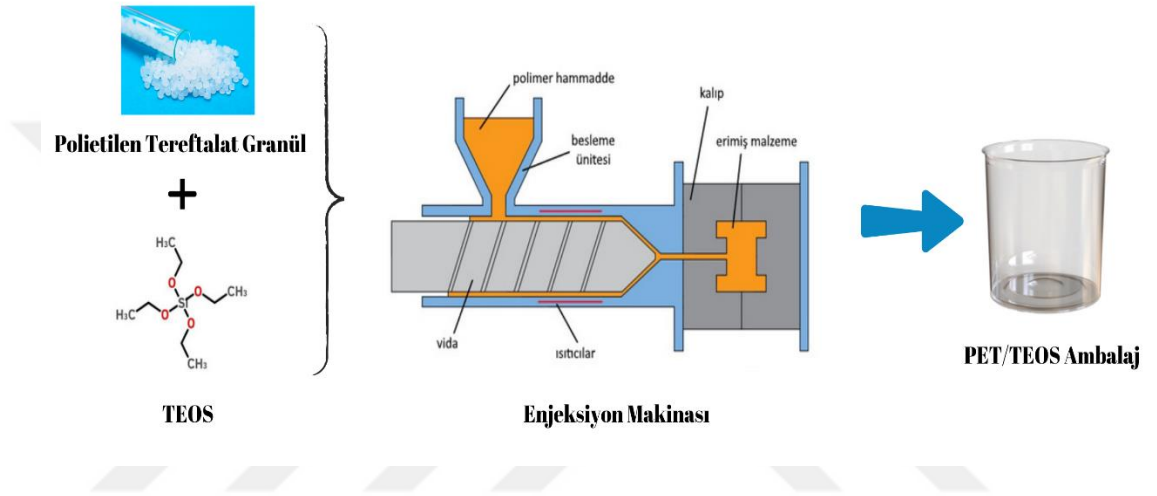
**Şekil 3.8:** Thermo Scientific ARL X'TRA modeli XRD cihazı.

## 3.2. Metot

### 3.2.1. PET Granül (Hazır)/Silisyum moleküler katkı

#### 3.2.1.1. PET/ TEOS

PET granülü enjeksiyon makinesinin karıştırma kazanının içerisine konuldu. Üzerine %1, %2 oranlarında TEOS eklendi. Homojen olana kadar karıştırıldı. Makinenin besleme hunisine konuldu. 270-290°C eritilerek PET/ TEOS karışımı vidalı ocağa gönderildi. Eriyik olan ürün kalıba aktarıldı. Elde edilen ürün analize gönderildi.



Şekil 3.9: PET granül/TEOS karışımının enjeksiyon makinasında işlenmesi.

**Kaynak:** Araştırmacı tarafından oluşturulmuştur.

### 3.2.2. PET Sentezi ve Sodyum Silikat ( $\text{Na}_2\text{SiO}_3$ ) Moleküler Katkı

Bu çalışmanın amacı, PET polimerinin ısıya dayanıklılığını artırmak için sodyum silikat ( $\text{Na}_2\text{SiO}_3$ ) ilavesi yapmaktır. PET, geniş bir uygulama yelpazesine sahip olan önemli bir polimerdir; ancak, ısıya dayanıklılığı sınırlı kalmaktadır. Bu nedenle, PET'in ısıya dayanıklılığını artırmak amacıyla, tereftalik asit (TFA), etilen glikol (EG) ve sodyum silikat ( $\text{Na}_2\text{SiO}_3$ ) bileşenlerinin farklı oranlarda bir araya getirilmesi hedeflenmiştir.

Çalışmalar, yedi farklı grup altında gerçekleştirilmiştir. Her grup, belirli bileşen oranlarının değiştirilmesiyle oluşturulmuştur:

1. **Grup 1:** Bu grupta, yalnızca PET sentezlenmiş ve iki farklı mol oranı ile incelenmiştir. TFA sabit tutulurken, EG oranı değiştirilmiştir. Bu çalışma,

farklı EG oranlarının PET'in ısı dayanıklılığı üzerindeki etkisini değerlendirmeyi amaçlamaktadır.

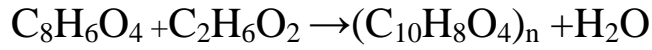
2. **Grup 2:** Bu grupta, yalnızca PET sentezlenmiştir. TFA sabit tutulurken, EG oranı değiştirilmiştir. Bu yaklaşım, EG'nin PET'in ısıya dayanıklılığı üzerindeki etkisini değerlendirmeyi amaçlamaktadır.
3. **Grup 3:** Bu grupta, TFA mol oranları değiştirilirken, EG ve sodyum silikat ( $\text{Na}_2\text{SiO}_3$ ) sabit tutulmuştur. Bu yaklaşım, TFA'nın miktarındaki değişimlerin PET'in ısıya dayanıklılığı üzerindeki etkisini değerlendirmeyi amaçlamaktadır.
4. **Grup 4:** Üçüncü grupta, TFA ve EG sabit tutulurken,  $\text{Na}_2\text{SiO}_3$  oranı değiştirilmiştir. Bu çalışma, silikatın PET'in ısı dayanıklılığı üzerindeki etkisini derinlemesine araştırmayı amaçlamaktadır.
5. **Grup 5:** Dördüncü grupta,  $\text{Na}_2\text{SiO}_3$  miktarı artırılarak yeni bir çalışma gerçekleştirilmiştir. 1 mol sodyum silikatın 2 mole çıkarıldığı bu denemede, 2 mol silikat ile TFA oranları değiştirilirken EG ve  $\text{Na}_2\text{SiO}_3$  sabit tutulmuştur. Bu çalışma,  $\text{Na}_2\text{SiO}_3$  PET'in ısı dayanıklılığı üzerindeki potansiyel etkisini değerlendirmeyi hedeflemektedir.
6. **Grup 6:** Beşinci grupta, yine 2 mole  $\text{Na}_2\text{SiO}_3$  kullanılırken, TFA ve odyum  $\text{Na}_2\text{SiO}_3$  sabit tutulmuş ve etilen glikol oranı değiştirilmiştir. Bu değişiklikler, PET'nin ısıya dayanıklılığı üzerindeki farklı etilen glikol oranlarının etkisini ortaya koymayı amaçlamaktadır.
7. **Grup 7:** Yedinci grupta, endüstriyel alanda kullanılan PET granülleri çözündürülmüş ve içerisine  $\text{Na}_2\text{SiO}_3$  eklenmiştir. Bu yaklaşım, endüstriyel PET'in ısıya dayanıklılığını artırma potansiyelini araştırmayı hedeflemektedir.

**Tablo 3.2:** PET Sentezi ve Sodyum Silikat ( $\text{Na}_2\text{SiO}_3$ ) sentezinin oranları.

<b>Grup 1</b>	<b>KT40(1:1)</b> <b>KT41(1.0,5)</b>	<b>TFA ve EG'den çıkarak PET Sentezi</b>
<b>Grup 2</b>	<b>KT13(2:1:1)</b> <b>KT16(1:1:1)</b> <b>KT35(0,5:1:1)</b>	<b>Değişen TFA Oranları</b> <b>(EG ve <math>\text{Na}_2\text{SiO}_3</math> sabit)</b>
<b>Grup 3</b>	<b>KT8(1:0,5:1)</b> <b>KT16(1:1:1)</b> <b>KT19(1:2:1)</b>	<b>Değişen EG Oranları</b> <b>(TFA ve <math>\text{Na}_2\text{SiO}_3</math> sabit)</b>
<b>Grup 4</b>	<b>KT12(1:1:0,5)</b> <b>KT16(1:1:1)</b> <b>KT17(1:1:2)</b>	<b>Değişen <math>\text{Na}_2\text{SiO}_3</math> oranları</b> <b>(TFA ve EG sabit)</b>
<b>Grup 5</b>	<b>KT36(0,5:1:2)</b> <b>KT17(1:1:2)</b> <b>KT37(2:1:2)</b>	<b>Silikat miktarına göre değişen TFA oranları</b> <b>(EG ve <math>\text{Na}_2\text{SiO}_3(2)</math> sabit)</b>
<b>Grup 6</b>	<b>KT15(1:0,5:2)</b> <b>KT17(1:1:2)</b> <b>KT35(0,5:1:1)</b>	<b>Silikat miktarına göre değişen EG oranları</b> <b>(TFA ve <math>\text{Na}_2\text{SiO}_3(2)</math> sabit)</b>
<b>Grup 7</b>	<b>KT17B(1:1:2)</b>	<b>PET granül silikat katkısı</b>

Bu çalışmada, polietilen tereftalat (PET) sentezinde tereftalik asit (TFA) ve etilen glikol (EG) arasındaki bağların içerisine sodyum silikat ( $\text{Na}_2\text{SiO}_3$ ) molekül yapısının eklenmesi hedeflenmektedir. Tereftalik asit, iki adet karbonil grubu ( $\text{C}=\text{O}$ ) ve iki adet hidroksil grubu ( $-\text{OH}$ ) içeren bir dicarboksilik asittir. Etilen glikol ise iki adet hidroksil grubu ( $-\text{OH}$ ) içeren bir diol bileşigidir. Bu iki bileşen arasındaki esterleşme reaksiyonu, PET'in temel yapısını oluşturur.

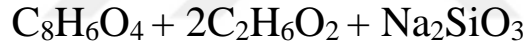
Tereftalik asit ve etilen glikol arasındaki esterleşme, aşağıdaki gibi gerçekleşir:



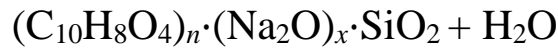
**3.9**

Bu reaksiyon sırasında, tereftalik asidin karboksil grubu ( $-\text{COOH}$ ) ile etilen glikolün hidroksil grubu ( $-\text{OH}$ ) arasında bir ester bağı ( $\text{C}-\text{O}$ ) oluşur. Bu bağı, PET polimerinin temel yapısını oluşturur.

Sodyum silikat ( $\text{Na}_2\text{SiO}_3$ ), silikat iyonu ( $\text{SiO}_3^{2-}$ ) içeren bir bileşiktir. Sodyum silikatın, tereftalik asitteki karbonil grubuna bağlanması, aşağıdaki gibi gösterilebilir:

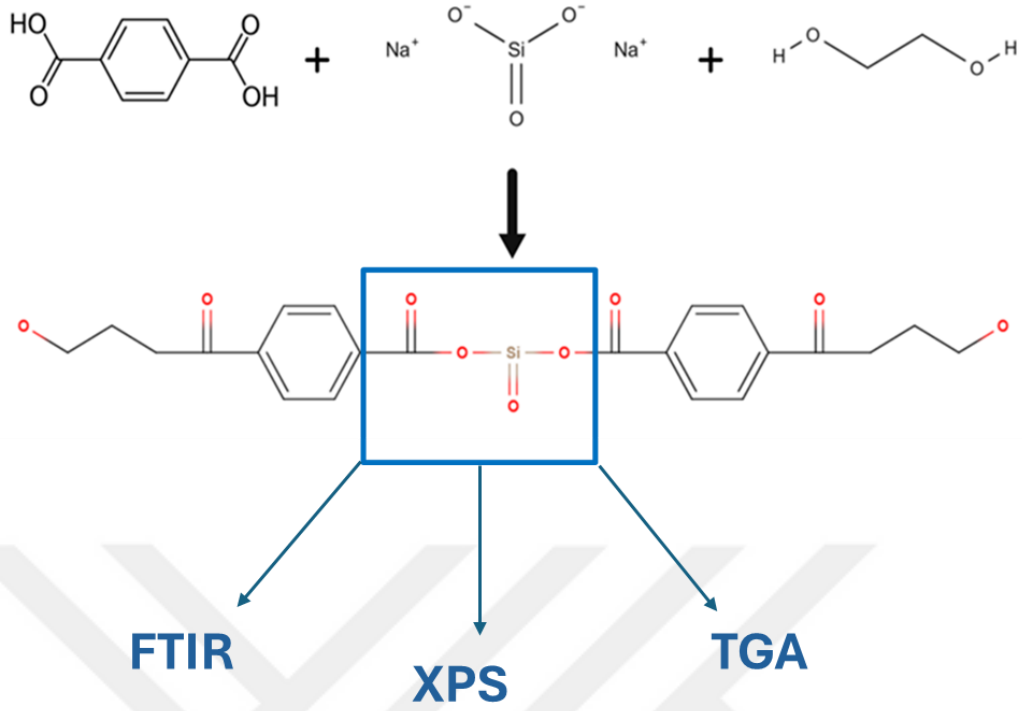


**3.10**



**3.11**

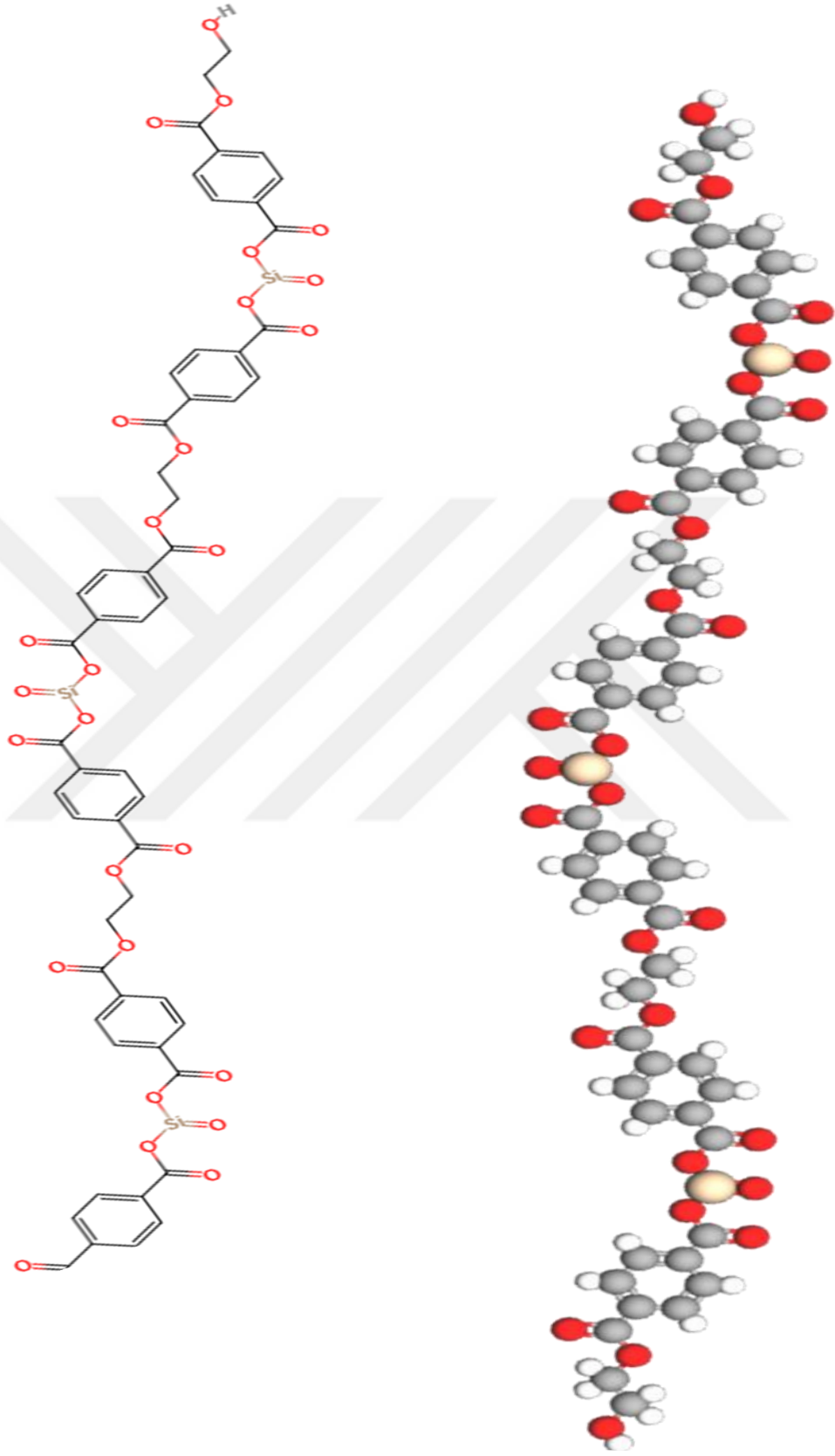
Burada, sodyum silikatın silikat iyonu, tereftalik asidin karbonil grubuna bağlanarak yeni bir silikat bağı ( $\text{C}=\text{O}-\text{Si}$ ) oluşturur. Bu bağı, PET'in yapısına entegre olurken, sodyum silikatın ısıya dayanıklılık özelliklerini artırma potansiyelini taşır.



**Şekil 3.10:** TFA+EG+Na<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub> sentezi polimeri.

**Kaynak:** Araştırmacı tarafından oluşturulmuştur.

FTIR, PET yapısındaki fonksiyonel grupların varlığını ve sodyum silikatın entegrasyonunu incelemek için kullanılacaktır. FTIR spektrumları, sodyum silikatın bağlanmasıyla oluşan yeni fonksiyonel grupların belirlenmesine yardımcı olacaktır. Özellikle, karbonil grubu ve silikat bağı arasındaki etkileşimler gözlemlenecektir. TGA, PET'in termal stabilitesini ve sodyum silikat ilavesinin ısıya dayanıklılığı üzerindeki etkisini değerlendirmek için kullanılacaktır. Bu analiz, malzemenin sıcaklık artışıyla birlikte kütle kaybını izleyerek, ısıya dayanıklılık özelliklerini ortaya koyacaktır. Sodyum silikatın varlığı, malzemenin termal degradasyon sıcaklıklarını etkileyebilir. XPS, yüzey bileşenlerinin kimyasal durumunu ve sodyum silikatın PET yapısındaki entegrasyonunu incelemek için kullanılacaktır. Bu yöntem, elementlerin yüzeydeki dağılımını ve bağlanma durumlarını belirlemeye olanak tanıyacaktır. Özellikle, silikatın bağlanma yerleri ve etkileşimleri detaylı bir şekilde analiz edilecektir.



**Şekil 3.11:** TFA+EG+Na<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub> sentezi polimerinin yapısı ve modeli

**Kaynak:** Araştırmacı tarafından oluşturulmuştur.

### 3.2.2.1. Grup 1: TFA ve EG'den çıkararak PET Sentezi

Polietilen tereftalat (PET) sentezi, iki farklı mol oranı kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Bu çalışmada, tereftalik asit (TFA) ve etilen glikol (EG) kullanılarak PET sentezi yapılmıştır. Farklı mol oranları ile iki farklı PET örneği elde edilmiştir.

**Tablo 3.3:** KT40 ve KT41 mol oranları.

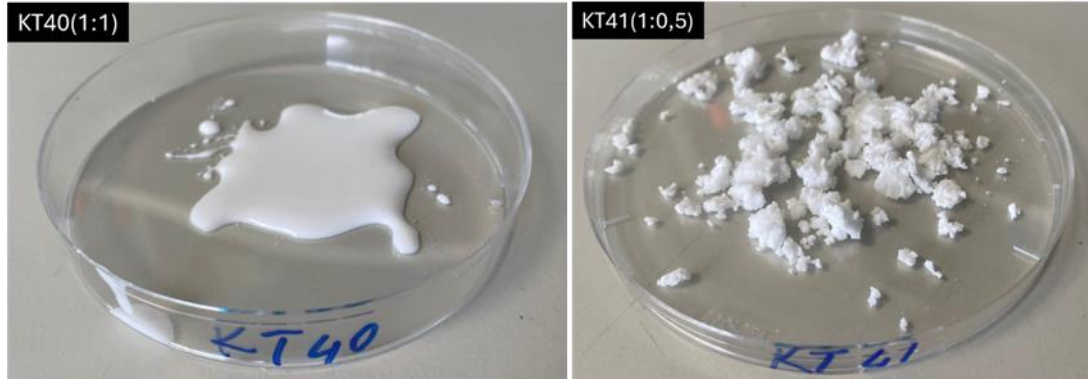
Numune Adı	TFA Miktarı (mol)	EG Miktarı (mol)	TFA:EG (mol oranı)
KT40	0.1	0.1	1:1
KT41	0.1	0.05	1:0.5

TFA ve EG, eşit molar oranlarda reaksiyona sokularak KT40 örneği sentezlenmiştir. Reaksiyon karışımı, uygun bir reaktörde karıştırılarak belirli sıcaklık ve basınç koşullarında polimerizasyon tamamlanana kadar işleme devam edilmiştir. Elde edilen ürün, saflaştırma işlemlerinden geçirilerek KT40 olarak adlandırılmıştır.

TFA ve EG, 1:0.5 molar oranında karıştırılarak KT41 örneği sentezlenmiştir. Aynı şekilde, reaksiyon karışımı uygun bir reaktörde karıştırılarak polimerizasyon işlemi tamamlanana kadar devam edilmiştir. Elde edilen ürün, saflaştırma işlemlerinden geçirilerek KT41 olarak adlandırılmıştır.

TFA ve EG belirlenen mol oranlarında hazırlanıp karıştırma işlemi yapılmıştır. Karıştırma işlemi, polikondenzasyon reaksiyonunun gerçekleşmesi için belirli bir süre devam ettirilmiştir. Bu süreçte su buharı açığa çıkmış ve buhar, sistemden uzaklaştırılmıştır.

Bu süreçler sonucunda elde edilen KT40 ve KT41 örnekleri, farklı mol oranları ile sentezlenmiş PET materyallerinin yapısal ve fiziksel özelliklerini karşılaştırmak için kullanılmıştır.



**Şekil 3.12:** KT40 ve KT41 polimer oluşumu.

**Kaynak:** Araştırmacı tarafından oluşturulmuştur.

### 3.2.2.2. Grup 2: Değişen TFA Oranları (EG ve $\text{Na}_2\text{SiO}_3$ sabit)

PET sentezi işlemi sırasında elde edilen ürüne, farklı TFA mol oranlarıyla sodyum silikat eklenmesi amaçlanmıştır. EG ve sodyum silikat oranları sabit tutulurken, TFA değerleri değiştirilmiştir.

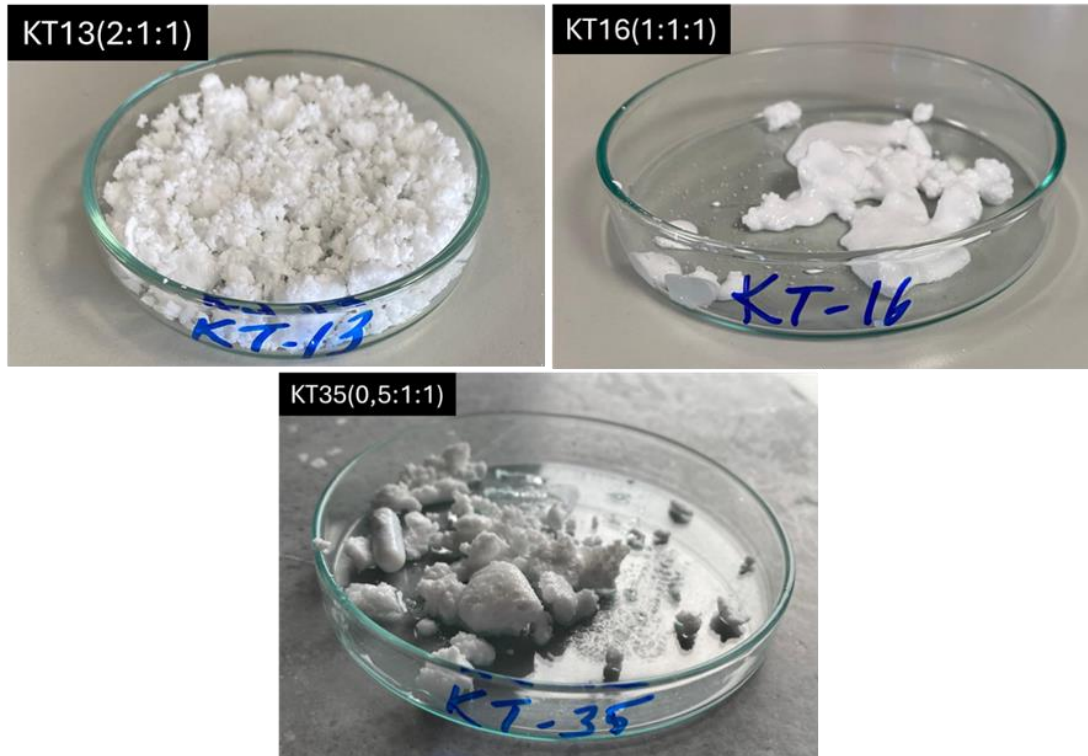
**Tablo 3.4:** KT13, KT16 ve KT35 değişen TFA mol oranları

Numune Adı	TFA Miktarı (mol)	EG Miktarı (mol)	$\text{Na}_2\text{SiO}_3$ Miktarı (mol)	TFA:EG: $\text{Na}_2\text{SiO}_3$ (mol oranı)
KT13	2	1	1	2:1:1
KT16	1	1	1	1:1:1
KT35	0,5	1	1	0,5:1:1

KT13 katalizörü kullanılarak PET ürününe 2:1:1 mol oranlarında sodyum silikat eklenmiştir. Bu aşamada, belirtilen mol oranları dikkate alınarak sentez prosedürü uygulanmıştır. TFA, EG ve sodyum silikat, 2:1:1 molar oranında karıştırılmıştır. Reaksiyon karışımı, uygun bir reaktörde belirli sıcaklık ve basınç koşullarında karıştırılarak polimerizasyon işlemi tamamlanana kadar işleme devam edilmiştir. Elde

edilen ürün, saflaştırma işlemlerinden geçirilerek KT13 olarak adlandırılmıştır. KT16 katalizörü ile PET ürününe 1:1:1 mol oranlarında sodyum silikat eklenmiştir. Yine, prosedür adımları titizlikle takip edilmiştir. TFA, EG ve sodyum silikat, 1:1:1 molar oranında karıştırılmıştır. Aynı şekilde, reaksiyon karışımı uygun bir reaktörde karıştırılarak polimerizasyon işlemi tamamlanana kadar devam edilmiştir. Elde edilen ürün, saflaştırma işlemlerinden geçirilerek KT16 olarak adlandırılmıştır.

Son olarak, KT35 katalizörü kullanılarak PET ürününe 0,5:1:1 mol oranlarında sodyum silikat eklenmiştir. Sentez işlemi bu mol oranları doğrultusunda gerçekleştirilmiştir. TFA, EG ve sodyum silikat, 0,5:1:1 molar oranında karıştırılmıştır. Reaksiyon karışımı, uygun bir reaktörde belirli sıcaklık ve basınç koşullarında karıştırılarak polimerizasyon işlemi tamamlanana kadar işleme devam edilmiştir. Elde edilen ürün, saflaştırma işlemlerinden geçirilerek KT35 olarak adlandırılmıştır.



**Şekil 3.13:** KT13, KT16 ve KT35 polimer oluşumu.

**Kaynak:** Araştırmacı tarafından oluşturulmuştur.

Her bir durumda sıcaklık, reaksiyon süresi ve diğer parametreler sabit tutularak homojen ve kontrol edilmiş koşullarda işlemler uygulanmıştır. Elde edilen ürünler, karakterizasyon teknikleri kullanılarak karşılaştırmalı analizlere tabi tutularak kimyasal ve fiziksel özellikleri incelenmiştir.

Bu şekilde 2. Grupta PET içerisine sodyum silikat eklenmesi deneyleri, değişen TFA mol oranları ve sabit EG ve sodyum silikat oranları ile gerçekleştirilmiştir. Bu deneylerin sonuçları, PET'in yapısal özellikleri üzerindeki etkilerini değerlendirmek amacıyla detaylı bir şekilde incelenmiştir.

### 3.2.2.3. Grup 3: Değişen EG Oranları (TFA ve Na<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub> sabit)

Üçüncü grupta, PET sentezinde kullanılan etilen glikol (EG) miktarını değiştirerek çalışılmıştır. Bu çalışmada, TFA ve sodyum silikat miktarları sabit tutulurken, EG miktarı değiştirilmiştir. Sentez, belirli mol oranlarında ve sabit reaksiyon koşullarında gerçekleştirilmiştir. TFA miktarı sabit tutularak, EG miktarları sırasıyla değiştirilmiştir.

**Tablo 3.5:** KT8, KT16 ve KT19 değişen EG mol oranları

Numune Adı	TFA Miktarı (mol)	EG Miktarı (mol)	Na <sub>2</sub> SiO <sub>3</sub> Miktarı (mol)	TFA:EG:Na <sub>2</sub> SiO <sub>3</sub> (mol oranı)
KT8	1	0,5	1	1:0,5:1
KT16	1	1	1	1:1.1
KT19	1	2	1	1:2:1



**Şekil 3.14:** KT16, KT19 ve KT8 polimer oluşumu

**Kaynak:** Araştırmacı tarafından oluşturulmuştur.

#### 3.2.2.4. Grup 4: Değişen $\text{Na}_2\text{SiO}_3$ (TFA ve EG sabit)

Bu sistemde, PET sentezinde kullanılan sodyum silikat miktarı değiştirilmektedir. TFA ve etilen glikol EG sabit tutulurken,  $\text{Na}_2\text{SiO}_3$  miktarının değişiminin PET yapısına etkileri incelenmiştir. Sentez işlemleri belirli mol oranlarında ve sabit reaksiyon koşullarında gerçekleştirilmiştir. Sabit miktarlarda TFA ve EG, belirtilen mol oranlarına göre tartılır. Her bir deney için uygun miktarlarda malzemeler ölçülür ve karışım hazırlanır. Her numune için belirtilen miktarda sodyum silikat eklenir. Homojen bir karışım elde etmek için malzemeler iyice karıştırılır. Numune kodları ve mol oranları aşağıdaki tablo 3.4'te belirtilmiştir. 4 saat reaksiyon gerçekleştirilir. Reaksiyon süresi boyunca karışımın homojenliğini sağlamak için karıştırma işlemi devam ettirilir. Reaksiyon tamamlandıktan sonra karışım oda sıcaklığında kurutulmaya bırakılır.

**Tablo 3.6:** KT12 KT16 ve KT19 deęişen oranları  $\text{Na}_2\text{SiO}_3$

Numune Adı	TFA Miktarı (mol)	EG Miktarı (mol)	$\text{Na}_2\text{SiO}_3$ Miktarı (mol)	TFA:EG: $\text{Na}_2\text{SiO}_3$ (mol oranı)
KT12	1	1	0,5	1:1:0,5
KT16	1	1	1	1:1:1
KT17	1	1	2	1:1:2



**Şekil 3.15:** KT12, KT16 ve KT17 polimer oluşumu.

**Kaynak:** Araştırmacı tarafından oluşturulmuştur.

### 3.2.2.5. Grup 5: Silikat miktarına göre deęişen TFA oranları (EG ve Na<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub> (2) sabit)

Bu aşamada, PET sentezi sürecinde etilen glikol (EG) miktarının deęiştirilmesi ve silikat Na<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub> oranının sabit tutulması üzerine odaklanılmıştır. Ayrıca, trikloroasetik asit (TFA) ile EG ve Na<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub>'ün farklı oranlarının kullanıldığı numuneler oluşturulmuştur.

Bu aşamanın amacı, EG miktarının PET sentezi üzerindeki etkisini incelemektir. EG'nin azaltılması veya artırılmasının PET'in yapısal özellikleri ve sodyum silikat ile etkileşimi üzerindeki etkilerini belirlemek hedeflenmektedir.

KT36'da, sistemdeki mol oranı 0,5:1:2 olacak şekilde TFA:EG:Na<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub> oranları kullanılmıştır. KT17'de, sistemdeki mol oranı 1:1:2 olacak şekilde TFA:EG:Na<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub> oranları uygulanmıştır. KT37'de, sistemdeki mol oranı 2:1:2 olacak şekilde TFA:EG:Na<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub> oranları tercih edilmiştir. Her bir deneme için belirlenen TF oranlarına uygun reaksiyon koşulları belirlenmiş ve sürekli olarak izlenmiştir. Elde edilen ürünler, çeşitli analizlerle detaylı bir şekilde karakterize edilmiş ve sonuçlar karşılaştırmalı olarak incelenmiştir.

**Tablo 3.7:** KT36 KT17 ve KT37 artan Na<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub> miktarına göre deęişen TFA oranları

Numune Adı	TFA Miktarı (mol)	EG Miktarı (mol)	Na <sub>2</sub> SiO <sub>3</sub> Miktarı (mol)	TFA:EG:Na <sub>2</sub> SiO <sub>3</sub> (mol oranı)
KT36	0,5	1	2	0,5:1:2
KT17	1	1	2	1:1:2
KT37	2	1	2	2:1:2



**Şekil 3.16:** KT37, KT17 ve KT36 polimer oluşumu.

**Kaynak:** Araştırmacı tarafından oluşturulmuştur

### 3.2.2.6. Grup 6: Silikat miktarına göre değişen EG oranları (TFA ve $\text{Na}_2\text{SiO}_3$ (2) sabit)

Bu aşamada, PET sentezi sürecinde EG miktarının değiştirilmesi ve silikat oranının sabit tutulması üzerine odaklanılmıştır. TFA miktarı sabit tutulmuş, artan silikat ile EG'nin farklı oranları kullanılarak numuneler oluşturulmuştur. Numune kodları ve mol oranları aşağıdaki tablo 3.4'te belirtilmiştir. Bu aşamanın amacı, EG miktarının PET sentezi ve sodyum silikat ile etkileşimi üzerindeki etkilerini incelemektir. Ayrıca, farklı TFA:EG oranlarının PET kompozit malzemelerin kristal yapısı ve morfolojisi üzerindeki etkilerini anlamak hedeflenmektedir. Her bir numune için belirlenen TFA:EG oranlarına göre malzemeler tartılmış ve karıştırılmıştır. Reaksiyonlar belirli sıcaklık ve süre koşullarında gerçekleştirilmiştir.

**Tablo 3.8:** KT15, KT17 ve KT35 artan  $\text{Na}_2\text{SiO}_3$  miktarına göre deęişen EG oranları.

Numune Adı	TFA Miktarı (mol)	EG Miktarı (mol)	$\text{Na}_2\text{SiO}_3$ Miktarı (mol)	TFA:EG: $\text{Na}_2\text{SiO}_3$ (mol oranı)
KT15	1	0,5	2	1:0,5:2
KT17	1	1	2	:1:2
KT35	1	2	2	1:2:2



**Şekil 3.17:** KT15, KT17 ve KT35 polimer oluşumu.

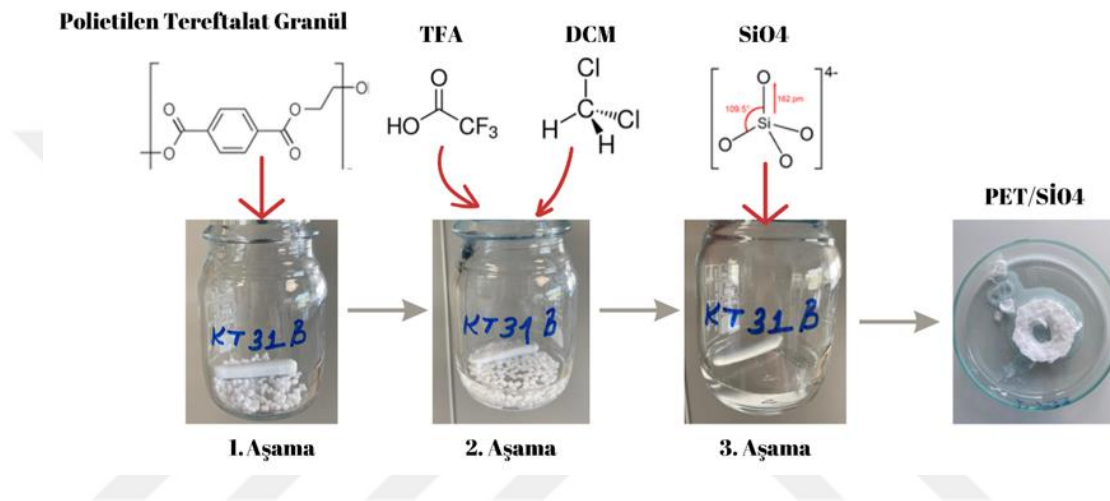
**Kaynak:** Araştırmacı tarafından oluşturulmuştur.

### 3.2.2.7. Grup 7: PET granül sodyum silikat ( $\text{Na}_2\text{SiO}_3$ ) katkısı

Bu aşamada, PET granülleri TFA ve diklorometan (DCM) solventleri kullanılarak çözüldürülmüş ve çözeltiye sodyum silikat ( $\text{Na}_2\text{SiO}_3$ ) eklenmiştir. Bu yöntemle PET-sodyum silikat kompozitlerinin üretimi gerçekleştirilmiştir.

**Tablo 3.9:** KT17B mol oranları

Numune Adı	PET granül (mol)	Na <sub>2</sub> SiO <sub>3</sub> (mol)	TFA:EG: Na <sub>2</sub> SiO <sub>3</sub> (mol oranı)
KT17B	1	2	1:1:2



**Şekil 3.18:** PET granül/ Na<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub> karışımı

**Kaynak:** Araştırmacı tarafından oluşturulmuştur.

PET granülleri, belirli oranlarda TFA ve DCM solventleri ile çözelti haline getirilmiştir. Bu işlem sıcaklık kontrollü bir ortamda gerçekleştirilmiştir. Çözündürülen PET çözeltilisine belirli oranlarda sodyum silikat eklenmiştir. Numune kodları ve mol oranları aşağıdaki tablo 3.7’te belirtilmiştir Bu aşamada Na<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub> miktarı, PET matrisine göre optimize edilmiştir. Çözelti, homojen bir karışım elde edilene kadar karıştırılmış ve belirli reaksiyon koşullarında belirli süre boyunca bekletilmiştir. Bu süreçte sıcaklık ve karıştırma hızı gibi parametreler kontrol altında tutulmuştur. Hazırlanan PET-sodyum silikat çözeltisi, belirli bir formasyon yöntemiyle dökülmüş ve ardından kurutulmuştur. Bu işlem, istenilen morfoloji ve yapıya sahip nanofiber veya kompozit yapının oluşmasını sağlamak için önemlidir. Elde edilen PET-sodyum silikat kompozitleri çeşitli karakterizasyon teknikleri kullanılarak analiz edilmiştir. XRD, FT-IR, SEM gibi tekniklerle numunelerin kristal yapısı, yüzey morfolojisi ve kimyasal özellikleri incelenmiştir. Bu aşamanın amacı,

PET granüllerinin çözüldürülmesi ve içërisine sodyum silikat eklenmesi suretiyle PET-sodyum silikat kompozitlerinin üretilmesidir. Bu yöntemle, PET matrisinde sodyum silikat ile etkileşimli yeni yapıların oluşturulması ve malzemenin özelliklerinin iyileştirilmesi hedeflenmektedir



**Tablo 3.10:** PET Sentezi ve Sodyum Silikat ( $\text{Na}_2\text{SiO}_3$ ) sentezinin oranları

<b>Numune adı</b>	<b>Tereftalik asit</b>	<b>Etilen glikol</b>	<b>Sodyum silikat (<math>\text{Na}_2\text{SiO}_3</math>)</b>
<b>Kt8</b>	1	0,5	1
<b>KT12</b>	1	1	0,5
<b>KT13</b>	2	1	1
<b>KT15</b>	1	0,5	2
<b>KT16</b>	1	1	1
<b>KT17</b>	1	1	2
<b>KT19</b>	1	2	1
<b>KT35</b>	0,5	1	1
<b>KT36</b>	0,5	1	2
<b>KT37</b>	2	1	2
<b>KT17B</b>	1	1	2
<b>KT40</b>	1	1	-
<b>KT41</b>	1	0,5	-

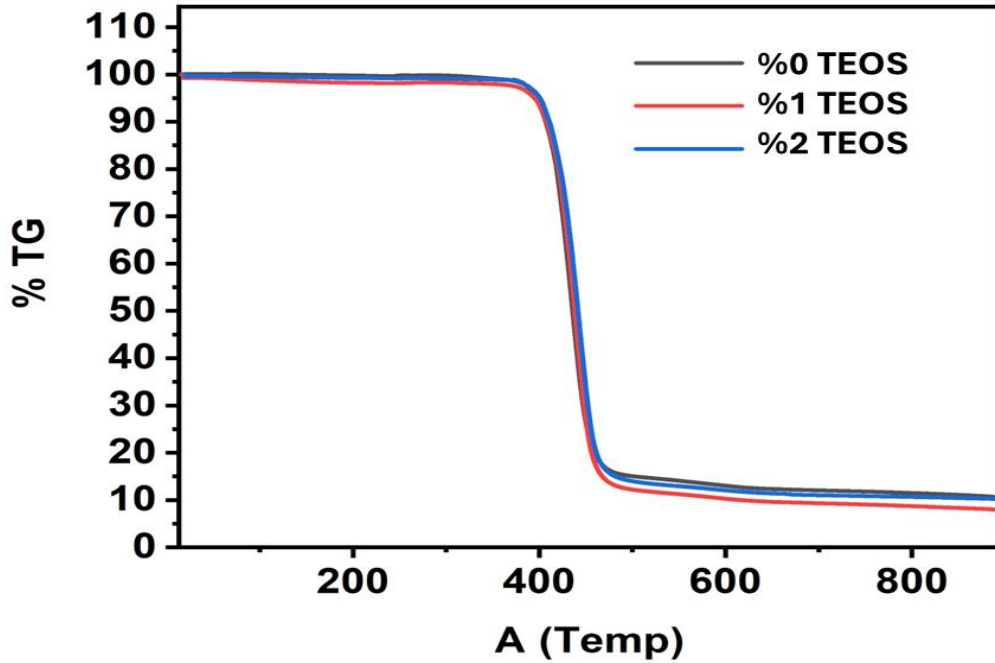
## DÖRDÜNCÜ BÖLÜM

### BULGULAR VE TARTIŞMA

#### 4.1. PET Granül (Hazır)/ Silisyum moleküler katkı

##### 4.1.1. PET/ TEOS

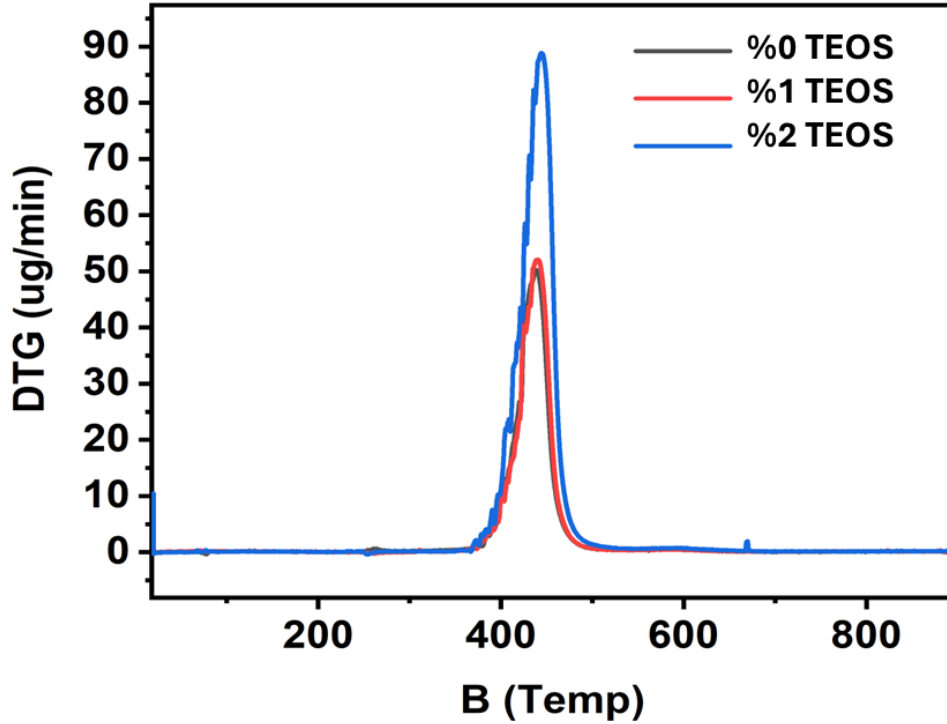
Modifiye PET sentezi için %1 ve %2 TEOS eklenmiş yeni karışımlarda termal özelliklerin gelişimi incelenmiştir. Termogravimetrik analiz sonuçları incelendiğinde, özellikle bozunma eğrilerinin platolardan aşağı doğru düşmeye başladığı yani aslında yeni kompozitin termal bütünlüğünün bozunmaya başladığı ve kütle kaybettiği noktalarda büyük bir farklılık görülmemektedir. Yine de çok az olsa da %2 TEOS içeren örneğin biraz daha dayanıklı olduğu fark edilmektedir. Termogravimetrik piklerin kayma davranışları Şekil 4.1 de gösterilmektedir. Eğrilerin başlangıç noktalarındaki ufak omuz noktaları farklılaşmaktadır. Homojen bir karışım olduğu gözlenmektedir.



Şekil 4.1: PET granül/TEOS TGA çizimi

**Kaynak:** Araştırmacı tarafından oluşturulmuştur.

Artan TEOS miktarı ile birlikte asıl farklılaşan ölçümler DTA ölçümleridir. Bu ölçümlere göre temel PET ve %1 TEOS içeren yapının grafikleri birbirine benzemektedir. Temel olarak ekzotermik işlevin miktarını gösteren DTA pikleri bu nedenle temel PET ve %1 TEOS katkılı arasında büyük bir fark oluşmadığını anlatır. Ancak ne zamanki %2 katkılı örnek analiz edildiğinden bozunma için gerekli olan ekzotermik ısının diğerlerine göre kıyasla çok yüksek olduğu gözlenmektedir. Bu da basit olarak aynı miktarda maddenin erimesi için daha fazla ısının %2'lik örnek için gerekli olduğunu gösterir. Yani temel PET yapısına göre dayanıklı bir yapı oluşmaktadır. Bu analize göre sadece TEOS değil aynı zamanda diğer silan bileşikleri de eklenebilir.



**Şekil 4.2:** PET sentezi/ TEOS karışımı DTG çizimi

**Kaynak:** Araştırmacı tarafından oluşturulmuştur.

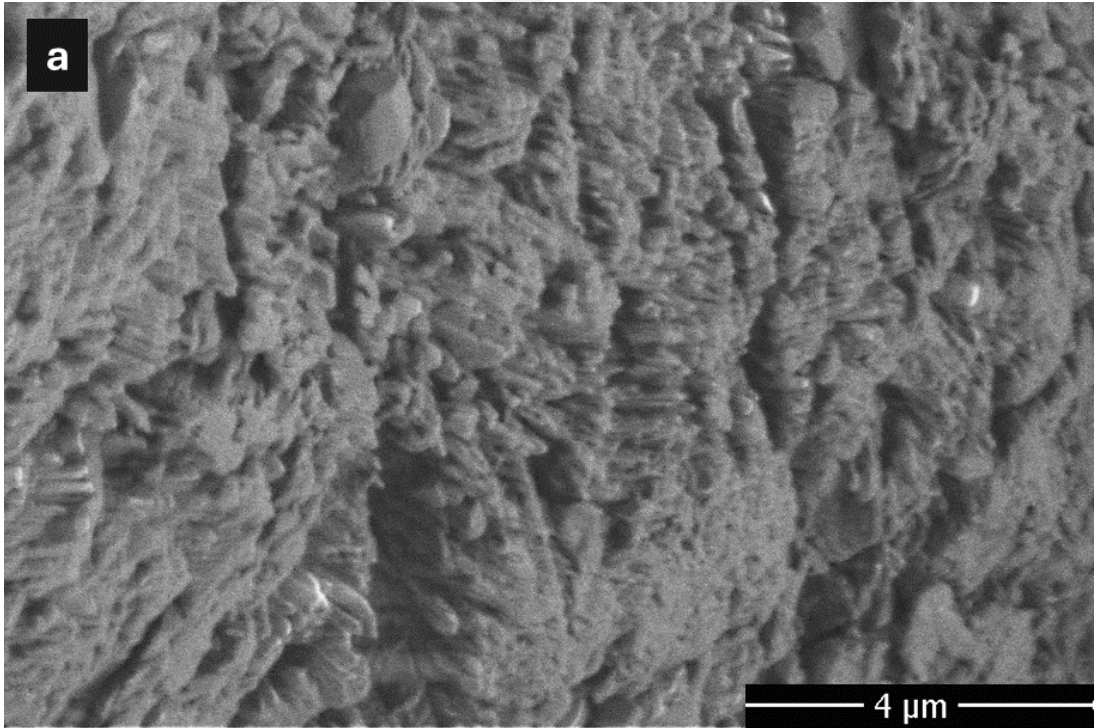
## 4.2. PET Sentezi ve Sodyum Silikat ( $\text{Na}_2\text{SO}_3$ ) Moleküler Katkı

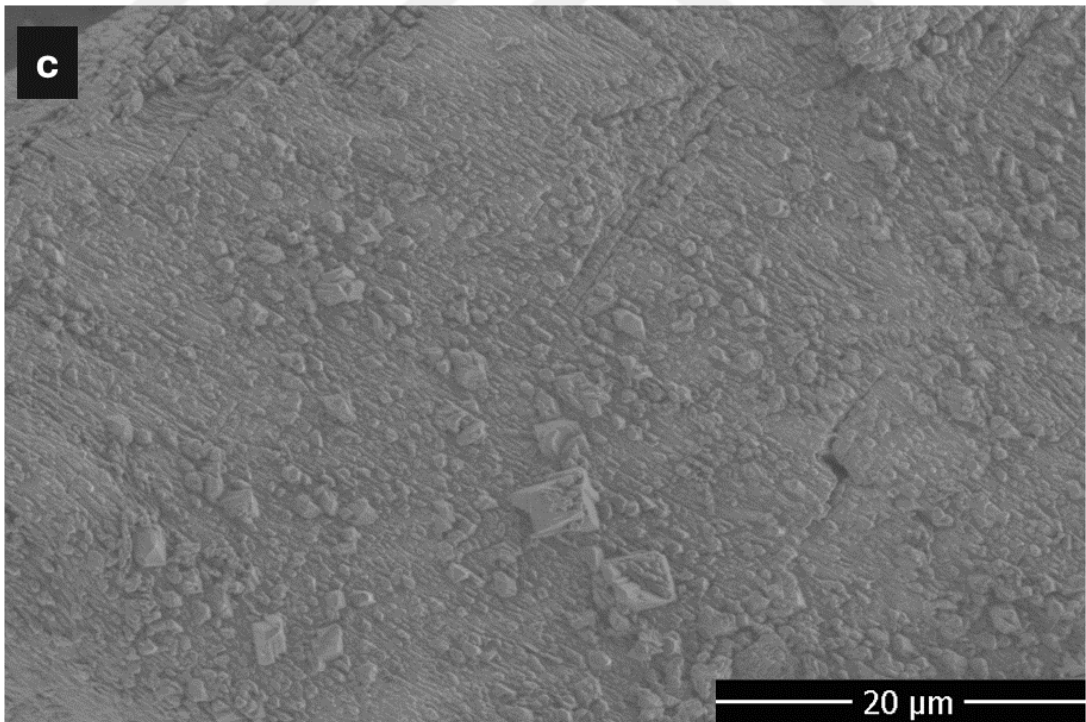
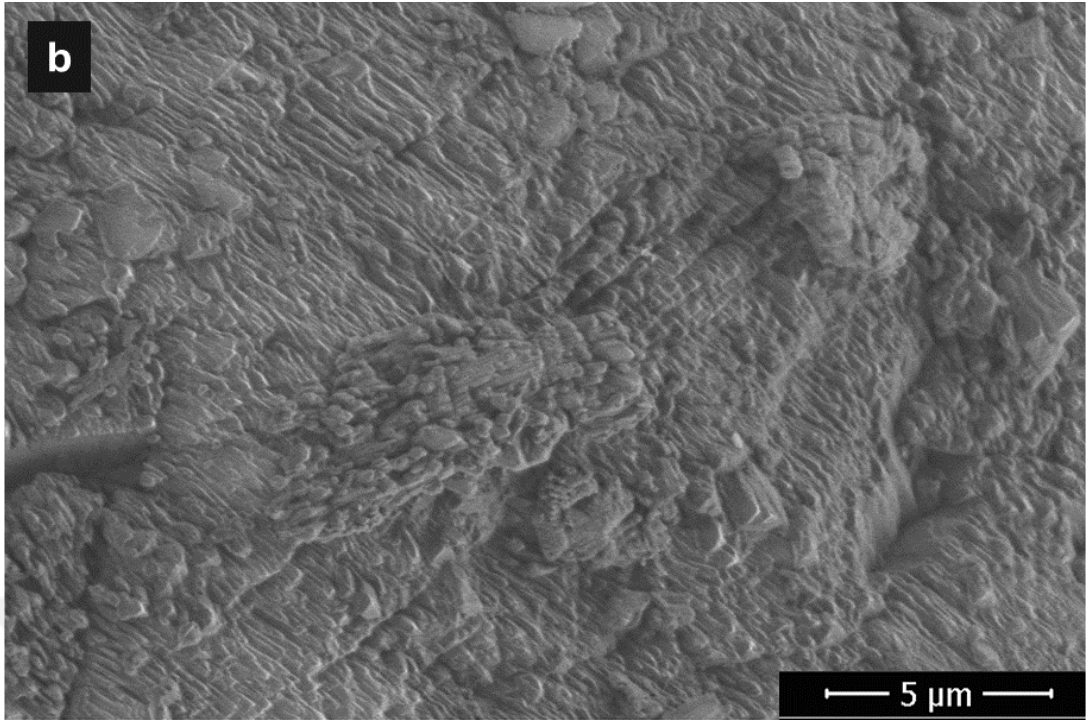
### 4.2.2. Grup 1: Sadece TFA ve EG'den çıkarak PET Sentezi

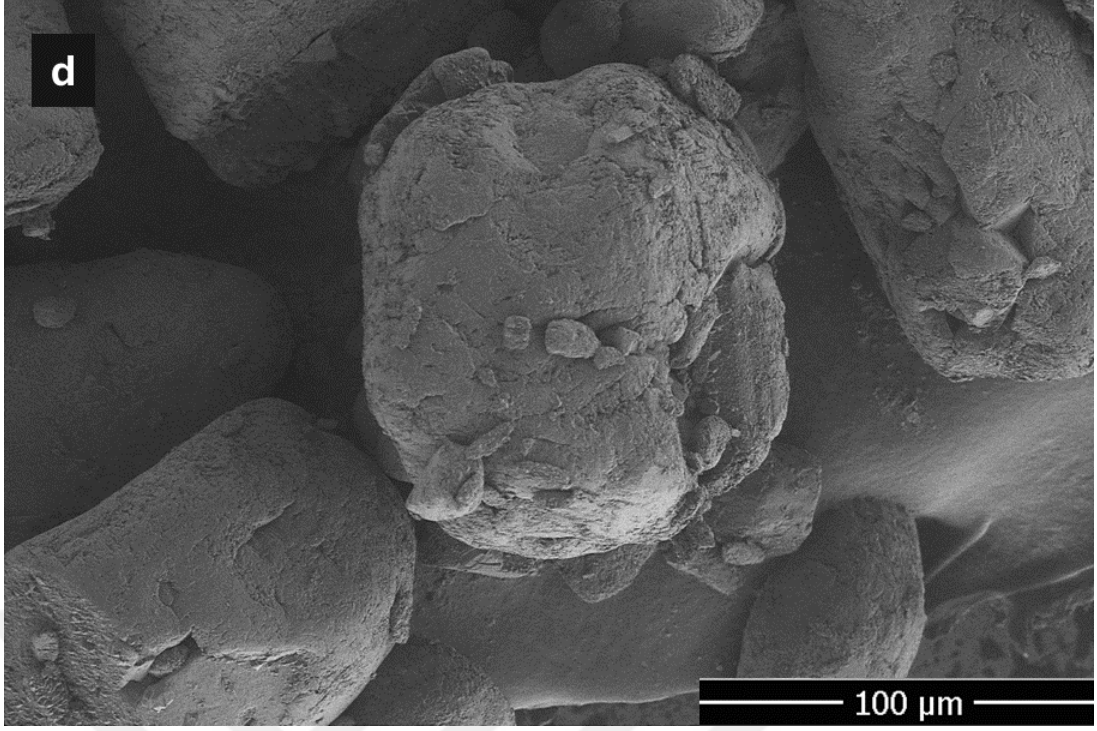
Grup 1	KT40 (1:1) KT41 (1:0,5)	Sadece TFA ve EG'den çıkarak PET Sentezi
--------	----------------------------	---

#### a) *KT40 (1:1) (TFA-EG)*

1:1 oranında polimerleşme ile elde edilen PET için gerçekleştirilen SEM ve EDX analizi elde edilen polimerik yapının homojen bir şekilde küçük partiküler yapıda olduğunu belirtmektedir. Tıpkı organik yapılarda gözleendiği gibi homojen bir görünüm ve fiziksel dağılım gözlenmektedir. İnorganik herhangi bir yapı olmamasına rağmen polimerleşme sonrası muhtemelen hidrojen bağlarından kaynaklı topaklanma gözlenmektedir.







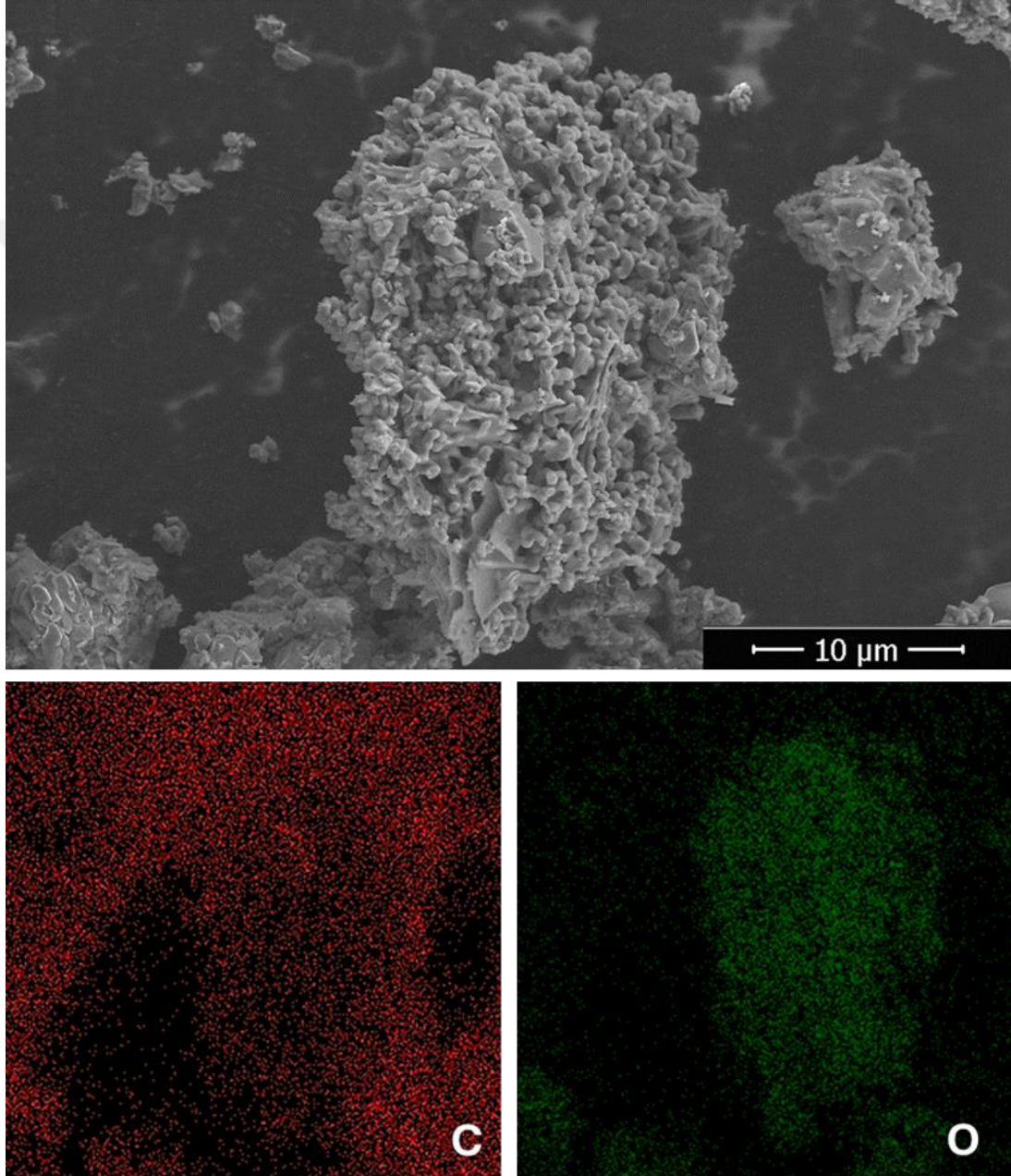
**Şekil 4.3:** KT40(1:1) SEM görüntüleri (a) 4 μm’de ölçeklendirilmiş SEM analizi görüntüsü (b) 5 μm’de ölçeklendirilmiş SEM analizi görüntüsü (c) 20 μm’de ölçeklendirilmiş SEM analizi görüntüsü (d) 100 μm’de ölçeklendirilmiş SEM analizi görüntüsü.

**Kaynak:** Araştırmacı tarafından oluşturulmuştur.

Bu da aslında PET polimerinin homojen ve istenilen bir şekilde polimerleşme gerçekleştirdiğini göstermektedir. Büyük aglomerasyon yapıları hidrojen bağları ile oluşan bu büyük topaklanma dışında yoktur. Bütün resimlerde herhangi bir radikal farklılık olmamakla birlikte polimerin her yerde aynı derecede polimerleşme sağladığı görülmektedir. SEM görüntüleri daha sonra silikat yapıları ile birleştirildiğinde bu inorganik kısımların polimerik yapıya dahil olması ile oldukça sert, rijit yapıların gözleneceği tahmin edilmektedir. Bu resimler de elde edilecek silikat ilaveli yapılar ile karşılaştırma için önem arz etmektedir. Ayrıca EDX analizi ile elde edilen atomik içerik de verilmektedir.

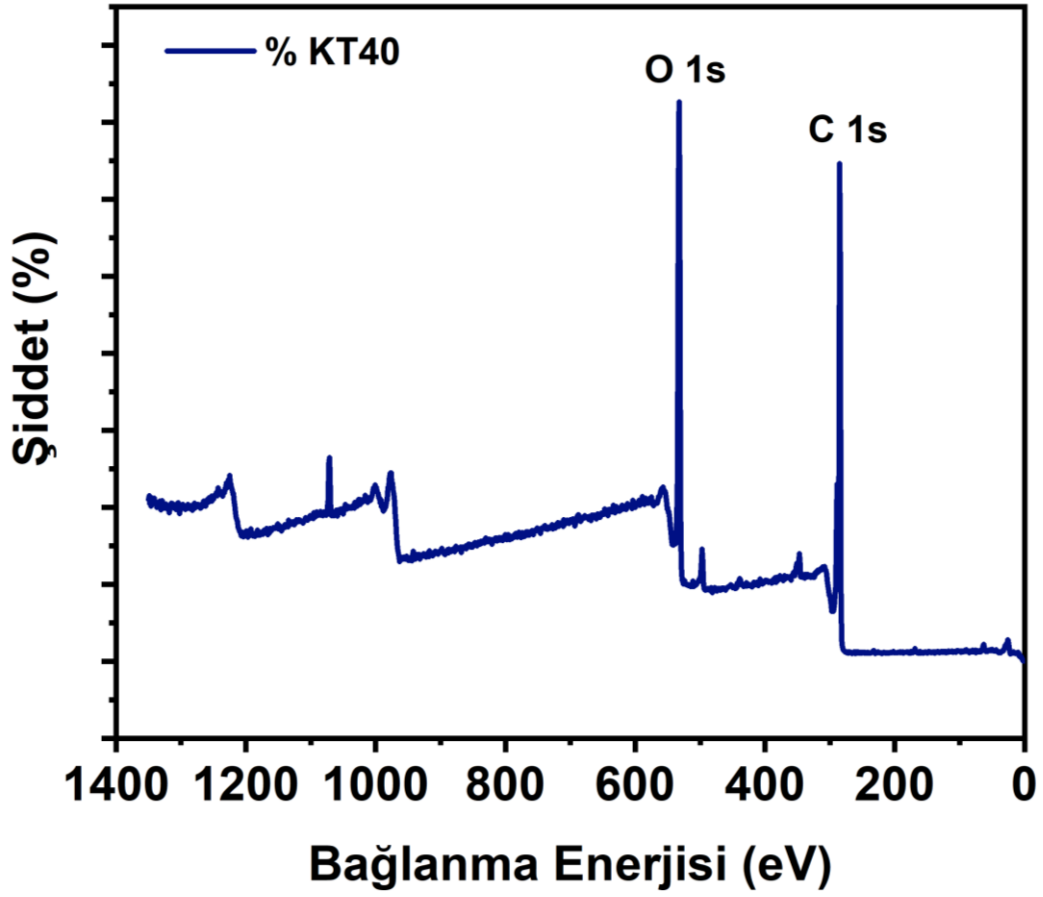
**Tablo 4.1:** KT40 (1:1) için EDX analizi

Element	Ağırlıkça %
C K	64.43
O K	34.47
Si K	0.00



**Şekil 4.4:** KT40 (1:1) kompozisyonu için elde edilen atomik analiz

**Kaynak:** Araştırmacı tarafından oluşturulmuştur.

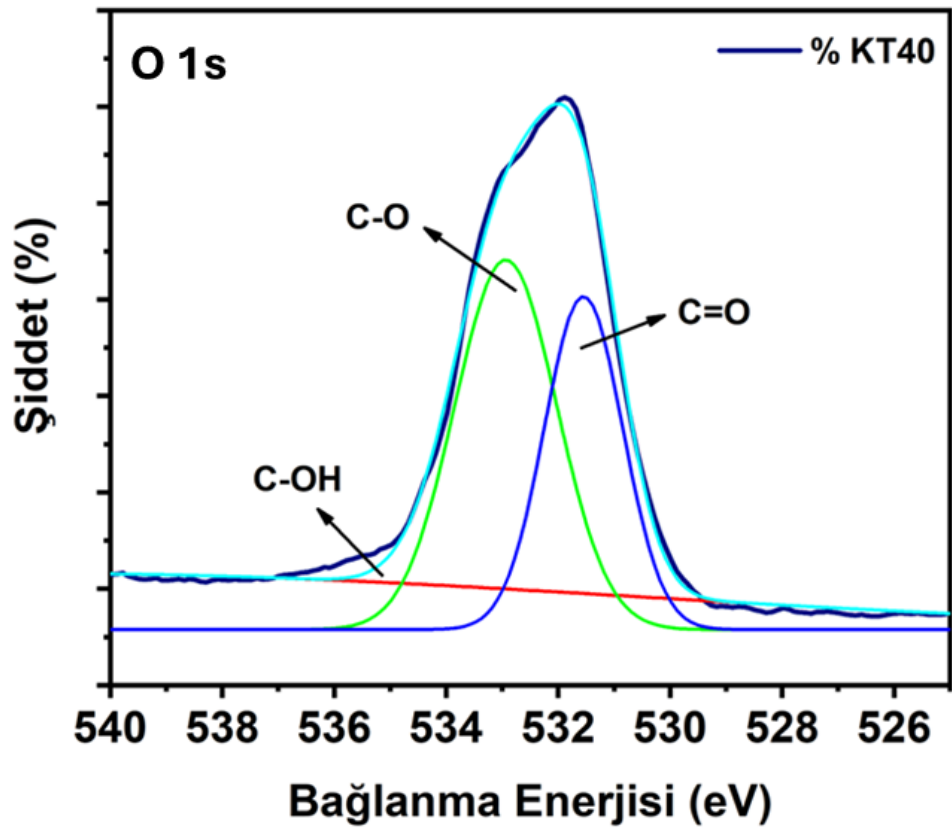
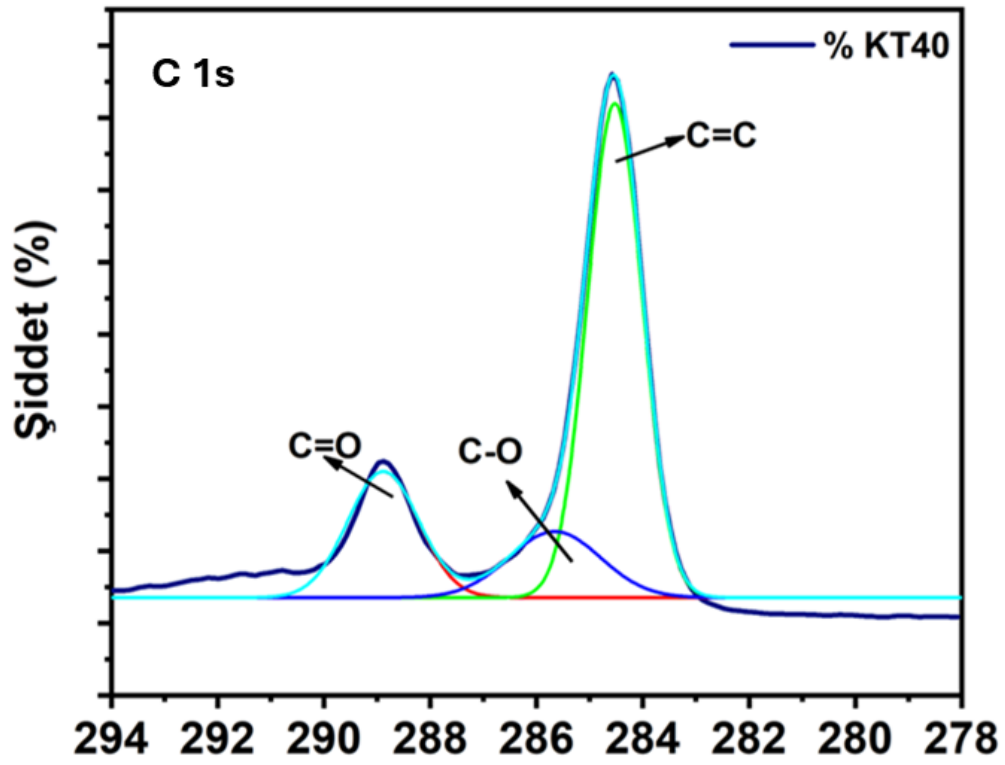


Şekil 4.5: KT40 (1:1) geniş spektrumlu XPS analizi

**Kaynak:** Araştırmacı tarafından oluşturulmuştur.

**Tablo 4.2:** KT40 (1:1) XPS yüksek çözünürlüklü pikleri

	O 1s	C 1s	Si 2p
KT40 (1:1)	532,11 eV	284,55 eV	0,0 eV



Şekil 4.6: KT40(1:1) için geniş spektrumlu XPS analizi C atomu ve O atomu dekonvülosyonu

**Kaynak:** Araştırmacı tarafından oluşturulmuştur.

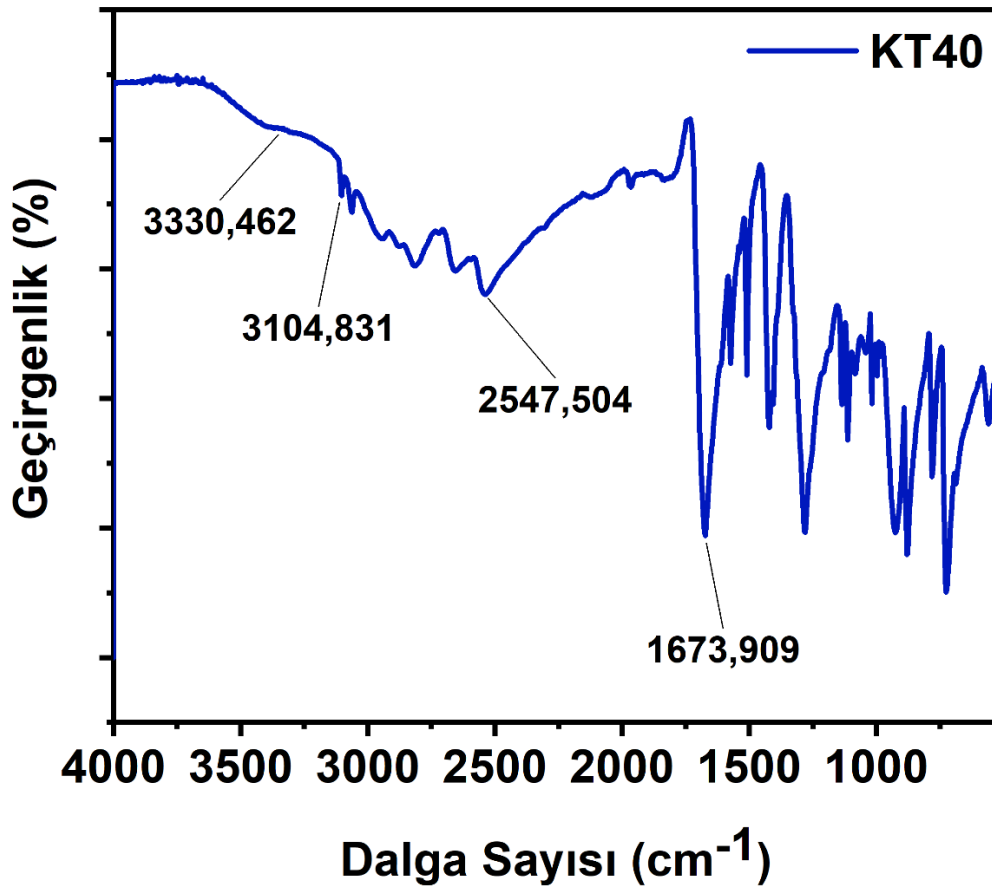
**Tablo 4.3:** KT40(1:1) XPS analizi dekonvülosyon değerleri

Elementler	Oluşan Bağlar	Pik Değerleri (eV)
C 1s	C=C	284.37
	C=O	288.83
	C-O	285.59
O 1s	C-O	532.9
	C=O	531.4
	C-OH	535.7

1:1 oranında gerçekleştirilen polietilen tereftalat (PET) sentezi sonrası elde edilen XPS verileri Tablo 4.3'te, malzemenin kimyasal yapısını ve yüzey özelliklerini anlamak için önemli bir araç sağlar. PET numunesi üzerinde yapılan analizlerde, karbon (C 1s) ve oksijen (O 1s) spektrumlarına göre belirli pikler gözlenmiştir. 288.83 eV karbonil (C=O) bağlarına ait karbonu işaret eder. PET'de bu pik, polimer zincirindeki ester gruplarından kaynaklanabilir. 285.59 eV karbon-oksijen (C-O) tekli bağlarına atfedilir.

PET içindeki oksijen içeren gruplar veya ester bağları bu pikle ilişkilendirilebilir. 284.37 eV karbon-karbon çift bağı (C=C) veya karbon-karbon tek bağı (C-C) bağlarına işaret eder. PET'de polimer zincirinin yapısal özelliklerini yansıtır. 532.9 eV karbon-oksijen tekli bağları (C-O) ile ilişkilidir. PET'de ester bağları veya diğer oksijen içeren gruplar bu pikle ilişkilendirilebilir. 531.4 eV karbonil grupları (C=O) çifte bağı ile ilişkilidir. PET sentezindeki karbonil grupları PET polimer zincirindeki ester gruplarından kaynaklanabilir. 535.7 eV hidroksil grupları (C-OH) ile ilişkilidir. PET sentezindeki hidroksil grupları, polimer yüzeyinde bulunan veya sentez sırasında kullanılan reaktif maddelerden kaynaklanabilir. Sonuç olarak sadece oksijen ve karbon içeren polimerin yapısal özellikleri ve bağlanma karakteristikleri elde edilmektedir. Araştırmada silikat yapısı karboksilik asit ile polimerleşme gösterirse bu piklerde kayma gözlenecektir.

Temel PET sentezi için 1:1 oranında polimerleştirilen EG ve TFA sertleştirme sonrası standart olarak kullanılacak FT-IR pikleri ortaya koymaktadır. 3330  $\text{cm}^{-1}$  pikleri polimerleşme olsa dahi su molekülleri varlığını ya da tam anlamı ile polimerleşmeden kalan çok küçük bir miktar monomer varlığını göstermektedir. Bu da temel olarak 1:1 oranının polimerleşme esnasında özel bir şekilde uzun bekletme veya termal uygulama ile sertleştiğinden emin olunması gerektiğini belirtir. 3104.831 ve 2547  $\text{cm}^{-1}$  arasındaki pikler aromatik ve alifatik C-H gerilme pikleridir. 1673  $\text{cm}^{-1}$ 'deki pik esterleşme sonrası ortaya çıkan karbonil bağ gerilmesidir. 1284  $\text{cm}^{-1}$  ester grup gerilmesine ait olan pik ve aynı zamanda 1100  $\text{cm}^{-1}$  değeri metilen gerilmesine ait olan piklerdir.



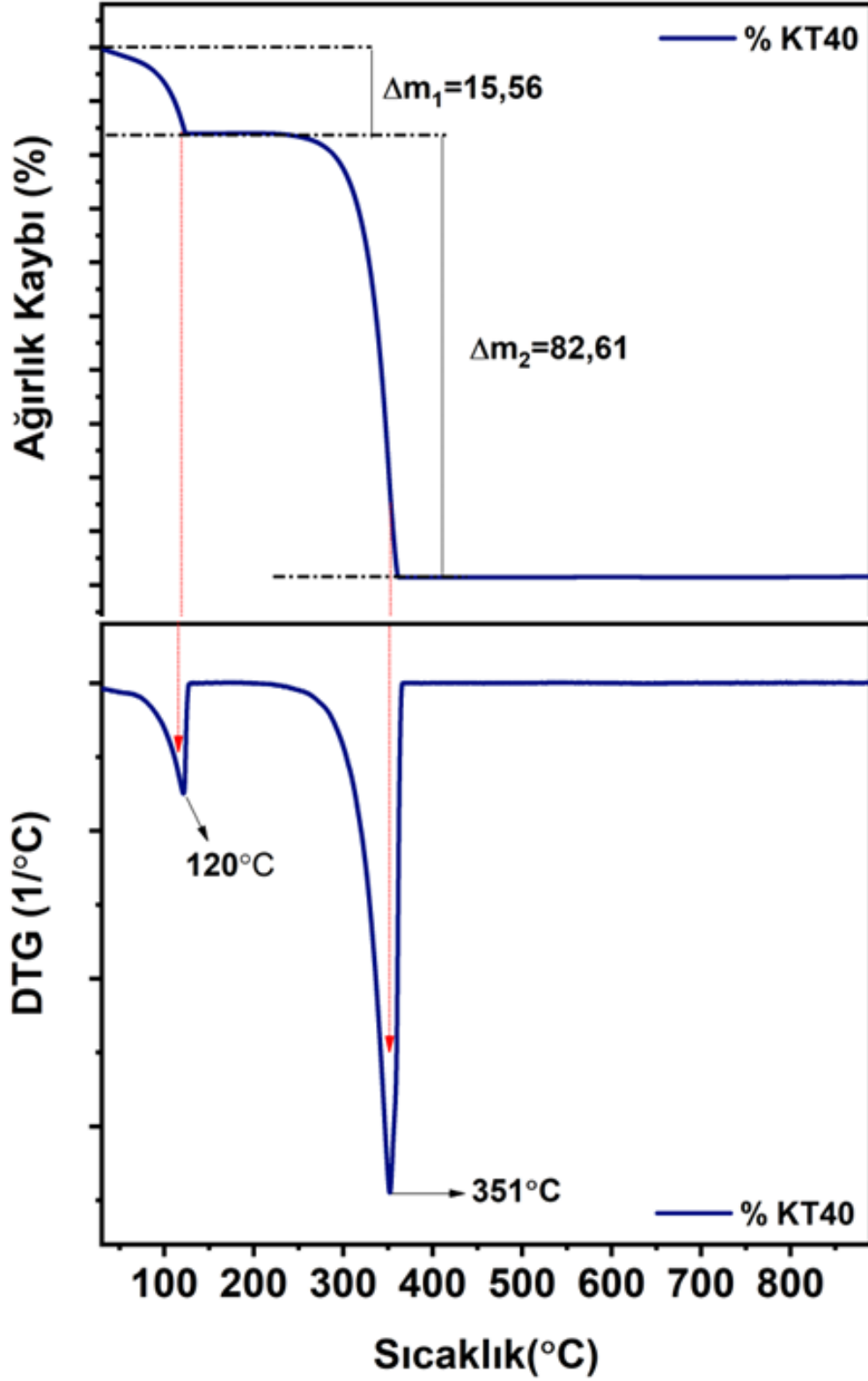
Şekil 4.7: KT40 (1:1) sentezinin FT-IR spekturumu.

**Kaynak:** Araştırmacı tarafından oluşturulmuştur.

Şekil 4.7’de verilen FT-IR’da 3330.642  $\text{cm}^{-1}$  ve 3104.831 ve  $\text{cm}^{-1}$  değerlerine sahip pikler, geniş bir yayılıma sahip olan -OH gruplarını (hidroksil) temsil eder. Bu gruplar, PET hidrofilik özelliklerinden sorumlu olabilir ve hidrojen bağları oluşturarak çevresel moleküllerle etkileşime girer.

Daha derin bir analizle  $2547.504\text{ cm}^{-1}$  deęerindeki pik, -CH (alkan) grubunun esneme piklerini yansıtır. Bu pikler, PET hidrofobik özelliklerine katkıda bulunur ve -CH (metil) ile -CH<sub>3</sub> metilen gruplarının varlığını işaret eder.  $1700\text{ cm}^{-1}$  deęerine yakın olan pikte ( $1673\text{ cm}^{-1}$ ) görülen karbonil (C=O) baęı ise ester gruplarını temsil eder ve polimer zincirler arasındaki kimyasal reaktiviteyi saęlar. Bu aktif bölgeler, malzemenin fonksiyonelleştirilmesi sırasında önemli bir rol oynayabilir.

Ayrıca,  $1284.359\text{ cm}^{-1}$  deęerindeki pikin gözlemi, ester baęlarını (-CO) ve PET polimer zincirlerinin bir arada tutulmasını saęlayan baęlarını temsil eder. Bu baęlar, malzemenin mekanik özelliklerini etkileyebilir ve sentez sürecindeki önemli bir rol oynayabilir. Sonuç olarak řu kanıya varılabilir ki 1:1 (EG/TFA) oranında polimerleşme esnasında hala -OH grupları gözlenmekte ve bu da polimerizasyon için belki biraz daha uzun bir süre veya termal uygulama gereęi ortaya çıkmaktadır. Ancak polimerleşmenin açık bir şekilde gerçekleştięi etilen glikoldeki alkol fonksiyonlarının kaybolması ve tereftalik asitteki karboksilik asitin tamamen kaybolmasıyla birlikte yeni bir ester baęının oluşumundan çıkarılabilir.

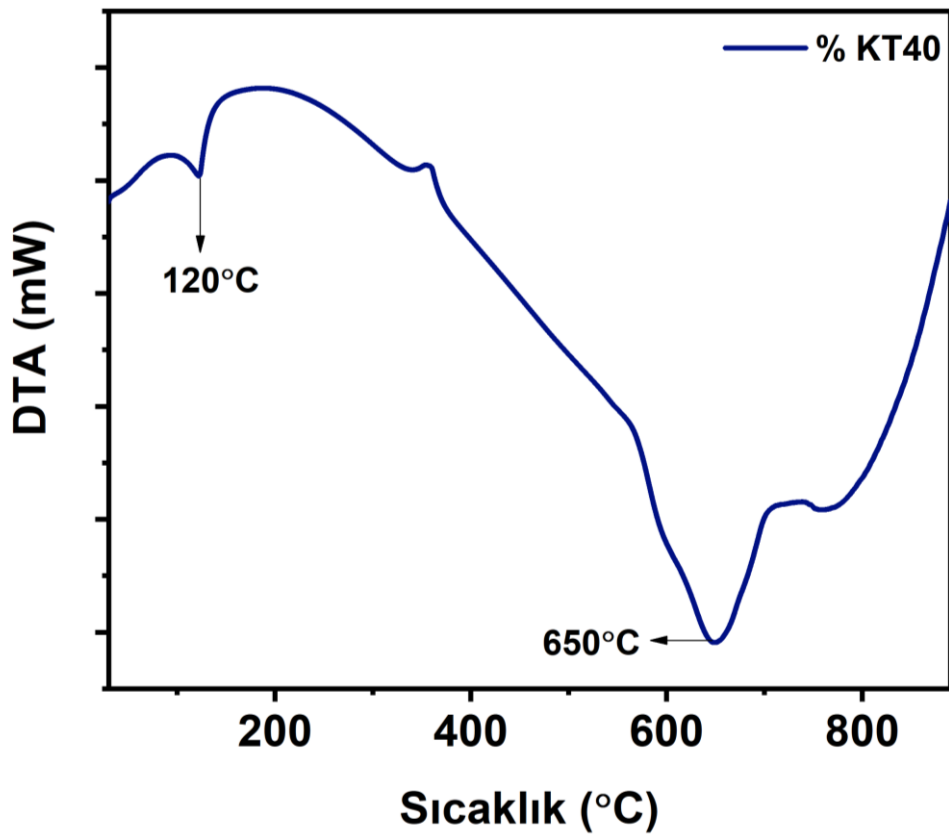


Şekil 4.8: KT40 (1:1) için termal bozunma eğrisi ve diferansiyeli

**Kaynak:** Araştırmacı tarafından oluşturulmuştur.

**Tablo 4.4:** KT40 (1:1) termal ağırlık kaybı toplamı

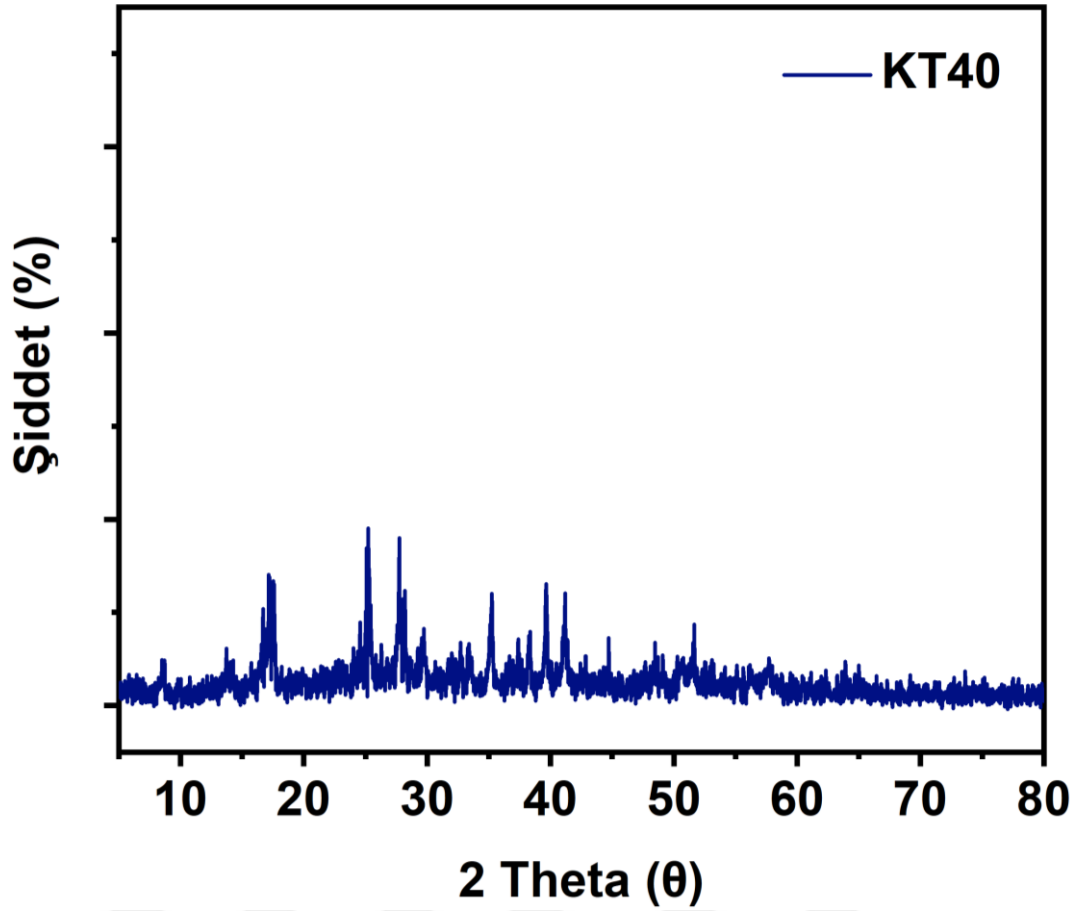
KT40	Ağırlıkça %
$\Delta m_1$	15,56
$\Delta m_2$	82,61
Toplam	98,17



**Şekil 4.9:** KT40 (1:1) için DTA spekturumu

**Kaynak:** Araştırmacı tarafından oluşturulmuştur

Elde edilen 1:1 oranındaki PET için yapılan Şekil 4.10'da XRD analizine göre,  $2\theta$  değerlerinde  $8,5^\circ$ ,  $13,74^\circ$ ,  $17,16^\circ$ ,  $25,22^\circ$ ,  $27,74^\circ$ ,  $35,24^\circ$ ,  $39,64^\circ$  ve  $41,18^\circ$  pikler tespit edilmiştir. Bu pikler, PET'in kristal yapısının belirli düzlemlerini temsil eder ve malzemenin kristalin ve amorf yapısının bir analizini sunar.  $8,5^\circ$  ve  $13,74^\circ$  pikleri bu düşük açılı pikler genellikle büyük d-hücre aralıklarına sahip kristal yapıları gösterir.



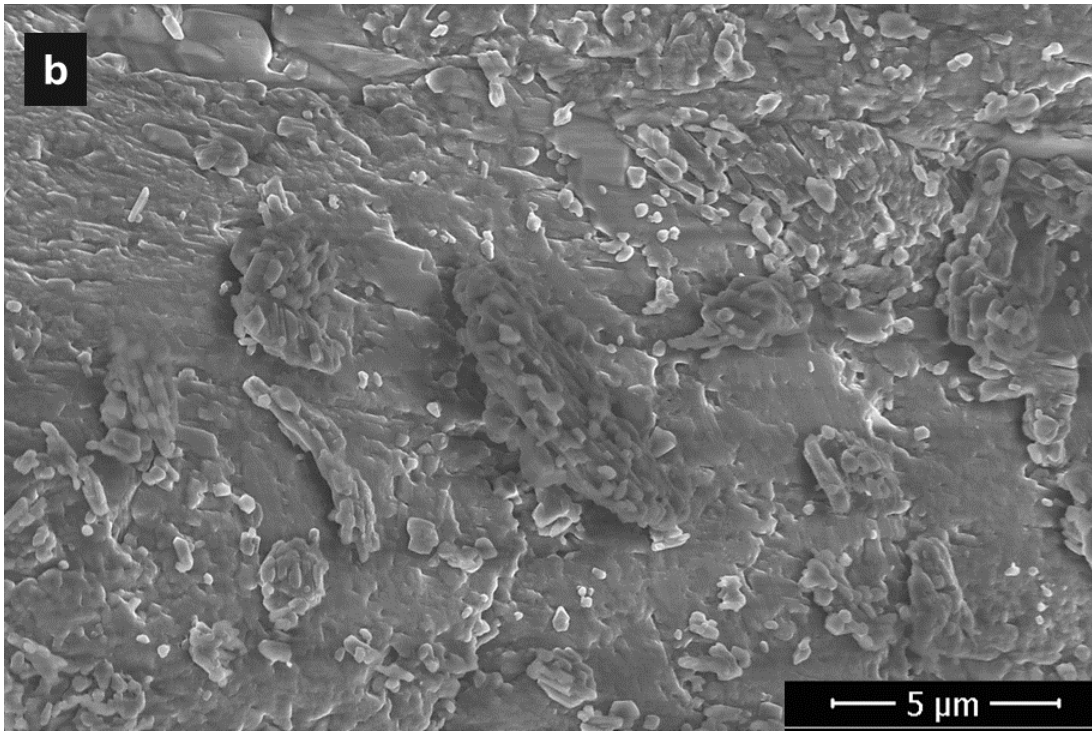
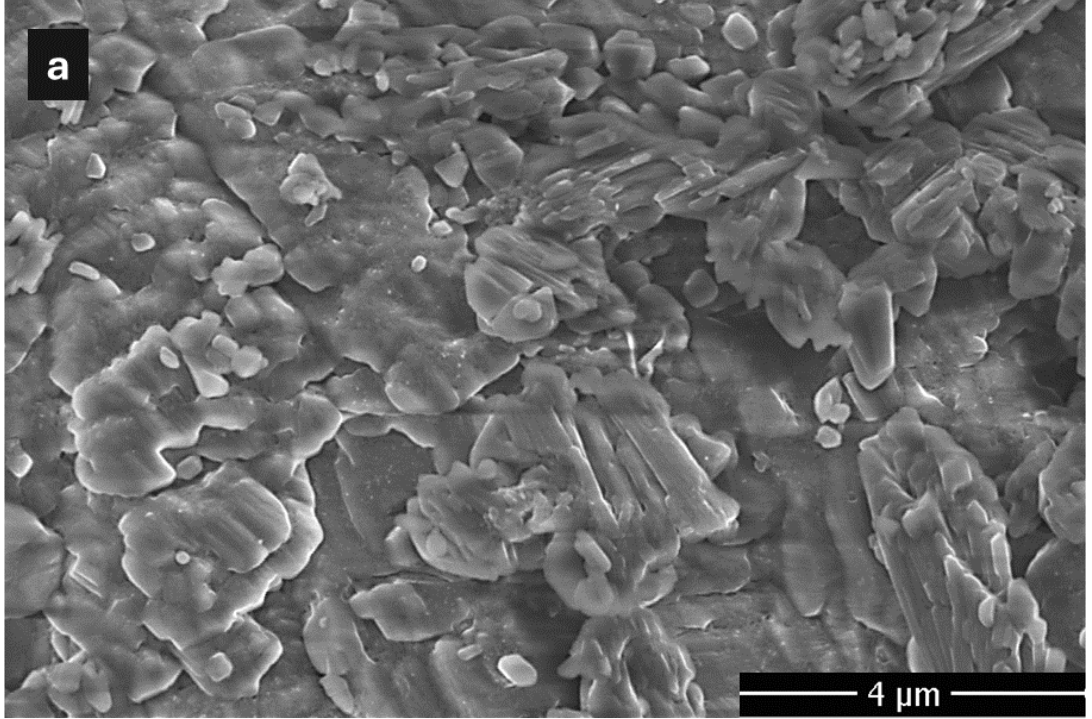
Şekil 4.10: KT40(1:1) XRD difraktogramı

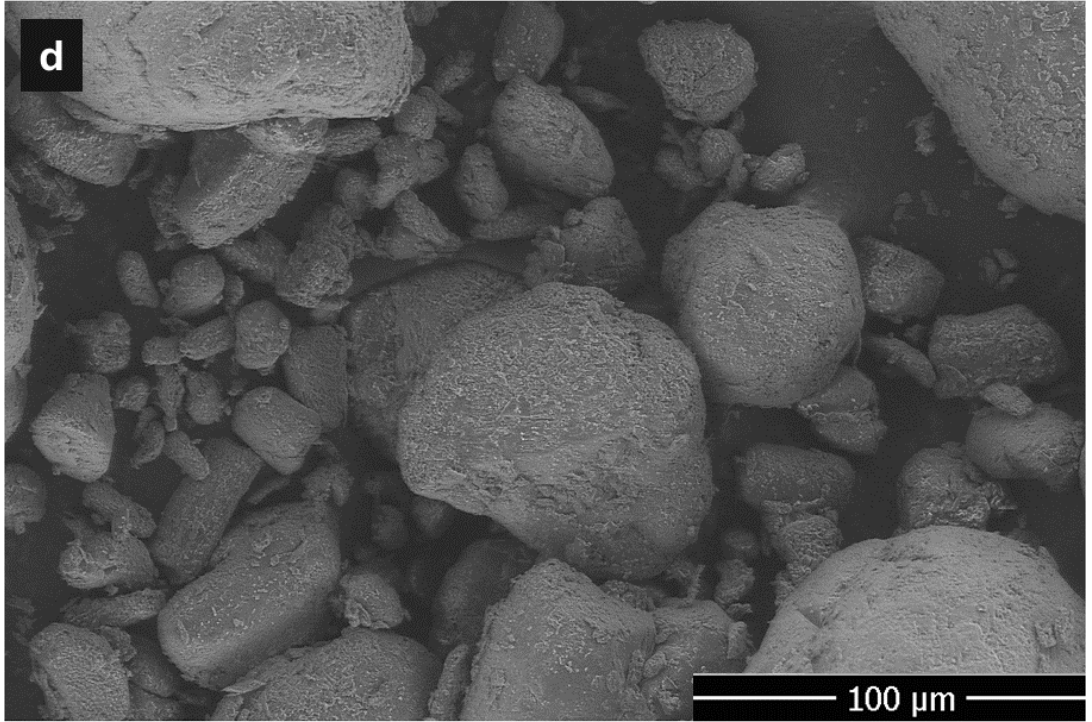
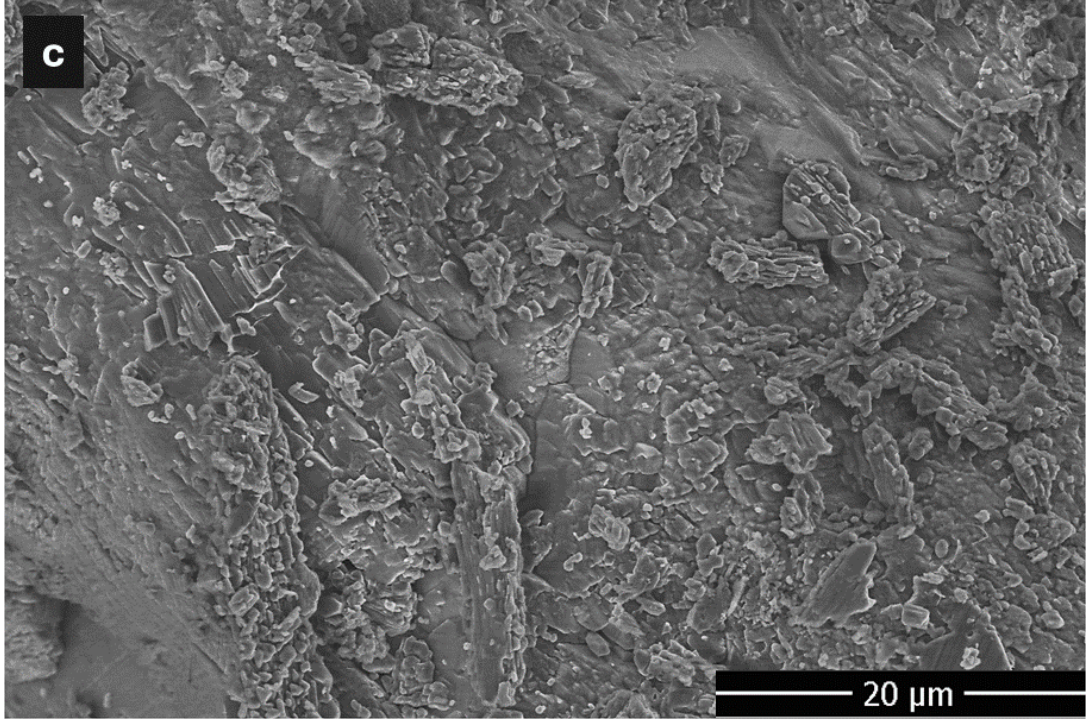
**Kaynak:** Araştırmacı tarafından oluşturulmuştur

PET'in moleküler zincirlerinin düzenli bir şekilde paklendiği büyük kristal yapılarının varlığını gösterebilir.  $17,16^\circ$  pik, PET'in yarı-kristalin yapısına işaret eder. Yarı-kristalin PET, amorf ve kristalin bölgeler içerir.  $17,16^\circ$  piki, PET'in kısmen düzenli yapıdaki bölgelerinin kristal düzlemlerini temsil edebilir.  $25,22^\circ$  ve  $27,74^\circ$  iki pik, PET'in kristalin yapıdaki önemli düzlemlerine işaret eder. Bu açılar, PET'in tipik kristal yapısını oluşturan düzenli düzlemler arasındaki mesafeyi gösterir. Bu bölgeler, polimer zincirlerinin sıkı paketlenmesi ve düzenli kristal yapılar oluşturması ile ilişkilidir.  $35,24^\circ$  ve  $39,64^\circ$  pikler, PET'in daha yoğun ve düzenli kristal bölgelerinin varlığını gösterir. Bu açılarda görülen pikler, PET'in kristalin yapısının belirli yönlerde düzenlendiğini ve bu düzenlemenin malzemenin mekanik ve termal özelliklerine katkıda bulunduğunu gösterir.  $41,18^\circ$  yüksek açılı pik, PET'in kristal yapısının daha küçük d-hücre aralıklarına sahip yoğun bölgelerini temsil eder. Yüksek açılarda görülen bu pikler, malzemenin kristalin yapısının yoğunluğunu ve düzenliliğini

yansıtabilir. Sonuç olarak XRD analizi 1:1 PET yapısının hem kristal hem de amorf özellikler gösterdiğini ve daha küçük hücre aralıklarına sahip olduğunu belirtmektedir.

***b) KT41 (1:0,5) (TFA+EG)***





**Şekil 4.11:** KT41(1:0,5) SEM görüntüleri (a) 4 µm’de ölçeklendirilmiş SEM analizi görüntüsü (b) 5 µm’de ölçeklendirilmiş SEM analizi görüntüsü (c) 20 µm’de ölçeklendirilmiş SEM analizi görüntüsü (d) 100 µm’de ölçeklendirilmiş SEM analizi görüntüsü.

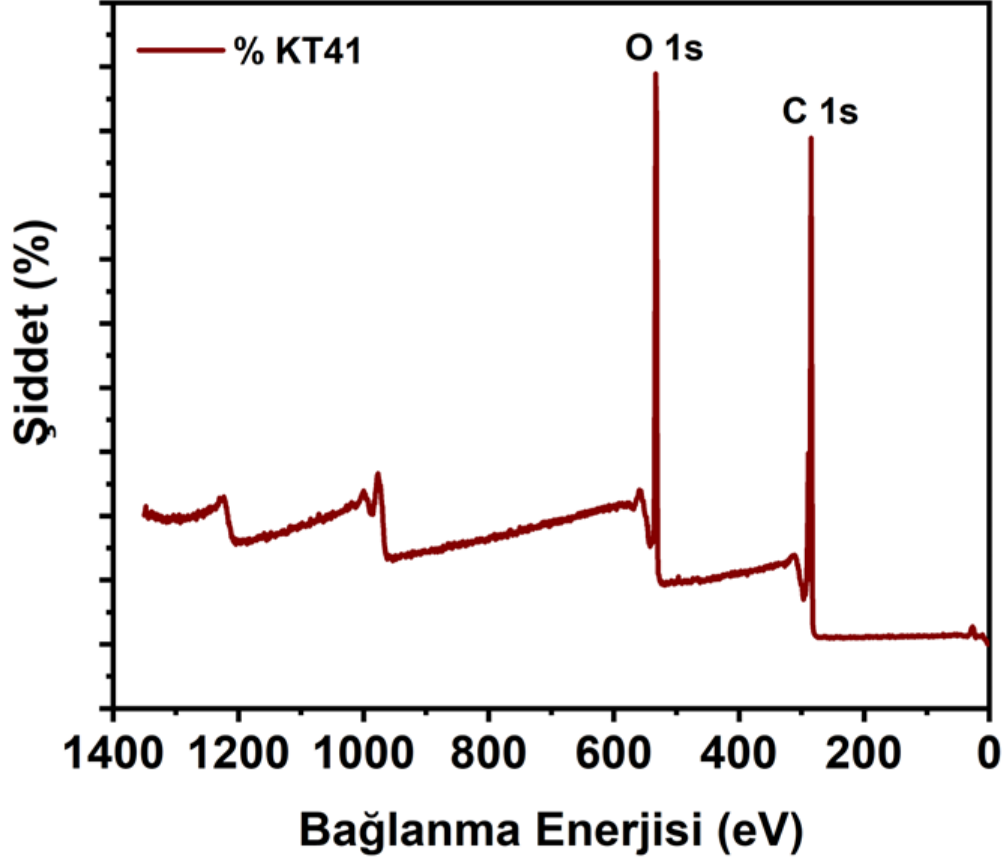
**Kaynak:** Araştırmacı tarafından oluşturulmuştur.

**Tablo 4.5:** KT41 (1:0,5) için EDX analizi

Element	Ağırlıkça %
C K	60,69
O K	39,31
Si K	0,00

1:0,5 oranında polimerleşme ile elde edilen polimer yapısı olan PET için gerçekleştirilen SEM ve EDX analizi elde edilen polimerik yapının 1/1'e benzer şekilde homojen, yuvarlak partiküler bir yapıda olduğunu göstermektedir. EG bileşenin oransal olarak yarıya düşürülmesi organik polimer yapılarda gözlenen yuvarlak polimerik yapılarda büyük bir değişmeye neden olmamaktadır. Yapı yine yuvarlak parçacıklar içermekte ve kristal yapıya benzetilebilecek bir görüntüye rastlanmamaktadır. Doalyısı ile homojen bir görünüm ve fiziksel dağılım gözlenmektedir. Topaklanmanın temel nedeninin yine polimerleşme sonrası muhtemelen hidrojen bağlarından kaynaklı olduğu düşünülmektedir. Doalyısı ile EG bileşeni azaldığından daha fazla hidrojen bağı beklenebilir. Polimerleşme sonrasında yeterince TFA reaksiyona girmediği için yapının 1/1 oranına göre elde edilen polimerden daha reaktif olacağı düşünülmektedir. Kısaca SEM görüntülerinden elde edilen şey organik polimer karakterinin daha büyük olduğu ve bu yapının 1/1 yapısına göre yine silikat içermeyen yapıyı bir model olarak temsil edebileceğidir.

EDX analizi daha önce 1/1 kompozisyonu için %65 (C) ve %35 (O) iken 1:0,5 oranları karbon miktarının %61'e düşmesini göstermektedir. Bu da doğal olarak az kullanılan EG bileşeninden kaynaklıdır.

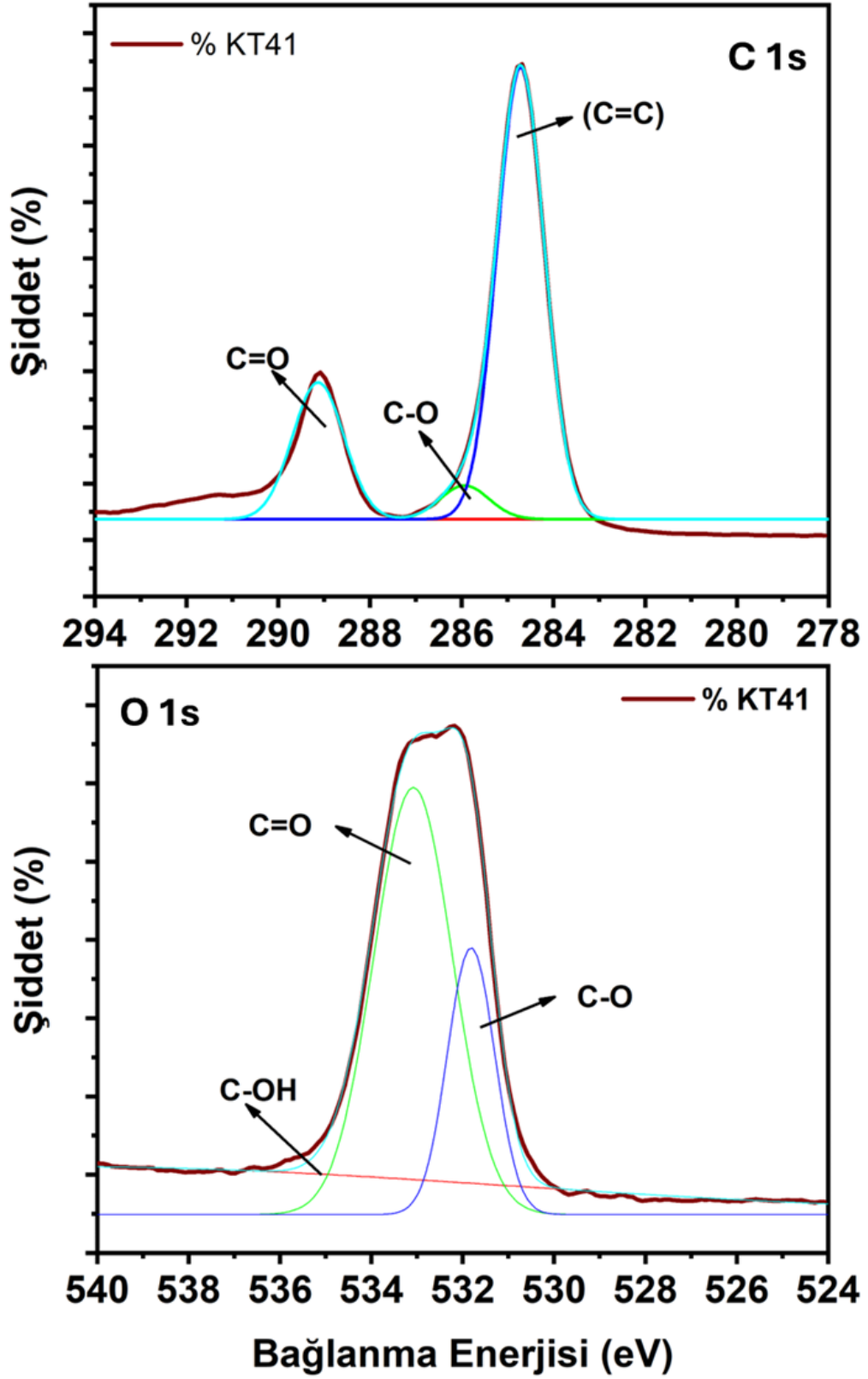


**Şekil 4.12:** KT41(1:0,5) geniş spektrumlu XPS analizi

**Kaynak:** Araştırmacı tarafından oluşturulmuştur.

**Tablo 4.6:** KT41(1:0,5) XPS yüksek çözünürlüklü pikleri

	O 1s	C 1s	Si 2p
KT41(1:0,5)	532,54 eV	284,71 eV	0,0 eV



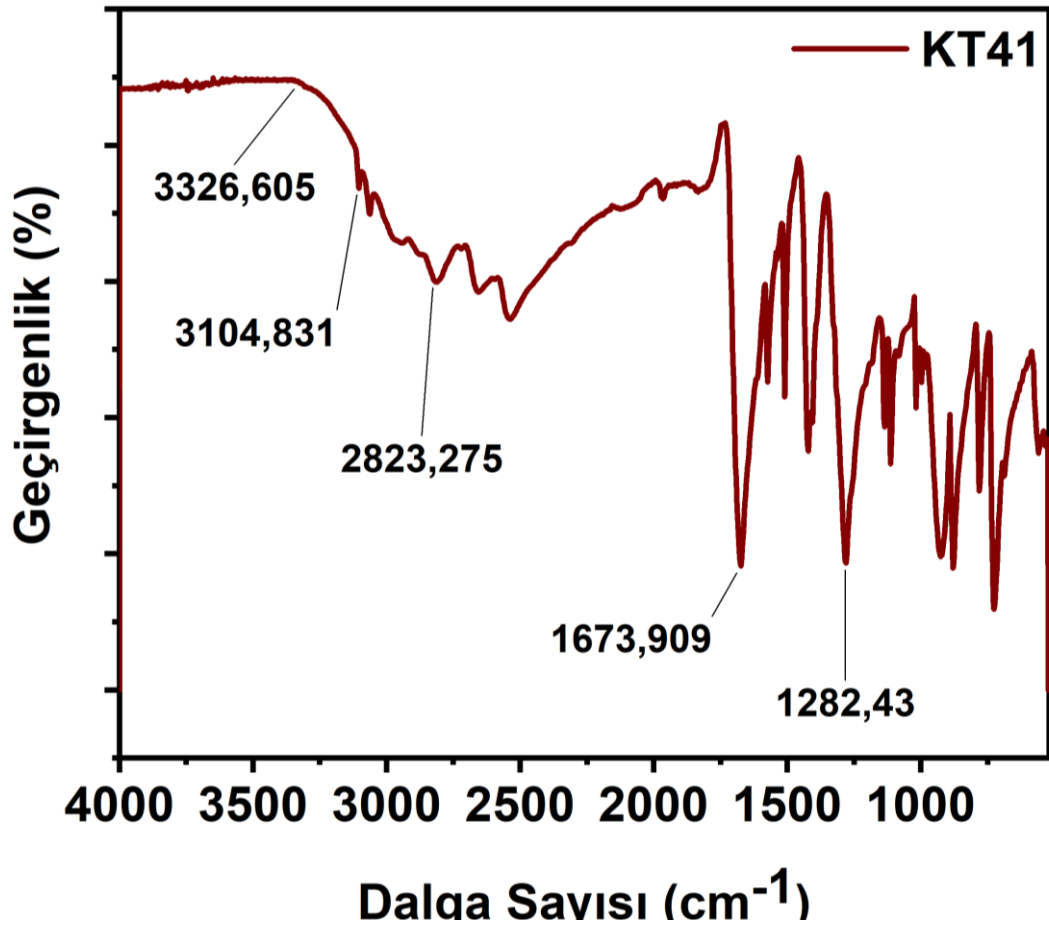
Şekil 4.13: KT41(1:0,5) için geniş spektrumlu XPS analizi C atomu ve O atomu dekonvülosyonu

**Kaynak:** Araştırmacı tarafından oluşturulmuştur

**Tablo 4.7:** KT41(:0,5) XPS analizi dekonvülyasyon deęerleri

Elementler	Oluřan Baęlar	Pik Deęerleri (eV)
C 1s	C=C	284.37
	C=O	288.15
	C-O	285.29
O 1s	C-O	533.8
	C=O	531.9
	C-OH	535.6

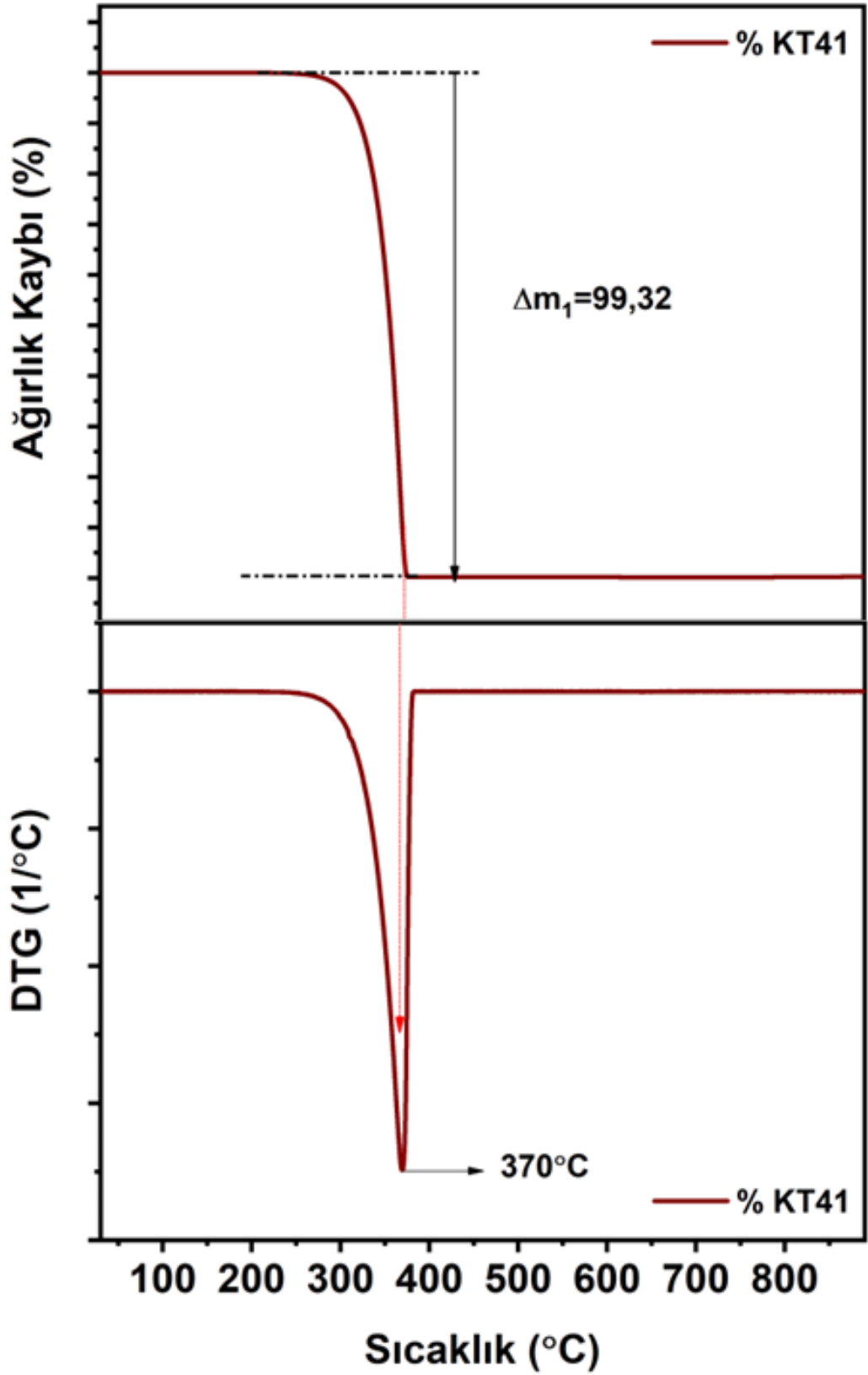
1:0,5 oranındaki polietilen tereftalat sentezi sonucunda elde edilen XPS spektrumları dekonvülyasyon analizi, karbon ve oksijen bileřenlerindeki farklı baęlanma durumlarını açıkça göstermektedir. Karbon (C 1s) spektrumunda 288.15 eV'de karbonil (C=O), 285.29 eV'de karbon-oksijen (C-O) baęları ve 284.37 eV'de karbon-karbon çift baęı (C=C) ve karbon-karbon tek baęı (C-C) belirlenmiřtir. Oksijen (O 1s) spektrumunda ise 535.68 eV'de hidroksil grupları (C-OH), 533.8 eV'de karbon-oksijen baęları (C-O) ve 531.94 eV'de karbonil grupları (C=O) gözlemlenmiřtir. Bu sonuçlar, polietilen tereftalat sentezi sonucunda oluřan polimerle uyumludur. Çifte baęlar muhtemelen aromatik yapıdan kaynaklı ve çiftte baęlı ve tekli baęlı karbon oksijen baęları zaten açıkça saptanmaktadır. XPS analizinin PET polimeri ve farklı bileřimlerin tayini için önemi, baęlanma řekilleri ve daha sonra yapıya eklenecek olan metasilikat yapısıyla birlikte karbonil grubunun silikat ile baęlantısını çözmede iřimize yarayacaktır. Çünkü metasilikat řayet EG miktarı programlanırsa karbonil grubu ile moleküler bir řekilde reaksiyona girecek ve bu sayede yeni bir yapı oluřmuř olacaktır. Dolayısı ile metasilikat ve karbonilin bu baęlantıları hem silisyumun yüksek çözünürlüklü yapısında hem de C-O yapılarında görülecektir çünkü bu yeni baęlanma kaymalar oluřturur.



**Şekil 4.14:** KT41(1:0,5) FT-IR spektrumu

**Kaynak:** Araştırmacı tarafından oluşturulmuştur

1:0,5 (TFA+EG) oranı ile gerçekleşen PET sentezi sonucunda elde edilen numunenin FT-IR spektrumunda çeşitli pik değerleri tespit edilmiştir.  $3326.605 \text{ cm}^{-1}$  ve  $3104.831 \text{ cm}^{-1}$  değerlerine sahip piklerde geniş bir yayılma gözlemlenmiştir, bu pikler muhtemelen -OH gruplarını (hidroksil) temsil etmektedir. Bu hidroksil grupları, malzemenin hidrofilik özelliklerine katkıda bulunan ve çevredeki moleküllerle hidrojen bağları kurabilen aktif bölgelerdir. Ek olarak,  $2823.275 \text{ cm}^{-1}$  değerindeki pik, -CH (alkan) grubunun esneme piklerini ifade edebilir. Bu pikler, PET'in hidrofobik özelliklerine destek olabilir ve metil ile metilen gruplarının varlığını gösterir.  $1673.909 \text{ cm}^{-1}$  değerindeki pikte gözlenen karbonil (C=O) bağı, ester gruplarını yansıtabilir ve polimer zincirler arasındaki kimyasal etkileşimleri sağlayabilir. Son pik olarak,  $1282,43 \text{ cm}^{-1}$  değerindeki pik, ester bağlarını (-CO) temsil edebilir ve PET polimer zincirlerini bir arada tutan bağları ifade edebilir. Bu bağların malzemenin mekanik özelliklerini etkilemesi muhtemeldir.



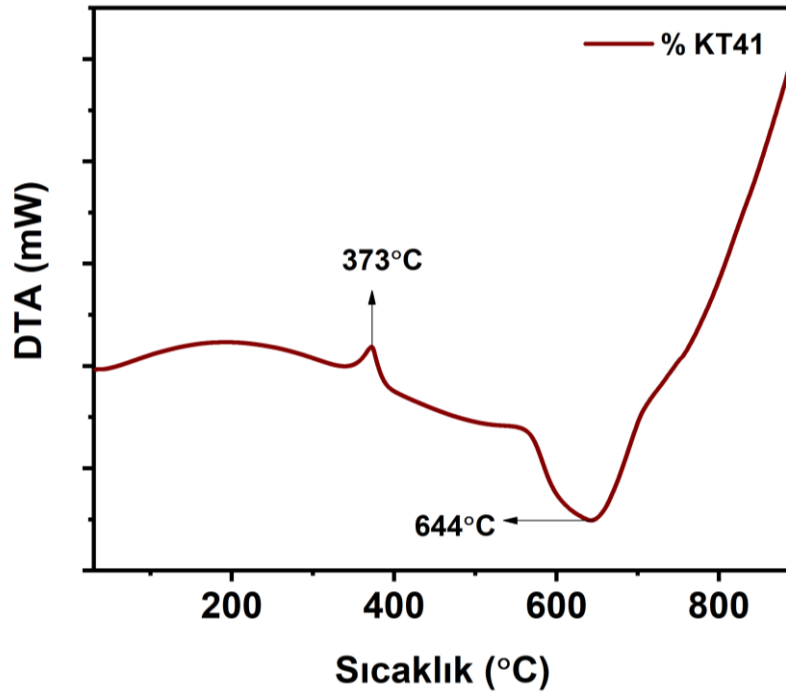
Şekil 4.15: KT41 (1:0,5) için termal bozunma eğrisi ve diferansiyeli

**Kaynak:** Araştırmacı tarafından oluşturulmuştur

**Tablo 4.8:** KT41 (1:0,5) termal ağırlık kaybı toplamı

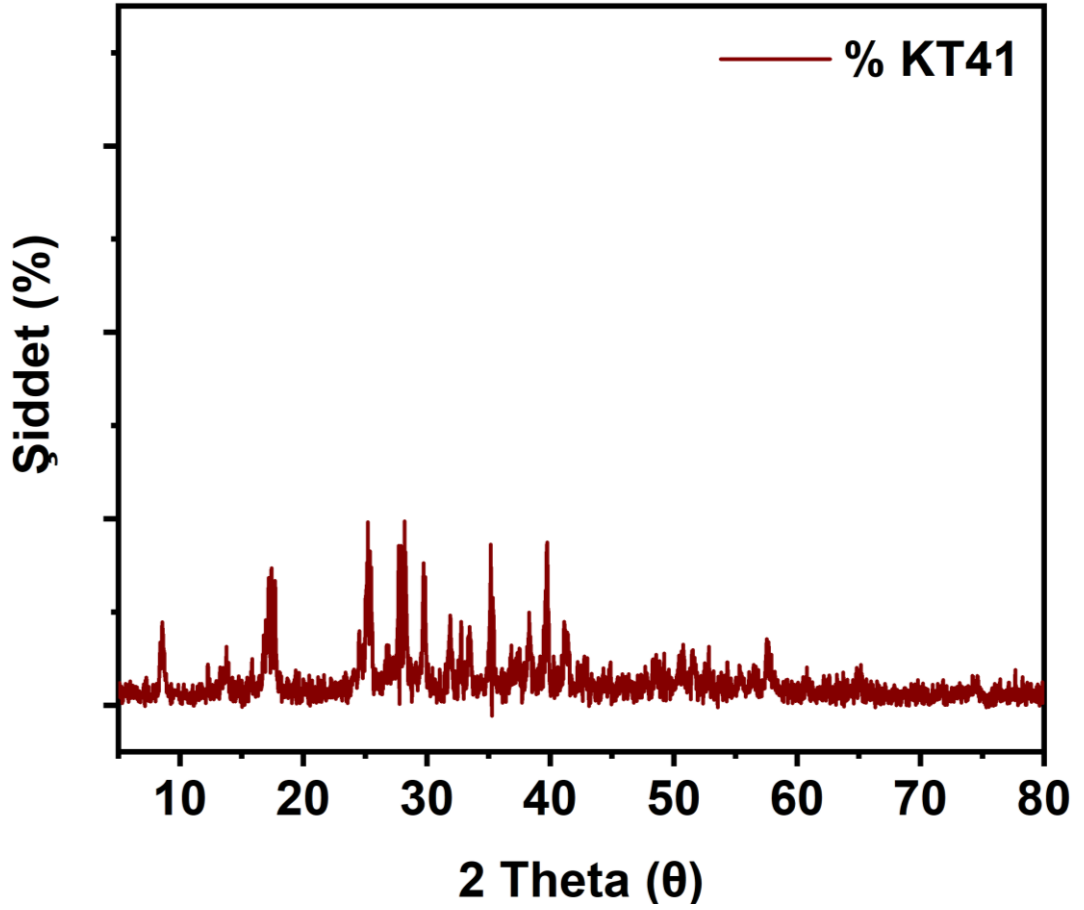
KT41	Ağırlıkça %
$\Delta m_1$	99,32

KT 41 polimeri için TG ve DTA analizleri gözlemlendiğinde çok basit bir şekilde 370 derecede bozunmaya başlayan ve bunun dışında herhangi bir farklı pik vermeyen bir termogravimetrik sonuç görülür. DTG de bozunmanın 1 basamakta olduğunu doğrulamaktadır. Ağırlık kaybı 900 dereceye ulaşıldığında %99 u geçtiğinden pratik olarak tamamen bozunmuş ve yanmış bir polimerden bahsetmek mümkündür. DTA grafiği biraz 373 derecede başlayıp 644 dereceye dek devam eden bir bozunma grafiğini ortaya koymaktadır. Bu da tipik bir organik yapının yanma ve uzaklaşma reaksiyonu ile eşdeğerdir. 1/ orandaki KT40 ile karşılaştırıldığında en dikkat çekici nokta muhtemelen kondenzasyonun tam olarak gerçekleşemeyişi nedeni ile TGA grafiğinde 120-130 derecedeki birinci pik ve gravimetrik ayrılımdır. Bu açık bir şekilde 1/1 polimerine reaksiyonun tamamlanması için termal bir işlem uygulanması gerektiğini gösterir.



**Şekil 4.16:** KT41 (1:0,5) için DTA spekturumu

**Kaynak:** Araştırmacı tarafından oluşturulmuştur.



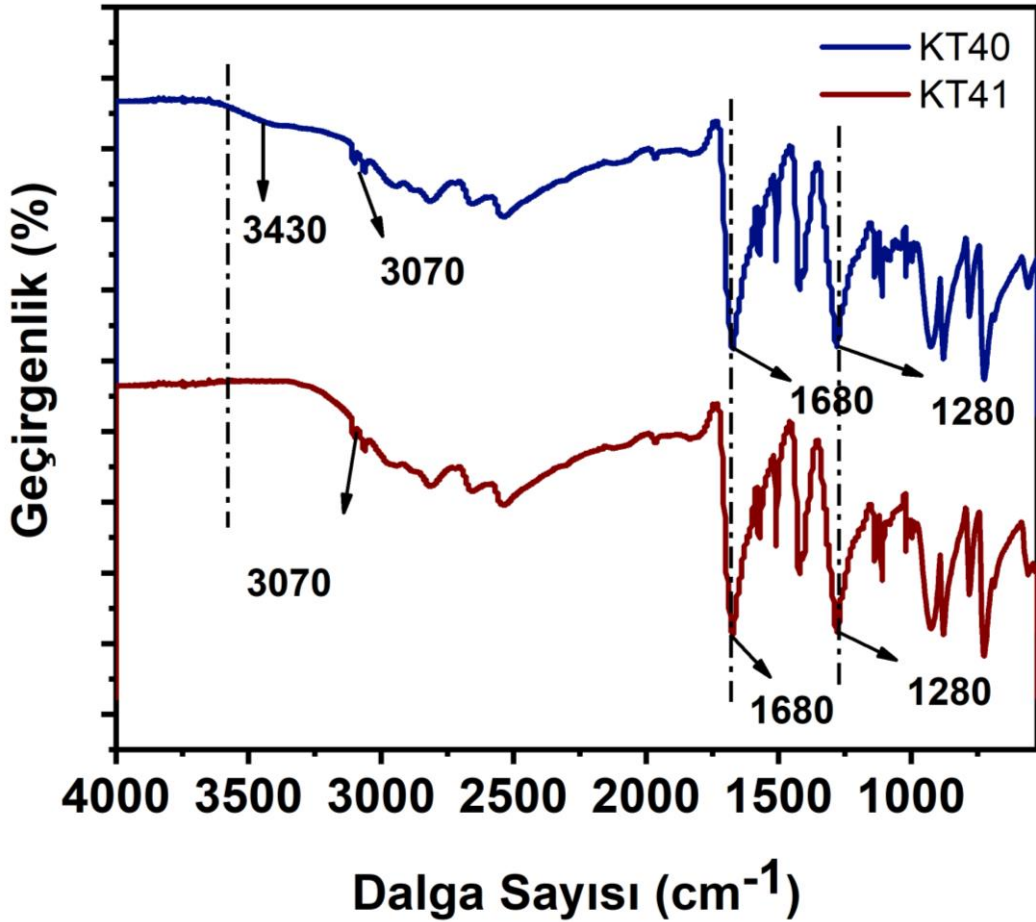
Şekil 4.17: KT41(1:0,5) XRD difraktogramı

**Kaynak:** Araştırmacı tarafından oluşturulmuştur.

KT41 yapısı için XRD analizi incelendiğinde,  $8,56^\circ$  düşük açılı pik, genellikle genişletilmiş bir d-aralığını işaret eder ve polimerlerde bulunan büyük ve düzenli bölgelerin varlığını gösterebilir. PET'te, bu pik amorf fazın belirli düzenli yapılarını veya yarı-kristalin yapıların geniş aralıklarını temsil edebilir.  $17,42^\circ$  pik, PET'in karakteristik kristalin yapısını gösterir. Polimerlerde bu tür pikler, kristalin bölgelerin varlığına işaret eder ve PET'in yarı-kristalin doğasını vurgular. Bu, polimer zincirlerinin düzenli bir şekilde istiflendiği ve düzenli bir kristal yapıyı oluşturduğu anlamına gelir.  $25,22^\circ$  pik, PET'in kristalin fazlarının önemli bir göstergesidir. Bu pik, kristalin fazların yoğunluğunu ve kristalin bölgelerin belirginliğini gösterir. Bu tür bir pik, genellikle PET'in mekanik özellikleri ile ilişkilidir, çünkü kristalin bölgeler malzemeye sertlik ve dayanıklılık kazandırır.  $28,2^\circ$  pik, kristalin yapının bir başka karakteristiğidir. Polimerlerde, özellikle PET'te, bu tür pikler kristalin bölgelerin farklı düzlemlerini temsil eder. Bu, malzemenin çok yönlü kristalin yapısının bir

göstergesidir.  $35,18^\circ$  yüksek açılı pikler genellikle daha dar d-aralıklarını temsil eder ve kristalin fazların daha yoğun ve sıkı düzenlendiğini gösterir. Bu pik, PET'in kristalin fazlarının kompaktlığını ve içsel düzenini vurgular.  $39,74^\circ$  pik, PET'in yüksek düzenli kristalin bölgelerini gösterebilir. Yüksek  $2\theta$  açılarında gözlemlenen pikler, genellikle malzemenin içsel yapısının sağlam ve düzenli olduğunu ve kristal yapının stabilitesini gösterir. Burada temel olarak 1/1 oranından farklılıklar gözlenmelidir. Bu sayede EG oranındaki değişikliklerin sınıal polimerine yaptığı katkılar incelenebilir.

c) *KT40 ve KT41 polimerlerinin karşılaştırılması*



Şekil 4.18: KT40 ve KT41 FT-IR spekturumu karşılaştırması

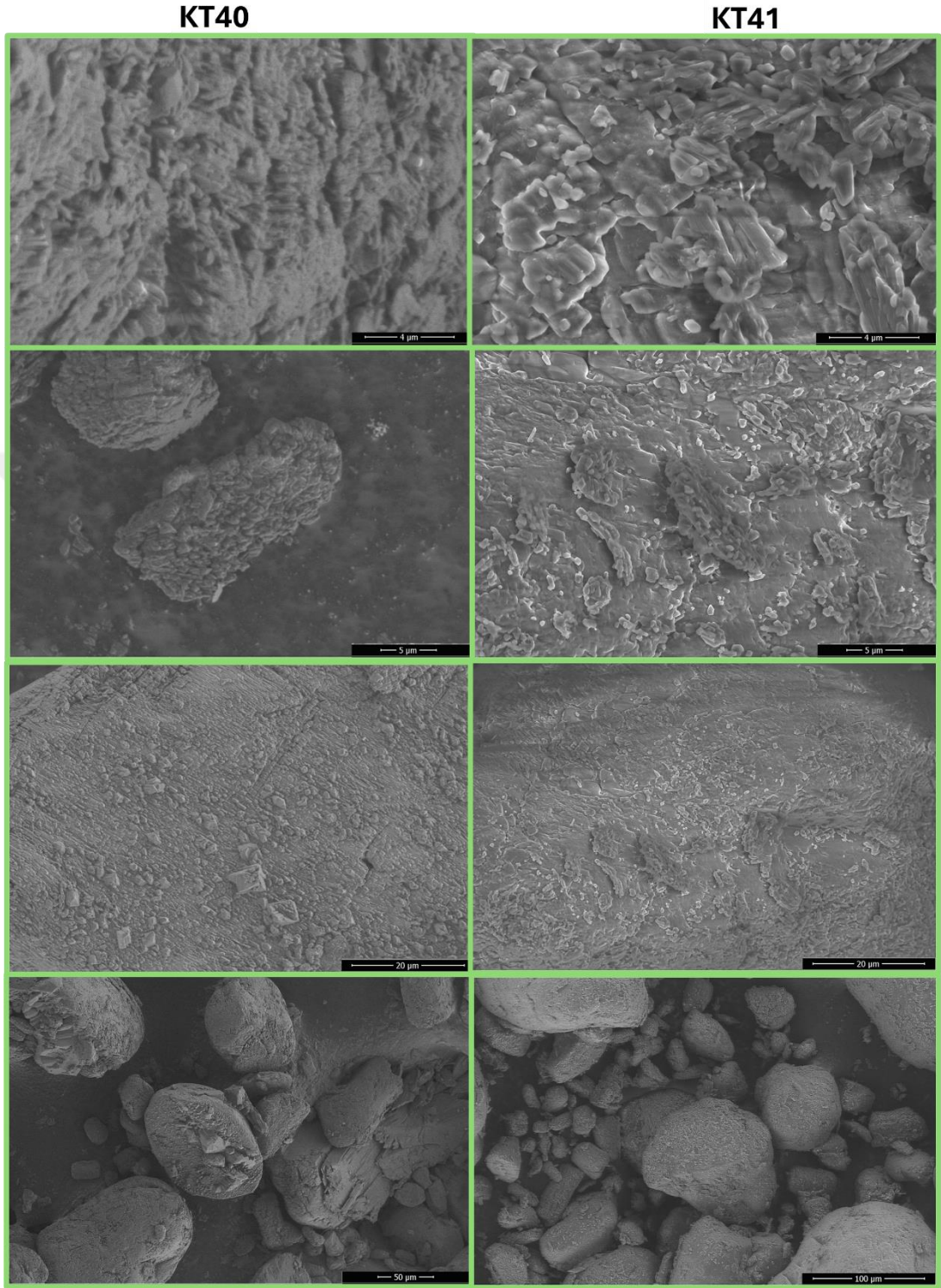
**Kaynak:** Araştırmacı tarafından oluşturulmuştur

Polimerleşme karakterlerini anlamak için KT40 ve KT41 numaralı oranların karşılaştırılması Şekil 4.18 gerçekleştirildiğinde görülebilir ki FT-IR spekturumu sadece ve sadece  $3300\text{ cm}^{-1}$  bölgesinde KT40 için fazladan  $\text{-OH}$  pikleri vermektedir. Bu da zaten TGA grafiğinden açık bir şekilde tespit edilmişti ki su molekülleri hala

KT40 örneđi için polimerin içinde uzaklařtırılmadan kalmıř durumdur ve termal bir uygulamaya ihtiyaç vardır.

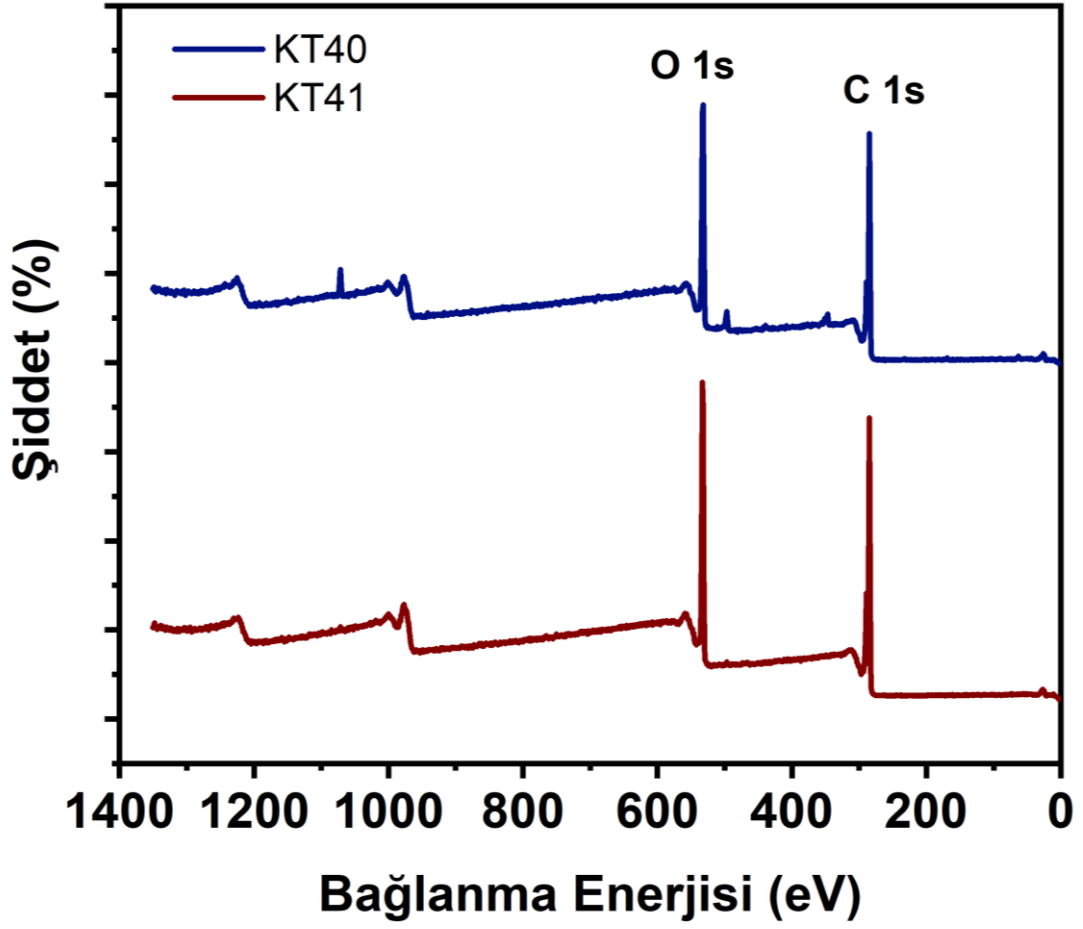
KT 40 ve KT41 için SEM resimleri karřılařtıđında görölmektedir ki Őekil 4.19 polimerleřme esnasında PET polimerinin fiziksel görünüşünde çok büyük bir farklılık olmamaktadır. Yapılar karřılařtırıldıđında benzer büyüklükte aglomere, küresel polimerik yapılar açıkça saptanabilmektedir. Yüzeylerde büyütme gerçekteřtirildiđinde farklılıđın çok büyük olmadığı açıkça gözlenebilir. Neredeyse aynı porözlükte ve küçük yükseltelerin sıklıkla olduđu bir polimer yapısı saptanmaktadır.





**Şekil 4.19:** KT40 ve KT41 SEM çakıştırması

**Kaynak** Araştırmacı tarafından oluşturulmuştur.

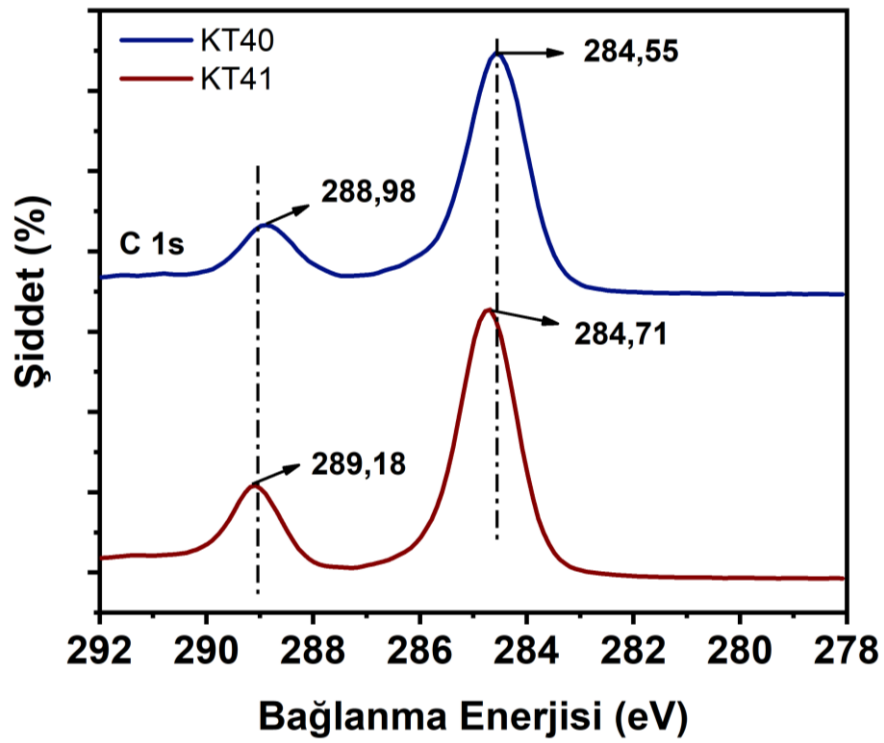
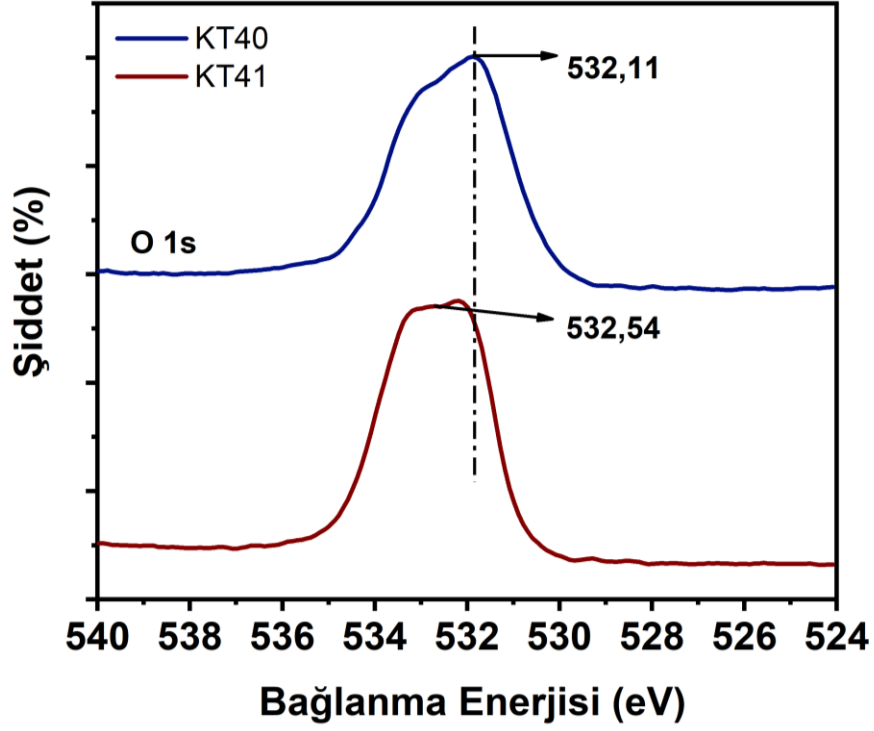


Şekil 4.20: KT40 (1:1) ve KT41(1:0,5) XPS çakıştırması

Kaynak: Araştırmacı tarafından oluşturulmuştur

Tablo 4.9: KT 40 ve KT41(1:0,5) XPS yüksek çözünürlüklü pikleri

	O 1s	C 1s	Si 2p
KT40(1:1)	532,11 eV	284,55 eV	0,0 eV
KT41(1:0,5)	532,54 eV	284,71 eV	0,0 eV



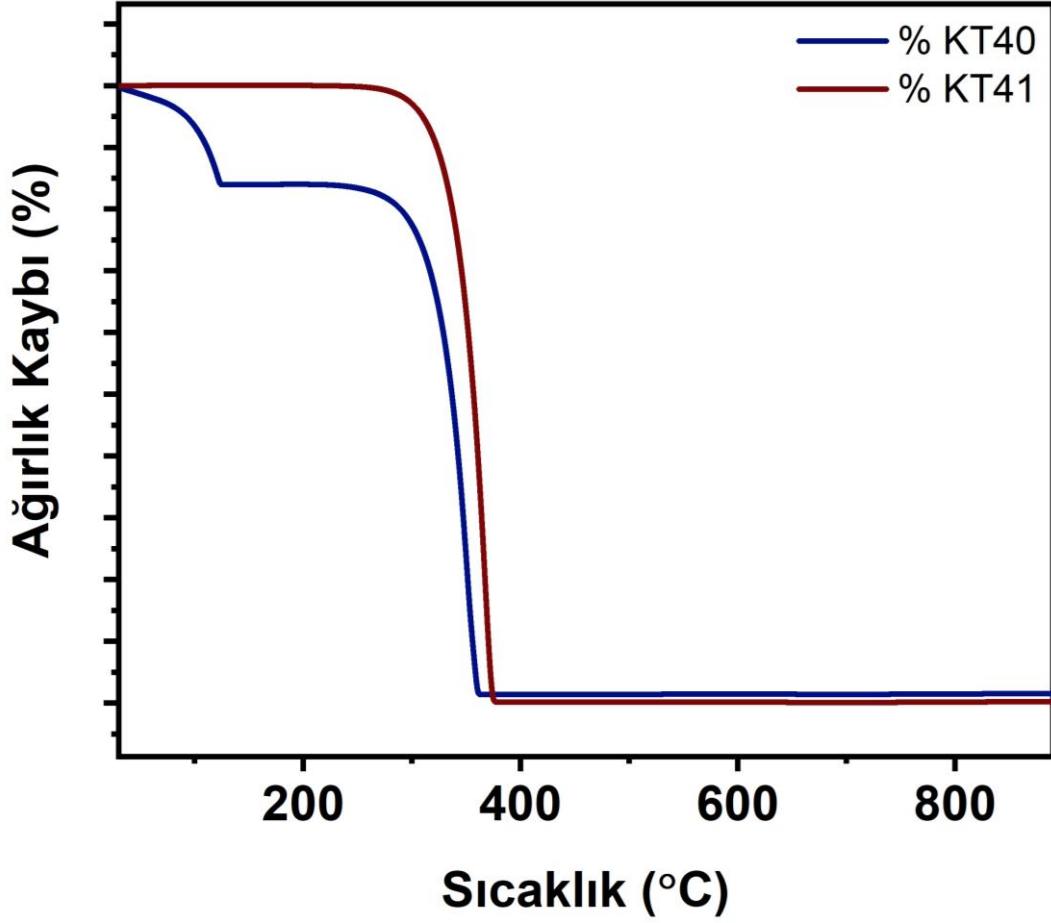
Şekil 4.21: KT40 (1:1) ve KT41(1:0,5) XPS karşılaştırması

**Kaynak:** Araştırmacı tarafından oluşturulmuştur

KT40 ve KT41 numunelerinin XPS analizleri, PET'in kristal yapısı ve kristalin fazlarının çeşitliliği hakkında önemli bilgiler sağlar. KT40 numunesi daha geniş bir

yapısal çeşitliliğe ve daha karmaşık bir kristal yapıya sahipken, KT41 numunesi daha belirgin ve yoğun kristalin fazlar gösterir. Bunun nedeni muhtemelen az EG nedeni ile karboksilat yapılarının kendi kendilerine bir kristal yapısı oluşturmasındandır. KT 40 ve KT 41 için XPS ve yüksek çözünürlüklü XPS sonuçları üst üst çakıştırılmış şekilde Şekil 4.12 de verilmiştir. Temel olarak genel XPS sonuçlarında ek bir pik veya değişiklik gözlenmez. Ancak yüksek çözünürlükte ufak kaymalar KT 41 için EG azlığını açıkça ortaya koymaktadır. 284.55 eV (KT40) pik genellikle karbon-karbon çift bağı (C=C) veya karbon-karbon tek bağı (C-C) bağlarına işaret eder. PET polimer zincirinin yapısal özelliklerini yansıtır. 284.71 eV (KT41) bu pik de yine karbon-karbon çift bağı (C=C) veya karbon-karbon tek bağı (C-C) bağlarına işaret eder. KT40'ta 284.55 eV ve KT41'de 284.71 eV'de gözlenen pikler, her iki örnekte de C=C ve C-C bağlarının varlığını doğrular. Enerji seviyesindeki küçük fark, numuneler arasındaki yüzey kimyasındaki küçük farklılıklardan kaynaklanabilir. 532.11 eV (KT40) bu pik genellikle karbon-oksijen bağları (C-O) ile ilişkilidir. PET içindeki ester bağları veya diğer oksijen içeren gruplar bu pikle ilişkilendirilebilir. 532.54 eV KT41 bu pik de karbon-oksijen bağları (C-O) ile ilişkilidir. KT40'ta 532.11 eV ve KT41'de 532.54 eV'de gözlenen pikler, her iki örnekte de C-O bağlarının varlığını gösterir. KT40 ve KT41 örneklerinin XPS analiz sonuçlarına göre yapılan karşılaştırma, her iki numunenin de benzer kimyasal bağlanma durumlarını gösterdiğini ortaya koymaktadır. Ancak, küçük enerji farkları, her iki örneğin yüzey kimyasında bazı farklılıkların olabileceğini göstermektedir.

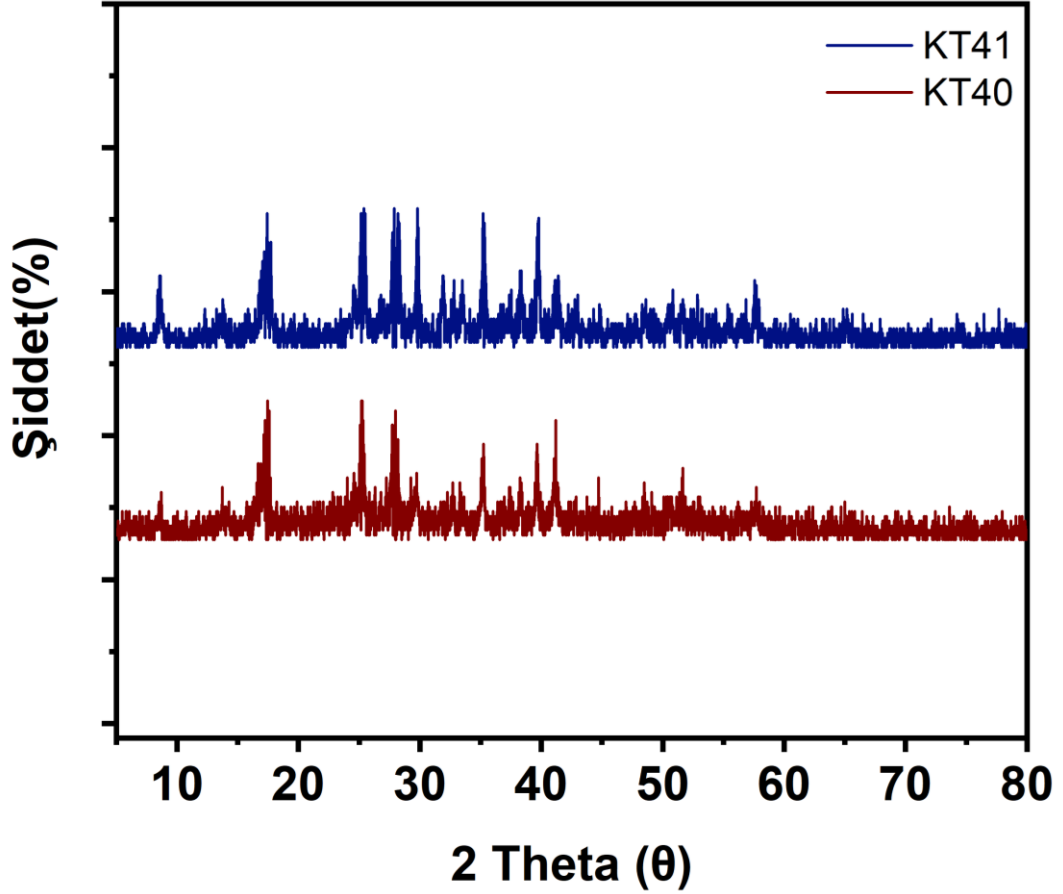
Şekil 4.22' de gösterilen ve üst üste çakıştırılmış TGA grafikleri daha önce belirtildiği gibi KT40 için sistemde hala su bulunduğuna dair en büyük detayı ortaya koymaktadır. Azaltılan ve hatta yarı oranına getirilen EG tek tir tip bozunma ile kondenzasyon sorunu olmadan polimerleşebilir.



Şekil 4.22: KT 40 ve KT41 için üst üste çakıştırılmış TGA grafikleri

**Kaynak:** Araştırmacı tarafından oluşturulmuştur

KT 40 ve KT41 için üst üste çakıştırılmış XRD grafikleri incelendiğinde Şekil 4.23 düşük açılı pikler geniş d-aralıklarını işaret eder ve genellikle büyük, düzenli bölgelerin varlığını gösterir. KT40'da  $8,5^\circ$  ve  $13,74^\circ$  pikleri bulunurken, KT41'de  $8,56^\circ$  piki gözlemlenmiştir. Her iki numune de düşük açılı piklere sahip olsa da, KT40'da ek olarak  $13,74^\circ$  piki gözlemlenmiştir, bu da KT40'ın daha geniş yapısal çeşitliliğe sahip olabileceğini gösterir. KT40  $17,16^\circ$  ve KT41  $17,42^\circ$  bu açılarda gözlemlenen pikler, PET'in karakteristik kristalin yapısını gösterir. Hem KT40 hem de KT41 numunelerinde  $17^\circ$  civarında benzer pikler gözlemlenmiştir, bu da her iki numunenin de kristalin fazlarının benzer özelliklere sahip olduğunu gösterir.



Şekil 4.23: KT40 ve KT41 XRD difraktogramı

**Kaynak:** Araştırmacı tarafından oluşturulmuştur.

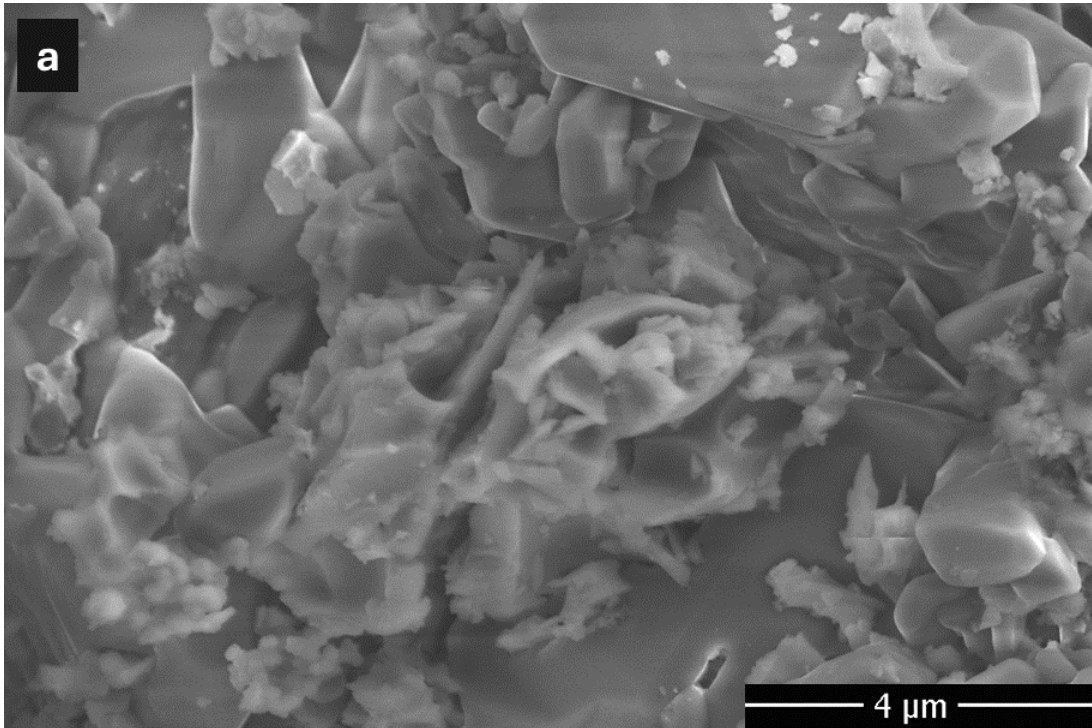
Yüksek açılı pikler daha dar d-aralıklarını ve kristalin fazların daha yoğun ve sıkı düzenlendiğini gösterir. Hem KT40 hem de KT41 numunelerinde 25,22°, 35° ve 39° civarında pikler bulunurken, KT40 numunesinde ek olarak 27,74° ve 41,18° pikleri gözlemlenmiştir. KT41 numunesi ise 28,2° piki ile farklılık gösterir. Kristal yapı KT40 numunesi, daha fazla pik sayısına sahip olup, geniş bir yapısal çeşitlilik ve daha karmaşık bir kristal yapı gösterir. KT41 numunesi ise, KT40'a göre daha az pik gösterse de belirgin kristalin fazların varlığını korur. Kristalin fazların yoğunluğu hem KT40 hem de KT41 numunelerinde 25,22°, 35° ve 39° civarında pikler gözlemlenmiştir, bu da her iki numunenin de yoğun kristalin fazlara sahip olduğunu gösterir. Ancak KT40 numunesinde ek olarak 27,74° ve 41,18° piklerinin bulunması, kristalin fazların daha çeşitli ve yoğun olduğunu işaret eder.

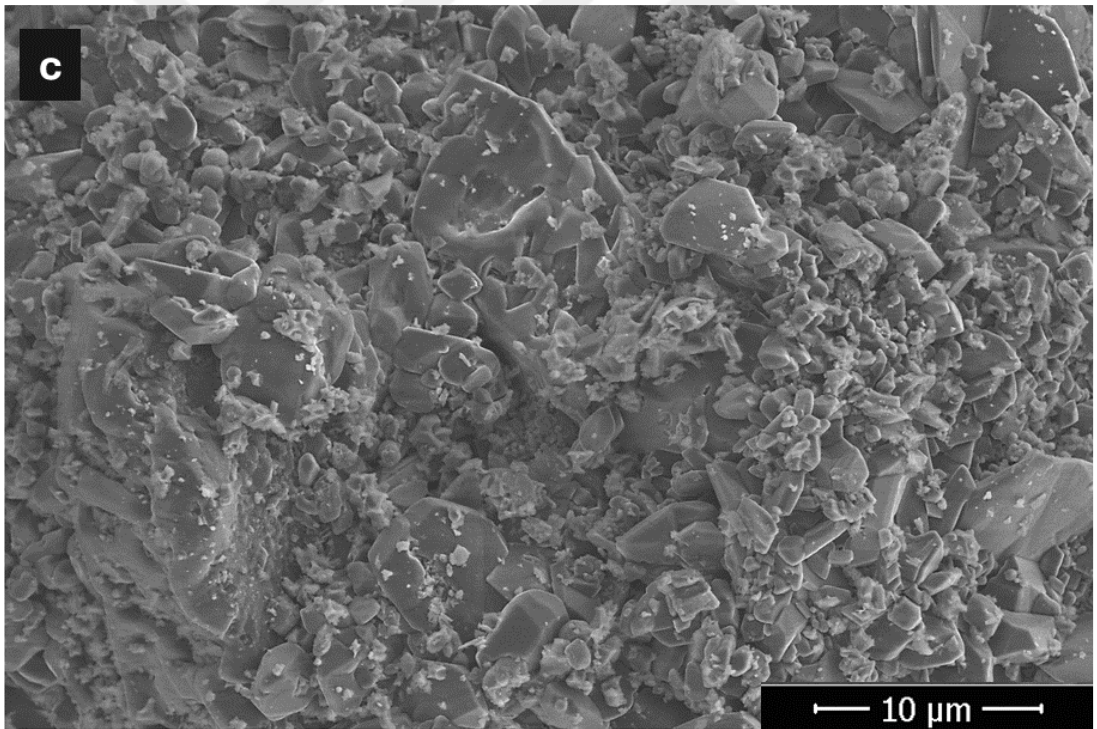
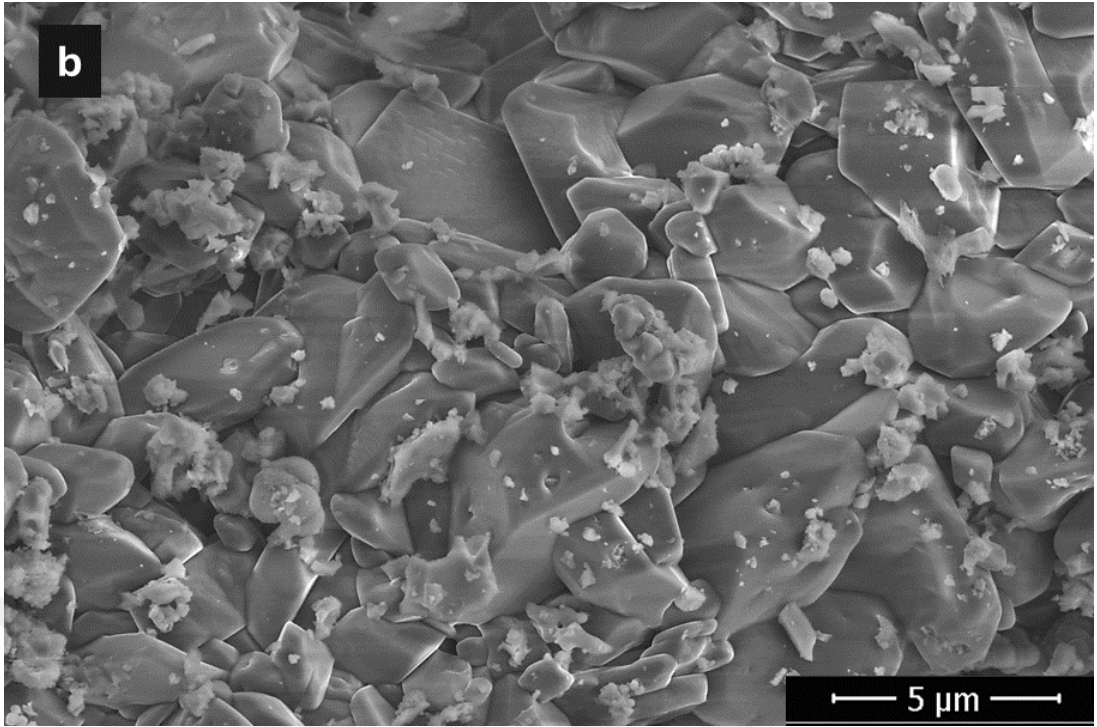
#### 4.2.2. Grup 2: Değişen TFA Oranları (EG ve Na<sub>2</sub>SO<sub>3</sub> sabit)

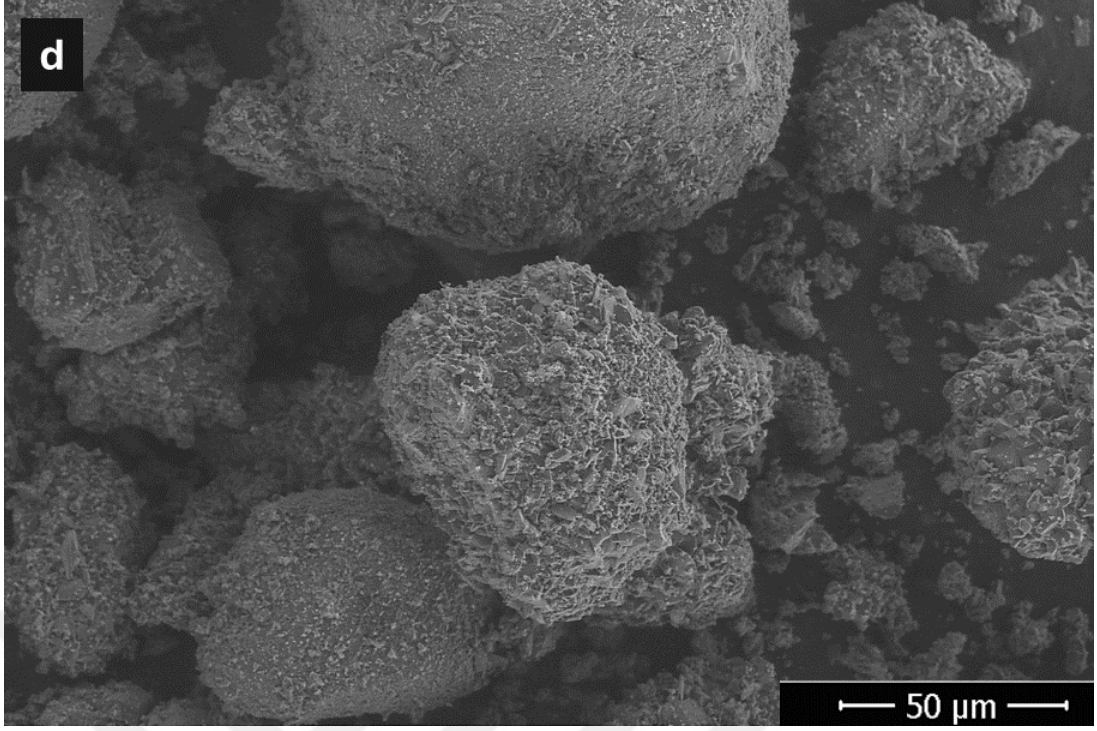
Grup 2	KT13 (2:1:1) KT16 (1:1:1) KT35 (0,5:1:1)	Değişen TFA Oranları (EG ve Na <sub>2</sub> SO <sub>3</sub> sabit)
--------	--	---

2. grup olarak isimlendirdiğimiz PET polimer sentezinde sisteme sadece EG ve TFA dışında artık sodyum metasilikat (Na<sub>2</sub>SO<sub>3</sub>) yapısı da eklenmiştir ve bu da doğal olarak içinde inorganik herhangi bir yapı taşımayan KT40 ve KT41 ile kıyas edilecektir. Sonuçta muhtemelen silikat yapıları oluşacağından ve bu oluşum noktaları polimerik ağda bir ısıya dayanım merkezi olarak davranış göstereceğinden yapının özellikle fiziksel ve termal dayanımının farkedilebilir şekilde değişeceği tahmin edilmektedir.

##### a) *KT13 Polimeri- TFA / EG / Na<sub>2</sub>SO<sub>3</sub> (2/1/1) mol oranı*







**Şekil 4.24:** KT13(2:1:1) SEM görüntüleri (a) 4  $\mu\text{m}$ 'de ölçeklendirilmiş SEM analizi görüntüsü (b) 5  $\mu\text{m}$ 'de ölçeklendirilmiş SEM analizi görüntüsü (c) 10  $\mu\text{m}$ 'de ölçeklendirilmiş SEM analizi görüntüsü (d) 50  $\mu\text{m}$ 'de ölçeklendirilmiş SEM analizi görüntüsü

**Kaynak:** Araştırmacı tarafından oluşturulmuştur

**Tablo 4.10:** KT13 (2:1:1) için EDX analizi

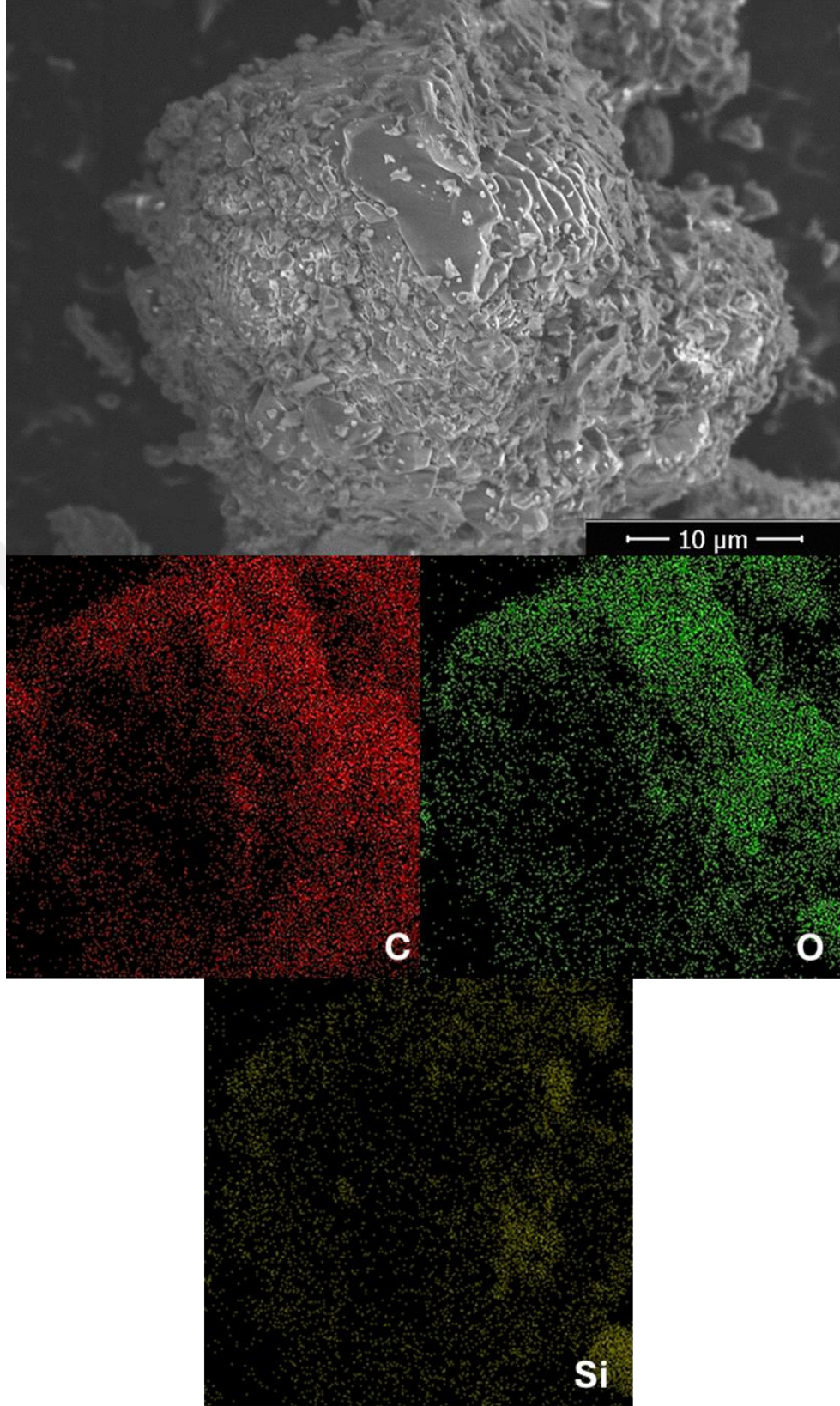
Element	Ağırlıkça %
C K	50.66
O K	48.78
Si K	2.56

KT 13 polimeri temelinde ikinci grup için en fazla karboksilik asitin kullanıldığı polimer yapısıdır. Özellikle bu nokta dikkate alındığında KT41 polimerindeki gibi fazla karboksilik asitin yapıyı daha kolay polimerize edeceği düşünülebilir. Ancak

hem sodyum metasilikat yapısından gelen su miktarı hem de etilen glikolün tam olarak polimerizasyona yeterli olmayışı SEM ölçümlerinde ve özellikle FT-IR, TG-DTA gibi ölçümlerde büyük farklılık oluşturacaktır. Bu yapılar temel birim olan KT40 ile karşılaştırılabilir.

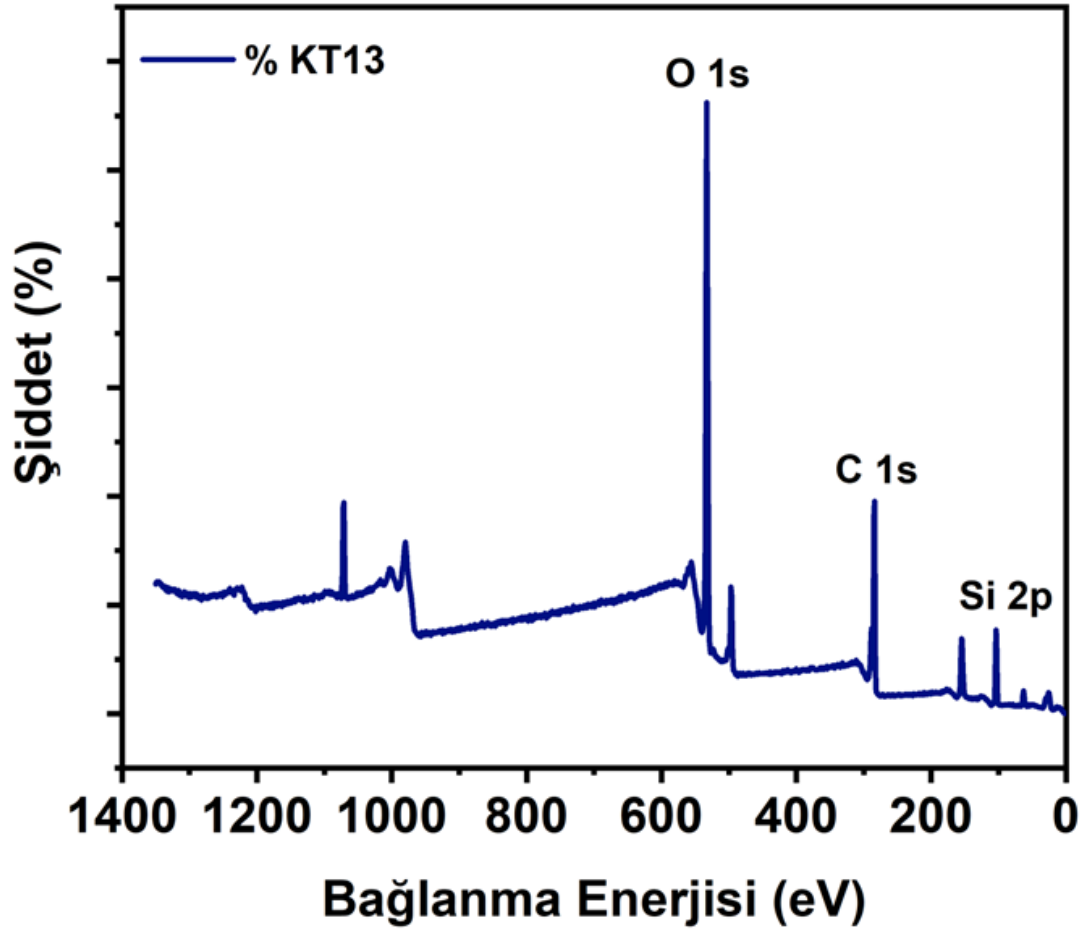
İlk olarak SEM görüntüleri KT13 için incelendiğinde, silikat yapısının oluşturduğu rijit yapı hemen farkedilebilir durumdadır. KT40 yapısında asla bulunmayan köşeli ve tabakalı yapılar açık gözlenmektedir. Bu çok doğal olarak sodyum metasilikat yapısının polimerle etkileşimi sonrası oluşan görüntüdür. Polimer yapı hala küresel aglomere yapılar oluşturmakla birlikte bu yapılar daha büyük pürüzlülükler sergilemektedir. Yaklaşılan SEM görüntüleri de silikat yapılarının varlığını açıkça belirlemektedir. Atomik haritalama ve EDX analizlerinden elde edilen bilgiler silisyum atomunun ağırlıkça yaklaşık 2.5 civarında olduğunu göstermektedir.

Buna ilaveten KT40 ile kıyaslandığında artık karbon miktarı %50 civarında ve oksijen miktarı ise ağırlıkça 47 civarına artmıştır. Bu da açıkça metasilikat bileşeninin getirdiği ek ekstra oksijen miktarı ile oksijen yüzdesinin artması sonucudur. Atomik haritalama her bir atom için açık bir şekilde EDX bazlı olarak onların varlıklarını kanıtlamaktadır.



**Şekil 4.25:** KT13(2:1:1) için EDX ve atomik haritalama analizi sonuçları

**Kaynak:** Araştırmacı tarafından oluşturulmuştur

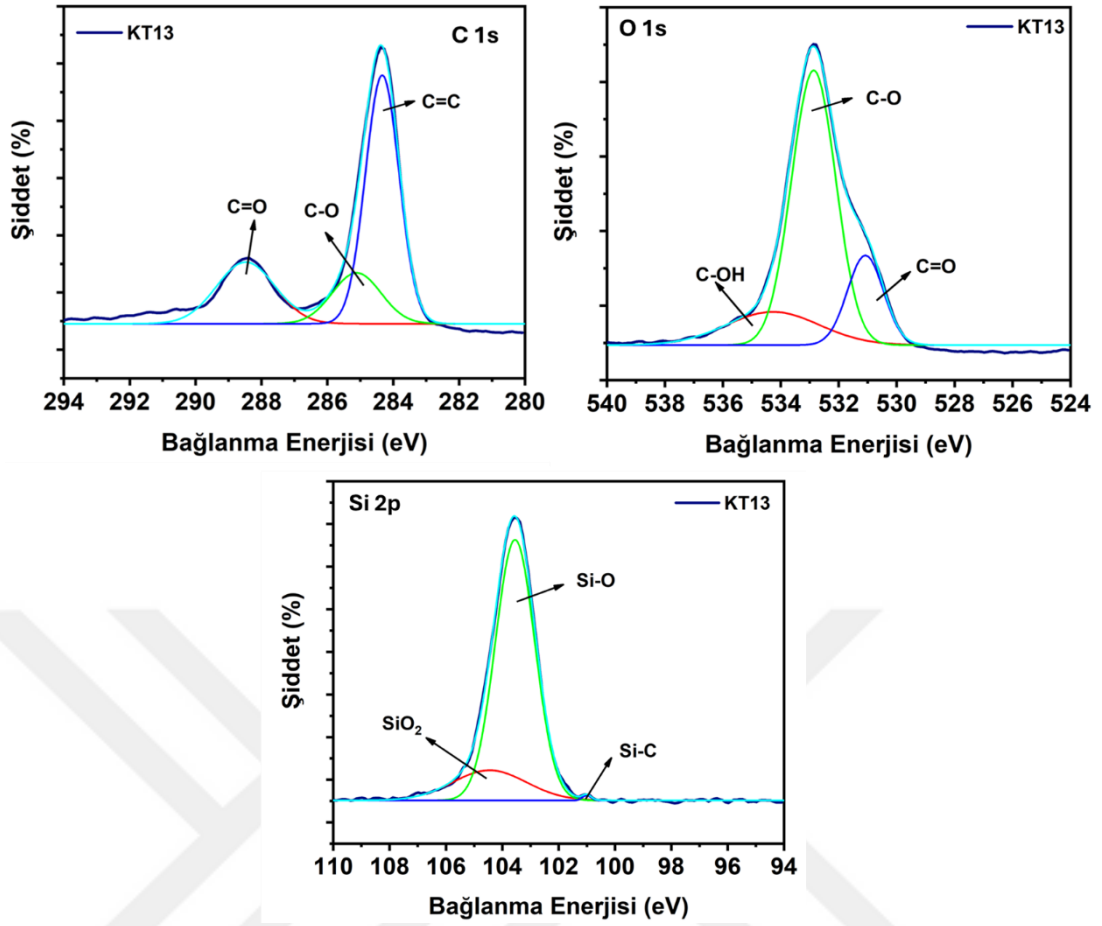


Şekil 4.26: KT13(2:1:1) geniş spektrumlu XPS analizi

**Kaynak:** Araştırmacı tarafından oluşturulmuştur.

**Tablo: 4.11:** KT40 (1:1) XPS yüksek çözünürlüklü pikleri

	O 1s	C 1s	Si 2p
KT13 (2:1:1)	532,86 eV	284,37 eV	103,56 eV



**Şekil 4.27:** KT13(2:1:1) için geniş spektrumlu XPS analizi C atomu, O atomu ve Si atomu dekonvülosyonu

**Kaynak:** Araştırmacı tarafından oluşturulmuştur.

KT13 için elde edilen XPS verileri, Şekil 4.26’te verilmiştir. PET ve sodyum silikat karışımı üzerine yapılan XPS analizinde, karbon (C 1s), oksijen (O 1s) ve silikat (Si 2p) spektrumlarına göre belirli pikler gözlenmiştir. Bütün atomların varlığı birinci doğrulama olarak varsayılabilir. 288.3 eV pik genellikle karbonil (C=O) bağlarına işaret eder. PET’de bu pik, polimer zincirindeki ester gruplarından kaynaklanır ve karbonil gruplarının varlığını doğrular. 285.0 eV pik genellikle karbon-oksijen (C-O) bağlarına atfedilir. PET içindeki oksijen içeren gruplar veya ester bağları bu pikle ilişkilendirilebilir. 284.2 eV pik genellikle karbon-karbon çift bağı (C=C) veya karbon-karbon tek bağı (C-C) bağlarına işaret eder. KT40 standart polimeri (1/1) ile karşılaştırıldığında 288.83 eV karbonil (C=O) değeri KT13 de 0.5 eV kaymış gözükmektedir.

**Tablo 4.12:** KT13(2:1:1) için XPS analizi dekonvolüsyon değerleri

Elementler	Oluşan Bağlar	Pik Değerleri (eV)
C 1s	C=C	284.2
	C=O	288.3
	C-O	285.0
O 1s	C-O	532.9
	C=O	531.9
	C-OH	534.4
Si 2p	Si-O	103.5
	SiO <sub>2</sub>	104.2
	Si-C	101.1

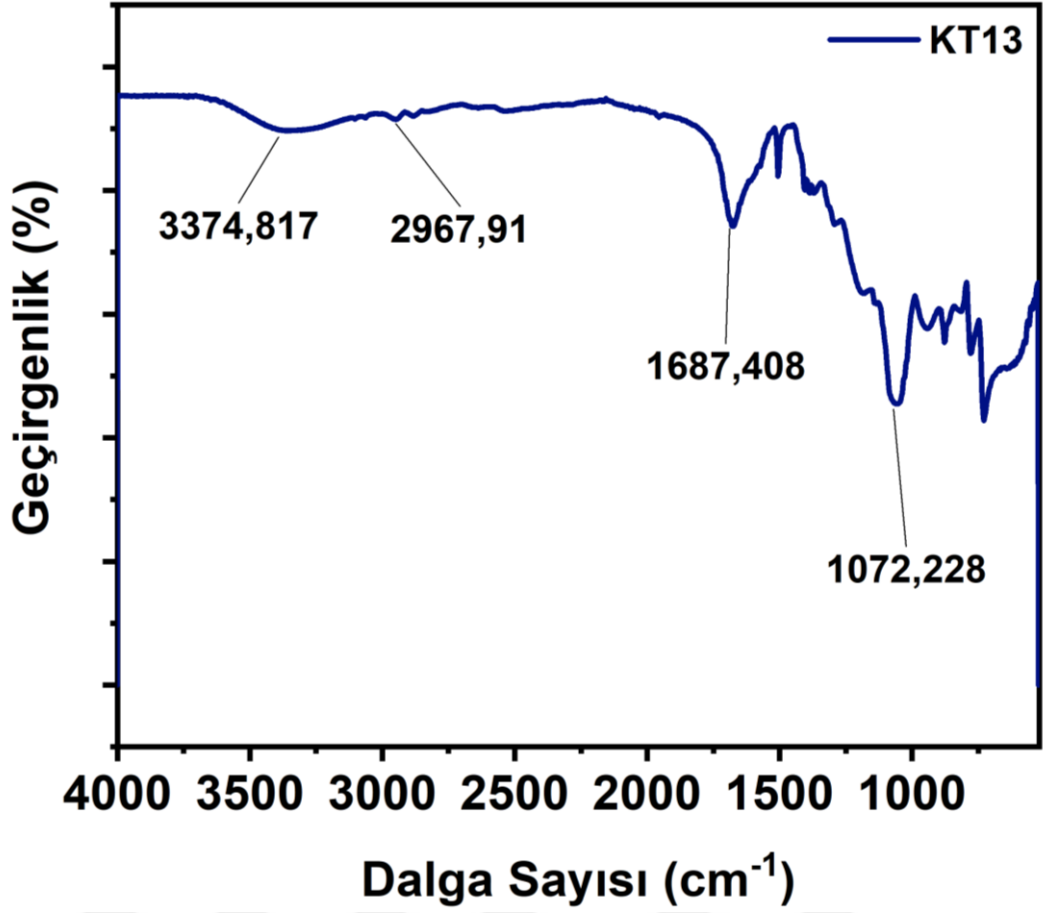
Benzer şekilde KT40 için 285.59 eV değerindeki karbon-oksijen (C-O) tekli bağlarına atfedilen pik KT13 için 285.0 olarak belirir ve yine yaklaşık 0.5 eV azalarak kayma göstermektedir. Bu veriler silikat ilavesi ile yapıdaki bağlanmanın değiştiğini açık bir şekilde karbon atomu için gösterir. Karbonil grubuna bağlı olan oksijenler bu silikat ilavesi ile silisyuma komşu ve karbonile bağlı oksijen ile silisyum bağlanmıştır. Bu da elektronegativite değerlerini değiştirdiğinden C ve O pikleri için kayma zaten beklenmektedir. KT40 için aromatik yapı ve C-C bağları dolayısı ile belirlenen 284.37 eV değeri bile sodyum metasilikat ilavesinden sonra KT13 için 284.2 eV değerini göstermektedir ki bu da açık bir eklenen sodyum metasilikat etkisidir.

Benzer şekilde KT40 için yüksek çözünürlüklü oksijen değerleri ve KT13 için aynı değerler karşılaştırıldığında farklılıklar yine ortaya çıkmaktadır. KT40 için 534.48 eV değerinde beliren pik genellikle hidroksil grupları (C-OH) ile ilişkilidir. Sentez sırasında kullanılan reaktiflerden veya polimer yüzeyinde bulunan gruplardan kaynaklanabilir. Benzer şekilde bu durum KT13 için silikat yapısı yüzeyindeki hidroksit gruplarına da ait olabilir. Silikat içeren KT13 için bu değer kontrol

edildiğinde 535.7 eV değeri ortaya çıkar ki bu gerçekten büyük bir kaymadır ve silikat varlığını belki de en önemli şekilde belgeleyen yapı budur. Arada yaklaşık 1.2 eV luk bir kayma vardır ve bu kayma silikat eklenmiş KT13 için artış şeklindedir. Diğer oksijen verileri karşılaştırıldığında, KT40 için 532.88 eV pik genellikle karbon-oksijen bağları (C-O) ile ilişkilidir. Bu değer KT13 için 532.9 eV olarak saptanır. Çok az olsa da 0.1 eV luk bir değişim gözlenir. KT40 için karbonil grubuna ait oksijen değeri 531.08 eV iken bu değer sodyum metasilikat eklenmesinden sonra 531.4 eV değerine kaymıştır. Yani açık bir şekilde KT13 için 0.3 eV luk bir artış gözlenmektedir. Bu sayede trefalik asidin bağlandığı örneklerde sadece etilen glikol değil sodyum metasilikatın da rol aldığı açık bir şekilde kanıtlanmış olmaktadır. Ayrıca 104.58 eV pik, SiO<sub>2</sub> (silikon dioksit) gibi oksijen içeren silikat gruplarını temsil eder. Sodyum silikatın oksijenle bağlanma durumunu gösterir. 103.58 eV pik, genellikle daha düşük oksijen içeriğine sahip silikat yapıları ile ilişkilidir. 101.12 eV pik, Si-O bağlarının düşük oksijenlenme seviyesini gösterebilir, muhtemelen daha az oksijenle çevrelenmiş silikon atomlarını temsil eder.

Bu analizle açık bir şekilde gösterilmektedir ki, KT40 ile yani standart PET polimeri ile kıyaslandığında sodyum metasilikat ilavesi PET polimerini açık bir şekilde değiştirir ve beklendiği gibi metasilikat grupları karbonil grupları ile birleşerek etilen glikole alternatif bir bileşen olarak ortaya çıkar. Fazla metasilikat SiO<sub>2</sub> olarak polimer yapısında yer bulur.

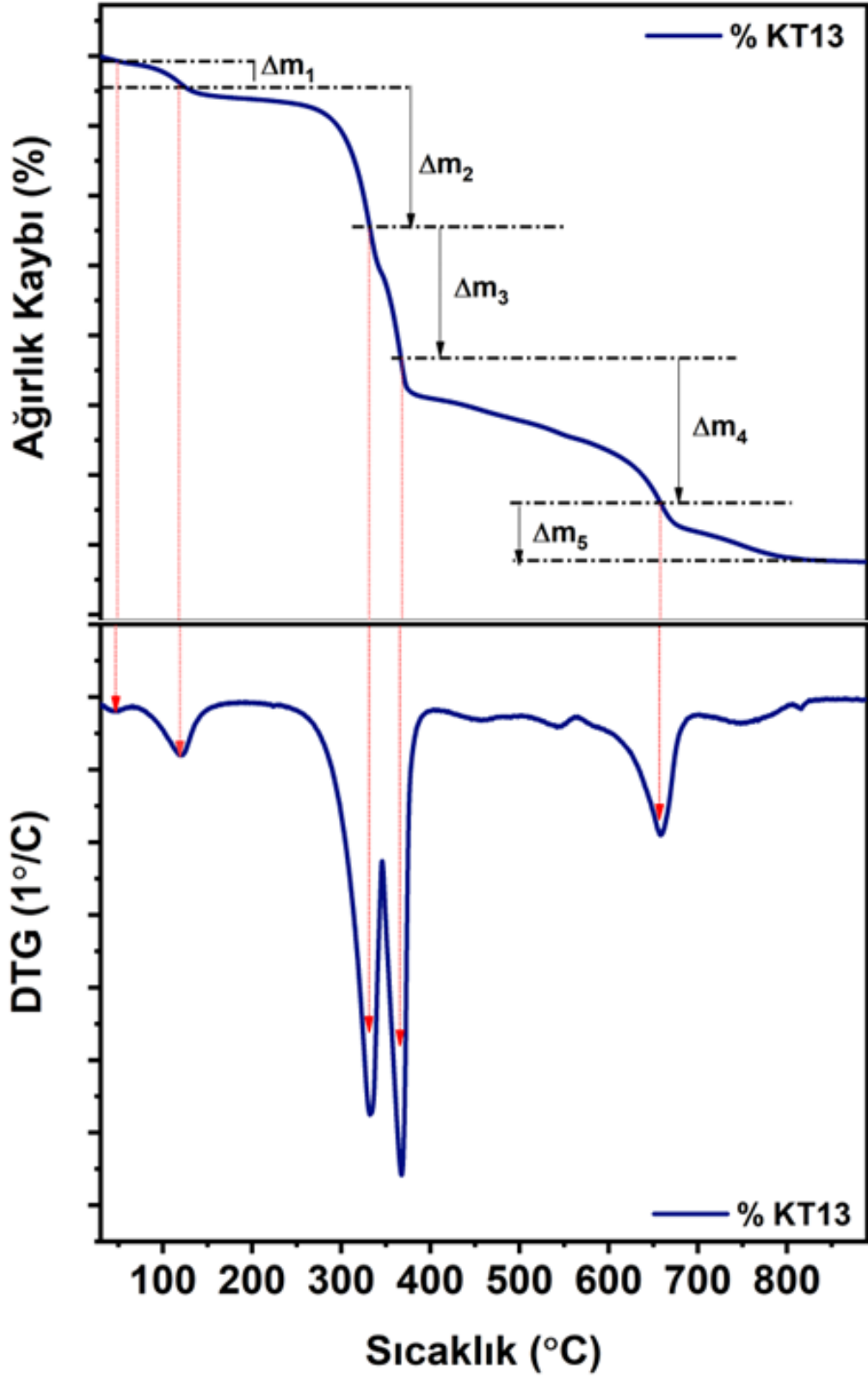
KT13 için FT-IR spektrumları Şekil 4.28'de verilmiştir. FTIR analiz sonuçları, PET kimyasal analizinde önemli bir rol oynamaktadır. Özellikle, elde edilen veriler serbest -OH (hidrojen bağlı hidroksil grubu), C-H bağları, ve C=O gruplarını içermektedir. 3374 cm<sup>-1</sup> dalga sayısı, FTIR spektrumunda serbest -OH veya varlığını işaret ederken, 2967 cm<sup>-1</sup> dalga numarası genellikle C-H bağlarını temsil eder; özellikle metil (-CH<sub>3</sub>) veya metilen (-CH<sub>2</sub>-) gruplarına işaret edebilir. 1684 cm<sup>-1</sup> dalga numarası ise C=O gruplarını belirtir ki bu da PET polimerinde ester grubundan kaynaklanan C=O bağını içerir.



Şekil 4.28: KT13(2:1:1) FT-IR spektrumu

**Kaynak:** Araştırmacı tarafından oluşturulmuştur

Bu bulgular göstermektedir ki, polietilen tereftalatın FTIR spektrumu özellikle hidroksil (-OH), metil (-CH<sub>3</sub>), metilen (-CH<sub>2</sub>-), ve ester (C=O) gruplarını içermektedir. PET'in doğru kimyasal bağlara sahip olduğunu ve belirli yapısal özelliklere sahip olduğunu doğrulamaktadır. Ayrıca KT13 için FT-IR spektrumu analiz sonuçlarına göre, PET ve sodyum silikat sentezi sırasında 1060,30 cm<sup>-1</sup> ve 941,38 cm<sup>-1</sup> frekanslarında belirgin pikler gözlemlenmiştir. Bu pikler, silikatın varlığını işaret eden Si-O-Si bağlarına benzer karakteristik özellikler taşımaktadır. Ayrıca, 778,52 cm<sup>-1</sup> frekansı da silikata atfedilebilecek Si-O bağlarından kaynaklanan bir pik olarak belirlenmiştir. Bu frekanslar, sodyum silikatın sentezi sürecindeki olası etkileşimleri ve mevcudiyetini göstermektedir. XPS spektrumlarında da belirtildiği gibi karboksil grupları ile silikat etkileşimi bu analiz ile de gösterilmektedir.



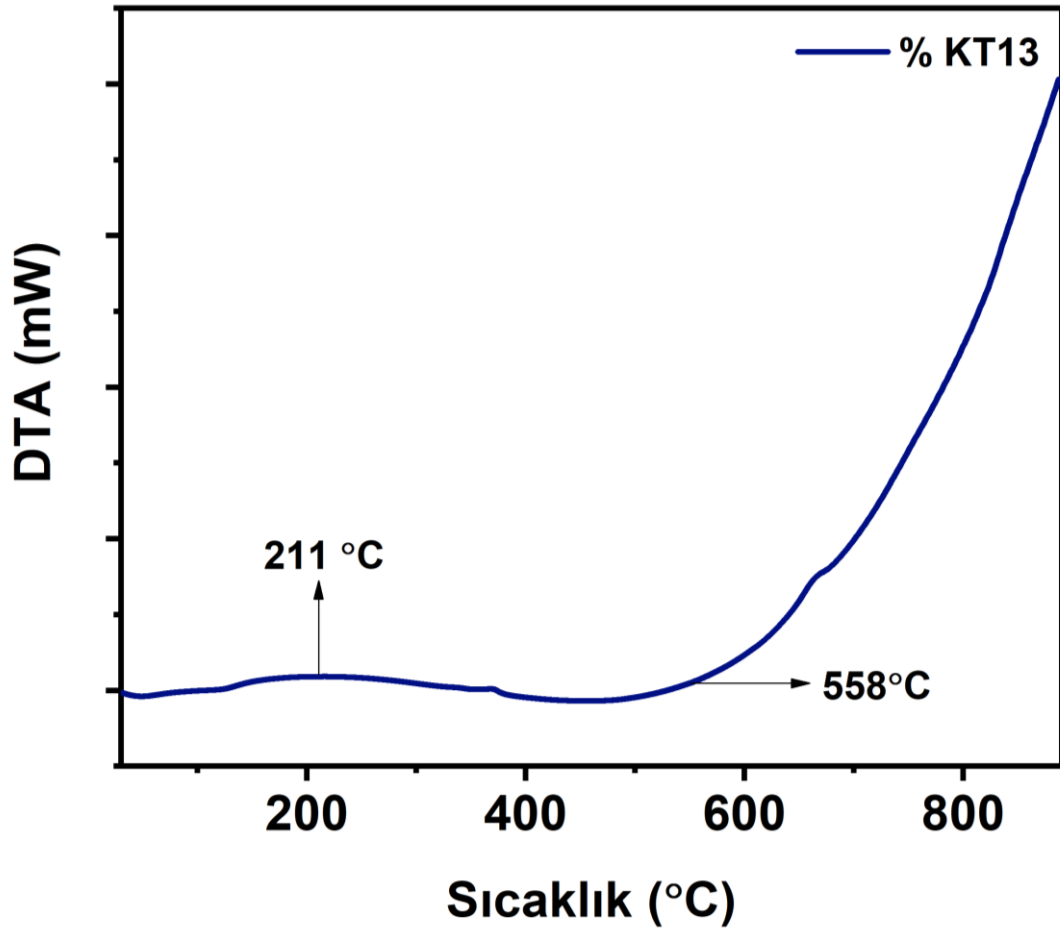
Şekil 4.29: KT13(2:1:1) için termal bozunma eğrisi ve diferansiyeli

**Kaynak:** Araştırmacı tarafından oluşturulmuştur.

**Tablo 4.13:** KT13(2:1:1) termal ağırlık kaybı toplamı

KT13	Ağırlıkça %
$\Delta m_1$	4,15
$\Delta m_2$	20,04
$\Delta m_3$	19,04
$\Delta m_4$	20,53
$\Delta m_5$	8,32
Toplam	72,08

TG-DTA analizi KT13 için çok arklı bilgiler sağlamaktadır. Öncelikle sodyum metasilikattan da geldiği için polimerleşme kondenzasyon reaksiyonu henüz sonlanmamıştır. Bunu ilk ağırlık kaybındaki suyun uzaklaştırılmasına ait bölgeden anlayabiliriz. Bu ilk bölgeden anlaşıldığı kadarıyla yaklaşık %6-7 su uzaklaşmaktadır. Bu noktadan sonra normalde KT40 için tamamen organik bir iskeletin yanma ve bozunma bölgesi olan 150-400 derece aralığı aslında temel olarak 2 şeyi işaret eder. Hala normal PET polimerinin varlığı ile organik iskelet bozunmaktadır fakat buna ilaveten silikatın varlığı bu iskeletin bozunmasını modifiye etmekte ve bu araşık sanki 2 kısımda bozunuyormuş gibi gözükmektedir.

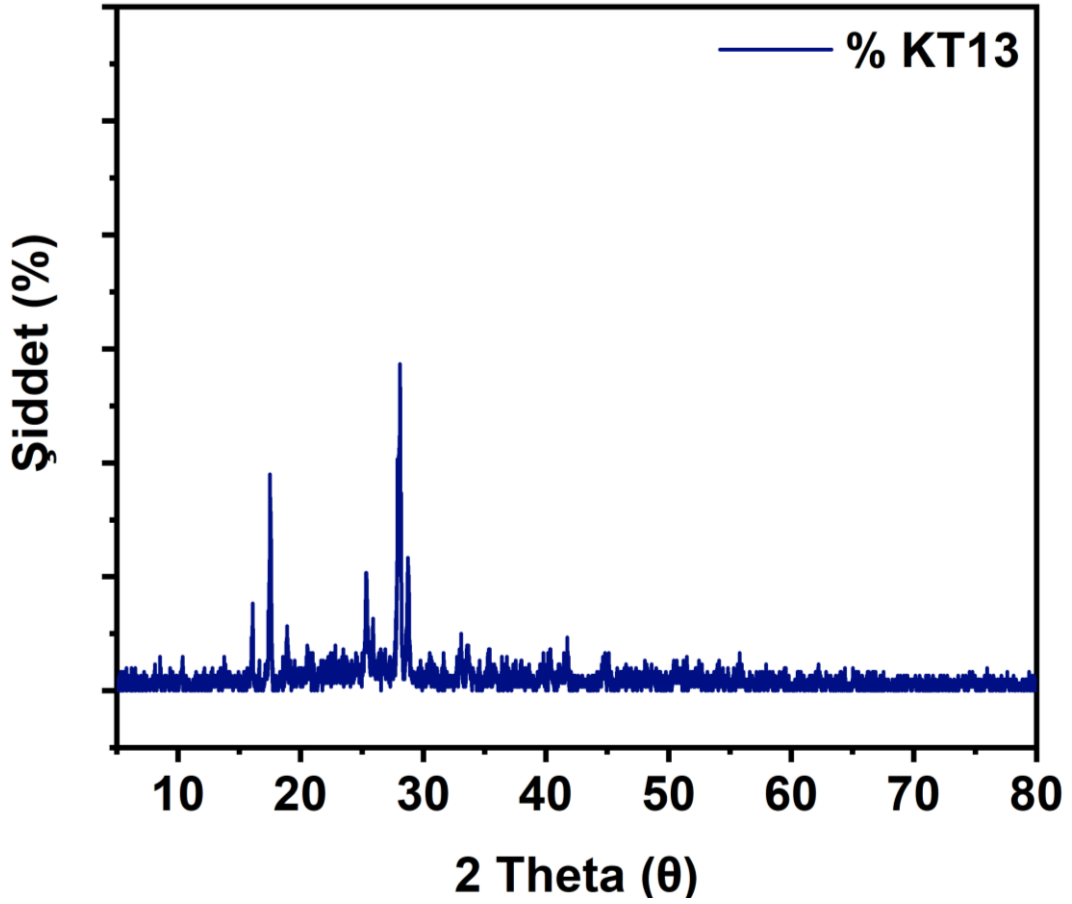


**Şekil 4.30:** KT13(2:1:1) için DTA spekturumu

**Kaynak:** Araştırmacı tarafından oluşturulmuştur

Muhtemelen sodyum metasilikat ilavesi ile en çok modifiye olan bölge bu bölgedir ve muhtemelen karboksil yapısına bağlanan sodyum metasilikat miktarı arttıkça bu aralık da oldukça değişiklikler sergileyecektir. Bu bölgede yaklaşık %40'ı aşan bir kütle kaybı gözlenir. Daha sonra yaklaşık 400-650 derece aralığında muhtemelen silikat bazlı yapıların uzaklaştırılması gerçekleşir. Organik yapılar bozunduğu ve uzaklaştığı için bu bölge aslında inorganik yapıların kondenze olduğu ve bazen birbiri ile bağlandığı ve kristalize hale geçebildiği bölgedir. Yaklaşık %20'yi aşan bir kütle kaybı bu üçüncü bölgeden anlaşılabilir. Buradan sonra karbonizasyonun ve tamamen yanmanın gerçekleştiği ve ancak yüksek ısıya dayanıklı yapıların stabil kaldığı 650°C'de sonrası gelmektedir. Bu bölgede de yapı uygun olduğu için %8'lik bir ağırlık kaybı tespit edilmektedir. Bu da yaklaşık 70-75 oranında total kütle kaybı ile

sonuçlanmaktadır. DTA grafiği de tüm bozunma için genel ve yaygınlaşmış bir pik göstermektedir.



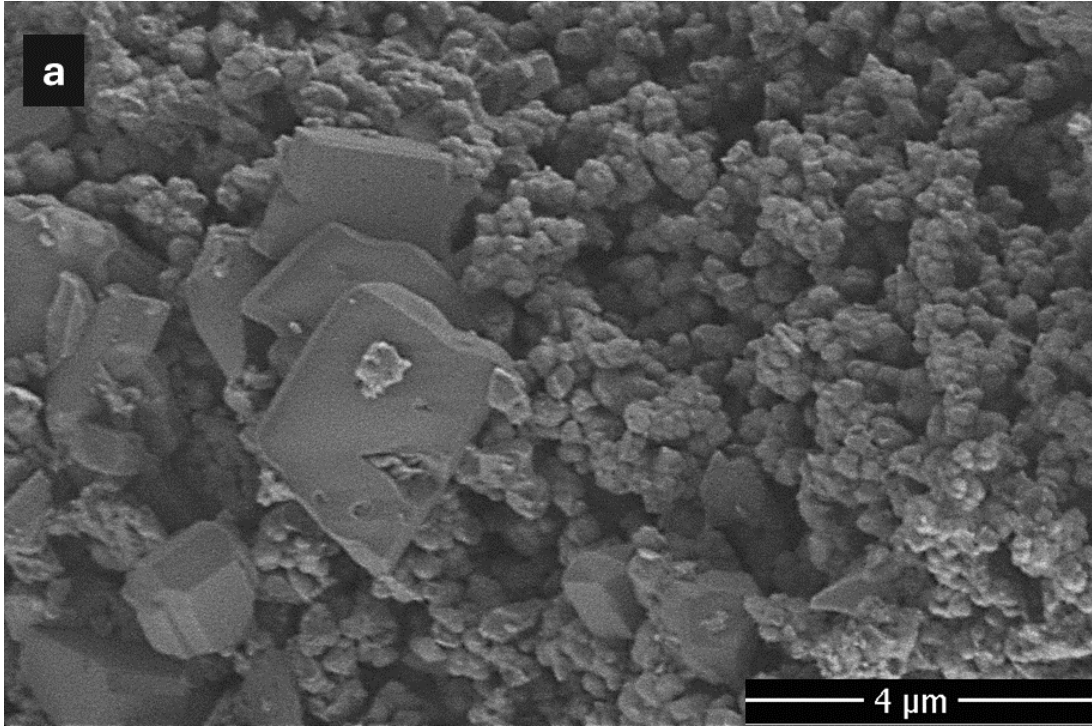
Şekil 4.31: KT13(2:1:1) XRD difraktogramı

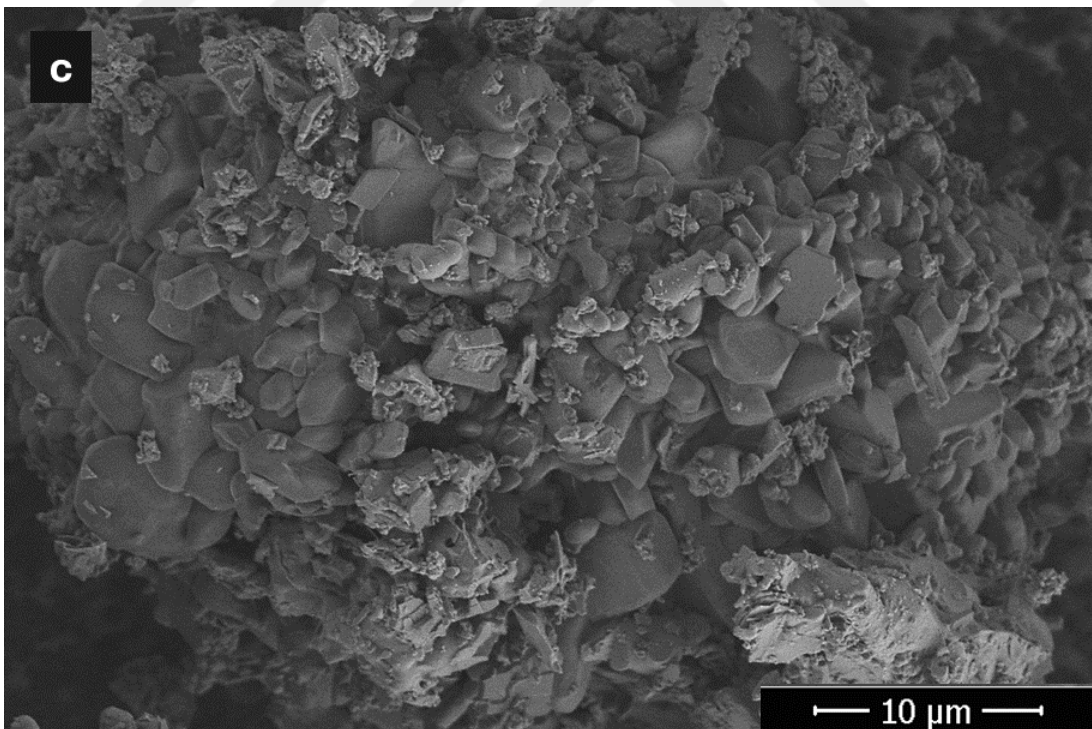
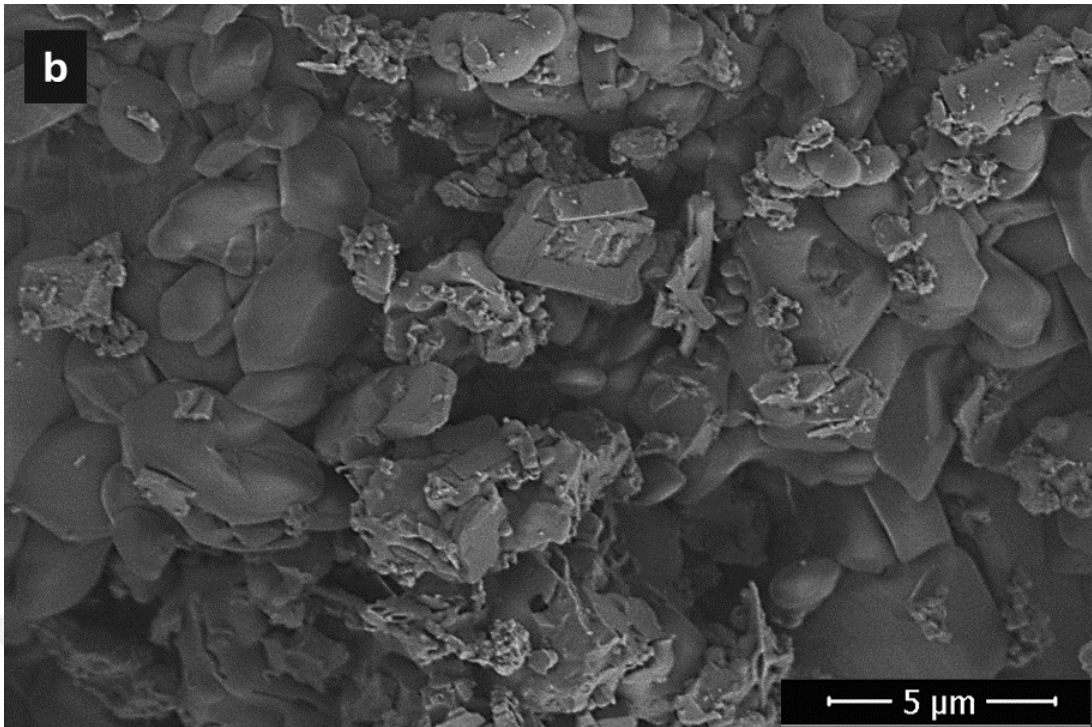
**Kaynak:** Araştırmacı tarafından oluşturulmuştur

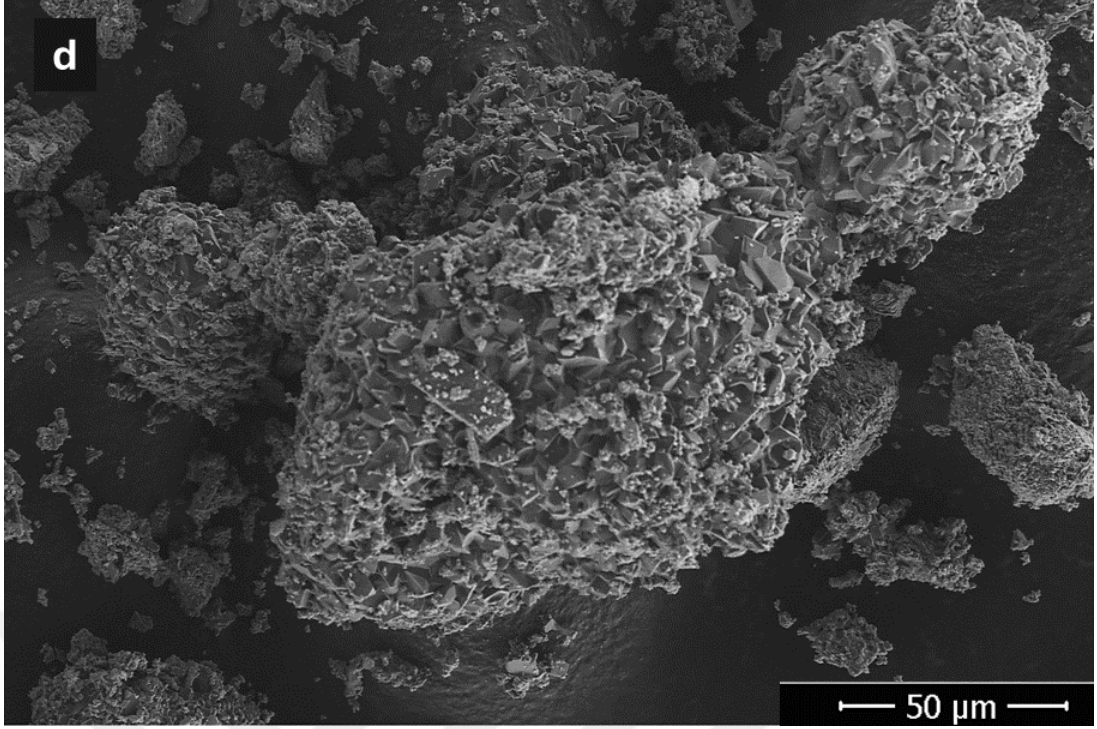
16,1° ve 17,5° bu düşük açılı pikler, geniş d-aralıklarını işaret eder ve genellikle büyük, düzenli bölgelerin varlığını gösterir. 16,1° ve 17,5° açılarındaki pikler, PET'in kristalin yapısının yanı sıra sodyum silikatın yapısal etkilerini de yansıtabilir. PET'in bilinen kristal fazları bu bölgelerde pike sahip olabilir ve sodyum silikatın eklenmesiyle bu yapılar değişime uğrayabilir. 25,32° açısındaki pik, PET'in karakteristik kristalin yapısını gösterir. Bu pik, PET'in bilinen kristalin fazlarına işaret eder ve sodyum silikatın eklenmesi, bu kristal yapıda belirli değişimlere neden olabilir. Bu değişimler, kompozit malzemenin yapısal özelliklerinin modifikasyonunu ve stabilitesini gösterebilir. 28,1° açısındaki pik, daha dar d-aralıklarını ve kristalin fazların daha yoğun ve sıkı düzenlendiğini gösterir. Bu pik, sodyum silikatın varlığını ve PET'in kristal yapısındaki değişiklikleri yansıtabilir. Sodyum silikatın eklenmesiyle oluşan bu pik, kompozit malzemenin yeni kristalin fazlarının oluşumunu ve yapısal

düzenlemelerini işaret eder. Kristal yapı sentezlenen PET ve sodyum silikat kompozitinin XRD analizi, malzemenin kristal yapısında belirgin değişikliklerin meydana geldiğini gösterir.  $16,1^\circ$  ve  $17,5^\circ$  açılarındaki pikler, PET'in mevcut kristal fazlarının yanı sıra sodyum silikatın etkisini de yansıtır.  $25,32^\circ$  ve  $28,1^\circ$  açılarındaki pikler ise, sodyum silikatın eklenmesiyle oluşan yeni kristalin fazların varlığını ve PET'in yapısal özelliklerinin modifikasyonunu ortaya koyar. Kristalin fazların yoğunluğu XRD analizinde gözlemlenen pikler, PET ve sodyum silikat kompozitinin yoğun kristalin fazlara sahip olduğunu ve bu fazların belirli açılarda karakteristik pikler oluşturduğunu gösterir.  $25,32^\circ$  ve  $28,1^\circ$  açılarındaki pikler, kompozit malzemenin yoğun kristalin yapısını ve sodyum silikatın bu yapıya etkisini vurgular.

**b) KT16 Polimeri- TFA / EG / Na<sub>2</sub>(SO<sub>3</sub>) (1/1/1) mol oranı**







**Şekil 4.32:** KT16 (1:1:1) SEM görüntüleri (a) 4  $\mu\text{m}$ 'de ölçeklendirilmiş SEM analizi görüntüsü (b) 5  $\mu\text{m}$ 'de ölçeklendirilmiş SEM analizi görüntüsü (c) 10  $\mu\text{m}$ 'de ölçeklendirilmiş SEM analizi görüntüsü (d) 50  $\mu\text{m}$ 'de ölçeklendirilmiş SEM analizi görüntüsü

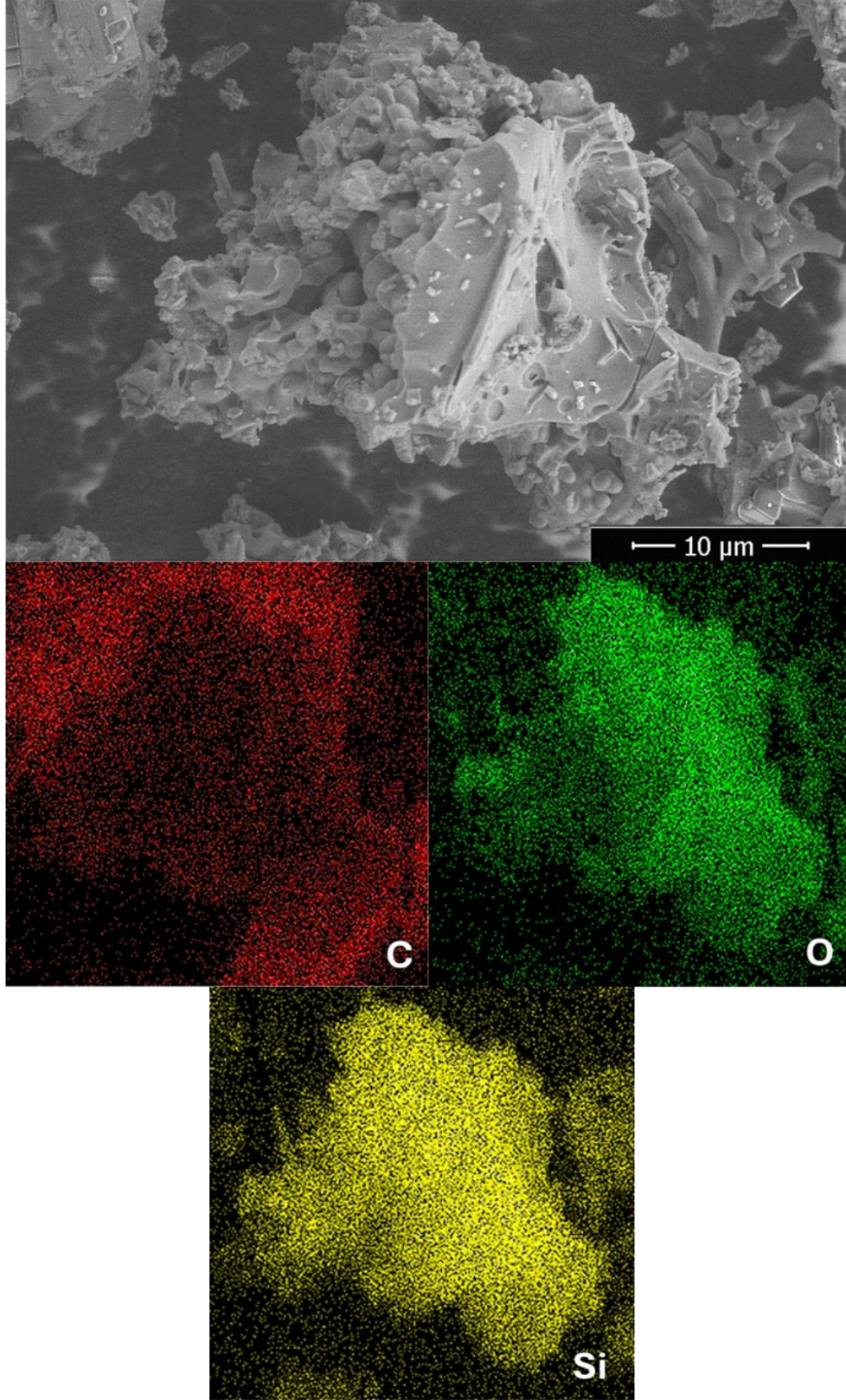
**Kaynak:** Araştırmacı tarafından oluşturulmuştur.

**Tablo 4.14:** KT16 (1:1:1) için EDX analizi

Element	Ağırlıkça %
C K	44,86
O K	35,09
Si K	20,05

KT16 için ağırlıkça atomik oranlar karbon için 45, oksijen için 35 ve silisyum için %20 olarak ortaya çıkmıştır. Artan silisyum miktarı oranın 1/1/1 olması ile zaten beklenen bir sonuçtur. Atomik haritalama ile de varsayılan bütün atomların varlığı açık bir şekilde kanıtlanabilir. Bu noktada silikon renk yoğunluğu KT13'e göre daha yüksektir çünkü silisyum miktarı artmıştır. SEM analizi KT13 ile benzerlikler

taşımaktadır. Yine rijit bir yapının polier içinde varlığı açık bir şekilde saptanmaktadır. Yuvarlak aglomerasyon polimerik yapının varlığını göstermekte iken yer yer artık oldukça yüksek miktarda eklenmiş olan sodyum metasilikat yapısının dağılımı gözlenmektedir. Yüzeğe yaklaşıldıkça polimer yapısının yüzeyinin küçük partiküler yapıda şekiller içerdiği saptanmaktadır. Bunun kısaca  $\text{Na}_2\text{SO}_3$  yapılarından geldiği düşünülebilir. Sodyum metasilikat miktarı arttığı için daha da yoğun kristal veya rijit bölgeler saptanmaktadır. KT40 yapısına göre belirgin farklılıklar içerir. KT40 oldukça yumuşak yüzey özellikleri gösterirken burada silikat yapısının  $\text{Na}_2\text{SO}_3$  olarak birikmesine bağlı olarak daha kolay saptanabilen bir yüzey durumu elde edilmiştir.

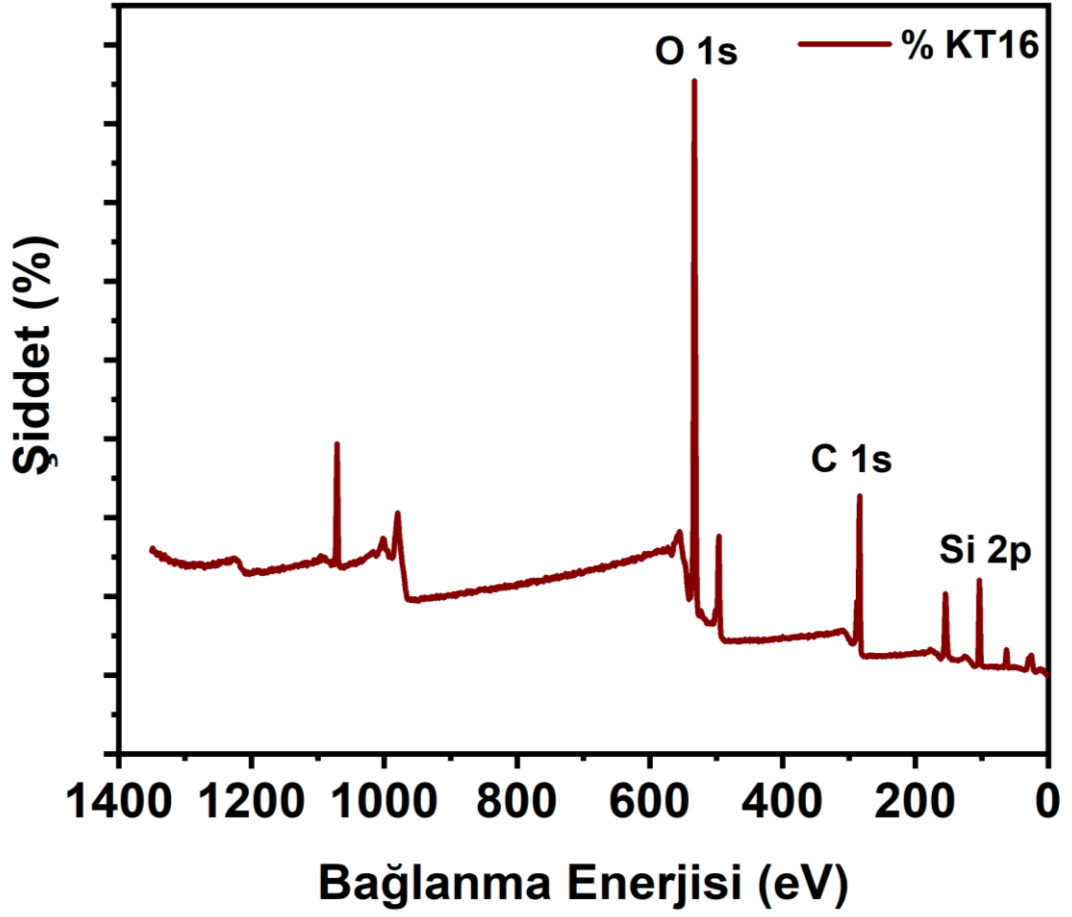


**Şekil 4.33:** KT16 (1:1:1) kompozisyonu için elde edilen atomik analiz

**Kaynak:** Araştırmacı tarafından oluşturulmuştur.

KT40 için 288.3 eV değerinde saptanan ve genellikle karbonil (C=O) bağlarına işaret eden pik KT16 için 287.98 eV değerinde gözlenir. 0.3 eV luk bir kayma (azalma) KT16 için mevcuttur. PET'de bu pik, polimer zincirindeki ester gruplarından kaynaklanır ve karbonil gruplarının varlığını doğrular. KT16 için 285.0 eV değerindeki, pik KT40 içinde tamamen aynı değerde gözlenmektedir ve bu pik genellikle karbon-oksijen (C-O) bağlarına atfedilir. PET içindeki oksijen içeren gruplar veya ester bağları bu pikle ilişkilendirilebilir. KT16 için 284.12 eV olarak belirlenen pik'de tam olarak KT40 ile aynı pozisyonda belirlenmiştir. Bu pik genellikle karbon-karbon çift bağı (C=C) veya karbon-karbon tek bağı (C-C) bağlarına işaret eder. Dolayısı ile silikat oranının artışı ile sadece karbonil gruplarındaki karbon atomunun XPS değerlerinde bir sapma gözlenmiş ancak diğer karbon değerleri hiç değişmeden kalmıştır.

Bu değer normalde KT 40 için 534.48 eV değerinde gözlenmişti. Yine silikat varlığı -OH sapsının nedeni olarak ortaya çıkmaktadır. KT16 için 532.81 eV da gözlenen pik KT40 için yine benzer şekilde 532.88 eV değerinde saptanmıştır. Bu C-O bağları ile ilgili olduğundan genel olarak KT13 e göre fazla sodyum metasilikat ilavesinin oksijen pikleri için C-O değerinde değişmediğini ortaya koyar. PET'de ester bağları veya diğer oksijen içeren gruplar bu pikle ilişkilendirilebilir.

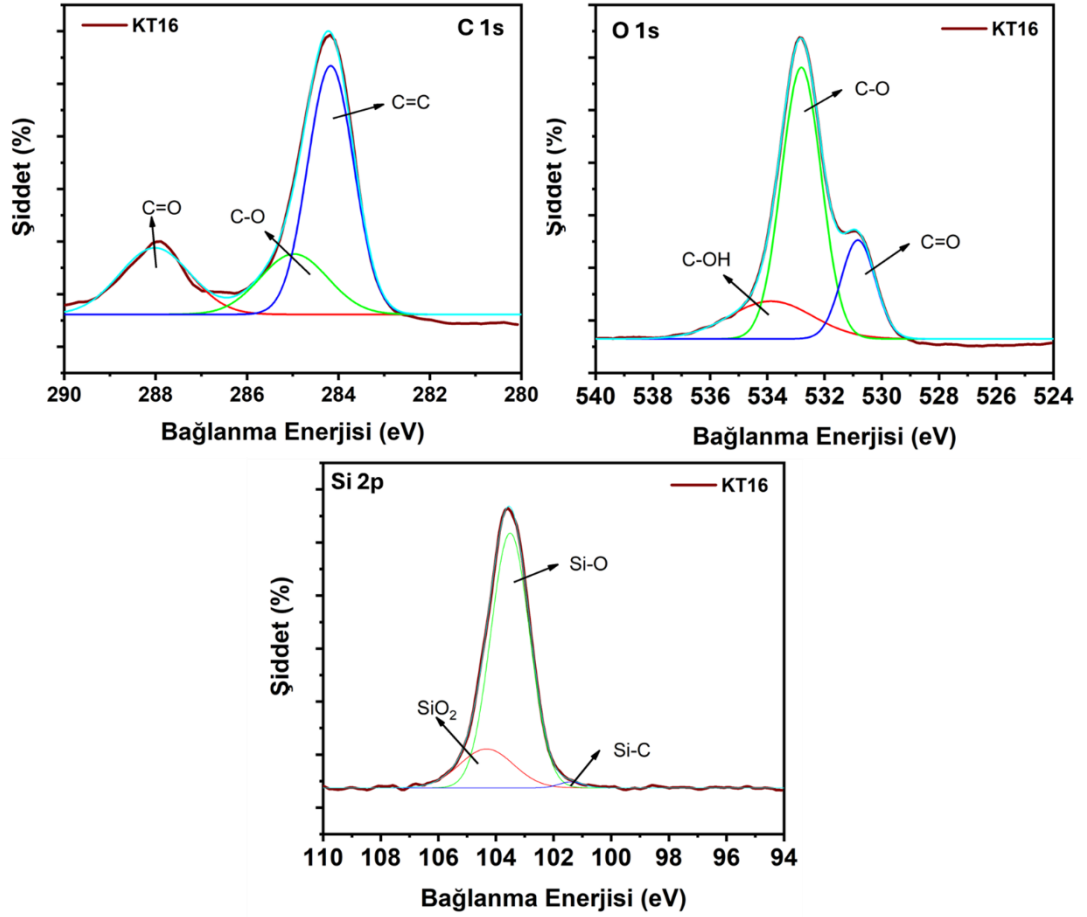


**Şekil 4.34:** KT16 (1:1:1) geniş spektrumlu XPS analizi

**Kaynak:** Araştırmacı tarafından oluşturulmuştur

**Tablo 4.15:** KT16 (1:1:1) XPS yüksek çözünürlüklü pikleri

	O 1s	C 1s	Si 2p
<b>KT16 (1:1:1)</b>	532,18 eV	285,98 eV	101,88 eV



**Şekil 4.35:** KT16 (1:1:1) için geniş spektrumlu XPS analizi C atomu, O atomu ve Si atomu dekonvülosyonu

**Kaynak:** Araştırmacı tarafından oluşturulmuştur.

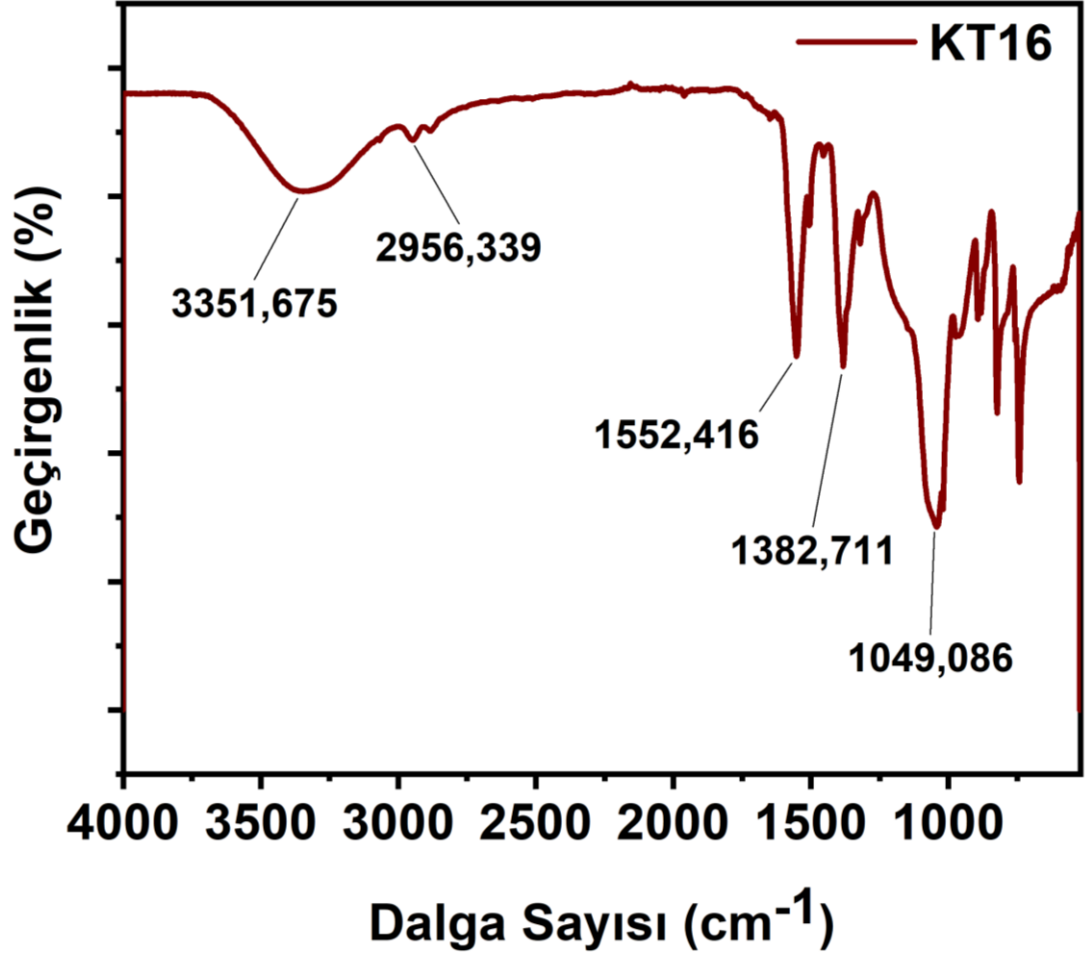
KT16'daki 530.68 eV değeri daha önce KT40 için 531.08 eV şeklinde saptandığından yine karbonil grubuna ait oksijenlerin büyük bir kayma gösterdiği yani karbonil ve silikat bağlanması sağladığı söylenebilir. Arada yaklaşık 0.3 eV'luk bir farklılık gözlenmiştir. Bu pik genellikle karbonil grupları (C=O) ile ilişkili olduğundan silikat etkisi burada gözlenmiştir. Bunlara ilaveten KT16 için 104.38 eV pik, SiO<sub>2</sub> (silikon dioksit) gibi oksijen içeren silikat gruplarını temsil eder. Sodyum silikatın oksijenle bağlanma durumunu gösterir. 103.52 eV pik, genellikle daha düşük oksijen içeriğine sahip silikat yapıları ile ilişkilidir. 101.38 eV pik, Si-O bağlarının düşük oksijenlenme seviyesini gösterebilir, muhtemelen daha az oksijenle bağlanmanın bir sonucudur.

**Tablo 4.16:** KT16 (1:1:1) için XPS dekonvolüsyon değerleri

Elementler	Oluşan Bağlar	Pik Değerleri (eV)
C 1s	C=C	284.2
	C=O	288.5
	C-O	285.8
O 1s	C-O	533.6
	C=O	531.7
	C-OH	533.7
Si 2p	Si-O	101.1
	SiO <sub>2</sub>	103.5
	Si-C	104.5

Daha önce KT13 değerleri 104.58 eV pik (KT 16 ya göre 0.2 eV kayma), SiO<sub>2</sub> (silikon dioksit) için, 103.58 eV pik, genellikle daha düşük oksijen içeriğine sahip silikatlar ve 101.12 (KT 16 ya göre 0.2 eV kayma) eV pik, Si-O bağlarının düşük oksijenlenme seviyesini gösterdiğinden sodyum metasilikat ilavesinde artışın silyum dekonvolüsyon piklerinde farklılık oluşturabileceği saptanmıştır.

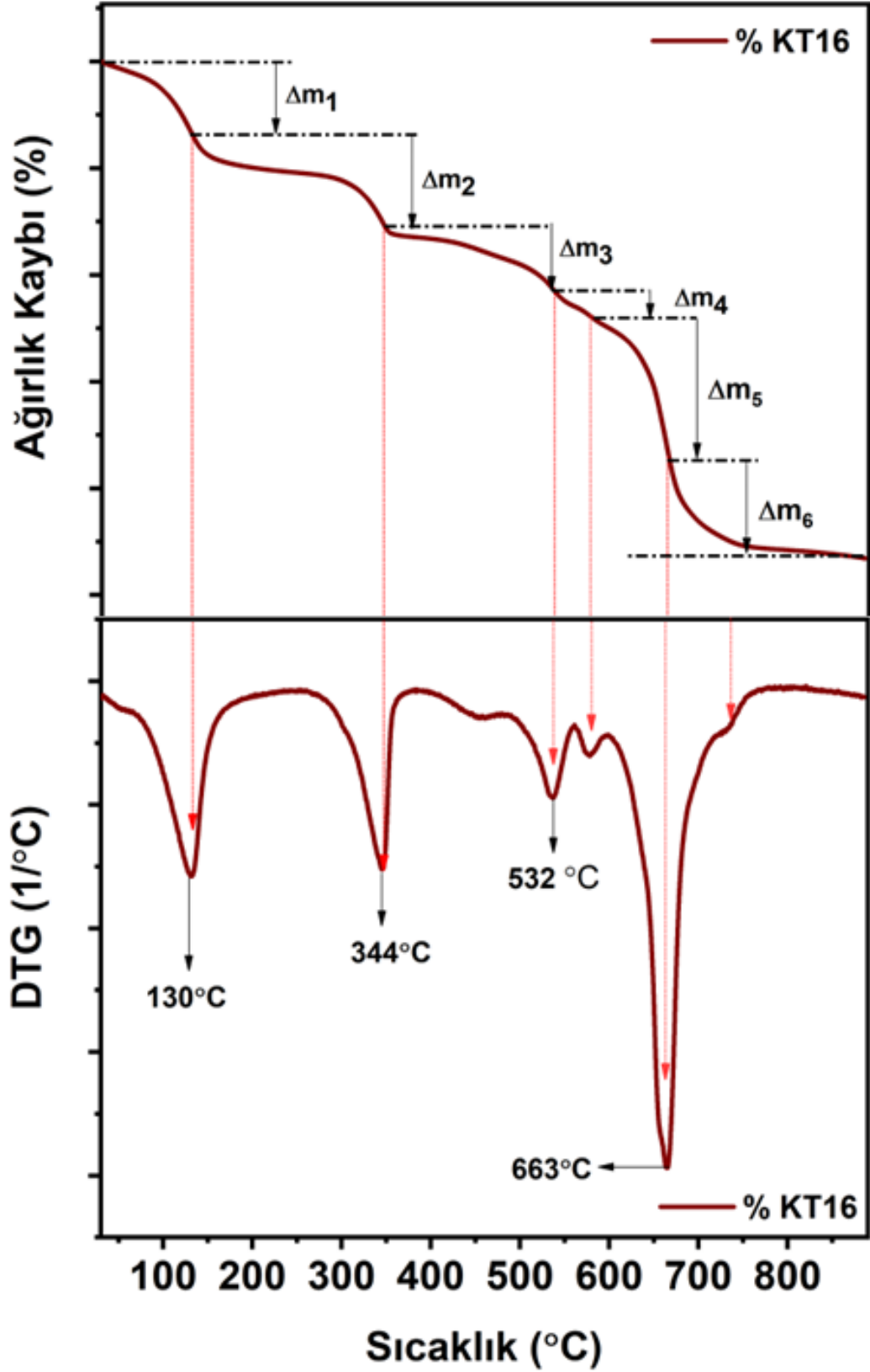
KT 16 PET polimerinin sentezlenen yüzey analizi için FT-IR spektrumları Şekil 4.36’te verilmiştir. FT-IR analiz sonuçları, PET kimyasal analizinde kritik bir rol oynamaktadır. Elde edilen veriler serbest -OH (hidrojen bağlı hidroksil grubu), C-H bağları ve C=O gruplarını içermektedir. 3374 cm<sup>-1</sup> değerinde -OH gruplarının varlığı saptanırken, 2967 cm<sup>-1</sup> ‘de genellikle C-H bağları temsil edilir; özellikle metil (-CH<sub>3</sub>) veya metilen (-CH<sub>2</sub>-) gruplarına işaret edebilir.



Şekil 4.36 KT16 (1:1:1) sentezinin FT-IR spekturumu

**Kaynak:** Araştırmacı tarafından oluşturulmuştur

1684 cm<sup>-1</sup> dalga numarası ise C=O gruplarını belirtir ki bu da PET polimerinde ester grubundan kaynaklanan C=O bağıını içerir. Bu bulgular, PET FT-IR spektrumunun özellikle hidroksil (-OH), metil (-CH<sub>3</sub>), metilen (-CH<sub>2</sub>-) ve ester (C=O) gruplarını içerdiğini göstermektedir. Bu sonuçlar, PET'in doğru kimyasal bağlara ve belirli yapısal özelliklere sahip olduğunu doğrulamaktadır. KT16 için yine ilaveten, sodyum silikat ilavesinde 1060,30 cm<sup>-1</sup> ve 941,38 cm<sup>-1</sup> frekanslarında belirgin pikler gözlemlenmiştir. Bu pikler, silikatın varlığını işaret eden Si-O-Si bağlarına benzer karakteristik özellikler taşımaktadır. Ayrıca, 778,52 cm<sup>-1</sup> frekansı da silikata atfedilebilecek Si-O bağlarından kaynaklanan bir pik olarak belirlenmiştir. Bu frekanslar, sodyum silikatın sentezi sürecindeki olası etkileşimleri ve mevcudiyetini göstermektedir.

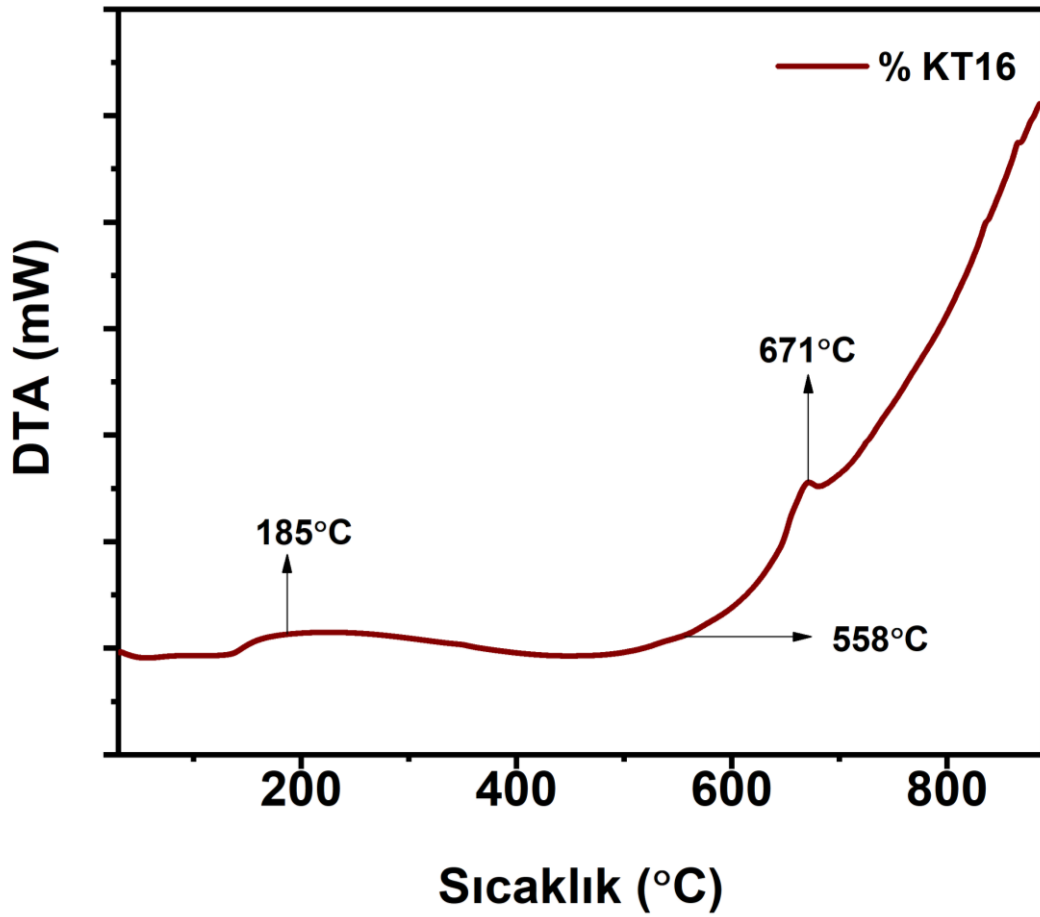


Şekil 4.37: KT16 (1:1:1) için termal bozunma eğrisi ve diferansiyeli

**Kaynak:** Araştırmacı tarafından oluşturulmuştur

**Tablo 4.17:** KT16 (1:1:1) termal ağırlık kaybı toplamı

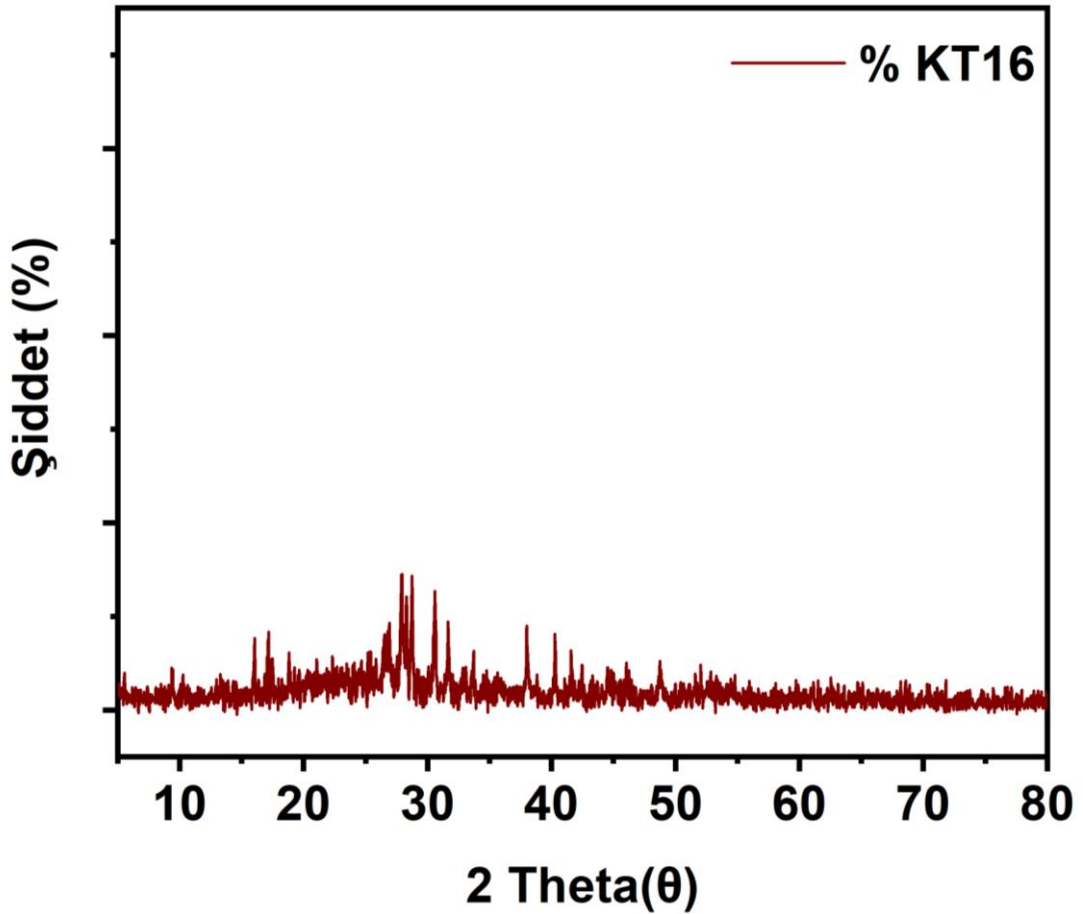
Element	Ağırlıkça %
$\Delta m_1$	17,72
$\Delta m_2$	35,89
$\Delta m_3$	9,60
$\Delta m_4$	4,30
$\Delta m_5$	21,85
$\Delta m_6$	89,36



**Şekil 4.38:** KT16 (1:1:1) için DTA spekturumu

**Kaynak:** Araştırmacı tarafından oluşturulmuştur.

TG-DTA analizi KT16 için incelendiğinde 4 bölgede kütle kaybı görülmektedir. KT13'te olduğu gibi ilk olarak kondenzasyon reaksiyonu sonucu uzaklaşmadan kalana su ilk olarak uzaklaşmaktadır. 130 dereceden sonra ikinci bozunma bölgesinde muhtemelen ilk olarak organik iskelet bozunmakla birlikte sıcaklık arttıkça, organik iskeletle birleşen silikat yapısının bozunmaya etki ettiği gözlenebilir. Burada üçüncü bir kütle kaybı yapının ekstra kondenzasyonu için gerçekleşmektedir. bazı yapının da kısmen kütleli olarak uzaklaştırıldığı gözlenmektedir. Dördüncü ve son bozunma ve kütleli uzaklaşma bölgesi ise inorganik yapıların yüksek sıcaklık nedeniyle yeniden düzenlendiği bölgedir. Muhtemelen silikat yapısının fazlalığı bu bölgeye etki etmekte ve bozunmalar arasında en yüksek miktar gözlenmektedir.



**Şekil 4.39:** KT16 (1:1:1) yapısı için XRD difraktogramı

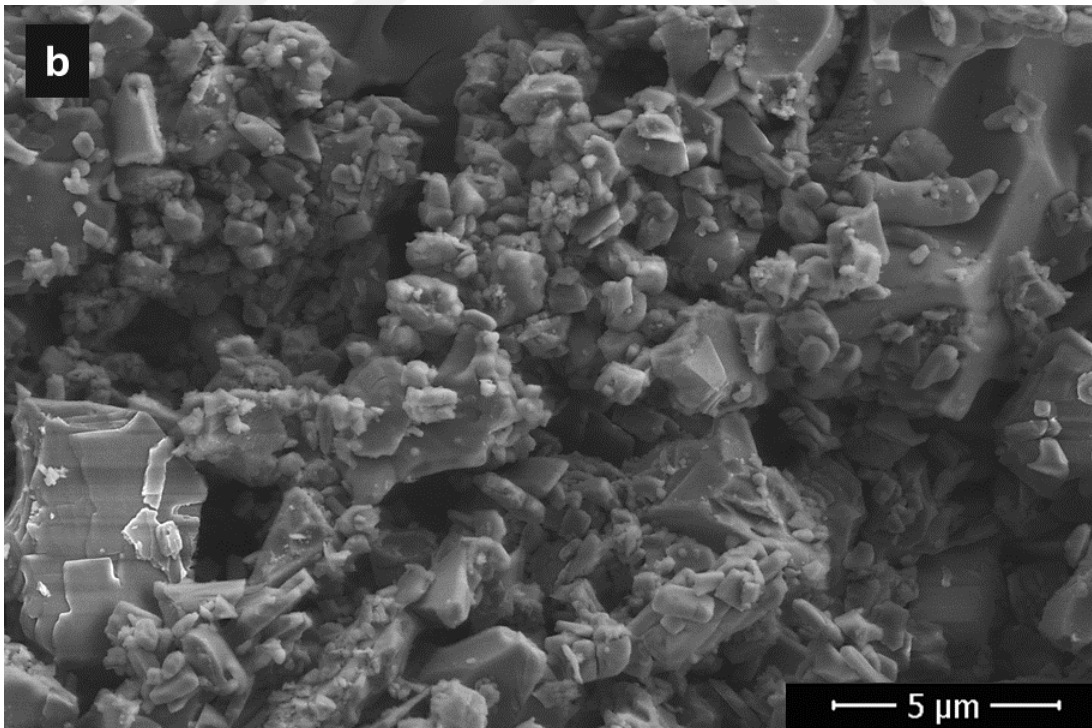
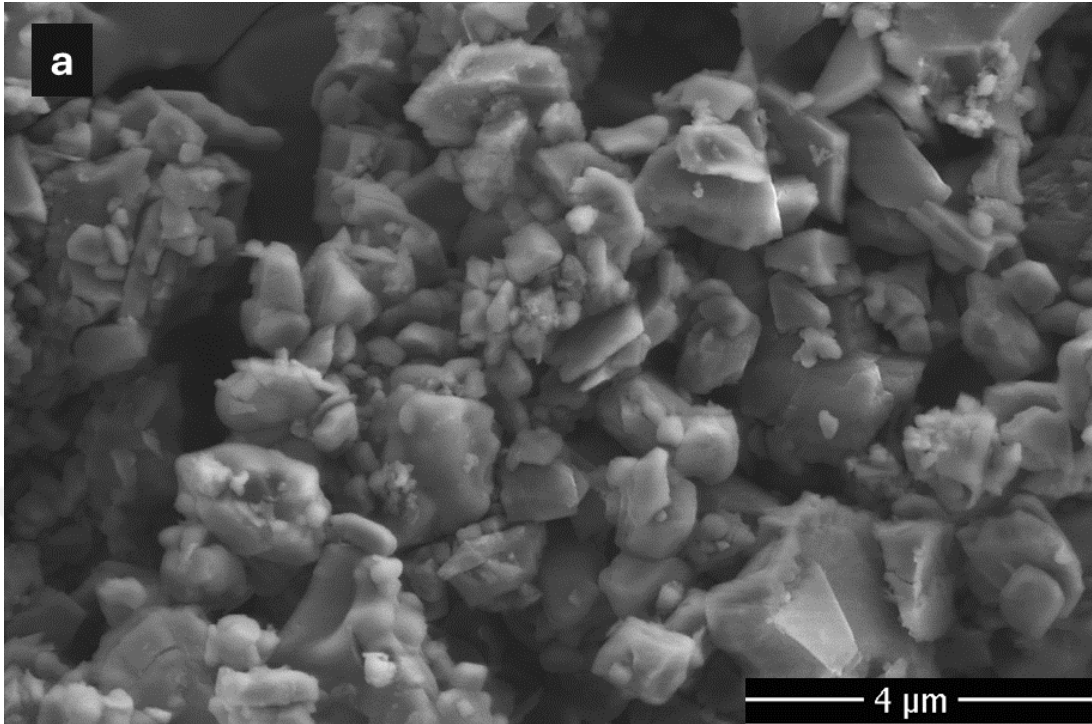
**Kaynak:** Araştırmacı tarafından oluşturulmuştur.

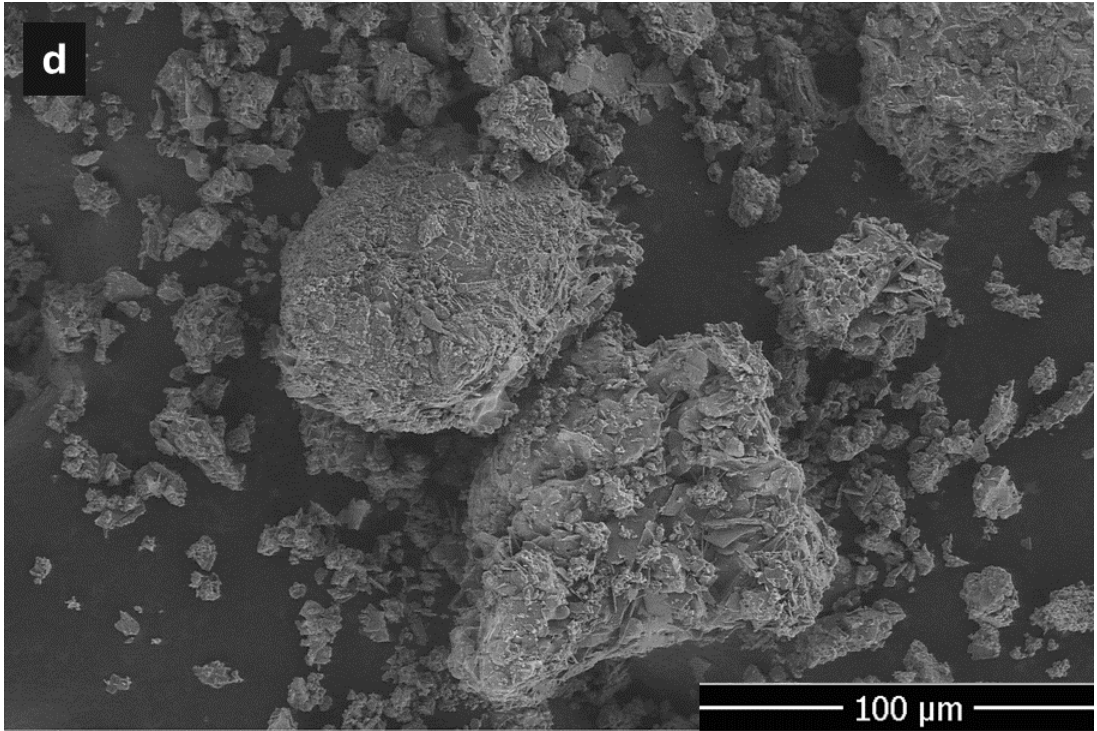
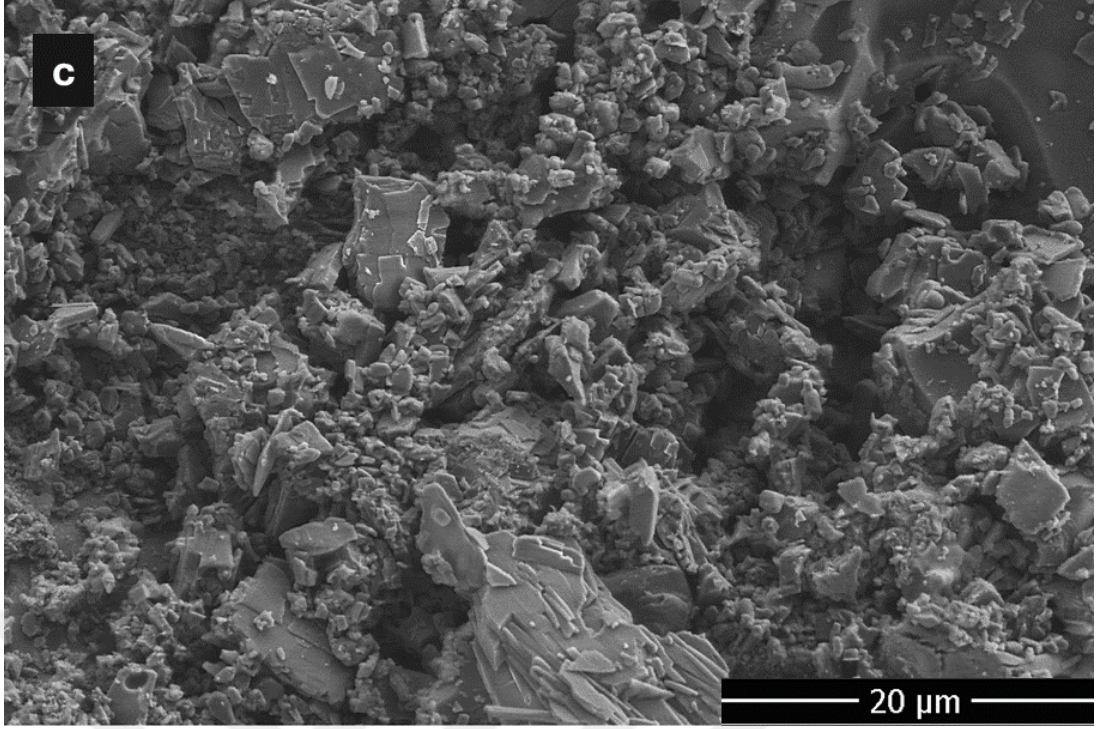
KT16 için XRD Şekil 4.39'da verilmiştir 16,04° ve 17,18° bu düşük açılı pikler, PET'in kristal yapısına ve sodyum silikatın etkisine işaret eder. PET'in bilinen kristalin fazları genellikle bu bölgelerde belirir ve sodyum silikatın eklenmesiyle bu yapılar

değişime uğrayabilir.  $16,04^\circ$  ve  $17,18^\circ$  açılarında gözlemlenen pikler, büyük d-aralıklarını temsil eder ve genellikle büyük, düzenli bölgelerin varlığını gösterir. Bu pikler, kompozit malzemenin kristalin yapısının düzenliliğini ve belirli kristal fazların varlığını yansıtır.

Orta açılı bu pikler, PET'in karakteristik kristalin yapısının bir göstergesidir.  $26,92^\circ$  ve  $27,94^\circ$  açılarındaki pikler, PET'in kristalin fazlarına işaret eder ve sodyum silikatın bu kristalin fazlarla etkileşime girdiğini gösterir. Bu açılarda gözlemlenen pikler, kompozit malzemenin kristalin yapısında önemli değişikliklerin meydana geldiğini ve sodyum silikatın eklenmesiyle yeni kristalin fazların oluştuğunu işaret eder.  $30,6^\circ$  ve  $38^\circ$  açılarındaki pikler, daha dar d-aralıklarını temsil eder ve yoğun, sıkı düzenlenmiş kristalin fazların varlığını gösterir. Bu yüksek açılı pikler, kompozit malzemenin yoğun kristalin yapısını ve sodyum silikatın bu yapıya etkisini yansıtır. Sodyum silikatın varlığı, bu açılarda belirgin piklerin oluşmasına katkıda bulunur, bu da malzemenin yeni kristalin fazlar ve yapısal düzenlemeler kazandığını gösterir. XRD analizinde gözlemlenen pikler, KT16 için yoğun kristalin fazlara sahip olduğunu ve bu fazların belirli açılarda karakteristik pikler oluşturduğunu gösterir. Orta ve yüksek açılı pikler, kompozit malzemenin yoğun kristalin yapısını ve sodyum silikatın bu yapıya etkisini vurgular. PET ve sodyum silikat sentezi sonucunda elde edilen kompozit malzemenin XRD analizi, malzemenin kristal yapısında belirgin değişikliklerin meydana geldiğini ve bu değişikliklerin  $16,04^\circ$ ,  $17,18^\circ$ ,  $26,92^\circ$ ,  $27,94^\circ$ ,  $30,6^\circ$  ve  $38^\circ$  açılarındaki piklerle ifade edildiğini gösterir. Bu pikler, kompozit malzemenin yapısal özelliklerini ve kristalin fazlarını anlamak için kritik öneme sahiptir. Sodyum meta silikat yapısı ile artan bir silikat kristal miktarı XRD'de de gözlenmektedir.

c) *KT35 Polimeri- TFA / EG / Na<sub>2</sub>SO<sub>3</sub> (0.5/1/1) mol oranı*





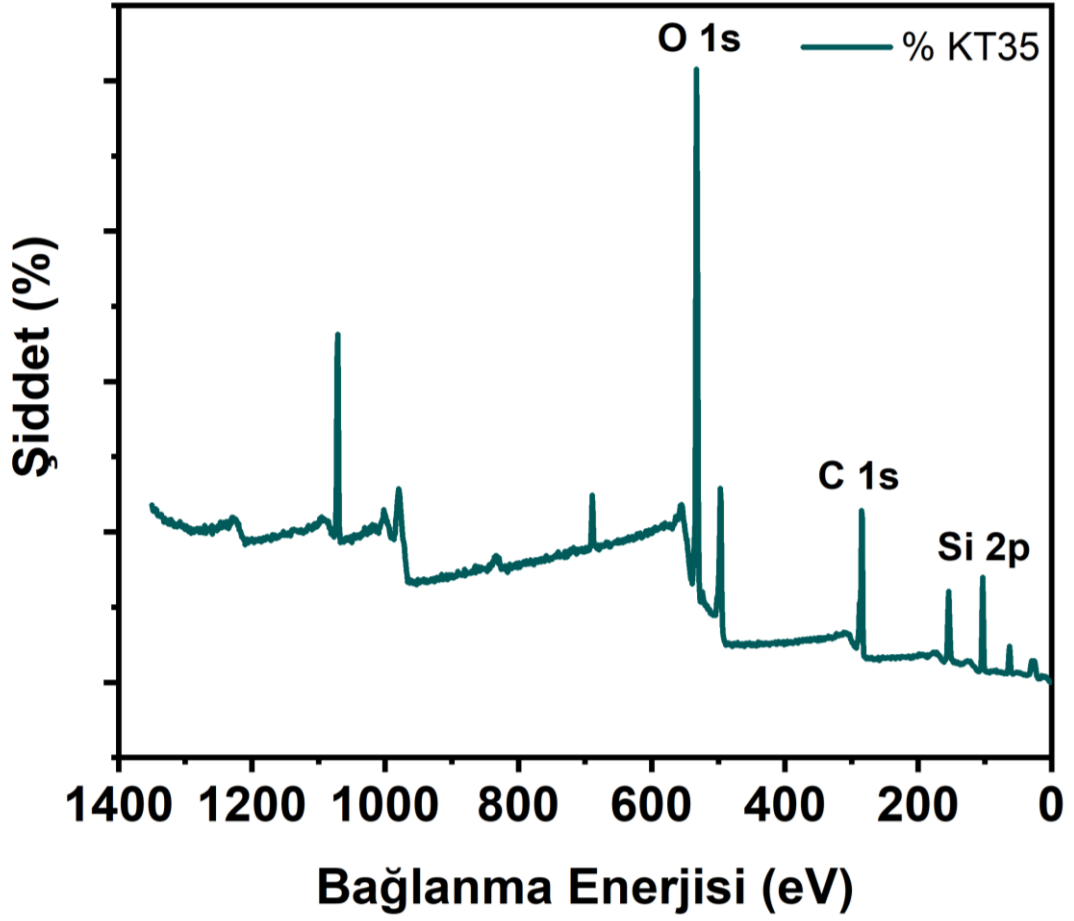
**Şekil 4.40:** KT35 (0,5:1:1) SEM görüntüleri (a) 4  $\mu\text{m}$ 'de ölçeklendirilmiş SEM analizi görüntüsü (b) 5  $\mu\text{m}$ 'de ölçeklendirilmiş SEM analizi görüntüsü (c) 10  $\mu\text{m}$ 'de ölçeklendirilmiş SEM analizi görüntüsü (d) 50  $\mu\text{m}$ 'de ölçeklendirilmiş SEM analizi görüntüsü

**Kaynak:** Araştırmacı tarafından oluşturulmuştur.

**Tablo 4.18:** KT35 (0,5:1:1) için EDX analizi

Element	Ağırlıkça %
C K	24,58
O K	55,78
Si K	19,64

KT35 yapısında tereftalik asit miktarı 0.5 ekivalente düşürülmüş ve gerekli ölçümler gerçekleştirilmiştir. KT13 ve KT16 ile karşılaştırıldığında, grafiksel sonuçlar bize azalan karboksilik asit miktarının kimyasal ve fiziksel özellikleri değiştireceğini ortaya koymuştur. Özellikle az karboksilat olması fakat çok miktarda etilen glikol ve sodyum metasilikat final polimerinde beklenen değişimleri gerçekleştirmektedir. SEM resimleri daha çok KT16 ile açıklanan özellikleri içerir ancak rijitlik daha fazla gibi gözlenmektedir. Ayrıca yüzeeye yaklaşıldığında partiküler bir yapı organik PET iskeletinden oldukça farklı bir sentezlendiğini ortaya koyar. Daha kırılğan olabilecek bir yapı gözlenir.

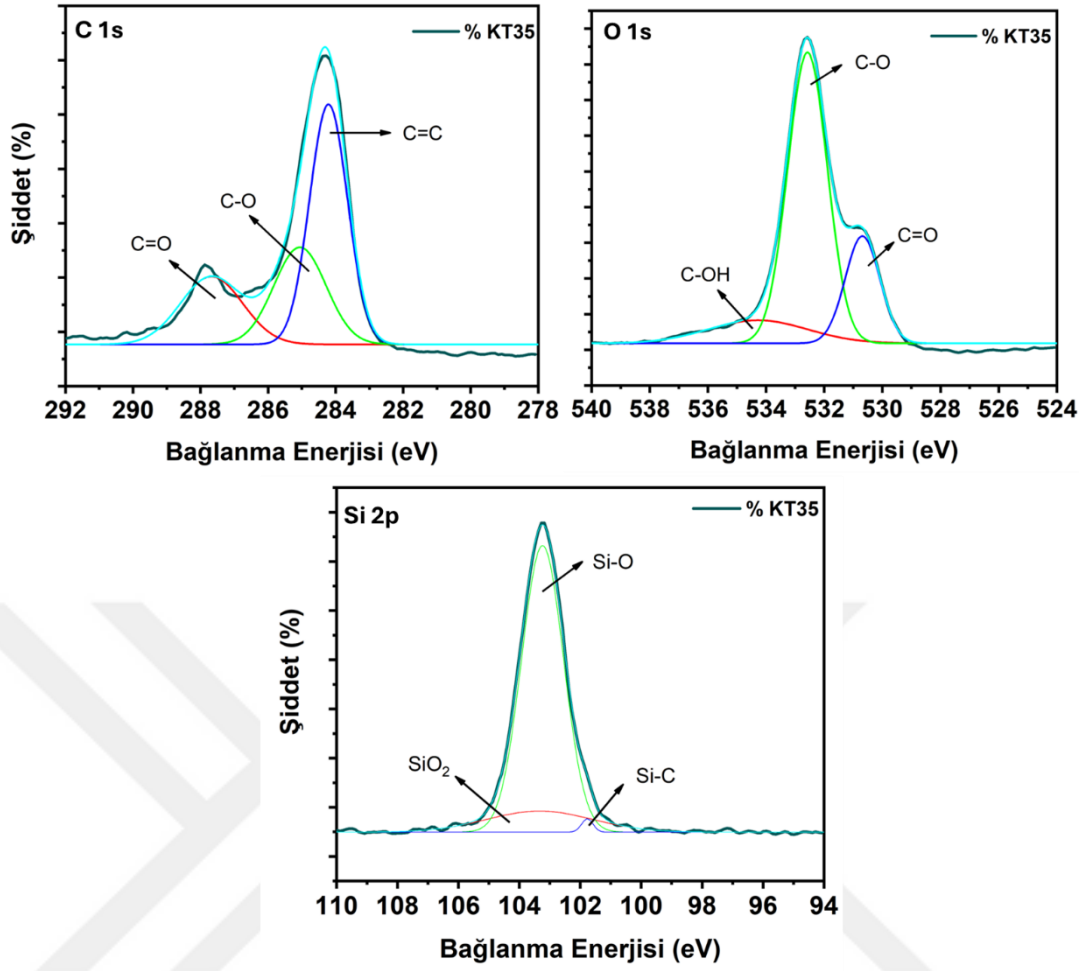


Şekil 4.41: KT35 (0,5:1:1) geniş spektrumlu XPS analizi

**Kaynak:** Araştırmacı tarafından oluşturulmuştur.

**Tablo 4.19:** KT35 (0,5:1:1) XPS yüksek çözünürlüklü pikleri

	O 1s	C 1s	Si 2p
<b>KT35 (0,5:1:1)</b>	532,57 eV	284,32 eV	103,22 eV



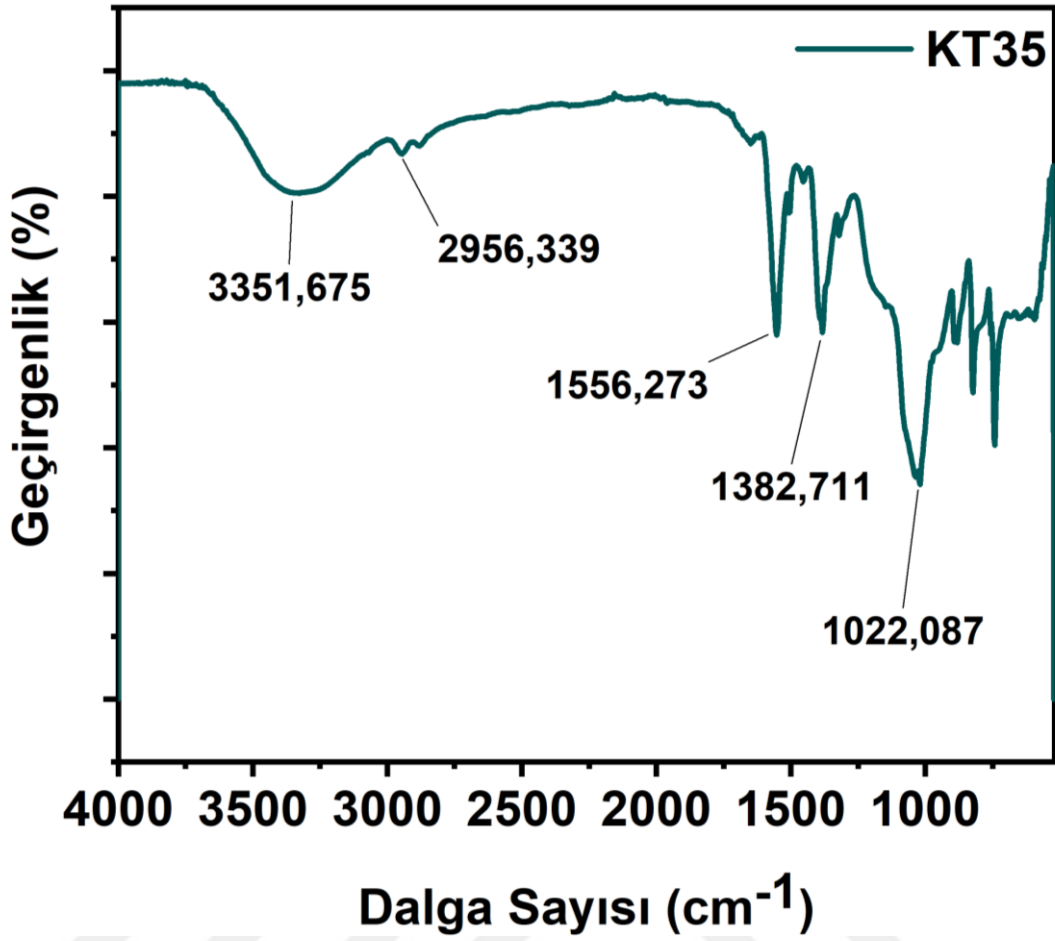
Şekil 4.42: KT35 (0,5:1:1) için geniş spektrumlu XPS analizi C atomu, O atomu ve Si atomu dekonvülosyonu

**Kaynak:** Araştırmacı tarafından oluşturulmuştur.

**Tablo 4.20:** KT35(0,5:1:1) için geniş spektrumlu XPS analizi dekonvolüsyon değerleri

Elementler	Oluşan Bağlar	Pik Değerleri (eV)
C 1s	C=C	284.3
	C=O	288.1
	C-O	285.8
O 1s	C-O	533.2
	C=O	531.8
	C-OH	533.9
Si 2p	Si-O	103.5
	SiO <sub>2</sub>	104.3
	Si-C	101.3

XPS analizleri kontrol edildiğinde KT16 ile benzer özellikler saptanmıştır.



Şekil 4.43: KT35 (0,5:1:1) sentezinin FT-IR spekturumu

**Kaynak:** Araştırmacı tarafından oluşturulmuştur

KT35 incelendiğinde şekil 4.43'te FT-IR spekturumu  $3327,97 \text{ cm}^{-1}$ 'de muhtemelen etilen glikolün fazlasından ve sodyum silikatın hidroksil gruplarından kaynaklanan O-H gerilme pikini göstermektedir.  $2800-3000 \text{ cm}^{-1}$  aralığındaki C-H gerilme pikleri, PET'in metil ve metilen gruplarına işaret eder ve  $2951,98 \text{ cm}^{-1}$  ve  $2879,16 \text{ cm}^{-1}$  dalga numaralarında belirginleşir.

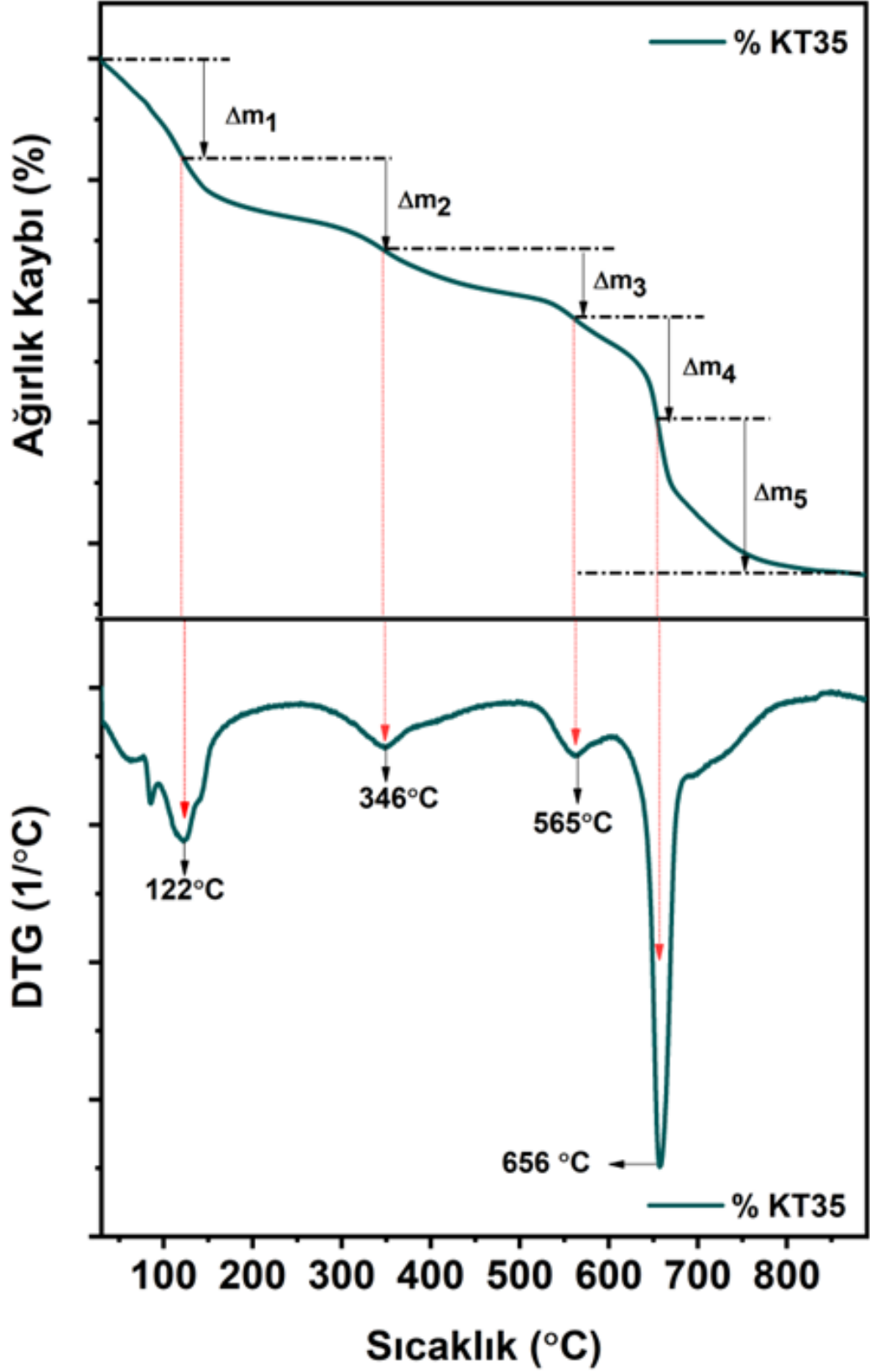
$1552,40 \text{ cm}^{-1}$  aralığındaki C=O gerilme pikleri, PET polimerinin ester gruplarından kaynaklanmakta ve bu bölgede birden fazla pik gözlemlenebilir. PET'in aromatik halkalarından kaynaklanan aromatik C=C gerilme pikleri,  $1505,30 \text{ cm}^{-1}$  aralığında gözlemlenmektedir. Sodyum silikatın Si-O-Si asimetrik gerilme piki,  $1020,43 \text{ cm}^{-1}$  dalga numarasında bulunurken, PET'in C-O-C asimetrik gerilme piki  $1320,43 \text{ cm}^{-1}$  dalga numarasında belirginleşmektedir.  $881,13 \text{ cm}^{-1}$  ve  $823,72 \text{ cm}^{-1}$  dalga numaralarında, sodyum silikatın Si-O gerilme pikleri gözlemlenmiştir. Bu piklerin varlığı, PET ve sodyum silikatın kompozit matriksi içinde başarılı bir şekilde entegre

edildiğini göstermektedir. Elde edilen kompozit materyal, beklenen kimyasal özelliklere sahiptir ve bu durum, FT-IR spektrumu ile doğrulanmıştır. Özellikle Si-O pikleri karbonil grubunda bağlanmayı daha açık göstermektedir.

TG-DTA analizi KT35 için KT16 ya benzer sonuçlar vermektedir. Sadece kütle kaybı yüzdeleri farklıdır ve bu miktarlar Şekil 4.44’te DTA analizi ile birlikte verilmektedir

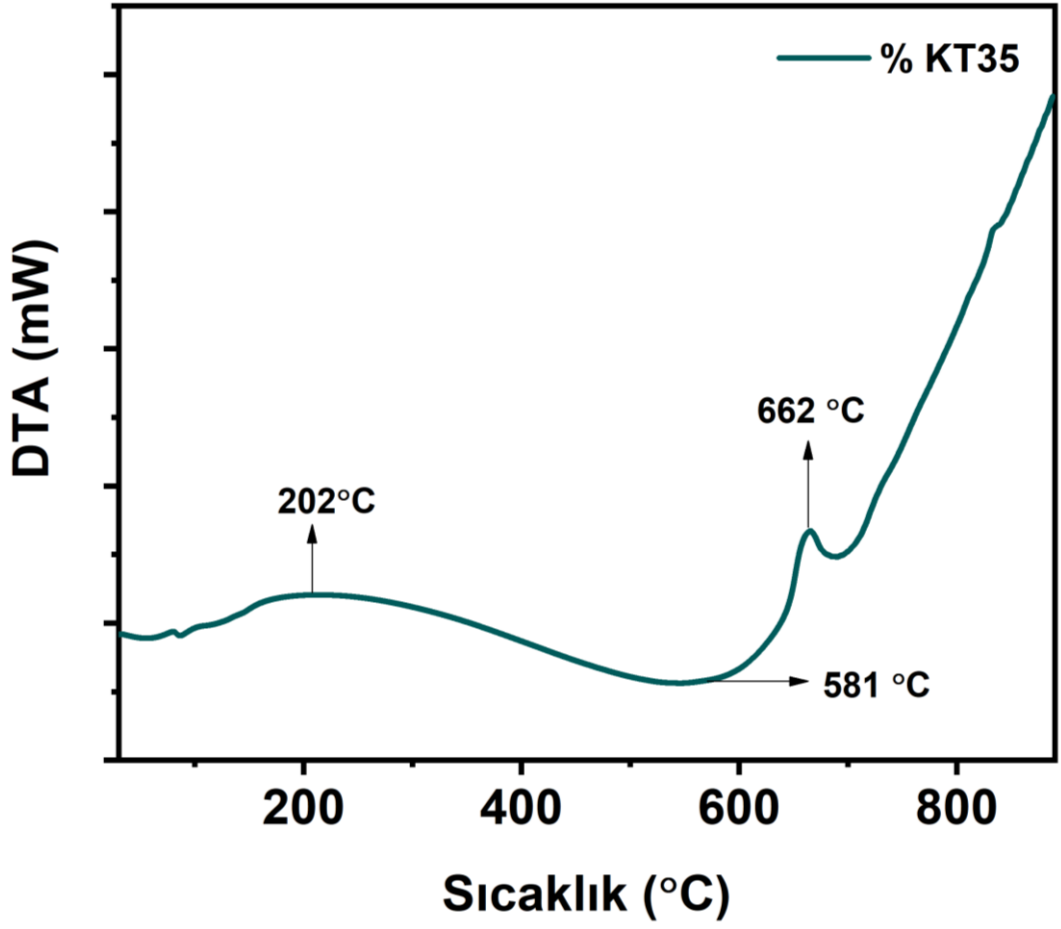
**Tablo 4.21:** KT35 (0,5:1:1) termal ağırlık kaybı toplamı

Element	Ağırlıkça %
$\Delta m_1$	8,41
$\Delta m_2$	7,43
$\Delta m_3$	5,57
$\Delta m_4$	8,41
$\Delta m_5$	12,54
Toplam	42,36



Şekil 4.44: KT35 (0,5:1:1) için termal bozunma eğrisi ve diferansiyeli

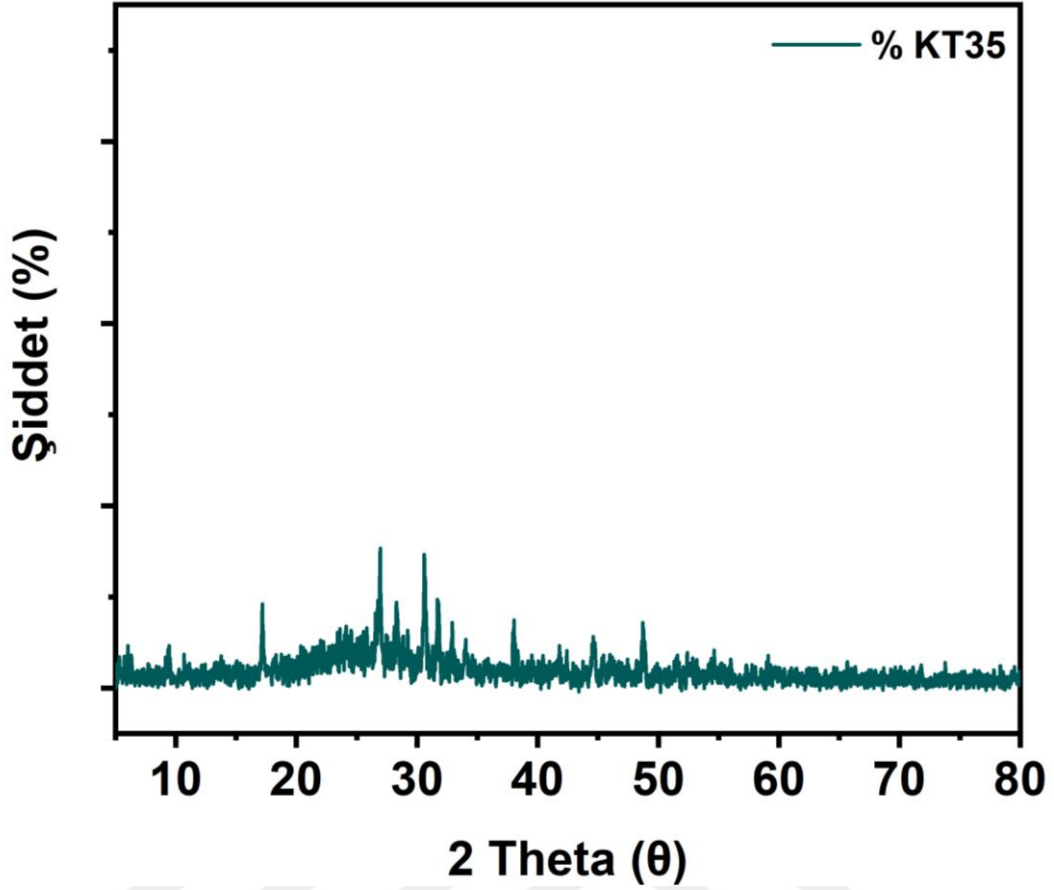
**Kaynak:** Araştırmacı tarafından oluşturulmuştur.



Şekil 4.45: KT35 (0,5:1:1) için DTA spekturumu

**Kaynak:** Araştırmacı tarafından oluşturulmuştur

17,18° bu düşük açılı pik, KT35'in yarı-kristalin doğasını ve sodyum silikatın eklenmesiyle oluşan yapısal değişiklikleri göstermektedir. Düşük açılı pikin varlığı, büyük d-aralıklarına işaret eder ve genellikle düzenli, geniş kristal yapıların varlığını belirtir. PET'in bilinen kristal fazlarından biri bu bölgede bulunur ve sodyum silikatın eklenmesi bu yapıyı etkileyebilir. 26,96° ve 30,6° açılarındaki pikler, PET'in kristalin fazlarına işaret eder ve sodyum silikatın bu kristalin fazlarla etkileşimini gösterir. Bu açılarda gözlemlenen pikler, kompozit malzemenin kristalin yapısında sodyum silikatın varlığıyla meydana gelen modifikasyonları ve yeni kristal fazların oluşumunu yansıtır. Yüksek açılı pikler, daha dar d-aralıklarını ve yoğun, sıkı düzenlenmiş



**Şekil 4.46:** KT35 (0,5:1:1) XRD difraktogramı

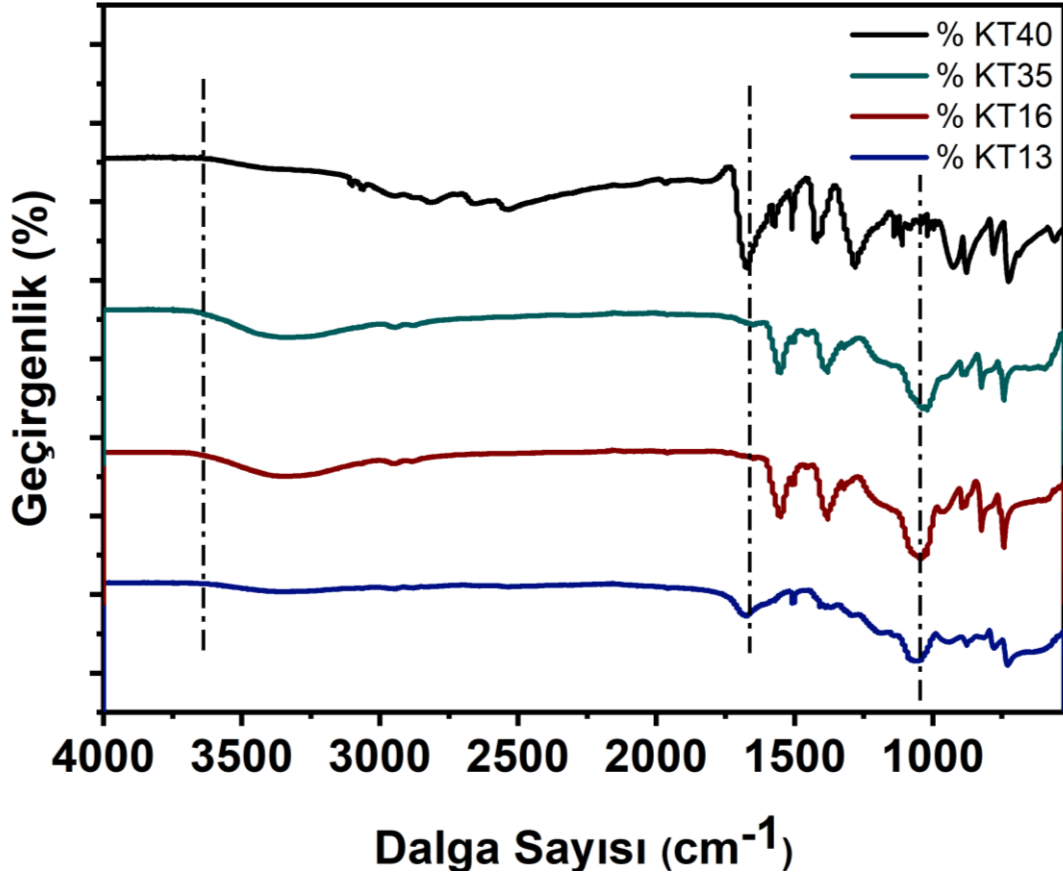
**Kaynak:** Araştırmacı tarafından oluşturulmuştur.

kristalin fazların varlığını temsil eder.  $38,04^\circ$  ve  $48,72^\circ$  açılarındaki pikler, kompozit malzemenin yoğun kristalin yapısını ve sodyum silikatın bu yapı üzerindeki etkisini yansıtır. Bu bölgelerdeki pikler, sodyum silikatın eklenmesiyle oluşan yeni kristal fazları ve yapısal düzenlemeleri ortaya koyar. Gözlemlenen pikler, KT35 için PET ve sodyum silikat kompozitinin yoğun kristalin fazlara sahip olduğunu ve bu fazların belirli açılarda karakteristik pikler oluşturduğunu göstermektedir.

***d) KT13 KT16 ve KT35 polimerlerinin karşılaştırılması***

KT13, KT16 ve KT35 yapılarının hepsini birbiri ile karşılaştırdığımızda özellikle SEM resimlerinin birbirine benzediği gözlenmiştir. Yapıya silikat ilavesi ile polimer yapı daha rijit ve gözlenebilir kristalleşme özelliklerine sahip olmaktadır. Şekil 4.XXX. Buna ilaveten FT-IR spektrumları karşılaştırıldığında ilk olarak gözlenen şey  $3300\text{ cm}^{-2}$  civarındaki -OH pikidir ki bu hemen hemen tüm TGA analizlerinde de su kaybı olarak kayda geçmiştir. FT-IR pikleri standart olarak kabul edilen KT40 ile karşılaştırıldığında özellikle  $1050\text{-}1080\text{ cm}^{-2}$  civarındaki Si-O piklerinin varlığı PET

yapısının açıkça modifiye olduğunu göstermektedir (Şekil 4.XX) . XRD grafikleri karşılaştırıldığında ise özellikle KT40 için gözlenmeyen ve silikata dayalı yeni pikler ve pik şiddetleri açık bir şekilde gözlenmektedir.



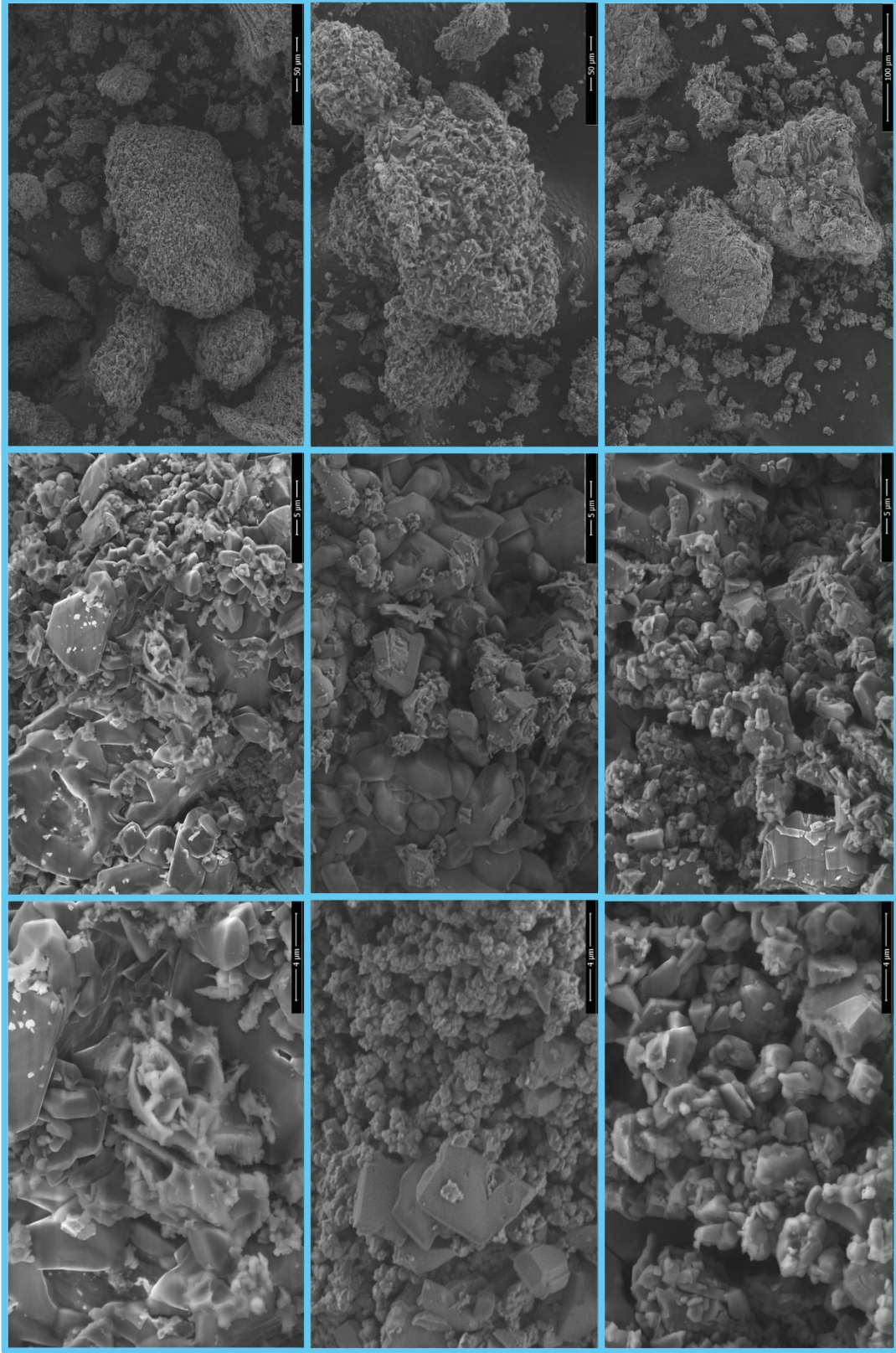
Şekil 4.47: KT13, KT16 ve KT35 FT-IR spektrumu

**Kaynak:** Araştırmacı tarafından oluşturulmuştur.

KT13

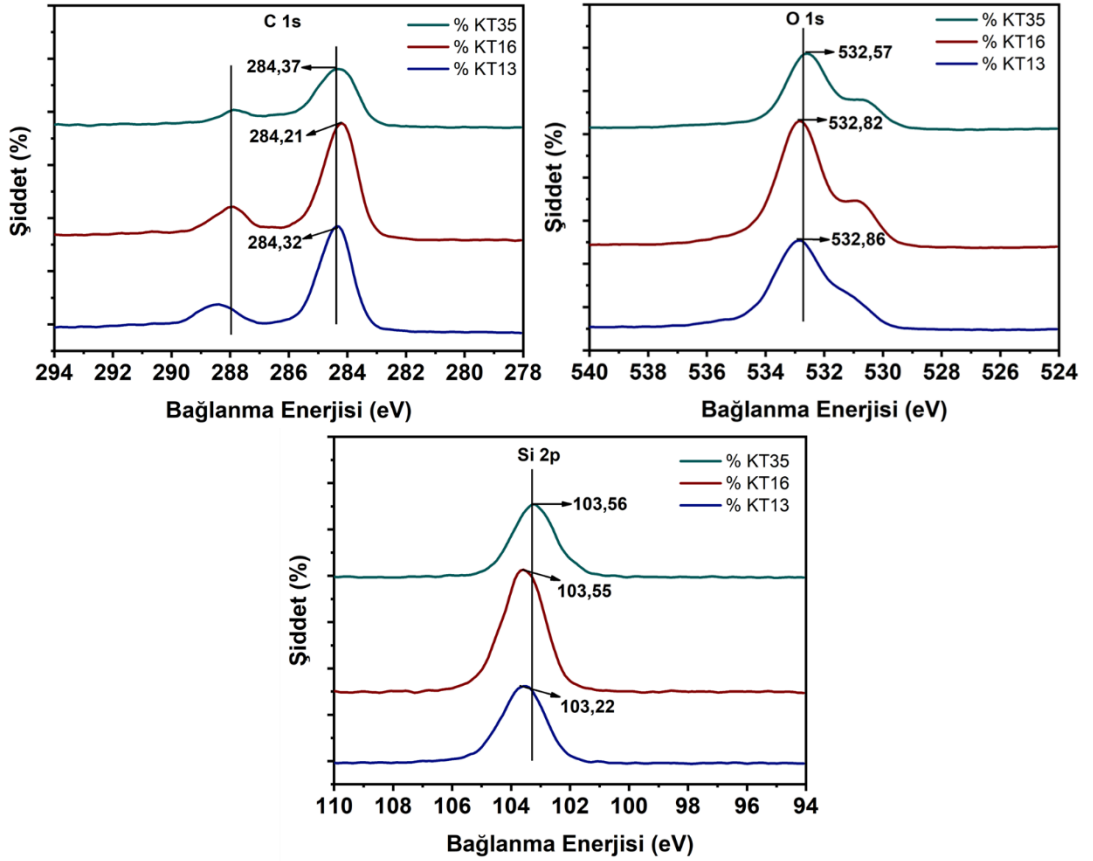
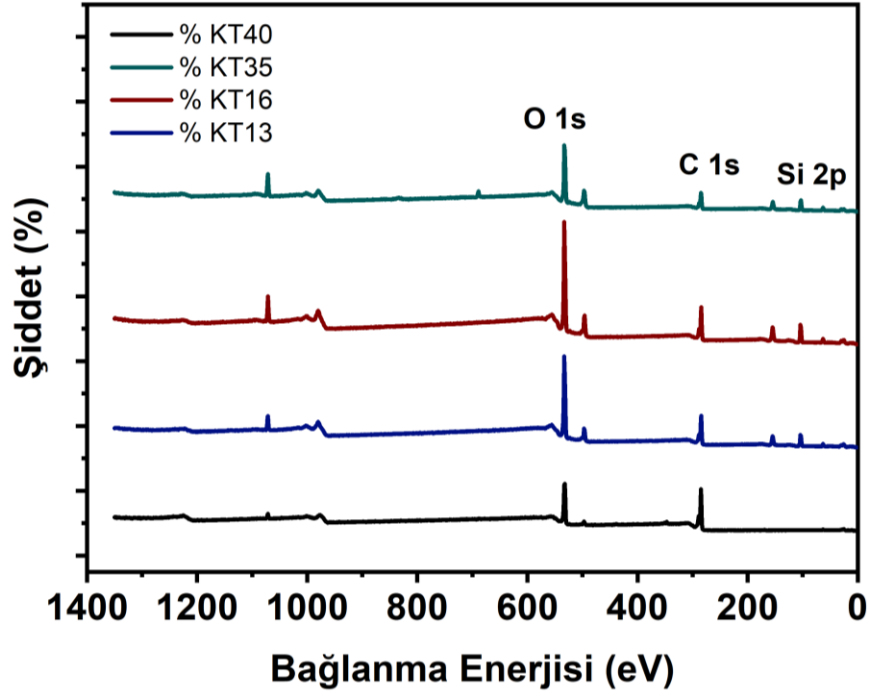
KT16

KT35



**Şekil 4.48:** KT13, KT16 ve KT35 polimerlerinin SEM görüntüleri

**Kaynak:** Araştırmacı tarafından oluşturulmuştur.



Şekil 4.49: KT13, KT16 ve KT35 geniş spektrumlu XPS analizi

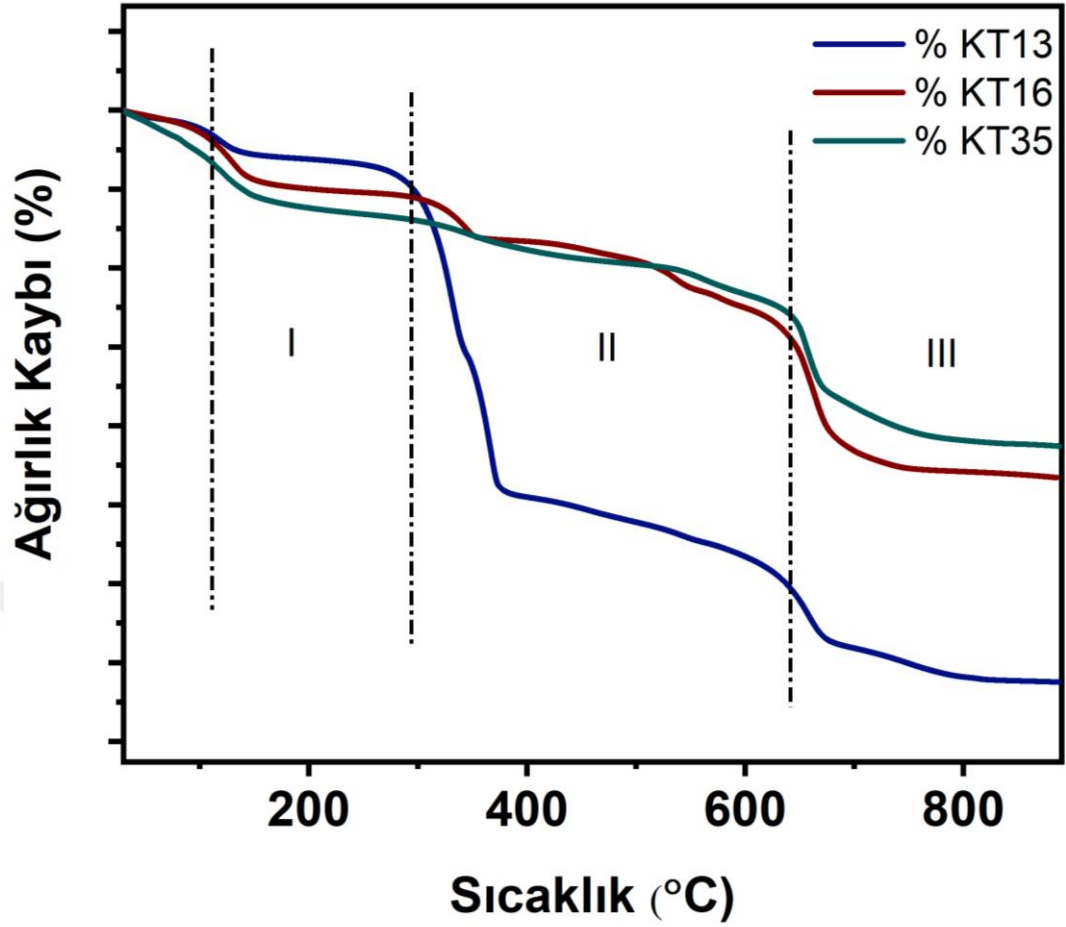
**Kaynak:** Araştırmacı tarafından oluşturulmuştur.

KT13, KT16 ve KT35 için XPS pikleri karşılaştırıldığında bu veriler kullanılarak numunelerin kimyasal yapıları karşılaştırılabilir. Bu veriler kullanılarak numunelerin kimyasal yapıları karşılaştırılabilir. Oksijenle ilgili olarak hidroksil grupları (C-OH) pikleri KT13 (534.48 eV) ve KT35 (534.55 eV) numunelerinde çok yakın değerler gösterirken, KT16 numunesinde (533.98 eV) biraz daha düşük bir enerji seviyesinde gözlenmiştir. Bu da KT40 ile karşılaştırıldığında 534,48 eV değeri bütün silikat ilavelerinde kayma gösterdiği açığa çıkar.

Karbon-oksijen (C-O) bağları KT13 (532.88 eV), KT16 (532.81 eV) ve KT35 (532.63 eV) numunelerinde gözlenmiştir Normal KT40 değeri 532.88 eV değerinde olduğundan yine bütün piklerde standarda göre bir kayma olduğu açıkça belirtilebilir.

Karbonil (C=O) grupları KT13 (531.08 eV), KT16 (530.68 eV) ve KT35 (530.76 eV) numunelerinde gözlenmiştir. KT40 değeri 531.08 eV olduğundan KT13 hariç diğer tüm değerler kayma göstermiştir.

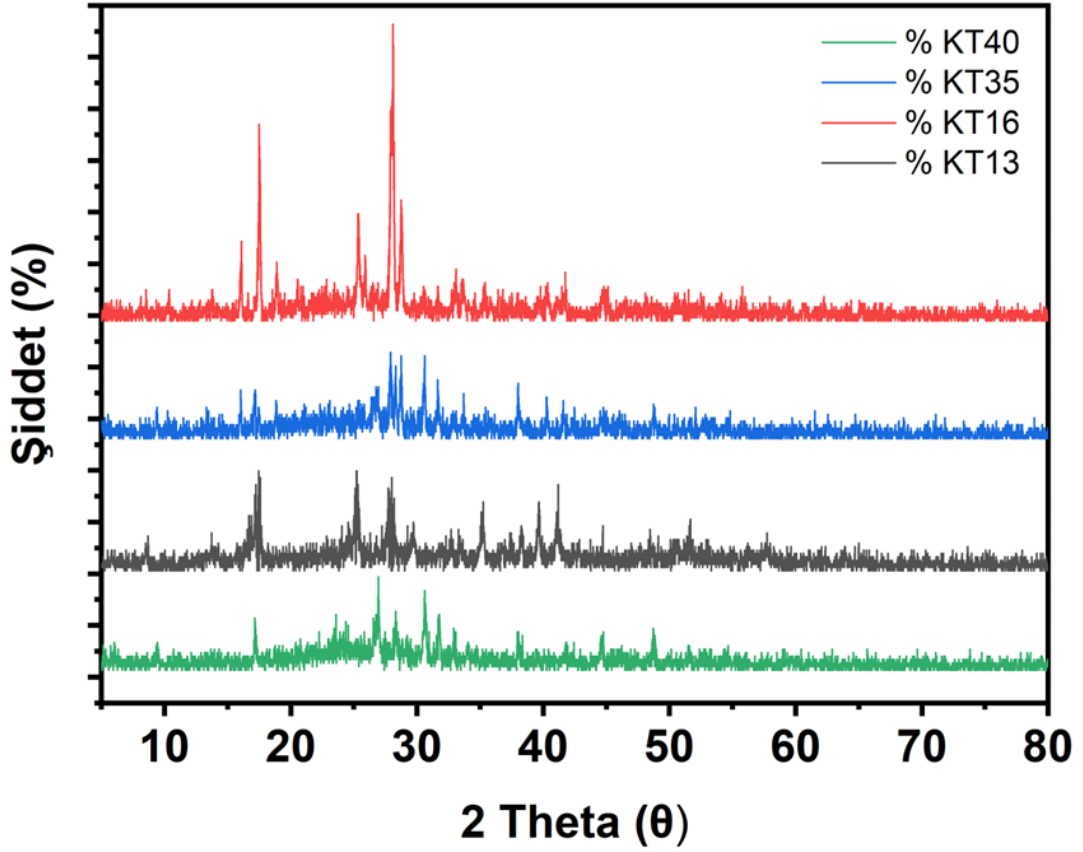
104.58 eV, 104.38 eV ve 104.18 eV pikleri Si-O bağlarını temsil eder ve KT13'te en yüksek, KT35'te ise en düşük enerji seviyesinde bulunmuştur. 103.58 eV, 103.52 eV ve 103.48 eV pikleri de benzer şekilde Si-O bağlarını temsil eder ve KT13'te en yüksek, KT35'te ise en düşük enerji seviyesinde bulunmuştur. 101.12 eV, 101.38 eV ve 101.78 eV pikleri de Si-O bağlarını temsil eder ve KT35'te en yüksek enerji seviyesinde bulunmuştur. Bu değerlerden açıkça gözlenmektedir ki ilave edilen silikat miktarı veya bir bileşen değiştikçe Si-O XPS piklerinde de bir kayma ve değişiklik her daim oluşmaktadır.



Şekil 4.50: KT13, KT16 ve KT35 TGA spektrumu

**Kaynak:** Araştırmacı tarafından oluşturulmuştur.

Şekil 4.50 'de gösterildiği üzere TGA grafikleri KT13, KT16 ve KT35 için üst üste karşılaştırılarak incelendiğinde KT13 yapısının diğer ikisine göre daha fazla kütle kaybı yaşadığı ve termal dayanımının daha az olduğu gözlenmiştir. Bunun nedeni az miktarda silikat olmasından kaynaklanır. Aynı anda fazla miktarda reaktif karboksilik asit de bu sonucu vermiş kabul edebiliriz. KT16 ve KT35 karşılaştırıldığında asit miktarları azaldıkça veya hepsi ile aynı olduğunda (KT16) termal dayanımın oldukça iyi olduğu gözlenmektedir. Burada silikat artışının diğer bileşenlere göre fazla olması da önemli bir sebeptir. Karboksilik asidin KT35 'teki gibi az olması çeşitli diğer sorunlar oluşturacağından en iyi sonucun ve termal dayanımın KT16 da olduğu belirtilebilir. Dolayısı ile çok fazla karboksilik asidin iyi sonuç vermediği de belirlenmiş olmaktadır.



**Şekil 4.51:** KT13, KT16 ve KT35 XRD difraktogramı

**Kaynak:** Araştırmacı tarafından oluşturulmuştur

KT40 örneğinde gözlemlenen  $8,5^\circ$  ve  $13,74^\circ$  açılarındaki pikler, PET'in kristal yapısının düşük açılı fazlarını temsil etmektedir. Bu pikler, sadece PET yapısına özgü karakteristiklerdir ve diğer örneklerde bu açılarda pikler gözlenmemektedir. Bu, sodyum silikat eklenmesiyle düşük açılı fazların kaybolduğunu veya modifiye olduğunu göstermektedir. KT13, KT16 ve KT35 örneklerinde  $16,1^\circ$ ,  $16,04^\circ$ ,  $17,18^\circ$  ve  $17,5^\circ$  açılarında pikler gözlenmektedir. Bu pikler, PET ve sodyum silikat kompozitinin karakteristik kristal fazlarını temsil etmektedir. PET'in sodyum silikat ile etkileşimi sonucu oluşan yeni fazlar bu bölgede ortaya çıkmaktadır. KT40 örneğinde bu açılarda pikler bulunmamaktadır, bu da sodyum silikatın eklenmesiyle yeni kristal fazların oluştuğunu göstermektedir. KT40 örneğinde gözlemlenen  $25,22^\circ$ ,  $27,74^\circ$ ,  $35,24^\circ$ ,  $39,64^\circ$  ve  $41,18^\circ$  açılarındaki pikler, PET'in yüksek açılı kristal fazlarını temsil etmektedir. Bu pikler, PET'in yoğun kristalin yapısını yansıtmaktadır. KT13, KT16 ve KT35 örneklerinde ise  $25,32^\circ$ ,  $26,92^\circ$ ,  $27,94^\circ$ ,  $28,1^\circ$ ,  $30,6^\circ$  ve  $38^\circ$  açılarında pikler gözlenmektedir. Bu pikler, sodyum silikatın eklenmesiyle PET'in kristal yapısında meydana gelen değişiklikleri ve yeni fazların oluşumunu göstermektedir. Bu piklerin

varlığı, sodyum silikatın PET yapısına entegrasyonunu ve bu entegrasyonun kristal yapı üzerindeki etkilerini yansıtmaktadır.

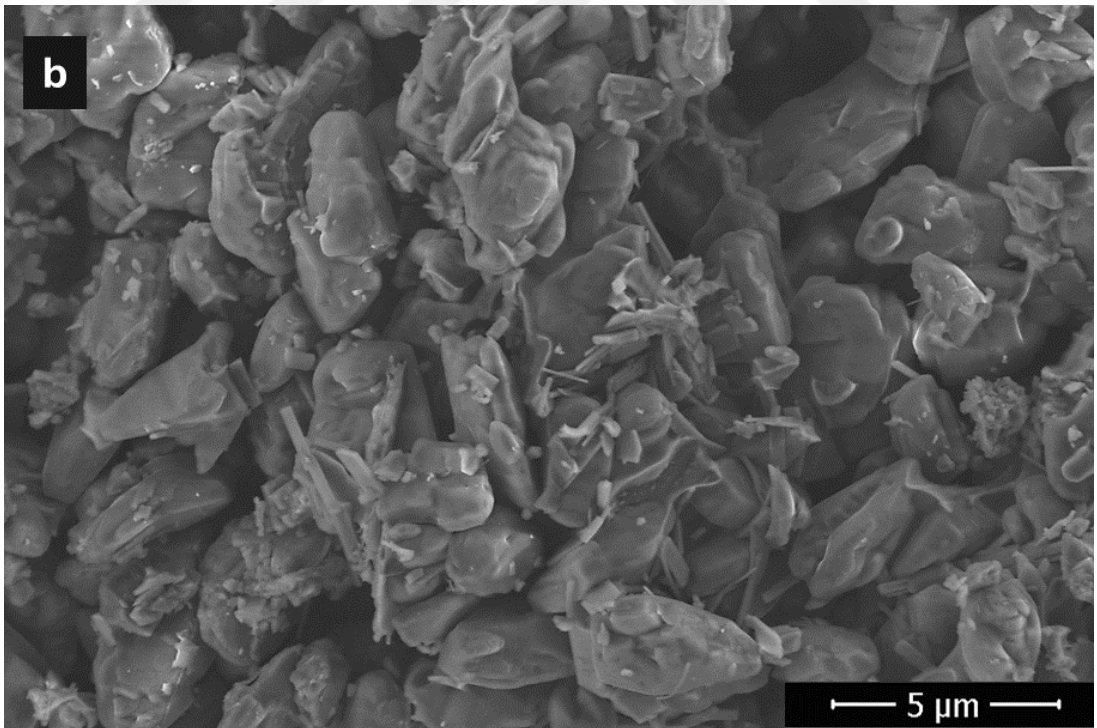
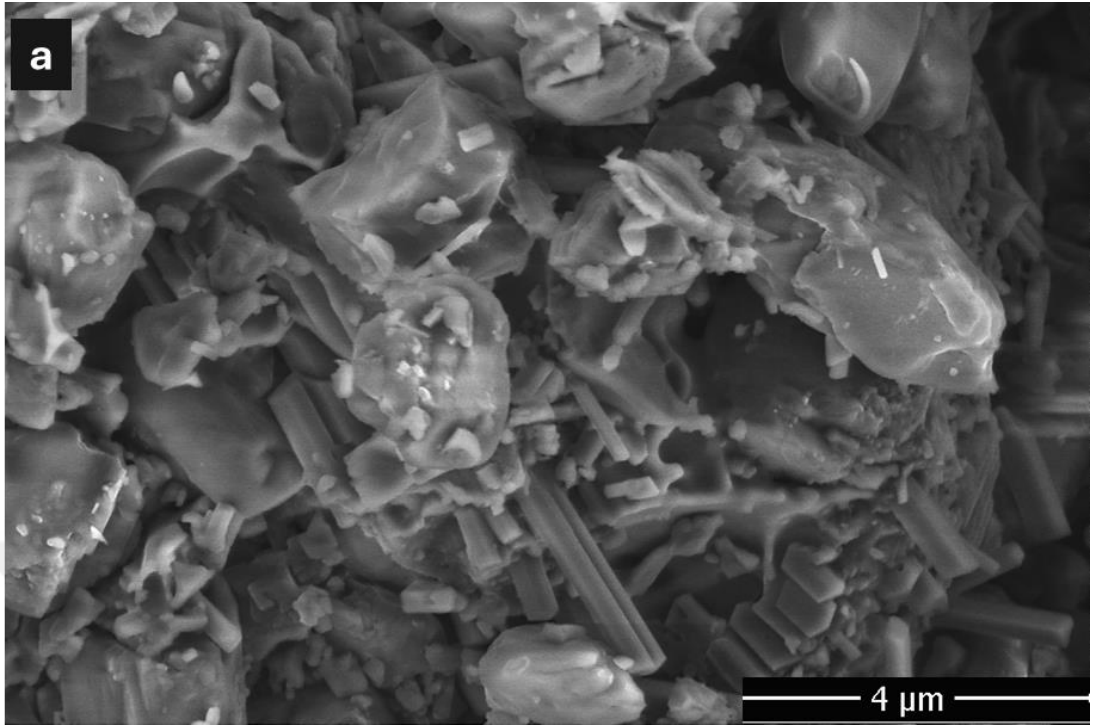
KT40 örneği, PET'in karakteristik kristal fazlarını düşük ve yüksek açılı piklerle net bir şekilde göstermektedir.  $8,5^\circ$  ve  $13,74^\circ$  gibi düşük açılı pikler sadece PET yapısına özgü olup, sodyum silikatın bulunmadığı yapıyı temsil etmektedir. KT13, KT16 ve KT35 örnekleri, PET'in sodyum silikat ile etkileşimi sonucu oluşan yeni kristal fazları göstermektedir.  $16,1^\circ$ ,  $16,04^\circ$ ,  $17,18^\circ$  ve  $17,5^\circ$  açılarındaki pikler, bu yeni fazların varlığını ve PET ile sodyum silikat arasındaki kimyasal etkileşimleri ortaya koymaktadır. Orta ve yüksek açılı pikler, kompozit malzemenin karmaşık kristal yapısını ve sodyum silikatın bu yapı üzerindeki etkisini göstermektedir. Bu karşılaştırmalı değerlendirme, PET'in saf haldeki kristal yapısıyla, sodyum silikat eklenmesiyle oluşan kompozit yapının kristal fazlarındaki farklılıkları net bir şekilde ortaya koymaktadır. XRD analizi, PET ve sodyum silikat kompozitlerinin yapısal özelliklerini anlamada kritik bir rol oynamaktadır.

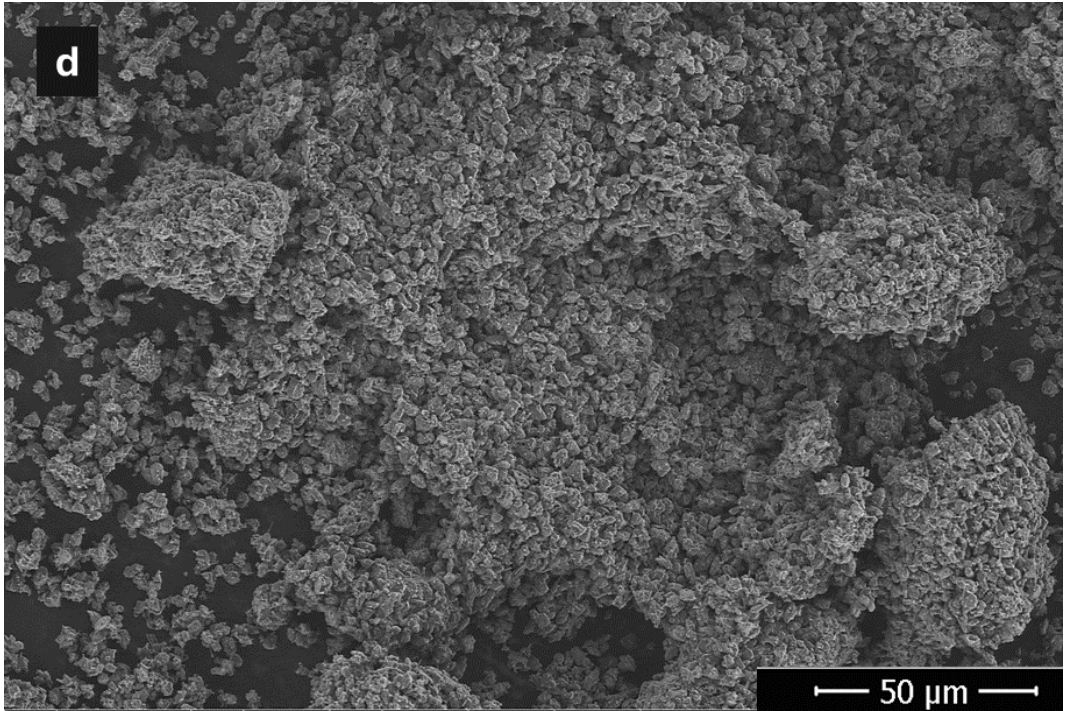
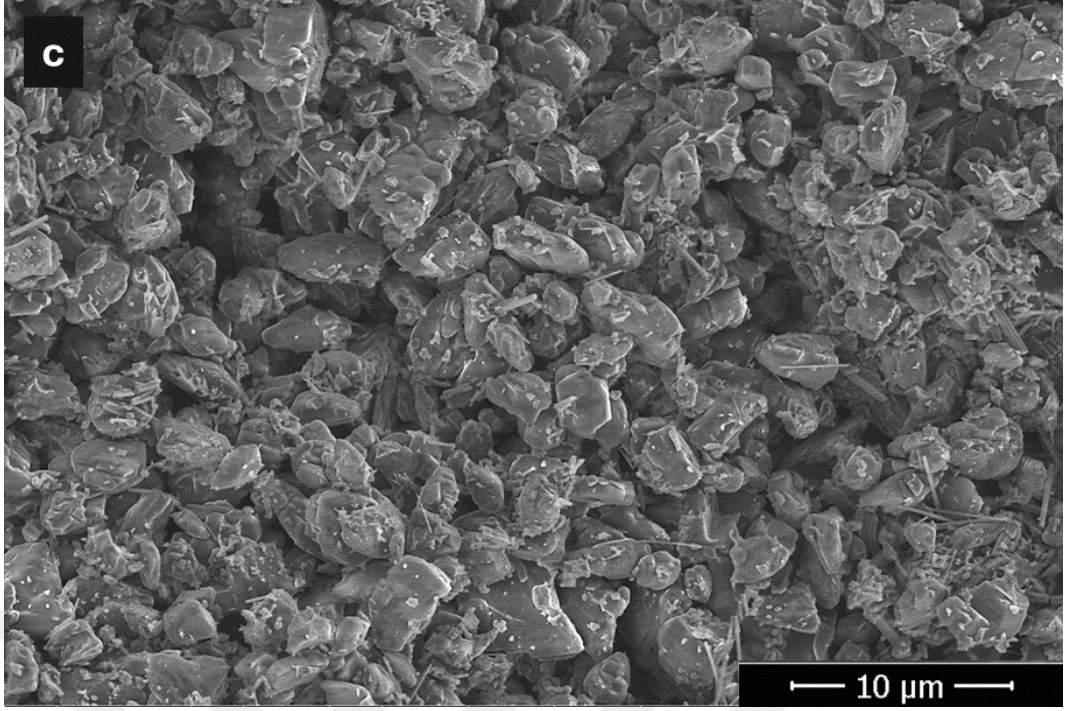
#### 4.2.3. Grup 3: Değişen EG Oranları (TFA ve $\text{Na}_2\text{SO}_3$ sabit)

<b>Grup 3</b>	<b>KT8 (1:0,5:1)</b> <b>KT16 (1:1:1)</b> <b>KT19 (1:2:1)</b>	<b>Değişen EG Oranları</b> <b>(TFA ve <math>\text{Na}_2\text{SO}_3</math> sabit)</b>
---------------	--	---

PET ve sodyum metasilikat etkileşimi için bu grupta etilen glikolün değişen oranları kullanılmış ve ortaya çıkan bu yapının genel olarak PET polimerine etkileri tartışılmıştır. Sentez işlemi için EG oranları değiştirilip TFA ve oranları ve  $\text{Na}_2\text{SO}_3$  olarak yapılmıştır. Dolayısı ile KT8 (1:0,5:1), KT16 (1:1:1) ve KT19 (1:2:1) analizleri gerçekleştirilmiştir. KT16 daha önceden analiz edildiğinden sadece gerektiğinde ilaveler yapılmıştır.

a) *KT8 (1:0,5:1) oranları (TFA/EG ve Na<sub>2</sub>SO<sub>3</sub>)*





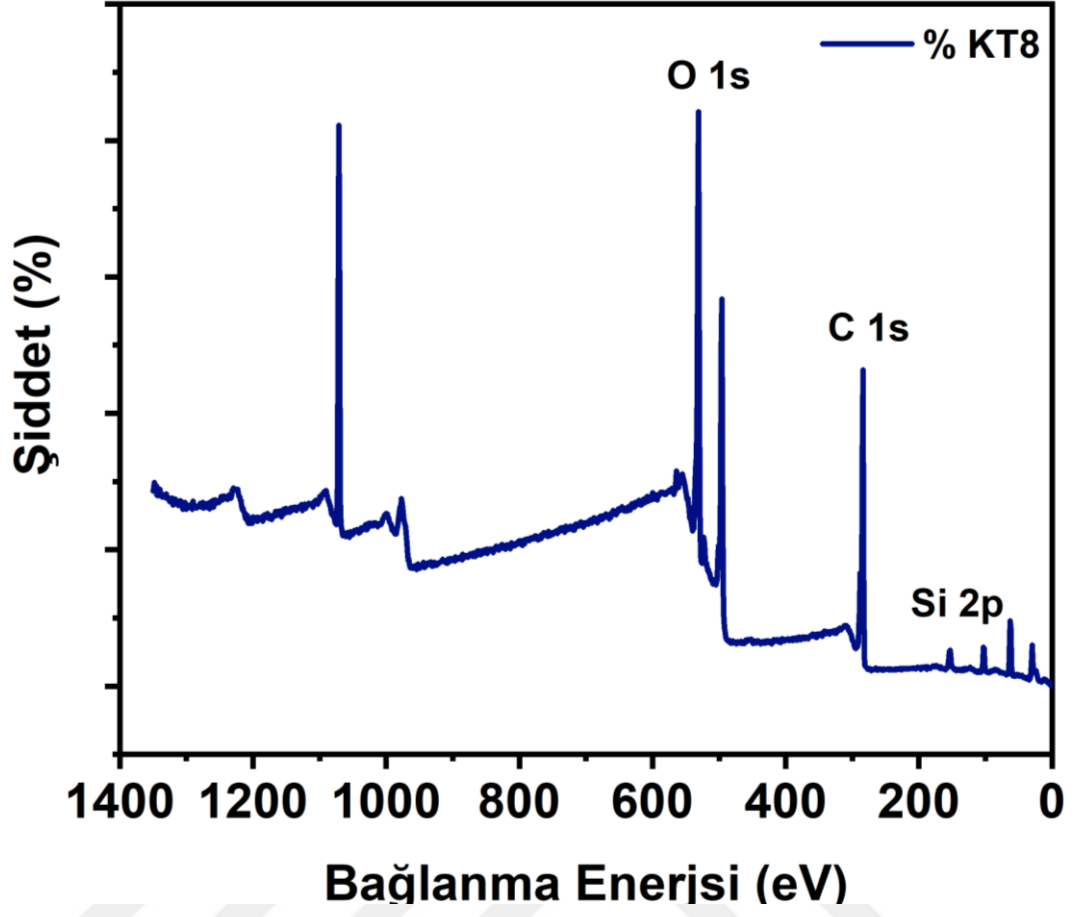
**Şekil 4.52:** KT8 (1:0,5:1) SEM görüntüleri (a) 4 μm'de ölçeklendirilmiş SEM analizi görüntüsü (b) 5 μm'de ölçeklendirilmiş SEM analizi görüntüsü (c) 10 μm'de ölçeklendirilmiş SEM analizi görüntüsü (d) 50 μm'de ölçeklendirilmiş SEM analizi görüntüsü

**Kaynak:** Araştırmacı tarafından oluşturulmuştur.

**Tablo 4.22:** KT8 (1:0,5:1) için EDX analizi

Element	Ağırlıkça %
C K	46.57
O K	51.19
Si K	2.24

EG için 0.5 ekivalent miktarı kullanıldığında KT8 koduna sahip polimer yapısı oluşturulmuştur. Elde edilen SEM görüntüleri Şekil 4.52 incelendiğinde polimer yapısının organik görünüşü yerine daha çok inorganik partiküler bir yapı gözlenmiştir. Daha da yakından bakıldığında partiküler yapı daha da açık bir şekilde tespit edilebilir. Yapı temel olarak EG azaltıldığından sodyum metasilikat yapısının karboksil grubu ile reaksiyonunu içermesi gerektiğinden oldukça beklenen bir yapı olarak bahsedilebilir. Ağırlıkça analiz gerçekleştirildiğinde silisyum miktarının toplamda %2.5 'a yakın olduğu görülmektedir. Karbon miktarı %46 ve oksijen miktarı %51 dir. Bu da temel olarak silikatın da getirdiği oksijen ile oksijen miktarının neden artış gösterdiğini tanımlayabilmektedir.

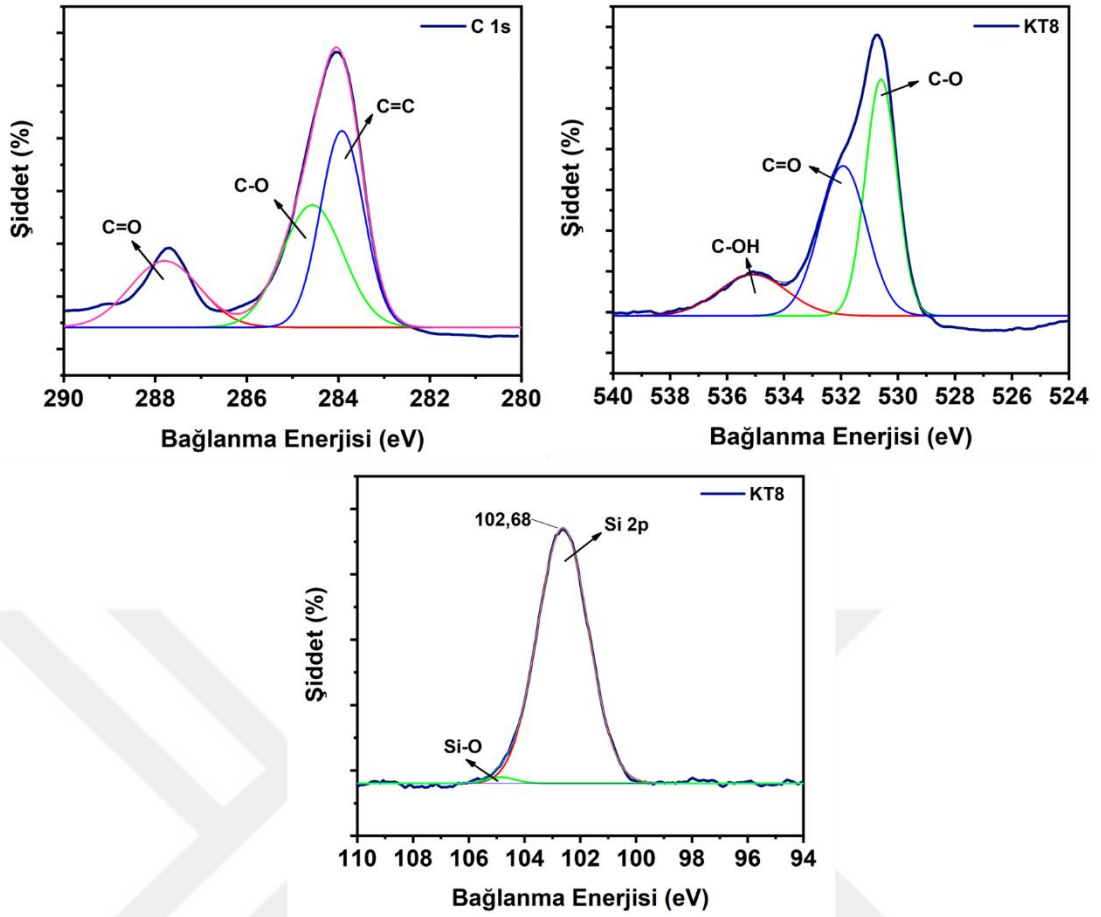


Şekil 4.53: KT8 (1:0,5:1) geniş spektrumlu XPS analizi

**Kaynak:** Araştırmacı tarafından oluşturulmuştur.

**Tablo 4.23:** KT8 (1:0,5:1) XPS yüksek çözünürlüklü pikleri

	O 1s	C 1s	Si 2p
<b>KT8 (1:0,5:1)</b>	530,80 eV	284,06 eV	102,63 eV



**Şekil 4.54:** KT8 (1:0,5:1) için geniş spektrumlu XPS analizi C atomu, O atomu ve Si atomu dekonvülosyonu

**Kaynak:** Araştırmacı tarafından oluşturulmuştur.

XPS analizi KT8 için gerçekleştirildiğinde EG yerine kullanılan sodyum metasilikat miktarı fazla olduğundan karbonil grubuna silikat yapısının bağlantısı düşünülmektedir. Genel XPS yapısında C, O ve Si ile birlikte sodyum yapısı da belirlenmiştir.

284,98 eV pik, karbon-karbon tek bağları (C-C) ve karbon-karbon çift bağlarını (C=C) temsil eder. Bu pik, PET'in karakteristik omurga yapısını, yani aromatik halkaları ve alifatik zincirleri içerdiğini gösterir. 285,0 eV pik, karbon-oksijen bağlarını (C-O) ifade eder. PET yapısında, özellikle ester gruplarında bu bağlar bulunur. Bu pik, PET'in ester bağlarını ve olası hafif oksidatif değişiklikleri işaret eder. 287,12 eV pik, karbonil gruplarını (C=O) temsil eder ve PET'in ester gruplarındaki karbonil karbonunu ifade eder. Bu pik, PET'in ana zincirinde yer alan ester gruplarının varlığını doğrular.

**Tablo 4.24:**KT8 (1:0,5:1) için geniş spektrumlu XPS dekonvülosyon değerleri

Elementler	Oluşan Bağlar	Pik Değerleri (eV)
C 1s	C=C	284.9
	C=O	287.1
	C-O	285.0
O 1s	C-O	532.8
	C=O	531.9
	C-OH	535.6
Si 2p	Si-O	101.3
	SiO <sub>2</sub>	103.5
	Si-C	104.3

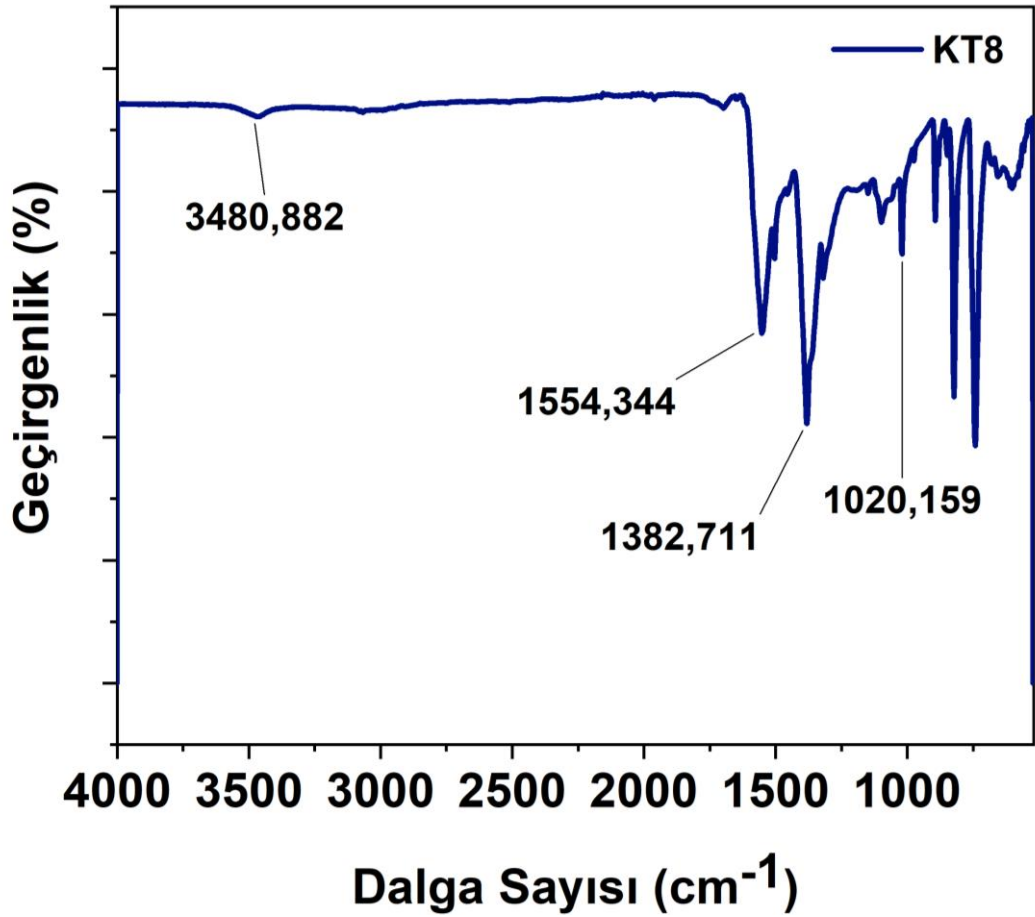
531,98 eV pik, karbonil gruplarındaki oksijeni (C=O) temsil eder. PET yapısında bulunan ester gruplarının oksijenini gösterir.532,81 eV pik, karbon-oksijen bağlarını (C-O) işaret eder. Bu da, PET'in ester bağlarındaki oksijen atomlarına karşılık gelir.535,68 eV pik, hidroksil gruplarını (C-OH) veya su ile ilişkili oksijen türlerini ifade edebilir. Bu pik, yüzeydeki nemin veya oksidasyon sonucu oluşan hidroksil gruplarının varlığını işaret edebilir.

101,38 eV Bu pik, silisyumun Si-O bağlarını temsil eder ve sodyum silikatın yapısındaki temel bağlanma durumunu ifade eder.103,52 eV Bu pik, silikat yapısındaki oksitlenmiş veya polimerize olmuş silisyum türlerini gösterebilir.104,38 eV Bu pik, yüksek derecede oksitlenmiş silisyum türlerini veya SiO<sub>2</sub> formasyonunu işaret eder.

KT8 örneğinin XPS sonuçları, PET ve sodyum silikatın başarılı bir şekilde sentezlendiğini ve yüzeydeki kimyasal bağlanmaların beklenen yapılarla uyumlu olduğunu göstermektedir. Karbon spektrumunda, PET'in karakteristik yapısını

oluşturan ester ve aromatik gruplar doğrulanmıştır. Oksijen spektrumunda ise ester grupları ve muhtemel yüzey oksidasyonu işaret edilmektedir. Silikat spektrumu, sodyum silikatın başarılı bir şekilde sentezlendiğini ve yüzeydeki silikat türlerinin farklı oksidasyon durumlarını içerdiğini göstermektedir. Bu bulgular, sentezlenen malzemenin hedeflenen yapıya uygun olduğunu ve XPS analizinin bu yapıyı doğruladığını ortaya koymaktadır.

Benzer şekilde KT8 için elde edilen FT-IR spektrumu incelendiğinde görülmektedir ki, Şekil 4.55,  $3492,84 \text{ cm}^{-1}$  civarında hidroksil gruplarından kaynaklanan O-H gerilme pikini göstermektedir.



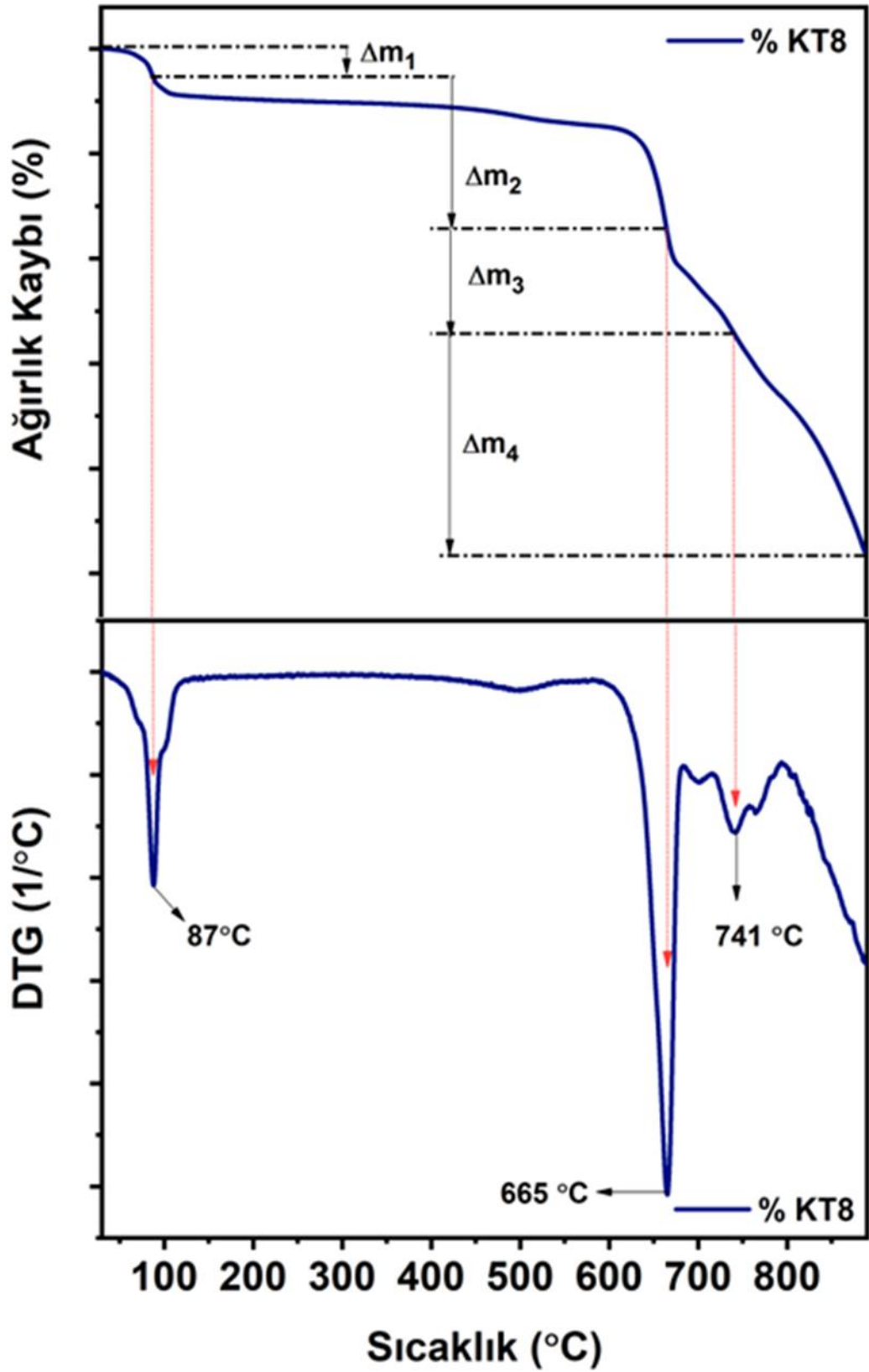
Şekil 4.55 KT8 (1:0,5:1) sentezinin FT-IR spektrumu

**Kaynak:** Araştırmacı tarafından oluşturulmuştur.

2800-3000  $\text{cm}^{-1}$  aralığındaki C-H gerilme pikleri, PET'in metil ve metilen gruplarına işaret eder ve bu,  $2942,48 \text{ cm}^{-1}$  ve  $2879,16 \text{ cm}^{-1}$  dalga numaralarında belirginleşir.

1698,35  $\text{cm}^{-1}$  dalga numarasındaki C=O gerilme pikleri, PET polimerinin ester gruplarından kaynaklanmakta ve bu bölgede birden fazla pik gözlemlenebilir. Burada EG miktarı az olduğundan daha çok silikat yapısı ile bağlanma gerçekleşmesi öngörülmektedir. PET'in aromatik halkalarından kaynaklanan aromatik C=C gerilme pikleri, 1504,71  $\text{cm}^{-1}$  aralığında gözlemlenmektedir. Sodyum silikatın Si-O-Si asimetrik gerilme piki, 1098,42  $\text{cm}^{-1}$  ve 1020,88  $\text{cm}^{-1}$  dalga numaralarında bulunurken, PET'in C-O-C asimetrik gerilme piki 1319,56  $\text{cm}^{-1}$  dalga numarasında belirginleşmektedir. 894,05  $\text{cm}^{-1}$ , 881,61  $\text{cm}^{-1}$  ve 823,16  $\text{cm}^{-1}$  dalga numaralarında, sodyum silikatın Si-O gerilme pikleri gözlenmiştir.





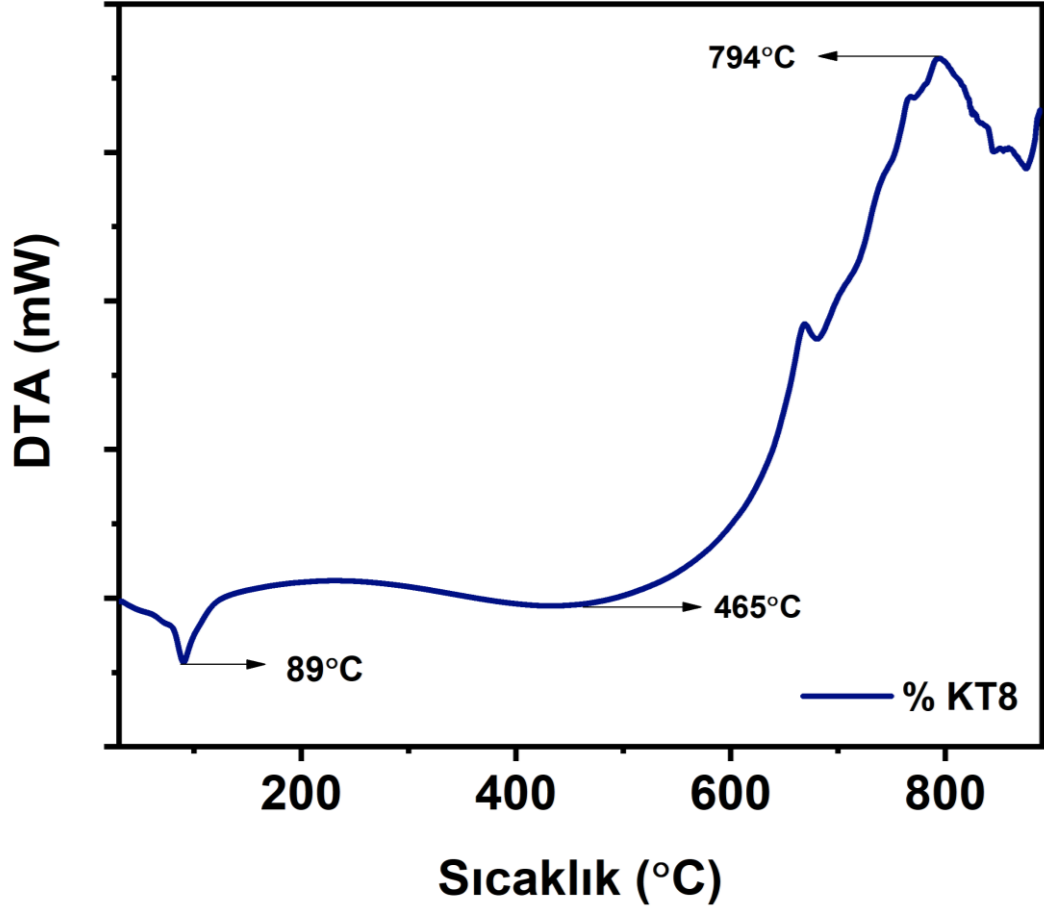
Şekil 4.56: KT35 (0,5:1:1) için termal bozunma eğrisi ve diferansiyeli

Kaynak: Araştırmacı tarafından oluşturulmuştur.

**Tablo 4.25:** KT8(1:0,5:1) termal ağırlık kaybı toplamı

Element	Ağırlıkça %
$\Delta m_1$	2,91
$\Delta m_2$	14,08
$\Delta m_3$	10,21
$\Delta m_4$	20,74
Toplam	47.94

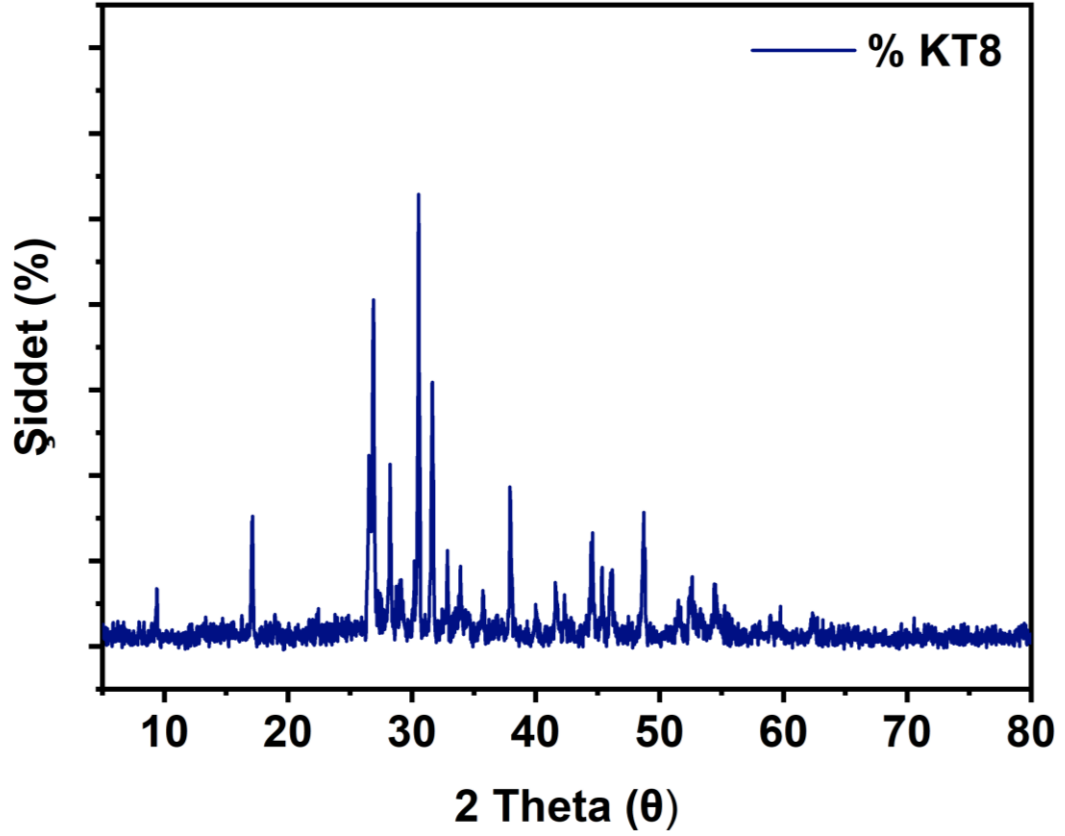
TG yaklaşık 4 farklı bölgeden oluşur ve 100 °C yakın su moleküllerinin uzaklaşmasından sonra ikinci bölge organik polimer iskeletin bozunma bölgesidir ve ilginç bir şekilde yaklaşık 600 °C'ye kadar devam eder. Bu da EG yerine sodyum metasilikat fazlalığının yapıyı beklendiği gibi termal olarak daha kararlı yaptığının göstergesidir. Daha sonra 600°C ötesinde 900°C'ye dek devam eden bir kütle uzaklaşma trendi gözlenir. Neredeyse bütün kütlenin %50'si hala bozunmadan kalmıştır ki bu gerçekten büyük bir dayanıklılık göstergesidir. Aynı zamanda EG yerine daha dayanıklı bir komponentin kullanımının PET polimer yapısını ve termal karakterini açıkça değiştirebileceğini gösterir. Her bir bölge için kütle kayıpları ve DTA analizi Şekil 4.56'de verilmiştir.



Şekil 4.57: KT8(1:0,5:1) için DTA spekturumu

**Kaynak:** Araştırmacı tarafından oluşturulmuştur.

KT8 için gerçekleştirilen XRD analizi göstermektedir ki  $26,9^\circ$  ve  $30,54^\circ$  açılarındaki pikler, PET ve sodyum silikat kompozitinin daha düzenli kristal yapısını göstermektedir. KT8 için  $37,92^\circ$ ,  $44,58^\circ$ ,  $48,72^\circ$  ve  $54,42^\circ$  açılarındaki pikler, kompozit malzemenin yüksek kristallik derecesini ve sodyum silikatın PET üzerindeki etkisini yansıtmaktadır. Bu pikler, PET ve sodyum silikatın birlikte oluşturduğu karmaşık kristal yapıyı göstermektedir.



Şekil 4.58: KT8 (1:0,5:1) XRD difraktogramı

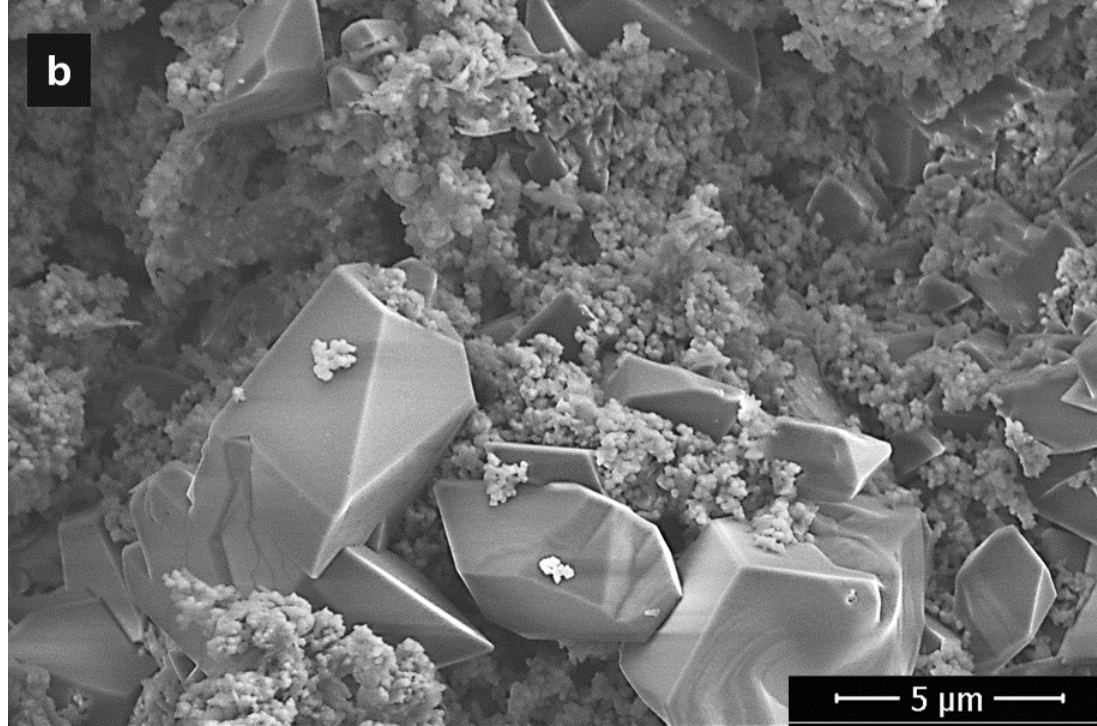
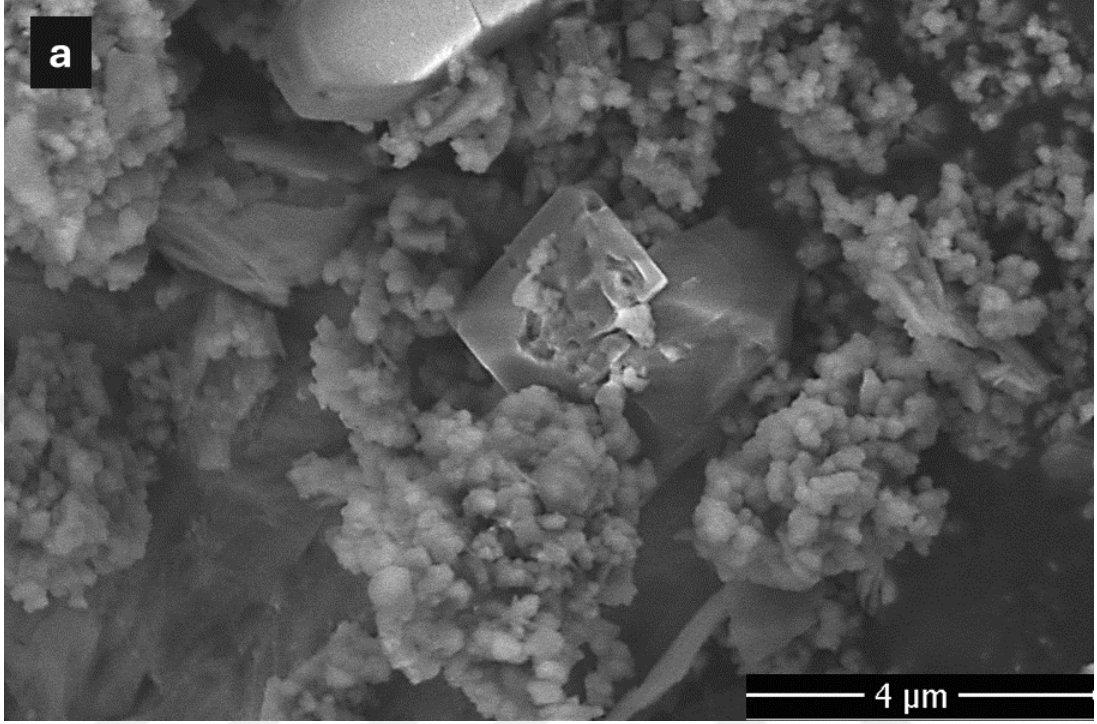
**Kaynak:** Araştırmacı tarafından oluşturulmuştur

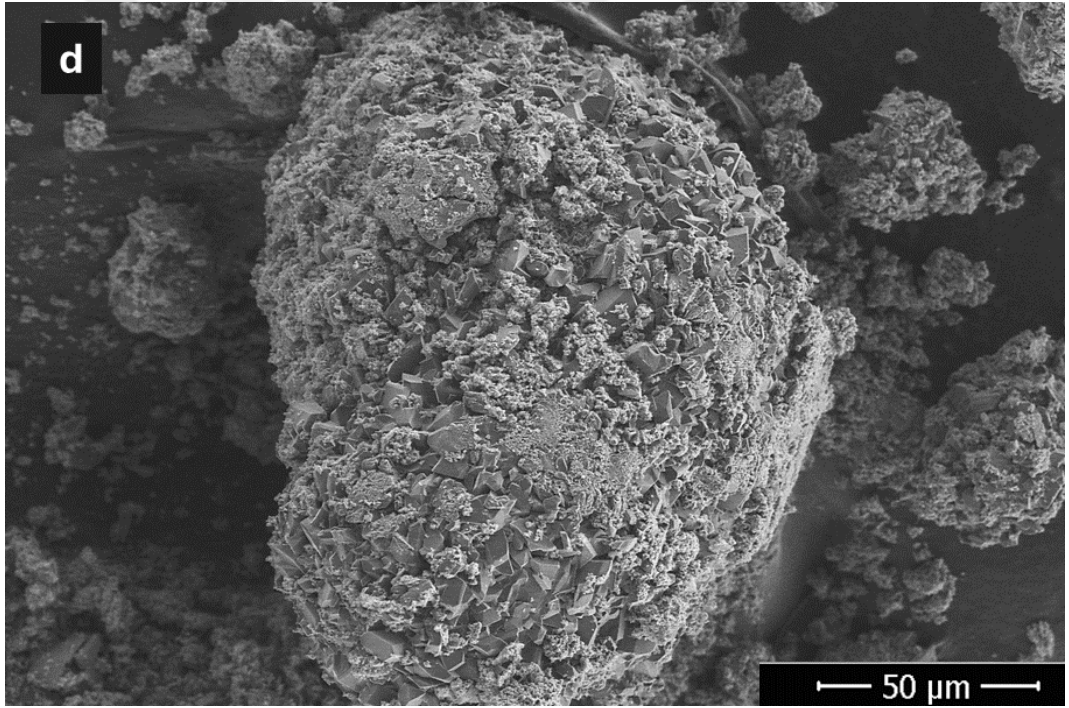
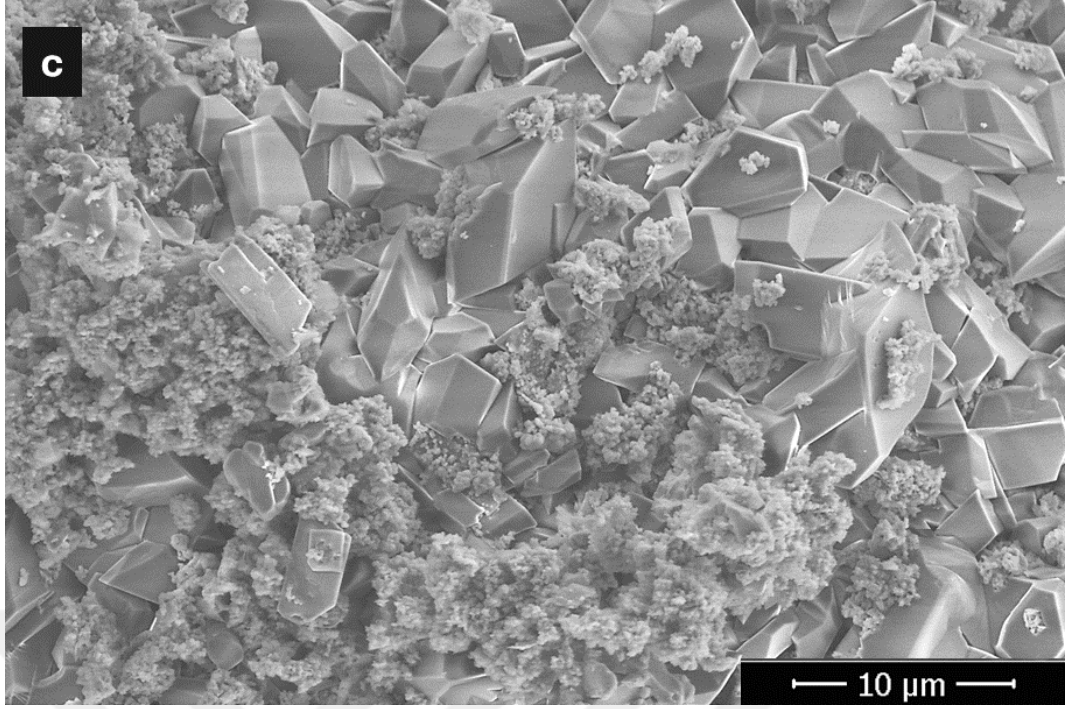
Bu yapı KT16 ile ve KT13 ile benzerlik gösterir.  $9,4^\circ$  ve  $17,12^\circ$  açılarındaki pikler, KT8 için amorf ve yarı-kristal fazları temsil etmektedir. Bu pikler, PET'in sodyum silikat ile etkileşimi sonucu oluşan yeni fazları ve yapıdaki düzenli olmayan bölgeleri yansıtmaktadır.  $26,9^\circ$ ,  $30,54^\circ$ ,  $37,92^\circ$ ,  $44,58^\circ$ ,  $48,72^\circ$  ve  $54,42^\circ$  açılarındaki pikler, kompozit malzemenin yüksek kristallik derecesini ve sodyum silikatın PET yapısı üzerindeki etkisini göstermektedir. Dolayısı ile polimerik yapının sodyum meta silikat ile değiştiği söylenebilir. Ayrıca  $9,4^\circ$  açısındaki pik, PET'in amorf fazlarına veya düşük kristallik bölgelerine işaret etmekte iken  $17,12^\circ$  açısındaki pik, PET ve sodyum silikatın etkileşimi sonucu oluşan yeni kristal fazları temsil edebilir.

**b) KT16 (1:1:1) oranları (TFA/EG/Na<sub>2</sub>SO<sub>3</sub>)**

KT16 örneği daha önce grup 1 içinde değerlendirilmiştir.

**c) KT19 (1:2:1) oranları (TFA/EG Na<sub>2</sub>SO<sub>3</sub>)**





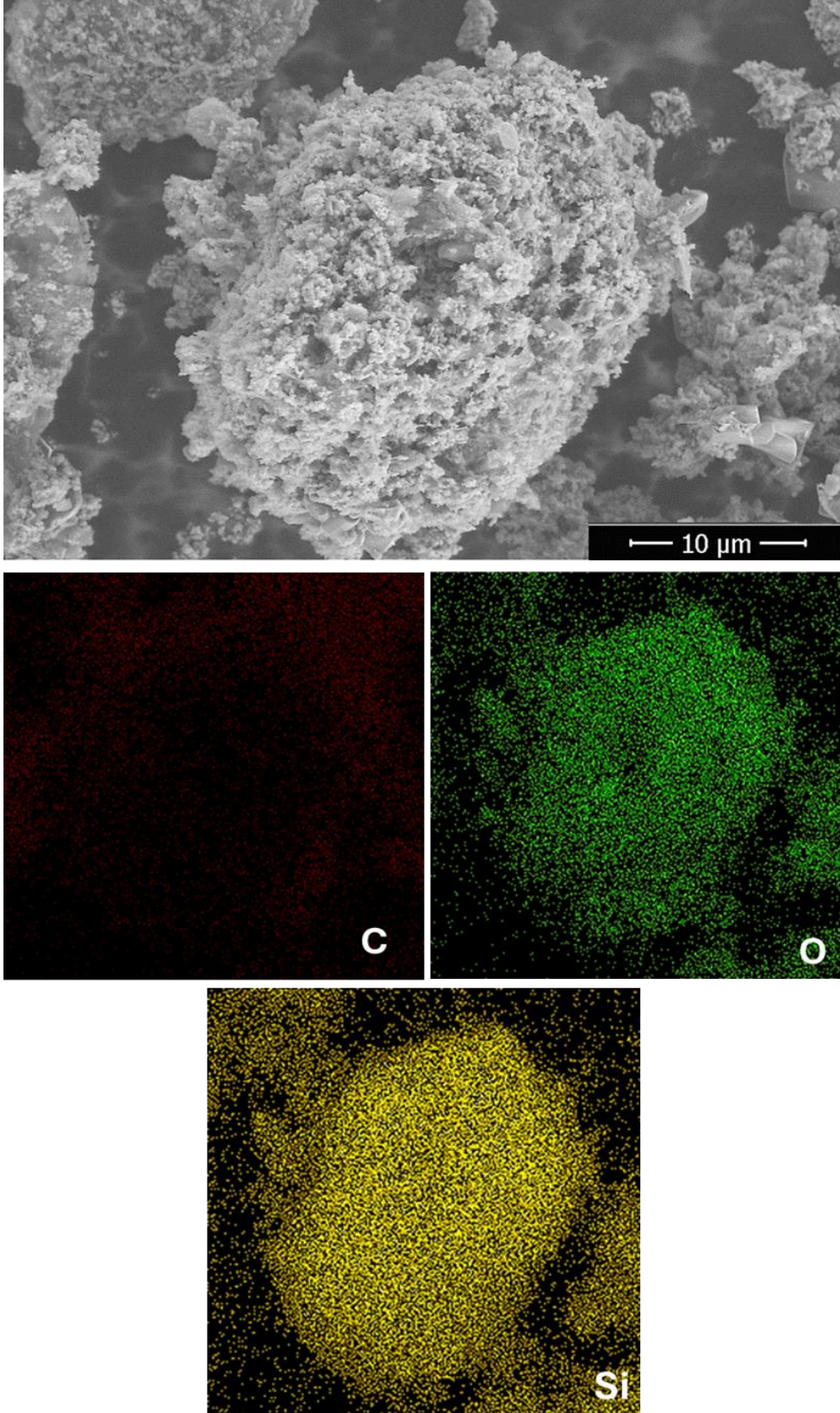
**Şekil 4.59:** : KT19(1:2:1) SEM görüntüleri (a) 4 μm'de ölçeklendirilmiş SEM analizi görüntüsü (b) 5 μm'de ölçeklendirilmiş SEM analizi görüntüsü (c) 10 μm'de ölçeklendirilmiş SEM analizi görüntüsü (d) 50 μm'de ölçeklendirilmiş SEM analizi görüntüsü

**Kaynak:** Araştırmacı tarafından oluşturulmuştur.

**Tablo 4.26:** KT40 (1:1) için EDX analizi

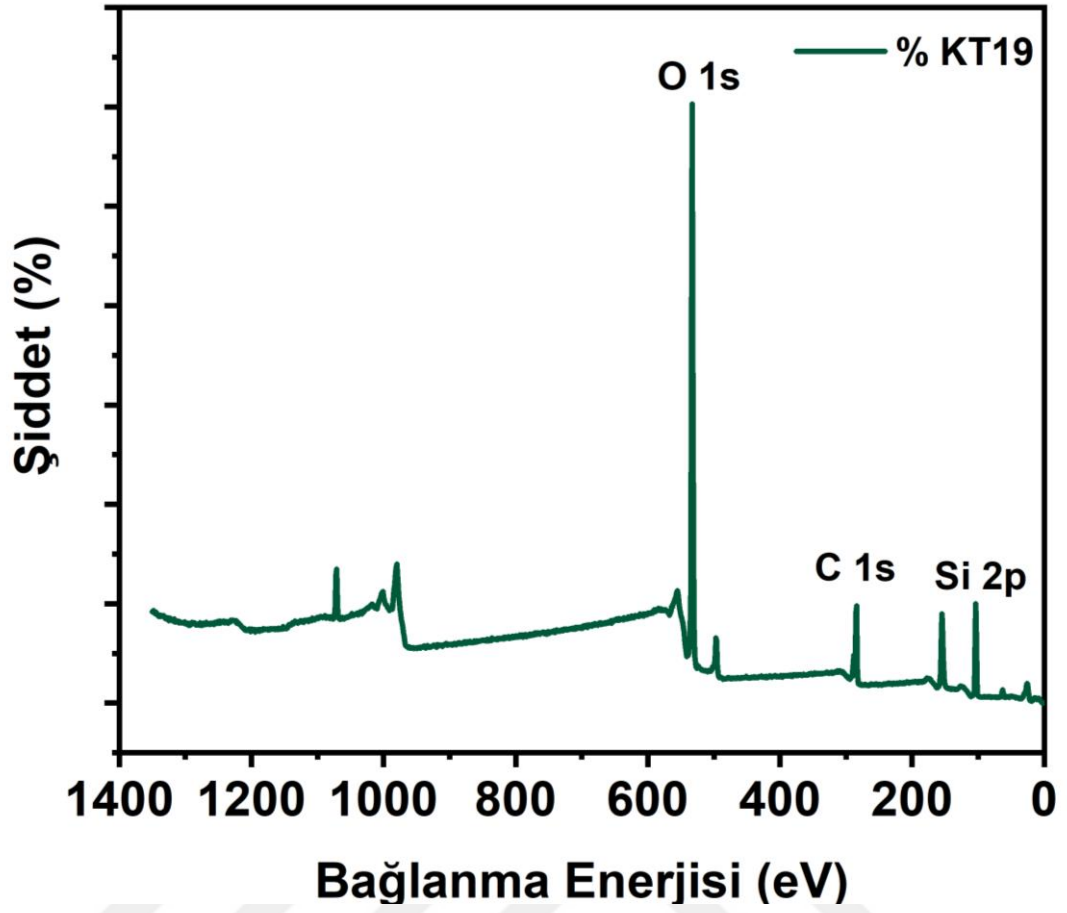
Element	Ağırlıkça %
C K	44,62
O K	48,69
Si K	6,69

KT19 polimerinde EG için oran diğerleri sabit tutularak 2 ye çıkarılmıştır. SEM analizinde açıkça ortaya çıkan şey yapının organik karakterinden oldukça uzaklaşmış olmasıdır. Özellikle sert kayalara benzeyen görüntüde yapılar oluşmuştur. Bu da ilginç bir durumdur çünkü bu yapıların sodyum metasilikat yapısından kaynaklandığını düşünürsek organik yapının ve polimerin daha çok organik karakterde yani sert ve keskin şekiller oluşturmak yerine yuvarlak yapılar oluşturacağı öngörülebilir. Ancak gerçekten ilginç bir şekilde tamamen kristal yapılara benzer köşeli ve keskin yapılar oluşmuştur. Bu da yapıda tamamen bir kristal havası vermektedir.



Şekil 4. 60: KT19(1:2:1) kompozisyonu için elde edilen atomik analiz

**Kaynak:** Araştırmacı tarafından oluşturulmuştur.

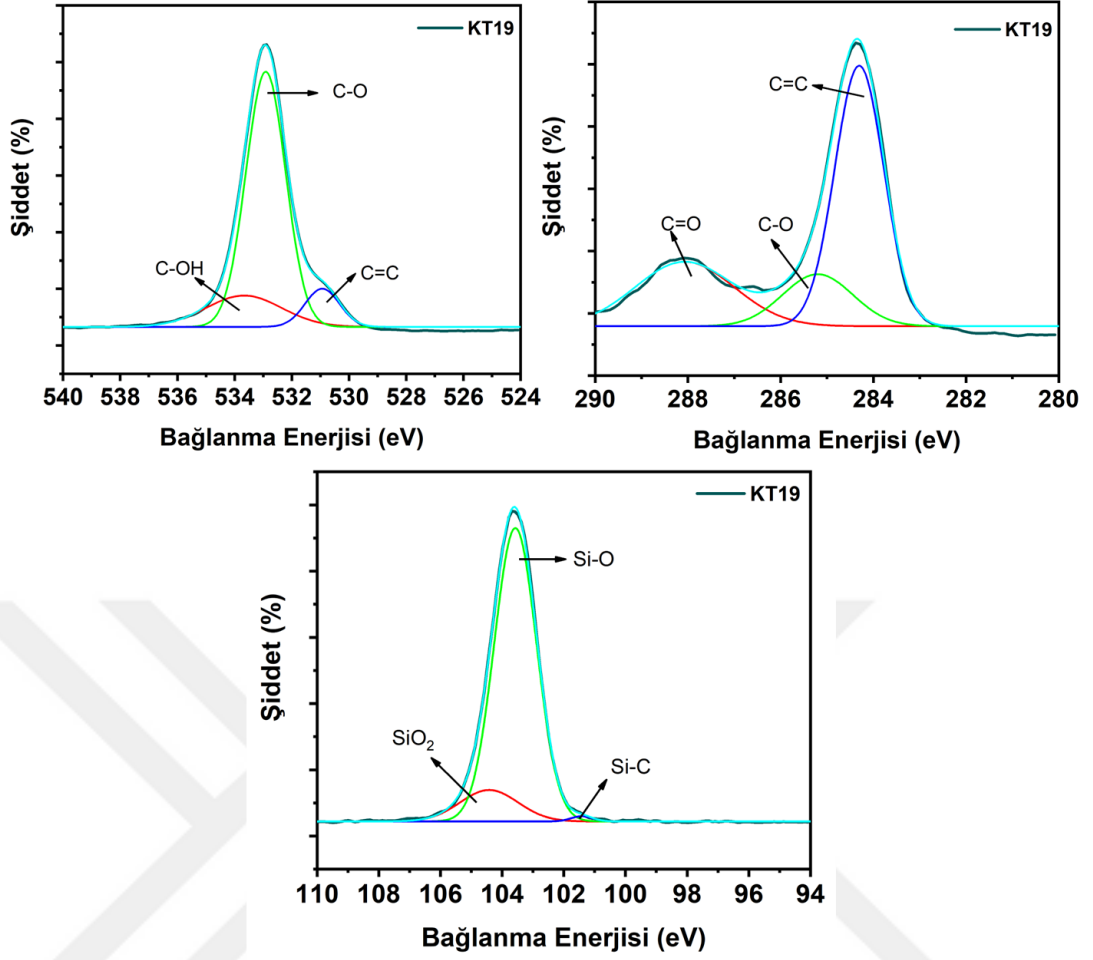


Şekil 4.61: KT19(1:2:1) geniş spektrumlu XPS analizi

**Kaynak:** Araştırmacı tarafından oluşturulmuştur.

Tablo 4.27: KT19(1:2:1) XPS yüksek çözünürlüklü pikleri

	O 1s	C 1s	Si 2p
KT19 (1:2:1)	532,92 eV	284,35 eV	103,60 eV



**Şekil 4.62:** KT19(1:2:1) için geniş spektrumlu XPS analizi C atomu, O atomu ve Si atomu dekonvülosyonu

**Kaynak:** Araştırmacı tarafından oluşturulmuştur.

284,33 eV pik, C-C tekli bağlarını ve C=C çiftli bağlarını işaret etmektedir. Bu bağlar, polietilen tereftalat (PET) yapısının temel bileşenleri olan aromatik halkalar ve alifatik zincirlerle uyum sağlamakta olup, polimer omurgasını oluşturan yapısal bileşenleri temsil eder. 285,23 eV enerji değeri, C-O bağlarını göstermektedir. PET'in yapısında bulunan ester grupları içerisindeki karbon ve oksijen arasındaki bağlar, bu pik ile temsil edilir. Bu durum, polimerin kimyasal özelliklerinin belirlenmesinde önemli bir rol oynamaktadır. 288,13 eV pik, karbonil gruplarına (C=O) karşılık gelir ve PET'in ester gruplarındaki karbonil karbonunu gösterir. Bu, PET'in kimyasal yapısının korunduğunu ve ester fonksiyonlarının varlığını doğrulamaktadır.

531,28 eV pik, ester gruplarındaki karbonil oksijenini (C=O) temsil eder. PET'in yapısındaki ester gruplarının bir göstergesi olarak kabul edilmektedir ve polimerin

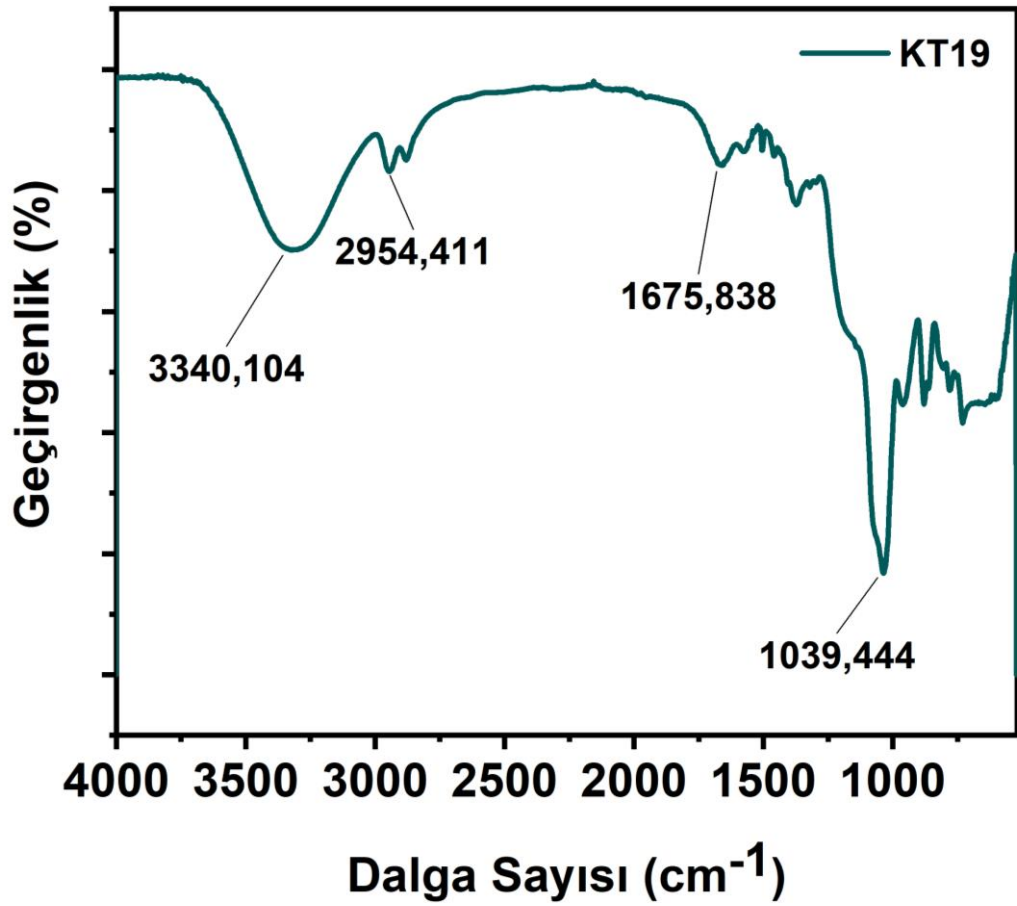
**Tablo 4.28:** KT19 (1:2:1) için geniş spektrumlu XPS analizi dekonvolüsyon değerleri

Elementler	Oluşan Bağlar	Pik Değerleri (eV)
C 1s	C=C	284.3
	C=O	288.1
	C-O	285.2
O 1s	C-O	531.2
	C=O	531.8
	C-OH	533.9
Si 2p	Si-O	101.8
	SiO <sub>2</sub>	103.7
	Si-C	104.9

kimyasal stabilitesine dair bilgi verir. 533,43 eV enerji değeri, C-O bağlarını yansıtır ve PET'in oksijen içeriği hakkında bilgi verir. Ester gruplarındaki oksijen atomları bu pik ile temsil edilmektedir. Oksijenin bağlanma durumu, PET'in uzun vadeli dayanıklılığına etki eder. 533,98 eV pik, olası hidroksil gruplarını (C-OH) veya yüzeydeki suyun varlığını gösterebilir. Yüzeydeki nemin veya oksidatif değişikliklerin göstergesi olarak değerlendirilmektedir.

101,87 eV pik, Si-O bağlarını temsil eder ve sodyum silikatın temel yapısını ortaya koyar. Bu bağlar, silikatın genel yapısal bütünlüğü için kritik öneme sahiptir. 103,78 eV enerji, daha yüksek oksidasyon durumundaki silisyum atomlarını veya polimerize olmuş silikatları işaret eder. Yüksek oksidasyon durumu, silikatın reaktivitesini ve malzeme performansını etkileyebilir. 104,92 eV pik, yüksek derecede oksitlenmiş silisyum türlerini veya SiO<sub>2</sub> (silikon dioksit) oluşumunu temsil edebilir. Bu durum, malzemenin yüzey kimyasındaki potansiyel değişiklikleri göstermektedir.

KT19 örneđi üzerine yapılan XPS analizi, polietilen tereftalat (PET) ve sodyum silikatın başarılı bir şekilde birlikte sentezlendiđini doğrulamaktadır. Karbon spektrumu, PET'in yapısal özelliklerini ve ester fonksiyonlarının varlığını ortaya koyarken, oksijen spektrumu bu grupların bağlanma durumunu ve yüzeydeki oksidatif özellikleri göstermektedir. Silikat spektrumu, sodyum silikatın yapısındaki farklı oksidasyon durumlarını işaret ederek, sentezin yüzey kimyası üzerindeki etkilerini detaylı bir şekilde ortaya koymaktadır. Elde edilen bu analizler, malzemenin kimyasal yapısının beklenildiđi gibi olduđunu ve XPS verilerinin PET ve sodyum silikatın entegrasyonunu başarılı bir şekilde yansıttığını göstermektedir.



**Şekil 4.63:** KT19(1:2:1) sentezinin FT-IR spektrumu

**Kaynak:** Araştırmacı tarafından oluşturulmuştur.

KT19 için FT-IR spektrumu analiz edildiğinde Şekil 63'te belirli karakteristik piklerin varlığı dikkat çekmektedir. 3320,24 cm<sup>-1</sup>'de hidroksil gruplarının O-H gerilme pikini yansıtmaktadır. Etilen glikol aşırı arttığı için silikatla beraber bu durum normal karşılanabilir. 2800-3000 cm<sup>-1</sup> aralığındaki C-H gerilme pikleri, PET'in metil ve

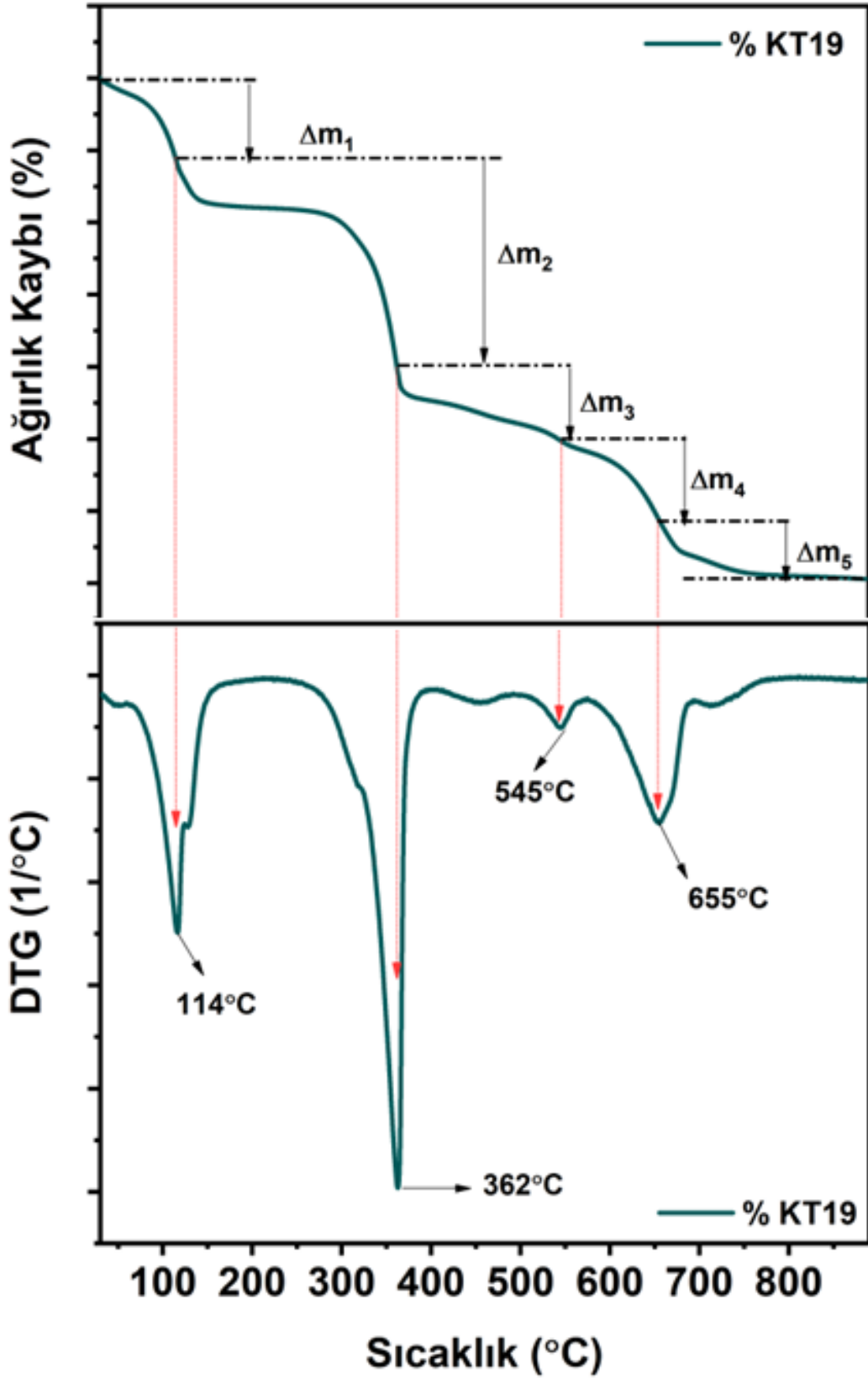
metilen gruplarından kaynaklanmakta olup, 2945,04  $\text{cm}^{-1}$  ve 2875,99  $\text{cm}^{-1}$  dalga numaralarında belirginleşmektedir. 1659,78  $\text{cm}^{-1}$  dalga numarasındaki C=O gerilme pikleri, PET polimerinin ester gruplarını göstermekte ve bu bölgede birden fazla pik görülmektedir. Karboksilli asidin aromatik halkalarından kaynaklanan aromatik C=C gerilme pikleri, 1571,50  $\text{cm}^{-1}$  ve 1505,04  $\text{cm}^{-1}$  aralığında belirginleşmektedir. Sodyum silikatın Si-O-Si asimetrik gerilme piki, 1036,19  $\text{cm}^{-1}$  dalga numarasında, PET'in C-O-C asimetrik gerilme piki ise 1372,91  $\text{cm}^{-1}$  dalga numarasında gözlemlenmektedir. 961,90  $\text{cm}^{-1}$ , 879,14  $\text{cm}^{-1}$  ve 779,78  $\text{cm}^{-1}$  dalga numaralarında, sodyum silikatın Si-O gerilme pikleri bulunmaktadır.

1372,91  $\text{cm}^{-1}$  aralığındaki C-H bükülme pikleri, PET'in farklı yapısal bileşenlerinden kaynaklanmaktadır. 730,19  $\text{cm}^{-1}$  dalga numarası ise PET ve sodyum silikatın yapısındaki diğer bağlara işaret eden karakteristik bir piktir.

**Tablo 4:29:** KT19(1:2:1) termal ağırlık kaybı toplamı

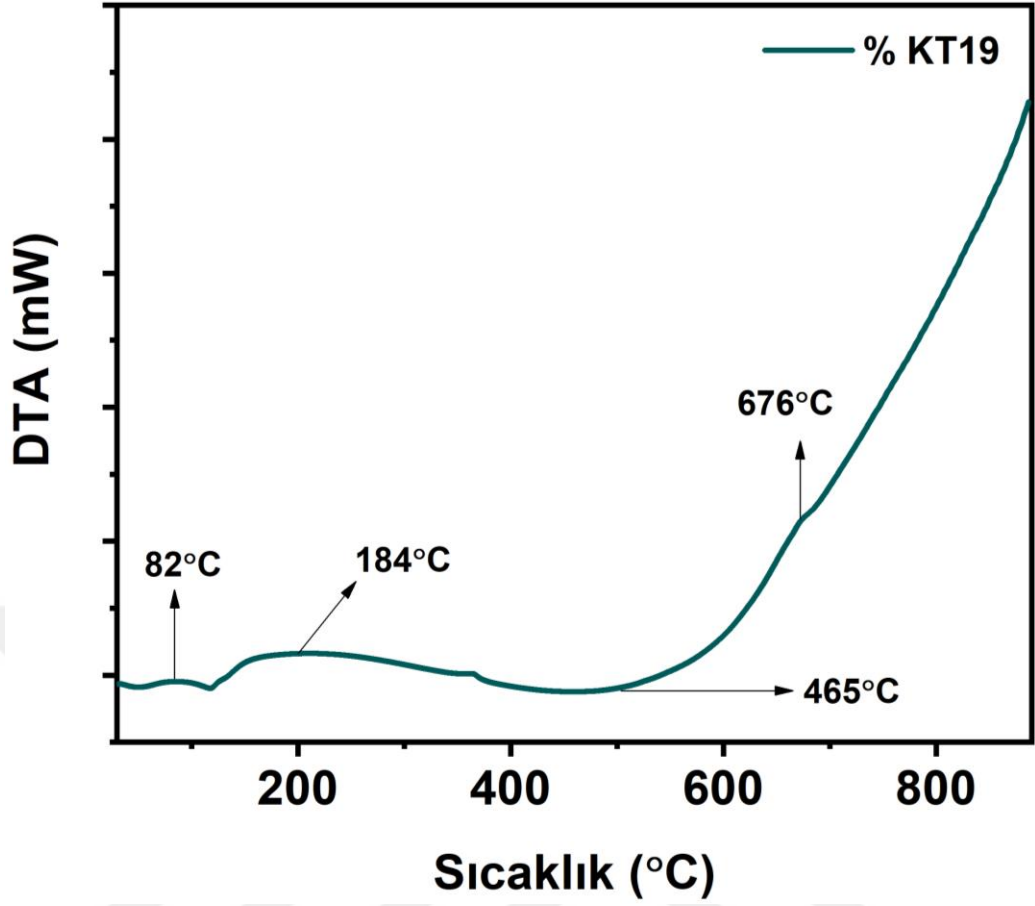
KT19	Ağırlıkça %
$\Delta m_1$	11,23
$\Delta m_2$	28,57
$\Delta m_3$	10,66
$\Delta m_4$	10,8
$\Delta m_5$	7,71
Toplam	68,97

TGA analizinde ilk olarak 115  $^{\circ}\text{C}$ 'ye kadar kondenzasyon amaçlı su molekülü uzaklaşmasını içerir. Bu da yaklaşık %11 kadar bir uzaklaşmadır. Daha sonra organik polimer iskelet ve silikat içerikli organik yapı ard arda uzaklaşmaktadır. İlk olarak %29 ve adha sonra yaklaşık %11 lik bir kayıp gözlenir. Bu da 2 ve 3 nolu bölgede toplamda %40 gibi bir kütle kaybını gösterir. Azalma 550 civarından sonra 4 numaralı bölge ile devam etmektedir. Burada karbonizasyon ve ilave kondenzasyonlar gerçekleşmekle birlikte silikat varlığı kristal silika oluşumunu sağlayacaktır. Toplam da yaklaşık %70'lik bir kütle kaybı vardır ve bu da eklenen sodyum meta silikattin miktarına göre kabul edilebilir bir orandır.



Şekil 4.64: KT19(1:2:1) için termal bozunma eğrisi ve diferansiyeli

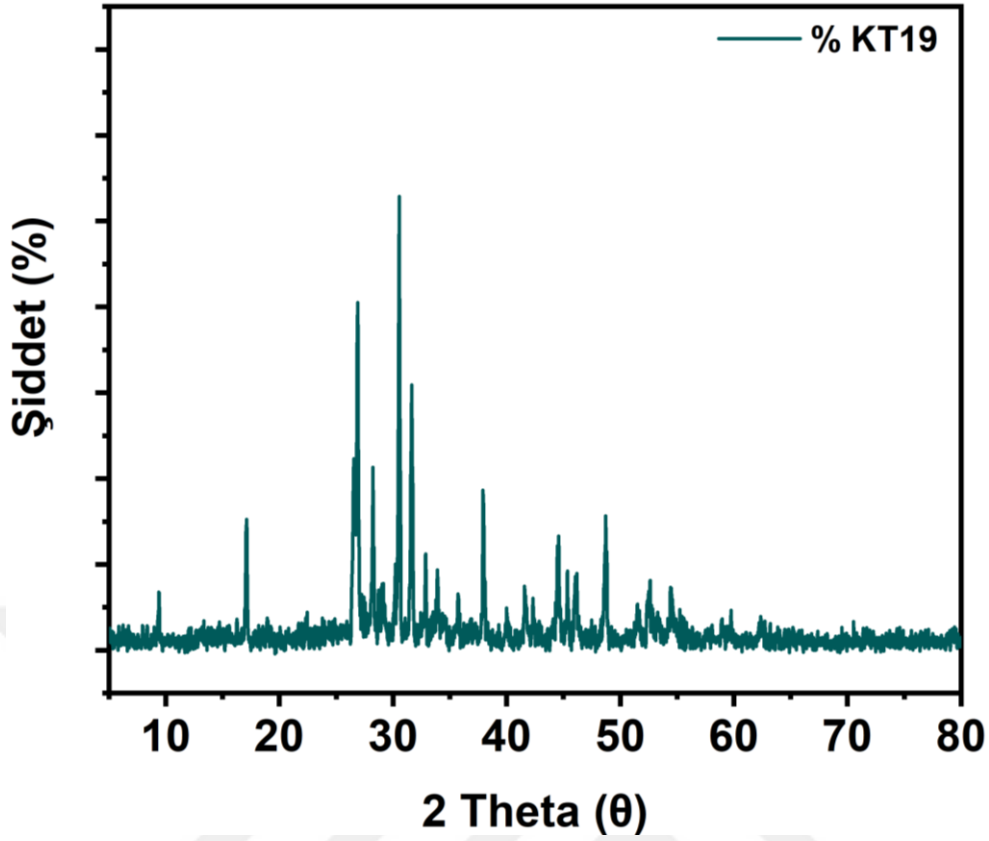
**Kaynak:** Araştırmacı tarafından oluşturulmuştur.



Şekil 4.65: KT19(1:2:1) için DTA spekturumu

**Kaynak:** Araştırmacı tarafından oluşturulmuştur.

KT19 için yapılan XRD analizi sonucu bazı  $2\theta$  değerlerinde oluşan pikler gözlemlenmiştir. Düşük açılı piklerin (örneğin  $10,72^\circ$  ve  $16,44^\circ$ ) PET'in amorf fazlarına veya düşük kristal bölgelerine işaret ettiği düşünülmektedir. Bu pikler, PET yapısındaki düzensiz bölgeleri yansıtabilir ve sodyum silikat eklenmesiyle yeni amorf fazların oluştuğunu gösterebilir.



**Şekil 4.66:** KT19(1:2:1) XRD difraktogramı

**Kaynak:** Araştırmacı tarafından oluşturulmuştur.

KT19 için orta açılı piklerde (örneğin  $19,3^\circ$ ,  $26,28^\circ$  ve  $28,22^\circ$ ), PET ve sodyum silikat arasındaki etkileşimin sonucu oluşan yeni kristal fazların temsil edildiği düşünülmektedir. Bu pikler, PET'in yarı-kristalin yapısını ve sodyum silikatın etkisiyle oluşan yapısal değişiklikleri yansıtmaktadır. Daha önce Kt13 ve KT16'da da benzeri pikler gözlenmiştir. Yüksek açılı pikler (örneğin  $33,48^\circ$  ve  $40,74^\circ$ ) ise kompozit malzemenin yüksek kristallik derecesini ve sodyum silikatın PET üzerindeki etkisini yansıtabilir. Bu pikler, PET ve sodyum silikatın oluşturduğu karmaşık kristal yapıyı göstermektedir.

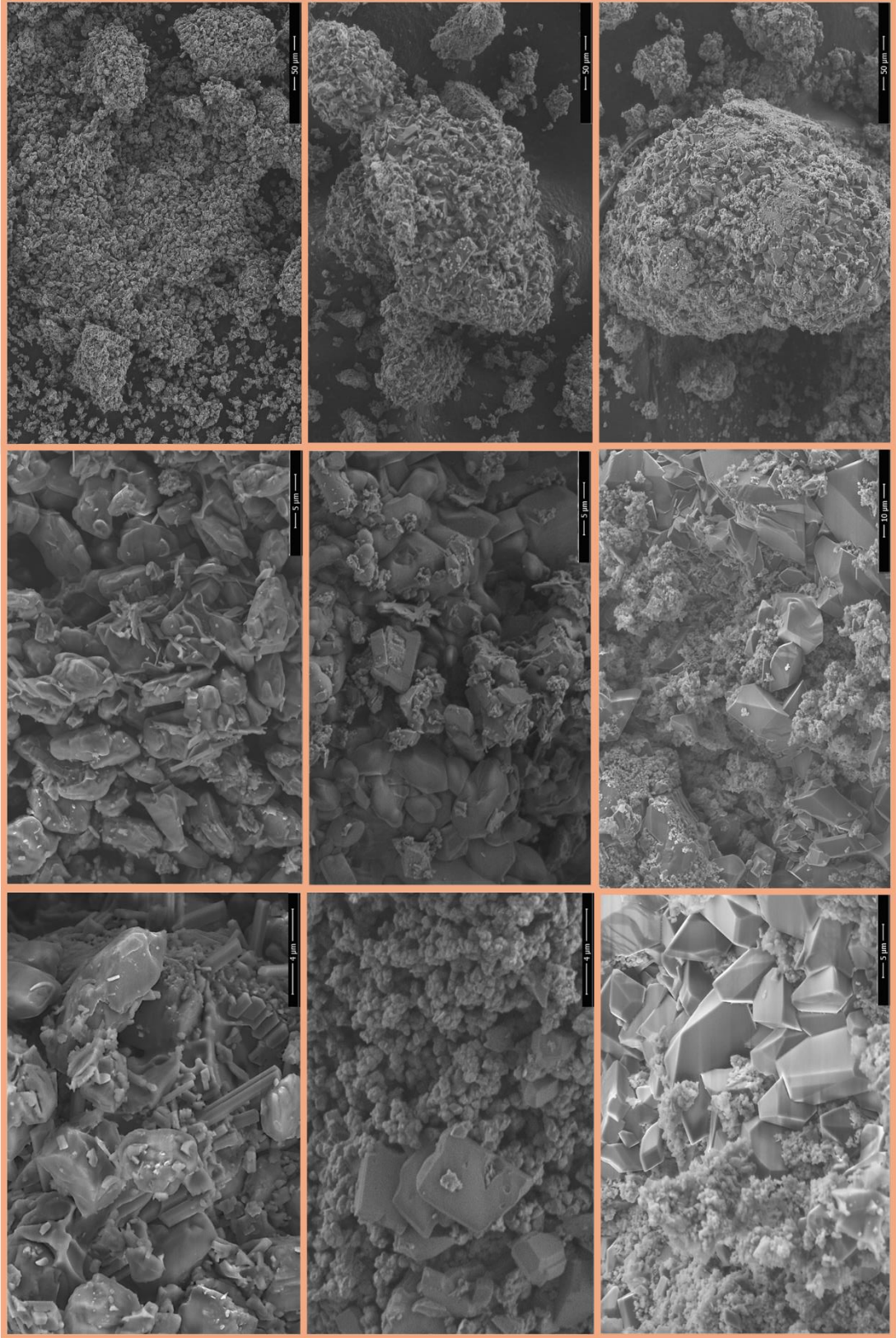
**d) KT8, KT16 ve KT19 örneklerinin karşılaştırılması**

Grup 3 için EG oranının değişik miktarları karşılaştırılmıştır. Temel olarak PET üretimi için 1/1 (TFA/EG) oranı dikkate alındığında EG nin sodyum metasilikat ile beraber sentezlenmesi sonucunda düşük (0,5) EG oranının yüksek termal dayanım sağladığı iletilebilir.

KT8

KT16

KT19

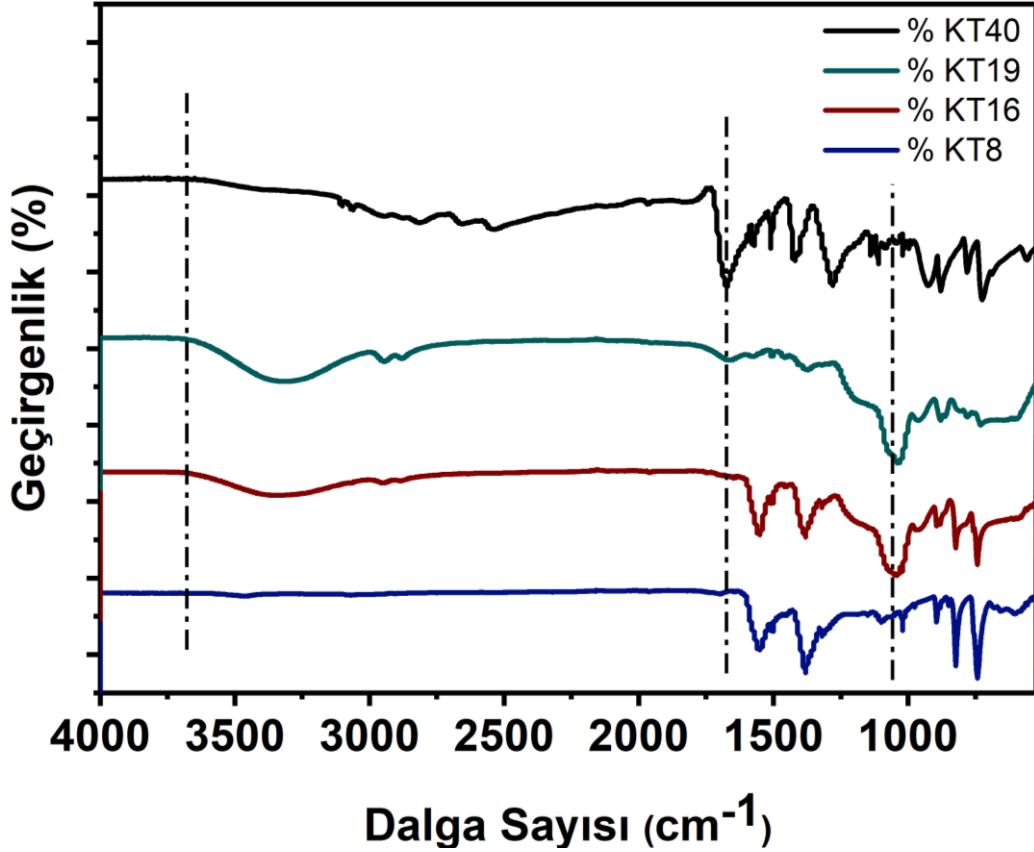


**Şekil 4.67:** KT8, KT16 ve KT19 polimerlerinin SEM görüntüleri

**Kaynakça:** Araştırmacı tarafından oluşturulmuştur.

KT8, KT16 ve KT19 karşılaştırıldığında açık bir şekilde görülmektedir ki EG miktarı arttıkça kristalize yapıların çokluğu ve büyüklüğü artmaktadır.

Ayrıca FT-IR spektrumuna göre Si-O pikleri 1050-1080  $\text{cm}^{-1}$  civarında kolayca tespit edilebilir. Sadece KT8 için durum bir miktar sapsmiş gözükmemektedir ve Si-O piki saptaması zorlukla yapılabilmektedir.



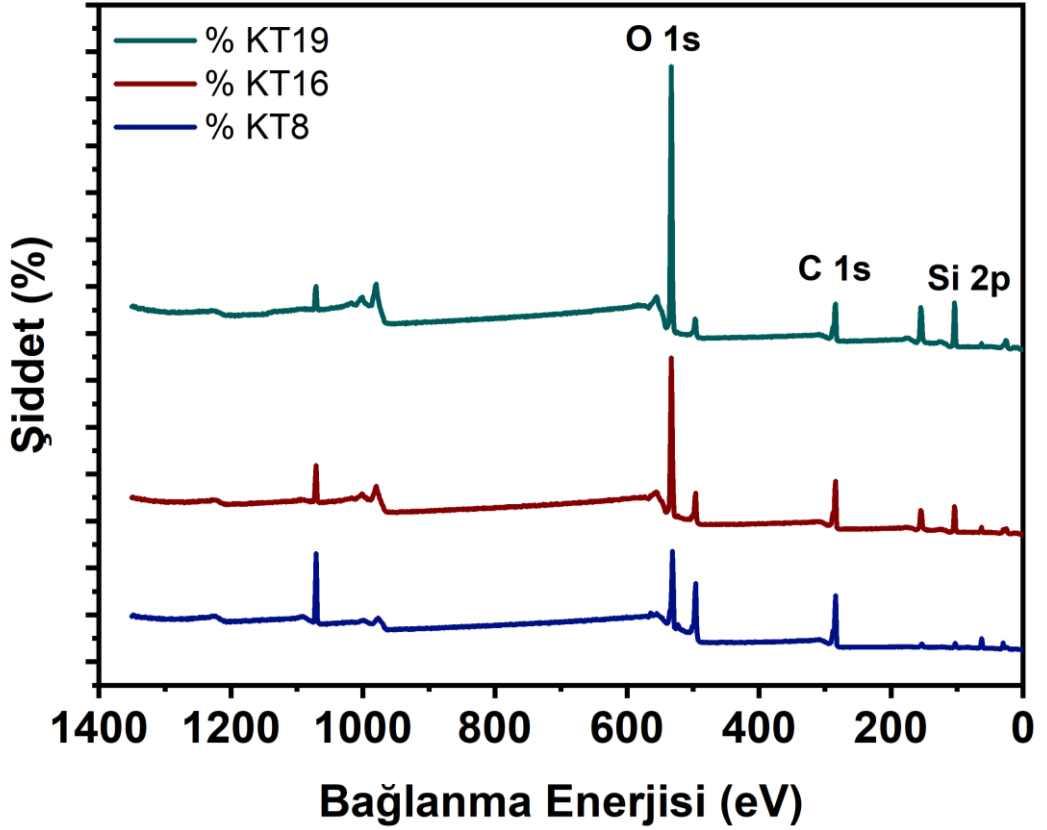
Şekil 4.68: KT40, KT8, KT16 ve KT19 FT-IR spektrumu karşılaştırması

**Kaynak:** Araştırmacı tarafından oluşturulmuştur.

KT40 örneği, yalnızca karbon ve oksijen içerdiği için spektrumunda karakteristik PET özellikleri belirgindir. Örneğin, 3330.642  $\text{cm}^{-1}$ 'de görülen O-H gerilme pikleri, PET'in hidroksil gruplarının varlığını gösterir. 3104.831  $\text{cm}^{-1}$  ve 2547.504  $\text{cm}^{-1}$  aralıklarındaki alifatik C-H gerilme pikleri ise PET'in moleküler yapısına ait metil ve metilen gruplarını ifade eder. Ayrıca, 1673.909  $\text{cm}^{-1}$  ve 1284.359  $\text{cm}^{-1}$ 'de bulunan C=O ve C-O-C bağları, PET'in ester gruplarından kaynaklanmaktadır, bu da PET'in tipik kimyasal bileşenleridir. Öte yandan, sodyum metasilikat ilavesi ile ve farklı EG oranları ile elde edilen KT8, KT16 ve KT19 örnekleri KT40 ile birlikte değerlendirilebilir. Bu örneklerin spektrum analizinde, PET'in yanı sıra sodyum

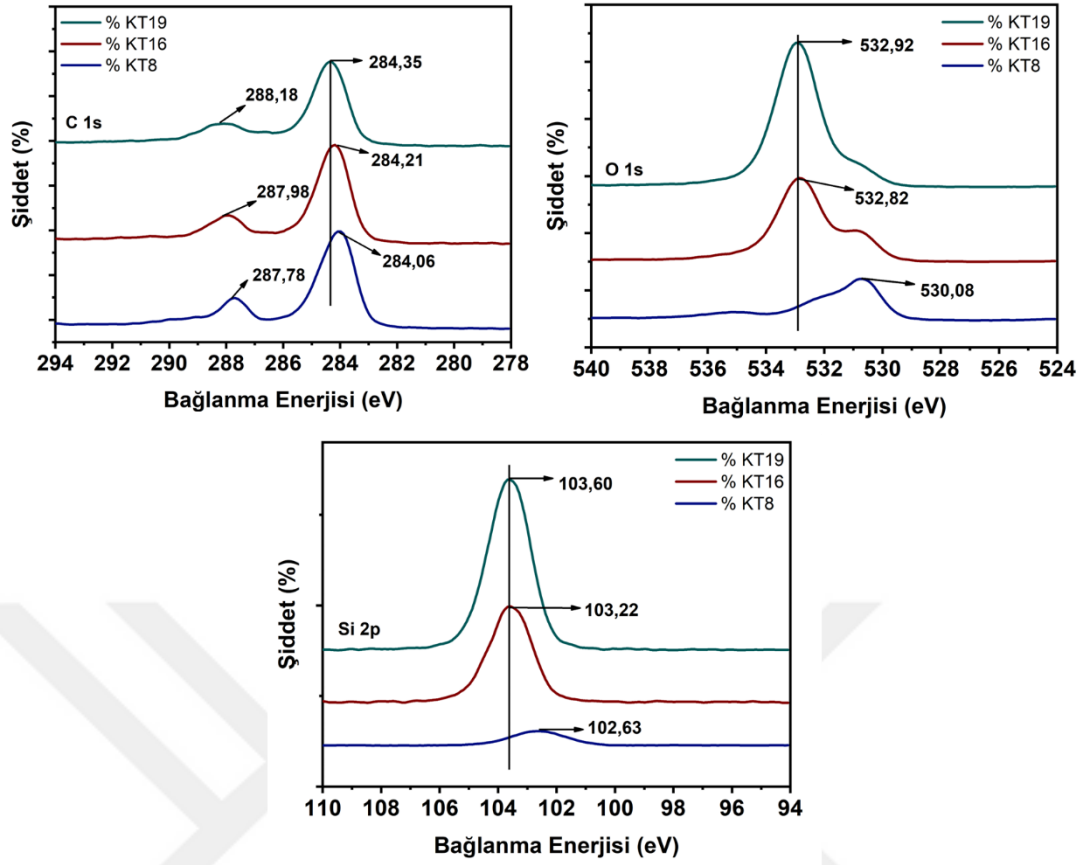
silikata özgü pikler de belirgin şekilde gözlenmektedir. Örneğin, KT8'de  $3492.84\text{ cm}^{-1}$ ,  $1698.35\text{ cm}^{-1}$  ve  $1098.42\text{ cm}^{-1}$  dalga numaralarında Si-O-Si ve Si-O gerilme pikleri bulunurken, KT16 ve KT19'da  $3346.41\text{ cm}^{-1}$ ,  $2942.48\text{ cm}^{-1}$  ve  $1021.04\text{ cm}^{-1}$  gibi dalga numaralarında benzer özellikler tespit edilmiştir. Bu pikler, sodyum silikatın kompozit içindeki varlığını ve moleküler yapısını doğrulamaktadır.

XPS karşılaştırması grup 3 için EG değiştiğinde özellikle –OH ve karbonil karbon v eoksijeni için kaymış değerler ortaya koymaktadır. Muhtemelen sodyum metasiliakt içindeki su ve karbonil grubuna bağlanma sonrası silikatların içerdiği oksijenler karbonil grubunda oksijen ve karbon için kaymaya nedne olur. Siliakt miktarı arttıkça kayma artar bu da daha fazla elektronegatiflik değişimi demektir.



Şekil 4.69: KT8, KT16 ve KT19 geniş spektrumlu XPS analizi

**Kaynak:** Araştırmacı tarafından oluşturulmuştur.

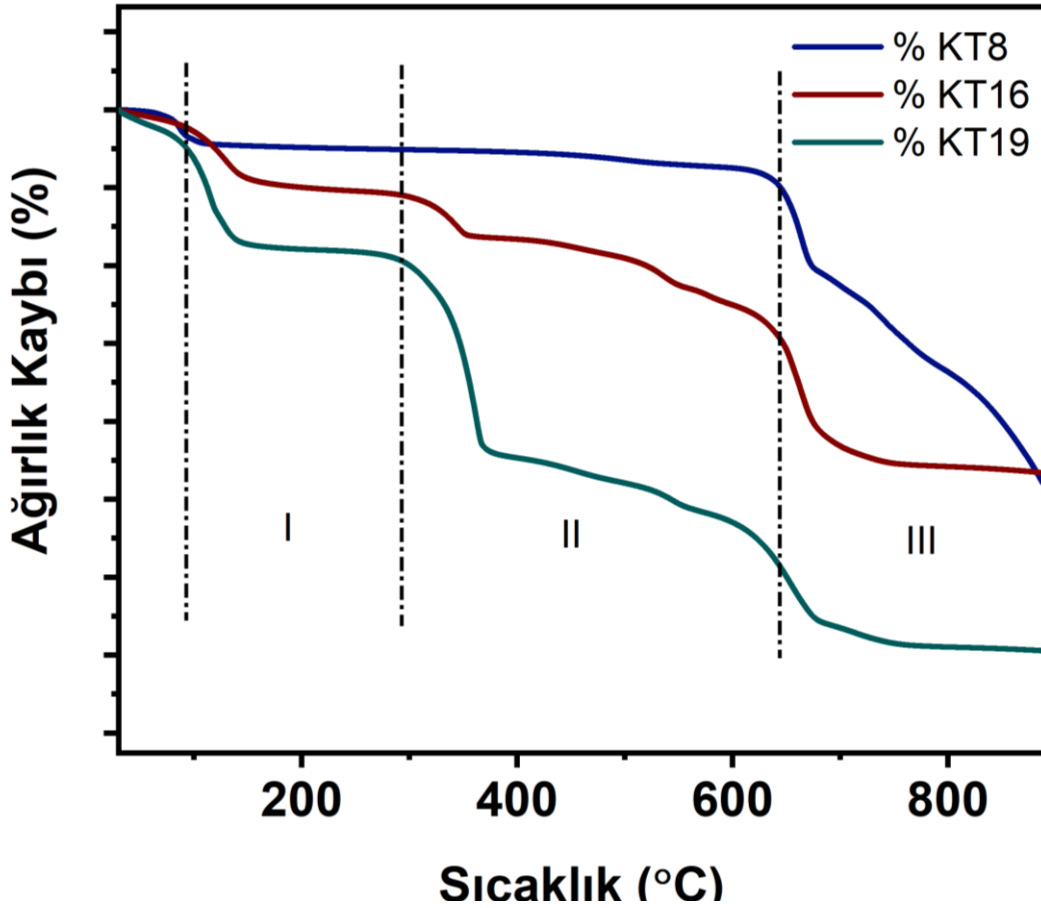


**Şekil 4.70:**KT8, KT16 ve KT19 XPS karşılaştırması

**Kaynak:** Araştırmacı tarafından oluşturulmuştur.

KT16 ve KT19 numunelerinde karbonil grupları (C=O) piklerinin enerji seviyeleri birbirine yakın (287,98 eV ve 288,13 eV), ancak KT8'de bu değer biraz daha düşük (287,12 eV). Bu, KT19'un daha fazla oksitlenmiş bir karbon içeriğine sahip olabileceğini gösterir. C-O bağlarının enerji seviyeleri KT16 ve KT8 numunelerinde 285,0 eV olarak aynı, ancak KT19'da bu değer biraz daha yüksek (285,23 eV), bu da KT19'da daha fazla oksijen içeren grupların varlığını düşündürülebilir. C-C ve C=C bağlarının enerji seviyeleri üç numunede de oldukça yakın, ancak KT16 numunesinde bu değer en düşük seviyede (284,12 eV), bu da daha fazla doymamış karbon içerdiğini gösterebilir. KT16 ve KT19 numunelerinde hidroksil gruplarına veya oksitlenmiş yüzeylere işaret eden pikler bulunurken, KT8 numunesinde bu piklerin daha yüksek enerji seviyelerinde olduğu gözlemleniyor. Bu durum, KT8 numunesinde daha fazla yüzey oksidasyonu veya nemin varlığını gösterebilir. Karbonil oksijen (C=O) pikleri KT16 numunesinde en düşük (530,68 eV), KT19'da ise biraz daha yüksek (531,28 eV), KT8'de ise 531,98 eV ile en yüksek. Bu da numuneler arasında farklı yüzey kimyası

olduğunu gösterir. KT8 ve KT16 numunelerinin silikat spektrumları benzerdir, her ikisi de aynı enerji seviyelerinde pikler gösterir. Bu durum, bu numunelerin benzer yapısal özelliklere sahip olduğunu gösterir. KT19 numunesi, yüksek enerji seviyelerinde biraz daha farklı değerler (104,92 eV ve 103,78 eV) gösterir, bu da farklı bir silikat yapısının veya oksidasyon durumunun varlığını işaret edebilir. KT16, KT8 ve KT19 numuneleri arasında bazı yüzey kimyası farklılıkları olduğunu göstermektedir. KT19 numunesi, diğer iki numuneye kıyasla daha yüksek oksidasyon durumlarına ve yüzeydeki farklı kimyasal grupların varlığına işaret etmektedir. KT8 ve KT16 numuneleri, özellikle silikat yapısında büyük benzerlikler gösterirken, KT19 bu anlamda daha farklı bir karakteristiğe sahiptir.

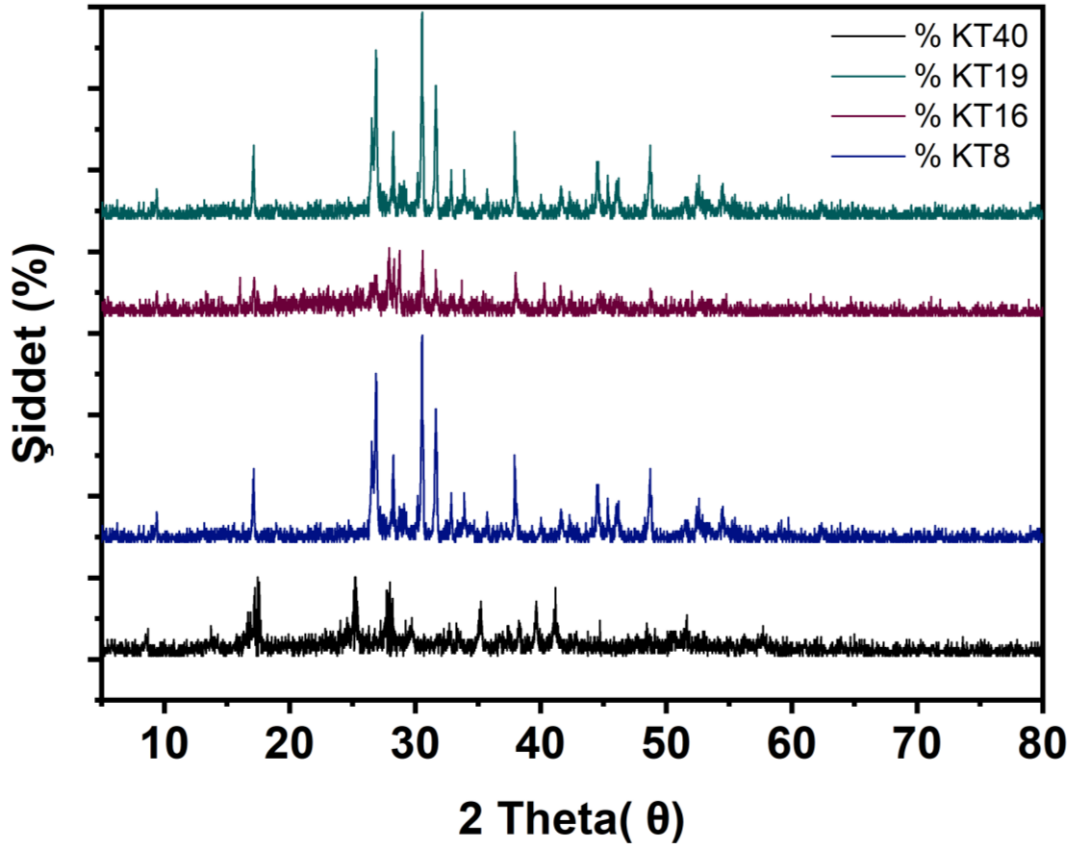


**Şekil 4.71:** KT8, KT16 ve KT19 için TGA karşılaştırması

**Kaynak:** Araştırmacı tarafından oluşturulmuştur.

KT8, KT16 ve KT19 için TA karşılaştırması yapıldığında düşük miktardaki EG için KT8 oldukça yüksek bir termal dayanım gösterir. Bu da EG yerine geçerek daha çok silikat ve karbonil bağlanması veya silikat esteri demektir. Dolayısı ile termal dayanım

artmıştır. EG arttıkça ilginç bir şekilde termal dayanım azalmaktadır ve bu ters korelasyon önemli bir sonuç ortaya koyar.



Şekil 4.72: KT8, KT16 ve KT19 XRD difraktogramı

**Kaynak:** Araştırmacı tarafından oluşturulmuştur.

KT40 XRD verileri sadece karbon ve oksijen içerikli iken PET için elde edilmiştir. Bu verilerde görülen pikler, düşük açılı piklerdir ve PET'in polikristal halde veya amorf yapısına işaret edebilir. Özellikle  $13,74^\circ$  gibi düşük açılarda pikler, PET polimer zincirlerinin belirli yönlendirilmemişlik derecesini yansıtabilir.  $39,64^\circ$  gibi daha yüksek açılardaki pikler ise PET'in kristalin fazlarına işaret edebilir. KT8 XRD verileri daha çok kompozit bir malzemeyi temsil eder.  $17,12^\circ$ ,  $30,54^\circ$  ve  $44,58^\circ$  gibi pikler, PET ve sodyum silikatın birlikte oluşturduğu yeni kristal fazları gösterebilir. Bu piklerdeki şiddet artışı, malzemenin kristallik derecesinin yükseldiğini ve belirli kristal yönelimlerin oluştuğunu gösterebilir. KT16 ve KT19 XRD verileri de yine bir kompozit yapıyı gösterir. Özellikle KT16'da görülen  $16,04^\circ$  ve  $26,92^\circ$  pikleri, yeni oluşan kristal fazları veya malzeme içindeki kimyasal etkileşimleri yansıtabilir.

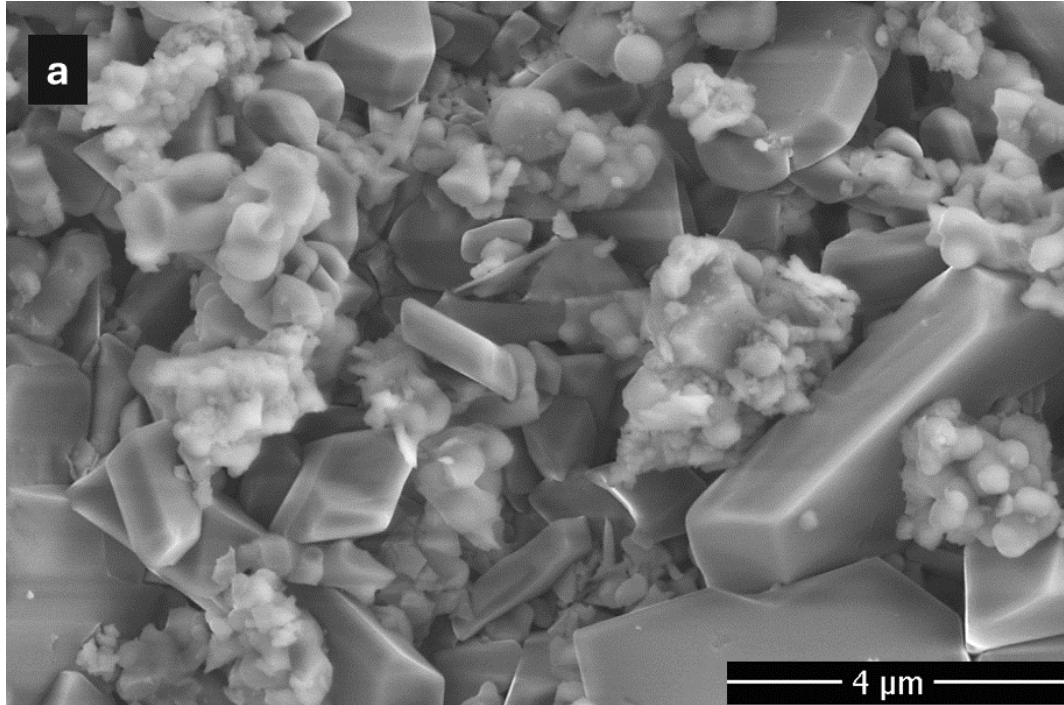
KT19'da ise 16,44°, 28,22° ve 40,74° gibi pikler, PET ve sodyum silikat kompozitindeki yapısal değişiklikleri ve etkileşimleri belirten önemli veriler sunar.

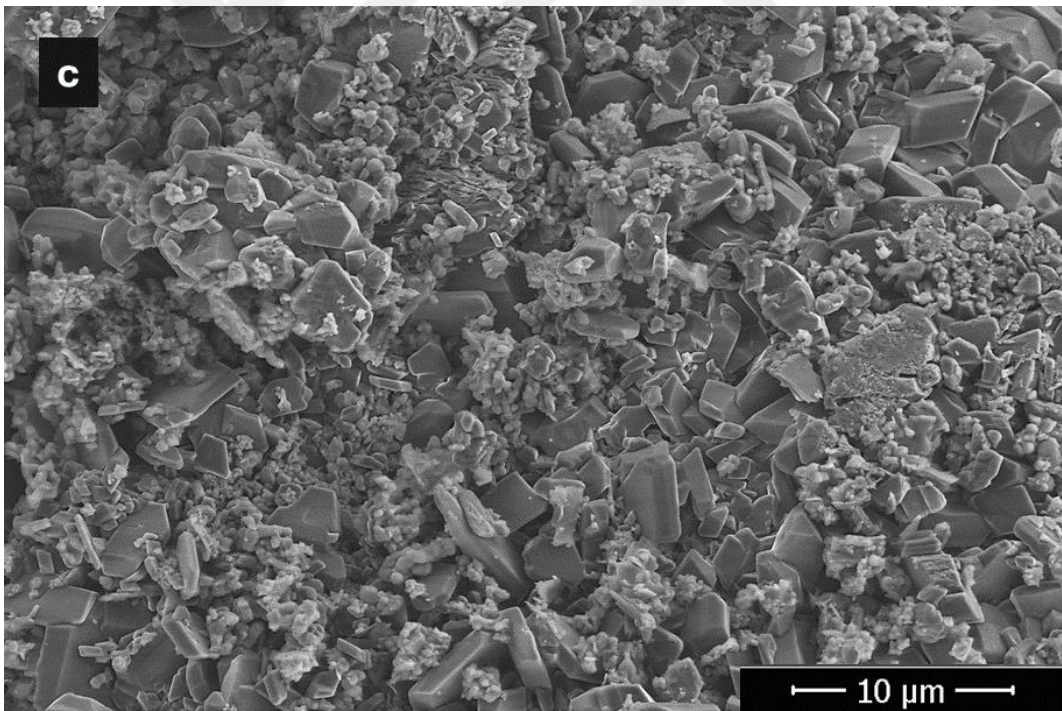
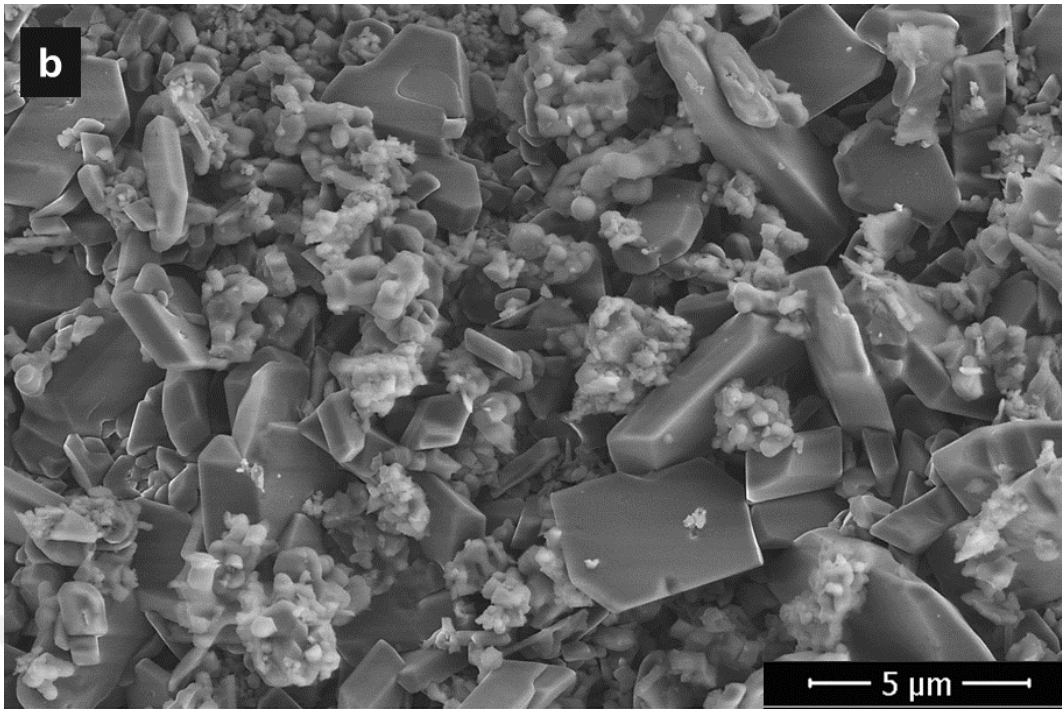
#### 4.2.4 Grup 4: Değişen Na<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub> oranları (TFA ve EG sabit)

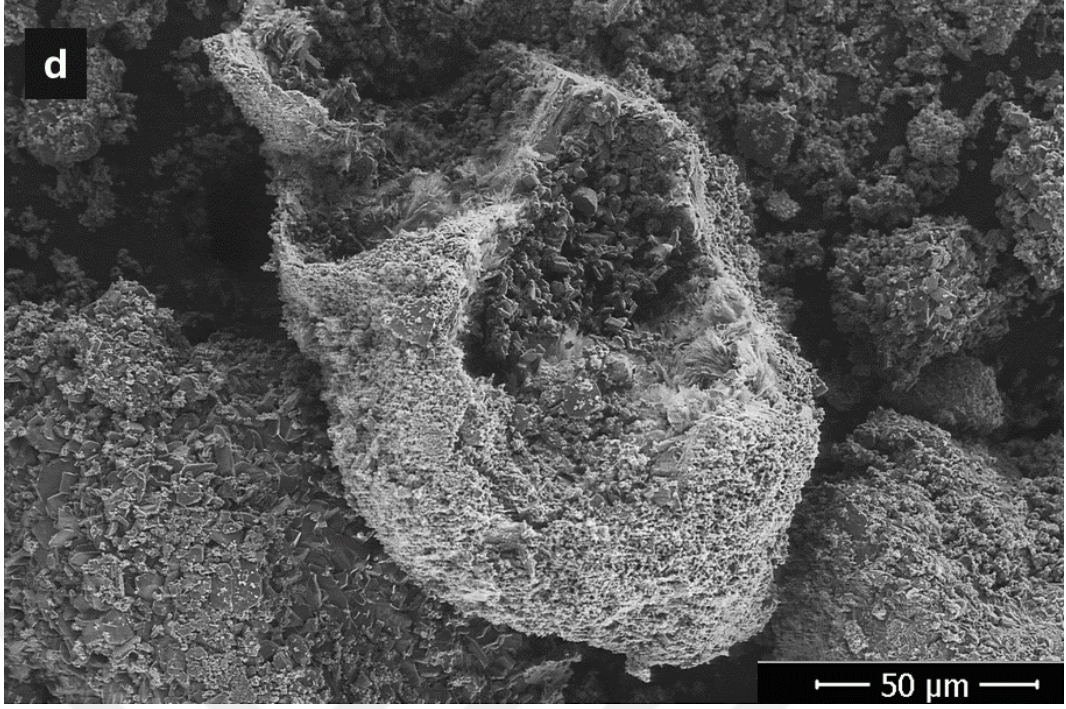
<b>Grup 4</b>	<b>KT12 (1:1:0,5)</b> <b>KT16 (1:1:1)</b> <b>KT17 (1:1:2)</b>	<b>Değişen Na<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub> oranları</b> <b>(TFA ve EG sabit)</b>
---------------	---	---

4. grup EG ve TFA bileşenlerinin sabit tutularak sodyum metasilikat yapısının değiştirilerek elde edilen yapıların özelliklerinin incelendiği gruptur. Bu noktadan sonra fiziksel ve kimyasal analizler sonrası silikat miktarına karar verilecek ve bu sabit silikat miktarı ile daha geliştirilmiş bir polimer yapısı sağlanacaktır.

##### *a) KT12- 1/1/0.5 (TFA/EG/ Na<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub>) oranları*







**Şekil 4.73:** KT12(1:1:0,5) SEM görüntüleri (a) 4  $\mu\text{m}$ 'de ölçeklendirilmiş SEM analizi görüntüsü (b) 5  $\mu\text{m}$ 'de ölçeklendirilmiş SEM analizi görüntüsü (c) 10  $\mu\text{m}$ 'de ölçeklendirilmiş SEM analizi görüntüsü (d) 50  $\mu\text{m}$ 'de ölçeklendirilmiş SEM analizi görüntüsü

**Kaynak:** Araştırmacı tarafından oluşturulmuştur.

**Tablo 4.30:** KT12(1:1:0,5) için EDX analizi

Element	Ağırlıkça %
C K	37.04
O K	53.12
Si K	9.83

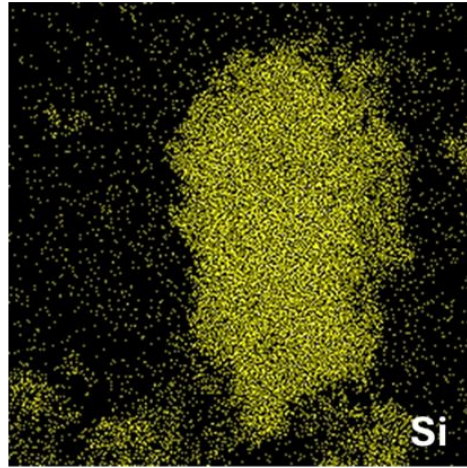
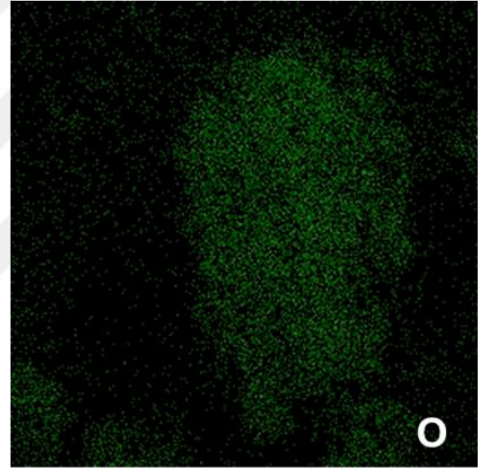
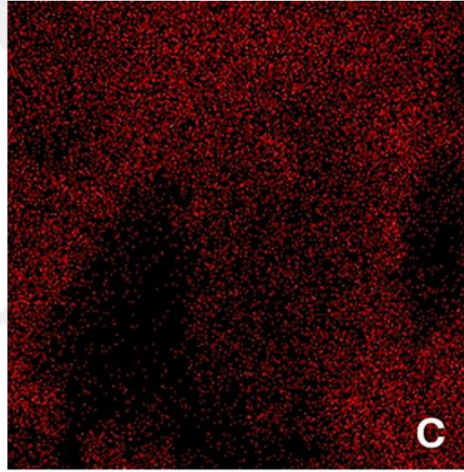
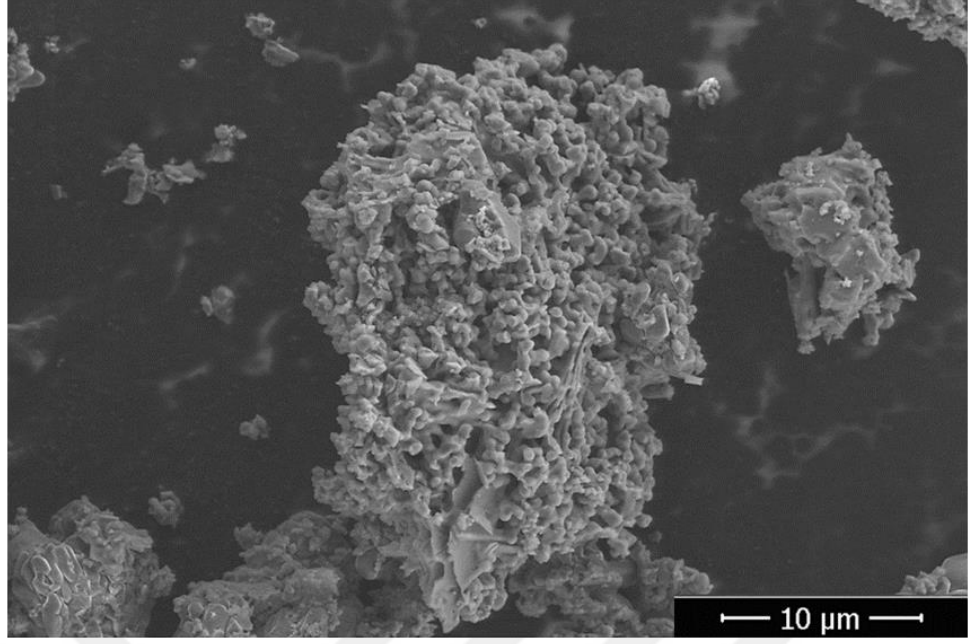
KT 12 için elde edilen SEM sonuçları daha önce araştırılmış ve analiz edilmiş olan KT19 ile benzerlik göstermektedir. Yapı oldukça kristal bir halde gözükmekte ve yakından bakıldığında keskin ve kayaç yapılar gözlenmektedir.

Organik polimerin yuvarlak şekilleri yerine oldukça sert ve rijit görünen bir fiziksel durum gözlenmektedir. Şekil 4.73'te SEM sonrası Tablo 4.30'da elde edilen EDX

sonuları ve ađırlıka atomik oranlar belirtilmektedir. Burada aslında ilk defa karbon miktarının %37 derecesinde kaldıđı ve oksijen miktarının %53 civarına geldiđi saptanmakla birlikte toplam silisyum oranı %10 civarındadır. Bu da muhtemelen termal dayanımının yükselmiş olduđu bir kompozit polimer yapısı olacaktır.

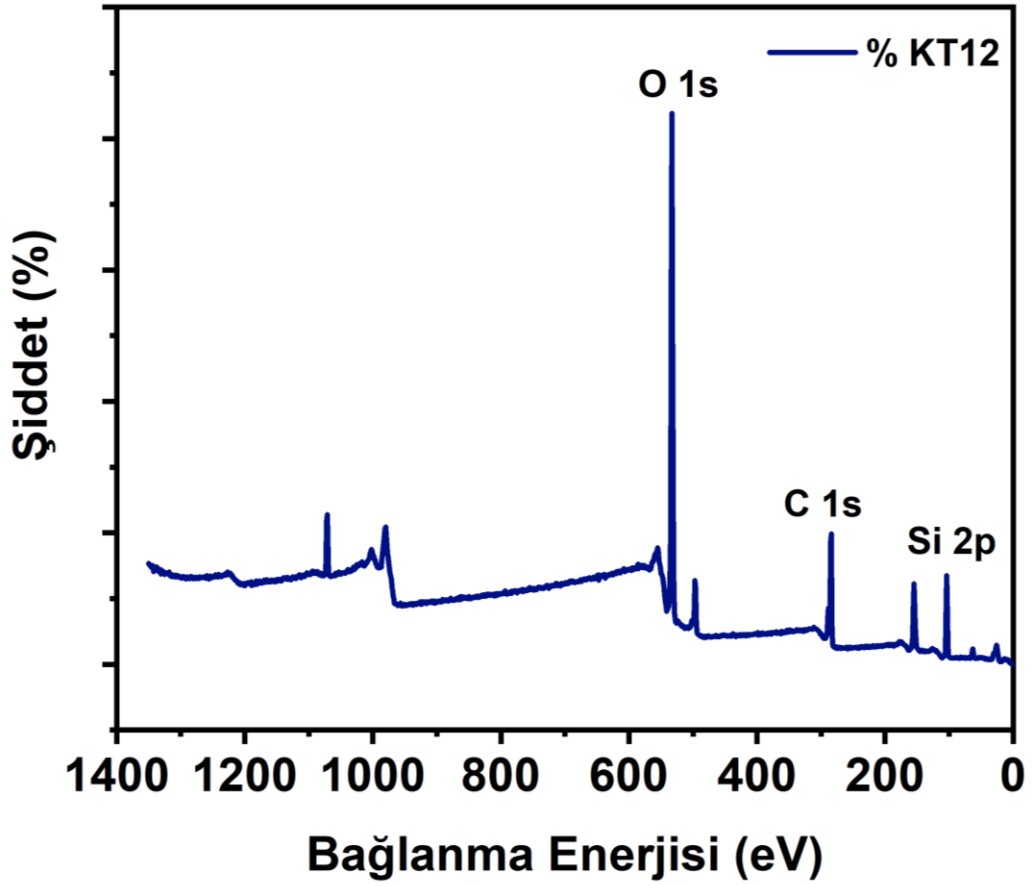
Organik polimerin yuvarlak şekilleri yerine oldukça sert ve rijit görünen bir fiziksel durum gözlenmektedir. Şekil 4.73'te SEM sonrası Tablo 4.30'da elde edilen EDX sonuçları ve ađırlıka atomik oranlar belirtilmektedir. Burada aslında ilk defa karbon miktarının %37 derecesinde kaldıđı ve oksijen miktarının %53 civarına geldiđi saptanmakla birlikte toplam silisyum oranı %10 civarındadır. Bu da muhtemelen termal dayanımının yükselmiş olduđu bir kompozit polimer yapısı olacaktır.





**Şekil 4.74:** KT12(1:1:0,5) kompozisyonu için elde edilen atomik analiz

**Kaynak:** Araştırmacı tarafından oluşturulmuştur.



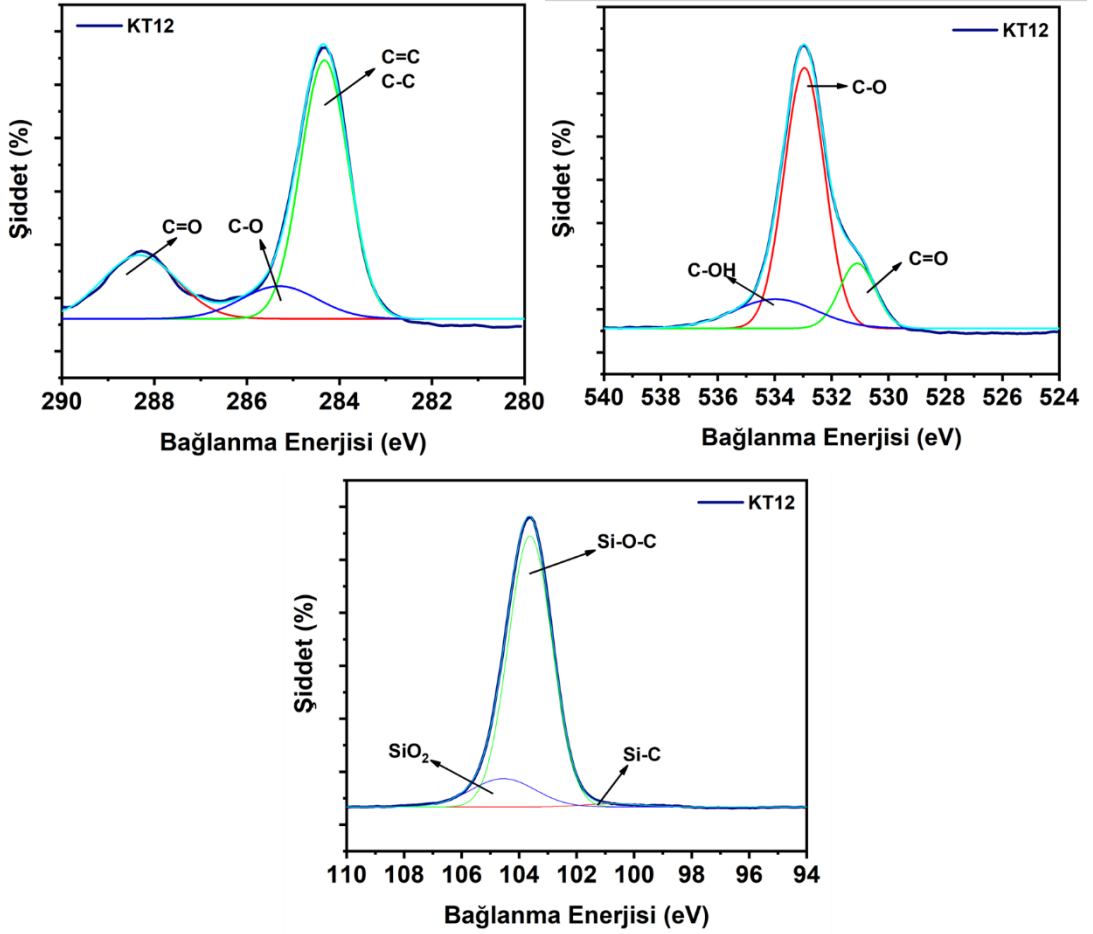
Şekil 4.75: KT12(1:1:0,5) geniş spektrumlu XPS analizi

**Kaynak:** Araştırmacı tarafından oluşturulmuştur.

**Tablo 4.31:** KT12(1:1:0,5) XPS yüksek çözünürlüklü pikleri

	O 1s	C 1s	Si 2p
<b>KT12 (1:1:0,5)</b>	532,96 eV	284,34 eV	103,65 eV

284,52 eV'de karbon-karbon çift bağları (C=C) ve karbon-karbon tek bağları (C-C) temsil edilmektedir. Bu enerji seviyesindeki pikler, PET yapısındaki alifatik ve aromatik karbon-karbon bağlarını doğrulamaktadır. 285,88 eV'de karbon-oksijen bağları (C-O) gözlemlenmiştir.



**Şekil 4.76:** KT12(1:1:0,5) için geniş spektrumlu XPS analizi C atomu, O atomu ve Si atomu dekonvülosyonu sonuçları

**Kaynak:** Araştırmacı tarafından oluşturulmuştur.

Bu, PET yapısındaki ester gruplarının varlığına işaret eder ve sodyum silikat ile yapılan sentezde oluşabilecek oksijen-karbon bağlanmalarını yansıtır. 288,10 eV'de karbonil grupları (C=O) bulunmaktadır. Bu pik, PET'in ester gruplarını ve olası yüzey oksidasyonlarını doğrulamaktadır.

531,24 eV'de karbonil grupları (C=O) gözlemlenmiştir. Bu enerji seviyesindeki pikler, PET yapısındaki ester gruplarını doğrular ve sodyum silikatın yüzey ile etkileşimini gösterir. 533,11 eV'de karbon-oksijen bağları (C-O) bulunmaktadır. Bu, PET yapısındaki oksijen içeren grupları ve silikatın PET yüzeyi ile oluşturduğu yeni bağları yansıtır. 533,95 eV'de hidroksil grupları (C-OH) tespit edilmiştir. Bu, yüzeydeki sodyum silikatın hidroksil grupları ile etkileşimini gösterir.

**Tablo 4.32:** KT12(1:1:0,5) için geniş spektrumlu XPS dekonvülosyon değerleri

Elementler	Oluşan Bağlar	Pik Değerleri (eV)
C 1s	C=C	284.2
	C=O	288.8
	C-O	285.3
O 1s	C-O	533.1
	C=O	531.2
	C-OH	533.9
Si 2p	Si-O	101.5
	SiO <sub>2</sub>	103.6
	Si-C	104.8

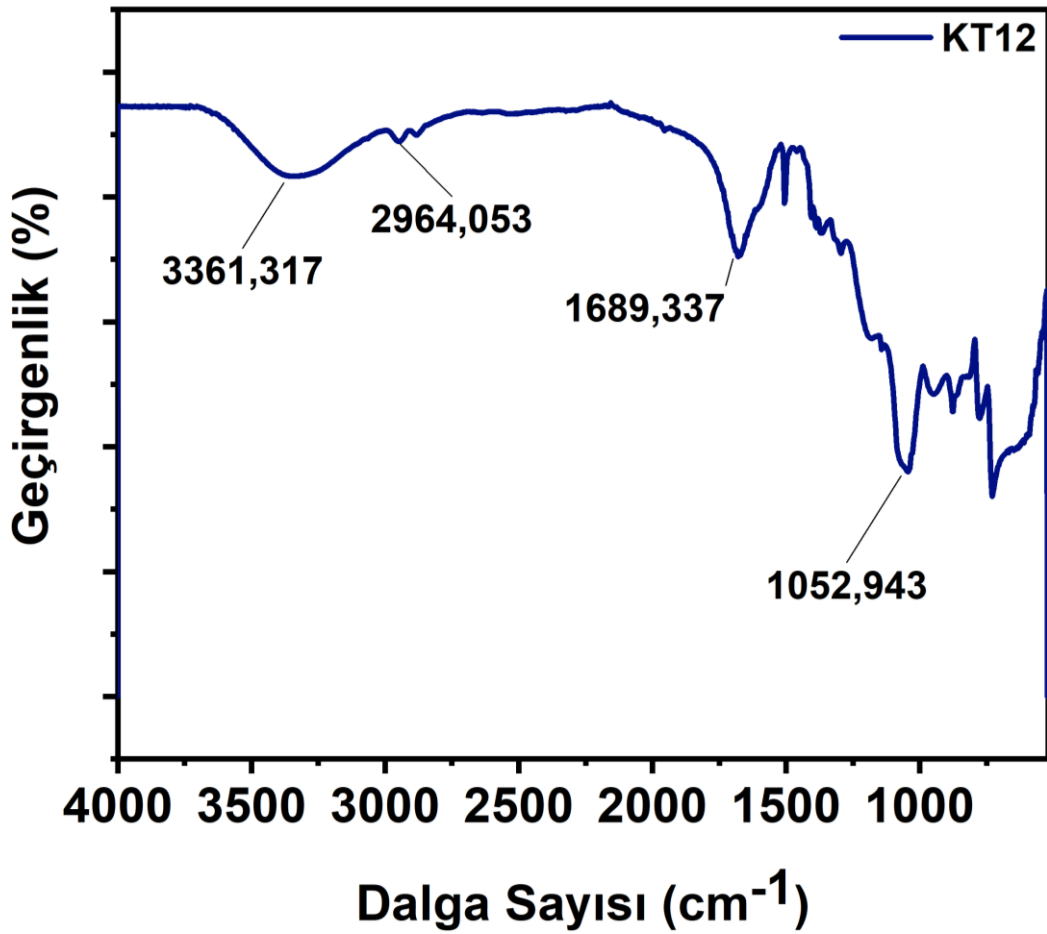
101,58 eV'de Si-O bağları, sodyum silikatın polimer yapısına entegrasyonunu gösterir. 103,65 eV ve 104,80 eV'deki pikler, polietilen tereftalat ve sodyum silikat arasında oluşan yeni bağları işaret eder.

Bu veriler, sodyum silikatın PET ile sentezlenmesi sonrasında yüzeyde oluşan kimyasal değişiklikleri ve fonksiyonel grupların varlığını doğrular niteliktedir. Özellikle silikatın yüzeydeki etkisi, oksijenin bağlanma durumlarındaki değişikliklerle birlikte gözlemlenmiştir. Bu, polimer matrisin yüzey kimyasının sodyum silikat ilavesi ile modifiye edildiğini göstermektedir. Bu sonuçlar, PET'in yüzey özelliklerinin, sodyum silikat katkısı ile nasıl değiştiğini ve bu değişimlerin kimyasal yapı ile uyumlu olduğunu ortaya koymaktadır.

XPS sonuçları analiz edildiğinde ve temel polimer olan KT40 ile karşılaştırıldığında daha önce de gözlenen karbonil ve hidroksil grupları için kaymalar tespit edilmiştir. Bu sonuçlara göre silikat yapısının karbonil grubu ile reaksiyonu mevcuttur ve aynı

zamanda sodyum metasilikat bazlı katılma ile hidroksil grupları için belirlenen oksijen pozisyonları da kayma göstermektedir. Bu da aslında beklenen bir sonuçtur.

KT12 için FT-IR analizi sonucunda,  $3350,01 \text{ cm}^{-1}$  pozisyonunda hidroksil gruplarının (-OH) varlığı saptanmıştır. Burada önceki yapılardan farklı olarak bu pik oldukça açık bir şekilde fark edilebilmektedir. Sodyum metasilikat miktarı aslında sağlanan en az değerde olmasına rağmen bu pikin gözlenme nedeni muhtemelen EEG polimerizasyonuna göre daha az yapıya katılmış olmasındandır. Dolayısı ile -OH piki suyla beraber saptanır. Bu aynı zamanda kondenzasyonun da çok iyi gerçekleşmemiş olduğunu gösterir.



**Şekil 4.77:** KT12(1:1:0,5) sentezinin FT-IR spekturumu

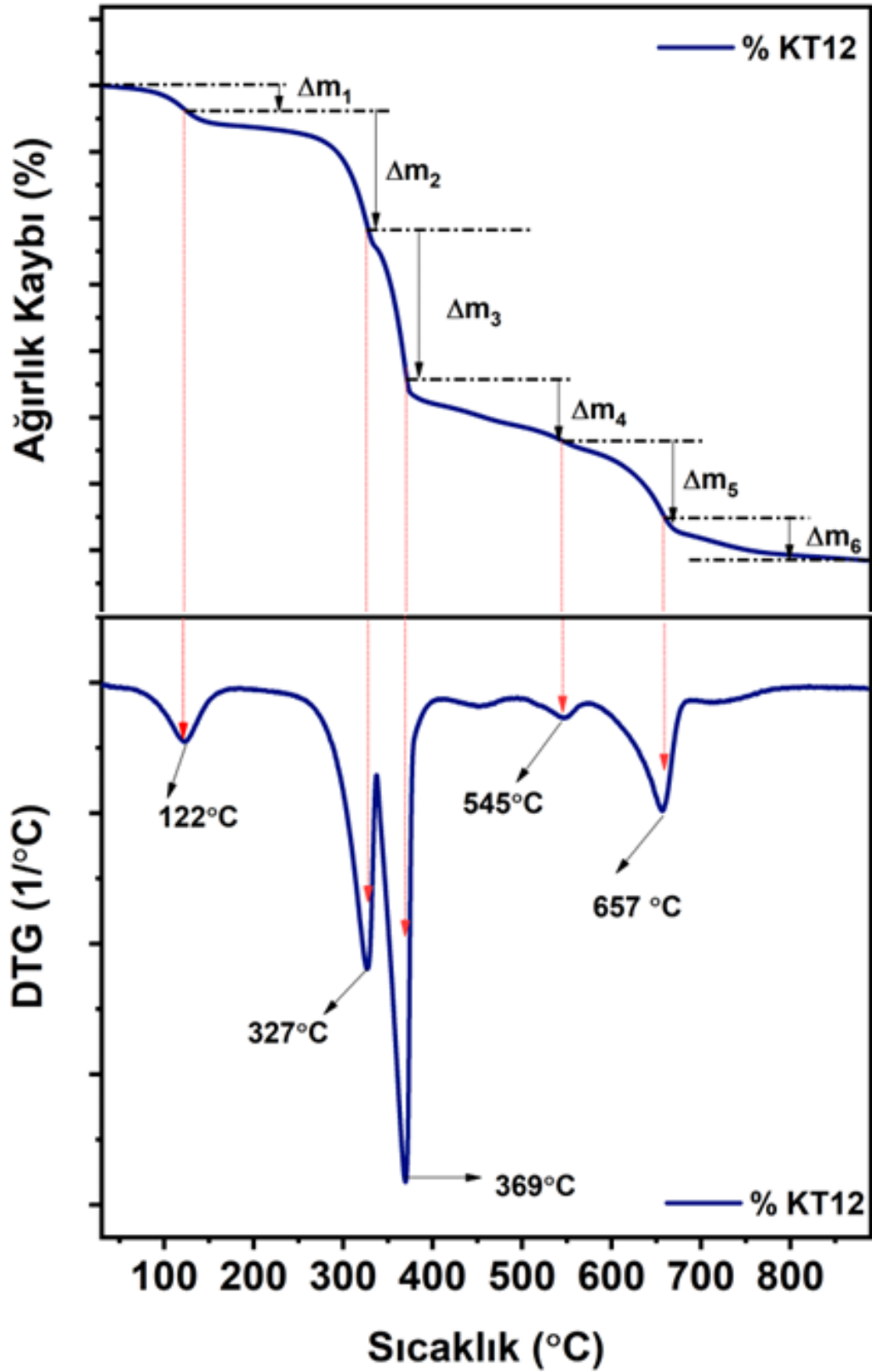
**Kaynak:** Araştırmacı tarafından oluşturulmuştur.

Yapı hidrofilik bir karakterde olacaktır.  $2945,65 \text{ cm}^{-1}$ , alifatik C-H bağlarının gerilmesine ait pik olarak bilinir, özellikle metil (-CH<sub>3</sub>) ve metilen (-CH<sub>2</sub>-) gruplarının varlığını gösterir.  $2882,32 \text{ cm}^{-1}$ : yine alifatik C-H bağlarına ait bir gerilme pikidir.

Özellikle metil grubunun varlığını işaret edebilir ve moleküler yapıdaki karbonhidratlar gibi bileşiklerde sıkça görülür. 1679,54  $\text{cm}^{-1}$  pozisyonu karbonil (C=O) gruplarına ait gerilme pikidir. Ester veya keton gibi karbonil içeren bileşiklerde belirgin olarak gözlemlenir. 1505,35  $\text{cm}^{-1}$  aromatik yapıdaki C=C bağlarının gerilme pikidir. Aromatik bileşiklerde, özellikle benzen halkasında bu tür bir titreşim belirgindir. 1365,70  $\text{cm}^{-1}$  temel olarak metil grubunun C-H bükülme pikidir. Metil grupları içeren bileşiklerde görülür, örneğin metan veya metil alkollerde. 1044,58  $\text{cm}^{-1}$  C-O bağlarının gerilme pikidir, özellikle alkoksil veya alkil aril eterlerde gözlemlenir. Bu tür bağlar, alkollerin ve eterlerin kimyasal yapılarında bulunur. 948,88  $\text{cm}^{-1}$ , 876,49  $\text{cm}^{-1}$ , 776,26  $\text{cm}^{-1}$ , 728,58  $\text{cm}^{-1}$  pozisyonları aromatik halkaların C-H bükülme piklerini ifade eder. Aromatik bileşiklerde, özellikle benzen veya türevlerinde bu tür titreşimler sıkça görülür. 1052  $\text{cm}^{-1}$ 'deki pik Si-O varlığını açıkça ortaya koyar.

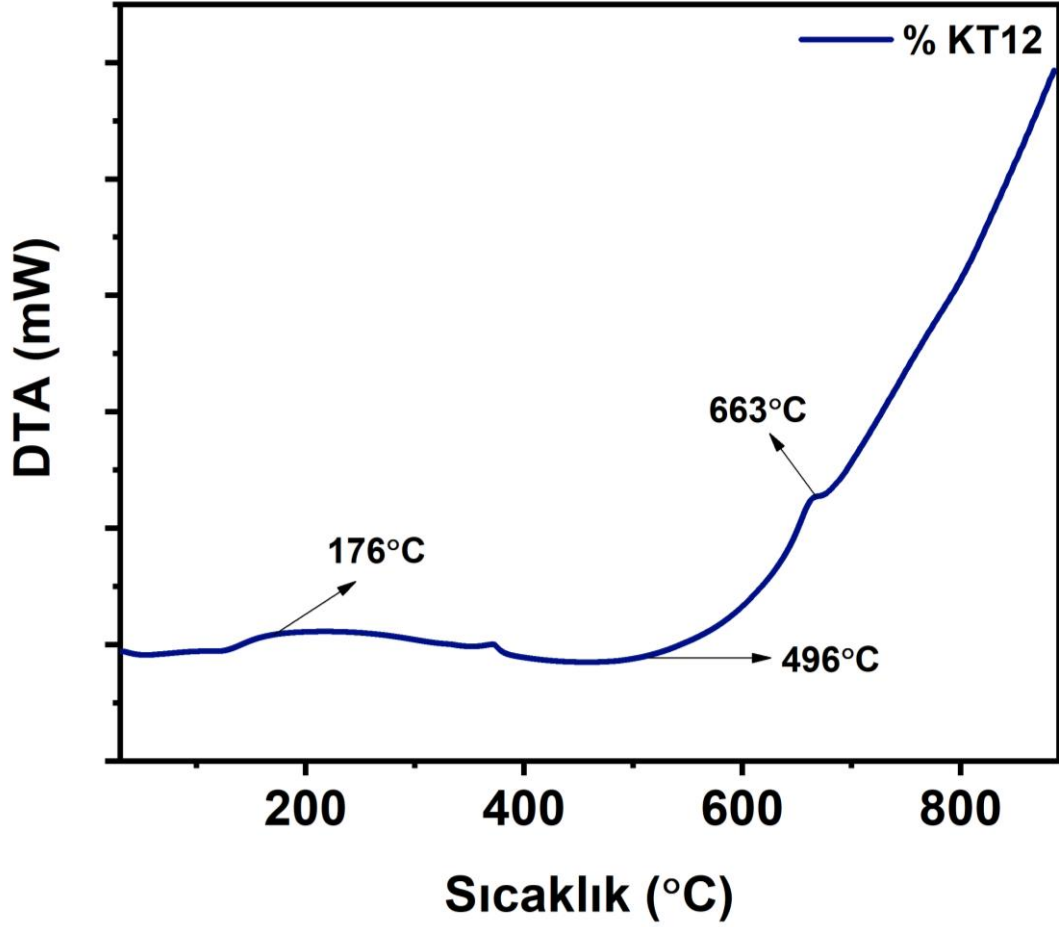
**Tablo 4.33:** KT12(1:1:0,5) termal ağırlık kaybı toplamı

KT19	Ağırlıkça %
$\Delta m_1$	3,94
$\Delta m_2$	17,69
$\Delta m_3$	22,82
$\Delta m_4$	9,16
$\Delta m_5$	11,5
$\Delta m_6$	5,93
Toplam	71,04



Şekil 4.78: KT12(1:1:0,5) için termal bozunma eğrisi ve diferansiyeli

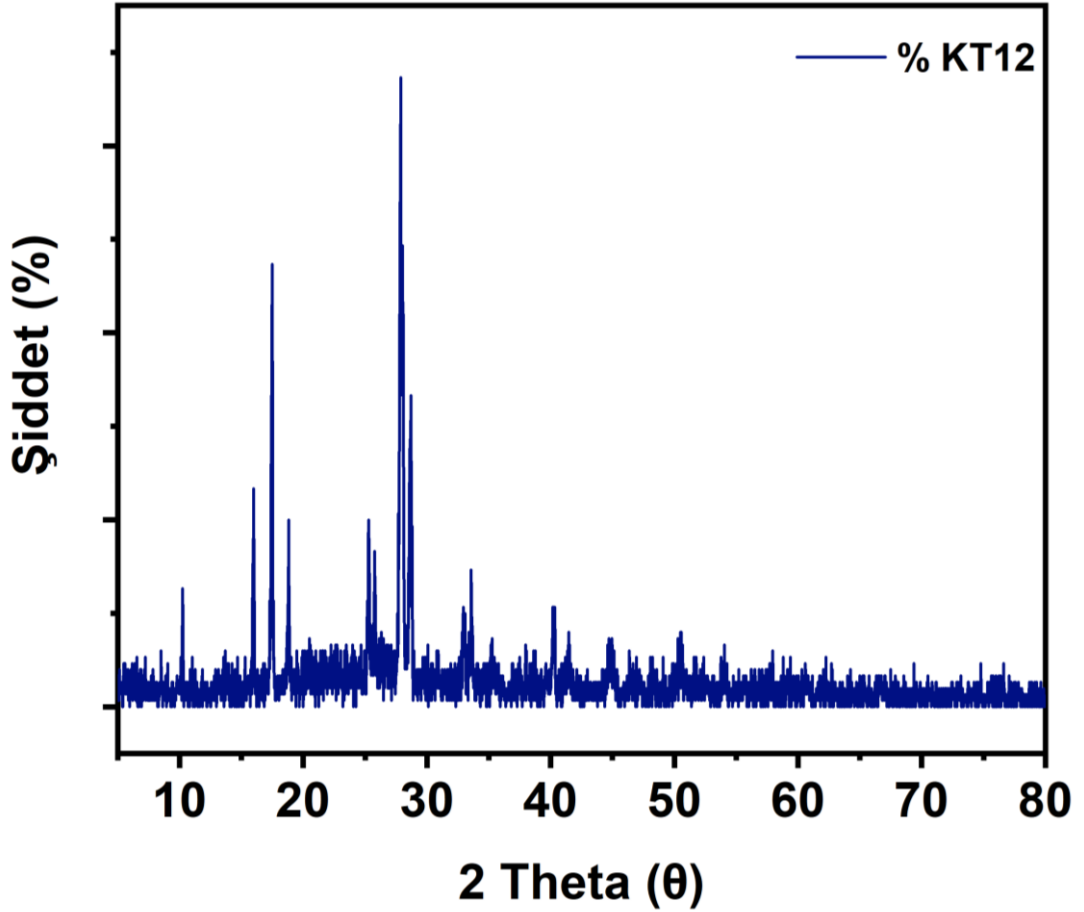
**Kaynak:** Araştırmacı tarafından oluşturulmuştur.



Şekil 4.79: KT12(1:1:0,5) için DTA spekturumu

**Kaynak:** Araştırmacı tarafından oluşturulmuştur.

KT12 için TG-DTG analizleri sodyum metasilikat ilavesinin bu en az olduğu oranda bzie daha önceki analizlerle beraber şunu belirtmektedir ki, ilk aşamada su molekülleri 122 derecede uzaklaşmaktadır. Daha sonra beklendiği gibi 3 ilave bozunma bölgesi vardır. Bu bölgelerden kütlece ayrılan kısımlar sodyum metasilikat içeren diğer yapıalra benzemekle birlikte sadece şekilsel olarak farklılaşır. İkinci bölgedeki çok çabuk bozunma aslında termal olarak istenen bir düzeyde dayanım sağlanamadığını belirtmektedir. Bu da muhtemelen EG miktarının neredeyse tamamının TFA ile reaksiyonun sodyum metasilikat bileşeninin yeterince aktif bir rol oynayamadığını ve yapıya istenildiği gibi güçlüce bağlanamadığını gösterir.



Şekil 4.80: KT12(1:1:0,5) XRD difraktogramı

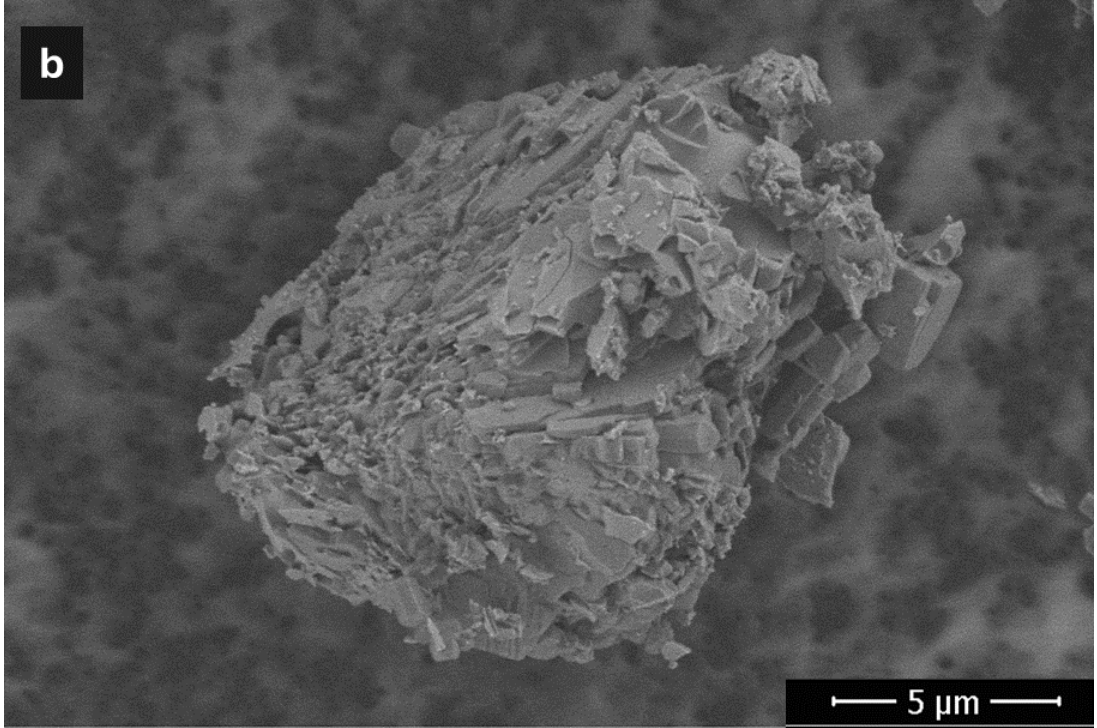
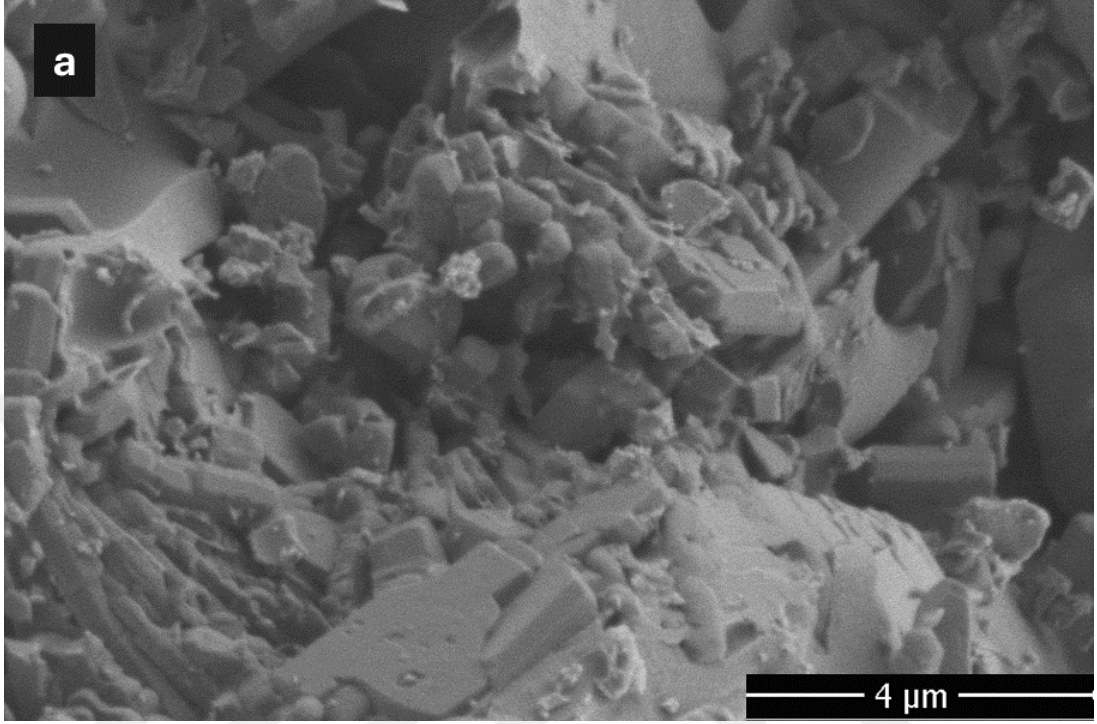
**Kaynak:** Araştırmacı tarafından oluşturulmuştur.

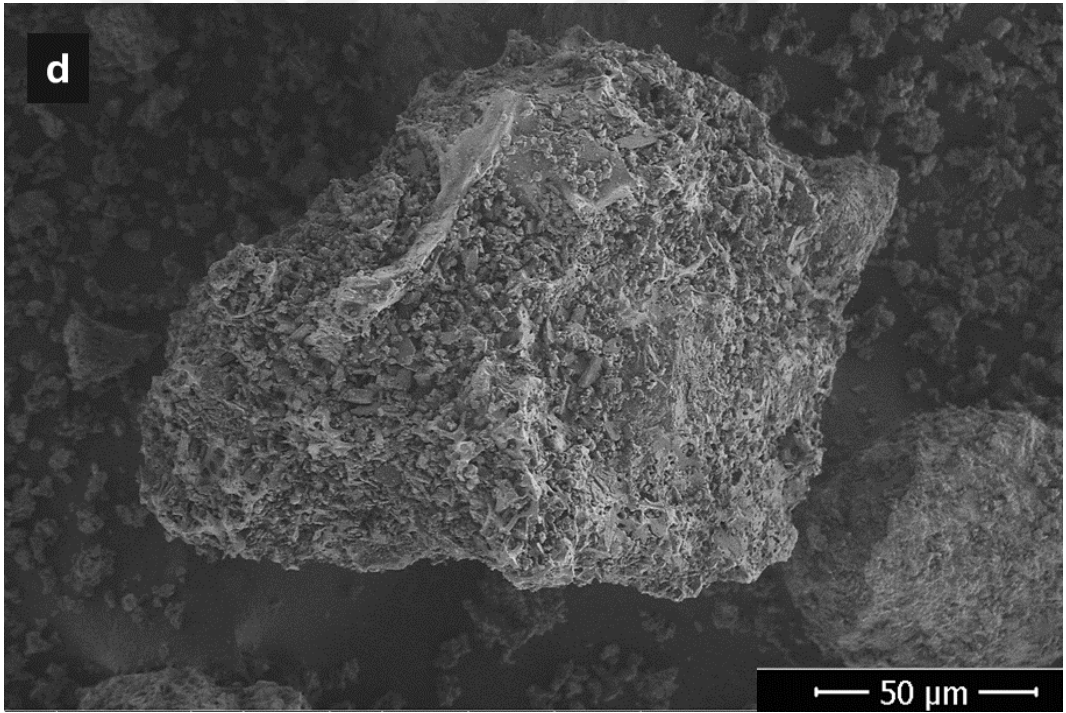
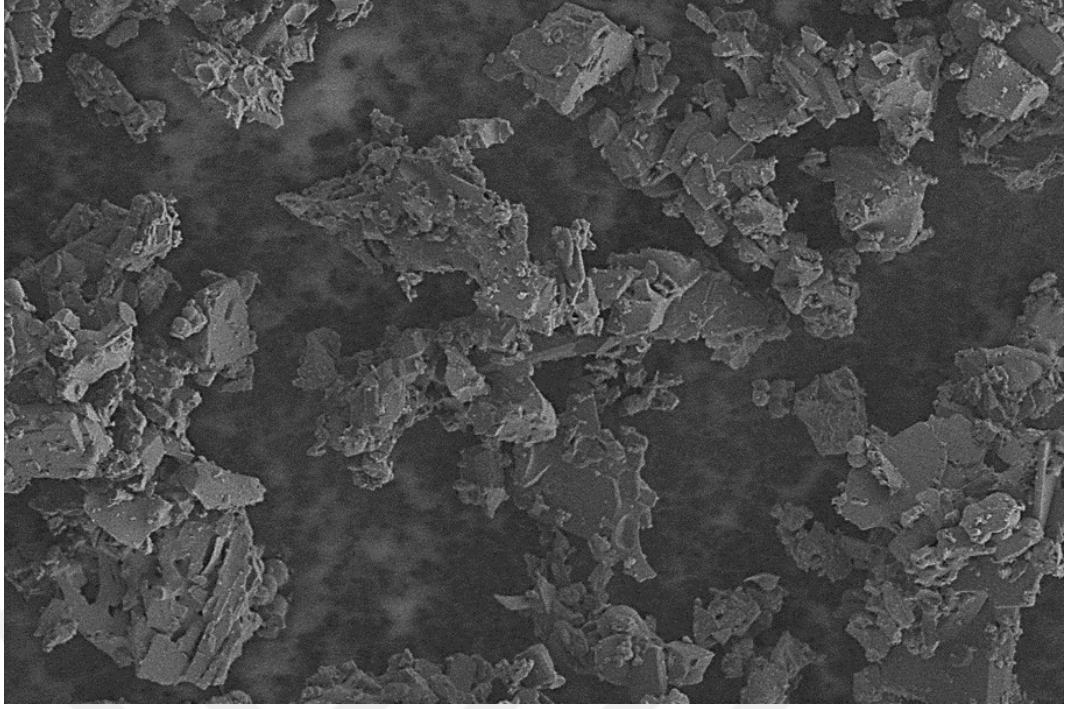
KT 12 için gerçekleştirilen XRD analizi daha önce siliakt eklenmiş yapılarda olduğu gibi bazı benzerlikleri taşımaktadır. Polietilen tereftalat (PET) ve sodyum silikatın sentezi sonucu elde edilen malzemenin XRD analizinde elde edilen pikler aşağıdaki gibidir: 10,24°, 17,48°, 18,82°, 25,3°, 27,88°, 33,58° ve 40,18° (2  $\theta$  olarak). Bu verilerin detaylı bir şekilde bilimsel dille değerlendirilmesi aşağıdaki gibi olabilir: 10,24° bu pik, malzemenin düşük açılı kristal yapısal özelliklerini yansıtabilir. 17,48° ve 18,82° pikleri farklı fazlar içindir. 25,3° ve 27,88° pozisyonundaki belirgin pikler, malzemenin özelliklerinin anlaşılmasında önemli olabilir. Bu açılardaki pikler, yapısal değişikliklerin veya faz geçişlerinin işaretçisi olarak görülür. 33,58° ve 40,18° yüksek açılı pikler genellikle daha belirgin yapısal özellikleri temsil eder.

**b) KT16- 1/1/1 (TFA/EG/Na<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub>) oranları**

Bu polimer daha önce analiz edilmiştir.

**c) KT17- 1/1/2 (TFA/EG/Na<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub>) oranları**





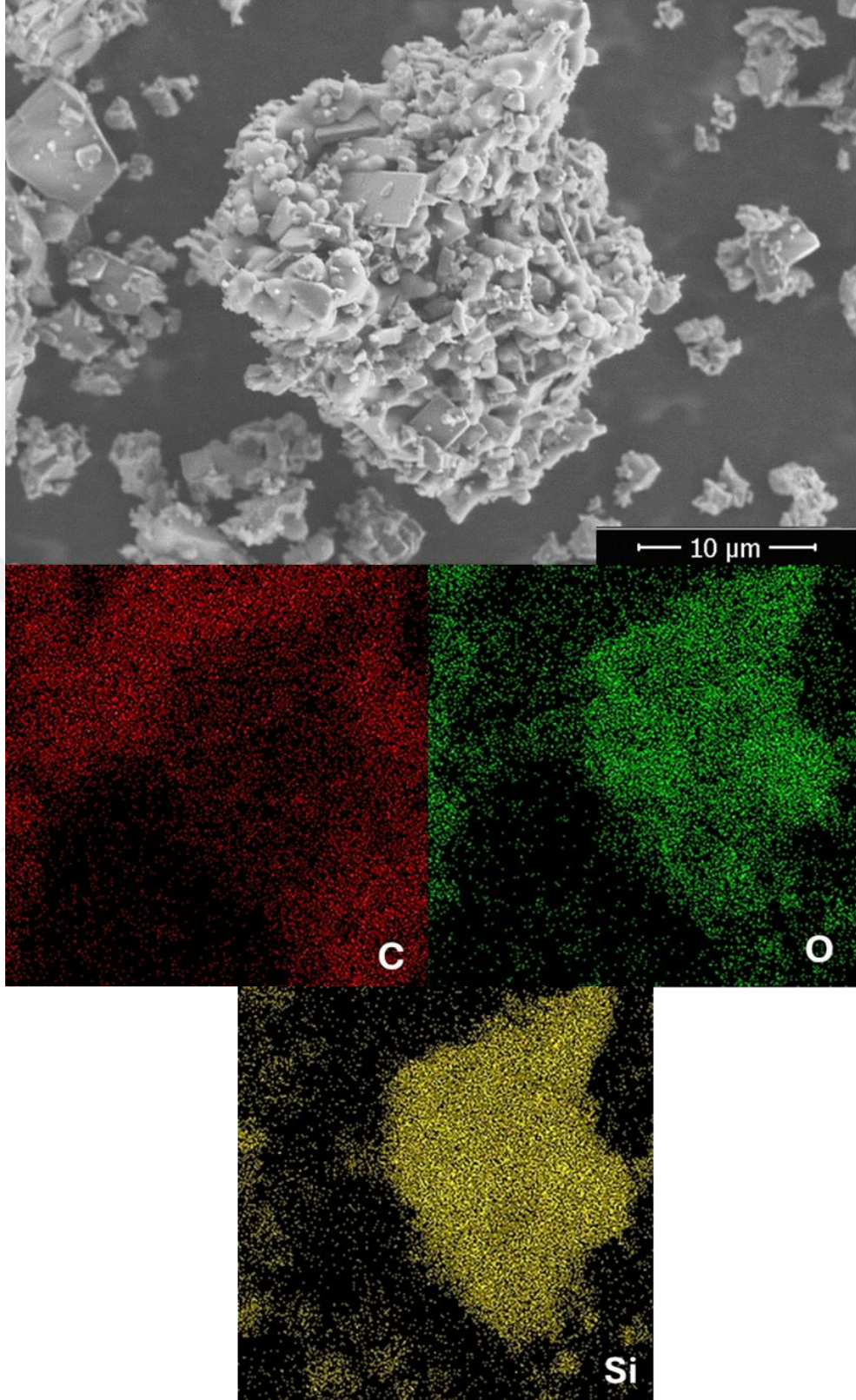
**Şekil 4.81:** KT17(1:1:2) SEM görüntüleri (a) 4  $\mu\text{m}$ 'de ölçeklendirilmiş SEM analizi görüntüsü (b) 5  $\mu\text{m}$ 'de ölçeklendirilmiş SEM analizi görüntüsü (c) 10  $\mu\text{m}$ 'de ölçeklendirilmiş SEM analizi görüntüsü (d) 50  $\mu\text{m}$ 'de ölçeklendirilmiş SEM analizi görüntüsü

**Kaynak:** Araştırmacı tarafından oluşturulmuştur.

**Tablo 4.34:** KT17 (1:1:2) için EDX analizi

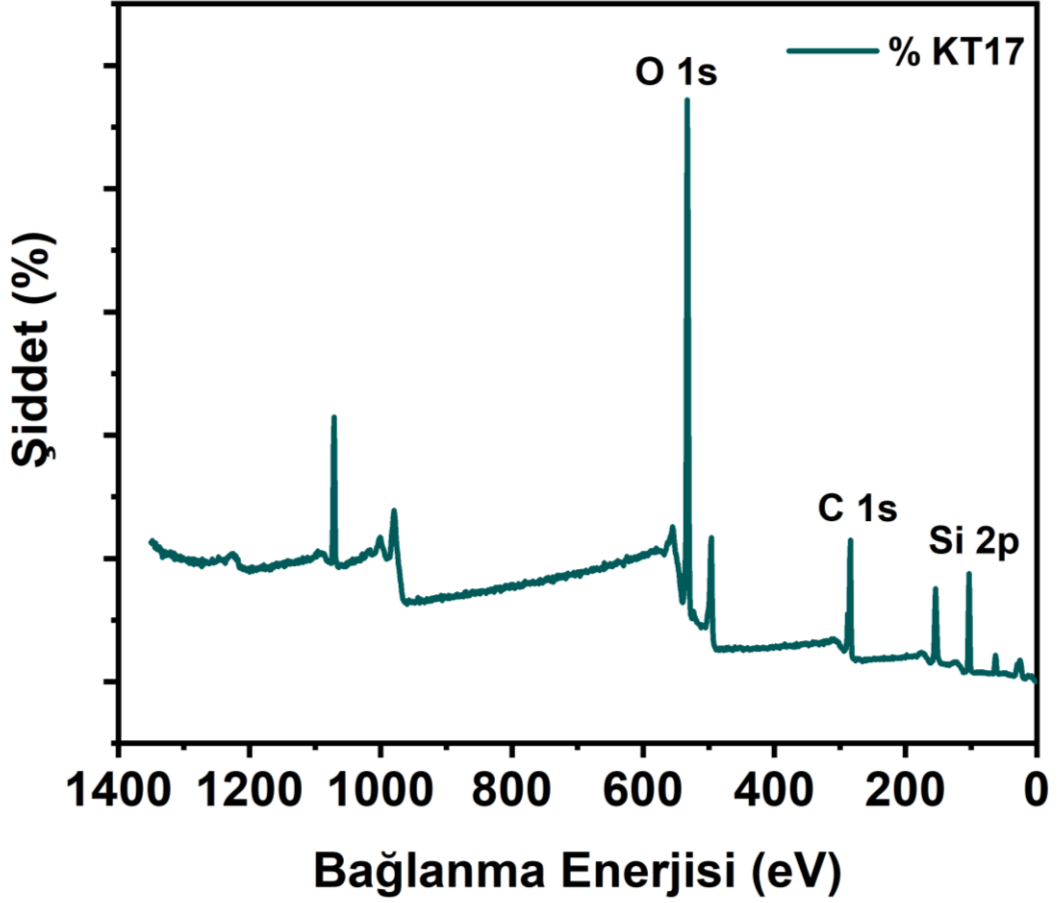
Element	Ağırlıkça %
C K	23,64
O K	50,48
Si K	25,88

KT 17 şimdiye dek kullanılan en yüksek sodyum metasilikat değerine sahiptir. SEM analizine göre KT17 yapısı artık organik polimer özelliklerini gözle görülür bir şekilde değiştirmiştir. Yapı oldukça parlak bir görünümde. Bu da yapının inorganik içeriği yüksek olduğu için herhangi bir yanma gerçekleşmediğini ve yapının kullanılan elektron demetlerinden etkilenmediğini açıkça ortaya koyar. Artık tamamen silikat yapısından doğan rijit yapı tamamen görünür durumdadır. Yüzeyde katı partiküler yapı gözlenir. Aglomere olan yapılar küresel olmak yerine şekilsiz kayaçlar tipinde gözlenmektedir.



**Şekil 4.82:** KT17(1:1:2) kompozisyonu için elde edilen atomik analiz

**Kaynak:** Araştırmacı tarafından oluşturulmuştur.



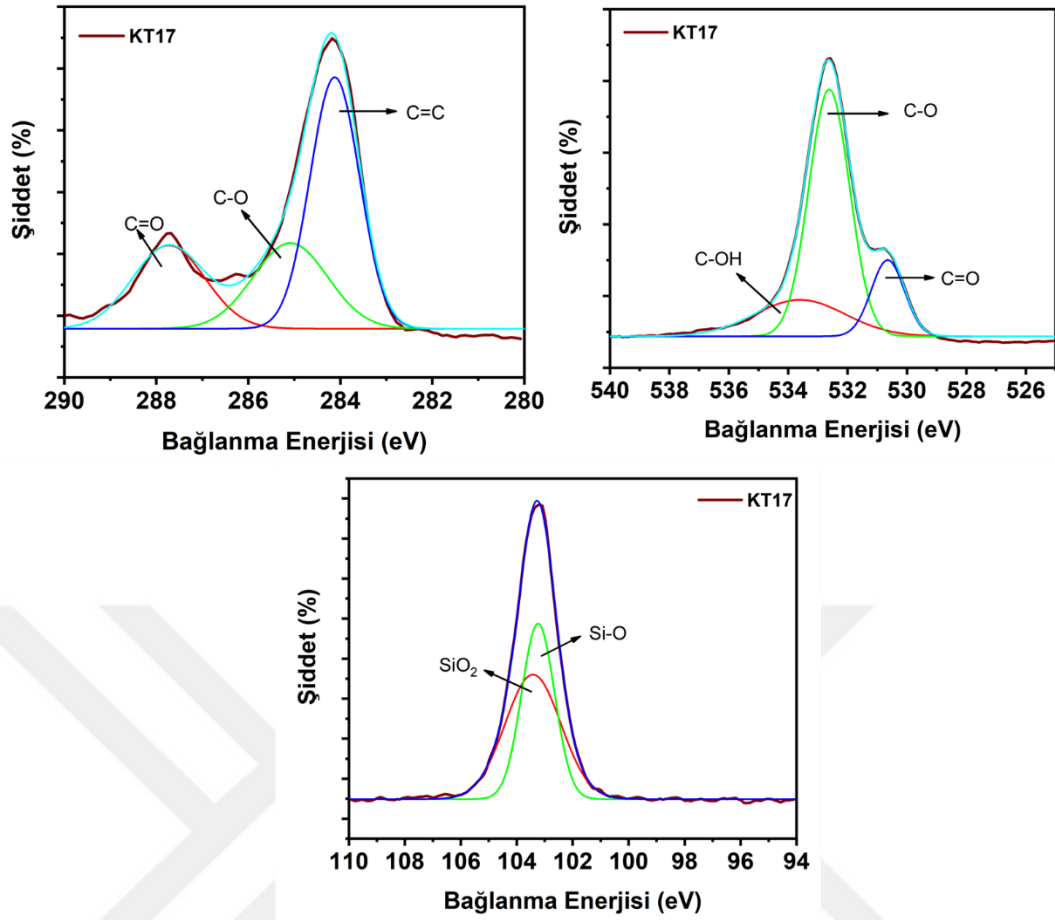
Şekil 4.83: KT17(1:1:2) geniş spektrumlu XPS analizi

**Kaynak:** Araştırmacı tarafından oluşturulmuştur.

**Tablo 4.35:** KT17(1:1:2) XPS yüksek çözünürlüklü pikleri

	O 1s	C 1s	Si 2p
KT17 (1:1:2)	532,63 eV	284,19 eV	103,28 eV

KT17 için XPS ve yüksek çözünürlüklü XPS sonuçları Şekil 4.83’de verilmiştir. Bu yapıda da temel olarak hidroksil grubu kayması ve karbonil grubu oksijen ve karbon yapısı için kayma KT ile karşılaştığında mevcuttur.



**Şekil 4.84:** KT17(1:1:2) için geniş spektrumlu XPS analizi C atomu, O atomu ve Si atomu dekonvülosyonu

**Kaynak:** Araştırmacı tarafından oluşturulmuştur.

Silikat spektrumu, sodyum silikatın yapısındaki Si-O bağlarının varlığını ve potansiyel oksidasyon durumlarını göstererek malzemenin yüzey kimyası üzerindeki etkilerini detaylı bir şekilde ortaya koymaktadır. Bu analizler, sentezlemeden elde edilen malzemenin kimyasal yapısının beklenildiği gibi olduğunu ve XPS verilerinin PET ve sodyum silikatın entegrasyonunu başarılı bir şekilde yansıttığını göstermektedir. 287,71 eV pik, olası karbonil gruplarını (C=O) göstermekte ve ester fonksiyonlarının varlığını indicate etmektedir. Polietilen tereftalatın yapısında bulunan karbonil gruplarının, polimerizasyon sonrası yüzeydeki değişiklikleri yansıttığı düşünülmektedir. 285,08 eV başarılı bir şekilde C-C ve C-O bağlarını temsil etmekte olup, PET ve sodyum silikatın birlikte sentezlenmesinde bu bağların kritik rol oynadığına işaret etmektedir. 284,10 eV pik ise, aromatik ve alifatik bağların varlığını gösteren bir ölçüttür ve polimerin temel yapısını oluşturan aromatik halkaları yansıtır.

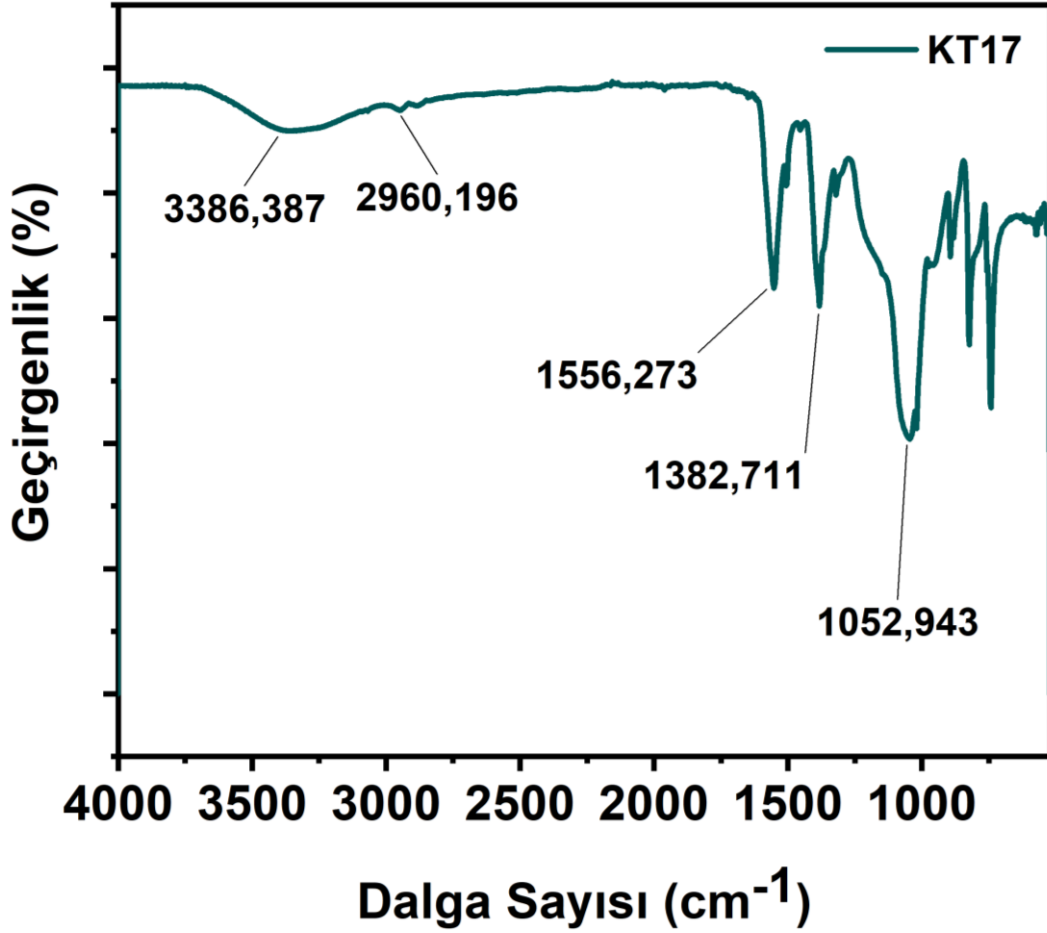
**Tablo 4.36:** KT17(1:1:2) için geniş spektrumlu XPS dekonvülosyonu değerleri

Elementler	Oluşan Bağlar	Pik Değerleri (eV)
C 1s	C=C	285.8
	C=O	287.7
	C-O	285.8
O 1s	C-O	532.9
	C=O	530.7
	C-OH	533.9
Si 2p	Si-O	103.4
	SiO <sub>2</sub>	103.1

530,78 eV pik, ester gruplarındaki karbonil oksijenini (C=O) temsil etmekte olup, polietilen tereftalatın yapısındaki stabil bir bileşeni ifade eder. Karbonil yapılarının varlığı, polimerin kimyasal stabilitesini doğrudan etkiler. 532,97 eV pik, C-O bağlarını göstermektedir ve malzemenin oksijen içeriği hakkında bilgi verir. Bu bağların durumları, PET'nin kimyasal özelliklerinin yanı sıra, yüzeydeki işlenebilirliğin belirlenmesinde önemli rol oynamaktadır. 533,94 eV olası hidroksil gruplarını (C-OH) veya yüzeydeki suyun varlığını gösterir. Bu pik, yüzeydeki nemin ve oksidasyona uğramış alanların varlığını işaret edebilir.

103,44 eV: Bu pik, Si-O bağlarını temsil eder ve sodyum silikatın yapısındaki temel bileşeni ortaya koyar. Bu bağlar, sodyum silikatın genel yapısal bütünlüğü için kritik öneme sahiptir. 103,18 eV: Bu enerji değeri, daha karmaşık silikat yapılarına işaret edebilir. Yüksek oksidasyon durumlarındaki silisyum atomları veya polimerize olmuş silikatlar bu noktada vurgulanmaktadır. KT17 örneği üzerine yapılan XPS analizi, polietilen tereftalat ve sodyum silikatın başarılı bir şekilde sentezlendiğini doğrulamaktadır. Karbon spektrumu, sodyum silikat ile PET yapısının birleşimiyle

oluşan özel bağların varlığını ortaya koymaktadır. Oksijen spektrumu, bu grupların bağlanma durumunu ve yüzeydeki oksidatif özellikleri göstermektedir.



Şekil 4.85: KT17(1:1:2) sentezinin FT-IR spektrumu

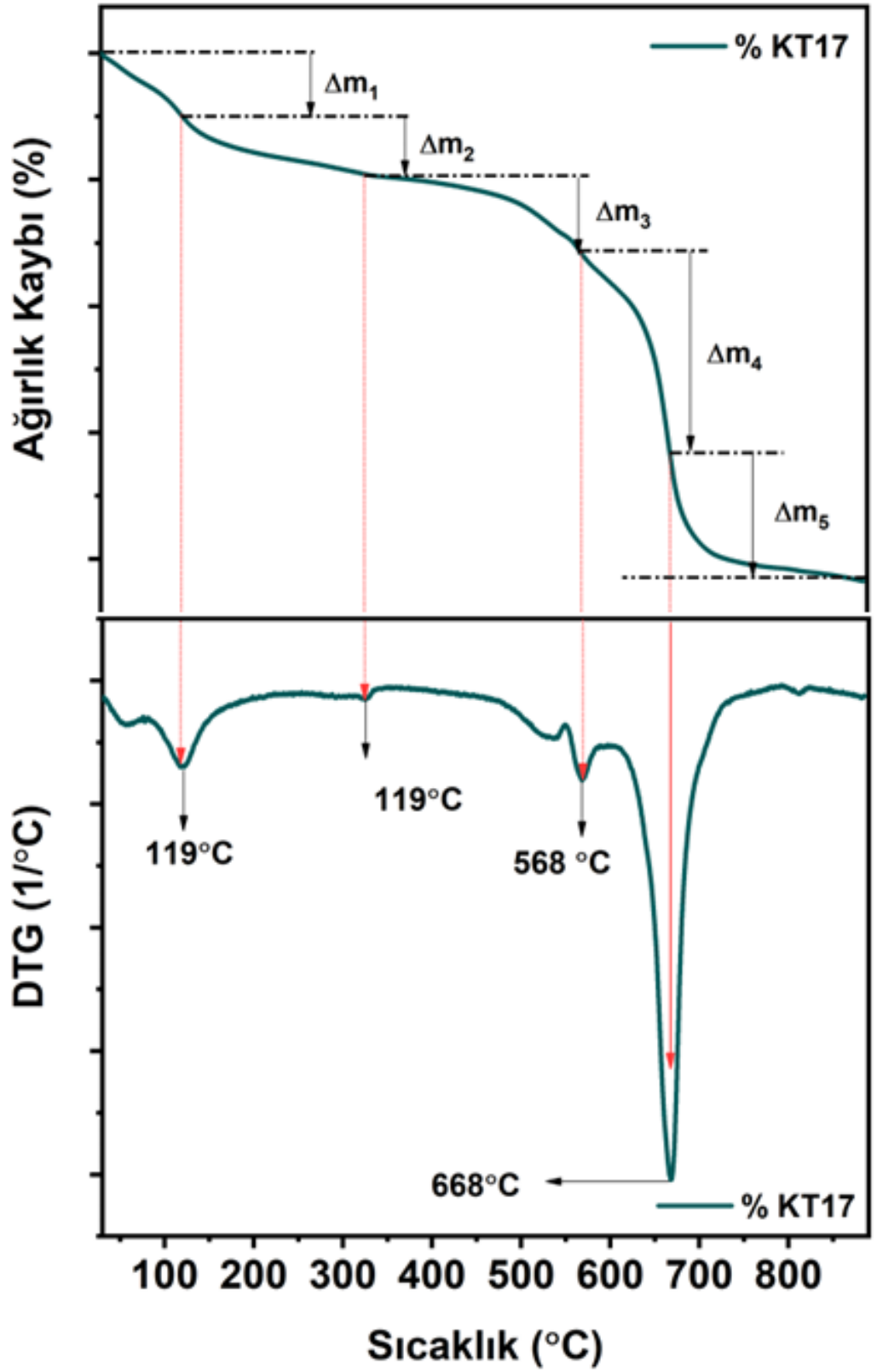
**Kaynak:** Araştırmacı tarafından oluşturulmuştur.

KT17 için elde edilen FT-IR spektrumu Şekil 4.84'te verilmiştir. Bu spektruma göre ilk gözlenen nokta -OH pikleridir 3359,90 cm<sup>-1</sup> pozisyonunda muhtemelen sodyum metasilikat içindeki hidroksil gruplarının (-OH) O-H gerilme pikini göstermektedir. Bu pik, malzemenin içindeki su veya hidroksil gruplarının varlığını belirtmektedir. EG miktarı eşdeğer olduğundan bu ayrıca kondenzasyonun tamamlanmadığını ve muhtemelen TGA da su piklerinin de olacağını belirtir. Alifatik C-H gerilme pikleri, özellikle 2948,81 cm<sup>-1</sup> ve 2875,99 cm<sup>-1</sup> dalga numaralarında belirginleşmektedir. Bu pikler, PET'in metil ve metilen gruplarının varlığını ve moleküler yapısını yansıtmaktadır. 1659,78 cm<sup>-1</sup> pozisyonun C=O gerilme pikleri, PET'in ester gruplarından kaynaklanmaktadır ve bu bölgede birden fazla pik bulunmaktadır. Bu durum, PET'in yapısal çeşitliliğini ve farklı bağlanma şekillerini göstermektedir.

Muhtemelen silikat ile olan esterleşmenin de bölgesidir. Aromatik C=C gerilme pikleri ise 1571,50  $\text{cm}^{-1}$  ve 1505,04  $\text{cm}^{-1}$  aralığında belirginleşmektedir, bu da PET'in aromatik halkalarının varlığını işaret etmektedir. Sodyum metasiliaktın şimdiye kadarki en yüksek bu ilavesinde 1036,19  $\text{cm}^{-1}$  pozisyonunda Si-O-Si asimetrik gerilme pikleri ve 1372,91  $\text{cm}^{-1}$  pozisyonunda C-O-C asimetrik gerilme pikleri mevcuttur. Ayrıca, 961,90  $\text{cm}^{-1}$ , 879,14  $\text{cm}^{-1}$  ve 779,78  $\text{cm}^{-1}$  pozisyonları Si-O gerilme pikleri belirgindir. Bu pikler, sodyum silikatın kompozit içindeki varlığını ve katkısını açıkça ortaya koymaktadır. Son olarak, 730,19  $\text{cm}^{-1}$  dalga numarasındaki pik, KT17 için önemli bir karakteristik pik olarak öne çıkmaktadır.

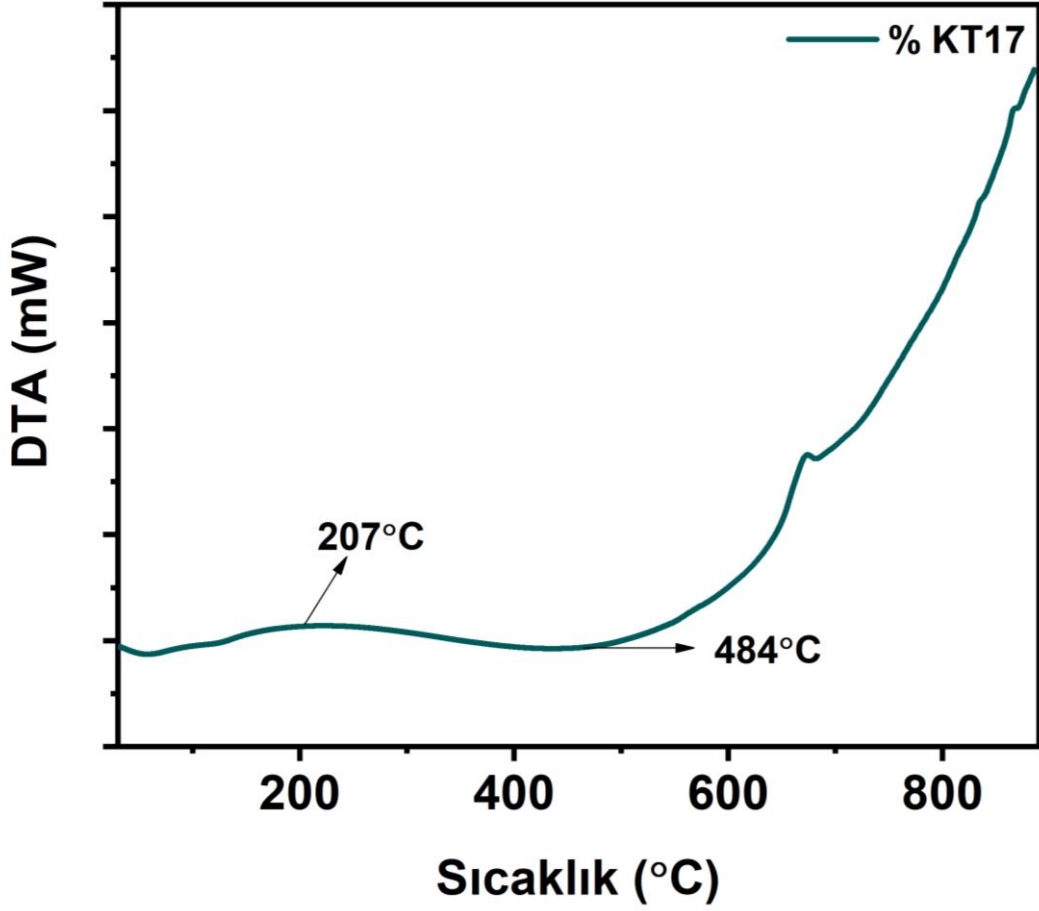
**Tablo 4.37:** KT17(1:1:2) termal ağırlık kaybı toplamı

Element	Ağırlıkça %
$\Delta m_1$	5,17
$\Delta m_2$	4,38
$\Delta m_3$	6,39
$\Delta m_4$	15,63
$\Delta m_5$	10,09
Toplam	41,66



Şekil 4.86: KT17(1:1:2) için termal bozunma eğrisi ve diferansiyeli

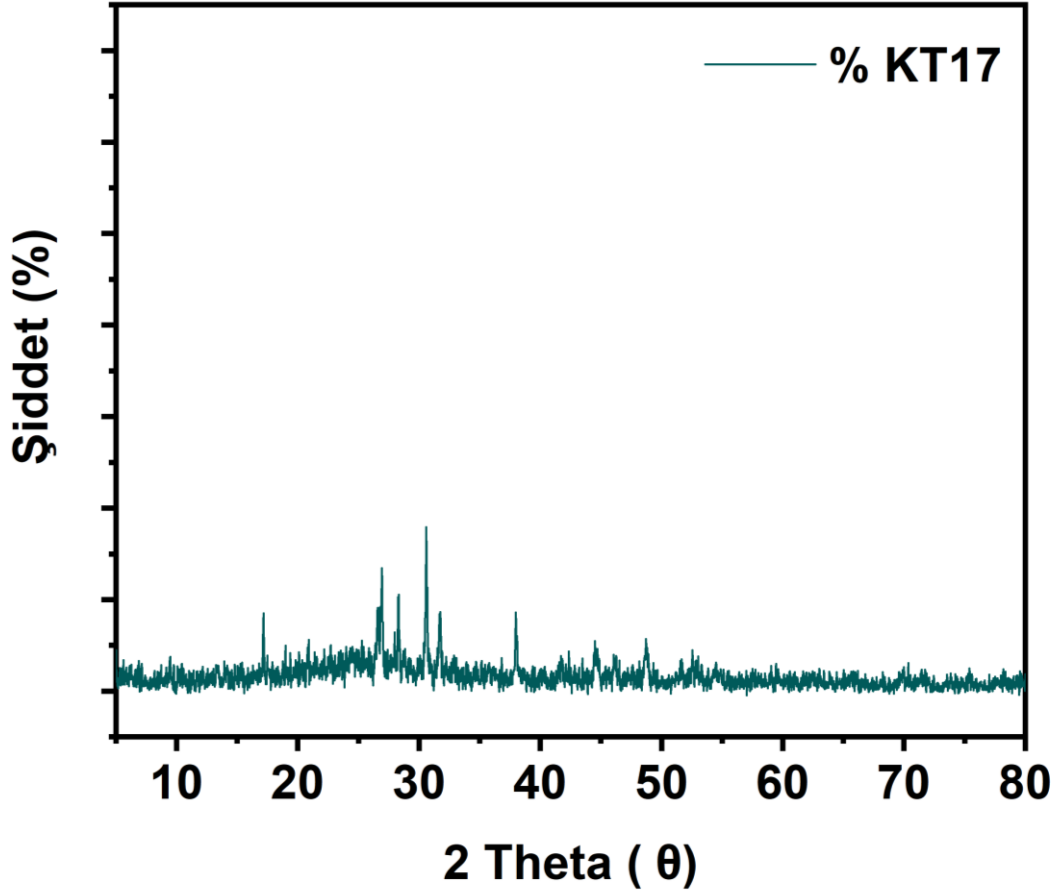
**Kaynak:** Araştırmacı tarafından oluşturulmuştur.



Şekil 4.87: KT17(1:1:2) için DTA spekturumu

**Kaynak:** Araştırmacı tarafından oluşturulmuştur

KT17 için TG-DTG ve DTA verileri daha önce sodyum metasilikat eklenen yapılar benzemektedir. Toplamda 4 bölgede kütle kaybı gerçekleşir. İlk bölgedeki su kaybı zaten FT-IR spekturumu tarafından da desteklenmektedir. Yüksek miktarda kütle kaybı eklenen silikat miktarı ile ters orantılıdır.



**Şekil 4.88:** KT17(1:1:2) XRD difraktogramı

**Kaynak:** Araştırmacı tarafından oluşturulmuştur

KT17 için XRD analizleri incelendiğinde yine tipik bir silikat katkılı yapı örneği ortaya çıkmaktadır. PET yapısına ilaveten ortaya çıkan silika yapıları gözlenebilir durumdadır. XRD analizinde elde edilen pikler aşağıdaki gibidir: 17,18°, 26,94°, 30,6°, 37,98° 2 theta olarak. 17,18°: Bu pik, malzemenin düşük açılı kristal yapısal özelliklerini yansıtabilir. 26,94° piki malzemenin kristal fazlarını işaret etmektedir. Bu pikin şiddeti ve genişliği, kristal fazların miktarı ve yoğunluğu hakkında bilgi verebilir. 30,6° piki malzemenin yapısal değişikliklerini ve olası faz bileşimlerini yansıtır. 37,98° pozisyonu piki malzemenin kristal yapısal özelliklerini daha ayrıntılı bir şekilde yansıtmaktadır.

**d) *KT12, KT16 ve KT17 örneklerinin karşılaştırılması***

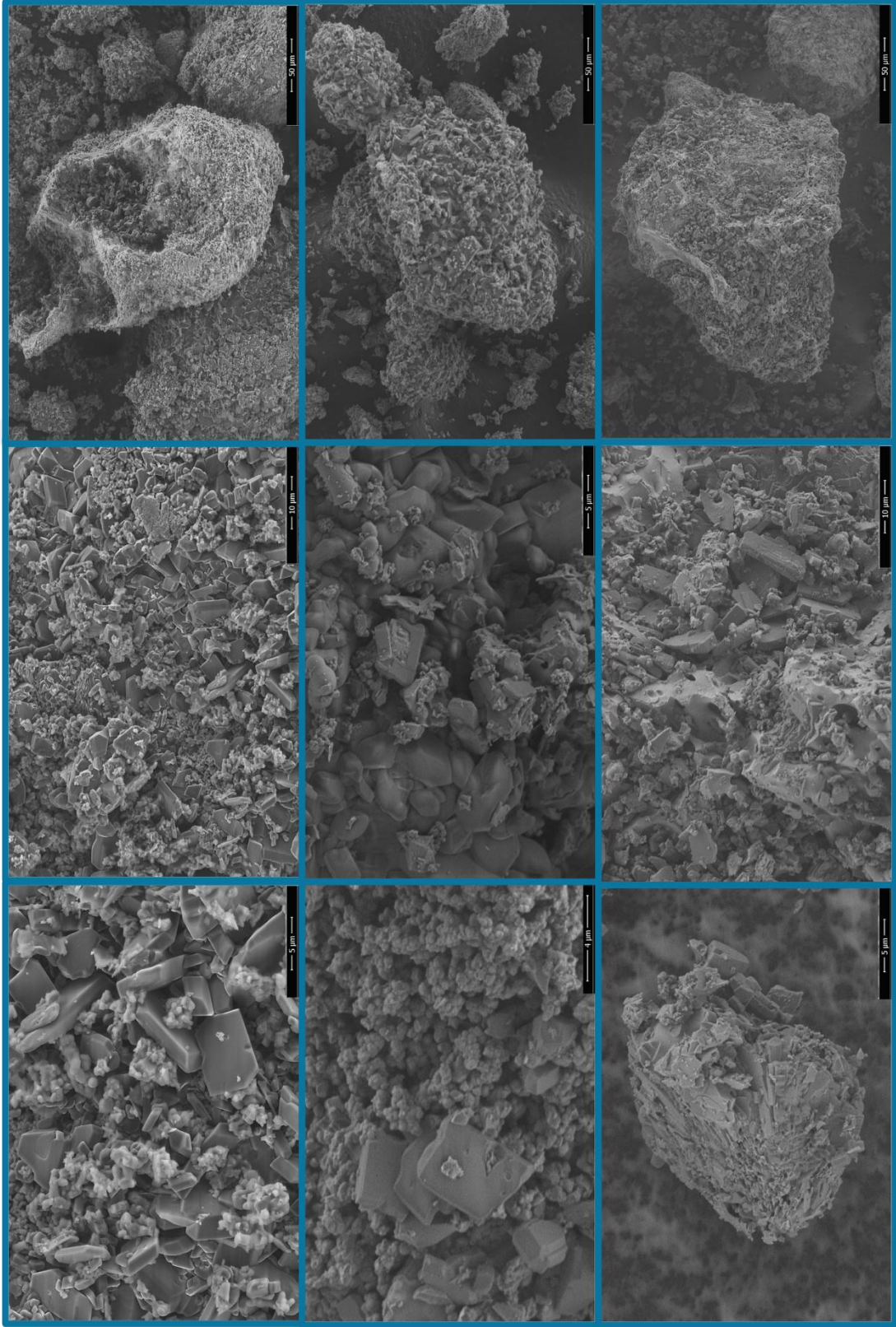
SEM örnekleri karşılaştırıldığında KT12, KT16 ve KT17 için çok büyük bir fiziksel bir farklılık polimerik yapılarda gözlenmemektedir. Özellikle artan silikat varlığı yapıyı çok büyük miktarda deęiřtirmez. Yüzeyde küçük partiküler yapı her üç resimde de gözlenir. Ayrıca kristal yapılar ve rijit görünüş hepsinde de açık bir şekilde gözlenir.



KT12

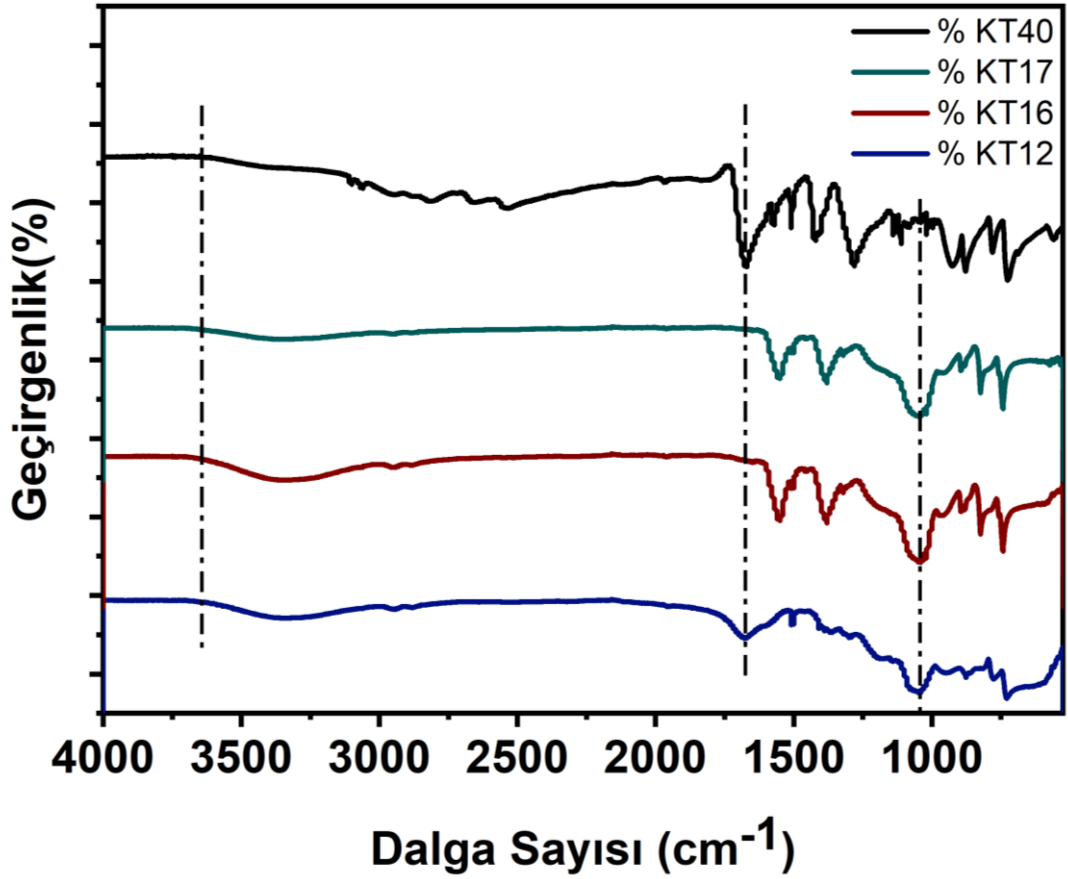
KT16

KT17



**Şekil 4.89:** KT12 KT16 ve KT17 polimerlerinin SEM görüntüsü

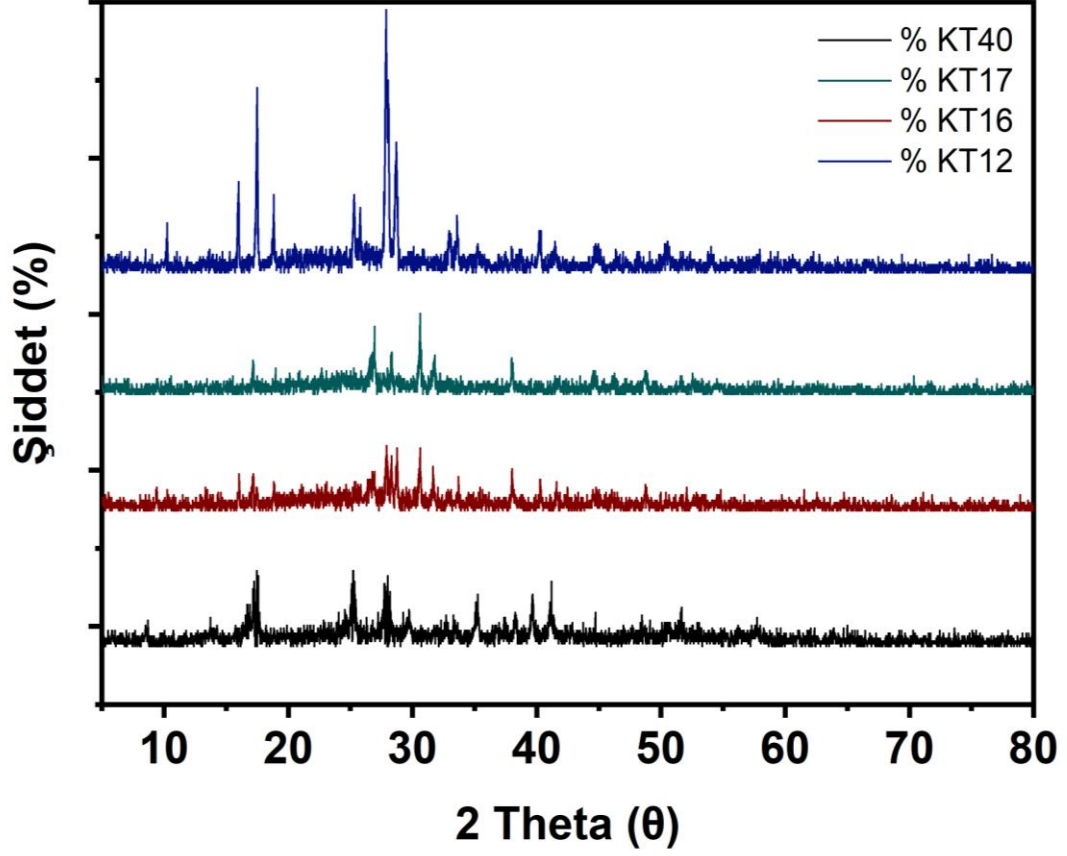
**Kaynak:** Araştırmacı tarafından oluşturulmuştur.



Şekil 4.90: KT40 KT 17 KT16 KT12 FT-IR spektrumu karşılaştırması

**Kaynak:** Araştırmacı tarafından oluşturulmuştur.

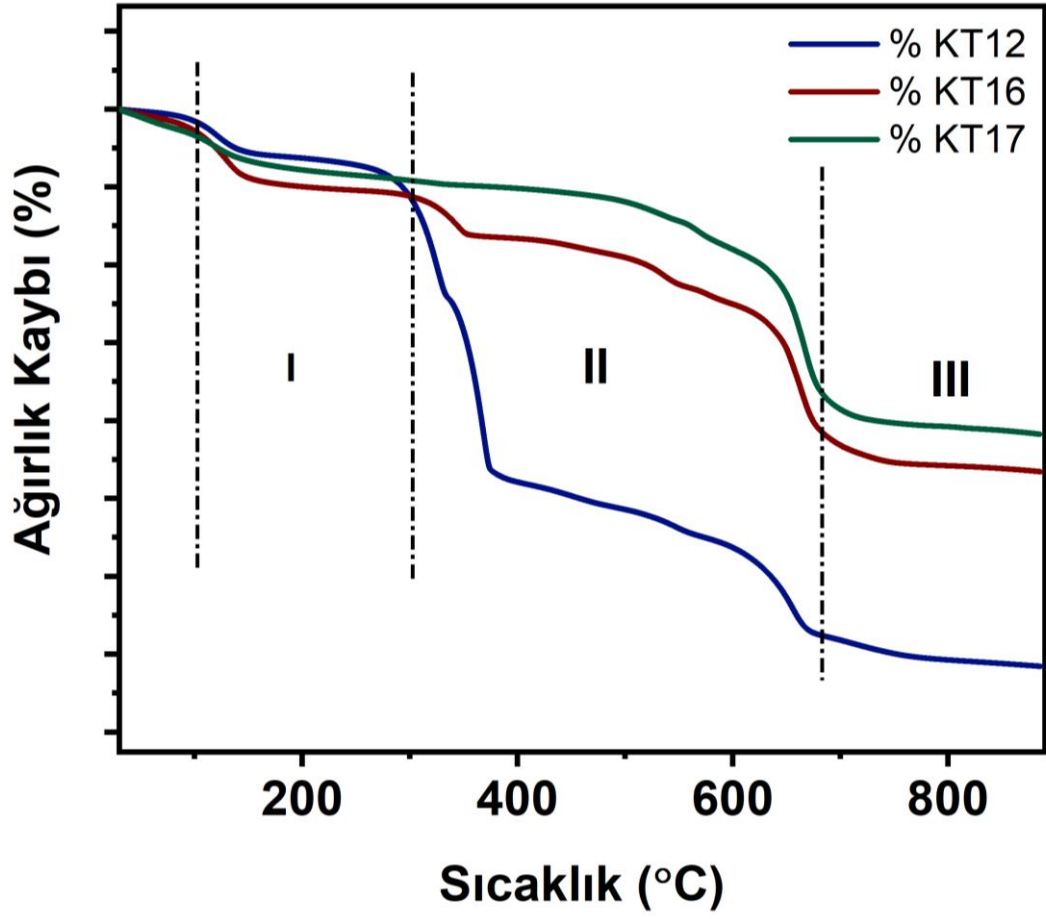
FT-IR karşılaştırılması 4. Grup için yapıldığında en büyük farklılığın 1050 civarındaki Si-O piki varlığı olduğu bunun da silikat varlığı ile açıklanabildiği belirtilmiştir. KT40 için  $3330.642\text{ cm}^{-1}$  hidroksil gruplarına ait O-H gerilme pikidir ayrıca  $3104.831\text{ cm}^{-1}$  ve  $2547.504\text{ cm}^{-1}$  aralıklarında alifatik C-H gerilme pikleri belirir.  $1673.909\text{ cm}^{-1}$  ve  $1284.359\text{ cm}^{-1}$  aralığında C=O ve C-O-C bağlarına işaret eden pikler de bulunmaktadır. KT12 örneğinde,  $3350,01\text{ cm}^{-1}$ ,  $2945,65\text{ cm}^{-1}$  ve  $2882,32\text{ cm}^{-1}$  dalga numaralarında belirgin alifatik C-H gerilme pikleri yapının farklı noktalarıdır.  $1679,54\text{ cm}^{-1}$  ve  $1505,35\text{ cm}^{-1}$  aralıklarında ise C=O ve aromatik C=C gerilme pikleri bulunur. KT16 ve KT17 örneklerinde de benzer karakteristik pikler gözlenmiştir. Örneğin,  $3346,41\text{ cm}^{-1}$  ve  $2942,48\text{ cm}^{-1}$  dalga numaralarında alifatik C-H gerilme pikleri ile  $1551,89\text{ cm}^{-1}$  ve  $1505,36\text{ cm}^{-1}$  aralıklarında C=O ve aromatik C=C gerilme pikleri belirgindir. Ayrıca,  $1382,15\text{ cm}^{-1}$  ve  $1320,55\text{ cm}^{-1}$  dalga numaralarında polimerik yapının farklı bağlarını gösteren pikler gözlenmektedir.



**Şekil 4.91:** KT40, KT12, KT16 ve KT17 XRD difraktogramı çakıştırması

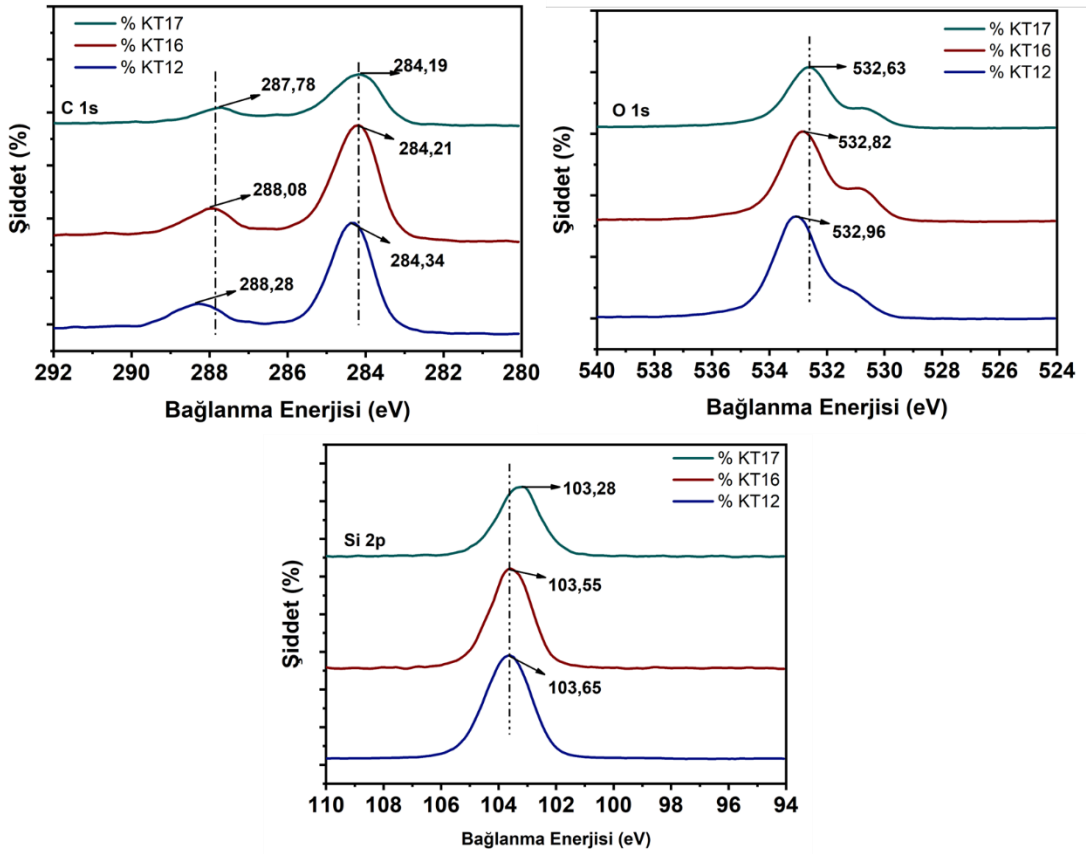
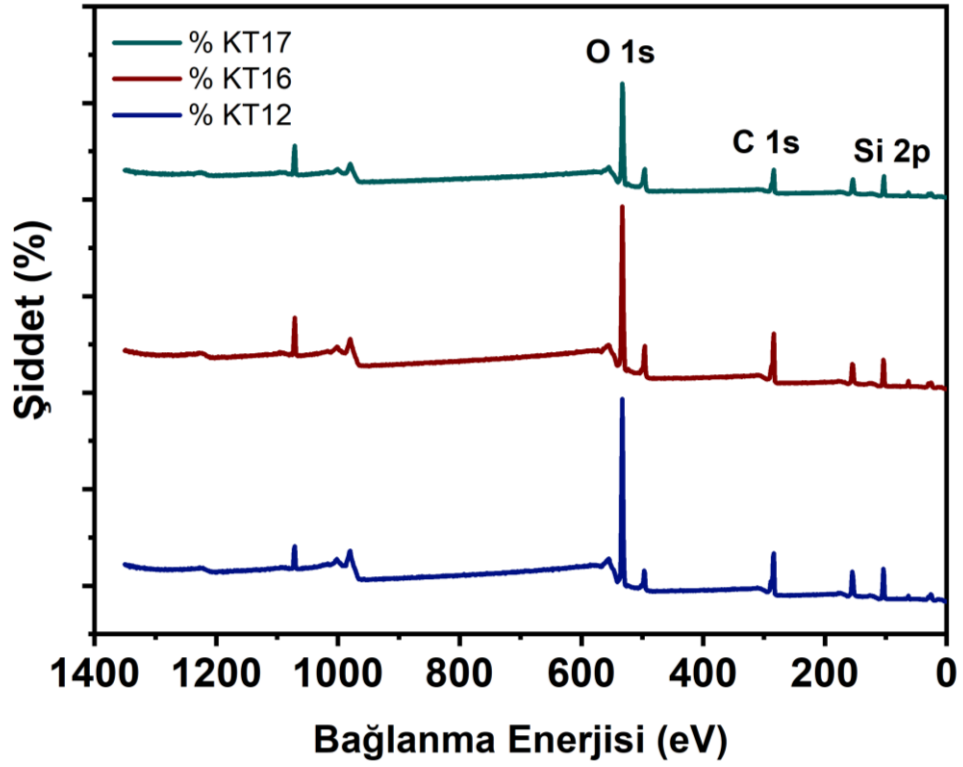
**Kaynak:** Araştırmacı tarafından oluşturulmuştur

XRD karşılaştırması gerçekleştirildiğinde, KT40 için  $8,5^\circ$ ,  $13,74^\circ$ ,  $17,16^\circ$ ,  $25,22^\circ$ ,  $27,74^\circ$ ,  $35,24^\circ$ ,  $39,64^\circ$  ve  $41,18^\circ$  pikleri mevcuttur. Benzer şekilde KT12 için  $10,24^\circ$ ,  $17,48^\circ$ ,  $18,82^\circ$ ,  $25,3^\circ$ ,  $27,88^\circ$ ,  $33,58^\circ$ ,  $40,18^\circ$  pikleri gözlenmektedir. Özellikle  $33,58^\circ$  ve  $40,18^\circ$  piklerindeki değişimler, sodyum silikatın malzemeye olan etkisini gösterebilir. KT16 için,  $16,04^\circ$ ,  $17,18^\circ$ ,  $26,92^\circ$ ,  $27,94^\circ$ ,  $30,6^\circ$  ve  $38^\circ$  pikleri gözlenir.



Şekil 4.92: KT40 KT 17 KT16 KT12 TGA karşılaştırması

**Kaynak:** Araştırmacı tarafından oluşturulmuştur.



Şekil 4.93: KT12, KT16 ve KT17 XPS -HR-XPS çakıştırması

**Kaynak:** Araştırmacı tarafından oluşturulmuştur.

KT17, KT12 ve KT16 numunelerinde karbon bağlanma durumları arasında belirgin farklılıklar gözlemlenmiştir. KT17 numunesi 287,71 eV'de karbonil (C=O) bağlarını, 285,08 eV'de karbon-oksijen (C-O) bağlarını ve 284,10 eV'de karbon-karbon (C=C, C-C) bağlarını göstermiştir. KT12 numunesi ise benzer bağları sırasıyla 288,10 eV, 285,88 eV, ve 284,52 eV'de göstermiştir, bu da KT17'ye göre daha yüksek enerji seviyelerinde bir karbonil grubu bağlanmasını işaret etmektedir. KT16 numunesinde ise bu bağlanma durumları 287,98 eV, 285,00 eV, ve 284,12 eV'de yer almıştır. Bu farklılıklar, her numunedeki karbonil ve karbon-oksijen bağlarının farklı yüzey etkileşimlerine ve kimyasal ortamlara maruz kaldığını göstermektedir.

Oksijen spektrumları da numuneler arasında değişiklikler göstermiştir. KT17 numunesinde oksijen bağlanma durumları 530,78 eV (C=O), 532,97 eV (C-O), ve 533,94 eV (C-OH) olarak kaydedilmiştir. Bu değerler, KT12 numunesinde sırasıyla 531,24 eV, 533,11 eV, ve 533,95 eV olarak tespit edilmiştir, bu da KT17'ye kıyasla farklı bir yüzey oksidasyon durumunu işaret etmektedir. KT16 numunesi ise 530,68 eV, 532,81 eV, ve 533,98 eV'de benzer bağlanma durumlarını göstermiştir, ancak enerji seviyeleri KT17 ve KT12'ye kıyasla daha düşüktür, bu da oksijen içeren bağların farklı yüzey özelliklerine sahip olduğunu göstermektedir.

Silikat pikleri, numuneler arasında yüzeydeki silikat bağlanma durumlarının farklı olduğunu ortaya koymuştur. KT17 numunesinde silikat pikleri 103,44 eV ve 103,18 eV'de tespit edilmiştir. KT12 numunesinde bu pikler 101,58 eV, 103,65 eV, ve 104,80 eV olarak kaydedilmiş, KT16 numunesinde ise 104,38 eV, 103,52 eV, ve 101,38 eV'de gözlemlenmiştir.

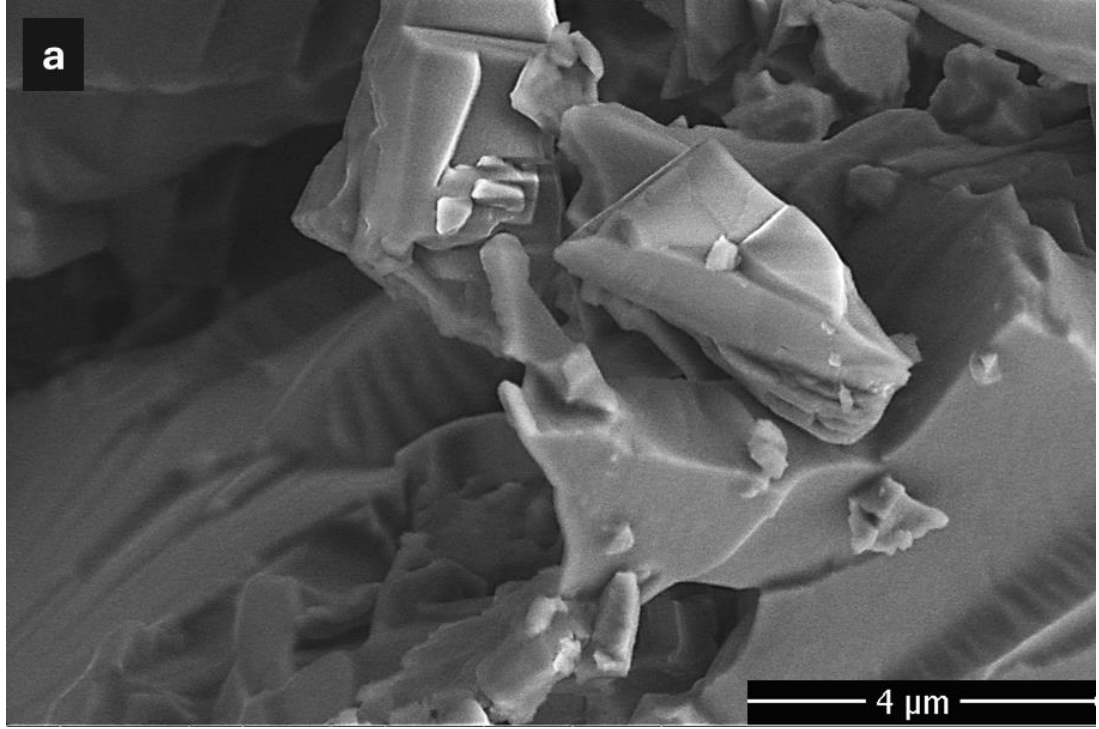
Özellikle 26,92° ve 30,6° piklerindeki değişiklikler, malzemenin kristal yapısındaki farklılıkları belirtebilir. En son KT17 için 17,18°, 26,94°, 30,6°, 37,98° pozisyonları belirlenmiştir. Bu pikler PET ve sodyum silikat sentezi sonucu oluşan malzemenin kristal fazlarını ve yapısal özelliklerini yansıtabilir. Ayrıca XPS karşılaştırmasında en önemli nokta daha önce de belirtildiği gibi -OH piklerindeki oksijen ve karbonil piklerindeki karbon ve oksijen kaymalarıdır. Bunların nedeninin silisyum esterleri oluşması nedeniyle değişen elektronegatiflik olduğu düşünülmektedir.

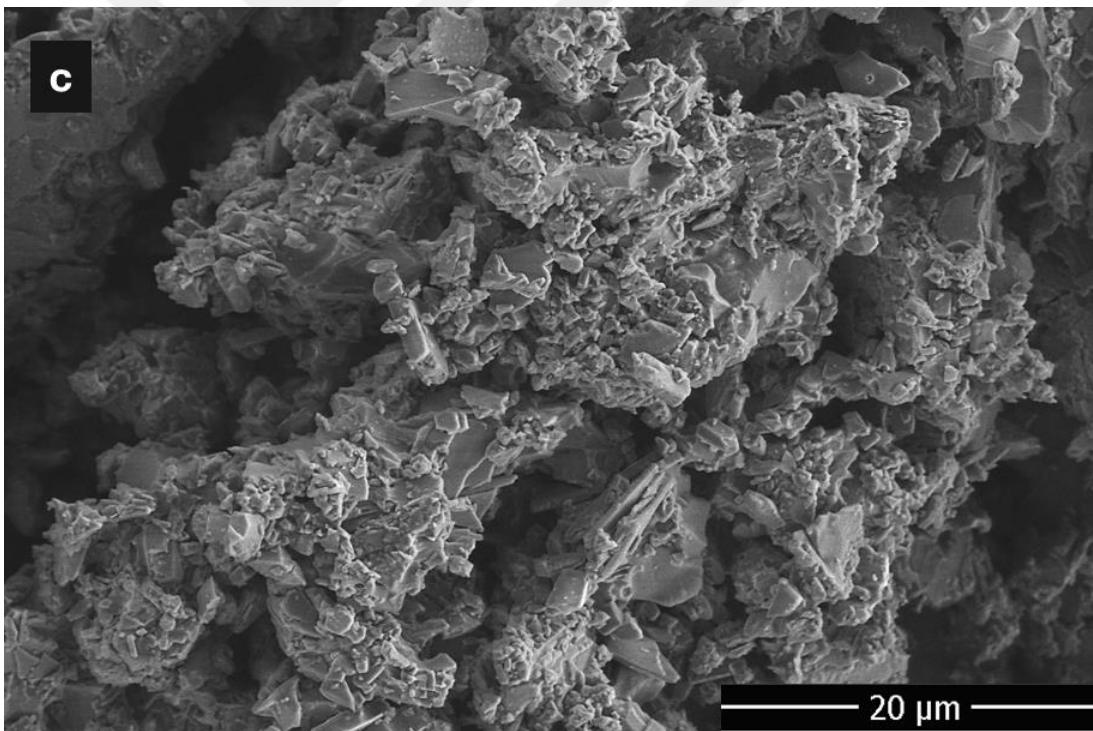
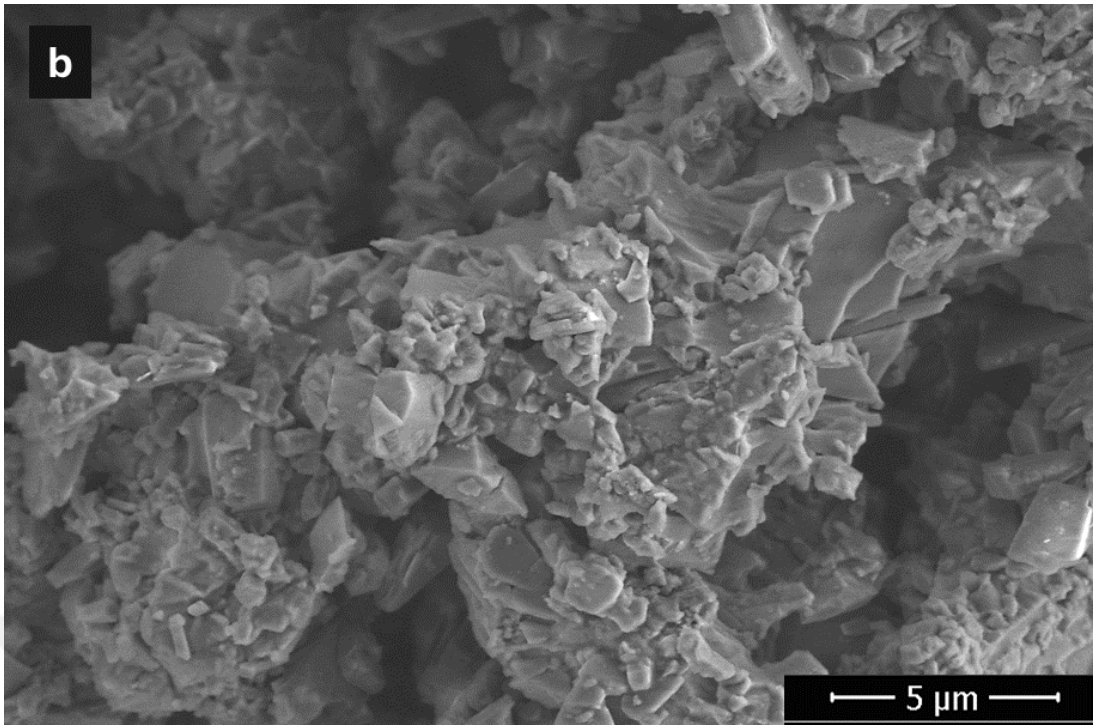
**4.2.5. Grup 5: Sabit Na<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub> miktarına ve deęişen TFA oranları (EG ve Na<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub> (2) sabit)**

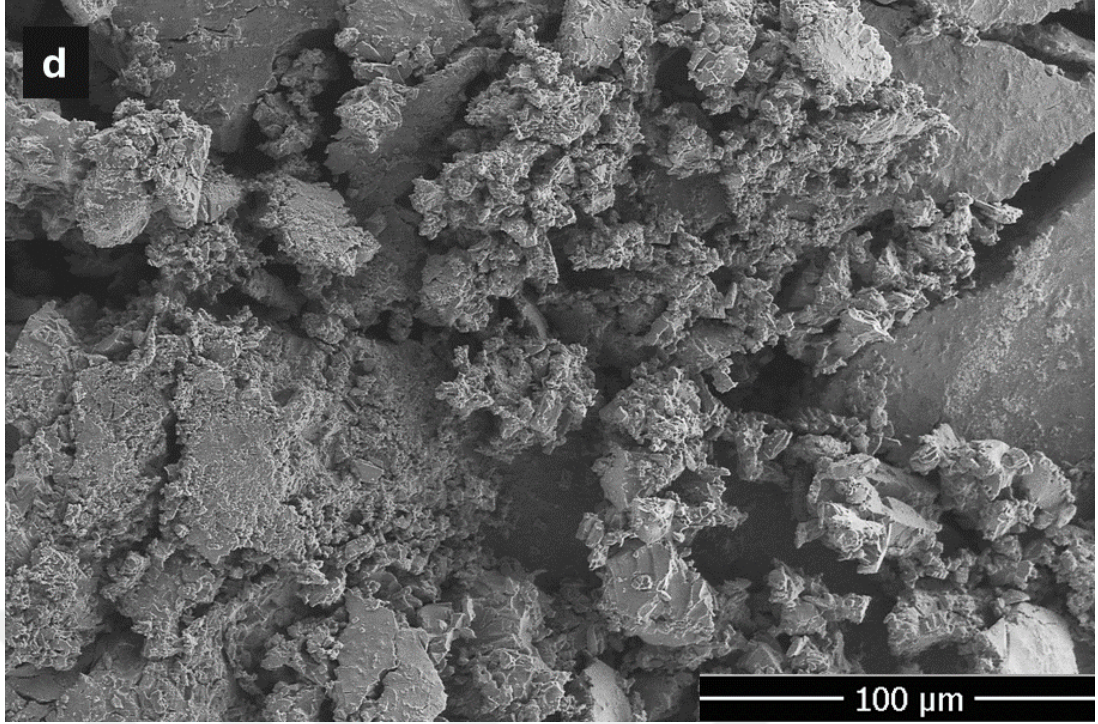
<b>Grup 5</b>	<b>KT36 (0,5:1:2) KT17 (1:1:2) KT37 (2:1:2)</b>	<b>Na<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub> miktarına gre deęişen TFA oranları (EG ve Na<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub> (2) sabit)</b>
---------------	---	--

5. grup temelinde sodyum silikat yapısının 2 ekivalent olarak sabit tutulduęu ve TFA miktarının deęiştirildięi çalışmadır. Bu grupla birlikte 3 veya 4 grafięin üst ste çakıştırdıęı karşılaştırmalar yapılamamıştır. Zaten analizler her bir grafik için verilmektedir.

**a) KT36- 0.5/1/2 (TFA/EG/Na<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub>) oranları**







**Şekil 4.94:** KT36(0,5:1:2) SEM görüntüleri (a) 4  $\mu\text{m}$ 'de ölçeklendirilmiş SEM analizi görüntüsü (b) 5  $\mu\text{m}$ 'de ölçeklendirilmiş SEM analizi görüntüsü (c) 10  $\mu\text{m}$ 'de ölçeklendirilmiş SEM analizi görüntüsü (d) 50  $\mu\text{m}$ 'de ölçeklendirilmiş SEM analizi görüntüsü

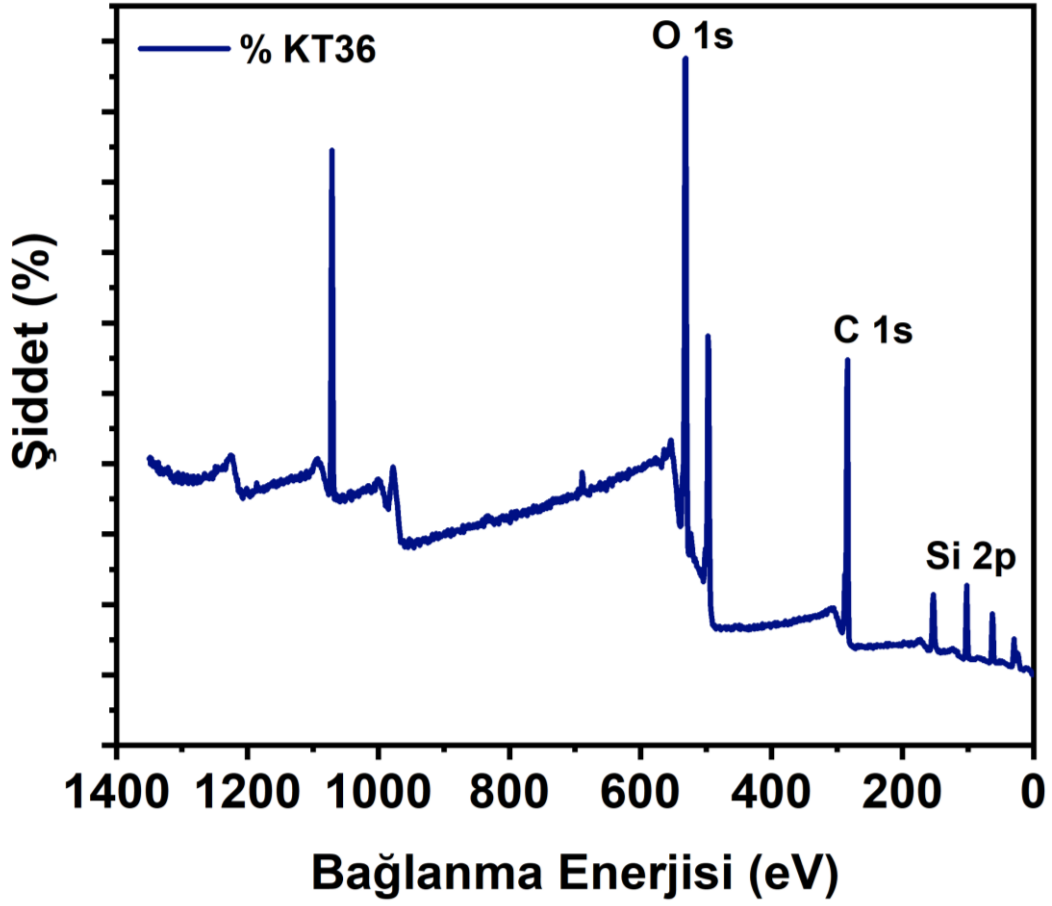
**Kaynak:** Araştırmacı tarafından oluşturulmuştur.

**Tablo 4.38:** KT36(0,5:1:2) EDX incelemesi

Element	Ağırlıkça %
C K	22.49
O K	60.74
Si K	16.78

KT36 örneği için SEM analizinde artık silikat yapısını baskınlığı çok açık bir şekilde gözlenmektedir. Yapı organik yerine daha çok inorganik baskın bir yapı olarak gözlenmektedir. Uzun, köşeli, rijit yapıların varlığı çokluktur. EDX analizi ile ortaya konan ağırlıkça yüzde analizinde karbon ve silisyum miktarı birbirine yakın miktardadır. Oksijen hem EG hem de aşırı sodyum metasilikattan geldiği için %61

civarındadır. Bu da termal olarak dayanıklılığın arttığı bir sonucu vereceği beklenmektedir.

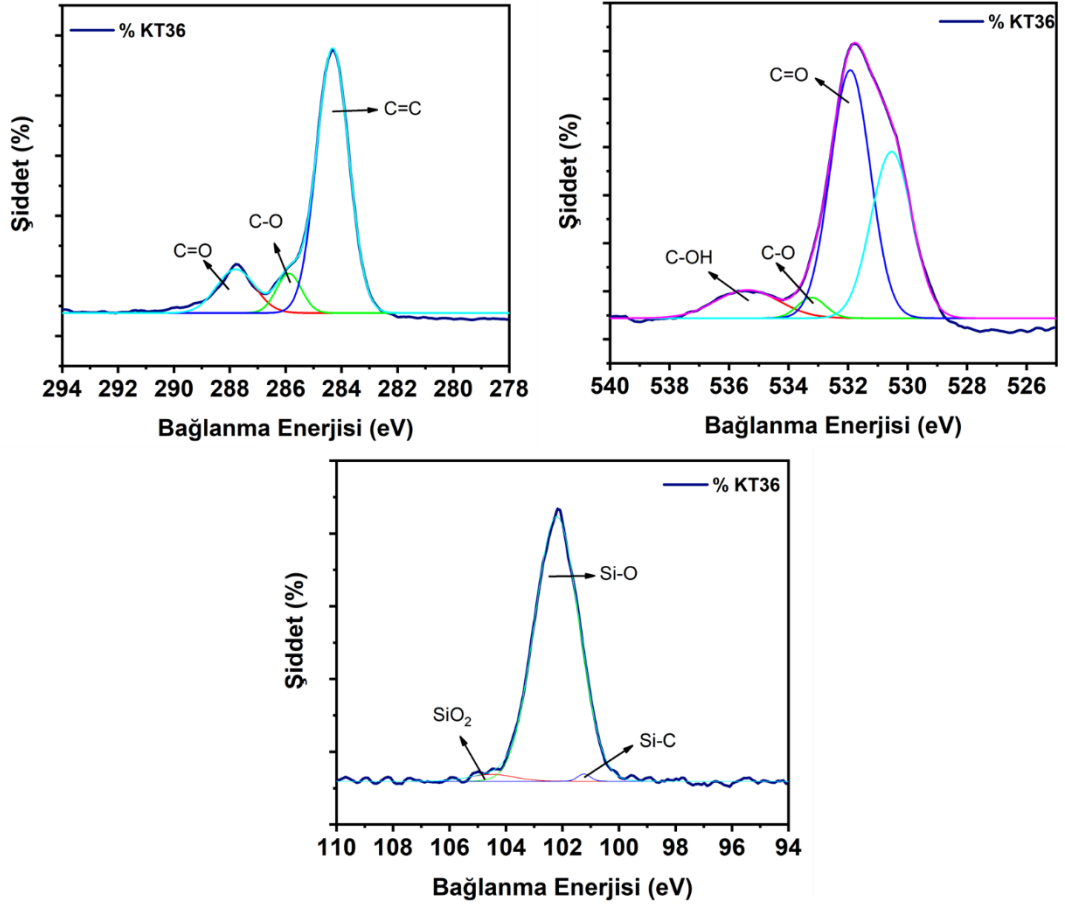


Şekil 4.95: KT36(0,5:1:2) geniş spektrumlu XPS analizi

**Kaynak:** Araştırmacı tarafından oluşturulmuştur.

Tablo 4.39: KT36(0,5:1:2) XPS yüksek çözünürlüklü pikleri

	O 1s	C 1s	Si 2p
KT36 (0,5:1:2)	531,58 eV	284,31 eV	102,20 eV



**Şekil 4.96:** KT36(0,5:1:2) için geniş spektrumlu XPS analizi C atomu, O atomu ve Si atomu dekonvülosyonu

**Kaynak:** Araştırmacı tarafından oluşturulmuştur.

XPS analizi çoğunlukla Silisyum ve oksijen arasındaki bağların yoğunluğunu göstermektedir. Her zaman olduğu gibi hidroksil oksijeni ve karbonil grubundaki oksijen ve karbon yapıları KT 40 yapısına göre kayma göstermektedir. Temelinde PET polimeri sadece karbon v oksijene içerdiği için KT36 ile karşılaştırıldığında temel farklılıklar açıkça gözlenir. Zaten TGA grafiğinden termal olarak oldukça sorunlu bir profil çizen bu yapı KT 40 ile karşılaştırıldığında zaten istenen karakteri de göstermemektedir. 284,30 eV pik, genellikle PET'in temel yapı birimlerinde bulunan C-C ve C-H bağlarını temsil eder. Bu, PET'in karbon iskeletinin varlığını gösterir. 285,93 eV pik, ester gruplarındaki C-O bağlarını işaret eder, PET'in sentezinde bu bağların korunduğunu ve polimerin estere özgü özelliklerini sürdürdüğünü gösterir. 287,74 eV pik, karbonil (C=O) bağlarını temsil eder ve PET'in ester fonksiyonel gruplarının varlığını doğrular.

**Tablo 4.:40:** KT36(0,5:1:2) için geniş spektrumlu XPS analizi dekonvolüsyon değerleri

Elementler	Oluşan Bağlar	Pik Değerleri (eV)
C 1s	C=C	284.3
	C=O	287.7
	C-O	285.9
O 1s	C-O	533.2
	C=O	531.9
	C-OH	535.3
Si 2p	Si-O	101.3
	SiO <sub>2</sub>	104.7
	Si-C	102.1

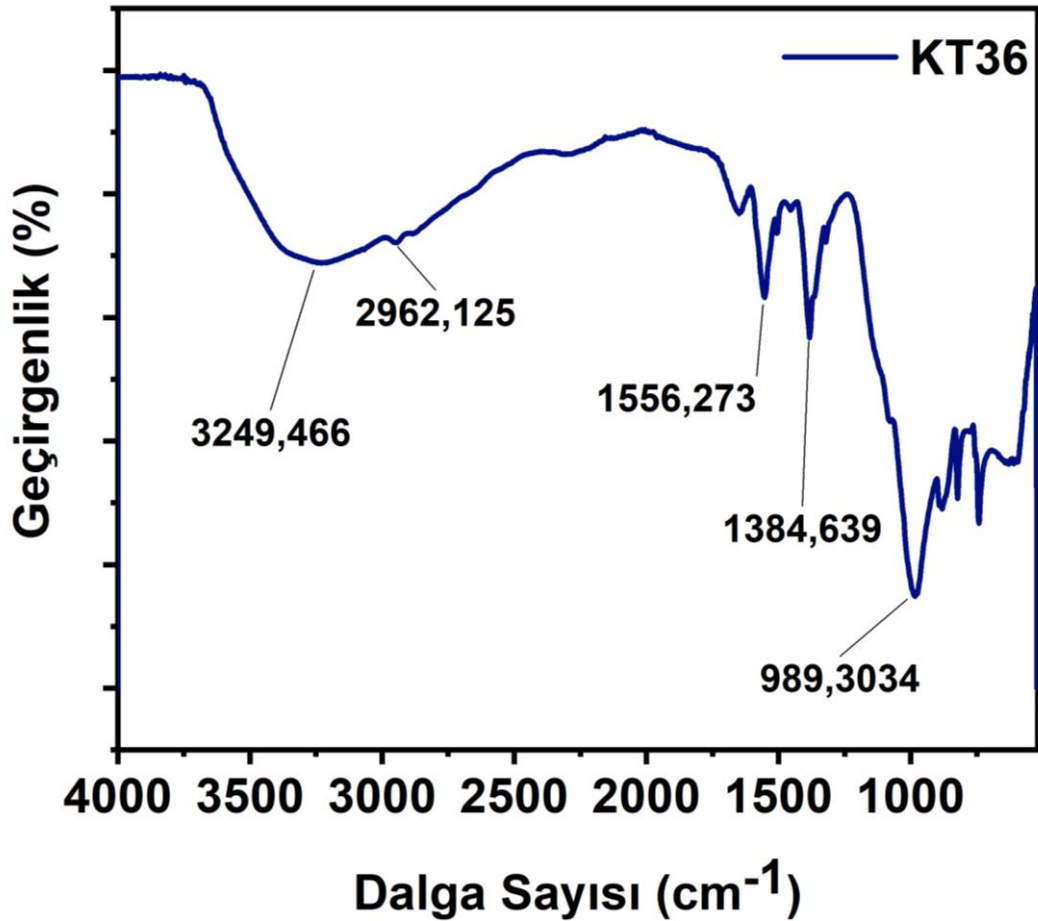
531,92 eV pik, karbonil (C=O) gruplarındaki oksijeni temsil eder ve PET'in ester yapılarını doğrular. 533,22 eV pik, C-O bağlarını işaret eder, PET'in ester bağlantılarının devam ettiğini ve sentez sırasında bu bağların sağlam olduğunu gösterir. 535,38 eV pik, hidroksil (C-OH) gruplarını veya silanol (Si-OH) gruplarını temsil edebilir. Bu, yüzeydeki olası hidroksil gruplarını veya sodyum silikat ile etkileşimleri gösterir.

101,35 eV pik, Si-O-Si bağlarını temsil eder ve silikat bağlarının oluşumunu gösterir. 102,18 eV silikonun biraz daha yüksek bir oksidasyon durumunu temsil edebilir, bu da oksijenle veya diğer elementlerle etkileşimleri işaret eder. 104,79 eV pik, Si-O bağlarını işaret eder ve sodyum silikatın polimer matrisine başarılı bir şekilde dahil edildiğini gösterir.

KT36 numunesinin XPS sonuçları, polietilen tereftalat (PET) ile sodyum silikat sentezinin başarılı bir şekilde gerçekleştirildiğini göstermektedir. Karbon ve oksijen

pikselleri, PET'in ester fonksiyonel gruplarının varlığını ve bu grupların sentez sırasında korunduğunu doğrular. Silikon pikselleri, silikatın başarılı bir şekilde PET matrisine dahil edildiğini ve sodyum silikatın etkili bir şekilde entegre edildiğini gösterir. Ayrıca, yüzeydeki olası hidroksil veya silikon grupları, PET ile silikat arasındaki etkileşimleri ve bu etkileşimlerin malzemenin genel özelliklerine olan etkilerini işaret eder. Bu analiz, sentez edilen kompozitin potansiyel olarak artırılmış termal ve mekanik performans özelliklerine sahip olabileceğini destekler.

XPS sonuçları ile termal olarak dayanımında sorunlar olan KT36 bileşiminin istenen şekilde bir gelişim göstermediği tespit edilmiştir. Sonuç olarak bu yapı karşılaştırma için iyi bir örnektir.



Şekil 4.97: KT36(0,5:1:2) sentezinin FT-IR spektrumu

**Kaynak:** Araştırmacı tarafından oluşturulmuştur.

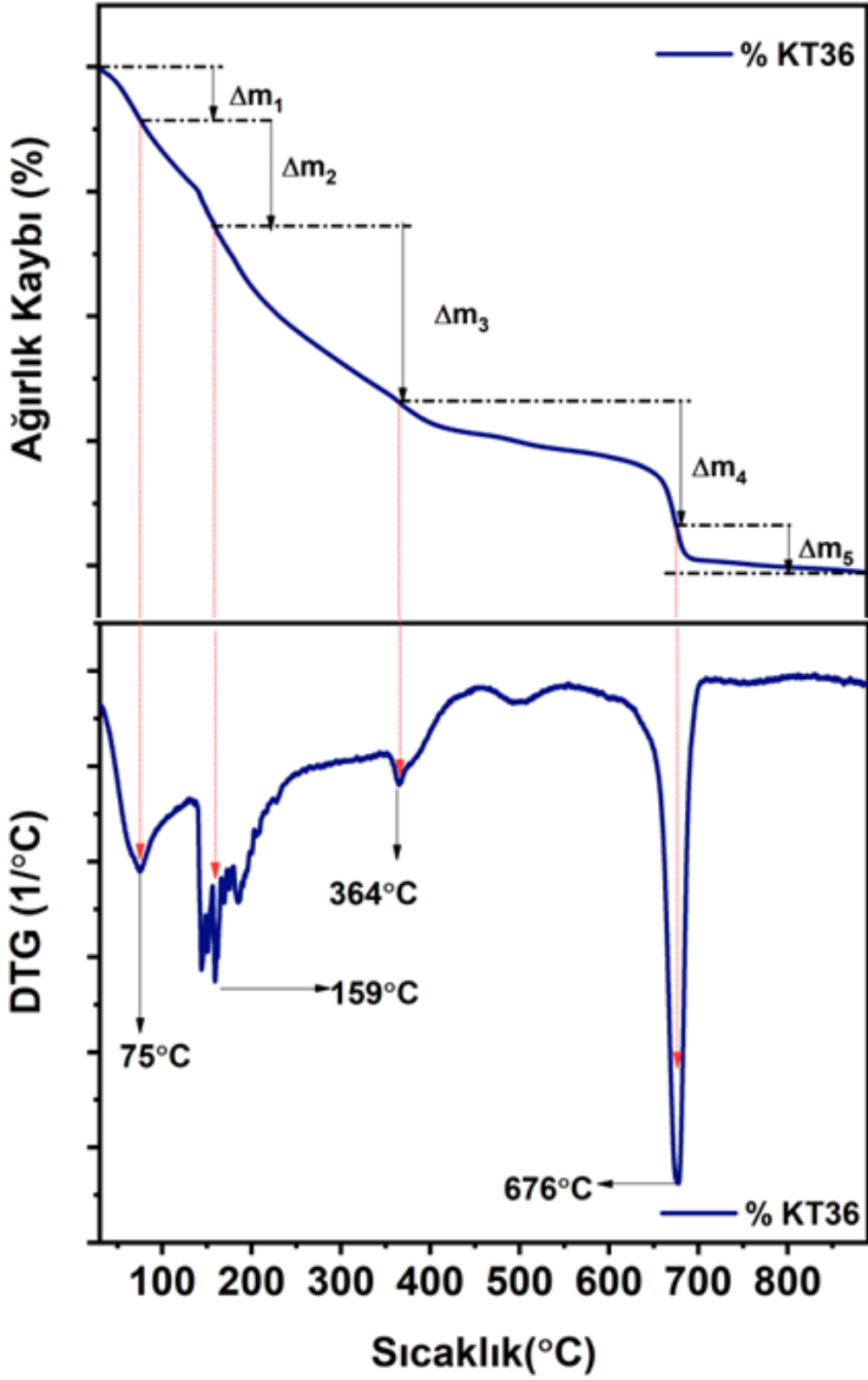
KT36 için elde edilen FT-IR spektrumu pik değerleri incelendiğinde, aşırı silikat etkisi gözlenir. Örneğin, 3230,30 cm⁻¹ pozisyonunda büyük ve geniş bir O-H gerilme

pikinin yanı sıra, 3942.48  $\text{cm}^{-1}$  ve 2866.49  $\text{cm}^{-1}$  aralıklarında alifatik C-H gerilme pikleri belirgindir.

**Tablo 4.41:** KT36(0,5:1:2) termal ağırlık kaybı toplamı

KT36	Ağırlıkça %
$\Delta m_1$	4,41
$\Delta m_2$	8,45
$\Delta m_3$	14,09
$\Delta m_4$	9,75
$\Delta m_5$	3,76
Toplam	40,46

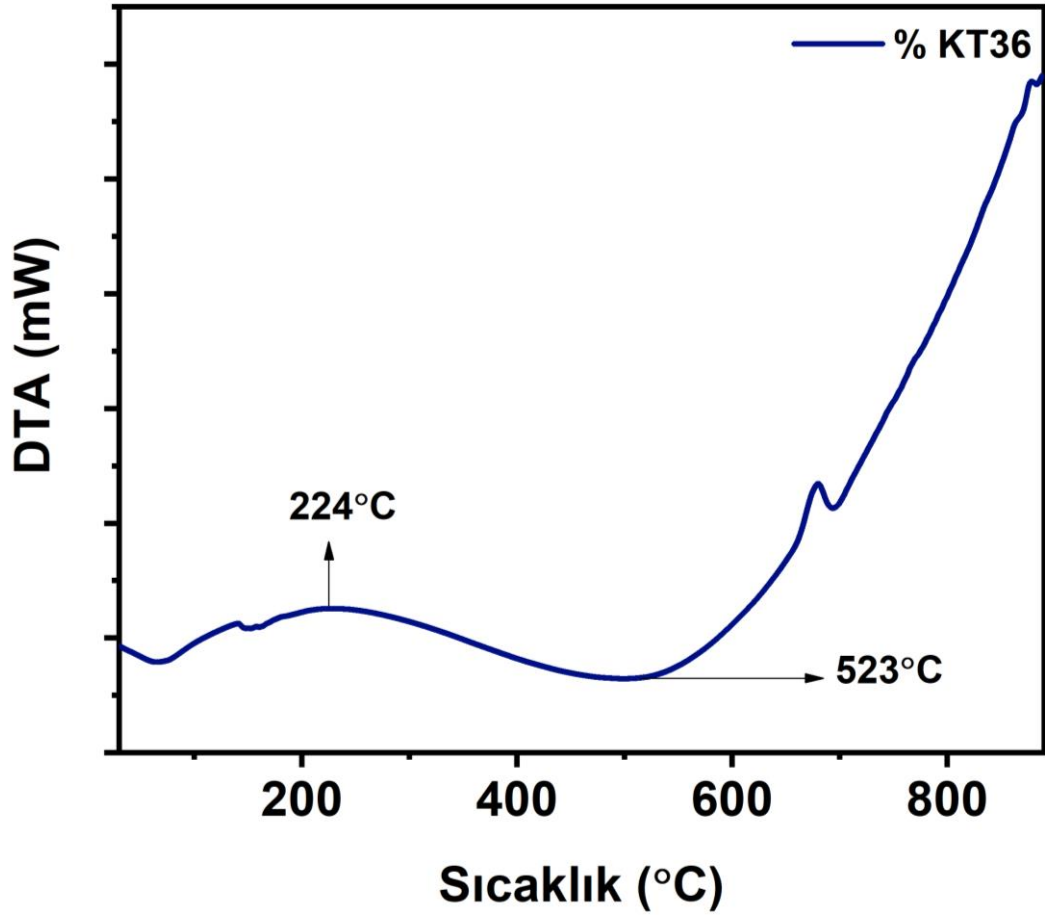
Bu pikler PET'in yapısal bileşenlerinden kaynaklanmaktadır. PET'in ester grubundan kaynaklanan C=O gerilme pikleri 1552,85  $\text{cm}^{-1}$  pozisyonunda ve aromatik yapıdaki C=C gerilme pikleri ise 1382,47  $\text{cm}^{-1}$  aralığında belirginleşmektedir. Ayrıca, 983,74  $\text{cm}^{-1}$  dalga numarasında PET'in farklı yapısal özelliklerine işaret eden pikler de gözlemlenmiştir. Sodyum metasilikatın etkisi 880,59  $\text{cm}^{-1}$  ve 822,94  $\text{cm}^{-1}$  aralıklarında Si-O bağlarına ait karakteristik pikler içermektedir. Bu pikler, sodyum silikatın kompozit içindeki varlığını ve kimyasal yapısını doğrulamaktadır. Genelde açıkça gözlenen 1050-1080 civarındaki pik çok geniş bir alana yayılmaktadır



Şekil 4.98: KT36(0,5:1:2) için termal bozunma eğrisi ve diferansiyeli

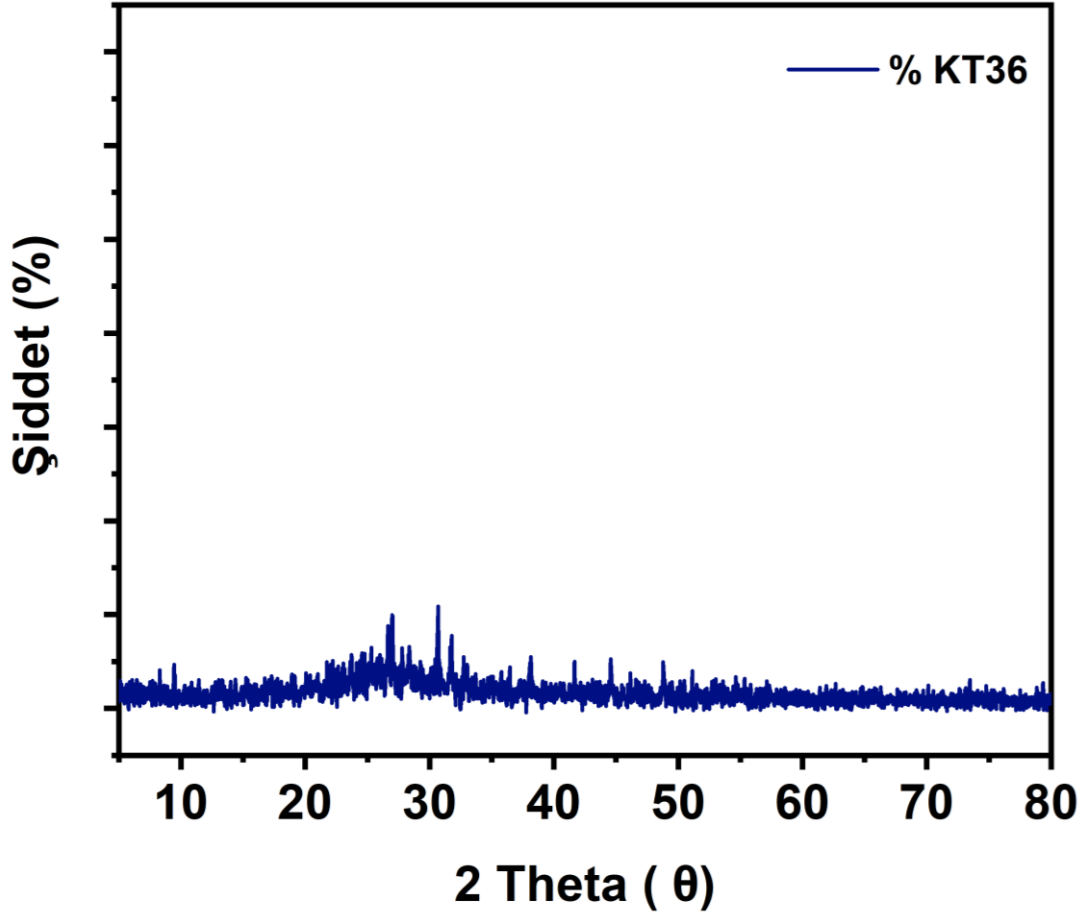
**Kaynak:** Araştırmacı tarafından oluşturulmuştur.

TG ve DTG analizi ilginç bir şekilde durmaksızın azalan ve neredeyse plato göstermeyen bir karakter sağlamaktadır. Bu aslında organik polimer zincirinin azalması ile tahmin edilen bir şeydir ancak dur durak olmadan ve hiçbir plato göstermeden 600 dereceye kadar olan bozunma açıkçası beklenen bir durum değildir. Yine 4 temel bozunma şekli vardır ancak organik kısım su ve diğer silikat katkı organik modifikasyon iç durmadan daha 50 dereceden başlayarak bozunur. Bu yapının kararsızlığını ve termal dayanım olarak hiç de istenen bir karakter göstermediğini ortaya koyar.



**Şekil 4.99:** KT36(0,5:1:2) için DTA spekturumu

**Kaynak:** Araştırmacı tarafından oluşturulmuştur.



Şekil 4.100: KT36(0,5:1:2) XRD difraktogramı

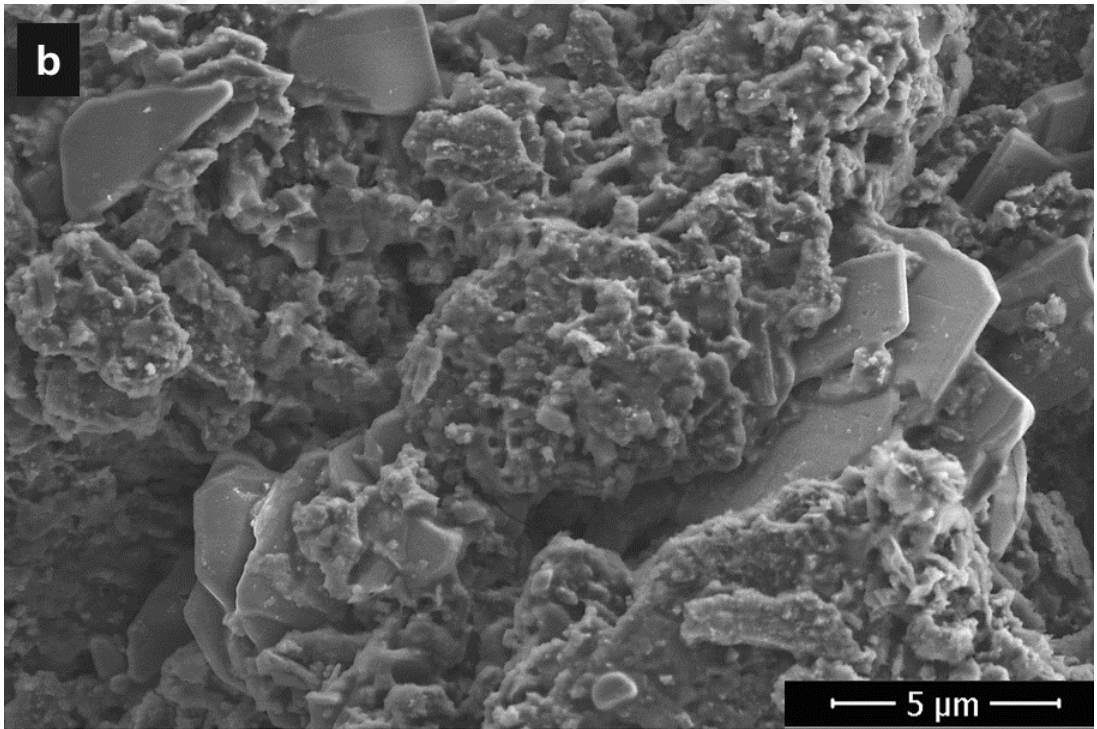
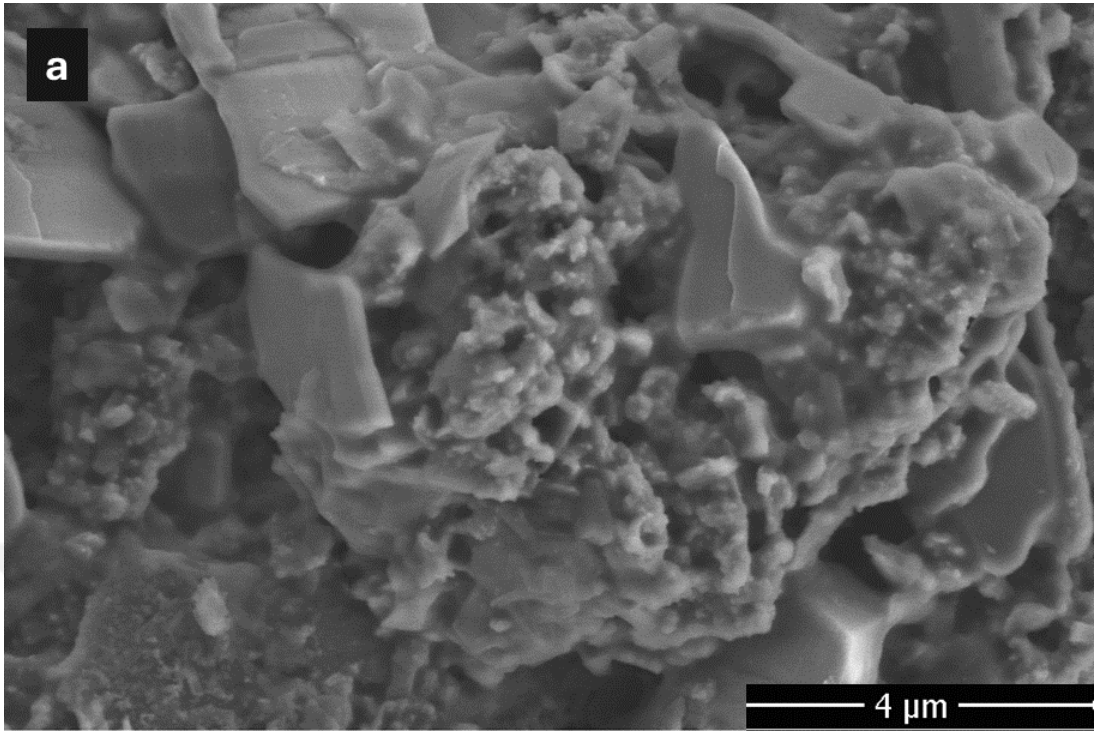
**Kaynak:** Araştırmacı tarafından oluşturulmuştur.

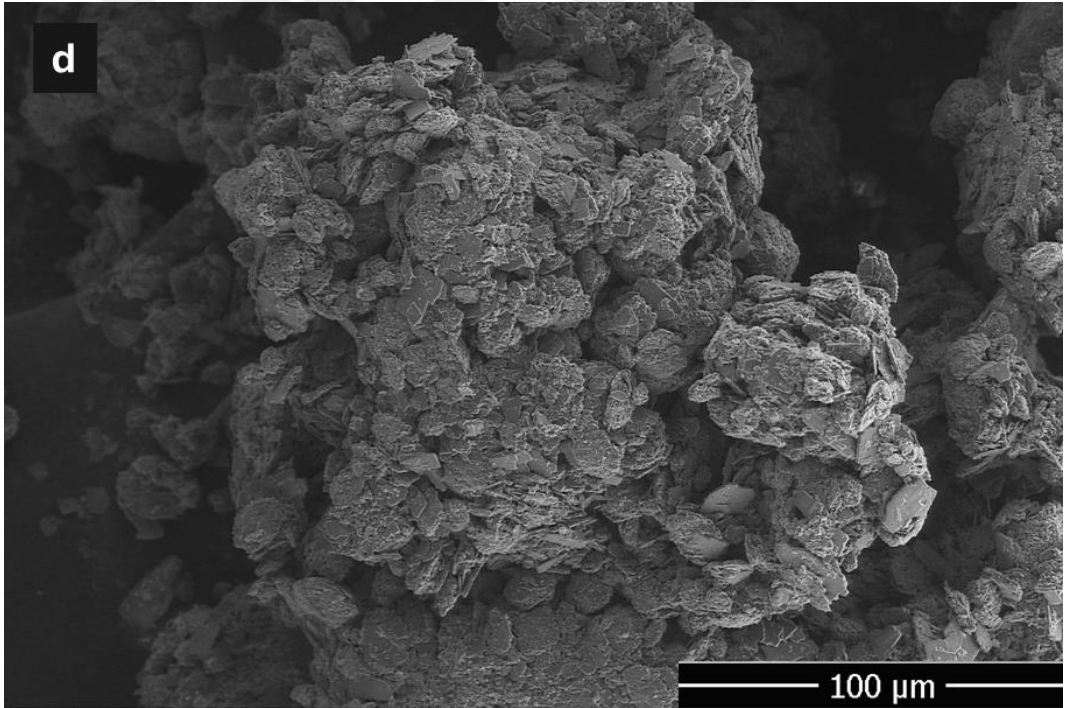
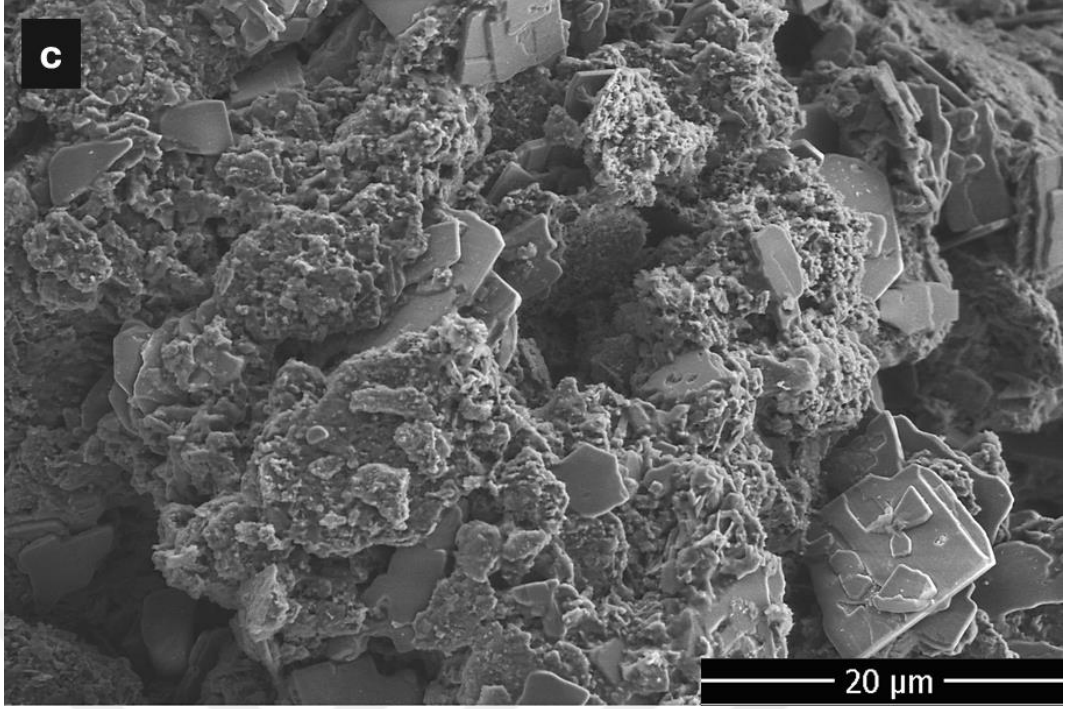
KT36 için XRD analizi incelendiğinde  $9,44^\circ$ ,  $27^\circ$ ,  $30,68^\circ$   $31,78^\circ$  pozisyonunda belirgin pikler gözlenmektedir. Ancak KT40 ile karşılaştırıldığında daha çok silikat yapısı baskındır ve polimerik PET yapısına benzerlik azalmıştır.

**b) KT17- 1/1/2 (TFA/EG/  $Na_2SiO_3$ ) oranları**

Bu yapı daha önce artan sodyum metasilikat oranları araştırmasında incelenmiştir.

c) *KT37- 2/1/2 (TFA/EG/ Na<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub>) oranları*





**Şekil 4.101:** KT37 (2:1:2) SEM görüntüleri (a) 4  $\mu\text{m}$ 'de ölçeklendirilmiş SEM analizi görüntüsü (b) 5  $\mu\text{m}$ 'de ölçeklendirilmiş SEM analizi görüntüsü (c) 20  $\mu\text{m}$ 'de ölçeklendirilmiş SEM analizi görüntüsü (d)100  $\mu\text{m}$ 'de ölçeklendirilmiş SEM analizi görüntüsü

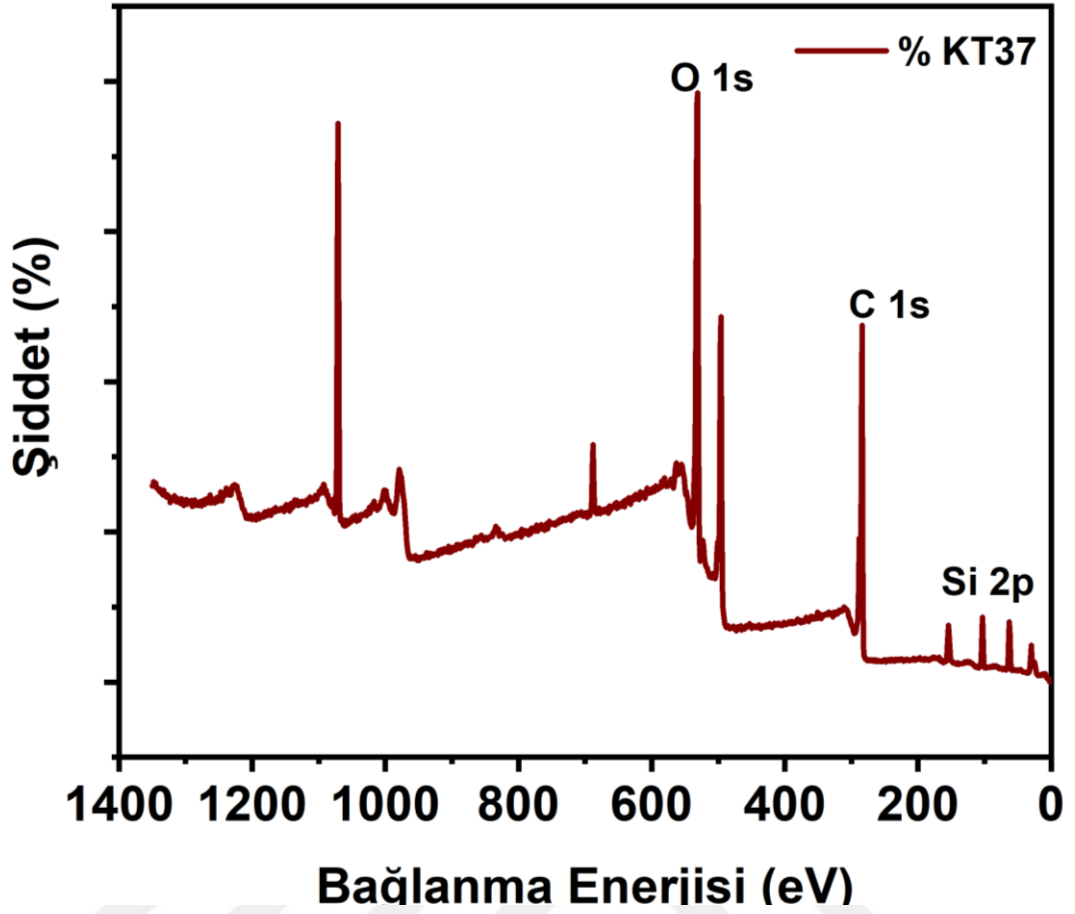
**Kaynak:** Araştırmacı tarafından oluşturulmuştur.

**Tablo 4.42:** KT37 (2:1:2) EDX incelemesi

Element	Ağırlıkça %
C K	32,70
O K	51,18
Si K	16,12

KT 37 için SEM analizi KT36 ile benzerlikler taşımaktadır. Silikat yapıları nedeniyle köşeli ve muhtemelen kristal ve rijit yapılar açıkça tespit edilir. PET için gözlenen yuvarlak aglomere yapılar artık gözlenmez. Daha çok küçük partiküler bir yapı ortaya çıkmıştır. Kayaç ve üst üste binmiş köşeli yapılar gözlenir. Muhtemelen silikat etkisi bu yapıda çok açık bir şekilde gözlenmektedir. Sodyum metasilikat yapısında şayet artan karboksilik asit olursa yapının böyle olması ve silikat esterleri oluşturması beklenmektedir.

EDX analizi silisyum miktarının karbonun tam olarak yarısı olduğunu göstermekte ancak oksijen miktarının ağırlıkça %51'i aştığı görülmektedir. Muhtemelen bu yüksek oksijen miktarı zaten arttırılmış silikatla birlikte aynı ekivalente sahip olmasından kaynaklıdır.

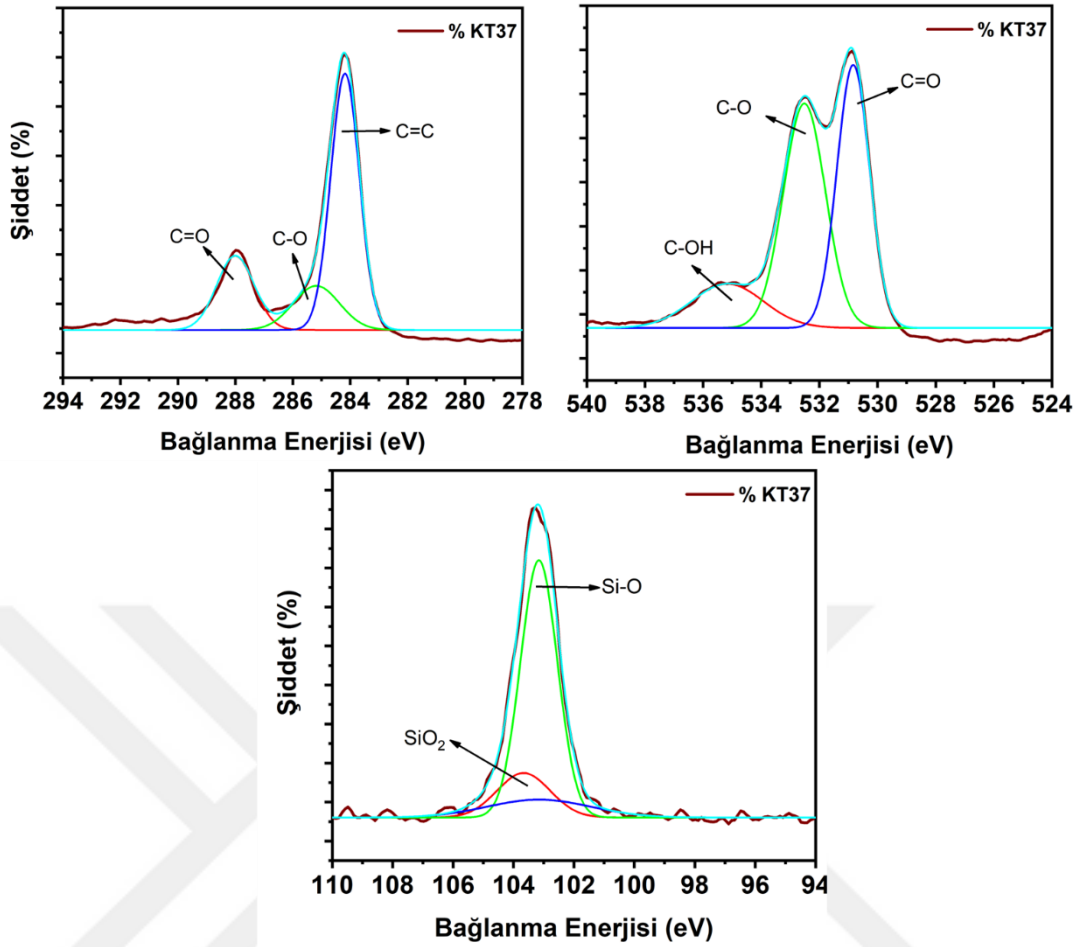


Şekil 4.102: KT37(2:1:2) geniş spektrumlu XPS analizi

**Kaynak:** Araştırmacı tarafından oluşturulmuştur.

Tablo 4.31: KT37 (2:1:2) XPS yüksek çözünürlüklü pikleri

	O 1s	C 1s	Si 2p
KT36 (0,5:1:2)	531,16 eV	284,20 eV	103,19 eV



**Şekil 4.103:** KT37 (2:1:2) için geniş spektrumlu XPS analizi C atomu, O atomu ve Si atomu dekonvülosyonu

**Kaynak:** Araştırmacı tarafından oluşturulmuştur.

Kt37 için gerçekleştirilen XPS ve yüksek çözünürlüklü XPS analizi silikat piklerinin beklendiği gibi SiO<sub>2</sub> oluşturduğu sonuçlarını vermektedir. Hidroksil ve karbonil piklerindeki kayma hala gözlenebilir durumdadır.

284,10 eV pik, karbon-karbon (C-C) ve karbon-hidrojen (C-H) bağlarını temsil eder. Bu değer, PET'in karbon iskeletinin temel bileşenlerinin varlığını ve polimerin temel yapısının korunduğunu işaret eder. 285,15 eV pik, karbon-oksijen (C-O) bağlarına işaret eder ve PET'in ester bağlarının varlığını doğrular, bu da polimerin kimyasal yapısının devamlılığını gösterir. 287,96 eV pik, karbonil (C=O) gruplarını temsil eder, PET'teki ester gruplarının karbonil özelliklerinin olduğunu doğrular.

**Tablo 4.43:** KT37 (2:1:2) için geniş spektrumlu XPS analizi dekonvülosyonu değerleri

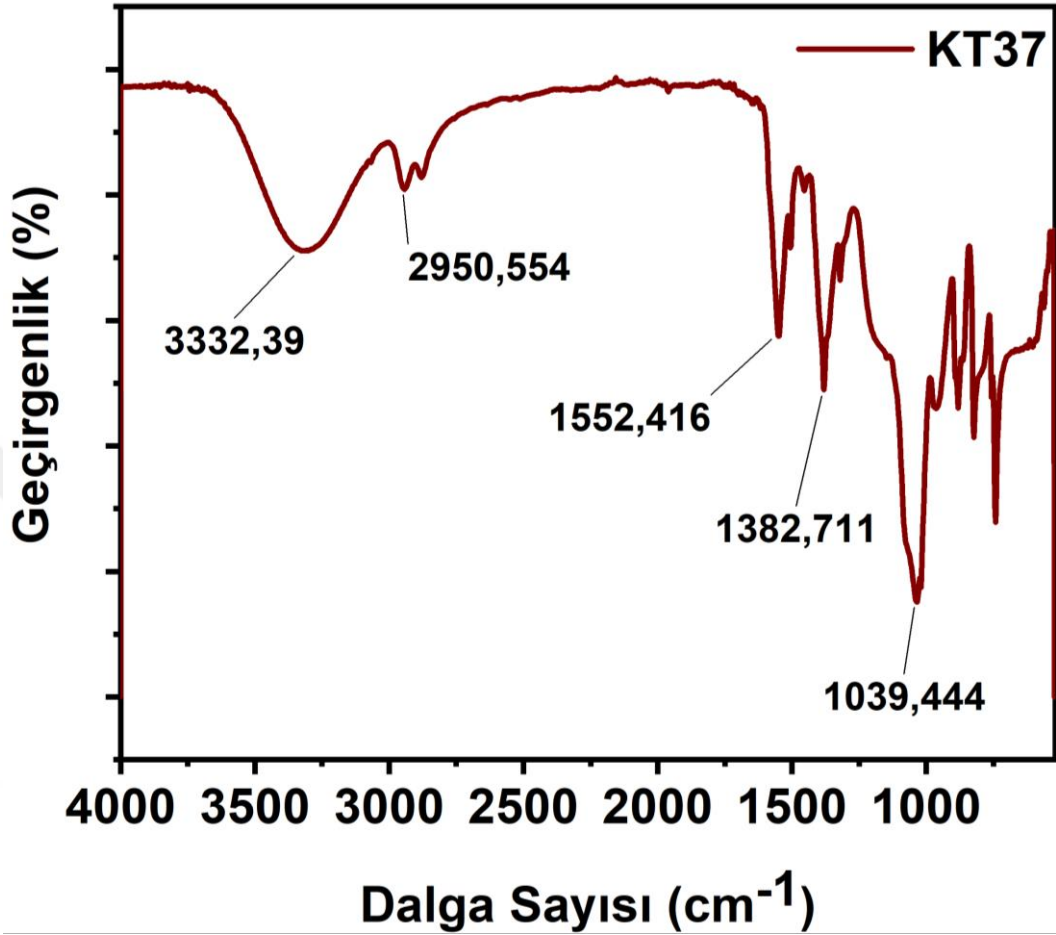
Elementler	Oluşan Bağlar	Pik Değerleri (eV)
C 1s	C=C	284.
	C=O	287.9
	C-O	285.1
O 1s	C-O	532.2
	C=O	531.3
	C-OH	532.8
Si 2p	Si-O	102.9
	SiO <sub>2</sub>	103.6

531,35 eV pik, karbonil (C=O) gruplarındaki oksijeni işaret eder ve PET'in ester fonksiyonel gruplarının yüzeyde mevcut olduğunu gösterir. 532,80 eV pik, karbon-oksijen (C-O) bağlarını temsil eder ve polimer matrisindeki ester yapılarının varlığını destekler. 535,20 eV Bu pik, hidroksil (C-OH) veya silanol (Si-OH) gruplarının varlığını gösterir, bu da sodyum silikat ile etkileşimlerin veya yüzeydeki diğer kimyasal grupların varlığını ortaya koyar.

102,97 eV bu değer, Si-O bağlarını temsil eder ve silikatın polimer matrisine dahil edildiğini doğrular. 103,65 eV bu değer, silikatın biraz daha yüksek bir oksidasyon durumunu gösterir ve bu da sodyum silikatın PET ile etkileşimde olduğunu işaret eder.

KT37 numunesinin XPS analiz sonuçları, polietilen tereftalat (PET) ile sodyum silikatın başarılı bir şekilde sentezlendiğini ortaya koymaktadır. Karbon ve oksijen pikselleri, PET'in ester fonksiyonel gruplarının ve karbonil yapılarının varlığını doğrular. Silikon pikselleri, silikatın PET matrisine etkili bir şekilde entegre edildiğini ve bu entegrasyonun başarılı bir şekilde gerçekleştiğini gösterir. Özellikle, yüzeyde bulunan hidroksil veya silikol grupları, sodyum silikat ile olan etkileşimlerin veya

polimer yüzeyindeki kimyasal dağılımların etkisini ortaya koyar. Bu değerlendirme, sentezlenen kompozitin hem kimyasal yapısının hem de potansiyel özelliklerinin başarılı bir şekilde sağlandığını gösterir.



**Şekil 4.104:** KT37 (2:1:2) sentezinin FT-IR spektrumu

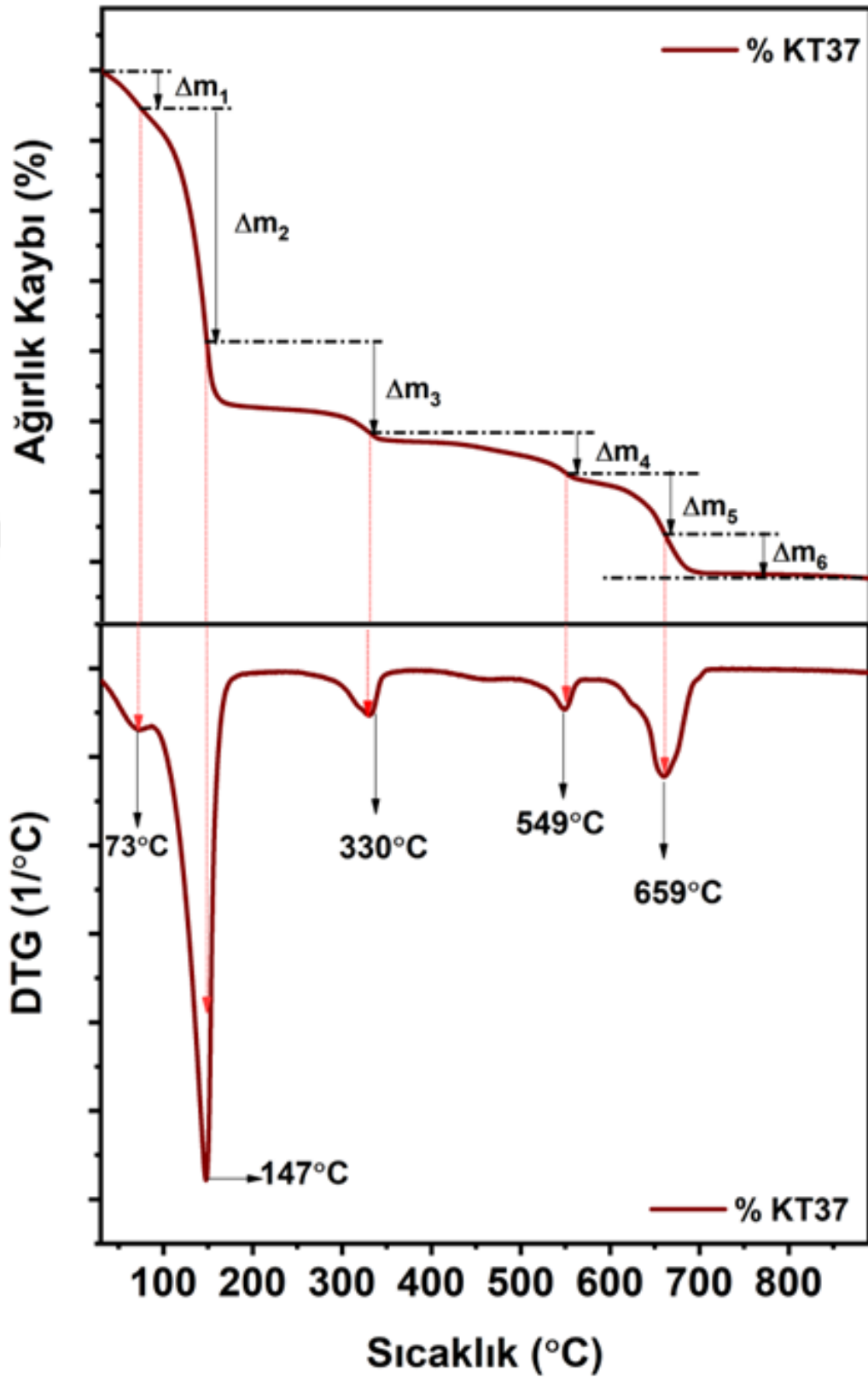
**Kaynak:** Araştırmacı tarafından oluşturulmuştur.

KT37 için Polietilen tereftalat (PET) ve sodyum silikat içeren kompozitlerin FT-IR spektrumu incelendiğinde Şekil 4.50'de özellikle 3315,03 cm<sup>-1</sup> pozisyonunda hidroksil gruplarının O-H gerilme pikleri belirgindir. PET'in metil ve metilen gruplarına ait alifatik C-H gerilme pikleri ise 3943,54 cm<sup>-1</sup> ve 2872,82 cm<sup>-1</sup> dalga numaralarında belirginleşmektedir. Bu pikler, polimerin temel yapısal özelliklerini yansıtmaktadır. Ester gruplarından kaynaklanan C=O gerilme pikleri 1549,53 cm<sup>-1</sup> dalga numarasında görülmektedir ve bu bölgede birden fazla pik bulunmaktadır. Ayrıca, PET'in aromatik halkalarından kaynaklanan aromatik C=C gerilme pikleri de 1505,37 cm<sup>-1</sup> aralığında belirginleşmektedir. Silikat pikleri açıkça gözlenmektedir.

Örneğin, 1381,53  $\text{cm}^{-1}$  ve 1320,74  $\text{cm}^{-1}$  pozisyonunda Si-O-Si asimetrik gerilme pikleri ve 1035.28  $\text{cm}^{-1}$  pozisyonunda C-O-C asimetrik gerilme pikleri bulunmaktadır.

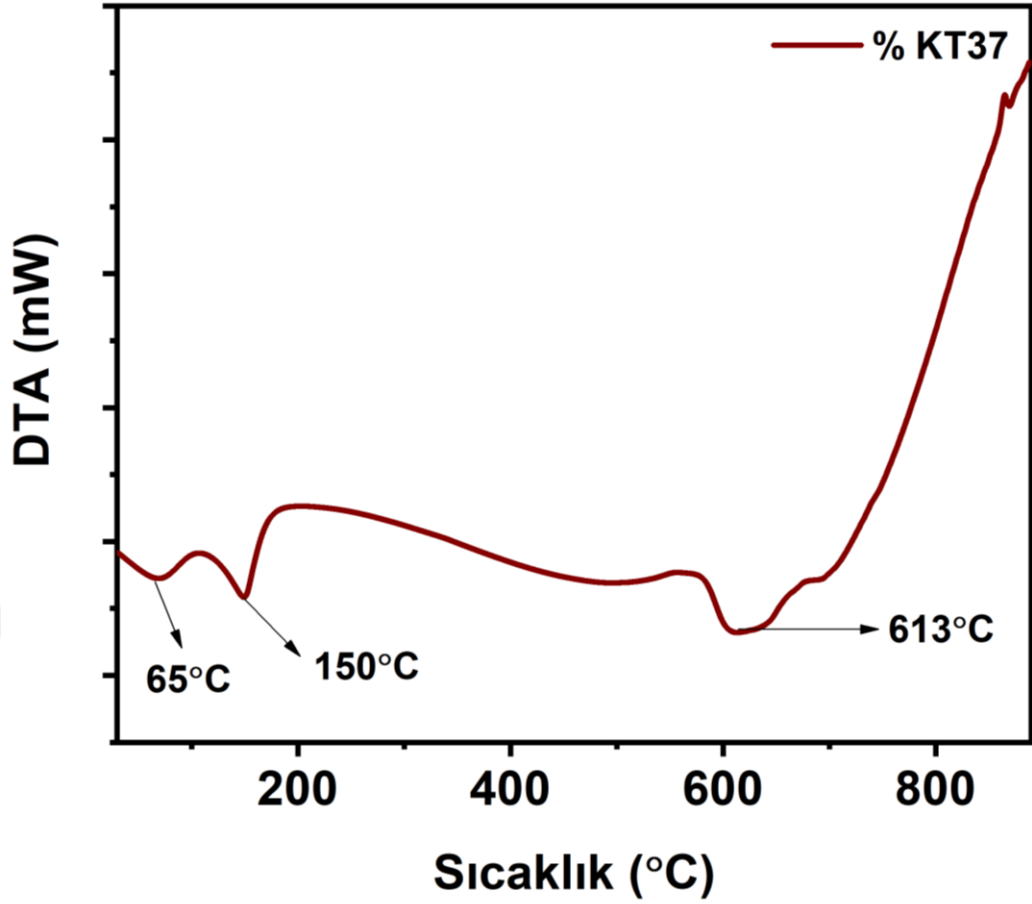
**Tablo 4.44:** KT37 (2:1:2) termal ağırlık kaybı toplamı

<b>Element</b>	<b>Ağırlıkça %</b>
$\Delta m_1$	5,17
$\Delta m_2$	4,38
$\Delta m_3$	6,39
$\Delta m_4$	15,63
$\Delta m_5$	10,09
Toplam	41,66



Şekil 4.105: KT37 (2:1:2) için termal bozunma eğrisi ve diferansiyeli

**Kaynak:** Araştırmacı tarafından oluşturulmuştur.

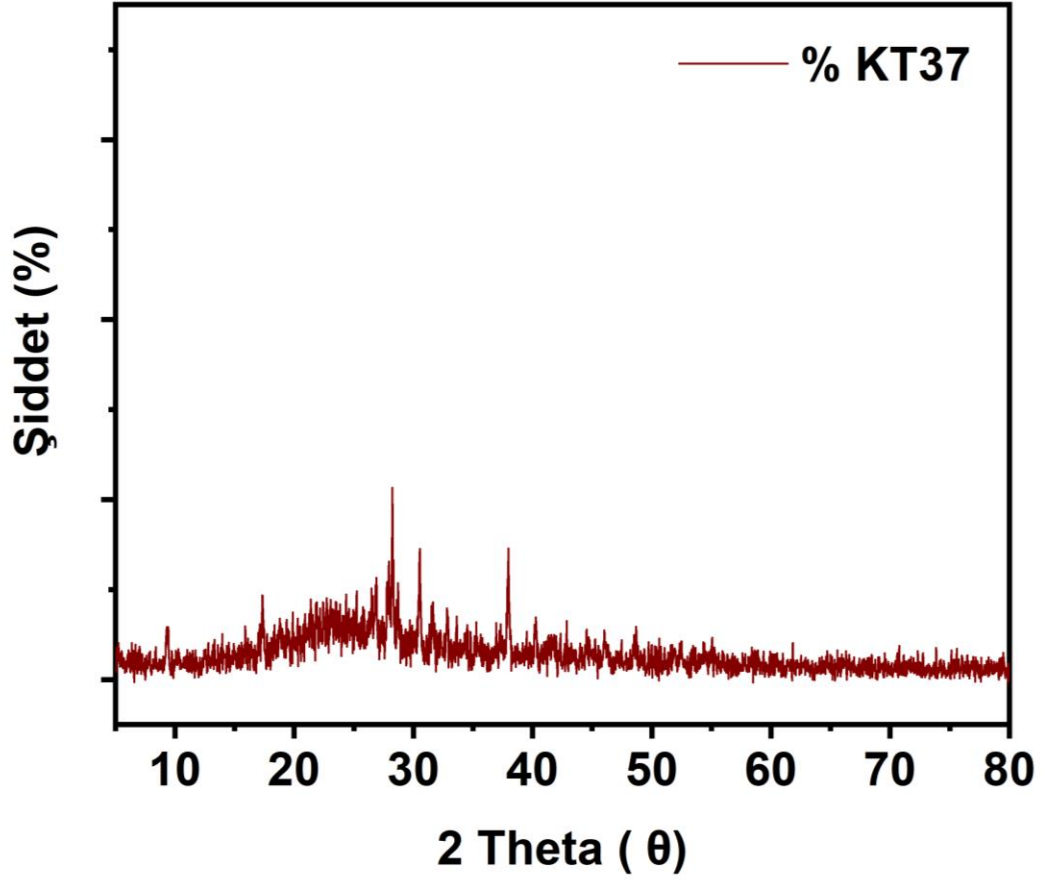


Şekil 4.106: KT37 (2:1:2) için DTA spekturumu

**Kaynak:** Araştırmacı tarafından oluşturulmuştur

TG-DTG analizi gerçekleştirildiğinde yine 2 kat eklenen silikat sonrası termal dayanımın tıpkı KT36 gibi sürekli değişken olması yapıyı kararsız kılmaktadır. Bu da ilave edilen siliakt miktarı ile termal dayanımın artacağı fikrini geçersiz kılmaktadır. Bozulma aşamaları yine 4 tanedir ancak su miktarı inanılmaz fazla gözükmektedir.

9,42°, 17,32°, 38,24°,38,24°,30,54° ve 37,962° pozisyonları için XRD pikleri belirlenmiştir. Bu da KT40 piklerinden bir miktar farklıdır. Daha çok silikat varlığı 21 civarındaki geniş pik ile gözlenmektedir.

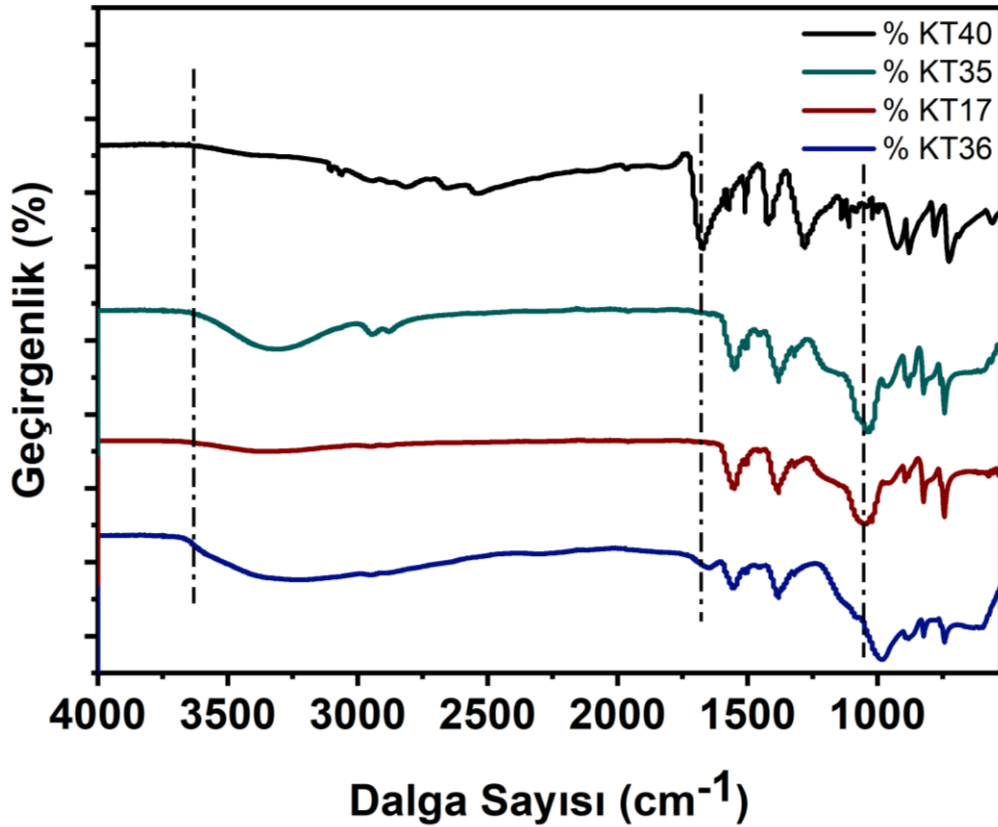


Şekil 4.107: KT37 (2:1:2) XRD difraktogramı

**Kaynak:** Araştırmacı tarafından oluşturulmuştur.

Bu grup için silikat miktarı 2 ekivalentte sabit tutulup TFA miktarı değiştirildiğinde polimerik yapının çok kararsız bir hale geçtiği gözlenmiştir. Doalyısı ile silikatı 2 kata çıkartmak ve polimer için karboksilik asidin farklı miktarlarda olması sadece termal dayanımı kararsız yapmakla kalmaz aynı zamanda polimerik oranların atomik cinsden yorumlanmasında ortaya konulmuştur ki, gerçeke bir polimer oluşumunu ve PET özelliklerini de içermemektedir.

d) *KT36 KT17 KT37* akıřtırma



řekil 4.108: KT40, KT37, KT17 ve KT36 FT-IR spektrumu akıřtırması

**Kaynak:** Arařtırmacı tarafından oluřturulmuřtur

KT40, KT36, KT37 ve KT17 numaralı rneklerin FT-IR spektrum analizlerine dayanarak yapılan karřılařtırma řu sonuları ortaya koymaktadır:

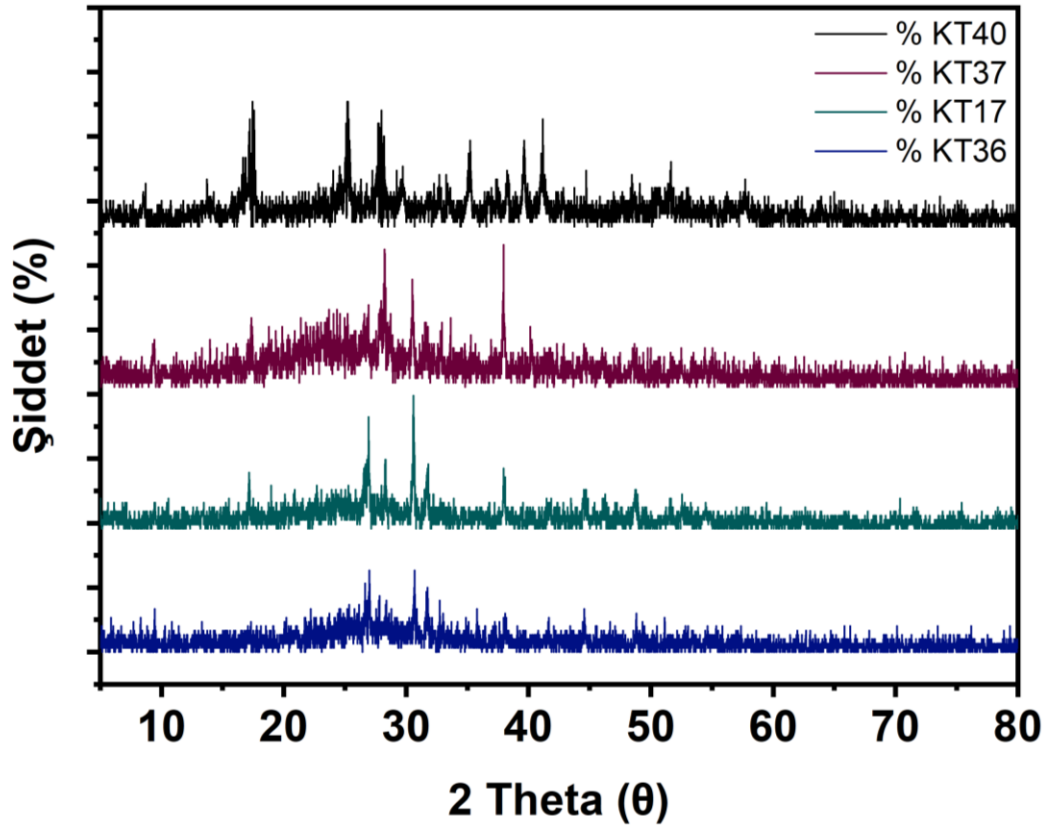
KT40 rneęi, 3330.642 cm<sup>-1</sup> dalga numarasında hidroksil gruplarına ait O-H gerilme pikini gstermektedir. Ayrıca, 3104.831 cm<sup>-1</sup> ve 2547.504 cm<sup>-1</sup> aralıęında alifatik C-H gerilme pikleri ile 1673.909 cm<sup>-1</sup> ve 1284.359 cm<sup>-1</sup> aralıęında C=O ve C-O baęlarına iřaret eden pikler bulunmaktadır. Bu rnekte, sodyum silikat (Si-O-Si ve Si-O baęları gibi) belirgin řekilde gzlemlenmemektedir, bu da KT40'ın PET ierięiyle karakterize olduęunu gstermektedir.

KT36 rneęinde, 3230.30 cm<sup>-1</sup> ve 2866.49 cm<sup>-1</sup> dalga numaralarında PET'in alifatik C-H gerilme pikleri belirgindir. Ancak 648.76 cm<sup>-1</sup> dalga numarasında belirgin olmayan bir pik ve 1552.85 cm<sup>-1</sup>, 1382.47 cm<sup>-1</sup>, 983.74 cm<sup>-1</sup>, 880.59 cm<sup>-1</sup>, 822.94 cm<sup>-1</sup> ve 742.34 cm<sup>-1</sup> dalga numaralarında farklı yapısal zelliklere iřaret eden pikler gzlemlenmektedir. KT36'da da sodyum silikat karakteristik pikleri

gözlenmemektedir, bu da KT36'nın PET odaklı bir örnek olduğunu doğrulamaktadır. KT37 örneğinde, 3315,03  $\text{cm}^{-1}$  ve 2872,82  $\text{cm}^{-1}$  dalga numaralarında Si-O-Si ve Si-O bağlarına ait pikler ile PET'in belirli C=O ve C-O-C gerilme pikleri belirgindir. Ayrıca, 1549,53  $\text{cm}^{-1}$ , 1505,37  $\text{cm}^{-1}$ , 1381,53  $\text{cm}^{-1}$ , 1320,74  $\text{cm}^{-1}$  ve 1035,28  $\text{cm}^{-1}$  dalga numaralarında PET ve sodyum silikatın karakteristik pikleri gözlemlenmektedir. Bu örnekte, PET ve sodyum silikatın başarılı bir şekilde entegre edildiği ve kompozit materyalin belirtilen özelliklere sahip olduğu görülmektedir. KT17 örneğinde, 3346,41  $\text{cm}^{-1}$ , 2942,48  $\text{cm}^{-1}$  ve 2879,16  $\text{cm}^{-1}$  dalga numaralarında PET'in alifatik C-H gerilme pikleri ile 1551,89  $\text{cm}^{-1}$ , 1505,36  $\text{cm}^{-1}$  ve 1382,15  $\text{cm}^{-1}$  aralığında aromatik yapıya ait pikler belirgindir. Ayrıca, 1320,55  $\text{cm}^{-1}$ , 1042,14  $\text{cm}^{-1}$ , 1021,04  $\text{cm}^{-1}$  ve 973,65  $\text{cm}^{-1}$  dalga numaralarında PET ve sodyum silikatın karakteristik pikleri gözlemlenmektedir. KT17 örneği hem PET hem de sodyum silikat içeren bir kompozit örneği olarak değerlendirilebilir.

Bu karşılaştırmalı analizler, farklı FT-IR spektrum profilleri aracılığıyla KT40'ın PET içeriğiyle domine olduğunu, KT36 ve KT17'nin hem PET hem de sodyum silikat içerdiğini ve KT37'nin ise PET ve sodyum silikatın başarılı bir şekilde entegrasyonunu sergilediğini göstermektedir. Bu veriler, kompozit malzemelerin sentezi ve karakterizasyonunda FT-IR spektroskopisinin gücünü ve önemini vurgulamaktadır. KT36, KT37 ve KT17 örneklerinin FT-IR spektrum analizleri karşılaştırıldığında şu gözlemler yapılmaktadır: KT36 örneği, 3230,30  $\text{cm}^{-1}$  ve 2866,49  $\text{cm}^{-1}$  dalga numaralarında PET'in alifatik C-H gerilme piklerini göstermektedir. Ancak 648,76  $\text{cm}^{-1}$  dalga numarasında belirgin olmayan bir pik ve 1552,85  $\text{cm}^{-1}$ , 1382,47  $\text{cm}^{-1}$ , 983,74  $\text{cm}^{-1}$ , 880,59  $\text{cm}^{-1}$ , 822,94  $\text{cm}^{-1}$  ve 742,34  $\text{cm}^{-1}$  dalga numaralarında farklı yapısal özelliklere işaret eden pikler de bulunmaktadır. KT36 örneğinde sodyum silikatın karakteristik pikleri gözlenmemektedir, bu da örneğin PET odaklı olduğunu göstermektedir. KT37 örneği, 3315,03  $\text{cm}^{-1}$  ve 2872,82  $\text{cm}^{-1}$  dalga numaralarında Si-O-Si ve Si-O bağlarına ait pikler ile PET'in belirli C=O ve C-O-C gerilme piklerini göstermektedir. Ayrıca, 1549,53  $\text{cm}^{-1}$ , 1505,37  $\text{cm}^{-1}$ , 1381,53  $\text{cm}^{-1}$ , 1320,74  $\text{cm}^{-1}$  ve 1035,28  $\text{cm}^{-1}$  dalga numaralarında PET ve sodyum silikatın karakteristik pikleri gözlenmektedir. KT37 örneğinde PET ve sodyum silikatın başarılı bir şekilde entegre edildiği ve kompozit materyalin belirtilen özelliklere sahip olduğu görülmektedir. KT17 örneği ise, 3346,41  $\text{cm}^{-1}$ , 2942,48  $\text{cm}^{-1}$  ve 2879,16  $\text{cm}^{-1}$  dalga numaralarında PET'in alifatik C-H gerilme pikleri ile 1551,89  $\text{cm}^{-1}$ , 1505,36  $\text{cm}^{-1}$  ve 1382,15  $\text{cm}^{-1}$

aralığında aromatik yapıya ait pikleri göstermektedir. Ayrıca,  $1320,55 \text{ cm}^{-1}$ ,  $1042.14 \text{ cm}^{-1}$ ,  $1021.04 \text{ cm}^{-1}$  ve  $973.65 \text{ cm}^{-1}$  dalga numaralarında PET ve sodyum silikatın karakteristik pikleri bulunmaktadır. KT17 örneği hem PET hem de sodyum silikat içeren bir kompozit örneği olarak değerlendirilebilir. Karşılaştırma sonucunda, KT36'nın PET odaklı bir örnek olduğu ve sodyum silikatın belirgin bir şekilde bulunmadığı, KT37'nin ise hem PET hem de sodyum silikat içeren başarılı bir kompozit olduğu ve KT17'nin de aynı şekilde hem PET hem de sodyum silikat içeren bir kompozit olduğu ortaya çıkmaktadır. Bu analizler, her bir örneğin kimyasal bileşimini ve yapısal özelliklerini belirlemede FT-IR spektrum analizinin etkinliğini ve önemini vurgulamaktadır.



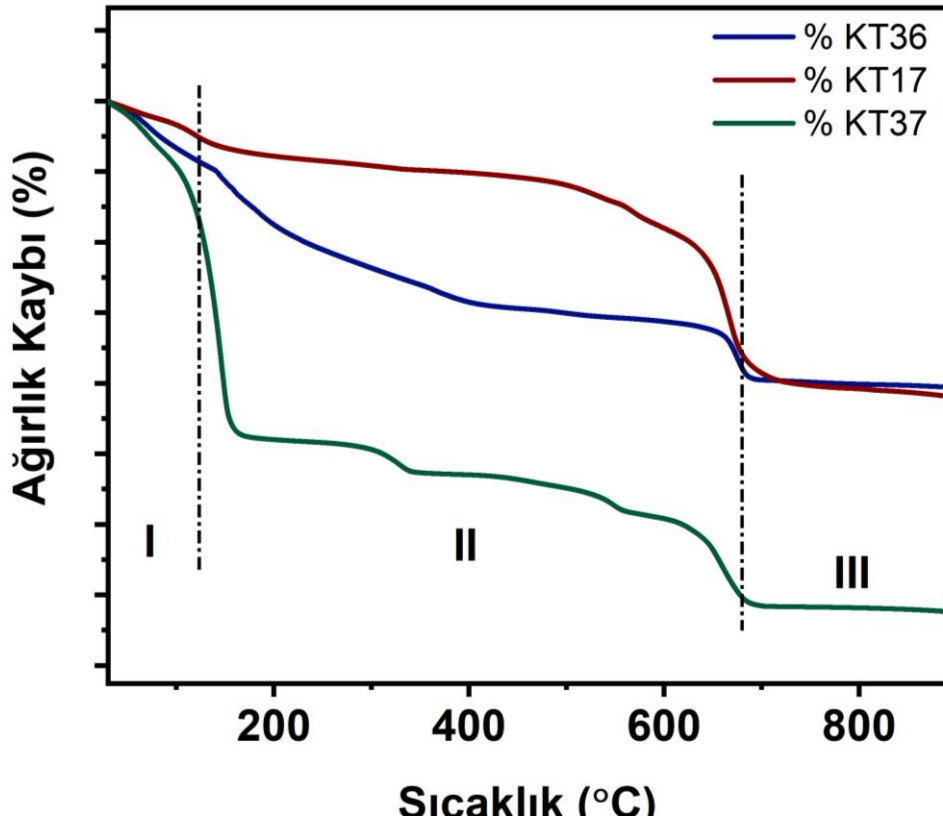
**Şekil 4.109:** KT40, KT36, KT17 ve KT36 XRD karşılaştırması

**Kaynak:** Araştırmacı tarafından oluşturulmuştur

$8,5^\circ$  düşük açılı bir pik, genellikle arka plan düzeltme ve difraksiyon cihazı hassasiyetine işaret eder.  $13,74^\circ$  PET'nin karakteristik piklerinden biri, polimerin kristalin düzenlenmiş yapısını yansıtır.  $17,16^\circ$  PET'nin başka bir karakteristik pikidir, kristal düzenliliği hakkında bilgi verir.  $25,22^\circ$ ,  $27,74^\circ$ ,  $35,24^\circ$ ,  $39,64^\circ$ ,  $41,18^\circ$  PET'nin daha yüksek açılı pikleri, kristal yapısal özelliklerini ve atom düzenlemelerini gösterir.

9,44° PET'nin temel piklerinden biri, sodyum silikat sentezi ile belirginleşebilir. 27,00°, 30,68°, 31,78°: Sodyum silikatın karakteristik pikleri, PET'nin pikleriyle birlikte malzemenin bileşimini yansıtır.

9,42°, 17,32°, 38,24°, 30,54°, 37,962° bu pikler PET'nin ve sodyum silikatın varlığını gösterir; PET'nin karakteristik pikleriyle birlikte sodyum silikatın difraksiyon özellikleri belirginleşir. 17,18°, 26,94°, 30,6°, 37,98° pikler PET'nin karakteristik pikleridir, sodyum silikatın varlığını da yansıtır. KT36, KT37, KT17 örneklerde, PET'nin kristal yapısal özelliklerinin yanı sıra sodyum silikatın varlığını ve etkisini de görmek mümkündür. Özellikle KT37'de belirgin bir şekilde sodyum silikatın difraksiyon özellikleri ortaya çıkar. KT36 ve KT37 numuneleri arasındaki ana fark, sodyum silikatın varlığı ve bu maddenin difraksiyon özellikleridir. KT37 numunesinde daha belirgin sodyum silikat pikleri gözlemlenirken, KT36 numunesinde PET'nin pikleri daha baskındır. KT17 numunesi, farklı sentez koşulları veya ekstraksiyon yöntemlerinin bir sonucu olarak farklılık gösterebilir, örneğin ek piklerle ifade edilen belirli kristal yüzeylere veya yapısal değişikliklere işaret edebilir.

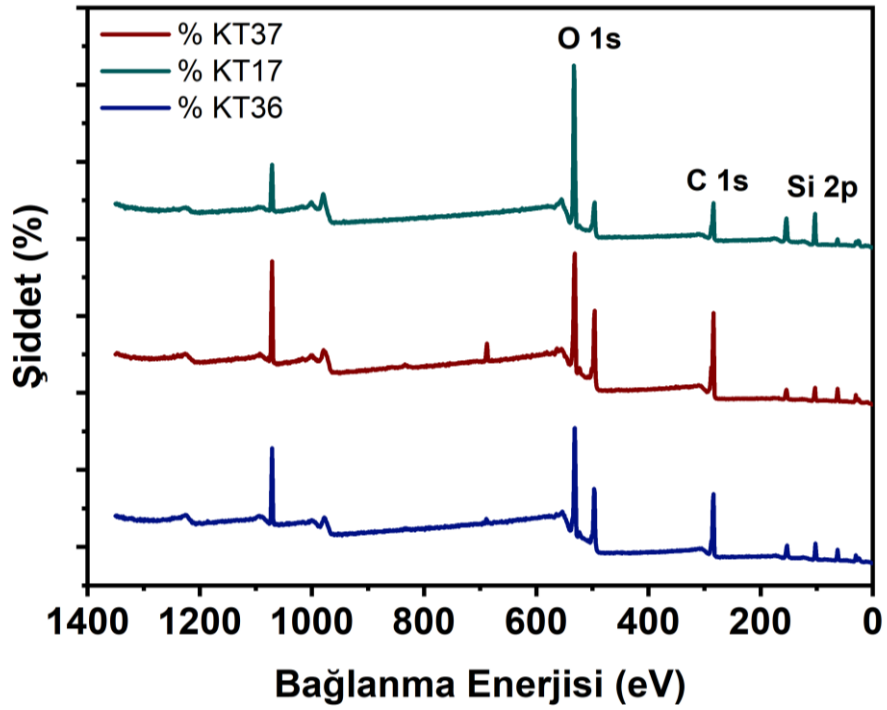


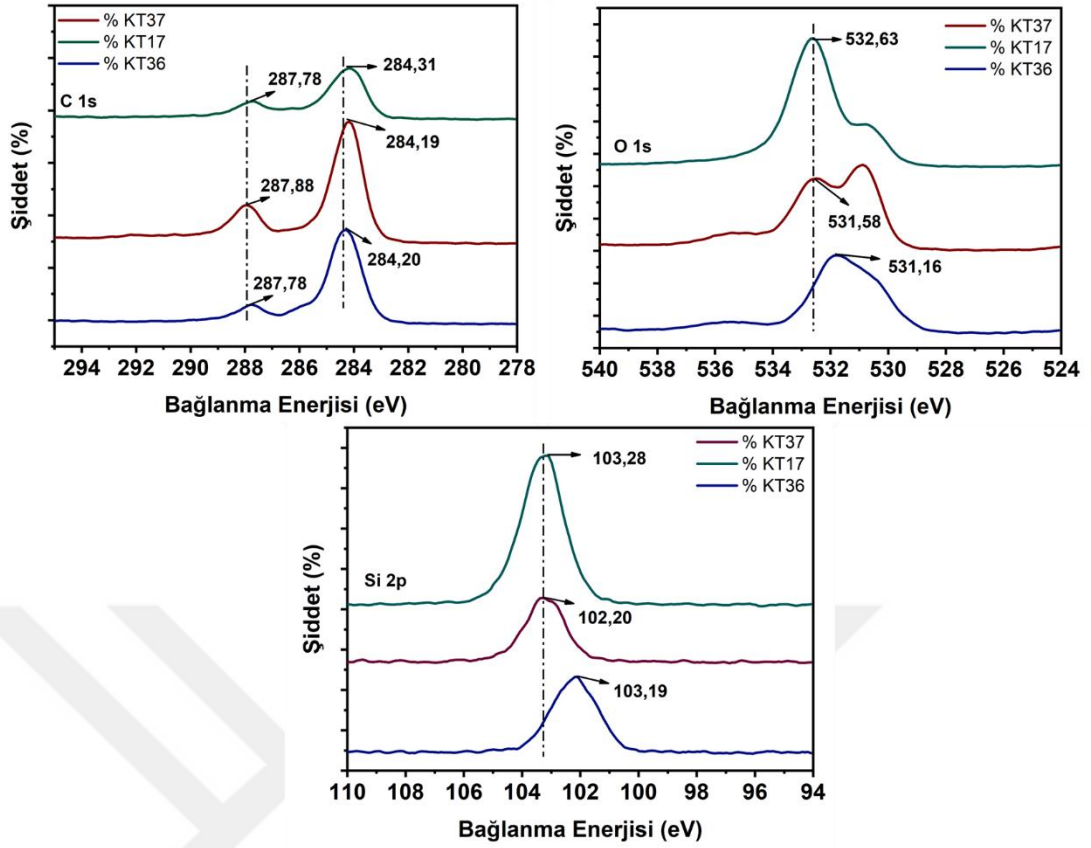
Şekil 4.110: KT36, KT17 ve KT37 TGA karşılaştırma

**Kaynak:** Araştırmacı tarafından oluşturulmuştur.

XPS analizleri, KT36, KT37 ve KT17 numunelerindeki polietilen tereftalat (PET) ve sodyum silikat sentezlerinin yüzey kimyasını ortaya koyar. Karbon (C 1s) pikselleri genellikle karbon-karbon (284,10-284,30 eV), karbon-oksijen (285,00-285,93 eV) ve karbonil (287,12-287,96 eV) bağlarını gösterir. KT36 ve KT37 numunelerinde karbonil piki, KT17'ye göre daha belirgindir, bu da yüzeydeki karbonil gruplarının farklı bağlanma durumlarını yansıtır.

Oksijen (O 1s) pikselleri, karbonil (530,68-531,35 eV), karbon-oksijen (532,63-533,22 eV) ve hidroksil (534,48-535,20 eV) gruplarını gösterir. KT17'de karbonil piki düşük enerjili ve hidroksil piki yüksek enerjilidir, bu da yüzeydeki fonksiyonel gruplarda farklılıklar olduğunu işaret eder.





**Şekil 4.111:** KT36, KT17 ve KT37 geniş spektrumlu XPS analizi

**Kaynak:** Araştırmacı tarafından oluşturulmuştur.

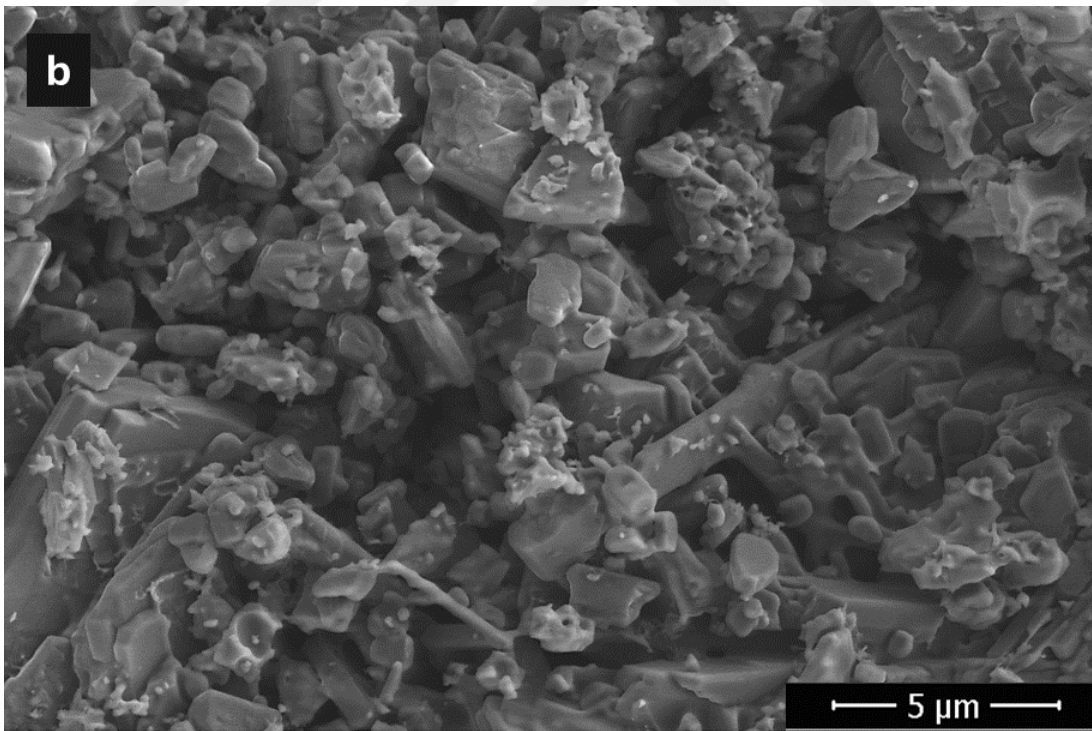
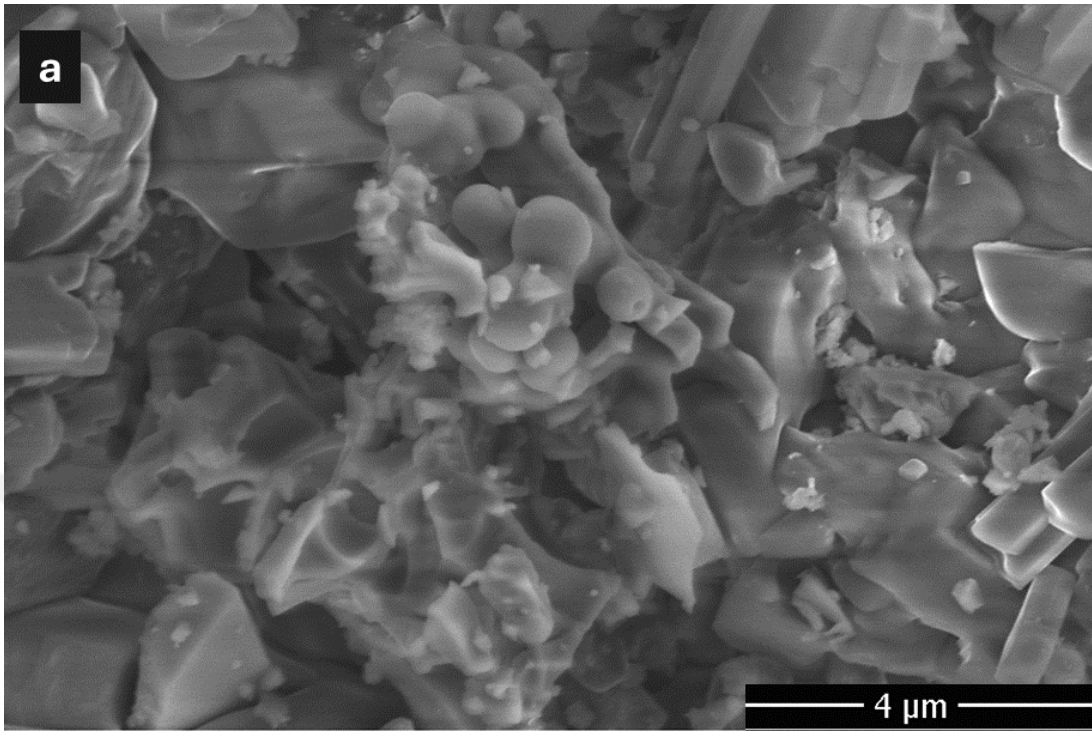
Silikat (Si 2p) pikselleri 101,35-104,79 eV aralığındadır. Silikat bağlarının enerji seviyeleri, sodyum silikatın yüzeydeki oksidasyon durumlarını ve kimyasal etkileşimleri yansıtır. KT37 ve KT17'deki silikat pikselleri, KT36'ya göre farklı enerji seviyelerinde olup, yüzeydeki silikat bileşenlerinin kimyasal durumundaki değişiklikleri gösterir.

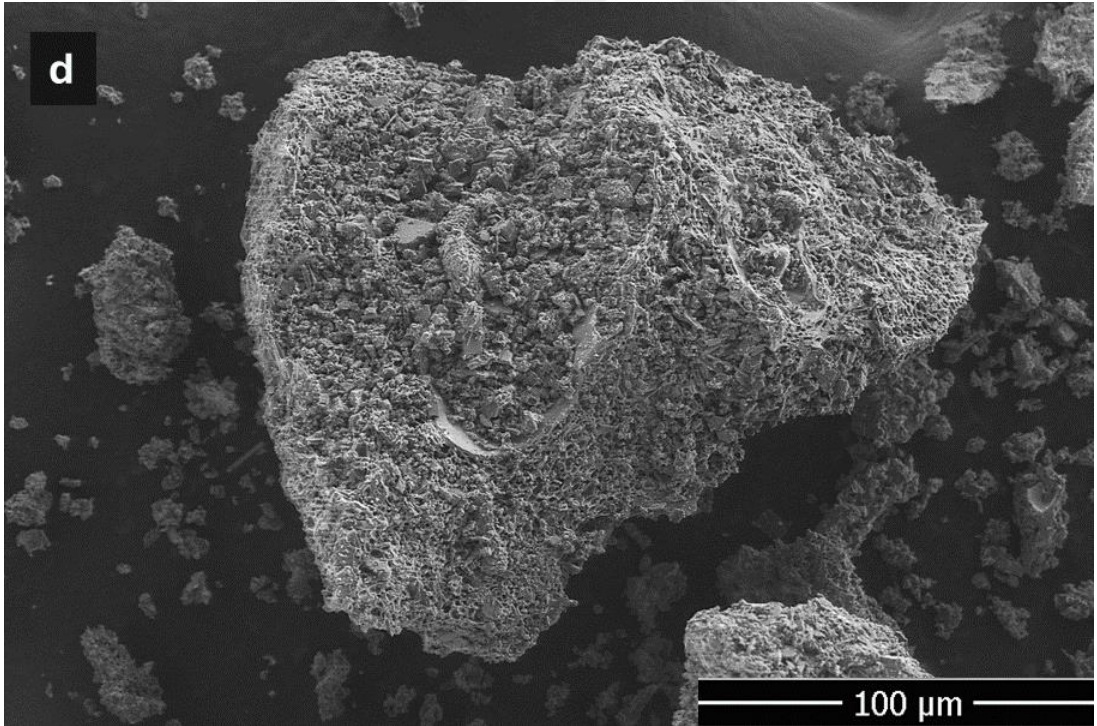
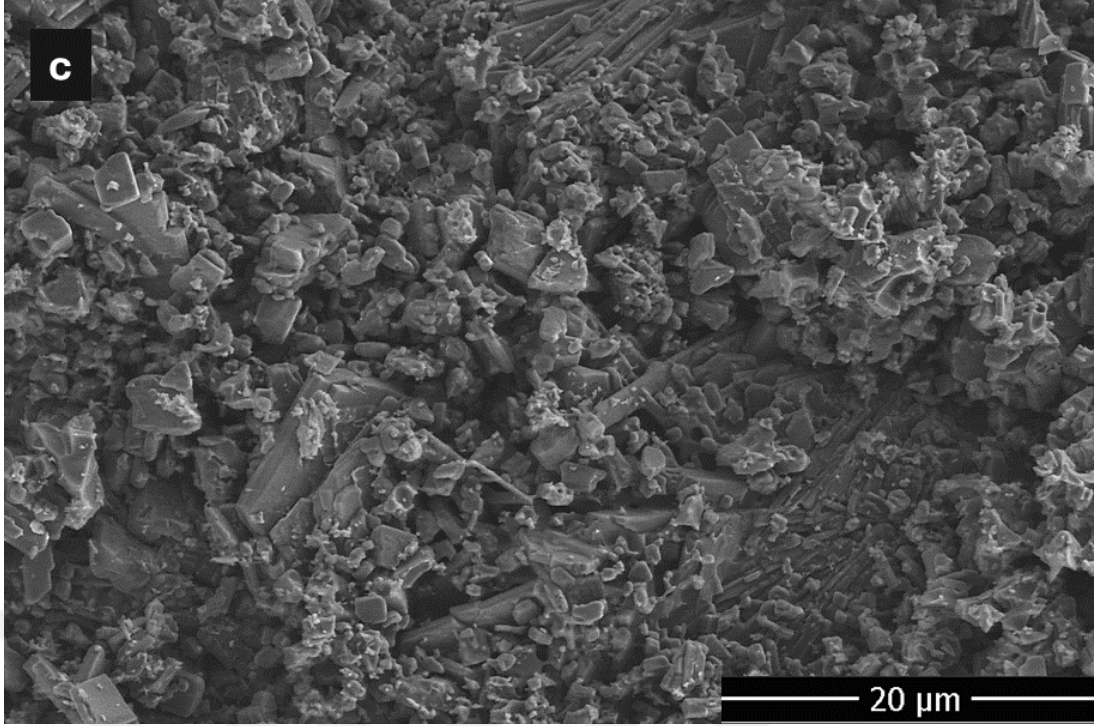
#### 4.2.6. Grup 6: Sabit Silikat miktarına göre değişen EG oranları (TFA ve Na<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub> (2) sabit)

Sodyum metasilikat oranı yine sabit 2 ekvalentte tutarak, ayrıca TFA miktarını 1 ekvalentte tutarak değişen EG miktarları incelenmiştir.

<b>Grup 6</b>	<b>KT15 (1:0,5:2)</b>	<b>Na<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub> miktarına göre değişen EG oranları (TFA ve Na<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub> (2) sabit)</b>
	<b>KT17 (1:1:2)</b>	
	<b>KT35(1:1:1)</b>	

a) *KT15- 1/0.5/2 (TFA/EG/ Na<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub>) oranlari*





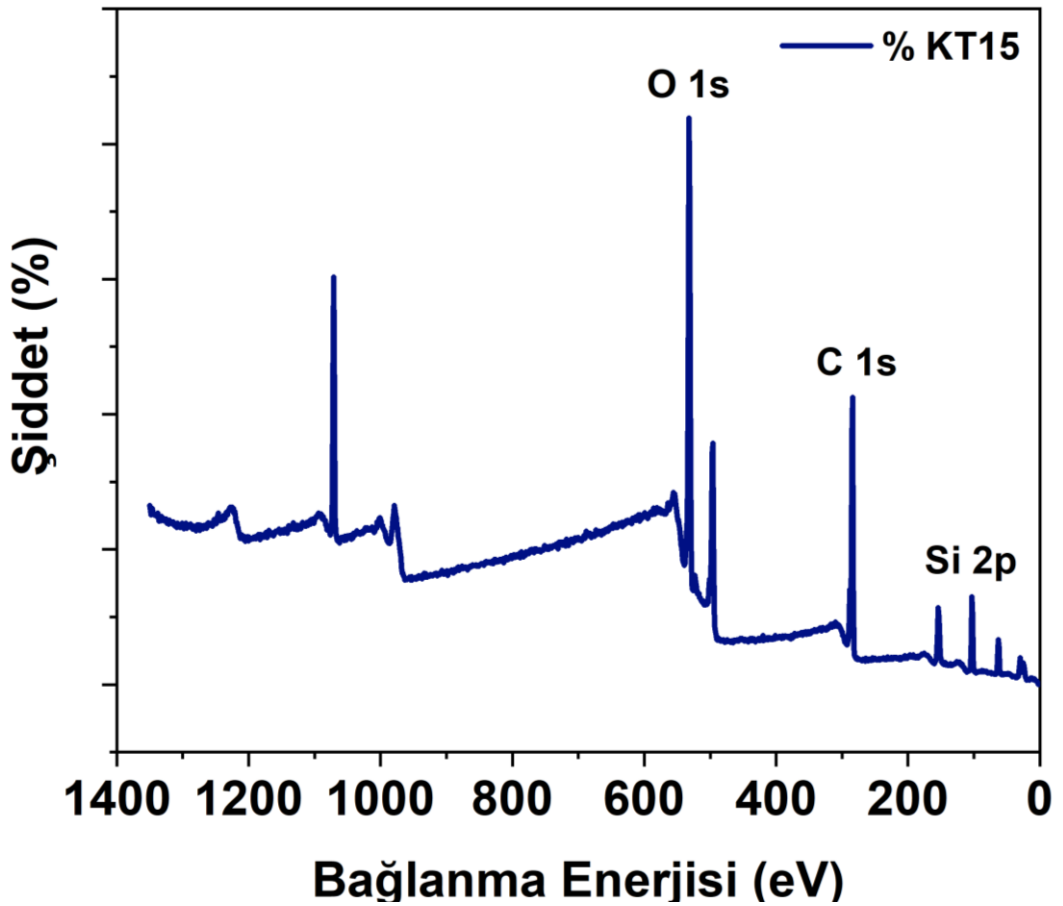
**Şekil 4.112:** KT15(1:0,5:2) SEM görüntüleri (a) 4 μm’de ölçeklendirilmiş SEM analizi görüntüsü (b) 5 μm’de ölçeklendirilmiş SEM analizi görüntüsü (c) 10 μm’de ölçeklendirilmiş SEM analizi görüntüsü (d) 50 μm’de ölçeklendirilmiş SEM analizi görüntüsü

**Kaynak:** Araştırmacı tarafından oluşturulmuştur.

**Tablo 4.45:** KT15(1:0,5:2) için EDX analizi

Element	Ağırlıkça %
C K	44.01
O K	57.80
Si K	4.19

KT15 için SEM görüntüleri daha önceki silikat katkılı örneklere benzemektedir. İnorganik yapının baskınlığı iyice gözlenmektedir. Yüzeyde küçük partiküler yapı mevcuttur. Yakın görüntülerde oldukça rijit bir yapı oluştuğu tespit edilmiştir. EDX datalarından elde edilen ağırlıkça atom miktarları da belirtilmektedir.

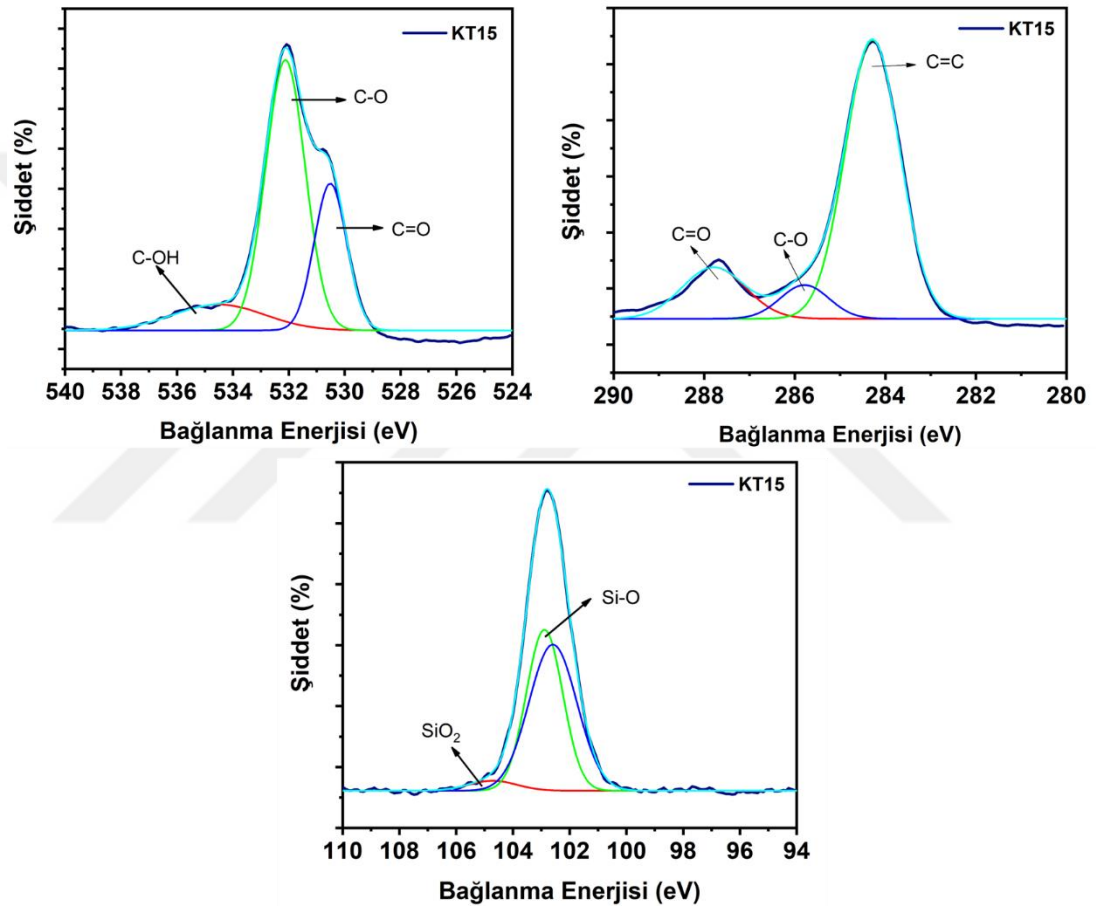


**Şekil 4.113:** KT15(1:0,5:2) geniş spektrumlu XPS analizi

**Kaynak:** Araştırmacı tarafından oluşturulmuştur

**Tablo 4.46:** KT15(1:0,5:2) XPS yüksek çözünürlüklü pikleri

	O 1s	C 1s	Si 2p
KT15 (1:0,5:2)	532,00 eV	284,29 eV	102,78 eV



**Şekil 4.114:** KT15(1:0,5:2) için geniş spektrumlu XPS analizi C atomu, O atomu ve Si atomu dekonvülosyonu

**Kaynak:** Araştırmacı tarafından oluşturulmuştur.

Termal analiz KT15 için temelde 3 bozunma bölgesi olduğunu gösterir. Bunlardan ilki suyun uzaklaşma bölgesi iken organik iskeletin ve silika katkılı yapının uzaklaşma bölgesi de açıkça gözlenebilir durumdadır. Bir önceki gruba göre daha stabil bir yapı oluştuğu gözlenmektedir. EG miktarının az oluşu silikat yapısının daha çok karboksilik asit reaksiyonu gerçekleştirmesini sağlayabilir. Bu da XPS analizinde gözlenecektir.

284,74 eV pik, karbon-karbon tek bağı (C-C) ve karbon-karbon çift bağı (C=C) ile ilişkilidir. PET'nin temel yapısında bulunan aromatik halkalar bu bağları içerir. Karbon-karbon bağları, PET'nin yapısal bütünlüğünü ve moleküler düzeydeki düzeni yansıtır. 285,88 eV enerji seviyesi karbon-oksijen (C-O) bağlarıyla ilişkilidir. PET'nin ester gruplarında ve potansiyel olarak sodyum silikat ile yapılan sentezde ortaya çıkan karboksilat gruplarında bulunur. Karbon-oksijen bağları, PET'nin kimyasal doğasında ve sodyum silikat ile olası etkileşimlerinde önemli bir rol oynar. 287,78 eV pik,

**Tablo 4.47:** KT15(1:0,5:2) için geniş spektrumlu XPS dekonvolüsyon değerleri

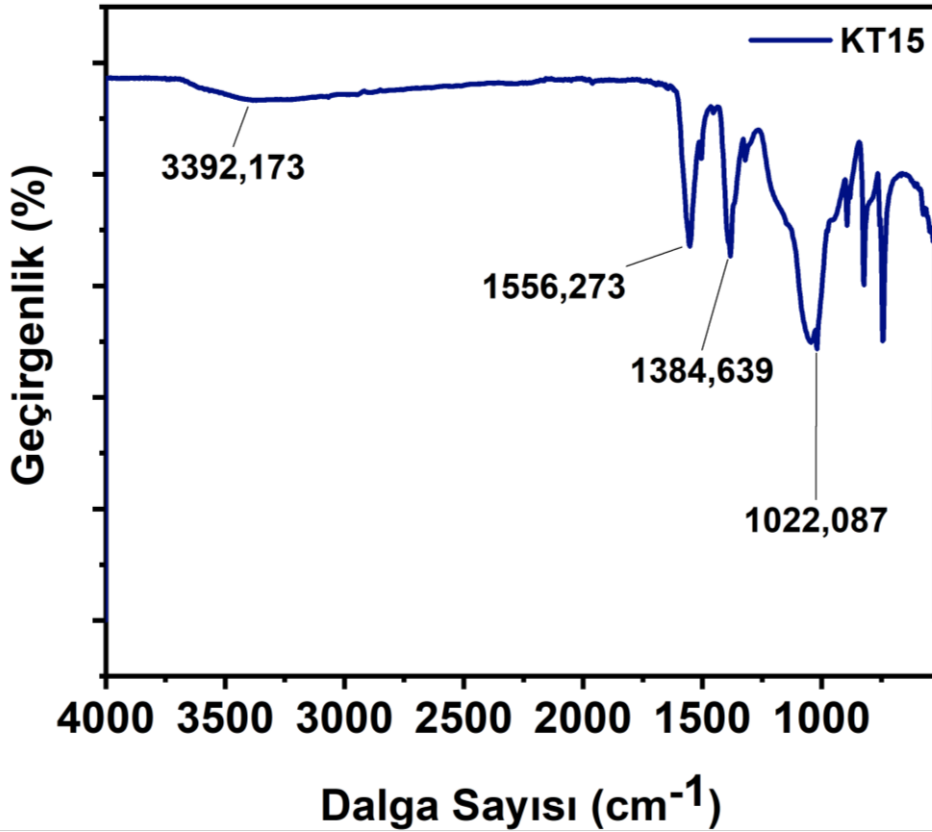
Elementler	Oluşan Bağlar	Pik Değerleri (eV)
C 1s	C=C	284.7
	C=O	288.1
	C-O	285.8
O 1s	C-O	532.3
	C=O	530.6
	C-OH	534.8
Si 2p	Si-O	103.1
	SiO <sub>2</sub>	104.9

karbonil (C=O) bağlarıyla ilişkilidir. Karbonil grupları, sodyum silikatın PET ile reaksiyona girmesi sonucunda ortaya çıkabilir ve bu bağlar, polietilen tereftalatın kimyasal yapısındaki potansiyel değişiklikleri gösterir. 530,65 eV enerji seviyesi karbonil (C=O) gruplarına aittir. Bu pik, PET ve sodyum silikat arasındaki olası karbonil etkileşimlerini ve sodyum silikatın yüzeydeki varlığını gösterir. Karbonil grupları, ester ve diğer fonksiyonel grupların kimyasal yapıda nasıl etkileştiğine dair bilgiler sunar. 532,34 eV enerji, karbon-oksijen (C-O) bağlarını temsil eder. Bu pik, PET'nin ester gruplarındaki oksijenin ve potansiyel olarak sodyum silikat ile oluşmuş oksijen bağlarının varlığını işaret eder. Bu bağlar, PET'nin kimyasal yapısındaki

fonksiyonel grupların ve olası sodyum silikat etkileşimlerinin belirlenmesine yardımcı olur. 534,80 eV pik hidroksil (C-OH) gruplarına aittir. Yüzeydeki serbest hidrojen bağları ve potansiyel hidrojen bağlarını gösterir. Bu, PET'nin yüzey kimyasındaki değişiklikleri ve sodyum silikat ile yüzey etkileşimlerinde önemli bir faktördür.

103,14 eV ve 104,90 eV pikseller, silikat bağlarının enerji seviyelerini gösterir. Sodyum silikatın yüzeydeki silisyum oksit bağlarını ve potansiyel oksidasyon durumlarını yansıtır. Silikat pikselleri, sodyum silikatın yüzeydeki kimyasal yapısındaki değişiklikleri ve sodyum silikatın PET ile nasıl etkileştiğini açıklar.

KT15 numunesinin XPS analizleri, polietilen tereftalat (PET) ve sodyum silikat sentezinin yüzey kimyasındaki önemli ayrıntıları ortaya koyar. Karbon spektrumundaki pikseller, PET'nin temel yapı taşları ve sodyum silikat ile yapılan sentezdeki kimyasal etkileşimler hakkında bilgi verir. Oksijen spektrumundaki pikseller, fonksiyonel grupların ve olası reaksiyonların detaylarını sunar.



**Şekil 4.115:** KT15(1:0,5:2) sentezinin FT-IR spekturumu

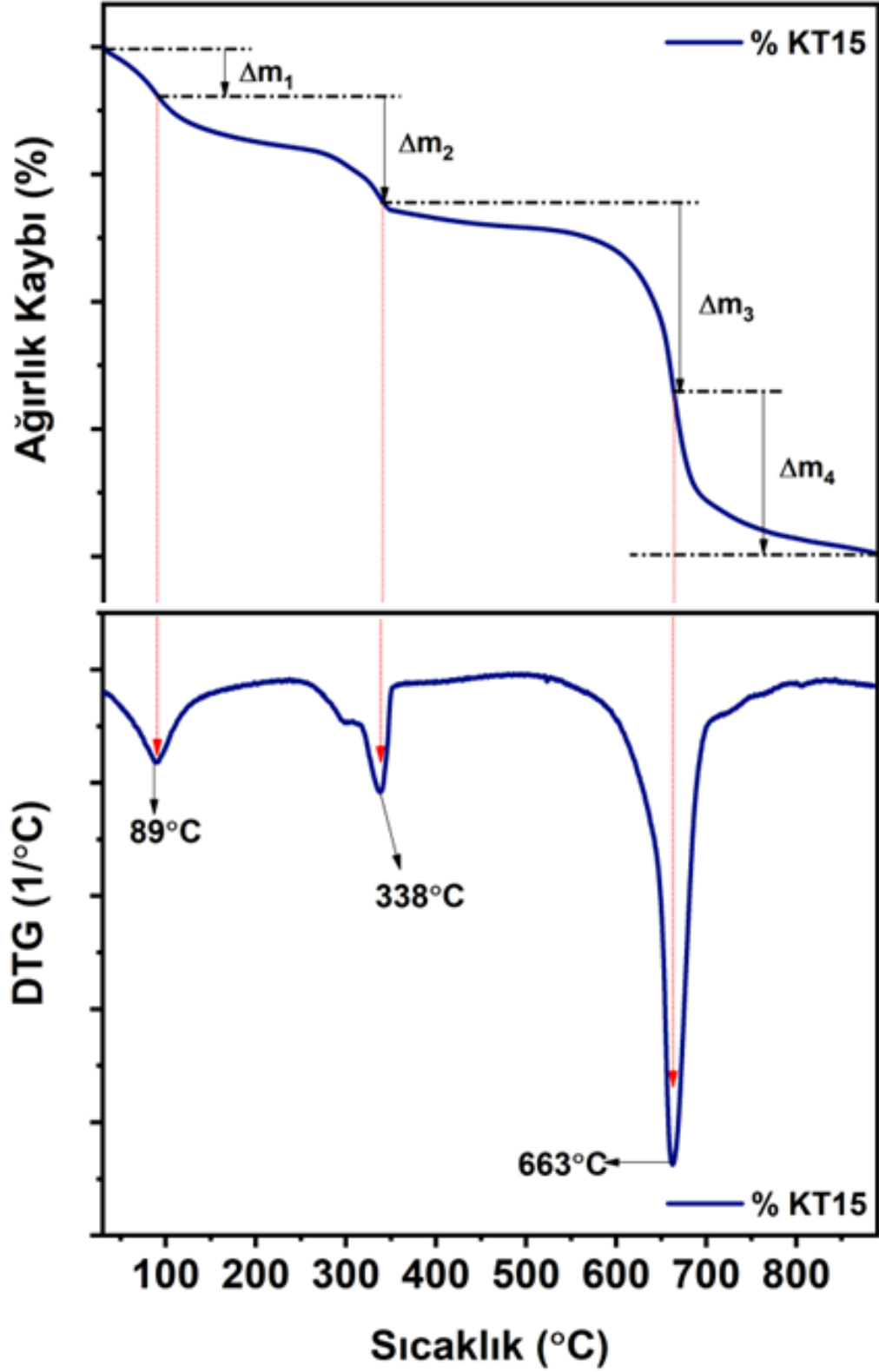
**Kaynak:** Araştırmacı tarafından oluşturulmuştur.

Silikat pikselleri ise sodyum silikatın kimyasal durumunu ve yüzeydeki etkileşimleri yansıtır. Bu analizler, sentez sonrası yüzeydeki kimyasal değişiklikleri ve moleküller arasındaki etkileşimleri anlamak için kritik veriler sağlar.

KT15 için yapılan FT-IR analizi göstermiştir ki  $3384,07 \text{ cm}^{-1}$  pozisyonunda hafif bir -OH piki gözlenir. Bu da hidroksil gruplarının (-OH) varlığını göstermektedir. Bu, malzemenin içerdiği su veya nem miktarını da yansıtabilir. Ayrıca alifatik C-H gerilme pikleri, özellikle  $2945,04 \text{ cm}^{-1}$  ve  $2875,99 \text{ cm}^{-1}$  pozisyonundadır.  $1659,78 \text{ cm}^{-1}$  noktasında görülen C=O gerilme pikleri, PET'in ester gruplarından kaynaklanmaktadır. Aynı bölgede birden fazla pik olması, PET'in yapısal çeşitliliğini ve farklı bağlanma şekillerini göstermektedir. Aromatik C=C gerilme pikleri ise  $1571,50 \text{ cm}^{-1}$  ve  $1505,04 \text{ cm}^{-1}$  aralığında belirginleşmektedir, bu da PET'in aromatik halkalarının varlığını işaret eder. Sodyum silikatın spektrumunda gözlemlenen karakteristik pikleri ise genelde şu şekilde tespit edilmektedir:  $1036,19 \text{ cm}^{-1}$  pozisyonunda, Si-O-Si asimetrik gerilme pikleri ve  $1372,91 \text{ cm}^{-1}$  pozisyonunda polimerin C-O-C asimetrik gerilme pikleri. Ayrıca,  $961,90 \text{ cm}^{-1}$ ,  $879,14 \text{ cm}^{-1}$  ve  $779,78 \text{ cm}^{-1}$  pozisyonlarında sodyum silikatın Si-O gerilme pikleri belirgindir. Bu pikler, sodyum silikatın kompozit içindeki varlığını ve katkısını göstermektedir.

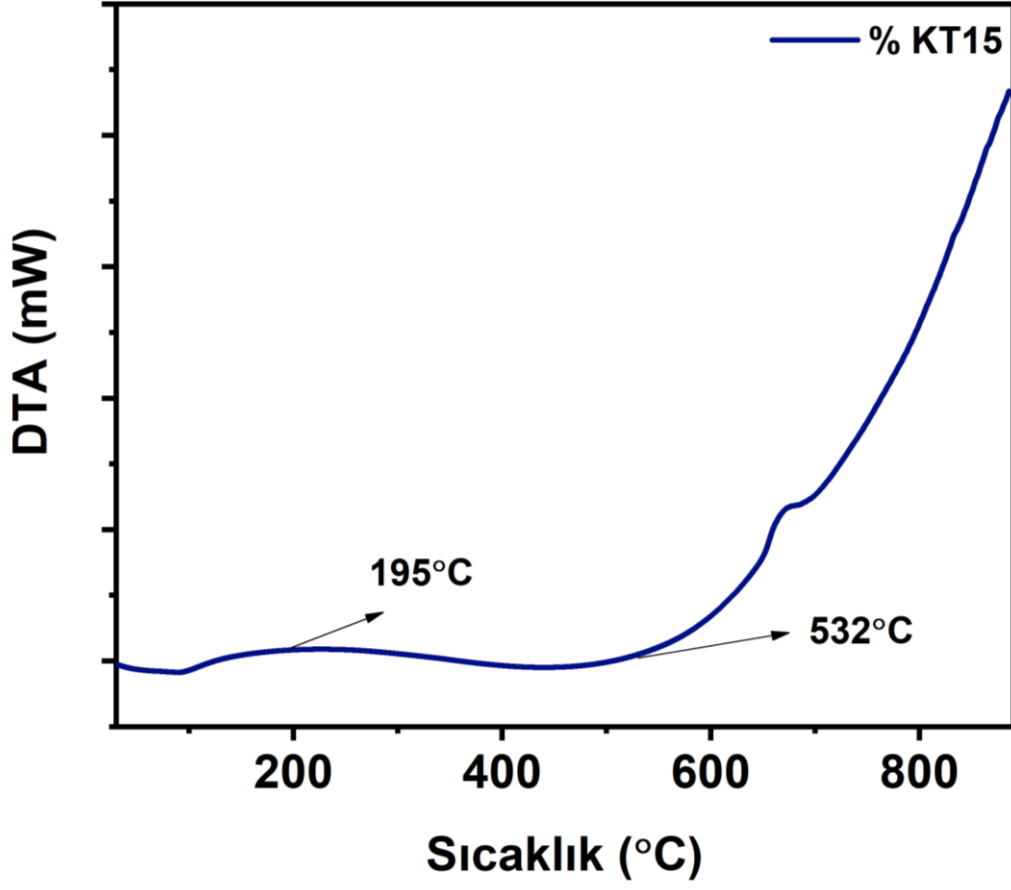
**Tablo 4.48:** KT15(1:0,5:2) termal ağırlık kaybı toplamı

Element	Ağırlıkça %
$\Delta m_1$	5,17
$\Delta m_2$	4,38
$\Delta m_3$	6,39
$\Delta m_4$	15,63
Toplam	31,57



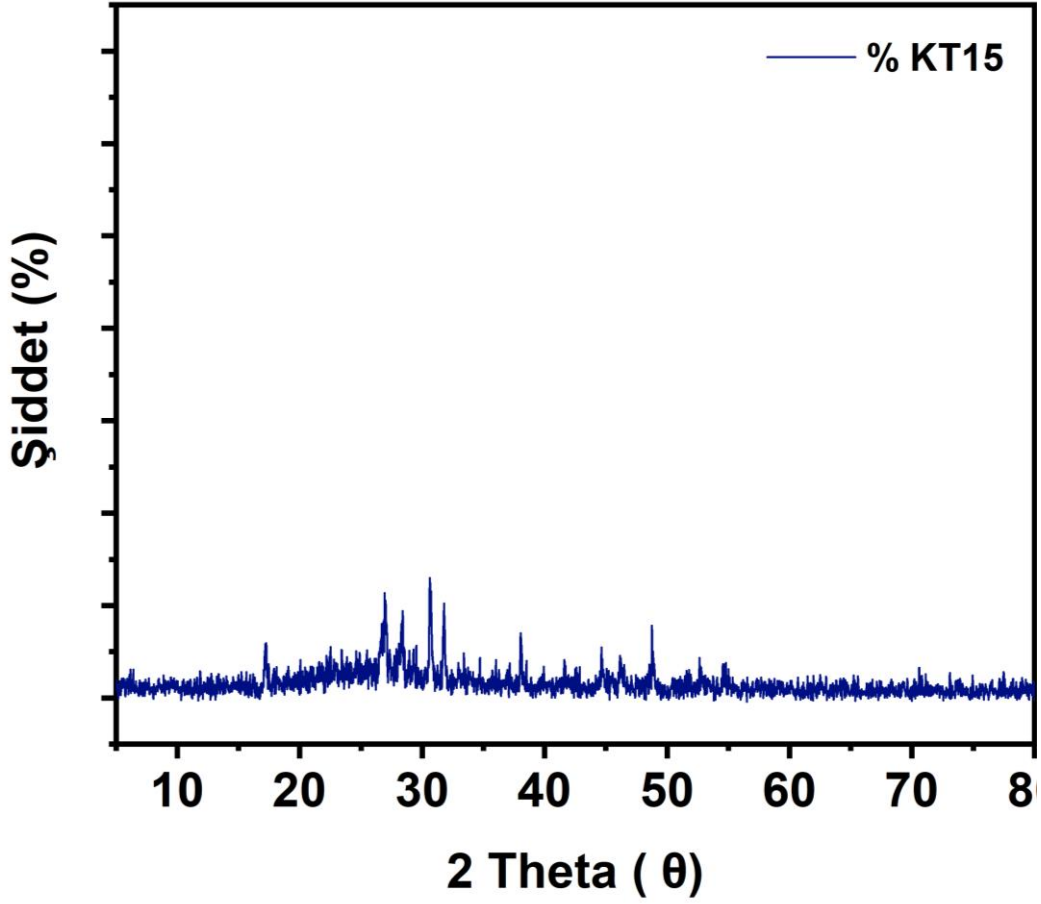
Şekil 4.116: KT15(1:0,5:2) için termal bozunma eğrisi ve diferansiyeli

**Kaynak:** Araştırmacı tarafından oluşturulmuştur.



Şekil 4.117: KT15(1:0,5:2) için DTA spekturumu

**Kaynak:** Araştırmacı tarafından oluşturulmuştur.



Şekil 4.118: KT15(1:0,5:2) XRD difraktogramı

**Kaynak:** Araştırmacı tarafından oluşturulmuştur.

XRD analizi KT15 için 17,26°, 26,94° , 28,4°, 30,64°, 38,04°, 48,76° pozisyonunda pikler göstermiştir. Bu da yine silika katkılı diğer polimer örnekler ile benzerlik gösterir.

**b) KT17 1/1/2 (TFA/EG/ Na<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub>) oranları**

Daha önce analizi gerçekleştirilmiştir

**c) KT35 1/2/2 (TFA/EG/ Na<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub>) oranları**

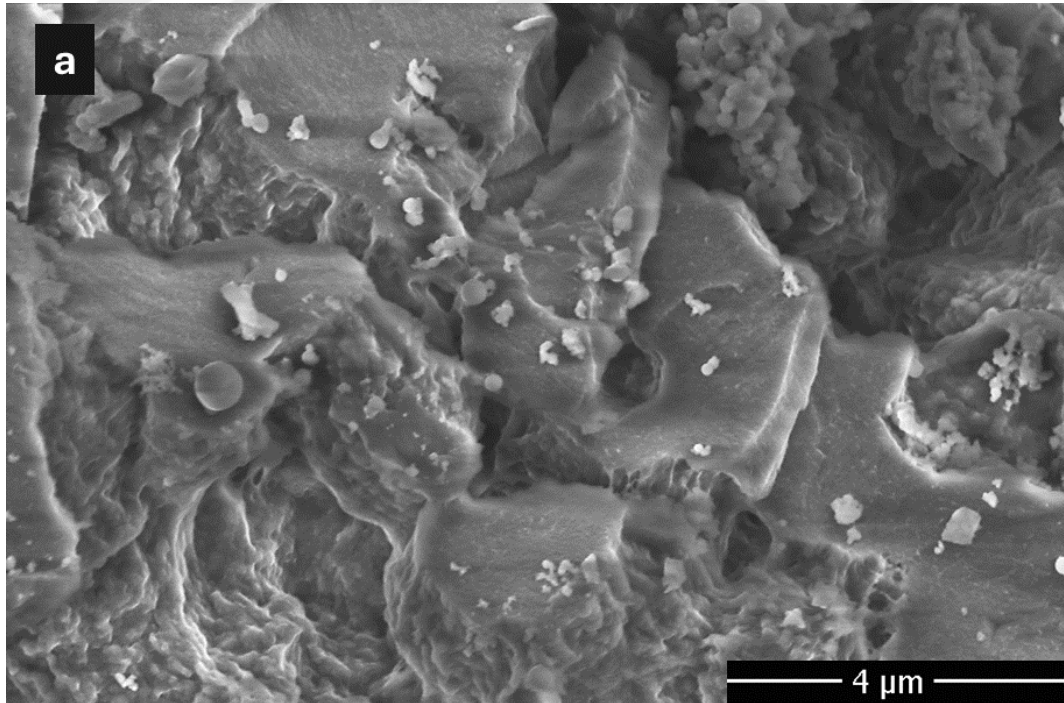
1:2:2 oranındaki deneyi tekrarlamaya gerek duyulmamıştır çünkü bu deneyin yarısı olan 0,5:1:1 oranıyla gerçekleştirilen deney, benzer reaksiyon mekanizmasına sahiptir. Bu nedenle, aynı koşullarda gerçekleştirilen 0,5:1:1 oranındaki deney sonuçları KT35 numunesi kullanılarak analiz edilmiş ve değerlendirilmiştir. KT35 numunesi, bu koşullara uygun olduğu için referans olarak seçilmiştir. Daha önce Grup 1’de analizi gerçekleştirilmiştir.

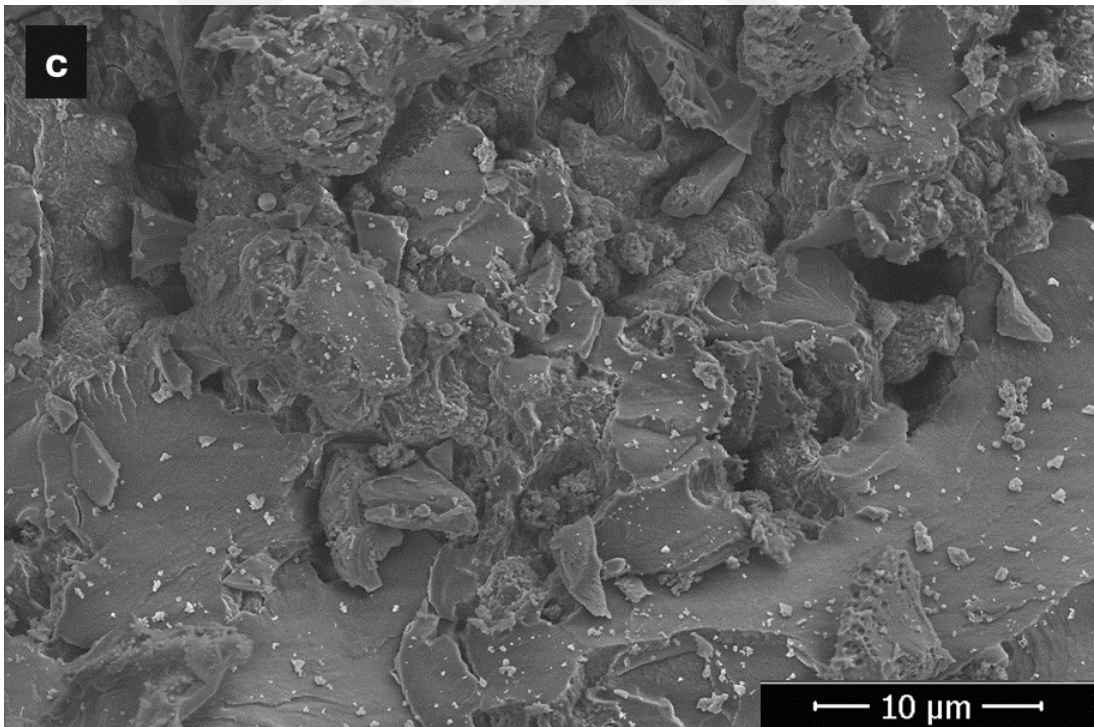
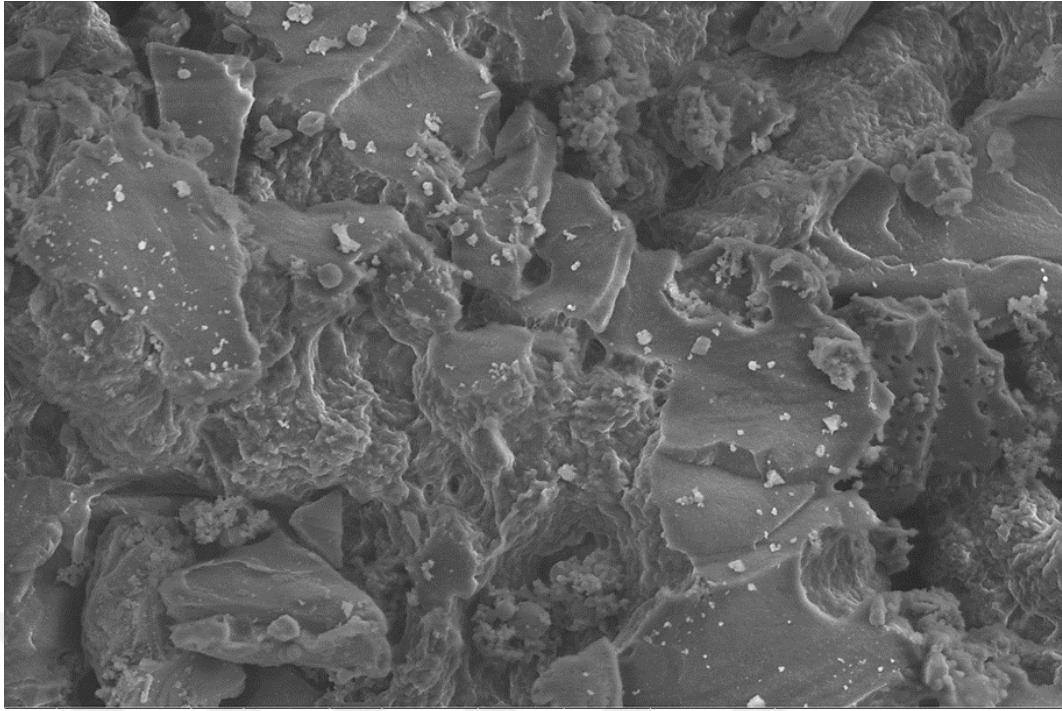
#### 4.2.7. Grup 7: PET granül silikat katkısı

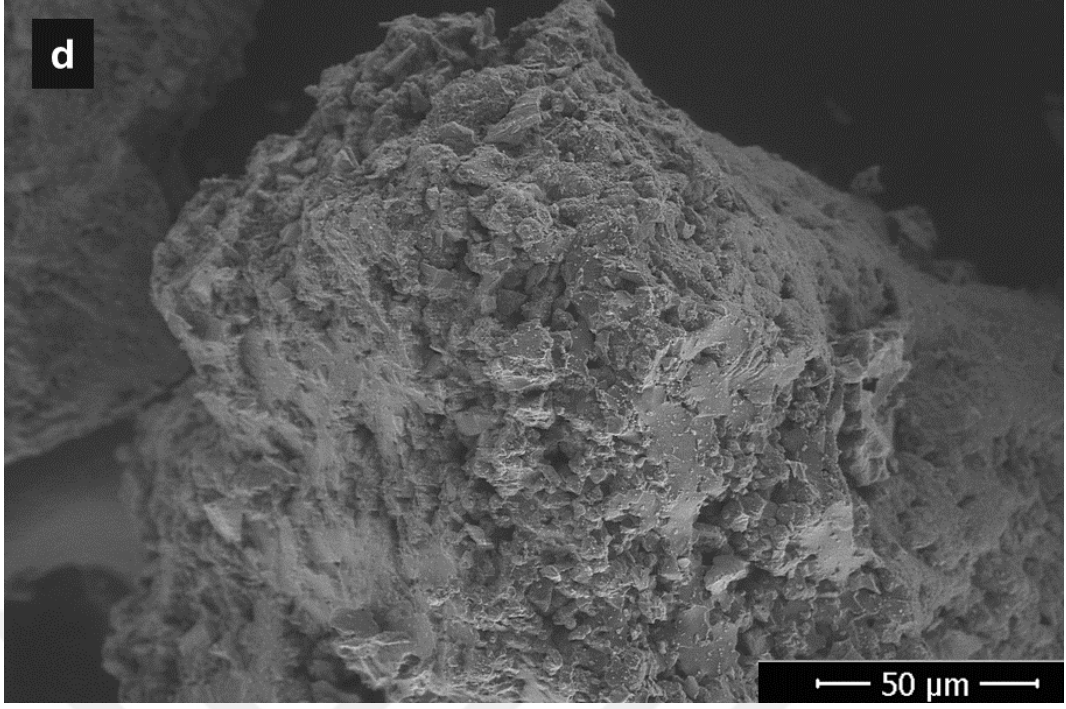
Grup 7	KT17B (1:1:2)	PET granül silikat katkısı
--------	------------------	----------------------------

##### a) *KT17B- 1/1/2 (PET/ Na<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub>) oranları*

KT17 temel olarak fiziksel özelliklerden elde edilen data ile birlikte hem kırılğan olmayan hem de sıcaklık dayanımı için 2 birim sodyum metasilikat kullanan bir yapı olduğundan temel standart olarak seçilmiştir. Ancak termal analizler bu yapının tam istendiği gibi olmadığını ortaya koymaktadır. Yine de termal analizlerden önce gerçekleştirilen bu deneyde granül yapıdaki PET polimeri triflorasetikasit ile tekrardan çözündürülmüş ve içine 2 ekivalent sodyum metasilikat ilavesi gerçekleştirilmiştir. Daha sonra standart işlemlerden geçen yeni kompozit yapı analiz edilmiştir.







**Şekil 4.119:** : KT17B(1:1:2) SEM görüntüleri (a) 4  $\mu\text{m}$ 'de ölçeklendirilmiş SEM analizi görüntüsü (b) 5  $\mu\text{m}$ 'de ölçeklendirilmiş SEM analizi görüntüsü (c) 10  $\mu\text{m}$ 'de ölçeklendirilmiş SEM analizi görüntüsü (d) 50  $\mu\text{m}$ 'de ölçeklendirilmiş SEM analizi görüntüsü

**Kaynak:** Araştırmacı tarafından oluşturulmuştur.

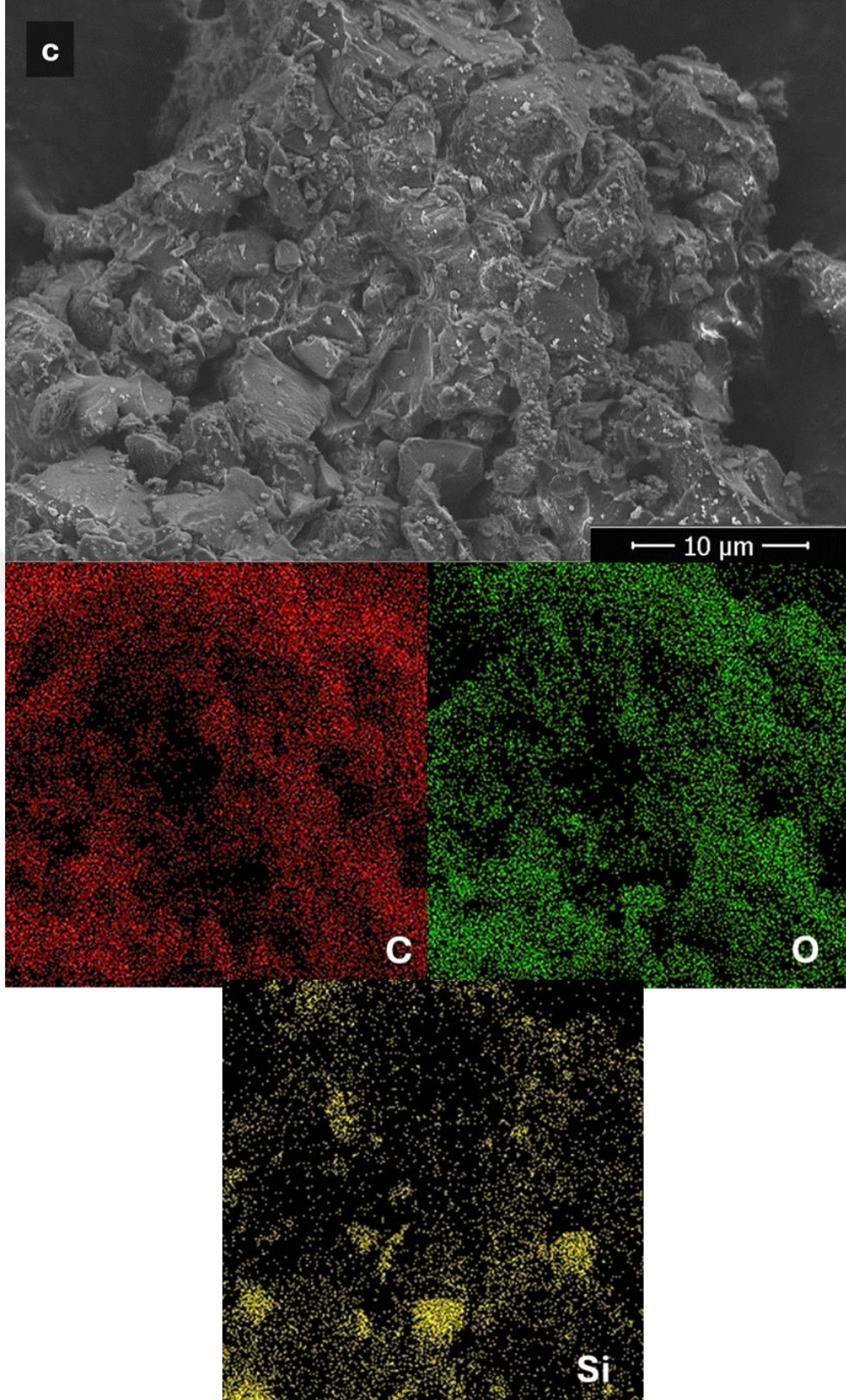
**Tablo 4.49:** KT17B(1:1:2) için EDX analizi

Element	Ağırlıkça %
C K	48.70
O K	47.25
Si K	4.05

Elde edilen SEM, EDX ve atomik haritalama metotlarına göre bütün atomların varlığı EDX ve haritalama ile kanıtlanmaktadır. Özellikle silikat katkısı sonrası ağırlıkça oranlar silikat için %4 gibi bir değere ulaşmaktadır. Karbon ve oksijen miktarları nerede ise aynı olarak gözlenmiştir. Ayrıca bu yapının oksijen içeriği ilave edilen sodyum metasilikat ile de artırılmış durumdadır.

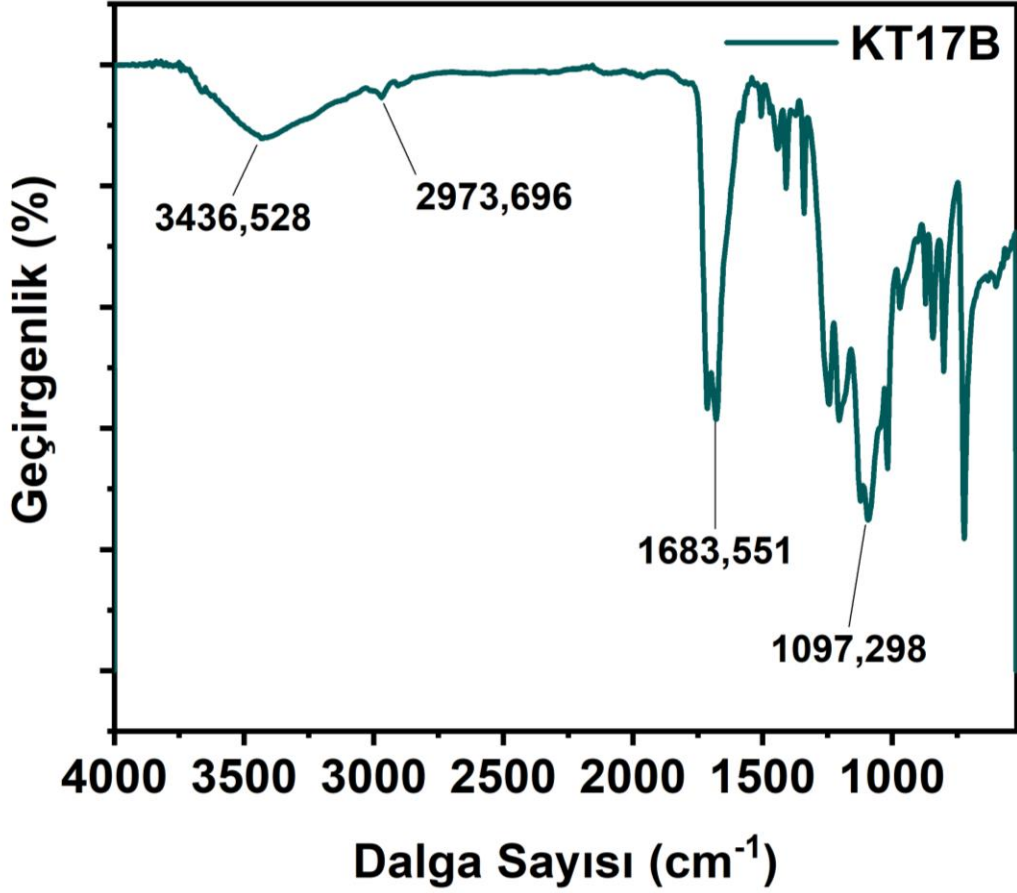
KT17B için SEM fotoğrafları aslında oldukça organik bir polimer yapısını yansıtır. Silikat ilavesi ile büyük inorganik ve rijit yapıların oluşumu gözlenmez. Organik karakter baskındır. Bu da aslında polimere esneklik verse de termal dayanım sağlar.





**Şekil 4.120:** KT17B(1:1:2) kompozisyonu için elde edilen atomik analiz

**Kaynak:** Araştırmacı tarafından oluşturulmuştur.



**Şekil 4.121:** KT17B(1:1:2) sentezinin FT-IR spekturumu

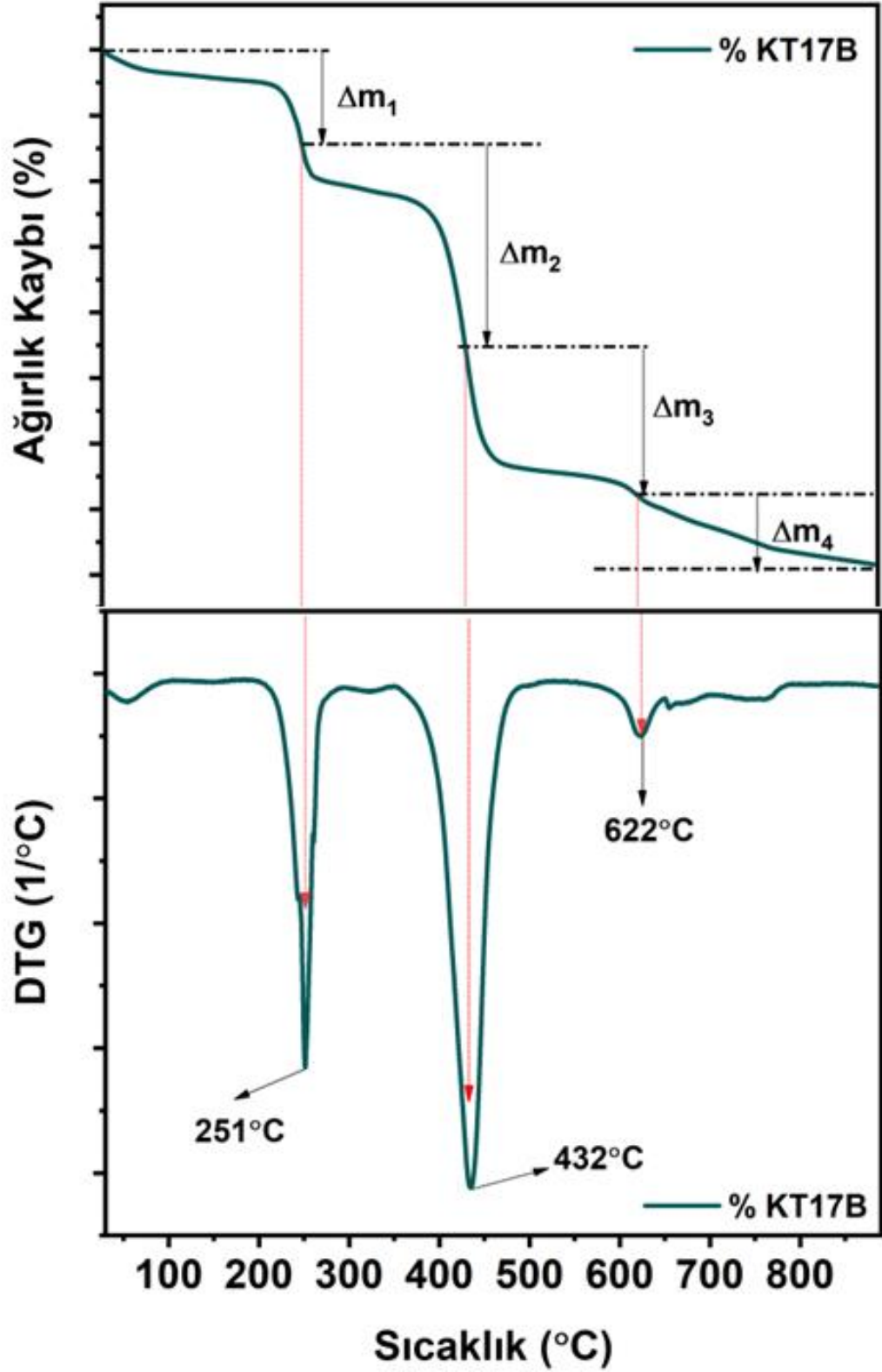
**Kaynak:** Araştırmacı tarafından oluşturulmuştur.

KT17B için FT-IR spektrumu analizine göre, polietilen tereftalat (PET) çözeltisine sodyum silikat eklenmesinin etkileri incelenmiştir. Elde edilen verilere göre: 3428,66 ve 2967,81  $\text{cm}^{-1}$  pozisyonlarında serbest -OH grupları ve C-H bağları işaret edilmektedir. Serbest -OH grupları, PET matrisine sodyum silikat eklenmesiyle ilişkilendirilebilir, çünkü sodyum silikat içinde hidroksil grupları bulunabilir. 1713,31  $\text{cm}^{-1}$  bu frekans, PET'in ester gruplarına ait C=O bağlarına işaret etmektedir. 1505,55  $\text{cm}^{-1}$  Metilen (-CH<sub>2</sub>-) gruplarına ait pik olarak tanımlanmıştır. 1409,53  $\text{cm}^{-1}$  Metil (-CH<sub>3</sub>) gruplarına işaret eden bu pik, PET'in moleküler yapısındaki değişiklikleri yansıtabilir. 1340,48 ve 1244,05  $\text{cm}^{-1}$  bu frekanslarda belirgin piklerin gözlemlendiği belirtilmiştir. Bu pikler, sodyum silikatın varlığını işaret eden Si-O-Si bağlarını yansıtır. Benzer şekilde KT17B için FT-IR analizi ile KT40 analizi karşılaştırılırsa öncelikli olarak silikat varlığını kanıtlayan 1050-10170  $\text{cm}^{-1}$  bölgesine dikkat edilmelidir. Bu bölgede ele geçecek olan pikler silikat varlığını özellikle Si-O pikleri ile ortaya koyacaktır. KT40 örneğinde, 3330.642  $\text{cm}^{-1}$  ve 3104.831  $\text{cm}^{-1}$  dalga

numaralarında serbest -OH gruplarına işaret eden pikler gözlenirken, 2547.504  $\text{cm}^{-1}$ , 1673.909  $\text{cm}^{-1}$  ve 1284.359  $\text{cm}^{-1}$  frekanslarında PET'in alifatik C-H gerilme pikleri belirginleşmektedir. Öte yandan, KT17b örneğinde PET'in alifatik C-H gerilme pikleri olan 3428.66  $\text{cm}^{-1}$  ve 2967.81  $\text{cm}^{-1}$  dalga numaralarının yanı sıra, sodyum silikatın Si-O-Si ve Si-O bağlarına ait karakteristik pikler de belirgindir (1340.48  $\text{cm}^{-1}$ , 1244.05  $\text{cm}^{-1}$ , 1093.17  $\text{cm}^{-1}$  vb.). Ayrıca, 1713.31  $\text{cm}^{-1}$  frekansında PET'in C=O gerilme pikleri ve 1505.55  $\text{cm}^{-1}$  frekansında metilen (-CH<sub>2</sub>-) gruplarının varlığı gözlenmektedir. Sodyum silikatın karakteristik pikleri ise belirgin değildir, bu da KT40'ın PET odaklı bir materyal olduğunu göstermektedir.

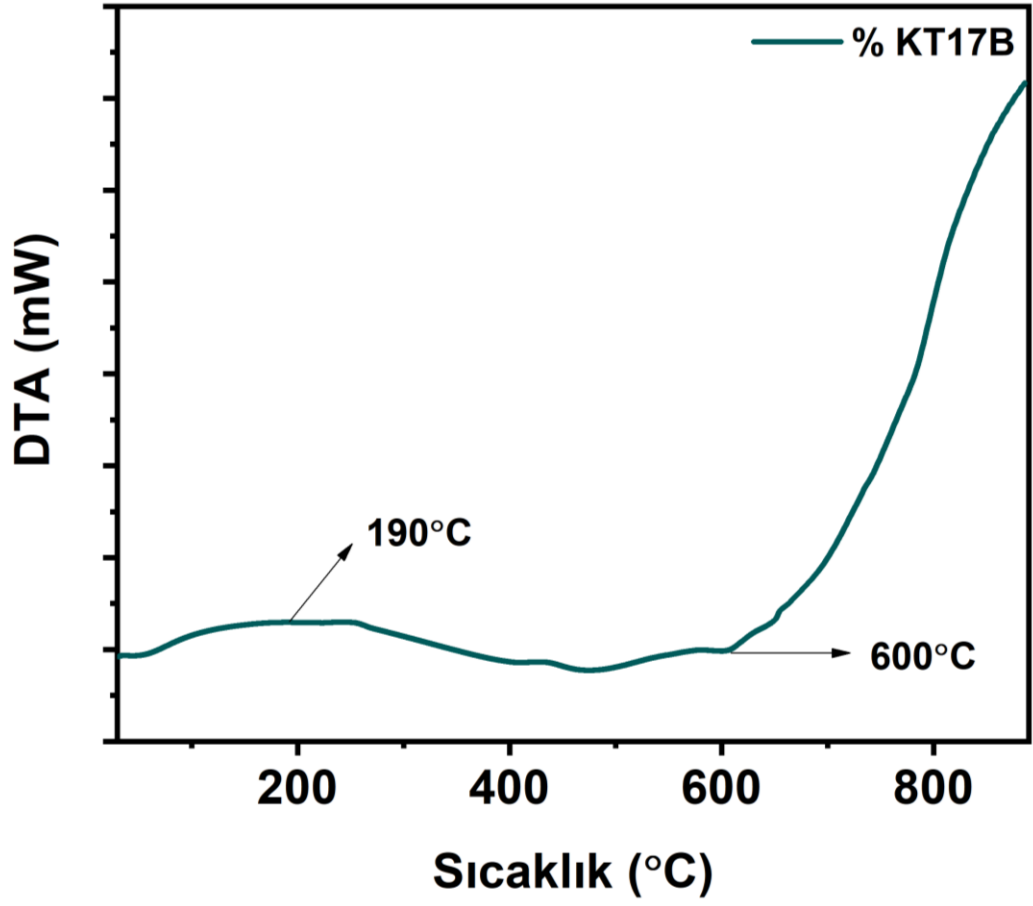
**Tablo 4.50:** KT17B(1:1:2) termal ağırlık kaybı toplamı

Element	Ağırlıkça %
$\Delta m_1$	14,27
$\Delta m_2$	31,46
$\Delta m_3$	22,26
$\Delta m_4$	10,4
Toplam	78,39



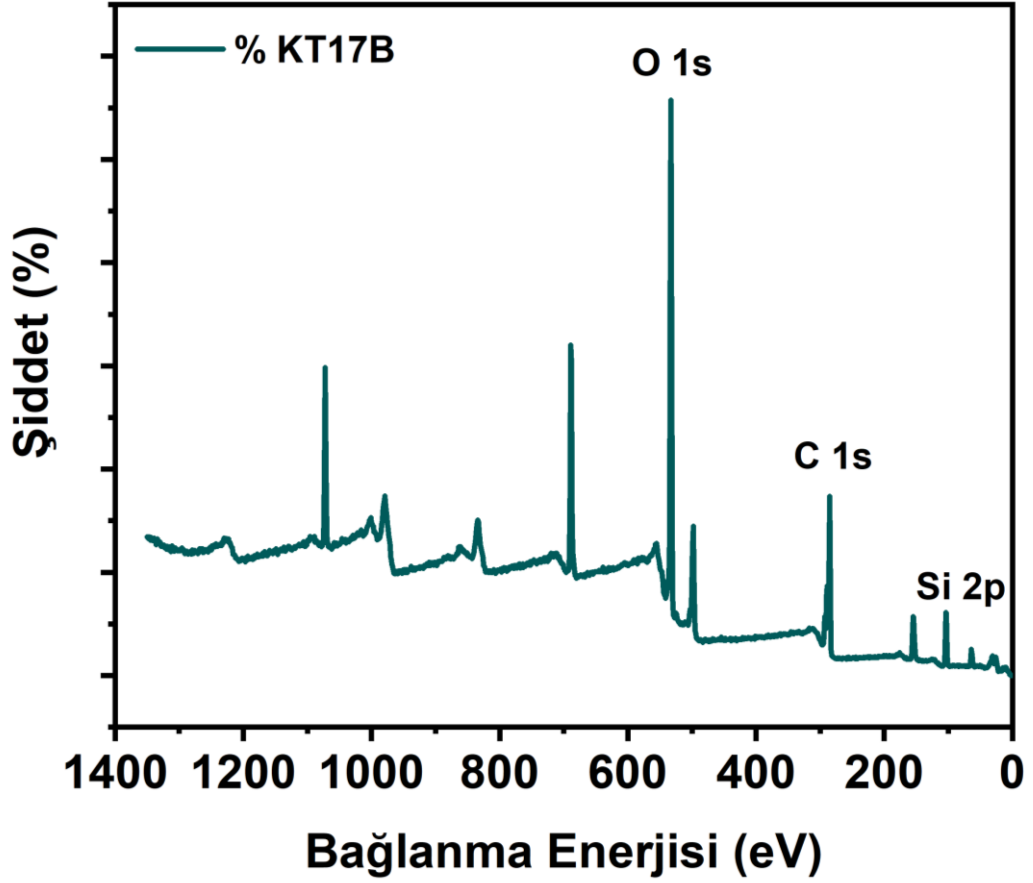
Şekil 4.122: KT17B(1:1:2) için termal bozunma eğrisi ve diferansiyeli

**Kaynak:** Araştırmacı tarafından oluşturulmuştur.



Şekil 4.123: KT17B(1:1:2) için DTA spekturumu

**Kaynak:** Araştırmacı tarafından oluşturulmuştur.

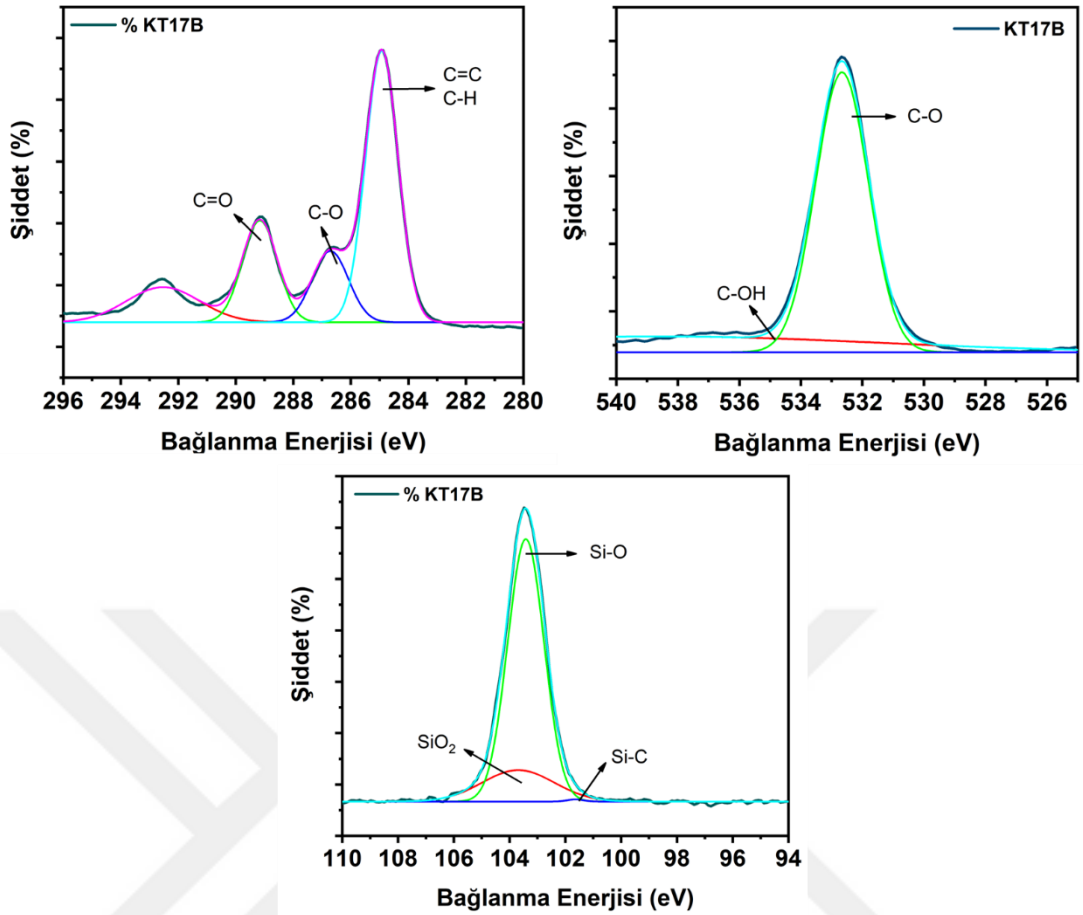


Şekil 4.124: KT17B(1:1:2) geniş spektrumlu XPS analizi

**Kaynak:** Araştırmacı tarafından oluşturulmuştur.

**Tablo 4.51:** KT17B(1:1:2) XPS yüksek çözünürlüklü pikleri

	O 1s	C 1s	Si 2p
KT17B (1:1:2)	532,63 eV	284,93 eV	103,42 eV



**Şekil 4.125:** KT17B(1:1:2) için geniş spektrumlu XPS analizi C atomu, O atomu ve Si atomu dekonvülosyonu

**Kaynak:** Araştırmacı tarafından oluşturulmuştur.

KT17B için XPS datası incelendiğinde solvent olarak kullanılan tereftalik asitin hala sistemdeki varlığı Flor piki ile gözlenmektedir. Bu pik solventin henüz uçurulmadığını ve polimer içinde kaldığını belirtir. Aslen bu yapının varlığı tehlikeli olabilir. Ancak yüksek çözünürlüklü analizlerde de karbon yapısında C-F varlığı saptanmıştır. Bu da aynı bilgiyi destekler. Bunun dışında KT40 ile benzer özellikler elde edilmiştir.

285,17 eV pik, karbon-oksijen (C-O) bağlarını temsil eder. PET granül içerisine silikat eklenmesi, karbon-oksijen bağlarının varlığını ve potansiyel olarak bu bağların artışı gösterebilir. 286,94 eV pik, karbonil (C=O) gruplarının varlığını işaret eder. Silikat eklenmesi, karbonil gruplarının yüzeydeki yoğunluğunu değiştirebilir. 289,52 eV

**Tablo 4.52:** KT17B(1:1:2) XPS dekonvolüsyon değerleri

Elementler	Oluşan Bağlar	Pik Değerleri (eV)
C 1s	C=C	284.2
	C=O	289.5
	C-O	285.7
O 1s	C-O	530.6
	C=O	531.8
	C-OH	533.8
Si 2p	Si-O	103.8
	SiO <sub>2</sub>	103.9
	Si-C	101.8

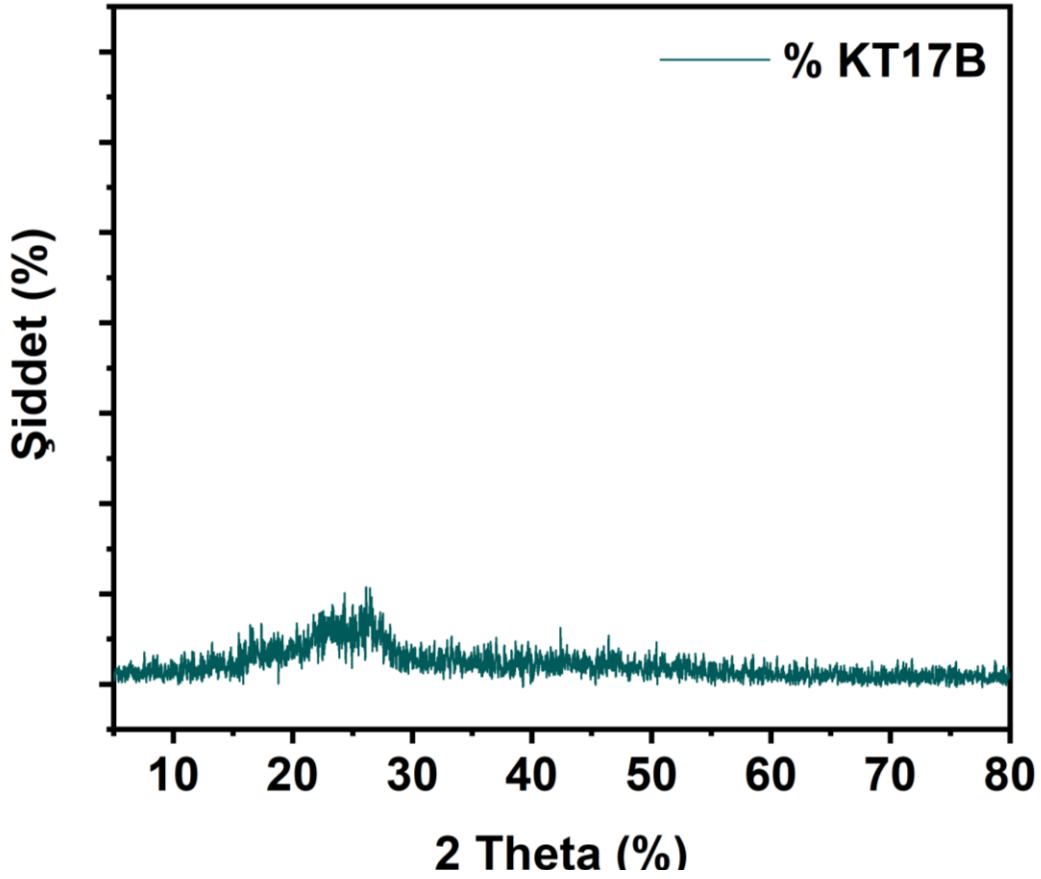
yüksek enerji pikleri, karbon-silikat etkileşimleri veya karbonat oluşumlarını gösterebilir. Silikat eklenmesi, bu pikin artışına neden olabilir.

530,60 eV ve 535,80 eV bu pikler, oksijen içeren grupların (karbonil, hidroksil vb.) varlığını gösterir. Silikat eklenmesi, oksijen gruplarının yüzeydeki dağılımını ve enerji seviyelerini etkileyebilir. Özellikle 535,80 eV'deki pik, hidroksil (C-OH) gruplarını temsil eder ve silikat eklenmesi bu grupların yüzeydeki varlığını artırabilir.

101,87 eV, 103,84 eV ve 103,96 eV bu pikseller silikat bağlarını gösterir. Silikat eklenmesi, bu piksellerin görünürlüklerini ve enerji seviyelerini etkileyebilir. Özellikle 101,87 eV ve 103,96 eV enerji seviyeleri, silikatın yapısal bileşenlerini ve yüzeydeki dağılımını anlamada yardımcı olur.

KT17B'nin XPS sonuçları, polietilen tereftalat (PET) granül içerisine eklenen silikatın yüzey kimyasına olan etkilerini göstermektedir. Karbon (C 1s) spektrumunda gözlemlenen değişiklikler, özellikle yüksek enerji piki olan 289,52 eV, silikatın PET yüzeyine etkisini ve potansiyel karbonat oluşumlarını gösterebilir. Oksijen (O 1s)

spektrumundaki pikseller, silikatın oksijen grupları üzerindeki etkilerini ve yeni hidroksil gruplarının oluşumunu işaret eder. Silikat (Si 2p) spektrumundaki pikseller, silikatın yüzeydeki varlığını ve yapısal etkilerini detaylandırır. Genel olarak, silikat eklenmesinin PET granüleri üzerindeki kimyasal ve yapısal etkilerini anlamak için bu veriler, yüzey değişikliklerini ve bileşenler arasındaki etkileşimleri net bir şekilde ortaya koymaktadır.



Şekil 4.126: KT17B(1:1:2) XRD difraktogramı

**Kaynak:** Araştırmacı tarafından oluşturulmuştur.

KT17B için XRD spektrumu ilginç bir şekilde silika için amorf bir yapının varlığını kanıtlayan bir piki 21 civarında göstermektedir. Muhtemelen eklenen silikat yapısı bu şekilde bir oluşum sağlamıştır. PET için istenen ve beklenen piklerin tam olarak gözlenmediği görülmektedir. 21,72°, 24,32°, 26,14°, 42,42°, pozisyonlarında küçük pikler gözlenir.

Bir karşılaştırma olması açısından sadece organik polimer içerikli KT40, KT41 ve KT17B yapılarının SEM resimleri Şekil de sergilenmiştir. Bu ersimlerde aslen siliakt

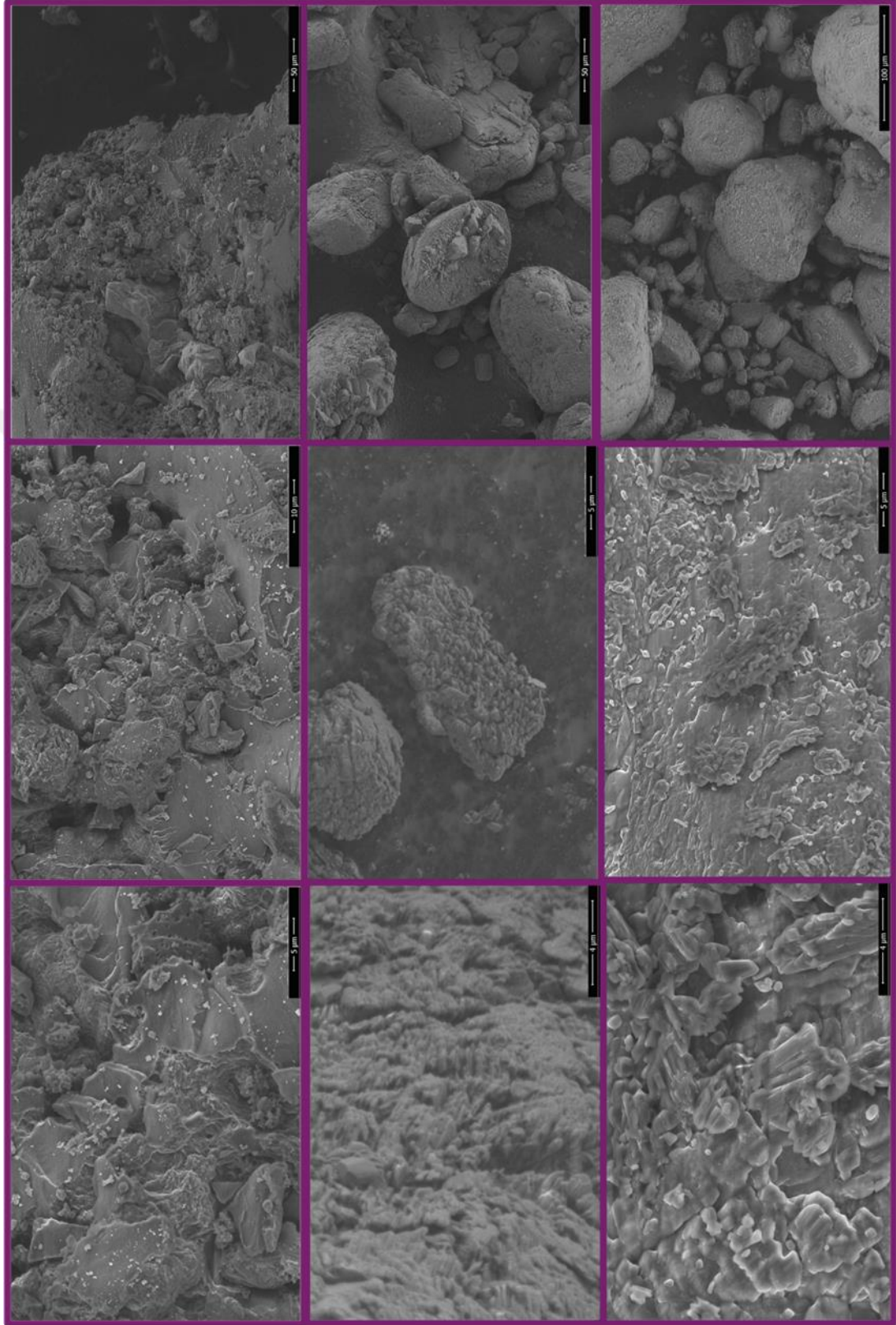
katkısı ile birlikte polimerik yapının nasıl deęiřtięi gözlenebilecektir. Burada gözlenen yapıalra göre çok büyük bir deęişim gözlenmemektedir. Aslen silikat ilavesi ile polimerik yapıda oluşan rijit ve köşeli kristal yapılar gözlenmez. Silikat varlığı yer yer gözlenen ve polimerik olmadığına kanaat edilen kristal yapılarını gene de sunmaktadır. Özellikle gözenekli yapılar oluşmaktadır.



KT17B

KT40

KT41



Şekil 4.127: KT17B, KT40 ve KT41 Sem görüntüleri

**Kaynak:** Araştırmacı tarafından oluşturulmuştur.

## SONUÇ

Tez çalışması kapsamında gerçekleştirilen moleküler modifikasyon ile termal dayanımı artırılmış nanokompozit PET polimeri sentezi üzerine yapılan araştırma, polimer biliminde önemli bir alanı kapsayan ve endüstriyel uygulamalarda büyük potansiyele sahip olan bir konuyu ele almaktadır. Bu çalışmada iki farklı silikat kaynağı ilk olarak TEOS (tetraetoksisilan) şeklinde ikinci olarak ise Sodyum meta silikat olarak PET polimer oluşumuna eklenmemiş ve bu yapıların PET oluşumuna fiziksel, kimyasal ve termal özelliklerine etkileri incelenmiştir.

1. TEOS katkılı PET polimerinin sadece ekstrüzyon ve ergitme sırasında ilavesi ile yapının sıcaklığa dayanımı 70-75 dereceden 90-95°C'ye çıkarılmıştır. Özellikle termal analiz DTA vasıtası ile yapının bu ilave ile ısıya dayanım kazandığı ortaya konulmuştur.
2. Sodyum metasilikat yapısının PET polimerinin sentezi esnasında eklenmesinin polimerik yapıya nasıl bir etki yaptığını görmek adına çalışmalar gerçekleştirilmiştir.
3. Tez boyunca bütün Sodyum Meta silikat ilaveli çalışmalar için gruplar oluşturulmuştur. Bu gruplar Tereftalik Asit/ Etilen Glikol /Sodyum meta silikat sırası ile kodlanmıştır.
4. Ayrıca karşılaştırma için PET polimeri en baştan 1/1 oranında ve 1/0.5 oranında KT40 ve KT41 kodları ile sentezlenmiştir.
5. Sonuçlara göre sodyum meta silikat ilavesi yapıda rijit ve katı madde miktarını artırır. Bu yapılar SEM resimlerinde gözlenebilir. Ancak silikat yapısının kontrolsüz artırılması sorun oluşturmakta ve silikat yapısı ile yapıya katılan su molekülü, kondenzasyon esnasında sistemden hemen uzaklaşmadığından yapıyı termal olarak düzensiz bir hale getirmektedir.
6. Termal dayanımlar karşılaştırılırsa sodyum silikatın sabit kaldığı ancak diğer bileşenlerin oranlarının değiştiği Grup 2 (TFA'nın 0.5, 1, 2 değerleri olarak değiştirildiği) ve Grup 3 (EG nin 0.5, 1, 2 değerleri olarak karşılaştırıldığı) sonuç olarak KT13 (2/1/1), KT16 (1/1/1) ve KT 35 (0.5/1/1) yapıları arasında silikatın arttığı KT13 en kötü termal sonuçları verir. Hızlı bir şekilde

bozunmaya geçmektedir. Dolayısı ile TFA miktarının 1 veya 0.5 olduğu çalışmalar daha stabil sonuçlar vermektedir.

7. Madde 6 ile bağlantılı olarak 3. Grup yani EG miktarının değiştiği ancak TFA ve sodyum silikatın sabit kaldığı çalışmada KT8 (1/0.5/1), KT16 (1/1/1) ve KT 19 (1/2/1) karşılaştırma yapılırsa EG miktarının termal olarak en dayanıklılık sağladığı oran KT8 oranıdır. İlk su kaybından sonra çok iyi bir dayanım gözlenir.
8. TFA ve EG oranlarından sonra silikat oranlarının da değiştirildiği Grup 4 çalışması yapılmıştır. Burada Sodyum meta silikat 0.5, 1 ve 2 oranları almıştır. KT12 (1/1/0.5), KT16 (1/1/1) ve KT 17 (1/1/2) kodlu bu ürünler arasında ilginç bir sonuç silikat miktarı artışı ile termal dayanımın gittikçe kötüleşmesidir. Silikat ile gelen su miktarı polimerin kondenzasyonuna yardımcı olmaz ve yapıyı düzensiz ve termal olarak dayanıksız bir hale sokar. Ancak ilginç bir şekilde bu oranlar arasında KT17 çalışmanın en iyi ikinci pozitif örneğini sunmaktadır. Silikat artışı veya değişimi termal özelliklerin arasında her bir örnek için neredeyse uçurumlar ortaya koyar. Ancak KT17 silikat dayanımı olarak çok iyi bir sonuç sağlar.
9. 4. gruptan sonra 5 ve 6 numaralı gruplarda silikat miktarı 2 katına çıkarılarak sabit tutulmuş ve sırayla TFA ve EG oranları değiştirilmiştir. 5. Grup TFA'nın değiştiği, silikatın 2 ekivalentte ve EG'nin 1 ekivalentte sabit kaldığı deneyleri gösterir. KT36 (0.5/1/2), KT17 (1/1/2) ve KT 37 (2/1/2) kodlu çalışmalarda belkide elde edilen en kötü termal dayanım KT37'e gözlenir. Bu da asitin artırılmasının yapıyı dengesizleştirdiğini ortaya koyar. Her ne kadar KT17 iyi sonuç verse de KT36 da çok termal dayanıklı bir yapı değildir.
10. Grup 6 için TFA 1 ekivalentte sabitlenmiş ve EG değiştirilmiş ayrıca silikat 2 ekivalentte sabit tutulmuştur. KT36 (0,5/1/2), KT17 (1/1/2) ve KT 37 (1/2/2)
11. PET polimerine tekrardan triflor asetik asit uygulanarak çözündürülen PET içine 2 ekivalent sodyum metasilikat eklenmiştir. Ancak bu yapıda içeride hala flor bazlı solventin kalması sorun oluşturmaktadır.

Sonuç olarak termal dayanım açısından KT8 (1/0.5/1) ve KT17 (1/1/2)'nin en iyi sonuçları verdiği bulunmuştur. Aslında birçok yapı arasından bu ikisi seçilebilir.

Temel olarak etilen glikolün 1 ekivaent olması yerine belki de onu tamamlayıcı silikat miktarları kullanılabilir.

Bu çalışma polimer bilimine yeni bir perspektif sunarak, endüstriyel uygulamalarda kullanılan polimer malzemelerin geliştirilmesine katkı sağlayabilecek önemli bulgular ortaya koymaktadır. Nanokompozit PET polimerlerinin termal stabilitesini artırma yöntemleri üzerine yapılan bu araştırma, gelecekteki çalışmalara ilham verebilecek ve polimer biliminin gelişimine katkı sağlayabilecek potansiyele sahiptir. Bu bağlamda, elde edilen bulguların endüstriyel uygulamalarda kullanılan polimer malzemelerin performansını artırmak için değerli bir kaynak oluşturabileceği düşünülmektedir.



## KAYNAKÇA

- Adnan, M. M., Dalod, A. R., Balci, M. H., Glaum, J., & Einarsrud, M.-A. (2018). In situ synthesis of hybrid inorganic–polymer nanocomposites. *Polymers*, *10*(10), 1129.
- Akdevelioğlu, Y., Himmelsbach, A., Ruckdäschel, H., & Nofar, M. (2024). Melt Rheological and Bead Foaming Behavior of Recycled Polyethylene Terephthalate/Polybutylene Terephthalate Blends Modified with a Joncryl Chain Extender. *Industrial & Engineering Chemistry Research*, *63*(14), 6222-6234. <https://doi.org/10.1021/acs.iecr.3c03371>
- Alkhazali, A., Hamasha, M. M., Khaled, H., Alkhazaleh, A., & Etier, M. (2024). Electro-Mechanical Properties of Molybdenum Thin Film On Polyethylene Terephthalate Subjected to Tensile Stress. *IEEE Transactions on Device and Materials Reliability*. <https://ieeexplore.ieee.org/abstract/document/10438847/>
- Alshammari, A. H. (2024). Structural, Optical, and Thermal Properties of PVA/SrTiO<sub>3</sub>/CNT Polymer Nanocomposites. *Polymers*, *16*(10), 1392.
- Arfaoui, Y., Ben Romdhane, M. R., Tessier-doyen, N., & Srasra, E. (2024). Spray-Dried Alumina Granules Coated with a Novel Nanocomposite of Kaolin and a Synthesized Poly(vinyl alcohol-co-acrylic acid) Copolymer. *Chemistry Africa*. <https://doi.org/10.1007/s42250-024-00938-x>
- Avadanei, M. I., Dimitriu, D. G., & Dorohoi, D. O. (2024). Optical Anisotropy of Polyethylene Terephthalate Films Characterized by Spectral Means. *Polymers*, *16*(6), 850.
- Babbar, A., Ragunathan, S., Mitra, D., Dutta, A., & Patra, T. K. (2024). Explainability and extrapolation of machine learning models for predicting the glass transition temperature of polymers. *Journal of Polymer Science*, *62*(6), 1175-1186. <https://doi.org/10.1002/pol.20230714>
- Bashirgonbadi, A., Ureel, Y., Delva, L., Fiorio, R., Van Geem, K. M., & Ragaert, K. (2024). Accurate determination of polyethylene (PE) and polypropylene (PP) content in polyolefin blends using machine learning-assisted differential scanning calorimetry (DSC) analysis. *Polymer Testing*, *131*, 108353.

- Chanda, M., & Roy, S. K. (2006). *Plastics technology handbook*. CRC press.  
<https://www.taylorfrancis.com/books/mono/10.1201/9781420006360/plastics-technology-handbook-salil-roy-manas-chanda>
- Chang, J., Wang, L., Wu, D., Xu, F., Jiang, K., Guo, Y., & Gao, Z. (2024). Concurrent electrocatalytic hydrogen evolution and polyethylene terephthalate plastics reforming by self-supported amorphous cobalt iron phosphide electrode. *Journal of Colloid and Interface Science*, *655*, 555-564.
- Coltelli, M.-B., Bianchi, S., & Aglietto, M. (2007). Poly (ethylene terephthalate)(PET) degradation during the Zn catalysed transesterification with dibutyl maleate functionalized polyolefins. *Polymer*, *48*(5), 1276-1286.
- Conroy, S., & Zhang, X. (2024). Theoretical insights into chemical recycling of polyethylene terephthalate (PET). *Polymer Degradation and Stability*, 110729.
- Dan, Y., Wang, Y., Zhang, M., Huang, L., Sun, Q., Zhang, P., Li, Z., Wang, W., & Tang, J. (2024). Synthesis of Polyethylene Terephthalate (PET) with High Crystallization and Mechanical Properties via Functionalized Graphene Oxide as Nucleation Agent. *Molecules*, *29*(9), 1953.
- Denardin, E. L. G., & Samios, D. (2005). Stress-Strain Behavior of Polyethylene Terephthalate) (PET) During Large Plastic Deformation by Plane Strain Compression. Part II: The Stress-Strain Temperature (SST) Superposition Principle. *Journal of Polymer Engineering*, *25*(5).  
<https://doi.org/10.1515/POLYENG.2005.25.5.421>
- Denardin, E. L. G., Tokumoto, S., & Samios, D. (2005). Stress-strain behaviour of poly(ethylene terephthalate) (PET) during large plastic deformation by plane strain compression: The relation between stress-strain curve and thermal history, temperature and strain rate. *Rheologica Acta*, *45*(2), 142-150.  
<https://doi.org/10.1007/s00397-005-0004-z>
- Duran, A. (2016). *Bazı monomer ve polimerlerin yoğunluk fonksiyonel teorisi ile kuantum kimyasal hesaplamaları* [Master's Thesis, Fen Bilimleri Enstitüsü].  
<https://acikbilim.yok.gov.tr/handle/20.500.12812/595992>
- El-Morsy, M. A., Awwad, N. S., Ibrahim, H. A., Farea, M. O., & Menazea, A. A. (2024). Fabrication of (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/CdO) metal and ceramic matrix composites

reinforced CMC via laser ablation for optoelectronic applications. *Materials Chemistry and Physics*, 312, 128659.

Fakirov, S. (2019). Condensation polymers: Their chemical peculiarities offer great opportunities. *Progress in Polymer Science*, 89, 1-18.

Ferry, J. D. (1980). *Viscoelastic properties of polymers*. John Wiley & Sons. [https://books.google.com/books?hl=tr&lr=&id=9dqQY3Ujx4C&oi=fnd&pg=PA1&dq=%5B30%5D%09Ferry,+J.+D.+\(1980\).+Viscoelastic+properties+of+polymers.+Viscoelastic+properties+of+polymers.&ots=Fjx4SIWRHg&sig=LFRUZ5CGDUuxkJc3xKkQsRXXMj8A](https://books.google.com/books?hl=tr&lr=&id=9dqQY3Ujx4C&oi=fnd&pg=PA1&dq=%5B30%5D%09Ferry,+J.+D.+(1980).+Viscoelastic+properties+of+polymers.+Viscoelastic+properties+of+polymers.&ots=Fjx4SIWRHg&sig=LFRUZ5CGDUuxkJc3xKkQsRXXMj8A)

Franco-Urquiza, E. A. (2021). *Clay-Based Polymer Nanocomposites: Essential Work of Fracture*. *Polymers 2021*, 13, 2399. s Note: MDPI stays neutral with regard to jurisdictional claims in published .... <https://www.academia.edu/download/87402696/pdf.pdf>

Gao, B., Yao, C., Sun, X., Yaras, A., & Mao, L. (2024). Upcycling discarded polyethylene terephthalate plastics into superior tensile strength and impact resistance materials with a facile one-pot process. *Journal of Hazardous Materials*, 466, 133662.

Geçkil, T., Önal, Y., & İnce, C. B. (2020). Atık polietilen tereftalat (PET) ile modifiye edilmiş saf bitümün fiziksel, morfolojik ve ısıl özellikleri. *Fırat Üniversitesi Mühendislik Bilimleri Dergisi*, 32(1), 157-166.

Gensler, R., Plummer, C. J. G., Kausch, H.-H., Kramer, E., Pauquet, J.-R., & Zweifel, H. (2000). Thermo-oxidative degradation of isotactic polypropylene at high temperatures: Phenolic antioxidants versus HAS. *Polymer degradation and stability*, 67(2), 195-208.

GÜÇLÜ, M. (2020). *THERMAL STABILITY INVESTIGATION OF RECYCLED POLYETHYLENE*. <https://polen.itu.edu.tr/bitstreams/4b8b7e6b-aa02-4016-8c30-3f2b56b48605/download>

He, L., Zhang, W., Liu, X., & Tong, L. (2023). Substantial improvement of thermal conductivity and mechanical properties of polymer composites by incorporation of boron nitride nanosheets and modulation of thermal curing reaction. *Polymer Composites*, pc.27915. <https://doi.org/10.1002/pc.27915>

- Hocking, M. B. (2005). Commercial Polycondensation (step-growth) polymers. *Handbook of chemical technology and pollution control*, 689, 50024-50027.
- Hsissou, R., Seghiri, R., Benzekri, Z., Hilali, M., Rafik, M., & Elharfi, A. (2021). Polymer composite materials: A comprehensive review. *Composite structures*, 262, 113640.
- Hvizdoš, P., Tatarko, P., Duszova, A., & Dusza, J. (2013). Failure mechanisms of ceramic nanocomposites. İçinde *Ceramic Nanocomposites* (ss. 117-152). Elsevier.  
<https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/B9780857093387500042>
- Ignatyev, I. A., Thielemans, W., & Vander Beke, B. (2014). Recycling of Polymers: A Review. *ChemSusChem*, 7(6), 1579-1593.  
<https://doi.org/10.1002/cssc.201300898>
- Incarinato, L., Scarfato, P., Di Maio, L., & Acierno, D. (2000). Structure and rheology of recycled PET modified by reactive extrusion. *Polymer*, 41(18), 6825-6831.
- Islam, S., Bhat, G., & Mani, S. (2024). Life cycle assessment of thermal insulation materials produced from waste textiles. *Journal of Material Cycles and Waste Management*, 26(2), 1071-1085. <https://doi.org/10.1007/s10163-023-01882-7>
- Jankauskaite, V., Macijauskas, G., & Lygaitis, R. (2008a). Polyethylene terephthalate waste recycling and application possibilities: A review. *Mater Sci (Medžiagotyra)*, 14(2), 119-127.
- Jankauskaite, V., Macijauskas, G., & Lygaitis, R. (2008b). Polyethylene terephthalate waste recycling and application possibilities: A review. *Mater Sci (Medžiagotyra)*, 14(2), 119-127.
- Jaworek, A., Krupa, A., Lackowski, M., Sobczyk, A. T., Czech, T., Ramakrishna, S., Sundarajan, S., & Pliszka, D. (2009). Nanocomposite fabric formation by electrospinning and electrospaying technologies. *Journal of Electrostatics*, 67(2-3), 435-438.
- Kale, G., Kijchavengkul, T., Auras, R., Rubino, M., Selke, S. E., & Singh, S. P. (2007). Compostability of Bioplastic Packaging Materials: An Overview. *Macromolecular Bioscience*, 7(3), 255-277.  
<https://doi.org/10.1002/mabi.200600168>

- Karadağ, S. (2014). *Cam elyaf/kalsit dolgulu polietilen ve geri dönüşüm PET polimer hibrit kompozit geliştirilmesi ve karakterizasyonu* [Master's Thesis, Fen Bilimleri Enstitüsü]. <https://acikbilim.yok.gov.tr/handle/20.500.12812/385371>
- Khan, M. K. A., Faisal, M., & Arun Prakash, V. R. (2024). Effect of silane coupling grafted polyethylene terephthalate foam and areca fruit fiber reinforced chitin modified vinyl ester prosthetic composite on thermal and water accelerated aging conditions. *Polymer Composites*, 45(6), 5111-5124. <https://doi.org/10.1002/pc.28114>
- Klingler, A., Gilberg, M., Reisinger, D., Schlögl, S., Wetzels, B., & Krüger, J.-K. (2024). Thermal volume expansion as seen by Temperature-modulated optical refractometry, Oscillating dilatometry and Thermo-mechanical analysis. *Polymer Testing*, 131, 108340.
- Kruse, M. (2017). *From linear to long-chain branched poly (ethylene terephthalate)–reactive extrusion, rheology and molecular characterization*. Technische Universitaet Berlin (Germany). <https://search.proquest.com/openview/3bf992c2aacc8534a06f958d8d090937/1?pq-origsite=gscholar&cbl=2026366&diss=y>
- Lepoittevin, B., & Roger, P. (2011). Poly (ethylene terephthalate). *Handbook of engineering and speciality thermoplastics*, 3, 97-126.
- Levchenko, I., Kumar, A., AL-Jumaili, A., Bazaka, O., Ivanova, E. P., Riccardi, C., Roman, H. E., Xu, S., Jacob, M. V., Baranov, O., & Bazaka, K. (2024). Recent Progress in Marine Antifouling Technology Based on Graphene and Graphene Oxide Nanocomposite Materials. *Advanced Engineering Materials*, 26(2), 2300541. <https://doi.org/10.1002/adem.202300541>
- Liu, W., Tian, X., Cui, P., Li, Y., Zheng, K., & Yang, Y. (2004). Preparation and characterization of PET/silica nanocomposites. *Journal of Applied Polymer Science*, 91(2), 1229-1232. <https://doi.org/10.1002/app.13284>
- Lynch, J. M., Corniuk, R. N., Brignac, K. C., Jung, M. R., Sellona, K., Marchiani, J., & Weatherford, W. (2024). Differential scanning calorimetry (DSC): An important tool for polymer identification and characterization of plastic marine debris. *Environmental Pollution*, 123607.

- Ma, Y., Agarwal, U. S., Sikkema, D. J., & Lemstra, P. J. (2003). Solid-state polymerization of PET: Influence of nitrogen sweep and high vacuum. *Polymer*, *44*(15), 4085-4096.
- Majerczak, K., & Liggat, J. J. (2024). Submission to Journal of Polymers and the Environment Evaluation of Thermal Properties and Crystallinity in PHB-Based Systems – A DoE Approach. *Journal of Polymers and the Environment*. <https://doi.org/10.1007/s10924-024-03234-4>
- Malik, N., Kumar, P., Shrivastava, S., & Ghosh, S. B. (2017). An overview on PET waste recycling for application in packaging. *International Journal of Plastics Technology*, *21*(1), 1-24. <https://doi.org/10.1007/s12588-016-9164-1>
- Mandal, S., & Dey, A. (2019). PET chemistry. İçinde *Recycling of Polyethylene Terephthalate Bottles* (ss. 1-22). Elsevier. <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/B9780128113615000018>
- Manjunathan, J., Pavithra, K., Nangan, S., Prakash, S., Saxena, K. K., Sharma, K., Muzammil, K., Verma, D., Gnanapragasam, J. R., & Ramasubburayan, R. (2024). Polyethylene terephthalate waste derived nanomaterials (Wdnms) and its utilization in electrochemical devices. *Chemosphere*, 141541.
- Mather, J. D., & Tapscott, R. E. (2002). Tropodegradable bromocarbon extinguishants-compound selection and testing issues. *Proceedings of HOTWC-2002 12th Halon Options Technical Working Conference, Albuquerque, NM, USA*. [https://tsapps.nist.gov/publication/get\\_pdf.cfm?pub\\_id=909037](https://tsapps.nist.gov/publication/get_pdf.cfm?pub_id=909037)
- Ming, A., Li, X., Sun, J., Liu, Y., Tian, X., Wang, H., Chen, L., Cao, Y., & Yuan, Y. (2024). The comparison of polymerization activity of typical cationic quaternary ammonium salt monomers. *Polymers for Advanced Technologies*, *35*(1), e6277.
- Mondal, S. (2021). Aluminum or Its Alloy Matrix Hybrid Nanocomposites. *Metals and Materials International*, *27*(7), 2188-2204. <https://doi.org/10.1007/s12540-020-00750-5>

- Nofar, M., & Oğuz, H. (2019). Development of PBT/Recycled-PET Blends and the Influence of Using Chain Extender. *Journal of Polymers and the Environment*, 27(7), 1404-1417. <https://doi.org/10.1007/s10924-019-01435-w>
- Phongthakun, N., Rimcharoen, S., & Leelathakul, N. (2024). Predictive Modeling of Vicat Softening Point for Low-Density Polyethylene Using GBM, XGBoost and AdaBoost: A Comparative Analysis. İçinde P. Meesad, S. Sodsee, W. Jitsakul, & S. Tangwannawit (Ed.), *Proceedings of the 20th International Conference on Computing and Information Technology (IC2IT 2024)* (C. 973, ss. 23-32). Springer Nature Switzerland. [https://doi.org/10.1007/978-3-031-58561-6\\_3](https://doi.org/10.1007/978-3-031-58561-6_3)
- Pintos, P. B., de León, A. S., & Molina, S. I. (2024). Large format additive manufacturing of polyethylene terephthalate (PET) by material extrusion. *Additive Manufacturing*, 79, 103908.
- Ragaert, K., Delva, L., & Van Geem, K. (2017). Mechanical and chemical recycling of solid plastic waste. *Waste management*, 69, 24-58.
- Raj, T., Jain, A., Raj, A., Tyagi, B., Sahai, A., & Swarup Sharma, R. (2024). Infill strategies for improving the impact behavior of polymer composites utilizing statistical and thermal analysis. *International Journal of Polymer Analysis and Characterization*, 1-18.
- Raja, N., Kumar, N., & Gautam, G. (2024). Microstructural and mechanical properties of in-situ ZrB<sub>2</sub>/Al<sub>70</sub>Fe<sub>30</sub> nanocomposites synthesized by ultrasonic-assisted stir casting technique. *International Journal of Metalcasting*, 18(1), 431-444. <https://doi.org/10.1007/s40962-023-01032-7>
- Ravve, A. (2013). *Principles of polymer chemistry*. Springer Science & Business Media.  
[https://books.google.com/books?hl=tr&lr=&id=Akf2BwAAQBAJ&oi=fnd&pg=PA1&dq=%5B19%5D%09Ravve,+A.+\(2012\).+Principles+of+polymer+chemistry,+third+edition.+Principles+of+Polymer+Chemistry,+Third+Edition.&ots=m1tNHyy\\_bY&sig=yB2NUfYDNyNlq9BQJJWW\\_2-pprk](https://books.google.com/books?hl=tr&lr=&id=Akf2BwAAQBAJ&oi=fnd&pg=PA1&dq=%5B19%5D%09Ravve,+A.+(2012).+Principles+of+polymer+chemistry,+third+edition.+Principles+of+Polymer+Chemistry,+Third+Edition.&ots=m1tNHyy_bY&sig=yB2NUfYDNyNlq9BQJJWW_2-pprk)
- Saçak, M. (2002). *Polimer kimyası*. Gazi kitabevi.

- Sahoo, S. K., & Dash, A. K. (2023). 11—Sustainable polyester and caprolactam fibres. İçinde R. Nayak (Ed.), *Sustainable Fibres for Fashion and Textile Manufacturing* (ss. 247-269). Woodhead Publishing. <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-824052-6.00005-6>
- Sarwar, S., Molla, S. R., Das, S., Tammim, L., Ahmed, F. F., & Akter, S. (2024). Algal deterioration of PET (polyethylene terephthalate) plastic bottle in combination with physical and chemical pretreatments: A macrocosm study. *Environmental and Sustainability Indicators*, 21, 100329.
- Shah, J. R., Bengtson, M. T., Collman, S., Hoffmann, R. C., Ferguson, D. C., Engelhart, D. P., & Plis, E. A. (2024). Characterization of polyethylene terephthalate (PET) materials under high-energy electron exposure. *CEAS Space Journal*, 16(3), 275-283. <https://doi.org/10.1007/s12567-023-00495-y>
- Shukla, S. R., Harad, A. M., & Jawale, L. S. (2009). Chemical recycling of PET waste into hydrophobic textile dyestuffs. *Polymer Degradation and Stability*, 94(4), 604-609.
- Singh, R., Sharma, A. K., & Sharma, A. K. (2024). Synthesis and Characterization of NiTiMDAg Nanocomposites for Orthopedic Applications. *Journal of Materials Engineering and Performance*, 33(5), 2116-2132. <https://doi.org/10.1007/s11665-023-08135-6>
- Sonkar, P. K., & Ganesan, V. (2024). Polymer-Based Nanocomposites in Energy Storage Applications. İçinde *Nanomaterials for Sustainable Energy Applications* (ss. 121-146). CRC Press. <https://www.taylorfrancis.com/chapters/edit/10.1201/9781003208709-6/polymer-based-nanocomposites-energy-storage-applications-piyush-kumar-sonkar-vellaichamy-ganesan>
- Sozer, I. E., Geçim, S., Kidik, G., & Cakir, M. C. (2021). Process optimisation of HMDSO polymerisation in PVD vacuum medium by numerical analysis for automotive industry. *Journal Of The Faculty Of Engineering And Architecture Of Gazi University*. <https://www.acarindex.com/pdf/acarindex-da60a09e-b4a9.pdf>

- Torres, N., Robin, J. J., & Boutevin, B. (2001). Chemical modification of virgin and recycled poly(ethylene terephthalate) by adding of chain extenders during processing. *Journal of Applied Polymer Science*, 79(10), 1816-1824. [https://doi.org/10.1002/1097-4628\(20010307\)79:10<1816::AID-APP100>3.0.CO;2-R](https://doi.org/10.1002/1097-4628(20010307)79:10<1816::AID-APP100>3.0.CO;2-R)
- Trinkle, S., Walter, P., & Friedrich, C. (2002). Van Gorp-Palmen Plot II - classification of long chain branched polymers by their topology. *Rheologica Acta*, 41(1-2), 103-113. <https://doi.org/10.1007/s003970200010>
- Tuna, B. (2021). Polimerik Bir Zincir Uzaticının Geri Dönüştürülmüş Poli (Bütülen Tereftalat)'ın Özelliklerine Etkilerinin İncelenmesi. *Bilecik Şeyh Edebali Üniversitesi Fen Bilimleri Dergisi*, 8(2), 882-892.
- Winter, H. H., & Chambon, F. (1986). Analysis of linear viscoelasticity of a crosslinking polymer at the gel point. *Journal of rheology*, 30(2), 367-382.
- Wong, Y. Y., Supian, F. L., Radzwan, A., Abd Karim, N. F. N., Hamidon, F. A., & Ahmad, N. I. (2024). Construction of calixarene-based sensor: Multilayer Langmuir–Schaefer film and first-principles studies for 4-aminobenzoic acid sensing application. *Chinese Journal of Physics*, 87, 578-591.
- Wu, D., Wang, J., Zhao, Y., Li, S., Yang, H., Tan, R., & Zhang, T. (2024). Bio-inspired seaweed-based nanocomposite materials with excellent degradability and multifunctional barrier properties for green packaging. *Chemical Engineering Journal*, 479, 147285.
- Wu, W., Feng, S., Ouyang, Q., Yang, Z., He, L., & Huang, Q. (2024). A novel polymethyl methacrylate (PMMA) with excellent optical and thermal properties-bearing hydroxyadamantyl substituent. *Polymer Bulletin*. <https://doi.org/10.1007/s00289-024-05286-x>
- Xavier, J. R. (2024). Studies on improved stability and electrochemical activity of metal oxides/sulfides-based polymer nanocomposites for energy storage applications. *Polymer Engineering & Science*, pen.26716. <https://doi.org/10.1002/pen.26716>
- Yadav, A., Kumar, H., Sharma, R., Kumari, R., Kumar, G., Dhayal, A., & Yadav, A. (2024). Sulfate-functionalized ternary metal oxide/Polypyrrole

nanocomposites: Synergistic enhancement in Photocatalytic, Corrosion inhibition, Magnetic, and Electrical properties. *Journal of Molecular Structure*, 1308, 138065.

Yan, S., Dong, Q., Chen, X., Zhao, X., & Wang, X. (2022). Performance evaluation of waste cooking oil at different stages and rejuvenation effect of aged asphalt through molecular dynamics simulations and density functional theory calculations. *Construction and Building Materials*, 350, 128853.

Yang, H., Li, Y., Xie, Z., Cheng, Y., Han, Z., Jin, L., Li, Y., & Hu, H. (2024). Increasing condensation polymerization at a higher heating rate during coal pyrolysis and its mechanism. *Journal of Analytical and Applied Pyrolysis*, 177, 106361.

Yin, Q., Zhang, J., Ma, S., Gu, T., Wang, M., You, S., Ye, S., Su, R., Wang, Y., & Qi, W. (2024). Efficient polyethylene terephthalate biodegradation by an engineered *Ideonella sakaiensis* PETase with a fixed substrate-binding W156 residue. *Green Chemistry*.  
<https://pubs.rsc.org/en/content/articlehtml/2024/gc/d3gc03663d>

Zhan, K., Meadows, D., Levy, L., Hou, R., Rahman, T., Davis, V., Davis, E., Beckingham, B. S., Via, B., & Elder, T. (2024). Impact of thermomechanical reprocessing on multilayer plastic packaging blend. *Polymer Degradation and Stability*, 110710.

Zimmermann, H. (1984). Degradation and Stabilisation of Polyesters.(Retroactive Coverage). *Elsevier Applied Science Publishers Ltd., Developments in Polymer Degradations*. 5., 79-119.

## ÖZGEÇMİŞ

### A. Kişisel Bilgiler

**Adı Soyadı** Kübra TAYFUR

### B. Eğitim ve Öğretim

Lisans 2020, Trakya Üniversitesi, Gıda Mühendisliği

Yüksek Lisans İstanbul Sabahattin Zaim Üniversitesi,

Gıda Mühendisliği Anabilim Dalı

### C. Mesleki Deneyimi

Ağustos 2020 Gıda Mühendisi- Kalite ve Kontrol Sorumlusu

Yıldız Plastik Ambalaj ve Kulp SAN. LTD.ŞTİ

Şubat 2020-Temmuz 2020 Gıda Mühendisi- Kalite ve Kontrol Sorumlusu

Erdoğan Yemek Catering

Temmuz 2017-Ağustos 2017 Stajyer

Elif Plastik Ambalaj SAN. LTD.

Temmuz 2015-Ağustos 2015 Stajyer

Malatya Pazarı Kuruyemişçilik

### D. Beceriler

Microsoft Office

OriginPro

ChemDraw

ERP

LOGO GO 3

### E. Alınan Eğitimler

Temel Gıda Hijyen Eğitimi

TS EN ISO 9001-2015 Kalite Yönetim Sistemi

TS EN ISO 22000 Gıda Güvenliđi Yönetim Sistemi Temel Eđitimi

İş sađlıđı ve güvenliđi Temel Eđitimi

ISO 45001:2018 İş Sađlıđı ve Güvenliđi Yönetim Sistemi

GMP İyi Üretim Uygulamaları

IFS Onaylı HACCP Eđitimi

## **F. AR-GE Yetkinlik**

Bildiriler

Kübra TAYFUR, Ebru AL, Merve Esra ÜNGÖR, Yüksel ABALI, Osman ARSLAN (13.12.2023-14.12.2023), Polietilen Tereftalat (Pet) Polimerinin Termal Özelliklerinin Programlanması İçin İnorganik Katkıların Deđerlendirilmesi, Yayın Yeri: V. Ulusal Üniversite-Sanayi İş birliđi, Ar-Ge ve İnovasyon Kongresi, 2023

Kitap

Tayfur, K., AL, E., Üngör, M. E., Abalı, Y., & Arslan, O. (2024). Polietilen Tereftalat (Pet) Polimerinin Termal Özelliklerinin Programlanması İçin İnorganik Katkıların Deđerlendirilmesi, Yayın Yeri: V. Ulusal Üniversite-Sanayi İş birliđi, Ar-Ge ve İnovasyon Kongresi. In Mühendislik, Fen ve Sađlık Bilimlerinde Ar-Ge ve İnovasyon Çalışmaları (pp. 125–132). Sidas Medya Ltd. Şti.