

Nanokompozitlerin sentezi

Nanokil-Polimer Kompozitlerinin Sentezi ve Karakterizasyonu

Kil Nedir ?

Kristal yapıları birbirinden farklı birkaç mineralin oluşturduğu bir karışımın genel ismidir

KİL=Ana kil minerali + Diğer kil mineralleri + Eser organik maddeler

Yapısında kalker, silis, mika, demir oksit bulunur

Kilin yapısı itibarıyla su çekme özeliği vardır. Bu nedenle kil daima nemlidir

Kil tabakalarının bir boyutu nano ölçüde olduğu için nanoteknoloji maddelerinden biri olarak kabul edilirler

Organokil Sentezi

- ✓ Kiler, organik maddelerle iyon deęişim tepkimeleri sonucunda organokillere dönüşürler

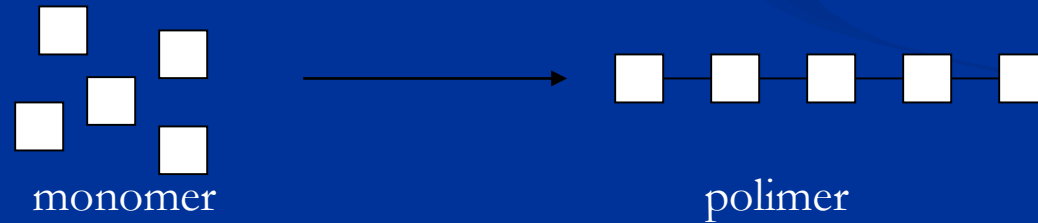


R : Alkil Grup

M⁺ : Deęişebilir İnorganik Katyonlar

Polimer Nedir?

- Monomer, birbirlerine kovalent bağlarla bağlanarak büyük moleküller oluşturabilen küçük mol kütleli kimyasal madde
- Polimer ise, çok sayıda monomerin kovalent bağlarla birbirlerine bağlanarak oluşturduğu büyük molekülün adıdır



Şekil .Polimerizasyon tepkimesi

Polimerizasyon Mekanizmaları

Polimerizasyon



Basamaklı
(Kondensasyon)



Katılma
(Zincir)

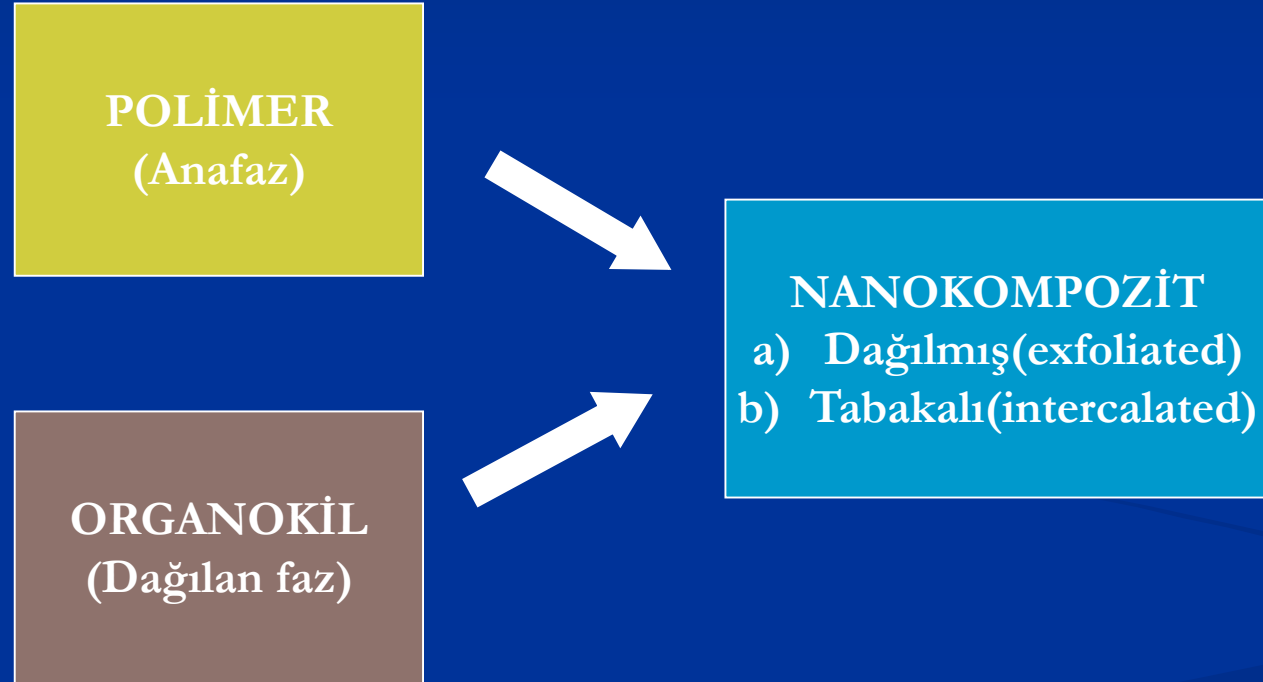
Polimerizasyon Teknikleri?

- ✓ Yıgın
- ✓ Çözelti
- ✓ Süspansiyon
- ✓ Emülsiyon
- ✓ Arayüzey

Kompozit Malzemeler

- ✓ Birbirinden farklı özelliklere sahip, iki ya da daha fazla malzemenin bir araya getirilmesi ile elde edilen malzeme türüdür
- ✓ Her kompozitte genellikle iki tip madde bulunur; **matris(anafaz)** ve **takviye(dağılan faz)** malzemesi

Nanokompozit Sentezi



Amaç

Polistiren – kil nanokompozitinin
yerinde (in-situ) polimerizasyon yöntemiyle
sentezlenmesi ve karakterizasyonu

Analizler

- XRD (X – Işını Kırınımı): Tabakalar arası uzaklık
- TGA (Termogravimetrik Analiz): Isıl Dayanım
- GPC (Jel Geçirgenlik Kromatografi): Polimer molekül ağı.
- TEM (Geçirgen Elektron Mikroskobu): Tabaka durumu

Arařtırma Bulguları

Kilin Saflařtırılması

- o Reřadiye / TOKAT Bentoniti
- o %90 Montmorillonit
- o Plastiklik
- o Viskozite



Bileřik	Miktar (%)
SiO ₂	62.28
Al ₂ O ₃	17.79
Fe ₂ O ₃	1.68
CaO	4.86
Na ₂ O	2.70
MgO	1.76
K ₂ O	1.24
Yanma Kaybı	7.69

Kilin Saflaştırılması

Reşadiye / TOKAT Bentoniti



Na - Montmorillonit

KDK Belirlenmesi

$$\text{KDK} = (E \cdot V / W) \cdot 100 \text{ meq/100 g kil}$$

E: Metilen mavisi çözeltisinin derişimi, N

V: Kullanılan metilen mavisi çözeltisi miktarı, ml

W: Kil kütlesi, g

$$\text{KDK} = 110 \text{ meq/100 g kil}$$

Organokil Sentezi

XRD Analizi



Tabakalar arası uzaklık değeri

Organokil Sentezi

Tabakalar arası uzaklık değerinin belirlenmesi

$$\text{Bragg Yasası : } d = n \cdot \text{dalgaboyu} / 2 \cdot \sin \Theta$$

d : atomik boyutta tabakalar arası uzaklığı (Å)

dalgaboyu : X-ışınlarının dalgaboyunu (Å)

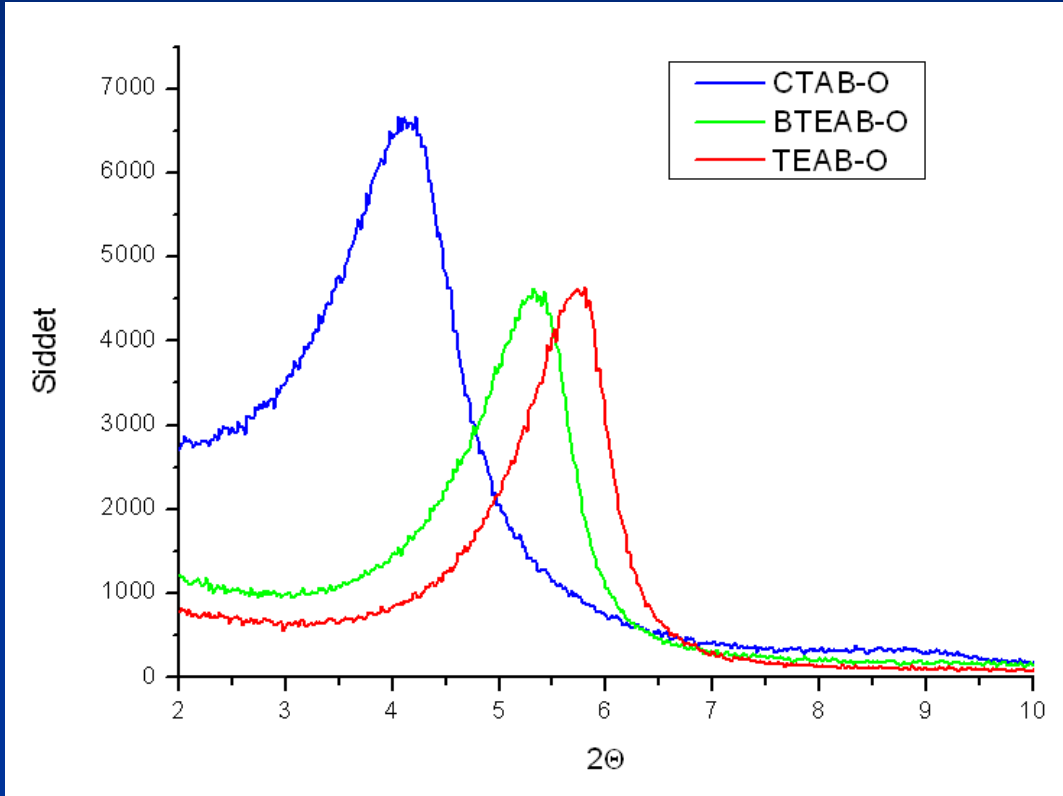
Θ : gelen ışın ve yansıyan ışın arasındaki açı

n : kırınım derecesi

Saf kilin tabakalar arası uzaklık değeri : **12.5 Å**

XRD

Organokil Sentezi



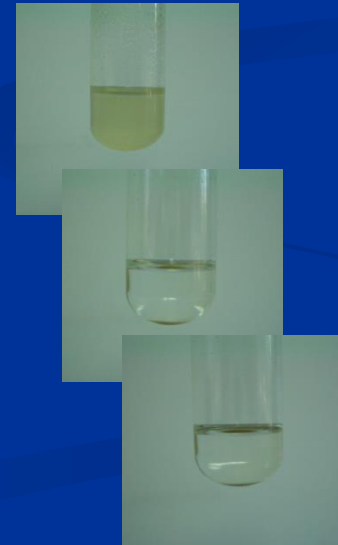
Organokil	Tabakalar arası uzaklık (\AA)
CTAB-O	20.9
BTEAB-O	16.3
TEAB-O	15.2

Organokil XRD spekturumlarının
karşılaştırması

Nanokompozit Sentezi

- Nanokompozit sentezi için öncelikle organokilin monomer faz içinde dağılması sağlanmalıdır !

Organokil	Dağılma
CTAB-O	
BTEAB-O	
TEAB-O	



Nanokompozit Sentezi

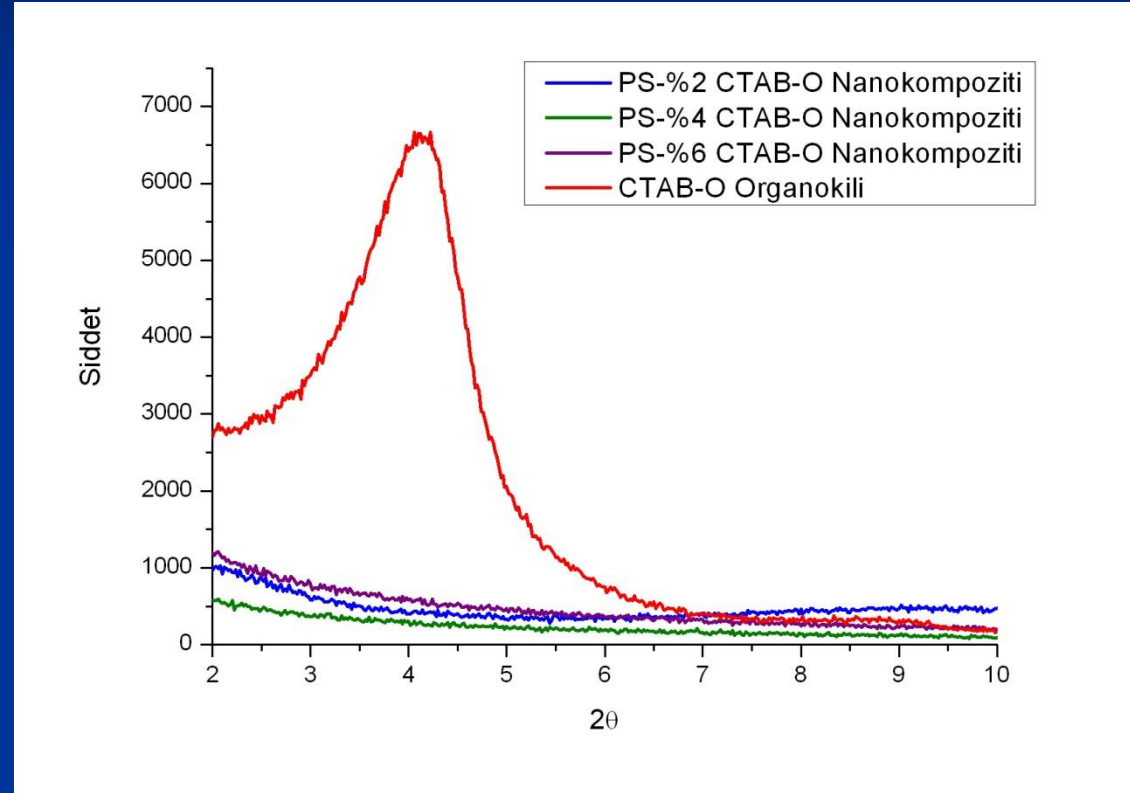
XRD Analizi



- Geleneksel mikrokompozit
- Tabakalı (intercalated) nanokompozit
- Dağılmış (exfoliated) nanokompozit

Nanokompozit Sentezi

XRD



Nanokompozitlerin ve CTAB-O XRD spektrumlarının karşılaştırılması

✓ Sentezlenen kompozitler **DAĞILMIŞ (EXFOLIATED)** nanokompozit

Nanokompozit Sentezi

TEM (Geçirgen Elektron Mikroskobu)



- Kil tabakaların matris içindeki durumları
- Nanokompozit yapısının doğrulanması

Nanokompozit Sentezi

TGA (Termogravimetrik Analiz)



- Isıl dayanım
- Kütle kaybı miktarı

Sonuçlar

- Reşadiye / TOKAT sodyum kili → KDK 110 meq/100 g kil
- Saf kil tabakalar arası uzaklık → **12.5 Å**
- CTAB, BTEAB, TEAB → Organokil sentezi
- CTAB-O tabakalar arası uzaklık → **20.9 Å**
BTEAB-O tabakalar arası uzaklık → **16.3 Å**
TEAB-O tabakalar arası uzaklık → **15.2 Å**
- CTAB-O → kütlece %2, %4 ve %6'lık ps-kil nanokompozitleri

Sonuçlar

- XRD sonucunda → **DAĞILMIŞ (exfoliated)** nanokompozit
- TEM sonucunda → **DAĞILMIŞ (exfoliated)** yapı
- TGA sonucunda → Sıcaklık dayanımında **ARTIŞ**



Kaynaklar

Mehmet Saçak, Polimer Kimyası, 2. Baskı, Gazi Kitabevi, 2004

Yalçınkaya, S.E., Yıldız, N., Saçak, M. and Çalımlı, A. 2010, Preparation of Polystyrene / Montmorillonite Nanocomposites: Optimization by Response Surface Methodology (RSM), Turkish Journal of Chemistry, 34, 581-592.