



T.C.
HATAY MUSTAFA KEMAL ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

**1,6-BİS(TRİKLORSİL) HEKZAN ve 1,2-BİS(TRİKLORSİL) ETAN
MONOMERLERİNDEN SENTEZLENEN SERAMİK ÖN
POLİMERLERİN FİZİKSEL ve KİMYASAL
KARAKTERİZASYONLARI ile UYGULAMALARI ÜZERİNE ÇEŞİTLİ
ARAŞTIRMALAR**

ÖZGE AÇIKGÖZ

KİMYA ANABİLİM DALI

YÜKSEK LİSANS TEZİ

HATAY
KASIM - 2023



T.C.
HATAY MUSTAFA KEMAL ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

**1,6-BİS(TRİKLORSİL) HEKZAN ve 1,2-BİS(TRİKLORSİL) ETAN
MONOMERLERİNDEN SENTEZLENEN SERAMİK ÖN
POLİMERLERİN FİZİKSEL ve KİMYASAL
KARAKTERİZASYONLARI ile UYGULAMALARI ÜZERİNE ÇEŞİTLİ
ARAŞTIRMALAR**

ÖZGE AÇIKGÖZ
ORCID:0009-0009-7743-5938

KİMYA ANABİLİM DALI

YÜKSEK LİSANS TEZİ

Danışman
Prof. Dr. Yusuf NUR
ORCID: 0000-0002-9071-5311

HATAY
KASIM - 2023

T.C.
HATAY MUSTAFA KEMAL ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

**1,6-BİS(TRİKLORSİL) HEKZAN ve 1,2-BİS(TRİKLORSİL) ETAN
MONOMERLERİNDEN SENTEZLENEN SERAMİK ÖN POLİMERLERİN
FİZİKSEL ve KİMYASAL KARAKTERİZASYONLARI ile
UYGULAMALARI ÜZERİNE ÇEŞİTLİ ARAŞTIRMALAR**

ÖZGE AÇIKGÖZ

KİMYA ANABİLİM DALI

YÜKSEK LİSANS TEZİ

Prof. Dr. Yusuf NUR danışmanlığında hazırlanan bu tez **07/11/2023** tarihinde
aşağıdaki jüri üyeleri tarafından **OYBİRLİĞİ** ile kabul edilmiştir.

Prof. Dr. Yusuf NUR

Başkan

**Doç. Dr. Mustafa Kemal
YILMAZ
Üye**

**Doç. Dr. Neslihan BEYAZIT
Üye**

Kod No:1462

**Doç. Dr. Cengiz KARACA
Enstitü Müdürü**

Bu çalışma MKÜ Bilimsel Araştırma Projeleri Komisyonu tarafından desteklenmiştir.

Proje No: 22.YL.028

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

07/11/2023

TEZ BİLDİRİMİ

Tez içindeki bütün bilgilerin etik davranış ve akademik kurallar çerçevesinde elde edilerek sunulduğunu, tez yazım kurallarına uygun olarak hazırlanan bu çalışmada bana ait olmayan her türlü ifade ve bilginin kaynağına eksiksiz atıf yapıldığını ve tez üzerinde Yükseköğretim Kurulu tarafından hiçbir değişiklik yapılamayacağı için tezin bilgisayar ekranında görüntülendiğinde asıl nüsha ile aynı olması sorumluluğunun tarafıma ait olduğunu beyan ederim.

İmzası

Özge AÇIKGÖZ

ÖZET

1,6-BİS(TRİKLORSİL) HEKZAN ve 1,2-BİS(TRİKLORSİL) ETAN MONOMERLERİNDEN SENTEZLENEN SERAMİK ÖN POLİMERLERİN FİZİKSEL ve KİMYASAL KARAKTERİZASYONLARI ile UYGULAMALARI ÜZERİNE ÇEŞİTLİ ARAŞTIRMALAR

Silisyum karbür (SiC) oksit olmayan bir seramik olup sahip olduğu fiziksel ve kimyasal özelliklerden dolayı bu malzeme ileri teknoloji uygulamalarında kullanılmaktadır. Birçok çalışma ileri seramiklerin üretilmesi ve geliştirilmesi için devam etmektedir. Bu tez çalışması temel hatları ile 1,6-bis(triklorsil) hekzan ve 1,2-bis(triklorsil) etan monomerlerinden elektrokimyasal yöntem ile seramik ön polimerleri sentezlenme ve bunların çeşitli alanlarda uygulamaları üzerinedir. Bu polimerlerin UV-Vis, FT-IR ve NMR analizleri yapılmıştır. Sentezlenen polimerler ile argon ve hava ortamında 500 °C, 750 °C ve 1000 °C sıcaklıklarda 3, 6, 12 ve 24 saat fırınlama sürelerinde seramik üretimi yapılmıştır. Bu seramiklerin analizleri dijital fotoğraf görüntüleme, optik ve polarize optik mikroskop görüntüleme, SEM, FT-IR, X-Ray ve Raman spektroskopileri ile yapılmıştır. Bunların yanında sentezlenmiş olan bu öncül polimerler ile yüzey kaplama çalışmaları yapılmıştır. Çalışmada polimerler alümina ve Si yüzeylere çözeltilerinden damlatma ve elektro-eğirme (EE) yöntemleri ile kaplanmıştır. Kaplanan bu yüzeyler argon ortamında 1000 °C sıcaklıkta 3 saat fırınlanarak yüzeyde SiC film üretilmiştir. SiC filmlerin analizleri optik ve polarize optik mikroskop görüntüleme, SEM, FT-IR, X-Ray ve Raman spektroskopileri ile yapılmıştır.

2023, 110 sayfa

Anahtar Kelimeler: Seramik ön polimer, elektro-eğirme, silisyum karbür, seramik, polikarbosilan,

ABSTRACT

VARIOUS RESEARCH on PHYSICAL and CHEMICAL CHARACTERIZATIONS and APPLICATIONS of CERAMIC PRE-POLYMERS SYNTHESIZED from 1,6-BIS(TRICHLOROSILYL)HEXANE and 1,2-BIS(TRICHLOROSILYL)ETHANE MONOMERS

Silicon carbide (SiC) is a non-oxide ceramic and is used in advanced engineering applications due to its physical and chemical properties. Many studies are ongoing to produce and develop advanced ceramics. This thesis study is mainly to synthesize ceramic prepolymers from 1,6-bis(trichlorosyl) hexane and 1,2-bis(trichlorosyl) ethane monomers by electrochemical method and to do research on their applications in various areas. UV-Vis, FT-IR and NMR analyses of these polymers were also performed. Ceramics were produced with those synthesized polymers in argon and air atmosphere at temperatures of 500 °C, 750 °C and 1000 °C for 3, 6, 12 and 24 hours of heating in a tube furnace. Analyses of these ceramics were made with digital photo imaging, optical and polarized optical microscope imaging, SEM, FT-IR, X-Ray, and Raman spectroscopies. In addition to these, surface coating studies were carried out with these synthesized precursors. In the study, polymers were coated on alumina and Si surfaces from their solutions by dropping and electrospinning (EE) methods. These coated surfaces were thermally processed in an argon atmosphere at 1000 °C for 3 hours to produce a SiC film on the surface. Analyzes of SiC films were made using optical and polarized optical microscope imaging, SEM, FT-IR, X-Ray and Raman spectroscopies.

2023, 110 pages

Key Words: Ceramic pre-polymer, electrospinning, silicon carbide, ceramic, polycarbosilane

TEŞEKKÜR

Mesleki ve akademik hayatımda önemli kararlar almam gerektiğinde sürekli yanımda olan ve varlığı ile benim için önemli bir rol model oluşturan gerek yüksek lisans tez konumunun belirlenmesinde gerek araştırılması ve yazımı sırasında sahip olduğu bilgi birikimi ve tecrübesi ile çalışmalarına ışık tutan ve yardımını esirgemeyen danışman hocam Prof. Dr. Yusuf NUR'a sonsuz saygı ve teşekkürlerimi sunarım.

Tez çalışmalarım süresince tüm bölüm olanaklarından yararlanmamı sağlayan Hatay Mustafa Kemal Üniversitesi (HMKÜ) Fen Edebiyat Fakültesi Kimya Bölüm Başkanlığı'na, HMKÜ FBE Enstitüsü Müdürlüğü çalışanlarına ve 22.YL.028 no'lu yüksek lisans tez projesi ile desteklerinden dolayı HMKÜ BAP koordinatörlüğü'ne ve ayrıca laboratuvarımızda uygulamaları çalışılan bütün PKS polimerlerinin sentezlenip karakterizasyonlarının yapılmasında büyük katkıları olan TÜBİTAK (218M332 no'lu proje kapsamında)'a teşekkürlerimi sunarım.

Tez çalışmalarım süresince, tüm laboratuvar çalışmalarında yapmış oldukları katkı ve yardımları nedeniyle Selin DELATIOĞLU'na çok teşekkür ederim.

Eğitim hayatım boyunca beni maddi ve manevi olarak destekleyen, güvenen ve daima yanımda olan canım aileme sonsuz minnet ve şükranlarımı sunarım.

Tezimin çalışmalarını yürüttüğüm süreçte 6 Şubat 2023'te meydana gelen depremde yitirdiğimiz başta üniversite hocalarım olmak üzere tüm vatandaşlarımıza Allah'tan rahmet dilerim.

İÇİNDEKİLER

ÖZET.....	I
ABSTRACT.....	II
TEŞEKKÜR.....	III
İÇİNDEKİLER	IV
ÇİZELGELER DİZİNİ	VI
ŞEKİLLER DİZİNİ.....	VII
SİMGELER ve KISALTMALAR DİZİNİ	XIII
1. GİRİŞ.....	1
1.1. Temel Bilgiler.....	2
1.1.1. Seramik Ön Polimerleri	3
1.1.2. Elektroeğirme (EE) Yöntemi.....	6
2. ÖNCEKİ ÇALIŞMALAR.....	9
3. MATERYAL ve YÖNTEM.....	16
3.1. Materyal.....	16
3.2. Malzemeler	16
3.3. Yöntem	17
3.3.1. PKS-Hx ve PKS-Et Seramik Ön Polimerlerinin Üretimi.....	17
3.3.1.1 PKS-Hx Polimerinin Elektrokimyasal Sentezi	18
3.3.1.2 PKS-Et Polimerinin Elektrokimyasal Sentezi.....	19
3.3.2. PKS-Hx ve PKS-Et Polimerlerinden Seramik Üretimi	20
3.3.2.1 PKS-Hx Polimerinden Seramik Üretimi.....	21
3.3.2.1.1 PKS-Hx Polimerinden Argon Ortamında Seramik Üretimi	21
3.3.2.1.2 PKS-Hx polimerinden Hava Ortamında Seramik Üretimi	23
3.3.2.2 PKS-Et Polimerinden Seramik Üretimi	26
3.3.2.2.1 PKS-Et Polimerinden Ar Gazı Altında Seramik Üretimi	26
3.3.2.2.2 PKS-Et Polimerinden Hava Ortamında Seramik Üretimi	27
3.3.3. Yüzey Kaplama Çalışmaları.....	30
3.3.3.1 PKS-Hx ve PKS-Et Polimer Çözeltileri ile Alümina ve Silisyum Yüzey Kaplama ve SiC Film Sentez Çalışmaları.....	30
3.3.3.2 PKS-Hx ve PKS-Et Polimerlerini EE ile Alümina ve Silisyum Yüzeye Kaplama ve SiC Film Sentezi Çalışmaları	31
4. ARAŞTIRMA BULGULARI ve TARTIŞMA	33
4.1. PKS-Hx ve PKS-Et Polimerlerinin UV/Vis, FTIR, NMR ve TGA Analizleri	33
4.2. PKS-Hx ve PKS-Et Polimerinden Üretilen Toz SiC Seramiklerinin Optik ve Polarize Optik Mikroskop Görüntüleri	38
4.3. PKS-Hx ve PKS-Et Polimer Seramiklerinin SEM Analizleri.....	43
4.4. PKS-Hx ve PKS-Et Polimerlerinden Üretilen Seramiklerin FTIR Analizleri	46
4.5. PKS-Hx ve PKS-Et Polimerlerinde Üretilen Seramiklerin X-Ray Işını Spektroskopisi (XRD) Analizi	49
4.6. PKS-Hx ve PKS-Et Polimerlerinden Üretilen Seramik Filmlerin Raman Analizleri 77	
4.7. PKSHx-PS ve PKSEt-PS Liflerinin Optik Mikroskop Görüntüleri ve SEM Analizleri	90
4.8. PKS-Hx ve PKS-Et Polimerlerinden Üretilen Seramik Filmlerin SEM -EDX Analizleri	92

5. SONUÇ ve ÖNERİLER.....	97
KAYNAKLAR	105
ÖZGEÇMİŞ	111



ÇİZELGELER DİZİNİ

Çizelge 3.1. Kullanılan kimyasal maddeler	16
Çizelge 3.2. PKS-Hx ve PKS-Et seramik ön polimerlerinin elektrokimyasal sentezinin deneysel koşulları.....	17
Çizelge 3.3. PKS-Hx polimerinin argon ortamında fırınlanma koşulları ve seramik kodları.....	21
Çizelge 3.4. PKS-Hx polimerinin hava ortamında fırınlanma koşulları ve seramik kodları.....	23
Çizelge 3.5. PKS-Hx polimerinin Ar gazı ve hava ortamında 500 °C sıcaklıkta yapılan fırınlama çalışmalarının verimleri	24
Çizelge 3.6. PKS-Hx polimerinin Ar gazı ve hava ortamında 750 °C sıcaklıkta yapılan fırınlama çalışmalarının verimleri	25
Çizelge 3.7. PKS-Hx polimerinin Ar gazı ve hava ortamında 1000 °C sıcaklıkta yapılan fırınlama çalışmalarının verimleri	25
Çizelge 3.8. PKS-Et polimerinin argon ortamında fırınlanma koşulları ve seramik kodları.....	26
Çizelge 3.9. PKS-Et polimerinin hava ortamında fırınlanma koşulları ve seramik kodları	27
Çizelge 3.10. PKS-Et polimerinin Ar gazı ve hava ortamında 500 °C sıcaklıkta yapılan fırınlama çalışmalarının verimleri	28
Çizelge 3.11. PKS-Et polimerinin Ar gazı ve hava ortamında 750 °C sıcaklıkta yapılan fırınlama çalışmalarının verimleri	29
Çizelge 3.12. PKS-Et polimerinin Ar gazı ve hava ortamında 1000 °C sıcaklıkta yapılan fırınlama çalışmalarının verimleri	29
Çizelge 3.13. PKS-Hx polimeri ile alümina ve Si yüzey kaplama deney ve fırınlama koşulları.....	30
Çizelge 3.14. PKS-Et polimeri ile alümina ve Si yüzey kaplama deney ve fırınlama koşulları.....	30
Çizelge 3.15. PKS-Hx ve PKS-Et polimer çözelti derişimleri ve EE koşulları.....	32

ŞEKİLLER DİZİNİ

Şekil 1.1. Seramik malzemeler için kullanılan silisyum içerikli ön polimer grupları	4
Şekil 1.2. Polisilan polimerinin elektrokimyasal yöntem ile sentezinin şematik gösterimi	5
Şekil 1.3. Elektroęirme (EE) sistem şeması	7
Şekil 2.1. Yajima tarafından polikarbosilan sentezi için önerilen Kumada tepkimesinin şematik gösterimi	10
Şekil 2.2. Diklorodiorganosilan komonomerinden polisilan kopolimerinin Wurtz-Tipi kondenzasyon tepkimesi ile sentezinin şematik gösterimi.....	10
Şekil 3.1. Tez çalışmasında kullanılan monomerlerin kimyasal yapısı	17
Şekil 3.2. PKS-Hx polimerinin sentez aşamalarının dijital fotoğraf görüntüleri a. sentez öncesi hazırlanan hücre sistemi, b. elektroliz, c. elektroliz sonrası elektrotlar, d. kaynatma işlemi, e. sentezin sonlandırılması	19
Şekil 3.3. PKS-Hx polimerinin 500 °C’de fırınlanması için oluşturulan fırın sıcaklık-süre programı.....	21
Şekil 3.4. PKS-Hx polimerinin 750 °C’de fırınlanması için oluşturulan fırın sıcaklık-süre programı.....	22
Şekil 3.5. PKS-Hx polimerinin 1000 °C’de fırınlanması için oluşturulan fırın sıcaklık-süre programı.....	22
Şekil 3.6. PKS-Hx polimerinin 1000 °C (S1PKS-Hx-24), 750 °C (S2PKS-Hx-24) ve 500 °C (S3PKS-Hx-24) sıcaklıkta Ar gazı altında fırınlama öncesi ve sonrası dijital fotoğraf görüntüleri.....	23
Şekil 3.7. PKS-Hx polimerinin 1000 °C (O1PKS-Hx-24), 750 °C (O2PKS-Hx-24) ve 500 °C (O3PKS-Hx-24) sıcaklıkta hava ortamında fırınlama öncesi ve sonrası dijital fotoğraf görüntüleri.....	24
Şekil 3.8. PKS-Et polimerinin 1000 °C (S1PKS-Et-24), 750 °C (S2PKS-Et-24) ve 500 °C (S3PKS-Et-24) sıcaklıkta Ar gazı ortamında fırınlama öncesi ve sonrası dijital fotoğraf görüntüleri.....	26
Şekil 3.9. PKS-Et polimerinin 1000 °C (O1PKS-Et-24), 750 °C (O2PKS-Et-24) ve 500 °C (O3PKS-Et-24) sıcaklıkta hava ortamında fırınlama öncesi ve sonrası dijital fotoğraf görüntüleri.....	28
Şekil 3.10. Yüzey kaplama çalışmalarının dijital fotoğraf görüntüleri a. boş alümina yüzeyler, b. polimer çözeltileri ile (sırasıyla PKS-Hx, PKS-Et) kaplı alümina yüzeyler, c. fırınlama sonrası SiC seramik film kaplı alümina yüzeyler	31
Şekil 3.11. EE yöntemi ile üretilen PKSHx-PS ve PKSEt-PS liflerin değişik açılardan çekilen dijital fotoğraf görüntüleri	32
Şekil 3.12. Alümina ve Si yüzeylerde EE ile kaplanan PKSHx – PS ve PKSEt – PS liflerinin fırınlama öncesi kaplama (a , b) ve fırınlama sonrası (c , d) oluşturdukları SiC filmlerin dijital fotoğraf görüntüleri	32
Şekil 4.1. PKS-Hx polimerinin UV/Vis analiz grafikleri	33
Şekil 4.2. PKS-Et polimerinin UV/Vis analiz grafikleri.....	34
Şekil 4.3. PKS-Hx polimerinin FTIR analiz grafikleri	34
Şekil 4.4. PKS-Et polimerinin FTIR analiz grafikleri.....	35
Şekil 4.5. PKS-Hx polimerinin ¹ H-NMR ve ¹³ C-NMR analizleri	36
Şekil 4.6. PKS-Et polimerinin ¹ H-NMR ve ¹³ C-NMR analizleri	36
Şekil 4.7. PKS-Hx ve PKS-Et polimerlerinin Termal Gravimetrik Analizi (TGA)	37

Şekil 4.8. PKS-Hx polimerinden Ar gazı altında 1000 °C sıcaklıkta sentezlenen S1PKS-Hx-12 kodlu seramik örneğinin (a, b optik ve a ₁ , b ₁ polarize), 750 °C sıcaklıkta sentezlenen S2PKS-Hx-12 kodlu seramik örneğinin (c, d optik ve c ₁ , d ₁ polarize), 500 °C sıcaklıkta sentezlenen S3PKS-Hx-12 kodlu seramik örneğinin (e, f optik ve e ₁ , f ₁ polarize) optik ve polarize optik mikroskop görüntüleri	38
Şekil 4.9. PKS-Hx polimerinden Ar gazı altında 1000 °C sıcaklıkta sentezlenen S1PKS-Hx-24 kodlu seramik örneğinin (a, b optik ve a ₁ , b ₁ polarize), 750 °C sıcaklıkta sentezlenen S2PKS-Hx-24 kodlu seramik örneğinin (c, d optik ve c ₁ , d ₁ polarize), 500 °C sıcaklıkta sentezlenen S3PKS-Hx-24 kodlu seramik örneğinin (e, f optik ve e ₁ , f ₁ polarize) optik ve polarize optik mikroskop görüntüleri	39
Şekil 4.10. PKS-Et polimerinden Ar gazı altında 1000 °C sıcaklıkta sentezlenen S1PKS-Et-12 kodlu seramik örneğinin (a, b optik ve a ₁ , b ₁ polarize), 750 °C sıcaklıkta sentezlenen S2PKS-Et-12 kodlu seramik örneğinin (c, d optik ve c ₁ , d ₁ polarize) ve 500 °C sıcaklıkta sentezlenen S3PKS-Et-12 kodlu seramik örneğinin (e, f optik ve e ₁ , f ₁ polarize) optik mikroskop görüntüleri	40
Şekil 4.11. PKS-Et polimerinden Ar gazı altında 1000 °C sıcaklıkta sentezlenen S1PKS-Et-24 kodlu seramik örneğinin (a, b optik ve a ₁ , b ₁ polarize), 750 °C sıcaklıkta sentezlenen S2PKS-Et-24 kodlu seramik örneğinin (c, d optik ve c ₁ , d ₁ polarize) ve 500 °C sıcaklıkta sentezlenen S3PKS-Et-24 kodlu seramik örneğinin (e, f optik ve e ₁ , f ₁ polarize) optik mikroskop görüntüleri	40
Şekil 4.12. PKS-Hx polimerinden hava ortamında 1000 °C sıcaklıkta sentezlenen O1PKS-Hx-12 kodlu seramik örneğinin (a, b optik ve a ₁ , b ₁ polarize), 750 °C sıcaklıkta sentezlenen O2PKS-Hx-12 kodlu seramik örneğinin (c, d optik ve c ₁ , d ₁ polarize) ve 500 °C sıcaklıkta sentezlenen, O3PKS-Hx-12 kodlu seramik örneğinin (e, f optik ve e ₁ , f ₁ polarize) optik mikroskop görüntüleri	41
Şekil 4.13. PKS-Hx polimerinden hava ortamında 1000 °C sıcaklıkta sentezlenen O1PKS-Hx-24 kodlu seramik örneğinin (a, b optik ve a ₁ , b ₁ polarize), 750 °C sıcaklıkta sentezlenen O2PKS-Hx-24 kodlu seramik örneğinin (c, d optik ve c ₁ , d ₁ polarize) ve 500 °C sıcaklıkta sentezlenen O3PKS-Hx-24 kodlu seramik örneğinin (e, f optik ve e ₁ , f ₁ polarize) optik mikroskop görüntüleri	42
Şekil 4.14. PKS-Et polimerinden hava ortamında 1000 °C sıcaklıkta sentezlenen O1PKS-Et-12 kodlu seramik örneğinin (a, b optik ve a ₁ , b ₁ polarize), 750 °C sıcaklıkta sentezlenen O2PKS-Et-12 kodlu seramik örneğinin (c, d optik ve c ₁ , d ₁ polarize) ve 500 °C sıcaklıkta sentezlenen O3PKS-Et-12 kodlu seramik örneğinin (e, f optik ve e ₁ , f ₁ polarize) optik mikroskop görüntüleri	43
Şekil 4.15. PKS-Et polimerinden hava ortamında sentezlenen 1000 °C sıcaklıkta sentezlenen O1PKS-Et-24 kodlu seramik örneğinin (a, b optik ve a ₁ , b ₁ polarize), 750 °C sıcaklıkta sentezlenen O2PKS-Et-24 kodlu seramik örneğinin (c, d optik ve c ₁ , d ₁ polarize) ve 500 °C sıcaklıkta sentezlenen O3PKS-Et-24 kodlu seramik örneğinin (e, f optik ve e ₁ , f ₁ polarize) optik mikroskop görüntüleri	43

Şekil 4.16. PKS-Hx polimerinden Ar gazı altında üretilen SiC seramiklerinin SEM görüntüleri; a) S1PKS-Hx-12, b) S1PKS-Hx-24, c) S2PKS-Hx-12, d) S2PKS-Hx-24.....	44
Şekil 4.17. PKS-Et polimerinden Ar gazı altında üretilen SiC seramiklerinin SEM görüntüleri; a) S1PKS-Et-12, b) S1PKS-Et-24, c) S2PKS-Et-12, d) S2PKS-Et-24.....	45
Şekil 4.18. PKS-Hx polimerinden hava ortamında üretilen SiO ₂ seramiklerinin SEM görüntüleri; a) O1PKS-Hx-12, b) O1PKS-Hx-24, c) O2PKS-Hx-12, d) O2PKS-Hx -24, e) O3PKS-Hx-12, f) O3PKS-Hx-24.....	45
Şekil 4.19. PKS-Et polimerinden hava ortamında üretilen SiO ₂ seramiklerinin SEM görüntüleri a) O1PKS-Et-12, b) O1PKS-Et-24, c) O2PKS-Et-12, d) O2PKS-Et-24, e) O3PKS-Et-12 f) O3PKS-Et-24.....	46
Şekil 4.20. PKS-Hx polimerinden Ar gazı altında 12 ile 24 saat fırınlanarak üretilen SiC seramiklerinin FTIR analizleri a) 1000 °C, b) 750 °C, c) 500 °C sıcaklıklarda üretilen seramikler	47
Şekil 4.21. PKS-Et polimerinden Ar gazı altında 12 ile 24 saat fırınlanarak üretilen SiC seramiklerinin FTIR analizleri a) 1000 °C, b) 750 °C, c) 500 °C sıcaklıklarda üretilen seramikler	48
Şekil 4.22. PKS-Hx polimerinden hava ortamında 12 ile 24 saat fırınlanarak üretilen SiO ₂ seramiklerinin FTIR analizleri a) 750 °C, b) 500 °C sıcaklıklarda üretilen seramikler	49
Şekil 4.23. PKS-Et polimerinden hava ortamında 12 ile 24 saat fırınlanarak üretilen SiO ₂ seramiklerinin FTIR analizleri a) 750 °C, b) 500 °C sıcaklıklarda üretilen seramikler.....	49
Şekil 4.24. PKS-Hx polimerinden (P2) 1000 °C sıcaklıkta 12 saatte Ar gazı altında sentezlenen SiC seramiğinin XRD analiz sonuçları.....	50
Şekil 4.25. PKS-Hx polimerinden (P2) 1000 °C sıcaklıkta 12 saatte Ar gazı altında sentezlenen SiC seramiğinin XRD analiz sonuçları ve PDF analiz dosya numaraları.....	50
Şekil 4.26. PKS-Hx polimerinden (P2) 1000 °C sıcaklıkta 24 saatte Ar gazı altında sentezlenen SiC seramiğinin XRD analiz sonuçları.....	51
Şekil 4.27. PKS-Hx polimerinden (P2) 1000 °C sıcaklıkta 24 saatte Ar gazı altında sentezlenen SiC seramiğinin XRD analiz sonuçları ve PDF analiz dosya numaraları.....	51
Şekil 4.28. PKS-Et polimerinden (P3) 1000 °C sıcaklıkta 12 saatte Ar gazı altında sentezlenen SiC seramiğinin XRD analiz sonuçları.....	52
Şekil 4.29. PKS-Et polimerinden (P3) 1000 °C sıcaklıkta 12 saatte Ar gazı altında sentezlenen SiC seramiğinin XRD analiz sonuçları ve PDF analiz dosya numaraları.....	52
Şekil 4.30. PKS-Et polimerinden (P3) 1000 °C sıcaklıkta 24 saatte Ar gazı altında sentezlenen SiC seramiğinin XRD analiz sonuçları.....	53
Şekil 4.31. PKS-Et polimerinden (P3) 1000 °C sıcaklıkta 24 saatte Ar gazı altında sentezlenen SiC seramiğinin XRD analiz sonuçları ve PDF analiz dosya numaraları.....	53
Şekil 4.32. PKS-Hx polimerinden (P2) 750 °C sıcaklıkta 12 saatte Ar gazı altında sentezlenen SiC seramiğinin XRD analiz sonuçları.....	54

Şekil 4.33. PKS-Hx polimerinden (P2) 750 °C sıcaklıkta 12 saatte Ar gazı altında sentezlenen SiC seramiğinin XRD analiz sonuçları ve PDF analiz dosya numaraları.....	54
Şekil 4.34. PKS-Hx polimerinden (P2) 750 °C sıcaklıkta 24 saatte Ar gazı altında sentezlenen SiC seramiğinin XRD analiz sonuçları.....	55
Şekil 4.35. PKS-Hx polimerinden (P2) 750 °C sıcaklıkta 24 saatte Ar gazı altında sentezlenen SiC seramiğinin XRD analiz sonuçları ve PDF analiz dosya numaraları.....	55
Şekil 4.36. PKS-Et polimerinden (P3) 750 °C sıcaklıkta 12 saatte Ar gazı altında sentezlenen SiC seramiğinin XRD analiz sonuçları.....	56
Şekil 4.37. PKS-Et polimerinden (P3) 750 °C sıcaklıkta 12 saatte Ar gazı altında sentezlenen SiC seramiğinin XRD analiz sonuçları ve PDF analiz dosya numaraları.....	56
Şekil 4.38. PKS-Hx polimerinden (P2) 500 °C sıcaklıkta 12 saatte Ar gazı altında sentezlenen SiC seramiğinin XRD analiz sonuçları.....	57
Şekil 4.39. PKS-Hx polimerinden (P2) 500 °C sıcaklıkta 12 saatte Ar gazı altında sentezlenen SiC seramiğinin XRD analiz sonuçları ve PDF analiz dosya numaraları.....	57
Şekil 4.40. PKS-Hx polimerinden (P2) 500 °C sıcaklıkta 24 saatte Ar gazı altında sentezlenen SiC seramiğinin XRD analiz sonuçları.....	58
Şekil 4.41. PKS-Hx polimerinden (P2) 500 °C sıcaklıkta 24 saatte Ar gazı altında sentezlenen SiC seramiğinin XRD analiz sonuçları ve PDF analiz dosya numaraları.....	58
Şekil 4.42. PKS-Et polimerinden (P3) 500 °C sıcaklıkta 24 saatte Ar gazı altında sentezlenen SiC seramiğinin XRD analiz sonuçları.....	59
Şekil 4.43. PKS-Et polimerinden (P3) 500 °C sıcaklıkta 24 saatte Ar gazı altında sentezlenen SiC seramiğinin XRD analiz sonuçları ve PDF analiz dosya numaraları.....	59
Şekil 4.44. PKS-Hx polimerinden Ar gazı altında 12 ile 24 saat fırınlanarak üretilen SiC seramiklerinin XRD analizleri a) 1000 °C, b) 750 °C, c) 500 °C sıcaklıklarda üretilen seramikler.....	60
Şekil 4.45. PKS-Et polimerinden Ar gazı altında 12 ile 24 saat fırınlanarak üretilen SiC seramiklerinin XRD analizleri a) 750 °C, b) 500 °C sıcaklıklarda üretilen seramikler.....	60
Şekil 4.46. PKS-Hx ve PKS-Et polimerlerinden Ar gazı altında 1000 °C sıcaklıkta 3, 6, 12 ve 24 saat fırınlanarak üretilen SiC seramiklerinin XRD analizleri a) PKS-Hx polimer seramikleri, b) PKS-Et polimer seramikleri.....	61
Şekil 4.47. PKS-Hx polimerinden (P2) 1000 °C sıcaklıkta 6 saatte hava altında sentezlenen SiO ₂ seramiğinin XRD analiz sonuçları.....	62
Şekil 4.48. PKS-Hx polimerinden (P2) 1000 °C sıcaklıkta 6 saatte hava altında sentezlenen SiO ₂ seramiğinin XRD analiz sonuçları ve PDF analiz dosya numaraları.....	62
Şekil 4.49. PKS-Hx polimerinden (P2) 1000 °C sıcaklıkta 24 saatte hava altında sentezlenen SiO ₂ seramiğinin XRD analiz sonuçları.....	63
Şekil 4.50. PKS-Hx polimerinden (P2) 1000 °C sıcaklıkta 24 saatte hava altında sentezlenen SiO ₂ seramiğinin XRD analiz sonuçları ve PDF analiz dosya numaraları.....	63

Şekil 4.51. PKS-Et polimerinden (P3) 1000 °C sıcaklıkta 6 saatte hava altında sentezlenen SiO ₂ seramiğinin XRD analiz sonuçları	64
Şekil 4.52. PKS-Et polimerinden (P3) 1000 °C sıcaklıkta 6 saatte hava altında sentezlenen SiO ₂ seramiğinin XRD analiz sonuçları ve PDF analiz dosya numaraları.....	64
Şekil 4.53. PKS-Et polimerinden (P3) 1000 °C sıcaklıkta 24 saatte hava altında sentezlenen SiO ₂ seramiğinin XRD analiz sonuçları	65
Şekil 4.54. PKS-Et polimerinden (P3) 1000 °C sıcaklıkta 24 saatte hava altında sentezlenen SiO ₂ seramiğinin XRD analiz sonuçları ve PDF analiz dosya numaralar.....	65
Şekil 4.55. PKS-Hx polimerinin (P2) 750 °C sıcaklıkta hava altında 24 saat fırınlanması ile sentezlenen seramiğin X-Ray Spektroskopisi analiz sonuçları.....	66
Şekil 4.56. PKS-Hx polimerinin (P2) 750 °C sıcaklıkta hava altında 6 saat fırınlanması ile sentezlenen seramiğin X-Ray Spektroskopisi analiz sonuçları.....	67
Şekil 4.57. PKS-Et polimerinin (P3) 750 °C sıcaklıkta hava altında 24 saat fırınlanması ile sentezlenen seramiğin X-Ray Spektroskopisi analiz sonuçları.....	68
Şekil 4.58. PKS-Et polimerinin (P3) 750 °C sıcaklıkta hava altında 6 saat fırınlanması ile sentezlenen seramiğin X-Ray Spektroskopisi analiz sonuçları.....	69
Şekil 4.59. PKS-Hx polimerinin (P2) 500 °C sıcaklıkta hava altında 24 saat fırınlanması ile sentezlenen seramiğin X-Ray Spektroskopisi analiz sonuçları.....	70
Şekil 4.60. PKS-Et polimerinin (P3) 500 °C sıcaklıkta hava altında 24 saat fırınlanması ile sentezlenen seramiğin X-Ray Spektroskopisi analiz sonuçları.....	71
Şekil 4.61. PKS-Et polimerinin (P3) 500 °C sıcaklıkta hava altında 6 saat fırınlanması ile sentezlenen seramiğin X-Ray Spektroskopisi analiz sonuçları.....	72
Şekil 4.62. PKS-Hx polimerinden hava ortamında 12 ile 24 saat fırınlanarak üretilen SiO ₂ seramiklerinin XRD analizleri a) 750 °C, b) 500 °C sıcaklıklarda üretilen seramikler.....	73
Şekil 4.63. PKS-Et polimerinden hava ortamında 12 ile 24 saat fırınlanarak üretilen SiO ₂ seramiklerinin XRD analizleri a) 750 °C, b) 500 °C sıcaklıklarda üretilen seramikler.....	73
Şekil 4.64. PKS-Hx polimerinden hava ortamında 3, 6, 12 ve 24 saat fırınlanarak üretilen SiO ₂ seramiklerinin XRD analizleri; a) 1000 °C’ de 6 ve 24 saat fırınlanan seramikler, b) 750 °C’ de 6, 12 ve 24 saat fırınlanan seramikler, c) 500 °C’ de 3, 6, 12 ve 24 saat fırınlanan seramikler	74
Şekil 4.65. PKS-Et polimerinden hava ortamında 3, 6, 12 ve 24 saat fırınlanarak üretilen SiO ₂ seramiklerinin XRD analizleri; a) 1000 °C’ de 6 ve 24 saat fırınlanan seramikler, b) 750 °C’ de 6, 12 ve 24 saat fırınlanan seramikler, c) 500 °C’ de 3, 6, 12 ve 24 saat fırınlanan seramikler.....	75
Şekil 4.66. PKS-Hx polimeri ile kaplanan ve 1000 °C’de Ar gazı altında fırınlanan alümina yüzeylerin Raman analizleri: PKS-Hx polimeri damlatarak kaplanan alümina yüzey kaplaması (PKSHx), PKS-Hx polimerinin EE ile alümina yüzey kaplaması (PKSHx_Lif_Alum), , boş alümina yüzey (Alum)	77
Şekil 4.67. PKS-Hx polimeri ile kaplanan ve 1000 °C’de Ar gazı altında fırınlanan alümina yüzeylerin Raman analizleri: PKS-Hx polimerinin EE ile silisyum yüzey kaplaması (PKSHx_Lif_Si), boş silisyum yüzey (Si)	78
Şekil 4.68. PKS-Et polimeri ile kaplanan ve 1000 °C’de Ar gazı altında fırınlanan alümina yüzeylerin Raman analizleri: PKS-Et polimeri damlatarak kaplanan	

alümina yüzey kaplaması (PKSEt), PKS-Et polimerinin EE ile alümina yüzey kaplaması (PKSEt_Lif_Alum), , boş alümina yüzey (Alum).....	78
Şekil 4.69. PKS-Et polimeri ile kaplanan ve 1000 °C’de Ar gazı altında fırınlanan alümina yüzeylerin Raman analizleri: PKS-Et polimerinin EE ile silisyum yüzey kaplaması (PKSEt_Lif_Si), boş silisyum yüzey (Si).....	78
Şekil 4.70. Alümina yüzey üzerinde PKS-Hx polimerinin çözeltisinden oluşturulmuş PKS filminden üretilen SiC filmin X-Ray spektroskopisi analizi	80
Şekil 4.71. Alümina yüzey üzerinde lif PKS-Hx polimerinden (PKS-Hx -lif-alum) üretilen SiC filmin X-Ray spektroskopisi analizi	81
Şekil 4.72. Si-disk yüzey üzerinde lif PKS-Hx polimerinden (PKS-Hx-lif-Si) üretilen SiC filmin X-Ray spektroskopisi analizi	82
Şekil 4.73. Alümina yüzey üzerinde PKS-Et polimerinin çözeltisinden oluşturulmuş PKS filminden üretilen SiC filmin X-Ray spektroskopisi analizi	83
Şekil 4.74. Alümina yüzey üzerinde lif PKS-Et polimerinden (PKS-Et-lif-alum) üretilen SiC filmin X-Ray spektroskopisi analizi	84
Şekil 4.75. Si-disk yüzey üzerinde lif PKS-Et polimerinden (PKS-Et -lif-Si) üretilen SiC filmin X-Ray spektroskopisi analizi	85
Şekil 4.76. PKS polimerleri (A) ve SiO ₂ seramik film (B) ile kaplı alumina yüzeylerin dijital fotoğraf görüntüleri	86
Şekil 4.77. Alümina yüzey üzerinde PKS-Hx polimerinin çözeltisinden oluşturulmuş PKS filminden üretilen SiO ₂ filmin X-Ray spektroskopisi analizi.....	87
Şekil 4.78. Alümina yüzey üzerinde PKS-Et polimerinin çözeltisinden oluşturulmuş PKS filminden üretilen SiO ₂ filmin X-Ray spektroskopisi analizi.....	88
Şekil 4.79. EE yöntemi ile üretilen PKSHx-PS lifinin optik mikroskop (a, b optik ve a ₁ , b ₁ polarize) görüntüleri.....	89
Şekil 4.80. EE yöntemi ile üretilen PKSEt-PS lifinin optik mikroskop (a, b optik ve a ₁ , b ₁ polarize) görüntüleri.....	89
Şekil 4.81. EE yöntemi ile üretilen PKSHx-PS lifinin SEM görüntüleri	90
Şekil 4.82. EE yöntemi ile üretilen PKSEt-PS lifinin SEM görüntüleri.....	90
Şekil 4.83. Damlatarak alümina yüzeye kaplanan PKS-Hx polimerinden üretilen SiC filmin SEM-EDX analizleri	92
Şekil 4.84. EE ile alümina yüzeye kaplanan PKS-Hx polimerinden üretilen SiC filmin SEM-EDX analizleri	92
Şekil 4.85. EE ile Si yüzeye kaplanan PKS-Hx polimerinden üretilen SiC filmin SEM-EDX analizleri.....	93
Şekil 4.86. Çözeltisinden damlatarak oluşturulan PKS-Hx polimerinin filminden alümina yüzeyde üretilen SiO ₂ seramik filmin SEM-EDX analizleri.....	93
Şekil 4.87. Damlatarak alümina yüzeye kaplanan PKS-Et polimerinden üretilen SiC filmin SEM-EDX analizleri	94
Şekil 4.88. EE ile alümina yüzeye kaplanan PKS-Et polimerinden üretilen SiC filmin SEM-EDX analizleri	94
Şekil 4.89. EE ile Si yüzeye kaplanan PKS-Et polimerinden üretilen SiC filmin SEM-EDX analizleri.....	95
Şekil 4.90. Çözeltisinden damlatarak oluşturulan PKS-Et polimerinin filminden alümina yüzeyde üretilen SiO ₂ seramik filmin SEM-EDX analizleri.....	95

SİMGELER ve KISALTMALAR DİZİNİ

SİMGELER

°C	: Derece Celsius
µg	: Mikrogram
mg	: Miligram
g	: Gram
Kg	: Kilogram
ml	: Mililitre
Min	: Dakika
µm	: Mikrometre
KV	: Kilovolt
V	: Volt
M	: Molarite
da	: dakika
sa	: Saat

KISALTMALAR

Ar	: Argon
DME	: Dimetoksi etan
DMS	: Dimetil sülfoksit
DMF	: N,N-Dimetil formamit
DSC	: Diferansiyel Taramalı
FTIR	: Fourier Dönüşümlü İnfrared
LiAlH	: Lityum alüminyumhidrür
MeLi	: Metillityum
PS	: Polistiren
PKS	: Polikarbosilan
SEM	: Taramalı Elektron Mikroskobu
SiC	: Silisyum Karbür
TBAF	: Tetrabütilamonyum tetraflorborat
TGA	: Termogravimetrik Analiz
THF	: Tetrahidrofur
UV-	: Ultraviyole-Görünür Bölge
XRD	: X-Işını Difraksiyonu
¹ H-	: Proton Nükleer Magnetik
¹³ C-	: Karbon Nükleer Magnetik

1. GİRİŞ

Seramik kelime anlamı toprak, kil ya da pişirilmiş eşya anlamındaki “keramikos”tan (Latince) gelmektedir. Daha genel bir tanım ile seramikler; metalin/metallerin, metal olmayan elementler ile ısıtılma işlemleri sonucu elde edilen anorganik bileşikler olarak da tanımlanabilir.

Arkeolojik buluntular seramik üretiminin M.Ö. 6500 yıllarına dayandığını ortaya koymaktadır. Seramik malzemelerin sert ve yüksek sıcaklıklara dayanıklı olmaları onları malzeme endüstrilerinin yapı taşı haline getirmektedir (Sayer & Özkan, 2007). Isıya ve sürtünmeye direnen malzeme ihtiyacı yüksek sıcaklığa dayanım gücü ve yapısal bütünlüğünü korumada üstün özelliklere sahip seramik malzemelere yönelim sağlamıştır. Metal ve silisyum birleşimi ile bu üstün özellikleri sağlayan silisyum karbür seramikler günümüzde ileri teknoloji ürünü olarak değerlendirilmekte ve geliştirilmektedir (Toprak, 2023). Silisyum karbür (SiC), yüksek sıcaklıklarda oksitlenme direncine sahip olan, sert ve iyi derecede aşınmaya dirençli inert bir karbüdür (Uslu, 2009).

Geleneksel yöntemlerden farklı olarak üretilen seramikler, ileri seramikler, geliştirilen üstün özellikleri ile birçok alanda yaygın olarak kullanılmaktadır. İleri seramik malzemeler üretim sonunda kazandıkları aşınma ve korozyona karşı dirençli özellikleri sayesinde yüzey kaplamada, fiber, nano, partikül veya polimerler ile kompozit şeklinde kullanılabilme imkânı sunmaktadır (Akkurt, Kalender, & Yörükoğlu, 2019). Birçok uygulama polimerlerin, hafif ve korozyona dirençli olma özelliklerinden dolayı seramik malzemelere alternatif olabilecek polimerik malzemelerin üretimine yönelmektedir (Sayer & Özkan, 2007). İleri seramiklerin en başında silisyum karbür (SiC) gelmektedir.

Silisyum karbür (SiC), karbon ve silisyum atomları arasındaki güçlü kovalent bağ ile oluşan bir yarı iletkenidir. SiC, doğada bileşik halde bulunmaz. Silisyum karbürün korozyona ve kimyasal etkileşime karşı yüksek direnç göstermesi ve sert bir malzeme olması bu malzemenin ticari önem kazanmasında önemli bir etkenidir (Akıncı, 2019).

1.1. Temel Bilgiler

Silisyum karbür (SiC) üst düzey termal-mekanik özellikler, yüksek şok direnci, genleşme ve yüksek kimyasal korozyon direnci gibi etkileyici özellikleri (Liu, ve diğerleri, 2017) nedeniyle termal kararlılık gerektiren uygulamalarda yaygın kullanım alanına sahip kimyasal olarak inert bir seramik malzemedir (Choi, Youn, Jo, Oh, & Kim, 2011). Silisyum karbür, yüksek dayanıklılığa ve düşük bir ağırlığa sahip olmasından dolayı birçok endüstri alanında sensör malzemesi, uzay araştırmalarında uydu malzeme üretiminde, havacılık araştırmalarında, demir-çelik üretiminde vb. farklı alanlarda kullanılmaktadır (Uslu, 2009). Aşınma direncinin yüksek olması SiC'nin mekanik boru malzemeleri, pompa bileşenleri, rulman bileşenleri gibi; petrol rafinerileri ve maden gibi kimyasal işleme alanlarında kullanımının önünü açan özellikleridir (Akıncı, 2019). Ayrıca SiC'nin sahip olduğu yüksek ısı iletkenliği, yarı iletken cihazlarda kullanımı için umut verici bir aday haline getirmiştir (Akıncı, 2019).

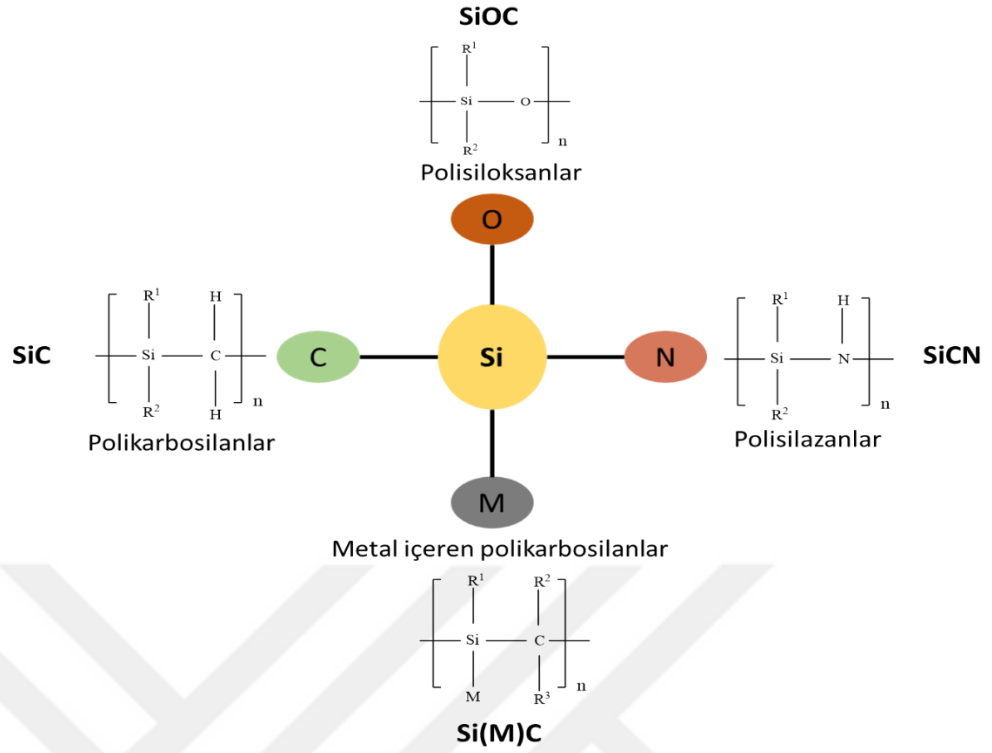
Silisyum karbür (SiC) seramiklerin üretimi için önerilen birkaç yöntemden bahsedilebilir: kimyasal buhar biriktirme (CVD), bazı polimerlerin pirolizi ve Acheson prosesi (Peng & Hwang, Synthesis And Characteristics Of Polycarbomethylsilane Via A One-Pot Approach, 2020). Kimyasal buhar biriktirme (CVD) yöntemi gaz fazında bulunan reaktiflerin katı bir film oluşturmak üzere bir yüzeye taşındıkları bir yöntemdir. Metal, seramik ve yarı iletkenler başta olmak üzere neredeyse tüm malzeme gruplarının istenilen kalınlıkta yüzeyde birikmesini sağlayan köklü bir tekniktir (Rahaman, 2016). Acheson prosesi endüstriyel ölçekte SiC üretimi için kullanılan bir yöntemdir. Bu prosese göre, bir elektrikli fırında 2000 °C sıcaklıkta silisyum ile kok arasındaki karbotermik tepkime sonucunda SiC bileşiği oluşur. Bu enerji gerektiren endotermik reaksiyon sonunda oluşan SiC nispeten kırılgan ve düşük kırılma tokluğuna sahiptir. Yine de düşük molekül ağırlığı, üstün korozyon direnci gibi özelliklere sahip olmasından dolayı SiC, alternatif malzemeler arasında yer almakta ve geniş bir kullanım alanı bulmaktadır (Uslu, 2009).

Polimerlerin pirolizi, polimer zincirlerinin termal kırılmaya uğrayarak ayrışması olarak tanımlanmaktadır. SiC gibi seramikler bazı özel polimerlerin pirolizinden de üretilmektedir (Mera, Gallei, Bernard, & Ionescu, 2015). Seramik öncülleri oluşturan bu polimerler seramik ön polimerler olarak adlandırılır. Yajima ve ark.

tarafından yüksek oranda SiC içeriğine sahip liflerin oluşumunun bildirilmesi ile bu yönteme olan ilgi büyük oranda artmıştır (Rahaman, 2016). SiC'nin bir öncüsü olan seramik ön polimerler, uygun maliyetli polimer işleme potansiyeli ve ince taneli seramik malzemelerin özelliklerinde iyileşmeyi sağlamasından ötürü bilim insanları ve sanayiciler tarafından büyük bir ilgi görmektedir (Toprak, 2023).

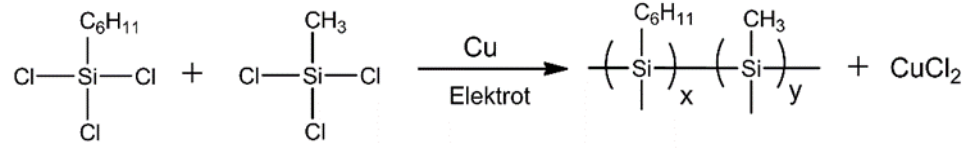
1.1.1. Seramik Ön Polimerleri

Polimerden seramik üretimi için polimerlerin bazı yapısal ve fiziksel özelliklere sahip olması gerekmektedir. Ön polimerlerin yeterince yüksek molekül ağırlığına, uygun bir çözünürlük aralığına, çapraz bağlanma için fonksiyonel grup veya gruplara sahip olmalıdır (Liu, ve diğerleri, 2017). Polisilanlar, silisyuma bağlı organik fonksiyonel sınıflardan oluşan polimerik malzeme gruplarını ifade etmektedir ve SiC sentezi için önemli ön polimer gruplarıdır. Polisilanlar (Yajima, Hayashi, & Omori, 1975), polikarbosilanlar (Bacque, Birot, Pillot, & Biran, 1996), polisiloksanlar (Riedel, Mera, Hauser, & Klenczynski, 2006), polisilazanlar (Narsavage, Interrante, Marchetti, & Maciel, 1991) ve polisililkarbodiimidler (Ebsworth & Mays, 1961) seramikler için öncül olarak kullanılan silisyum bazlı polimer gruplarıdır (Mera, Gallei, Bernard, & Ionescu, 2015).



Şekil 1.1. Seramik malzemeler için kullanılan silisyum içerikli ön polimer grupları

Polisilanların sentezi için çeşitli kimyasal yöntemler önerilmektedir. Bunlar arasında en yaygın kullanılan yöntem Wurtz tepkimesidir (Koe & Fujiki, Polysilanes, 2017). Bu yöntemde sodyum metalinin yüksek sıcaklıklarda işlenmesi gerektiği için büyük ölçüde tehlikeli bir deney ortamı oluşturmaktadır (Subramanian, 2008). Wurtz tepkimesi sentezlenmesi sırasında polisilanların moleküler ağırlıkları ile polimer verimleri istenilen şekilde kontrol edilememektedir. Bundan kaynaklı seramik öncülü polisilan sentezi için daha güvenli ve daha kullanılabilir bir yöntem olan elektrokimyasal yöntem önerilmektedir (Subramanian, 2008). Elektrokimyasal yöntem; polisilanların saflaştırılması, izolasyonları ve tepkimelerinin düşük sıcaklıklarda gerçekleştirilebilmesi açısından Wurtz yöntemine göre daha kolay ve tehlikesiz bir yöntemdir (Vermeulen ve ark. 1999; Nur ve ark. 2010). Elektrokimyasal yöntemde elektrotlar bakır, alüminyum veya çelik elektrotlar kullanılabilir (Subramanian, 2008; Nur ve Toppare, 2013). Vermeulen ve ark. (1999), polialkilsilan sentezini elektrokimyasal yöntemle gerçekleştirmişlerdir ve bu sentez için önerdikleri tepkime aşağıda Şekil 1.2’de verilmiştir.



Şekil 1.2. Polisilan polimerinin elektrokimyasal yöntem ile sentezinin şematik gösterimi

Elektrokimyasal sentezde bir elektroliz hücresi içerisine susuz çözücü, destek elektrolit, monomer, anot ve katot konulur. Sistemin oksijenden arındırılmış olması dikkat edilmesi gereken önemli bir etkidir (Koe & Fujiki, Polysilanes, 2017).

Silisyum bazlı polimerlerin kontrollü bir şekilde ayrışması, kullanılan öncüllerin kimyasal yapıları, işlenme yöntemleri ve belirlenen parametrelerden etkilendiği için nanoyapılı seramiklerin, yapı sağlamlığına katkı sunacak şekilde düzenlenmesi gerekir. Seramik ön polimerlerinin seramiğe dönüşümü için bir dizi farklı işleminden geçmesi gerekir (Mera, Gallei, Bernard, & Ionescu, 2015). Örnek olarak polimerizasyon sonrası polimerin sırasıyla çapraz bağlanarak şekillendirilmesi, ~1400 °C’ de piroliz ve ~2000 °C sıcaklıkta tavlanması verilebilir.

Polikarbosilanların çapraz bağlanması hava atmosferinde termal kütleme veya elektron –ışını ile kütleme (e-ışını) yapılarak elde edilebilmektedir (Bacque, Birot, Pillot, & Biran, 1996; Lim, Kim, & Kim, 2014). Oksijen varlığında polikarbosilanların radikal mekanizmalar yoluyla çapraz bağlandığı belirlenmiştir. Hava ortamında yapılan termal kürlenme sonucunda -Si-H ve -Si-CH₃ oksidasyona uğrayarak -Si-OH, -Si-O-Si- ve -C=O grupları oluşur ve böylece çapraz bağlanma gerçekleşir (Mera, Gallei, Bernard, & Ionescu, 2015). Polikarbosilanların oksijen ile çapraz bağlanması sonrasında %10-12 oksijen içeriğine sahip SiC malzemelerinin oluşmasını sağlar. Elektron-ışını (E-beam curing) ile kütleme yoluyla çapraz bağlanan polikarbosilanlardan sentezlenen silisyum karbür malzemelerin çok düşük miktarda (%0.2-%0.3) oksijen içerdikleri belirlenmiştir (Mera, Gallei, Bernard, & Ionescu, 2015).

SiC lifler, havacılıkta, katalizör destekleyiciler, ısı dirençli malzemeler, mikrodalga ışıını emiciler gibi uygulama alanlarında karbon liflerden sonra kullanılan yeni ve yüksek performanslı lif türüdür (Liu, ve diğerleri, 2017). Silisyum karbür lifler mekanik özellikleri, yüksek sıcaklık ve korozyon dirençlerinin yüksek olması gibi

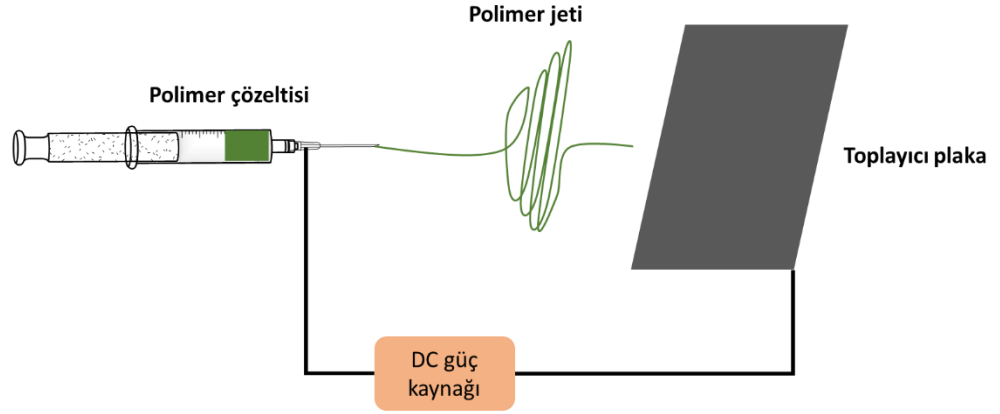
önemli özellikleri nedeniyle zorlu ortam şartlarında yaygın olarak kullanılmaktadır. Polimer türevli SiC liflerinin dikkat çekmesinin ve hızlı gelişmesinin en önemli nedeni imalat süreçleri, mekanik özellikleri ve endüstriyel uygulamalar açısından diğer seramik malzemelerden üstün olmasıdır (Choi, Youn, Jo, Oh, & Kim, 2011). Bugüne kadar SiC liflerinin üretimi için birçok yöntem önerilmiştir. En çok araştırılan ve geliştirilen yöntem elektroegirme (EE) teknolojisidir (Wu, Wang, & Wang, 2019).

1.1.2. Elektroegirme (EE) Yöntemi

EE teknolojisi uzaklık, çözelti akışı, uygulanan elektrik potansiyeli gibi proses parametrelerini yöneterek polimerlerden nanometre ile mikrometre çaplara seramik lifleri üretmek için kullanılan yöntemlerden biridir (Liu, ve diğerleri, 2017). William Gilbert'in 16. yüzyılda temelini atmış olduğu EE yöntemi 1900 yılında J. F. Cooley ve W. J. Morton tarafından patentlenmiştir. 1930'lu yıllardan itibaren daha çok tekstil alanında kullanılan bu yöntem günümüzde başta biyotıp olmak üzere nanoteknoloji ve birçok malzeme üretim alanında yaygın olarak kullanılmaktadır (Şaşmazel, Özkan, & Haydardedeoğlu, 2012).

EE, nanometre ölçeklerinde polimer liflerinin üretimini sağlayan bir teknolojidir. Bu yöntem ile elde edilen nanolifler ve nanotüpler, başta fotonik, sensör ve kataliz olmak üzere tıp, eczacılık ve tekstil gibi birçok alanda geniş uygulama alanlarına sahiptir (Schneider, ve diğerleri, 2011).

Megelski ve ark. (2002)'ye göre EE yöntemi, polimer çözeltisi ve metal şablonun yüksek gerilim doğru akım kaynağı (HVDC) vasıtasıyla zıt elektrik yükler ile yüklenmesi esasına dayanır. Polimer çözeltisine yüksek elektrik potansiyel uygulanması ile çözelti yüzey özellikleri değişir ve bunun sonucunda nano veya mikrometre boyutlarda lif oluşumu gerçekleşir (Megelski, Stephens, Chase, & Rabolt, 2002).



Şekil 1.3. Elektroegirme (EE) sistem şeması

EE yönteminde lif oluşumu ve morfolojisi üzerinde etkili olan birden fazla parametre vardır ve bunlar: polimer çözeltisinin akış hızı (ml/h), enjektör ile metal tabla arasındaki uzaklık, uygulanan elektrik gerilimi, polimer çözeltisinin derişimi, çözücü veya çözücü karışımlarının fizikokimyasal özellikleri, polimerin molekül ağırlığı gibi parametreler (Megelski, Stephens, Chase, & Rabolt, 2002). Her bir parametrenin lif üretim sürecinde optimizasyonu gereklidir.

Polimer çözeltisinin akış hızı toplayıcı plaka üzerinde oluşacak olan lifin morfolojisi açısından önemli bir etkindir. Çözeltinin akış hızı ve jetin enjektör ucundaki dağılım hızı elektrostatik kuvvetlerce uzaklaştırılma hızını aştığında kararsız jet oluşumu sonucunda boncuk yapıların gözleendiği morfolojiler ortaya çıkmaktadır (Haghi & Akbari, 2007). Uygun bir akış belirlendikten sonra lifin morfolojisini etkileyen diğer parametrelerden olan elektriksel gerilim değerin de optimize edilmesi gerekmektedir.

Uygulanan gerilim arttıkça oluşan jet üzerindeki itme kuvveti artmakta ve daha ince liflerin oluşmaktadır (Haghi & Akbari, 2007). Elektrik kuvveti çözeltinin yüzey gerilimi ile ilgili kuvvetleri yenecek kadar yüksek olduğunda daha kararlı ve düz bir jet püskürtülür (Zong, ve diğerleri, 2002). EE ile lif üretiminin optimizasyonu sistem içerisinde çözeltinin akışı, mesafe ve gerilimin optimizasyonu ile yapılmaktadır. Bu optimizasyon çalışmalarında çözelti konsantrasyonu da göz önünde bulundurulmalıdır.

EE sistemlerinde çözelti konsantrasyonu arttıkça viskozite de artacağından lif çapının da artacağını söylenebilir (Haghi & Akbari, 2007). Ancak bununla birlikte çözelti konsantrasyonu arttıkça lif oluşumunun yanında boncuk yapılarının da oluştuğu

gözlemlenmiştir (Haghi & Akbari, 2007). Düzgün bir lif yapısının elde edilmesi için yüksek polimer konsantrasyonu ve düşük elektrik alan kuvveti tercih edilebilir (Zong, ve diğerleri, 2002). Çözelti konsantrasyonunun belirlenmesinde önemli etkenlerden biri kullanılan çözücüdür (Haghi & Akbari, 2007).

Çözücü seçimi oluşan lifin porlu yapıda olup olmayacağı üzerinde de önemli bir etkindir. Megelski ve ark. çözücü uçuculuğunun lifin porozite özelliğini doğrudan etkilediğini ve yüksek uçuculuğa sahip çözücülerden elde edilen liflerin yüzeyinin porlu olduğunu gözlemlemişlerdir (Megelski, Stephens, Chase, & Rabolt, 2002). Kullanılan çözücünün oluşan lif üzerinde doğrudan bir etkisi olduğundan uçuculuk, çözme kapasitesi ve viskozite gibi özellikleri öncelikli olarak dikkate alınır.

Lif çapını etkileyen en önemli parametre çözelti viskozitesidir. Yüksek viskozite daha geniş çaplara sahip lif oluşumu ile sonuçlanmaktadır. Genel olarak liflerin morfolojisini kontrol etmede elektrik alanın etkisinin viskozite etkisinin tersi olduğu bulunmuştur (Zong, ve diğerleri, 2002). Oluşan lifin çap özellikleri kullanılan polimerin molekül ağırlığı ile düzenlenebilmektedir.

Düşük molekül ağırlıklı polimer çözeltilerinin liften çok boncuk yapılarını oluşturduğu, daha yüksek molekül ağırlıklı çözeltilerin ise daha yüksek ortalama çapa sahip lifleri oluşturduğu gözlenmiştir (Haghi & Akbari, 2007).

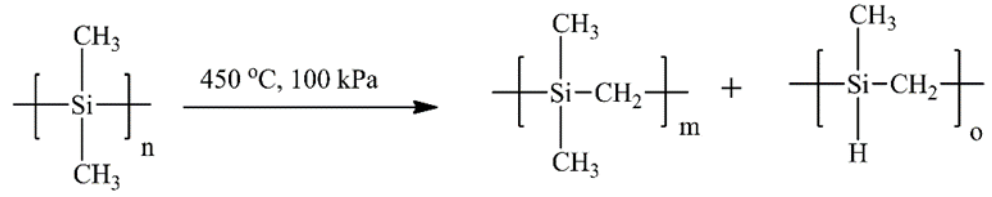
2. ÖNCEKİ ÇALIŞMALAR

Okamura (1987), dodekametil siklohekzasilan monomerinden sentezlenmiş bir polimerin 400 °C sıcaklıkta pirolizi sonucunda %80 verimle polikarbosilan sentezlendiğini bildirilmiştir. Bu çalışmada kullanılan lityum ve sodyum gibi metallerin azot ortamında (inert bir ortamda) gerçekleştirilen polikarbosilan sentezinin verimini etkilediği bildirilmiştir. Ayrıca poli(dimetilsilan)'ın dimetildiklorosilan monomerinin sodyum ile muamele edilmesi ve bunun sonucunda klorun uzaklaştırılması ile yürüyen sentezi Okamura (1987) tarafından raporlanmıştır. Halka yapılı polimerlerin düz zincirli polimerlere göre seramik oluşturma verimlerinin daha yüksek olduğu belirtilmiştir. Polikarbosilanların genelde monosilan veya disilanların termal ayrışma veya disilasiklobütan bileşiklerinin halka açma polimerizasyonu ile sentezinden bahsedilmiştir.

Tian ve ark. (2019), iyi bir dağılıma ve iç yapıya sahip ultra ince HSiC liflerini ürettiklerini bildirmişlerdir. Ksilen ve N-N dimetilformamit çözücü karışımında (7:3 v/v) polistiren ve polikarbosilan çözeltisi hazırlanarak EE yöntemi ile HSiC lifleri üretmişlerdir. Bu çalışmada 0.75 ml/h akışında, 10 kV voltaj ve toplayıcı plaka ile enjektör arası mesafe 20 cm olacak şekilde parametreler belirlenmiştir. Elde edilen lifler argon gazı (Ar) altında 1400 °C'de 2 saat piroliz edilmiş ve içi boş HSiC liflere dönüştürülmüştür. Çalışma sonunda elde edilen içi boş HSiC liflerin morfolojik ve ısı yalıtım performansının iyileştirildiği raporlanmıştır.

Yajima ve ark. (1976), bir organometalik polimerden (dodekametil siklohekzasilan kullanılarak sentezlenmiş) 350 kg/mm² çekme mukavemetine ve 30 ton/mm² gerilme katsayısına sahip kesintisiz SiC liflerinin sentezlendiğini bildirmişlerdir. Yapılmış bu çalışmada polikarbosilan polimerinin endüstriyel olarak büyük miktarlarda ve yüksek kalitede SiC liflerine dönüştürülmesine ile organik maddelerin inorganik maddelere başarılı bir şekilde dönüştürülmesine örnek oluşturduğu, kimya ve seramik alanındaki deneysel teknikleri büyük ölçüde geliştirebileceği açıklanmaktadır.

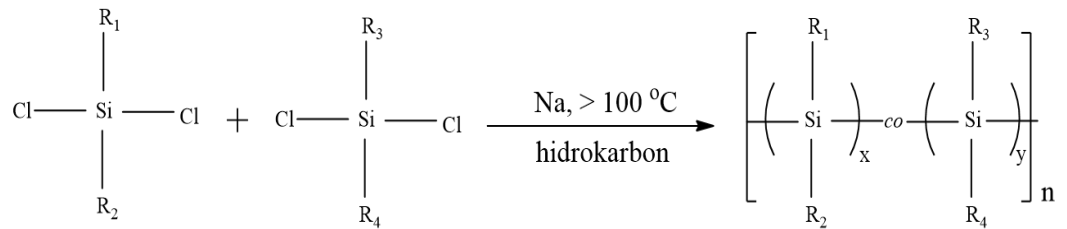
Yajima ve ark. (1978) SiC seramiklerinin önemli öncülerinden olan polikarbosilanların sentezi için Kumada tepkimesini önermişlerdir.



Şekil 2.1. Yajima tarafından polikarbosilan sentezi için önerilen Kumada tepkimesinin şematik gösterimi

Toma ve ark. (2012), polimerden üretilmiş silisyum içeren seramiğin piezodirenci ile mikro/nano yapısı arasındaki ilişkinin açıklanması üzerine çalışmışlardır. Bu çalışmada 1100 °C sıcaklıktaki piroliz sonucunda elde edilen seramik malzemede oluşan gözeneklerin kısmen amorf yapıda tortu biriktirmesi nedeni ile piezodirenci göstermediğini, ancak, 1400 °C gibi daha yüksek sıcaklıklarda yapılan pirolizde seramik malzemenin gözenekleri içinde karbon ve SiC kristallerinin oluştuğu ve bu oluşum sonucunda piezodirencin arttığı raporlanmıştır.

Kawabe ve ark. (2008), yaptıkları çalışmada i-bütül-n-desildiklor silan (M1) ve metil-3,3,3 trifloropropildiklor silandan (M2) polimerini sentezlemişlerdir. Sentezledikleri bu polimerlerin çok bloklu ve yüksek moleküler ağırlıklı olduğunu raporlamışlardır. Monomerler bir kondenzasyon sisteminde, toluen geri akışında sodyumla muamele edilerek Wurtz reaksiyonu ile polimerleştirilmiş ve aynı yöntemle polisilan kopolimeri sentezlenmiştir. Sentezlenen polisilan kopolimerinin yapısı ¹H-NMR, UV/Vis spektroskopisi, fotolüminesans (PL) ve fotolüminesans uyarma (PLE) ölçümleri ile karakterize edilmiştir.



Şekil 2.2. Diklorodiorganosilan komonomerinden polisilan kopolimerinin Wurtz-Tipi kondenzasyon tepkimesi ile sentezinin şematik gösterimi

Peng ve Hwang (2020), titanosen diklorür ve sodyum metali varlığında diklordimetil silan monomerinden yola çıkarak tek bir reaksiyon ortamında polikarbosilan sentezlediklerini bildirmişlerdir. Sentezlenen polimerin Ti içeren, doğrusal zincir yapısına sahip olan polikarbosilan olduğu FTIR, UV/Vis, jel geçirgenlik kromatografisi, X-Ray ve SEM ölçümleriyle tespit edilmiştir. Bu çalışmada kullanılan titanosen diklorür reaktantının diklor dimetilsilana göre molar oranının ürün verimine, moleküler ağırlığına ve polidispersite gibi özelliklerine olan etkisi açıklanmıştır. Sentezlenen bu polimer 180 °C’de hava ortamında 1 saat kürlendikten sonra 1200 °C’de N₂ atmosferinde 2 saat daha kürlenmeleri sonucunda çapı 2 mm’den küçük yeşil liflerin sentezlendiği raporlanmıştır.

Jones ve ark. (2006), diklororganosilanların alkali metallerle gerçekleştirdiği Wurtz tepkimelerinden sentezlenen polisilanların bir geri soğutucu altında tetrahidrofuran (THF) geri akışı içerisinde ve uygun ortam sıcaklığında (çok yüksek olmayan sıcaklıklar) daha yüksek verim verecek şekilde düzenlenebileceğini bildirmişlerdir. Daha yüksek verimler, çözücünün sodyumu dissosiyasyon derecesine ve anyonik zincirleri sağlamlaştırma yeteneğine bağlıdır. Bu çalışmada tepkime ortamına eklenen sodyum, çözücü içerisinde aktif merkez haline getirilerek polimerizasyonun bu yönden başlatılması amaçlanmıştır. Bu nedenle sodyum iyonu dissosiyasyon derecesi daha düşük sıcaklıklarda dahi sentez verimini önemli ölçüde arttırdığı raporlanmıştır.

Benzer bir başka çalışmada Achilleos ve ark. (2004), poli (n-heksilmetil silan)’ın (PHMS) oda sıcaklığında THF içinde %50 ile %83’e kadar verimle Wurtz polimerizasyonu ile sentezlendiğini raporlamışlardır. Tepkime ortamında yer alan sodyumun yüzey alanının PHMS’in sentezinde; indüksiyon süresi, tepkime hızı ve moleküler ağırlığı gibi özellikler üzerine olan etkileri açıklanmıştır. Daha küçük yüzey alanlı sodyum dağılımının monomer harcanma hızını azalttığı ve dolayısıyla polimer verimini de azalttığı raporlanmıştır. Achilleos ve ark. (2004), kullanılan metalin yüzey alanının veya tepkime ortamındaki dağılımının değiştirilmesiyle bu tip reaksiyonların yüksek sıcaklıklara ihtiyaç duymadan, yüksek verimle gerçekleştirilebileceğini bildirmişlerdir.

Hasegawa (1989), polikarbosilan liflerinin kürlenme koşulları üzerinde çalışmıştır. Bu çalışmada sentezlediği polikarbosilan lifler önce düşük sıcaklıkta kürlenmiş ve daha

sonra yüksek sıcaklıklarda ısıtılarak SiC liflerinin sentezlendiği bildirilmiştir. Burada dikkat çekilen nokta polikarbosilanın piroliz işleminde tercih edilen kürleme koşullarının yapısal değişime olan etkisidir. Kürleme sıcaklığındaki artış elde edilen SiC'nin yapısal yoğunluğu üzerinde de artış sağlamıştır. Yapılan çalışmalar TGA-DTA analizleriyle doğrulanmıştır. Kürleme işlemiyle polikarbosilan liflerinin yapısal değişiminde Si – H bağının oksitlenmesiyle Si – OH, Si – O – Si ve C = O bağlarının oluştuğu gözlenmiştir. Kimyasal bağlardaki bu değişim kürleme öncesi ve sonrası yapılan FTIR ölçümleriyle belirlenmiştir. Kürlenmiş polikarbosilan liflerinin SiC seramiğine dönüşüm süreci için beş sıcaklık aralığında çalışılması gerektiği raporlanmıştır. Çalışmada uygulanan sıcaklıklar: 1000 °C, 1100 °C, 1200 °C, 1300 °C ve 1400 °C. İlk aşamanın kürlenmiş polikarbosilan liflerinin çapraz bağlanması, ikinci aşamanın polikarbosilan yan zincirlerinin ayrışması, üçüncü aşamanın ürünün amorf bir yapı kazanması, dördüncü aşamanın SiC kristal büyümesi ile Si – O bağları ve fazla bulunan karbonlar arasındaki tepkime ile gaz oluşması, beşinci aşamanın tekrar bir gaz oluşumu ile sonuçlandığı raporlanmıştır.

Li ve ark. (2003), birçok yeni özelliği ve potansiyel uygulamalarından dolayı silisyum karbürü temel alan tek boyutlu nanoyapılar üzerine çalışmışlardır. SiC içerikli tek boyutlu nanoyapılar, nanoelektronik cihazlar için bağlantı malzemeler için, seramik için ve metal-polimer kompozitler için takviye elemanı olarak önemli bir kullanım alanına sahiptir. Bu çalışmada kimyasal buhar biriktirme (CVD) yöntemiyle düşük sıcaklıklarda SiC nano ağlarının sentezi raporlanmıştır. Tek kristalli SiC nanotellerinin birbirine bağlanarak nano ağları oluşturduğu açıklanmıştır. Oluşturulan bu nanoyapıların büyütme şekillerinin sentez sırasında kontrol edilerek SiC temelli nano ağlara daha iyi elektronik ve mekanik özellikler kazandırılabilceğini önermişlerdir.

Ho ve ark. (2004), SiC nanotellerinden oluşan yeni bir üç boyutlu SiC bazlı malzeme sentezini raporlamışlardır. SiC nanotel sentezi için CVD yöntemini kullanmışlardır. Bu çalışmada bir tüp fırında, alümina küvet içerisinde yüzey olarak silisyum levha ve galyum nitrür tozu ile tepkime ortamı hazırlanmıştır. Ar gazı ortamında (5 Torr basınç altında) 1100 °C sıcaklıkta sentez başlatılmıştır. Sistem istenilen sıcaklığa ulaştığında Ar gazı akışı kapatılıp 15 dakika daha metan gazı akışı (5-7 Torr) sağlanmıştır. Sentez tamamlanınca sistem argon gazı ortamında oda sıcaklığına kadar soğutulmuş, elde edilen SiC içerikli malzemenin SEM, XRD, Raman analizleri

yapılmıştır. Sentezlenen SiC nanotellerinin kombinasyonlarının SiC temel malzemelerinden farklı fiziksel ve kimyasal özellikler gösterdiklerini açıklamışlardır. Bu sentez yaklaşımından yola çıkarak gaz fazı reaktanlarının modifikasyonları yolu ile yeni kompozit nanoyapılarının geliştirilebileceğini önermişlerdir.

Vermeulen ve ark. (1999), Si bağlarını içeren dallanmış polimer sentezi için elektrokimyasal sentez yöntemini çalışmışlardır. Bu çalışma bakır-bakır elektrot sistemi ile metil triklorosilan, bütül klorsilan ve sikloheksil triklorosilan monomerleri ile gerçekleştirilmiştir. Polimerizasyon işlemleri 80 °C’de ve susuz DME ile gerçekleştirilmiş, tepkime lityum alüminyumhidrat ile sonlandırılmıştır. Elde edilen polimer GPC, ¹H-NMR, FTIR ve UV-Vis spektroskopileri ile karakterize edilmiştir. Sentezlenen polimerlerin sarı renkte ve organik çözücülerde çözünebilen bir yapıda olduğu raporlanmıştır. NMR analiz verilerinde R ve H yan grupları içeren dallanmış polimerlerin olduğu, Si-Cl bağlarının ise oluşmadığı açıklanmıştır. Vermeulen ve ark. elektrokimyasal yöntemin dallanmış polimerin yapısının kontrolü için potansiyel bir sentez yöntemi olduğunu raporlamışlardır.

Nur ve ark. (2010), poli(metilsilin)’in elektrokimyasal sentezinde monomer/çözücü oranı, elektrot cinsi ve destekleyici elektrolit gibi parametrelerin etkilerini incelemişlerdir. Poli(alkilsilin) grubunun yeni bir üyesi olan uygun Si:C oranına (1:1) sahip ve polar olmayan çözücülerde çözünebilen poli(metilsilin) sentezlenmiştir. Sentez elektroliz hücresine argon gazı verilerek ve 6V uygulanarak gerçekleştirilmiştir. Elektrokimyasal sentez ortamı susuz asetonitril (AN) ve 1,2-dimetoksietan (DME), sodyum dodesilsulfat (SDS) ve tetrabütülamonyum perklorat (TBAP)’tan oluşmaktadır. Sentezlenen polimer ¹H-NMR, FTIR, UV-Vis spektroskopisi ve TGA analizleri ile karakterize edilmiştir. Nur ve ark. (2010), AN, SDS ve Cu elektrottan oluşan sentez sisteminde monomer/çözücü oranının ve tepkime süresinin arttırılmasının sentezlenen poli(metilsilin)’in saflığına aynı çalışmada DME, TBAP ve Cu elektrottan oluşan diğer sentez sistemine göre olumsuz bir etki gösterdiğini raporlamışlardır.

Alarifi ve ark. (2018), EE yöntemi ile üretilen poli(akrilonitril) (PAN) liflerinin karbonizasyon prosesi üzerine çalışmalar yapmışlardır. Bu çalışmada PAN lifleri önce 270 °C’de hava atmosferinde çapraz bağlanarak kararlı hale getirilmiş, daha sonra Ar gazı ortamında 750 °C, 850 °C ve 950 °C’de karbonizasyon işlemi yapılmıştır.

Wang ve ark. (2017), SiC nanoliflerinin üretimi için EE yöntemini ve seramik ön polimerlerinin pirolizini birleştiren bir yöntem geliştirmişlerdir. Bu çalışmada polikarbosilan (PKS) kütle oranının SiC nanoliflerinin mikroyapısı ve elektromanyetik soğurma (EM) özellikleri üzerine olan etkileri incelenmiştir. PKS, kütlece 1:4 oranında N-N-dimetilformamit (DMF) ve kloroform karışımında EE yeteneğinin arttırılması için kütlece %4.3 polivinilprolidon (PVP)) hazırlanmıştır. SiC lifleri 20 kV, 2.38 ml/h akışında ve grafit kâğıdıyla kaplanmış çelik plakada toplanarak hazırlanmıştır. Lif içerisinde bulunan çözücülerin buharlaşması için örnekler 24 saat 70 °C’de vakum altında tutulmuştur. Daha sonra bu örnekler 250 °C’de 2 saat kürlenmiş, sırayla 850 °C ve 1300 °C sıcaklıklarda 2 saat fırınlanmıştır. Wang ve ark. (2010), PKS kütle oranı arttıkça SiC nanoliflerinin EM soğurma performansının zayıfladığını raporlamışlardır. SiC nanoliflerindeki çoklu yansımanın, gelen EM dalgasını kademeli olarak zayıflattığını bildirmişlerdir. Yapılan bu çalışma ile zorlu uygulamalar için SiC bazlı EM soğurucu geliştirilebileceğini önermişlerdir.

Mitchell ve ark. (2006), ters çevrilmiş boncuklu ve gözenekli SiC monolitlerinden oluşan seramik mikroreaktörlerinin sentezini raporlamışlardır. Bu çalışmada poli(dimetilsiloksan) (PDMS)’dan, polistirenden (PS) oluşan çözelti içerisinde, SiC monolitleri sentezlenmiştir. Elde edilen SiC monolitlerinin üzerinde 450 °C ile 1000 °C arasındaki sıcaklıklarda rutenyum (Ru) katalizörü biriktirilmiştir. Daha sonra gözenekli SiC monolitleri alümina kalıplar içerisine aktararak seramik mikroreaktörleri hazırlanmıştır.

Sedov ve ark. (2017), seramik ön polimerlerinden olan polikarbin sentezini raporlamışlardır. Poli(hidrokarbin) (PHC) ve poli(fenilkarbin) (PPC), magnezyum metali ile aktive edilmiş bir reaksiyon sisteminde sentezlenmiştir. Poli(naftalin-ko-hidrokarbin) (PNHC) ise bromofrom bileşiğinin sodyum naftalin ile tepkimeye alınmasıyla sentezlenmiştir. Sentezlenen bu üç polimerin elmas film sentezinde silisyum çekirdek kaynağı oluşturmaları açısından verimleri raporlanmıştır. En yüksek verim yüksek molekül ağırlığına sahip olan PHC tarafından elde edilmiştir. Sedov ve ark. (2017), bu çalışmada polikarbinlerin termal ayrışmasının elmas çekirdeklenmelerini oluşturduğunu raporlamışlardır. Ayrıca polikarbinlerin termal ayrışmasının elmas çekirdeklenme mekanizması ile olan ilişkisinin üzerinde çalışılabileceği ve geliştirilebileceğini önermişlerdir. Bununla birlikte polikarbin bileşiklerinin elmas

çekirdeklenme mekanizması olmasa bile çekirdeklenme mekanizmalarında kullanımının büyük bir potansiyel uygulama gösterebileceğini açıklamışlardır.



3. MATERYAL ve YÖNTEM

3.1. Materyal

Tez çalışmasında kullanılan monomerler, çözücüler ve kimyasal maddeler Çizelge 3.1’de verilmiştir.

Çizelge 3.1. Kullanılan kimyasal maddeler

Kimyasal Madde Adı	Formülü
1,6-bis(triklorsil) hekzan	$C_6H_{12}Cl_6Si_2$
1,2-bis(triklorsil) etan	$C_2H_4Cl_6Si_2$
Tetrabütilamonyum tetraflorborat (TBAFB)	$C_{16}H_{36}N^+BF_4^-$
1,2-Dimetoksietan (DME)	$C_4H_{10}O_2$
Lityum alüminyumhidrür	$LiAlH_4$
Metillityum	CH_3Li
Metanol	CH_3OH
n- Hekzan	$CH_3(CH_2)_4CH_3$
Ksilen	C_8H_{10}
N,N-Dimetil Formamit (DMF)	C_3H_7NO
Potasyum Karbonat	K_2CO_3
Ter- bütıl Magnezyum Klorür	C_4H_9ClMg
Polistiren (PS)	$(C_8H_8)_n$

3.2. Malzemeler

Doğru akım güç kaynağı (DC), tek bölmeli elektroliz hücresi, çelik ve bakır elektrot, 250 ml cam balon, Ar gazı, geri soğutucu, 5 ml cam şırınga, paslanmaz çelik iğne (21G x 1 ½’’0,80x38mm).

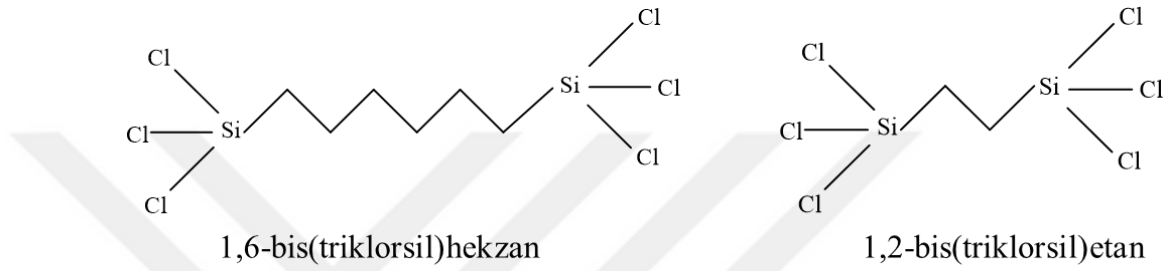
3.3. Yöntem

Bu tez çalışmasında polikarbosilan-Hx ve polikarbosilan-Et polimerlerinin elektrokimyasal yöntemle sentezi yapıldı. Polikarbosilan-Hx polimeri 1,6-bis(triklorsil) hekzan monomerinden ve polikarbosilan-Et polimeri 1,2-bis(triklorsil) etan monomerinden sentezlenmiştir. Polikarbosilan-Hx polimeri PKS-Hx koduyla ve polikarbosilan-Et polimeri PKS-Et ise koduyla ifade edilecektir. Sentezlenen bu polimerlerden Ar ve hava ortamında seramik üretimi gerçekleştirilmiştir. Ayrıca

alümina ve Si yüzeyler elektroegirme (EE) ve damlatma yoluyla polimer kaplanarak SiC filmler üretildi.

3.3.1. PKS-Hx ve PKS-Et Seramik Ön Polimerlerinin Üretimi

Polikarbosilan-Hx ve polikarbosilan-Et seramik ön polimerlerinin elektrokimyasal sentezinde kullanılan polimerlerin açık formülleri Şekil 3.1.'de verilmiştir.



Şekil 3.1. Tez çalışmasında kullanılan monomerlerin kimyasal yapısı

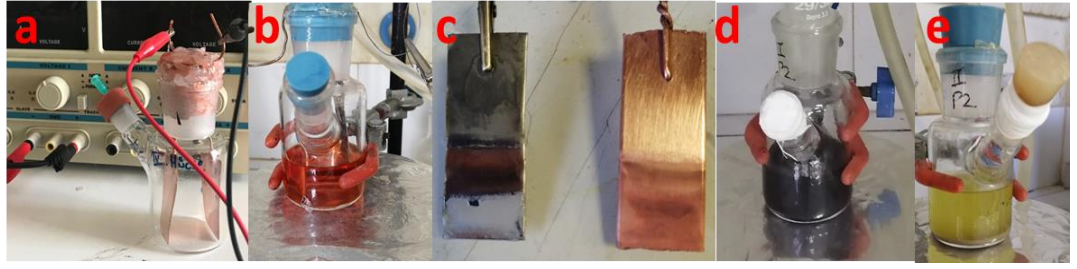
Çizelge 3.2. PKS-Hx ve PKS-Et seramik ön polimerlerinin elektrokimyasal sentezinin deneysel koşulları

Parametreler	Değerler
Bakır elektrot	Anot (1 cm x 2 cm)
Çelik elektrot	Katot (1 cm x 2 cm)
Tetrabütülamonyum tetraflorborat (TBAFB) (Destek elektrolit)	250 mg
Çözücü	Susuz DME
Monomer/Çözücü	1 ml monomer/30 ml çözücü
Elektroliz süresi	8 saat
Lityum alüminyumhidrür (LiAlH ₄) (0.1 M THF içinde)	4 ml
Metillityum (MeLi) (3.1 M Dimetoksietan içinde)	4 ml
Ter-bütülmgCl (2.0 M dietileter içinde)	4 ml

3.3.1.1 PKS-Hx Polimerinin Elektrokimyasal Sentezi

PKS-Hx polimeri 1,6-bis(triklorsil) hekzan monomerinden yola çıkılarak sentezlendi. 100 ml’lik bir hücre içerisinde, bakır ve çelik elektrotlar kullanılarak sentez gerçekleştirildi. Öncelikle elektrotlar hücre içerisine yerleştirildi ve sonra 250 mg TBABF₄ hücre içerisine eklendi. Hücreye bu aşamadan itibaren bütün sentez aşamaları boyunca kesintisiz Ar gazı verildi. 30 ml susuz DME Ar gazı ile doyurulmuş hücreye aktarıldı. Ar gazı geçişi devam ederken hücre içerisine 1 ml (3.65 mmol (1.2871 g)) 1,6-bis(triklorsil) hekzan monomeri eklendi. Doğru akım güç kaynağı (DC) kullanılarak 8 saat süresince 8 V’luk sabit bir gerilim uygulandı. Anot elektrot olarak bakır (1 cm x 2 cm), katot elektrot olarak ise çelik (1 cm x 2 cm) metalleri kullanıldı. Elektroliz sonunda elektrotlar hücreden alındı ve hücre geri soğutucu sistemine bağlandı ve bütün bu işlemler hücre Ar gazı altında iken yapıldı. 25 °C’de 4 ml (4 mmol (0.1518 g)) LiAlH₄ (0.1 M THF içinde) eklendi ve bir gece çözelti geri soğutucu altında kaynama sıcaklığında karıştırıldı. Bir sonraki gün çözelti oda sıcaklığına kadar soğutuldu. Soğutulan çözeltiye 4 ml (0.155 mol (3.396 g)) MeLi eklendi. Çözelti bir gece geri soğutucu altında kaynama sıcaklığında karıştırıldı. Bir sonraki gün çözelti Ar gazı altında oda sıcaklığına kadar soğutuldu. Bu aşamaya kadar yapılan sentez ve saflaştırma çalışmaları sonucunda elde edilen polimer havaya karşı çok hassas oldu ve kısa sürede yüksek miktarda nem çekerek polimer oksitlendi. Polimer zincirlerinin havaya karşı direncini arttırmak için Grignard reaktifleri ile modifiye edilmesi ve soncunda hidrofobik bir yapı elde edilmesi amaçlandı. Bu aşamadan sonra senteze devam edildiğinde; soğutulan çözeltiye bir Grignard reaktifi olan 4ml (0.0283 mol (3.312 g)) ter-bütill MgCl eklendi. Çözelti bir gece çözelti geri soğutucu altında kaynama sıcaklığında karıştırıldı (Ar gazı altında). Bir sonraki gün çözelti Ar gazı altında oda sıcaklığına kadar soğutuldu. Oda sıcaklığına gelen çözeltiye 10 ml pentan eklendi ve 1 saat karıştırıldı. 0.1 ml metanol eklendi ve 1 saat karıştırıldı. Karıştırma işlemi tamamlandıktan sonra Ar gazı kesildi. Çözelti 110 mm çapa sahip mavi bantlı süzgeç kâğıdı ile süzüldü. Elde edilen süzüntü santrifüjlendi. Üst sıvı faz bir balona aktarılacak vakum altında damıtılarak çözücüsü uçuruldu. Elde edilen sarı renkli katı madde yani PKS-Hx polimeri vakum etüvünde tutuldu. Verim ~%85 olarak belirlendi.

Sentezlenen polimerin ¹H-NMR, FTIR, UV-Vis analizleri yapıldı.



Şekil 3.2. PKS-Hx polimerinin sentez aşamalarının dijital fotoğraf görüntüleri **a.** sentez öncesi hazırlanan hücre sistemi, **b.** elektroliz, **c.** elektroliz sonrası elektrotlar, **d.** kaynatma işlemi, **e.** sentezin sonlandırılması

3.3.1.2 PKS-Et Polimerinin Elektrokimyasal Sentezi

PKS-Et polimeri 1,2-bis(triklorsil) etan monomerinden yola çıkılarak sentezlendi. 100 ml'lik bir hücre içerisinde, bakır ve çelik elektrotlar kullanılarak sentez gerçekleştirildi. Öncelikle elektrotlar hücre içerisine yerleştirildi ve sonra 250 mg TBAPB hücre içerisine eklendi. Hücreye bu aşamadan itibaren bütün sentez aşamaları boyunca kesintisiz Ar gazı verildi. 30 ml susuz DME Ar gazı ile doyurulmuş hücreye aktarıldı. Ar gazı geçişi devam ederken hücre içerisine 1 ml (3.65 mmol (1.2872 g)) 1,2-bis(triklorsil) etan monomeri eklendi. DC kullanılarak 8 saat süresince 8 V'luk sabit bir gerilim uygulandı. Anot elektrot olarak bakır (1 cm x 2 cm), katot elektrot olarak ise çelik (1 cm x 2 cm) metalleri kullanıldı. Elektroliz sonunda elektrotlar hücreden alındı ve hücre soğutucu sistemine bağlandı (bütün bu işlemler hücre Ar gazı altında iken yapıldı). 25 °C'de 4 ml (4 mmol (0.1518 g)) LiAlH_4 (0.1 M THF içinde) eklendi ve bir gece çözelti geri soğutucu altında kaynama sıcaklığında karıştırıldı. Bir sonraki gün çözelti oda sıcaklığına kadar soğutuldu. Soğutulan çözeltiye 4 ml (0.155 mol (3.396 g)) MeLi eklendi. Çözelti bir gece geri soğutucu altında kaynama sıcaklığında karıştırıldı. Bir sonraki gün çözelti Ar gazı altında oda sıcaklığına kadar soğutuldu. Bu aşamaya kadar yapılan sentez ve saflaştırma çalışmaları sonucunda elde edilen polimer havaya karşı çok hassas oldu ve kısa sürede yüksek miktarda nem çekerek polimer oksitlendi. Polimer zincirlerinin havaya karşı direncini arttırmak için Grignard reaktifleri ile modifiye edilmesi ve sonucunda hidrofobik bir yapı elde edilmesi amaçlandı. Bu aşamadan sonra senteze devam edildiğinde; soğutulan çözeltiye bir Grignard reaktifi olan 4ml (0.0283 mol (3.312 g)) ter-bütıl MgCl eklendi. Çözelti bir gece geri soğutucu

altında ve Ar gazı altında kaynama sıcaklığında karıştırıldı. Bir sonraki gün çözelti Ar gazı geçişi devam ederken oda sıcaklığına kadar soğutuldu. Oda sıcaklığına gelen çözeltiye 10 ml pentan eklendi ve 1 saat karıştırıldı. 0.1 ml metanol eklendi ve 1 saat karıştırıldı. Karıştırma işlemi tamamlandıktan sonra Ar gazı kesildi. Çözelti 110 mm çapa sahip mavi bantlı süzgeç kâğıdı ile süzüldü. Elde edilen süzüntü santrifüjlendi. Üst sıvı faz bir balona aktarılarak vakum altında damıtılarak çözücüsü uçuruldu. Elde edilen koyu sarı renkteki katı madde yani PKS-Et polimeri vakum etüvünde tutuldu. Verim ~%70 olarak belirlendi.

Sentezlenen polimerin $^1\text{H-NMR}$, FTIR, UV-Vis analizleri yapıldı.

3.3.2. PKS-Hx ve PKS-Et Polimerlerinden Seramik Üretimi

PKS-Hx ve PKS-Et polimerlerinin elektrokimyasal sentezleri sonrası Ar ve hava ortamında 500 °C, 750 °C ve 1000 °C sıcaklıklarda fırınlama işlemleri yapılarak seramik üretimi gerçekleştirildi. Belirlenen sıcaklıklarda polimerlerin kürlenme süreleri 3, 6, 12 ve 24 saat olarak hem argon hem de hava ortamı için çalışıldı.

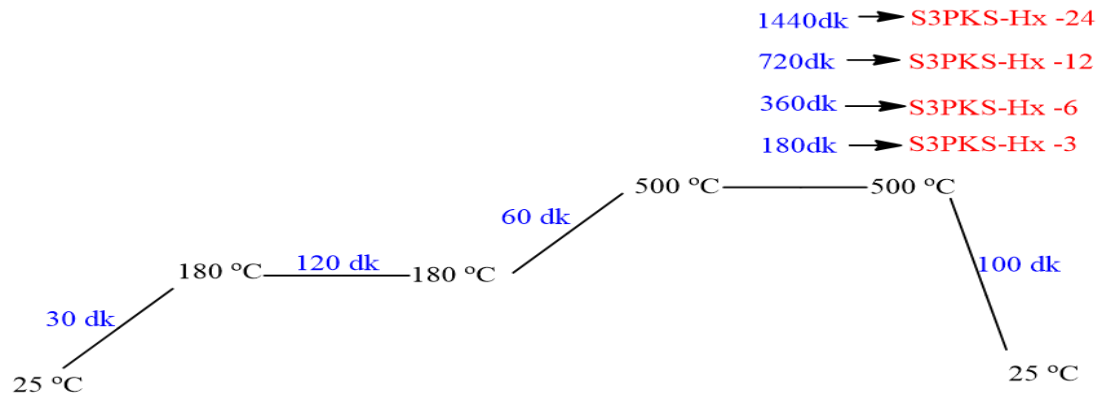
3.3.2.1 PKS-Hx Polimerinden Seramik Üretimi

3.3.2.1.1 PKS-Hx Polimerinden Argon Ortamında Seramik Üretimi

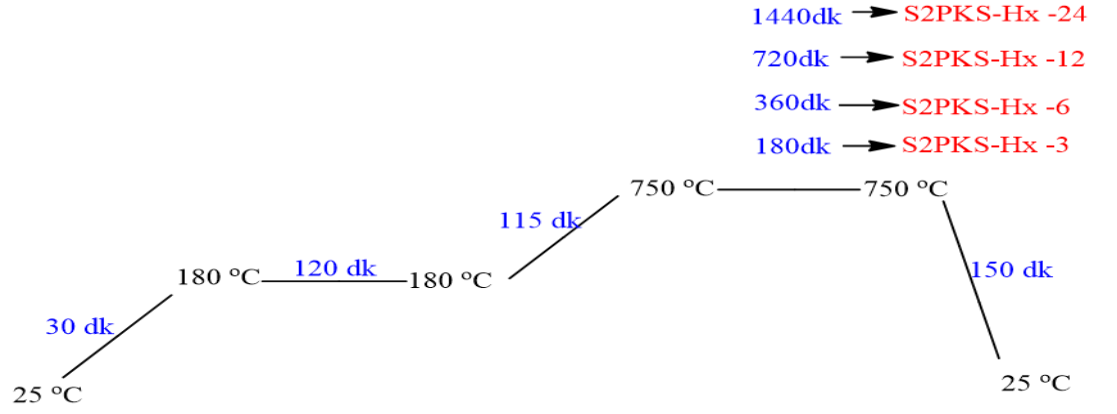
PKS-Hx polimeri ile argon gazı ile doyurulmuş fırında 500 °C, 750 °C ve 1000 °C sıcaklıklarda her sıcaklık için ayrı ayrı 3, 6, 12 ve 24 saat kürlenme süreleriyle seramik eldesi gerçekleştirildi. Elde edilen her seramik ürünün FTIR, X-ray, SEM analizleri yapıldı.

Çizelge 3.3. PKS-Hx polimerinin argon ortamında fırınlanma koşulları ve seramik kodları

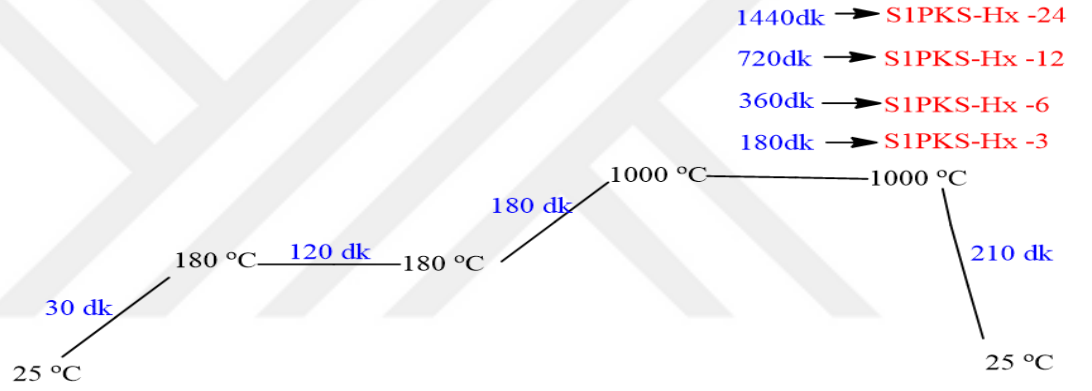
Sıcaklık	Kod	Saat
500 °C	S3PKS-Hx -3	3 saat
	S3PKS-Hx -6	6 saat
	S3PKS-Hx -12	12 saat
	S3PKS-Hx -24	24 saat
750 °C	S2PKS-Hx -3	3 saat
	S2PKS-Hx -6	6 saat
	S2PKS-Hx -12	12 saat
	S2PKS-Hx -24	24 saat
1000 °C	S1PKS-Hx -3	3 saat
	S1PKS-Hx -6	6 saat
	S1PKS-Hx -12	12 saat
	S1PKS-Hx -24	24 saat



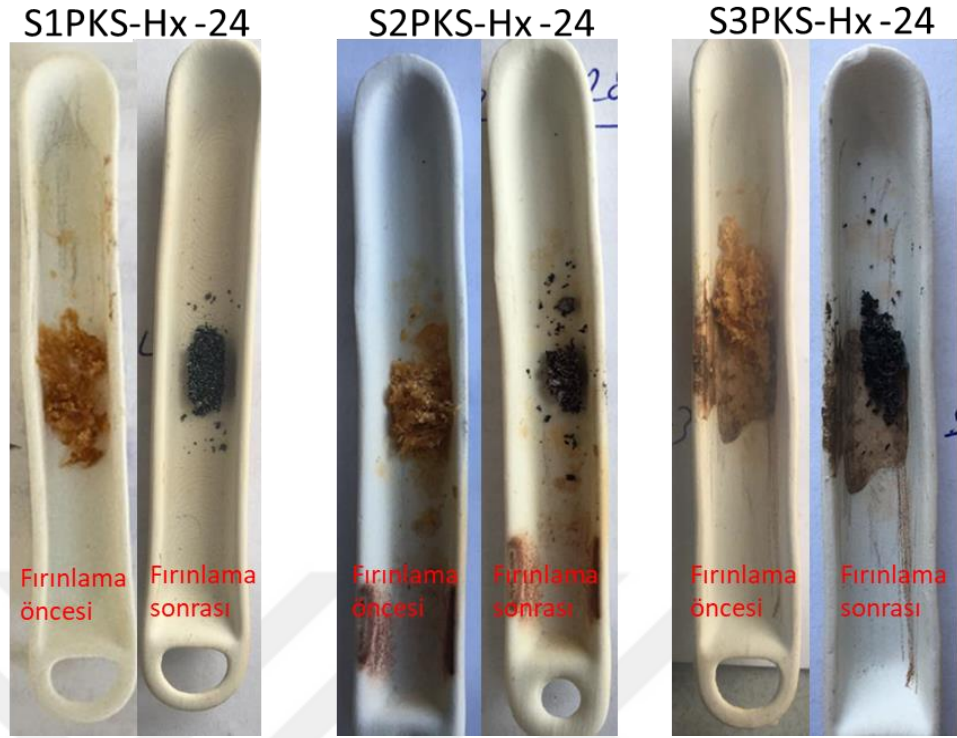
Şekil 3.3. PKS-Hx polimerinin 500 °C'de fırınlanması için oluşturulan fırın sıcaklık-süre programı



Şekil 3.4. PKS-Hx polimerinin 750 °C’de fırınlanması için oluşturulan fırın sıcaklık-süre programı



Şekil 3.5. PKS-Hx polimerinin 1000 °C’de fırınlanması için oluşturulan fırın sıcaklık-süre programı



Şekil 3.6. PKS-Hx polimerinin 1000 °C (S1PKS-Hx-24), 750 °C (S2PKS-Hx-24) ve 500 °C (S3PKS-Hx-24) sıcaklıkta Ar gazı altında fırınlama öncesi ve sonrası dijital fotoğraf görüntüleri

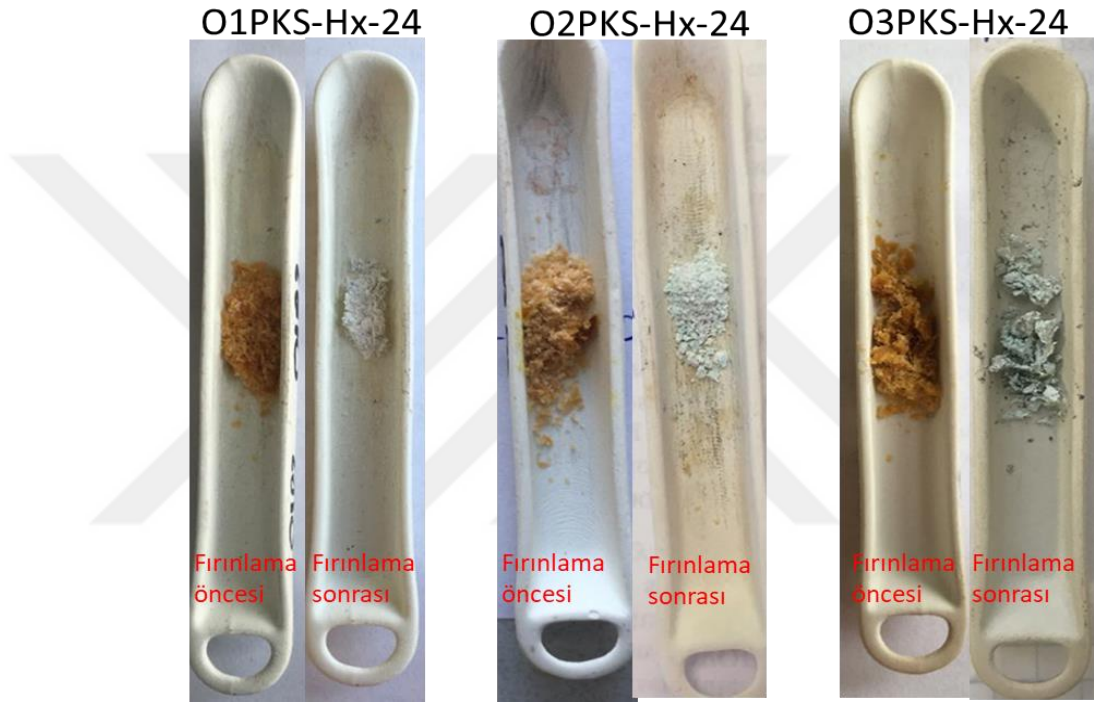
3.3.2.1.2 PKS-Hx polimerinden Hava Ortamında Seramik Üretimi

PKS-Hx polimeri ile hava ortamında, fırında 500 °C, 750 °C ve 1000 °C sıcaklıklarda her sıcaklık için ayrı ayrı 3, 6, 12 ve 24 saat kürleme süreleriyle seramik eldesi gerçekleştirildi. Hava atmosferinde ve Ar gazı altında gerçekleştirilen fırınlama programları Şekil 3.3; Şekil 3.4 ve Şekil 3.5'te verildiği gibi tamamen aynıdır. Elde edilen her seramik ürünün FTIR, X-ray, SEM analizleri yapıldı.

Çizelge 3.4. PKS-Hx polimerinin hava ortamında fırınlama koşulları ve seramik kodları

Sıcaklık	Kod	Saat
500 °C	O3PKS-Hx -3	3 saat
	O3PKS-Hx -6	6 saat
	O3PKS-Hx -12	12 saat
	O3PKS-Hx -24	24 saat

750 °C	O2PKS-Hx -3	3 saat
	O2PKS-Hx -6	6 saat
	O2PKS-Hx -12	12 saat
	O2PKS-Hx -24	24 saat
1000 °C	O1PKS-Hx -3	3 saat
	O1PKS-Hx -6	6 saat
	O1PKS-Hx -12	12 saat
	O1PKS-Hx -24	24 saat



Şekil 3.7. PKS-Hx polimerinin 1000 °C (O1PKS-Hx-24), 750 °C (O2PKS-Hx-24) ve 500 °C (O3PKS-Hx-24) sıcaklıkta hava ortamında fırınlama öncesi ve sonrası dijital fotoğraf görüntüleri

Çizelge 3.5. PKS-Hx polimerinin Ar gazı ve hava ortamında 500 °C sıcaklıkta yapılan fırınlama çalışmalarının verimleri

Örnek Kodu	Verim(%)	Örnek Kodu	Verim (%)
S3PKS-Hx-3	26	O3PKS-Hx-3	36
S3PKS-Hx-6	13	O3PKS-Hx-6	33
S3PKS-Hx-12	30	O3PKS-Hx-12	30
S3PKS-Hx-24	27	O3PKS-Hx-24	29

Çizelge 3.6. PKS-Hx polimerinin Ar gazı ve hava ortamında 750 °C sıcaklıkta yapılan fırınlama çalışmalarının verimleri

Örnek Kodu	Verim (%)	Örnek Kodu	Verim (%)
S2PKS-Hx-3	24	O2PKS-Hx-3	24
S2PKS-Hx-6	11	O2PKS-Hx-6	30
S2PKS-Hx-12	14	O2PKS-Hx-12	31
S2PKS-Hx-24	18	O2PKS-Hx-24	25

Çizelge 3.7. PKS-Hx polimerinin Ar gazı ve hava ortamında 1000 °C sıcaklıkta yapılan fırınlama çalışmalarının verimleri

Örnek Kodu	Verim (%)	Örnek Kodu	Verim (%)
S1PKS-Hx-3	25	O1PKS-Hx-3	25
S1PKS-Hx-6	25	O1PKS-Hx-6	31
S1PKS-Hx-12	20	O1PKS-Hx-12	27
S1PKS-Hx-24	26	O1PKS-Hx-24	29

3.3.2.2 PKS-Et Polimerinden Seramik Üretimi

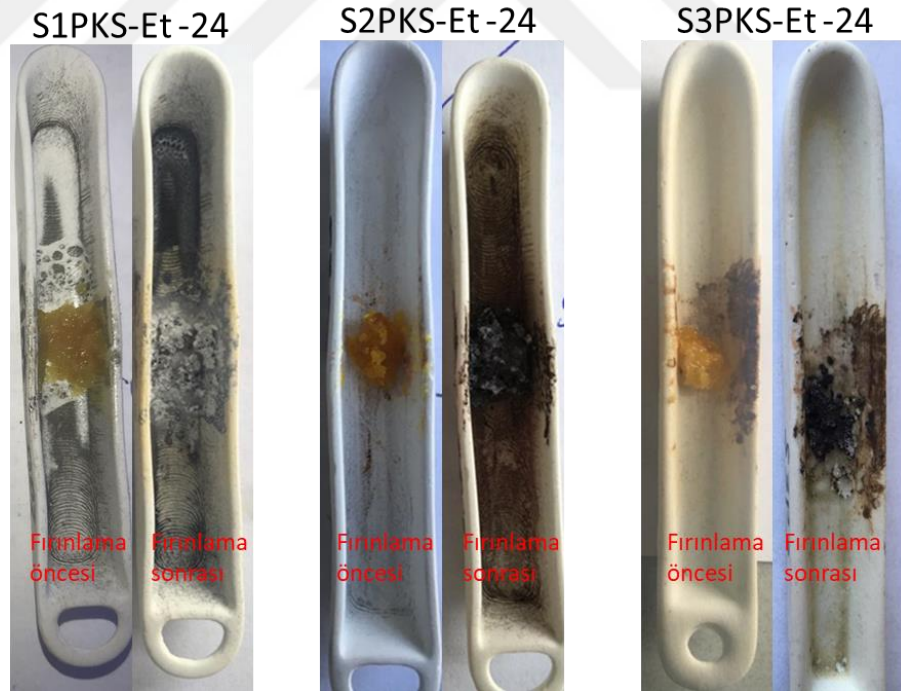
PKS-Hx polimerinden seramik üretimi için uygulanan fırınlama programı PKS-Et polimeri için Ar ve hava ortamında her sıcaklık için yapılan fırınlama programı ile aynıdır (Şekil 3.3.; Şekil 3.4.; Şekil 3.5.).

3.3.2.2.1 PKS-Et Polimerinden Ar Gazı Altında Seramik Üretimi

PKS-Et polimeri ile Ar gazı ile doyurulmuş fırında 500 °C, 750 °C ve 1000 °C sıcaklıklarda her sıcaklık için ayrı ayrı 3, 6, 12 ve 24 saat kürleme süreleriyle seramik eldesi gerçekleştirildi. Elde edilen her seramik ürünün FTIR, X-ray, SEM analizleri yapıldı.

Çizelge 3.8. PKS-Et polimerinin argon ortamında fırınlanma koşulları ve seramik kodları

Sıcaklık	Kod	Saat
500 °C	S3PKS-Et -3	3 saat
	S3PKS-Et -6	6 saat
	S3PKS-Et -12	12 saat
	S3PKS-Et -24	24 saat
750 °C	S2PKS-Et -3	3 saat
	S2PKS-Et -6	6 saat
	S2PKS-Et -12	12 saat
	S2PKS-Et -24	24 saat
1000 °C	S1PKS-Et -3	3 saat
	S1PKS-Et -6	6 saat
	S1PKS-Et -12	12 saat
	S1PKS-Et -24	24 saat



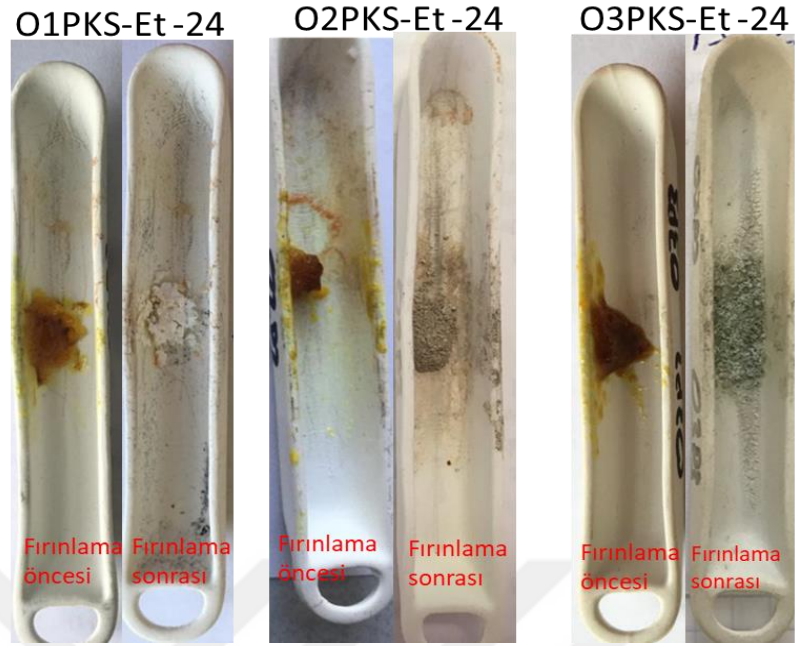
Şekil 3.8. PKS-Et polimerinin 1000 °C (S1PKS-Et-24), 750 °C (S2PKS-Et-24) ve 500 °C (S3PKS-Et-24) sıcaklıkta Ar gazı ortamında fırınlama öncesi ve sonrası dijital fotoğraf görüntüleri

3.3.2.2.2 PKS-Et Polimerinden Hava Ortamında Seramik Üretimi

PKS-Et polimeri ile hava ortamında, fırında 500 °C, 750 °C ve 1000 °C sıcaklıklarda her sıcaklık için ayrı ayrı 3, 6, 12 ve 24 saat kürleme süreleriyle seramik eldesi gerçekleştirildi. Hava atmosferinde ve argon gazı altında gerçekleştirilen fırınlama programları Şekil 3.3; Şekil 3.4 ve Şekil 3.5'te verildiği gibi tamamen aynıdır. Elde edilen her seramik ürünün FTIR, X-ray, SEM analizleri yapıldı.

Çizelge 3.9. PKS-Et polimerinin hava ortamında fırınlanma koşulları ve seramik kodları

Sıcaklık	Kod	Saat
500 °C	O3PKS-Et -3	3 saat
	O3PKS-Et -6	6 saat
	O3PKS-Et -12	12 saat
	O3PKS-Et -24	24 saat
750 °C	O2PKS-Et -3	3 saat
	O2PKS-Et -6	6 saat
	O2PKS-Et -12	12 saat
	O2PKS-Et -24	24 saat
1000 °C	O1PKS-Et -3	3 saat
	O1PKS-Et -6	6 saat
	O1PKS-Et -12	12 saat
	O1PKS-Et -24	24 saat



Şekil 3.9. PKS-Et polimerinin 1000 °C (O1PKS-Et-24), 750 °C (O2PKS-Et-24) ve 500 °C (O3PKS-Et-24) sıcaklıkta hava ortamında fırınlama öncesi ve sonrası dijital fotoğraf görüntüleri

Çizelge 3.10. PKS-Et polimerinin Ar gazı ve hava ortamında 500 °C sıcaklıkta yapılan fırınlama çalışmalarının verimleri

Örnek Kodu	Verim (%)	Örnek Kodu	Verim (%)
S3PKS-Et-3	20	O3PKS-Et-3	31
S3PKS-Et-6	18	O3PKS-Et-6	21
S3PKS-Et-12	22	O3PKS-Et-12	32
S3PKS-Et-24	39	O3PKS-Et-24	28

Çizelge 3.11. PKS-Et polimerinin Ar gazı ve hava ortamında 750 °C sıcaklıkta yapılan fırınlama çalışmalarının verimleri

Örnek Kodu	Verim (%)	Örnek Kodu	Verim (%)
S2PKS-Et-3	18	O2PKS-Et-3	15
S2PKS-Et-6	18	O2PKS-Et-6	19
S2PKS-Et-12	22	O2PKS-Et-12	20
S2PKS-Et-24	27	O2PKS-Et-24	23

Çizelge 3.12. PKS-Et polimerinin Ar gazı ve hava ortamında 1000 °C sıcaklıkta yapılan fırınlama çalışmalarının verimleri

Örnek Kodu	Verim (%)	Örnek Kodu	Verim (%)
S1PKS-Et-3	18	O1PKS-Et-3	15
S1PKS-Et-6	10	O1PKS-Et-6	17
S1PKS-Et-12	26	O1PKS-Et-12	27
S1PKS-Et-24	15	O1PKS-Et-24	20

3.3.3. Yüzey Kaplama Çalışmaları

Elektrokimyasal sentez ile sentezlenen PKS-Hx ve PKS-Et polimerleri alümina ve Si yüzey parçaları üzerine EE yöntemi ve polimer çözeltisi damlatma yöntemi ile kaplandı. Oluşan ince filmlerin yüzey üzerindeki davranışları ve özellikleri incelendi. Raman, SEM analizleri yapıldı.

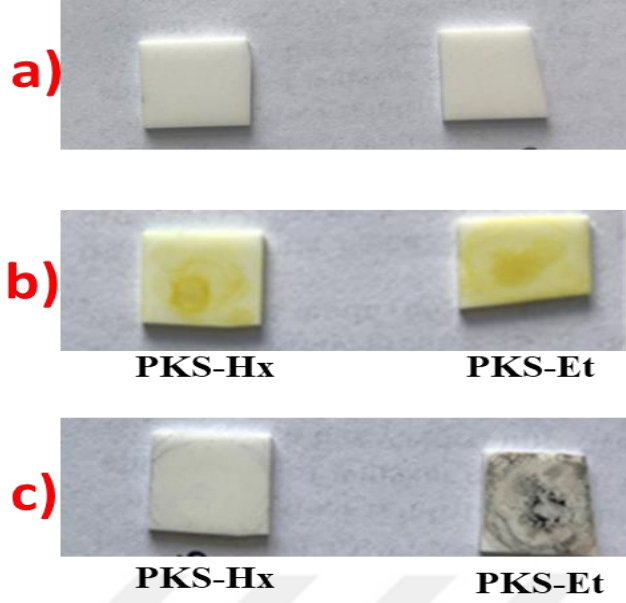
3.3.3.1 PKS-Hx ve PKS-Et Polimer Çözeltileri ile Alümina ve Silisyum Yüzey Kaplama ve SiC Film Sentez Çalışmaları

Çizelge 3.13. PKS-Hx polimeri ile alümina ve Si yüzey kaplama deney ve fırınlama koşulları

Kod	Kaplama Koşulları	Fırınlama Koşulları
PKS-Hx – Alum	PKS-Hx polimerinin susuz DME ile (%10 w/w) çözeltisi alümina yüzeye 0.5 ml damlatıldı.	Argon altında 1000 °C sıcaklık programına uygun şekilde fırınladı.
PKS-Hx – Si	PKS-Hx polimerinin susuz DME ile (%10 w/w) çözeltisi silisyum disk yüzeyine 0.5 ml damlatıldı.	Argon altında 1000 °C sıcaklık programına uygun şekilde fırınladı.

Çizelge 3.14. PKS-Et polimeri ile alümina ve Si yüzey kaplama deney ve fırınlama koşulları

Kod	Kaplama Koşulları	Fırınlama Koşulları
PKS-Et – Alum	PKS-Et polimerinin susuz DME ile (%10 w/w) çözeltisi alümina yüzeye 0.5 ml damlatıldı.	Argon altında 1000 °C sıcaklık programına uygun şekilde fırınladı.
PKS-Et – Si	PKS-Et polimerinin susuz DME ile (%10 w/w) çözeltisi alümina yüzeye 0.5 ml damlatıldı.	Argon altında 1000 °C sıcaklık programına uygun şekilde fırınladı.



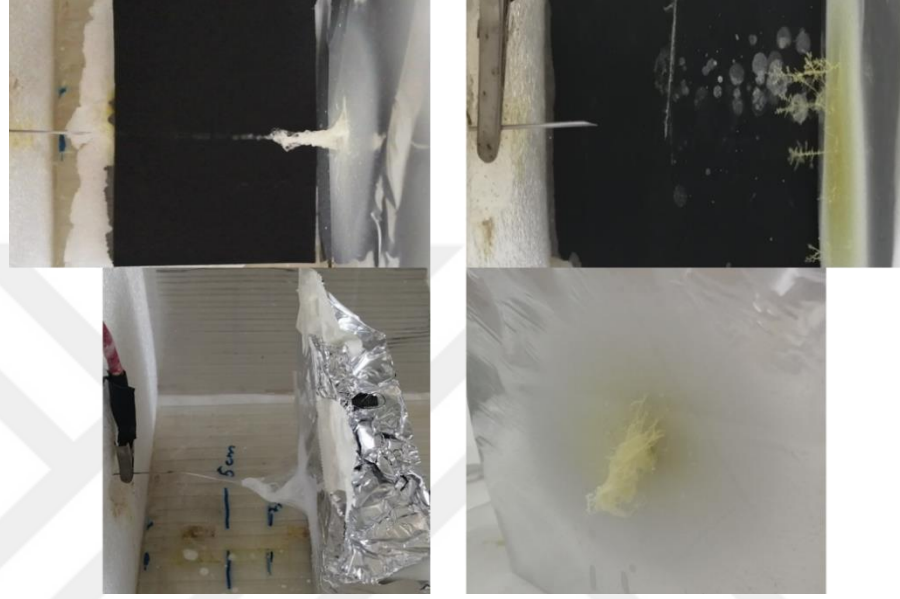
Şekil 3.10. Yüzey kaplama çalışmalarının dijital fotoğraf görüntüleri **a.** boş alümina yüzeyler, **b.** polimer çözeltileri ile (sırasıyla PKS-Hx, PKS-Et) kaplı alümina yüzeyler, **c.** fırınlama sonrası SiC seramik film kaplı alümina yüzeyler

3.3.3.2 PKS-Hx ve PKS-Et Polimerlerini EE ile Alümina ve Silisyum Yüzeye Kaplama ve SiC Film Sentezi Çalışmaları

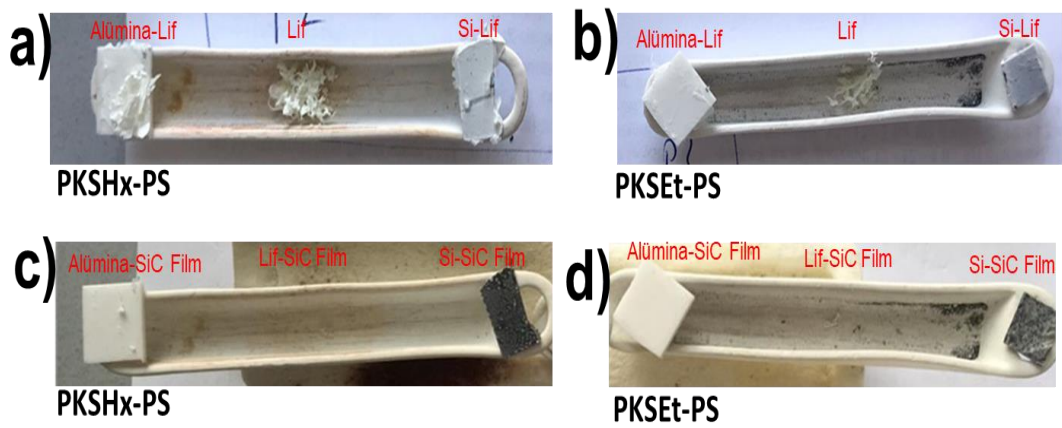
Polistirenin, ksilen ve DMF (2/3 v/v) karışımı ile kütlece %5'lik çözeltisi hazırlandı. Ksilen/DMF çözeltisi, PKS-Hx ve PKS-Et polimerleri ile Çizelge 3.9'da belirtildiği gibi hazırlandı. Si ve alümina yüzeyler toplayıcı plakaya sabitlenerek hazırlanan polimer çözeltilerinden EE yöntemi ile bu yüzeyler üzerinde lif biriktirildi. Ayrıca, EE yöntemi ile toplayıcı plaka üzerinde PKSHx-PS ve PKSEt-PS lifleri (Şekil 3.13.'de fırın kuvvetlerinin ortasında yer alan lifler) biriktirildi. Daha sonra bu lifler ile lif biriktirilmiş alümina ve Si yüzeyler fırınlanarak SiC ve SiC filmleri üretildi. Sentezlenen polimer lifleri 1000 °C sıcaklıkta ve argon altında 2 saat fırınlanarak (Şekil 3.5.'te verilen fırınlama koşulları ile çalışılmıştır) seramik eldesi gerçekleştirildi. Elde edilen seramiklerin Raman, FTIR, SEM analizleri yapıldı.

Çizelge 3.15. PKS-Hx ve PKS-Et polimer çözelti derişimleri ve EE koşulları

KOD	Polimer %w/ w	PS % w/ w	Akış hızı (ml. sa ⁻¹)	Mesafe (cm)	Gerilim (kV)
PKSHx – PS	7.00	5.00	0.10	6	13
PKSEt – PS	7.00	5.00	0.10	6	13



Şekil 3.11. EE yöntemi ile üretilen PKSHx-PS ve PKSEt-PS liflerin değişik açılardan çekilen dijital fotoğraf görüntüleri

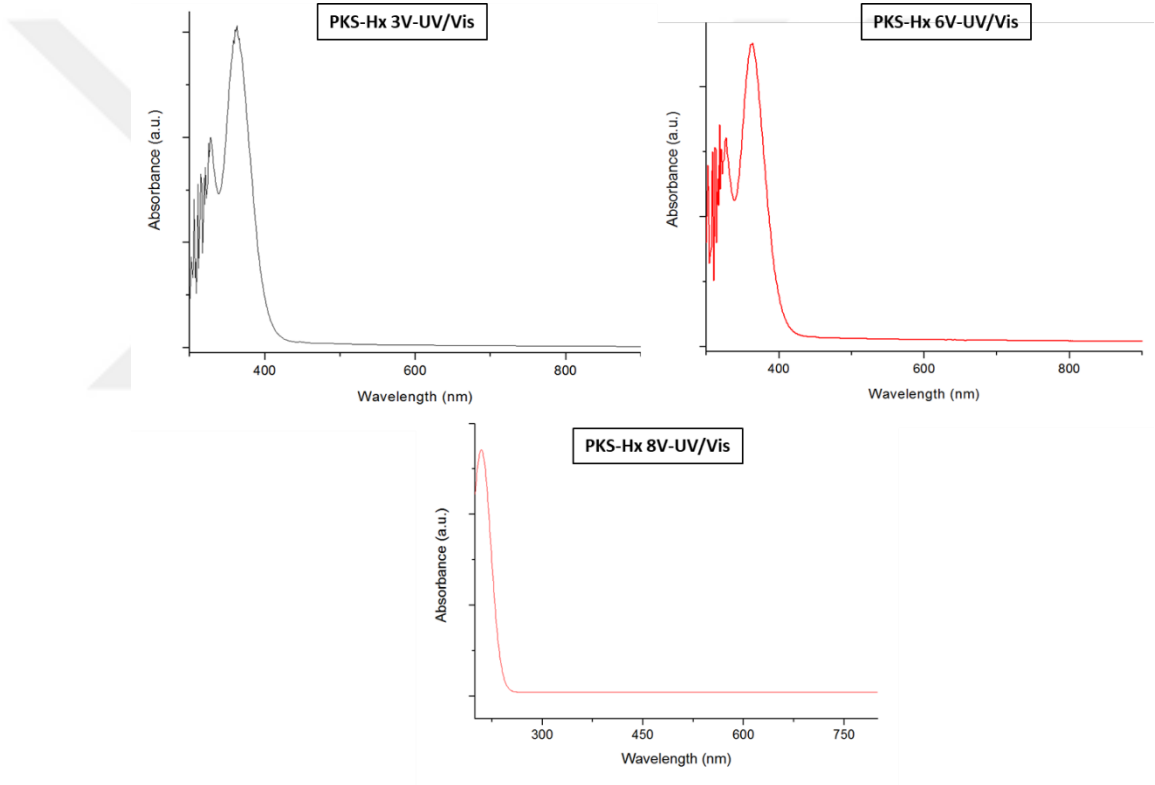


Şekil 3.12. Alümina ve Si yüzeylerde EE ile kaplanan PKSHx – PS ve PKSEt – PS liflerinin fırınlama öncesi kaplama (a, b) ve fırınlama sonrası (c, d) oluşturdıkları SiC filmlerin dijital fotoğraf görüntüleri

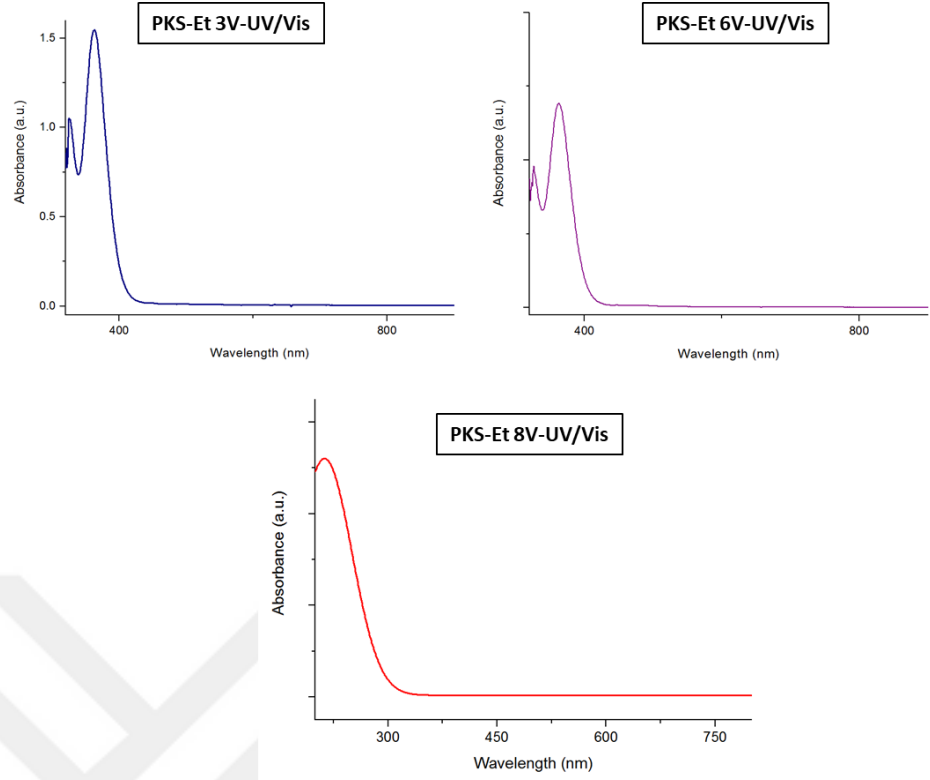
4. ARAŞTIRMA BULGULARI ve TARTIŞMA

4.1. PKS-Hx ve PKS-Et Polimerlerinin UV/Vis, FTIR, NMR ve TGA Analizleri

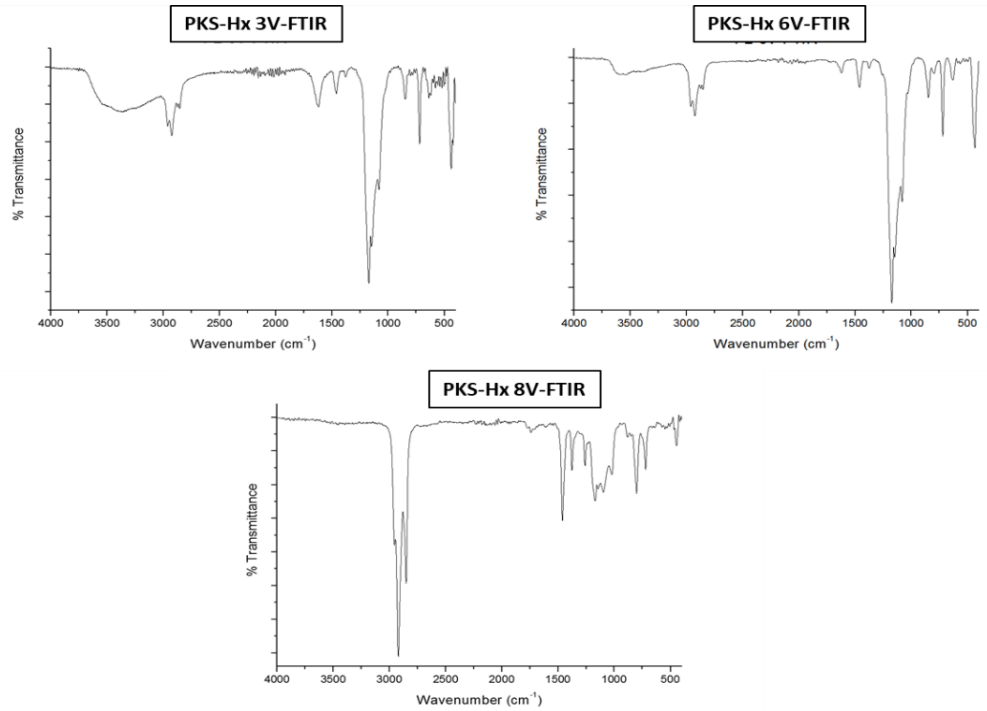
Elektrokimyasal yöntem ile sentezlenen PKS-Hx ve PKS-Et polimerlerinin yapılarının anlaşılabilmesi ve polimer sentezinin ne ölçüde başarılı gerçekleştirildiği UV/Vis, FTIR, ^1H -NMR, ^{13}C -NMR ve TGA spektroskopi yöntemleri ile ölçülmüştür. Sentezlenen polimerlerin hava ortamında kararlılıklarının düşük olması dolayısıyla bu analizler sentezden hemen sonra yapılmıştır.



Şekil 4.1. PKS-Hx polimerinin UV/Vis analiz grafikleri

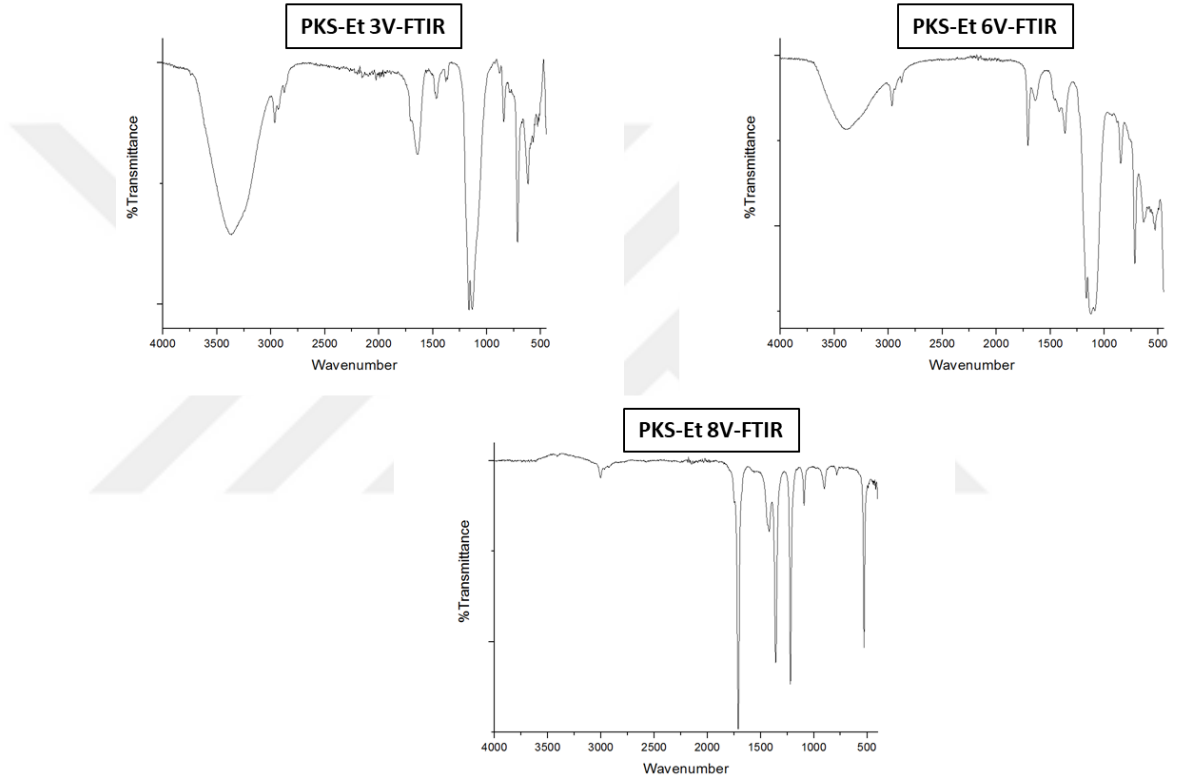


Şekil 4.2. PKS-Et polimerinin UV/Vis analiz grafikleri



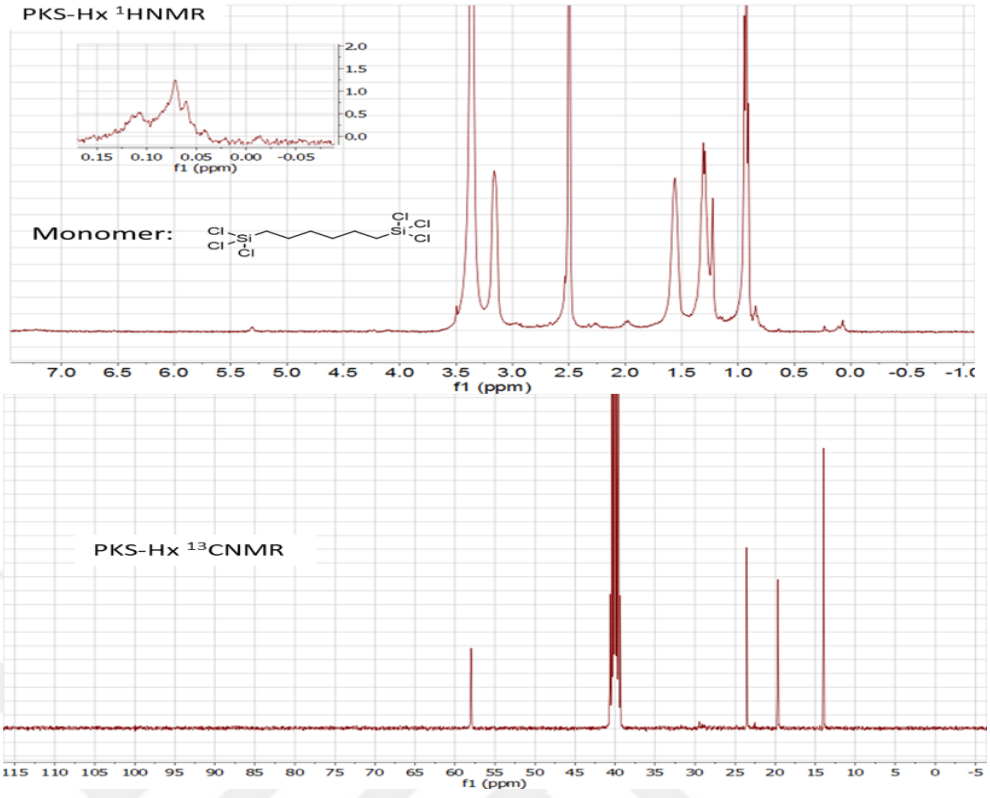
Şekil 4.3. PKS-Hx polimerinin FTIR analiz grafikleri

Şekil 4.3.'te verilen FTIR spektrumlarında gözlemlenen $\sim 1050 \text{ cm}^{-1}$ piki sentezlenen polimerdeki Si-C etkileşiminin varlığını göstermektedir (Zhang, ve diğerleri, 2005). $\sim 1450 \text{ cm}^{-1}$ ve $\sim 1300 \text{ cm}^{-1}$ pikleri yapıda yer alan Si atomunun CH ve CH_3 ile yaptığı bağı açıklamaktadır. Metil ve metilen titreşimlerini spektrumda gözlenen ~ 2800 , ~ 2900 ve $\sim 2950 \text{ cm}^{-1}$ pikleri (CH_3 -asym, CH_2 -asym, CH_2 -sym) göstermektedir (Goldie ve Persheyev, 2006; Kaneko ve diğerleri., 2005; Tehrani ve diğerleri, 2012).

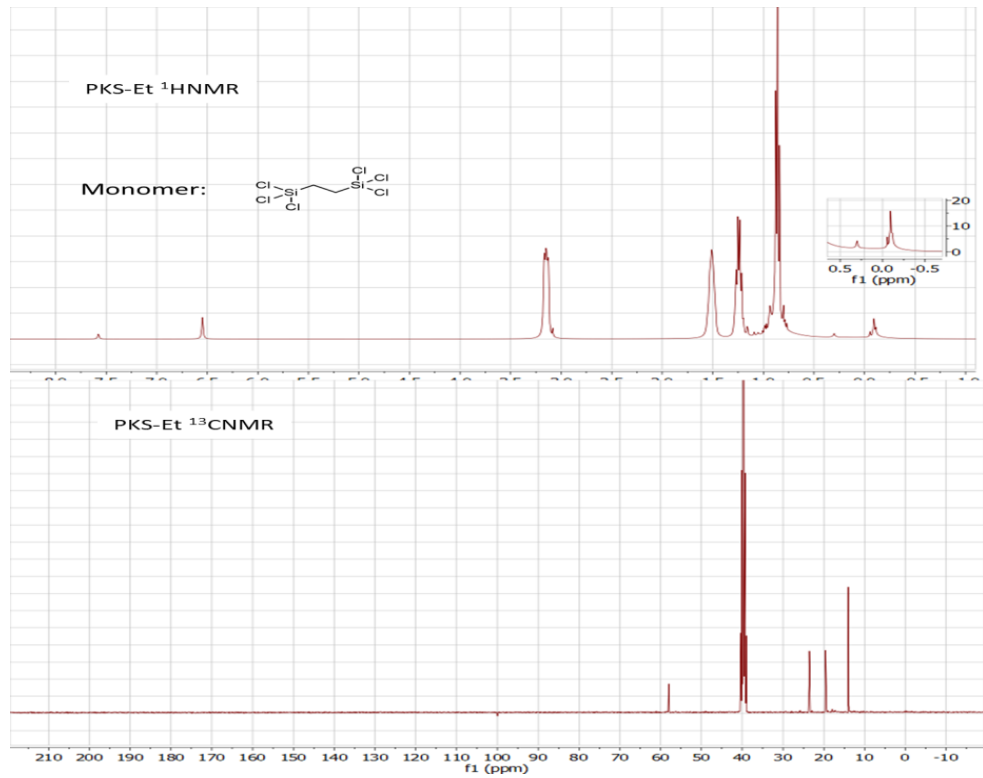


Şekil 4.4. PKS-Et polimerinin FTIR analiz grafikleri

Şekil 4.4.'teki FTIR spektrumunda gözlemlenen $\sim 1100 \text{ cm}^{-1}$ piki sentezlenen polimerdeki Si-C etkileşiminin varlığını göstermektedir (Zhang, ve diğerleri., 2005). ~ 1330 ve $\sim 1390 \text{ cm}^{-1}$ pikleri Si ile CH ve CH_3 etkileşimlerini açıklamaktadır. Polimerin yapısında yer alan metil grupların titreşimlerini $\sim 3000 \text{ cm}^{-1}$ bölgesinde yer alan pik göstermektedir (Goldie ve Persheyev, 2006; Kaneko ve diğerleri, 2005; Tehrani ve diğerleri, 2012).

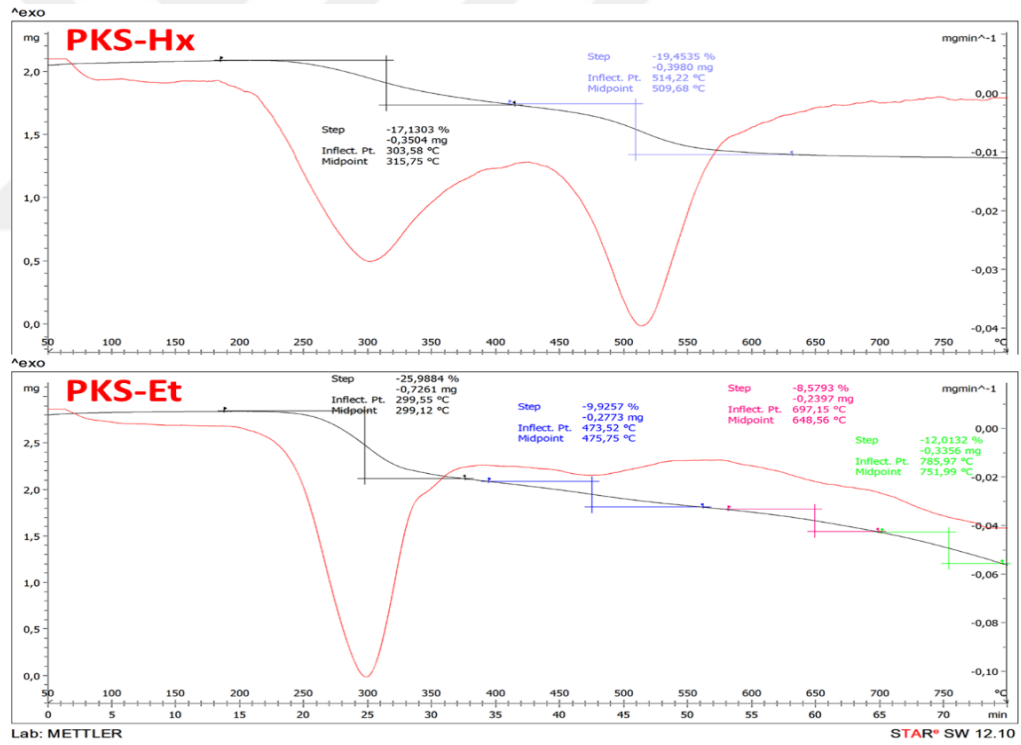


Şekil 4.5. PKS-Hx polimerinin ^1H -NMR ve ^{13}C -NMR analizleri



Şekil 4.6. PKS-Et polimerinin ^1H -NMR ve ^{13}C -NMR analizleri

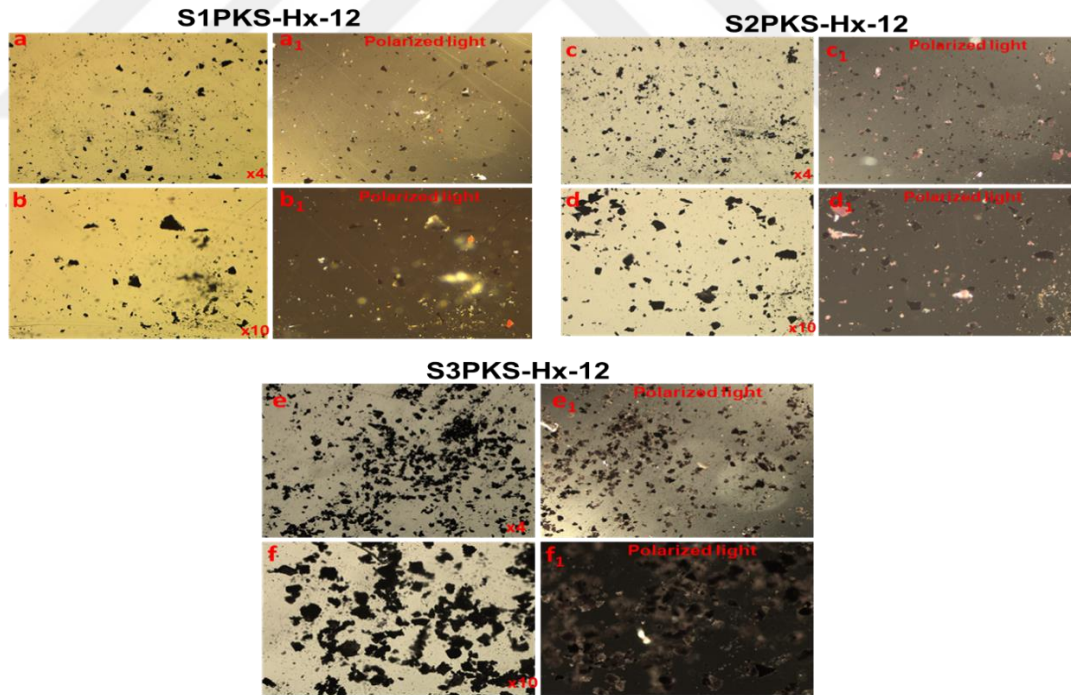
PKS-Hx ve PKS-Et polimerlerinde beklendiği üzere benzer NMR kaymalarında pikler gözlenmiştir. -0.1 – 0.1 ppm arası gözlenen pik (mutlaka gözlenmelidir) silisyum atomlarına bağlı alifatik (-R) gruplardan kaynaklanmaktadır. 0.9 ppm’ deki küçük ve geniş pik CH₃’ ten 1.1 ve 1.5 ppm’ de bulunan pikler ise PKS-Hx ve PKS-Et polimerlerinin yapısındaki (-CH-)_n kısmından dolayı gözlenmiştir. 5 ve 6 ppm civarında gözlenen düşük şiddetteki küçük pikler ise SiH_x’ ten dolayı ortaya çıkmaktadır. LiAlH₄ eklenmesi ile klor atomları ile hidrojen atomları yer değiştirmektedir ve SiH_x oluşmaktadır. Bu polimerimizi bu koşullarda başarı ile sentezlediğimizi göstermektedir. 0-30 ppm arası gözlenen pikler -C-; -CH-; -CH₂- ve -CH₃ türlerinden kaynaklı olarak gözlenmektedir. 50-70 ppm arasında gözlenen piklerin yapıda çok azda olsa şiddetli kaymalara neden olabilen -Si-O-R gibi alifatik gruplardan olduğu düşünülmektedir. ¹H-NMR spektrumunda kaynaklanan 3.2 ppm civarındaki pikte bunu teyit etmektedir.



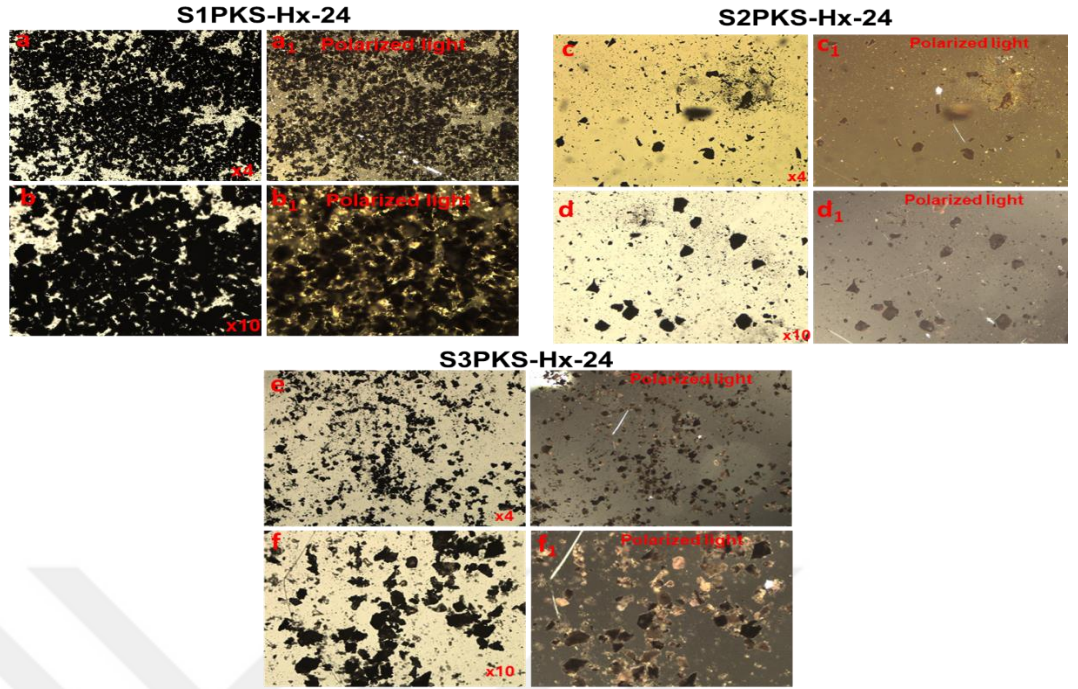
Şekil 4.7. PKS-Hx ve PKS-Et polimerlerinin Termal Gravimetrik Analizi (TGA)

4.2. PKS-Hx ve PKS-Et Polimerinden Üretilen Toz SiC Seramiklerinin Optik ve Polarize Optik Mikroskop Görüntüleri

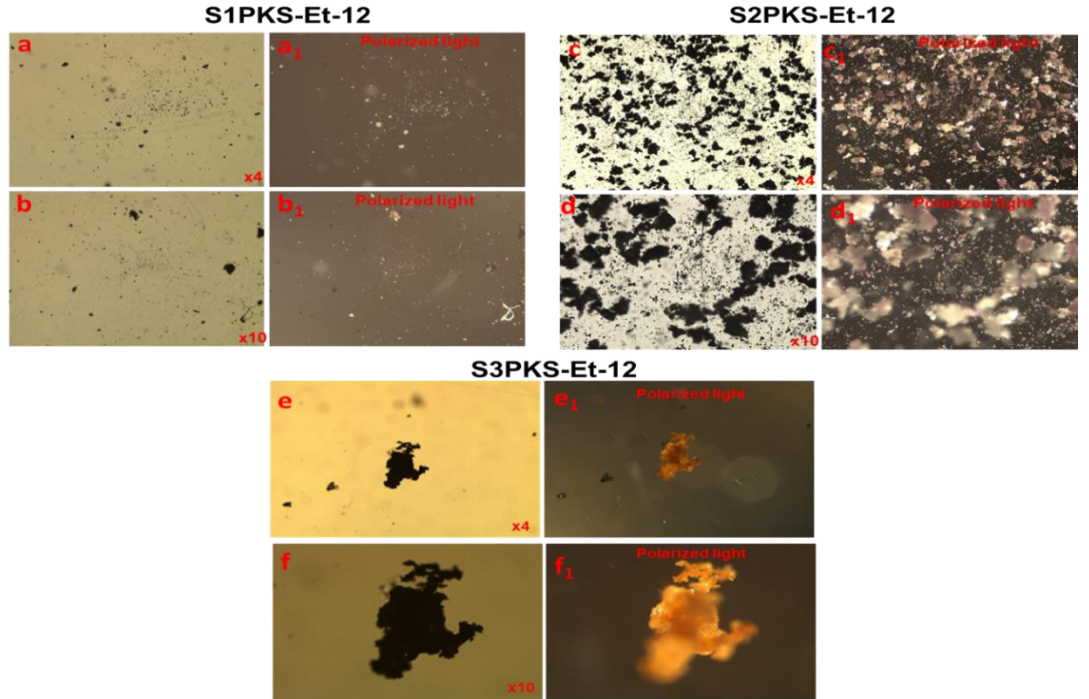
PKS-Hx ve PKS-Et polimerleri sentez sonrasında argon ortamında 500 °C, 750 °C ve 1000 °C sıcaklıklarda fırınlanarak SiC seramikleri üretildi. Üretilen toz SiC seramikleri optik mikroskop ile incelendi. Bu yöntem bu tür seramiklerin kristal yapıda olup olmadıklarını incelemek için kullanılmaktadır. Fırınlama süresi 24 ve 12 saat olarak tasarlandı. Üretilen seramik tozlarda şeffaf parçacıklar yapının kristal olduğunu göstermektedir. Aşağıda örneklerin polarize optik mikroskop altında çekilen görüntüleri Şekil 4.8, Şekil 4.9, Şekil 4.10 ve Şekil 4.11’de verilmiştir. Normal ışık ve polarize ışık altında x4 ve x10 büyütmede görüntüler alındı. Polarize ışık altında alınan görüntülerde ışık geçiren şeffaf parçalar çok net görünmektedir. Fırınlamanın yapıldığı her sıcaklıkta kristal oluşumu gözlenmişti. Ancak, X-Ray spektroskopi analizleri 1000 °C ve 750 °C sıcaklıklarda kristalliğin daha çok olduğunu göstermiştir.



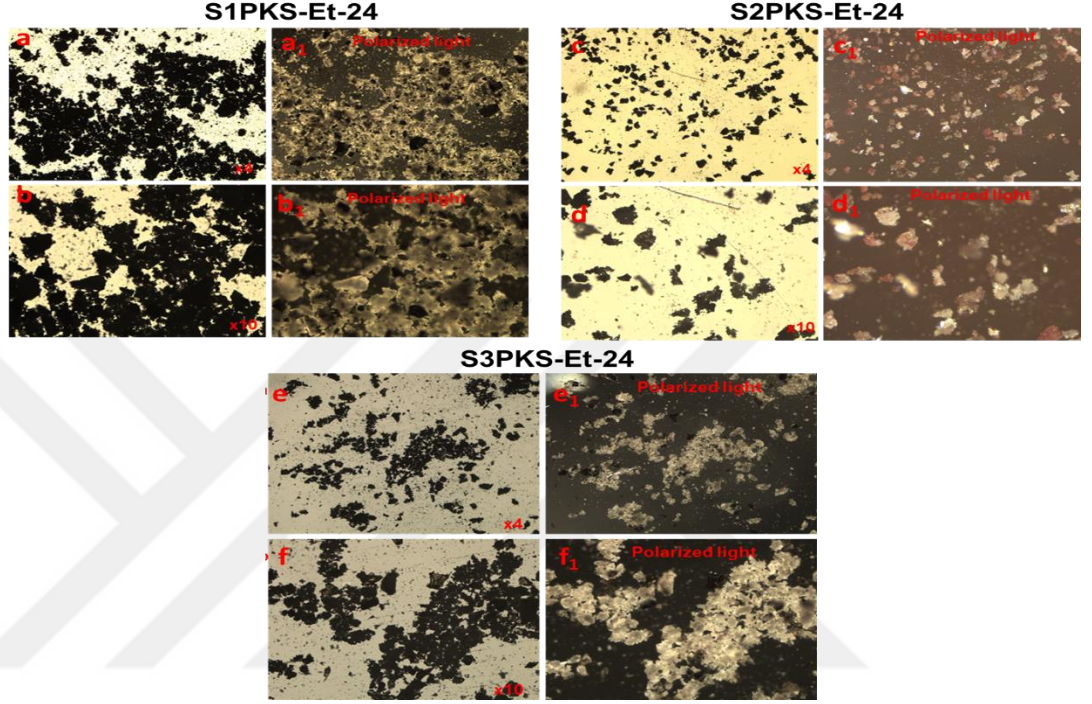
Şekil 4.8. PKS-Hx polimerinden Ar gazı altında 1000 °C sıcaklıkta sentezlenen S1PKS-Hx-12 kodlu seramik örneğinin (a, b optik ve a₁, b₁ polarize), 750 °C sıcaklıkta sentezlenen S2PKS-Hx-12 kodlu seramik örneğinin (c, d optik ve c₁, d₁ polarize), 500 °C sıcaklıkta sentezlenen S3PKS-Hx-12 kodlu seramik örneğinin (e, f optik ve e₁, f₁ polarize) optik ve polarize optik mikroskop görüntüleri



Şekil 4.9. PKS-Hx polimerinden Ar gazı altında 1000 °C sıcaklıkta sentezlenen S1PKS-Hx-24 kodlu seramik örneğinin (a, b optik ve a₁, b₁ polarize), 750 °C sıcaklıkta sentezlenen S2PKS-Hx-24 kodlu seramik örneğinin (c, d optik ve c₁, d₁ polarize), 500 °C sıcaklıkta sentezlenen S3PKS-Hx-24 kodlu seramik örneğinin (e, f optik ve e₁, f₁ polarize) optik ve polarize optik mikroskop görüntüleri



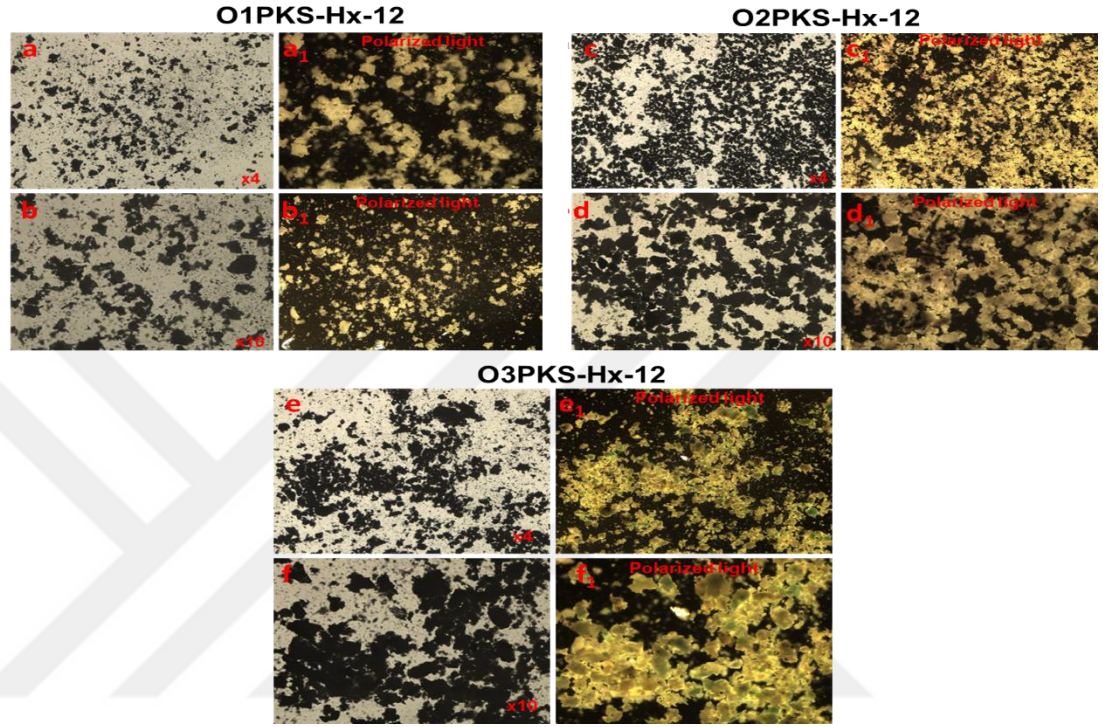
Şekil 4.10. PKS-Et polimerinden Ar gazı altında 1000 °C sıcaklıkta sentezlenen S1PKS-Et-12 kodlu seramik örneğinin (a, b optik ve a₁, b₁ polarize), 750 °C sıcaklıkta sentezlenen S2PKS-Et-12 kodlu seramik örneğinin (c, d optik ve c₁, d₁ polarize) ve 500 °C sıcaklıkta sentezlenen S3PKS-Et-12 kodlu seramik örneğinin (e, f optik ve e₁, f₁ polarize) optik mikroskop görüntüleri



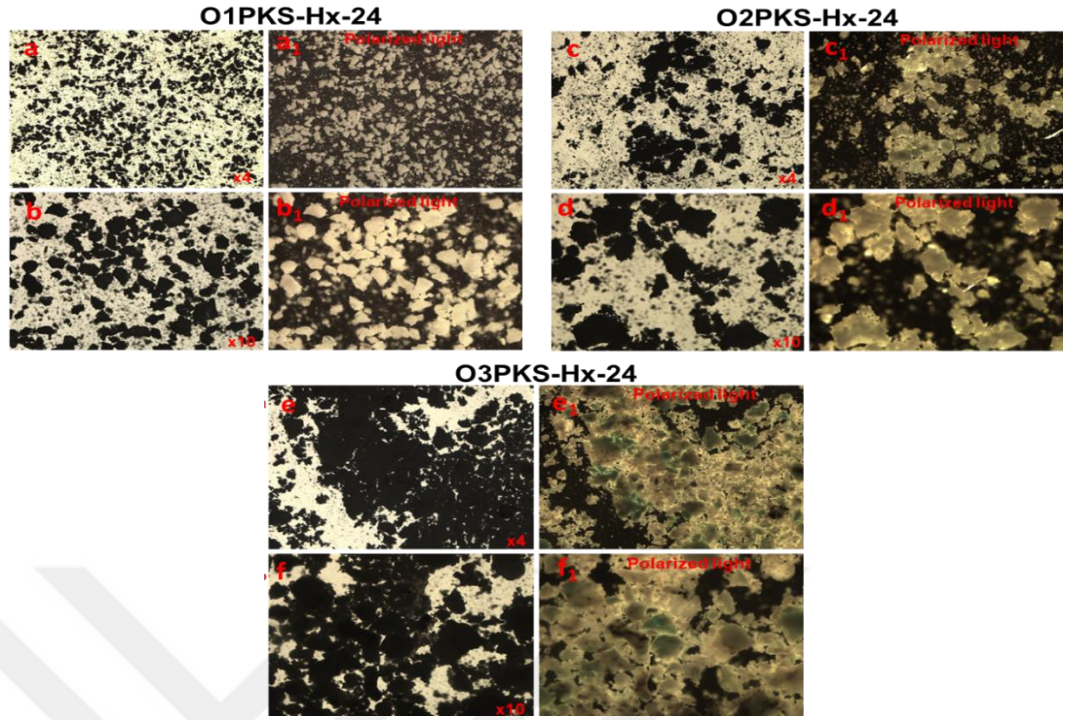
Şekil 4.11. PKS-Et polimerinden Ar gazı altında 1000 °C sıcaklıkta sentezlenen S1PKS-Et-24 kodlu seramik örneğinin (a, b optik ve a₁, b₁ polarize), 750 °C sıcaklıkta sentezlenen S2PKS-Et-24 kodlu seramik örneğinin (c, d optik ve c₁, d₁ polarize) ve 500 °C sıcaklıkta sentezlenen S3PKS-Et-24 kodlu seramik örneğinin (e, f optik ve e₁, f₁ polarize) optik mikroskop görüntüleri

PKS-Hx ve PKS-Et polimerleri hava ortamında 500 °C, 750 °C ve 1000 °C sıcaklıklarda fırınlanarak SiO₂ seramikleri üretildi. Üretilen toz SiO₂ seramiklerinin kristal yapıda olup olmadıklarını incelemek amacı ile optik mikroskop kullanılabilir en basit yöntemlerden birisidir. Bu yöntem bu tür seramiklerin kristal yapıda olup olmadıklarını incelemek için kullanılmaktadır. Fırınlama süresi 24 ve 12 saat olarak tasarlandı. Üretilen seramik tozlarda şeffaf parçacıklar yapının kristal olduğunu göstermektedir. Aşağıda örneklerin polarize optik mikroskop altında çekilen görüntüleri Şekil 4.12, Şekil 4.13, Şekil 4.14, ve Şekil 4.15'te verilmiştir. Normal ışık ve polarize ışık altında x4 ve x10 büyütmede görüntüler alındı. Polarize ışık altında alınan

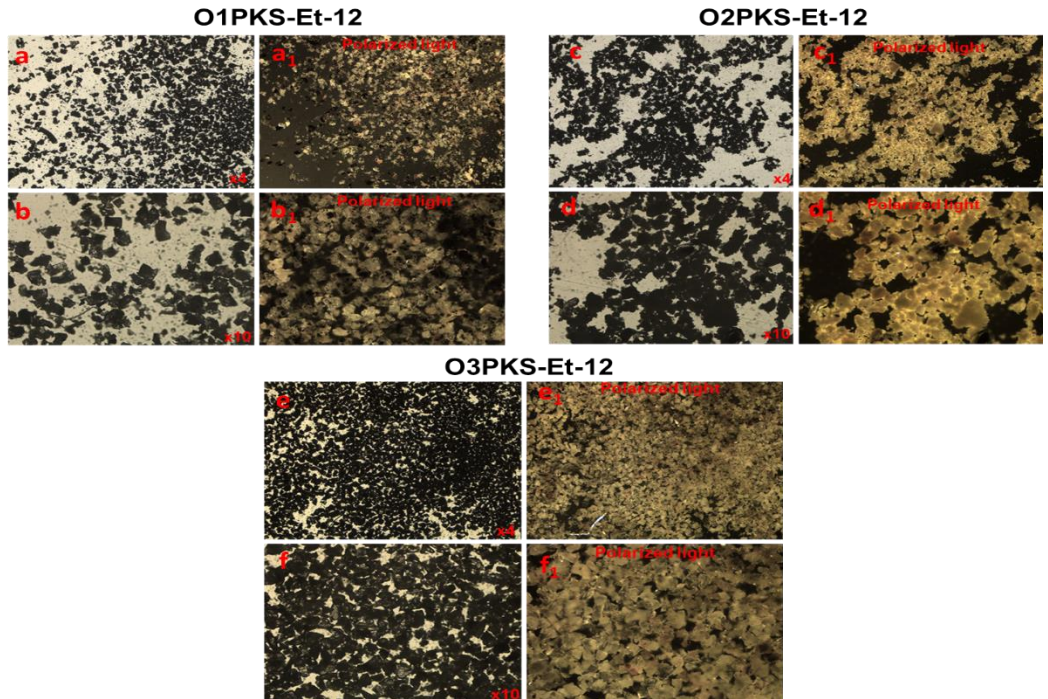
görüntülerde ışık geçiren şeffaf parçalar çok net görünmektedir. Fırınlamanın yapıldığı her sıcaklıkta kristal oluşumu gözlenmiştir. Ancak, X-Ray spektroskopi analizleri 1000 °C ve 750 °C sıcaklıklarda kristalliğin daha çok olduğunu göstermiştir.



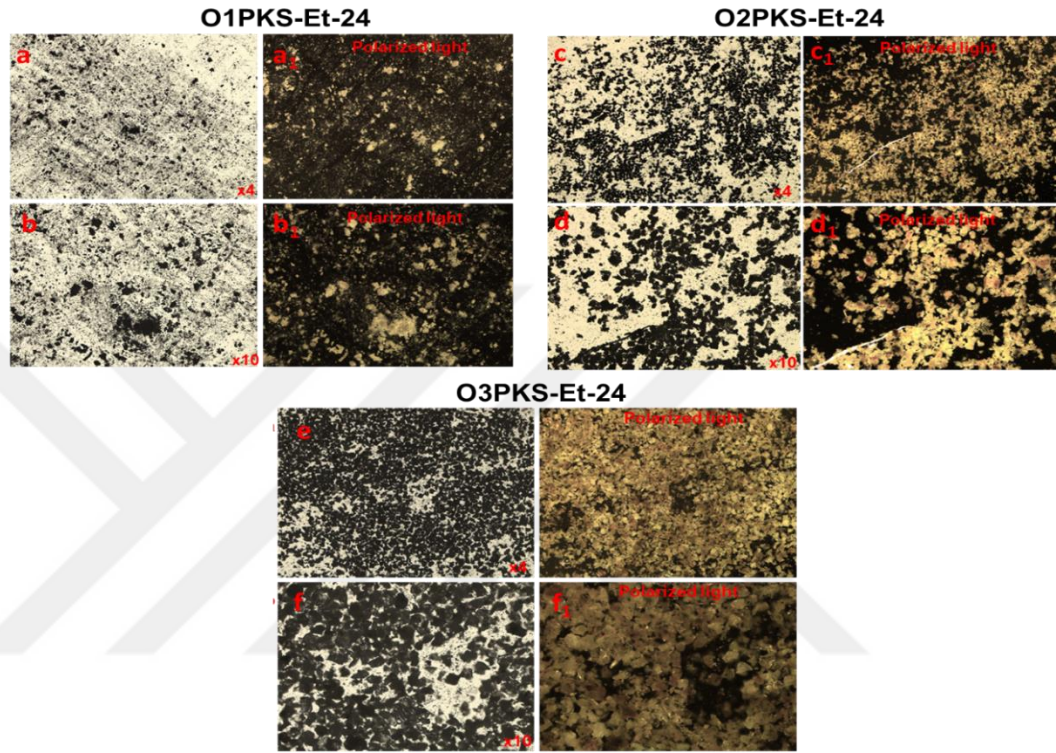
Şekil 4.12. PKS-Hx polimerinden hava ortamında 1000 °C sıcaklıkta sentezlenen O1PKS-Hx-12 kodlu seramik örneğinin (a, b optik ve a₁, b₁ polarize), 750 °C sıcaklıkta sentezlenen O2PKS-Hx-12 kodlu seramik örneğinin (c, d optik ve c₁, d₁ polarize) ve 500 °C sıcaklıkta sentezlenen, O3PKS-Hx-12 kodlu seramik örneğinin (e, f optik ve e₁, f₁ polarize) optik mikroskop görüntüleri



Şekil 4.13. PKS-Hx polimerinden hava ortamında 1000 °C sıcaklıkta sentezlenen O1PKS-Hx-24 kodlu seramik örneğinin (a, b optik ve a₁, b₁ polarize), 750 °C sıcaklıkta sentezlenen O2PKS-Hx-24 kodlu seramik örneğinin (c, d optik ve c₁, d₁ polarize) ve 500 °C sıcaklıkta sentezlenen O3PKS-Hx-24 kodlu seramik örneğinin (e, f optik ve e₁, f₁ polarize) optik mikroskop görüntüleri



Şekil 4.14. PKS-Et polimerinden hava ortamında 1000 °C sıcaklıkta sentezlenen O1PKS-Et-12 kodlu seramik örneğinin (a, b optik ve a₁, b₁ polarize), 750 °C sıcaklıkta sentezlenen O2PKS-Et-12 kodlu seramik örneğinin (c, d optik ve c₁, d₁ polarize) ve 500 °C sıcaklıkta sentezlenen O3PKS-Et-12 kodlu seramik örneğinin (e, f optik ve e₁, f₁ polarize) optik mikroskop görüntüleri

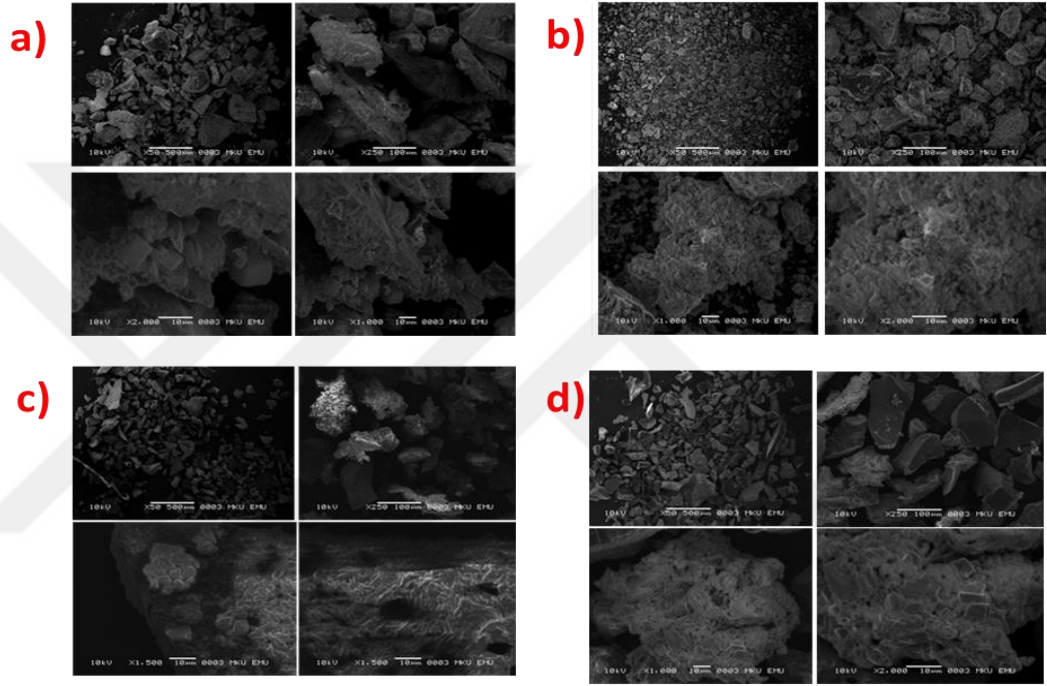


Şekil 4.15. PKS-Et polimerinden hava ortamında sentezlenen 1000 °C sıcaklıkta sentezlenen O1PKS-Et-24 kodlu seramik örneğinin (a, b optik ve a₁, b₁ polarize), 750 °C sıcaklıkta sentezlenen O2PKS-Et-24 kodlu seramik örneğinin (c, d optik ve c₁, d₁ polarize) ve 500 °C sıcaklıkta sentezlenen O3PKS-Et-24 kodlu seramik örneğinin (e, f optik ve e₁, f₁ polarize) optik mikroskop görüntüleri

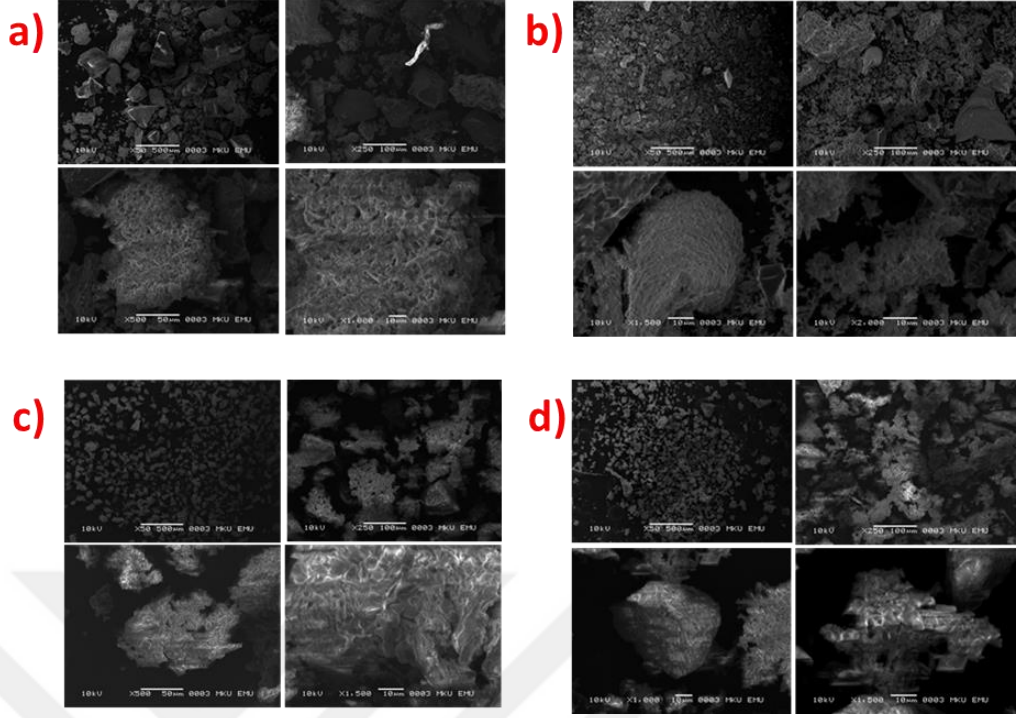
4.3. PKS-Hx ve PKS-Et Polimer Seramiklerinin SEM Analizleri

Sentezlenen malzemenin kristal görüntüleri ve malzeme morfolojisinin incelenmesi amacı ile SEM görüntüleme analizleri yapıldı. PKS-Hx ve PKS-Et polimerlerinden argon ve hava ortamında üretilen SiC ve SiO₂ seramiklerinin SEM görüntüleri Şekil 4.16, Şekil 4.17, Şekil 4.18 ve Şekil 4.19’da verilmiştir. Polimerler PKS polimerleri oldukları halde bu malzemelerin aynı sıcaklık ve sürelerdeki

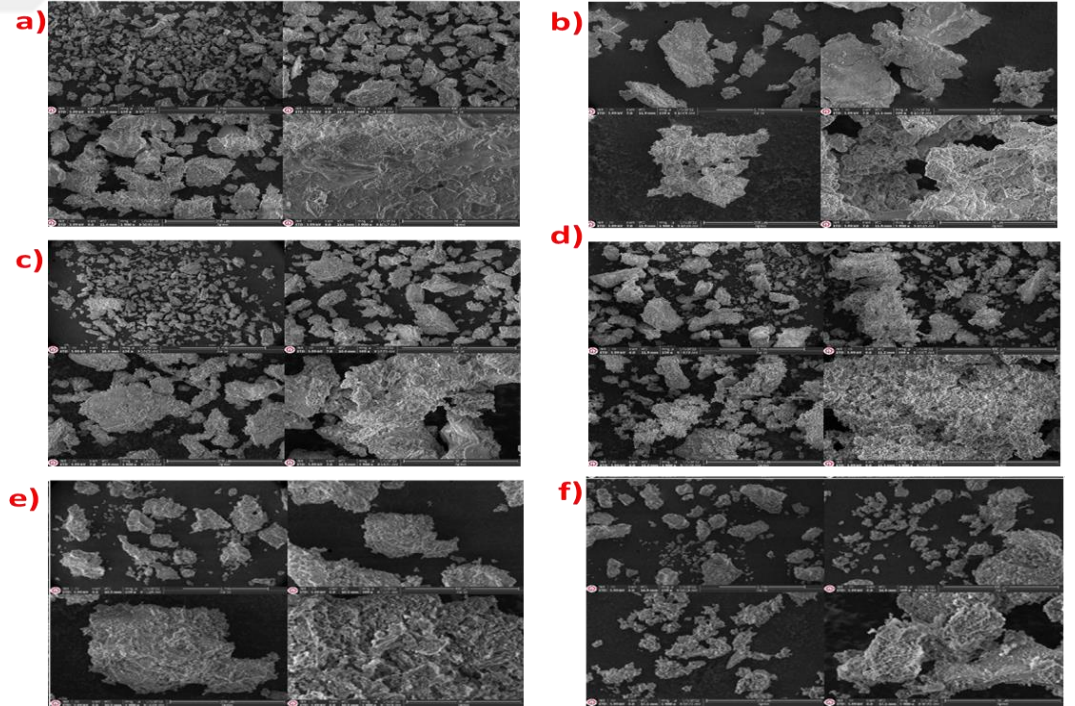
morfolojileri farklılık göstermektedir. Polimerlerin sahip olduğu kimyasal yapı farklılıkları buna neden olduğu düşünülmektedir. PKS-Hx ve PKS-Et polimerinde farklı alifatik zincirlerin olması ve bu polimerlerin kimyasal bileşimlerinin farklı olması bu morfolojik farklılıklara neden olmaktadır. Üretilen seramiklerin kristal yapıda oldukları optik mikroskop analizleri ve X-Ray spektroskopi analizleri ile belirlenmiş olup SEM analizleri ile de bu kristallerin morfolojik farklılıkları konulmuş oldu.



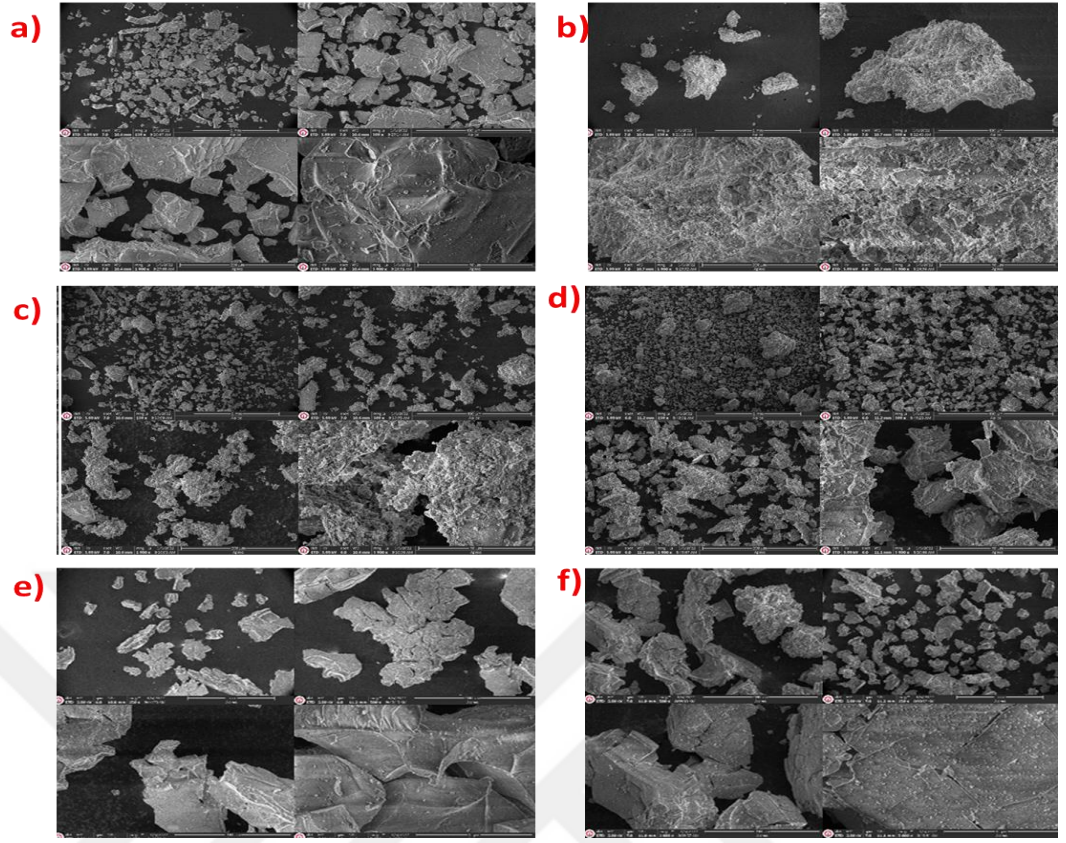
Şekil 4.16. PKS-Hx polimerinden Ar gazı altında üretilen SiC seramiklerinin SEM görüntüleri; a) S1PKS-Hx-12, b) S1PKS-Hx-24, c) S2PKS-Hx-12, d) S2PKS-Hx-24



Şekil 4.17. PKS-Et polimerinden Ar gazı altında üretilen SiC seramiklerinin SEM görüntüleri; **a)**S1PKS-Et-12, **b)**S1PKS-Et-24, **c)**S2PKS-Et-12, **d)**S2PKS-Et-24



Şekil 4.18. PKS-Hx polimerinden hava ortamında üretilen SiO₂ seramiklerinin SEM görüntüleri; **a)** O1PKS-Hx-12, **b)** O1PKS-Hx-24, **c)** O2PKS-Hx-12, **d)** O2PKS-Hx-24, **e)** O3PKS-Hx-12, **f)** O3PKS-Hx-24



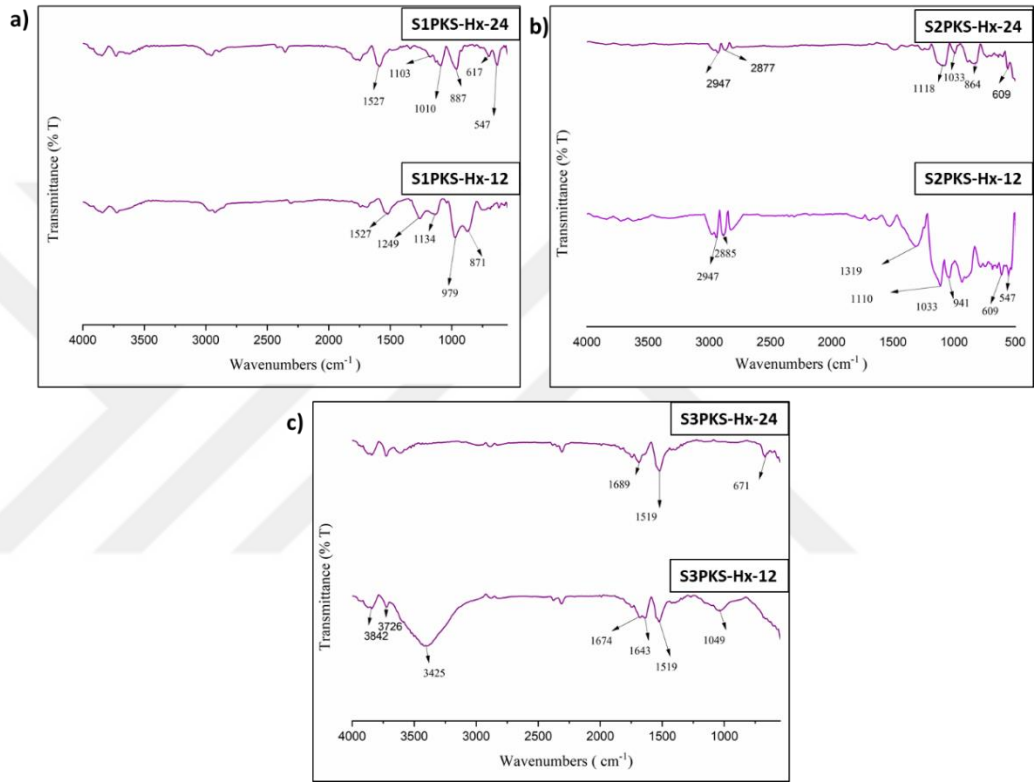
Şekil 4.19. PKS-Et polimerinden hava ortamında üretilen SiO₂ seramiklerinin SEM görüntüleri a) O1PKS-Et-12, b) O1PKS-Et-24, c) O2PKS-Et-12, d) O2PKS-Et-24, e) O3PKS-Et-12 f) O3PKS-Et-24

4.4. PKS-Hx ve PKS-Et Polimerlerinden Üretilen Seramiklerin FTIR Analizleri

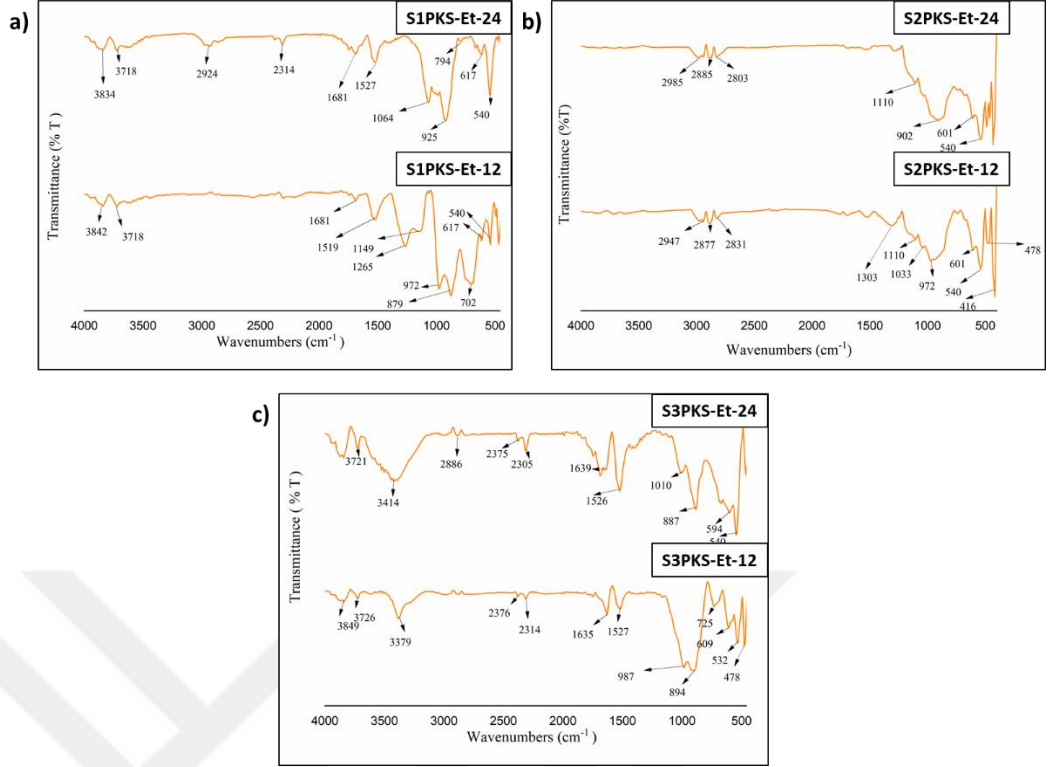
PKS-Hx ve PKS-Et polimerleri argon ve hava ortamında 500 °C, 750 °C ve 1000 °C sıcaklıklarda SiC ve SiO₂ seramikleri üretildi. Üretilen toz seramiklerin FTIR analizleri Şekil 4.20, Şekil 4.21, Şekil 4.22 ve Şekil 4.23'te verilmiştir.

Ar gazı altında üretilen seramiklerin FTIR analizleri Şekil 4.20 ve Şekil 4.21'de verilmiştir. SiC seramiği FTIR spektrumlarında karakteristik olarak $\nu_{\text{Si-C}}$: ~1077, ~772 (antisym), 665 cm⁻¹ (sym) pikleri gözlenir (Pitcher, 2001; Pitcher ve ark., 2004; Pitcher ve Toppare, 2007; 2010; 2011; Zekentes ve Rogdakis, 2011; Nur ve ark, 2017). Özellikle 750 ile 900 cm⁻¹ arasında gelen pikler bütün SiC seramiklerinde FTIR spektrumlarında belirgin olarak gözlenir. Aşağıda belirgin olarak gözlenen ve çoğunluğunun SiC' den kaynaklı olduğu görülen pikler verilmiştir. FT-IR spektrumlarında Si-O grubundan kaynaklı pikler çok şiddetli ve belirgin gelmektedirler.

Argon gazı altında sentezlenmiş seramik örneklerin hepsinde şiddetli olarak 1100 ile 900 cm^{-1} arasında bir pik gözlenmiştir. Bu pikin SiC' den kaynaklı olduğu ancak diğer analiz yöntemlerinden elde edilen bilgilerle belirlenebilir. Bu malzemelerin X-Ray spektroskopi analizleri incelendiğinde örneklerin SiC seramikleri olduğu sonucuna varılmıştır. Bu nedenle FTIR spektrumlarında gözlenen bu pikler SiC seramiğinden kaynaklandığı sonucuna varılmış olup sonuçlar verilen literatüre de uymaktadır.

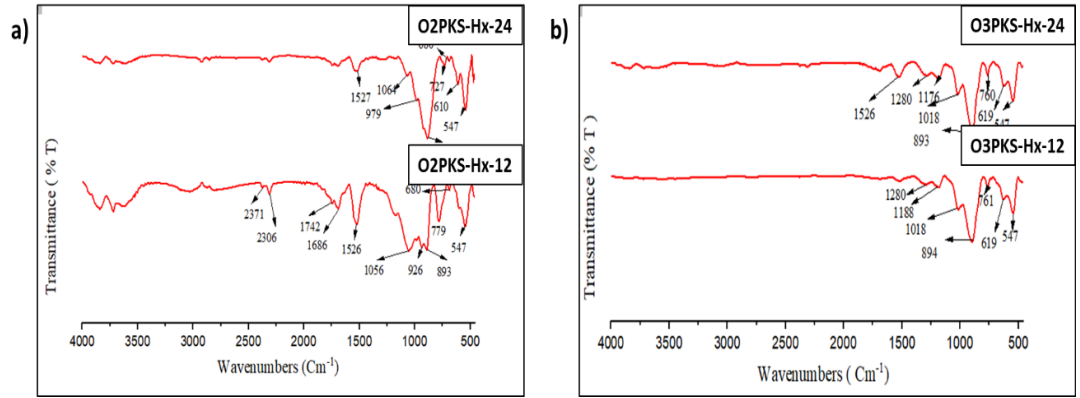


Şekil 4.20. PKS-Hx polimerinden Ar gazı altında 12 ile 24 saat fırınlanarak üretilen SiC seramiklerinin FTIR analizleri **a)** 1000 °C, **b)** 750 °C, **c)** 500 °C sıcaklıklarda üretilen seramikler

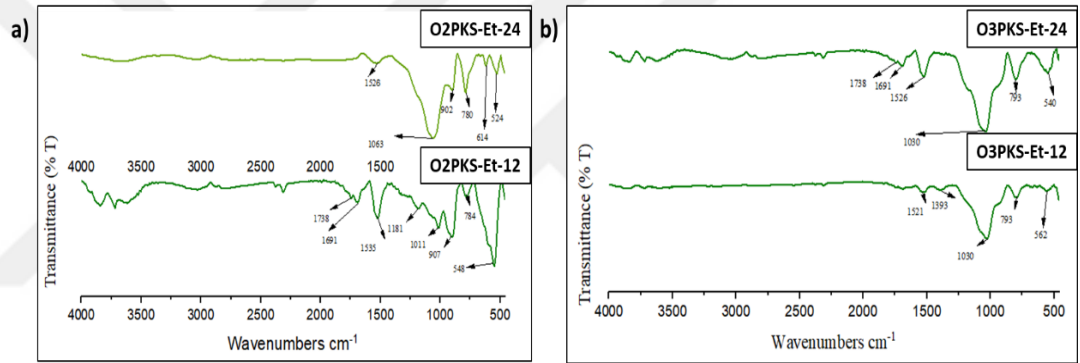


Şekil 4.21. PKS-Et polimerinden Ar gazı altında 12 ile 24 saat fırınlanarak üretilen SiC seramiklerinin FTIR analizleri **a)** 1000 °C, **b)** 750 °C, **c)** 500 °C sıcaklıklarda üretilen seramikler

Hava atmosferinde üretilen seramiklerin FTIR analizleri Şekil 4.22 ve Şekil 4.23’de verilmiştir. SiO₂ seramiği FTIR spektrumlarında karakteristik olarak $\nu_{\text{Si-O}}$: ~1010-1100 cm⁻¹ arasında çok geniş ve şiddetli bir pik gözlenir (Nagoo ve ark., 2004; Nur Y ve Bayol G, 2017; Nur ve ark., 2008; Pitcher, 2001; Pitcher ve ark, 2004). Örneklerin FTIR spektrumlarında Si-O grubundan kaynaklı pikler çok şiddetli ve belirgin olarak gelmektedirler. Bu karakteristik pikin yanında $\nu_{\text{Si-O}}$: ~2800-3000 cm⁻¹ çok geniş ama küçük pik silanol yapısındaki –OH grubundan, $\nu_{\text{Si-O}}$: ~1200 cm⁻¹ ve 450 cm⁻¹ civarındaki pikler ise ağ yapının titreşiminden kaynaklı olarak gelmektedir. Bu malzemelerin X-Ray spektroskopi analizleri incelendiğinde örneklerin SiO seramikleri olduğu sonucuna varılmıştır. Bu nedenle FTIR spektrumlarında gözlenen bu pikler SiO₂ seramiğinden kaynaklandığı sonucuna varılmış olup sonuçlar verilen literatüre de uymaktadır.



Şekil 4.22. PKS-Hx polimerinden hava ortamında 12 ile 24 saat fırınlanarak üretilen SiO₂ seramiklerinin FTIR analizleri **a)**750 °C, **b)**500 °C sıcaklıklarda üretilen seramikler

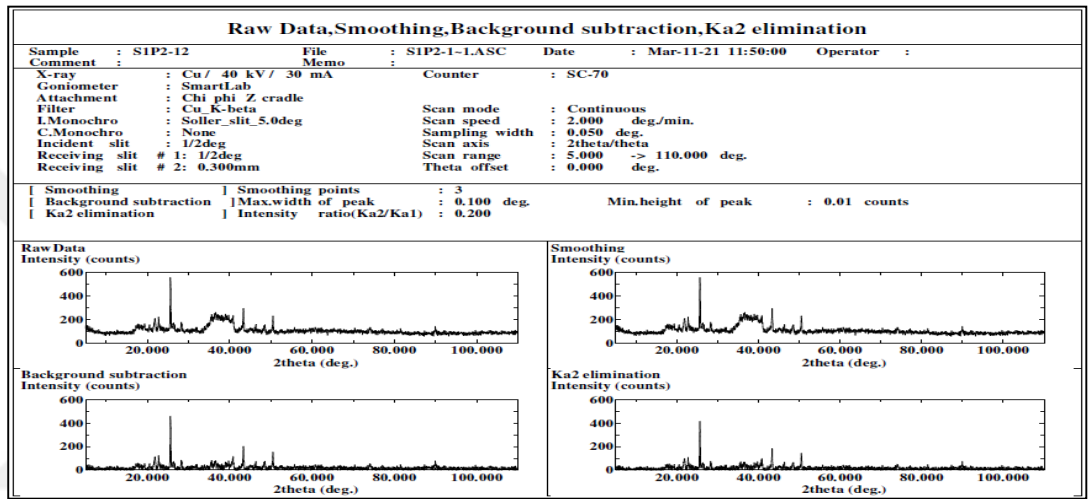


Şekil 4.23. PKS-Et polimerinden hava ortamında 12 ile 24 saat fırınlanarak üretilen SiO₂ seramiklerinin FTIR analizleri **a)** 750 °C, **b)**500 °C sıcaklıklarda üretilen seramikler

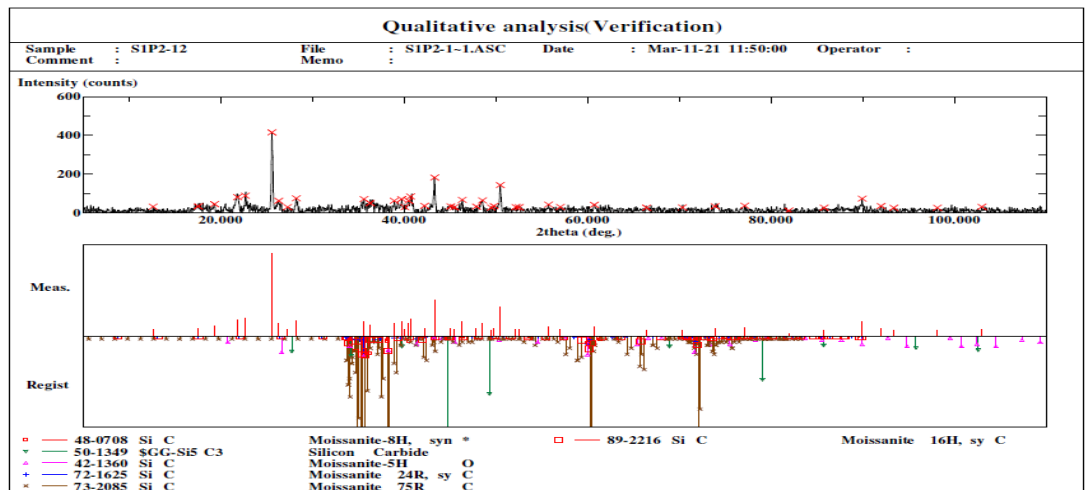
4.5. PKS-Hx ve PKS-Et Polimerlerinde Üretilen Seramiklerin X-Ray Işını Spektroskopisi (XRD) Analizi

Sentezlenen seramik malzemenin kristal yapısında olup olmadığı ve bu kristallerin türleri X-Ray analizi ile belirlenmiştir. PKS polimerlerinin Ar(g) altında fırınlanması ile elde edilen toz malzemenin X-Ray spektroskopisi analizleri yapıldı ve kristal türleri belirlendi. Şekil 4.24 ile Şekil 4.46 arasında verilen analizlerin hepsi Ar(g) altında 1000 °C, 750 °C ve 500 °C sıcaklıklarında 24 ve 12 saatlerde sentezlenmiş SiC seramiklerine ait X-Ray sonuçlarını göstermektedir. Şekil 4.44 ile Şekil 4.46 arasında

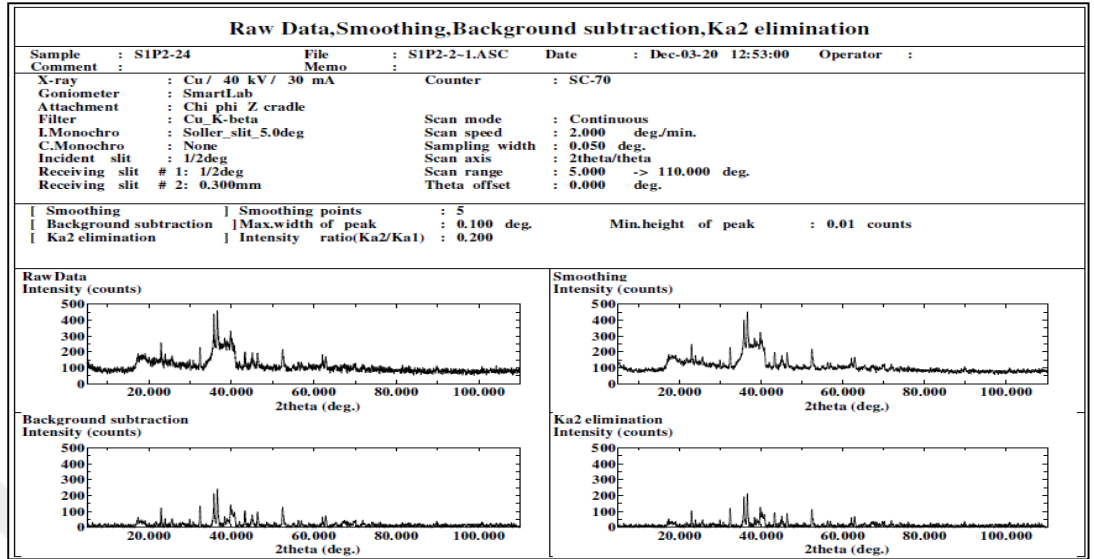
verilen grafikler analiz sonuçlarının karşılaştırılması amacı ile çizilmiştir. Şekil 4.24 ile Şekil 4.43 arasında verilen bütün sonuçlar cihazın ilgili programında çalışılmış olup polimorf yapıdaki kristal yapının ayrıntılı olarak aydınlatılması hedeflenmiştir. Şekil 4.44 ile Şekil 4.46 arasında verilen karşılaştırma amaçlı grafikler herhangi bir programda işlenmeden olduğu gibi çizilen grafiklerdir. Bu grafikler incelendiğinde gözlenen 30 ile 40° arasındaki geniş pikin β -SiC kristal yapısındaki seramiğe ait olduğu belirlenmiştir (Shi, ve diğerleri, 2006).



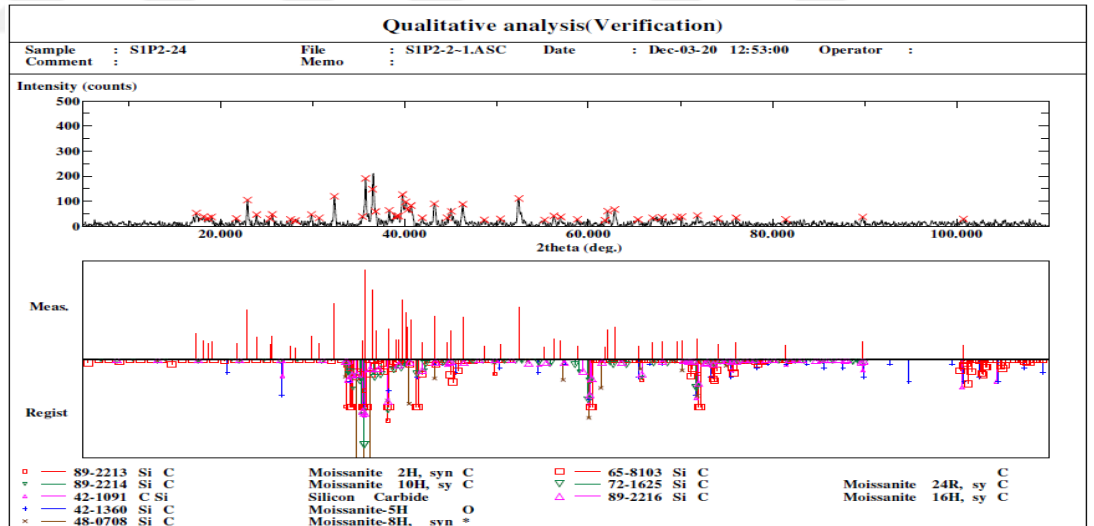
Şekil 4.24. PKS-Hx polimerinden (P2) 1000 °C sıcaklıkta 12 saatte Ar gazı altında sentezlenen SiC seramiğinin XRD analiz sonuçları



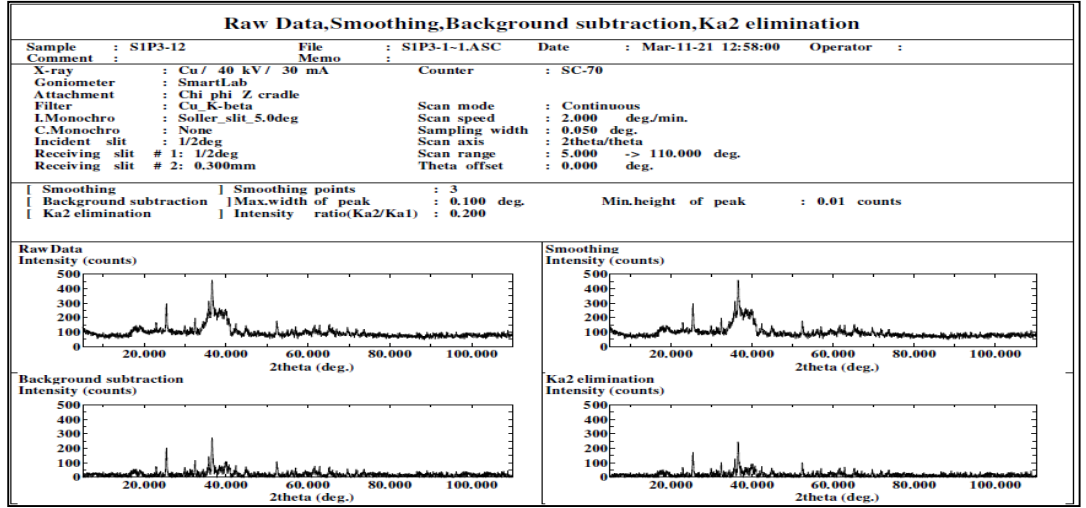
Şekil 4.25. PKS-Hx polimerinden (P2) 1000 °C sıcaklıkta 12 saatte Ar gazı altında sentezlenen SiC seramiğinin XRD analiz sonuçları ve PDF analiz dosya numaraları



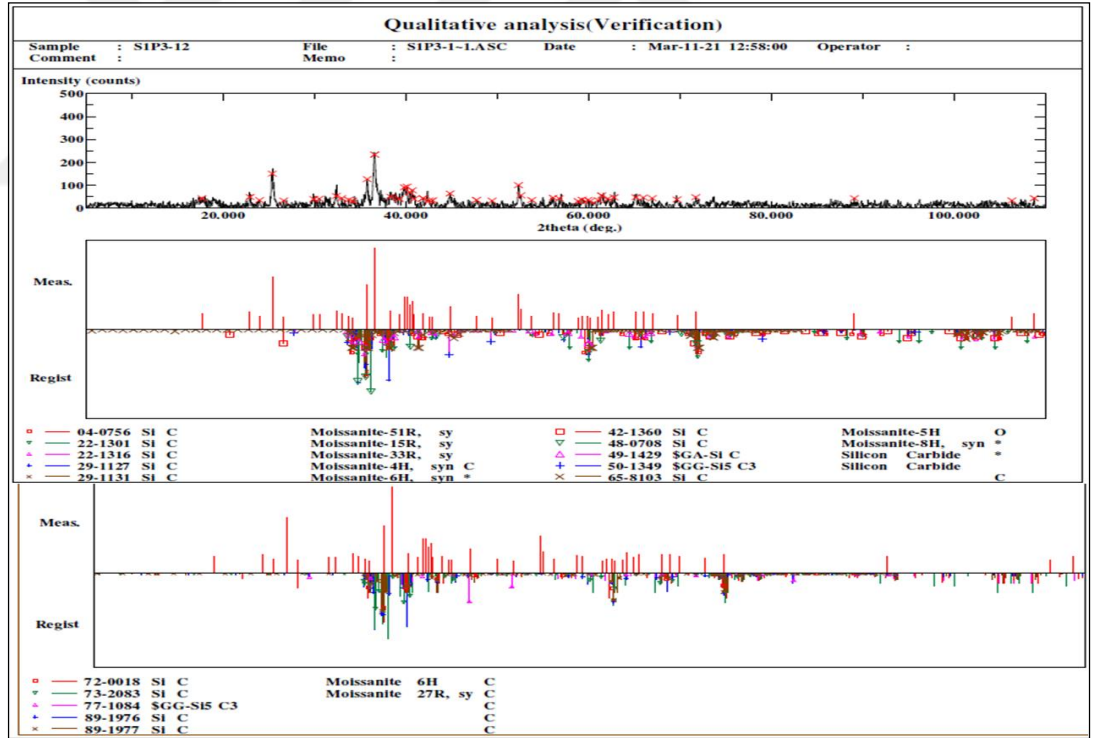
Şekil 4.26. PKS-Hx polimerinden (P2) 1000 °C sıcaklıkta 24 saatte Ar gazı altında sentezlenen SiC seramiğinin XRD analiz sonuçları



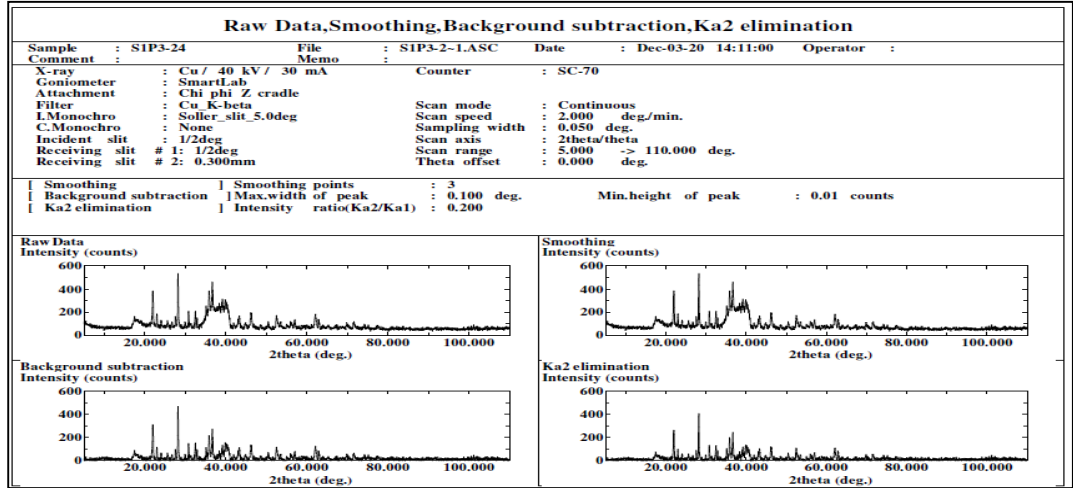
Şekil 4.27. PKS-Hx polimerinden (P2) 1000 °C sıcaklıkta 24 saatte Ar gazı altında sentezlenen SiC seramiğinin XRD analiz sonuçları ve PDF analiz dosya numaraları



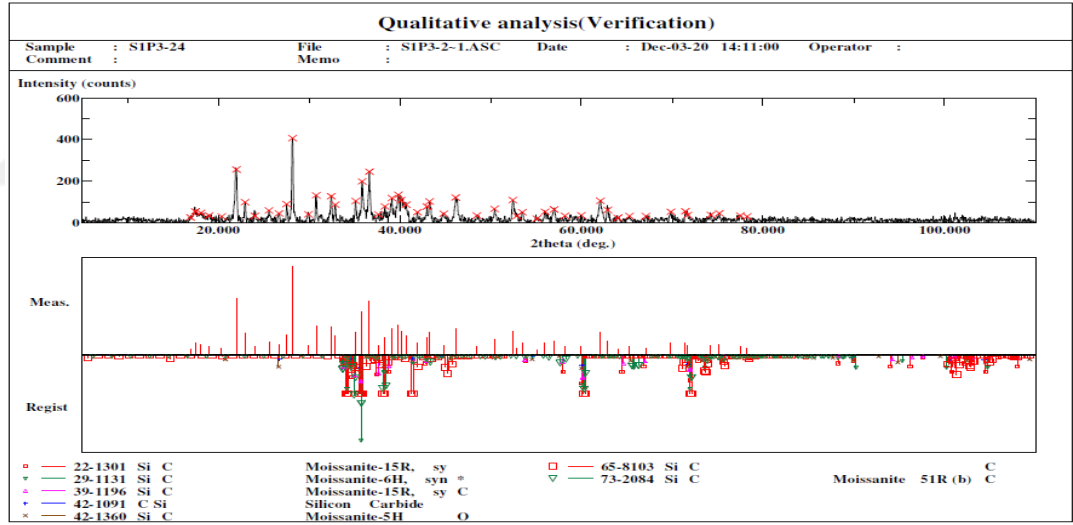
Şekil 4.28. PKS-Et polimerinden (P3) 1000 °C sıcaklıkta 12 saatte Ar gazı altında sentezlenen SiC seramiğinin XRD analiz sonuçları



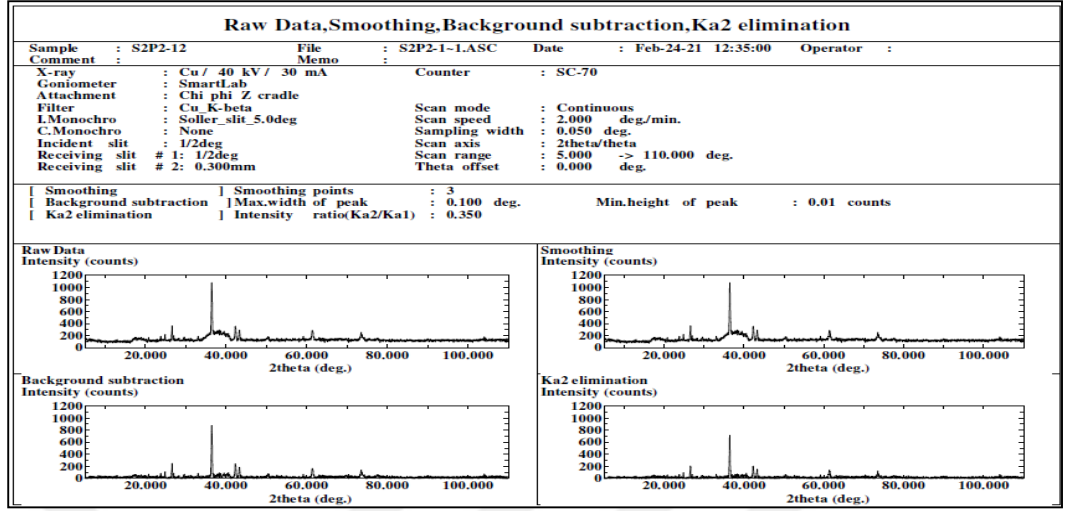
Şekil 4.29. PKS-Et polimerinden (P3) 1000 °C sıcaklıkta 12 saatte Ar gazı altında sentezlenen SiC seramiğinin XRD analiz sonuçları ve PDF analiz dosya numaraları



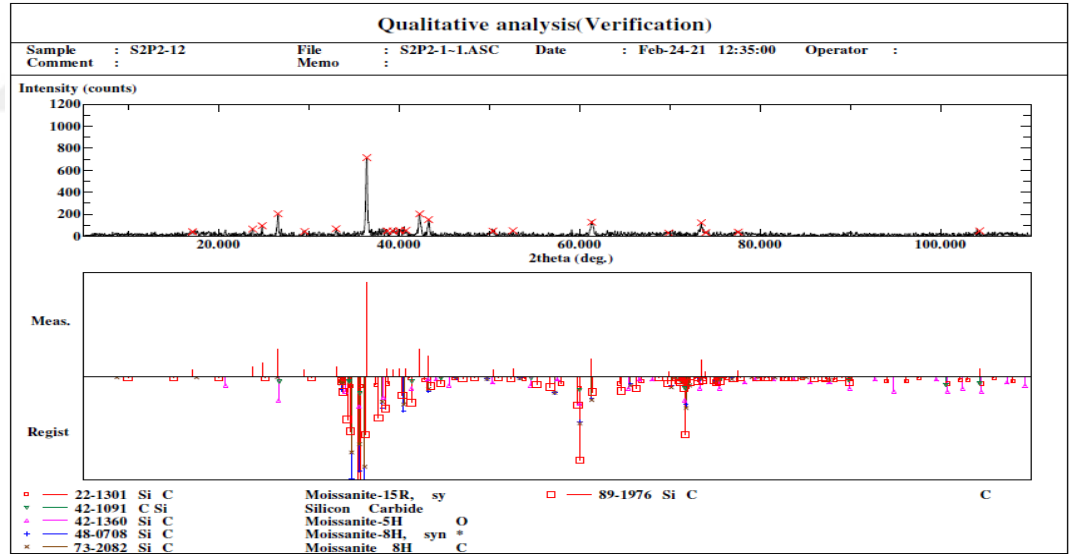
Şekil 4.30. PKS-Et polimerinden (P3) 1000 °C sıcaklıkta 24 saatte Ar gazı altında sentezlenen SiC seramiğinin XRD analiz sonuçları



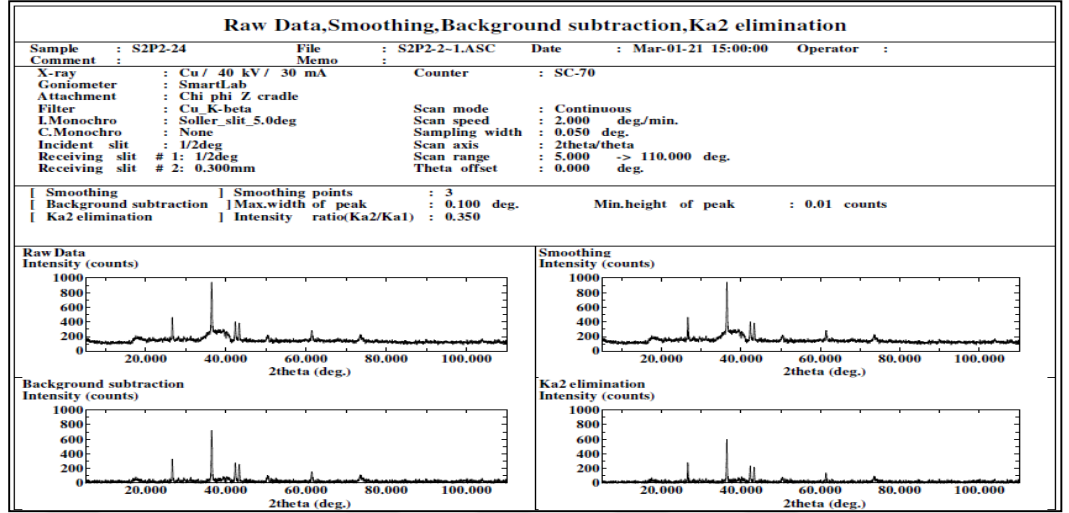
Şekil 4.31. PKS-Et polimerinden (P3) 1000 °C sıcaklıkta 24 saatte Ar gazı altında sentezlenen SiC seramiğinin XRD analiz sonuçları ve PDF analiz dosya numaraları



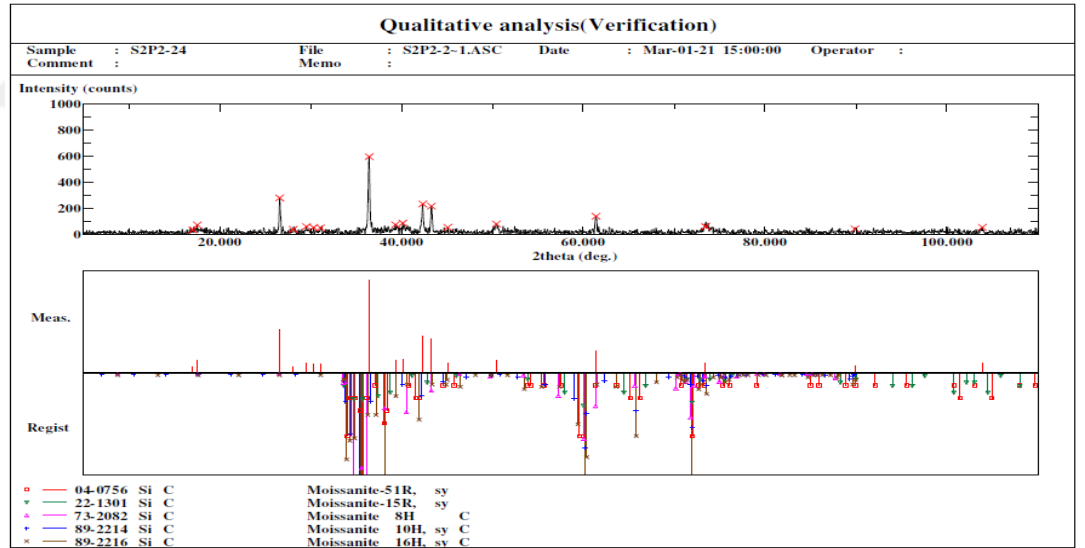
Şekil 4.32. PKS-Hx polimerinden (P2) 750 °C sıcaklıkta 12 saatte Ar gazı altında sentezlenen SiC seramiğinin XRD analiz sonuçları



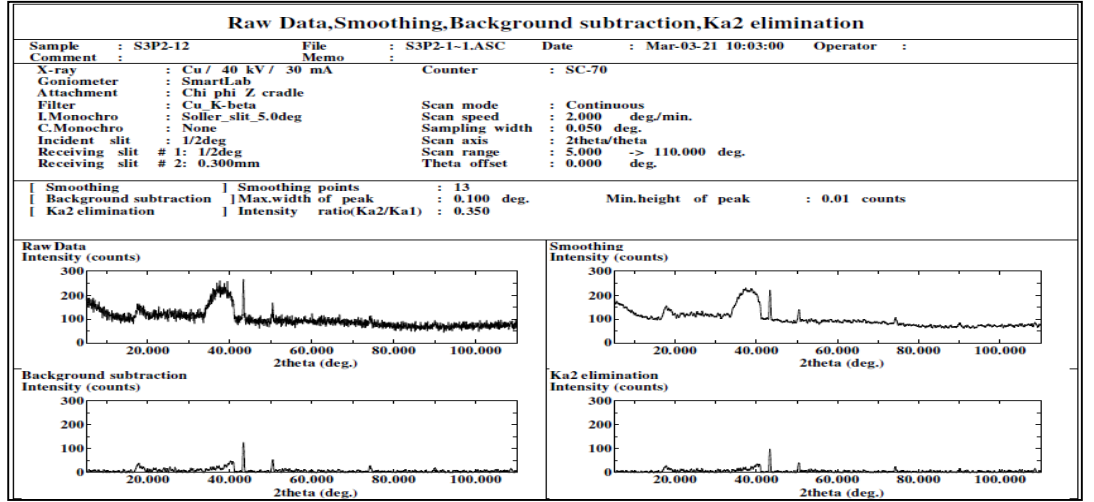
Şekil 4.33. PKS-Hx polimerinden (P2) 750 °C sıcaklıkta 12 saatte Ar gazı altında sentezlenen SiC seramiğinin XRD analiz sonuçları ve PDF analiz dosya numaraları



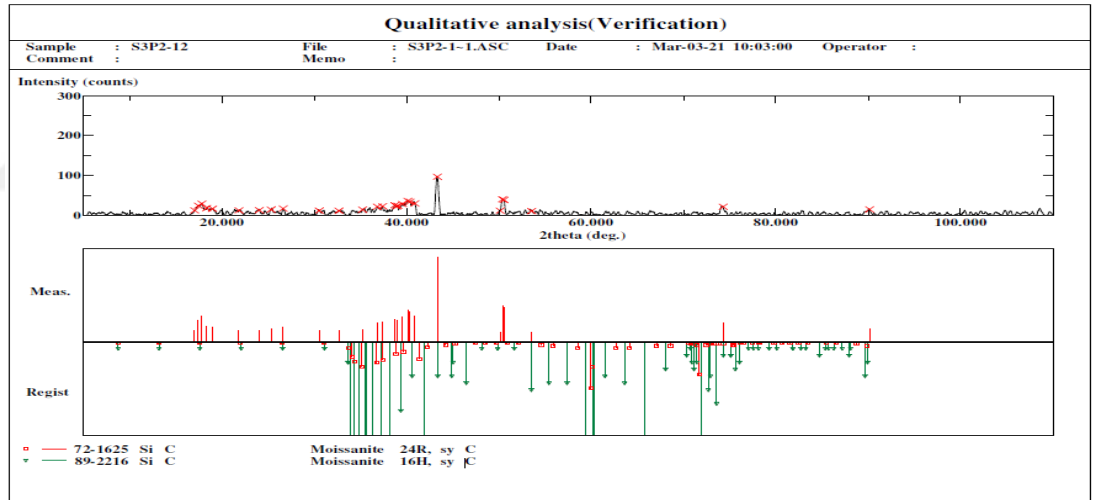
Şekil 4.34. PKS-Hx polimerinden (P2) 750 °C sıcaklıkta 24 saatte Ar gazı altında sentezlenen SiC seramiğinin XRD analiz sonuçları



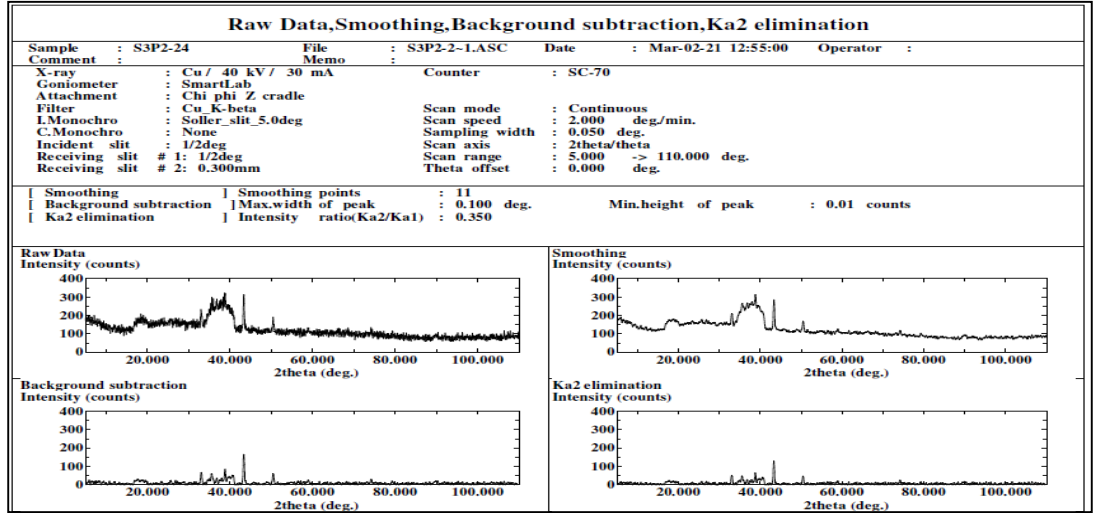
Şekil 4.35. PKS-Hx polimerinden (P2) 750 °C sıcaklıkta 24 saatte Ar gazı altında sentezlenen SiC seramiğinin XRD analiz sonuçları ve PDF analiz dosya numaraları



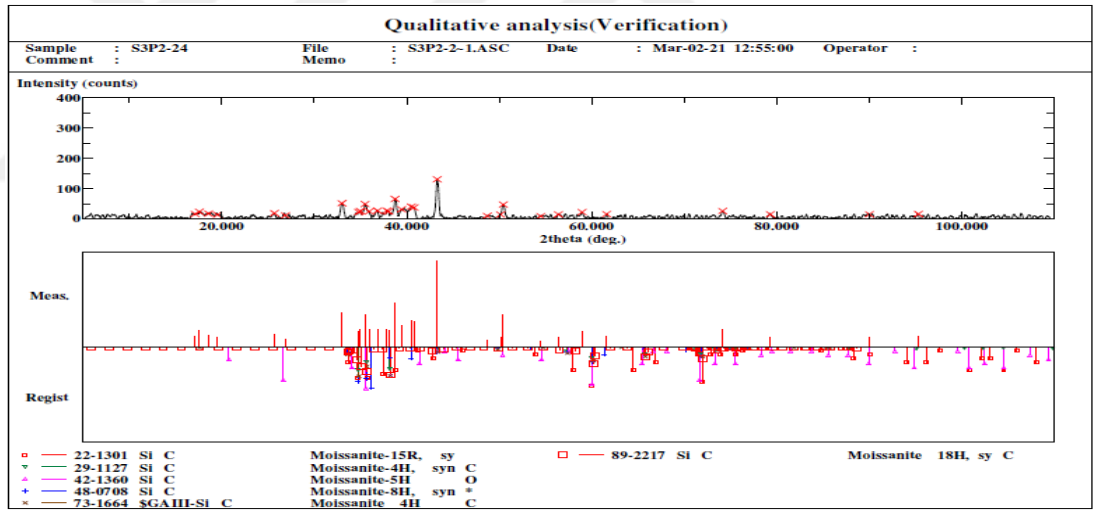
Şekil 4.38. PKS-Hx polimerinden (P2) 500 °C sıcaklıkta 12 saatte Ar gazı altında sentezlenen SiC seramiğinin XRD analiz sonuçları



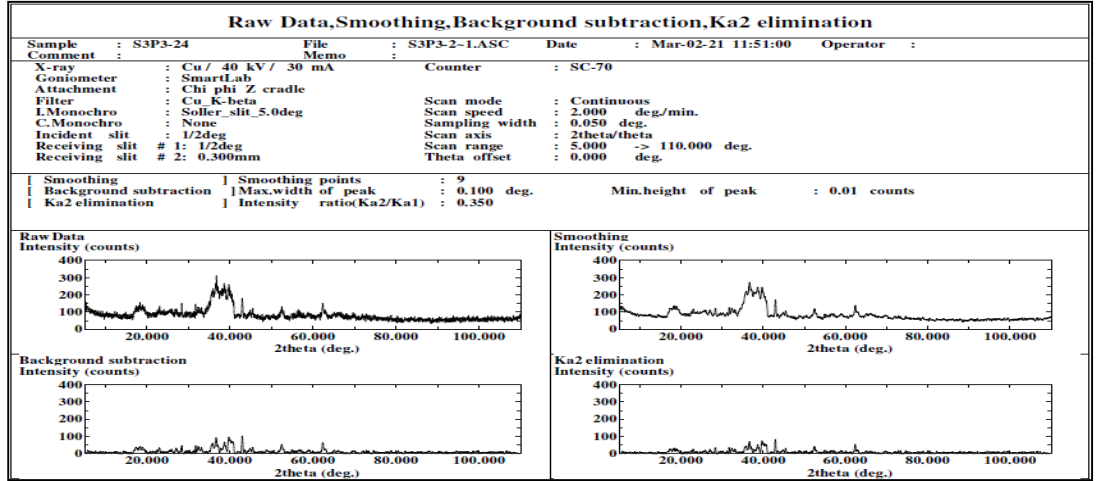
Şekil 4.39. PKS-Hx polimerinden (P2) 500 °C sıcaklıkta 12 saatte Ar gazı altında sentezlenen SiC seramiğinin XRD analiz sonuçları ve PDF analiz dosya numaraları



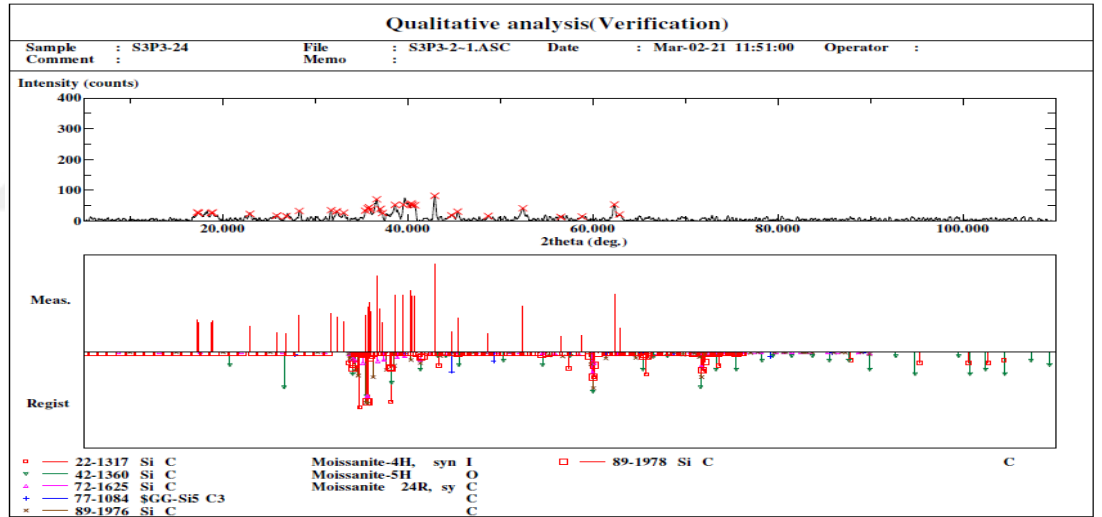
Şekil 4.40. PKS-Hx polimerinden (P2) 500 °C sıcaklıkta 24 saatte Ar gazı altında sentezlenen SiC seramiğinin XRD analiz sonuçları



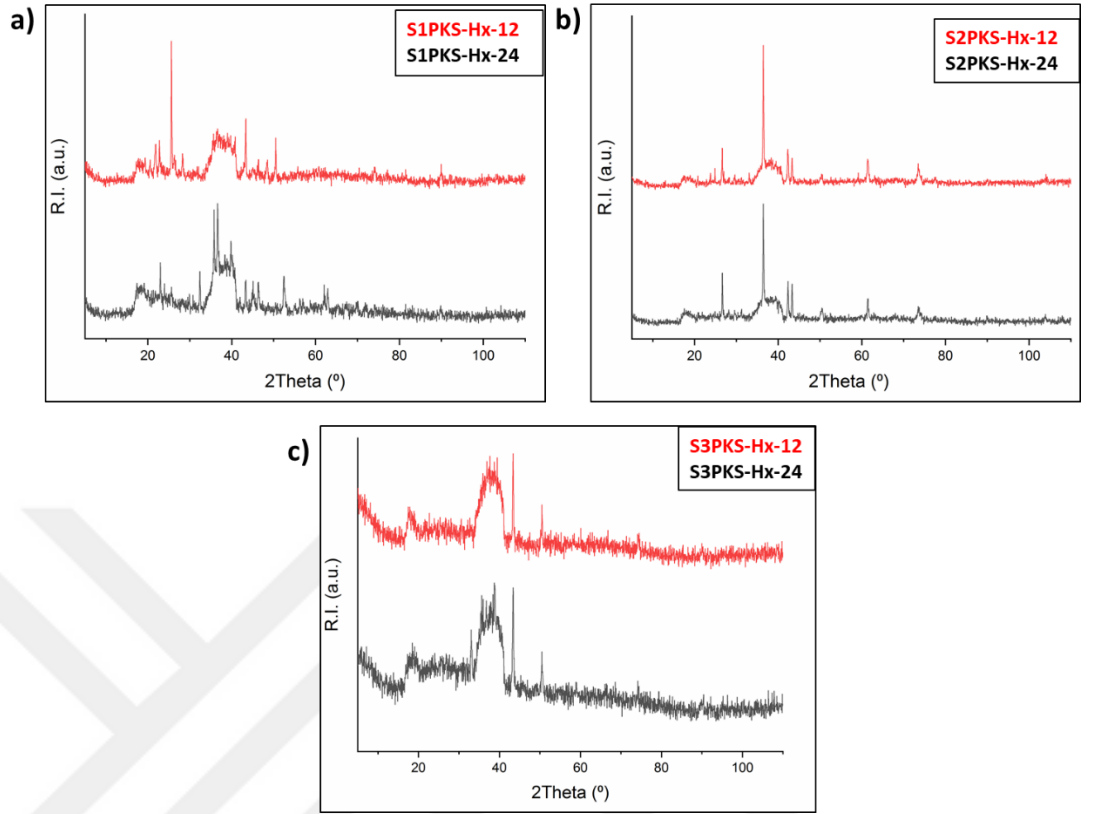
Şekil 4.41. PKS-Hx polimerinden (P2) 500 °C sıcaklıkta 24 saatte Ar gazı altında sentezlenen SiC seramiğinin XRD analiz sonuçları ve PDF analiz dosya numaraları



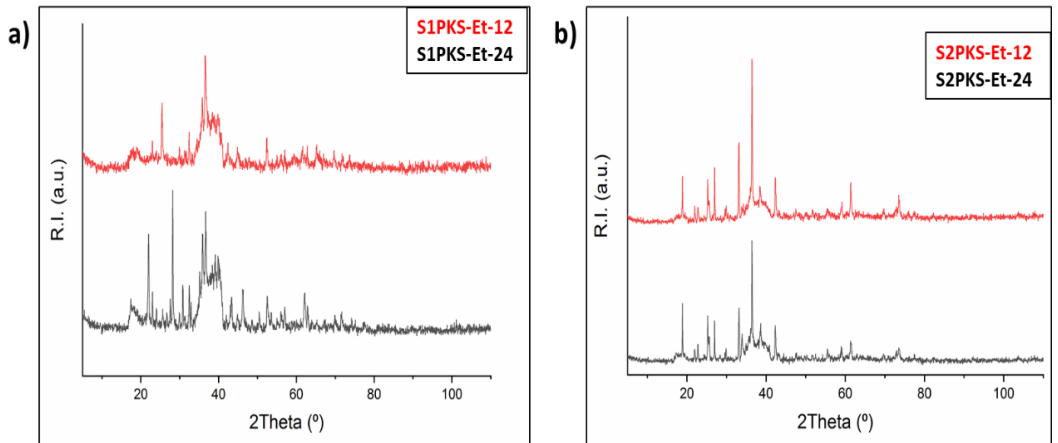
Şekil 4.42. PKS-Et polimerinden (P3) 500 °C sıcaklıkta 24 saatte Ar gazı altında sentezlenen SiC seramiğinin XRD analiz sonuçları



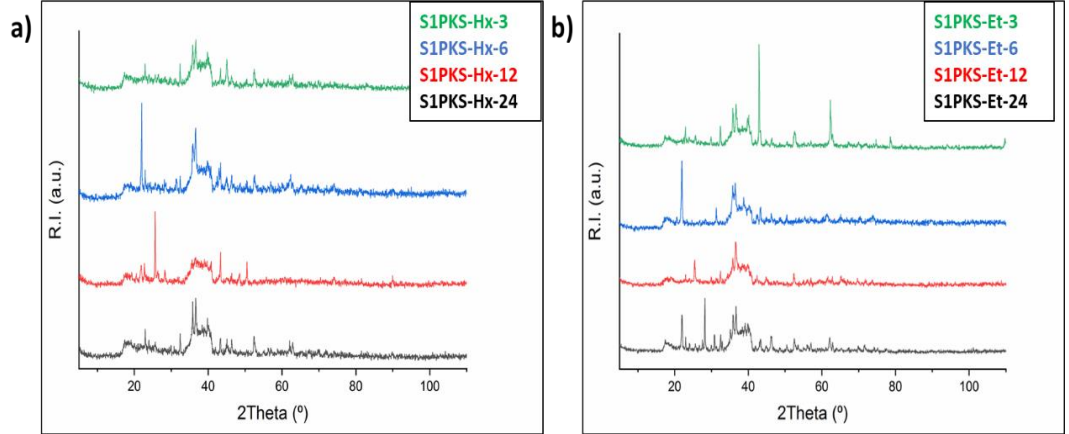
Şekil 4.43. PKS-Et polimerinden (P3) 500 °C sıcaklıkta 24 saatte Ar gazı altında sentezlenen SiC seramiğinin XRD analiz sonuçları ve PDF analiz dosya numaraları



Şekil 4.44. PKS-Hx polimerinden Ar gazı altında 12 ile 24 saat fırınlanarak üretilen SiC seramiklerinin XRD analizleri **a)** 1000 °C, **b)** 750 °C, **c)** 500 °C sıcaklıklarda üretilen seramikler

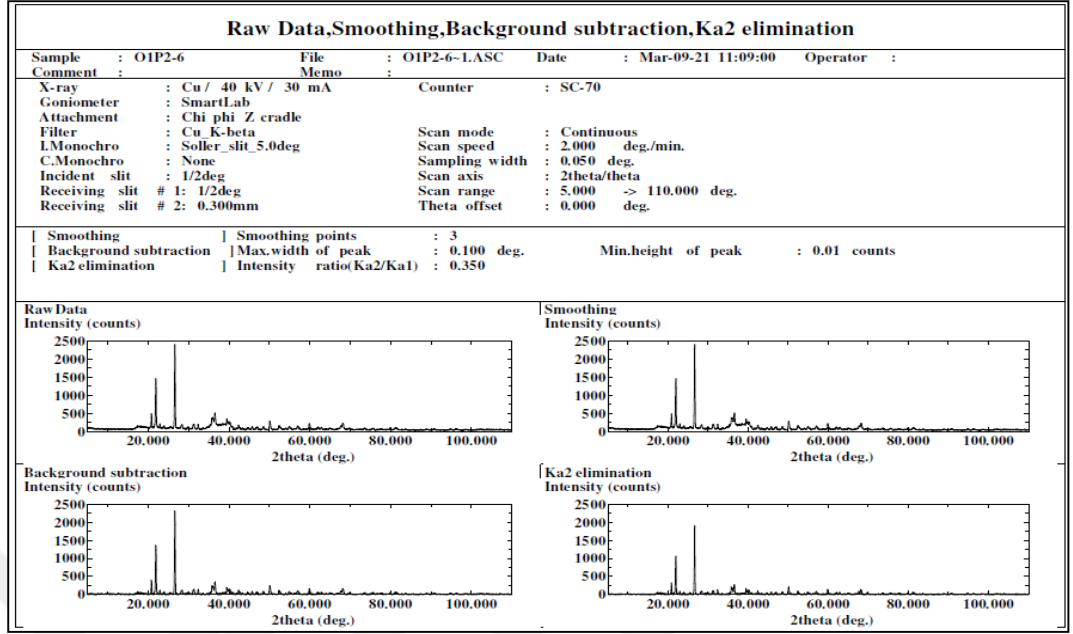


Şekil 4.45. PKS-Et polimerinden Ar gazı altında 12 ile 24 saat fırınlanarak üretilen SiC seramiklerinin XRD analizleri **a)** 750 °C, **b)** 500 °C sıcaklıklarda üretilen seramikler

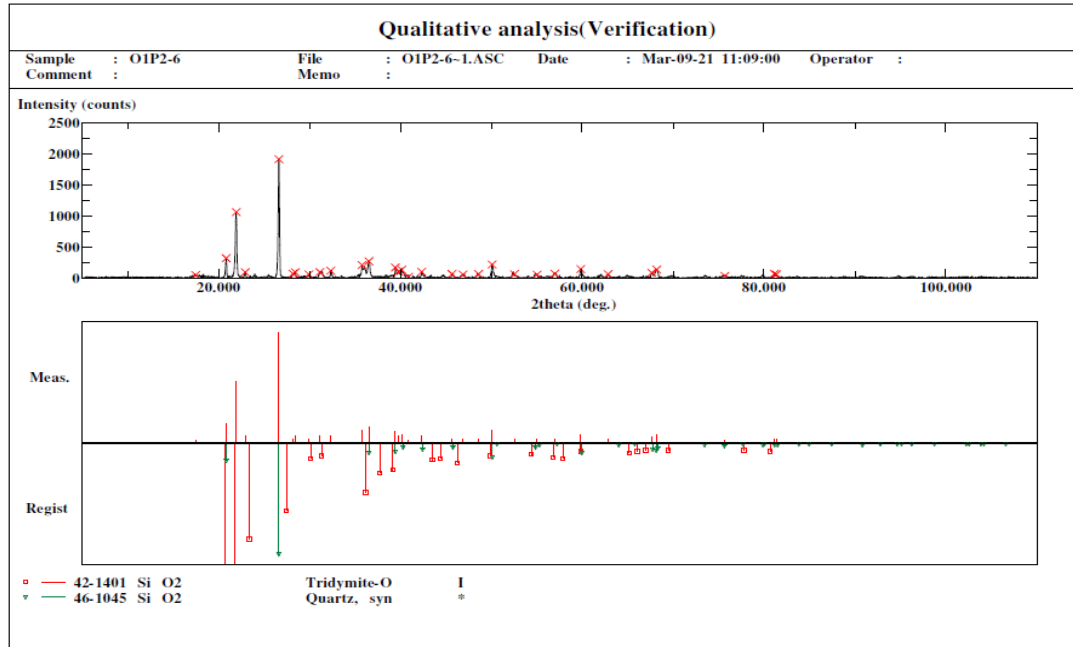


Şekil 4.46. PKS-Hx ve PKS-Et polimerlerinden Ar gazı altında 1000 °C sıcaklıkta 3, 6, 12 ve 24 saat fırınlanarak üretilen SiC seramiklerinin XRD analizleri **a)** PKS-Hx polimer seramikleri, **b)** PKS-Et polimer seramikleri

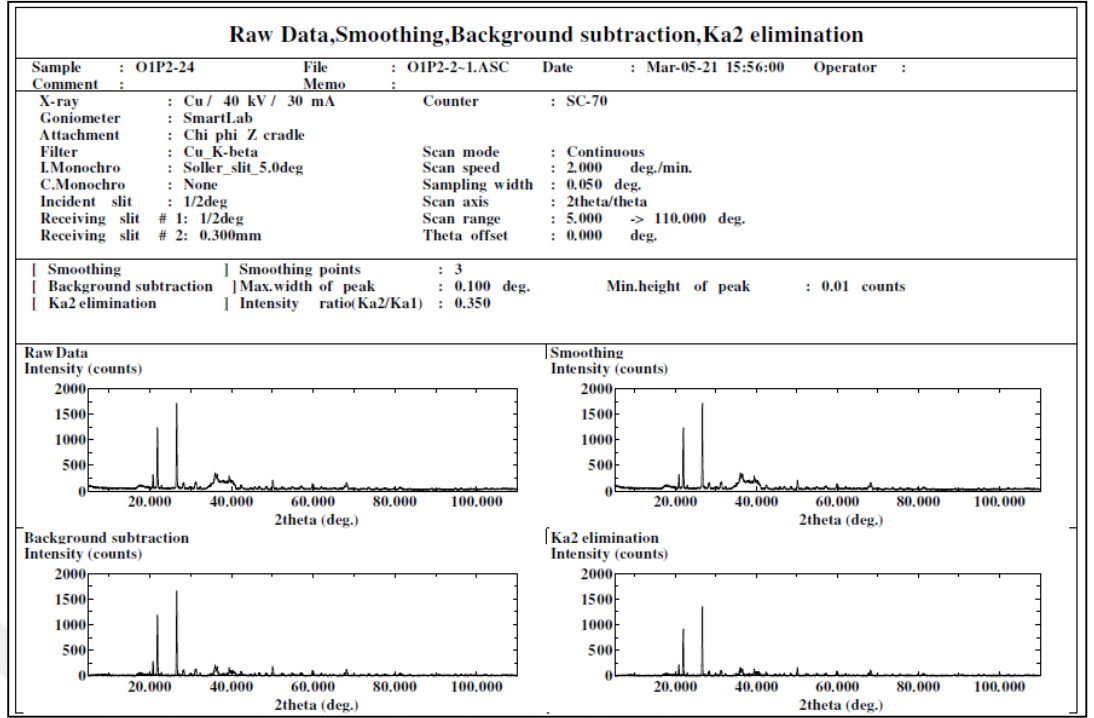
PKS polimerlerinin hava ortamında fırınlanması ile elde edilen toz malzemenin XRay spektroskopisi analizleri yapıldı ve kristal türleri belirlendi. Şekil 4.47 ile Şekil 4.65 arasında verilen analizlerin hepsi hava ortamında 1000 °C, 750 °C ve 500 °C sıcaklıklarında 24 ve 6 saatlerde sentezlenmiş SiO₂ seramiklerine ait XRay sonuçlarını göstermektedir. Şekil 4.62 ve Şekil 4.65 arasında verilen grafikler analiz sonuçlarının karşılaştırılması amacı ile çizilmiştir. Şekil 4.47 ile Şekil 4.61 arasında verilen bütün sonuçlar cihazın ilgili programında çalışılmış olup polimorf yapıdaki kristal yapının ayrıntılı olarak aydınlatılması hedeflenmiştir. Şekil 4.62 ile Şekil 4.65 arasında verilen karşılaştırma amaçlı grafikler herhangi bir programda işlenmeden olduğu gibi çizilen grafiklerdir.



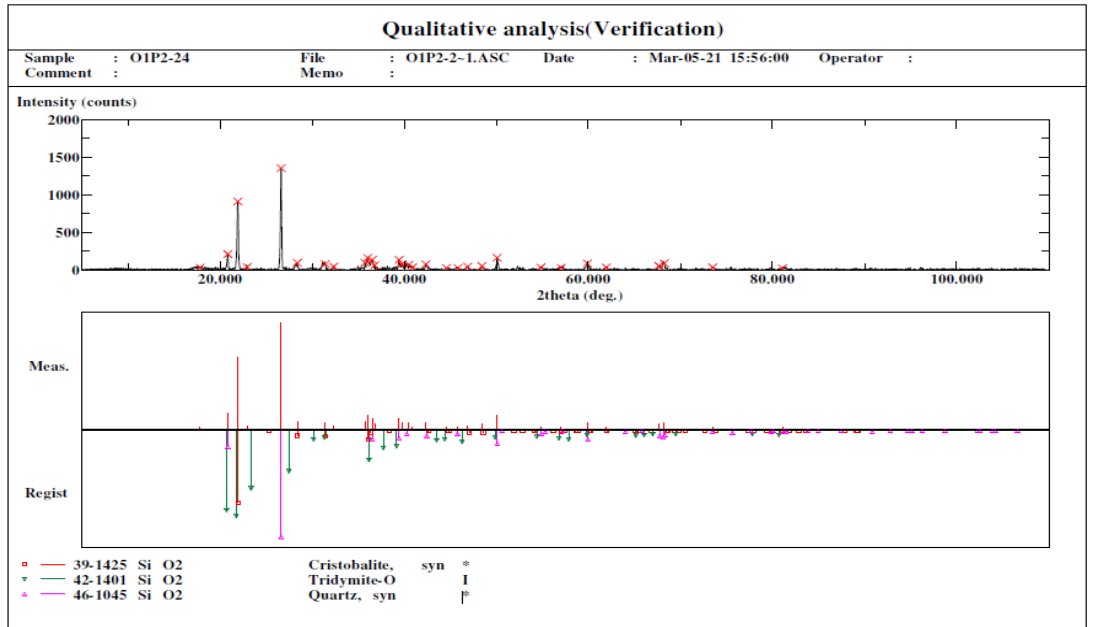
Şekil 4.47. PKS-Hx polimerinden (P2) 1000 °C sıcaklıkta 6 saatte hava altında sentezlenen SiO₂ seramiğinin XRD analiz sonuçları



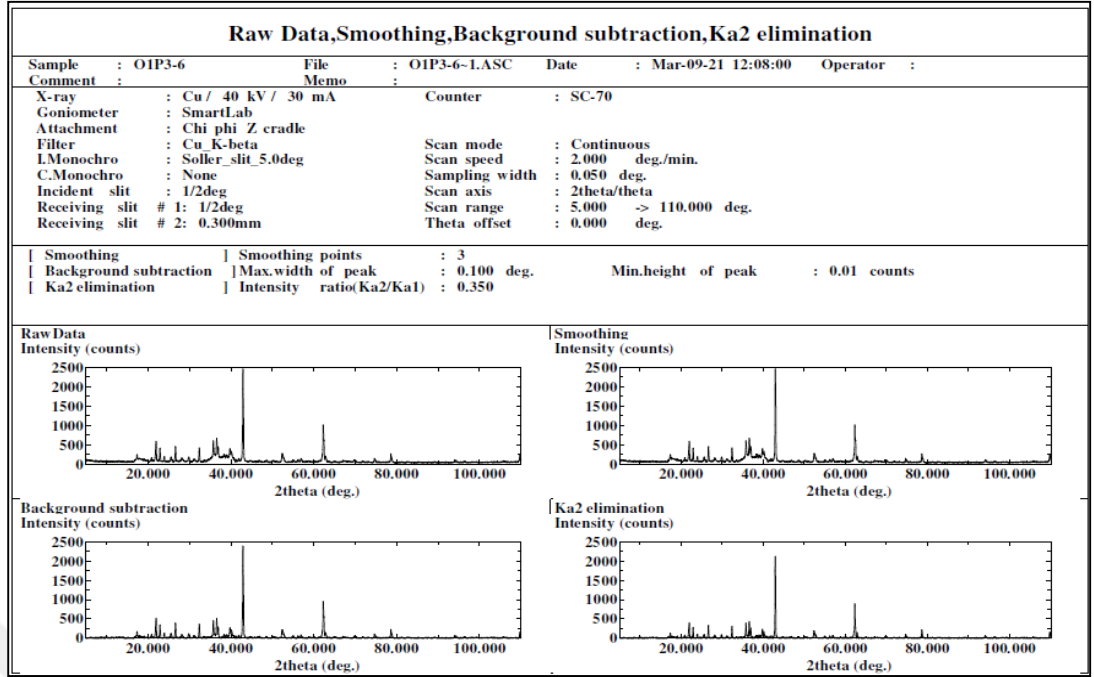
Şekil 4.48. PKS-Hx polimerinden (P2) 1000 °C sıcaklıkta 6 saatte hava altında sentezlenen SiO₂ seramiğinin XRD analiz sonuçları ve PDF analiz dosya numaraları



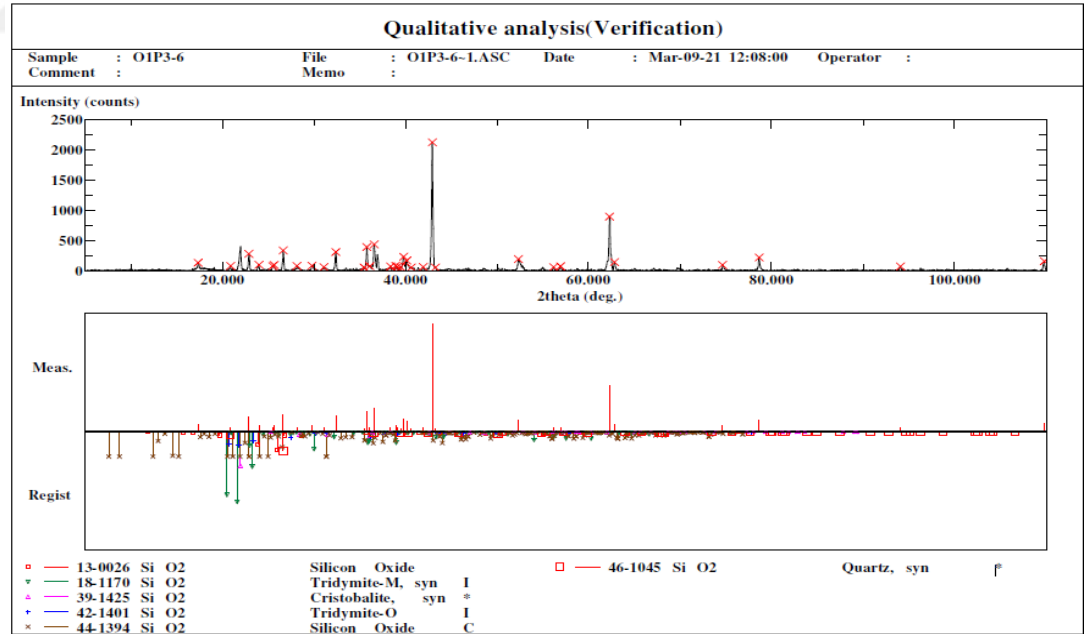
Şekil 4.49. PKS-Hx polimerinden (P2) 1000 °C sıcaklıkta 24 saatte hava altında sentezlenen SiO₂ seramiğinin XRD analiz sonuçları



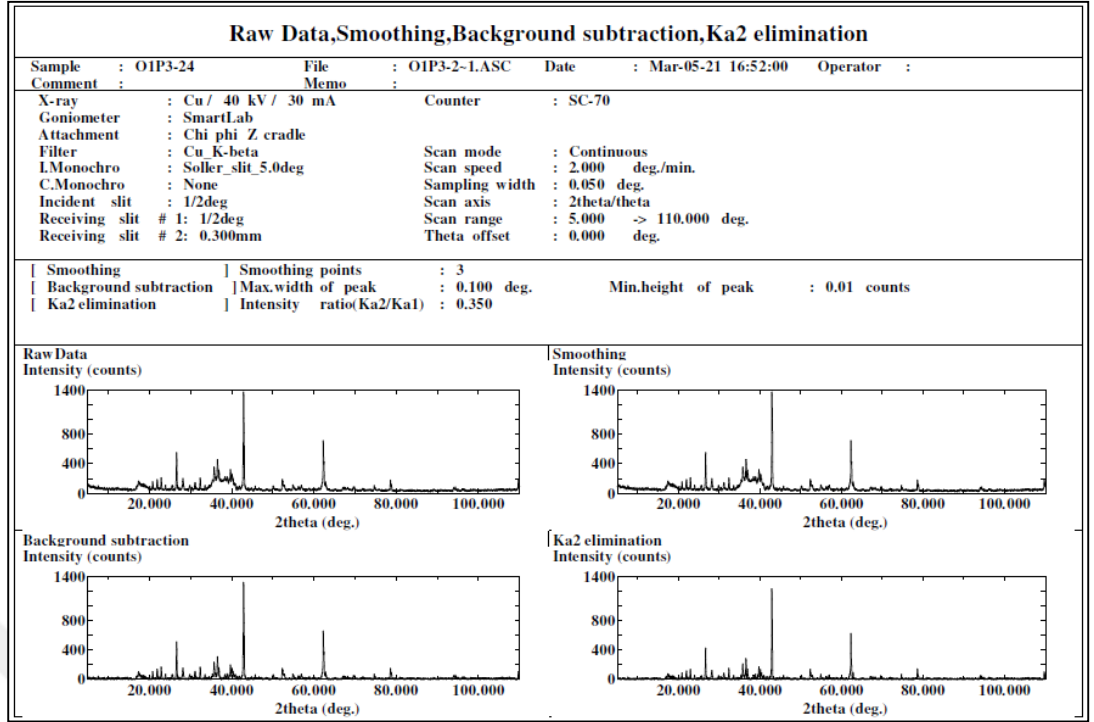
Şekil 4.50. PKS-Hx polimerinden (P2) 1000 °C sıcaklıkta 24 saatte hava altında sentezlenen SiO₂ seramiğinin XRD analiz sonuçları ve PDF analiz dosya numaraları



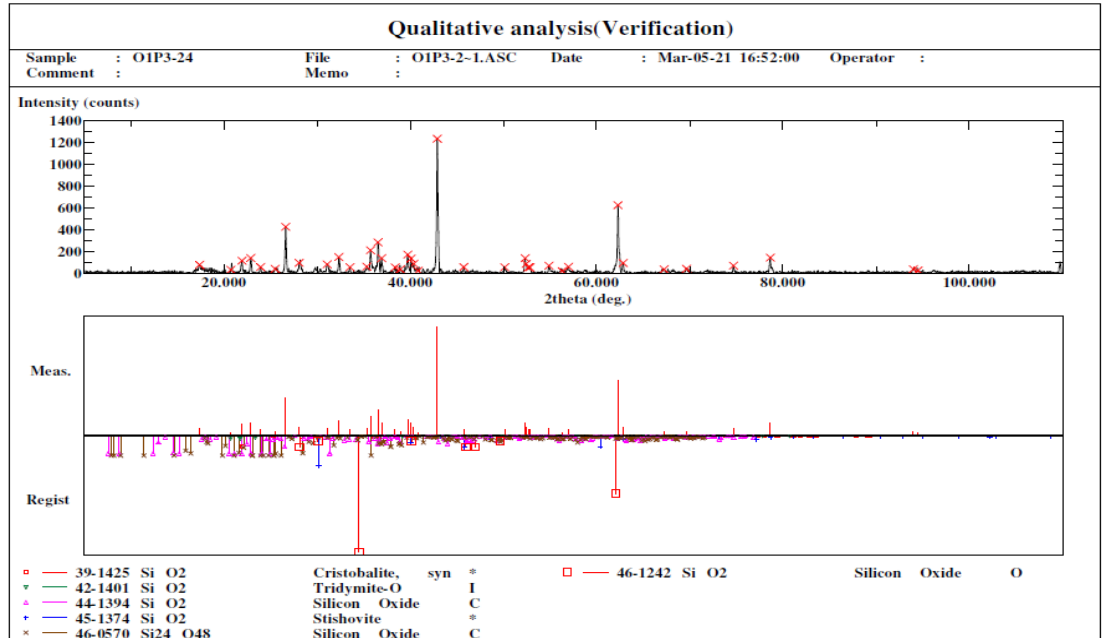
Şekil 4.51. PKS-Et polimerinden (P3) 1000 °C sıcaklıkta 6 saatte hava altında sentezlenen SiO₂ seramiğinin XRD analiz sonuçları



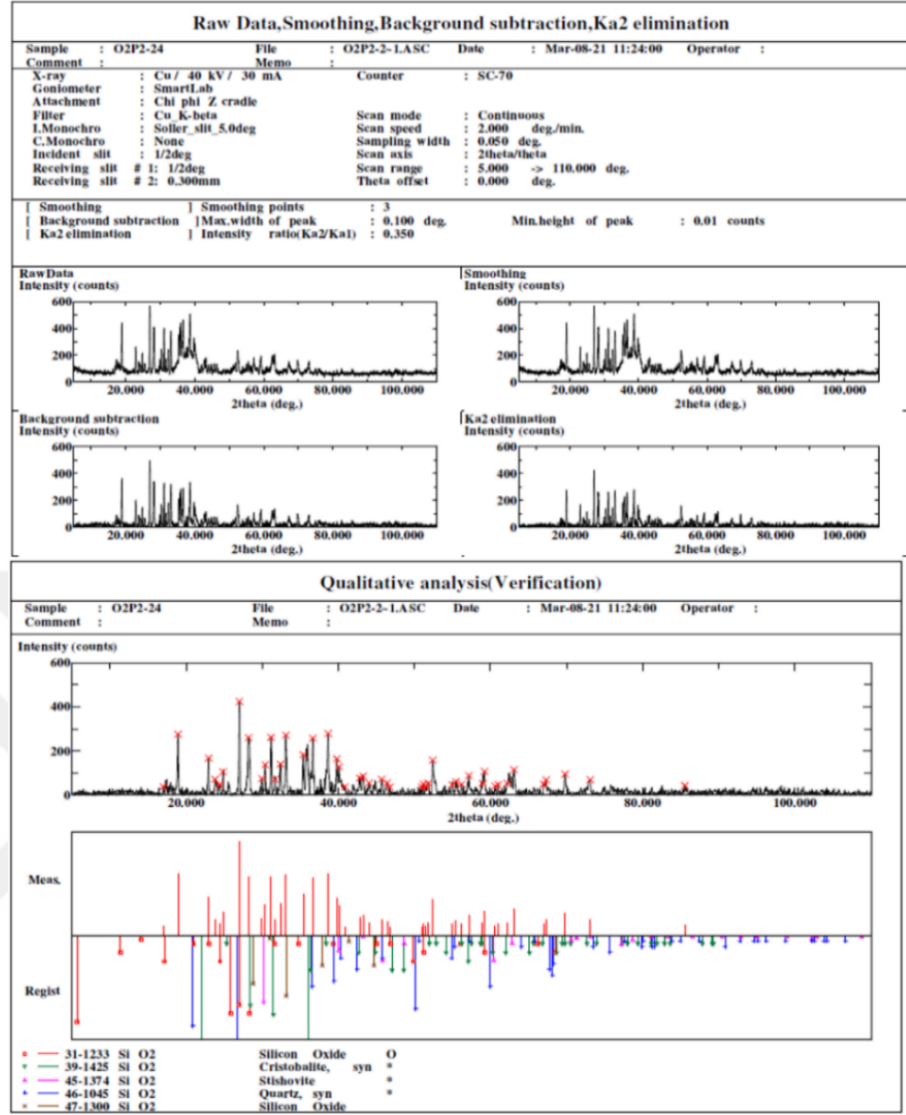
Şekil 4.52. PKS-Et polimerinden (P3) 1000 °C sıcaklıkta 6 saatte hava altında sentezlenen SiO₂ seramiğinin XRD analiz sonuçları ve PDF analiz dosya numaraları



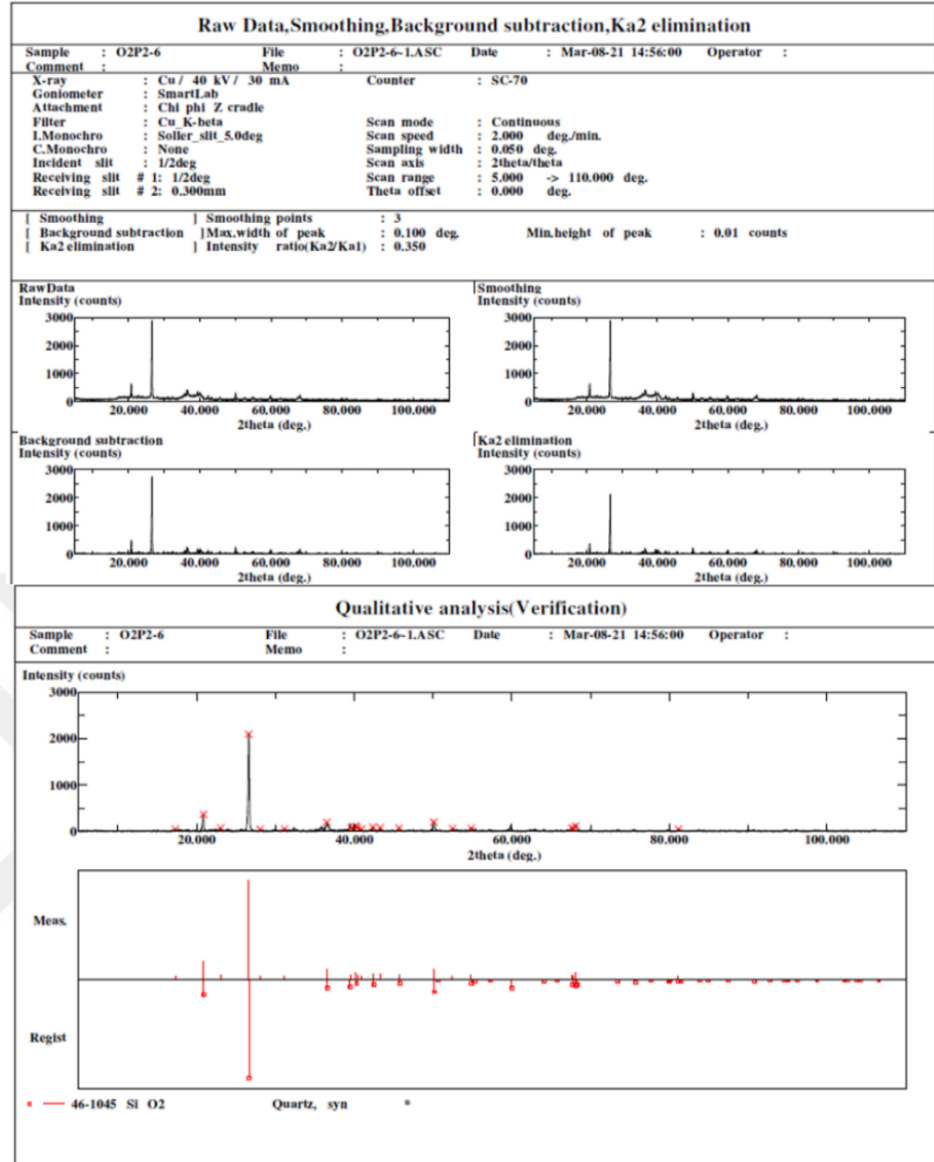
Şekil 4.53. PKS-Et polimerinden (P3) 1000 °C sıcaklıkta 24 saatte hava altında sentezlenen SiO₂ seramiğinin XRD analiz sonuçları



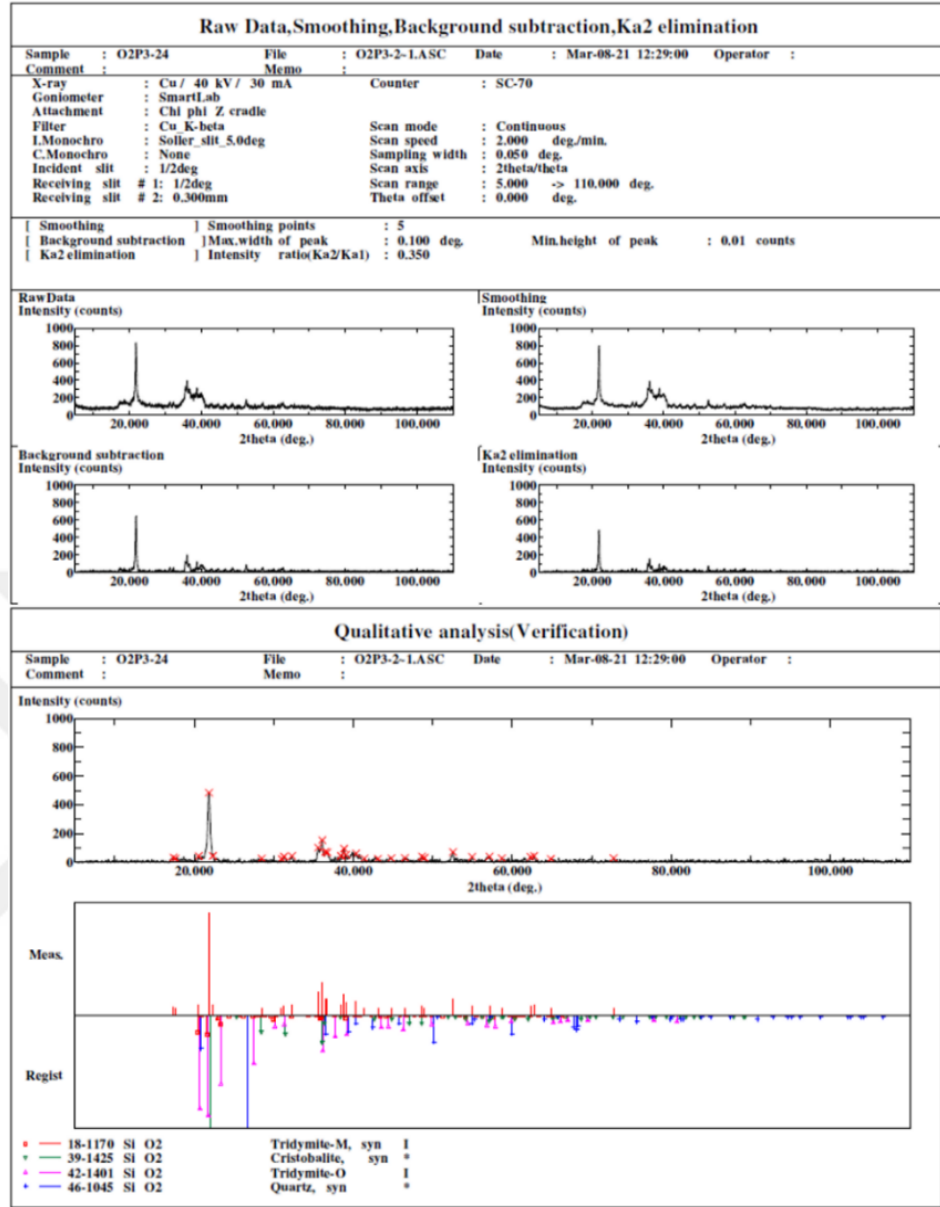
Şekil 4.54. PKS-Et polimerinden (P3) 1000 °C sıcaklıkta 24 saatte hava altında sentezlenen SiO₂ seramiğinin XRD analiz sonuçları ve PDF analiz dosya numaralar



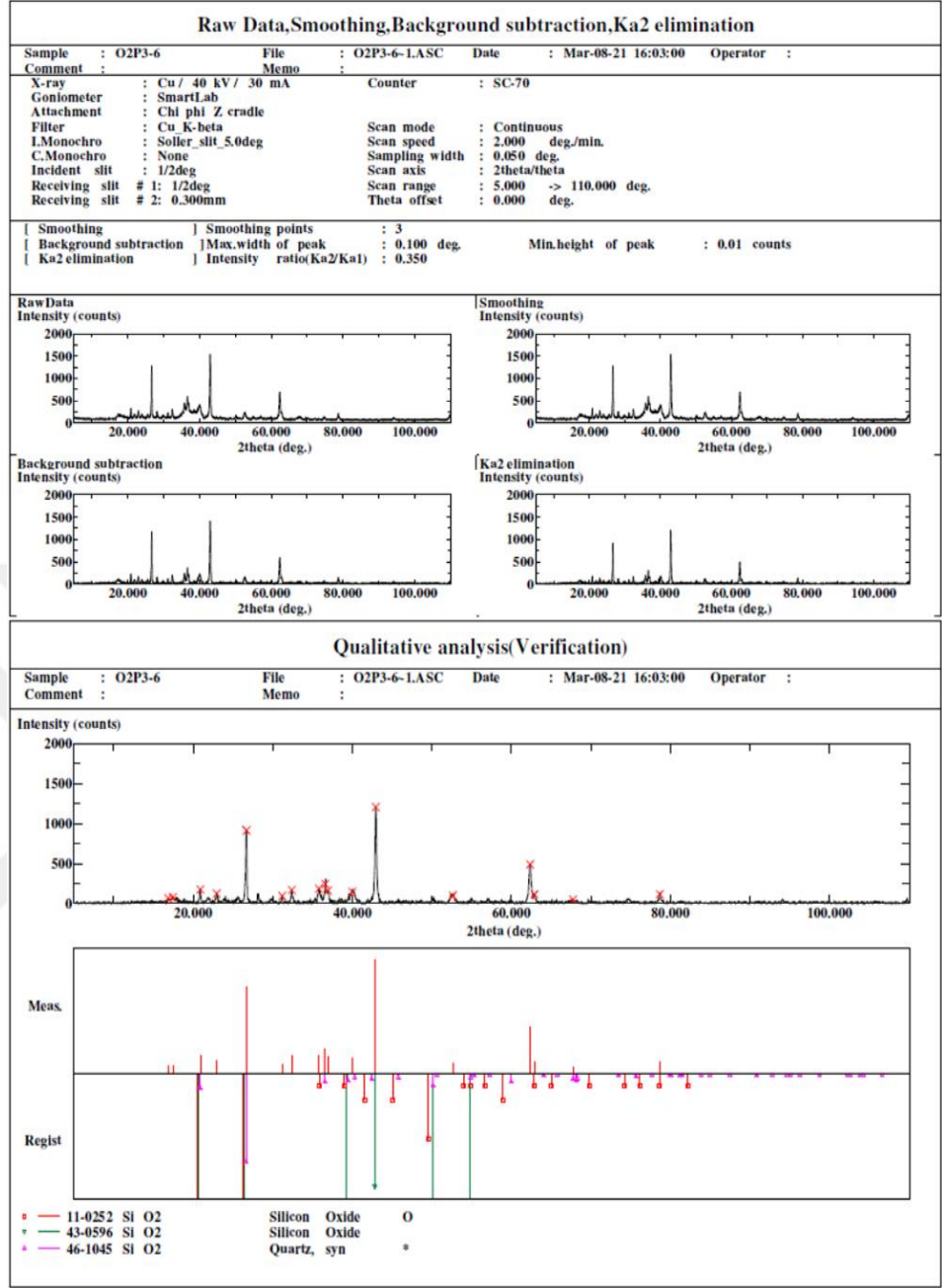
Şekil 4.55. PKS-Hx polimerinin (P2) 750 °C sıcaklıkta hava altında 24 saat fırınlanması ile sentezlenen seramiğin X-Ray Spektroskopisi analiz sonuçları



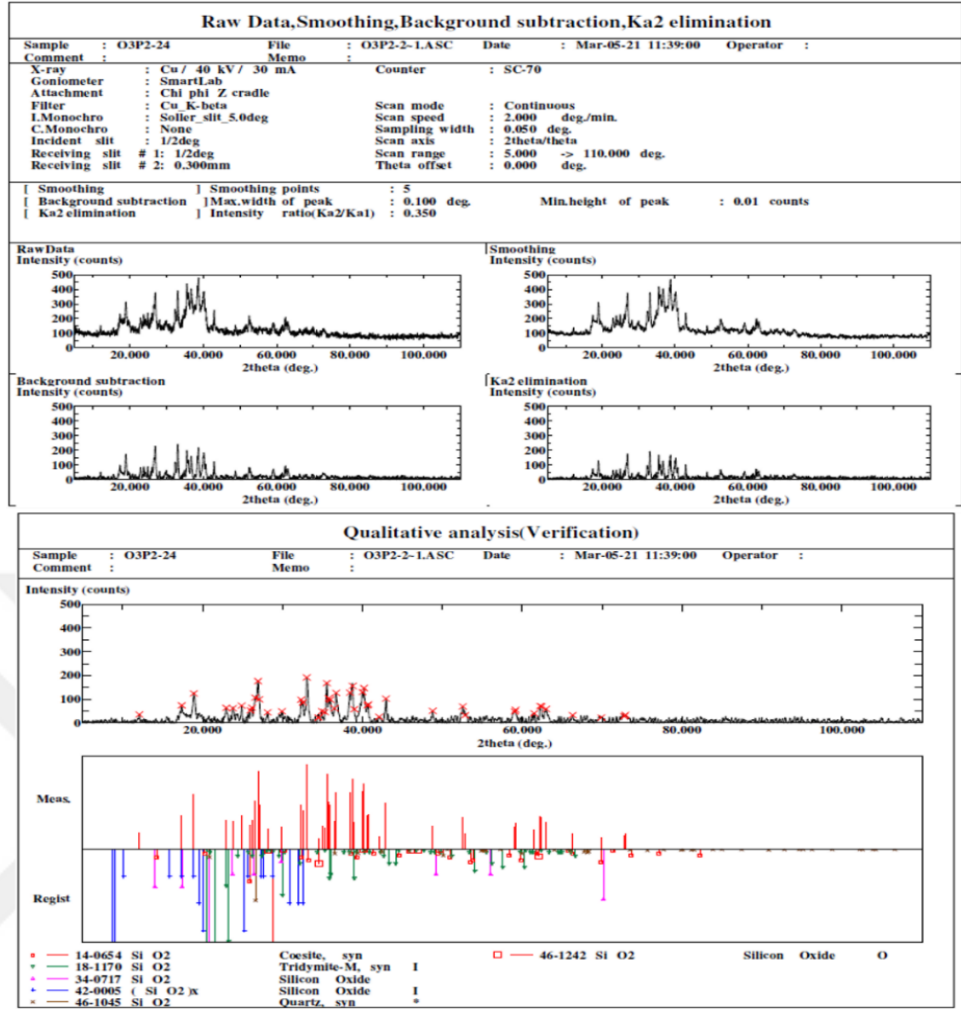
Şekil 4.56. PKS-Hx polimerinin (P2) 750 °C sıcaklıkta hava altında 6 saat fırınlanması ile sentezlenen seramiğin X-Ray Spektroskopisi analiz sonuçları



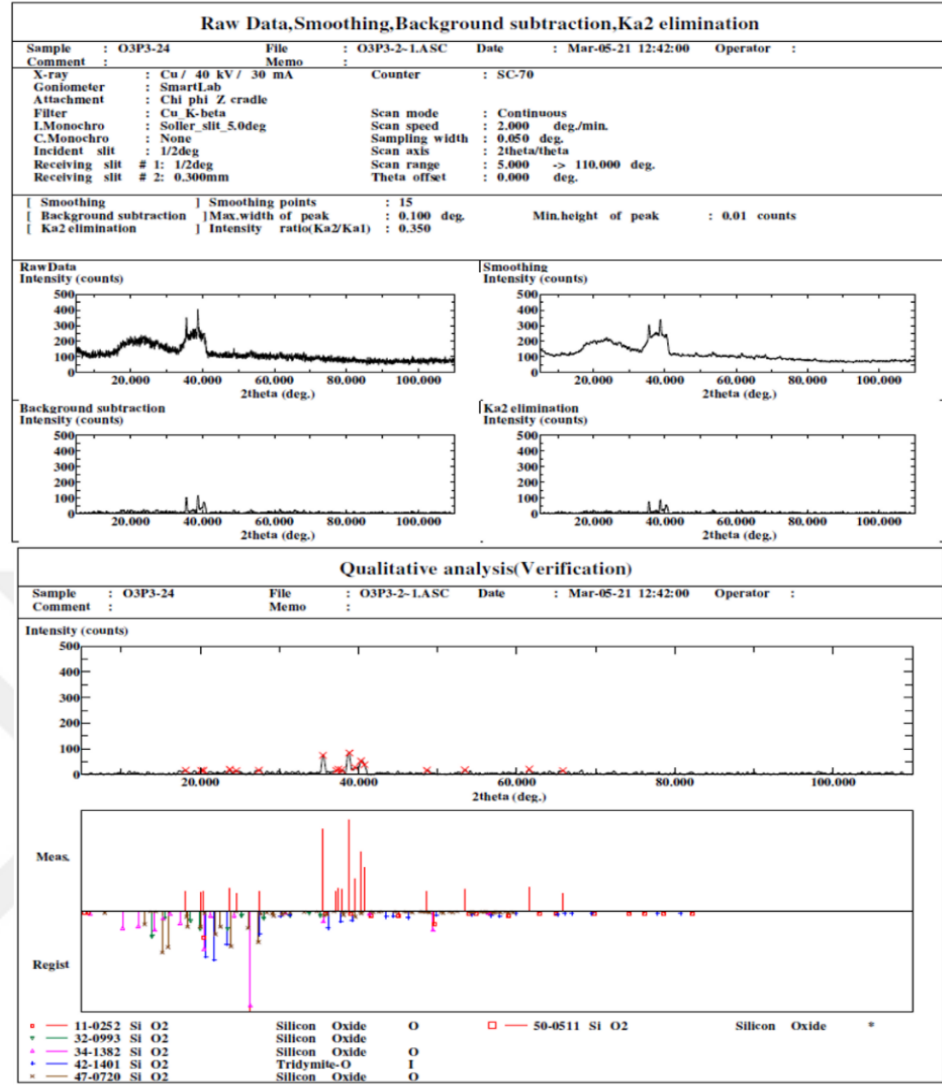
Şekil 4.57. PKS-Et polimerinin (P3) 750 °C sıcaklıkta hava altında 24 saat fırınlanması ile sentezlenen seramiğin X-Ray Spektroskopisi analiz sonuçları



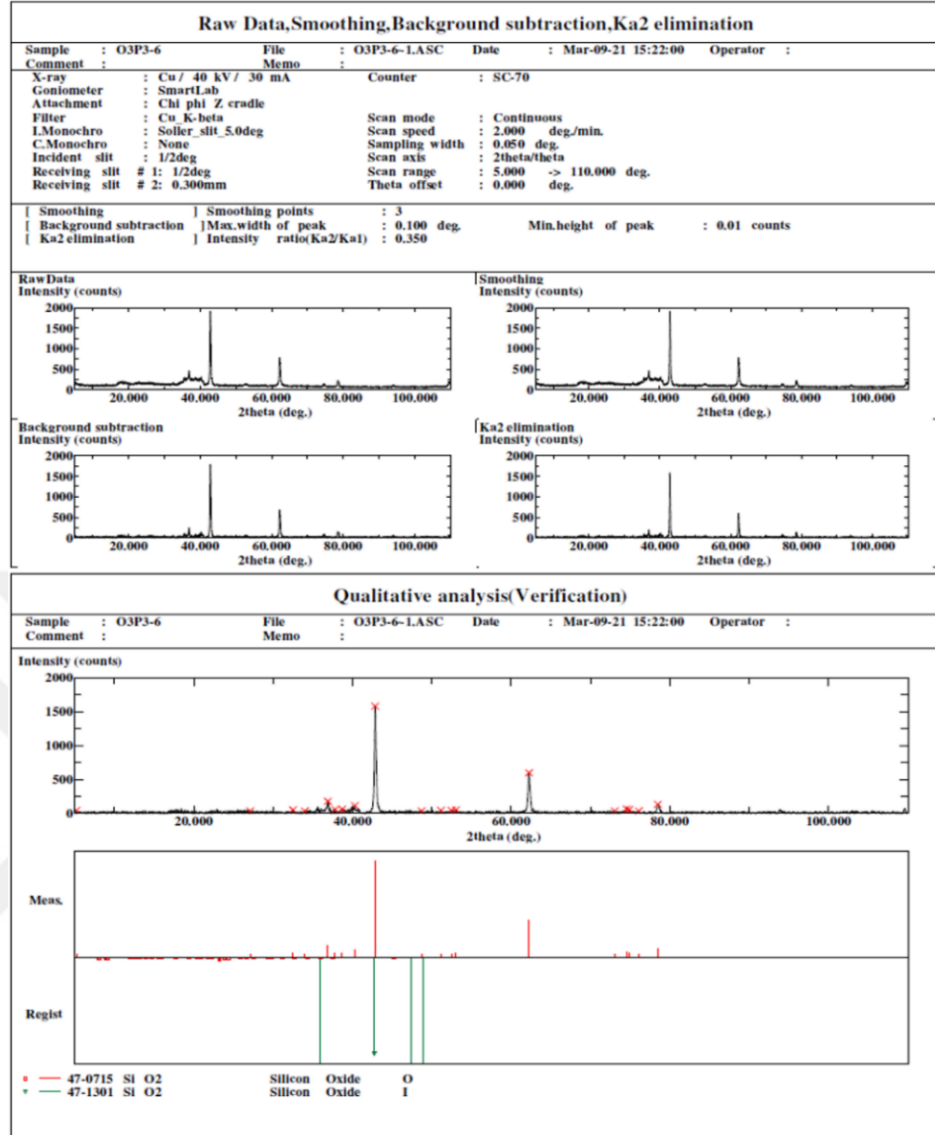
Şekil 4.58. PKS-Et polimerinin (P3) 750 °C sıcaklıkta hava altında 6 saat fırınlanması ile sentezlenen seramiğin X-Ray Spektroskopisi analiz sonuçları



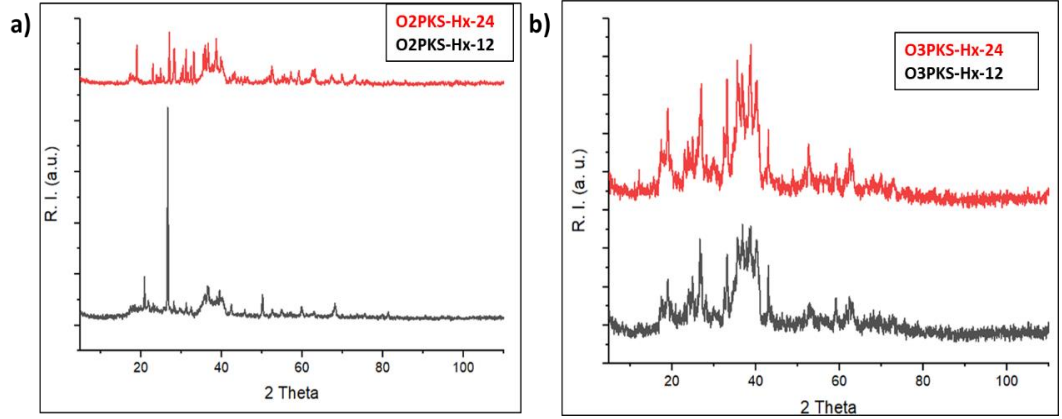
Şekil 4.59. PKS-Hx polimerinin (P2) 500 °C sıcaklıkta hava altında 24 saat fırınlanması ile sentezlenen seramiğin X-Ray Spektroskopisi analiz sonuçları



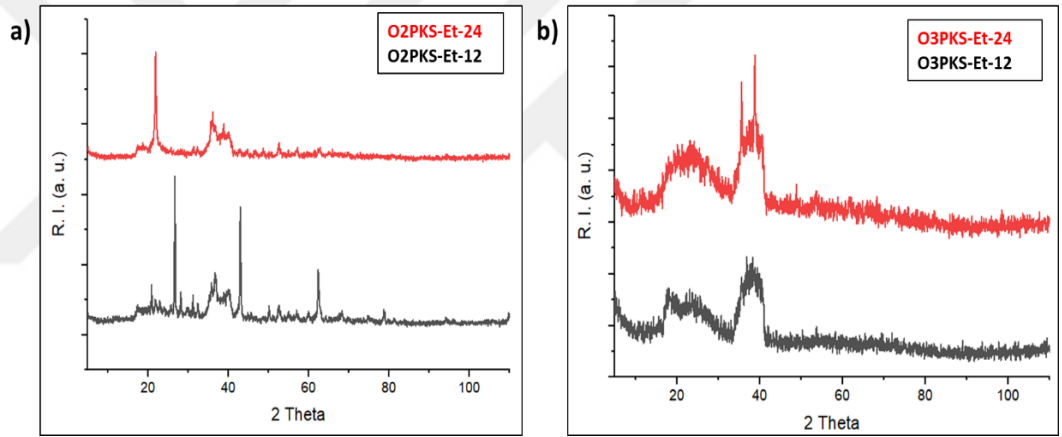
Şekil 4.60. PKS-Et polimerinin (P3) 500 °C sıcaklıkta hava altında 24 saat fırınlanması ile sentezlenen seramiğin X-Ray Spektroskopisi analiz sonuçları



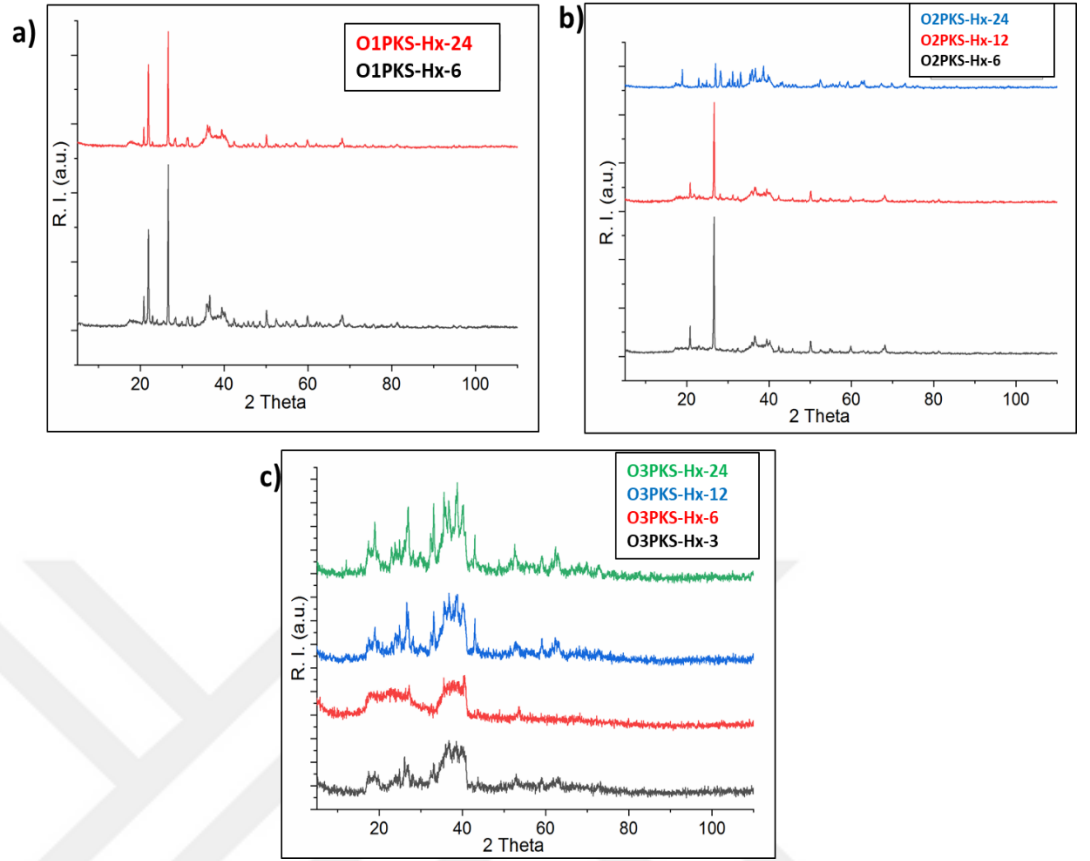
Şekil 4.61. PKS-Et polimerinin (P3) 500 °C sıcaklıkta hava altında 6 saat fırınlanması ile sentezlenen seramiğin X-Ray Spektroskopisi analiz sonuçları



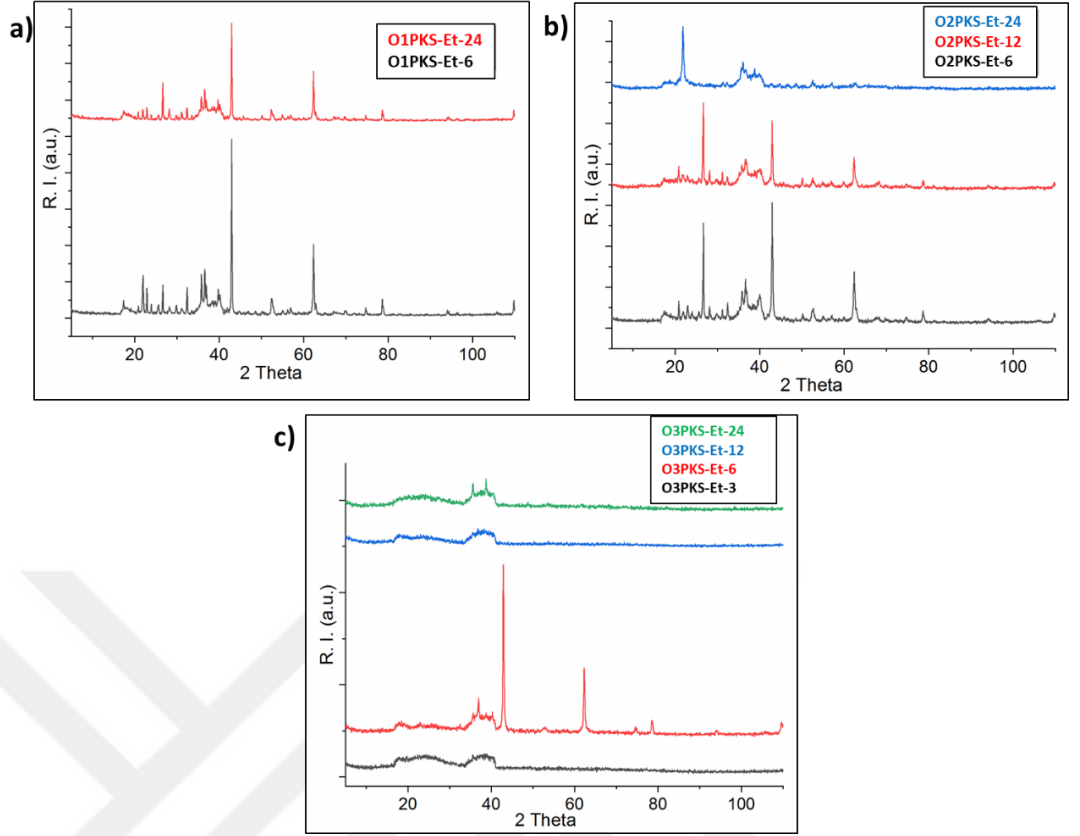
Şekil 4.62. PKS-Hx polimerinden hava ortamında 12 ile 24 saat fırınlanarak üretilen SiO₂ seramiklerinin XRD analizleri **a)**750 °C, **b)**500 °C sıcaklıklarda üretilen seramikler



Şekil 4.63. PKS-Et polimerinden hava ortamında 12 ile 24 saat fırınlanarak üretilen SiO₂ seramiklerinin XRD analizleri **a)**750 °C, **b)**500 °C sıcaklıklarda üretilen seramikler



Şekil 4.64. PKS-Hx polimerinden hava ortamında 3, 6, 12 ve 24 saat fırınlanarak üretilen SiO₂ seramiklerinin XRD analizleri; **a)** 1000 °C’ de 6 ve 24 saat fırınlanan seramikler, **b)** 750 °C’ de 6, 12 ve 24 saat fırınlanan seramikler, **c)** 500 °C’ de 3, 6, 12 ve 24 saat fırınlanan seramikler



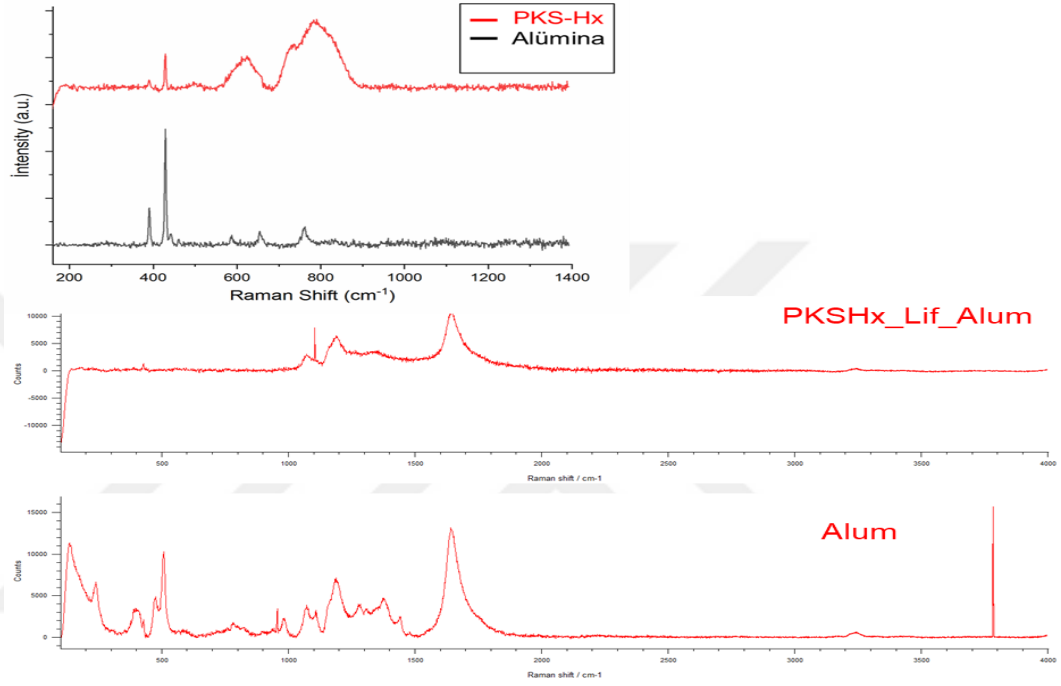
Şekil 4.65. PKS-Et polimerinden hava ortamında 3, 6, 12 ve 24 saat fırınlanarak üretilen SiO₂ seramiklerinin XRD analizleri; **a)** 1000 °C’ de 6 ve 24 saat fırınlanan seramikler, **b)** 750 °C’ de 6, 12 ve 24 saat fırınlanan seramikler, **c)** 500 °C’ de 3, 6, 12 ve 24 saat fırınlanan seramikler

4.6. PKS-Hx ve PKS-Et Polimerlerinden Üretilen Seramik Filmlerin Raman Analizleri

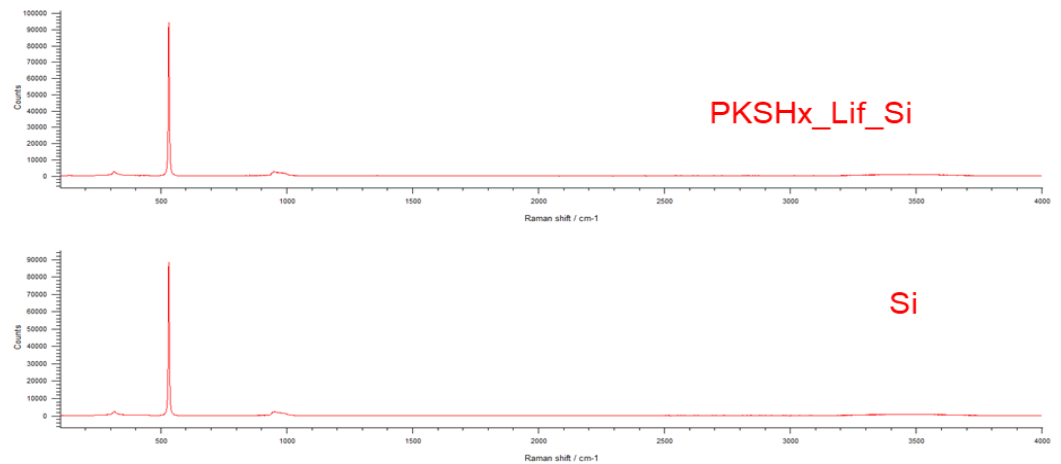
Seramik malzemeler elmas gibi Raman aktiftir ve kendilerine özgü Raman spektrumlarına sahiptirler. Bu maddeleri tanımlamada Raman analizi önem arz etmektedir. Ancak karbonun allotropları olan elmas, grafit ve karbon nanotüpün sahip olduğu Raman spektrumları ile karıştırmamak gerekmektedir. Polikristal yapıya sahip SiC seramiklerinin Raman spektrumlarında 1000 ile 2000 cm^{-1} arasında çok sayıda birbirine girişim yapmış pik verirler. SiC seramikleri Raman spektrumlarında genel olarak 1334, 1345, 1326, 1602, 1598 ve 1605 cm^{-1} kaymalarında pikler verirler. 1334, 1345 and 1326 cm^{-1} civarında gelen geniş bandlar D band, hemen bu piklerden birine bağlı olarak gelen diğer geniş ve şiddetli bandlar da 1602, 1598, ve 1605 cm^{-1} G band olarak adlandırılırlar (Nur ve Toppare, 2013; Rice, 1983; Trassla ve ark., 2000; Rieke ve Chen, 1994; Visscher ve ark., 1993; Visscher ve Bianconi, 1994; Young, 1982; Bradley, 1962; Corro ve ark., 2011). Karbon atomundan oluşmuş seramiklerin (grafit ve elmas benzeri karbon gibi) verdiği Raman spektrumu ile SiC' nin Raman spektrumu benzer olduğu için bunlar hemen hemen aynı sonucu verirler. Aşağıda Şekil 4.66 – 4.68 incelendiğinde PKS-Hx ve PKS-Et polimerlerinden üretilen seramiklerin 2'de karbon seramik türleri ile aynı Raman kaymalarına sahip oldukları gözlemlendi. Ayrıca spektrumlarda kaplanan yüzeylerden gelen Raman pikleri de seramik pikleri ile girişim yapmaktadırlar. Malzemelerin Raman analizleri Şekil 4.66 ile Şekil 4.69 arasında verilen grafiklerden de anlaşıldığı üzere 532 nm ve 785 nm olmak üzere 2 farklı dalga boylarında alınabilmektedir. Bu malzemenin Raman aktif olduğu dalga boyu olmaktadır. Farklı dalga boyunda Raman aktif bir spektrum gözlenmemiştir. Raman analizleri yüzeylerde bölgesel alınmaktadır ve analizin yapıldığı bölgelerde yüzeyi kaplayan bir film varlığı nedeni ile boş yüzeylerden farklı bir Raman spektrumu elde edilmiştir. Yüzeylerin SEM-EDX görüntüleme sonuçları Şekli 4.83 ile Şekil 4.90'da verilmiştir.

PKS-Hx ve PKS-Et polimerlerinden Çizelge 3.9’da belirtildiği gibi PKSHx-PS ve PKSEt-PS çözeltileri hazırlandı ve EE yöntemi ile lif üretildi. Çizelge 3.7 ve Çizelge 3.8’de belirtildiği gibi polimer lifleri alümina ve Si yüzeylere kaplanarak fırınılandı.

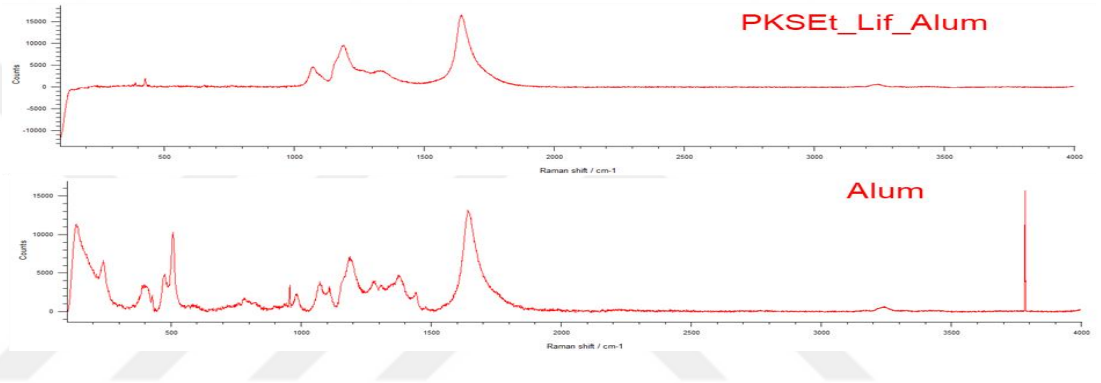
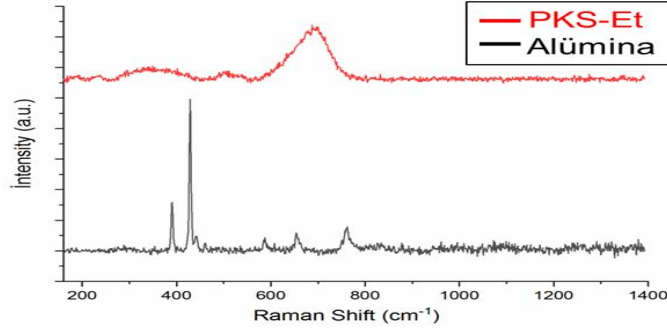
Üretilen seramik filmlerin Raman analizleri Şekil 4.66, Şekil 4.67, Şekil 4.68 ve Şekil 4.69’da verilmiştir.



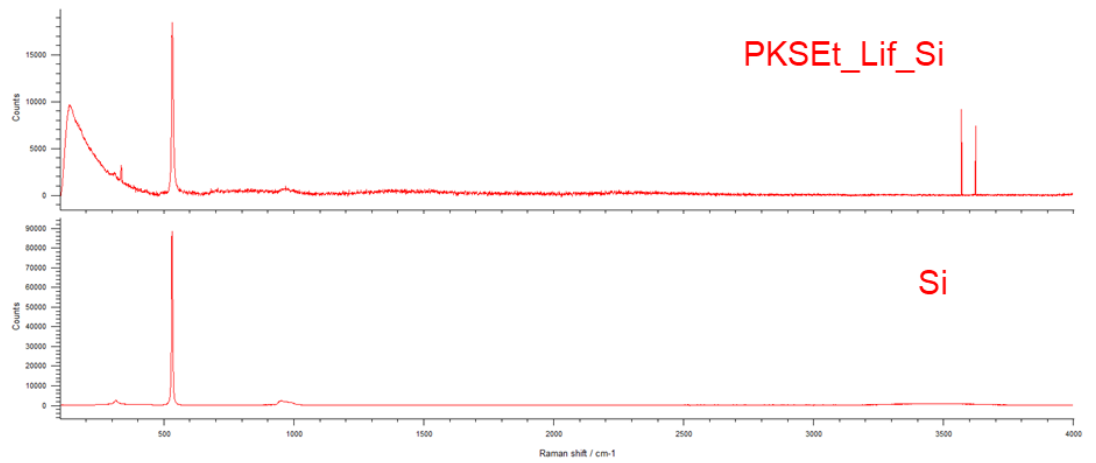
Şekil 4.66. PKS-Hx polimeri ile kaplanan ve 1000 °C’de Ar gazı altında fırınlanan alümina yüzeylerin Raman analizleri: PKS-Hx polimeri damlatarak kaplanan alümina yüzey kaplaması (PKSHx), PKS-Hx polimerinin EE ile alümina yüzey kaplaması (PKSHx_Lif_Alum), , boş alümina yüzey (Alum)



Şekil 4.67. PKS-Hx polimeri ile kaplanan ve 1000 °C’de Ar gazı altında fırınlanan alümina yüzeylerin Raman analizleri: PKS-Hx polimerinin EE ile silisyum yüzey kaplaması (PKSHx_ Lif_Si), boş silisyum yüzey (Si)



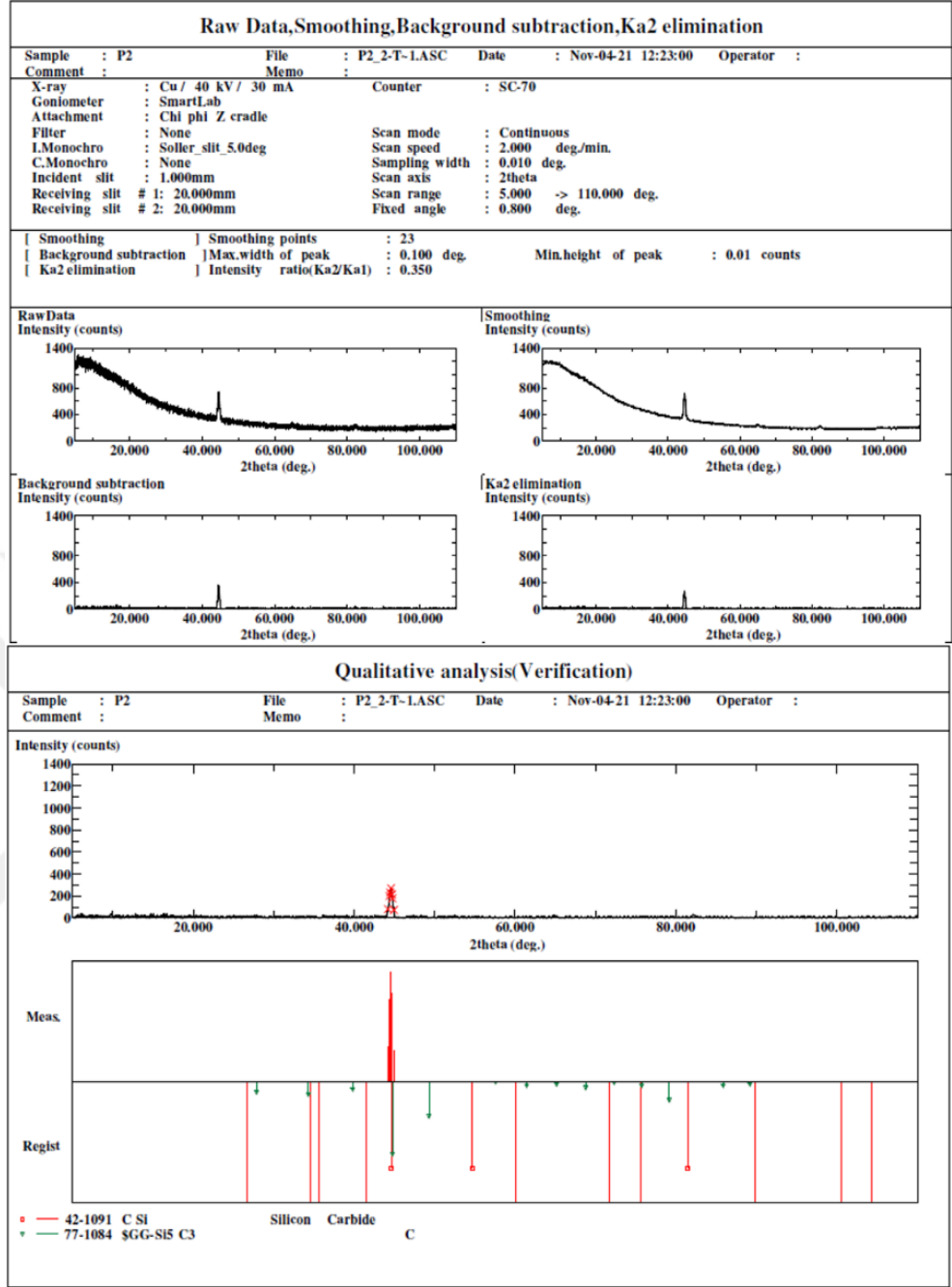
Şekil 4.68. PKS-Et polimeri ile kaplanan ve 1000 °C’de Ar gazı altında fırınlanan alümina yüzeylerin Raman analizleri: PKS-Et polimeri damlatarak kaplanan alümina yüzey kaplaması (PKSEt), PKS-Et polimerinin EE ile alümina yüzey kaplaması (PKSEt_Lif_Alum), , boş alümina yüzey (Alum)



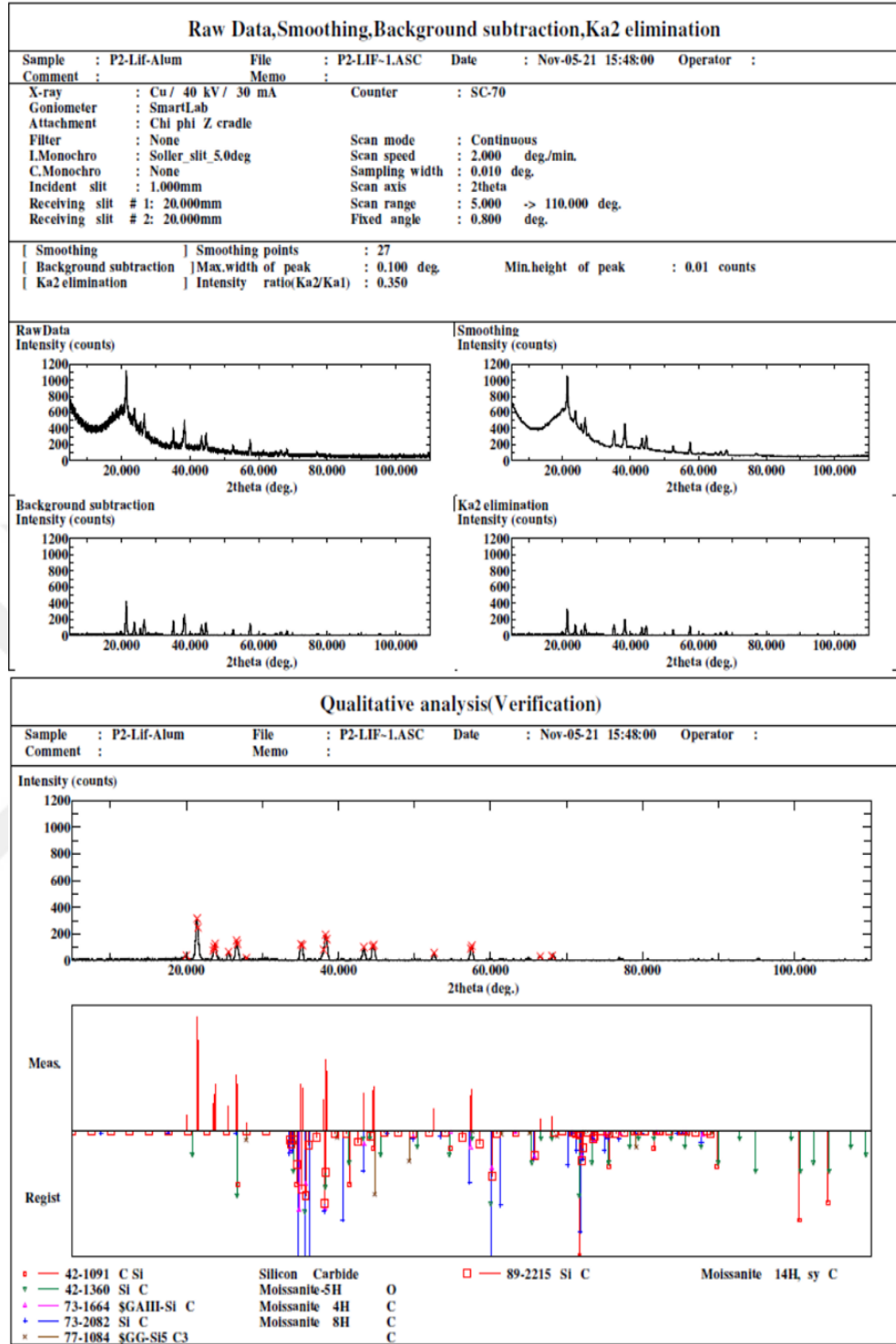
Şekil 4.69. PKS-Et polimeri ile kaplanan ve 1000 °C’de Ar gazı altında fırınlanan alümina yüzeylerin Raman analizleri: PKS-Et polimerinin EE ile silisyum yüzey kaplaması (PKSEt_Lif_Si), boş silisyum yüzey (Si)

Sentezlenen seramik filmlerin kristal yapısında olup olmadığı ve bu kristallerin türleri X-Ray analizi ile belirlenmiştir. Alümina ve Si-disk yüzeylerine kaplı PKS polimerlerinin Ar(g) altında fırınlanması ile elde edilen film kaplı yüzeylerin X-Ray spektroskopisi analizleri yapıldı ve yüzeyde oluşmuş olan film için kristal türleri belirlendi.

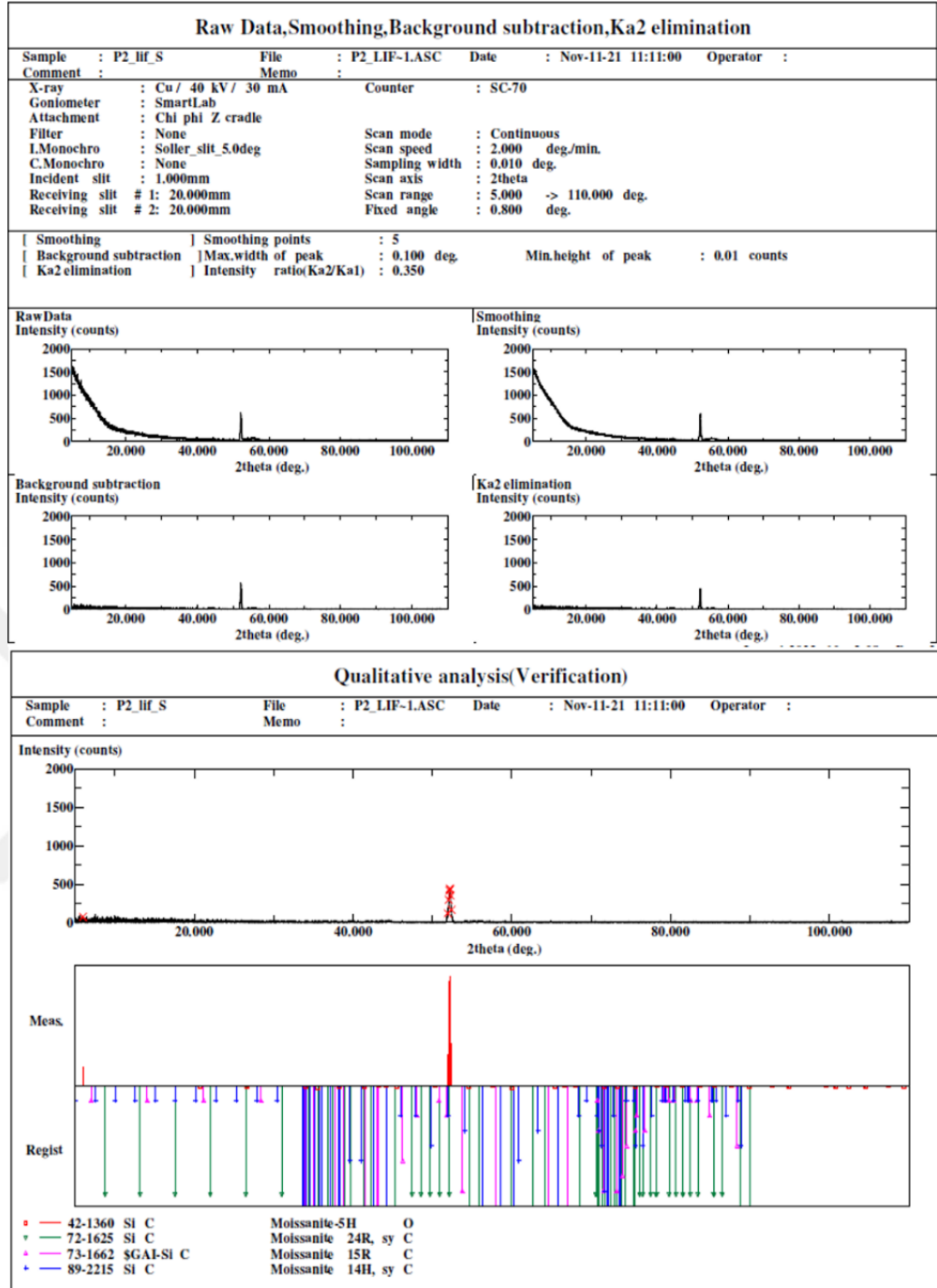
Şekil 4.70 ile Şekil 4.75 arasında verilen analizlerin hepsi Ar(g) altında 1000 °C sıcaklıklarında 2 saatte sentezlenmiş SiC seramiklerine ait X-Ray sonuçlarını göstermektedir. Analiz sonuçları cihazın ilgili programında çalışılmış olup polimorf yapıdaki kristal yapının ayrıntılı olarak aydınlatılması hedeflenmiştir. Bu grafikler incelendiğinde gözlenen 30 ile 40° arasındaki piklerin β -SiC kristal yapısındaki seramiğe ait olduğu belirlenmiştir (Shi, Y.F. vd 2006). O halde yüzeyde üretilen filmin kristal yapısı da polikristal bir yapıda olup β -SiC seramik türündendir.



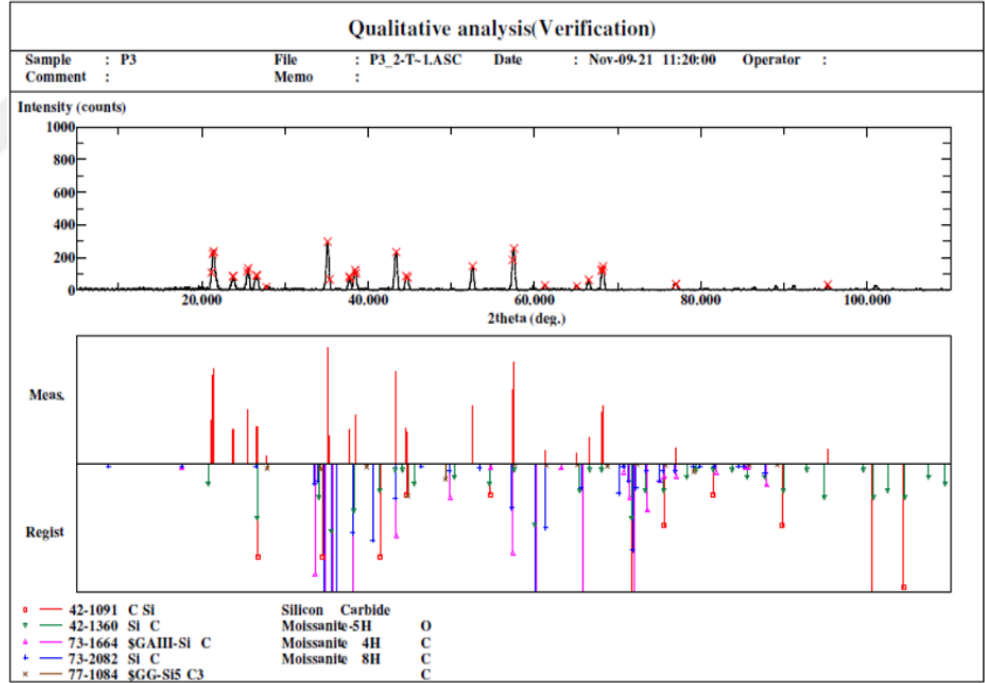
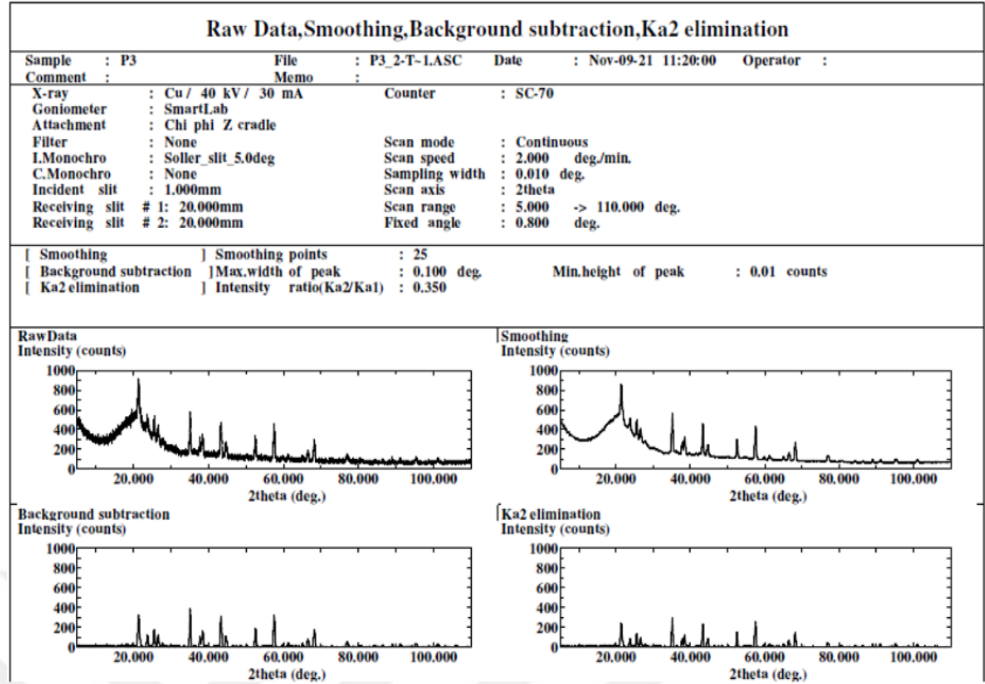
Şekil 4.70. Alümina yüzey üzerinde PKS-Hx polimerinin çözeltisinden oluşturulmuş PKS filminden üretilen SiC filmin X-Ray spektroskopi analizi



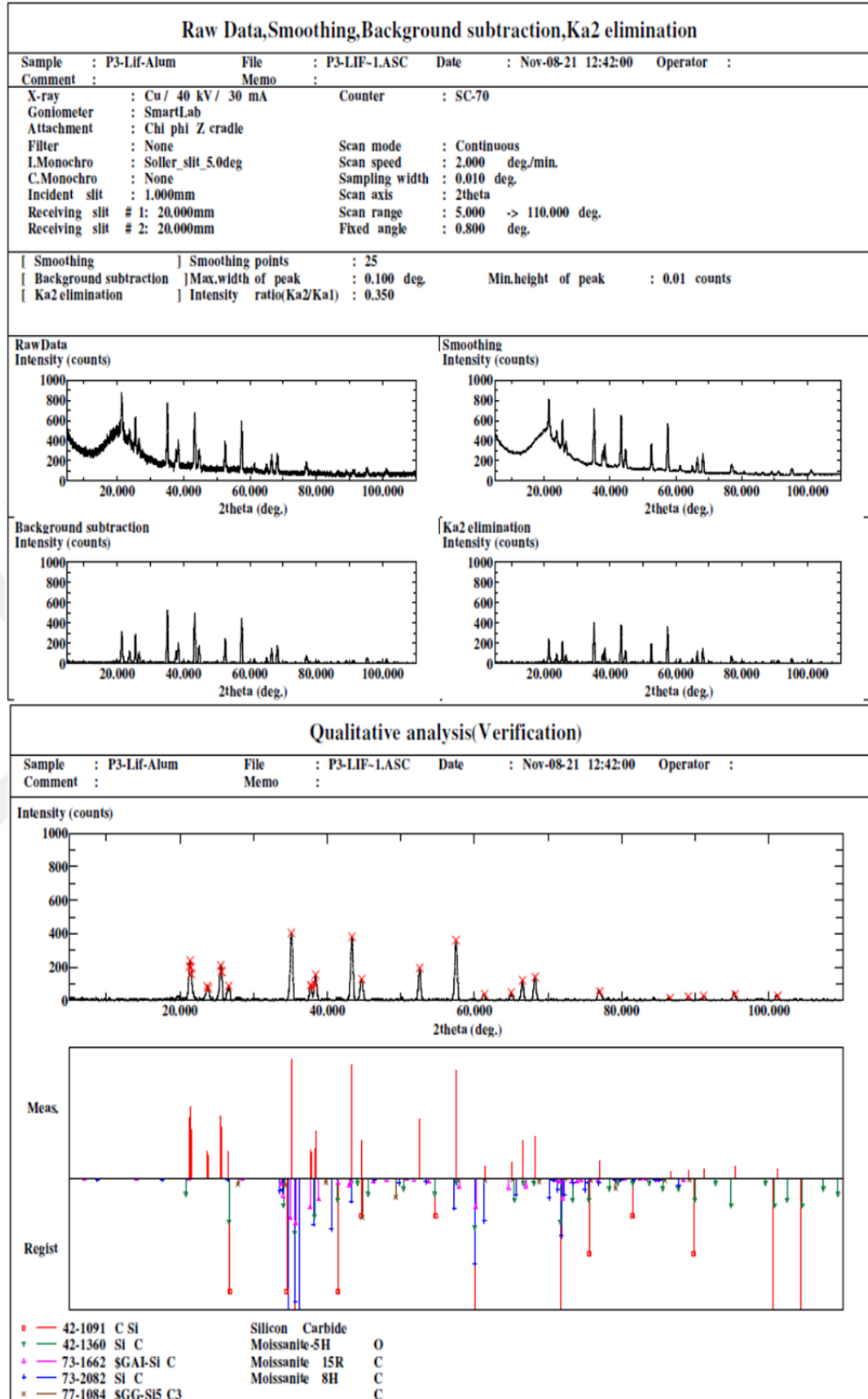
Şekil 4.71. Alümina yüzey üzerinde lif PKS-Hx polimerinden (PKS-Hx -lif-alum) üretilen SiC filmin X-Ray spektroskopi analizi



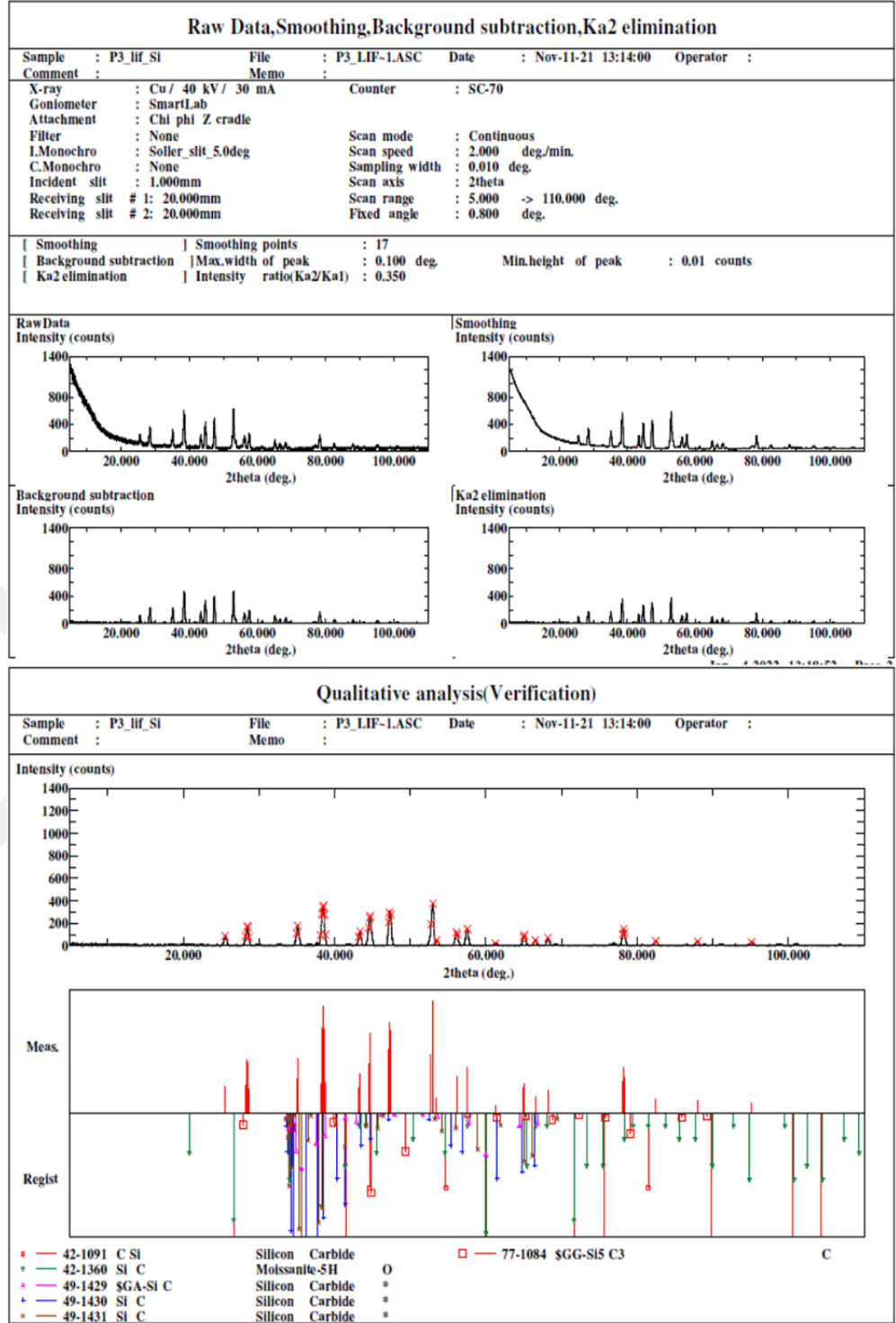
Şekil 4.72. Si-disk yüzey üzerinde lif PKS-Hx polimerinden (PKS-Hx-lif-Si) üretilen SiC filmin X-Ray spektroskopi analizi



Şekil 4.73. Alümina yüzey üzerinde PKS-Et polimerinin çözeltisinden oluşturulmuş PKS filminden üretilen SiC filmin X-Ray spektroskopi analizi

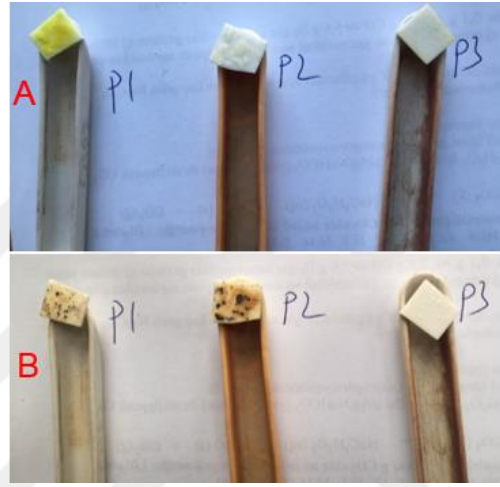


Şekil 4.74. Alümina yüzey üzerinde lif PKS-Et polimerinden (PKS-Et-lif-alum) üretilen SiC filmin X-Ray spektroskopi analizi



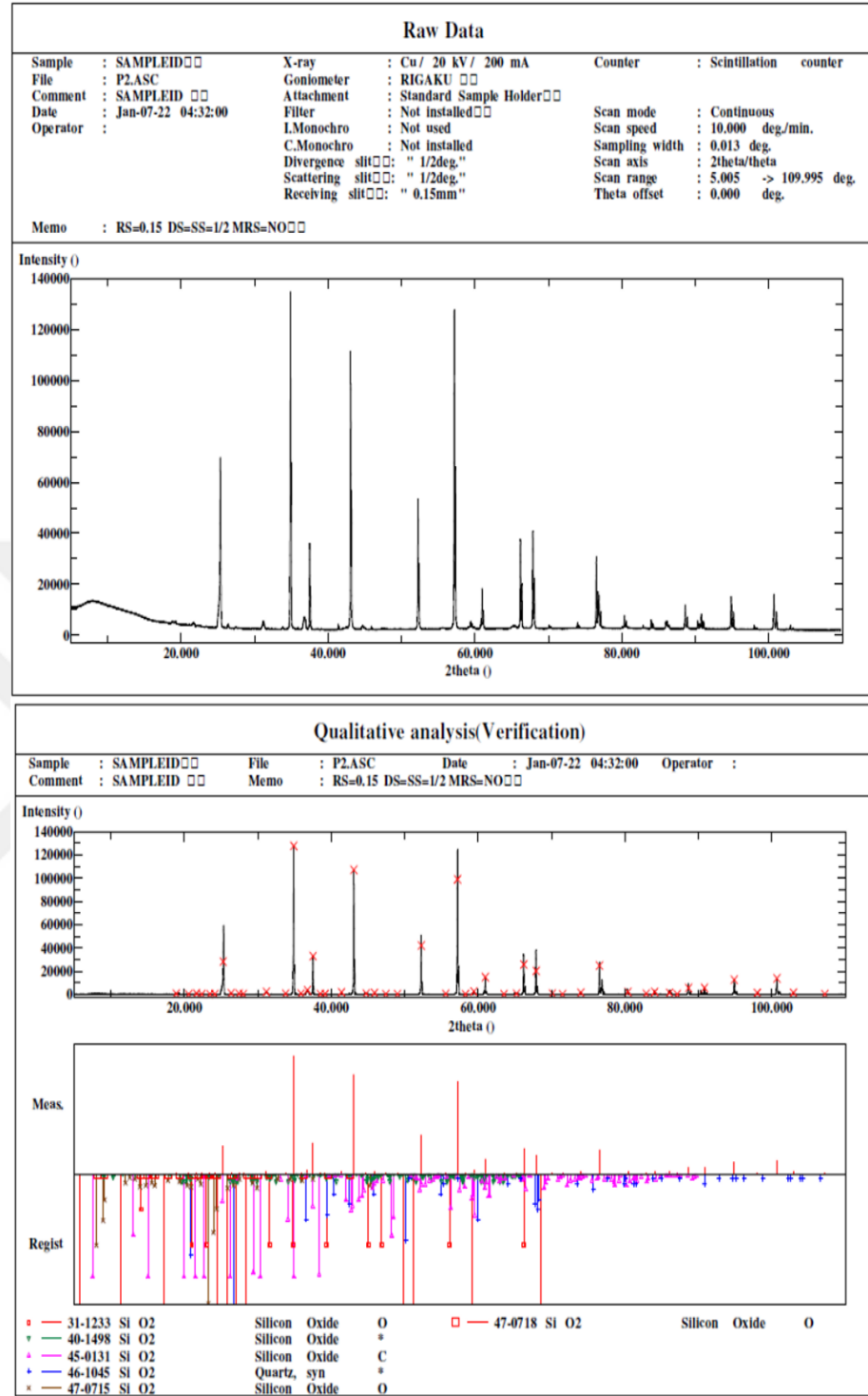
Şekil 4.75. Si-disk yüzey üzerinde lif PKS-Et polimerinden (PKS-Et -lif-Si) üretilen SiC filmin X-Ray spektroskopi analizi

PKS-Hx ve PKS-Et polimerleri toz olarak kalın bir tabaka halinde alümina yüzeylere kaplandı. Polimerlerin yüzeyle daha fazla etkileşmesi için DME çözücüsü birkaç defa kurudukça damlatıldı. Şekil 4.76. A' da PKS polimerleri ile kaplı alümina yüzeylerin dijital fotoları verildi. Bu yüzeyler tüp fırına yerleştirildi ve hava ortamında 1000 °C sıcaklıkta 120 dakika fırınladılar. Üretilen seramik yüzeylerin dijital fotoğraf görüntüleri Şekil 4.76. B' de verildi. Bu yüzeylerin X-Ray spektroskopi analizleri yapıldı (Şekil 4.77 – 4.78).

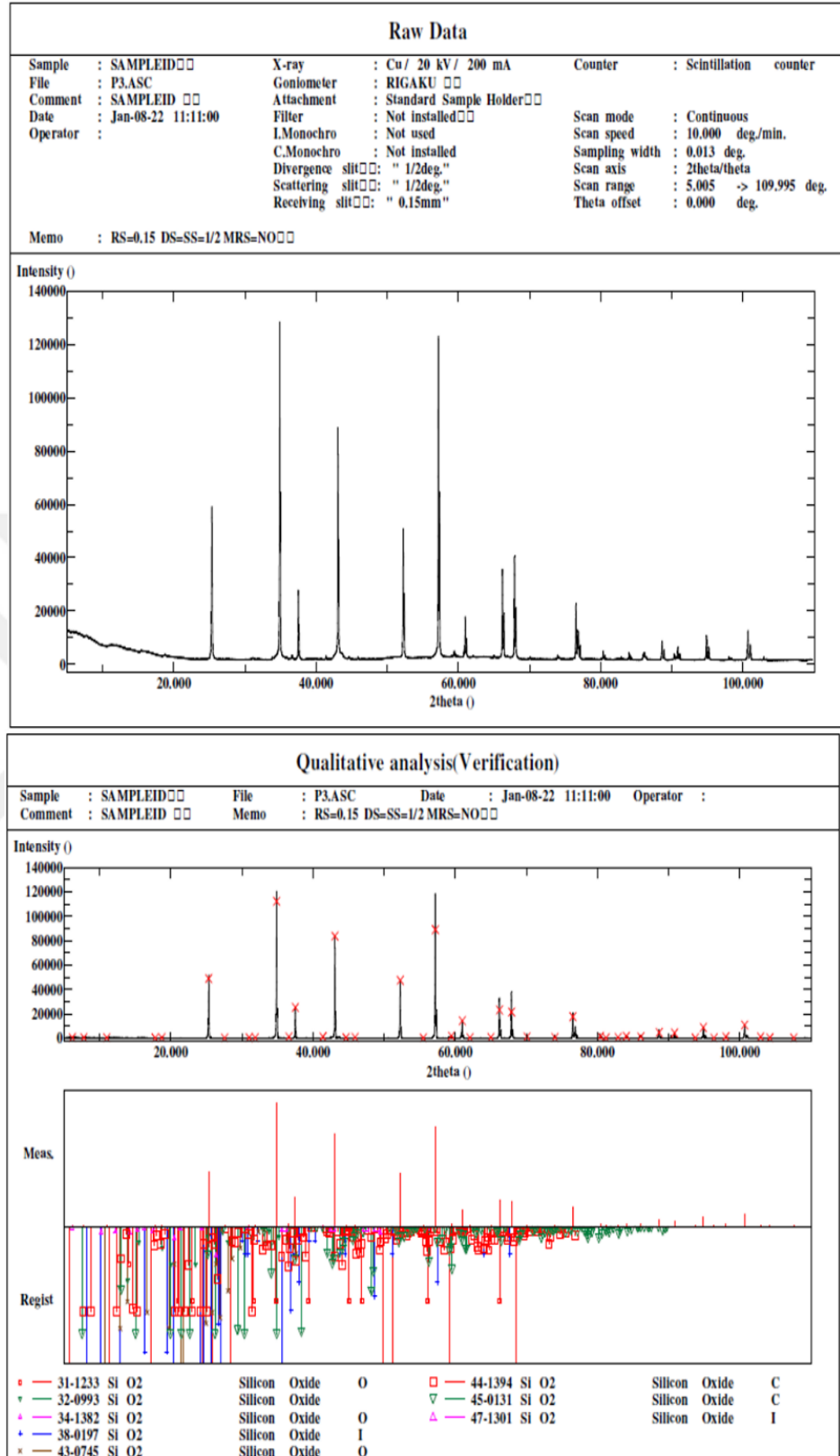


Şekil 4.76. PKS polimerleri (A) ve SiO₂ seramik film (B) ile kaplı alümina yüzeylerin dijital fotoğraf görüntüleri

Şekil 4.76.' dan da anlaşıldığı üzere yüzeyde oluşan SiOC veya SiO₂ seramik film homojen değildir. Bu filmlerin X-Ray spektroskopisi analizleri (Şekil 4.77 ile Şekil 4.78) polikristal SiO₂ olduğunu göstermektedir. SiOC yapısında bir film oluşumu tespit edilmedi ancak renklenmenin nedeni olarak SiOC' nin SiO₂ kristalleri arasında az da olsa dağıldığını gösterdiği düşünülmektedir.

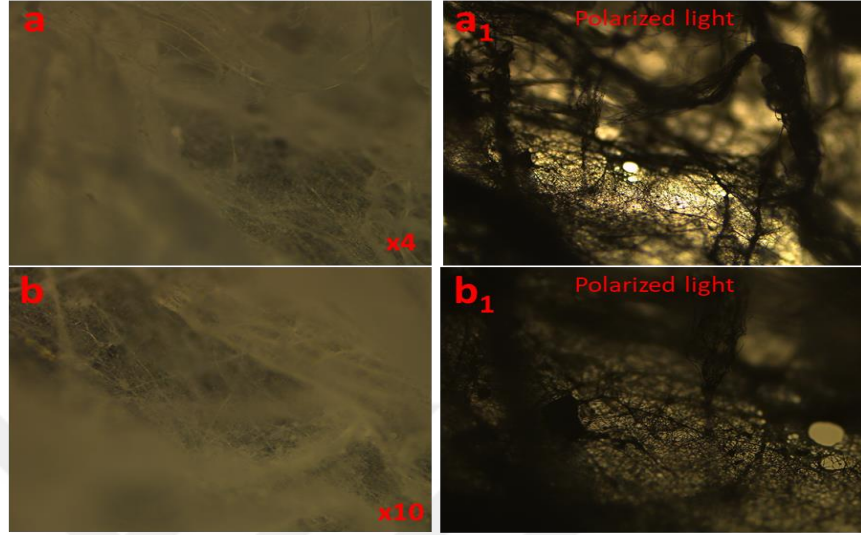


Şekil 4.77. Alümina yüzey üzerinde PKS-Hx polimerinin çözeltisinden oluşturulmuş PKS filminden üretilen SiO₂ filmin X-Ray spektroskopi analizi

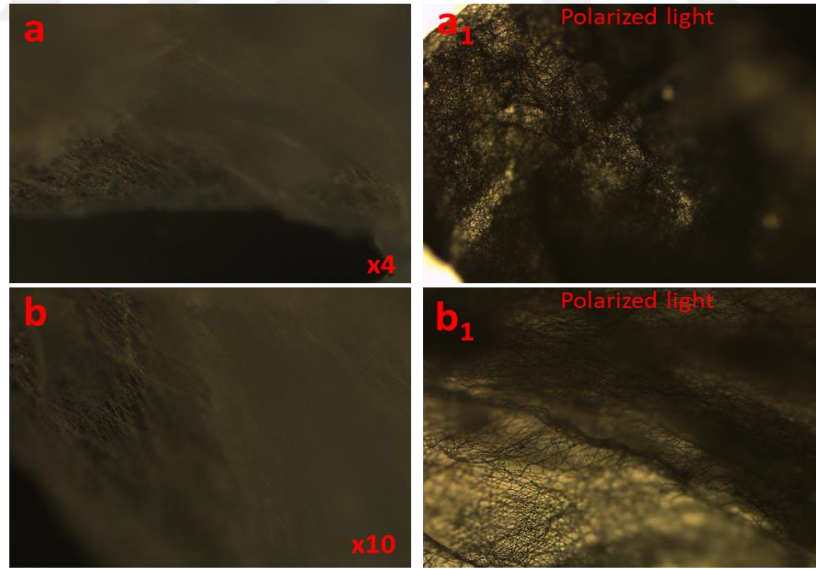


Şekil 4.78. Alümina yüzey üzerinde PKS-Et polimerinin çözeltisinden oluşturulmuş PKS filminden üretilen SiO₂ filmin X-Ray spektroskopi analizi

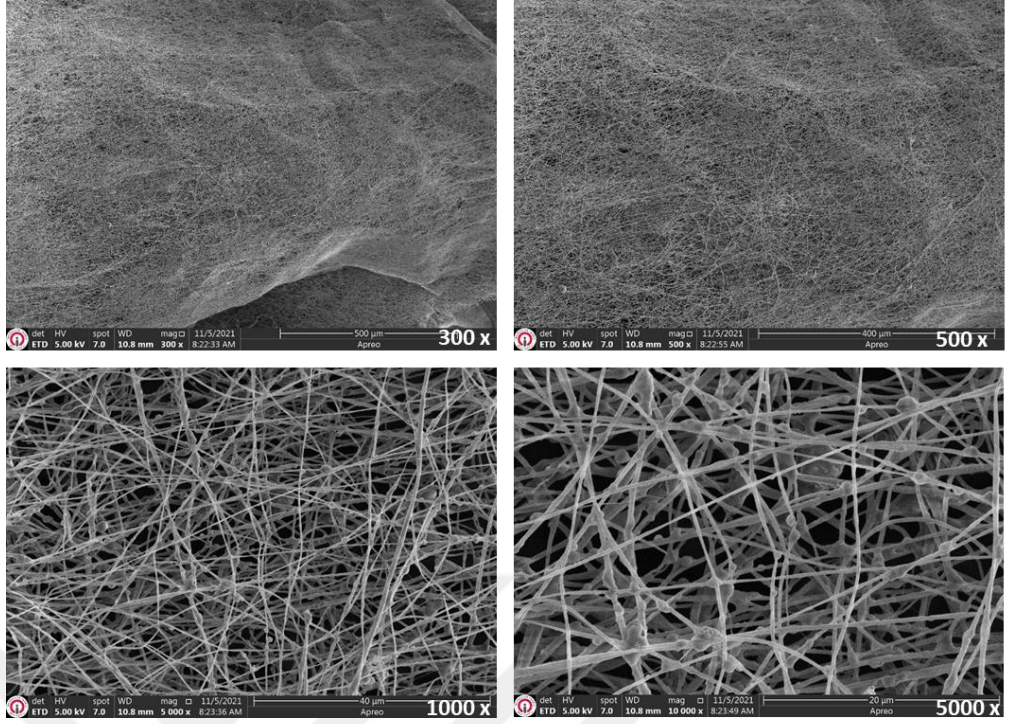
4.7. PKSHx-PS ve PKSEt-PS Liflerinin Optik Mikroskop Görüntüleri ve SEM Analizleri



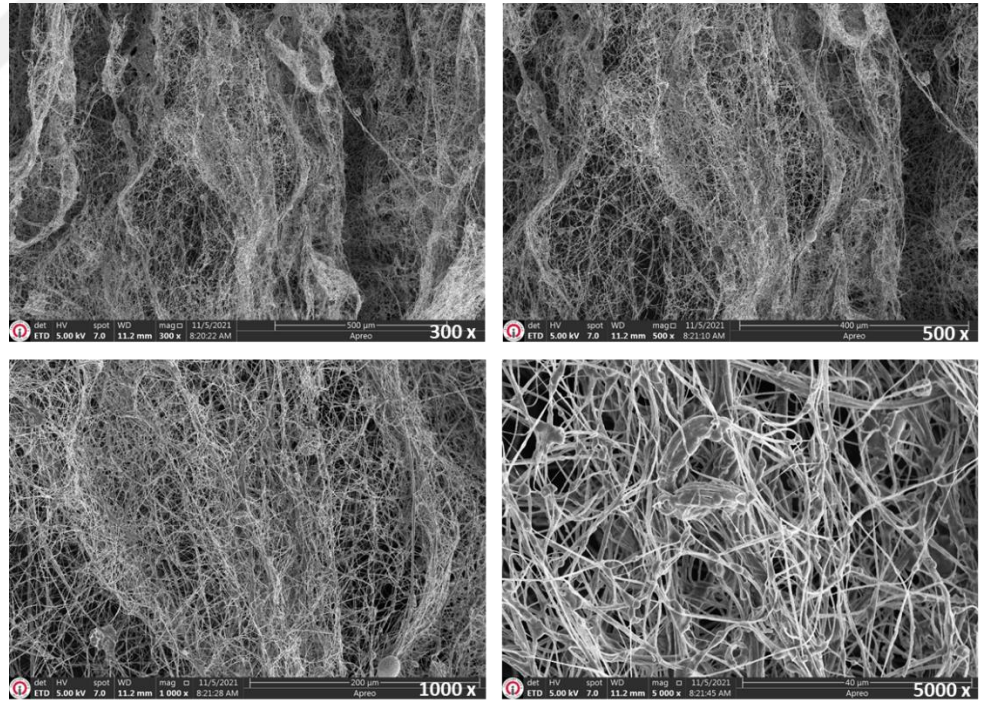
Şekil 4.79. EE yöntemi ile üretilen PKSHx-PS lifinin optik mikroskop (a, b optik ve a₁, b₁ polarize) görüntüleri



Şekil 4.80. EE yöntemi ile üretilen PKSEt-PS lifinin optik mikroskop (a, b optik ve a₁, b₁ polarize) görüntüleri



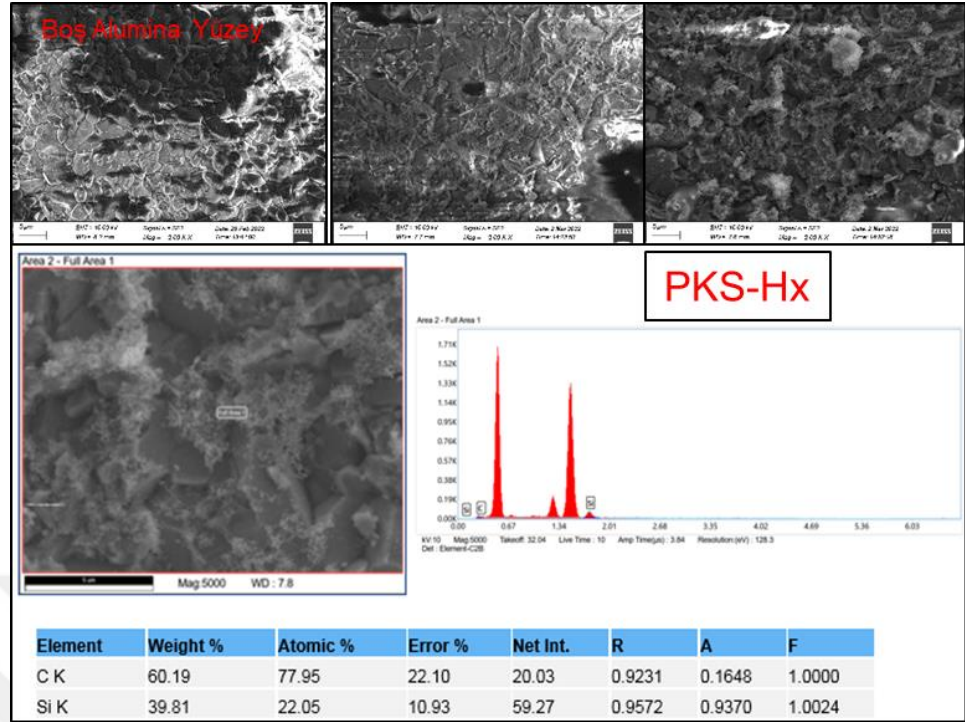
Şekil 4.81. EE yöntemi ile üretilen PKSHx-PS lifinin SEM görüntüleri



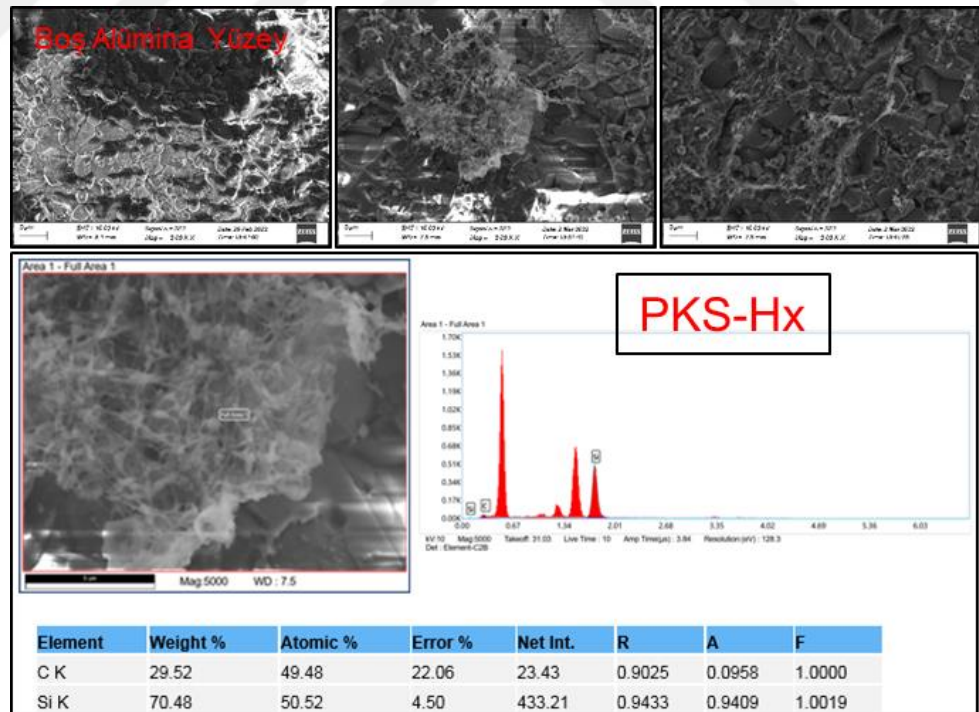
Şekil 4.82. EE yöntemi ile üretilen PKSEt-PS lifinin SEM görüntüleri

4.8. PKS-Hx ve PKS-Et Polimerlerinden Üretilen Seramik Filmlerin SEM -EDX Analizleri

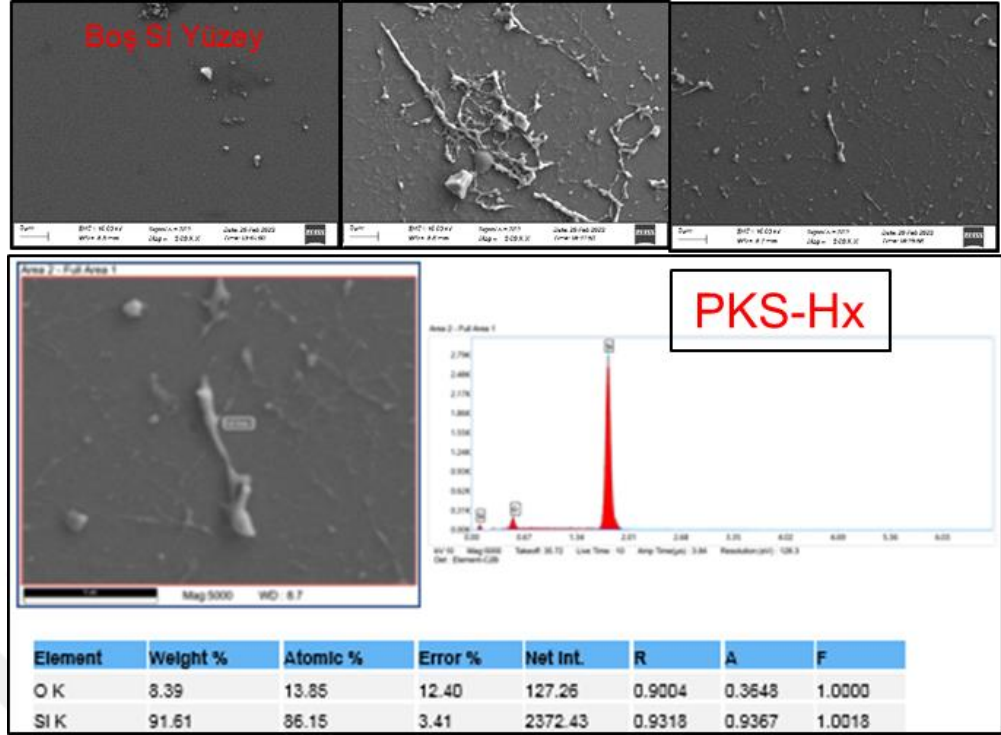
Çalışmada PKS-Hx ve PKS-Et polimerlerinin hazırlanan çözeltilerinden elektroegirme yöntemi yüzeyde lif olarak (alümina ve Si-disk yüzeylerde) ile PKS-Hx ve PKS-Et polimerlerinin çözeltilerinden damlatılarak daha sonra Ar gazı altında 1000 °C sıcaklıkta fırınlanarak SiC seramik film üretilmek amaçlanmıştır. Ayrıca, PKS-Hx ve PKS-Et polimerlerinin hazırlanan çözeltilerinden damlatılarak polimer kaplanmış yüzeyde SiO₂ seramik film üretimi incelenmiştir. Bu PKS-Hx ve PKS-Et polimerlerinin hazırlanan çözeltilerinden üretilen seramik film kaplı yüzeylerin SEM-EDX görüntüleri Şekil 4.83 ile Şekil 4.90 arasında verilmiştir. Yüzeylerin SEM-EDX incelendiğinde üzere filmlerin homojen olmadığı görülmektedir. Bu sonuç, dijital fotoğraf görüntülerinden ve Raman spektroskopi analizlerinden ulaşılan sonuç ile uyumludur. Ancak, EDX analizleri incelendiğinde kaplaması yapılan yüzeylerden gelen pikler ile seramik piklerinin ile girişim yapması sonucu özellikle taraması yapılan Si ve C elementlerinin pikleri tam olarak ayırt edilememektedir. Seramik filmin altındaki yüzeyden şiddetli ve geniş oksijen pikleri ile karbon ve şiddetli ve geniş alüminyum ile silisyum pikleri birbirlerine çok yakındır. Bu nedenle film için beklenen element kompozisyonuna ulaşamamıştır.



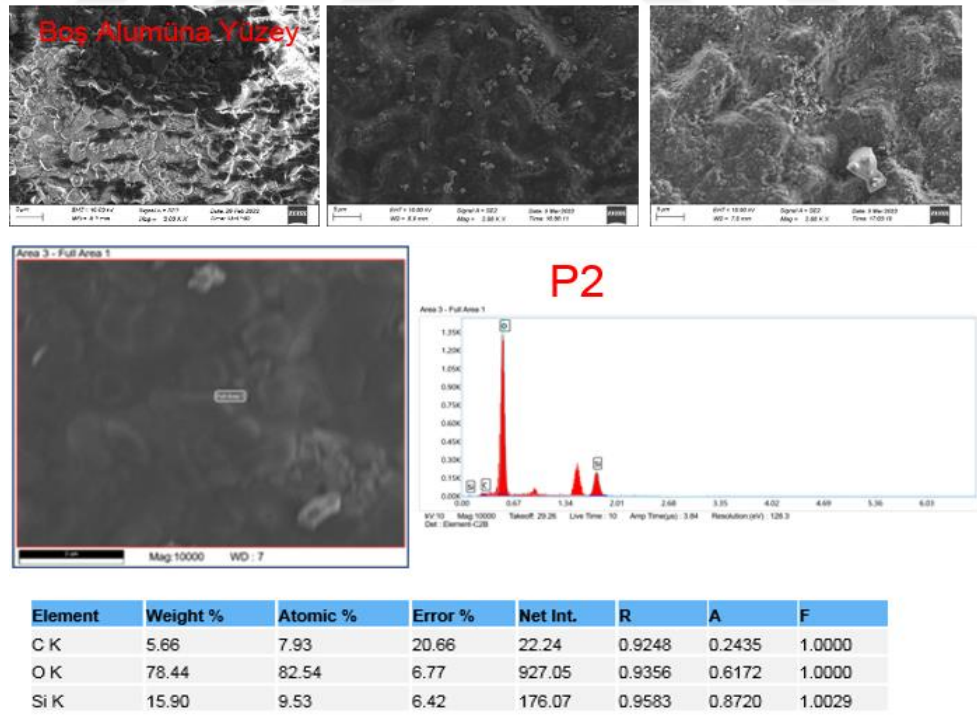
Şekil 4.83. Damlatarak alümina yüzeye kaplanan PKS-Hx polimerinden üretilen SiC filmin SEM-EDX analizleri



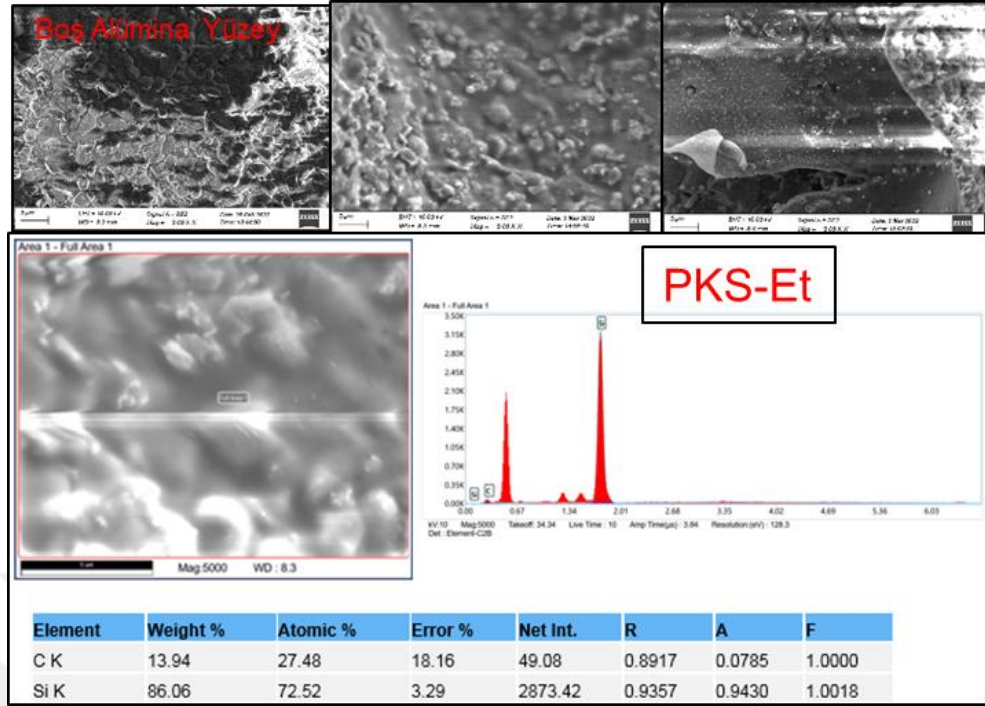
Şekil 4.84. EE ile alümina yüzeye kaplanan PKS-Hx polimerinden üretilen SiC filmin SEM-EDX analizleri



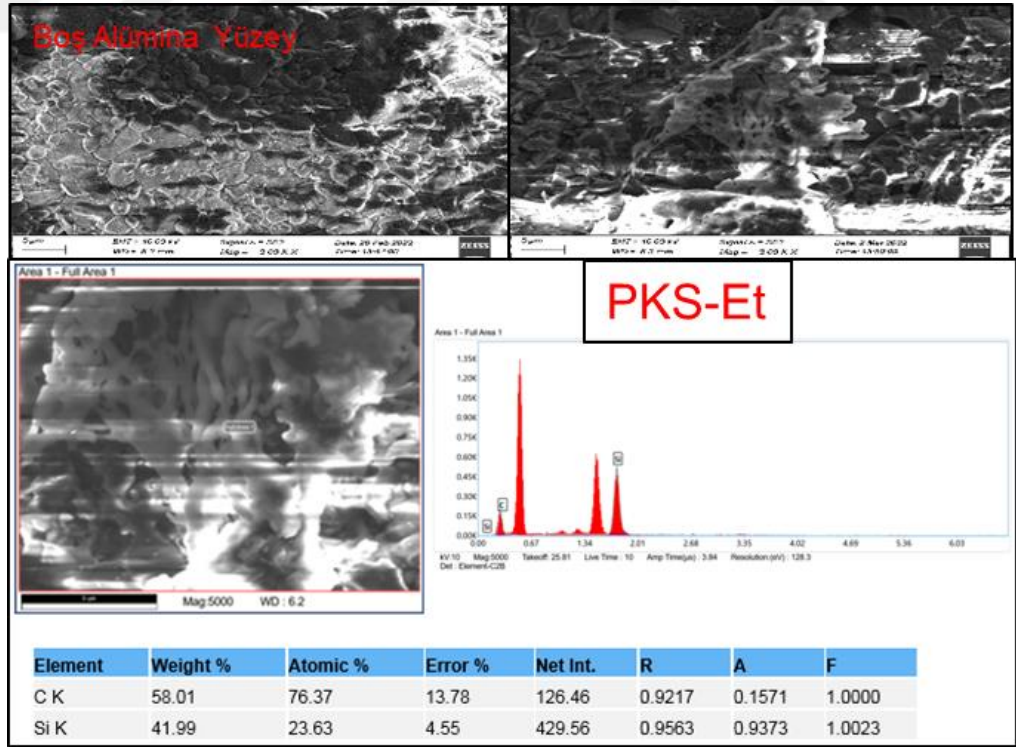
Şekil 4.85. EE ile Si yüzeye kaplanan PKS-Hx polimerinden üretilen SiC filmin SEM-EDX analizleri



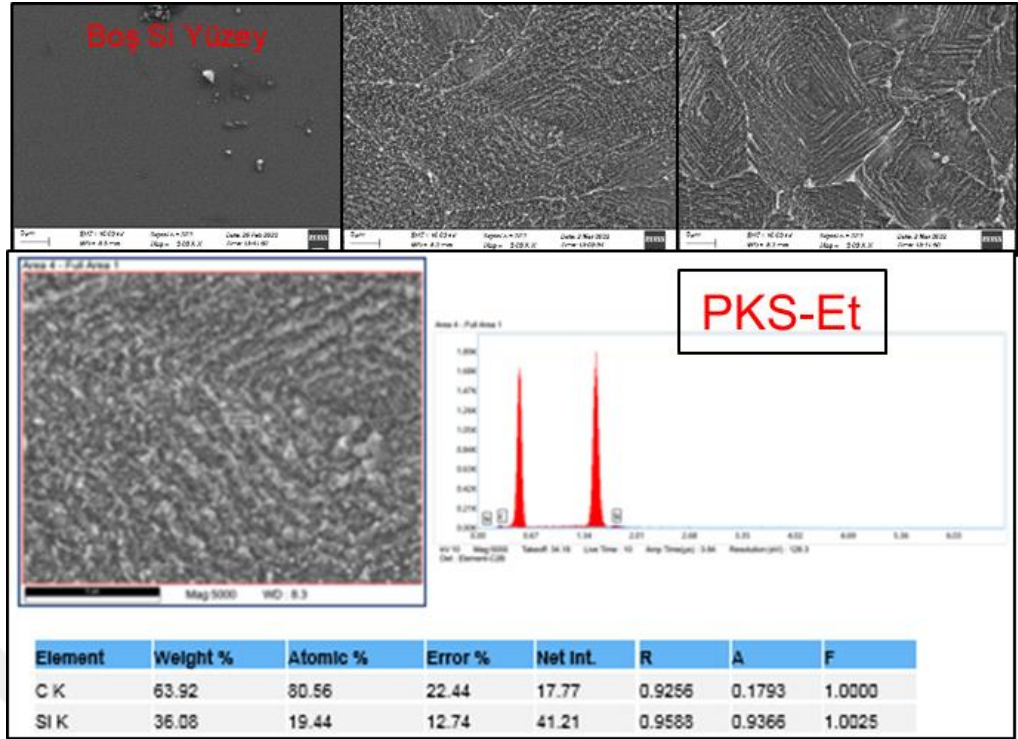
Şekil 4.86. Çözeltisinden damlatarak oluşturulan PKS-Hx polimerinin filminden alümina yüzeyde üretilen SiO₂ seramik filmin SEM-EDX analizleri



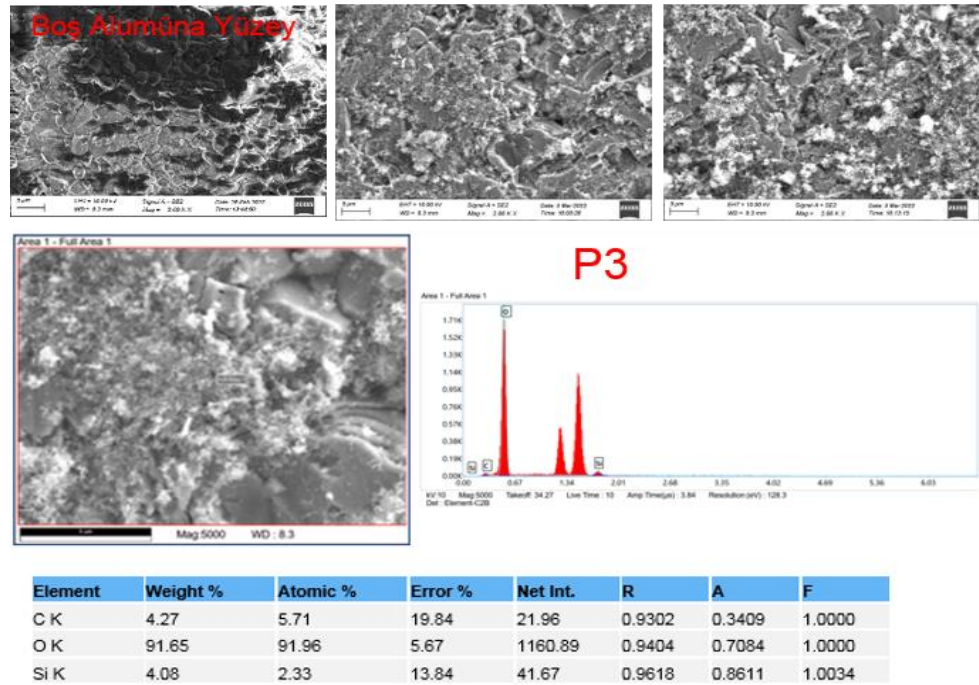
Şekil 4.87. Damlatarak alümina yüzeye kaplanan PKS-Et polimerinden üretilen SiC filmin SEM-EDX analizleri



Şekil 4.88. EE ile alümina yüzeye kaplanan PKS-Et polimerinden üretilen SiC filmin SEM-EDX analizleri



Şekil 4.89. EE ile Si yüzeye kaplanan PKS-Et polimerinden üretilen SiC filmin SEM-EDX analizleri



Şekil 4.90. Çözeltisinden damlatarak oluşturulan PKS-Et polimerinin filminden alümina yüzeyde üretilen SiO₂ seramik filmin SEM-EDX analizleri

5. SONUÇ ve ÖNERİLER

Tez çalışmaları materyal ve yöntem bölümünde belirtildiği ve planlandığı doğrultuda gerçekleştirilmiştir. 1,6-bis(triklorsil)hekzan ve 1,2-bis(triklorsil)etan monomerlerinden sırasıyla PKS-Hx ve PKS-Et kodlu seramik ön polimerleri elektrokimyasal yöntem ile sentezlenmiştir. Sentez için Çizelge 3.2’ de belirtilen deneysel koşullar uygulanmıştır. 8 saat 8 volt uygulanarak gerçekleştirilen elektroliz sonrası çeşitli reaktiflerle 3 günlük kimyasal tepkime süreci olmuştur. Herbir reflüks öncesi Çizelge 3.2’de belirtilen reaktifler eklenerek polimer sentezinin devamı sağlanmıştır. LiAlH_4 ve MeLi reaktifleri ortamdaki Cl atomlarının uzaklaştırılması ve ter-bütil MgCl eklemesi ise alkilleme amacıyla eklenmiştir. 4. gün tepkimenin son gününde pentan ve metanol eklemesi ile polimer sentezi sonlandırılmıştır. Sentez sonrası yapılan UV-Vis, FTIR, ^1H -NMR, ^{13}C -NMR ve TGA analizleri ile polimer yapıları analiz edilmiştir.

Polimer sentezi -3V, -6V, -7V ve -8V elektriksel gerilim uygulanarak katot elektrot üzerinde gerçekleştirildi. Sentez sonrası UV/Vis spektroskopi sonuçları literatürde yer alan çalışmalar ile değerlendirildi. Bu değerlendirme sonucunda her polimer için -8V elektriksel gerilimin en uygun potansiyel değer olduğuna karar verildi. Aynı zamanda uygulanması gereken elektriksel gerilimin, PKS polimerleri için olan sentez başlangıç monomerlerinin içerdiği -Cl atomlarının miktarıyla ilişkili olduğu belirlendi. Sentez monomerlerinin içerdiği -Cl atom miktarları arttıkça uygulanması gereken sentez potansiyel değerinin de artırılması sonucuna ulaşılmıştır.

Polimerler -8V, -6V ve -3V’ta sentezlendi. Sentez sonrası FTIR, ^{13}C - NMR VE ^1H - NMR spektroskopisi ile analiz edildi ve sonuçlar her elektriksel gerilim için karşılaştırılarak UV/Vis spektroskopi sonuçları değerlendirildi. Bu değerlendirme sonucunda elektriksel gerilimin polimer sentezi için -8V’un uygun olduğu desteklendi.

FTIR spektrumlarında -8V elektriksel gerilim ile sentezlenen polimerlerin -3V ve -6V elektriksel gerilim ile sentezlenen polimerlere göre farklı değişimlerin olduğu belirlendi. -8V ile sentezlenen PKS polimerlerinin diğerlerinden farklı olarak FTIR spektrumlarında $\sim 1000\text{ cm}^{-1}$ dolaylarındaki şiddetli pikin olmadığı gözlemlendi. Bu pik örneğin yapısında -Si - O türlerinin olduğunu göstermektedir ve UV/Vis spektroskopisinde görünür bölge içerisinde absorpsiyona sebep olmaktadır. PKS

polimerlerinin -8V'ta sentezi sonucunda elde edilen UV/Vis ve FTIR spektrumlarının uyumlu olduđu gözlenmiştir.

-3V ve -6V'ta sentezlenen PKS polimerlerinin UV/Vis ve FTIR spektrumlarının değerlendirilmesinden sonra bu örnekler için NMR analizlerine ihtiyaç duyulmamıştır. -8V elektriksel gerilimde sentezlenen PKS polimerleri için ^1H -NMR ile ^{13}C -NMR spektroskopileri ile analiz yapılmıştır.

- -8V potansiyel ile sentezlenen PKS-Hx ve PKS-Et polimerlerinin ^1H -NMR spektrumları incelendiğinde; 2.5 ppm civarındaki pik kullanılan çözücünün, dimetil sülfoksit (DMSO), karakteristik pikidir. -0.1 – 0.1 ppm aralığında gözlenen pik polimerlerin yapısında bulunan silisyum atomlarına bağı olan alifatik (-R) gruplarının varlığını göstermektedir. Her iki polimerin spektrumlarında gözlenen 0.9 ppm'de bulunan geniş pik $-\text{CH}_3$ grubundan kaynaklanmaktadır. Yine spektrumlarda gözlenen 1.1 ppm ve 1.5 ppm civarındaki pikler de yapıda bulunan $(-\text{CH}-)_n$ kısmından kaynaklanmaktadır. Spektrumlarda 5 ppm ile 6 ppm dolaylarındaki düşük şiddetli pikler polimerlerin yapısında bulunan SiH_x grubundan dolayı gözlenmektedir. SiH_x oluşumu, sentez sürecinde LiAlH_4 eklenmesi sonucunda klor atomlarının hidrojen atomları ile yer değıştirmesi sonucu gerçekleşmektedir.
- PKS-Hx ve PKS-Et polimerlerinin ^{13}C -NMR spektrumları incelendiğinde; 40 ppm civarındaki pik kullanılan çözücünün, dimetil sülfoksit (DMSO), karakteristik pikidir. 0 ile 30 ppm arasındaki pikler $-\text{C}$; $-\text{CH}-$; $-\text{CH}_2-$ ve $-\text{CH}_3$ gruplarının varlığını göstermektedir. 50 ppm ile 70 ppm arasında yer alan pikler polimerlerin yapısında şiddetli kaymalara sebep olan $-\text{Si}-\text{O}-\text{R}$ alifatik gruplarının olma olasılığını göstermektedir. Bu olasılığı ^1H -NMR spektrumunda gözlemlenen 3.2 ppm dolaylarındaki pik desteklemektedir.

Proje kapsamında sentezlenen PKS polimerlerinin belirlenen koşullar altında başarılı bir şekilde sentezlendiğini UV/Vis, FTIR, ^1H -NMR ve ^{13}C - NMR spektroskopi analiz sonuçları göstermektedir.

Sentez sonucunda elde edilen örneklerin polimer oldukları spektrumlarda yer alan pikler ile açıklanmıştır. Bu açıklamalara ek olarak da GPC analizleri ile sentezlenen polimerlerin ortalama molekül kütleleri belirlenerek seramik ön polimerleri için karşılaştırma amaçlı kullanılmıştır. GPC ölçüm cihazının kalibrasyonunun düz zincirli polistiren (PS) ile yapılmasından kaynaklı çapraz bağlı olan polimerlerin ortalama molekül kütlelerinin tam olarak ölçülemediği belirtilmektedir. Bu tür polimerlerin ortalama molekül kütlelerinin GPC ölçümü sonucunda beklenen değerlerden farklı olduğu gözlenmiştir. Literatürde yapılan çalışmalar ile karşılaştırıldığında sentez sonucu elde edilen örneklerin polimer yapısında bulunduğu söylenebilmektedir. Sentezlenen polimerlerin ağ örgülü olup olmadığı ile ilgili yapısal bilgiyi polidispersite indeksi (HI) belirlemektedir. Literatürde yer alan çalışmalarda HI değerlerinin, polimerleşme derecesi ve polimer zincirlerinde yer alan çapraz bağ oranını etkilediği bildirilmektedir. Sentezlenen PKS polimerleri için HI değeri “1” değerinin üzerinde olarak ölçülmüştür. Bu değer ile, literatürdeki çalışmalar dikkate alındığında, sentezlenen polimerlerin doğrusal olmayan zincir yapısında oldukları söylenebilmektedir. GPC sonuçlarının bu polimerlerden sentezlenecek olan seramikler üzerinde doğrudan bir etkisinin olduğuna yönelik önemli sonuçlara literatürde rastlanmamıştır.

Sentezlenen PKS polimerlerinin kimyasal yapı analizleri beraber değerlendirildiğinde SiC seramik yapısına benzer bir yapı gösterdiği belirlenmiştir. Bu benzerlikten yola çıkarak polimerlerin belirli koşullar altında ısıtılma işlemi sonucunda SiC seramiğine dönüşmeleri beklenmektedir. TGA/DTA ve DSC analizleri yapılarak ısıtılma işlem koşullarının belirlenmesi amaçlanmıştır.

- Elde edilen DSC grafikleri sentezlenen PKS-Hx ve PKS-Et polimerlerinin 50 °C ile 130 °C aralığındaki sıcaklıklarda ısı absorpladıklarını göstermektedir. Bu sıcaklık aralığında oluşan davranış ağ yapıları içerisinde bulunan az miktardaki çözücülerden veya nemden ve zincir hareketlerinden kaynaklanmaktadır. TGA sonuçları incelendiğinde ~140 °C sıcaklığına ulaşıldığında maddede %10'luk kütle kaybının olduğu gözlenmektedir. Böylece TGA ve DSC analizlerinin uyum gösterdiği görülmektedir. 130 °C sıcaklığından itibaren yapıda bulunan zincirlerin bazı gruplarının koptuğu ve bu kopma sonucunda radikalik tepkimelerin oluştuğunu bu sıcaklıkta oluşan ekzotermik davranış açıklamaktadır. Meydana gelen bu kopma davranışları yapıda çapraz

bağlanmanın oluşmaya başladığı sonucuna ulaştırmaktadır. TGA sonuçlarında ~140 °C’de gerçekleşen %10’luk kütle kaybını ~180 °C ile ~800 °C sıcaklıklarda gerçekleşen kütle kayıpları takip etmiştir. Bu kütle kayıpları ana zincir üzerinde bulunan ve çapraz bağlanmayı sağlayan hidrojen ve diğer organik grupların yapıdan koptuğunu göstermektedir. Bu sıcaklık aralığında kütle kaybı en az %45’tir. Gerçekleşen bu termal davranışlar sonucunda PKS polimerleri için uygun fırınlama programı belirlendi. Belirlenen fırınlama programında ısıtma hızı 10 °C/dk olarak belirlendi. PKS polimerlerinin çapraz bağlanması amacıyla fırın 180 °C sıcaklığa ısıtılarak bu sıcaklıkta 2 saat tutulacak şekilde ilk adım oluşturuldu. 2 saatin sonrasında 10 °C/dk ısıtma hızı ile çalışılması planlanan sıcaklığa (500 °C, 750 °C ve 1000 °C) kadar ısınması için fırın programı oluşturuldu. Örnekler bu sıcaklıklarda ayrı ayrı Ar (g) altında ve hava ortamında 3, 6, 12 ve 24 saat tutuldu. Aynı soğutma hızı ile soğutuldular. Oluşan seramikler incelendiğinde Ar gazı ortamında 24 saat fırınlanarak elde edilen seramiğin daha kristal bir yapı gösterdiği belirlendi. Hava ortamında fırınlanarak elde edilen seramikler incelendiğinde 6 saat fırınlama sonucunda bile yüksek kristallik gösteren SiO₂ elde edildiği belirlendi. Çalışmanın bir sonraki aşamasında yani seramik film sentezinde kalın bir film elde edilmesi amaçlandığı için belirlenen sıcaklık altında 2 saat fırınlama yapıldı.

Belirlenen fırınlama programı ile PKS polimerlerinden argon gazı ortamında SiC seramikleri ve hava ortamında SiO₂ seramikleri üretildi. Üretilen SiC ve SiO₂ seramiklerinin kristallik tespiti için ön analizleri optik ve polarize ışık optik mikroskop ile yapıldı. Sonrasında bu seramiklerin SEM, FTIR ve X-Ray spektroskopi analizleri yapıldı.

- SiC seramiğinin üretilmesi için inert bir ortamın sağlanması gerekir. Bu amaçla hem yaygın olarak kullanılan hem de kolay ulaşılabilen inert bir gaz olması sebebiyle bu çalışmada argon gazı kullanıldı. Üretilen SiC seramiklerinin normal ışık ve polarize ışık altında optik mikroskop ile görüntüler (x4 ve x10 büyütmede) alınıp incelendi. Polarize ışık görüntüleri sonucunda seramiklerin kristal bir yapıya sahip oldukları gözlemlendi. Bu görüntülerde yapıda ışık geçiren şeffaf parçaların olması SiC seramiklerin yapıda olduğunu göstermektedir. Belirlenen fırınlama programı ile yapılan her sıcaklıkta kristal oluşumu

gerçekleşti. Kristal oluşumunun en az olduğu sıcaklık optik mikroskop ve X-Ray spektroskopisi analizleri sonucunda 500 °C olarak belirlendi. Özellikle de 750 °C ve üzerindeki sıcaklıklarda kristalliliğin arttığı ve seramik veriminin değişmediği gözlemlendi. Bu gözlem sonucunda 750 °C'den düşük sıcaklıklar için kristalleşmenin veya seramik oluşum tepkimelerinin devam ettiği yorumu yapılabilir.

- PKS-Hx ve PKS-Et polimerlerinden üretilen SiC seramiklerinin morfolojileri SEM analizleri ile görüntülendi. Bu seramik malzemelerin aynı sıcaklık ve aynı sürelerde fırınlama sonrası morfolojilerinin farklılık gösterdiği tespit edilmiştir. Bu farklılığın kullanılan polimerlerin PKS polimerleri olmalarına rağmen sahip oldukları kimyasal yapının farklı olmasından kaynaklandığını düşünülmektedir. Kullanılan PKS polimerlerinin sahip oldukları alifatik grupların farklı olması nedeniyle SiC seramiklerinin morfolojik yapılarının farklı olması beklenen bir sonuçtur.
- Seramiklerin FTIR analizleri incelendiğinde 750 ve 900 cm^{-1} dolaylarındaki pikler SiC seramiklerinin karakteristik piklerini göstermektedir. Si – O gruplarının varlığını gösteren şiddetli pikler de FTIR spektrumlarında belirgin bir şekilde gözlenmektedir. Yapıda sp^3 hibritleşmesini oluşturan Si ve C atomlarının SiC yapısını oluşturmaktan kaynaklanmaktadır ve bu yapı 900 ile 1100 cm^{-1} arasında yer alan bir pik ile açıklanmaktadır. Sadece bu pik ile bu yorum yapılmamıştır; X-Ray spektroskopisi analizi sonucunun da 900 ile 1100 cm^{-1} 'deki bu piki desteklemesi ile yapının SiC seramiğinden oluştuğu sonucuna ulaşılmıştır. FTIR spektrum sonuçlarının literatürdeki sonuçlara uygun olması ile bu pikler için SiC seramiğinden kaynaklandığı göstermektedir.
- SiC seramiklerinin X-Ray spektroskopileri incelendiğinde 30 ile 40° arasında geniş bir pik gözlenmektedir. Bu pik ile kristal yapının karışımı tahmin edilebilmektedir. SiC seramik örneklerinin X-Ray spektroskopisi sonuçlarına göre β -SiC kristal yapısında olduğuna ulaşılmaktadır.

PKS polimerleri ile hava ortamında üretilen SiO_2 seramiğinin optik ve polarize optik mikroskop, FTIR, SEM ve X-Ray spektroskopisi analizleri yapıldı ve seramiklerin yapıları incelendi.

- Üretilen SiO₂ seramiklerinin normal ışık ve polarize ışık altında optik mikroskop ile görüntüler (x4 ve x10 büyütmede) alınıp incelendi. Polarize ışık görüntüleri sonucunda seramiklerin kristal bir yapıya sahip oldukları gözlemlendi. Bu görüntülerde yapıda ışık geçiren şeffaf parçaların olması SiO₂ seramiklerin yapıda olduğunu göstermektedir. Belirlenen fırınlama programı ile yapılan her sıcaklıkta kristal oluşumu gerçekleşti.
- PKS-Hx ve PKS-Et polimerlerinden üretilen SiO₂ seramiklerinin morfolojileri SEM analizleri ile görüntülendi. Bu seramik malzemelerin aynı sıcaklık ve aynı sürelerde fırınlama sonrası morfolojilerinin farklılık gösterdiği tespit edilmiştir. Bu farklılığın kullanılan polimerlerin PKS polimerleri olmalarına rağmen sahip oldukları kimyasal yapının farklı olmasından kaynaklandığını düşünülmektedir. Kullanılan PKS polimerlerinin sahip oldukları alifatik grupların farklı olması nedeniyle SiO₂ seramiklerinin morfolojik yapılarının farklı olması beklenen bir sonuçtur.
- Üretilen SiO₂ seramiklerinin FTIR spektrumları incelendi. Spektrumda yer alan $\nu_{\text{Si-O}} : \sim 1010-1100 \text{ cm}^{-1}$ deki gözlemlenen şiddetli ve geniş pik Si – O grubunun karakteristik pikidir. Bu karakteristik pik ile birlikte $\nu_{\text{Si-O}} : \sim 2800-3000 \text{ cm}^{-1}$ arasında silanol yapısında yer alan geniş ve küçük pik –OH grubundan kaynaklanmaktadır. $\nu_{\text{Si-O}} : \sim 450 \text{ cm}^{-1}$ ve 1200 cm^{-1} de yer alan pikler var olan ağ yapının titreşiminden dolayı oluşmuştur. Bu seramik örneklerinin FTIR spektrumları X-Ray spektroskopisi analizleri ile desteklendiğinde SiO₂ seramikleri oldukları sonucuna ulaşılmıştır. Bu sonuç aynı zamanda FTIR spektrumlarının literatür ile uyumlu olması da göz önüne alınarak belirlenmiştir. Hava ortamında yapılan seramik üretiminde çalışılan bütün sıcaklıklarda (500 °C, 750 °C ve 1000 °C) SiO₂ seramiği üretilmiştir.
- Hava ortamında üretilen toz SiO₂ seramiklerinin kristal yapıları ve kristal türleri X-Ray spektroskopisi ile tespit edildi. X-Ray spektroskopisi sonuçlarında gözlemlenen bütün piklerin SiO₂ kristallerinin pikleri olduğu belirlendi. Bu kristallerin polikristal yapıda bulundukları belirlendi. Sonuç olarak bu polikristal yapıları oluşturan türlerin SiO₂ seramiğine ait oldukları sonucuna ulaşıldı.

PKS polimerlerinden seramik filmler üretildi. Bu üretim polimer çözeltisinin yüzeye damlatılması ve elektro eğirme yöntemiyle yüzeye polimer lifinin kaplanması

olarak iki ayrı yöntemle gerçekleştirildi. Kaplama alümina ve Si-disk yüzeyler üzerinde yapıldı. PKS polimerleri genel olarak organik çözücülerde çözünmektedirler. Film üretiminde polimer için dimetoksi etan (DME) çözücüsü kullanıldı. Bu çözücünün seçilmesinde polimerlerin DME içerisinde iyi çözünmesi çözücünün düşük bir kaynama noktasına sahip olması etkili oldu. PKS polimerlerinin DME içerisinde doygun çözeltileri hazırlanarak alümina ve Si-disk yüzeylere damlatıldı. Yüzeyler üzerinde kalın bir tabaka oluşana kadar yüzeylere damlatma işlemi tekrarlandı. Fırınlama programı film üretimi için Ar gazı altında 1000 °C ve 2 saat olacak şekilde oluşturuldu. Üretilen SiC filmler dijital fotoğraflar, X-Ray ve Raman spektroskopileri ile analiz edilerek film yapıları belirlendi.

Polimer çözeltisinin damlatılması ile üretilen seramik filmler incelendiğinde kaplamaların homojen bir şekilde gerçekleşmediği analizler sonucunda belirlendi. Ayrı bir yöntem olan elektro eğirme yöntemi ile yüzeylerin polimer ile kaplaması yapıldı. Polimer lifleri ile kaplı olan alümina ve Si-disk yüzeyler film üretimi için oluşturulan fırınlama programında (önceki paragrafta anlatılan program) ısıtma işlemi tutularak SiC film üretilti. Yine bu filmlerin dijital fotoğraflar, SEM, X-Ray ve Raman spektroskopileri ile analizleri yapıldı. Dijital fotoğraflar incelendiğinde yüzeylerin homojen bir şekilde kaplanmadığı belirlendi. Kaplamanın homojen olmaması aynı zamanda Raman spektrumlarındaki farklılıklar ile de belirlendi. Her iki yöntem ile yüzeylere homojen bir kaplama yapılmasa da yüzeylerde oluşan SiC filmlerin yapıları yapılan analizler ile belirlendi.

- Yüzeyler X-Ray spektroskopisi ile incelendiğinde yüzeyde oluşan SiC filmlerin bir polikristal SiC seramiği olduğu söylenebilmektedir. Dijital fotoğraflarda çıplak göz ile tam olarak gözlemlenemeyen yüzey bölgelerinde aslında film olduğu X-Ray spektroskopi analizleri incelendiğinde belirlenmiştir. Bu durumun X-Ray analizlerinde piklerin kaymasından ve değişmesinden dolayı gözlemlenmiş ve bu sonuca ulaşılmıştır.
- Polikristal yapıda olan SiC seramikleri Raman spektroskopisi ile incelendiğinde spektrumda 1000 ile 2000 cm^{-1} arasındaki bölgede çok sayıda birbirine girişim yapan pikler gözlenmiştir. Raman spektrumlarında SiC seramiklerin genelde 1326, 1334, 1345, 1598, 1602 ve 1605 cm^{-1} bölgelerinde pikler verdikleri bilinmektedir. 1326 – 1345 cm^{-1} dolaylarındaki geniş pikler D bandını,

sonrasında gelen $1598 - 1605 \text{ cm}^{-1}$ dolaylarındaki şiddetli pikler G bandını göstermektedir. Bu kaymalar ve bant aralıkları SiC filmlerin varlığını göstermektedir.

- Yüzey üzerinde üretilen seramik filmler ayrıca SEM-EDX ile analiz edildi. Dijital fotoğraflar SEM görüntüleri ile uyumlu sonuç göstermiştir. Dijital fotoğrafların incelenmesiyle yüzeylerin homojen kaplanamadığı tespit edilmiş, aynı sonuca SEM görüntülerinden de ulaşılmıştır. EDX analizlerinde yüzey ve seramik piklerinin birbiri üzerine girişim yapmaları sonucunda Si ve C elementlerinin varlığını gösteren pikler ayırt edilememiştir. Bu analiz sonucunda filmler için ulaşılması beklenen element grubu pikler üzerinde belirlenememiştir.

KAYNAKLAR

- Akinalp, Y. A., 2019. Silisyum Karbür Esaslı İleri Teknoloji Seramiklerin Dökümü, Sinterlenmesi ve Karakterizasyonu. *Sivas Cumhuriyet Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*.
- Akkurt, F., Kalender, E., & Yörükoğlu, A., 2019. Üstün Özellikler Sahip İleri Teknoloji Seramiği: Titanyum Diborür. *Bor Dergisi*, 203-208.
- Alarifi, İ. M., Khan, W. S., & Asmatulu, R., 2018. Synthesis of Electrospun Polyacrylonitrile Derived Carbon Fibers And Comparison Properties With Bulk Form. *Plos One*.
- Bacque, E., Birot, M., Pillot, J. P., & Biran, C., 1996. Synthesis of Disilyl|methanes and Polysilacarbosilanes, Precursors of Silicon Carbide-Based Materials. *Journal of Organometallic Chemistry*, 99-107.
- Banciu, C., Elena, C., Bara, A., & Virgil, M., 2018. The Effect Of Process Parameters On The Electrospun Polystyrene Fibers. *Industria Textila*, 263-269.
- Choi, S. H., Youn, D. Y., Jo, S. M., Oh, S. G., & Kim, I. D., 2011. Micelle-Mediated Synthesis Of Single-Crystalline $\beta(3C)$ -SiC Fibers Via Emulsion Electrospinning. *American Chemical Society Applied Materials & Interfaces*, 1385-1389.
- Ebsworth, E. A., & Mays, M. J., 1961. The Preparation and Properties of Disilylcyanamide. *Journal of The Chemical Society*.
- Ercenk, E., 2011. Bazalt Esaslı SiC Takviyeli Cam Ve Cam-Seramik Kaplamaların Özellikleri. Sakarya Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü.
- Goldie, D. M., & Persheyev, S. K., 2006. Quantitative Hydrogen Measurements in PECVD and HWCVD a-Si:H Using FTIR Spectroscopy. *Journals Material Science* , 5287-5291.
- Göktaş, A., 2008. Electrospinning Of Polystyrene/Butyl Rubber Blends A Parametric Study. Middle East Technical University.
- Gündüz, İ. Ö., 2009. Seramik Takviyeli Polimer Matriksli Kompozitlerin Üretimi ve Balistik Özelliklerinin Değerlendirilmesi. Kocaeli Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü.

- Haghi, A. K., & Akbari, M., 2007. Trends In Electrospinning Of Natural Nanofibers. **Physical Status Solid (a)**, 1830-1834.
- Hasegawa, Y., 1989. Synthesis Of Continuous Silicon Carbide Fibre. **Journal of Materials Science**, 1177-1190.
- Hasegawa, Y., & Okamura, K., 1983. Synthesis Of Continuous Silicon Carbide Fibre. **Journal Of Materials Science** , 3633-3645.
- Ho, G. W., Wong, A. S., Kang, D. J., & Welland, M. E., 2004. Three-Dimensional Crystalline SiC Nanowire Flowers. **Institute of Physics Publishing**, 996-999.
- Holder, S. J., Achilleos, M., & Jones, R. G., 2005. Room-Temperature High-Yield Route to Poly(n-alkylmethylsilane)s and Poly(di-n-hexylsilane). **Macromolecules**.
- Ionescu, E., Kleebe, H.-J., & Riedel, R., 2012. Silicon-Containing Polymer-Derived Ceramic Nanocomposites (PDC-NCs): Preparative Approaches And Properties. **Royal Society of Chemistry**.
- Jones, R. G., & Holder, S. J., 2006. High-Yield Controlled Syntheses of Polysilanes by the Wurtz-type Reductive Coupling Reaction. **Polymer International**, 711-718.
- Jones, R. G., Budnik, U., Holder, S. J., & Wong, W. K., 1996. Reappraisal of the Origins of the Polymodal Molecular Mass Distributions in the Formation of Poly(methylphenylsilylene) by the Wurtz Reductive-Coupling Reaction. **American Chemical Society**.
- Kaneko, T., Nemoto, D., Horiguchi, A., & Miyakawa, N., 2005. FTIR Analysis of a-SiC:H Films Grown by Plasma Enhanced CVD. **Journal of Crystal Growth**, 1097-1101.
- Kaur, S., Riedel, R., & Ionescu, E., 2014. Pressureless Fabrication Of Dense Monolithic SiC Ceramics From Polycarbosilane. **Journal of The European Ceramic Society**.
- Kawabe, T., Naito, M., & Fujiki, M., 2008. Multiblock Polysilane Copolymers: One-Pot Wurtz Synthesis Fluoride Anion-Induced Block-Selective Scission Experiments and Spectroscopic Characterization. **American Chemical Society**.
- Koe, J., & Fujiki, M., 2017. Polysilanes. J. Koe, & M. Fujiki içinde, **Organosilicon Compounds**, 220-268.
- Koe, J., & Fujiki, M.. Wurtz-Type Polymerization. **Polysilanes**, 225-238.

- Kunai, A., Kawakami, T., Toyoda, E., & Ishikawa, M., 1991. Electrochemistry of Organosilicon Compounds. 2. Synthesis of Polysilane Oligomers by a Copper Electrode System.
- Li, H., Li, Z., Meng, A., Li, K., Zhang, X., & Xu, Y., 2003. SiC Nanowire Networks. **Journal of Alloys and Compounds**, 279-282.
- Lim, K. Y., Kim, Y. W., & Kim, K. J., 2014. Mechanical Properties Of Electrically Conductive Silicon Carbide Ceramics. **Ceramics Internatioanal**.
- Liu, Y., Liu, Y., Choi, W. C., Lee, J., Kim, B. S., Park, M., & Kim, H. Y., 2017. Highly Felxible, Erosion Resistant And Nitrogen Doped Hollow SiC Fibrous Mats For High Temperaturre Insulator . **Journal Of Materials Chemistry A**.
- LY, H. Q., Taylor, R., & Day, R. J., 2001. Conversion of Polycarbosilane (PCS) To SiC-Based Ceramic Part 1. Characterisation Of PCS And Curing Products. **Journal of Materials Science**, 4031-4043.
- Megelski, S., Stephens, J. S., Chase, D. B., & Rabolt, J. F., 2002. Micro- and Nanostructured Surface Morphology on Electrospun Polymer Fibers. **American Chemical Society** .
- Mera, G., Gallei, M., Bernard, S., & Ionescu, E., 2015. Ceramic Nanocomposites From Tailor-Made Preceramic Polymers. **Nanomaterials**, 468-540.
- Mitchell, M., Kim, D.-P., Kenis, P., & Christian., 2006. Ceramic Microreactors For On-Site Hydrogen Production. **Journal of Catalysis**.
- Mu, Y., Lainet, R. M., & Harrod, J. F., 1994. Some Further Observations On Polymethylsilane As A Precursor For Silicon Carbide. **Applied Organometallic Chemistry**, 95-100.
- Narsavage, D. M., Interrante, L. V., Marchetti, P. S., & Maciel, G. E., 1991. Condensation Polymerization of Tetrakis(ethy1amino)silane and Its Thermal Decomposition to Si₃N₄/SiC Ceramics . **American Chemical Society**, 721-730.
- Nur, Y., & Toppare, L., 2013. Synthesis of Poly(silyne-co-hydridocarbyne) for Silicon Carbide Production. **Journal of Macromolecular Science**, 923-930.
- Nur, Y., Pitcher, M. W., Seyyidoğlu, S., & Toppare, L., 2008. Facile Synthesis of Poly(hydridocarbyne): A Precursor to Diamond and Diamond-Like Ceramics. **Journal of Macromolecular Science, Part A: Pure and Applied Chemistry**.

- Nur, Y., Toppare, L., & Eroğlu, D., 2010. Electrochemical Synthesis of Poly(methylsilyne) and Investigation of the Effects of Parameters on the Synthesis. **Journal of Applied Polymer Science**.
- Okamura, K., 1987. Ceramic Fibres From Polymer. **Composites**, 107-120.
- Okano, M., Nakamura, K., Yamada, K., Hosoda, N., & Wakasa, M., 2006. An Improved Electrochemical Synthesis of Network Polysilanes.
- Peng, C. H., & Hwang, C. C., 2020. Synthesis And Characteristics Of Polycarbomethylsilane Via A One-Pot Approach. **Journal Of Materials Research And Technology**.
- Peng, C. H., & Hwang, C. C., 2020. Synthesis And Characteristics Of Polycarbomethylsilane Via A One-Pot Approach. **Journal Of Materials Research And Techonolgy**.
- Pitcher, M. W., Joray, S. J., & Bianconi, P. A., 2004. Smooth Continuous Films of Stoichiometric Silicon Carbide From Poly(Methylsilyne). **Advanced Materials**, 706-709.
- Placette, S. L., Delbé, K., Denape, J., & Ferrato, M., 2015. Tribological Characterization Of Silicon Carbide And Carbon Materials. **Journal of the European Ceramic Society**, 1147-1159.
- Rahaman, M. N., 2016. Ceramic Processing And Sintering. New York.
- Raj, P., & Gupta, G. S., 2019. Temperature Measurements In A Laboratory Scale Furnace For Manufacturing Of Silicon Carbide Through Acheson Process. **Journal Pre-Proofs**.
- Riedel, R., Mera, G., Hauser, R., & Klonczynski, A., 2006. Silicon-Based Polymer-Derived Ceramics: Synthesis Properties and Applications-A Review. **Journal of Ceramic Society of Japan**, 425-444.
- Sayer, S., & Özkan, E., 2007. Seramikler ve Polimerlerin Üretimindeki Benzerlikler ve Kombinasyonları. **Bilim - Teknoloji** , 118-127.
- Schneider, J. J., Naumann, M., Schafer, C., Brandner, A., Hofmann, H. J., & Claus, P., 2011. Template-Assisted Formation Of Microsized Nanocrystalline CeO₂ Tubes And Their Catalytic Performance In The Carboxylation Of Methanol. **Beilstein Journal Of Nanotechnology**, 776-784.

- Sedov, V., Ralchenko, V., Zvukova, T., & Sizov, A., 2017. Polycarbynes: A New Synthetic Approach And Application to The Nucleation of CVD Diamond. **Diamond & Related Materials**.
- Sedov, V., Ralchenko, V., Zvukova, T., & Sizov, A., 2017. Polycarbynes: A New Synthetic Approach And Application To The Nucleation Of CVD Diamond. **Diamond & Related Materials**, 65-69.
- Seo, J. H., Rajendiran, R., Lee, S. H., & Ruoff, R. S., 2023. Electrochemical Polymerization Of Polyhydrocarbons By Reductive Dehalogenation Of Chlorinated Methanes. **Cell Reports Physical Science**, 1-13.
- Shi, Y. F., Meng, Y., Chen, D., Cheng, S., Chen, P., Yang, H., Zhao, D., 2006. Highly Ordered Mesoporous Silicon Carbide Ceramics With Large Surface Areas and High Stability. **Advanced Functional Materials**, 561-567.
- Soraru, G. D., Babonneau, F., & Mackenzie, J. D., 1990. Structural Evolutions From Polycarbosilane To SiC Ceramic. **Journal of Materials Science**.
- Soraru, G. D., Liu, Q., Interrante, L. V., & Apple, T., 1998. Role of Precursor Molecular Structure On The Microstructure And High Temperature Stability Of Silicon Oxycarbide Glasses Derived From Methylene-Bridged Polycarbosilanes. **American Chemical Society**.
- Subramanian, K., 2008. A Review Of Electrosynthesis Of Polysilane. **Journal Of Macromolecular Science, Part C: Polymer Reviews** , 637-650.
- Sy, J. C., Klemm, A. S., & Shastri, V. P., 2009. Emulsion As A Means Of Controlling Electrospinning Of Polymers. **Advanced Materials**, 1814-1819.
- Şaşmaz, H. T., Özkan, O., & Haydardedeoğlu, a. E., 2012. Elektroeğirme "Sıvıyı İpliğe Dönüştürme Sanatı Ve Biyotıp Eserleri". **Bilim ve Teknik**, 80-82.
- Takeda, M., Saeki, A., Sakamoto, J.-i., Imai, Y., & Ichikawa, H., 2000. Effect Of Hydrogen Atmosphere On Pyrolysis Of Cured Polycarbosilane Fibers. **Journal of the American Ceramic Society**, 1063-1069.
- Tao, X. Y., Qiu, W. F., Li, H., Zhao, T., & Wei, X. Y., 2012. New Route To Synthesize Preceramic Polymers For Zirconium Carbide. **Chinese Chemical Letters**, 1075-1078.
- Taylor, G., 1969. Electrically Driven Jets. **The Royal Society A**, 453-475.

- Tehrani, F. S., Badaruddin, M., Rahbari, R., Muhamad, M., & Rahman, S., 2012. Low-Pressure Synthesis and Characterization of Multiphase SiC by HWCVD Using CH₄/SiH₄. **Vacuum**, 1150-1154.
- Toma, L., Kleebe, H.-J., Muller, M. M., Janssen, E., Riedel, R., Melz, T., & Hanselka, H., 2012. Correlation Between Intrinsic Microstructure and Piezoresistivity in a SiOC Polymer-Derived Ceramic. **Journal of the American Ceramic Society**, 1056-1061.
- Toppare, L., & Pitcher, M. W., 2010. A New Industrially Viable Method For The Production of Polycarbynes, Polymeric Precursors to Diamond and Diamond Like Ceramics .
- Toprak, S., 2023. Silisyum Karbür Takviyeli Zirkonya Esaslı Seramik Kompozitlerin Sinterlenebilirliği ve Mekanik Özellikleri. Harran Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü.
- Troy, I., & Smith, J., 1986. *Patent No. 4,631,179*.
- Uslu, N. Y., 2009. Silisyum-PVA ve Silisyum-PVC Kompozit Tozlarının Pirolyzi ve Karakterizasyonları. *İstanbul Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*.
- Vermeulen, L. A., Smith, K., & Wang, J., 1999. Electrochemical Polymerization of Alkyltrichlorosilane Monomers to Form Branched Si Backbone Polymers. **Electrochimica Acta**, 1007-1014.
- Vermeulen, L., & Huang, K., 2000. Electrosynthesis of New Polysilynes: Poly(methylsilyne) And Poly(cyclohexylsilyne-co-methylsilyne). **Polymer**, 441-444.
- Vischer, G. T., & Bianconi, P. A., 1994. Synthesis and Characterization of Polycarbynes, a New Class of Carbon-Based Network Polymers. **American Chemical Society**, 1805-1811.
- Wang, P., Cheng, L., Zhang, Y., & Zhang, L., 2017. Synthesis of SiC Nanofibers With Superior Electromagnetic Wave Absorption Performance by Electrospinning. **Journal of Alloys and Compounds**.
- Wu, Q. T., Wang, B., & Wang, Y., 2019. Fabrication Of Hollow SiC Ultrafine Fibers By Single-Nozzle Electrospinning For High-Temperature Thermal Insulation Application. **Materials Letters** , 109-112.

- Yajima, S., Hayashi, J., & Omori, M., 1975. Continuous Silicon Carbide Fiber of High Tensile Strength. **Chemical Society of Japan**, 931-934.
- Yajima, S., Okamura, K., Hayashi, J., & Omori, M., 1976. Synthesis of Continuous Sic Fibers with High Tensile Strength. **Journal of The American Ceramic Society**.
- Zekentes, K., & Rogdakis, K., 2011. SiC Nanowires: Material and Devices. **Journal of Physics D: Applied Physics**.
- Zhang, J., Cheng, H., Chen, Y., Uddin, A., Yuan, S., Geng, S., & Zhang, S., 2005. Growth of AlN Films on Si (100) and Si (111) Substrates by Reactive Magnetron Sputtering. **Surface & Coatings Technology**, 68-73.
- Zhang, W., Yamashita, S., & Kita, H., 2020. Progress In Tribological Research Of SiC Ceramics In Unlubricated Sliding A Review. **Materials and Design**.
- Zhang, Y., Wang, N., He, R., Chen, X., & Zhu, J., 2001. Synthesis Of SiC Nanorods Using Floating Catalyst. **Solid State Communications**.
- Zong, X., Kim, K., Fang, D., Ran, S., Hsiao, B. S., & Chu, B., 2002. Structure And Process Relationship Of Electrospun Bioabsorbable Nanofiber Membranes. **Polymer 43**.

ÖZGEÇMİŞ

2017 yılında Hatay Mustafa Kemal Üniversitesi (HMKÜ) Fen Bilgisi Öğretmenliği Bölümüne başladı. 2018 yılında aynı üniversitede Kimya bölümünde çift anadala başladı. 2021 yılında Fen Bilgisi Öğretmenliği, 2022 yılında Kimya bölümünden mezun oldu.

