T.C. SAKARYA ÜNİVERSİTESİ FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

BAZI KOBALT FERRİT NANO SİSTEMLERİN ELEKTRİKSEL ÖZELLİKLERİNİN DİELEKTRİK SPEKTROSKOPİ YÖNTEMİ İLE İNCELENMESİ

YÜKSEK LİSANS TEZİ

Muhammet ÇAVDARLI

Enstitü Anabilim Dalı	:	FİZİK
Tez Danışmanı	:	Yrd. Doç. Dr. Erdoğan ŞENTÜRK

Haziran 2009

T.C. SAKARYA ÜNİVERSİTESİ FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

BAZI KOBALT FERRİT NANO SİSTEMLERİN ELEKTRİKSEL ÖZELLİKLERİNİN DİELEKTRİK SPEKTROSKOPİ YÖNTEMİ İLE İNCELENMESİ

YÜKSEK LİSANS TEZİ

Muhammet ÇAVDARLI

Enstitü Anabilim Dalı : FİZİK

Bu tez 09 / 06 / 2009 tarihinde aşağıdaki jüri tarafından Oybirliği ile kabul edilmiştir.

Doc. Dr.

Ramazan KAYIKÇI Jüri Başkanı

rd. Doc. Dr.

Erdoğan ŞENTÜRK Üye

Yrd. Doç. Dr. Sadık BAĞCI Üye

TEŞEKKÜR

Lisansüstü tez konumun belirlenmesi, planlanması ve tez haline getirilmesinde en büyük paya sahip olan, maddi ve manevi desteğini esirgemeyen danışman hocam Yrd. Doç. Dr. Erdoğan ŞENTÜRK' e,

İnceleme malzemesini sağladığı için Doç Dr. Yüksel KÖSEOĞLU' na,

Yüksek lisans dönemi boyunca deneyimlerinden ve bilgilerinden yararlandığım tüm öğretim üyesi ve araştırma görevlilerine,

Kaynak araştırmalarım sırasında yaptıkları tercümelerle bana yardımcı olan eşime ve mesai arkadaşlarıma,

Eğitimim için hiçbir fedakârlıktan kaçınmayan ve hep destekçi olan aileme,

Ayrıca varlığı ile bana manevi güç katan biricik kızım Zeynep Naz'a sonsuz teşekkür ederim.

İÇİNDEKİLER

TEŞEKKÜR	ii
İÇİNDEKİLER	iii
SİMGELER VE KISALTMALAR LİSTESİ	v
ŞEKİLLER LİSTESİ	viii
TABLOLAR LİSTESİ	ix
ÖZET	х
SUMMARY	xi

BÖLÜM 1.

GİRİS	1
0	-

BÖLÜM 2.

LİTERATÜR TARAMASI	4
2.1. Manyetik Nanoparçacıklar ve Kullanım Alanları	4
2.1.1. Ferritler	6
2.1.1.1. Kobalt ferrit (CoFe ₂ O)	7
2.1.1.2. NiZnCu kompleks ferrit (Ni _{0,5} Zn _{0,4} Cu _{0,1} Fe ₂ O ₄)	13
2.2. Poloksamerler (Pluronic ® F87 NF)	18
2.3. Grafit	21
2.4. Tanımlama Teknikleri	22
2.4.1. X-ışını kırınımı yöntemi (XRD)	22
2.4.2. Taramalı elektron mikroskobu (SEM)	24
2.4.3. Geçirmeli elektron mikroskobu (TEM)	25
2.4.4. Yüksek çözünürlüklü TEM (HRTEM)	27
2.4.5. Enerji dağıtan XRF (EDXRF)	27

BÖLÜM 3.	
EMPEDANS SPEKTROSKOPİSİ	29
BOLUM 4	
MATERYAL VE METOD	35
4.1. Polimerik Bileşiklerin Hazırlanması	35
4.2. Deney Düzeneği	36
BÖLÜM 5.	
SONUÇLAR VE ÖNERİLER	48
KAYNAKLAR	50
	50
OZGEÇMIŞ	55

SİMGELER VE KISALTMALAR LİSTESİ

arepsilon'	: Dielektrik sabitin reel kısmı
$\varepsilon^{''}$: Dielektrik sabitin imajiner kısmı
Z'	: Reel empedans
Z''	: İmajiner empedans
W	: Açısal frekans
α	: Relaksasyon dağılım parametresi
$\sigma_{_{DC}}$: DC elektriksel iletkenlik
τ	: Relaksasyon zamanı
σ	: İletkenlik
σ'	: Manyetik alınganlık
a	: Örgü parametresi
AC	: Alternatif akım
APTMS	: (3-Aminopropil) trimetoksisilane
c	: Örgü parametresi
С	: Kapasitans
CBH	: Correlated Barrier Hopping
d	: Düzlemler arası uzaklık
d	: Kalınlık
Da	: Tanecik büyüklüğü
D _c	: Tanecik büyüklüğü
DC	: Doğru akım
FFT	: Hızlı fourier dönüşüm analizi (Fast Fourier Transform)
FTIR	: Fourier dönüşümlü infrared spektroskopisi (Fourier Transform
	Infrared)
FWHM	: Maksimumun yarısındaki tam genişlik (Full Width Half
	Maksimum)

H _c	: Ters çevirici alan
HIP	: Sıcak izostatik basınç (Hot Isostatic Pressure)
HRTEM	: Yüksek çözünürlüklü geçirimli elektron mikroskobu
	(High Resolution Transmission Electron Microscopy)
IS	: Empedans spektroskopisi
k_B	: Boltzman sabiti
M^*	: Elektriksel modülüs
MLCI	: Çok katmanlı çip indüktörler (Multi-Layer Chip Inductors)
MMA	: Metil metakrilat
M _r	: Kalıcı manyetizasyon
MRI	: Manyetik rezonans görüntüleme (Magnetic Resonance Imaging)
M_s	: Doyum manyetizasyonu
nm	: Nanometre
Ν	: Lokalize olmuş durum yoğunluğu
NCEM	: National Center for Electron Microscopy (Berkeley)
OAM	: One-Angstrom Microscope
PEO	: Poli etilen oksit
PMMA	: Polimetil metakrilat
PPO	: Poli propilen oksit
R	: Hoplama mesafesi
S	: Yüzey alanı
S	: İletkenlik üs parametresi
SEM	: Taramalı elektron mikroskobu (Scanning Electron Microscope)
SMD	: Elektronik devre eleman kılıfları (Surface Mount Devices)
SPS	: Spar plazma sinterleme (Spar Plasma Sintering)
Т	: Mutlak sıcaklık
tan δ	: Dielektrik kayıp
TEM	: Geçirmeli elektron mikroskobu (Transmision Electron Microscope)
TGA	: Termogravimetrik analiz (Thermo-Gravimetric Analysis)
V	: Potansiyel
VSM	: Titreşen örnek magnetometresi (Vibrating Sample Magnetometer)
W_m	: Enerji bariyeri yüksekliği

- XRD : X-Işını kırınımı yöntemi
- XRF : X-ışını floresans analizi
- EDXRF : Enerji dağıtan X-ışını floresans analizi (Energy-Dispersive XRF)
- Y^{*} : Kompleks admitans
- Z^{*} : Kompleks empedans
- λ : Dalga boyu

ŞEKİLLER LİSTESİ

Şekil 2.1.	Spinel birime ait hücre yapının şematik modeli	7
Şekil 2.2.	CoFe ₂ O ₄ 'ün X-ışını kırınımı analizi	9
Şekil 2.3.	CoFe ₂ O ₄ histerezis döngüsü örneği	10
Şekil 2.4.	CoFe ₂ O ₄ nanoparçacığına ait sıcaklık-kütle kaybı fonksiyonunun	
	grafiği (ε=47)	11
Şekil 2.5 .	CoFe ₂ O ₄ 'ün FTIR dalga spektrumu	12
Şekil 2.6.	$Ni_{0,5}Zn_{0,4}Cu_{0,1}Fe_2O_4$ kompleks ferritin X-ışını kırınımı	13
Şekil 2.7.	Ni _{0,5} Zn _{0,4} Cu _{0,1} Fe ₂ O ₄ 'e ait SEM mikrografi ile çekilen görüntü	14
Şekil 2.8.	$Ni_{0,5}Zn_{0,4}Cu_{0,1}Fe_2O_4$ kompleks ferrite ait farklı sıcaklık ve	
	frekanslardaki dielektrik sabitin değişimi	16
Şekil 2.9.	$Ni_{0,5}Zn_{0,4}Cu_{0,1}Fe_2O_4$ kompleks ferrite ait farklı sıcaklık ve	
	frekanslardaki dielektrik kaybın değişimi	17
Şekil 2.10.	$Ni_{0,5}Zn_{0,4}Cu_{0,1}Fe_2O_4$ kompleks ferrite ait B - H döngüsü	18
Şekil 2.11.	Pluronic'in genel yapısı	18
Şekil 2.12.	Grafite ait a) α türü ve b) β türü	21
Şekil 2.13.	Bragg yasasının (2d sin $\theta = m\lambda$) bulunması	23
Şekil 2.14.	SEM in şematik yapısı	24
Şekil 2.15.	TEM in şematik yapısı	26
Şekil 3.1.	Z' nin vektör gösterimi	31
Şekil 3.2.	Dielektrik sabitinin geniş bir bölgedeki genel davranışı	34
Şekil 4.1.	Deney düzeneği	37
Şekil 4.2.	Dielektrik sabitin reel kısmının frekansa bağımlılığı	39
Şekil 4.3.	Dielektrik sabitin imajiner kısmının frekansa bağımlılığı	42
Şekil 4.4.	İletkenliğin frekansa bağımlılığı	44
Şekil 4.5.	Komşu bölgeler arasındaki üst üste binmiş olan Coulomb	
	potansiyeli, bariyer yüksekliği ve elektronun transfer	
	mesafesinin bir gösterimi	46

TABLOLAR LİSTESİ

Tablo 2.1.	CoFe ₂ O ₄ için SPS ve HIP'den elde edilen parçacık büyüklükleri	
	ve manyetik özellikler	9
Tablo 2.2.	CoFe ₂ O ₄ spinel ferrittin XRD parametreleri	11
Tablo 2.3.	CoFe ₂ O ₄ için solvent dielektrik sabiti, parçacık büyüklüğü ve	
	örgü parametreleri	12
Tablo 2.4.	$Ni_{0,5}Zn_{0,4}Cu_{0,1}Fe_2O_4$ kompleks ferrite ait bazı parametreler	14
Tablo 2.5.	$Ni_{0,5}Zn_{0,4}Cu_{0,1}Fe_2O_4$ kompleks ferrite ait farklı frekanslardaki	
	dielektrik değerleri	15
Tablo 2.6.	Pluronic dereceleri ve onların kimyasal kompozisyonları	19
Tablo 2.7.	Poloksamerlerin genel özellikleri	19
Tablo 2.8.	Pluronic® F87 NF nin tipik özellikleri	20
Tablo 3.1.	Temel imitans fonksiyonları arasındaki bağlantılar	33
Tablo 4.1.	KFCFPG polimerik bileşiğindeki malzemelerin katkı oranları	36
Tablo 4.2.	Deney sonuçlarının teori ile uydurulmasından elde edilmiş	
	parametrelere ait sayısal değerler	47

ÖZET

Anahtar kelimeler: Nanoteknoloji, ferrit, poloksamer, grafit, dielektrik spektroskopisi, dielektrik sabiti

Nanoteknoloji, nano yapılar tasarlayıp sentezlemeyi ya da mevcut nano yapıları veya molekülleri işlevsel hale getirip onların kazandıkları olağanüstü özellikleri yeni uygulamalarda kullanmayı amaçlar.

NiZnCu ferrit ve kobalt ferrit manyetik malzemelerinin çoğunlukla manyetik özellikleri incelenmiştir. Bu çalışmada NiZnCu ferrit, kobalt ferrit, grafit ve pluronic kullanılarak elde edilen bir seri polimerik bileşiğin elektriksel özelliklerinin incelenmesi amaçlandı. Bunun için dielektrik spektroskopisi yöntemi kullanıldı. Ölçümler 100 Hz ve 40 MHz frekans aralığında ve oda sıcaklığında gerçekleştirildi. Elde edilen sonuçlara göre dielektrik sabitin reel ve imajiner kısmının artan frekansla azaldığı görüldü. Serinin iletkenlik mekanizması CBH modeli ile açıklandı.

THE INVESTIGATION OF ELECTRICAL PROPERTIES OF SOME COBALT FERRITE NANOSYSTEMS WITH DIELECTRIC SPECTROSCOPY METHOD

SUMMARY

Key Words: Nanotechnology, Ferrite, Poloksamer, Graphite, Dielectric Spectroscopy, Dielectric Constant

Nanotechnology aims at designing and synthesizing nano-structures or it aims at making present nano-structures or molecules functional and then using their extraordinary features they have gained in new applications.

Magnetic features of NiZnCu ferrite and cobalt ferrite magnetic materials have been investigated. The present study aims at electrical properties of a series of polimeric compound composed of NiZnCu ferrite, cobalt ferrite, graphite, and pluronic. For that, dielectric spectroscopy method has been used. Measurements have been carried out between 100 Hz and 40 MHz frequency range in room temperature. The results showed that, real and imaginary parts of dielectric constant have declined through increased frequency. The conductivity mechanism of the series has been explained through CBH model.

BÖLÜM 1. GİRİŞ

Maddenin en küçük yapı taşının atom olarak adlandırılmasının üstünden bin yıl sonra, küçük boyutlaradaki yapıların önemine ilk vurguyu 1959 yılında Kaliforniya Teknoloji Enstitüsü'nde Richard Philip Feynmann "Aşağıda Bir Sürü Yer Var" (There's Plenty of Room at the Bottom) başlıklı konuşmasında yapmıştı [1]. Feynmann, bu konuşmasında yirmi dört ciltlik Britannica Ansiklopedisindeki bütün bilgilerin bir toplu iğne başı büyüklüğünde bir alana sığdırılabileceğini ve bilginin çok küçük boyutlarda saklanmasında, bir kenarında 5 atom olan 125 atomluk bir küpten oluşan bir metal kümesinin bir bit olarak görev yapabileceğini söylemişti. Feynman, tasarlanacak çok küçük boyutlardaki aletler ile nano yapıların ölçülebileceği ve yeni amaçlar doğrultusunda kullanılabileceğini belirtmiştir.

1981'de, Feynman'ın sözünü ettiği çok küçük boyutlara müdahale edebilecek aletlerden Taramalı Tünelleme Mikroskobu (Scanning tunneling microscope - STM) Gerd Binnig ve Gerhard Rohrer tarafından üretildi. Yine 1986'da Binnig, Quate ve Gerber Atomik Kuvvet Mikroskobunu (Atomic Force Microscope - AFM) buldular. Bu keşiflerle eş zamanlı olarak gelişen bilgisayar teknolojisi, atomların veya moleküllerin gözlenmesine ve atomik boyuttaki tepkimelerin izlenmesine imkân tanıdı. Bu keşifler, atomik seviyede görüntü almanın yanında atomik seviyede fabrikasyon yapmamıza da imkân sağlamaktadır [2]. Böylece 20. yüzyılın sonlarına doğru atomik mertebelerde nano yapıların tasarlanması, sentezlenmesi ve bilinen karakterizasyon yöntemleri ile incelenmesi devri başlamış oldu.

Nanobilim, en az bir boyutu 100 nm den küçük olan malzemeler, cihazlar ve sistemler için kullanılır. Nanobilim dünyasında nano öneki metrenin 10⁻⁹ 'unu ifade eder. Yani yapıların milyarda birini gösterir. Bu boyutlara sahip maddelerin fiziksel özellikleri klasik mekaniğin bilinen sınırlarından çıkıp kuantum mekaniğinin inceleme alanına girmekte, elektron durumlarının faz ve enerji spektrumunun kesikli

yapısı ortaya çıkmaktadır. Nano yapılarda elektronlar çok küçük yerlere sıkıştıklarından, yapının geometrisine bağlı olarak yeni kuantumlaşmalara tabi olmaktadırlar ve bu da yapının bilinen mekanik ve elektronik özelliklerini de önemli ölçüde değiştirmektedir [2]. Kimyasal ve fiziksel özellikler, yapının büyüklüğüne ve atom geometrisinin ayrıntılarına, sonradan bağlanan yabancı bir atomun cinsine ve bağlanma geometrisine göre çok farklı davranışlar sergilemektedir. Örneğin, mevcut nano yapıya yabancı bir atomun yapısması elektrik iletkenliğini fark edilebilir şekilde değiştirebilmektedir. Bu yabancı atom geçiş elementi olduğunda yapıştığı bir nano yapıya manyetik özellikler de kazandırabilmektedir [3]. Maddenin boyutları nano boyutlara kücüldükce önceden ön görülmeyen büyük hacimli aynı maddeden çok daha farklı özellik ve davranış gösterebilmektedir. Bazı hallerde bu yeni özellik, büyük boyuttaki maddeden cok üstün niteliğe sahip malzemenin veya sistemin geliştirilmesine imkân vermektedir [4]. Kısaca; bir nano yapının fiziksel özellikleri, bağ yapısı ve dolayısı ile mukavemeti, onun büyüklüğüne ve boyutlarına bağlı olarak önemli değişimler gösterebilmektedir. Bir tanım gerekirse, nanobilim; çok küçük boyutlarda ortaya çıkan bu yeni davranışları kuantum teorisi yardımı ile anlamamızı sağlar denilebilir. Nanoteknoloji ise ya yeni nano yapılar tasarlayıp sentezlemeyi, ya da mevcut nano yapıları veya molekülleri işlevsel hale getirip onların kazandıkları olağanüstü özellikleri yeni uygulamalarda kullanmayı amaçlar. Bir başka ifadeyle nanoteknoloji bilinen moleküllere yeni atom ve moleküller ekleyerek işlevsel duruma sokar veya kuantum noktaları, nanoteller ve nanotüpler gibi yapay yapıları tasarlayıp sentezler [3]. Bu şekilde sentezlenen yapılar çok aktif olurlar ve önemli kimyasal süreçlere aracılık ederler. Bu yapılar olağanüstü elektronik veya manyetik özellikler sergilerler [4]. Nanoteknoloji, bilinen bütün teknolojilere kıyasla çok daha fazla temel bilim ve teorik arastırmalara gereksinim duyar. Nanoteknolojinin disiplinler arası bir bilim dalı olması farklı alanlara hâkimiyeti ve farklı disiplinlerdeki bilim adamlarının ortaklaşa çalışmalarını beraberinde getirdiği gibi, sonuçları itibariyle de

Nanoteknoloji nispeten yeni olmasına rağmen nano boyutlarda yapıların ve fonksiyonel cihazların varlığı yeni değildir. İnsanlığın tam olarak nano büyüklükteki materyallerin avantajlarından ne zaman faydalanmaya başladığı kesin belli değildir. İlginçtir ki 15. yüzyılda bir cam imalatçısı nano büyüklükteki metal içeren camların

birçok alanı temelden etkileme potansiyeline sahiptir [5].

imalatını yapmıştır. Medieval katedrallerindeki camların ilgi çekici ve güzel görünüşü camdaki metal nanoparçacıkların varlığı yüzündendir. Ayrıca British müzesindeki 4. yüzyıl yapımı gümüş ve altın nanoparçacıkları içeren kadehin (Lycurgus kadehi) ışık vurduğunda yeşil renkten koyu kırmızı renge değişmesi bu konunun uygulama noktasındaki tarihinin ne kadar eski olduğunu ortaya koyar. Yarı iletken ve transistörlerin üretimi de nanoteknolojinin uygulamalarındandır. Özel organometalik yüzey katalizörleri de bir tür nanoteknolojik üründür [6]. Günümüzde de nanoteknoloji ve nano ölçekteki olayların değerlendirilmesi ile bilimde ve teknolojide yeni ufuklar açılmaktadır. Aslında nanoteknoloji çağımıza yön veren bilgi, iletişim ve biyoteknoloji ile birlikte gelişmekte olup bu teknolojilerden ayrı düşünülemez [4]. Nanomalzemelerin ve nanoteknolojinin hayatımıza girdiği yerler:

- 1. Malzeme ve imalat sektörü
- 2. Çevre ve enerji
- 3. Biyoteknoloji ve tarım
- 4. Tıp ve sağlık sektörü
- 5. Havacılık ve uzay araştırmaları
- 6. Elektronik ve bilgisayar teknolojileri
- 7. Savunma sektörü

şeklinde sıralanabilir [6].

Maddelerin nano ölçekte görüntülenmesi ve aynı zamanda fiziksel özelliklerinin ölçülmesi nanokarakterizasyon ile mümkündür [2]. Nanomalzemelerin ve nanoteknolojinin bu bağlamdaki öneminden hareketle literatürde bazı kobalt-ferrit nanosistemler ve bunların bazı türlerinin ve çeşitli oranlardaki karışımlarının özellikle manyetik ölçümlerinin yapıldığı bilinmektedir. Ancak, gerek bu nanosistemlerin ferdi olarak gerekse karışımlarının elektriksel özelliklerinin belirlenmesi noktasındaki incelemeler yok denecek kadar azdır. Bundan dolayı, bu tez çalışmasında kobalt ferrit (Co-Fe) nonosistemlere ait bir seri malzemenin elektriksel karakterizasyonu ilk defa yapılacaktır.

BÖLÜM 2. LİTERATÜR TARAMASI

2.1 Manyetik Nanoparçacıklar ve Kullanım Alanları

Nano boyuttaki parçacıkların gelişimi son 20 yıldır yoğun bir şekilde takip edilmektedir. Bunun en büyük sebebi nanoparçacıkların küçük boyutu ile yüksek yüzey / hacim oranının benzersiz mekanik, optik, elektronik, manyetik ve kimyasal özellikler taşımasıdır [7, 8]. Manyetik nanoparçacıklar küçültülmüş boyutları (< 100 nm) sayesinde taşıdıkları eşsiz manyetik özellikleri nedeniyle özellikle dikkat çekmektedirler [7].

Kullanım alanlarının çeşitliliğine göre, manyetik nanoparçacıklar, birçok teknolojik uygulama alanına sahiptir. Örneğin; biyomedikal alanda, manyetik depolama cihazlarında ve çözeltilerde kullanılmaktadır [7]. Şimdi bu kullanım alanlarından biraz bahsedelim:

Biyomedikal alanda nanoparçacıklar, kötü huylu hücrenin hipertermik tedavisi, güdümlü ilaç salınımı ve manyetik rezonans görüntüleme (MRI) gibi biyomedikal ve tanı alanlarında umut verici gelişmelere açıktır [9]. Manyetik nanoparçacıkların, biyomedikal alanlarda faydalı olmasının sebepleri üç noktada toplanabilir: Birincisi, manyetik nanoparçacıklar birkaç nanometreden onlarca nanometreye kadar değişebilen kontrol edilebilir bir büyüklüğe sahiptir ve bir hücreden (10 - 100 μm), bir virüsten (20 - 450 nm), bir proteinden (5 - 50 nm) veya bir genden (2 nm genişliğinde ve 10 - 100 nm uzunluğunda) daha küçüktür. İkincisi, manyetik nanoparçacıklar bir dış manyetik alan tarafından kontrol edilebilirler. Böylece, örneğin; bir anti-kanser ilacı, vücudun hedeflenen bir bölgesine söz gelimi bir tümöre gönderilmesinde kullanılabilir. Üçüncüsü, manyetik alandan nanoparçacıklara doğru enerjinin transfer edilmesiyle, nanoparçacıkların zamanla değişmekte olan bir manyetik alana titreşimsel olarak cevap vermesi sağlanabilir. Nanoparçacıklar

ısıtılabilir, böylece kemoterapi veya hipertermi faktörleri olarak, vücudun tümör gibi hedeflenen bölgelerine ulaştırılması sağlanabilir [7].

Yüksek yoğunluklu manyetik kayıt alanında kullanılma potansiyeline sahip olmaları nedeniyle, manyetik nanoparçacıkların sentezi ve bir araya gelmesi araştırılan bir konudur [9]. Harddisk sürücülerinin kapasitesi sürekli olarak artmaktadır. Her bilginin yüzlerce zerrecik üzerinde depolandığı ince bir film cihazı bilgi depolamada sınırlı bir kapasiteye sahiptir. Verilerin tek bölgeli manyetik parçacığın bir dizisinde depolandığı, kendiliğinden bir araya gelmiş manyetik nanoparçacık ortamların bu sınırlamaların üstesinden gelebileceği ve 1 Tbit / inç² ye kadar kayıt yoğunluğu sağlayabileceği önerilmektedir. Böyle bir ultra yüksek yoğunluklu ortamda, yüksek kayıt etme yoğunluğundan dolayı, küçük bir materyal taneciği ve dar boyutlu dağılım gerekmektedir. Cihazın yüksek sinyal - ses ve termal kararlılığını elde etmek için, izole halde, etkileşime girmeyen veya zayıf bir şekilde etkileşime giren çok yüksek manyetik anisotropi enerjisine sahip nanoparçacıklar gerekmektedir [7].

Ferrosıvılar, akışkanlığı, mıknatıslar veya manyetik alanlar tarafından kontrol edilebilen koloidal bir süspansiyon içerisindeki manyetik nanoparçacıkların oluşturduğu özel bir çözeltidir. Güçlü bir mıknatıs ferrosıvının yakınına getirildiğinde, birkaç çizgi ortaya çıkacaktır; çünkü sıvı kendisini mıknatısın manyetik alanındaki çizgilere göre ayarlamaktadır. Manyetik alan ortadan kaldırıldığında parçacıklar konumlarından rastgele dağılırlar ve hiçbir net mıknatıslanma ortaya koymazlar. Ferrosıvıların en yaygın kullanıldıkları alan hoparlörlerin soğutulmasındadır. Ferrosıvıların diğer teknolojik kullanım alanları arasında mil yatağı, damper, atlama motorları ve sensörler bulunmaktadır [7,9].

2.1.1 Ferritler

Ferrit olarak adlandırılan manyetik seramik malzemeler ilave metalik iyon içeren demir oksitli bileşiklerdir. Genellikle ferritler, yumuşak ve sert ferritler olmak üzere iki gruba ayrılırlar Ferritlerin yapısında demir oksit (Fe₂O₃) ve çeşitli ilave metal iyonları bulunur. Fe₂O₃ ile birleşen iyonlar kristal yapıyı ve ferritin tipini belirler. Yumuşak ferrritler, manyetik alandan çıkarıldıktan sonra manyetik özelliklerini yavaş yavaş kaybetmeye başlarlar. Yani geçici manyetiklik sergilerler. Sert ferritler ise sürekli manyetik özellik gösterirler ve bunu kaybetmezler [10]. Yumuşak ferritlerin çoğu ters spinel yapıda olup, MOFe₂O₃ veya MFe₂O₄ genel bileşimine sahiptirler. Burada M iki değerlikli metal iyonunu, (Fe⁺², Mn⁺², Ni⁺², Zn⁺² veya Co⁺²) temsil etmektedir [7,10]. Yumuşak ferritler, dakikada birçok kez manyetizasyon ve demanyetizasyon edilebildikleri için, alternatif akım güç ve yüksek frekans işlemleri gerektiren uygulamalar için tercih edilirler [10].

Bilgi iletişim teknolojisindeki çok hızlı gelişmeler yüzünden son zamanlarda yumuşak manyetik maddelerin yüksek frekanslı işlemlerine olan talep artmıştır [7]. Bunun nedeni, manyetik ferrit nanoparçacıkların kalıcı mıknatıslar, manyetik sıvılar, manyetik ilaç salınımı ve yüksek yoğunluklu kayıt cihazları gibi birtakım teknolojik alanlardaki yaygın kullanımı ile birlikte düşük maliyetli ve yüksek performanslı oluşlarıdır [11-13].

Ferrit materyaller ayrıca çok yaygın olarak yüksek manyetik geçirgenlik ve yüksek elektriksel özdirenç özelliklerinden dolayı çeşitli elektronik aletlerde örneğin indüktörlerde ve/veya elektronik dalga emicilerde (nispeten birkaç yüz MHz civarındaki yüksek frekans bölgesinde) kullanılırlar. Bununla birlikte daha yüksek frekans (birkaç GHz) bölgelerinde geçirgenlik performansını artırmak için çalışmalar yapılmaktadır [7,14].

2.1.1.1. Kobalt ferrit (CoFe₂O₄)

Çeşitli ferritler arasında CoFe₂O₄'in özel bir yeri vardır. Onu özel kılan özellikleri, yüksek anizotropi sabiti $(2.65 \times 10^6 - 5.1 \times 10^6 \text{ erg/cm}^3)$, orta derecedeki doyum manyetizasyonu ($M_s = 80 \text{ emu/g}$), yüksek manyetostriktivite ve koersivitedir (40 nm boyutundaki bir tek domain CoFe₂O₄'in oda sıcaklığındaki değeri 4.3 KOe'dir). Diğer manyetik parçacıklar ile kıyaslanınca kobalt ferrit daha güçlü ve özellikli bağlar ile serum albumin proteinlerine bağlanabilmektedir [9]. CoFe₂O₄ parçacıkları yaygın olarak manyeto-optik kayıt aletlerinde, yüksek yoğunluklu veri depolama aletlerinde. stres sensörleri ve diğer yüksek frekans uygulamalarında kullanılmaktadır [7,9].

Kübik CoFe₂O₄, oksijenin bir fcc yapı oluşturduğu, ters bir kübik spinel yapıya sahip yaygın bir manyetik ferrittir. Co²⁺ dört yüzlü veya sekiz yüzlü alanları kaplamaktadır (Şekil 2.1) [9,15]. Pek çok manyetik gruplaşmanın sağlanabilmesi için CoFe₂O₄ materyalinin manyetik düzeni, Co^{2+'}ın kimyasal yapısını düzenleyerek kontrol edilebilir [7, 9].



Şekil 2.1. Spinel birime ait hücre yapının şematik modeli [15]

Manyetik özellikler nanoparçacıkların boyutlarına bağlı olduklarından, uygulama alanları için aynı boyuttaki nanoparçacıkların sentezi çok önemlidir. Son yıllarda farklı sentez teknikleri kullanarak, ısınma hızı ve sürfaktant miktarı gibi deneysel parametreler değiştirerek ferrit nanoparçacıkların boyutlarının ayarlanması noktasında pek çok çalışma yapılmaktadır [7]. CoFe₂O için bazı sentez teknikleri:

- Yanma reaksiyonları [16]
- Hidrotermal yöntemi
- Termal dekompozisyon
- Ball milling
- Polyol metodu
- Birlikte çökelme metodu [9]
- Mikro emulsiyon [17]
- Sol-jel metodu [18]
- Sıcak izostatik basınç (HIP) ve spar plazma sinterleme (SPS) metotları [19]

Yapılan bir çalışmada SPS ve HIP sıkıştırma yöntemleri kullanılarak elde edilen iki CoFe₂O₄ nanoparçacıklarına ait X-Ray difraksiyon analizi Şekil 2.2'de görülmektedir. Grafiklerden hücre parametrelerinin birbirine çok yakın olduğu anlaşılmaktadır. Ayrıca X-Ray sonuçlarından Scherer bağıntısı $\left[D - \frac{0.89\lambda}{\beta(\theta)\cos(\theta)}\right]$ kullanılarak sucaklık arttıkca kristal büyüklüklerinin de arttığı anlaşılmaktadır [10]

kullanılarak sıcaklık arttıkça kristal büyüklüklerinin de arttığı anlaşılmaktadır [19]. Bu durum Tablo 2.1' de görülmektedir.



Şekil 2.2. CoFe₂O₄ ün X-ışını kırınımı analizi [19]

SPS ve HIP ile nanometre aralıklarında tutulan kristal büyüklükleri, süper paramanyetik davranış ve yüksek doyma noktası mıknatıslanmasına sahiptir (Tablo 2.1) [19].

Tablo 2.1. SPS ve HIP ile elde edilen parçacık büyüklükleri ve manyetik özellikleri [19]

Örnek	SPS (500°C/100Pa Argon)	SPS (600°C/100Pa Argon	SPS (700°C/100Pa Argon	HIP (600°C / 200Pa)
Parçacık Büyüklüğü (nm)	10.5	12.76	31.13	500 nm ile 2 μm arası
σ' (uem/g)	67	69	70	90

Yapılan başka bir çalışmada CoFe₂O₄'ün 1173 °K sıcaklığındaki histerezis döngüsünün (Şekil 2.3) ferromanyetik davranış özelliği gösterdiği görülmektedir. VSM (Vibrating Sample Magnetometer) ölçümleri ile CoFe₂O₄ ün 960,000 A/m' de (12,000 Oe) manyetik değeri 60.6 emu.g⁻¹ olup, katalizörlerin manyetik çekirdeği olarak kullanılabileceğini gösterir. Manyetik dipollerin ters döndüğü manyetik alan yaklaşık 2000 Oe karşılık gelmektedir [20].



Şekil 2.3. CoFe₂O₄ histerezis döngüsü örneği [20]

 $CoFe_2O_4$ ün 51 nm lik ortalama tanecik büyüklüğüne sahip nanoparçacığının, Scherer denkleminden elde edilen parametreleri Tablo 2.2'de verilmiştir [20].

Örnek	[hkl]	2 (θ) (°)	d (nm)	FWHM (°)	a (nm)	c (nm)	D _a (nm)	D _c (nm)
CoFe ₂ O ₄	[220]	30.2	0.296	0.14	0.8370	0.8370	51.03	51.03

Tablo 2.2. CoFe₂O₄ spinel ferrittin XRD parametreleri [20]

Yine başka bir çalışmada Oleik asit kaplı CoFe₂O₄ nanoparçacıkları elde edilmesi sırasında Şekil 2.4'te gösterildiği gibi TGA (Thermo-Gravimetric Analysis) ölçümlerinde üç aşamalı bir kütle kaybı görülmektedir [9].



Şekil 2.4. CoFe₂O₄ nanoparçacığına ait sıcaklık - kütle kaybı fonksiyonunun grafiği (ε=47) [9]

Başlangıçta 100 - 300 °C aralığında görülen %10'luk kütle kaybı numunede bulunan nem kaybına denktir. 2. kütle kaybı oleik asidin kaynama noktasında yani 350 - 400 °C'de ortaya çıkmıştır. Bu sıcaklık aralığında numuneden kaybolan sürfaktant denilen 'yüzey etkin' molekülleri % 25'lik bir kütle kaybına denktir. Daha yüksek sıcaklıkta (400–600 °C) gözlemlenen diğer % 20'lik kütle kaybı yapısal

değişikliklerden kaynaklanmaktadır. Bu yüzden, sistemde mevcut bulunan toplam surfaktant kaybı % 55 olduğunda numunenin sadece % 45'i M_s (doyum manyetizasyonu) değerine katkıda bulunmaktadır. Sürfaktantlardan kaynaklanan katkılar düzeltildikten sonra M_s değerleri Tablo 2.3'teki gibi olur [9].

Tablo 2.3. CoFe₂O₄ için solvent dielektrik sabiti, parçacık büyüklüğü ve örgü parametreleri [9]

Etanol-su oranı	Dielektrik sabiti (300°K)	Parçacık büyüklüğü (nm)	Örgü Parametresi (nm)	M _s (emu g ⁻¹)	$\begin{array}{c} M_{\rm r} \\ ({\rm emu} \ {\rm g}^{-1}) \end{array}$	H _c (G)
60 : 40	47	10	8.33	12	0.89	129

 $CoFe_2O_4$ 'ün FTIR dalga spektrumu ile ilgili yapılan bir çalışmada 1632 cm⁻¹ de C-O gerilme modunun emilim piki göze çarpmaktadır (Şekil 2.5) [21].



Şekil 2.5 . CoFe₂O₄'ün FTIR dalga spektrumu [21]

2.1.1.2. NiZnCu kompleks ferrit (Ni_{0,5}Zn_{0,4}Cu_{0,1}Fe₂O₄)

Düşük sıcaklıklarda sinterleşen NiZnCu kompleks ferritler, yüksek frekans bölgelerinde (< 300 MHz) ve düşük yoğunlaşma sıcaklığında büyük elektriksel özdirenç ve mükemmel yumuşak manyetik geçirgenlik özelliklerinden dolayı devre eleman kılıfları (SMD) ve çok katmanlı çip indüktörlerin (MLCI) yapımında kullanılırlar [22, 24, 25]. Ayrıca çok katmanlı LC filtrelerin üretimi için ümit vaat etmektedirler [23]. NiZnCu kompleks ferritler çok kolay hazırlanabilmeleri ve çok geniş kullanım alanına sahip olmalarından dolayı ticari açıdan da çok çekicidirler [22].



Şekil 2.6. Ni_{0,5}Zn_{0,4}Cu_{0,1}Fe₂O₄ kompleks ferritin X-ışını kırınımı [26]

Yapılan bir çalışmada 600 °C'de "citrate precursor" metodu ile sentezi yapılmış Ni_{0,5}Zn_{0,4}Cu_{0,1}Fe₂O₄ kompozisyonunun X-ışını kırınımı Şekil 2.6.'da görülmektedir. Ferrit tozunun ortaya koymuş olduğu geniş difraksiyon çizgileri ferritin küçük parçacıklı yapısının bir göstergesidir. Toz numunenin ortalama kristal büyüklüğü Scherrer formülü ile yaklaşık 8 nm bulunmuştur. Bu durum sinterleşmiş tozun nano boyutlu kristalitlere sahip olduğunu göstermektedir. Tablo 2.4'te aynı kompozisyona ait hücre parametreleri verilmiştir.

Örgü parametresi	Yoğunluk	Curie sıcaklığı	Doyum mıknatıslanması
"a" (Å)	(g/cm ³)	(°C)	(emu/g)
8.39	4.6	417	89

Tablo 2.4. Ni_{0,5}Zn_{0,4}Cu_{0,1}Fe₂O₄ kompleks ferrite ait bazı parametreler [26]

Sentezlenmiş Ni $_{0,5}$ Zn $_{0,4}$ Cu $_{0,1}$ Fe $_2$ O $_4$ kompleks ferrite ait SEM mikrografi görüntüsü Şekil 2.7'de görülmektedir [26].



Şekil 2.7. Ni_{0,5}Zn_{0,4}Cu_{0,1}Fe₂O₄ e ait SEM mikrografi ile çekilen görüntü [26]

Polikristal ferritlerin polarizasyon mekanizması, temel olarak aynı elementin, fakat farklı oksidatif hallerin iyonları arasındaki elektron geçişleri ile açıklanmıştır. Buna göre elektrik alan etkisinde elektronlar tanecik sınırına ulaşırlar ve kümelenirler. Bu sırada, şarj sıçraması ile yüzeyler arasında polarizasyon oluşmuş olur. Feritler düşük sıcaklıklarda sinterleştiklerinden farklı değerlik durumlarındaki iyonların olasılık düşüklüğü zıplayan elektronların olasılığını düşürür. Böylece dielektrik sabiti düşük polarizasyona sebep olur. Ni_{0,5}Zn_{0,4}Cu_{0,1}Fe₂O₄ kompleks ferrite ait farklı frekanslardaki dielektrik sabit ve dielektrik kayıp değerleri Tablo 2.5'te verilmiştir [26].

	10 (KHz)	100 (KHz)	1 (MHz)
Dielektrik sabiti (ε')	175	40	25
Dielektrik kayıp (tan δ)	3.2	2	0.7

Tablo 2.5. Ni_{0.5}Zn_{0.4}Cu_{0.1}Fe₂O₄ kompleks ferrite ait farklı frekanslardaki dielektrik değerleri [26]

Aynı çalışmada profillerde gösterilen sıcaklığa bağlı E' artışının (Şekil 2.8) belirli bir sıcaklıkta pik oluşturması takip edilmektedir. Sıcaklığa bağlı E' polarizasyondaki artışa, bu da termal enerjideki artışa bağlı olarak izah edilebilir. Belirli bir sıcaklıkta elektrik kutuplarının doğal titreşim frekansının enerjisi termal enerji ile etkileşmektedir, buna bağlı olarak da maksimum E' elde edilir. E' nin belirlenen pik seviyesinin üzerindeki artışlarda da iletkenliğe bağlı olduğu söylenebilir. Düşük frekanslarda dielektrik sabitindeki artış yüksek frekanslara oranla daha belirgin gözlenebilir. Dielektrik sabit 4 polarizasyona bölünebilir. Yüzeyler arası, bipolar, elektronik ve iyonik. Bu polarizasyonların dağılımı frekansla azalmaktadır. Yüzeyler arası ve bipolar polarizasyonlar düşük frekanslarda baskın rol oynar. Bu iki polarizasyon türü kuvvetli bir şekilde ısı bağımlıdır. E' nin sıcaklığa bağlı artışı düşük sıcaklıklarda anlaşılabilmektedir. Yüksek frekanslarda dielektrik sabiti iyonik ve elektronik polarizasyon dağılımının etkisindedir ki bunlar sıcaklıktan büyük ölçüde bağımsızdır. Sonuç olarak sıcaklığın yüksek frekans dielektrik sabitine etkisi, düşük E' nün değerlerinden dolayı önemsiz derecededir [26].



Şekil 2.8. Ni_{0,5}Zn_{0,4}Cu_{0,1}Fe₂O₄ kompleks ferrite ait farklı sıcaklık ve frekanslardaki dielektrik sabitinin değişimi [26]

Yüksek frekanslardaki ve sıcaklıklardaki dielektrik kaybının oldukça küçük olması (Şekil 2.9) Ni_{0,5}Zn_{0,4}Cu_{0,1}Fe₂O₄ kompleks ferriti yüksek frekans uygulamaları için potansiyel bir örnek kılmaktadır [26].



Şekil 2.9. Ni_{0,5}Zn_{0,4}Cu_{0,1}Fe₂O₄ kompleks ferrite ait farklı sıcaklık ve frekanslardaki dielektrik kaybın değişimi [26]

Yine aynı çalışmada NiCuZn Feritlerin çeşitli Ni, Cu ve Zn konsantrasyonlarında Cu oranının artmasının daha dikdörtgensel bir B-H histerezis döngüsü meydana getirirdiği görülür, bu da manyetik hafiza uygulamalarında istenen bir olgudur. Şekil 2.10'dan Ni_{0,5}Zn_{0,4}Cu_{0,1}Fe₂O₄ için manyetik alan şiddeti H_c değeri ~5 Oe iken manyetik akı yoğunluğu 4π M_s değeri 750 Gauss olarak ölçülmüştür. Histerezis döngüsündeki kıvrımın şekil ve genişliği, kimyasal yapı, tane büyüklüğü, gözeneklilik ve yoğunluk gibi sinterleşme işleminin etkilediği çeşitli etkenlerin dağılımıdır [26].



Şekil 2.10. Ni_{0,5}Zn_{0,4}Cu_{0,1}Fe₂O₄ kompleks ferrite ait B - H döngüsü [26]

2.2. Poloksamerler (Pluronic ® F87 NF)

Poloksamerler veya Pluronic (BASF şirketi tarafından pazarlanmaktadır), ticari olarak mevcut bulunan iyonik olmayan yapıya sahip difonksiyonel üç-bloklu kopolimer dizisidir [27]. Bunlar merkezinde bulunan nispeten hidrofobik polipropilen oksitin, iki yandan nispeten hidrofilik polietilen oksit ile çevrilenerek bir blok oluşturmasından meydana gelir [28]. PEO/PPO oranın 2 : 1 olmasından dolayı, bu moleküller sulu çözücüler içine batırıldığında, kritik misel konsantrasyonunun üzerinde misel yapılar oluşturmaktadırlar [29]. Bunlar, PEO-PPO-PEO kopolimerler olarak değerlendirilmektedir. Kimyasal olarak bunlar: Oksiran, metil-, oksiran ile polimer veya a-Hidro-w-hidroksipoli (oksietilen)_a 'den oluşur (Şekil 2.11).

$HO_{1-CH_{2}-CH_{2}-O_{3}}CH_{2}-CH_{2}-O_{3}CH_{2}-CH_{2}-O_{3}H$

Şekil 2.11. Pluronic' in genel yapısı [28]

Pluronic üç-bloklu kopolimerler, farklı molekül ağırlıklarında ve fiziksel biçimlerinde çeşitli derecelerde mevcut bulunmaktadır. Pluronic e ait dereceler ve kimyasal kompozisyonları ile birlikte genel özellikleri sırasıyla Tablo 2.6 ve Tablo 2.7' de verilmiştir [30].

Pluronic ®	Poloksamer	a	b	Oksietilen İçeriği (%)	Molekül Ağırlığı
L 44 NF	124	12	20	44.8-48.6	2090-2360
F 68 NF	188	80	27	79.9-83.7	7680-9510
F 87 NF	237	64	37	70.5-74.3	6840-8830
F 108 NF	338	141	44	81.4-84.9	12700-17400
F 127 NF	407	101	56	71.5-74.9	9840-14600

Tablo 2.6. Pluronic dereceleri ve onların kimyasal kompozisyonları [30]

Tablo 2.7. Poloksamerlerin genel özellikleri [30]

Poloksamer	124	188	237	338	407
Fiziksel Form	Sıvı	Katı	Katı	Katı	Katı
pH (2.5% sulu)	5.0-7.5	5.0-7.5	5.0-7.5	5.0-7.5	5.0-7.5
Sislenme noktası, 10%	71-75 °C	> 100 °C	> 100 °C	> 100 °C	> 100 °C
APHA rengi	50 maks.	100 maks.	100 maks.	100 maks.	120 maks.
BHT (ppm)	-	50-125	50–125	50-125	50-125
Doymamışlık mEq/g	$\begin{array}{c} 0.020 \pm \\ 0.008 \end{array}$	$\begin{array}{c} 0.026 \pm \\ 0.008 \end{array}$	$\begin{array}{c} 0.034 \pm \\ 0.008 \end{array}$	$\begin{array}{c} 0.031 \pm \\ 0.008 \end{array}$	$\begin{array}{c} 0.048 \pm \\ 0.017 \end{array}$
Etilen Oksit (ppm)	1 maks.	1 maks.	1 maks.	1 maks.	1 maks.
Propilen Oksit (ppm)	5 maks.	5 maks.	5 maks.	5 maks.	5 maks.
1.4 dioksan (ppm)	0.002 % maks.	0.002 % maks.	0.002 % maks.	0.002 % maks.	0.002 % maks.

Genellikle bunlar; serbest şekilde bir akışkan yapıya sahip, balmumuna benzer özellikleri olan beyaz granüllerdir. Kokusuz ve tatsızdırlar. Asitlerin, alkalilerin ve metal iyonların varlığında, poloksamerlerin sulu çözeltileri çok kararlıdır. Poloksamerler; sulu, kutupsal ve kutupsal-olmayan organik çözücülerde kolayca çözünürler ve bundan dolayı, oluşum tekniklerinde tercih edilen bir molekül haline gelmişlerdir. Poloksamer ve poloksamin iyonik olmayan sürfaktantların bu özelliklerinden dolayı genellikle endüstriyel uygulamalarda çözücü ve kıvam verici olarak kullanılırlar [30]. Ayrıca kozmetik ve çeşitli biyomedikal alanlarda (ilaç dağıtımı ve damar hastalıklarının tıbbi görüntülenmesi gibi) farklı uygulamaları vardır [31].

Deterjanlar, temizlik ve endüstriyel düşük köpürme yüzey aktif madde (sürfaktant) uygulamalarında kullanılan Pluronic® F87 NF nin tipik özellikleri Tablo 2.8'de gösterilmiştir [30].

Kimyasal aile ismi	Etilen Oksit / Propilen Oksit Blok Kopolimeri
Ortalama molekül ağırlığı	7.700 g/mol
Oksietilenin % ağırlığı	72.4±1.9
Ağır metaller	% 0,002
Renk	Beyaz
Yoğunluk	1.04 g/cm^3 (77°C)
Erime noktası	49°C (1.013 hPa)
Viskozite, dinamik	700 mPa.s (77°C)
Suda çözünürlük	Çözünür
Parlama noktası	244°C (ASTM D92)

Tablo 2.8. Pluronic® F87 NF nin tipik özellikleri [30]

2.3. Grafit

Karbon elementinin bir allotropudur. Karbonun diğer allotropu olan elmasın tersine, yumuşak, yağlı, koyu gri ile siyah arası parlak bir rengi ve pul pul bir görünüşü vardır. Grafitin X ışını ile analizleri, içindeki karbon atomlarının paralel düzlemler içinde hekzagonal biçimde dizildiklerini göstermiştir. Grafitte karbon atomlarının meydana getirdikleri düzlem içerisinde bağlar kuvvetli iken düzlemler arasında bağlar zayıftır. Bunun sonucu olarak kaygan ve pul pul bir davranışı görülür [32, 33]. Hekzagonal yapıda C-C arasındaki mesafe 0.142 nm, düzlemler arasındaki mesafe ise 0.335 nm dir [34].

Grafit yapısında, aromatik hidrokarbonlarda olduğu gibi, iki tip elektron vardır. G (sigma) elektronları ikişer ikişer lokalize (sp2) çift bağlar meydana getirirler. (pi) elektronları ise C6 halkalarından meydana gelen düzlemler arasında serbestçe hareket ederler. Bunun bir sonucu olarak grafit elektriği iletir [33].

Yaygın olarak grafitin α ve β şeklinde bilinen iki türü vardır (Şekil 2.12). Bunların fiziksel özellikleri birbirine çok yakındır [35]. Ayrıca kübik düzene sahip başka bir formu daha vardır [36].



Şekil 2.12. Grafite ait a) α türü ve b) β türü [35]

Grafit bir cismin kullanma alanının özelliklerine nasıl bağlı olduğuna güzel bir örnektir. Düzgün grafit kristalleri birbirleri üzerinde kolayca kayabildikleri için, tek başına veya bir sıvı içinde süspansiyon hâlinde çok uygun bir yağlayıcı olarak kullanılır. Gres veya yağın tersine saf grafit yapışkan değildir. Bu sebeple toz, kum ve kir tutmaz. Grafitin erime sıcaklığı 3527°C olduğundan, ateşe dayanıklı refrakter malzeme yapımında kullanılır. Kırılganlığını azaltmak için içerisine kil ve diğer silikatler bağlayıcı olarak katılır. Çok yüksek sıcaklıklarda kullanılan potalar bu malzemeden yapılır. Elektriği iletmesinden ve yüksek sıcaklığa dayanıklılığından istifade edilerek elektrik fırınlarında elektrot olarak kullanılır [33].

2.4. Tanımlama Teknikleri

2.4.1. X-ışını kırınımı yöntemi (XRD)

Kristal yapısı foton, nötron veya elektronların kırınımı yoluyla incelenir. Kırınım dalga boyuna ve kristal yapısına bağlıdır. 5000 Å kadar optik dalga boylarında bir dalganın kristal atomlarının her birinden saçılması sonucu bildiğimiz optik kırınım meydana gelir. Bir kristalden kırınım olayın basit bir açıklaması W.L. Bragg tarafından yapılmıştır. Bragg teorisi, basit olmasına rağmen deneysel sonuçları ile doğru olarak öngörülmektedir. Gelen bir dalganın kristaldeki atomların oluşturduğu düzlem tabakalardan yansımasının bir düzlem aynadaki gibi (yansıma açısı=gelme açısı) olduğunu varsayalım. Kırınım olayı Şekil 2.13'te olduğu gibi bu farklı tabakalarda yansıyan dalgaların girişimleri sonucu oluşur [37].



Şekil 2.13. Bragg yasasının (2d sin $\theta = m\lambda$) bulunması

Yukarıdaki şekle göre, bir ışın demetinin düzlemlerden birisi ile θ açısı yapacak biçimde hem üstteki hem de alttaki atomların düzleminden yansımaktadır. Fakat geometrik çizim gösteriyor ki alt yüzeyden yansıyan demet üst yüzeyden yansıyandan daha fazla yol kat etmektedir. İki demet arasındaki etkin yol farkı 2d sin θ olmaktadır. Bu yol farkı, λ dalga boyunun tam katına eşit olduğundan, iki demet birbirini kuvvetlendirir (yapıcı girişim). Aynı şey, paralel düzlemlerin tamamından olan yansımalar için geçerlidir. Buna göre yapıcı girişim koşulu (yansıyan dalgada maksimumumlar)

$$2d \sin \theta = m\lambda$$
 (m = 1,2,3,...)

ifadesi ile verilir ve bu ifadeye Bragg Yasası denir. Bu ifadede dalga boyu (λ) ve kırınım açısı (θ) bilinirse, atom düzlemleri arasındaki uzaklık (d) hesaplanabilir [38].

Bragg yansımasının gerçekleşebilmesi için $\lambda \le 2d$ olması gerekir, bu yüzden görünen ışık bu yansımalar için kullanılamaz [37].

X-ışını kırınımı yöntemi kullanılarak kristaller hakkında:

- Kristal doğrultularını belirleme
- Kristalin mükemmelliği veya fazın saflığını belirleme
- Kristalin yapısını belirleme
- Kristalin örgü sabitlerini belirleme

gibi bilgiler elde edilebilir.

2.4.2. Taramalı elektron mikroskobu (SEM)

Taramalı elektron mikroskobunda (SEM - Scanning Electron Microscope) görüntü, yüksek voltaj ile hızlandırılmış elektronların üzerine numune odaklanması, bu elektron demetinin numune yüzeyinde taratılması sırasında elektron ve numune atomları arasında oluşan çeşitli girişimler sonucunda meydana gelen etkilerin uygun algılayıcılarda toplanması ve sinyal güçlendiricilerinden geçirildikten sonra bir katot ışınları tüpünün ekranına aktarılmasıyla elde edilir. Modern sistemlerde bu algılayıcılardan gelen sinyaller dijital sinyallere çevrilip bilgisayar monitörüne verilmektedir. SEM; optik kolon, numune hücresi ve görüntüleme sistemi olmak üzere üç temel kısımdan oluşmaktadır.



Şekil 2.14. SEM' in şematik yapısı

Optik kolon kısmında elektron demetinin kaynağı olan elektron tabancası, elektronları numuneye doğru hızlandırmak için yüksek gerilimin uygulandığı anot plakası, ince elektron demeti elde etmek için yoğunlaştırıcı mercekler, demeti numune üzerine odaklamak için objektif merceği, bu merceğe bağlı çeşitli çapta aparatlar ve elektron demetinin numune üzerini taraması için tarama bobinleri yer almaktadır. Mercek sistemleri elektromanyetik alan ile elektron demetini inceltmekte veya numune üzerine odaklamaktadır. Tüm optik kolon ve numune 10⁻⁴ Pa gibi bir vakumda tutulmaktadır. Görüntü sisteminde elektron demeti ile numune girişimi sonucunda oluşan çeşitli elektron ve ışımaları toplayan dedektörler, bunların sinyal çoğaltıcıları ve numune yüzeyinde elektron demetini görüntü ekranıyla senkronize tarayan manyetik bobinler bulunmaktadır [39].

2.4.3. Geçirmeli elektron mikroskobu (TEM)

Yüksek voltaj altında hızlandırılmış elektronlar bir numune üzerine gönderilirse, elektronlar ile numune atomları arasında çeşitli etkileşmeler olur ve numuneden değişik enerjide elektronlar ve X-ışınları çıkar. Bu etkileşmelerden yararlanılarak numunenin incelenmesi geçirmeli elektron mikroskobunun (TEM - Transmision Electron Microscope) prensibini oluşturur.



Şekil 2.15. TEM' in şematik yapısı

Eğer hızlandırılmış elektronlar ince numune üzerine gönderilmiş ise elektronların bir kısmı etkileşmeden diğer kısmı da Bragg şartları sonucu kırınıma uğrayarak numunenin alt yüzünden dışarı çıkar. Bu tür elektronları kullanarak numunenin iç yapısının incelenmesi geçirmeli elektron mikroskobunda yapılır. Elektron mikroskopları temel olarak ve fonksiyonel olarak, optik mikroskopların aynısıdır. Yani, her iki mikroskop da çıplak gözle görünmeyen cisimleri büyütmek için kullanılır. İkisi arasındaki en büyük fark ise, optik mikroskopta ışık ışını, elektron mikroskobunda elektron kullanılmasıdır.

2.4.4. Yüksek çözünürlüklü TEM (HRTEM)

Yüksek çözünürlüklü TEM (HRTEM - High-Resolution Transmission Electron boyuttaki Microscopy) atomik bir numunenin kristalografik vapisinin görüntülenmesini sağlayan, geçirmeli elektron mikroskobunun (TEM) görüntüleme yapan biçimidir. Yüksek cözünürlüğü nedeniyle, yarı iletken ve metaller gibi kristallerin nano boyuttaki özelliklerini incelemeye yarayan çok önemli bir araçtır. Günümüzde OAM (One Angstrom Microscope) ve NCEM (National Center for Electron Microscopy) gibi mikroskoplarla elde edilen en yüksek çözünürlük 0,08 nm dir. TEAM (Transmission Electron Aberration-corrected Microscope) cercevesinde yürütülen çalışmalar ve devam etmekte olan araştırma faaliyetleri sayesinde HRTEM' in çözünürlüğü 0,05 nm ye ulaşmaktadır. Bu kadar küçük boyutlarda, tek başına atomlar ve kristalin kusurları görüntülenebilir. Bütün kristal yapıları 3-boyutlu olduğu için, kristalin farklı açılardan alınmış birkaç görüntüsünü 3-boyutlu haritasında birleştirmek gerekli olabilir. Bu tekniğe elektron kristalografi adı verilmektedir. HRTEM ile ilgili zorluklardan biri, görüntü oluşumunun faz-kontrasta dayalı olmasıdır. Faz-kontrast görüntülemede, kontrast yorumlanamamaktadır; çünkü görüntü, mikroskoptaki görüntüleme lenslerinin güçlü bir şekilde sapmasından etkilenmektedir. Önemli bir sapmaya ve astigmatizme neden olmaktadır. Bu durum, HRTEM görüntüsünün Fourier dönüşümünden tahmin edilmektedir [40].

2.4.5. Enerji dağıtan XRF (EDXRF)

Enerji dağıtan bir buluş/saptama sistemi, numuneden yayılan X-ışınlarının farklı enerjilerini doğrudan doğruya ölçmektedir. Her bir enerjideki X-ışınlarının sayısını sayarak ve grafik çizimini yaparak, bir XRF spektrumu oluşturulmaktadır.

Enerji dağıtan (ED) detektörün ana prensibi, yarı iletken bir maddede (çoğunlukla silikon) elektron-boşluk çiftlerinin üretilmesine dayalıdır. X-ışını enerjisi (E^X)

detektör maddesi tarafından emilir ve bir veya daha fazla elektron-boşluk çiftlerinin oluşmasına yol açar. Bunu yapmak için gerekli enerji (E^{EHP}), bu madde için sabit bir şekilde belirlenmiştir. X-ışını, enerjisi müsaade ettiği kadar elektron-boşluk çiftleri oluşturacaktır; elektron-boşluk çiftlerinin sayısı = E^X / E^{EHP} . Bu durum gerçekleştiğinde, elektronlar detektörden ayrılırlar ve ortaya çıkan akım, elektronboşluk çiftlerinin sayısıyla orantılıdır. Elektron-boşluk çiftlerinin sayısı da doğrudan X-ışını enerjisiyle bağlantılıdır. Bu analiz süreci, çok yüksek bir oranda tekrar edilir ve sonuçlar enerji kanallarına ayrılır.

BÖLÜM 3. EMPEDANS SPEKTROSKOPİSİ

Bu metod Empedans Spektroskopisi (Impedance Spectroscopy, IS) şeklinde anıldığı gibi dielektrik spektroskopisi olarak ta bilinir. Maddelerin klasik olarak elektriksel özelliklerini ve iletken elektrotlarla kaplanmak suretiyle oluşturulan ara yüzlerlerde sıkıştırılmış hacimdeki bu maddeleri tanımlamada kullanılan ve sık tercih edilen basit bir yöntemdir. Bu yöntem ile katı veya sıvı maddelerin ölçümünün gerçekleştirip, ara yüzlerdeki bağlı veya hareketli yük hareketleri ve mekanizmaları belirlenebilir. Kullanılan ölçüm cihazlarının ölçme kabiliyetinin sınırlarına göre geniş bir aralıkta düşük ve yüksek sıcaklıklardaki bir AC ve aynı zamanda DC alan ölçümleri için uygundur bir yöntemdir.

Dielektrik spektroskopisinde kullanılan üç farklı elektriksel uyarıcı bulunur: Birincisi, zamanla değişen direnç olarak adlandırılan V₀/i(t) oranı, elektrokimyasal ara yüzeyde adım fonksiyonu voltaj düzensizliğinden kaynaklanan direncin ölçülmesidir. İkinci teknik ara yüzeye beyaz gürültüden oluşan bir sinyal V(t) uygulamak ve ortaya çıkan akımı ölçmektir. En sık kullanılan ve en standart olan üçüncü yaklaşım ise ara yüze tek frekanslı voltaj veya akım uygulamaktır. Frekansta ortaya çıkan akımın faz değişimini ve genliği/büyüklüğü, ya da gerçek ve sanal kısımları ya analog devre ya da hızlı diğer uyarıcı tiplerinde ölçme şekillerin Fourier dönüşüm analizi (FFT) kullanarak ölçülür ve direnç hesaplanır [41]. Bu üç farklı tekniğin ortak noktası, ölçüm sonucu ortaya çıkan düzensizlikleri düzeltilebilmek için bir Fourier dönüşüm analizime ihtiyaç duyulmasıdır.

Elektriksel parametreler frekans fonksiyonu olarak ölçülür. Bu ölçümlerin gerçekleştirildiği frekans aralığına uygun şekilde tasarlanmış cihazlar kullanılır. Geniş bir frekansa aralığı olarak düşünmek gerekirse ölçüm süresinin çok uzun olduğu bir kaç µHz' den başlayarak yine bir kaç yüz GHz' lere kadar ulaşılabilir. Bu

sebeple bu aralığın tamamında ölçüm yapabilmek için aynı anda farklı frekans aralıklarını ihtiva eden birkaç tane cihaza ihtiyaç duyulur. Bu frekans aralıklarında otomatik şekilde ölçüm yapabilen ve bilgisayarlar ile birlikte çalışan bu cihazlar özel yazılımlar ile kontrol edilir.

Elektronik otomasyondaki modern ilerlemelerin dielektrik spektroskopiyi de içermesi sonucunda yaklaşık 10^{-4} ve $>10^{6}$ Hz arasındaki küçük genlik AC sinyaline verilen frekans tepkisini ölçen ve analiz eden ileri düzey otomatik deneysel cihazlar geliştirildi. Ölçme tekniğinin otomasyonundaki devrim, dielektrik spektroskopisini akademik laboratuardan çıkardı ve onu endüstriyel boyaların kalite kontrolü, emülsiyon, galvaniz, ince film teknolojisi, materyal üretimi, motorların mekanik performansı, paslanma vb. gibi alanlarda ciddi önemi olan bir teknik haline getirmeye başladı [41].

Elektriksel direnç kavramı ilk kez 1880'lerde Oliver Heaviside tarafından ortaya atılmıştır ve çok geçmeden vektör diyagramları ve kompleks gösterim alanlarını geliştirenler de A. E. Kennelly ve özellikle C. P. Steinmetz olmuştur. Direnç rezistanstan daha genel bir kavramdır çünkü direnç (impedance) faz farklarını dikkate alır ve elektrik mühendisliğinde temel ve gerekli bir kavram haline gelmiştir. Bu yüzden direnç spektroskopisi elektriksel ölçüm ağacının özel dallarından biridir [41].

Eksenlerin ortagonal sisteminin sağ tarafındaki düzlem vektörün yönü ve büyüklüğü, eksenler boyunca a ve b bileşenlerinin vektör toplamı ile, yani Z = a + jb karmaşık sayısıyla ifade edilebilir. Sanal sayı $j \equiv \sqrt{-1} \equiv \exp(j\pi/2)$ x eksenine göreceli $\pi/2$ ile saat yönünün tersi şeklinde bir rotasyonu belirtir. Dolayısıyla, Z' nin gerçek parçası a, gerçek eksen x' in yönündedir ve kompleks b parçası y ekseni boyuncadır. Z(w) = Z' + jZ'' direnci vektör miktarı kadardır ve Şekil 3.1'de gösterildiği gibi, Z kompleks düzlemde çizilebilir. Aşağıda iki dikdörtgen koordinat değerleri verilmiştir. [42]



Şekil 3.1. Z' nin vektör gösterimi

$$\operatorname{Re}(Z) \equiv Z' = |Z| \cos(\theta)$$
 ve $\operatorname{Im}(Z) \equiv Z'' = |Z| \sin(\theta)$ (3.1)

Burada faz açısı

$$\theta = \tan^{-1}(Z''/Z') \tag{3.2}$$

ve Z' nin büyüklüğü

$$|Z| = \left[(Z')^2 + (Z'')^2 \right]^{1/2}$$
(3.3)

şeklinde yazılabilir.

Bu, hem matematikte hem de elektrik mühendisliğinde yaygın bir şekilde kullanılan Argand diyagramını ya da kompleks düzlemini tanımlar. Kutupsal şekilde, $Z(w) = |Z| \exp(j\theta)$ şeklinde yazılabilir ve bu da Euler ilişkisi $\exp(j\theta) = \cos(\theta) + j\sin(\theta)$ kullanılarak dikdörtgen şekle dönüştürülebilir [42]. Uygulanan voltajın ve ortaya çıkan akımın baştaki zamana bağlı değişimlerinin yok olduğu ve direncin zamandan bağımsız olduğu görülür.

Genel olarak, Z yukarıda da tanımlandığı gibi, frekansa bağlıdır. Normal Empedans Spektroskopisinde Z ölçümü (bugünlerde çoğunlukla otomatiktir) V' nin bir fonksiyonu olarak ya da geniş bir frekans (w) aralığında bulunur. Tam elektrotmateryal sisteminin elektriksel özellikleri hakkındaki bilgi, Z(w) cevabının sonuç yapısından elde edilir.

Bu deney tekniği geniş bir frekans aralığında iletkenlik, kapasitans, indüktans ve böylece admitans, elektriksel modulüs veya empedansı hesaplama birlikte düşünülür. Ayrıca elektriksel ölçüm deneyinde bunların yanında polarizasyon, akım–voltaj, kapasitans-voltaj karakterizasyonu gibi kavramlar akla gelir. Bu ölçümlerle elektriksel iletkenlik mekanizması, dipol davranışları, relaksasyon mekanizmaları, faz geçişleri ve daha birçok konu hakkında bilgi edinmek mümkündür.

Dielektrik sabit reel ve imajiner kısım olarak iki kısımdan oluşur.

$$\varepsilon(w,T) = \varepsilon'(w,T) + j\varepsilon''(w,T) \tag{3.4}$$

Bu yöntemle yukarıdaki kısımlara doğrudan ulaşılmaz. Ancak iletkenlik ile imajiner kısmına, kapasitans ile de reel kısma basit bir hesapla ulaşırız. Bu hesap [43].

$$C(w,T) = \frac{\varepsilon_0 S \varepsilon'(w,T)}{d}$$
(3.5)

ve

$$\sigma(w,T) = \frac{2\pi d \, w \varepsilon_0 \, \varepsilon''(w,T)}{S} \tag{3.6}$$

ifadeleri ile sağlanır. Burada *d* kalınlık, σ iletkenlik, C kapasitans ve *S* yüzey alanıdır. ε_0 ise boşluğun dielektrik sabitidir.

Ölçümü yapılacak malzeme hazırlanırken mümkün olduğu kadar yüzeyinin geniş, kalınlığının küçük olması istenir. Böylece bu özellikteki ölçüm örneğinin kapasitansı büyük olacak ve daha doğru bir değer elde edilecektir. Hata oranı düşük olacaktır. Burada ölçüler ne olursa olsun dielektrik sabitin değişmeyeceğine dikkat edilmelidir. Empedans spektroskopisi yöntemi ile her zaman dielektrik sabiti üzerine çalışılmaz. Kimi zaman kompleks empedans Z^* , kompleks admitans Y^* veya elektriksel modülüs M^* ile çalışılabilir. Ancak, hepsi de aynı fiziksel mantık üzerine kurulmuştur. Yani, farklı grafiklerle malzemenin davranışını bu parametreler cinsinden aynı veya farklı şekillerde görülebilir. (Tablo 3.1.)

Tablo	3.1.	Femel imitans fonksiyonları arasındaki bağlantılar [4	41].
$(\mu \equiv$	jwC	burada C örneğin kapasitansıdır)	

	М	Ζ	Y	ε
М	М	μZ	μY^{-1}	$oldsymbol{arepsilon}^{-1}$
Z	$\mu^{-1}M$	Ζ	Y^{-1}	$\mu^{-1}arepsilon^{-1}$
Y	μM^{-1}	Z^{-1}	Y	με
Е	M^{-1}	$\mu^{-1}Z^{-1}$	$\mu^{-1}Y$	Е

Bu parametrelerin birbirleri arasındaki dönüşüm denklemleri şunlardır [41].

$$\varepsilon^* = \varepsilon' - j\varepsilon'' = \frac{1}{jwC_o Z^*}$$
(3.7)

$$\tan \delta = \frac{\varepsilon''}{\varepsilon'} \tag{3.8}$$

Burada $C_0 = \frac{\varepsilon_0 S}{d}$ olup malzemenin geometrik kapasitansı, $w = 2\pi f$ açısal frekans ve tan δ kayıp faktörü olarak bilinir.

Herhangi bir malzeme için mümkün olan en geniş frekans aralığı içindeki dielektrik davranışının klasik gösterimi Şekil 3.2'deki gibidir [44, 45].



Şekil 3.2. Dielektrik sabitinin geniş bir bölgedeki genel davranışı

BÖLÜM 4. MATERYAL VE METOD

4.1. Polimerik Bileşiklerin Hazırlanması

Toprak ve arkadaşları [46] tarafından yapılan sentezleme işleminde elde edilen kompleks ferrit sistemi Zn^{2+} , Cu^{2+} , Ni^{2+} metal iyonlarından oluşmuştur. Bu sistem Ni_{0,5} $Zn_{0,4}Cu_{0,1}Fe_2O_4$ formülüne sahiptir. Bileşik sisteminin termodinamik modeli sistemin oluşumunda gerekli olan tüm çeşitlerin 7-14 pH gibi bir aralığında oksit veya hidroksitin bulunduğunu gösterir. Bu nedenle, bu pH aralığında çökelme yöntemi kullanılarak kompleks ferrit bileşiğinin elde edilmesi mümkündür. Benzer modele dayanarak CoFe₂O₄ bileşiği de sentezlenir. Çökelmeden sonra, sentezlenmiş ferrit nanoparçacığı (3-Aminopropil) trimetoksisilane (APTMS) ile silanizasyon tekniği kullanılarak yüzey gerilimi azaltılır.

Ni_{0.5}Zn_{0.4}Cu_{0.1}Fe₂O₄ ve CoFe₂O₄ kolloid yapıdaki çözeltiler, soğuk su ile çalışan yoğunlaştırıcı, sıcaklık kontrol ünitesi ve N₂ akıcı gazı ile birlikte 3 boyunlu şişeye aktarılır. Silanizasyon, 24 saat boyunca 80°C'de şiddetli karıştırılma altında gerçekleştirilir. APTMS'ler, silanizasyon olayının hidroksil grupların tavır gösterdiği organik çözücü içindeki moleküllerin yüzeyinde yer alan bağlantı etmenleri olarak hareket halindedirler. Bu, 3 boyutlu polisiloksan ağının oluşumu ile sonuçlanır. Silanize edilmiş Ni_{0.5}Zn_{0.4}Cu_{0.1}Fe₂O₄ ve CoFe₂O₄ bileşikleri oda sıcaklığına soğutulur ve çözülen tozlar sıvıyı tortusundan ayıracak şekilde dikkatlice boşaltılarak ayrılır. Çözülen tozlar, 120°C'nin üstünde 2 saat vakumlanarak kurutulur. 5 pbw' lik grafit tozu ile CoFe₂O₄ bileşiğinin %50'si ve Ni_{0.5}Zn_{0.4}Cu_{0.1}Fe₂O₄ bileşiğinin %50'sinin 10, 20, 30 pbw'lik bileşik örnekleri Polimetil metakrilat (PMMA)'ın içine dağıtılır. 50 ml metil metakrilat (MMA), 0,5 wt % AIBN ve 200 µL asetik asidi şiddetli manyetik karıştırıma yöntemi ile karıştırılır ve 80°C'ye kadar ısıtılır. 10 dakika sonra, sıcak plak durdurulur ve oda sıcaklığında soğutulur. Böylece polimerleştirilmiş yapışkan PMMA çözeltisi elde edilir. Diğer 25 ml'lik MMA

solüsyonu silanize edilen Ni_{0,5}Zn_{0,4}Cu_{0,1}Fe₂O₄ ve CoFe₂O₄ bileşikleri ile karıştırılır ve hacim oranı 0,1 olan Pluronic F87 NF nano tozu da eklenerek hazırlanır. Viskoz olan polarize PMMA solüsyonu 25 ml MMA yüzey aktif nano tozu karışımın içerisine eklenir, 5 dakika soğuk su banyosunda sonikatör ile titreştirilir. Karışım tekrar 3 boyunlu şişenin içine aktarılır ve 80°C'ye kadar tekrar ısıtılır. 10 dakika sonra, sıcak disk oda sıcaklığına kadar soğutulur ve soğuk su banyosunda 10 dakika sonikatör ile tekrar titreştirilir. En son solüsyon, 20 cm çapında vida kapaklı cam haznenin içine aktarılır ve 48 saat boyunca 70°C'de tutulur. Kabın kapağı açıldıktan sonra, tepkisiz monomeri buharlaştırmak için sıcaklık 1 saatliğine 95°C'ye kadar arttırılır [46].

Yukarıda bahsedilen yöntemle $Ni_{0,5}Zn_{0,4}Cu_{0,1}Fe_2O_4$ (KF), CoFe₂O₄ (CF), Pluronic (P) ve Grafit (G), Tablo 3.2'de gösterildiği oranlarda kullanılarak KFCFPG polimerik bileşiğinin 1a, 1b, 1c, 1d ve 1e örnek serisi elde edilmiştir.

	$Ni_{0.5}Zn_{0.4}Cu_{0.1}Fe_{2}O_{4}$	CoFe ₂ O ₄	Pluronic F87 NF	Grafit
	(KF)	(CF)	(P)	(G)
1a	0	1.5	0.15	0.75
1b	0.375	1.125	0.15	0.75
1c	0.75	0.75	0.15	0.75
1d	1.125	0.375	0.15	0.75
1e	1.5	0	0.15	0.75

Tablo 4.1. KFCFPG polimerik bileşiğindeki malzemelerin katkı oranları

4.2. Deney Düzeneği

Serideki malzemelerin kesim işlemleri tamamlandıktan sonra tüm yüzeyleri özenle parlatılmıştır. Malzemelerin kalınlık ve yüzey alanları daha sonra dielektrik sabitin reel kısmı, imajiner kısımı ve iletkenliğin hesabında kullanılmak üzere dikkatlice dijital bir kumpas yardımı ile ölçülmüştür. Sonraki aşamada serideki tüm malzemelerin dış yüzü gümüş pasta ile kaplanmıştır. Ölçümden önce HP 4194 A Impedance-Gain/Phase analizörünün kalibrasyonu yapılmıştır. Son olarak HP 4194 A Impedance-Gain/Phase analizörünün kendi özel aparatları kullanılarak malzemelerin elektriksel kapasitansları ve iletkenlikleri ölçülmüştür. Ölçümler 100 Hz ve 40 MHz frekans aralığında gerçekleştirilmiştir. Her bir ölçüm, incelenen frekans aralığı için 500 ayrı frekans noktasında yapılmıştır.

HP 4194 A Impedance/Gain-Phase Analyzer



Şekil 4.1. Deney düzeneği

Elektriksel kapasitans ve iletkenlik eş zamanlı olarak ölçülmüştür. Ölçümler esnasında herhangi bir dış Bias elektrik alanı uygulanmamıştır. Ölçümlerin her biri yaklaşık olarak 2–3 saniye civarında sürmüştür. HP 4194 A Impedance-Gain/Phase analizörü Borland Delphi programlama dilinde yazılmış bir program ile kontrol edilmiştir. Yapılan ölçümler yine yazılmış bu program ile bir bilgisayara txt. formatında kayıt edilmiştir. Ölçüm sonuçları, gerek HP 4194 A Impedance-Gain/Phase analizörünün kendi ekranında, gerekse bilgisayar ekranında anlık ve eş zamanlı olarak izlenmiştir.

Dielektrik sabitin reel kısmı (ε'), örneklerin ölçülen elektriksel yük kapasitansı ile ilgili (3.5) denklemi kullanılarak türetilir. Serideki tüm örnekler için dielektrik sabitin reel kısmının frekansa bağımlılığı Şekil 4.2' deki gibi elde edilmiştir.



Şekil 4.2. Dielektrik sabitin reel kısmının frekansa bağımlılığı

Serideki tüm örneklerin incelenen frekans aralığındaki değişimi benzer eğilime sahiptir. Frekans arttıkça dielektrik sabitin reel kısmı azalır. Dielektrik sabit bilindiği gibi gerek sıcaklık gerekse uygulanan alanın frekansına bağlıdır. Bu bağımlılık [37].

$$\varepsilon^{*}(w,T) = \frac{dP(w,T)}{dE} = 1 + 4\pi\chi^{*}(w,T)$$
(4.1)

şeklindedir. Buradaki tüm ölçümler oda sıcaklığında, yani T=295 K sıcaklığında gerçekleştirilmiştir. Bu sebeple tek değişkenimiz frekanstır. Uygulanan alan frekansı arttıkça malzeme içerisinde dielektrik sabite katkı veren bileşenler (elektronik, atomik v.b) alanın değişim hızına cevap veremezler. Yani alan o kadar hızlı değişir ki bileşenler yetişmekte zorlanır. Böylece dielektrik sabit uygulanan alan frekansının artması ile azalır. KFCFPG serisindeki 1d ve 1e numaralı örneklerde çok açık bir şekilde 10⁶ Hz frekansı civarında birer relaksasyon gözlenmektedir. Hatta 1e'de bu relaksasyon 2x10⁵ Hz ve 1d'de ise 2x10⁶ Hz civarında gerçekleştiği görülmektedir. Bu aynı zamanda 1e için relaksasyon zamanının 1d için olanınkine göre daha uzun zamanlı olduğu söylenebilir. Bu relaksasyonla ilgili parametreleri aşağıdaki ifade göz önüne alınmak suretiyle reel ve imajiner kısımların birbirine göre değişim grafiklerinden değerlendirme imkânı vardır [47, 48].

$$\varepsilon^{*}(w) = \varepsilon'(w) - j\varepsilon''(w) = \varepsilon_{\infty} + \frac{\varepsilon_{0} - \varepsilon_{\infty}}{\left(1 + jw\tau\right)^{\alpha}}$$
(4.2)

Buradaki ε_0 ve ε_{∞} sırası ile düşük ve yüksek frekanstaki dielektrik sabitleri, α ise relaksasyon dağılım parametresi ve τ da relaksasyon zamanı olarak bilinir. Çok açık olarak α parametresi 1d örneği için 1 değerine daha yakın iken (ki bu durum da Debye modeli olarak incelenir) 1e örneği için bu değer hemen hemen sıfırdır.

Ayrıca 1a ve 1c örneklerinin tüm frekanslardaki dielektrik sabitlerinin hemen hemen hiç değişmediği ve sabit kaldığı gözlenmiştir. Bu sonuç çok yavaş değişen alanlarda bile polarizasyon vektörünün alanın değişim hızına cevap veremediği ya da cevap verebilecek alt sistemlerin kütle olarak çok büyük olduğu ve ağır kaldığı manasına da gelir. Böylelikle dielektrik sabitin değişmediği sonucuna varılabilir. Oysa 1b, 1d ve 1e örnekleri için aynı varsayımlar söz konusu değildir. Bu örneklerde uygulanan alana bir cevabın olduğu dielektrik sabitin frekansla değişiminden söylenebilir. Hatta 1d örneğinde bu değişim en fazladır. Zira bu değişim incelenen frekans aralığı için yaklaşık olarak 40 birim civarındadır.

Dielektrik sabitin imajiner kısmı (ε''), örneklerin ölçülen iletkenlikleri ile ilgili (3.6) denklemi kullanılarak türetilir Serideki tüm örnekler için dielektrik sabitin imajiner kısmının değişimi Şekil 4.3' teki gibi elde edilmiştir.



Şekil 4.3. Dielektrik sabitin imajiner kısmının frekansa bağımlılığı

Tüm örnekler için frekansla imajiner kısmın değişimi aynı formdadır. Dielektrik sabitin reel kısmındaki gibi daima frekansla bir azalma olacağı fikri imajiner kısmın değişimi için geçerli değildir. Frekansla bu değişim artma veya azalma şeklinde ortaya çıkabilir. Hatta bazen bu bir pik olarak ortaya çıkabilir ki bu durum, bu frekans civarındaki bir relaksasyon ile açıklanır. Ancak, her relaksasyonun bir pik olarak ortaya çıkması olası değildir. Bu durum relaksasyonun tipini ortaya koyacak şekilde değişir. Yukarıda 1d ve 1e örnekleri için bahsedilen relakasyonların farklı karakterde olduğu dielektrik sabitin imajiner kısmının frekans bağımlılıklarının farklı karakterde olmasından ayırt edilebilir.

Aynı serinin yine aynı frekans aralığında iletkenliklerinin frekansla değişimi de Şekil 4.4' te verilmiştir.



Şekil 4.4. İletkenliğin frekansa bağımlılığı

Serideki örneklerin iletkenlik davranışları evrensel bir davranış olarak frekansla birlikte artış şeklinde bir eğilime sahiptir. Bu beklenen bir sonuçtur. Ancak, bu davranışların ne şekilde bir artış veya hangi değerlere karşılık gelişi ile ilgili olarak örnekler karakterize edilebilir. Böylece iletkenlikle ilgili parametreleri elde edilir ve iletkenlik mekanizmasını belirlenir. Yukarıdaki iki elektriksel davranış gibi iletkenlik de bir malzeme ile ilgili olarak akla gelen ilk karakterizasyon yöntemlerinden birisidir. Bu fiziksel davranış [48].

$$\sigma(w,T) = \sigma_{DC} + Aw^{s(T)} \tag{4.3}$$

şeklinde ifade edilir. Burada *A* bir sabit, *s* değeri 0-1 arasında olan ve iletkenliğin frekansla artış hızını ortaya koyan başka bir sabit, σ_{DC} ise DC elektriksel iletkenliktir. Bu ifade malzemelerin iletkenlik davranışının matematiksel temsili olarak kullanılan evrensel bir formüldür.

Şekil 4.4' te görüldüğü gibi iletkenliğin σ_{DC} kısmı her zaman düşük frekanstaki sabit kısmı temsil eder. 1b, 1d ve 1e örnekleri için sırası ile 10⁻³ S/m, 10⁻¹ S/m ve 10⁻⁴ S/m olarak görünmektedir. Diğer örnekler için HP 4194 A Impedance-Gain/Phase analizörünün ölçme yeteneği daha düşük frekansları kapsamadığı için ölçülememiş ve bu sebeple de grafikte görünmemektedir. İletkenliğin tam değişime başladığı bu noktada artık elektronların zıplayarak daha üst seviyelere geçerek iletkenliğe katkı verdikleri söylenebilir. Grafiğin frekans ile artış kısmı örneklerin iletkenlik (Correlated Barrier Hopping, CBH) modeli, serinin iletkenlik davranışını deneysel sonuçlarla tutarlı olacak şekilde ortaya koyar. Model; iki bölgeyi birbirinden ayıran bariyerden, verilen bir enerji ile elektronun transfer edilmesi temeli üzerine kurulmuştur. Bu iki bölgenin her birisi kendisine has bir Coulomb potansiyeline sahiptir. Bir *R* mesafesi ile birbirinden ayrılmış bu komşu bölgelerin potansiyelleri üst üste binmiştir. Bu durumda bölgeler arasındaki yerlerde W_m bariyer yüksekliği azalır ve yükseklik *W* olur. Bu durum Şekil 4.5' te gösterilmiştir [49].



Şekil 4.5. Komşu bölgeler arasındaki üst üste binmiş olan Coulomb potansiyeli, bariyer yüksekliği ve elektronun transfer mesafesinin bir gösterimi

Bu temelin üzerine iletkenlik için CBH modelinin matematiksel ifadesi [50]

$$\sigma(w) = \frac{\pi^2 N^2 \varepsilon}{24} \left(\frac{8e^2}{\varepsilon W_m}\right)^6 \frac{w^s}{\tau_0^{1-s}}$$
(4.4)

denklemi ile ifade edilir. Burada *e* elektronun yükü, *N* lokalize olmuş durum yoğunluğu, W_m elektronların aştığı duvarın yüksekliği, τ_0 karakteristik fonon relaksasyon zamanı ($\tau_0 \sim 10^{-13}$ s), ε incelenen malzemenin etkin dielektrik sabitidir. Denklemdeki *s* parametresi sıcaklığa bağlı olarak aşağıdaki ifade ile verilir [51].

$$s = 1 - \frac{6k_B T}{W_m} \tag{4.5}$$

Bu modele göre elektronların aldıkları enerji ile transfer oldukları iki bölge arasındaki mesafe de hesaplanabilir. Bu parametrenin hesabı için [52]

$$R = \frac{e^2}{\pi \varepsilon_0 \varepsilon \left[W_m - k_B T \ln\left(\frac{1}{w\tau_0}\right) \right]}$$
(4.6.)

ifadesi kullanılabilir. Ancak, bu ifadenin paydasındaki fark terimi diğerinin yanında çok küçük olduğu için ihmal edilebilir. Elde edilen grafiklerden yapılan sayısal hesaplar ile ilgili parametreler hesaplanarak aşağıdaki tablo oluşturulmuştur.

Tablo 4.2. Deney sonuçlarının teori ile uydurulmasından elde edilmiş parametrelere ait sayısal değerler

	1a	1b	1c	1d	1e
S	0,892	0,884	0,976	0,895	0,827
W_m (eV)	1,41	1.32	6,36	1.45	0,88
$R (A^{o})$	40,8	43,8	9,1	25	7,5
$N (1/(\text{eV.m}^3))$	1×10^{21}	$1,4x10^{21}$	$1,5 \times 10^{23}$	$4,6x10^{22}$	$4,3x10^{23}$

BÖLÜM 5. SONUÇLAR VE ÖNERİLER

Bu tez çalışmasında özellikle teknolojik olarak veri depolama alanında kullanılması mümkün olan CoFe₂O₄ ve Ni_{0,5}Zn_{0,4}Cu_{0,1}Fe₂O₄ bileşiklerinin değişen miktarlarda karıştırılması ile elde edilmiş nanosistemlerin elektriksel özellikleri incelenmiştir. Ölçümler, 100 Hz - 40 MHz frekans aralığında oldukça sık olarak yapılan frekans tarama işlemi ile oda sıcaklığında gerçekleştirilmiştir. Ölçümler, dielektrik sabitin reel ve imajiner kısımları ile iletkenlik ölçümlerini kapsamaktadır.

Dielektrik sabiti ile ilgili sonuç olarak:

 dielektirk sabitin reel ve imajiner kısmının artan frekansa göre azaldığı görülmüştür.

Uygulanan elektromanyetik dalganın artan frekansına malzeme içindeki elektrik dipollerin, özellikle yüksek frekanslardaki titreşimlere yetişememelerinden dolayı dielektrik sabitin azaldığı söylenebilir.

- incelenen serideki iki numunede (1e-1d) 1 MHz civarında dielektrik relaksasyon olayı gözlenmiştir.

Gözlemlenen relaksasyon olayı ile ilgili detaylı bir inceleme yapılmamakla beraber, yaklaşık bir tahminle Debye modelinden çok uzak bir releksasyon olduğu Cole-Cole grafiğinden elde edilen yarım dairelerin merkezlerinin yatay eksenin aşağısında kalmalarından anlaşılmaktadır.

- uygulanan frekans aralığında serideki iki numunede (1a-1c) dielektrik sabitin imajiner kısmının çok küçük değerlerde olduğu görülmüştür. Buradan

hareketle numunelerin dielektrik kayıbı $(\tan \delta)$ da $10^{-5} - 10^{-6}$ gibi küçük mertebelerde olması örnekleri teknolojik açıdan tercih edilebilir kılmaktadır.

Daha ileri bir çalışmada yapılacak ölçümlerin sıcaklıkla değişimlerinin göz önüne alınması serinin dielektrik özellikleri hakkında daha detaylı bilgi sağlayacağı açıktır. Hatta bu ölçümlerden serideki malzemelerin aktivasyon enerjisi de bulunabilir.

İletkenlik ile ilgili sonuç olarak:

 artan frekansla iletkenliğin arttığı, belli bir frekanstan sonra bu artışın çok hızlı değiştiği izlenmektedir.

Bu durum belli bir frekanstan sonra elektronların aldıkları enerji ile transfer oldukları ve iletkenliği katkıda bulundukları şeklinde yorumlanabilir.

 Serinin iletkenlik mekanizması olarak CBH modelinin deneysel davranışını iyi temsil ettiği söylenebilir.

Serinin iletkenliğinin sıcaklıkla değişen şekilde incelenmesi daha ileri aşamada seri hakkında daha detaylı bilgi elde edilmesine imkân verecektir. Aynı ölçümlerin hem frekansa göre hem de sıcaklığa göre yapılmasının yanında aynı anda bir dış alan uygulanmasının, ayrıca DC iletkenlik ölçümlerinin sıcaklıkla değişen şekilde yapılmasının malzeme hakkında değişik elektriksel parametrelerin tespit edilmesi ve özelliklerinin incelenmesini noktasında ilginç olacağını söylenebilir.

Dielektrik sabitin reel kısmı, imajiner kısmı ve iletkenlik ölçümlerinden elde edilen grafiklerin seyrinin bir basamak davranışı göstermediğinden dolayı, farklı miktarlarda katkılanarak elde edilen malzemelerin benzer olmadığı sonucuna ulaşılmıştır.

KAYNAKLAR

- [1] FEYNMAN, R., "There's Plenty of Room at the Bottom", Journal of Microeleciromechanical Systems, Vol. 1, No.1. pp. 60-66, . March 1992
- [2] Nanoteknoloji Strateji Grubu, "Nanobilim ve Nanoteknoloji Stratejileri", Vizyon 2023 Projesi, Tübitak, Ankara, 2004
- [3] ÇIRACI, S., Kapak Yazısı, Bilim ve Ütopya Dergisi, Şubat 2007
- [4] DOĞAN, M., Kapak Yazısı, Kimya ve Sanayi Dergisi, 39, 12-18, 2006
- [5] BAYINDIR, M., "Türkiye'de Nanoteknoloji", Bilim ve Teknik Dergisi, 20, Aralık, 2006
- [6] POOLE, C.P., Jr., OWENS, F.J., "Introduction to Nanotechnology", Wiley-Interscience, Hoboken, New Jersey, 2003
- [7] POUDYAL, N., "Synthesis and characterization of magnetic nanoparticles", Master of Science in Physics, The University of Texas at Arlington, 2005
- [8] GÜRKAYNAK, T., BOZ, İ., GÜRKAYNAK, M.A., "Polyol yöntemi ile metal nano partiküllerin hazirlanmasi", *II*. Mühendislik Bilimleri Genç Araştırmacılar Kongresi, İstanbul, 2005
- [9] AYYAPPAN, S., PHILIP, J., RAJ, B. " A facile method to control the size and magnetic properties of CoFe₂O₄ nanoparticles", Materials Chemistry and Physics xxx (2009) xxx–xxx
- [10] AY, N., POYRAZ, H.B., "Stronsiyum Hekzaferrit Seramik Mıknatıs Üretimi", Seramik Türkiye Dergisi, 126-127, Ocak-Şubat 2005
- [11] MATEO-MATEO, C., VÁZQUEZ-VÁZQUEZ, C., BUJÁN-NÚÑEZ, M.C., LÓPEZ-QUINTELA, M.A., SERANTES, D., BALDOMIR, D., RIVAS,J., "Synthesis and characterization of CoFe₂O₄–PVP nanocomposites", Journal of Non-Crystalline Solids, 354, 2008; 5236– 5237

- [12] MAAZ, K., MUMTAZ, A., HASANAIN, S.K., CEYLAN, A., "Synthesis and Magnetic Properties of Cobalt Ferrite CoFe₂O₄ Nanoparticles Prepared by Wet Chemical Route", Journal of Magnetism and Magnetic Materials, 308, 289–295, 2007
- [13] RAO, B. P., CALTUN, O. F., "Synthesis and characterization of some ferrite nanoparticles", Journal of Optoelectronics and Advanced Materials, 8, 3, 991 – 994, 2006
- [14] KAWANO, K., SAKURAI, N., KUSUMI, S., KISHI, H., "Magnetic permeability and microstructure of the Bi,Si oxides-doped NiZnCu ferrite composite material", Journal of Magnetism and Magnetic Materials, 297, 26–32, 2006
- [15] Lİ, J., ZENG, H., SUN, S., LİU, J. P., WANG, Z.L., "Analyzing the Structure of CoFe-Fe₃O₄ Core-Shell Nanoparticles by Electron Imaging and Diffraction", Journal of Physical Chemistry B, 108, 14005, 2004
- [16] XİAO, S.H., JİANG, W.F., Lİ, L.Y., Lİ, X.J., "Low-temperature autocombustion synthesis and magnetic properties of cobalt ferrite nanopowder", Mater. Chem. Phys., 106, 82, 2007
- [17] LIU, C., RONDINONE, A.J., ZHANG Z. J., "Synthesis of magnetic spinel ferrite CoFe₂O₄ nanoparticles from ferric salt and characterization of the size-dependent superparamagnetic properties", Pure Appl. Chem., 72, 1–2, 37–45, 2000
- [18] WANG, Z., LIU, X., LV, M., CHAI, P., LIU, Y., MENG J., "Preparation of Ferrite MFe₂O₄ (M = Co, Ni) Ribbons with Nanoporous Structure and Their Magnetic Properties", J. Phys. Chem. B, 112, 11292–11297, 2008
- [19] SCHOENSTEIN, F., IMINE, S., MICHEL, J-P., JOUINI, N., "CoFe₂O₄ nanostructured magnetic materials: influence of not-conventional methods of compaction (SPS, HIP) on the microstructure and physical characteristics", *ENS 2007*, Paris, France, 2007
- [20] XU, Y., ZHANGB, H., DUANB, X., DING Y., "Preparation and investigation on a novel nanostructured magnetic base catalyst MgAl– OH-LDH/CoFe₂O₄, Materials Chemistry and Physics, 114, 795–801, 2009
- [21] TANG, Z., LIU, P., GUO, J., Z., SU, YANG C., "Surface treatment of CoFe₂O₄ nanoparticles to improve their dispersibility in aqueous phase with new fluorine-contain polymers", Applied Surface Science, 255, 2125–2128, 2008
- [22] RAHMAN, I.Z., AHMED T.T., "A study on Cu substituted chemically processed Ni–Zn–Cu ferrites", Journal of Magnetism and Magnetic Materials, 290–291, 1576–1579, 2005

- [23] LİU, X., GAO, F., LİU, J., TİAN C., "Low-temperature cofiring behavior of ZnTiO₃ dielectrics/NiZnCu ferrite composites", Journal of Alloys and Compounds, 470, 269–272, 2009
- [24] YAN, S., GENG, J., YİN, L., ZHOU E., "Preparation of nanocrystalline NiZnCu ferrite particles by sol-gel method and their magnetic properties"., Journal of Magnetism and Magnetic Materials, 277, 84–89 2004
- [25] CAO, J.L., WANG, X.H., ZHANG, L., LI L.T., "Functional degradation of NiZnCu-based multilayer chip inductors during nickel electroplating"., Materials Letters, 57, 386–391, 2002
- [26] DİMRİ, M.C., VERMA, A., KASHYAP, S.C., DUBE, D.C., THAKUR, O.P., PRAKASH, C., "Structural, dielectric and magnetic properties of NiCuZn ferrite grown by citrate precursor method"., Materials Science and Engineering B, 133, 42–48, 2006
- [27] SCHMOLKA, I.R., "Artificial Skin I: Preparation and properties of Pluronic-127 gels for treatment of burns", J. Biomed. Mater. Res., 6, 571-82, 1972
- [28] KABANOV, A., BATRAOKA, E., ALAKHOV, V., "Pluronic block copolymers as novel polymer therapeutics for oral and gene delivery", J. Control. Rel., 82, 189-212, 2002
- [29] ALEXANDRIDIS, P., HATTON, T.A., "Poly(ethylene oxide)-Poly(propylene oxide)- Poly(ethylene oxide) block copolymer in aqueous solutions and at interfaces: thermodynamics, structure, dynamics, and modeling", Colloid Surfaces, A, 96, 1-46, 1995
- [30] Teknik broşür, BASF Şirketi, http://www2.basf.us/performancechemical/ adresinden elde edilebilir, Mart 2009
- [31] MOGHİMİ, S.M., HUNTE A.C., "Poloxamers and poloxamines in nanoparticle engineering and experimental medicine", Trends in Biotechnology, 18, 10, 412-420, 2000
- [32] MASTEROV, V.F., PRİKHOD'KO, A.V., NEMCHUK, N.I., SHAKLANOV, A.A., KON'KOV, O.I., "Effect of oxygen on the electrophysical properties of some carbon allotropes (graphite and C₆₀ fullerene)", 39, 1522-1524, 1997
- [33] Grafit, Rahber Ansiklopedisi, http://kitap.ihlas.net.tr/cgi-bin/cgi.exe/ rehber /query=*/doc/{@32795<u>}?</u>, Nisan 2009
- [34] DELHAES P., "Graphite and Precursors", CRC Press, 2001

- [36] POKROPIVNY, V.V., BEKENEV, V.L., "Electronic structure of novel carbon allotrope, the simple cubic fullerite SCF-C²⁴ ("cubic graphite") as prospective low-dielectric molecular semiconductor", Taylor & francis, Philadelphia, 13, 415-426, 2005
- [37] KİTTEL, C., "Katı Hal Fiziğine Giriş", BilgiTek Yayıncılık, İstanbul, 1996
- [38] SERWAY, R.A., "Fen ve Mühendislik için Fizik 2", Palme Yayıncılık, 1086-1087, Ankara, 1996
- [39] İstanbul Üniversitesi Metalürji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü http://www.istanbul.edu.tr/eng/metalurji/sem.htm, Nisan 2009
- [40] http://en.wikipedia.org/wiki/High_resolution_transmission_electron_micr oscopy, Nisan 2009
- [41] BARSOUKOV, E., MACDONALD, J.R., "Impedance Spektroscopy Theory, Experiment, and Applications; 2nd ed.", Wiley-Interscience, Hoboken, New Jersey, 2005
- [42] ARFKEN, G.B., WEBER, H.J., "Matematical methods for physicists", 4th ed., Academic Pres, London, 1995
- [43] YAKUPHANOGLU, F., OKUTAN, M., ZHUANG, Q., HAN, Z., "The dielectric spectroscopy and surface morphology studies in a new conjugated polymer poly(benzobisoxazole-2,6-diylvinylene)"., Physica B., 365, 13–19, 2005
- [44] BLAKEMORE, J.S., "Solid State Physics", 3nd ed., Cambridge University Pres, 413, 1985
- [45] Microwave Dielectric Spectroscopy Workshop, "Measure the Difference",www.home.agilent.com/agilent/redirector.jspx?action=ref&c name=AGILENT_EDITORIAL&ckey=588482&lc=eng..., Nisan 2009
- [46] KIM, D.K., TOPRAK, M., MİKHAYLOVA, M., JO, Y.S., SAVAGE, S.J., TSAKALAKOS, T., MUHAMMED, M., "Polymeric nanocomposites of complex ferrite", Solid State phenomena, 99-100, 165-168, 2004
- [47] OKUTAN, M., YAKUPHANOGLU, F., SAN, S.E., KOYSAL, O., "Impedance spectroscopy and dielectric anisotropy-type analysis in dyedoped nematic liquid crystals having different preliminary orientations"., Physica B, 368, 308–317, 2005

- [48] JONSHER, A.K., "Dielectric Relaxation in Solids" Chelsea Dielectrics Press, London, UK, 1983
- [49] GAUTAM, S., " Electrical And Photo-Electrical Properties Of Pure And Doped Chalcogenide Semiconductors", PhD Thesis, Faculty of Science Panjab University, Chandigarh, 2006
- [50] BİLEN, B., SKARLATOS, Y., AKTAS, G., "Frequency-dependent conductivity in As₂Se₃ and As₂Te₃ thin films"., Journal of Non-Crystalline Solids, 351, 2153–2158, 2005
- [51] YAKUPHANOGLU, F., AYDOGDU, Y., SCHATZSCHNEIDER, U., RENTSCHLER, E., "DC and AC conductivity and dielectric properties of the metal-radical compound: Aqua[bis(2-dimethylaminomethyl-4-NITphenolato)]copper(II)"., Solid State Communications, 128, 63–67, 2003
- [52] MOHAMED, R.I., "AC conductivity and dielectric constant of poly(vinyl alcohol) doped with MnSO₄"., Journal of Physics and Chemistry of Solids, 61, 1357–1361, 2000

ÖZGEÇMİŞ

Muhammet Çavdarlı, 1977 de Bulgaristan'da doğdu. İlköğrenimini Bulgaristan'da, orta ve lise öğrenimini Sakarya'da tamamladı. 1995 yılında girdiği Marmara Üniversitesi Atatürk Eğitim Fakültesi Fizik Öğretmenliği bölümünden 2000 yılında mezun oldu. 2006 yılında Sakarya Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Fen Edebiyat Fakültesi Fizik Bölümünde yüksek lisans eğitimine başladı. 2002 yılında Sakarya Endüstri Meslek Lisesinde Fizik Öğretmenli olarak göreve başladı, 2003 yılından itibaren Sakarya 80. Yıl Cumhuriyet Lisesinde Fizik Öğretmeni olarak görev yapmaktadır.