

POLİ(BÜTİL METAKRİLAT)/KARBON NANOTÜP NANOKOMPOZİTLERİNİN SENTEZİ VE TERMAL KARARLILIKLARI

BALIKESİR ÜNİVERSİTESİ FEN EDEBİYAT FAKÜLTESİ KİMYA BÖLÜMÜ
MEKSELİNA KILINÇ, 201910105009
DANIŞMAN: Prof. Dr. YASEMİN TURHAN



KOMPOZİT MALZEME NEDİR ?

İki veya daha fazla sayıdaki aynı veya farklı gruptaki malzemelerin, en iyi özelliklerini bir araya toplamak ya da ortaya yeni bir özellik çıkarmak amacıyla, bu malzemelerin makro seviyede birleştirilmesiyle oluşan malzemelere "Kompozit Malzeme" denir.[1]

NANOKOMPOZİT NEDİR?

Kompozit malzemelerin üretiminde kullanılan takviye edici maddenin en az bir boyutunun nano seviyede olduğu ve karışımdaki oranının % 5'i geçmediği malzemelere "Nanokompozit Malzeme" denir.

BU ARAŞTIRMANIN AMACI NEDİR ?

Endüstrinin farklı alanlarında kullanılan PBMA polimerinin doğal yapısından dolayı sahip olduğu düşük termal kararlılığını tek ve çok duvarlı karbon nanotüp (TDKNT ve ÇDKNT) ve/veya fonksiyonelle tek ve çok duvarlı karbon nanotüpler ile çözücü uzaklaştırma yöntemine göre nanokompozit ürünlerini oluşturarak iyileştirmektedir.

ARAŞTIRMANIN AŞAMALARI

1. Karbon Nanotüp Örneklerinin Saflaştırılması

Hazır olarak temin edilen karbon nanotüp örneklerini safsızlıklarından gidermek için ilk önce saflaştırma işlemine tabii tutulacaktır. Bu amaçla 1 g karbon nanotüp ve 100 mL 5 M HCl, 250 mL'lik reaksiyon balonuna konular, 30 oC'de 1 saat ultrasonik banyoda karıştırıldıktan, daha sonra bu süspansiyon 70 °C'de 48 saat geri soğutucu altında manyetik karıştırıcıda karıştırılır. Karıştırma işleminden sonra saf su ile seyreltilerek vakum süzme düzeneği yardımı ile 2 µm'lik süzgeç kağıdından süzülür. Süzütünün pH değeri 7 olana kadar saf su ile yıkanır. Yıkama işleminden sonra 60 oC'de 24 saat etüvde ve daha sonra 60 °C'de 48 saat vakumlu etüvde bekletilerek madde kurutulur. [2][3][4]

2. Karbon nanotüplerin nitrolanması (KNT-NO₂)

27 mL konsantr nitrik asit çözeltisine 30 mL konsantr sülfürik asit çözeltisi yavaş yavaş eklenerek karıştırılır. Elde edilen asit karışımı (H₂SO₄/HNO₃=10/9, v/v) soğuk su ile oda sıcaklığına soğutulur. 500 mg KNT ve 20 mL soğutulmuş asit karışımı, üç boyunlu bir balona eklenir ve 5 dakika süreyle ultrasonik banyoya tabii tutulur. Asit karışımı, damlatma hunisi yardımıyla balona yavaş yavaş damlatılır. Aynı zamanda, reaksiyon sistemi 60 °C'ye ısıtılır ve bu sıcaklıkta 90 dakika karıştırılır. Daha sonra karışım seyreltilip ve reaksiyonu sonlandırmak için 600 mL distile su ile soğutulur. Elde edilen süspansiyon süzülecek, pH 7'ye kadar damıtılmış su ile yıkanır ve gece boyunca 60 °C'de vakum altında kurutulur. 60 °C'de asit karışımı ile muamele edilmiş KNT, KNT-NO₂ olarak adlandırılmıştır. [5]

3. KNT-NH₂'nin sentezi

1 gr demir tozu, 2 mL asetik asit ve 50 mL distile su üç boyunlu bir balona eklenir. Karışım, karıştırılacak ve demiri aktive etmek için asetatla 10 dakika reflüks edilir. Daha sonra reaksiyon balonuna 200 mg KNT-NO₂ eklenecek ve 60 °C'de 1 saat reflüks edilir. Reaksiyon sona erdikten sonra, fazla demir bir mıknatıs ile reaksiyon karışımından ayrılır. Elde edilen karışım, huniden süzülecek, hidroklorik asit ve damıtılmış su ile yıkanacak ve gece boyunca 60°C'de vakum altında kurutulur. Elde edilen ürün, KNT-NH₂ olarak adlandırılmıştır. Nitrolanmış tek ve çok duvarlı karbon nanotüpten TDKNT-NH₂ ve ÇDKNT-NH₂'nin sentezi açıklanan yöntemle ayrı ayrı gerçekleştirilecektir. [5]

4. Nanokompozitlerinin Hazırlanması

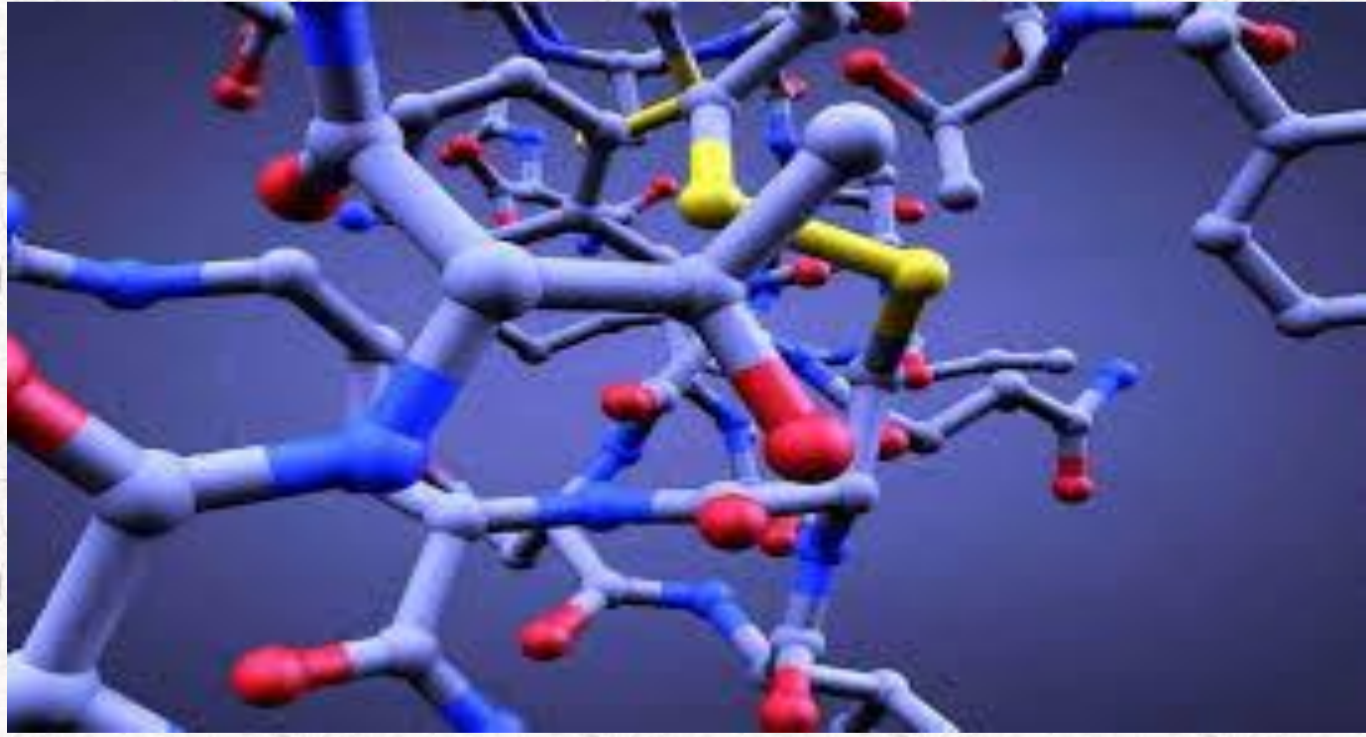
Saf ve fonksiyonelle karbon nanotüp örneklerinin polimer matrisinde ağırlıkça % 0,25; 0,5 ve % 1 bileşim oranlarında kullanıldığı nanokompozit malzemelerin hazırlanmasında çözücü ortamında etkileştirme yöntemi kullanılacaktır. Çözücü olarak tetrahidrofuran (THF) kullanılacaktır. Öncelikle karbon nanotüp örneklerinin 50 mL çözücü içerisinde (Çözelti 1) 10 dk boyunca homojenizatörde homojenize olması sağlanacak ve daha sonra 2 saat boyunca ultrasonik banyoda tutulacaktır. Bu sırada 50 mL çözücü içerisinde PBMA polimeri (Çözelti 2) 2 saat çalkalanacak ve polimerin tamamen çözünmesi sağlanacaktır. 2 saat sonunda çözelti 1 ve çözelti 2 bir araya getirilerek tekrar 2 saat ultrasonik banyoda tutulacaktır. Bu süre sonunda çözelti cam petri kabına alınarak 40 °C'deki etüvde 48 saat kurutulacaktır. Böylece nanokompozit malzemeler elde edilmiş olacaktır.

5. Örneklerin Karakterizasyonu

Hazırlanacak nanokompozit örneklerinin karakterizasyonları BET Yüzey Alanı Analizi , FTIR-ATR Analizi, DTA/TG Analizi, DSC Analizi , SEM/EDX ile yapılacaktır. [2]

ARAŞTIRMADAN BEKLEDİĞİM SONUÇLAR

- 1) Polimere göre termal özellikleri iyileştirilmiş nanokompozit malzemelerin elde edileceği ve bu polimerlerin endüstride etkin bir şekilde kullanılması
- 2) Fonksiyonelle karbon nanotüplerle sentezlenen nanokompozitlerin termal özelliklerinin iyileştirilmesi durumunda polimere göre maliyetin daha düşük olması



BU ARAŞTIRMA İLE İLGİLİ ;

Bu araştırma bir tubitak-2209 projesidir ve ülkemizde 06.02.2023 tarihinde yaşanan depremden dolayı teslim tarihi 2025 yılına kadar uzatılmıştır. Bu süreçte okulların online sisteme geçiş yapmasından kaynaklı laboratuvar girişlerimiz olmadığında dolayı projede ilerleyebildiğim kısımları bu posterde anlatmış bulunmaktayım. Proje kapsamında ilerlediğim bu kısımlar; karbon nanotüp saflaştırması işlemi , nitrolanması ve aminlemesi sonucu fonksiyonelle karbon nanotüplerin eldesidir. Nanokompozit hazırlanması ve nanokompozit karakterizasyon işlemleri Fizikokimya Araştırma Laboratuvarlarında devam etmektedir.

KAYNAKÇA

- [1] Çubukcu, Meliha. Nanokompozitler ve elektrokimyasal biyosensör uygulamaları. MS thesis. Fen Bilimleri Enstitüsü, 2008.
- [2] Hou, P.X., Liu, C. and Cheng, H. M. 2008. "Purification of Carbon Nanotubes", Carbon, 46, 2003–2025.
- [3] Yuca, N., Karatepe, N. and Yakuphanoglu, F. 2011. "Thermal and Electrical Properties of Carbon Nanotubes Purified by Acid Digestion", International Journal of Chemical, Molecular, Nuclear, Materials and Metallurgical Engineering, 5, 603-608.
- [4] Ciobotaru, C.C., Damian, C.M. and Iovu, H. 2013. "Single-Wall Carbon Nanotubes Purification and Oxidation", UPB Scientific Bulletin, Series B: Chemistry and Materials Science, 75, 55-66.
- [5] Wang, L., Feng, S., Zhao, J., Zheng, J., Wang, Z., Li, L., Zhu, Z. 2010. "A facile method to modify carbon nanotubes with nitro/amino groups", Applied Surface Science, 256, 6060–6064.
- [6] Kizilduman, B.K., Alkan, M., Doğan, M. and Turhan, Y. 2017. "Al-Pillared-Montmorillonite (AlPMt)/Poly(methyl methacrylate)(PMMA) Nanocomposites: The Effects of Solvent Types and Synthesis Methods", Advances in Material Science, 17(3), 5-23.