T.C.

YILDIZ TEKNİK ÜNİVERSİTESİ

FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

POLİELEKTROLİT VE SÜRFAKTAN KULLANIMININ BOR KARBÜR TOZUNUN SOL-JEL METODU İLE SENTEZİ ÜZERİNDEKİ ETKİLERİNİN İNCELENMESİ

Zeynep Naz ATEŞ

YÜKSEK LİSANS TEZİ

Fizik Anabilim Dalı

Fizik Programı

Danışman

Prof. Dr. Erol KAM

Eş Danışman

Prof. Dr. Figen KAYA

Temmuz, 2022

T.C.

YILDIZ TEKNİK ÜNİVERSİTESİ

FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

POLİELEKTROLİT ve SÜRFAKTAN KULLANIMININ BOR KARBÜR TOZUNUN SOL JEL METODU ile SENTEZİ ÜZERİNDEKİ ETKİLERİNİN İNCELENMESİ

Zeynep Naz ATEŞ tarafından hazırlanan tez çalışması 28.07.2022 tarihinde aşağıdaki jüri tarafından Yıldız Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Fizik Anabilim Dalı, Fizik Programı **YÜKSEK LİSANS TEZİ** olarak kabul edilmiştir.

Prof. Dr. Erol KAM	Prof. Dr. Figen KAYA
Yıldız Teknik Üniversitesi	Yıldız Teknik Üniversitesi
Danışman	Eş-Danışman

Jüri Üyeleri

Prof. Dr. Erol KAM, Danışman
Yıldız Teknik Üniversitesi _____

Prof. Dr. Ahmet ALTINDAL,
Yıldız Teknik Üniversitesi _____

Prof. Dr. Nizamettin ERDURAN,
İstanbul Sabahattin Zaim Üniversitesi _____

Danışmanım Prof. Dr. Erol KAM sorumluluğunda tarafımca hazırlanan Polielektrolit ve Sürfaktan Kullanımının Bor Karbür Tozunun Sol-Jel Metodu ile Sentezi Üzerindeki Etkilerin İncelenmesi başlıklı çalışmada veri toplama ve veri kullanımında gerekli yasal izinleri aldığımı, diğer kaynaklardan aldığım bilgileri ana metin ve referanslarda eksiksiz gösterdiğimi, araştırma verilerine ve sonuçlarına ilişkin çarpıtma ve/veya sahtecilik yapmadığımı, çalışmam süresince bilimsel araştırma ve etik ilkelerine uygun davrandığımı beyan ederim. Beyanımın aksinin ispatı halinde her türlü yasal sonucu kabul ederim.

Zeynep Naz ATEŞ

İmza

Bu çalışma, Türkiye Bilimsel ve Teknolojik Araştırma Kurumu’nun 216M145 numaralı projesi ile desteklenmiştir.

Aileme

ve

biricik eşime

TEŞEKKÜR

Lisans eğitimim sırasında, bana ve benim gibi birçok öğrenciye dokunmuş, inanmış ve desteğini bir an olsun esirgememiş, yüksek lisansımda da danışmanım olan saygıdeğer hocam Prof. Dr. Erol KAM'a çok teşekkür ederim. Onun vesilesiyle, ben ve benim gibi birçok öğrenci, akademik anlamda, görmeyi tahmin bile edemeyeceği, gerek yurtiçi gerek yurt dışı deneyimler kazanmış, cesareti artmış ve değerli çalışmalara birlikte imza atmışlardır.

Bu tez çalışmasında, bilgisiyle tecrübesiyle yanımda olan bana destek veren, çalışma hayatına ve hayata dair birçok şey öğrendiğim, bazen tek bir kelimesinden hayat dersi çıkardığım, çok az insana nasip olduğunu bildiğim, iyi bir yöneticiyle çalışma fırsatını bana veren, beni besleyen, kıymetli hocam Prof. Dr. Figen KAYA'ya çok teşekkür ederim.

Bilgi ve tecrübesiyle tez çalışmam süresince benden desteğini esirgemeyen, çalışmalarıma katkıda bulunan, Prof. Dr. Cengiz KAYA'ya çok teşekkür ederim.

Tez çalışmam süresince bana bir abla şefkatiyle yaklaşıp, bildiği herşeyi en ince ayrıntısına kadar öğretmeye çalışan, değerli vaktinden bana saatlerce ayıran, gece gündüz demeden ne zaman ihtiyacım olsa bulabildiğim, bir kez olsun incitmemiş, sadece tez çalışması için değil her konuda danışabildiğim, her zaman örnek aldığım, çok değerli hocam, Dr. Suna AVCIOĞLU'na çok teşekkür ederim.

Aynı laboratuvarda çalıştığımız bilgi ve tecrübesine her zaman başvurabildiğim hocam, tez çalışmama çokça katkısı olan, Arş.Gör. Mücahit ÖZCAN'a, çalışma arkadaşlarım Kuray DERİCİLER ve Gülenay YELTİK'e teşekkür ederim. Mevcut altyapıları ile çalışmama destek veren TENMAK, Türkiye Enerji, Nükleer ve Maden Araştırma Kurumu'na, Eti Maden İşletmeleri'ne, Sabancı Üniversitesi Nanoteknoloji Araştırma ve Uygulama Merkezi'ne, Sabancı Üniversitesi Tümleştirilmiş Üretim Teknolojileri Araştırma ve Uygulama Merkezi'ne ve Renkplast Plastik Sanayi ve Ticaret Anonim Şirketi'ne teşekkür ederim.

Çalışmam süresince 216M145 numaralı proje ile bana ve çalışmama maddi destek sağlayan Türkiye Bilimsel ve Teknolojik Araştırma Kurumu'na teşekkür ederim.

Hayatımın her alanında maddi ve manevi hep yanımda olan, beni her koşulda destekleyen, sahne arkasında bu çalışmaya da emek veren, katkı sağlayan, her zaman sırtımı yaslayabildiğim dağ olan, sevgili annem Hatice ATEŞ ve sevgili babam Ahmet Cahit ATEŞ'e çok teşekkür ederim. Yüksek lisansımın başlarında yanımızda olan, hayatım boyunca bir an olsun beni yalnız bırakmayan ama artık ahirete intikal etmiş, çok özlediğim canım, anneannem Aliye BİRSAYI'ya bana olan emeklerinden dolayı teşekkür ederim. Yeni ailem, sevgisiyle beni her zaman destekleyen, hayal kırıklığı, bezginlik yaşadığım anlarda toparlayıp tekrar yoluma koyan, bende emeği çok olan biricik eşim Min Thura HTUN'a teşekkür ederim.

Zeynep Naz ATEŞ

İÇİNDEKİLER

SİMGE LİSTESİ **x**

KISALTMA LİSTESİ **xi**

ŞEKİL LİSTESİ **xii**

TABLO LİSTESİ **xvii**

ÖZET **xviii**

1 GİRİŞ **1**

1.1 Literatür Özeti 1

1.1.1 İyonizasyon 2

1.1.2 Radyasyon 3

1.1.3 İyonlaştırıcı Radyasyon 3

1.1.4 Nötron Parçacıkları 3

1.1.5 Radyasyondan Korunma 11

1.1.6 Lineer Zayıflama Katsayısı 12

1.1.7 Nötron Radyasyonunun Zırhlanması 13

1.1.8 Bor Elementi 14

1.1.9 Bor Karbür 15

1.1.10 Bor Nitrür 16

1.1.11 Sol-Jel Tekniği 19

1.1.12 Amonyum Polikarboksilat 20

1.1.13 Polioksietilen Sorbitan Monooleat 21

1.2 Tezin Amacı 22

1.3 Hipotez 22

2 DENEYSEL YÖNTEM **23**

2.1 Kompozisyon Tasarımı 23

2.1.1 Başlangıç Malzemesi Olarak Amonyum Polikarboksilat Kullanılacak Numunelerin Kompozisyon Tasarımı 24

2.1.2 Polioksietilen Sorbitan Monooleat İçeren Numunenin Kompozisyon Tasarımı 26

2.2 Deneysel Yöntem 28

2.3 Bor Karbür-Bor Nitrür Partikül Takviyeli Polimer (LDPE) Matris Kompozitlerin Üretimi 34

2.4 Karakterizasyon Çalışmaları 35

3 ÖNCÜL MADDE OLARAK AMONYUM POLİKARBOKSİLATIN KULLANIMININ B_4C-BN TOZ ÜRETİMİNE ETKİLERİ ve SÜREÇ PARAMETRELERİNİN DEĞİŞİMİNİN B_4C-BN TOZ SENTEZİ ÜZERİNE ETKİLERİNİN İNCELENMESİ 36

3.1 APC Katkısının Yoğunlaştırılmış Jel ve Prekürsör Toz Üzerine Etkilerinin İncelenmesi 36

3.2 APC Katkısının B_4C-BN Tozlarının Oluşumuna Etkisinin İncelenmesi 39

3.2.1 FT-IR Analiz Sonuçlarının İncelenmesi 39

3.2.2 DTA/TG Analiz Sonuçlarının İncelenmesi 41

3.2.3 XRD Analiz Sonuçlarının İncelenmesi 47

3.2.4 SEM-EDS Analiz Sonuçlarının İncelenmesi 55

3.3 APC Katkılı B_4C-BN Numunelerinde Süreç Parametrelerinin Değiştirilmesinin Sonuçlara Etkisinin İncelenmesi 92

3.3.1 XRD Analiz Sonuçlarının İncelenmesi 92

3.3.2 SEM Analizi Sonuçlarının İncelenmesi 101

4 POLİOKSİETİLEN SORBİTAN MONOOLEAT SÜRFAKTAN KATKISININ B_4C TOZ ÜRETİMİNE ETKİLERİNİN İNCELENMESİ 118

4.1 Tween 80 Katkısının Yoğunlaştırılmış Jel, Prekürsör Toz, B_4C Tozlarının Oluşumuna Etkilerinin İncelenmesi 118

4.2 Tween 80 Katkısının B_4C Tozları Üzerine Etkilerinin Karakterizasyon ve Morfoloji Sonuçlarının İncelenmesi 120

4.2.1 FT-IR Analiz Sonuçlarının İncelenmesi 120

4.2.2 DTA/TG Analiz Sonuçlarının İncelenmesi 122

4.2.3 XRD Analiz Sonuçlarının İncelenmesi 127

4.2.4 SEM-EDS Analiz Sonuçlarının İncelenmesi 135

4.2.5 BET Analiz Sonuçlarının İncelenmesi 148

5 NÜKLEER SINIF BOR KARBÜR – BOR NİTRÜR PARTİKÜL TAKVİYELİ LDPE MATRİS KOMPOZİTLERİN NÖTRON KALKANLAMA PERFORMANSLARININ VE ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ 157

5.1 LDPE-B_4C-BN Kompozit Plakaların Mekanik Özelliklerinin İncelenmesi 157

5.2 LDPE-B_4C-BN Kompozit Plakaların Nötron Zırhlama Kabiliyetlerinin İncelenmesi 175

5.3 LDPE-B_4C-BN Kompozit Plakaların Lineer Zayıflama Katsayılarının Hesaplanması 179

6 SONUÇ VE ÖNERİLER 181

6.1 APC Katkısının ve Süreç Parametrelerinin Sol-Jel Yöntemi ile Bor Karbür-Bor Nitrür Toz Üretimi Üzerine Etkilerinin Genel Sonuçları ve Öneriler 181

6.2 TWEEN 80 Katkısının Sol-Jel Yöntemiyle Bor Karbür Tozun Üretimi Üzerine Etkilerinin Genel Sonuçları ve Öneriler 183
6.3 Bor Karbür ve Bor Nitrür Katkılı LDPE Polimer Matris Nano Kompozitlerin Üretimi ve Özelliklerine Dair Genel Sonuçlar ve Öneriler..... 184
KAYNAKÇA 187
TEZDEN ÜRETİLMİŞ YAYINLAR 202

SİMGE LİSTESİ

α	Alfa
β	Beta
X	Büyütme
dk	Dakika
°	Derece
eV	Elektronvolt
γ	Gama
gr	Gram
M	Mega
m	Metre
ml	Mililitre
mm	Milimetre
n	Nötron
s	Saniye
C	Santigrat
cm	Santimetre
T	Sıcaklık
Pa	Pascal
%	Yüzde

KISALTMA LİSTESİ

APC	Amonyum Polikarboksilat
B_4C	Bor Karbür
BN	Bor Nitrür
DTA	Diferansiyel Termal Analiz
EDS	Enerji Dağılım Spektrometrisi
FT-IR	Fourier Dönüşümlü Kızılötesi Spektroskopisi
LDPE	Düşük Yoğunluklu Polietilen
rpm	Revolutions Per Minute (dakikadaki devir sayısı)
SEM	Taramalı Elektron Mikroskobu
TG	Termogravimetrik
Tween 80	Polioksietilen Sorbitan Monooleat
XRD	X-ışını Kırınım Difraktometresi

ŞEKİL LİSTESİ

Şekil 1. 1 Elastik saçılma reaksiyonu 6
Şekil 1. 2 İnelastik saçılma reaksiyonu.....6
Şekil 1. 3 Fisyon Hadisesi 8
Şekil 1. 4 İyonlaştırıcı radyasyon çeşitlerinin giricilikleri ve muhtemel zırhlanmaları.....12
Şekil 1. 5 Çeşitli malzemelere ait termal nötron absorblama kesitleri.....14
Şekil 1. 6 B-C Faz diyagramı.....15
Şekil 1. 7 Bor karbür yapısı.....16
Şekil 1.8 En fazla bilinen dört BN kristali arasındaki yapısal ilişkiler.....17
Şekil 1.9 Altıgen bor nitrürün kristal yapısının şematik gösterimi (h-BN).....18
Şekil 2.1 Sol-Jel yöntemiyle, kompozit B_4C-BN tozlarının üretimi.....25
Şekil 2.2 Tween 20 ve Tween 80 sürfaktanlarının zincir yapısı.....26
Şekil 2.3 APC katkılı numunenin 4 saat kalsinasyon ve 2 saatlik piroliz işlemi şeması 28
Şekil 2.4 APC katkılı numunenin 6 saat kalsinasyon ve 3 saat piroliz işlemi şeması 29
Şekil 2.5 TWEEN 80 katkılı numunenin 4 saat kalsinasyon ve 2 saat piroliz işlemi şeması 30
Şekil 2.6 Jel yapı.....31
Şekil 2.7 Krozelere konmaya hazırlanan jel 32
Şekil 2.8 Krozelere konulmuş jel.....32
Şekil 2.9 Prekürsör toz (Öğütülmeden önce) 33
Şekil 2.10 Agat havanda öğütülmüş prekürsör toz.....33
Şekil 2.11 Gelimat termokinetik mikser (a) ve polimer kırma cihazı (b).....34
Şekil 2.12 Nötron absorblama performansı ölçüm düzeneği.....35
Şekil 3.1 Farklı yoğunluklarda APC katkısının, yoğunlaştırılmış jel üzerine etkileri.....36
Şekil 3.2 APC katkısının prekürsör üzerine etkileri 37
Şekil 3.3 1500°C sıcaklıkta 5 saat son ısıl işlem sonrası B_4C -BN tozları.....38
Şekil 3.4 APC katkılı numunelerin FT-IR sonuçları 40
Şekil 3.5 GT10C10 kodlu numunenin DTA/TG grafiği.....43

Şekil 3.6 (a) A1GT10C10, (b) A50GT10C10, (c) A60GT10C10, (d) A70GT10C10, (e) A80GT10C10, (f) A90GT10C10 ve (g) A100GT10C10 numunelerinin DTA/TG analiz sonuçları.....43

Şekil 3.7 (a) GT10C10 numunesine ait XRD grafiği, (b) b) verinin HighScore plus programı ile kantitatif analizi.....49

Şekil 3.8 APC katkılı, a) A1GT10C10, b) A50GT10C10, c) A60GT10C10, d) A70GT10C10 kodlu numunelerin XRD grafikleri.....50

Şekil 3.9 APC katkılı, a) A1GT10C10, b) A50GT10C10, c) A60GT10C10, d) A70GT10C10 kodlu numunelerin XRD grafikleri (devamı) 51

Şekil 3.10 APC katkılı, a) A80GT10C10 kodlu numunenin XRD grafiği, b) verinin HighScore plus programı ile kantitatif analizi 52

Şekil 3.11 APC katkılı, a) A90GT10C10 kodlu numunenin XRD grafiği, b) verinin HighScore plus programı ile kantitatif analizi 53

Şekil 3.12 APC katkılı a) A100GT10C10 kodlu numunenin XRD grafiği, b) verinin HighScore plus programı ile kantitatif analizi.....54

Şekil 3.13 GT10C10 numunesine ait SEM görüntüleri.....57

Şekil 3.14 GT10C10 numunesine ait SEM/EDS sonuçları.....59

Şekil 3.15 A1GT10C10 numunesine ait SEM analiz görüntüleri 61

Şekil 3.16 A1GT10C10 numunesine ait Alan 1 SEM/EDS görüntüleri 64

Şekil 3.17 A1GT10C10 numunesine ait Alan 2 SEM/EDS görüntüleri 65

Şekil 3.18 A50GT10C10 numunesine ait SEM analiz görüntüleri 66

Şekil 3.19 A50GT10C10 numunesine ait Alan 1 SEM/EDS görüntüleri 68

Şekil 3.20 A50GT10C10 numunesine ait Alan 2 SEM/EDS görüntüleri 69

Şekil 3.21 A60GT10C10 numunesine ait SEM analiz görüntüleri 70

Şekil 3.22 A60GT10C10 numunesine ait Alan 1 SEM/EDS görüntüleri 72

Şekil 3.23 A60GT10C10 numunesine ait Alan 2 SEM/EDS görüntüleri 73

Şekil 3.24 A70GT10C10 numunesine ait SEM analiz görüntüleri 74

Şekil 3.25 A70GT10C10 numunesine ait Alan 1 SEM/EDS görüntüleri 76

Şekil 3.26 A70GT10C10 numunesine ait Alan 2 SEM/EDS görüntüleri 77

Şekil 3.27 A80GT10C10 numunesine ait SEM analiz görüntüleri 78

Şekil 3.28 A80GT10C10 numunesine ait Alan 1 SEM/EDS görüntüleri 80

Şekil 3.29 A80GT10C10 numunesine ait Alan 2 SEM/EDS görüntüleri 81

Şekil 3.30 A90GT10C10 numunesine ait SEM analiz görüntüleri 83

Şekil 3.31 A90GT10C10 numunesine ait Alan 1 SEM/EDS görüntüleri 86

Şekil 3.32 A90GT10C10 numunesine ait Alan 2 SEM/EDS görüntüleri 87

Şekil 3.33 A100GT10C10 numunesine ait SEM analiz görüntüleri 88

Şekil 3.34 A100GT10C10 numunesine ait Alan 1 SEM/EDS görüntüleri 90

Şekil 3.35 A100GT10C10 numunesine ait Alan 2 SEM/EDS görüntüleri 91

Şekil 3.36 (a) GT10C10 numunesine ait XRD grafiği, (b) verinin HighScore plus programı ile kantitatif analizi 94

Şekil 3.37 APC katkılı a) A50GT10C10 kodlu numunenin XRD grafiği, b) verinin HighScore plus programı ile kantitatif analizi 95

Şekil 3.38 APC katkılı, A60GT10C10 kodlu numunenin XRD grafiği 96

Şekil 3.39 APC katkılı a) A70GT10C10 kodlu numunenin XRD grafiği, b) verinin HighScore plus programı ile kantitatif analizi 97

Şekil 3.40 APC katkılı a) A80GT10C10 kodlu numunenin XRD grafiği, b) verinin HighScore plus programı ile kantitatif analizi 98

Şekil 3.41 APC katkılı a) A90GT10C10 kodlu numunenin XRD grafiği, b) verinin HighScore plus programı ile kantitatif analizi 99

Şekil 3.42 APC katkılı a) A100GT10C10 kodlu numunenin XRD grafiği, b) verinin HighScore plus programı ile kantitatif analizi.....100

Şekil 3.43 GT10C10 numunesine ait SEM görüntüleri.....103

Şekil 3.44 GT10C10 numunesine ait SEM/EDS sonuçları.....104

Şekil 3.45 A50GT10C10 numunesine ait SEM analiz görüntüleri 105

Şekil 3.46 A50GT10C10 numunesine ait SEM/EDS görüntüleri 106

Şekil 3.47 A60GT10C10 numunesine ait SEM analiz görüntüleri 107

Şekil 3.48 A60GT10C10 numunesine ait SEM/EDS görüntüleri 108

Şekil 3.49 A70GT10C10 numunesine ait SEM analiz görüntüleri 109

Şekil 3.50 A70GT10C10 numunesine ait SEM/EDS görüntüleri 110

Şekil 3.51 A80GT10C10 numunesine ait SEM analiz görüntüleri 111

Şekil 3.54 A90GT10C10 numunesine ait SEM/EDS görüntüleri 114

Şekil 3.55 A100GT10C10 numunesine ait SEM analiz görüntüleri 115

Şekil 3.56 A100GT10C10 numunesine ait SEM/EDS görüntüleri 117

Şekil 4.1 TWEEN 80 katkılı jellerin fotoğrafları 118

Şekil 4.2 Tween 80 içerikli prekürsör tozlar 119

Şekil 4.3 Tween 80 katkısının bor karbür toz üzerine etkisi.....120

Şekil 4.4 Tween 80 katkılı numunelerin FT-IR sonuçları grafiği 122

Şekil 4.5 GT10C10 kodlu numunenin DTA/TG analiz sonuçları 124

Şekil 4.6 (a) 80T1GT10C10, (b) 80T2GT10C10, (c) 80T3GT10C10, (d) 80T4GT10C10, (e) 80T5GT10C10 ve (f) 80T10GT10C10 numunelerinin DTA/TG analiz sonuçları.....124

Şekil 4.7 (a) GT10C10 numunesine ait XRD grafiği, (b) verinin HighScore plus programı ile kantitatif analizi 129

Şekil 4.8 TWEEN katkılı a) 80T1GT10C10 kodlu numunenin XRD grafiği, b) verinin HighScore plus programı ile kantitatif analizi.....130

Şekil 4.9 TWEEN katkılı a) 80T2GT10C10 kodlu numunenin XRD grafiği, b) verinin HighScore plus programı ile kantitatif analizi.....131

Şekil 4.10 TWEEN katkılı a) 80T3GT10C10 kodlu numunenin XRD grafiği, b) verinin HighScore plus programı ile kantitatif analizi.....132

Şekil 4.11 TWEEN katkılı a) 80T4GT10C10 kodlu numunenin XRD grafiği, b) verinin HighScore plus programı ile kantitatif analizi.....133

Şekil 4.12 TWEEN katkılı a) 80T5GT10C10 kodlu numunenin XRD grafiği, b) verinin HighScore plus programı ile kantitatif analizi.....134

Şekil 4.13 TWEEN katkılı a) 80T10GT10C10 kodlu numunenin XRD grafiği, b) verinin HighScore plus programı ile kantitatif analizi.....135

Şekil 4.14 80T1GT10C10 numunesine ait SEM analiz görüntüleri 137

Şekil 4.15 80T1GT10C10 numunesine ait SEM/EDS görüntüleri 138

Şekil 4.16 80T2GT10C10 numunesine ait SEM analiz görüntüleri 139

Şekil 4.17 80T2GT10C10 numunesine ait SEM/EDS görüntüleri 140

Şekil 4.18 80T3GT10C10 numunesine ait SEM analiz görüntüleri 141

Şekil 4.19 80T3GT10C10 numunesine ait SEM/EDS görüntüleri 142

Şekil 4.20 80T4GT10C10 numunesine ait SEM analiz görüntüleri 143

Şekil 4.21 80T4GT10C10 numunesine ait SEM/EDS görüntüleri 144

Şekil 4.22 80T5GT10C10 numunesine ait SEM analiz görüntüleri 144

Şekil 4.23 80T5GT10C10 numunesine ait SEM/EDS görüntüleri 146

Şekil 4.24 80T10GT10C10 numunesine ait SEM analiz görüntüleri 146

Şekil 4.25 80T10GT10C10 numunesine ait SEM/EDS görüntüleri.....148

Şekil 4.25 80T1GT10C10; (a) İzoterm lineer alan, (b)İzoterm log alan, (c)BET yüzey alanı 150

Şekil 4.26 80T2GT10C10; (a) İzoterm lineer alan, (b)İzoterm log alan, (c)BET yüzey alanı 151

Şekil 4.27 80T3GT10C10; (a) İzoterm lineer alan, (b)İzoterm log alan, (c)BET yüzey alanı 152

Şekil 4.28 80T4GT10C10; (a) İzoterm lineer alan, (b)İzoterm log alan, (c)BET yüzey alanı 153

Şekil 4.29 80T5GT10C10; (a) İzoterm lineer alan, (b)İzoterm log alan, (c)BET yüzey alanı 154

Şekil 4.30 80T10GT10C10; (a) İzoterm lineer alan, (b)İzoterm log alan, (c)BET yüzey alanı 155

Şekil 4.31 Olması gereken P/P_0 grafiği 156

Şekil 5.1 A80GT10C10 kodlu numunenin gerilme-gerinim eğrileri.....160

Şekil 5.2 Neat – Plakanın kırık yüzeylerinin SEM analiz sonuçları 161

Şekil 5.3 Neat – Plakanın kırık yüzeylerinden Alan 1'in SEM/EDS analiz sonuçları 162

Şekil 5.4 Neat – Plakanın kırık yüzeylerinden Alan 2'in SEM/EDS analiz sonuçları 163

Şekil 5.5 A5 Kodlu – Plakanın kırık yüzeylerinin SEM analiz sonuçları.....164

Şekil 5.6 A5 Kodlu – Plakanın kırık yüzeylerinden Alan 1'in SEM/EDS analiz sonuçları 165

Şekil 5.7 A5 Kodlu – Plakanın kırık yüzeylerinden Alan 2'nin SEM/EDS analiz sonuçları 166

Şekil 5.8 A5 Kodlu – Plakanın kırık yüzeylerinden Alan 3'ün SEM/EDS analiz sonuçları 167

Şekil 5.9 A10 Kodlu – Plakanın kırık yüzeylerinin SEM analiz sonuçları.....168

Şekil 5.10 A10 Kodlu – Plakanın kırık yüzeylerinden Alan 1'in SEM/EDS analiz sonuçları 169

Şekil 5.11 A10 kodlu – plakanın kırık yüzeylerinden Alan 2'nin SEM/EDS analiz sonuçları 170

Şekil 5.12 A10 Kodlu – Plakanın kırık yüzeylerinden Alan 2'nin SEM/EDS analiz sonuçları 171

Şekil 5.13 LDPE-Neat numunesinin su jeti ile kesilmiş yüzeylerinin SEM görüntüleri 172

Şekil 5.14 LDPE-Neat numunesinin su jeti ile kesilmiş yüzeylerinin SEM/EDS analiz sonuçları 173

Şekil 5.15 LDPE-Neat numunesinin su jeti ile kesilmiş yüzeylerinin SEM görüntüleri 174

Şekil 5.16 LDPE-Neat numunesinin su jeti ile kesilmiş yüzeylerinin SEM görüntüleri 175

Şekil 5.17 Üretilen LDPE – B_4C-BN kompozitlerin önceki çalışmalardan LDPE-B_4C ile kıyaslanması[17] 178

TABLO LİSTESİ

Tablo 2.1 Önceki çalışmalardan alınan kompozisyon ile, bu tez çalışmasındaki kompozisyonun karşılaştırılması.....24

Tablo 2.2 APC katkılı kompozisyonların içeriği.....25

Tablo 2.2 APC katkılı kompozisyonların içeriği (devamı) 26

Tablo 2.3 Tween 80 katkılı kompozisyonların içeriği.....27

Tablo 4.1 Farklı Kompozisyonlardaki Tozların BET analizi sonuçları.....149

Tablo 5.1 Kompozit numunlerin kodları ve dolgu oranları 159

Tablo 5.2 Çekme testi sonuçları.....159

Tablo 5.3 LDPE ve LDPE kompozit plakaların nötron radyasyonu zırhlama sayım değerleri.....177

Tablo 5.4 LDPE ve LDPE kompozit plakaların kalınlık değerleri ve nötron radyasyonu zırhlama kabiliyetleri.....178

Tablo 5.5 LDPE Kompozit plakaların nötron radyasyonu zırhlama kabiliyetleri ve lineer zayıflama katsayıları.....179

ÖZET

Polielektrolit ve Sürfaktan Kullanımının Bor Karbür Tozunun Sol-Jel Metodu ile Sentezi Üzerindeki Etkilerinin İncelenmesi

Zeynep Naz ATEŞ

Fizik Anabilim Dalı

Yüksek Lisans Tezi

Danışman: Prof. Dr. Erol KAM

Eş-Danışman: Prof. Dr. Figen KAYA

Bu çalışmada, polielektrolitin faz içeriği, partikül boyutu ve sentezlenen tozların nihai morfolojisi üzerindeki etkilerini araştırmak için jel dağıtıcı ajan ve azot kaynağı olarak farklı miktarlarda amonyum polikarboksilat kullanılmıştır. Karbon kaynağı olarak, gliserin, tartarik asit ve sitrik asit, bor kaynağı olarak da borik asitin kullanıldığı polimerik jel öncelikle piroliz işlemine, en son olarak da 1500°C'de son ısıl işleme tabii tutulmuştur. XRD analiz sonuçları incelendiğinde yapıda az miktarda da olsa öncül madde ve amorf karbona rastlandığından, kalsinasyon ve piroliz süreç parametrelerinin değiştirlmesine karar verilmiştir Yapılan bu optimizasyon çalışması başarıyla sonuç vermiş, yüksek kristalin özellliklere sahip, mikron altı/mikron boyutlu bor karbür parçacıkları üretilmiştir. Sonuçlar, sentezlenen tozların partikül boyutları, kristalliği ve B_4C/BN faz oranının, polimerik jelde borat-amonyum ve/veya amin komplekslerinin ön oluşumu ile doğrudan ilişkili olduğunu göstermiştir. SEM incelemeleri, bor karbür

partiküllerinin boyutunun, amonyum polikarboksilat içeriğinin bir fonksiyonu olarak 2 μm'den 40 μm'ye kadar artma eğiliminde olduğunu ortaya çıkarmıştır. Ayrıca bor nitrür nanopullarının ortalama boyutunun ve kalınlığının sırasıyla 80 nm ila 3 μm ve 10-150 nm civarı aralığında olduğu gözlenmiştir

Tez çalışmasında sürfaktanların B_4C toz üretimine katkıları da incelenmiştir. Bu bağlamda polioksietilen sorbitan monooleat (TWEEN80, $C_{64}H_{124}O_{26}$), bu çalışmada kullanılabilecek sürfaktan olarak seçilmiştir. FT-IR ve DTA/TG analiz sonuçları incelendiğinde, Tween80 katkısının hem öncü maddelerden gelen safsızlıkları hem de amorf karbonu elimine ederek, yüksek kristalinitede bor karbür oluşumunu desteklediği XRD sonuçlarında görülmüştür. SEM sonuçlarında TWEEN 80 katkısının bor karbür tozlarına etksi incelendiğinde, molekül yapılarının önce plaka biçimine, sonrasında ise polyhedral- eş eksenli yapıya dönüştüğü deney sonuçlarından elde edilmiştir.

Amonyum polikarboksilat katkısıyla üretilen B_4C-BN tozlarından A80GT10C10 kodlu numuneyle LDPE matrisli polimerle, %5 ve %10 olmak üzere, farklı yoğunluklarda polimer kompozitler üretilmiş ve bu kompozitlerin nötron emisyonunu absorblama yetenekleri çalışmada araştırılmıştır. Bu araştırmalar sonucunda %5 B_4C-BN katkılı kompozitin 3,4 mm kalınlığında %68,66 oranında nötron emisyonunu absorbladığı, %10 B_4C-BN kompozitin de 3,6 mm kalınlığında, %81,42 oranında absorbladığı görülmüştür. Sonuçlar literatürdeki diğer çalışmalarla karşılaştırılmıştır.

Anahtar Kelimeler: Bor Karbür, Bor Nitrür, Nötron Emisyonu, Zırhlama.

ABSTRACT

Investigation of the Effects of Using Polyelectrolyte and Surfactant on the Synthesis of Boron Carbide Powder by Sol Gel Method

Zeynep Naz ATEŞ

Physics Department

MSc. Thesis

Supervisor: Prof. Dr. Erol KAM

Co-supervisor: Prof. Dr. Figen KAYA

In this study, different amounts of ammonium polycarboxylate were used as gel dispersing agent and nitrogen source to investigate the effects of the polyelectrolyte on the phase content, particle size and final morphology of the synthesized powders. The polymeric gel, in which glycerin, tartaric acid and citric acid were used as carbon source, and boric acid as boron source, was firstly subjected to pyrolysis process and finally to a final heat treatment at 1500°C. When the XRD analysis results were examined, it was decided to change the calcination and pyrolysis process parameters, since a small amount of precursor and amorphous carbon were found in the structure. The results showed that the particle sizes, crystallinity and B_4C/BN phase ratio of the synthesized powders were directly related to the pre-formation of borate-ammonium and/or amine complexes in the polymeric gel. SEM investigations revealed that the size of boron carbide particles tended to increase from 2 μm to 40 μm as a function of

ammonium polycarboxylate content. It was also observed that the average size and thickness of boron nitride nanoflakes ranged from 80 nm to 3 μm and 10-150 nm, respectively. In the thesis study, the contribution of surfactants to B_4C powder production was also investigated. In this context, polyoxyethylene sorbitan monooleate (TWEEN80, C64H124O26) was chosen as the surfactant that can be used in this study. When the FT-IR and DTA/TG analysis results were examined, it was seen in the XRD results that the Tween80 additive supported the formation of boron carbide with high crystallinity by eliminating both impurities from precursors and amorphous carbon. When the effect of TWEEN 80 additive on boron carbide powders was examined in SEM results, it was obtained from the experimental results that the molecular structures first changed to plate form and then to polyhedral-coaxial structure.

From B_4C-BN powders produced with ammonium polycarboxylate additive, polymer composites of different densities, 5% and 10%, were produced with the sample coded A80GT10C10 and LDPE matrix polymer, and the neutron radiation absorption abilities of these composites were investigated in the study. As a result of these researches, it was observed that the 5% B_4C-BN reinforced composite absorbs 68.66% of neutron radiation at a thickness of 3.4 mm, and the 10% B_4C-BN composite absorbs 81.42% at a thickness of 3.6 mm. The results were compared with other studies in the literature.

Keywords: Boron Carbide, Boron Nitride Neutron Radiation, Shielding.

1
GİRİŞ

1.1 Literatür Özeti

Nükleer enerji; yüksek sıcaklıkla birlikte, enerjisi artan atom çekirdeklerinin çarpışması sonucunda meydana gelen füzyon ve fisyon tepkimeleri sonucunda elde edilen enerjiye denilmektedir [1]. Artan nüfusa bağlı olarak, enerji ihtiyaçlarımızdaki artış nedeniyle ve mevcut kullanılan enerji kaynaklarının, hem doğayı kirletmesi hem de doğal kaynakları olması gerekenden çok daha hızlı tüketmesi nedeniyle, nükleer enerjiye olan ihtiyacımız her geçen gün daha da artmaktadır. Enerji ihtiyaçlarımızı karşılamanın yanı sıra nükleer teknoloji tıpta, tarımda, endüstride, bilimsel araştırmalarda da kullanılmaktadır [2]. Tıbbi görüntülemede hastaya enjeksiyon veya oral yolla verilen radyoizotopların vücuda yerleştikten sonra yaptıkları ışımayla vücut dışındaki bir ekran üzerinde 2 boyutlu (Sintigrafi) veya 3 boyutlu (Pozitron Emisyon Tomografisi) görüntüler halinde bir araya getirilmesiyle çalışan tanımlama yöntemleri bunlardan en yaygın olarak kullanılan yöntemlerdir.

Radyasyonun birçok faydası mevcut olduğu gibi, kullanılan bu yöntemlerle iyonlaştırıcı radyasyonun ortaya çıkmasıyla insanların ve canlıların sağlığı tehlike altına girmektedir. Radyasyondan korunmada, kısaca ALARA (As Low As Reasonably Achievable) olarak adlandırılan prensip uygulanmaktadır. Bu prensibin adımlarında, radyasyon kaynağına olan uzaklık, maruz kalınan süre ve zırhlama bulunmaktadır. Tabii bunların makul olarak en kontrol edilebilir ve üstünde çalışma yapılabilir olanı zırhlamadır.

Çekirdek reaksiyonlarıyla meydana gelen ışımalardan ortaya çıkan α ve β parçacıkları giriciliklerinin çok düşük olması sebebiyle zırhlama konusunda hesaba katılmazlar ancak γ ve X-ışınlarıyla nötron parçacıklarının zırhlanması ciddi önem arz etmektedir [2,3].

Nötron parçacıklarının zırhlanmasında kullanılan malzemelerden biri de nötron absorbsiyon kesiti yüksek olan ve ülkemizde rezervi bolca bulunan bor mineralidir. Bor minerali doğada, %80 ^{11}B ve %20 ^{10}B izotopu olarak bulunmaktadır. ^{11}B izotopunun termal nötron yutma tesir kesiti 750 barn olup ^{10}B izotopunun termal nötron yutma tesir kesiti ise, 3837 barndır. Nötron ışınlarının bor ile yaptığı tepkime aşağıda basit olarak verilmektedir [2,4];

$$^{10}_{5}B + ^{1}_{0}n \rightarrow ^{7}_{3}Li + ^{4}_{2}He + (düşük\ enerjili\ gama\ ışınları) \quad (1.1)$$

Dünyadaki bor rezervlerinin önemli bir kısmı Türkiye'de bulunmaktadır. Dünyada bulunan toplam bor rezervlerinin 1,3 milyar ton olduğu bilinmektedir ve bunun da %77,8'i Türkiye'de bulunmaktadır. Bor minerali zenginliği açısından Türkiye'nin oldukça avantajlı bir konumda olduğu görülmektedir [2,5].

Nötron zırhlaması, yaklaşık üç adımdan oluşan uzun bir işlemdir. Her bir adımda farklı malzemeler kullanılır. Günümüze kadar, zırhlanmasıyla ilgili birçok malzeme geliştirilmiştir ve kullanılan yöntemlerden biri de nötron ışınlarının bor karbür ile zırhlanmasıdır [2].

Bor karbür ticari olarak karbotermal indirgeme yöntemiyle üretilmektedir. Elektrikli ark fırınlarında borik asitin yüksek sıcaklıklarda ısıtılarak karbonun indirgenmesi yoluyla yapılmaktadır. Ancak bu sürecin oldukça fazla dezavantajları mevcuttur[6].

- Yüksek sıcaklıklara çıkılması oldukça fazla enerji gerektirir ve maalesef ekonomik bir yöntem değildir.
- Elektrikli fırında ısınma homojen olmayacağından dolayı reaksiyona girmeyen borik asit görülür ve bu da bir miktar malzemenin ziyan olmasına sebep olur.
- 2000^{o}C üzerindeki sıcaklıklarda sıcaklık kontrolü mümkün değildir.
- Elde edilen üründe bir miktar karbon kalıntısı da olacaktır.
- İnce parçacık boyutuna yoğunlaştırılabilmesi için ürünü öğütmek pahalı ve zordur [6].

Bor karbürün üretilmesi için alternatif yöntemler denenmelidir.

1.1.1 İyonizasyon

Atomdan bir yük kopartılması veya bir elektron bağlanması halinde atomun dengesiz hale gelmesi durumuna iyonizasyon denilmektedir[8].

1.1.2 Radyasyon

En basit haliyle çekirdeğinde dengeli olarak nötron ve proton bulundurmayan atomlara radyoaktif atom diyoruz. Oluşan bu dengesizlikten dolayı atomda bir ışıma meydana gelmektedir. Bu ışıma atomdaki nötron-proton dengesi sağlanana kadar devam ederse bu ışımaya da radyasyon adı verilmektedir[7]. Radyasyon, iyonize radyasyon ve elektromanyetik radyasyon olarak ikiye ayrılmaktadır. Biz bu çalışmada iyonize radyasyon çeşidini inceleyeceğiz.

1.1.3 İyonlaştırıcı Radyasyon

Radyasyonun enerjisi eğer geçtiği ortamdaki atomlarla etkileşebilecek ve elektron koparmaya yetecek kadar bir enerjiye sahipse o radyasyonun iyonlaştırıcı radyasyon olarak tanımlayabiliriz. Atomlardan elektron koparmaya yetecek enerjisi bulunan radyasyon tiplerinin enerjisi genellikle 10 eV veya daha üstünde bir enerjiye sahiptirler [8]. İyonlaşma esnasında radyasyon insan bedeninden geçtiğinde hücrelerle etkileşecektir. Hücrenin yapısına zarar verdiğinde genellikle üç ihtimal ortaya çıkar. Hücre kendini sorunsuz şekilde onarabilir, hücre kendini onaramayıp ölebilir veya hücre kendini bozuk bir şekilde onarıp yaşamına devam edebilir. Bilindiği gibi DNA zincirleri tek taraflı olarak kırıldıklarında, karşısındaki kod sayesinde kendilerini tamir ederler fakat çift zincirlerinin de tahrip olması durumunda DNA kendini onarmaya çalışırsa bir mutasyona sebep olabilmektedir.

1.1.4 Nötron Parçacıkları

Nötronlar; parçacık tipli radyasyona örnektir. Yüksüz parçacıklardır, bu nedenle de giricilikleri çok yüksektir. Nötron parçacıkları maddelerin içerisinden geçerken herhangi bir iyonlaşmaya sebep olmazlar ancak diğer atomlarla yaptıkları etkileşim sonucunda ortaya alfa, beta, gama veya X ışınları çıkabilir. Nötronlar yüksüz olduklarından dolayı yoğunluğu yüksek malzemelerle durdurulamazlar. Ancak yavaşlatılabilmeleri için hidrojence zengin malzemelerle veya bor içerikli malzemelerle zırhlanmalıdırlar [9].

1.1.4.1 Nötronların Enerjilerine Göre Sınıflandırılması

- Serbest nötronlar kinetik enerjilerine göre sınıflandırılabilmektedirler ve genellikle elektron volt (eV) olarak tanımlanırlar. Sıcaklık terimi, bir nötron ile

belirli bir sıcaklığa sahip bir ortam arasındaki termal dengeyi temsil eden bu enerjiyi tanımlamak için kullanılmaktadır.

- **Soğuk Nötronlar;** (0 eV; 0.025 eV) enerji aralığındaki nötronlardır. Çok soğuk ortamlarda (sıvı döteryum gibi) termal dengede olmalarıyla bilinen nötronlardır. Nötron saçılma deneylerinde kullanılan spektrumdur.
- **Termal Nötronlar**; Çevrelendikleri ortamla termal dengede olan nötronlara denilmektedir. Maxwellian dağılımı için 20°C'de (68°F) en olası enerji 0.025 eV'dir (~2 km/s)'dur. Nötron enerji spektrumunun bu kısmı, termal reaktörlerde spektrumun en önemli kısmını oluşturur.
- **Epitermal Nötronlar;** (0.025 eV; 0.4 eV) enerji aralığındaki nötronlardır. Kinetik enerjileri, termal nötronlardan daha yüksektir. Reaktörlerden bazılarının epitermal nötron spektrumuyla çalıştığı bilinmektedir. Böylelikle termal nötronlara göre daha yüksek miktarda yakıt üretilebilmektedir.
- **Yavaş Nötronlar**; (1 eV; 10 eV) enerji aralığındaki nötronlardır.

Rezonans Nötronları; (10 eV; 300 eV) enerji aralığındaki nötronlardır. Bu nötronlar, bazı özel davranışları nedeniyle rezonans olarak adlandırılmaktadırlar. Rezonans enerjilerinde, kesitler, kesitin taban değerinden 100 kat daha yüksek zirvelere ulaşabilmektedir. Bu nedenle de, reaktörü termal nötronlarla çalıştırmak oldukça önem arz etmektedir çünkü, bu enerjilerde nötron yakalama, fisyon olasılığının fazlasıyla arttığı görülmüştür[10].

- **Orta Düzey Nötronlar**; (300 eV; 1 MeV) enerji aralığındaki nötronlardır.

Hızlı Nötronlar; (1 MeV; 20 MeV) enerji aralığındaki nötronlardır. Fisyon nötronları olarak adlandırılan nötronların kinetik enerji seviyeleri 1 MeV (~15 000 km/sn)'den daha fazladır. (α, n) gibi nükleer reaksiyonlar neticesinde kinetik enerjileri bakımından yüksek bu nötronlar üretilebilmektedir. Fisyon nötronları, 2 MeV'lik ortalama enerjiye (^{235}U fisyon için) sahip bir Maxwell-Boltzmann enerji dağılımına sahiptir. Bu hızlı nötronların termal enerji seviyesine yavaşlatılabilmesi ise, nükleer reaktörler içinde nötron moderasyonu denilen bir işleme tabii tutularak gerçekleştirilebilmektedir.

1.1.4.2 Nötronların Madde İle Etkileşimleri

Nötronların nötr parçacıklar oldukları bilinmektedir. Bu nedenle, yalnızca yeni bir yöne saçılmak veya absorbe edilmek üzere bir çekirdekle çarpıştıklarında yollarından saparak düz çizgiler halinde hareket ederler. Bilindiği üzere, nötronlar yüksüz parçacıklardır. Bu nedenle de bir elektron bulutu veya pozitif yüklü bir elektrik alan, nötronun hareketini hiçbir şekilde etkileyemeyecektir. Dolayısıyla da nötronlar her zaman çekirdekle etkileşime girerler. Nötronların yığın madde yoluyla iletiminin çok tanımlayıcı bir özelliği olarak, bir nötronun etkileşimler arasında kat ettiği ortalama mesafe olan, ortalama serbest yol uzunluğudur (λ). Bu değer, aşağıdaki denklem yardımıyla hesaplanabilir:

$$\lambda = 1/\Sigma \tag{1.2}$$

Nötronlar, çekirdeklerle aşağıdaki şekillerle etkileşime girerler;

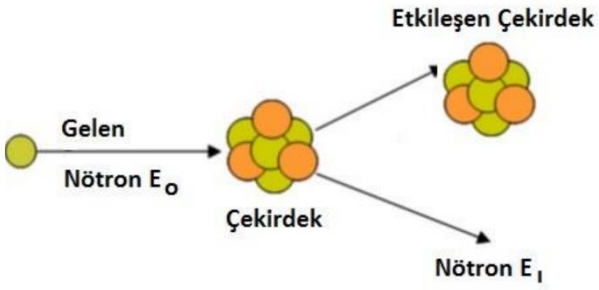
Nötronların çekirdeklerle etkileşme derecesi, tesir kesitleri olarak bilinen miktarlar cinsinden tanımlanmaktadır. Burada tesir kesiti olarak tanımlanan kavram, hedef çekirdek ile gelen nötron arasındaki muhtemel etkileşimin olasılığını ifade etmek için kullanılmaktadır. Burada dikkat edilmesi gereken husus, bu olasılığın gerçek hedef ile bağlantılı olmadığıdır. Bir örnekle ifade etmemiz gerekirse, nötron akısı ile birlikte, bir nükleer santralin termal gücünü elde etmek için gerekli olan reaksiyon hızının hesaplanmasını gösterebiliriz. Barn (10^{-28} m^2) mikroskobik tesir kesitini (σ-sigma) ölçmeye yarayan standart birimdir. Mikroskobik kesit, bir çekirdeğin bir nötron ile etkileşime girdiği etkili 'hedef alanı' olarak yorumlanabilir[10]. Makroskopik tesir kesiti, mikroskobik tesir kesiti ve malzeme yoğunluğundan türetilir:

$$\Sigma = \sigma.N \tag{1.3}$$

Burada m^2 birimi olan σ, mikroskobik kesit olarak adlandırılır. N birimleri çekirdek/m^3 olduğundan, makroskopik kesit Σ, m^{-1} birimlerine sahiptir.

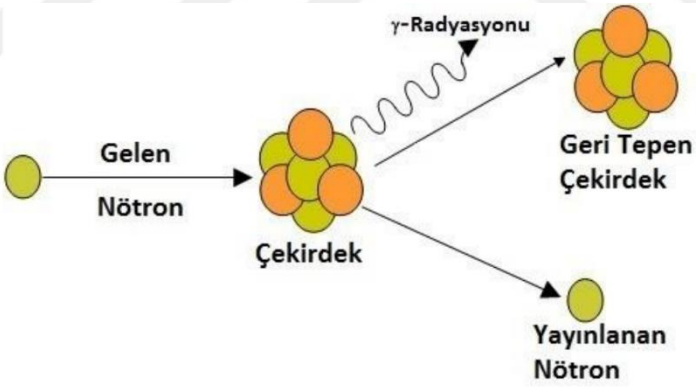
Nötron kesitleri, nükleer yakıtın önemli bir parametresini oluşturur. Yeni yakıt düzenekleri için, genellikle yakıt kafesinin iki boyutlu modellerinde nötron kesitleri hesaplanmalıdır[10]. Nötronların madde ile etkileşimleri aşağıda daha ayrıntılı biçimde incelenmektedir;

- **Elastik Saçılma Reaksiyonu;** Genel olarak, bir nötron-çekirdek etkileşiminden sonra, hedef çekirdek tek bir nötron yaydığında bir nötron saçılma reaksiyonu meydana gelmektedir. Bir nötron ile hedef çekirdek arasındaki elastik saçılma reaksiyonunda nükleer uyarıma aktarılan enerji bulunmamaktadır.



Şekil 1. 1 Elastik saçılma reaksiyonu [2]

- **Elastik Olmayan (İnelastik) Saçılma Reaksiyonu;** Bir nötron ile hedef çekirdek arasındaki esnek olmayan saçılma reaksiyonunda, gelen nötronun bir miktar enerjisi geri tepen çekirdeğe emilir ve çekirdek uyarılmış durumda kalmaktadır. Böylece esnek olmayan bir çarpışmada momentum korunurken, "sistemin" kinetik enerjisi korunmamaktadır.



Şekil 1. 2 İnelastik saçılma reaksiyonu [2]

- **Nötron Absorpsiyonu;** Nükleer reaktörde oluşan en önemli reaksiyon türü olarak bilinmektedir. Nötronun tamamen emilmesi ve sonucunda bileşik çekirdeğin oluştuğu reaksiyonlar da absorbsiyon reaksiyonları olarak adlandırılmaktadırlar. Absorbsiyon reaksiyonları bu özelikleri bakımından gayet önem arzetmektedirler, çünkü bu şekilde oluşmuş bileşik çekirdeğin bozunma modu, bileşik çekirdeğin ne şekilde oluştuğuyla bağlantılı

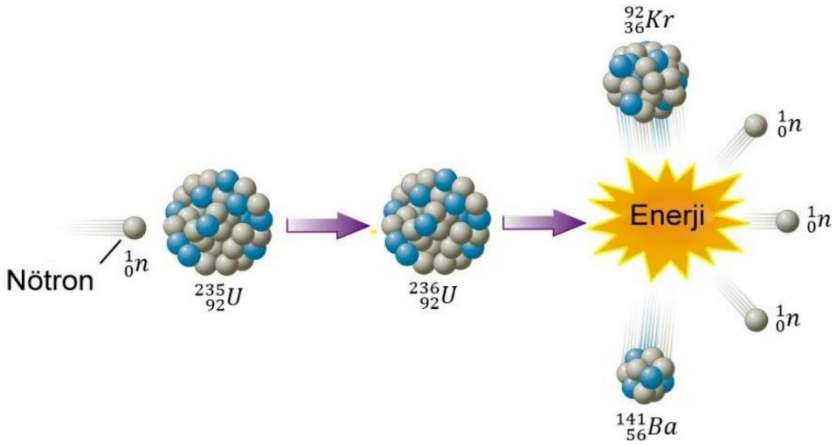
olmamaktadır. En önemli absorpsiyon reaksiyonları, çıkış kanalı tarafından aşağıdaki iki reaksiyona bölünür:

- **Nötron Yutulması (Radyatif Yakalama);** Absorbsiyon reaksiyonlarının önemli bir kısmı, gama ışını üretimiyle birlikte nötron kaybetmektedirler. Bu durum yakalama reaksiyonu olarak adlandırılır ve σγ ile gösterilmektedir[10]

➢ **Nötron Yutulması;**

  - **Nötron yakalama;** gerçekleşme ihtimali yüksek olan absorbsiyon reaksiyonlarından birisidir. Aslında, bölünemeyen çekirdekler için mümkün olan tek absorpsiyon reaksiyonu olarak da bilinmektedir. Yakalama reaksiyonları, bir veya daha fazla gama ışını üretimi ile birlikte bir nötron kaybına neden olmaktadırlar. Bu yakalama reaksiyonu, nötron yutulması veya (n, γ) reaksiyonu olarak da adlandırılmakta ve kesiti σγ ile gösterilmektedir[10].
  - **Radyatif yakalama;** gelen nötronun tamamen emilerek bileşik çekirdeğin oluştuğu bir reaksiyon türüdür. Bileşik çekirdek, daha sonra gama emisyonu ile temel durumuna bozunmaktadır. Böyle bir sürecin tüm nötron enerjilerinde meydana geldiği görülebilmektedir. Burada önemli olan husus ise, etkileşimin olasılığının gelen nötron enerjisine ve hedef enerjiye bağlı oluşudur. Bu olasılığı etkileyen en önemli faktörlerden biri kütle merkezi sistemindeki enerjidir[10].

- **Nükleer fisyon**; Nükleer reaksiyonlar arasında, atomun çekirdeğinin daha küçük parçalara yani daha hafif çekirdeklere ayrılmasıyla bilinen reaksyionlardır. Bu reaksiyonlar sonucunda, serbest nötronlar ve gama ışınları şeklinde fotonlar üretmekte ve bu durumun bir sonucu olarak da büyük miktarda enerji açığa çıkarmaktadırlar. Fisyonun nükleer fizikteki tanımına bakılacak olursa, nükleer bir reaksiyon veya radyoaktif bozunma olarak tanımlanmış olduğu görülmektedir. Bu iki seçenekten radyoaktif bozunma, kendiliğinden fisyon olarak tanımlanır ve çok nadir olarak görülen bir süreçtir[10].



Şekil 1. 3 Fisyon Hadisesi [2]

- **Nötron emisyonu;** genellikle nükleer bozunma ile ilişkilendirilse de, nötron nükleer reaksiyonları ile bağlantılı olarak da bahsedilmesi gerekmektedir. Bazı nötronlar, bir bileşik çekirdek aracılığıyla hedef bir çekirdekle etkileşime girmektedirler. Bu bileşik çekirdek reaksiyonları arasında, çekirdekten bir nötronun fırlatıldığı reaksiyonlar yer alır ve bunlar nötron emisyon reaksiyonları olarak adlandırılmaktadır. Mesele şu ki, bileşik çekirdekler uyarılma enerjilerini radyoaktif bozunmaya benzer bir şekilde kaybetmektedirler. Burada çok önemli nokta, bileşik çekirdeğin bozunma şeklinin, bileşik çekirdeğin nasıl oluştuğuna bağlı olmamasıdır[10].

1.1.4.3 Nötron Kaynakları

Bir nötron kaynağı, nötron yayan herhangi bir cihaz olarak tanımlanabilmektedir. Nötron kaynaklarının birçok alanda uygulandığı bilinmektedir; araştırma, mühendislik, tıp, petrol arama, biyoloji, kimya ve nükleer enerjide kullanılabilmektedirler. Bir nötron kaynağını karakterize eden bir dizi faktör olarak:

- Kaynağın çeşidinin önemi,
- Kaynak tarafından yayılan nötronların yoğunluğu,
- Yayılan nötronların enerji dağılımı,
- Yayılan nötronların açısal dağılımı,
- Emisyonun, sürekli veya darbeli çalışması sıralanabilmektedir[10].

1.1.4.4 Nötron Kaynaklarının Çeşitleri

- **Nükleer reaktörler;** bazı çekirdekler kendiliğinden fisyona uğrayabilmektedirler, ancak yalnızca uranyum-235, uranyum-233 ve

plütonyum-239 gibi belirli çekirdekler bir fisyon zinciri reaksiyonunu sürdürebilmektedir. Bunun nedeni, bu çekirdeklerin parçalandıklarında nötronları serbest bırakmalarıdır, bu da diğer çekirdeklerin fisyonunu indükleyebilmektedir. Doğal olarak oluşan uranyumun %0,7'si olarak bulunan Uranyum-235, ortalama olarak 2,4 hızlı nötron üretimi ve fisyon başına ~ 180 MeV enerji salınımı ile termal nötronlarla nükleer fisyona uğramaktadır. Her fisyon olayı gerçekleştiğinde, salınan serbest nötronlar, reaksiyonun tetikleyicisi olarak oldukça önemli rol oynarlar, ancak başka bir amaç için de kullanılabilmektedirler. Buna örnek olarak, daha fazla fisyonu tetiklemek için bir nötron gerekmektedir. Serbest nötronların bir kısmı (diyelim ki 0,5 nötron/fisyon) diğer malzemede absorbe edilir, fakat buradaki fazla nötron (0.9 nötron/fisyon) reaktör çekirdeğinin yüzeyini terk edebilir ve bu bir nötron kaynağı olarak kullanılabilmektedir[10].

- **Nükleer füzyon;** iki veya daha fazla atom çekirdeğinin (örneğin, D+T reaksiyonları) çok yüksek enerjide çarpıştığı ve birleştiği bir nükleer reaksiyon türüdür. DT füzyonunun yan ürünü serbest bir nötrondur. Bu nedenle, nükleer füzyon reaksiyonları büyük miktarlarda nötron üretebilmektedirler[10].
- **Spallasyon Nötron Kaynakları**; Bir parçalanma kaynağı olarak da ifadelendirilebilirler, yüksek enerjilere hızlandırılmış protonların ağır bir hedef malzemeye çarparak nötron yayılmasına neden olduğu yüksek akışlı nötron kaynaklarıdır. Reaksiyon, gelen parçacığın tipik olarak 5 – 15 MeV aralığında olan, belirli bir enerji eşiğinin üzerinde gerçekleşmektedir[10].
- **Elektron Hızlandırıcılardan / Fotofisyondan Bremssstrahlung**; Ağır bir hedefte, enerjisi yüksek elektronlar hızla yavaşlatıldığında, bu yavaşlama süreci esnasında yoğun bir gama radyasyonu yaymaktadırlar. Bu da Bremsstrahlung veya fren radyasyonu olarak adlandırılmaktadır. Gama radyasyonunun hedefle etkileşimde bulunduğu, (γ,n) reaksiyonlar veya bölünebilir bir hedef kullanıldığında (γ, fisyon) reaksiyon yoluyla nötronlar üretilebilmektedir.

$$e^- \rightarrow Pb \rightarrow \gamma \rightarrow Pb \rightarrow (\gamma,n) \text{ ve } (\gamma,\text{fisyon}) \qquad (1.4)$$

Bremsstrahlung γ enerjisi, hedefteki "son" nötronun bağlanma enerjisini aşmaktadır. Kısa (yani < 5 μs) darbelerde üretilen 10^{13} nötron/saniyelik bir kaynak gücü kolaylıkla gerçekleştirebilmektedir[10].

- **Parçacık Hızlandırıcıları**

Nötronlar ayrıca döteryum, trityum, lityum, berilyum ve diğer düşük atom numaralı malzemelerinin hedefleri kullanılarak parçacık hızlandırıcıları tarafından da üretilebilmektedirler. Bu durumda hedefin, hızlandırılmış hidrojen (H), döteryum (D) veya trityum (T) çekirdekleri ile bombardıman edilmesi gerekmektedir[10].

- **Nötron Jeneratörleri**

Nötronlar, aşağıdaki ekzotermik reaksiyonda döteryum ve trityum füzyonunda üretilebilmektedirler;

$$^{2}D + {}^{3}T \rightarrow {}^{4}He + n + 17.6\ MeV \qquad (1.5)$$

Burada nötron, 14.1 MeV kinetik enerji ile üretilebilmektedir. Bu, bir trityum hedefini bombalayan döteryum atomları için mütevazı bir 100 kV hızlandırıcı ile, laboratuvarda küçük bir ölçekte başarılabilmektedir. Yaklaşık $\sim 10^{11}$ nötron /saniyelik sürekli nötron kaynakları, bu şekilde, diğer yöntemlere göre nispeten daha basit bir şekilde elde edilebilmektedir[10]. Burada nötron, 14.1 MeV kinetik enerji ile üretilebilmektedir. Yaklaşık $\sim 10^{11}$ nötron /saniyelik sürekli nötron kaynakları, bu şekilde, diğer yöntemlere göre nispeten daha basit bir şekilde elde edilebilmektedir[10].

- **Radyoizotop kaynağı – (α,n) Reaksiyonları**

Bazı hafif izotoplarda, çekirdekteki 'son' nötron zayıf bir şekilde bağlı bulunur ve α-parçacık bombardımanının ardından oluşan bileşik çekirdek bozunduğunda bu nötron salınır. Berilyumun α -parçacıkları tarafından bombardımanı, aşağıdaki ekzotermik reaksiyonla nötronların üretilmesine yol açar;

$$^{4}He + {}^{9}Be \rightarrow {}^{12}C + n + 5.7\ MeV \qquad (1.6)$$

Bu reaksiyon, bir fisyon kaynağına benzeyen bir enerji spektrumuna sahip zayıf bir nötron kaynağı verir ve günümüzde taşınabilir nötron kaynaklarında kullanılmaktadır. Radyum, plütonyum veya amerikyum bir α -yayıcı olarak kullanılabilmektedir[10].

- **Radyoizotop kaynağı – (γ,n) Reaksiyonları**

(γ,n) reaksiyonları da aynı amaçla kullanılabilmektedirler. Bu tür bir kaynakta, daha geniş γ -ışın aralığı nedeniyle, kaynağın iki fiziksel bileşeni ayrılabilmektedir, bu da gerekirse radyoaktif kaynağı berilyumdan uzaklaştırarak reaksiyonu "kapatmayı" mümkün kılmaktadır. (γ,n) kaynakları, (α,n) kaynaklarının aksine monoenerjetik nötronlar üretmektedirler. (γ,n) kaynağı, aşağıdaki endotermik reaksiyonda gama yayıcı olarak ^{124}Sb (Antimon-124)'ü kullanılmaktadır[10].

$$^{124}\text{Sb} \rightarrow ^{124}\text{Te} + \beta^{-} + \gamma \quad (1.7)$$

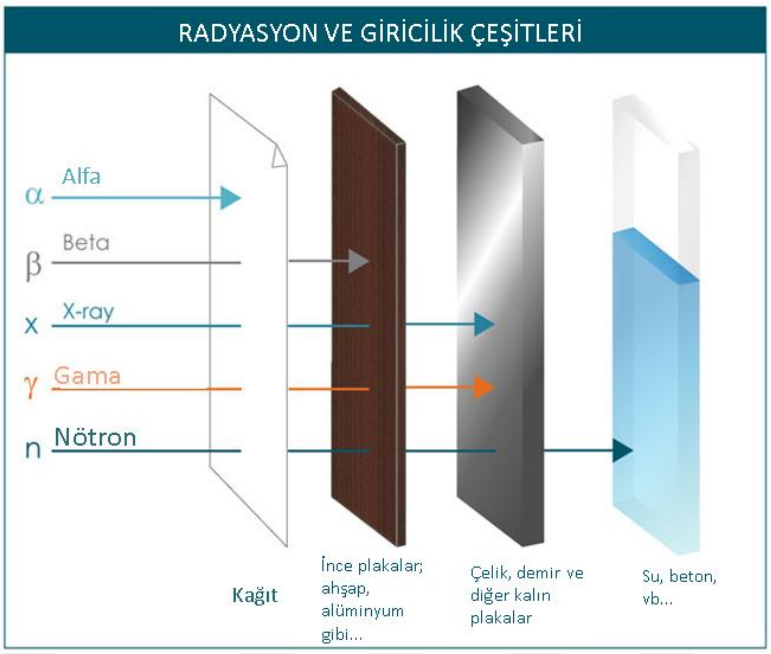
$$\gamma + ^{9}\text{Be} \rightarrow ^{8}\text{Be} + \text{n} - 1.66\ \text{MeV} \quad (1.8)$$

- **Radyoizotop Kaynağı – Kendiliğinden Fisyon**

Bazı izotoplar, nötronların emisyonu ile kendiliğinden fisyona uğramaktadırlar. En yaygın olarak kullanılan spontan fisyon kaynağı, radyoaktif izotop ^{252}Cf (Kaliforniyum-252)'dir. ^{252}Cf ve diğer spontane fisyon nötron kaynakları, bir nükleer reaktörde uranyum veya başka bir transuranik elementin ışınlanmasıyla üretilir, burada nötronlar başlangıç materyalinde ve müteakip reaksiyon ürünlerinde emilir ve başlangıç materyali ^{252}Cf izotopuna dönüştürülür[10].

1.1.5 Radyasyondan Korunma

Radyasyondan korunmanın üç temel ilkesi bulunmaktadır: gerekçelendirme, optimizasyon ve doz sınırlaması. Gerekçelendirme, prosedürler veya tedaviler için radyasyon kullanmanın yararları ve risklerinin saptanmasını içerir. Herhangi bir miktarda radyasyona maruz kalma, stokastik etki riskini, yani radyasyona maruz kaldıktan sonra kanser veya radyasyona bağlı çeşitli deformasyonlar geliştirme ihtimalini artıracaktır. Böylelikle, radyasyondan korunmak amacıyla; radyasyon kaynağına olan uzaklık, maruz kalınan süre ve zırhlama bulunmaktadır. Radyasyon kaynağına olan uzaklık veya maruz kalınan süre her zaman istenilen oranda kontrol edilemeyebilinmektedir[11]. Bu durumda da zırhlama en önemli radyasyondan korunma kaynağı olarak karşımıza çıkar.



Şekil 1. 4 İyonlaştırıcı radyasyon çeşitlerinin giricilikleri ve muhtemel zırhlanmaları [12]

1.1.6 Lineer Zayıflama Katsayısı

X-ışınından farklı olarak, nötron sadece atom çekirdeği ile etkileşime girer. Bu nedenle, termal nötronun zayıflama modeli, X-ışınlarından farklıdır. Denklem (1.10), verilen dalga boyunda X-ışını ve nötron için kütle zayıflama katsayısını göstermektedir. Kütle zayıflama katsayısı μ/ρ Beer-Lambert Yasası ile tanımlanabilir[13]. Malzemelerin doğrusal zayıflama katsayıları hesaplanırken aşağıdaki denklemden yararlanılmıştır;

$$I/I_0 = \exp[-(\mu/\rho)\,\chi] \tag{1.9}$$

Bu denklem şu şekilde de yazılabilir;

$$\mu/\rho = \chi^{-1}\ln(I/I_0) \tag{1.10}$$

Burada malzeme kalınlığı χ ve yoğunluğu ρ olan malzeme tabakasına giren, I_0 yoğunluklu monoenerjetik foton demeti, ve bu tabakadan üstel zayıflama yasası sonucu çıkan I yoğunluklu foton demetidir. Burada μ ise doğrusal zayıflatma katsayısıdır. Doğrusal zayıflatma katsayısı, fotonun birim uzunlukta geçirebileceği herhangi bir etkileşimin olasılığını vermektedir[14].

1.1.7 Nötron Radyasyonunun Zırhlanması

Nötronların zırhlanmasında çok önemli olan nötronların üç ana özelliği vardır.

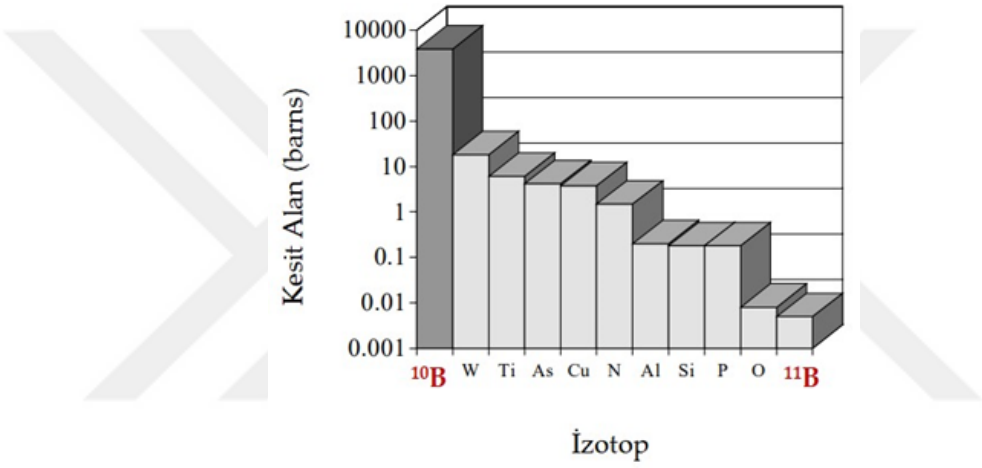
- Nötronlar yalnızca maddeyi dolaylı olarak iyonize eder, bu da onları, yüksek oranda nüfuz eden radyasyon türleri yapmaktadır.
- Nötronlar, ağır çekirdeklerle çok esnek olarak saçılırlar.
- Bir nötron absorpsiyonu (zırhlama da denilebilir), bir dizi başka radyasyon türüyle birlikte, belirli nükleer reaksiyonların (örneğin, radyasyon yakalama veya hatta fisyon) başlamasına neden olurlar. Yani, nötronlar maddeyi radyoaktif hale getirmektedirler. Bu nedenle nötron radyasyonunun yanı sıra oluşabilecek diğer radyasyon türlerine karşı da zırhlama yapılması gerekmektedir.
- Nötronların en iyi şekilde zırhlanabilmesi için, malzemelerin şunları yapabilmesi beklenir;

- **Nötronları yavaşlatabilmelidirler (nötron moderasyonu ile aynı prensip);** Su, polietilen ve beton gibi hafif atomlar içeren bir malzeme ile karşılanabilir. Bir hidrojen çekirdeğinin çekirdeği sadece bir proton içermektedir. Bir proton ve bir nötron hemen hemen aynı kütleye sahip olduğundan, hidrojen çekirdeği üzerinde saçılan nötron, enerjisinin büyük bir miktarını verebilir (bir nötronun tüm kinetik enerjisi bile bir çarpışmadan sonra bir protona aktarılabilmektedir)[10].
- **Yavaşlatılmış nötronu absorbe edebilmelidirler;** Termal nötronlar, bor, lityum veya kadmiyum gibi yüksek nötron yakalama tesir kesitlerine sahip malzemelerde yakalanarak kolayca emilebilmektedirler. Genel olarak, termal nötronları korumak için böyle bir soğurucunun yalnızca ince bir tabakası yeterli olmaktadır. Nötronları yavaşlatmak için kullanılabilen hidrojen (su formunda) 0.3 barn'lık bir absorpsiyon tesir kesitine sahiptir. Elbette bu ölçü yeterli değildir, ancak su ile oluşturulan zırhın kalınlığının yeterli şekilde arttırılması ile dengelenebilmektedir[10].

1.1.8 Bor Elementi

Bor elementinin atom ağırlığı 10,81, yoğunluğu 2,84 gr/cm^3, ergime noktası 2250°C'dir. Bor elementi doğada, ^{8}B, ^{10}B, ^{11}B, ^{12}B, ^{13}B izotoplarıyla bulunmaktadır. ^{10}B ve ^{11}B, borun kararlı olan izotoplarıdır. Bu iki izotopun doğada bulunma oranları ise sırasıyla; %19,1-20,3 ve %79,7-80,9'dir[16].

Bilindiği üzere bor elementi, nötron soğurma yetisine sahiptir. Bor izotopları içinden en fazla nötron absorblama tesir kesitine sahip olan ^{10}B izotopudur. 3838 barndır. ^{10}B izotopunun, termal nötron yakalama tesir kesiti, buradan da anlaşılacağı üzere diğer izotoplardan oldukça üstündür[17].



Şekil 1. 5 Çeşitli malzemelere ait termal nötron absorblama kesitleri[17]

Doğada bulunan bor bileşikleri, suda çözünür olması nedeniyle belli başlı yerlerde lokalize olmuşlardır. Ülkemizde bilinen bor yatakları; Eskişehir - Kırka, Kütahya - Emet, Balıkesir Bigadiç, Bursa – Kestelek'te bulunmaktadır.

Borun doğada bileşikler karbon, oksijen ve hidrojen gibi halinde bulunmasından dolayı saf elementel bor elde etmek oldukça zor bir prosestir.

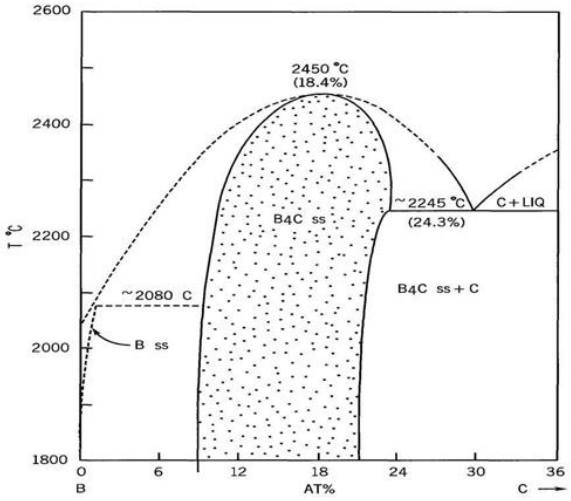
Bor, ve bordan elde edilen yan ürünler geniş çapta kullanım alanına sahiptir. Bor, savunma sanayii, enerjetik malzemeler, cam sanayii, cam elyafı, seramik sanayii, temizleme ve beyazlatma sanayii, nükleer uygulamalar, yakıt, tıp ve daha birçok sahada aktif olarak kullanılmaktadır.

Borun doğada karbon, oksijen ve hidrojen gibi elementlerle bileşikler halinde bulunmasından dolayı saf elementel bor elde etmek oldukça zor bir prosestir.

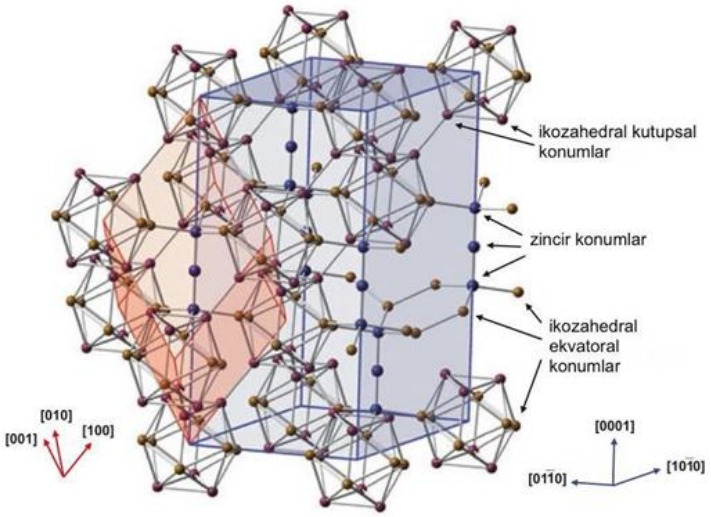
Bor, ve bordan elde edilen yan ürünler geniş çapta kullanım alanına sahiptir. Bor, savunma sanayii, enerjetik malzemeler, cam sanayii, cam elyafı, seramik sanayii, temizleme ve beyazlatma sanayii, nükleer uygulamalar, yakıt, tıp ve daha birçok sahada aktif olarak kullanılmaktadır.

1.1.9 Bor Karbür

Bor karbür, elmas ve kübik bor nitrürden sonra bilinen en sert seramik malzemedir. İçerisindeki karbon atomları nedeniyle rengi siyahtır. Bor karbür düşük yoğunluğa sahip olması nedeniyle (~2520 kg/m3) vücut zırh sistemleri olarak tercih edilmeye başlanmıştır. Bor karbür yüksek erime noktasına (2427°C), olağanüstü bir sertlik değerine (Vickers: 3770 kg/mm^2), oldukça gelişmiş mekanik özelliklere sahip kovalent bağlı bir katıdır. Nominal bor karbür için stokiyometrik formül B_4C'dir, fakat B_4C'den $B_{10,5}C$'ye kadar çok geniş bir faz stokiyometrisi aralığına sahiptir[18]. B_4C, $B_{13}C_2$ ve B_8 şekillerinde de karşımıza çıkmaktadır. Bunların arasından B_4C en kararlı olan bileşiktir ve çok yüksek sertlik, termal iletkenlik gibi üstün özellikler bu bileşikte ortaya çıkmaktadır. Tüm bu üstün özellikler benzersiz atomik yapısından kaynaklanmaktadır. Bor karbür için en makbul olan yapısının her tanesinde 12 icosahedral bulunmaktadır. Şekil 1.12'de de gösterilmiştir[6].



Şekil 1. 6 B-C Faz diyagramı [6]



Şekil 1. 7 Bor karbür yapısı [6]

1.1.9.1 Bor Karbür Sentezleme Yöntemleri

Bor karbür üretim yöntemlerinde bugüne kadar kullanılan farklı yöntemler mevcuttur. Bunlar;

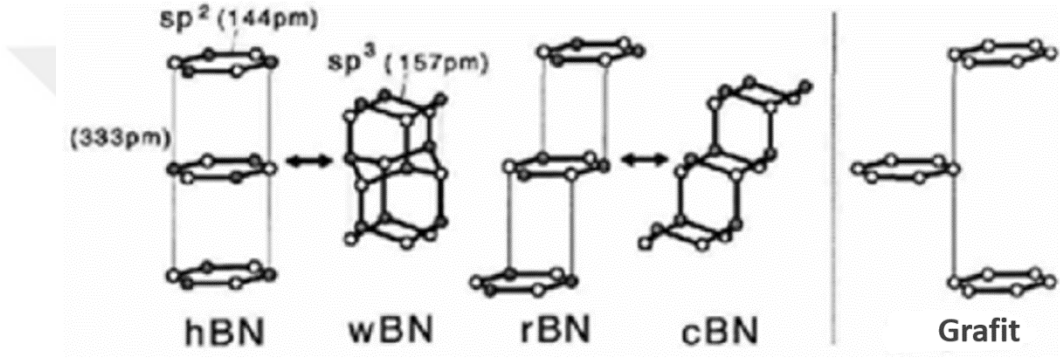
- Kimyasal buhar biriktirme(CVD),
- Magnezyumtermik indigeme,
- Elementlerden sentezleme,
- Polimerden sentezleme,

olarak sıralanmaktadır. Bu tezde polimerden sentezlemenin bir yolu olan sol-jel yöntemiyle bor karbür üretilmiştir[6].

1.1.10 Bor Nitrür

Bor nitrür (BN) - tüm çeşitli yapılarında - sentetik bir üründür ve doğada bulunmaz. Altıgen-BN (h-BN) için ilk sentez 1842'de Balmain tarafından tanımlanmıştır, ancak h-BN yaklaşık 100 yıl sonra ticari bir materyal haline gelmiştir[14,19]. Bor ve azot, periyodik tablodaki karbonun komşularıdır ve bu nedenle BN fazları, karşılık gelen karbon fazlarına izoelektriktir. h-BN ve grafit arasındaki yapı benzerlikleri bilinmektedir ve bu nedenle 1957'de Wentorf, elmas sentezine benzer, yüksek sıcaklıkta yüksek basınçlı kübik-BN (c-BN) denemiş ve başarılı olmuştur. Böylelikle elmastan sonra en sert ikinci malzeme keşfedilmiş ve 1969'dan beri c-BN ticari olarak kullanılmaya başlanmıştır. Mükemmel özellikleri

nedeniyle h-BN, esas olarak seramik malzeme olarak, yağlayıcı olarak kullanılır ve ayrıca elektronik cihazlar için ince kaplamalar olarak da hizmet eder. Kübik-BN kullanımı, işleme aletleri ve polisaj tozları gibi aşınma uygulamalarıdır[14,20]. Bor nitrür, malzeme bilimi alanında olağanüstü bir konumdadır. Bor ve nitrojenin özel bağlanma davranışları nedeniyle BN birçok farklı yapılarda bulunmaktadır. İyi tanımlanmış bazı kristalografik yapıları altıgen BN (h-BN), eşkenar dörtgen BN (rBN), wurtzitik BN (w-BN) ve kübik BN'dir (c-BN). Ek olarak, başka kristalli ve amorf yapılar da mevcuttur [14,20].



Şekil 1.8 En fazla bilinen dört BN kristali arasındaki yapısal ilişkiler[14]

1.1.10.1 Hekzagonal Bor Nitrür (h-BN)

Altıgen BN çoğunlukla h-BN (hekzagonal bor nitrür) olarak adlandırılır, ancak α-BN veya g-BN (grafik-BN) şeklinde kullanımları da görülmektedir. Altıgen tabaka katmanlı bir yapıda grafite benzer şekilde kristalleşmektedir. Renginin beyaz oluşu sebebiyle de genellikle "beyaz grafit" olarak da adlandırılmaktadır[14,20].

Atom düzlemleri, B ve N atomlarının oluşturduğu altıgen halkalardan oluşmaktadır. Halkaları oluşturan atomlar arasındaki kovalent bağlar (σ-bağ, sp^2 - hibridizasyon) çok güçlüdür. Atom düzlemleri arasında, Van der Waals bağı (π-bağ) olduğundan, bağlanma kuvvetleri zayıftır. Ek olarak, düzlemlerin herhangi bir yatay yer değiştirme olmaksızın üst üste istiflendiğine (bor ve azot, c ekseni boyunca dönüşümlü olarak) dikkat edilmelidir. Azotun yüksek elektronegatifliği

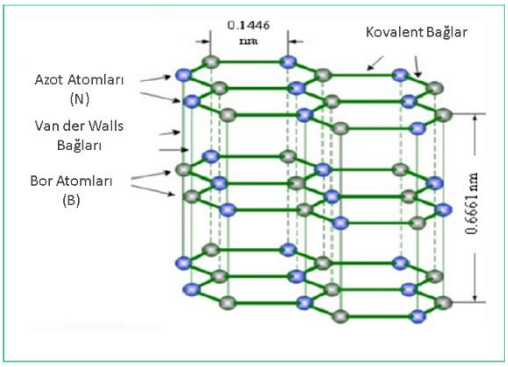
nedeniyle π-elektronu azotta bulunur ve bu nedenle h-BN yalıtkan bir malzemedir[14,20].

h-BN, yüksek sıcaklıklarda dahi iyi bir katı yağlayıcı, termal iletken ve elektrik yalıtkanıdır. Özgül ağırlığı düşüktür, havada 1000°C'ye kadar, vakum altında 1400°C'ye kadar stabildir ve inert atmosferde 2800°C'ye kadar kullanılabilir. Bu nedenle, maksimum uygulama sıcaklığı Si_3N_4, Al_2O_3 veya SiC'den daha yüksektir[14,20].

BN, MgO, ZrO_2 veya CaO'dan daha yüksek termal şok direnci gösterir. BN kimyasal olarak inerttir ve birçok metalik (Al, Cu, Zn, Fe, çelik, Ge) ve metalik olmayan (Si, B, cam, kriyolit, halojenürler) eriyikler tarafından ıslanmaz. Sertliği grafite benzerdir ve bu nedenle sıcak presleme ile üretilen BN malzemeleri düşük maliyetlerle kolayca işlenebilmektedir. h-BN bileşenleri için yakın toleranslara geleneksel atölye araçları kullanılarak ulaşılabilir. Termal ve mekanik özellikler, sıcak pres yönüne paralel ve dik bir anizotropik davranış göstermektedir[14,20].

1.1.10.2 Hekzagonal Bor Nitrürün Yapısı

Altıgen bor nitrür, Şekil 2'de şematik olarak gösterilen yığılmış paralel katman düzlemlerinden oluşur. Bu şekilde gösterildiği üzere, azot ve bor atomlarının konumunu gösteren daireler, bu atomların gerçek boyutunu temsil etmemektedir. Aslında, her atom komşularıyla temas halindedir[14,21].



Şekil 1.9 Altıgen bor nitrürün kristal yapısının şematik gösterimi (h-BN) [22]

Bu katman düzlemlerinin istiflenmesi, altıgen, birbirinin hemen üzerinde olacak şekilde gerçekleşir. Bor ve nitrojen atomları bir katmandan diğerine değişir; başka bir deyişle, her azot atomunun doğrudan üstünde ve altında bir bor atomu vardır

ve bunun tersi de geçerlidir. Bu nedenle istifleme, aynı düzlemsel düzenlemeye sahip olan ancak denge düzlemleri olan grafitten farklıdır, grafitte karbon atomlarının sadece yarısının doğrudan üstte ve doğrudan altta komşuları olur[14,21].

Katman düzlemi içinde, her azot atomu, kısa bir bağ uzunluğu (0.1446 nm) ile üç bor atomuna (ve tersi) bağlanmakta ve esasen sonsuz iki boyutlu bir dizi olarak kabul edilebilecek olan bir dizi sürekli altıgen oluşturmaktadır. Katman düzlemleri arasındaki boşluk, nispeten büyüktür (0.3615 nm), yaklaşık olarak katman düzlemindeki atomlar arasındaki boşluğun iki katından fazlasına denk gelmektedir. h-BN'nin ara elementleri veya bileşikleri barındırabilmesi gerektiği anlamına gelmektedir. Kristalindeki büyük anizotropinin bir sonucu olarak, h-BN fazlaca anizotropik özelliklere sahiptir[14,21].

Bor nitrür, farklı bor içeren bileşikler ve indirgeyici katkılar kullanılarak farklı üretim yöntemleri ile üretilebilmektedir. Bor nitrür genellikle borik asit ya da boroksitin karbon ve azot gazı veya organik karbon ve azot taşıyıcılarla reaksiyonu sonucu üretilmektedir[23].

1.1.11 Sol-Jel Tekniği

Sol-jel yöntemi yüksek teknoloji seramiklerin üretiminde karşımıza çıkan bir yöntemdir. Sol-jel tekniği olarak bahsedilen yöntem bir süspansiyonun jelleşebildiği tüm sistemleri içermektedir. Bu yöntemle üretilen yüksek teknoloji seramikleri ürünlerinin mikron altı boyutta, saf reaktif ve düşük sıcaklıklarda sinterlenebiliyor olması beklenmektedir. Sol-jel yöntemiyle beraber, nano boyutta seramik tozu sentezi, ince filmler için seramik kaplamaları, seramik esaslı malzemeler ve fiberler üretilebilmektedir[24].

1.1.11.1 Sol-Jel Nedir ?

Sol-jel, sıvı içerisinde nano boyuttaki katı partiküllerin (sol), sıvı içerisinde dağılması sonrasında, sıvı içerisinde sürekli ve üç boyutlu bir ağ yapısı oluşturmasıyla (jel) prosesini tamamlamasıdır[24].

1.1.11.2 Sol Nedir ?

Solün devamlı olan fazı sıvıdan, çözünen fazı ise katıdan oluşmalıdır. Sıvı faz içerisinde yayılan nano boyutlu katı parçacıklar, hemen çökelmeyip sistem içerisinde asılı kaldığında bu yapı sol olarak adlandırılmaktadır. Sol içerisinde disperse olmuş yapı, santrifüj, ısıtma, karıştırma gibi farklı yöntemler ile homojen bir şekilde dağıtabilme imkanı mevcuttur[24].

1.1.11.2 Jel Nedir ?

İşlem başlatıldıktan bir süre sonra sol yapısı jelleşmeye başlar. Oluşan bu jel yapı, içerisinde katı ağ yapısını oluşturan nanoparçacıkların üç boyutlu şekilde konumlandığı, daha çok katıya benzer ıslak bir malzemedir. Jellerin bilinen en belirgin özelliği, hem katılara hem de sıvılara benzer özellikler göstermeleridir. Yoğunluk yapıları, akışkan olmalarıyla sıvılara benzerlerken, atomlar arasındaki bağ yapılarında katılara benzer olan ilişkileri mevcuttur[24].

1.1.12 Amonyum Polikarboksilat

Jel yapısını kontrol etmenin yollarından biri de polielektrolit kullanımıdır. APC bir amonyum polikarboksilat ve polielektrolit olan, seramik tozların suda çözünmesini kolaylaştıran bir çözelti olarak bilinmektedir[25]. Herhangi bir iyonlaştırıcı çözücüde pozitif veya negatif yüklü bir polimerik zincir oluşturan polielektrolitler geleneksel olarak partikülleri sıvı bir ortamda dağıtmak ve süspansiyonların için reolojik özelliklerini kontrol etmek için kullanılmaktadır[26-30]. Konvansiyonel uygulamalara ek olarak, inorganik bileşiklerin ıslak kimyasal sentezi için su-çözücü bazlı sistemlerde nano boyutlu, iyi dağılmış, katman katman düzenlenmiş veya kapsüllenmiş öncü parçacıkları elde etmek için polielektrolitler kullanılmıştır[31-33]. Ön çalışmalar polielektrolitlerin membranların ve hidrojellerin üretiminde polimerik ağları kontrol etme potansiyeline sahip olduğunu gösterse de, bilgimize göre, bunlar sol-jelde inorganik bileşikler oluşturmak üzere polimerik jeller ağını uyarlamak için kullanılmamıştır[33-36].

A. Najafi ve ark.'nın yaptığı makale çalışması incelendiğinde amonyum polikarboksilat dispersantıyla yapılan çalışmada, bor karbür üretiminin düşük sıcaklıklarda gerçekleştirilebildiği ve tanecik boyutunun düşürüldüğü

görülmüştür[37]. Makalede adı geçen dispersant, amonyum polikarboksilat (D-305) olarak verilmiştir. Türkiye'de bu dispersantın kodu D-3005 olarak bulunmuştur. DURAMAX marka D-3005 kodlu dispersant olarak tez de çalışılmak üzere seçilmiştir. Dispersantın kimyasal formülüne ticari olması nedeniyle ulaşılamamıştır. Yine de amonyum polikarboksilat olması bize içerisinde azot ihtiva ettiğini belirtmektedir.

1.1.13 Polioksietilen Sorbitan Monooleat

Belirli bir yüzey aktivitesine sahip, bir sıvı içerisinde çözündüğünde aniden hidrofobik özellikler gösteren düşük konsantrasyonlarda bile çözdüğü maddelerin yüzey enerjisini büyük ölçüde değiştiren malzemelere yüzey aktif maddeler/sürfaktanlar denir. Yüzey aktif maddeler anyonik yüzey aktif maddeler, katyonik yüzey aktif maddeler, amfoterik yüzey aktif maddeler ve non-iyonik (iyonik olmayan) yüzey aktif maddeler olarak dört gruba ayrılabilir[38,39].

Tween 80, yani polioksietilen glikol sorbitan monooleat, yüzey ve arayüz gerilimlerini azaltabilen, çözünürlüğü ve biyoyararlanımı artırabilen en önemli noniyonik yüzey aktif maddelerden biridir [40,41]. Tween 80 tıp, ilaç, gıda, kozmetik, seramik üretimi, boya gibi çok geniş spektrumlu kullanım alanına sahiptir. Seramiklerle kullanıldığında seramiklerin suda çözünürlülüğünü arttırarak homojen şekilde dağılmasını sağlamaktadırlar. İyonik olmayan yüzey aktif maddeler, elektriksel olarak yüklü olmayan polar baş gruplarına sahip olan yüzey aktif maddelerdir. Genellikle, protonları ortadan kaldırabilen, ancak bunu çok düşük bir dereceye kadar işlevsel olabilmiş gruplardır. Genel olarak non-iyonik maddelerin çözünürlüğü, iyonik yüzey aktif maddelerin çözünürlüğü kadar iyi değildir, ancak çözeltinin pH'ını değiştirmedikleri için yine de tercih sebebidirler. Non-iyonik yüzey aktif maddelerinden çok önemli bir grup olan şeker bazlı Tween grubunun en yaygın kullanılan formları Tween 20 ve Tween 80 olan yüzey aktif maddeleridir. Bu yüzey aktif maddeler bir sorbitan şekere dayanır, bu nedenle yaygın olarak polisorbat yüzey aktif maddeler olarak adlandırılırlar. Değişken uzunlukta üç oligo (etilen glikol) yan grubu, baş grubun hidrofikliliğini artıran şekere bağlanmaktadır. Bu yapı tüm Tween yüzey aktif maddelerinin

özünü oluşturmaktadır. Bir ester yoluyla dört oligo (etilen glikol) kuyruğuna bağlanan bir yağ asidi olan hidrofobik kuyrukta saparlar. Tween 20 bu yağ asitlerinden laurik asit, Tween 80 ise oleik asittir[42].

1.2 Tezin Amacı

Bu çalışmanın amacı, yerli kaynaklardan elde edilmiş bor esaslı başlangıç malzemeleri kullanılarak yüksek termal nötron absorblama kabiliyetine sahip, geleneksel kalkanlama yöntemlerine alternatif olabilecek, hafifliği ve esnekliğiyle kullanım kolaylığı sağlayacak kompozitlerin üretimidir. Bu alanda kullanılan birçok malzeme yurt dışından ithal edilmektedir. Dünyada en yüksek rezervlere sahip olduğumuz bor minerallerinin yüksek teknoloji ürünlerini dışarıdan ithal ediyor olmak hem ekonomimize hem de itibarımıza zarar vermektedir. Buna ek olarak, ülkeler arasındaki politikaların değişmesi ve stratejik malzemelerin temininin bir silah olarak kullanılmasıyla, bugün ülkemiz yüksek kalite bor karbür ürününü ithal edememektedir. Bu çalışmada rezervlerimizde bolca bulunan bor minerallerinin, yüksek katma değerliğe sahip, ileri teknolojik ürünlere dönüştürülmesi ana hedeflerdendir. Bu çalışmada, üstün termal nötron absorblama kapasitesine sahip yüksek kalitede nano boyutta bor karbür esaslı parçacıkların üretimi hedeflenmiştir. Söz konusu bu parçacıklar, sertlikleri, yüksek mukavemetleri ve yüksek sıcaklıklara dayanımlarıyla savunma sanayii, havacılık ve uzay uygulamalarında da kullanılabilecek ileri teknolojik seramik malzemelerdir.

1.3 Hipotez

Sol-jel prosesinin, tartarik asit, sitrik asit ve yüzey modifikatörü olan amonyumpoliakrilat (APC) ve Tween 80 ile modifikasyonuyla, düşük sıcaklıkta, yüksek kalitede, çekirdek boyutu nano mertebesinde bor karbür üretimi yapılması ve bunun nötron radyasyonunun zırhlanmasında kullanılması öngörülmüştür.

2
DENEYSEL YÖNTEM

2.1 Kompozisyon Tasarımı

Bu tez çalışmasına başlanmadan önce, tezin desteklendiği projede yapılmış önceki basamaklar, tez çalışmasına ışık tutmaktadır[17]. Daha önceden ekibimizle yaptığımız çalışmalarda, sol-jel yöntemiyle düşük sıcaklıklarda B_4C üretimi üzerine çalışılmış ve başarılı olunmuştur. Projede, Prof.Dr. Figen KAYA danışmanlığında, sol-jel prosesinde; zamanın, karıştırma yöntemlerinin, piroliz süresinin, son ısıl işlem sıcaklığının ve asit katkılarının optimizasyonu çalışmaları gerçekleştirilmiştir. Bu tez çalışmasında ise; asit katkılarıyla beraber, dispersant ve sürfaktan kullanımıyla, bor karbür oluşumunun optimizasyonu ve tanecik yapısının nano boyuta düşürülmesi, üretilen yüksek kristaliniteye sahip B_4C-BN tozlarından LDPE polimer matrisli kompozit plakalar elde edilmesi hedeflenmiştir. Bu tez çalışması, TÜBİTAK 1003 Öncelikli Alanlar Ar-Ge Projeleri Destekleme Programı (Bor Araştırmaları): 216M145-Nükleer Tıp Tesislerinde Yapısal ve Kişisel Radyasyon Kalkanlama Malzemesi Olarak Kullanılabilecek Bor Karbür Takviyeli Hafif ve Esnek Polimer Nanokompozitlerin Geliştirilmesi ve Karakterizasyonu projesinin bir ürünüdür.

Geçmiş çalışmaların sonuçlarına dayanarak; 1400°C sıcaklıkta bor karbür üretimine olanak sağlayan, çift asitli bir kompozisyon baz alınarak bu çalışmanın başlangıç kompozisyonu oluşturulmuştur. Bu kompozisyonun içeriğinde kullanılan sitrik asit ve tartarik asitin yüksek saflıkta, yüksek kristalinitiye sahip plakamsı iğnemsi yapılarda bor karbür üretilebildiği önceki çalışmalarda ispatlanmıştır[19,44].

Tablo 2.1 Önceki çalışmalardan alınan kompozisyon ile, bu tez çalışmasındaki kompozisyonun karşılaştırılması

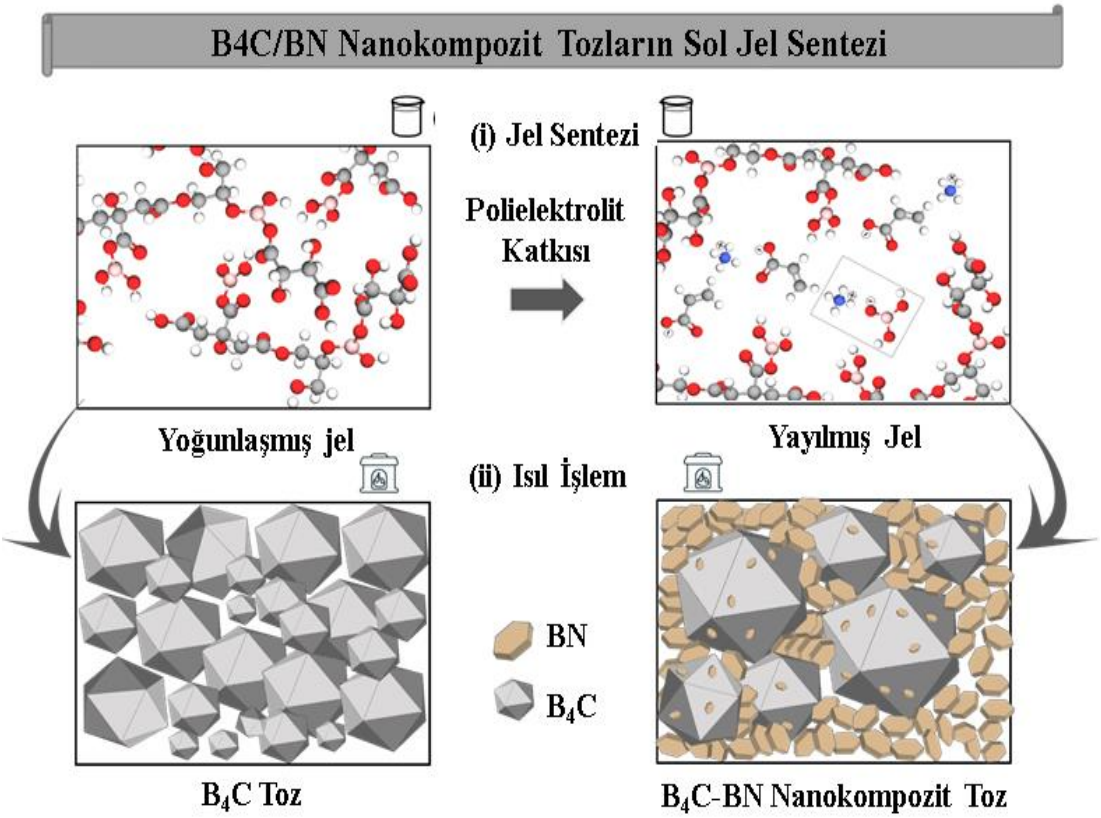
Kompozisyon Kodu	Gliserin ($C_3H_8O_3$)	Borik Asit (H_3BO_3)	Tartarik Asit ($C_4H_6O_6$)	Sitrik Asit ($C_2H_8O_7$)
GT12,5C12,5 (Önceki çalışmalardan baz alınan kompozisyon)	1 mol	1 mol	0,125 mol	0,125 mol
GT10C10 (Bu tez çalışmasındaki baz kompozisyon)	1 mol	1 mol	0,1 mol	0,1 mol

Tablo 2.1 de görüldüğü üzere, yeni kompozisyonda asit oranı düşürülmüştür. Bunun en önemli sebebi, dispersant ve sürfaktandan gelecek olan fazla karbon, hidrojen ve oksijen miktarlarının dengelenmesine çalışılmasıdır.

2.1.1 Başlangıç Malzemesi Olarak Amonyum Polikarboksilat Kullanılacak Numunelerin Kompozisyon Tasarımı

Bor karbür, aşınma direnci, yüksek mukavemeti, elastik modülü (450 GPa) ve olağanüstü sertliği (29,1 GPa), ve bunun yanında düşük yoğunluğu (2,52 g/cm^3) ve oda sıcaklığında mükemmel kimyasal kararlılığı ile öne çıkan en popüler endüstriyel malzemelerden biridir[45-47]. Bununla birlikte, düşük termal iletkenlik, zayıf tribolojik davranış, yoğunlaştırma zorluğu ve yüksek kırılganlık gibi bor karbürün dezavantajları yapısal uygulamalarını sınırlandırmaktadır[45]. Bu sınırlamaların üstesinden gelebilmek için, Al_2O_3, ZrO_2, SiC, Si_3N_4, B, C, TiB_2, BN, grafen ve CNT gibi geniş bir malzeme yelpazesine sahip bor karbür kompozitleri geliştirilmiş ve incelenmiştir[48-51]. Yüksek termal iletkenlik, kimyasal kararlılık ve düşük sürtünme katsayısına sahip altıgen bor nitrürün (h-BN) nispeten yumuşak ve kaygan doğası nedeniyle, bor karbür-bor nitrür seramiklerinin kompozitlerinin biyomalzemeler, nükleer ve tribolojik uygulamalar için uygun olduğu bulunmuştur[45,52-55]. Bor karbür ve bor nitrür parçacıkları ile güçlendirilmiş seramik veya polimer matrisli kompozitlerin üretimi için,

parçacıkların boyutu ve şeklinin hassas kontrolü, özel kompozitler ve bunların daha çeşitli uygulamalar için üretimi konusunda yeni bir aşamaya yol açabileceği düşünülmektedir. Dolayısıyla bu çalışmada APC hem dispersant hem de azot kaynağı olarak kullanılmaktadır. Çalışmanın bu kısmında parçacık boyut ve morfolojisi kontrollü B_4C – h- BN elde edilmeye çalışılmıştır.



Şekil 2.1 Sol-Jel yöntemiyle, kompozit B_4C-BN tozlarının üretimi

Tablo 2.2 APC katkılı kompozisyonların içeriği

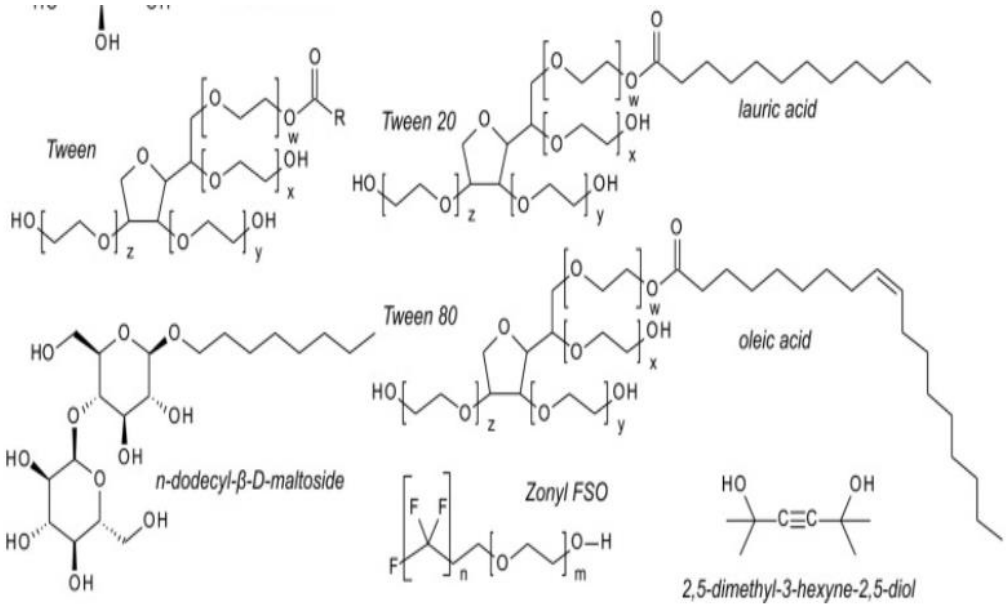
Kompozisyon Kodu	Gliserin ($C_3H_8O_3$)	Borik Asit (H_3BO_3)	Tartarik Asit ($C_4H_6O_6$)	Sitrik Asit ($C_2H_8O_7$)	APC gr
GT10C10	1 mol	1 mol	0,1 mol	0,1 mol	-
A1GT10C10	1 mol	1 mol	0,1 mol	0,1 mol	0,26728257
A50GT10C10	1 mol	1 mol	0,1 mol	0,1 mol	13,3641

Tablo 2.2 APC katkılı kompozisyonların içeriği (devamı)

A60GT10C10	1 mol	1 mol	0,1 mol	0,1 mol	16,037
A70GT10C10	1 mol	1 mol	0,1 mol	0,1 mol	18,710
A80GT10C10	1 mol	1 mol	0,1 mol	0,1 mol	21,383
A90GT10C10	1 mol	1 mol	0,1 mol	0,1 mol	24,055
A100GT10C10	1 mol	1 mol	0,1 mol	0,1 mol	26,728257

2.1.2 Polioksietilen Sorbitan Monooleat İçeren Numunenin Kompozisyon Tasarımı

Bu tez çalışmasında, ayrıca sürfaktanların da bor karbür tozu üretimine etkisinin incelenmesine çalışılmıştır. Literatürde, Tween 80 ile yapılmış, bor karbür üzerinde bir çalışmaya rastlanmamıştır. Erişimi kolay, düşük maliyetli olduğundan ve yapısındaki karbon, hidrojen ve oksijen miktarından dolayı uyumlu olduğu düşünüldüğünden TWEEN 80 Polioksietilen Sorbitan Monooleat, kullanılacak sürfaktan olarak seçilmiş ve araştırmaya uygun görülmüştür.



Şekil 2.2 Tween 20 ve Tween 80 sürfaktanlarının zincir yapısı

Tablo 2.3 Tween 80 katkılı kompozisyonların içeriği

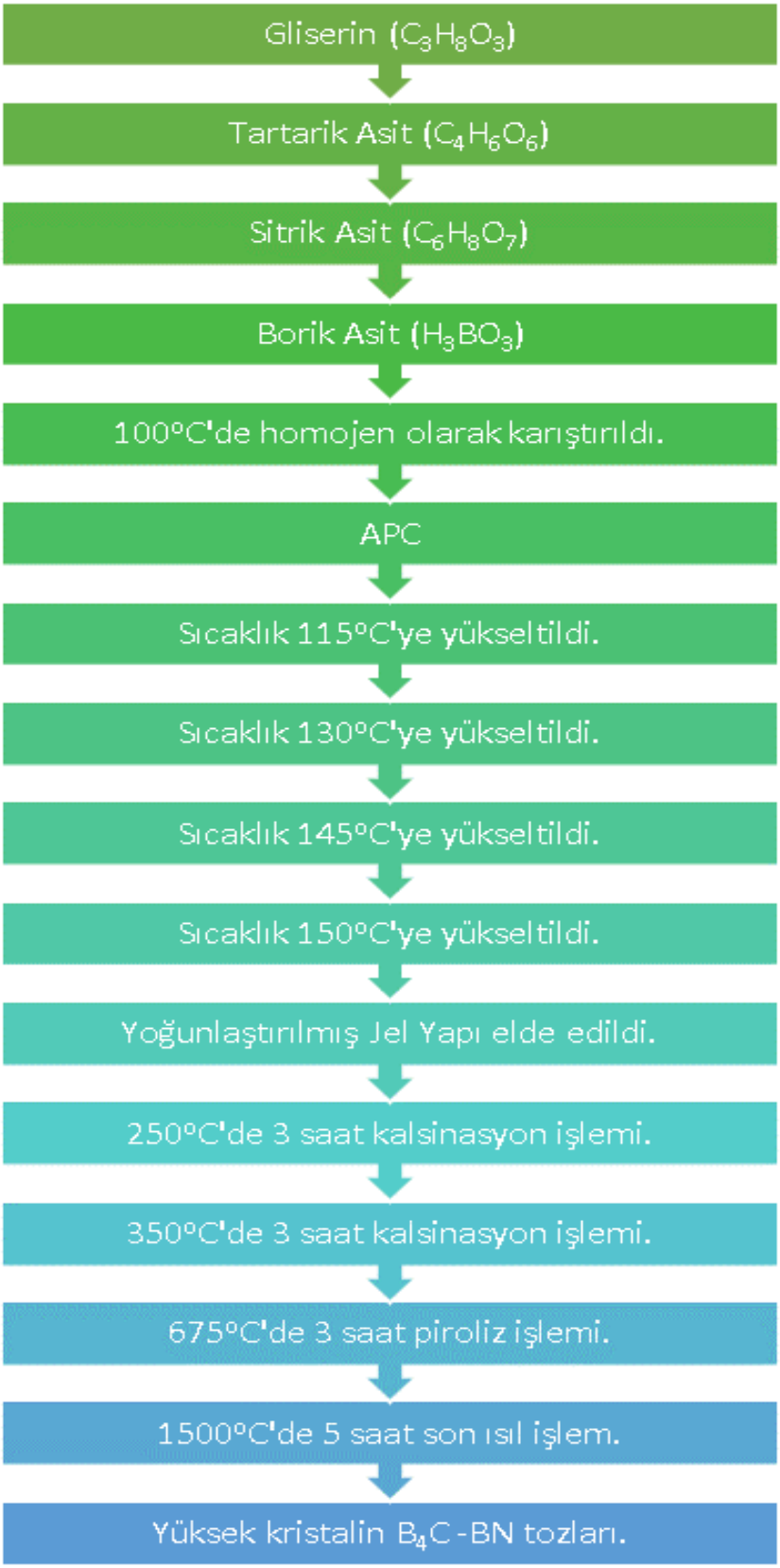
Kompozisyon Kodu	Gliserin ($C_3H_8O_3$)	Borik Asit (H_3BO_3)	Tartarik Asit ($C_4H_6O_6$)	Sitrik Asit ($C_2H_8O_7$)	TWEEN 80 ($C_{64}H_{124}O_{26}$) gr
80T1GT10C10	1 mol	1 mol	0,1 mol	0,1 mol	3,928
80T2GT10C10	1 mol	1 mol	0,1 mol	0,1 mol	7,856
80T3GT10C10	1 mol	1 mol	0,1 mol	0,1 mol	11,784
80T4G410C10	1 mol	1 mol	0,1 mol	0,1 mol	15,712
80T5GT10C10	1 mol	1 mol	0,1 mol	0,1 mol	39,28
80T10GT10C10	1 mol	1 mol	0,1 mol	0,1 mol	19,6449

2.2 Deneysel Yöntem

Bu tez çalışmasında, sol-jel yöntemiyle B_4C üretilmektedir. Aşağıda Şekil 2.3, Şekil 2.4, Şekil 2.5'te işlenen prosesler gösterilmiştir.



Şekil 2.3 APC katkılı numunenin 4 saat kalsinasyon ve 2 saatlik piroliz işlemi şeması



Şekil 2.4 APC katkılı numunenin 6 saat kalsinasyon ve 3 saat piroliz işlemi şeması



Şekil 2.5 TWEEN 80 katkılı numunenin 4 saat kalsinasyon ve 2 saat piroliz işlemi şeması

Proses sürecinde; öncelikle gliserin ve tartarik asit 100°C sıcaklıkta 10 dakika karıştırıldı. Homojen bir şekilde karıştıktan sonra sitrik asit de prosese eklendi ve 10 dakika boyunca homojen olana kadar karıştırıldı. Sonrasında borik asit prosese eklendi ve bu sefer 50 – 60 dakika homojen bir şekil alana kadar karıştırıldı, APC prosese eklendi ve yaklaşık 30 dakika boyunca karıştırıldı. Jelleşmenin oluşması için sıcaklık kademeli olarak önce 115 °C sonra 130 °C, 145°C ve 150°C'ye yükseltildi.



Şekil 2.6 Jel yapı

Jelleşme gerçekleştikten sonra, jel bir yağlı kağıt üzerine serildi.



Şekil 2.7 Krozelere konmaya hazırlanan jel

Bu işlemden de sonra jel, kalsinasyon ve piroliz işlemleri için krozelere konuldu.



Şekil 2.8 Krozelere konulmuş jel

Krozelere konulan jel fırına verilerek önce 250°C'de iki saat sonra 350°C'de iki saat kalsine edildi. Bu işlemden sonra da, 675°C'de iki saat piroliz işlemine tabi tutuldu ve prekürsör toz elde edildi.



Şekil 2.9 Prekürsör toz (Öğütülmeden önce)

Elde edilen prekürsör toz, kontamine olmaması için agat havanda öğütüldü.



Şekil 2.10 Agat havanda öğütülmüş prekürsör toz

Elde edilen öğütülmüş toz, içi karbon kağıt kaplanmış grafit potalara konuldu ve 5 saat boyunca argon gazı atmosferinde 1500°C'de redükleme işlemine tabii

tutuldu. Bu işlemin ardından yüksek kalitede nano boyutlu bor karbür ve bor karbür-bor nitrür elde edildi.

2.3 Bor Karbür-Bor Nitrür Partikül Takviyeli Polimer (LDPE) Matris Kompozitlerin Üretimi

Bu tez çalışmasında, bor karbür takviyeli polimer kompozit plakaların üretimi yapılmıştır. Öncelikle, düşük yoğunluklu polietilen (LPDE-Petkim Petrokimya A.Ş., Turkey) toz ile sentezlenen bor karbür partikülleri yeterli oranda mekanik karıştırmaya tabii tutulmuştur. Toz karışımı Sabancı Üniversitesi Kompozit Teknolojileri Mükemmeliyet Merkezi (SU-KTMM) laboratuvarlarında bulunan Gelimat marka termokinetik mikserde 190°C- 200°C'de 4200-4300 rpm hız ile eriyik formunda karıştırma işlemi yapılmıştır. Karışım homojen hale geldikten sonra kalıba dökülmüş ve oda sıcaklığına gelene kadar soğutulmuştur. Sonrasında, Şekil 2.11'de görülen kırma cihazı ile kompozit granüller elde edilmiştir[17].



Şekil 2.11 Gelimat termokinetik mikser (a) ve polimer kırma cihazı (b) [17]

Sıcak presleme yöntemi ile 10 x 10 cm boyutlarında kare kompozit plakalar, nötron absorbsiyon testleri için üretilmiştir. Sıcak presleme işlemi yapılmadan önce, kompozit granüllere 140°C sıcaklıkta ön ergitme işlemi uygulanmıştır.

Kompozit eriyikler uygun ölçüde metal kalıba aktarılmış, 3 dakika süre ile 150°C sıcaklıkta preslenmiştir[17].

2.4 Karakterizasyon Çalışmaları

Bu tez çalışmasındaki, jel üretim aşamasının sonunda elde edilen polimerik jellerin ağ yapısı FT-IR analizleri ile saptanmaya çalışılmıştır. Jellerin ısıl bozunma davranışı, kütle kaybı ve yakma esnasında gerçekleşen dönüşüm reaksiyonları DTA/TG analizleri ile incelenmiştir.

Argon atmosferinde tüp fırın içerisinde gerçekleştirilen redükleme işlemi ardından elde edilen son ürünlerin faz analizleri XRD ve morfolojik analizleri SEM teknikleri kullanılarak gerçekleştirilmiştir.

Kompozit plakaların, nötron absorblama performanslarının ölçümü için 2 Ci aktiviteye sahip Am-Be nötron kaynağı kullanılmış, plakalardan geçen miktar Thermo Scientific RadEye markalı dedektör ile tespit edilmiştir. Nötron kalkanlama performanslarının ölçümü için kullanılan düzeneğe ait bir resim Şekil 2.12'de verilmiştir.



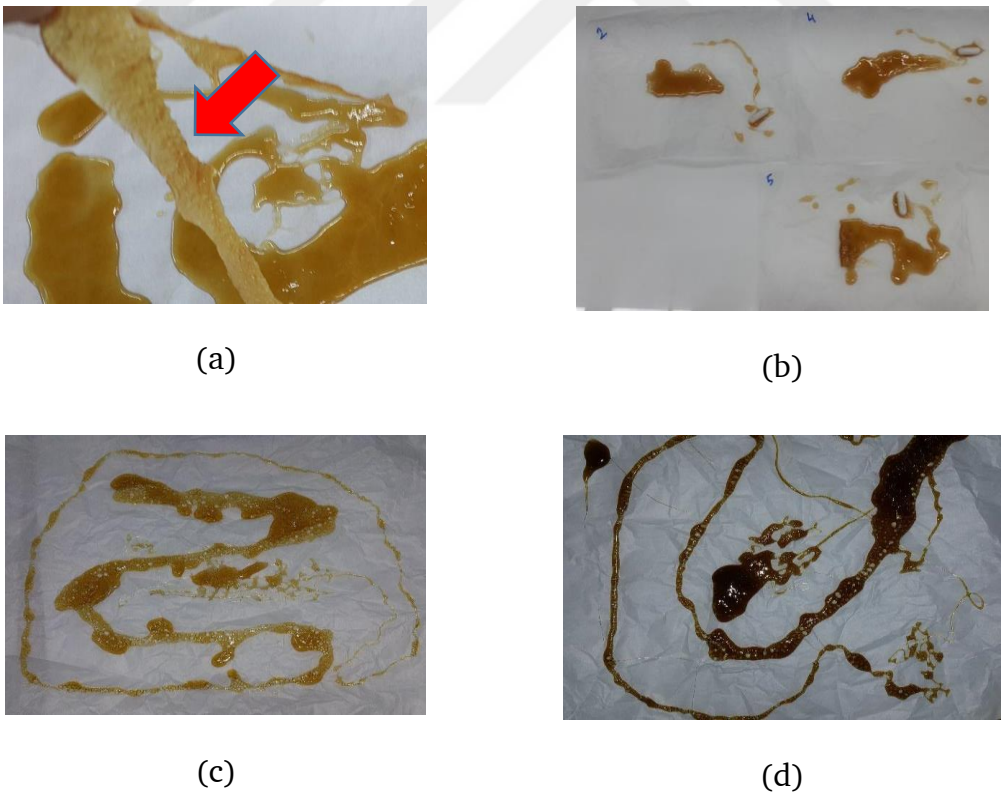
Şekil 2.12 Nötron absorblama performansı ölçüm düzeneği

3

ÖNCÜL MADDE OLARAK AMONYUM POLİKARBOKSİLATIN KULLANIMININ B_4C-BN TOZ ÜRETİMİNE ETKİLERİ ve SÜREÇ PARAMETRELERİNİN DEĞİŞİMİNİN B_4C-BN TOZ SENTEZİ ÜZERİNE ETKİLERİNİN İNCELENMESİ

3.1 APC Katkısının Yoğunlaştırılmış Jel ve Prekürsör Toz Üzerine Etkilerinin İncelenmesi

APC katkısının bor karbür tozu üzerine etkisinin incelenmesi için başlangıçta yedi farklı kompozisyon üzerine çalışılmıştır. Kompozisyonların kodları ve içerikleri Tablo 2.2'de verilmektedir. Bu çalışma için üretilen jellerin, fotoğrafları Şekil 3.1'de verilmektedir.

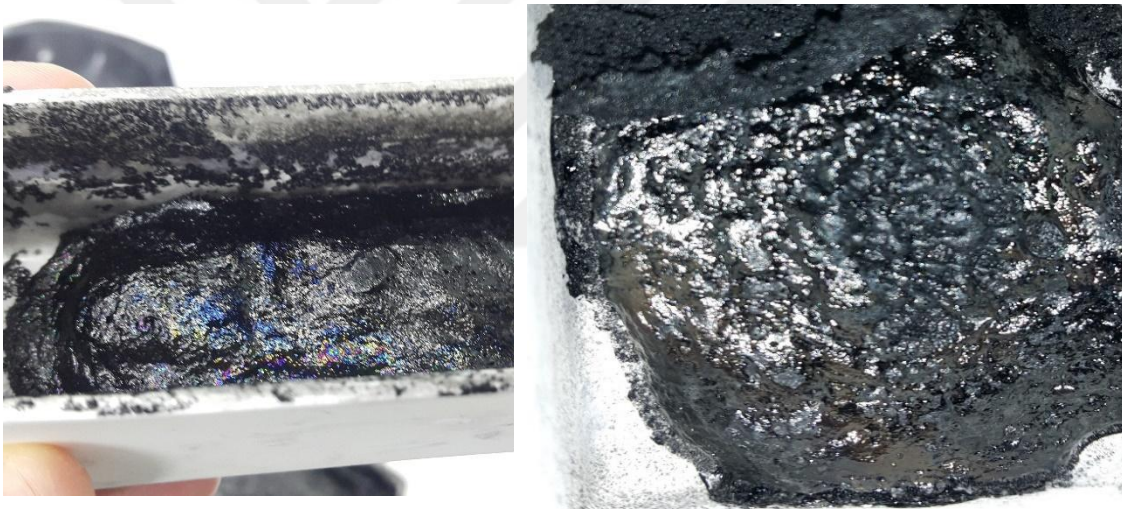


(a) (b)

(c) (d)

Şekil 3.1 Farklı yoğunluklarda APC katkısının, yoğunlaştırılmış jel üzerine etkileri

Şekil 3.1'de görüldüğü üzere APC katkısıyla yapılan jelin rengi açık kehribar rengindedir. Yalnızca Şekil 3.1 (d)'de görüldüğü üzere, deney esnasında manyetik karıştırıcıdan veya kullanılan balıktan kaynaklı deney prosesinde zaman zaman hızlanma olmuş ve jel içerisindeki karbonun yandığı gözlemlenmiştir. Bunda APC'nin spesifik bir etkisi yoktur. APC prosese katıldıktan sonra viskozite düşmüş ve jelleşmeden sonra jelde kristallenmeler meydana geldiği görülmüştür. Şekil 3.1 (a)'da bu kristallenmeler az da olsa görülmektedir. GT10C10 ile elde edilen jel kehribar - kahverengi ve camsı yapıdayken APC katkısı ile elde edilen jel yine açık kehribar – kehribar renkli olmuş ve yapısı daha yumuşak bir camsı özellik göstermiştir. Buradan kesin olarak APC'nin jelin viskozitesini düşürdüğü söylenebilmektedir. Prekürsör tozun fotoğrafları Şekil 3.2'de verilmektedir.

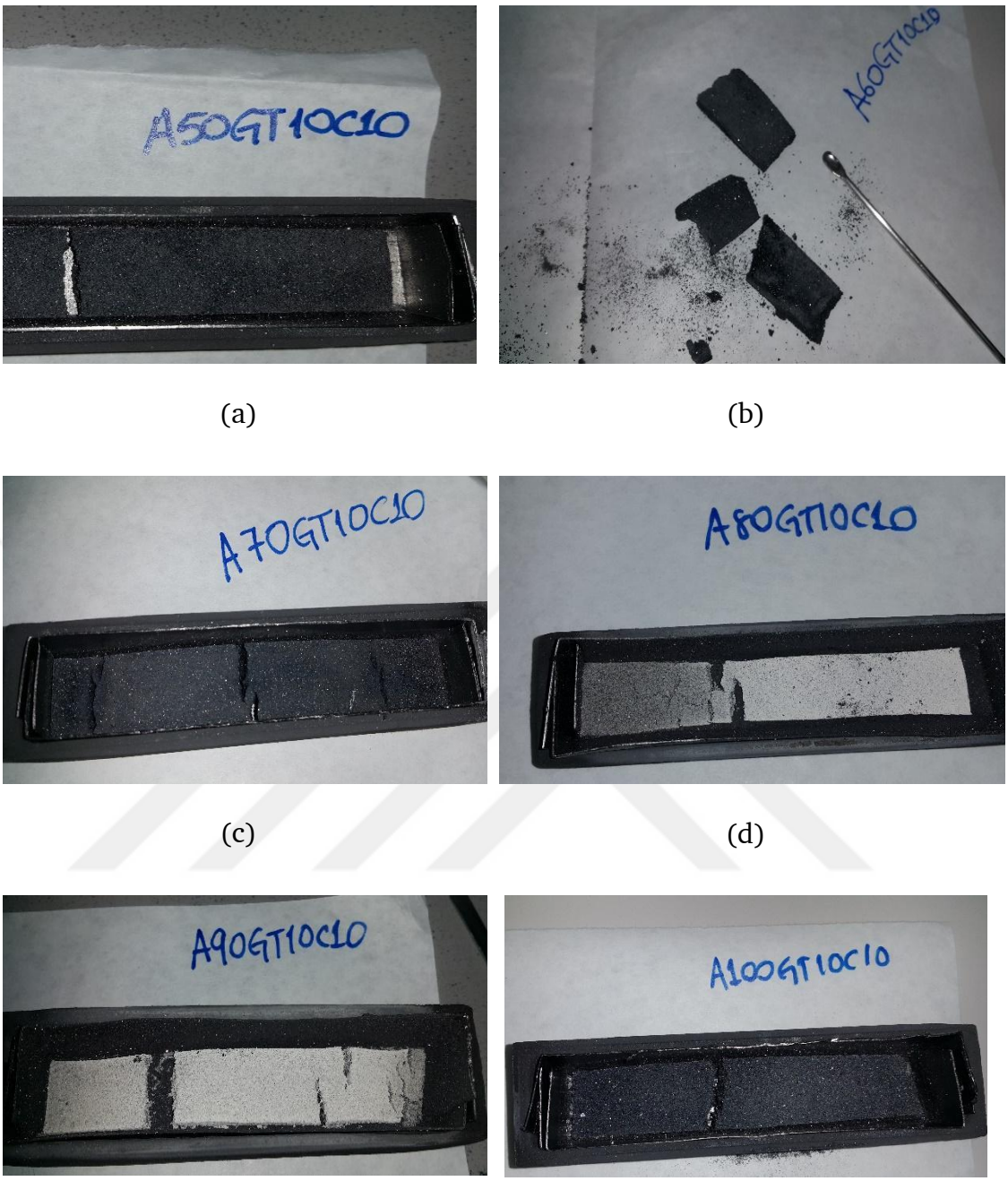


(a) (b)

Şekil 3.2 APC katkısının prekürsör üzerine etkileri

Prekürsör tozlarda 4 saat kalsinasyon 2 saat piroliz işlemi sonrasında tozların üzerinde mor - yeşil renkli, bir faz oluştuğu gözlemlenmiştir Şekil 3.2 (a),(b). Bu durum başlangıç maddesinin tam olarak dönüşmediğini düşündürmüştür.

APC katkılı bor karbür – bor nitrür tozların son ısıl işlem sonrası fotoğrafları Şekil 3.3'de gösterilmektedir.



(a) (b)

(c) (d)

(e) (f)

Şekil 3.3 1500°C sıcaklıkta 5 saat son ısıl işlem sonrası B_4C -BN tozları

Literatürden ve önceki çalışmalarımızdan bildiğimiz üzere bor karbür tozu siyah renkli ve bor nitrür tozu beyaz renklidir[6,14,20]. Şekil 3.3'deki numunelere bakıldığında APC katkısının artmasıyla birlikte, toz renginin beyaza dönmesi oldukça dikkat çekicidir. Bu durum tozun bor nitrüre dönüştüğünü düşündürmektedir. Buna göre yapıda bor nitrüre dönüşüm artarak devam etmiş,

ancak A100GT10C10 kodlu numunede bu durum tekrar tersine dönerek bor karbür tozu ağırlıkta olmuştur. Sonuçlar karakterizasyon sonuçları kısmında ayrıntılı olarak incelenmiştir.

Yapılan bu çalışmada APC katkılı kompozisyon için öncelikle 4 saat kalsinasyon ve 2 saat piroliz süreci deney prosesi olarak oluşturulmuştur.

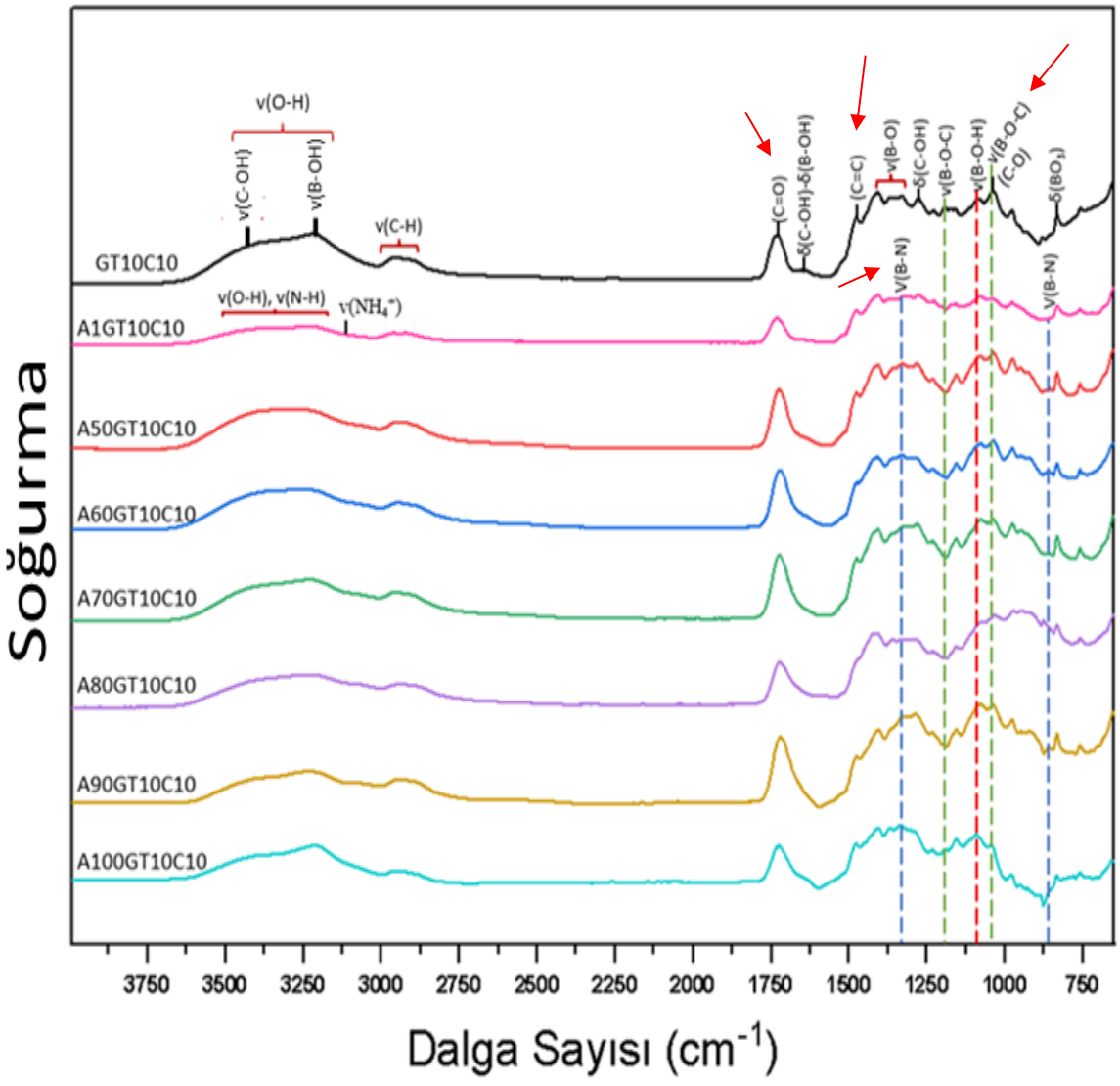
3.2 APC Katkısının B_4C-BN Tozlarının Oluşumuna Etkisinin İncelenmesi

3.2.1 FT-IR Analiz Sonuçlarının İncelenmesi

Yoğunlaştırılmış jellerin karşılaştırmalı FT-IR spektrumları Şekil 3.4'te sunulmuştur. Tüm jellerin FT-IR spektrumlarında, dalga sayısı bölgelerinde literatürle uyumlu olarak O-H, C-H, C=O, B-O, CH, C–OH ve B–OH bağlarının absorpsiyon zirveleri gözlemlenmektedir[56-60]. Amonyum polikarboksilat ilavesi olmadan hazırlanan GT10C10 numunesi 1192 ve 1039 cm^{-1}'de borat esterlerinin (B-O-C) güçlü karakteristik absorpsiyon zirvelerini göstermektedir. B-O ve B-O-C bağlarının bir arada bulunması, borik asit ile başlangıç malzemeleri (gliserin, tartarik asit ve sitrik asit) içeren diğer gruplar -OH grupları arasında dehidrasyon ve yoğuşma reaksiyonunun meydana geldiğini ve çapraz bağlı bir polimerik jel ağının oluşmasıyla sonuçlandığını göstermektedir. Amonyum polikarboksilat ilavesinin jellerin moleküler yapısında değişiklik meydana getirdiği sonuçlarda görülmektedir. Gözlemlenen en dramatik değişiklikler, borat ester bağlarının (1192 cm^{-1}) absorbsiyon pik yoğunluğunun azalması ve B-N simetrik (860 cm-1) gerilme modlarının oluşmasıdır. Bu gözlemler sonucunda, jelleşme aşamasında amonyum tuzu ($NH4^+$) ve borik asidin reaksiyona girdiği ve borat-amonyum ve/veya amin komplekslerinin oluştuğu açıkça düşünülmektedir[61,62]. 3100 – 3000 cm^{-1} dalga sayısı aralığında küçük bir pikin varlığı, amonyum tuzunun ($NH4^+$)bir kısmının borik asit ile reaksiyona girmeden polimerik jel ağına dahil edildiğini gösterebilmektedir[63]. FT-IR sonuçlarına bakılarak A1GT10C10 numunesinden A80GT10C10 numunesine kadar olan aralıkta amonyum polikarboksilatın ağırlıkça artarken, güçlü B-N absorbsiyon pikleri oluşturduğu dikkat çekmektedir. A90GT10C10 ve A100GT10C10

numunelerinde ise amonyum polikarboksilat içeriği ağırlıkça artmasına rağmen, B-N absorpsiyon zirvelerinin yoğunluğu, B-O-C absorpsiyon yoğunluğundaki piklerin korelasyonlu bir artışla azaldığı görülmektedir. Buna sebep olarak yüksek polielektrolit konsantrasyonlarında amonyum polikarboksilat moleküllerinin topaklaşmasından dolayı meydana geldiği düşünülmektedir.

Sonuç olarak, polielektrolit moleküllerinin polimerik jel ağı içerisinde homojen dağılımı önlenmiş ve amonyak tuzu ile borik asit molekülleri arasındaki reaksiyon sınırlandırılmıştır.

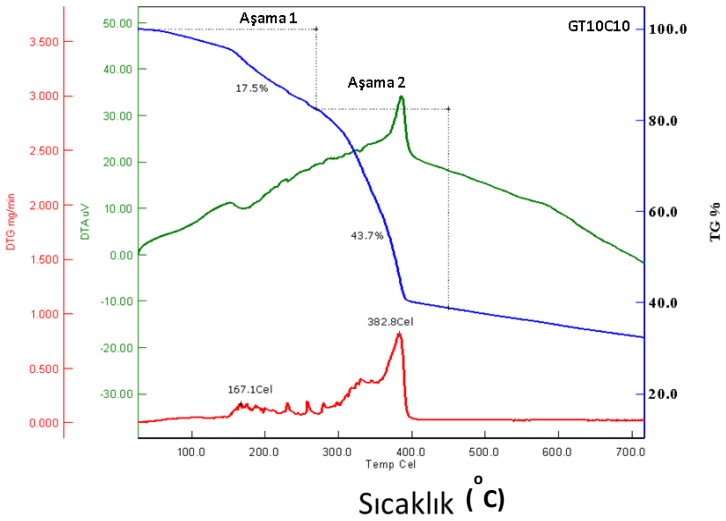


Şekil 3.4 APC katkılı numunelerin FT-IR sonuçları

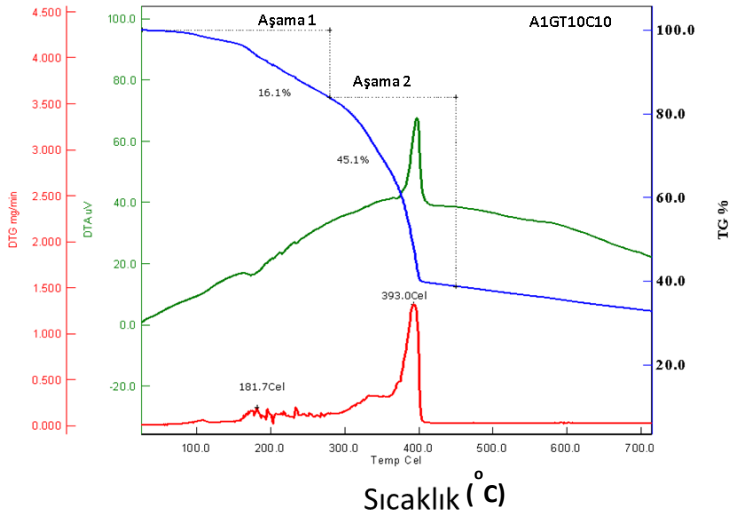
3.2.2 DTA/TG Analiz Sonuçlarının İncelenmesi

Başlangıç kompozisyonuna amonyum polikarboksilat ilavesinin yoğunlaştırılmış jel üzerine etkisinin DTA/TG analizi ile araştırılması bu bölümde incelenmiştir. Şekil 3.5 ve Şekil 3.6'da sırasıyla başlangıç kompozisyonuna ve APC katkılı numunelerin DTA/TG eğrileri görülmektedir. Grafikte gözlemlenen oda sıcaklığından 100°C kadar olan ağırlık kaybı, fiziksel suyun buharlaşmasından ve borik asidin dehidrasyonundan kaynaklanmaktadır. GT10C10 numunesine ait grafiğe bakıldığında, borik asidin (H_3BO_3), bor okside (B_2O_3) tamamen dehidrasyonunun 250°C civarına kadar devam ettiği görülmektedir[64-67]. B_2O_3 oluşumunun endotermik DTA zirvesi, 167,1°C'de gözlenmekte ve reaksiyon %17,5 ağırlık kaybı ile tamamlanmaktadır. APC katkısı ile birlikte B_2O_3 oluşumunun A1GT10C10 kodlu numunede artarak 181,7°C'yi bulduğu sonrasında sırasıyla A50GT10C10 kodlu numunede 164,3°C, A60 kodlu numunede 168,7°C, A70GT10C10 kodlu numunede ani bir düşüşle 149,3°C, A80GT10C10 kodlu numunede 160,7°C, A90GT10C10 kodlu numunede 157,4°C ve son olarak A100GT10C10 kodlu numunede 150,5°C olarak gözlenmiştir. Bu bağlamda A1GT10C10 numunesi haricinde genel olarak APC katkısının reaksyonun sıcaklığını düşürdüğü söylenebilmektedir. Borik asidin dehidrasyonundan kaynaklanan ağırlık kaybı incelendiğinde (A1GT10C10'dan A100GT10C10'a sırasıyla); %16,1 - %25,3 - %24,9 – %30,0 – %28,6 – %31,3 - %32,1 olarak gözlenmekte, ve yine A1GT10C10 numunesi dışarıda tutlduğunda, kütle kaybında yaklaşık olarak kademeli bir artış olduğu saptanmaktadır. Borik asitten (H_3BO_3) bor okside (B_2O_3) dönüşümüne karşılık gelen DTA zirvesinin altındaki artan alan, APC katkısının Aşama 1 sırasında jelde daha yüksek miktarlarda boroksit oluşmasına katkı sağladığını göstermektedir. Polimerik ağın ayrışmasının ve yanmasının geniş ekzotermik DTA zirvesi, sıcaklığın 250°C üzerine çıkmasıyla Aşama II'de gözlemlenmektedir. Önceki reaksiyona benzer şekilde, APC katkısının jele ilavesi, bozunma ve yanmanın tepe sıcaklığını azalttığı görülmektedir. APC katkısız GT10C10 kodlu numune ağırlığının yaklaşık %60'ını 450°C civarında kaybediyorken, APC katkılı numunelerde bu miktarda ağırlık kaybının APC oranı artttıkça giderek düştüğü ve A60GT10C10 kodlu numuneden A100GT10C10

kodlu numune arasında yaklaşık 400°C'de bu ağırlık kaybının gerçekleştiği görülmektedir. Genel olarak 450°C üzerinde, faz değişimine işaret eden ek bir tepe noktası tespit edilememektedir. DTA/TG analiz sonuçlarının jellerin FT-IR spektrumlarıyla uyumlu olduğu saptanmaktadır. FT-IR spektrumlarına göre, amonyum polikarboksilat içeren jellerde borat ester bağları oluşturmak yerine borik asidin bir kısmı amonyak ile reaksiyona sokulmuştur. Jel ağında oluşan ve nispeten daha az çapraz bağlanmaya yol açan daha düşük miktarda borat ester bağlarının bir sonucu olarak, hem boroksit oluşumunun tepe sıcaklıkları hem de polimerik jelin termal bozunma sıcaklıklarının düşürülmesinin başarılı şekilde gerçekleştiği görülmektedir.

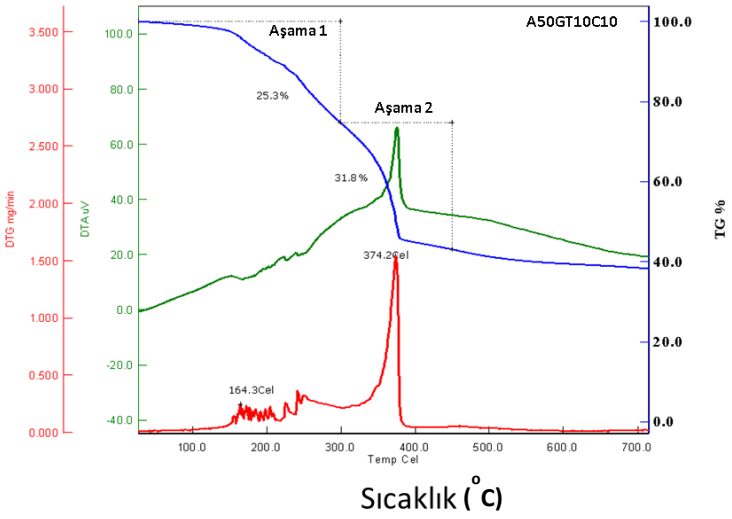


Şekil 3.5 GT10C10 kodlu numunenin DTA/TG grafiği

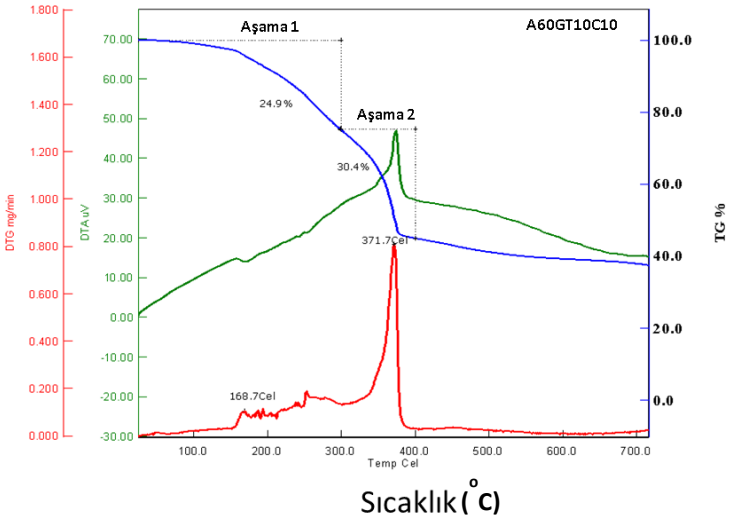


(a)

Şekil 3.6 (a) A1GT10C10, (b) A50GT10C10, (c) A60GT10C10, (d) A70GT10C10, (e) A80GT10C10, (f) A90GT10C10 ve (g) A100GT10C10 numunelerinin DTA/TG analiz sonuçları

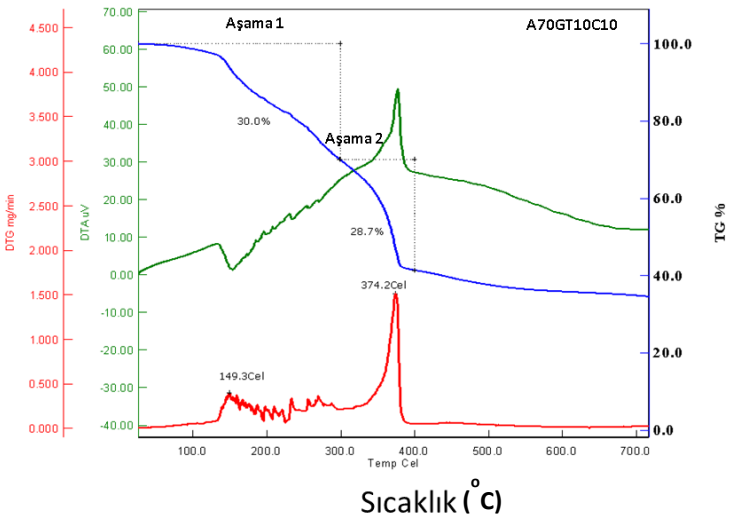


(b)

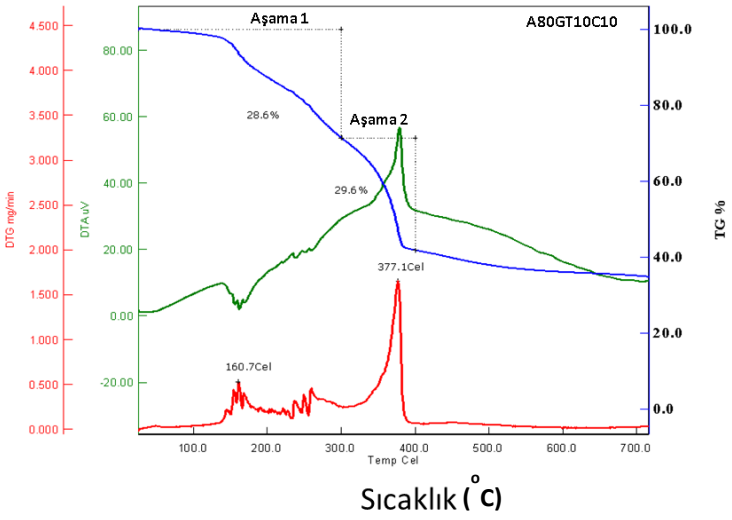


(c)

Şekil 3.6 (a) A1GT10C10, (b) A50GT10C10, (c) A60GT10C10, (d) A70GT10C10, (e) A80GT10C10, (f) A90GT10C10 ve (g) A100GT10C10 numunelerinin DTA/TG analiz sonuçları (devamı)

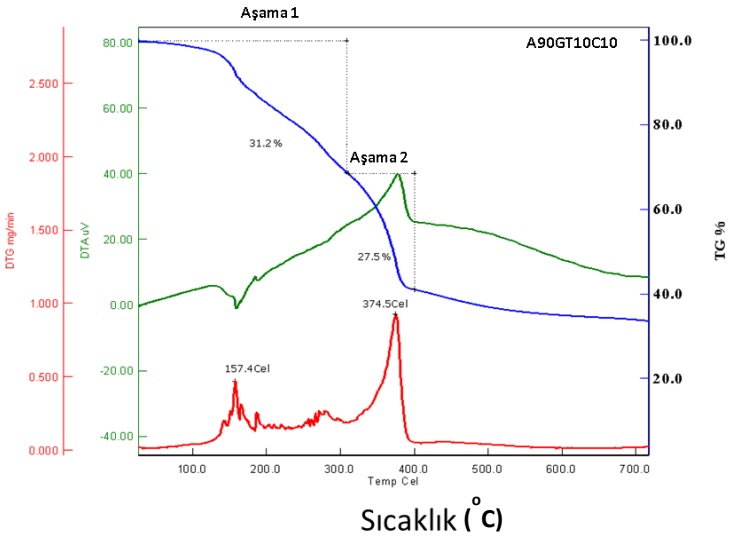


(d)

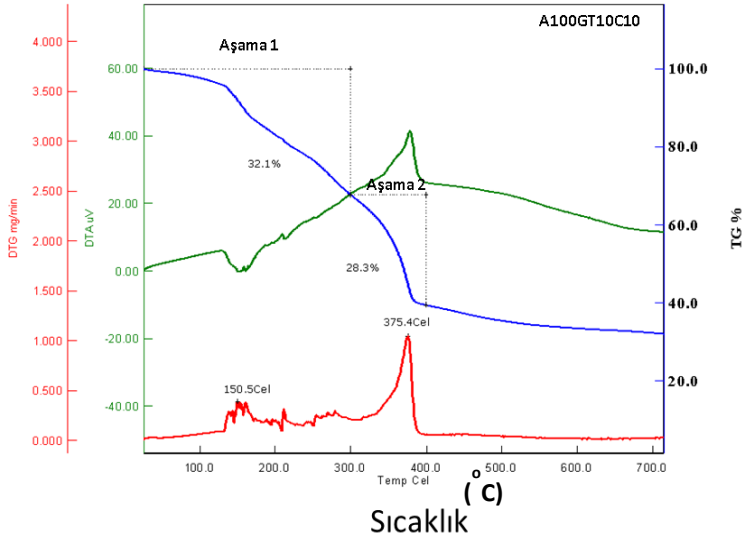


(e)

Şekil 3.6 (a) A1GT10C10, (b) A50GT10C10, (c) A60GT10C10, (d) A70GT10C10, (e) A80GT10C10, (f) A90GT10C10 ve (g) A100GT10C10 numunelerinin DTA/TG analiz sonuçları (devamı)



(f)



(g)

Şekil 3.6 (a) A1GT10C10, (b) A50GT10C10, (c) A60GT10C10, (d) A70GT10C10, (e) A80GT10C10, (f) A90GT10C10 ve (g) A100GT10C10 numunelerinin DTA/TG analiz sonuçları (devamı)

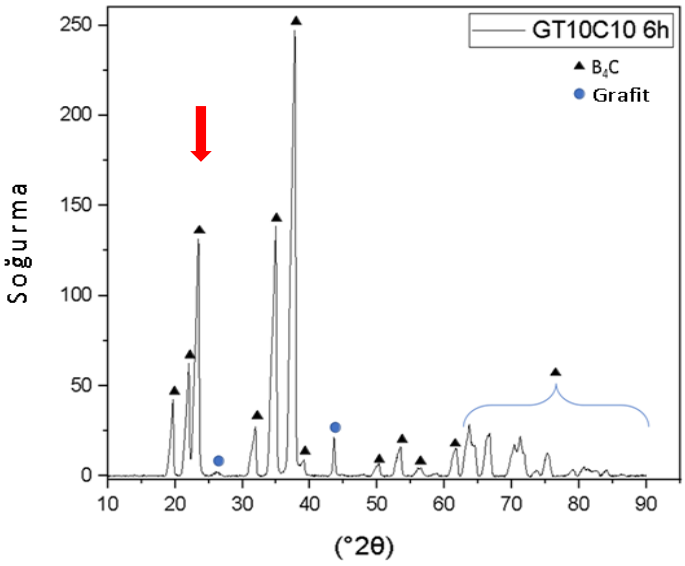
3.2.3 XRD Analiz Sonuçlarının İncelenmesi

Kalsinasyon süresi 4 saat ve piroliz işlemi 2 saat olarak yapılan sonrasında da argon gazı altında 1500°C'de 5 saat süre ile son ısıl işlemi gerçekleştirilen numunelerin XRD grafikleri Şekil 3.7, Şekil 3.8, Şekil 3.9, Şekil 3.10, Şekil 3.11 ve Şekil 3.12'de sunulmuştur. Şekil 3.7'de verilen GT10C10 numunesinin XRD sonucu incelendiğinde, ısıl işlem sırasında öncü maddenin tam dönüşüm sağladığı, boroksit ve amorf karbon gibi artık fazlar kalmaksızın tamamen bor karbüre dönüşüm sağladığı görülmektedir. Bunun yanı sıra, 26,5° ve 44°'de bulunan grafit karbonun (002) ve (100) kafes düzlemleri gözlemlendi.

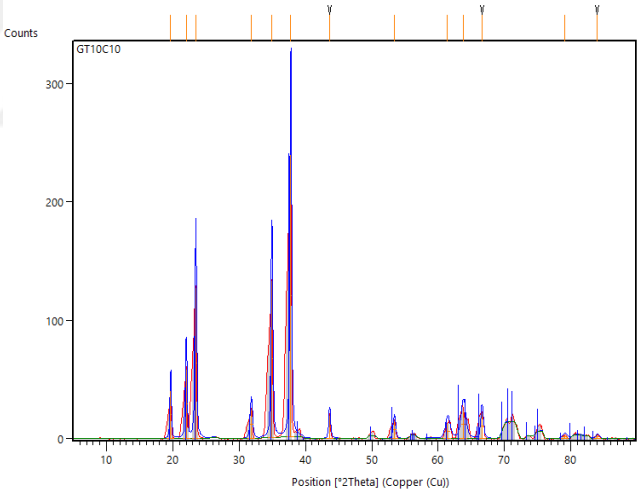
Şekil 3.8, Şekil 3.9, Şekil 3.10 Şekil 3.11 ve Şekil 3.12'de gösterilen grafiklerdeki numuneler, amonyum polikarboksilat içermeleri sebebiyle, elde edilen grafiklerde bor karbürün yanı sıra, sentezlenen tozlarda altıgen bor nitrür (h-BN) fazının da oluştuğu görülmektedir. Bu fazlar şekil üzerinde yeşil renk ile gösterilmiştir. A1GT10C10 numunesinde başlangıç malzemesinin bir artık fazı olarak boroksit piki gözlemlenmektedir (Şekil 3.8 (a)). Boroksite ait olduğu düşünülen bu pikin analiz aşamasında gerçekleşen bir kirlilikten de kaynaklanabileceği düşünülmektedir. Kompozisyonlar arasında en düşük oranda APC katkısı olan bu numunede dahi h-BN dönüşümü gözlemlenebilmiştir. A50GT10C10 numunesinde ise başlangıç malzemesinin tamamen dönüşümünü sağladığı, elde edilen tozda boroksit veya amorf karbon bulunmadığı gözlemlenmektedir (Şekil 3.8 (b)). Sonraki numunelerde de APC oranı ağırlıkça arttıkça h-BN tepelerinin yoğunluğunun arttığı gözlemlenmektedir. A60GT10C10 ve A70GT10C10 kodlu numunelerde 43°C civarında az da olsa grafit karbon kalıntısına ait pike rastlanmıştır (Şekil 3.9 (a) ve (b)). Elde edilen sonuca göre A80GT10C10 numunesinde öncü maddelerin tamamen B_4C ve h-BN dönüşümünü tamamladığı gibi, elde edilen toz numunenin içerisinde diğer numunelerde rastlanan grafit karbonuna ait artık fazına da rastlanmamıştır (Şekil 3.10 (a)). Yapılan kantitatif analizde de B_4C ve h-BN harici anlamlı bir sonuç elde edilememiştir, B_4C – h-BN oranı ise, sırasıyla %63±5 - %37±5 olarak elde edilmiştir (Şekil 3.10 (b)). APC oranı arttıkça h-BN dönüşümüne ait piklerin yoğunluklarında artış olması durumunun A90GT10C10 kodlu numune ile birlikte düşüşe geçtiği görülmektedir

(Şekil 3.11 (a)). Ağırlıkça A80GT10C10 kodlu numuneye göre daha fazla APC içermesine rağmen A90GT10C10 kodlu numunenin XRD grafiklerinde h-BN'e ait piklerin yoğunluğunda azalma dikkat çekicidir. Kantitatif analiz sonucu B_4C – h-BN dağılımı %72±5 - %28±5 olarak bulunmuştur (Şekil 3.11 (b)). Aynı durum A100GT10C10 kodlu numunede de devam etmektedir (Şekil 3.12 (a)). h-BN dönüşüm piklerindeki yoğunluk giderek azalmaktadır. Kantitatif analizde A100GT10C10 numunesi için anlamlı h-BN sonucu elde edilememiştir (Şekil 3.12 (b)). Tüm bu gözlemler elde edilen FT-IR spektrumlarında B-N absorbsiyon zirvelerinin belirlenen yoğunlukları ile ilişkilidir. Sentezlenen tozlardaki h-BN fazının miktarının, polimerik jelde borat-amonyum ve/veya amin komplekslerinin ön oluşumu ile doğrudan ilişkili olduğu sonucuna varılabilir. h-BN kırınım zirvelerinin önemli ölçüde geniş olduğu dikkate değerdir. Buna göre, sentezlenmiş h-BN tozlarının kristal alan boyutlarının nano ölçekli boyutlar aralığında olduğunu gösterebilir. Yukarıda da bahsettiğimiz gibi A70GT10C10, A80GT10C10 ve A90GT10C10 kodlu numunelerin BN tepe noktaları A50GT10C10, A60GT10C10 ve A100GT10C10 numunelerinden nispeten daha geniştir. Bu bağlamda, A70GT10C10, A80GT10C10 ve A90GT10C10 numunelerindeki BN partiküllerinin kristal alan boyutlarının nispeten daha küçük olması beklenmelidir. A70GT10C10 ve A100GT10C10 numunelerinde 22°C ila 28°C aralığında bor karbür ve bor nitrür piklerinin birleşmesi, öncünün bor karbüre tam dönüşümünün olduğunu gösterir. Bu da bor nitrür fazlarının elde edilemediğini gösterebilmektedir. Kristal alan boyutuna ve kalıntı fazlara ek olarak, partikül morfolojisi de pik genişliğini etkiler. Yığılmış nano tabakalardan kaynaklanan kırınım tepe noktalarının keskin olmadığı ve XRD modelinin bir dizi geniş tepe noktası olacağı bilinmektedir [68-70]. Bu sebeple de gözlemlenen zirve genişlemesi, tercih edilen bir yönelimde BN nanoparçacıklarının anizotropik büyümesinin bir sonucu olabilir.

Burada High Score Plus Programı bir fikir vermesi amacıyla kullanılmıştır. Çoğu elde edilen sonuç verilerle uyumludur ancak bazı numuneler için uygun verilerin alınamamış ve bu veriler paylaşılmamıştır.



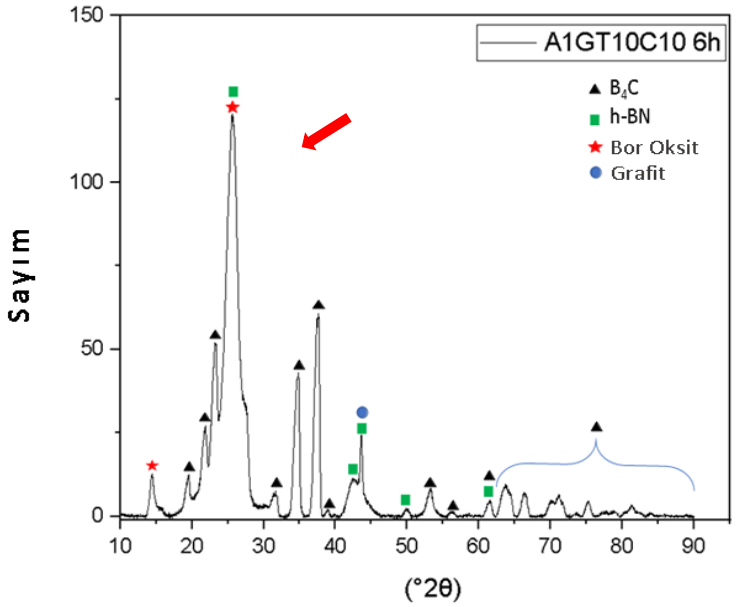
(a)



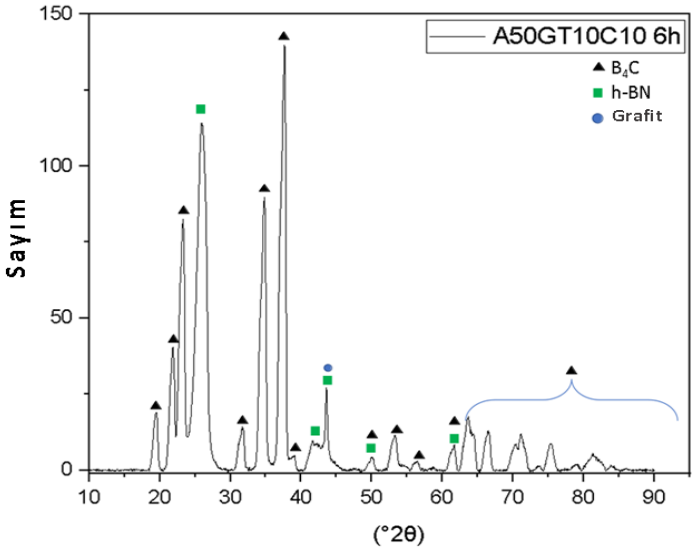
No.	Visi...	Ref. Code	Compound Name	Chemical Formula	Score	SemiQuant [%]	Display Color	Database
1		96-223-5963	Boron carbide	B38.63 C5.98	41	100	Blue	X:\XDR\CO

(b)

Şekil 3.7 (a) GT10C10 numunesine ait XRD grafiği, (b) b) verinin HighScore plus programı ile kantitatif analizi

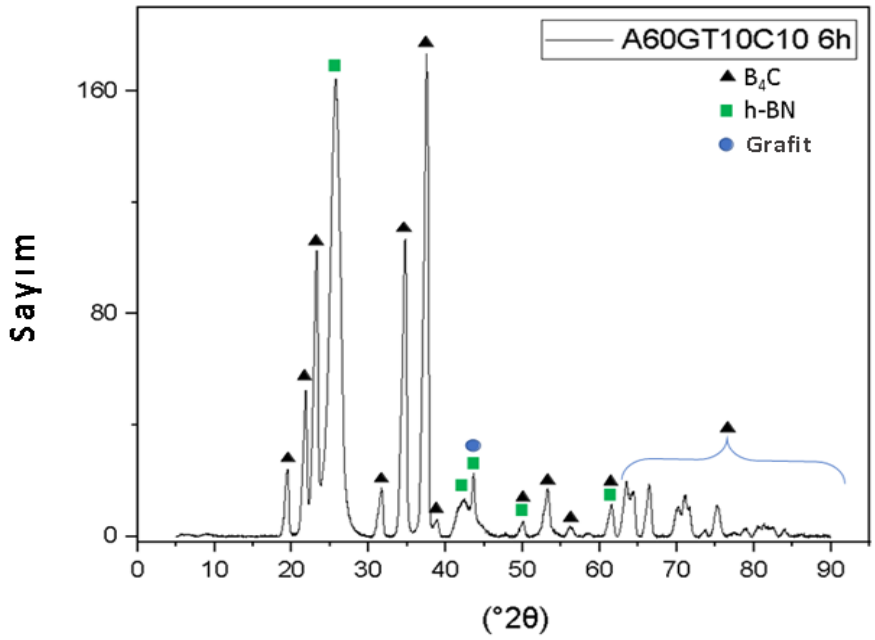


(a)

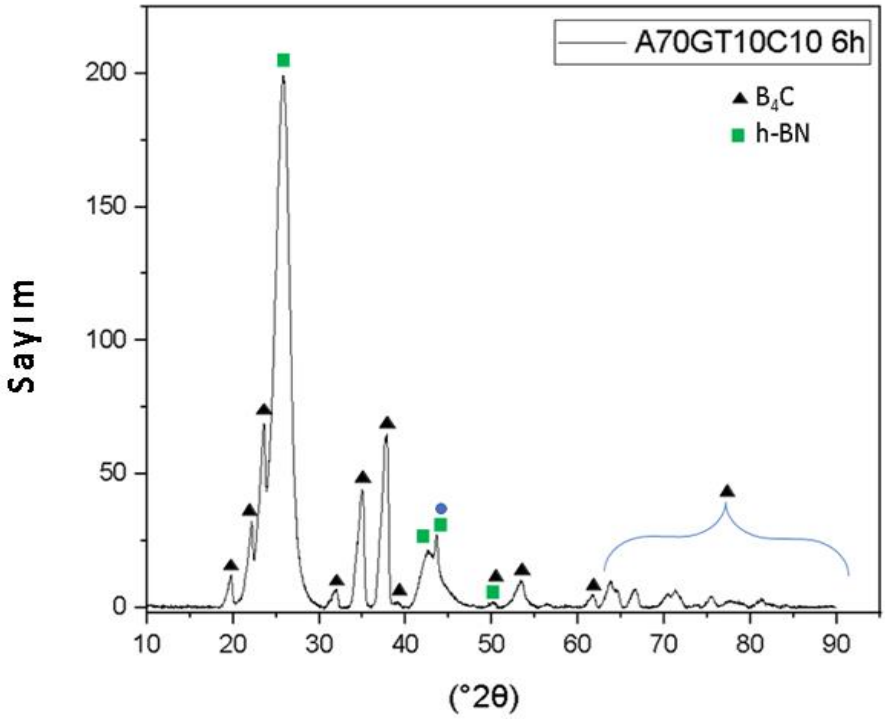


(b)

Şekil 3.8 APC katkılı, a) A1GT10C10, b) A50GT10C10 kodlu numunelerin XRD grafikleri

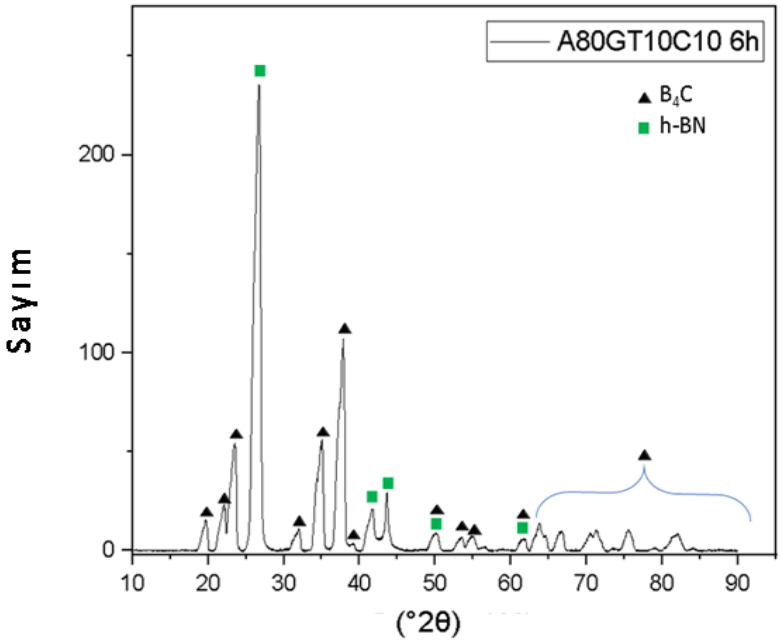


(a)

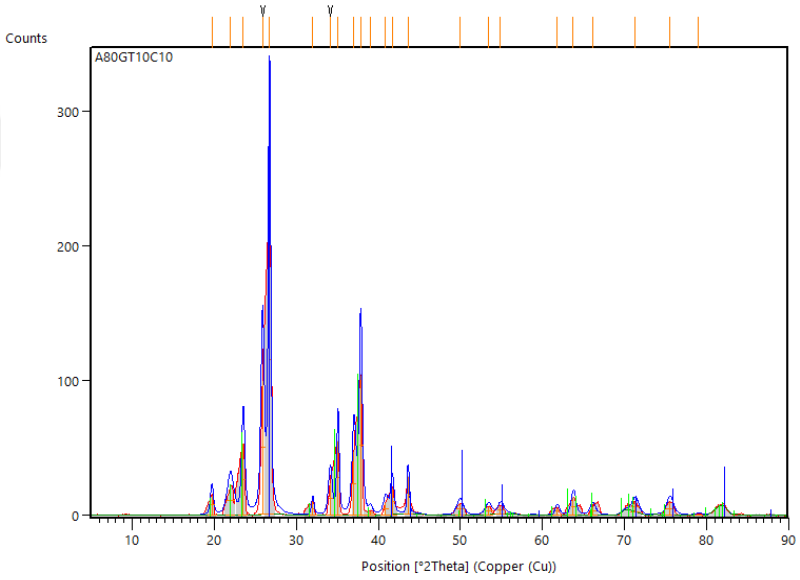


(b)

Şekil 3.9 APC katkılı, a) A60GT10C10, b) A70GT10C10 kodlu numunelerin XRD grafikleri



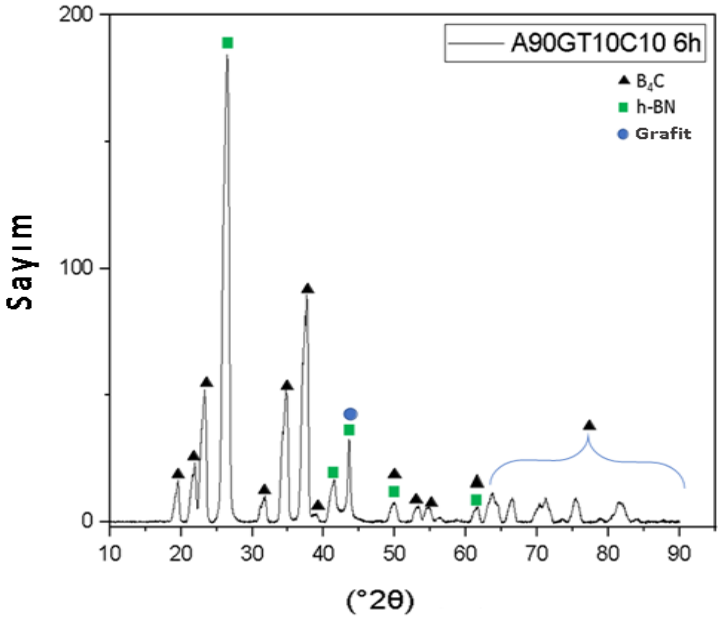
(a)



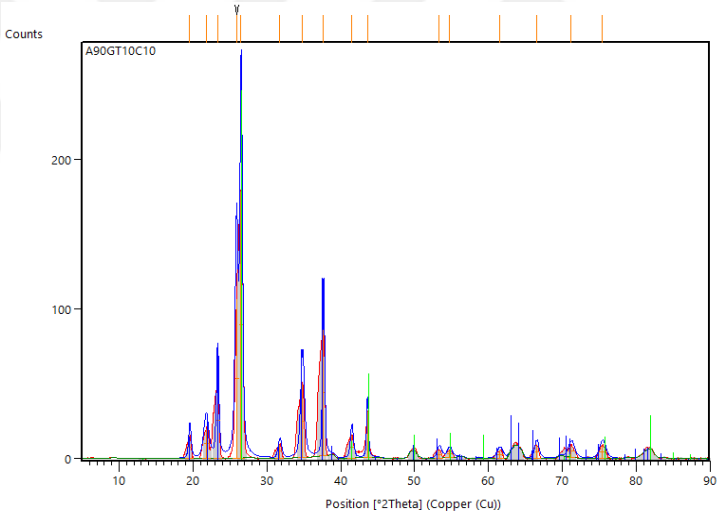
No.	Visi...	Ref. Code	Compound Name	Chemical Formula	Score	SemiQuant [%]	Display Color	Database ID	Subfiles
1	☑	96-900-8998	9008997	B2.00 N2.00	47	37	Blue	X:\XDR\COD2021...	User Inorganic
2	☑	96-223-5963	Boron carbide	B38.63 C5.98	38	63	Lime	X:\XDR\COD2021...	User Inorganic

(b)

Şekil 3.10 APC katkılı, a) A80GT10C10 kodlu numunenin XRD grafiği, b) verinin HighScore plus programı ile kantitatif analizi



(a)

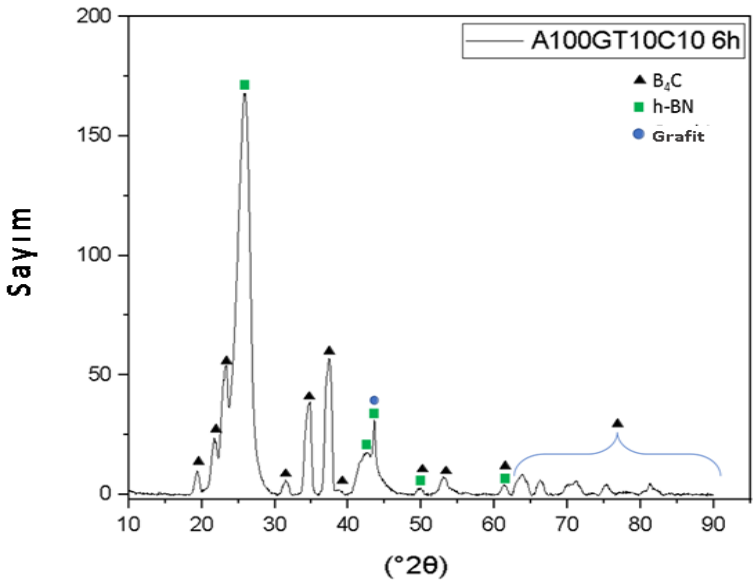


Accepted Pattern:

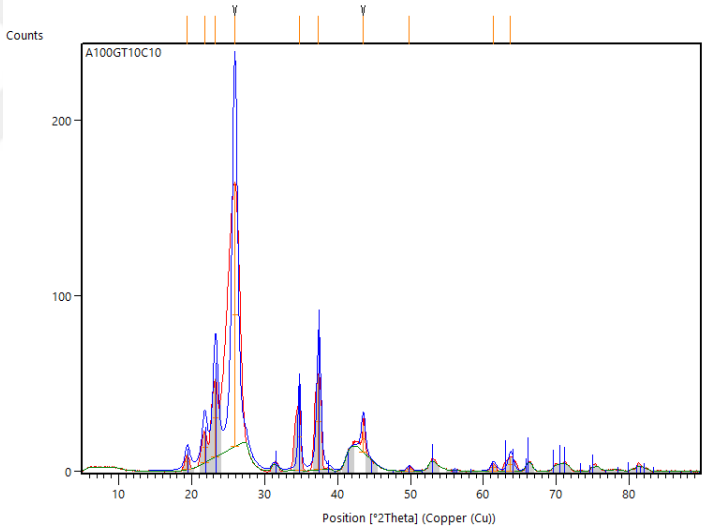
No.	Visi...	Ref. Code	Compound Name	Chemical Formula	Score	SemiQuant [%]	Display Color	Database ID	Subfiles
1	☑	COD 96-223-5963	Boron carbide	B38.63 C5.98	45	72	Blue	X:\XDR\COD2021...	User Inorganic
2	☑	COD 96-101-0603	Boron nitride	B2.00 N2.00	41	28	Lime	X:\XDR\COD2021...	User Inorganic

(b)

Şekil 3.11 APC katkılı, a) A90GT10C10 kodlu numunenin XRD grafiği, b) verinin HighScore plus programı ile kantitatif analizi



(a)



No.	Visi...	Ref. Code	Compound Name	Chemical Formula	Score	SemiQuant [%]	Display Color	Database ID	Subfiles
1	☑	COD 96-223-5963	Boron carbide	B38.63 C5.98	50	100	Blue	X:\XDR\COD2021...	User Inorganic

(b)

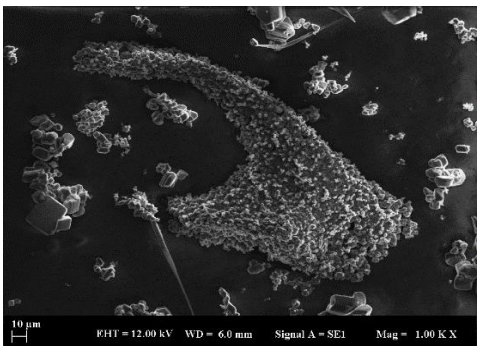
Şekil 3.12 APC katkılı a) A100GT10C10 kodlu numunenin XRD grafiği, b) verinin HighScore plus programı ile kantitatif analizi

3.2.4 SEM-EDS Analiz Sonuçlarının İncelenmesi

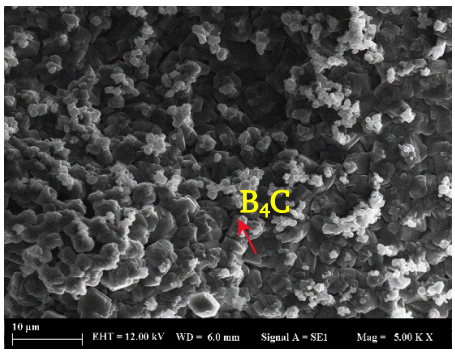
Bu bölümde APC katkısının başlangıç kompozisyonuna etkisi Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) ile incelenmektedir. Başlangıç kompozisyonundan sentezlenen tozun SEM görüntüleri Şekil 3.13'de incelendiğinde polyhedral-eş eksenli, kayış benzeri, iğne benzeri ve kompleks şekilli hiyerarşik yapılar dahil olmak üzere değişen morfolojilere sahip bor karbür partikülleri içermektedir[19,44]. Başlangıç kompozitine ait SEM görüntüleri incelendiğinde, çok yüzlü-eş eksenli bor karbür parçacıklarının parçacık boyutu dağılımı oldukça geniş olduğu gözlemlenmektedir. 10 μm boyutunda, büyük boyutlu bor karbür parçacıklarına ek olarak, mikron altı boyutlu parçacıklardan oluşan kümeler mevcuttur. Başlangıç kompozisyonuna ait SEM-EDS analizleri incelendiğinde (Şekil 3.13), farklı morfolojilere sahip parçacıklar bulunmaktadır. Sonuçlara göre, kayış benzeri ve mikron altı boyutlu çokyüzlü-eş eksenli parçacıkların, yaklaşık B_4C stokiyometrisine sahip kaba çokyüzlü-eş eksenli bor karbür parçacıklarından biraz daha karbon bakımından zengin olduğunu göstermektedir. Genel olarak sonuçlar incelendiğinde, tozlarda, safsızlıkların varlığını gösteren oksijen dışında eser miktarda alüminyum, sodyum ve kalsiyum elementlerine rastlanmaktadır ancak bu elementler o kadar düşük seviyededir ki SEM analizi esnasında önceki yapılan analizlerden kaynaklı bir kontaminasyon olduğu düşünülmektedir. Saptanan oksijenin içeriği de, karbür parçacıklarının yüzey oksidasyonu ile ilgili olabileceği düşünülmektedir.

Amonyum polikarboksilat içeren numunelerde bor karbür partiküllerine ek olarak bor nitrür partikülleri de gözlenmektedir. Sentezlenen kompozit tozlarda bor nitrür ve bor karbür partiküllerinin dağılımının homojen olmadığı görülmektedir (Şekil 3.24 (a),(b),(c),(i),(j)). Bor nitrür mikron altı parçacıkların çoğunluğu kümeler halinde oluşmaktadır. Buna ek olarak, bor karbür parçacıklarının birikmesi gözlemlenmiştir. Amonyum polikarboksilat içeriğinin artmasıyla paralel olarak bor nitrür oluşumunda da artış açıkça gözlemlenmektedir. İncelenen SEM görüntülerinde daha yüksek büyütmeli görüntülerde pul benzeri bor nitrür parçacıklarının oluştuğu daha açık şekilde görünmektedir(Şekil 3.24(c), Şekil 3.27(e), Şekil 3.30(i)). Bor nitrür partiküllerrinin morfolojisinin, önceki

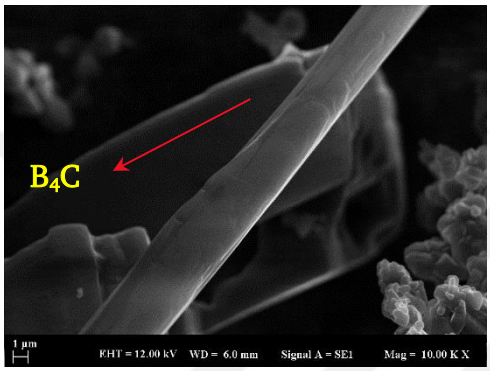
çalışmalarda bildirilen SEM görüntülerinin literatür sonuçlarıyla uyumludur[71,72]. A90GT10C10 kodlu numunenin bor nitrür partikül boyutunun diğerlerinden nispeten daha büyük olduğu görülmektedir. Şekillerdeki bor nitrür açısından zengin süngerimsi yapıların, literatürde bildirilen kısmen dönüştürülmüş öncülerin SEM görüntülerine benzer olduğunun bulunması dikkate değer bulunmaktadır[64]. Bu örnekte prekürsörün B_4C/BN fazlarına tam dönüşümü sağlanamadığından prekürsör parçacık bütünlüğünü korumaktadır. A100GT10C10 kodlu numuneye ait SEM EDS sonuçları (Şekil 3.34,3.35) incelendiğinde bor karbür partikülü üzerinde tespit edilen elemental dağılım, başlangıç kompozisyonu ile aynı olduğu görülmektedir. Farklı olarak EDS Spot 3 noktasından yüksek miktarda azot varlığı tespit edilmektedir. Bu da prekürsörün B_4C/BN partiküllerinin üretimi için, tamamen harcanamayacağını göstermektedir. Bu nedenle A100GT10C10 kodlu numuneye ait SEM görüntüleri, XRD sonuçlarıyla da bağlantılı olarak, kalıntı fazlar içeren öncü bölgeler sergilemektedir. APC katkısı arttırıldıkça, bor karbür parçacıklarının boyutunun da artma eğiliminde olduğu görülmektedir. A50GT10C10 kodlu numunede mikron altı boyutlu bor karbür parçacıklarının miktarının önemli ölçüde azaldığı görülmektedir (Şekil 3.18). A70GT10C10 ve A90GT10C10 kodlu numunelerde gözlemlenen bor karbür parçacıklarının çoğu 10μm'den daha büyüktür (Şekil 3.24 ve Şekil 3.30). Toz numuneler, aynı ısıl işlem koşulları kullanılarak sentezlenmiştir. Bu nedenle, APC içeriğinin bir sonucu olarak bor karbür parçacıklarında gözlemlenen çekirdekleşmede büyüme, her fazın çekirdeklenme oranları ile ilişkili olabileceği düşünülmektedir. Teoride, bor nitrür çekirdeklerinin düşük sıcaklıklarda oluşması nedeniyle, artan APC içeriği ile bor karbürün çekirdeklenme hızı düşmelidir[64,72,73]. Böylelikle, bor karbür çekirdeklenme olasılığı bastırılır ve daha az bor karbür çekirdeği oluşmuş olur, bununla da daha az ancak daha iri bor karbür parçacıklarının büyümesi gerçekleşmektedir.



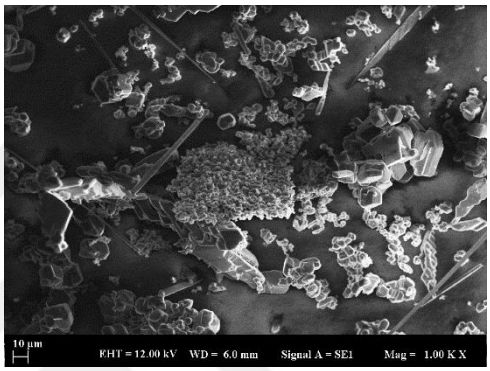
(a)



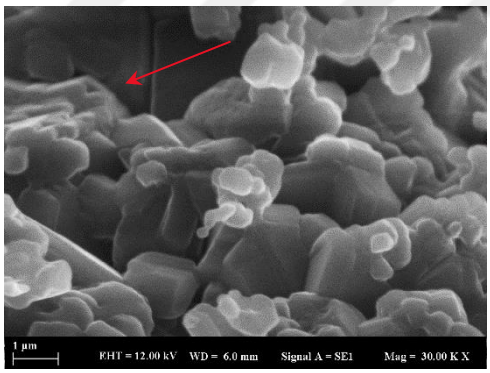
(b)



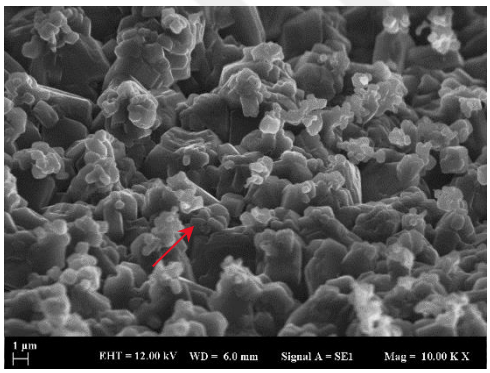
(c)



(d)

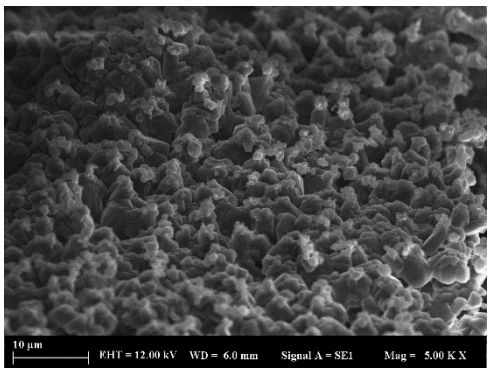


(e)

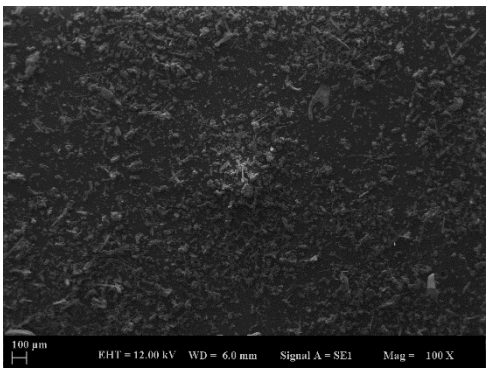


(f)

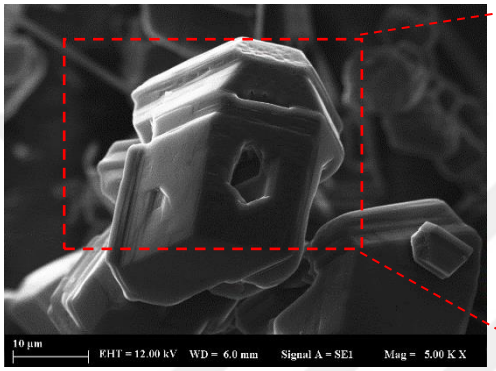
Şekil 3.13 GT10C10 numunesine ait SEM görüntüleri



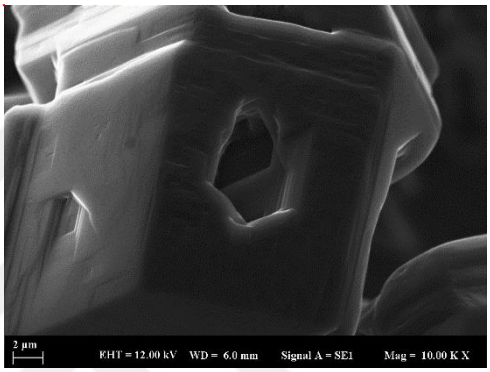
(g)



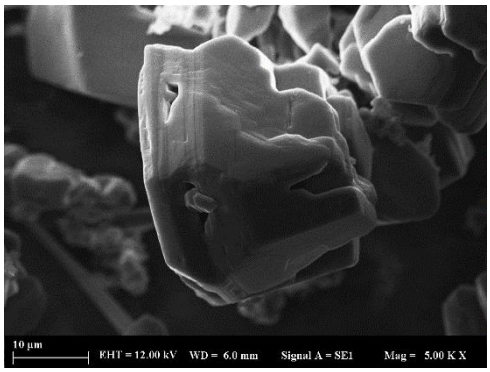
(h)



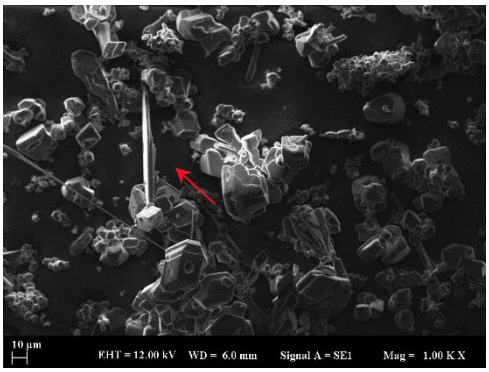
(i)



(j)

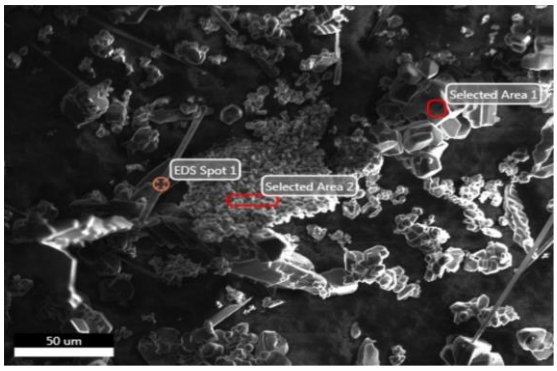


(k)

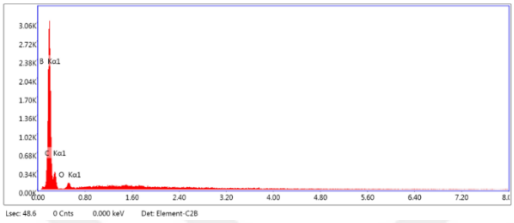


(l)

Şekil 3.13 GT10C10 numunesine ait SEM görüntüleri (devamı)

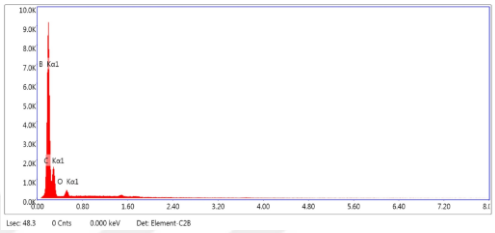


(m) Alan 2



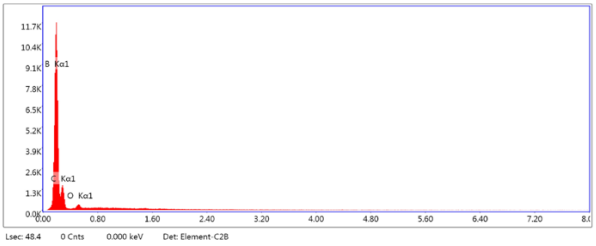
Element	Kütle %	Atomik %	Net Int.
B K	77.2	79.1	348.6
C K	22.3	20.5	25.3
O K	0.5	0.4	2.5

(n) Selected Area 1



Element	Kütle %	Atomik %	Net Int.
B K	61.7	64.5	1034.4
C K	36.1	34.0	212.5
O K	2.2	1.5	38.2

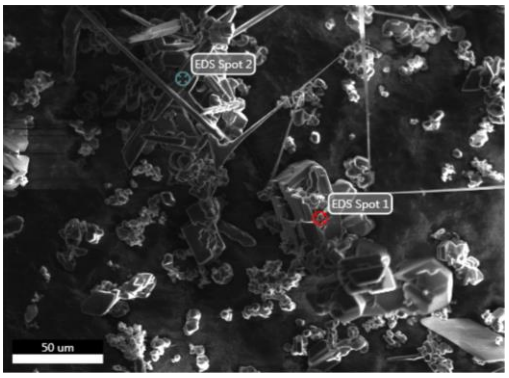
(o) Selected Area 2



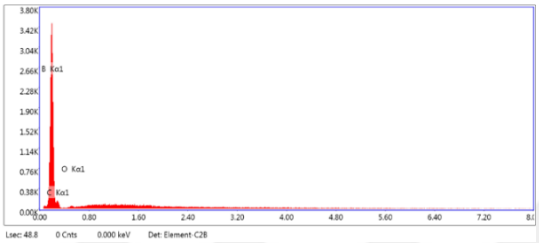
Element	Kütle %	Atomik %	Net Int.
B K	66.3	68.8	1323.8
C K	32.4	30.3	204.0
O K	1.3	0.9	26.1

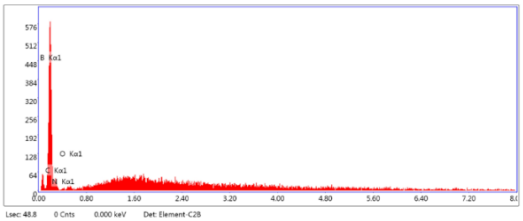
(p) EDS Spot 1

Şekil 3.14 GT10C10 numunesine ait SEM/EDS sonuçları



(q) Alan 3





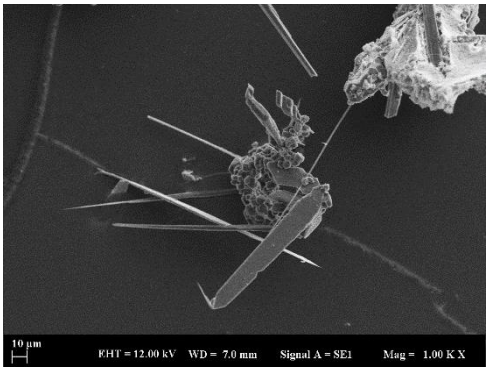
Element	Kütle %	Atomik %	Net Int.
B K	89.3	90.2	392.0
C K	10.7	9.8	9.5
O K	0.0	0.0	0.0

(r) EDS Spot 1

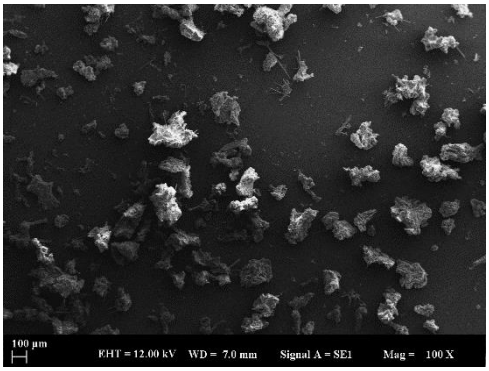
Element	Kütle %	Atomik %	Net Int.
B K	99.8	99.8	64.4
C K	0.2	0.2	0.0
N K	0.0	0.0	0.0
O K	0.0	0.0	0.0

(s) EDS Spot 2

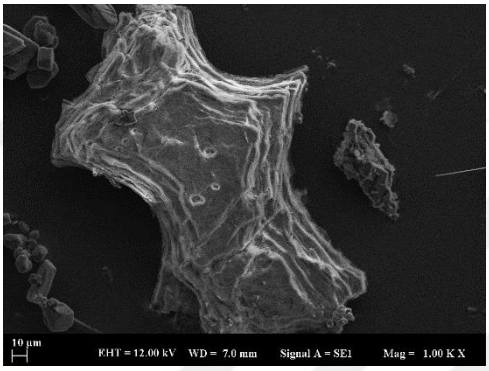
Şekil 3.14 GT10C10 numunesine ait SEM/EDS sonuçları (devamı)



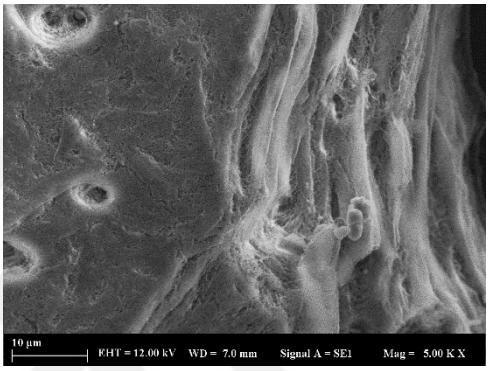
(a)



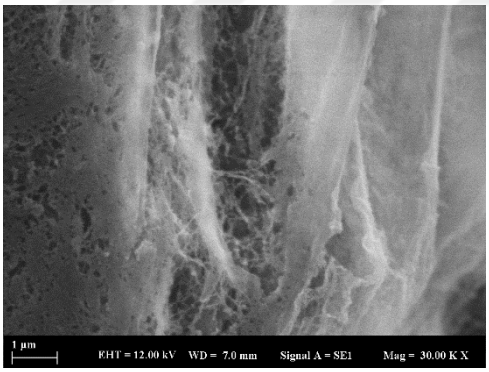
(b)



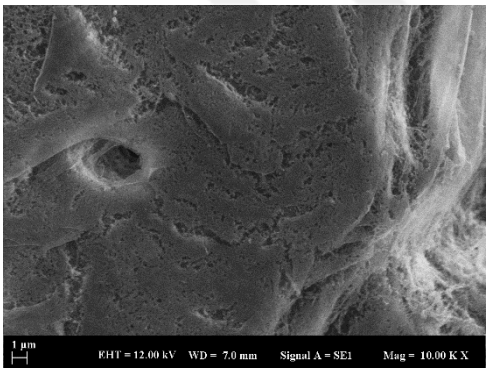
(c)



(d)

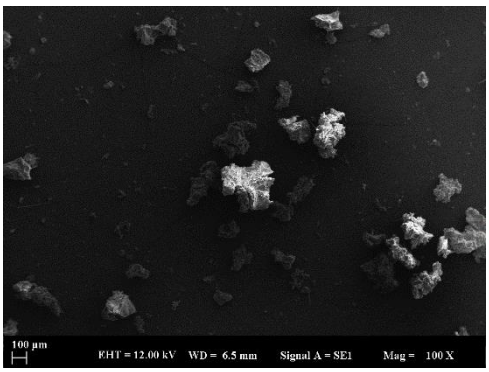


(e)

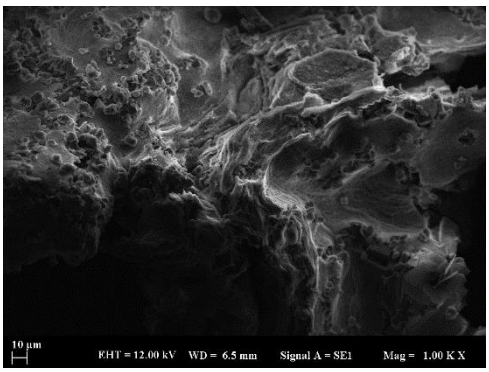


(f)

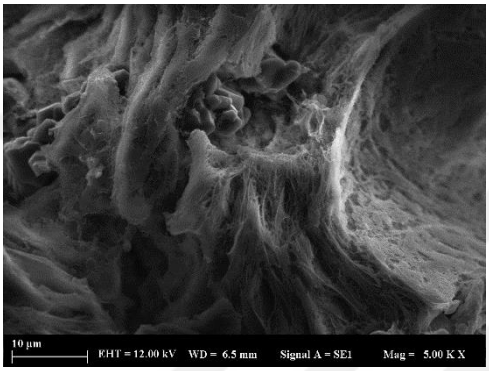
Şekil 3.15 A1GT10C10 numunesine ait SEM analiz görüntüleri



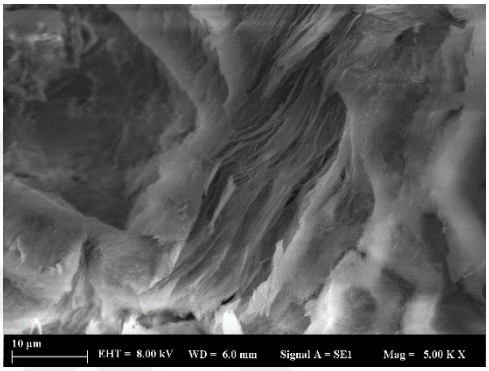
(g)



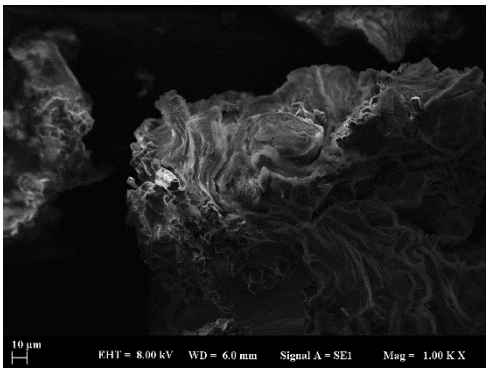
(h)



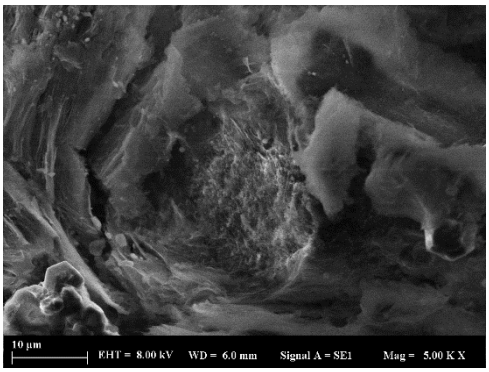
(i)



(j)

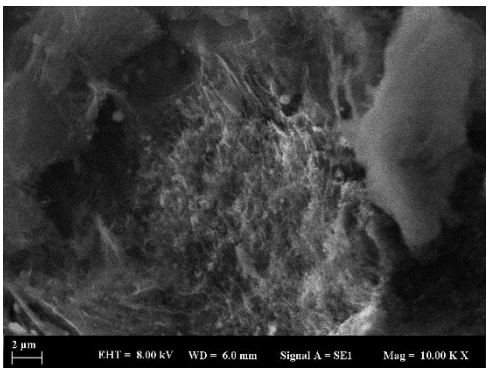


(k)

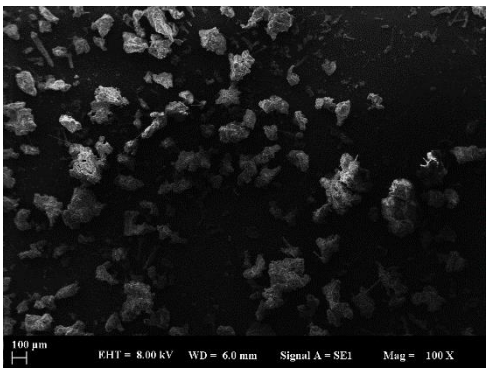


(l)

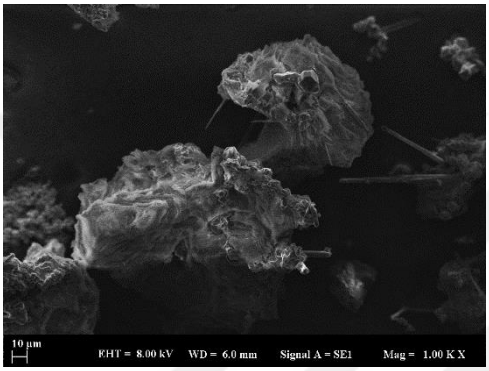
Şekil 3.15 A1GT10C10 numunesine ait SEM analiz görüntüleri (devamı)



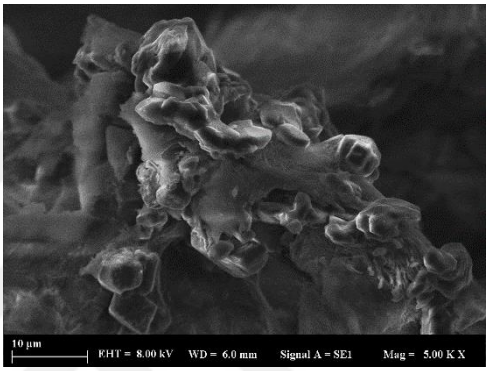
(m)



(n)

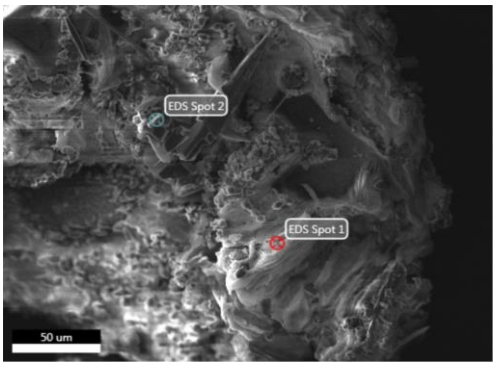


(o)

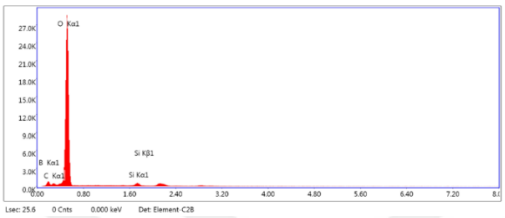


(p)

Şekil 3.15 A1GT10C10 numunesine ait SEM analiz görüntüleri

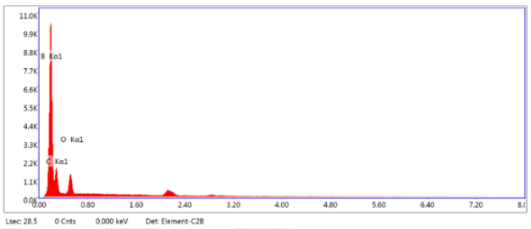


(q) Alan 1



Element	Kütle %	Atomik %	Net Int.
B K	14.5	20.1	196.3
C K	3.0	3.7	107.8
O K	80.4	75.1	9063.5
SiK	2.1	1.1	208.4

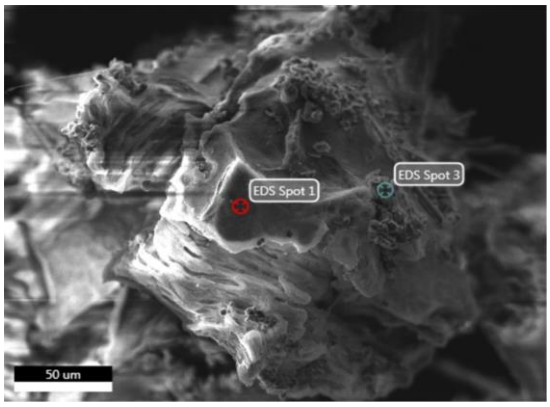
(r) EDS Spot 1



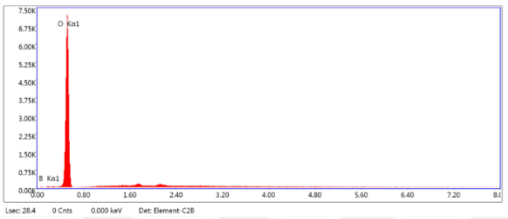
Element	Kütle %	Atomik %	Net Int.
B K	65.8	69.3	2162.0
C K	26.8	25.4	304.2
O K	7.4	5.3	296.8

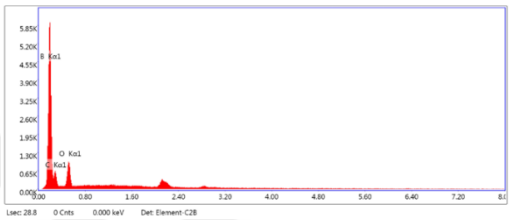
(s) EDS Spot 1

Şekil 3.16 A1GT10C10 numunesine ait Alan 1 SEM/EDS görüntüleri



(t) Alan 2





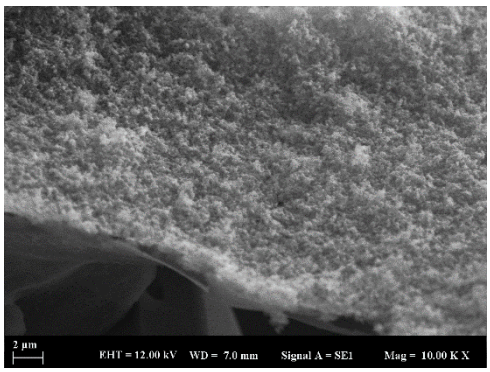
Element	Kütle %	Atomik %	Net Int.
B K	0.4	0.5	0.6
O K	99.6	99.5	2099.6

(u) EDS Spot 1

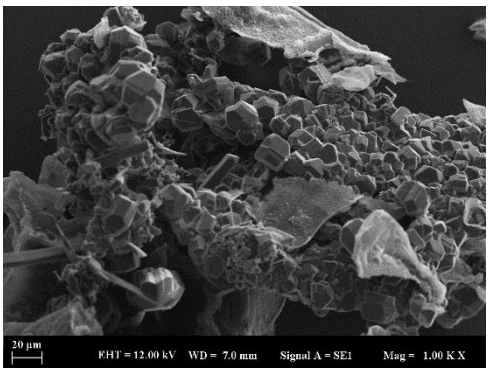
Element	Kütle %	Atomik %	Net Int.
B K	71.5	75.1	1180.1
C K	19.9	18.8	103.2
O K	8.5	6.0	178.0

(v) EDS Spot 3

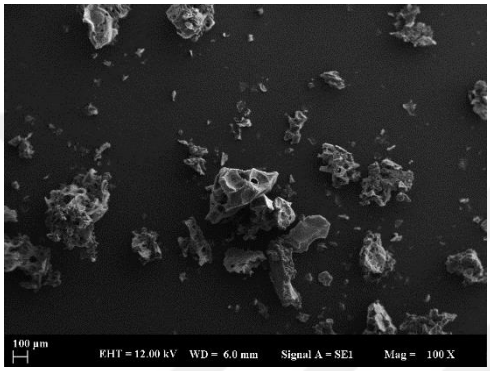
Şekil 3.17 A1GT10C10 numunesine ait Alan 2 SEM/EDS görüntüleri



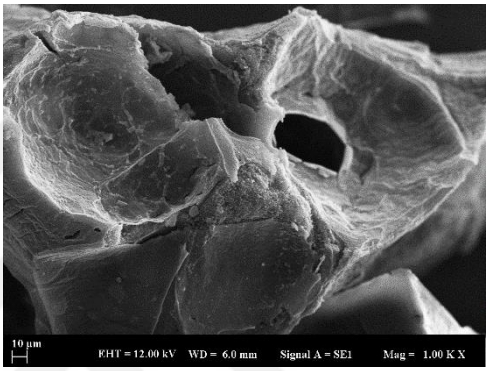
(a)



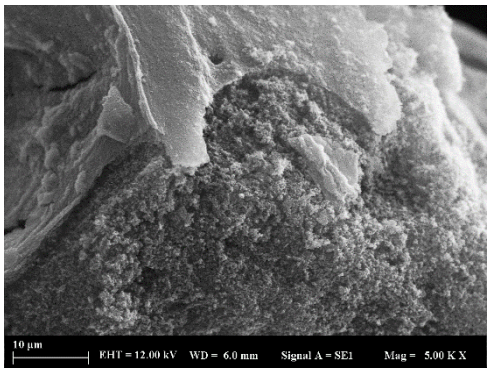
(b)



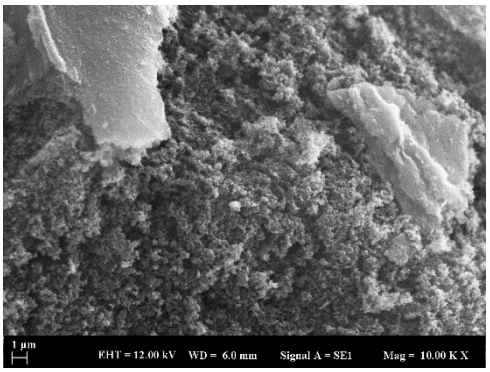
(c)



(d)

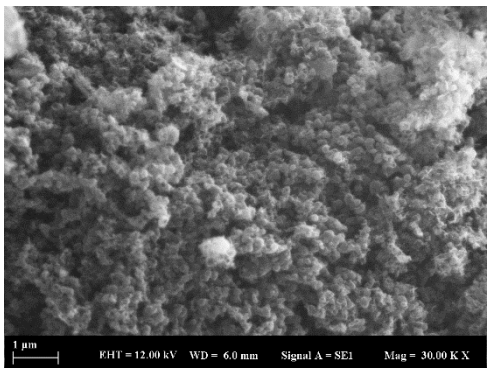


(e)

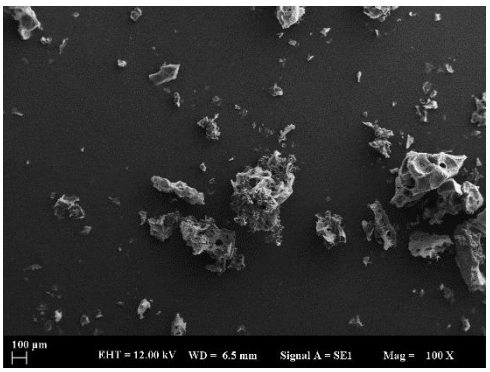


(f)

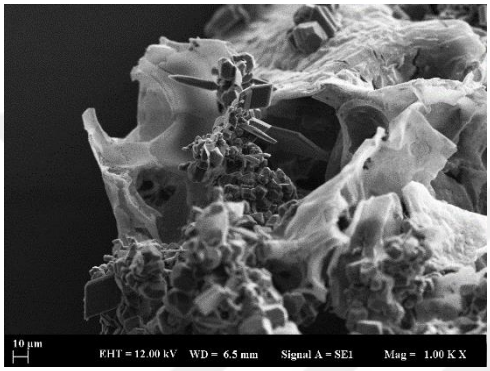
Şekil 3.18 A50GT10C10 numunesine ait SEM analiz görüntüleri



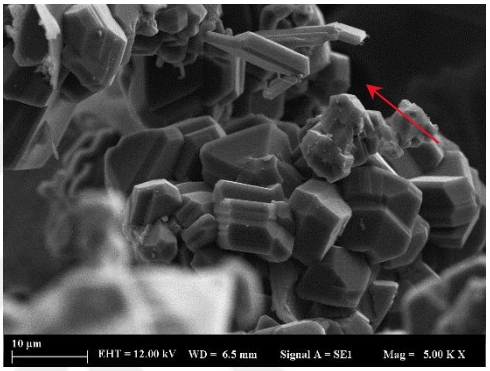
(g)



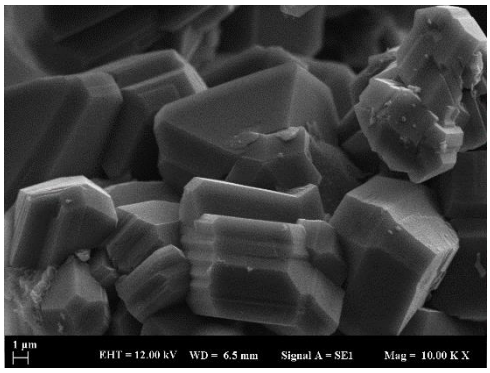
(h)



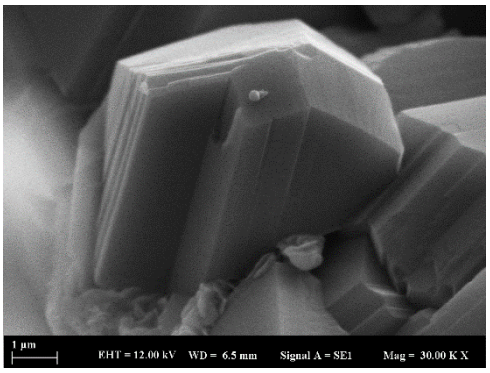
(i)



(j)

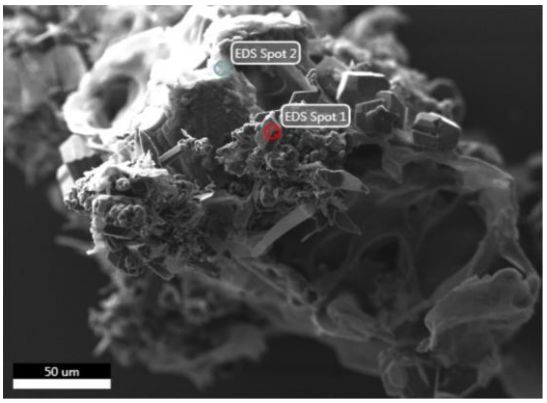


(k)

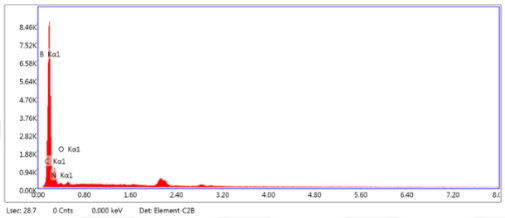


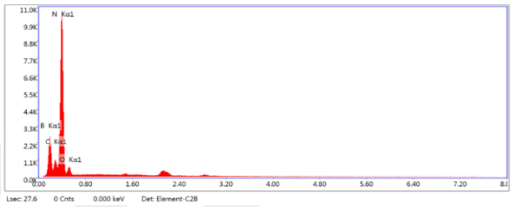
(l)

Şekil 3.18 A50GT10C10 numunesine ait SEM analiz görüntüleri (devamı)



(n) Alan 1





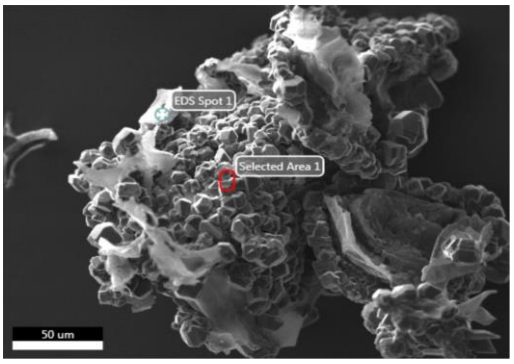
Element	Kütle %	Atomik %	Net Int.
B K	75.1	77.2	1804.8
C K	23.9	22.1	151.5
N K	0.0	0.0	0.0
O K	1.0	0.7	25.2

(o) EDS Spot 1

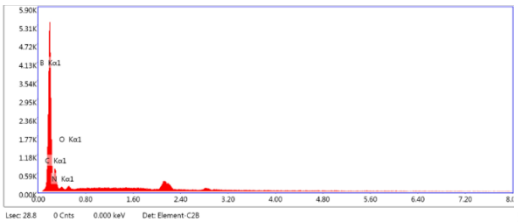
Element	Kütle %	Atomik %	Net Int.
B K	27.6	32.8	682.7
C K	7.0	7.5	201.9
N K	64.0	58.7	2828.7
O K	1.4	1.1	36.6

(p) EDS Spot 1

Şekil 3.19 A50GT10C10 numunesine ait Alan 1 SEM/EDS görüntüleri

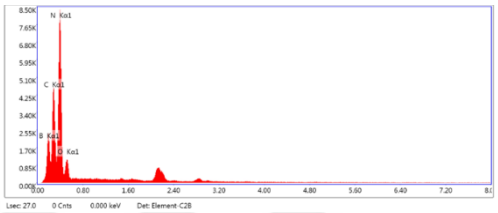


(q) Alan 2



Element	Kütle %	Atomic %	Net Int.
B K	76.5	78.4	1119.9
C K	23.0	21.2	85.9
N K	0.0	0.0	0.0
O K	0.5	0.3	6.9

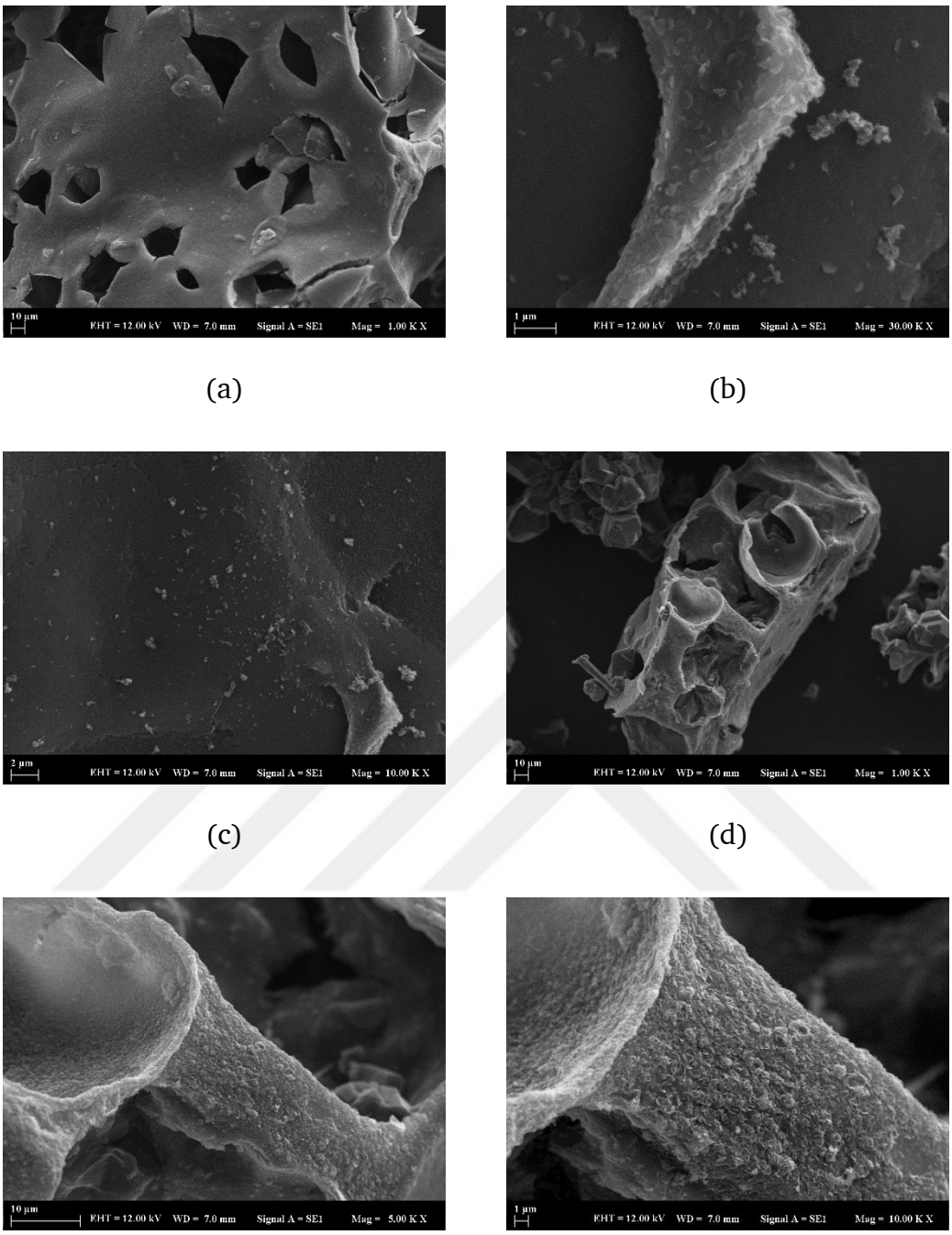
(r) Selected Area 1



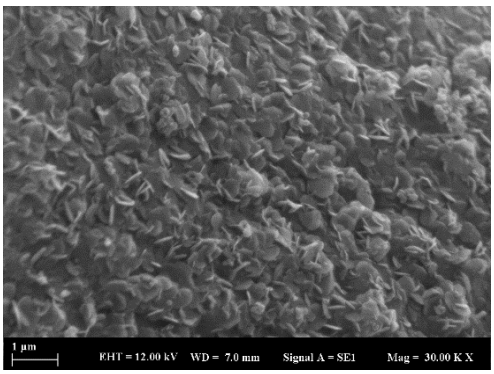
Element	Kütle %	Atomic %	Net Int.
B K	19.5	23.2	566.3
C K	23.9	25.5	1077.0
N K	51.5	47.2	1933.9
O K	5.0	4.0	168.3

(s) Selected Area 1

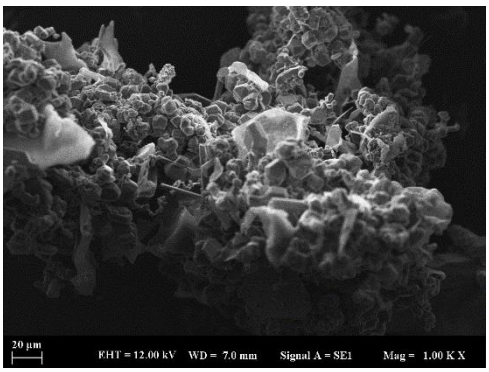
Şekil 3.20 A50GT10C10 numunesine ait Alan 2 SEM/EDS görüntüleri



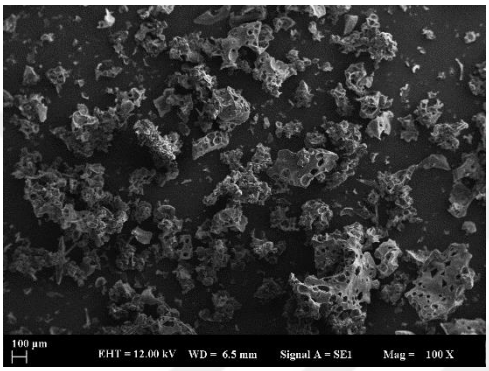
Şekil 3.21 A60GT10C10 numunesine ait SEM analiz görüntüleri



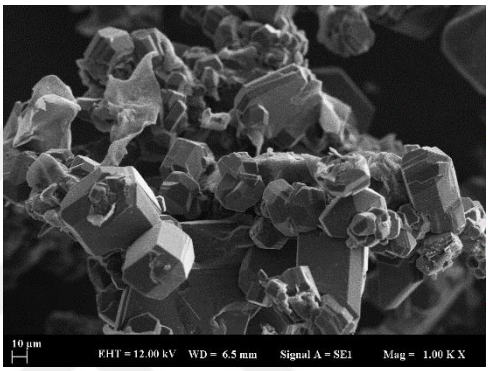
(g)



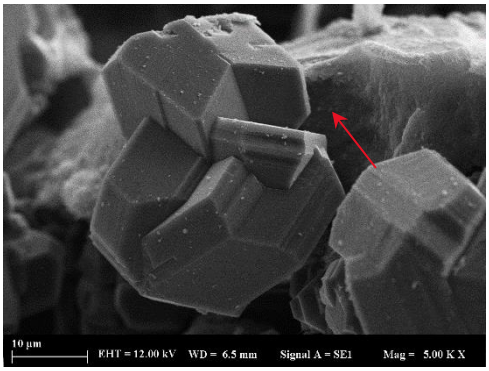
(h)



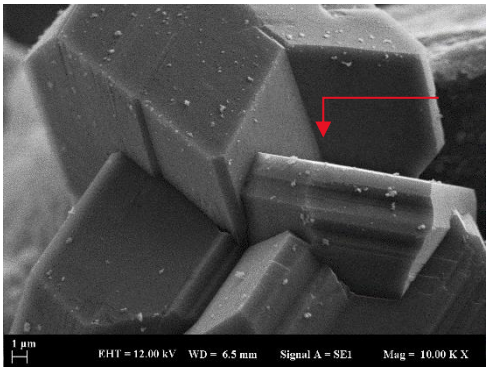
(i)



(j)

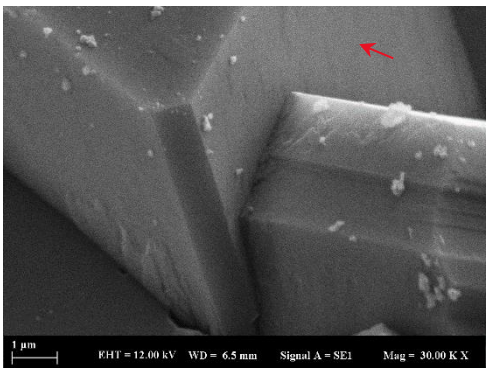


(k)

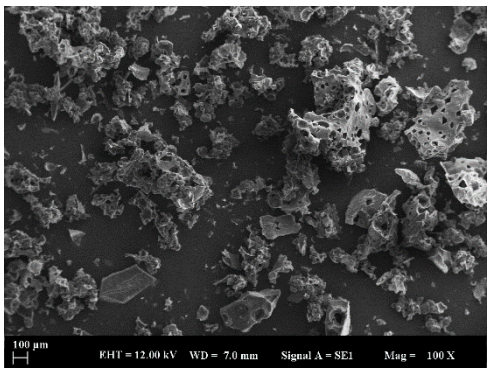


(l)

Şekil 3.21 A60GT10C10 numunesine ait SEM analiz görüntüleri (devamı)

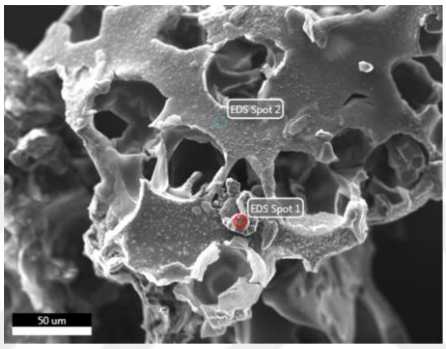


(m)

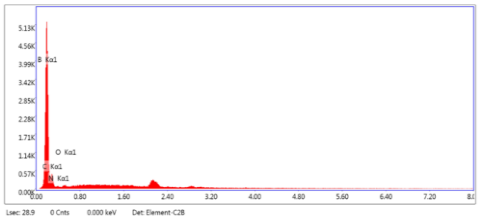


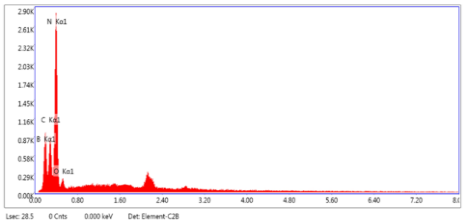
(n)

Şekil 3.21 A60GT10C10 numunesine ait SEM analiz görüntüleri (devamı)



(o) Alan 1





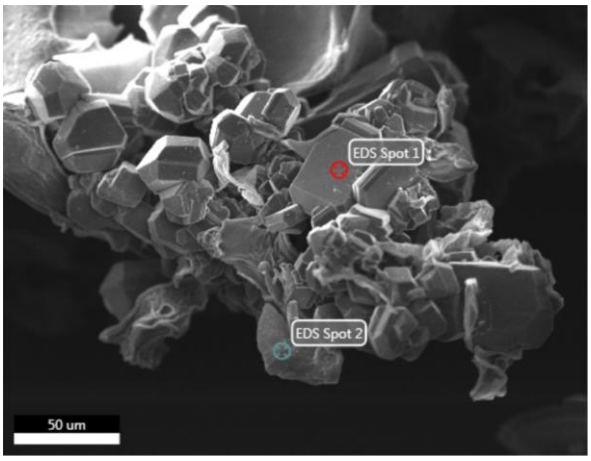
Element	Kütle %	Atomik%	Net Int.
B K	78.9	80.6	1044.1
C K	21.1	19.4	67.7
N K	0.0	0.0	0.0
O K	0.0	0.0	0.5

(p) EDS Spot 1

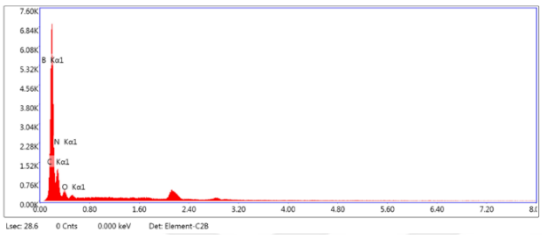
Element	Kütle %	Atomik%	Net Int.
B K	25.6	30.1	191.9
C K	17.0	17.9	154.2
N K	56.9	51.6	573.1
O K	0.6	0.4	4.4

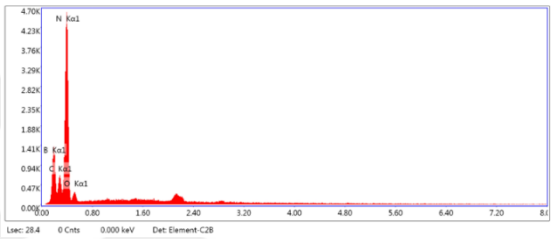
(q) EDS Spot 1

Şekil 3.22 A60GT10C10 numunesine ait Alan 1 SEM/EDS görüntüleri



(r) Alan 2





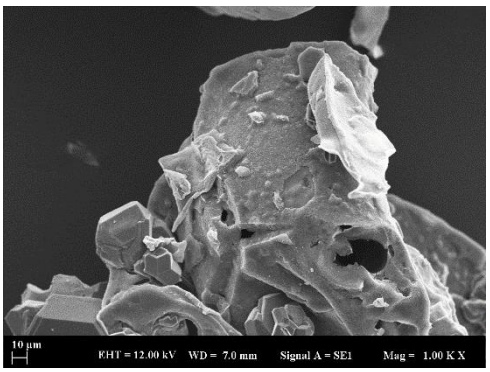
Element	Kütle %	Atomik %	Net Int.
B K	83.2	84.8	1728.0
C K	15.8	14.5	74.7
N K	0.0	0.0	0.0
O K	1.0	0.7	20.7

(s) EDS Spot 1

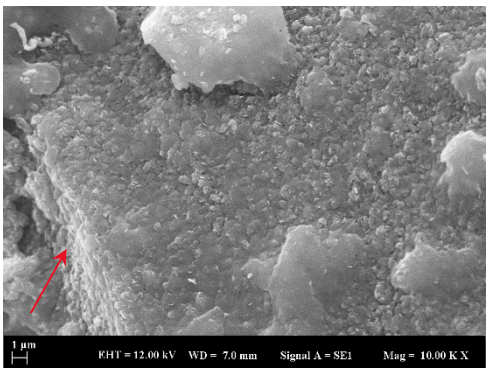
Element	Kütle %	Atomik %	Net Int.
B K	29.3	34.4	326.6
C K	9.3	9.8	112.6
N K	61.0	55.4	1066.6
O K	0.4	0.3	5.0

(t) EDS Spot 2

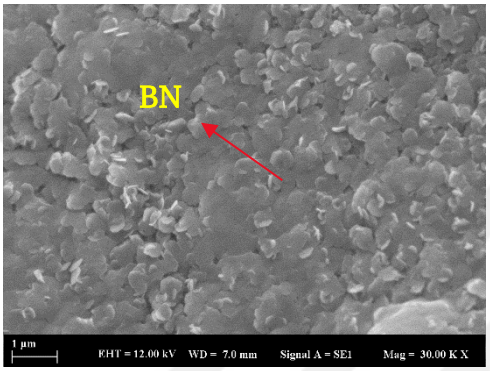
Şekil 3.23 A60GT10C10 numunesine ait Alan 2 SEM/EDS görüntüleri



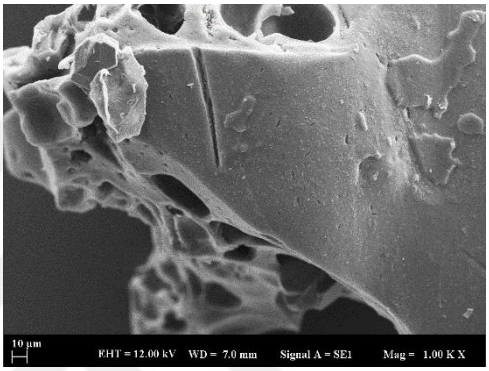
(a)



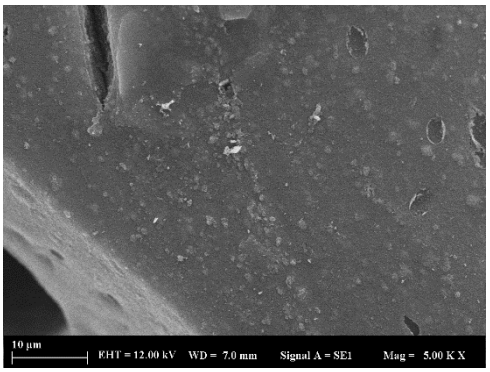
(b)



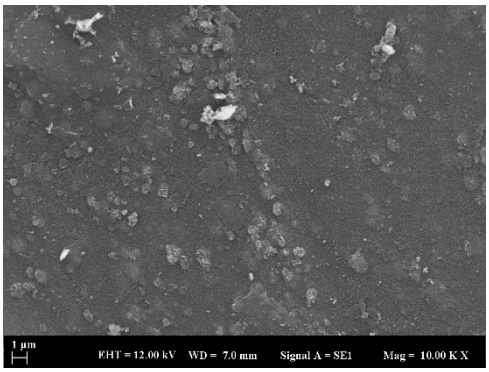
(c)



(d)

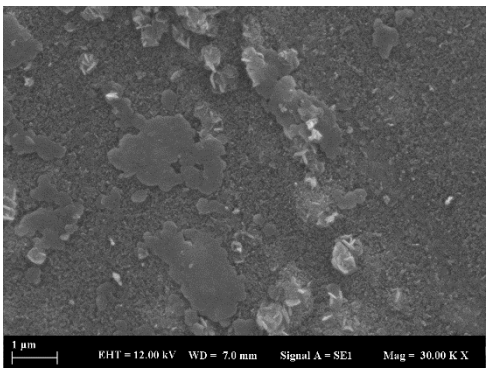


(e)

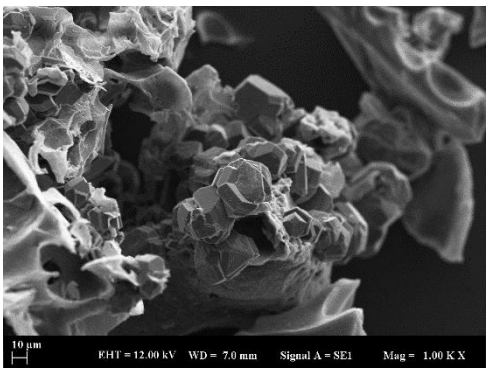


(f)

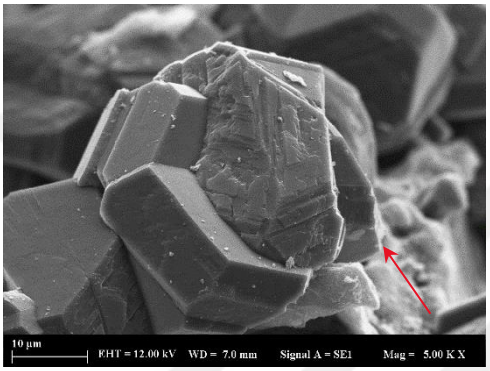
Şekil 3.24 A70GT10C10 numunesine ait SEM analiz görüntüleri



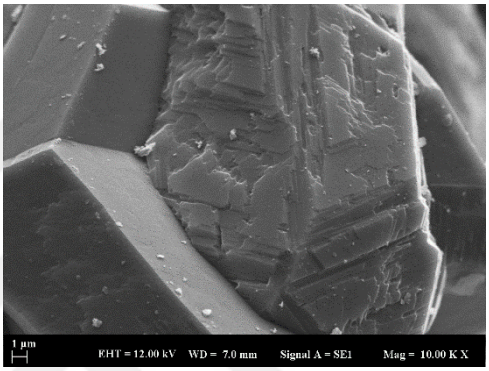
(g)



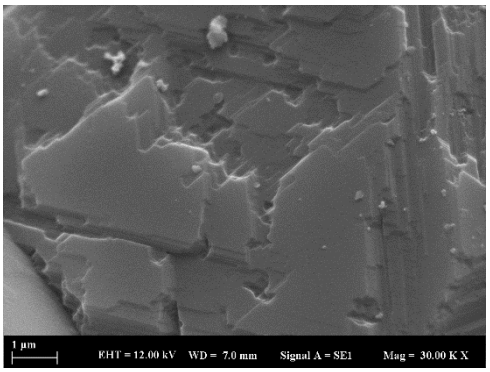
(h)



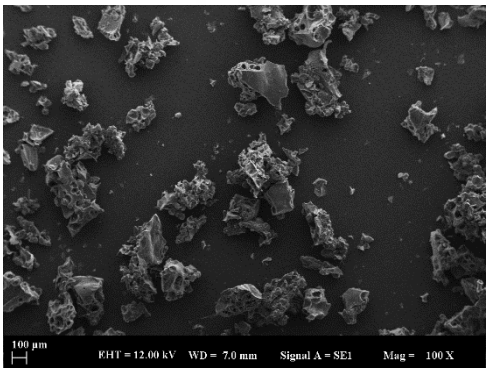
(i)



(j)

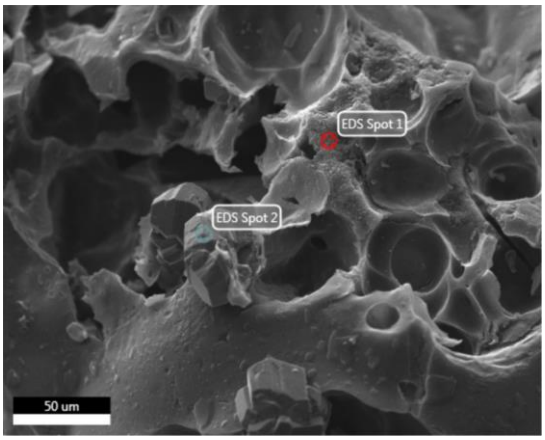


(k)

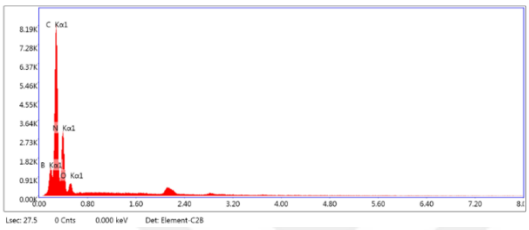


(l)

Şekil 3.24 A70GT10C10 numunesine ait SEM analiz görüntüleri (devamı)

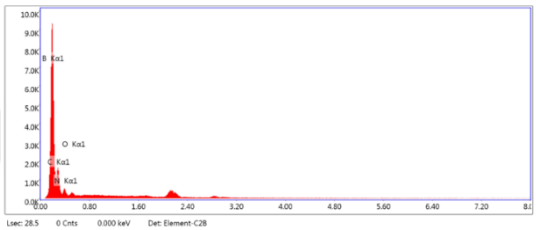


(m) Alan 1



Element	Kütle %	Atomik%	Net Int.
B K	14.0	16.2	297.2
C K	46.5	48.7	1851.8
N K	35.6	31.9	606.6
O K	3.9	3.1	92.7

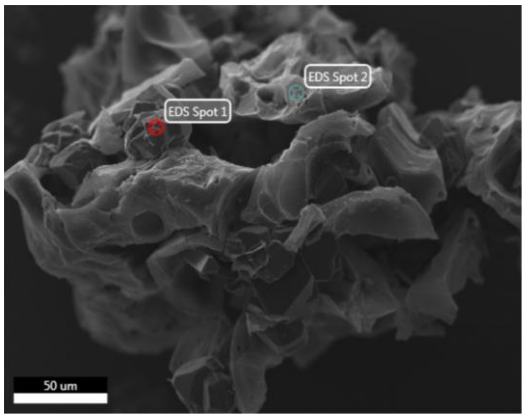
(n) EDS Spot 1



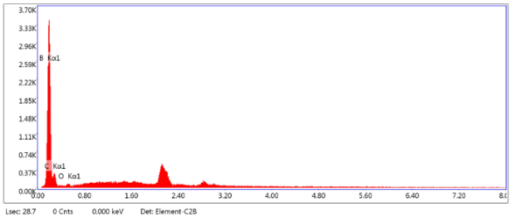
Element	Kütle %	Atomik%	Net Int.
B K	73.6	76.0	2141.9
C K	24.0	22.3	191.9
N K	0.7	0.5	7.7
O K	1.8	1.2	53.5

(o) EDS Spot 2

Şekil 3.25 A70GT10C10 numunesine ait Alan 1 SEM/EDS görüntüleri

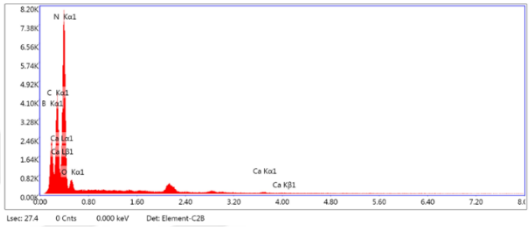


(p) Alan 2



Element	Kütle %	Atomik %	Net Int.
B K	86.9	88.0	689.9
C K	13.1	12.0	21.9
O K	0.0	0.0	0.0

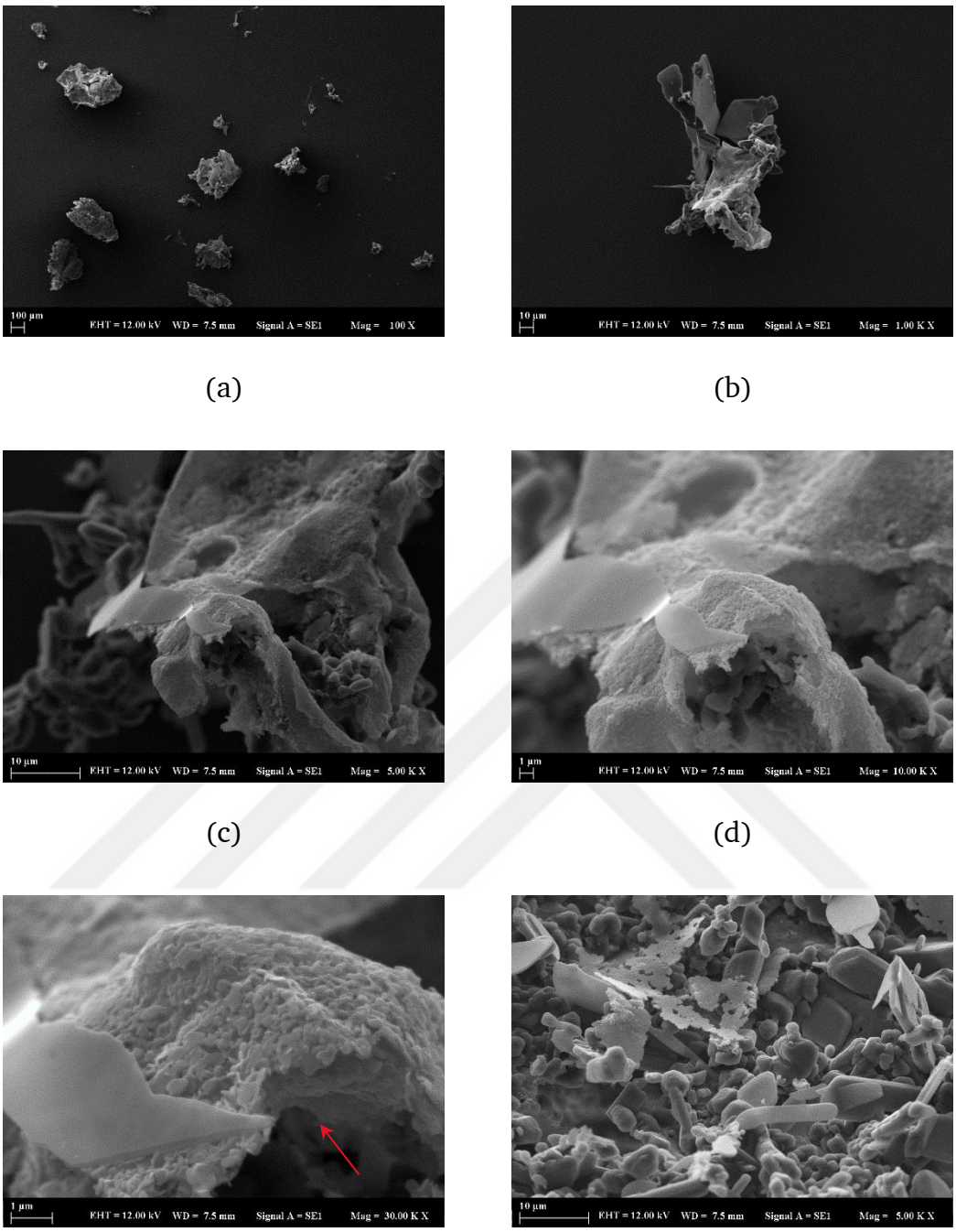
(q) EDS Spot 1



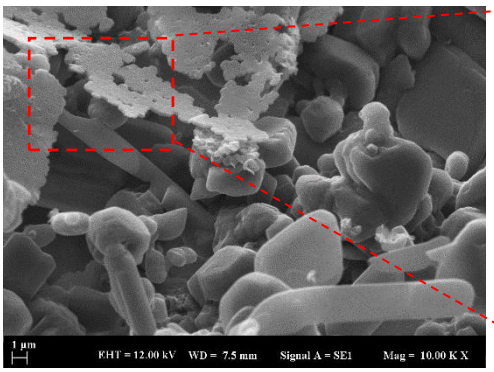
Element	Kütle %	Atomik %	Net Int.
B K	19.6	23.3	513.8
C K	23.4	25.0	940.3
N K	53.3	48.9	1782.7
O K	3.2	2.6	92.8
CaK	0.4	0.1	16.8

(r) EDS Spot 2

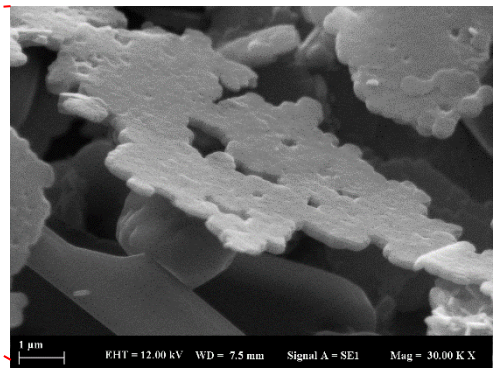
Şekil 3.26 A70GT10C10 numunesine ait Alan 2 SEM/EDS görüntüleri



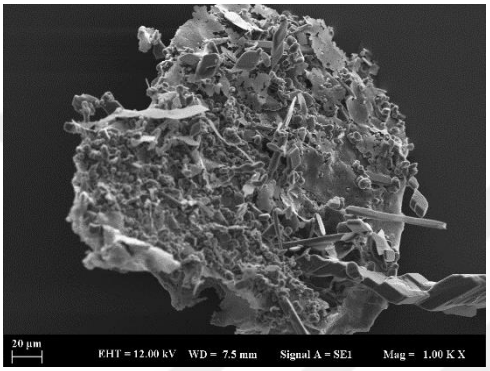
Şekil 3.27 A80GT10C10 numunesine ait SEM analiz görüntüleri



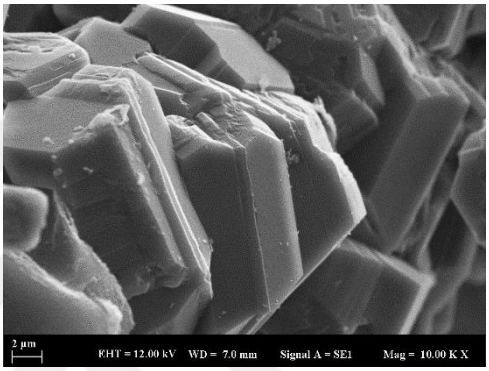
(g)



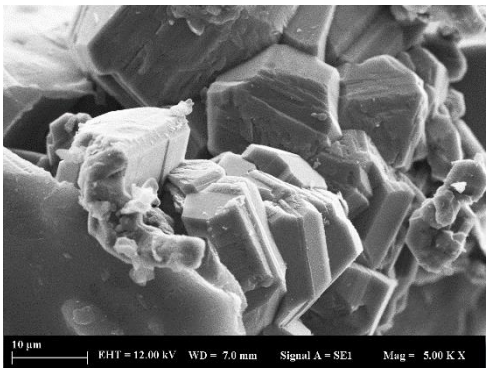
(h)



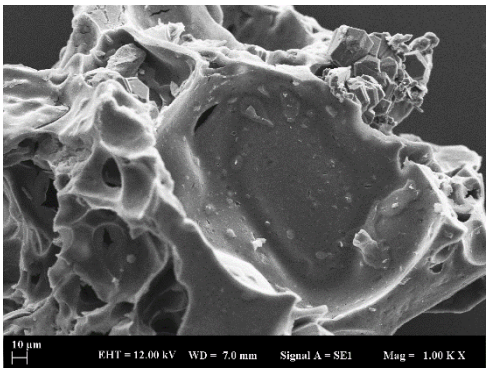
(i)



(j)

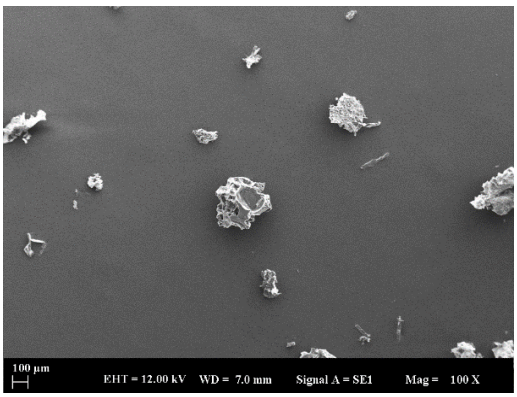


(k)



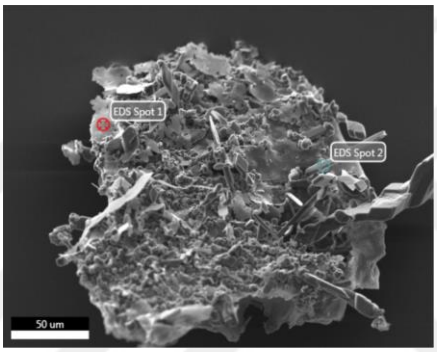
(l)

Şekil 3.27 A80GT10C10 numunesine ait SEM analiz görüntüleri (devamı)

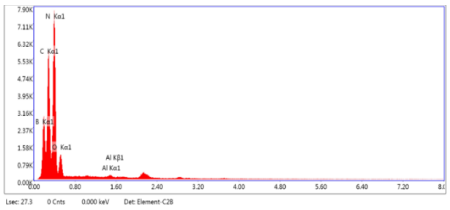


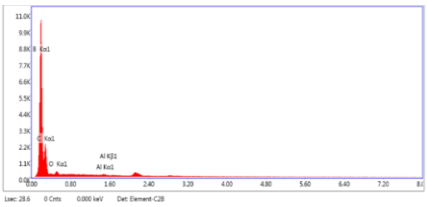
(m)

Şekil 3.27 A80GT10C10 numunesine ait SEM analiz görüntüleri (devamı)



(n) Alan 1





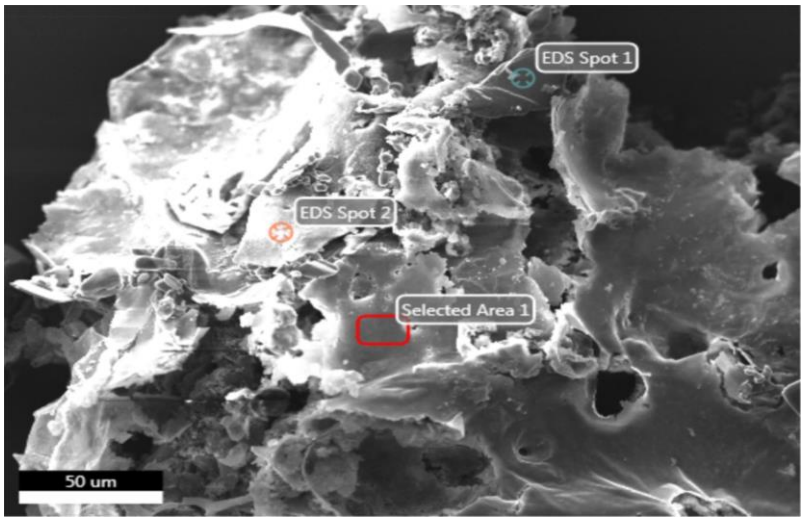
Element	Kütle %	Atomik %	Net Int.
B K	20.7	24.3	699.4
C K	28.6	30.2	1416.7
N K	46.8	42.4	1763.1
O K	3.6	2.9	141.4
AlK	0.3	0.2	46.6

(o) EDS Spot 1

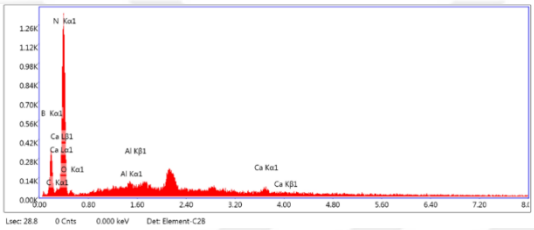
Element	Kütle %	Atomik %	Net Int.
B K	63.8	66.7	2209.7
C K	33.7	31.7	405.6
O K	2.0	1.4	76.7
AlK	0.4	0.2	42.4

(p) EDS Spot 2

Şekil 3.28 A80GT10C10 numunesine ait Alan 1 SEM/EDS görüntüleri

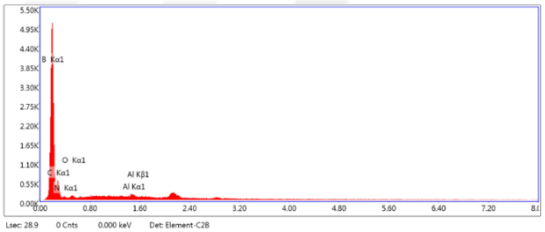


(q) Alan 2



Element	Kütle %	Atomik %	Net Int.
B K	27.5	34.3	61.3
C K	0.0	0.0	0.0
N K	65.9	63.3	279.2
O K	0.0	0.0	0.0
AlK	1.1	0.6	11.4
CaK	5.4	1.8	19.2

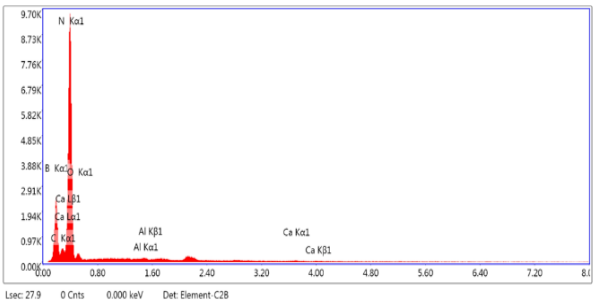
(o) Selected Area 1



Element	Kütle %	Atomik %	Net Int.
B K	78.7	80.9	1044.1
C K	20.2	18.6	70.3
N K	0.0	0.0	0.0
O K	0.2	0.2	3.2
AlK	0.9	0.4	32.1

(p) EDS Spot 1

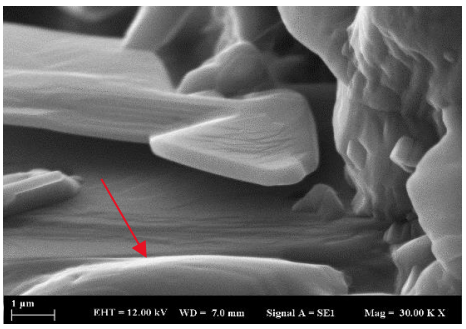
Şekil 3.29 A80GT10C10 numunesine ait Alan 2 SEM/EDS görüntüleri



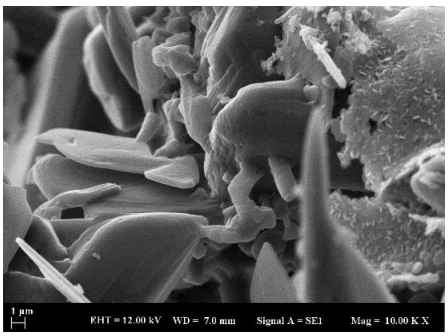
Element	Kütle %	Atomik %	Net Int.
B K	30.9	36.7	606.7
C K	2.6	2.8	54.3
N K	64.9	59.6	2426.2
O K	0.7	0.5	14.6
AlK	0.4	0.2	36.9
CaK	0.5	0.2	14.5

(q) EDS Spot 2

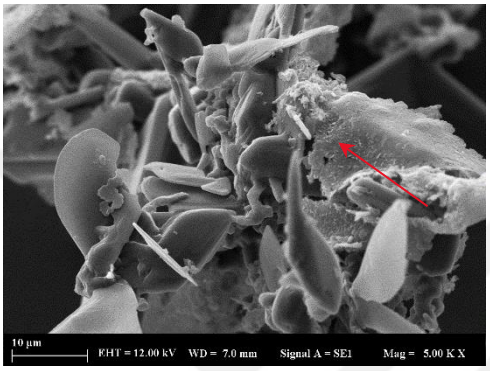
Şekil 3.29 A80GT10C10 numunesine ait Alan 2 SEM/EDS görüntüleri (devamı)



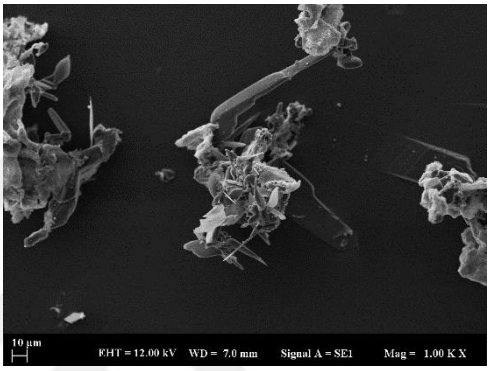
(a)



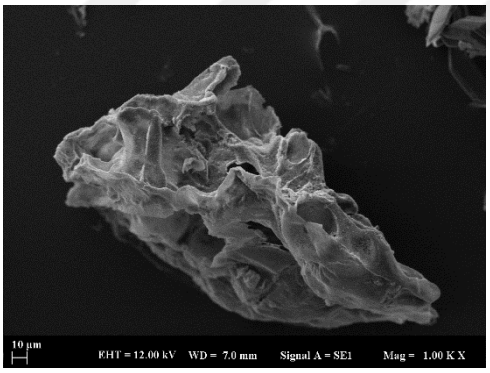
(b)



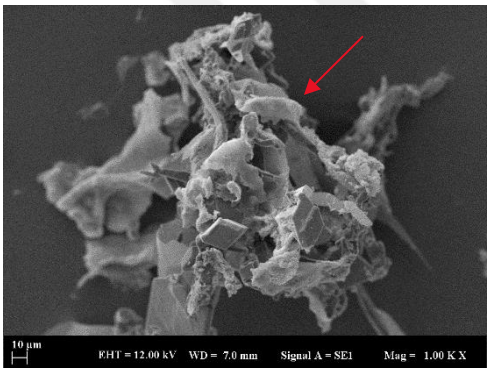
(c)



(d)

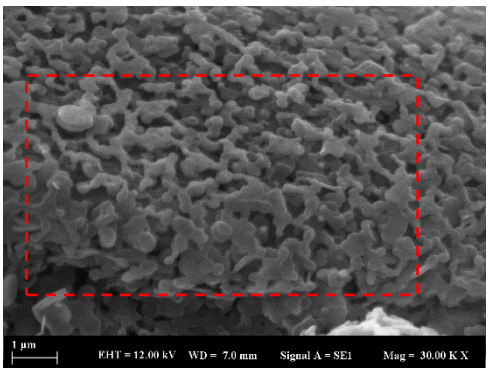


(e)

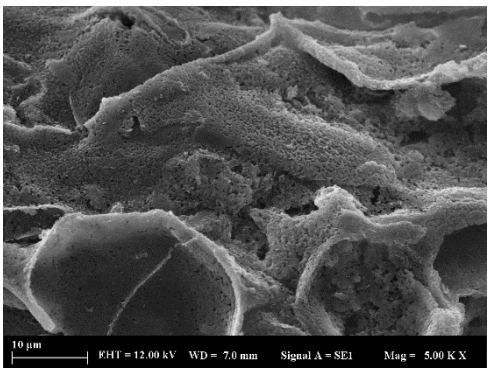


(f)

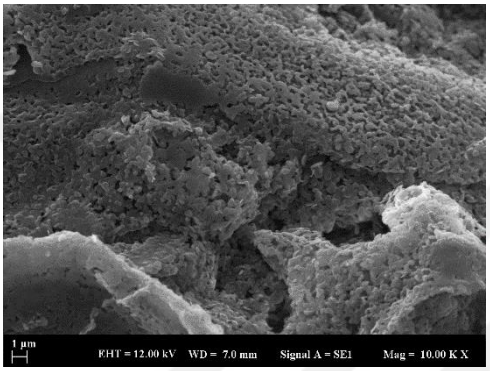
Şekil 3.30 A90GT10C10 numunesine ait SEM analiz görüntüleri



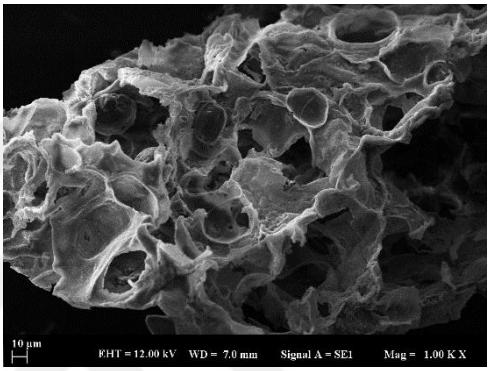
(g)



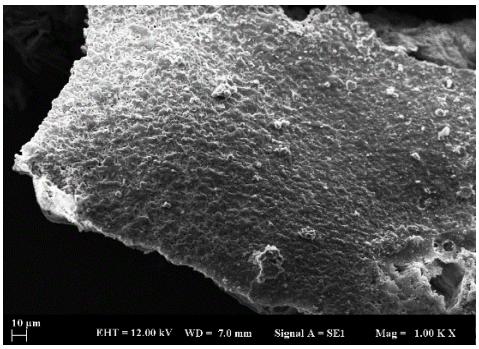
(h)



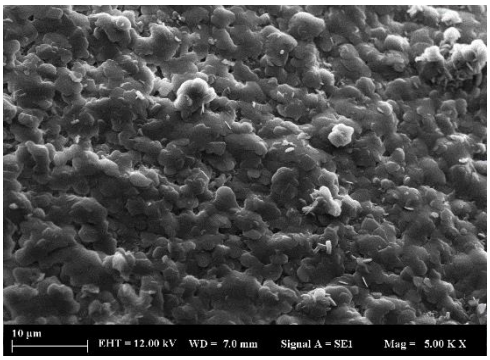
(i)



(j)

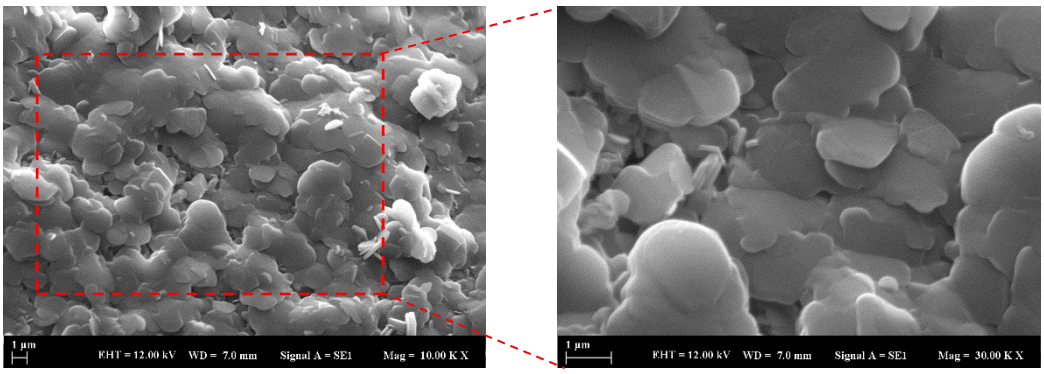


(k)

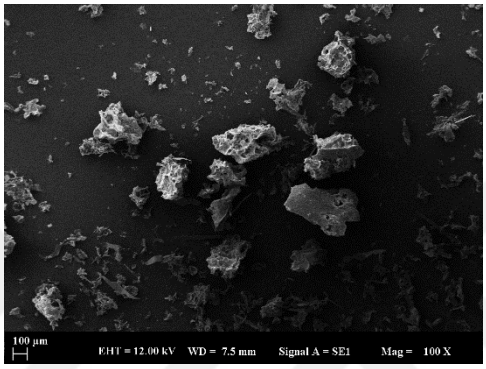


(l)

Şekil 3.30 A90GT10C10 numunesine ait SEM analiz görüntüleri (devamı)

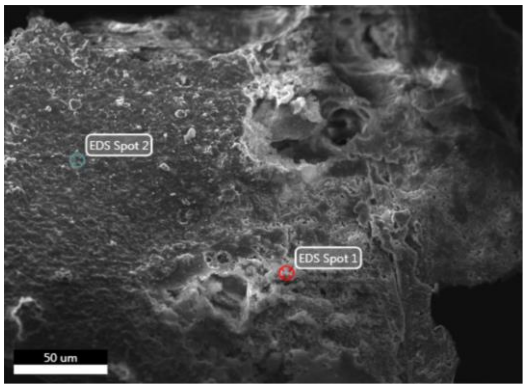


(m) (n)

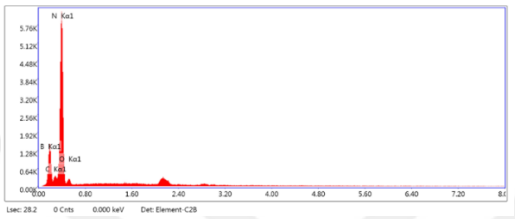


(o)

Şekil 3.30 A90GT10C10 numunesine ait SEM analiz görüntüleri (devamı)

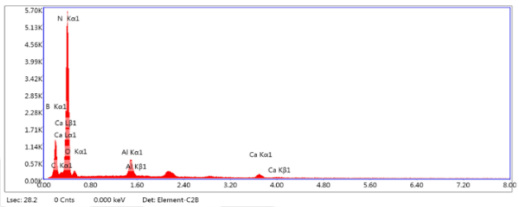


(p) Alan 1



Element	Kütle %	Atomik %	Net Int.
B K	30.2	35.8	371.1
C K	2.6	2.8	34.5
N K	66.9	61.2	1590.3
O K	0.2	0.2	3.0

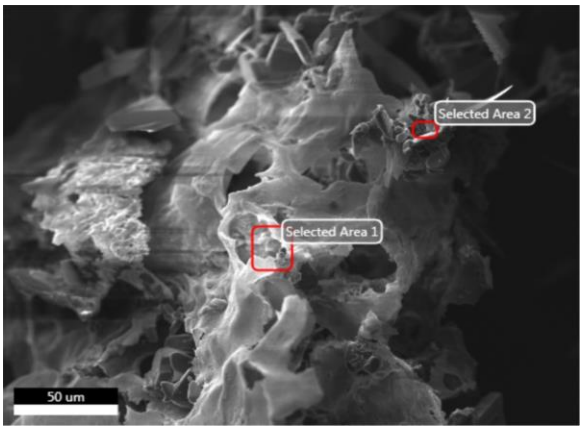
(q) EDS Spot 1



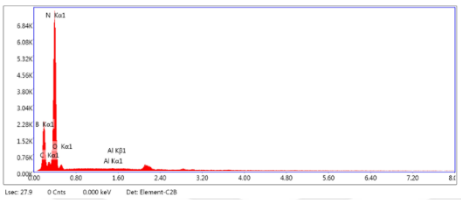
Element	Kütle %	Atomik %	Net Int.
B K	31.4	38.5	324.5
C K	0.0	0.0	0.1
N K	61.7	58.5	1381.2
O K	0.2	0.1	2.3
AlK	3.9	1.9	211.7
CaK	2.8	0.9	53.5

(r) EDS Spot 2

Şekil 3.31 A90GT10C10 numunesine ait Alan 1 SEM/EDS görüntüleri

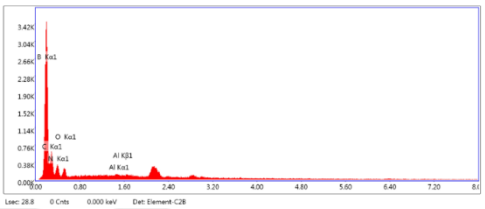


(s) Alan 2



Element	Kütle %	Atomik %	Net Int.
B K	34.3	40.3	564.9
C K	2.2	2.4	34.7
N K	62.6	56.8	1833.5
O K	0.6	0.5	10.7
AlK	0.3	0.1	18.5

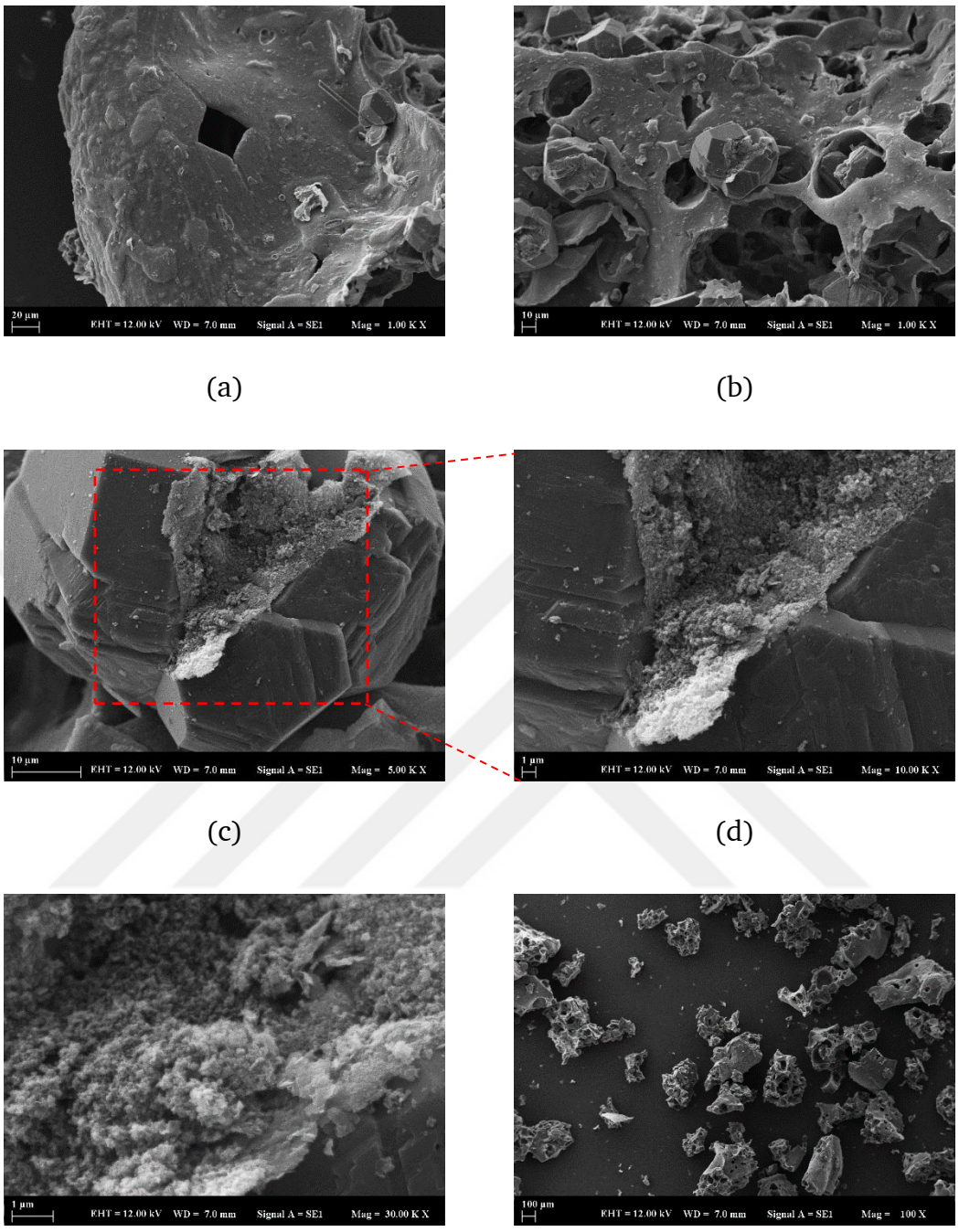
(t) EDS Spot 1



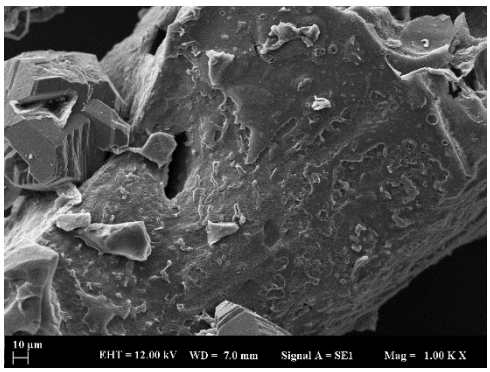
Element	Kütle %	Atomik %	Net Int.
B K	69.0	72.2	731.2
C K	24.1	22.7	83.0
N K	4.0	3.2	18.7
O K	2.3	1.6	27.4
AlK	0.6	0.3	19.5

(u) EDS Spot 2

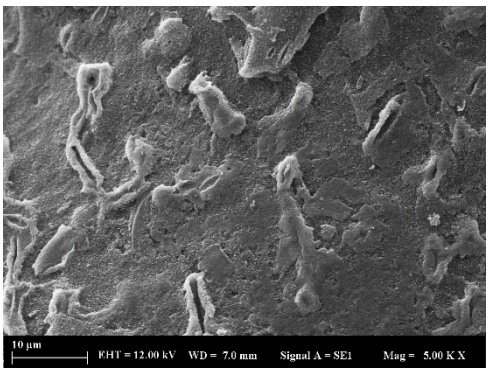
Şekil 3.32 A90GT10C10 numunesine ait Alan 2 SEM/EDS görüntüleri



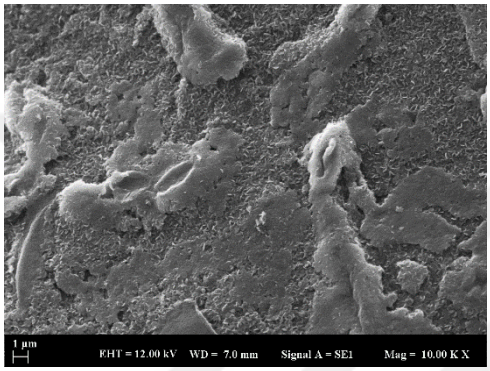
Şekil 3.33 A100GT10C10 numunesine ait SEM analiz görüntüleri



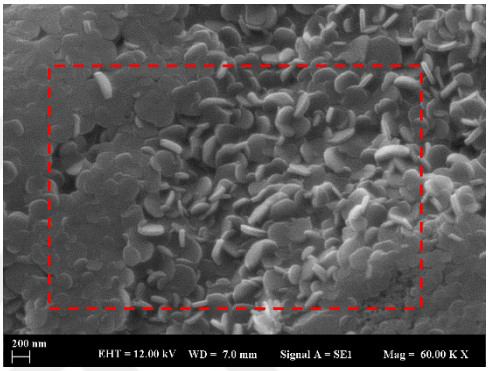
(g)



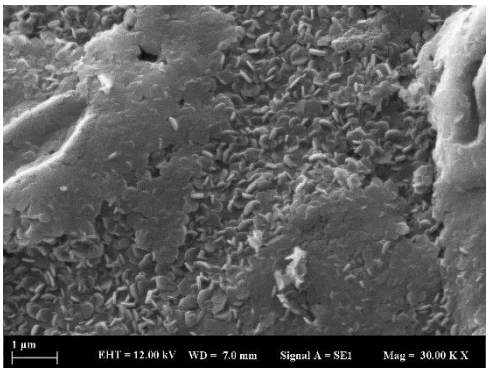
(h)



(i)

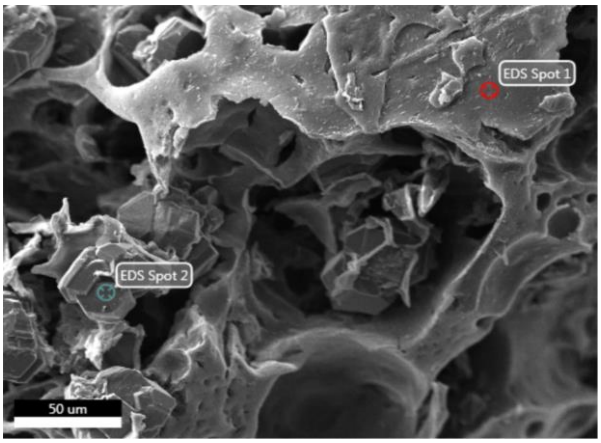


(j)

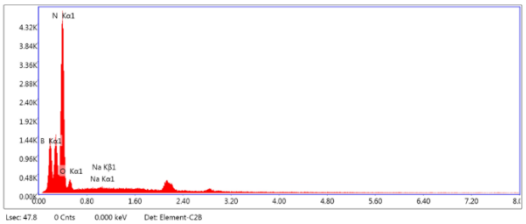


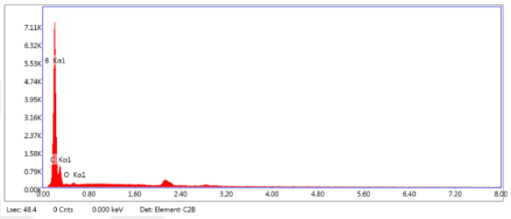
(k)

Şekil 3.33 A100GT10C10 numunesine ait SEM analiz görüntüleri (devamı)



(l) Alan 1





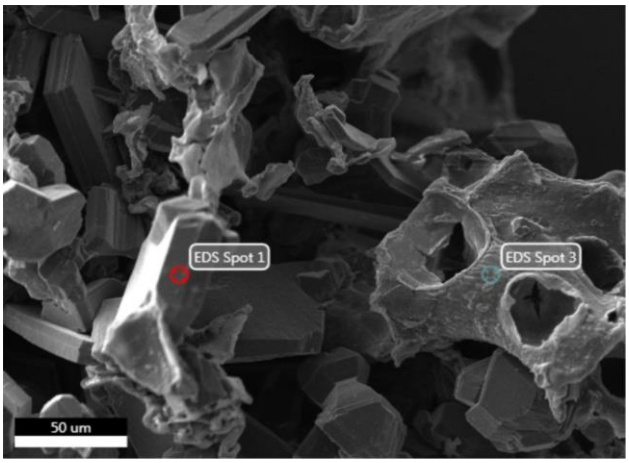
Element	Kütle %	Atomik %	Net Int.
B K	35.4	41.8	206.5
N K	60.7	55.3	676.2
O K	3.0	2.4	20.8
NaK	0.9	0.5	16.2

(m) EDS Spot 1

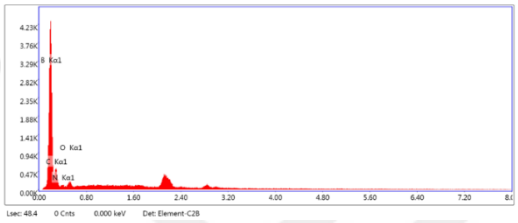
Element	Kütle %	Atomik %	Net Int.
B K	72.0	74.2	861.9
C K	27.3	25.4	91.2
O K	0.6	0.5	7.8

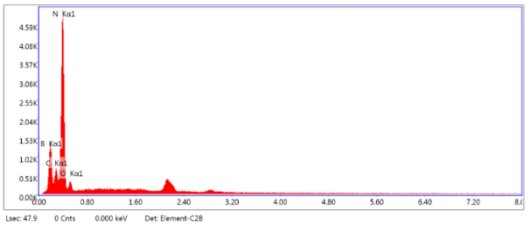
(n) EDS Spot 2

Şekil 3.34 A100GT10C10 numunesine ait Alan 1 SEM/EDS görüntüleri



(o) Alan 2





Element	Kütle %	Atomik %	Net Int.
B K	77.5	79.6	532.6
C K	21.0	19.4	36.6
N K	0.0	0.0	0.0
O K	1.5	1.0	10.5

(p) EDS Spot 1

Element	Kütle %	Atomik %	Net Int.
B K	29.2	34.4	210.6
C K	8.6	9.1	67.7
N K	62.2	56.5	720.4
O K	0.0	0.0	0.0

(q) EDS Spot 3

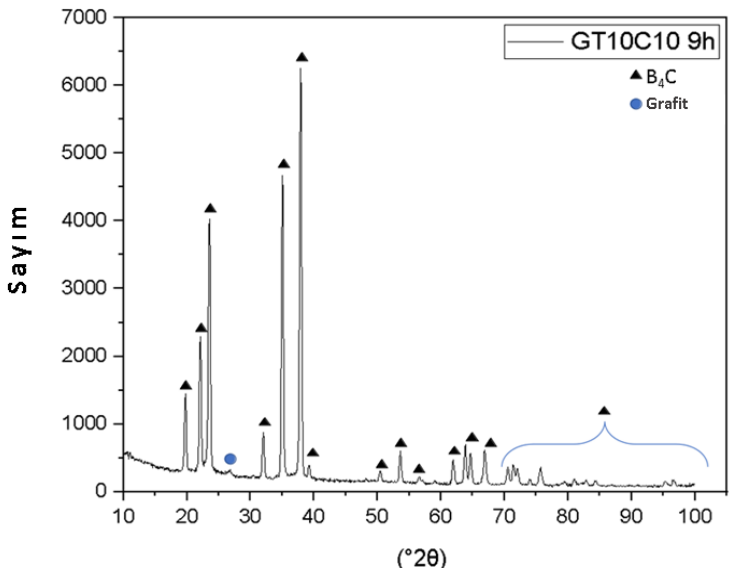
Şekil 3.35 A100GT10C10 numunesine ait Alan 2 SEM/EDS görüntüleri

3.3 APC Katkılı B_4C-BN Numunelerinde Süreç Parametrelerinin Değiştirilmesinin Sonuçlara Etkisinin İncelenmesi

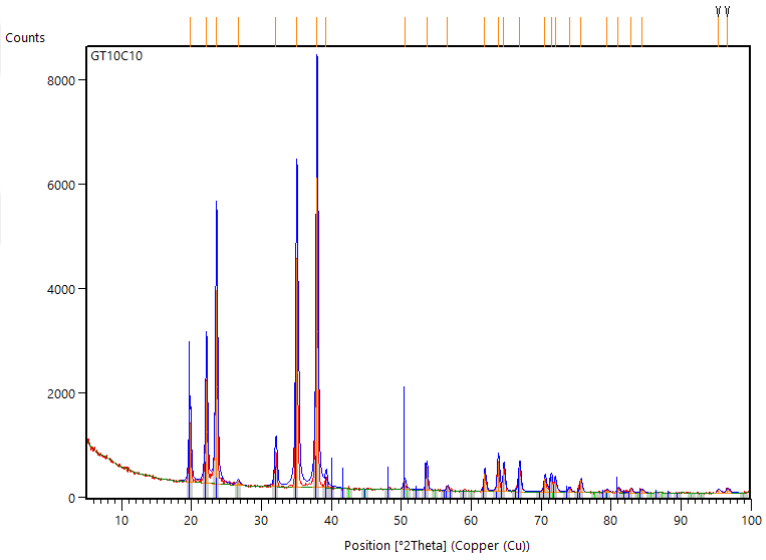
3.3.1 XRD Analiz Sonuçlarının İncelenmesi

Başlangıç malzemelerinin eliminasyonunu sağlamak amacıyla deney parametrelerinde kalsinasyon süresi 6 saat ve piroliz işlemi 3 saat olarak değiştirilmiştir. Önceki bölümde bahsi geçen kalsinasyon sonrası toz yüzeyinde renk değişimine bu çalışmada rastlanmamıştır. Elde edilen prekürsör tozların, sonrasında argon gazı altında 1500°C'de 5 saat süre ile son ısıl işlemi gerçekleştirilmiş ve numunelerin XRD grafikleri Şekil 3.37, 3.38, 3.39, 3.40, 3.41 ve 3.42'de sunulmuştur. APC katkılı numunelerin kalsinasyon ve piroliz süreleri değiştirilirken numunelerin diğer tüm parametrelerinin aynı olmasına özen gösterilmiş, fakat elde olmayan sebeplerden ötürü bu iki grup numune farklı laboratuvarlarda XRD analizine tabii tutulmuştur. Bu kısımda incelediğimiz numunelerin XRD analizleri yapılırken numuneyi cihaza yerleştirmek amacıyla bir polimer altlık kullanılmıştır. Sonrasında bu altlığa ait boş çekim yapılmış ve elde edilen sonuçlardan literatüre uygun olarak çıkartılmıştır. Yine de bazı artık piklere bu polimer altlığın sebep olduğu düşünülmektedir. Bu konu ileride pikler üzerinden de detaylı incelenmiştir. Şekil 3.36 (a)'da verilen GT10C10 numunesinin XRD sonucu incelendiğinde, ısıl işlem sırasında öncü maddenin tam dönüştüğü, boroksit ve amorf karbon gibi artık fazlar kalmaksızın tamamen bor karbüre dönüşüm sağladığı görülmektedir. 23°C civarında çok az miktarda da olsa grafit pikine rastlanmıştır. High Score Plus programı kullanılarak gerçekleştirilen kantitatif analiz sonucunda numunede grafit miktarının %1±5 olduğu bulunmuştur (Şekil 3.36 (b)). A50GT10C10 kodlu numunede B_4C – h-BN dönüşümünün tamamlandığı görülmektedir (Şekil 3.37(a)). 27°C civarında yoğun bir grafit pikine rastlanmıştır. Bu kontaminasyonun son ısıl işlem esnasında kullanılan grafit kroze ve karbon kağıdından gelebileceği düşünülmektedir. Nadiren de olsa numunelerin, çoğunlukla argon gazının akış hızından kaynaklı karbon kağıda hafif şekilde yapışmaları durumu yaşanmıştır. Bu durum, genellikle numunenin fiziksel yollarla temizlenmesi veya deneyin tekrarlanması yoluyla düzeltilmiştir. A50GT10C10 numunesinin kantitatif analizinde B_4C ve h-BN harici

anlamlı bir sonuç elde edilememiştir (Şekil 3.37(b)). Elde edilen B_4C – h-BN oranı %74±5 - %26±5 olarak elde edilmiştir. A60GT10C10 numunesinde 30°C civarında dönüşmemiş öncü maddeye rastlanmıştır (Şekil 3.38(a))[74]. A70GT10C10, A80GT10C10, A90GT10C10 ve A100GT10C10 kodlu numunelerin B_4C – h-BN dönüşümlerinde artış olduğu ve yapılarında boroksit, amorf karbon ya da grafite az da olsa rastlanmadığı dikkat çekicidir (Şekil 3.39(a), Şekil 3.40(a), Şekil 3.41(a) ve Şekil 3.42(a)). APC oranının artmasıyla h-BN dönüşümüne ait piklerde yoğunlaşma, önceki bölümde olduğu gibi burada da görülmektedir. A70GT10C10, A80GT10C10, A90GT10C10 numunelerine ait kantitatif analiz sonucu B_4C – h-BN oranı sırasıyla, %64±5 - %36±5, %62±5 - %38±5, %49±5 - %51±5 olarak elde edilmiştir (Şekil 3.39(b), Şekil 3.40(b) ve Şekil 3.41(b)). Önceki bölümde incelediğimiz APC katkılı numunelerde olduğu gibi belli bir orandan sonra h-BN oranında bir düşüş burada da gerçekleşmiştir. Önceki bölümde h-BN faz dönüşümünde düşüş yaşanması A90GT10C10 numunesinde başlarken burada A100GT10C10 numunesinde gerçekleşmiştir (Şekil 3.42 (a)). A100GT10C10 numunesine ait kantitatif analiz sonucunda B_4C – h-BN dönüşümü, %63±5 - %37±5 olarak elde edildi(Şekil 3.42 (b)). Bu gözlemlerin FT-IR spektrumlarında B-N absorbsiyon zirvelerinin belirlenmiş yoğunluklarıyla ilişkili olduğu söylenebilmektedir. Elde edilen h-BN pikleri, genel olarak tutarlı ve dar olarak gözlemlenmektedir. Sonuçlara bakılarak, kalsinasyon ve piroliz işleminin uzatılmasının, proseste B_4C – h-BN kristalin faz dönüşümlerini desteklediği söylenebilmektedir.



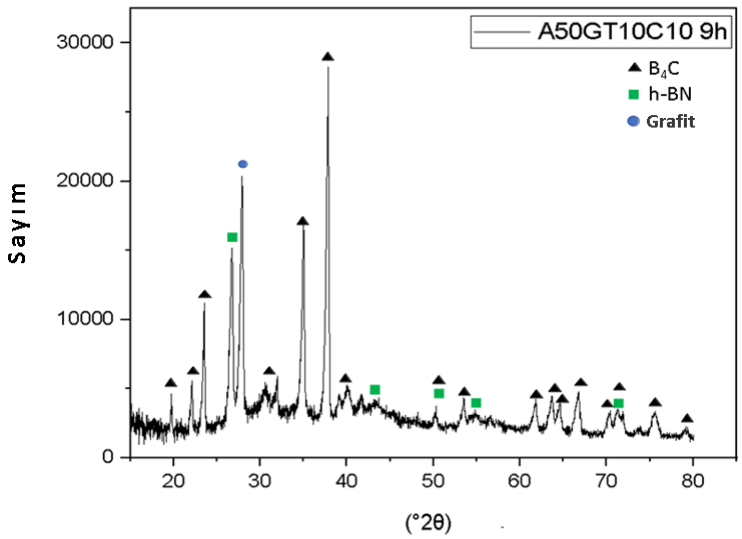
(a)



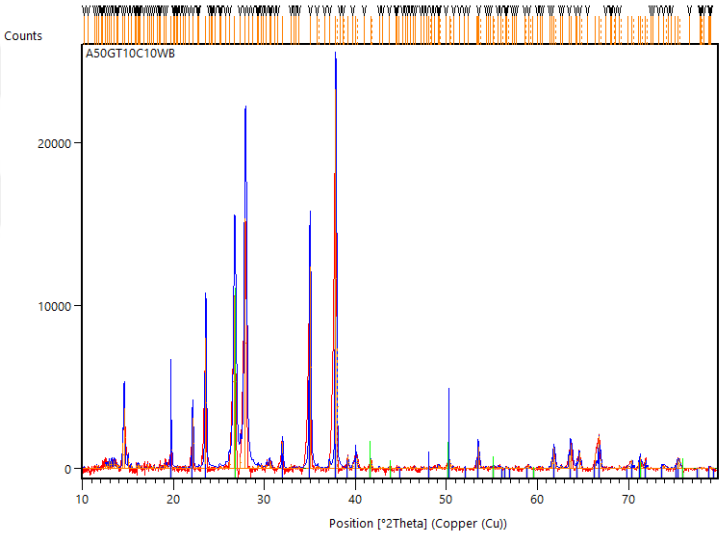
No.	Visi...	Ref. Code	Compound Name	Chemical Formula	Score	SemiQuant [%]	Display Color	Database ID	Subfiles
1	☑	96-412-4698	B4 C	B36.00 C9.00	43	99	Blue	X:\XDR\COD2021...	User Inorganic
2	☑	96-900-0047	Graphite	C8.00	17	1	Lime	X:\XDR\COD2021...	User Inorganic, ...

(b)

Şekil 3.36 (a) GT10C10 numunesine ait XRD grafiği, (b) verinin HighScore plus programı ile kantitatif analizi



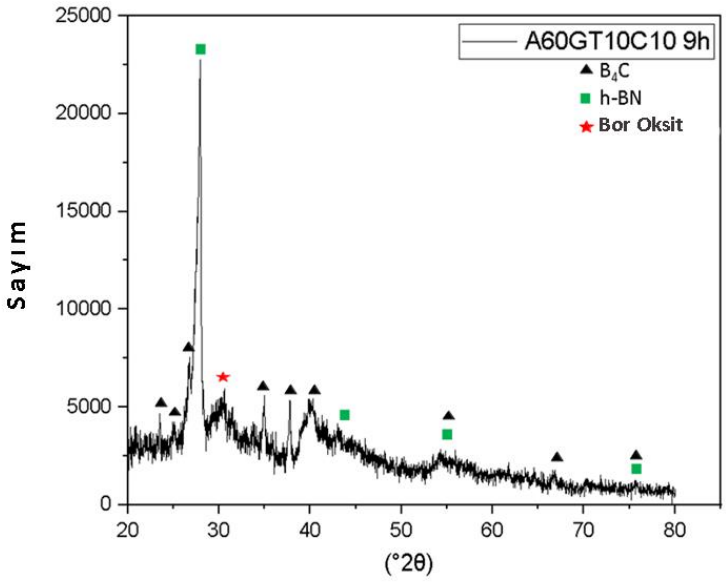
(a)



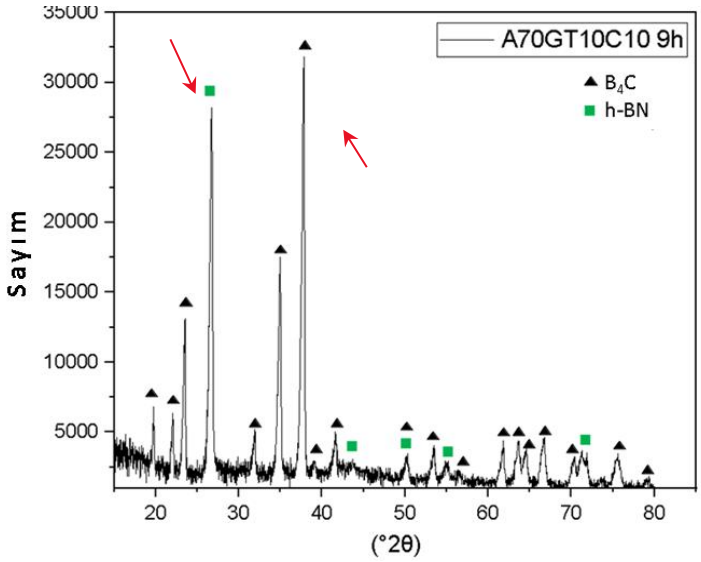
No.	Visi...	Ref. Code	Compound Name	Chemical Formula	Score	SemiQuant [%]	Display Color	Database ID	Subfiles
1	☑	96-412-4698	B4 C	B36.00 C9.00	29	74	Blue	X:\XDR\COD2021...	User Inorganic
2	☑	96-900-8998	9008997	B2.00 N2.00	16	26	Lime	X:\XDR\COD2021...	User Inorganic

(b)

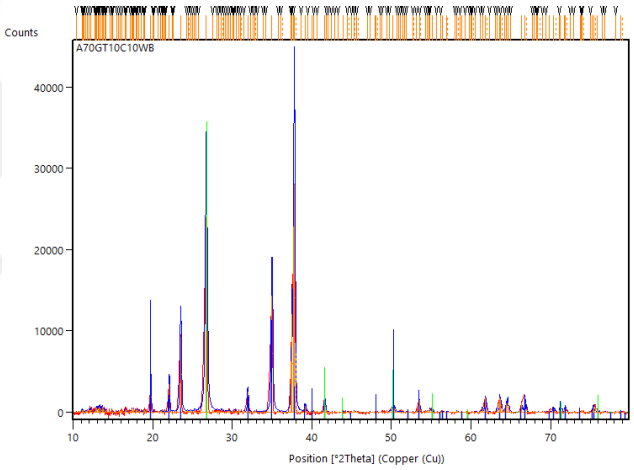
Şekil 3.37 APC katkılı a) A50GT10C10 kodlu numunenin XRD grafiği, b) verinin HighScore plus programı ile kantitatif analizi



Şekil 3.38 APC katkılı, A60GT10C10 kodlu numunenin XRD grafiği



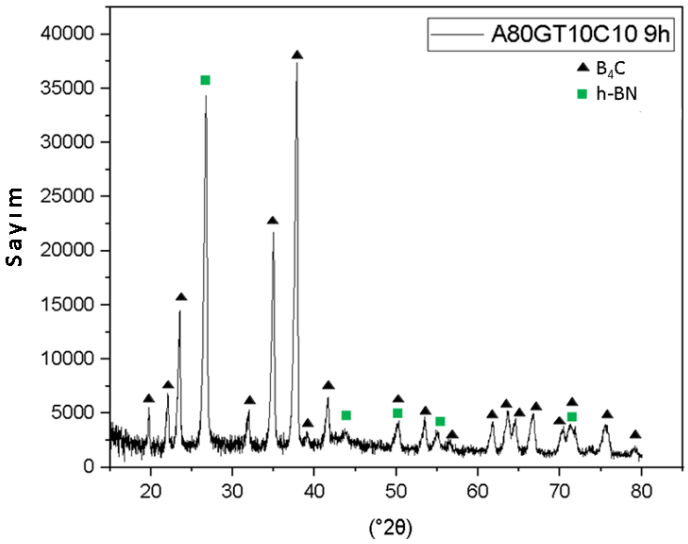
(a)



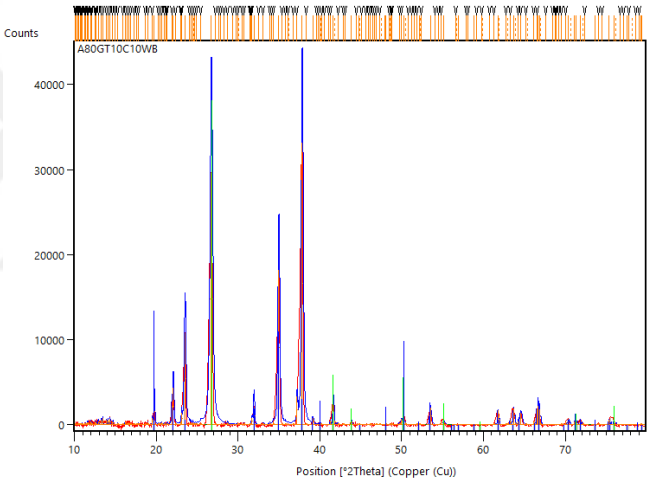
No.	Visi...	Ref. Code	Compound Name	Chemical Formula	Score	SemiQuant [%]	Display Color	Database ID	Subfi
1	☑	96-412-4698	B4 C	B36.00 C9.00	28	64	Blue	X:\XDR\COD2021...	User
2	☑	96-900-8998	9008997	B2.00 N2.00	18	36	Lime	X:\XDR\COD2021...	User

(b)

Şekil 3.39 APC katkılı a) A70GT10C10 kodlu numunenin XRD grafiği, b) verinin HighScore plus programı ile kantitatif analizi



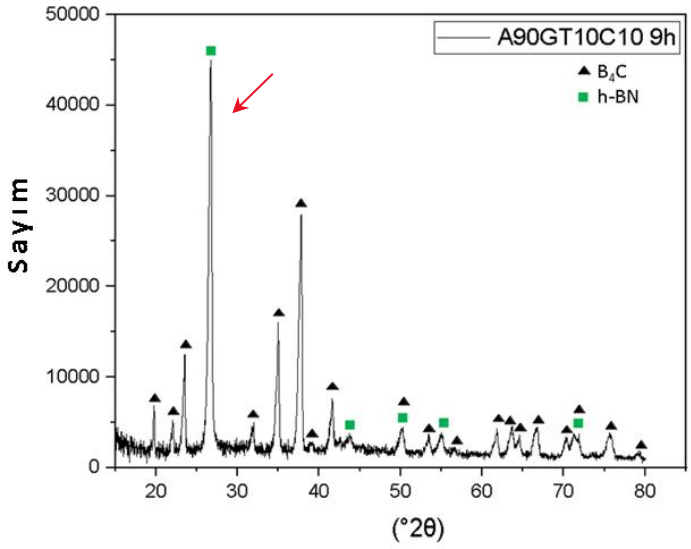
(a)



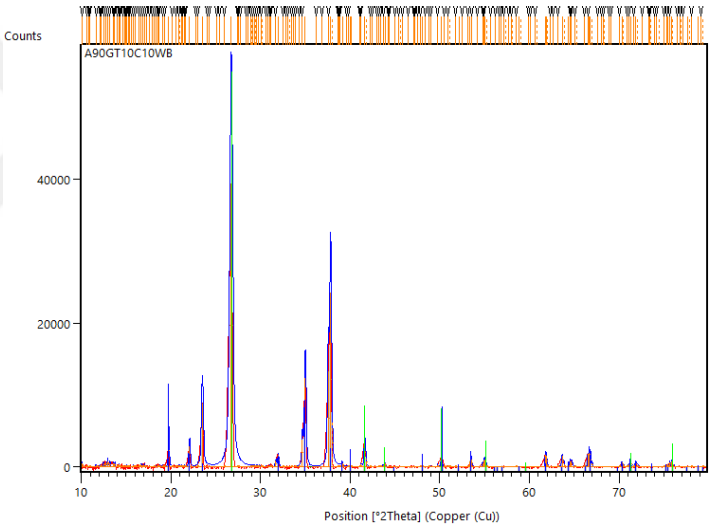
No.	Visi...	Ref. Code	Compound Name	Chemical Formula	Score	SemiQuant [%]	Display Color
1	☑	96-412-4698	B4 C	B36.00 C9.00	27	62	Blue
2	☑	96-900-8998	9008997	B2.00 N2.00	26	38	Lime

(b)

Şekil 3.40 APC katkılı a) A80GT10C10 kodlu numunenin XRD grafiği, b) verinin HighScore plus programı ile kantitatif analizi



(a)

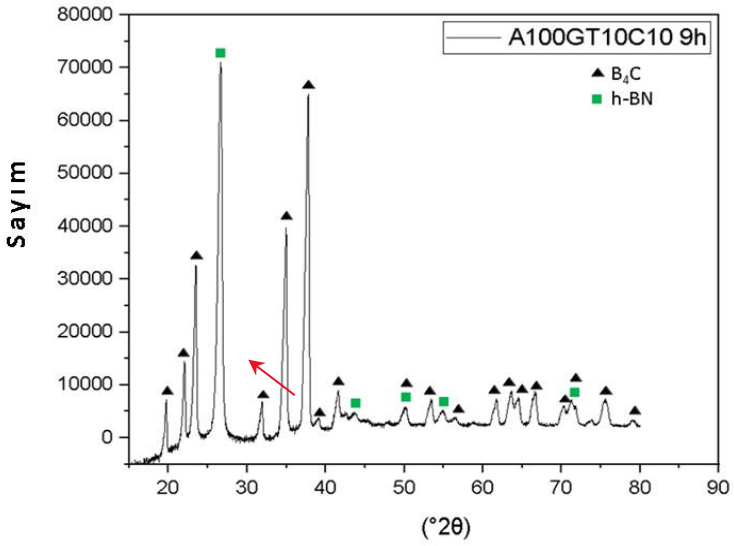


Accepted Pattern:

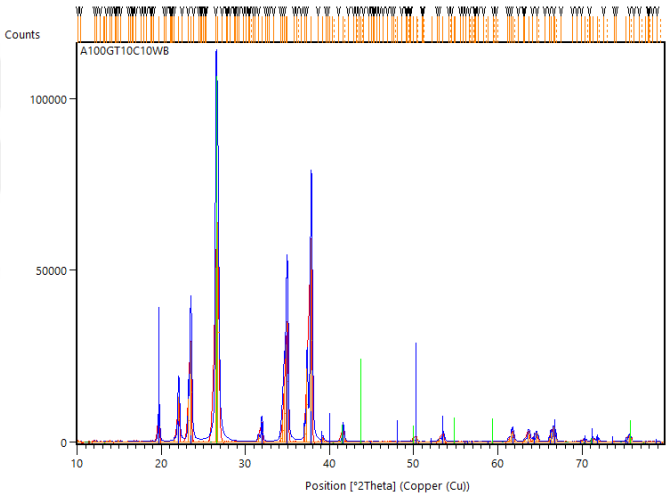
No.	Visi...	Ref. Code	Compound Name	Chemical Formula	Score	SemiQuant [%]	Display Color	Database ID	Subfiles
1	☑	96-412-4698	B4 C	B36.00 C9.00	22	49	Blue	X:\XDR\COD2021...	User Inorganic
2	☑	96-900-8998	9008997	B2.00 N2.00	21	51	Lime	X:\XDR\COD2021...	User Inorganic

(b)

Şekil 3.41 APC katkılı a) A90GT10C10 kodlu numunenin XRD grafiği, b) verinin HighScore plus programı ile kantitatif analizi



(a)



No.	Visi...	Ref. Code	Compound Name	Chemical Formula	Score	SemiQuant [%]	Display Color	Database ID	Subfil
1	☑	COD 96-412-4698	B4 C	B36.00 C9.00	32	63	Blue	X:\XDR\COD2021...	User In
2	☑	COD 96-101-0603	Boron nitride	B2.00 N2.00	25	37	Lime	X:\XDR\COD2021...	User In

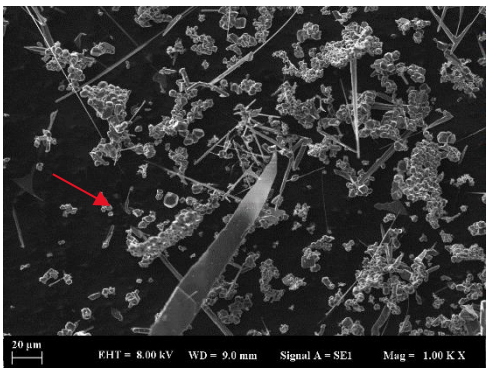
(b)

Şekil 3.42 APC katkılı a) A100GT10C10 kodlu numunenin XRD grafiği, b) verinin HighScore plus programı ile kantitatif analizi

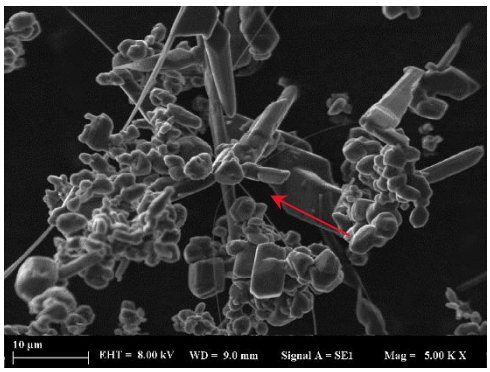
3.3.2 SEM Analizi Sonuçlarının İncelenmesi

Bu bölümde 6 saat kalsinasyon ve 3 saat piroliz işleminin B_4C – BN oluşumuna etkisinin morfolojik sonuçları değerlendirilmektedir. APC katkısız olarak üretilen başlangıç numunesinde kalsinasyon süresi 4 saat olarak belirlenen numuneye göre daha fazla iğne benzeri, kayış benzeri kompleks yapılı hiyerarşik yapılarda bor karbür partikülleri görülmektedir (Şekil 3.43). Sentezlenen bor karbür partikülleri aynı zamanda polyhedral-eş eksenli yapılar da içermektedir. Bu çeşitliliğin sebebi daha önceden de belirtildiği üzere, öncüldeki karbon ve oksijenin homojen dağılmamasından kaynaklanabilmektedir. Şekil 3.43(a) ve (b)'de görüldüğü üzere, çok yüzlü eş-eksenli bor karbür parçalarının parçacık dağılımı oldukça geniş olarak görülmektedir. Burada kalsinasyon süresi 4 saat olan numuneye benzer olarak 10 μm'den büyük parçacıklar da bulunmuş fakat mikron altı parçacıklara daha az rastlanmıştır. GT10C10 nmunesinin SEM-EDS analizleri de Şekil 3.44'te sunulmuştur. Sonuçlarda, yaklaşık B_4C stokiyometrisine sahip çok yüzlü- eş eksenli bor karbür parçacıkların, plaka-kayış benzeri çok yüzlü eş eksenli parçacıklardan, biraz daha fazlo karbon içerdiğini göstermektedir (Şekil 3.44). Tozlarda safsızlığın varlığını gösteren oksijen dışında başka bir ek elemente rastlanmamıştır. Önceki bölümde de belirtildiği üzere, safsızlık olarak bulunan oksijen, bor karbür parçacıklarının yüzey oksidasyonu ile ilgili olabilmektedir. APC içeren numunlerde bor karbürün yanı sıra bor nitrür partiküllerine de rastlanmaktadır. Bor nitrür tozların, bor karbür üzerine yapışık şekilde yayıldığı görülmektedir (Şekil 3.49(g)). Bu partiküllerin homojen dağılımlı olmadığı görülmektedir. Bor nitrür parçacıklarının çoğunlukla kümeler oluşturduğu ve mikron altı boyutta olduğu görülmektedir (Şekil 3.51(a) ve (c)). Bor karbür parçacıklarının üçlü noktalarında bor nitrür parçacıklarının yerleşmesi gözlemlenmektedir (Şekil 3.53(a)). APC katkısının artmasıyla birlikte nispeten daha yüksek miktarlarda bor nitrür oluşumu SEM görüntülerinden açık bir şekilde görülmektedir (Şekil 3.51(a) ve (b)). Daha yüksek büyütmeli görüntülemelerde, pul benzeri bor nitrür parçacıklarının oluştuğu açıkça görülmektedir (Şekil 3.51(a) ve (b) ve 3.49 (d)). Bor nitrür partiküllerinin morfolojisinin, önceki çalımalarda bildirilen SEM görüntüleriyle uyumlu olduğunu bilmekteyiz. Bor

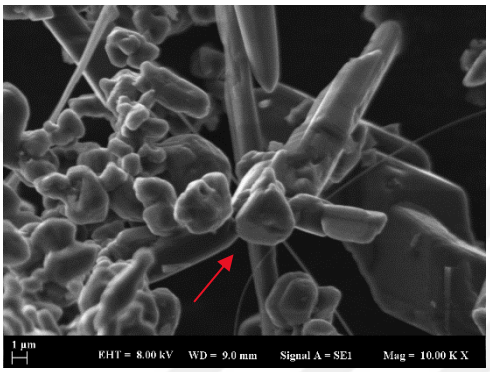
nitrür açısından zengin kısımlarda gözlemlenen süngerimsi yapı literatürde bildirilen kısmen dönüştürülmüş öncülerin SEM görüntülerine benzer yapıda olması burada da görülmektedir[75](Şekil 3.49(g) ve (h)). Prekürsör B_4C – BN fazlarına tam dönüşümü sağlayamadığından prekürsör parçacık bütünlüğünü korumaktadır. APC katkılı numunelerin SEM – EDS analizleri incelendiğinde bor karbür partikülleri üzerinde tespit edilen elemental dağılım, başlangıç kompozisyonu ile aynı olarak bulunmuştur. EDS noktalarında karşımıza çıkan yüksek orandaki azot içeriği, öncül malzemenin tamamen B_4C – BN partiküllerinin üretimi için tüketilemeyeceğini göstermektedir. Bu sebeple de SEM görüntüleri XRD analizleriyle bağlantılı olarak kalıntı fazlar içeren öncül madde bölgeleri sergilerler. Önceki bölümde daha yüksek APC içeriğiyle daha büyük bor karbür partikülleri bulunmuştu. Bu bölümde bu durumun devam ettiği hatta partiküllerin nispeten biraz daha büyük olduğu gözlemlenmektedir. Bununla beraber XRD sonuçlarıyla uyumlu olarak karbon miktarında çok ciddi bir düşüş tespit edilmektedir.



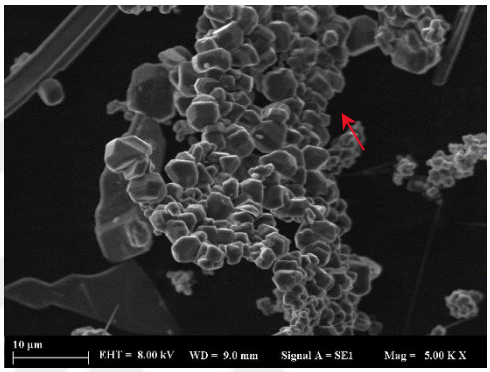
(a)



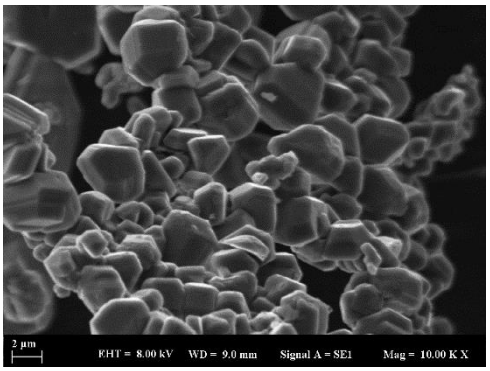
(b)



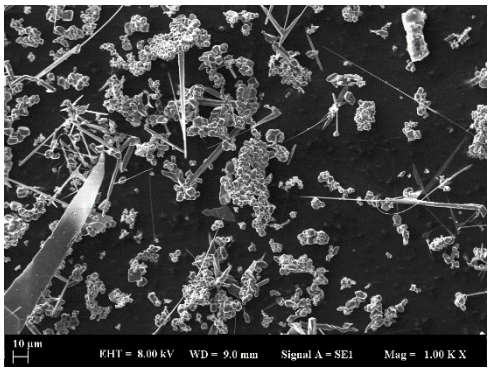
(c)



(d)

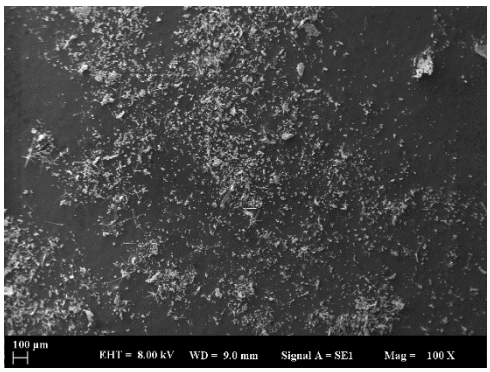


(e)



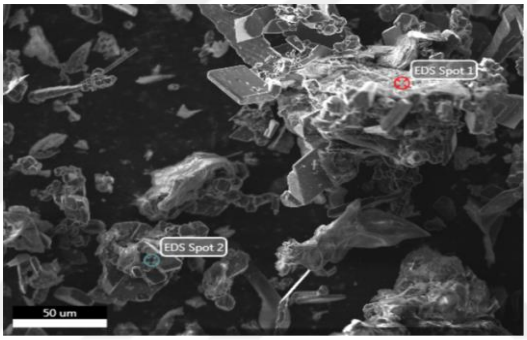
(f)

Şekil 3.43 GT10C10 numunesine ait SEM görüntüleri

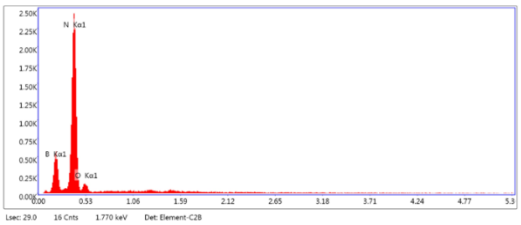


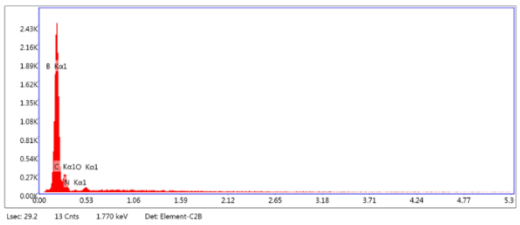
(g)

Şekil 3.43 GT10C10 numunesine ait SEM görüntüleri (devamı)



(h) Alan 1





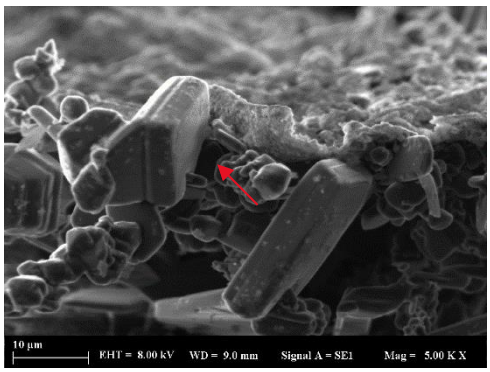
Element	Kütle %	Atomik %	Net Int.
B K	28.4	33.9	129.6
N K	70.3	65.0	590.0
O K	1.3	1.1	6.8

(j) EDS Spot 1

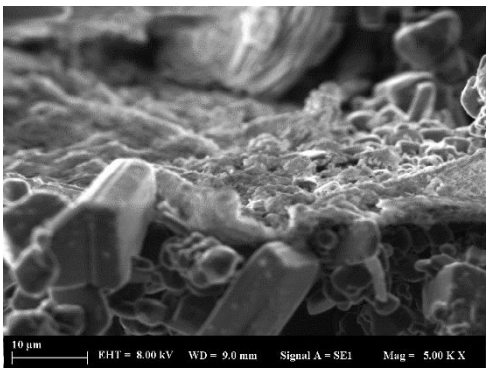
Element	Kütle %	Atomik %	Net Int.
B K	77.3	79.2	472.8
C K	22.0	20.3	48.9
N K	0.0	0.0	0.0
O K	0.7	0.5	4.8

(k) EDS Spot 1

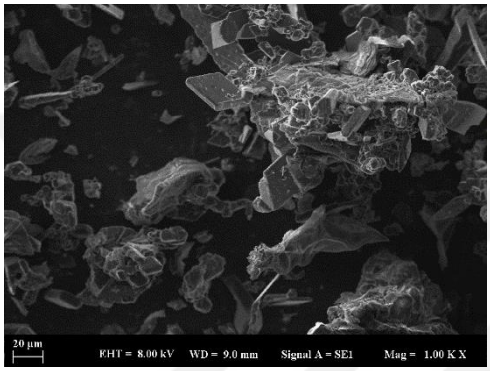
Şekil 3.44 GT10C10 numunesine ait SEM/EDS sonuçları



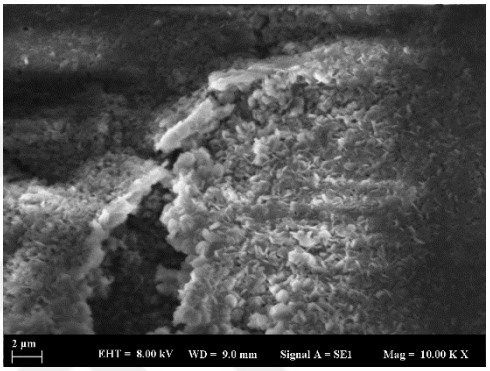
(a)



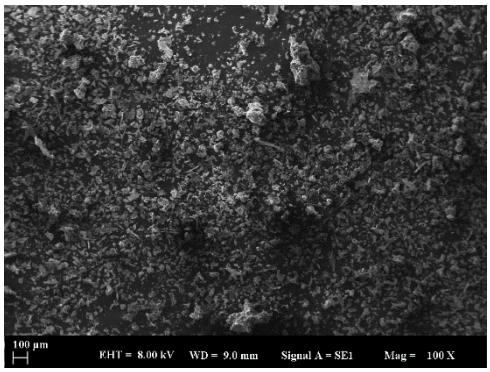
(b)



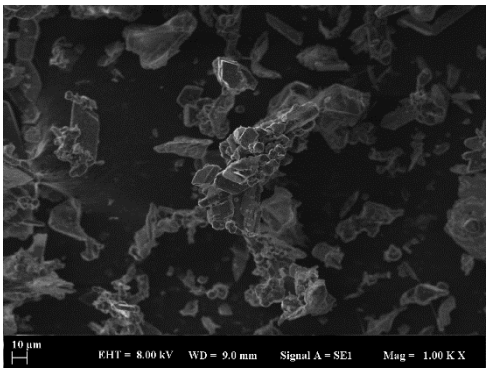
(c)



(d)

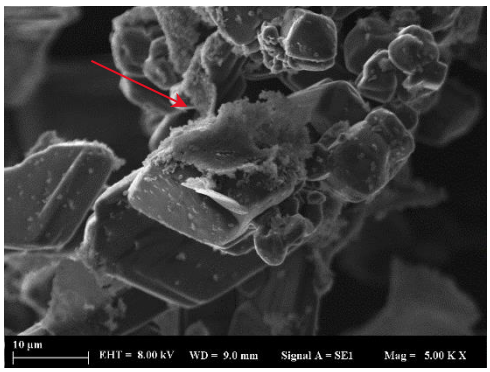


(e)

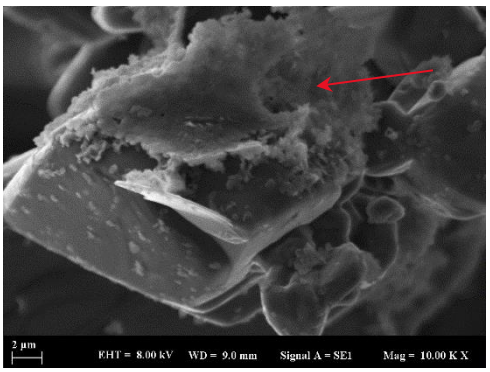


(f)

Şekil 3.45 A50GT10C10 numunesine ait SEM analiz görüntüleri

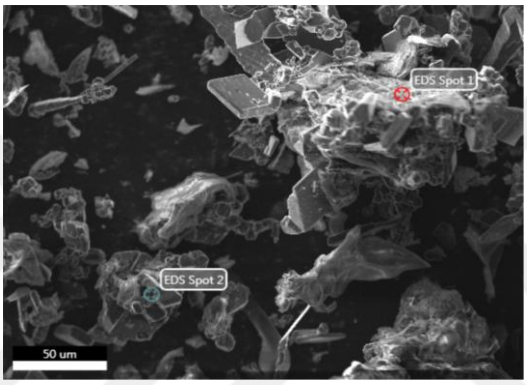


(g)

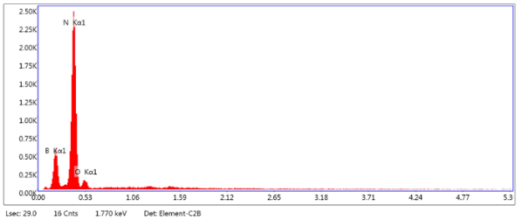


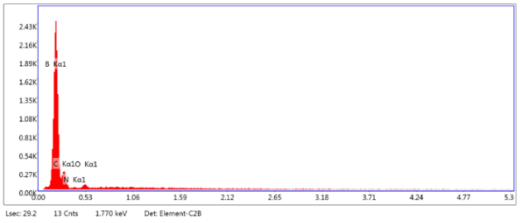
(h)

Şekil 3.45 A50GT10C10 numunesine ait SEM analiz görüntüleri (devamı)



(i) Alan 1





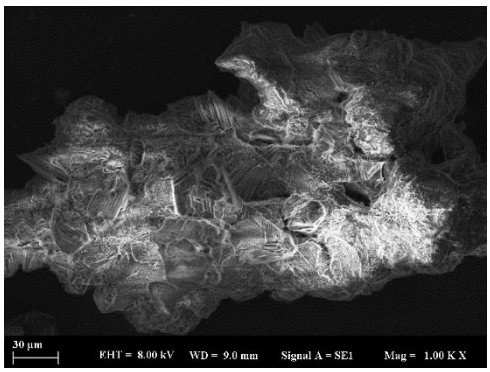
Element	Kütle %	Atomik%	Net Int.
B K	28.4	33.9	129.6
N K	70.3	65.0	590.0
O K	1.3	1.1	6.8

(j) EDS Spot 1

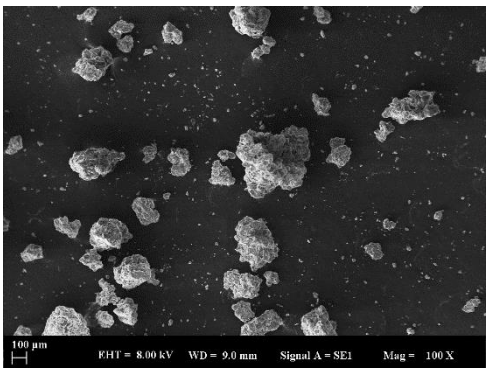
Element	Kütle %	Atomik%	Net Int.
B K	77.3	79.2	472.8
C K	22.0	20.3	48.9
N K	0.0	0.0	0.0
O K	0.7	0.5	4.8

(k) EDS Spot 2

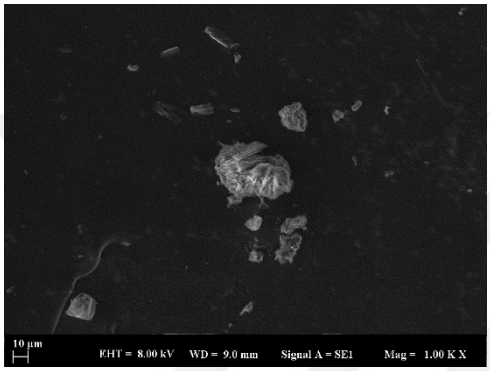
Şekil 3.46 A50GT10C10 numunesine ait SEM/EDS görüntüleri



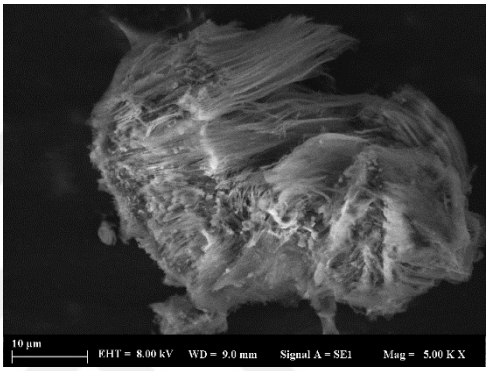
(a)



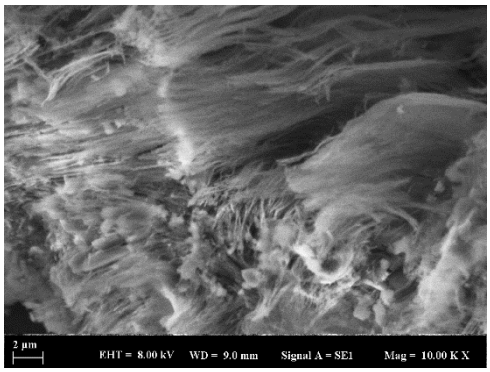
(b)



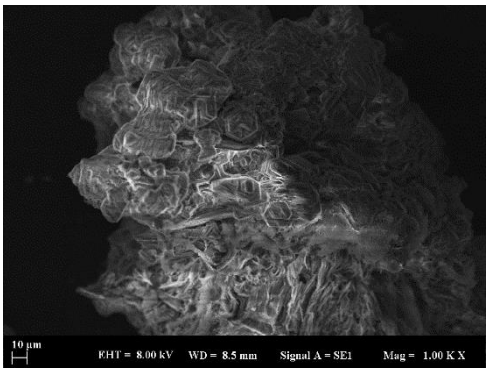
(c)



(d)

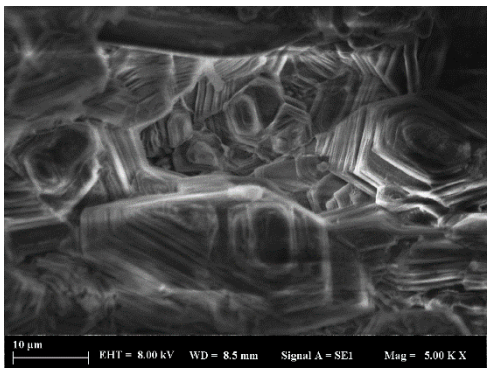


(e)



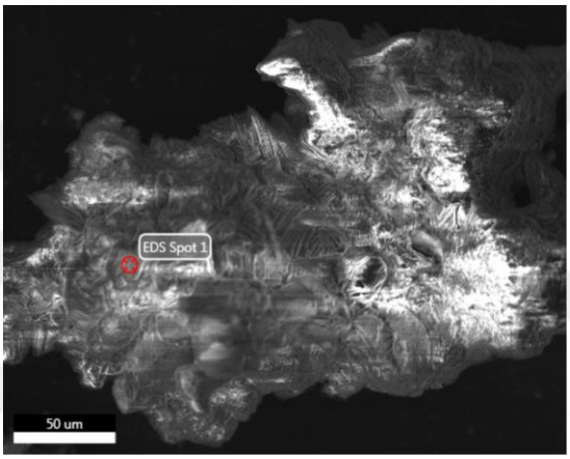
(f)

Şekil 3.47 A60GT10C10 numunesine ait SEM analiz görüntüleri

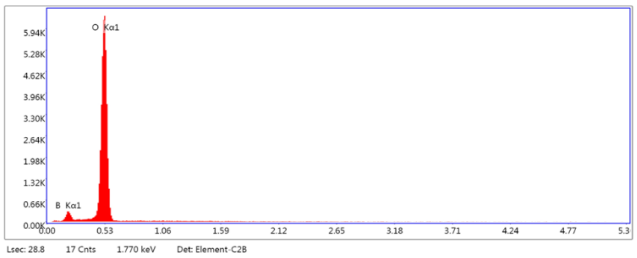


(g)

Şekil 3.47 A60GT10C10 numunesine ait SEM analiz görüntülei (devamı)



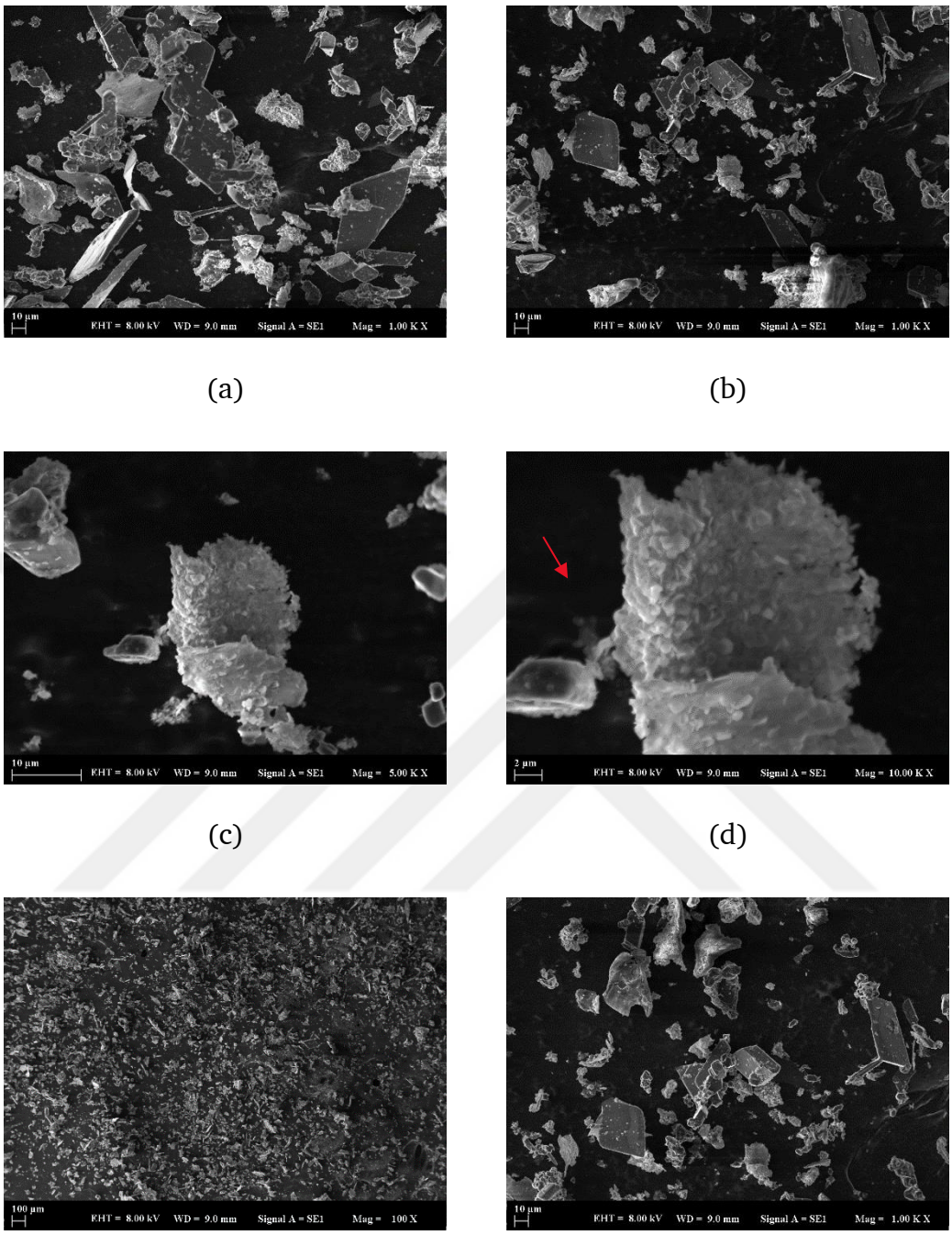
(h)



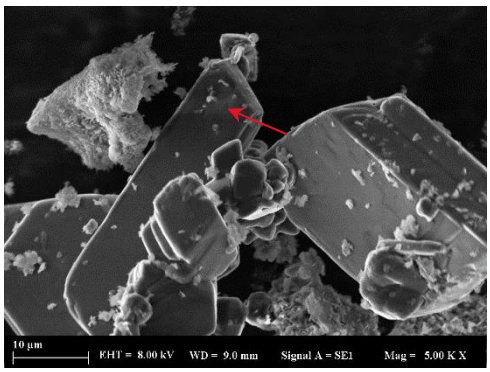
Element	Kütle %	Atomik%	Net Int.
B K	16.8	23.0	63.2
O K	83.2	77.0	1373.2

(i)

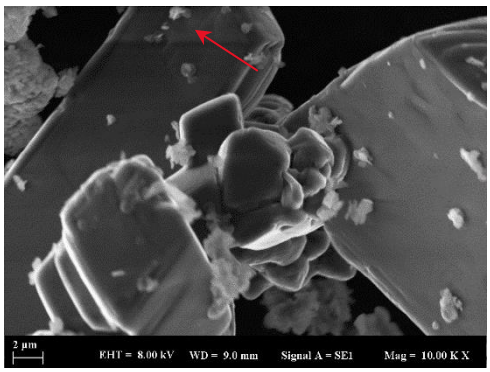
Şekil 3.48 A60GT10C10 numunesine ait SEM/EDS görüntüleri



Şekil 3.49 A70GT10C10 numunesine ait SEM analiz görüntüleri

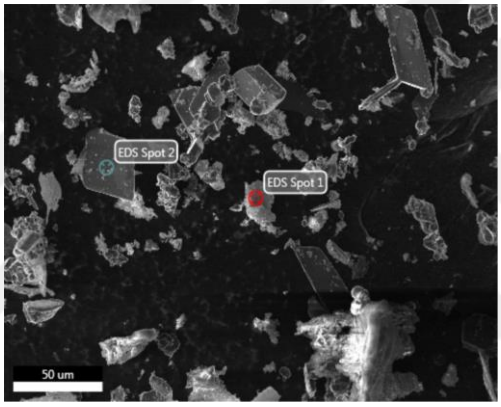


(g)

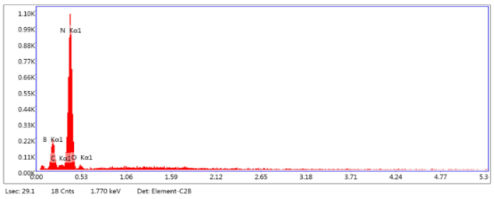


(h)

Şekil 3.49 A70GT10C10 numunesine ait SEM analiz görüntüleri (devamı)

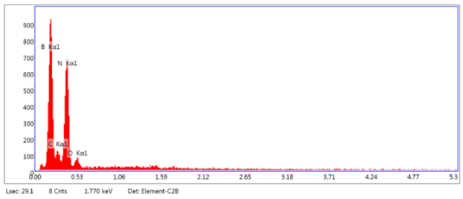


(i) Alan 1



Element	Kütle %	Atomik %	Net Int.
B K	27.1	32.5	46.2
C K	0.1	0.1	0.2
N K	72.8	67.4	231.9
O K	0.0	0.0	0.0

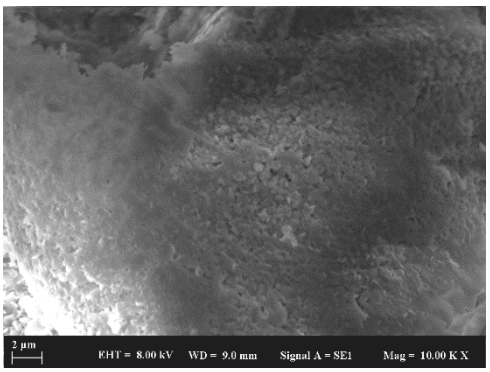
(j) EDS Spot 1



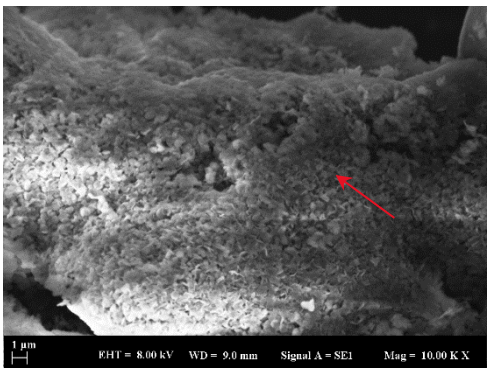
Element	Kütle %	Atomik %	Net Int.
B K	55.8	61.6	205.8
C K	5.3	5.3	12.0
N K	38.0	32.4	138.7
O K	0.9	0.6	3.6

(k) EDS Spot 2

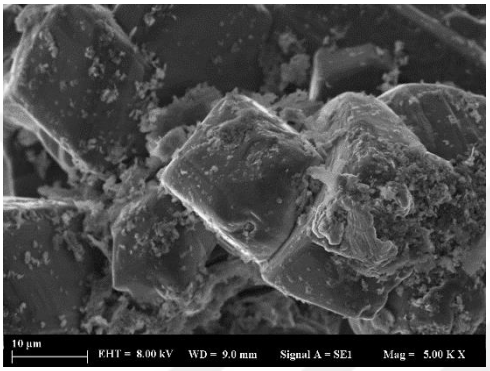
Şekil 3.50 A70GT10C10 numunesine ait SEM/EDS görüntüleri



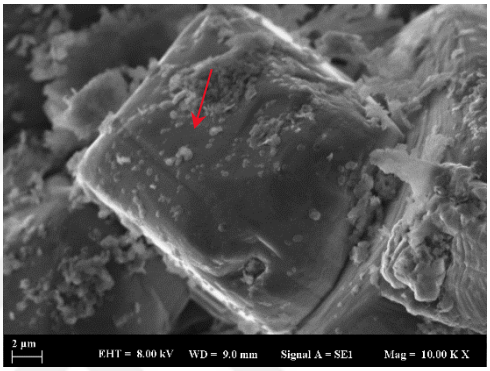
(a)



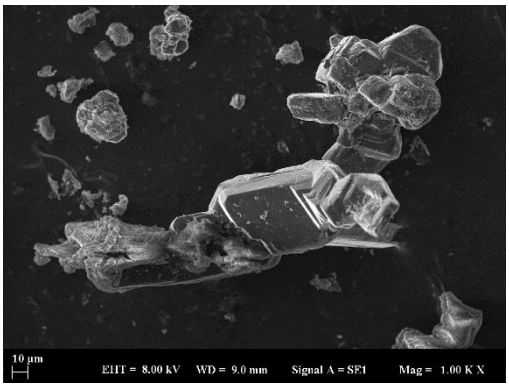
(b)



(c)

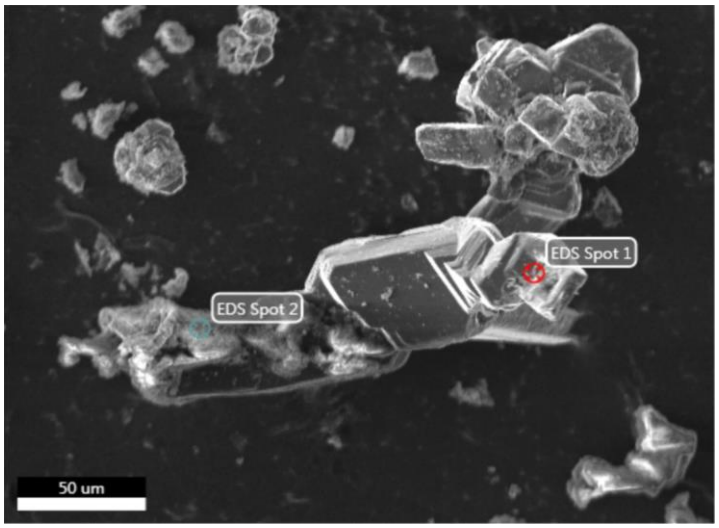


(d)

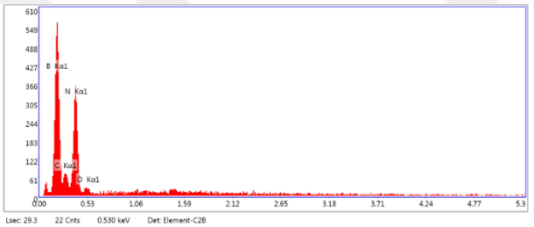


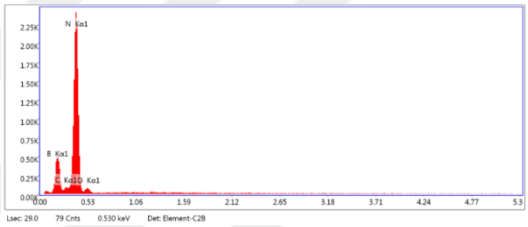
(e)

Şekil 3.51 A80GT10C10 numunesine ait SEM analiz görüntüleri



(f) Alan 1





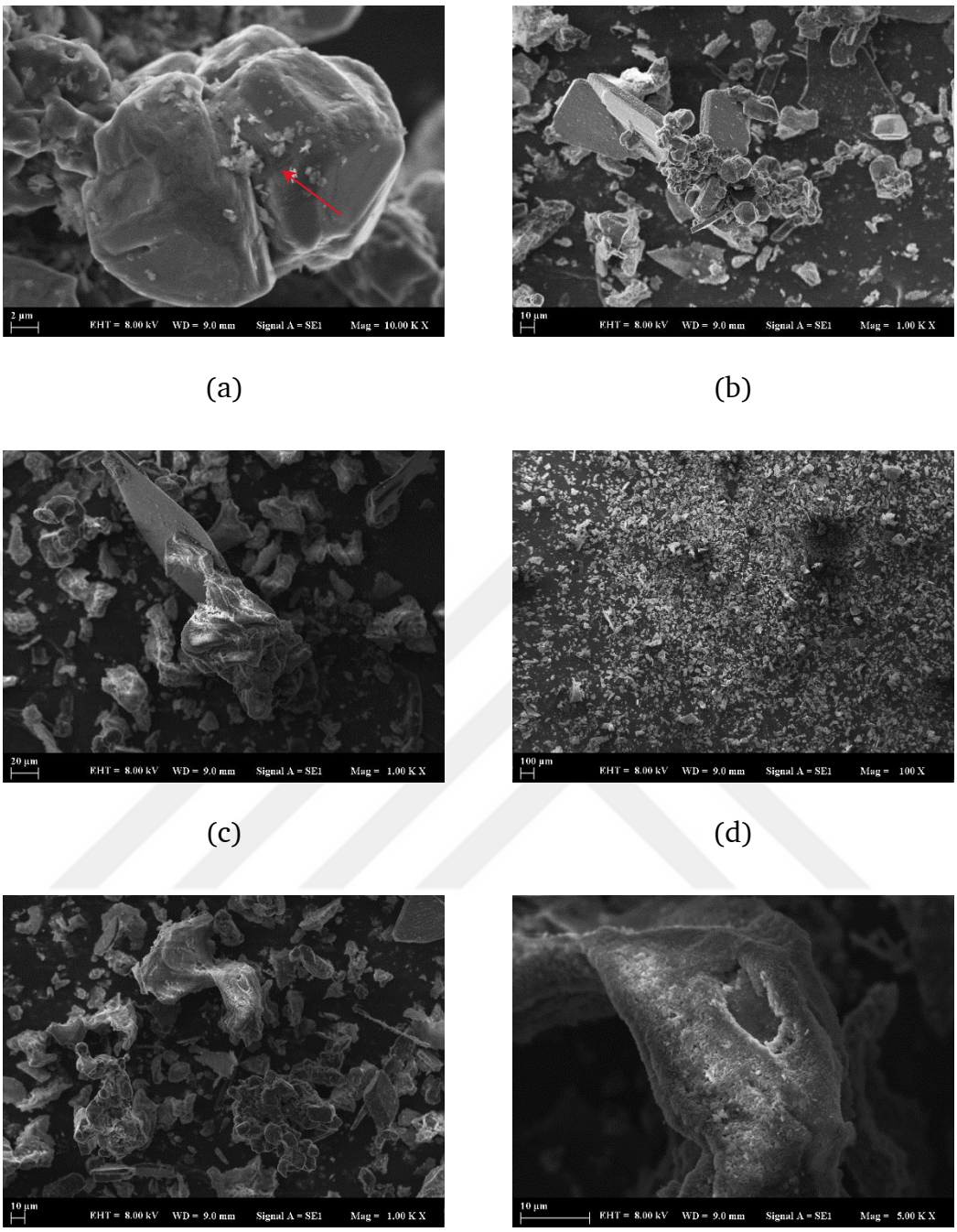
Element	Kütle %	Atomik %	Net Int.
B K	56.7	62.2	111.0
C K	8.8	8.7	10.3
N K	34.1	28.9	60.5
O K	0.3	0.2	0.7

(g) EDS Spot 1

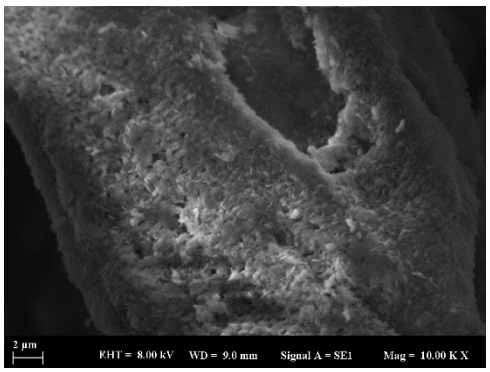
Element	Kütle %	Atomik %	Net Int.
B K	26.8	32.2	111.6
C K	1.5	1.6	8.3
N K	70.5	65.3	534.1
O K	1.2	0.9	5.4

(h) EDS Spot 2

Şekil 3.52 A80GT10C10 numunesine ait SEM/EDS görüntüleri

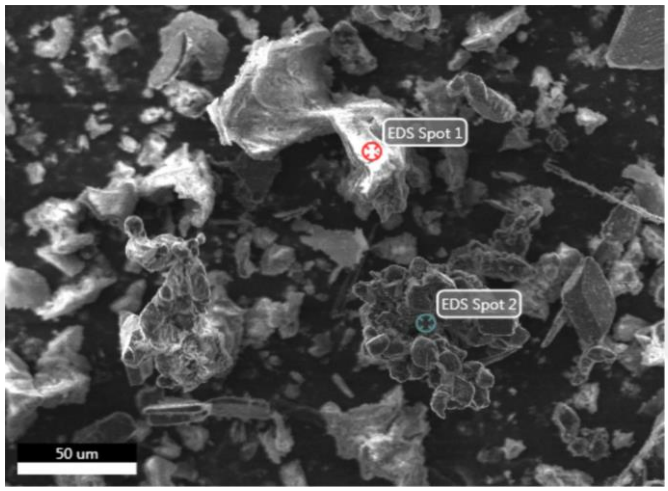


Şekil 3.53 A90GT10C10 numunesine ait SEM analiz görüntüleri

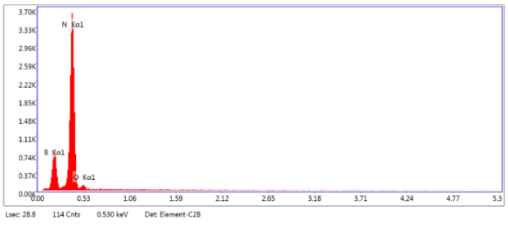


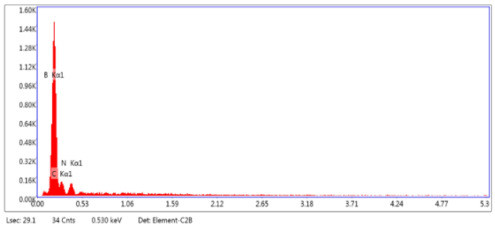
(g)

Şekil 3.53 A90GT10C10 numunesine ait SEM analiz görüntüleri (devamı)



(i) Alan 1





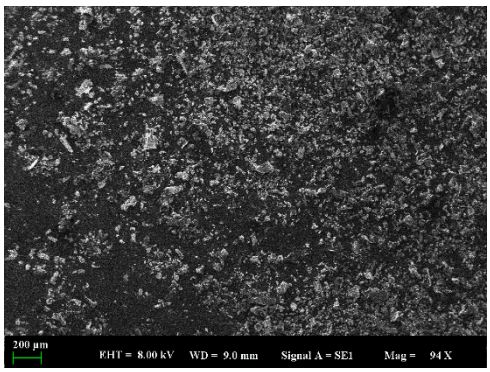
Element	Kütle %	Atomik %	Net Int.
B K	28.8	34.4	199.4
N K	70.4	65.0	887.3
O K	0.8	0.6	6.1

(j) EDS Spot 1

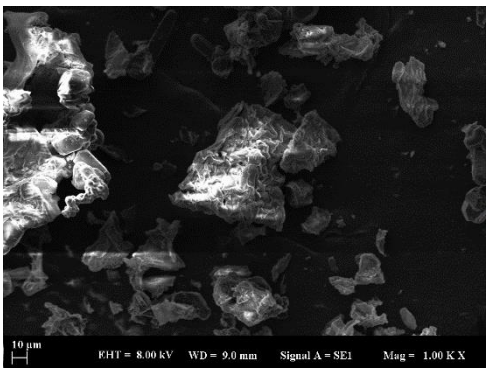
Element	Kütle %	Atomik %	Net Int.
B K	89.8	90.9	331.2
C K	8.8	8.0	9.6
N K	1.4	1.1	2.7

(k) EDS Spot 2

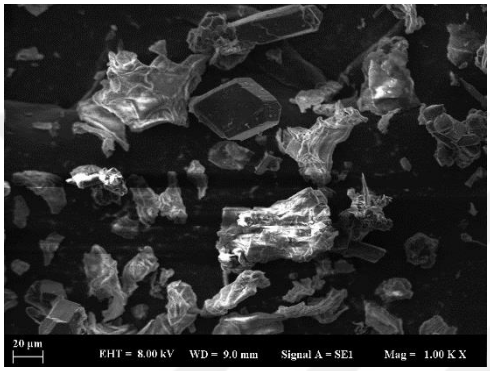
Şekil 3.54 A90GT10C10 numunesine ait SEM/EDS görüntüleri



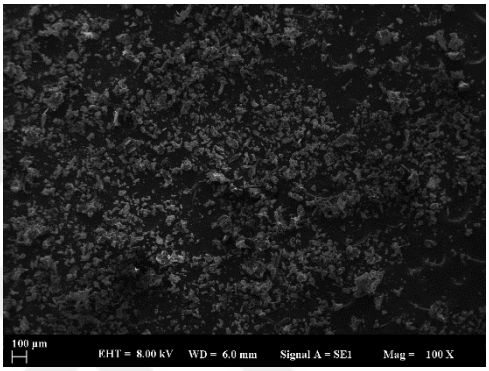
(a)



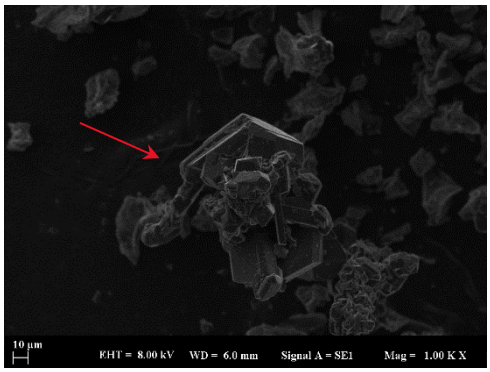
(b)



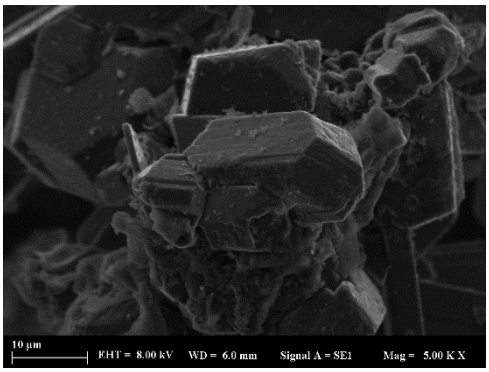
(c)



(d)

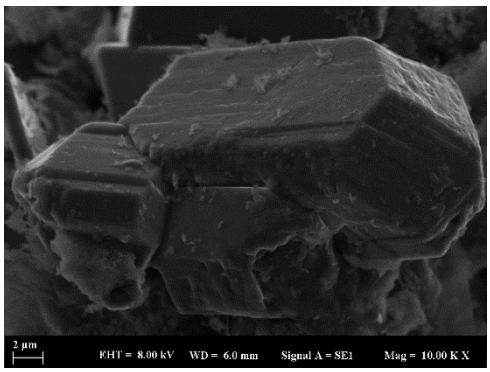


(e)

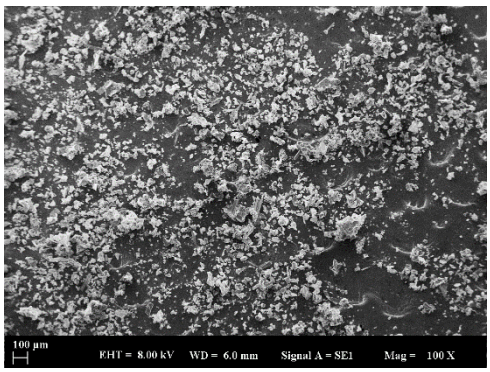


(f)

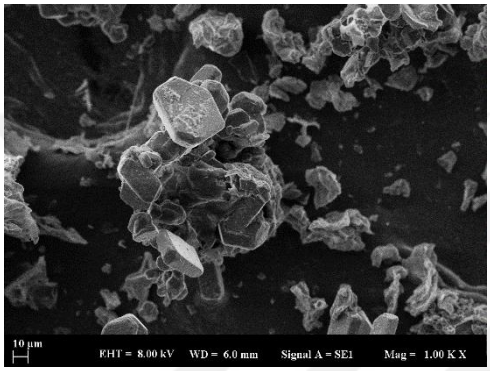
Şekil 3.55 A100GT10C10 numunesine ait SEM analiz görüntüleri



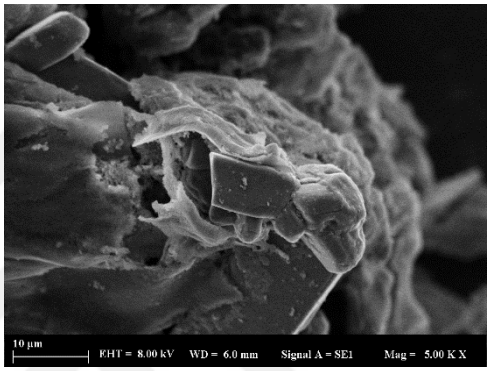
(g)



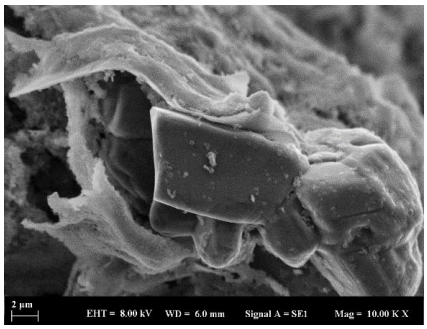
(h)



(i)

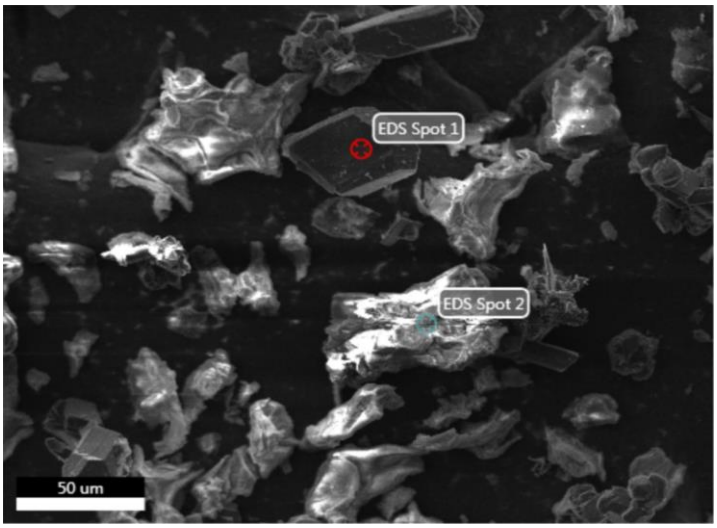


(j)

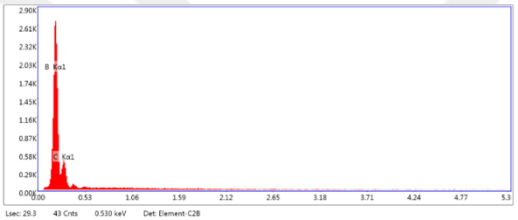


(k)

Şekil 3.55 A100GT10C10 numunesine ait SEM analiz görüntüleri (devamı)

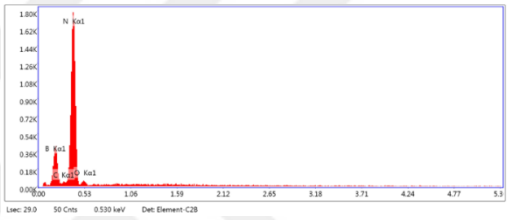


(l) Alan 1



Element	Kütle %	Atomik %	Net Int.
B K	78.1	79.8	597.5
C K	21.9	20.2	59.7

(m) EDS Spot 1



Element	Kütle %	Atomik %	Net Int.
B K	28.5	34.0	86.8
C K	0.0	0.0	0.0
N K	71.2	65.7	396.4
O K	0.3	0.2	1.0

(n) EDS Spot 2

Şekil 3.56 A100GT10C10 numunesine ait SEM/EDS görüntüleri

4
POLİOKSİETİLEN SORBİTAN MONOOLEAT SÜRFAKTAN KATKISININ B_4C TOZ ÜRETİMİNE ETKİLERİNİN İNCELENMESİ

4.1 Tween 80 Katkısının Yoğunlaştırılmış Jel, Prekürsör Toz, B_4C Tozlarının Oluşumuna Etkilerinin İncelenmesi

Tween 80 katkısının bor karbür tozu üzerine etkisi incelendiğinde deney prosesine katıldıktan sonra, Şekil 4.1'de görülen koyu kehribar renkli jellerden de gözlemlendiği üzere, sistemde viskoziteyi dramatik şekilde arttırdığı ve karbonun çok hızlı biçimde yanmasına sebep olduğu görülmektedir.

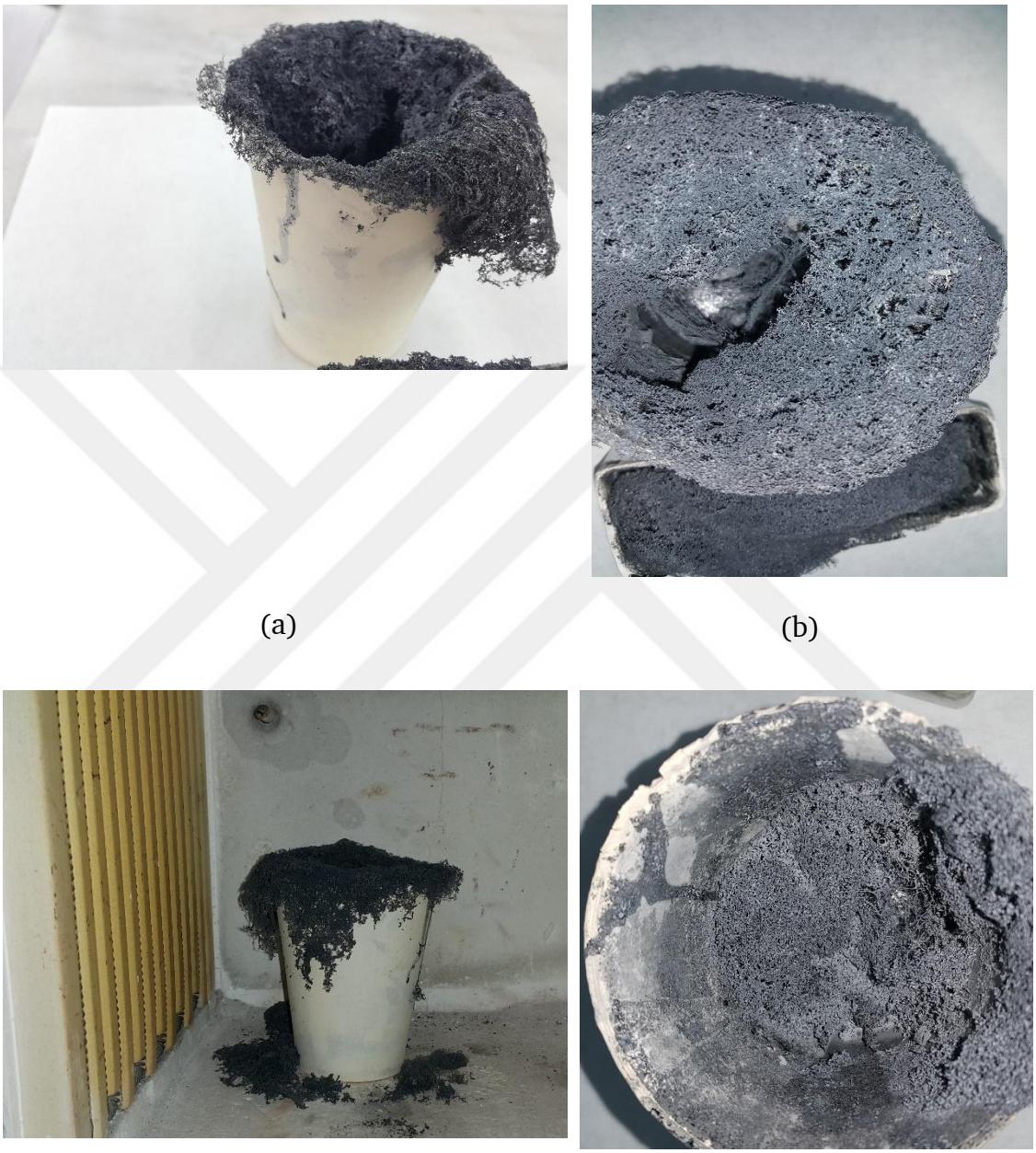


(a) (b)

Şekil 4.1 TWEEN 80 katkılı jellerin fotoğrafları

Tween 80 içeriği başlangıç malzemesini ve karbon fazını oldukça fazla miktarda deney prosesinden uzaklaştırmıştır. Jelin kalsinasyon ve piroliz işlemi sırasında önemli bir kısmı yanarak sistemden uzaklaşmıştır. Bunun yanında, prekürsör

tozda görülen beyazlığın başlangıç fazının dönüşümü olan, B_2O_3 ve yüzeyin oksidasyonu sebebiyle var olduğu düşünülmektedir.

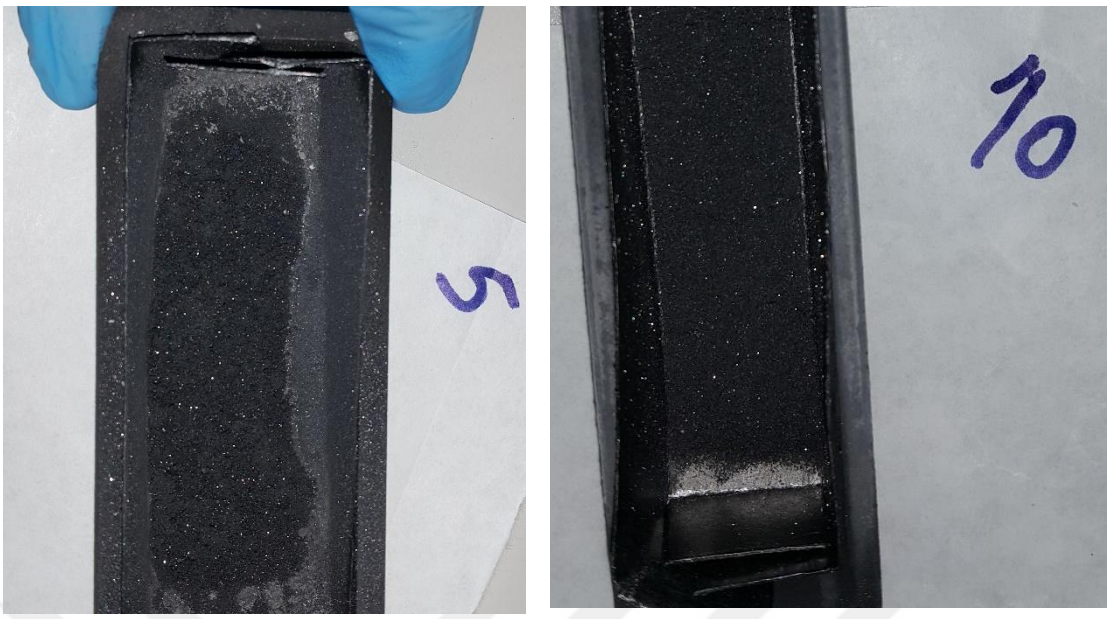


(a) (b)

(c) (d)

Şekil 4.2 Tween 80 içerikli prekürsör tozlar

Tozlar son ısıl işleme girdikten sonra da öncül maddelerin hızla uzaklaşması ve kütle kaybının devam ettiği gözlemlenmiştir (Şekil 4.2). Bunun yanı sıra farklı bir değişikliğe rastlanmamıştır.



(a) (b)

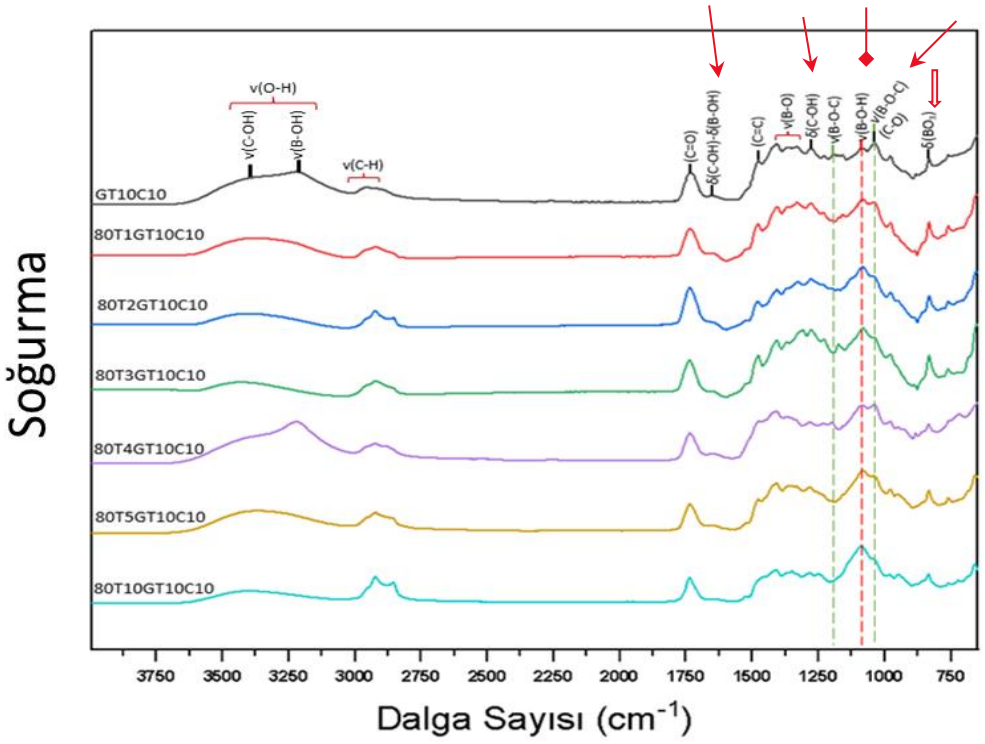
Şekil 4.3 Tween 80 katkısının bor karbür toz üzerine etkisi

4.2 Tween 80 Katkısının B_4C Tozları Üzerine Etkilerinin Karakterizasyon ve Morfoloji Sonuçlarının İncelenmesi

4.2.1 FT-IR Analiz Sonuçlarının İncelenmesi

Tween 80 katkılı numunelerin GT10C10 başlangıç kompozisyonuyla karşılaştırmalı FT-IR spektrumları Şekil 4.4'te sunulmuştur. Tüm jellerin FT-IR spektrumlarında, dalga sayısı bölgelerinde literatürle uyumlu olarak O-H, C-H, C=O, B-O, CH, C–OH ve B–OH bağlarının absorpsiyon zirveleri gözlendi[16,56-60]. GT10C10 başlangıç kompozisyonunda 1192 ve 1039 cm^{-1}'de borat esterlerinin (B-O-C) güçlü karakteristik absorpsiyon zirvelerini gösterir. B-O ve B-O-C bağlarının bir arada bulunması, borik asit ile başlangıç malzemeleri (gliserin, tartarik asit ve sitrik asit) içeren diğer -OH grupları arasında dehidrasyon ve yoğuşma reaksiyonunun meydana geldiğini ve çapraz bağlı bir polimerik jel ağının oluşmasıyla sonuçlandığını gösterir[76]. 3000 – 3625 cm^{-1} aralığında v(C-OH) ve v(B-OH) pikleri görülmektedir. Tween80'nin ağırlıkça artışıyla birlikte bu v(-OH) piklerinde önemli bir düşüş görülmektedir. Bu da jeldeki nemliliğin düşüşünde bir artış olduğunu gösterebilir. Bununla birlikte 80T4GT10C10 numunesinde

istikrarsız olarak v(-OH) bandında ciddi bir artış olmuştur. Bunun deney esnasında gerçekleşen, deney parametrelerinde farkedilmemiş bir farklılıktan kaynaklanabileceği düşünülmektedir. Deney süresinin diğerlerinden daha kısa tutulması ve/veya normalde kullanılandan farklı bir balık tercihinin bu sonucu doğurabileceği düşünülmektedir. 2750 – 3000 cm^{-1} bandı civarında v(C-H) absorbsiyon pikleri görülmektedir[17,77,78]. TWEEN 80 ağırlıkça artışıyla birlikte bu piklerde de artış gözlemlenmiştir. 1750 cm^{-1} civarında görülen güçlü karboksil gruplarının varlığına işaret eden C=O absorbsiyon pikleri TWEEN 80 sürfaktanının ağırlıkça artışıyla bir azalma göstermiştir[17,79]. Başlangıç kompozisyonundaki 1625 cm^{-1} civarındaki C -OH ve B -OH absorbsiyon pikine işaret eden küçük bir omuz, TWEEN 80 ilavesiyle birlikte 80T4GT10C10 numunesine kadar bir artış sonrasında ise azalma göstermiştir. 1500 cm^{-1} civarında görülen pik C=C absorbsiyonuna işaret etmektedir[80]. Başlangıç kompozisyonuna TWEEN 80 ilavesi arttıkça bu pikin şiddetindeki azalma dikkat çekicidir. Kompozisyona yüksek oranda karbon eklenmesine rağmen Tween 80 ilavesiyle birlikte, 1450 – 1200 cm^{-1} civarında görülen, B-O absorbsiyon piklerinde önemli bir artış görülmüştür fakat bu artış 80T4GT10C10 numunesiyle birlikte yerini B-O absorbsiyon piklerinin şiddetinde azalmaya bırakmıştır[19,81]. 1250 cm^{-1} civarındaki C -OH pikinin şiddetinde 80T3GT10C10 numunesindeki ani artış haricinde genel olarak bir düşüş gözlemlenmektedir. 1125 – 950 cm^{-1} civarında gözlemlenen B-O-C piklerinin şiddetindeki artma oldukça dikkat çekicidir. Bu artış, TWEEN 80 sürfaktantının borat ester bağlarını desteklediğini göstermektedir[19,77,82]. 1100 cm^{-1} civarında görülen B -OH absorbsiyon pikinde TWEEN 80 oranının artmasıyla birlikte dramatik bir artış görülmektedir. Bu da jelleşme aşamasında olan dehidrasyonun beklenilen ölçüde gerçekleşmediğini gösterebilir. 870 cm^{-1} civarında da BO_3 absorbsiyon piki görülmektedir. Bu pikin şiddetinde de azalma söz konusudur. Sonuç olarak, başlangıç kompozisyonuna TWEEN 80 ilavesi jelleşme esnasında gerçekleşmesi beklenen borat ester bağlarını desteklemiş ve C=C pikinin şiddetinde dramatik bir azalma oluşturmuştur.

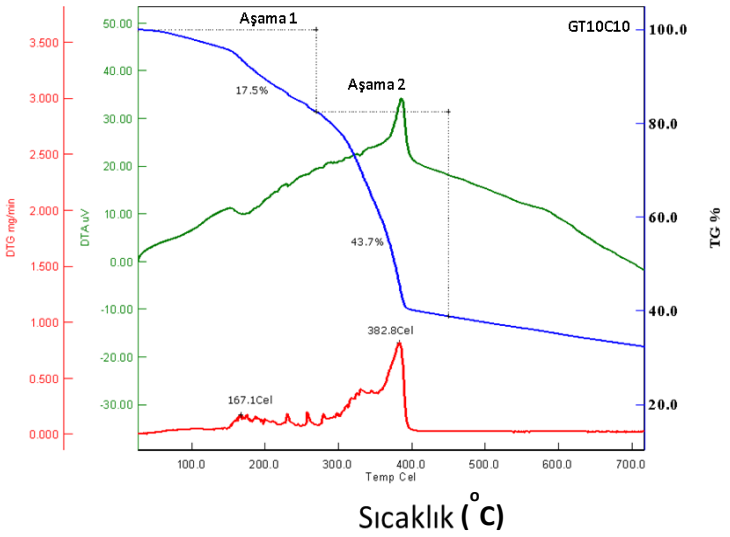


Şekil 4.4 Tween 80 katkılı numunelerin FT-IR sonuçları grafiği

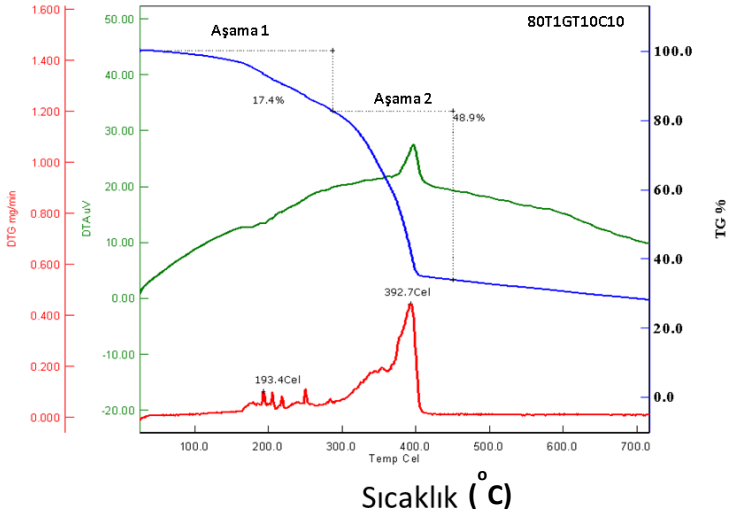
4.2.2 DTA/TG Analiz Sonuçlarının İncelenmesi

Tween 80 sürfaktantının başlangıç kompozisyonuna katkısının DTA/TG analizi bu bölümde incelenmektedir. Teorik olarak, iyonik olmayan yüzey aktif maddeler suda hidrojen bağları oluşturur ve öncül maddelerin yüzeyi, iyonik olmayan yüzey aktif maddeler tarafından adsorbe edilir. Bu şekilde öncüllerin suda çözünürlüğü arttırılarak daha homojen dağıtılması sağlanır[83]. Bu da hidrojence zengin nispeten daha zayıf bağların varlığının artmasına sebebiyet vermektedir. Oda sıcaklığından, 100°C'ye kadar olan ağırlık kaybının borik asidin dehidrasyonunu başlamasından ve jel içerisindeki fiziksel suyun buharlaşmasından kaynaklandığı bilinmektedir. Bu aşamada borik asit H_3BO_3 gerçekleşen dehidrasyonla birlikte HBO_2 formuna dönüşmektedir [84]. Bu dönüşümden sonra sıcaklığın artmasıyla beraber HBO_2 önce metaborik asite dönüşür $[(BOH)_3O_3]$ daha sonrasında ise H_2O kaybederek B_2O_3 dönüşümü tamamlanır[84,85]. Tüm bu dönüşüm 250°C'ye kadar devam etmektedir[64-67]. B_2O_3'ün endotermik DTA zirvesi, GT10C10 başlangıç kompozisyonu için 167,1°C'de gözlemlenmiş, reaksiyon %17,5 ağırlık kaybı ile tamamlanmıştır. Tween 80 ilavesinin B_2O_3 oluşumunun tepe sıcaklığı

80T1GT10C10 – 80T10GT10C10 arasındaki numuneler için sırasıyla; 193,4°C – 162,7°C – 176,1°C – 153,1°C – 174,4°C – 354,0°C olarak incelenmektedir(Şekil 4.6 (a), (b), (c), (d), (e) ve (f)). Reaksiyona bağlı kütle kaybı da yine sırasıyla %17,4 - %16,5 - %10,2 - %13,4 - %13,3 - %14,0 olarak belirlenmektedir. Burada 80T4GT10C10 numunesine karşılık gelen analiz sonucunda(Şekil 4.6(d)), tepe noktasının 153,1°C bulunması, FT-IR analiz sonuçlarıyla da uyumludur. FT-IR analiz sonucunda diğer numunelere göre oldukça yüksek O-H piki gösteren bu numunede daha önceden de belirttiğimiz üzere yüksek ihtimalle jelleşme esnasında deney parametrelerine bağlı olarak bir farklılık oluşmuştur. Her ne kadar deney düzeneği en ince ayrıntısına kadar aynı tutulmaya çalışılsa da, insan eli kaynaklı bazı hatalar oluşabilmektedir. Dolayısıyla genel olarak, Tween 80 katkısının B_2O_3 oluşumunun zirve sıcaklığını önemli miktarda yükselttiği ve ağırlık kaybını azalttığı söylenebilmektedir. Ek olarak borik asitten (H_3BO_3) bor okside dönüşüme karşılık gelen, grafiğin Aşama 1 kısmı altında alanın giderek düştüğü gözlemlenmektedir. Bu da dönüşen boroksit miktarının TWEEN 80 ilavesi arttıkça, azaldığı yönünde yorumlanabilmektedir. Polimerik ağın ayrışmasının ve yanmasının geniş ekzotermik DTA zirvesi, sıcaklığın 230 - 300°C üzerine çıkmasıyla gerçekleştiği Aşama 2'de gözlemlenmektedir. Önceki reaksiyona benzer şekilde, Tween 80 katkısının bozunma ve yanmanın tepe sıcaklığını çok az da olsa zaman zaman arttırdığı görülmektedir. Sadece 80T10GT10C10 kodlu numunede (Şekil 4.6(f)), 427,6 °C ile diğerlerine göre biraz daha fazla bir artış göztermektedir. Başlangıç kompozisyonu 400 °C civarında ağırlığının yaklaşık olarak %60'ını kaybettiği görülmektedir. Tween 80 katkısının arttırılmasıyla beraber 400°C civarı kütle kaybı 80T1GT10C10'dan 80T10GT10C10'a kadar sırasıyla; %66,3 - %71,7 - %78,9 - %70,5 - %76,6 - %87,6 olarak analiz sonuçlarından bulunmuştur. Başlangıç jelinin bu oranda kütle kaybı gerçekleştirdiği bir sıcaklık, bu analiz parametrelerinde yoktur. Genel olarak DTA/TG analizinden elde edilen sonuçlar FT-IR spektrumları ile de uyumludur. Tween 80 katkısı genel olarak başlangıç maddelerinden önemli oranda kayba sebep olmuştur. Bu etkinin sonuca olan yansıması XRD analizleri ve SEM görüntülerinin incelenmesi bölümlerinde ayrıntılı olarak incelenmiştir.

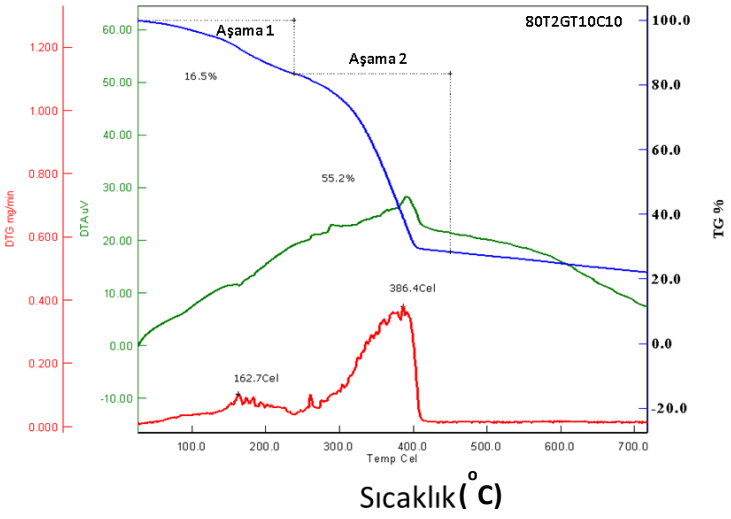


Şekil 4.5 GT10C10 kodlu numunenin DTA/TG analiz sonuçları

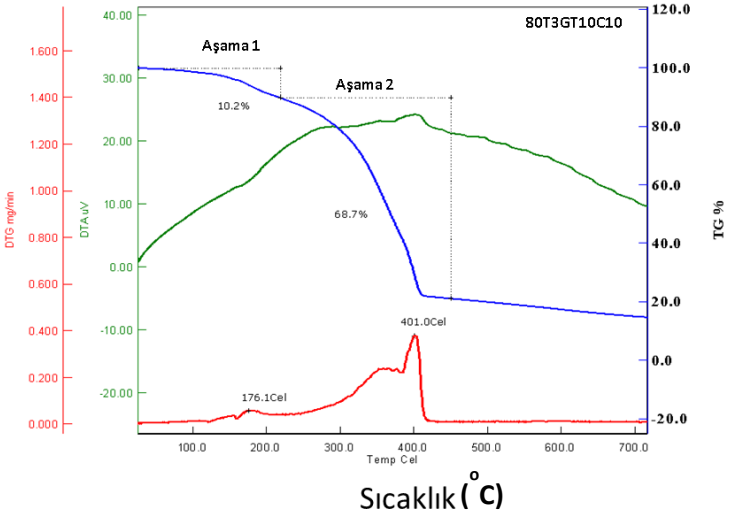


(a)

Şekil 4.6 (a) 80T1GT10C10, (b) 80T2GT10C10, (c) 80T3GT10C10, (d) 80T4GT10C10, (e) 80T5GT10C10 ve (f) 80T10GT10C10 numunelerinin DTA/TG analiz sonuçları

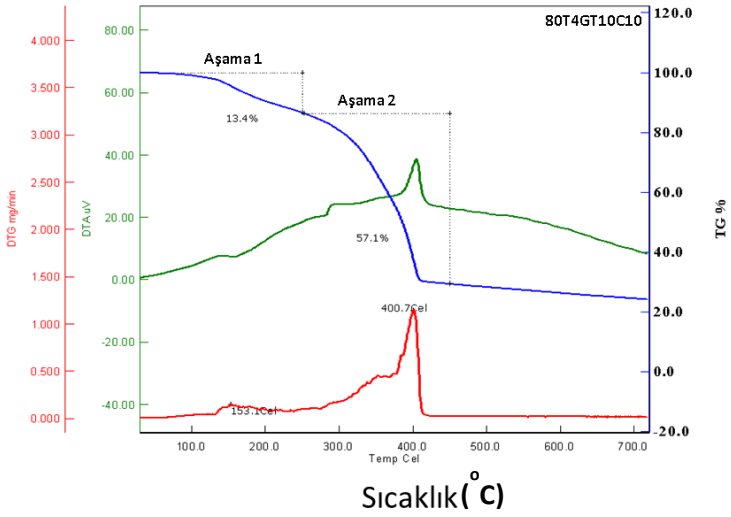


(b)

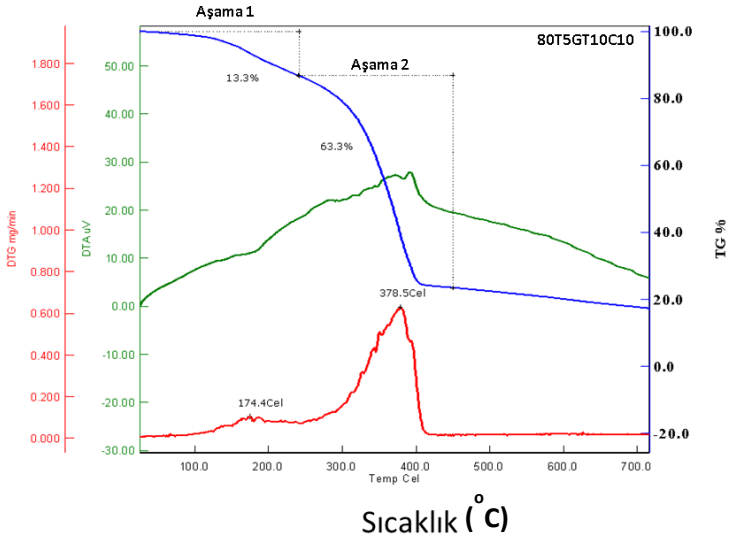


(c)

Şekil 4.6 (a) 80T1GT10C10, (b) 80T2GT10C10, (c) 80T3GT10C10, (d) 80T4GT10C10, (e) 80T5GT10C10 ve (f) 80T10GT10C10 numunelerinin DTA/TG analiz sonuçları (devamı)

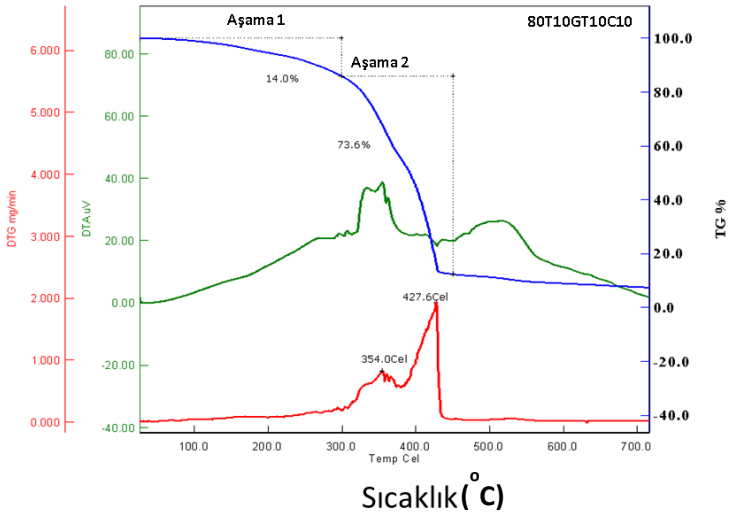


(d)



(e)

Şekil 4.6 (a) 80T1GT10C10, (b) 80T2GT10C10, (c) 80T3GT10C10, (d) 80T4GT10C10, (e) 80T5GT10C10 ve (f) 80T10GT10C10 numunelerinin DTA/TG analiz sonuçları (devamı)



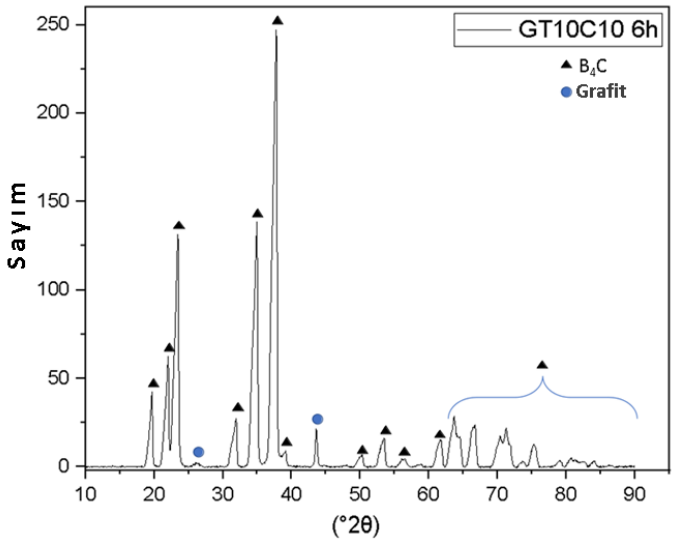
(f)

Şekil 4.6 (a) 80T1GT10C10, (b) 80T2GT10C10, (c) 80T3GT10C10, (d) 80T4GT10C10, (e) 80T5GT10C10 ve (f) 80T10GT10C10 numunelerinin DTA/TG analiz sonuçları (devamı)

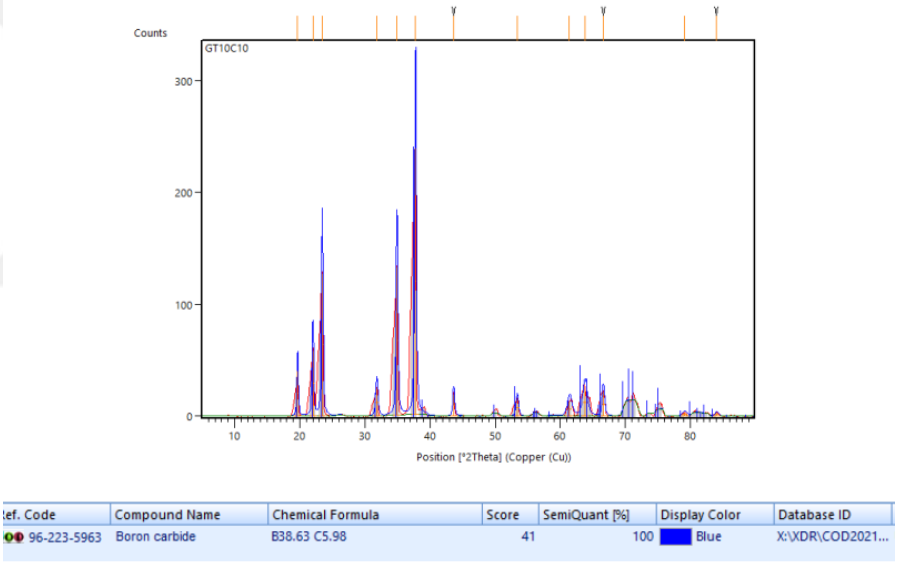
4.2.3 XRD Analiz Sonuçlarının İncelenmesi

Tween 80 katkısız olarak üretilen numunenin XRD grafiği incelendiğinde öncü maddelerin tam olarak bor karbüre dönüştüğü, yapıda boroksit ve/veya amorf karbon kalmadığı gözlemlenmektedir (Şekil 4.7 (a))[86]. Buna rağmen az da olsa, sırasıyla 26,5° ve 44°'de bulunan grafit karbonun (002) ve (100) kafes düzlemlerinin tepe noktaları gözlemlenmiştir. Tween 80, önceki bölümlerde de bahsedildiği üzere, non-iyonik bir sürfaktan olarak bilinmektedir [87]. Yapıya katıldıktan sonra fazların arasındaki itici güçleri azaltıp, iki fazın karışmasını ve birbiri ile daha geçimli olmasını sağlaması beklenmektedir[88]. Numunelere Tween 80 katılmasıyla birlikte 80T1GT10C10 numunesinde bor karbüre tam dönüşüm sağlandığı ve daha önce TWEEN 80 katkısız numunede elde edilenden çok daha az bir grafit piki 26°C civarında gözlemlenmiştir (Şekil 4.8 (a)). Kantitatif analiz sonucu garfit miktarı %1±5 olarak saptanmıştır (Şekil 4.8 (b)). Deneylerin yapılması esnasında maalesef GT10C10 farklı bir laboratuvarda, 80T1GT10C10 ve 80T5GT10C10 numunelerinin ayrı bir laboratuvarda ve geri kalan numunelerin de ayrı bir laboratuvarda analiz edilmesi zorunluluğu

doğmuştur. Bu nedenle XRD grafiklerinin şiddetleri tartışılırken bu durum göz önünde bulundurulacaktır. 80T2GT10C10 numunesi incelendiğinde bor karbür dönüşümünü tamamladığı fakat 80T1GT10C10 numunesine göre hem yapısında amorf fazın kaldığı hem de XRD grafiğinden hem de grafit miktarında bir artış olduğu kantitatif analizinden elde edilen sonuçta görünmektedir (Şekil 4.9 (a) ve (b)). Polysorbat 80 kimyasal formülü önceki bölümlerde bahsettiğimiz üzere $C_{64}H_{124}O_{26}$'dir[89]. Kantitatif analiz sonucu 80T2GT10C10 numunesine ait B_4C – Grafit 2H oranı, %90±5 - %10±5 olarak bulunmuştur (Şekil 4.9 (b)). 80T3GT10C10 numunesini incelediğimiz zaman mükemmel bir B_4C dönüşümü olduğunu ve yapıda ne öncü maddelerden bir faz ne de grafit kalmadığı görülmektedir (Şekil 4.10 (a)). 80T4GT10C10 numunesinde yine amorf fazın varlığı ve dramatik bir grafit piki görülmektedir. Bu da FT-IR sonuçlarıyla uyumludur. DTA/TG analiz sonuçlarında incelendiği üzere Tween 80 ilavesi başlangıç malzemelerinde önemli oranda kütle kaybına sebep olmuştur fakat bununla beraber yüksek saflıkta B_4C elde etmeyi sağlamıştır. Genel olarak bakıldığında TWEEN 80 ilavesiyle birlikte B_4C piklerinin şiddetinde artış gözlemlenmektedir. Bu da B_4C'de yüksek kristalinitiye işaret edebilir [90].

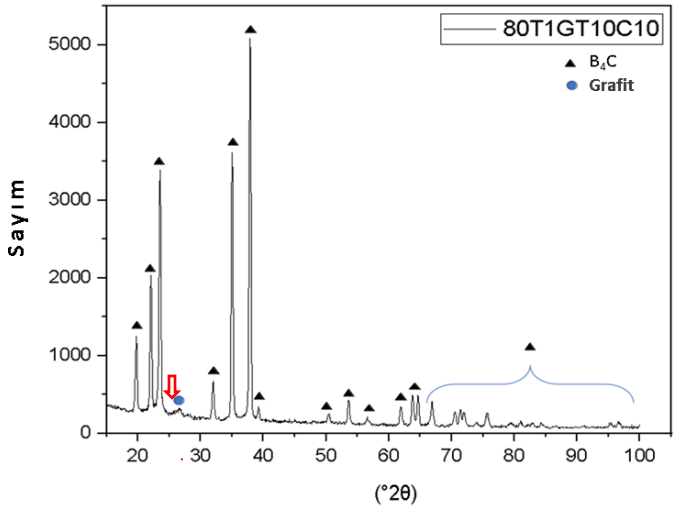


(a)

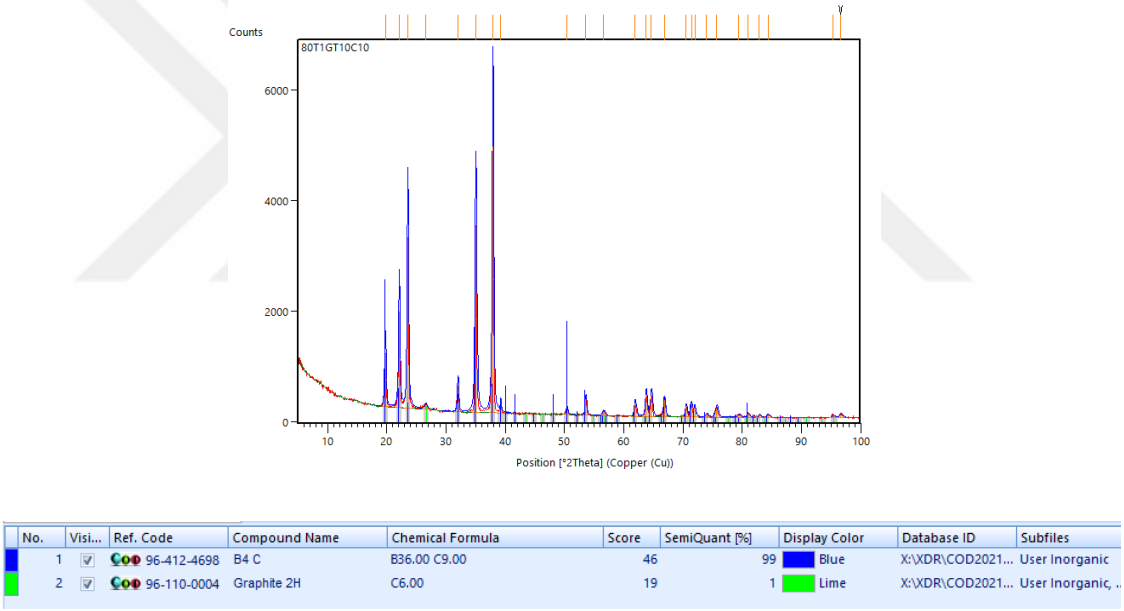


(b)

Şekil 4.7 (a) GT10C10 numunesine ait XRD grafiği, (b) verinin HighScore plus programı ile kantitatif analizi

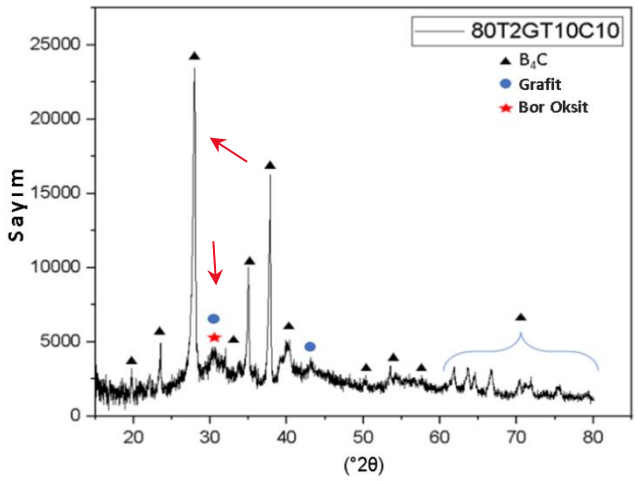


(a)

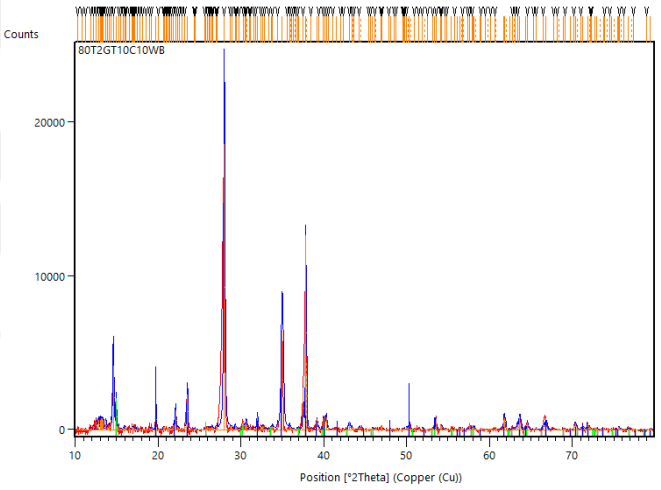


(b)

Şekil 4.8 TWEEN katkılı a) 80T1GT10C10 kodlu numunenin XRD grafiği, b) verinin HighScore plus programı ile kantitatif analizi



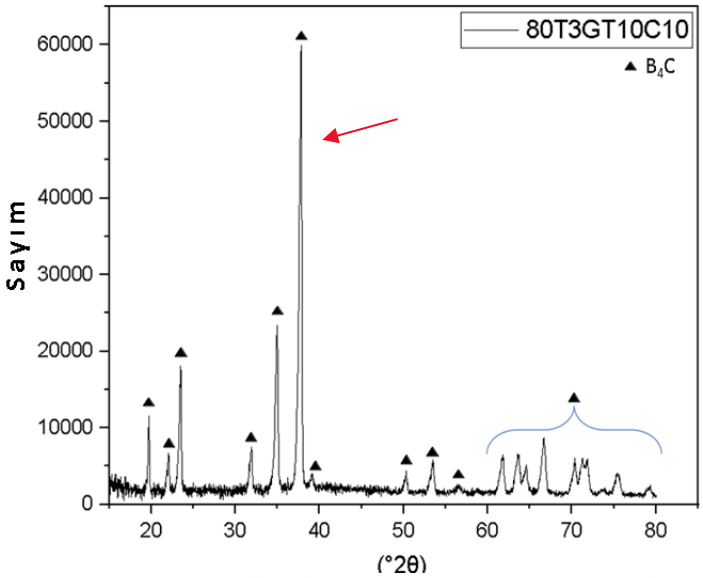
(a)



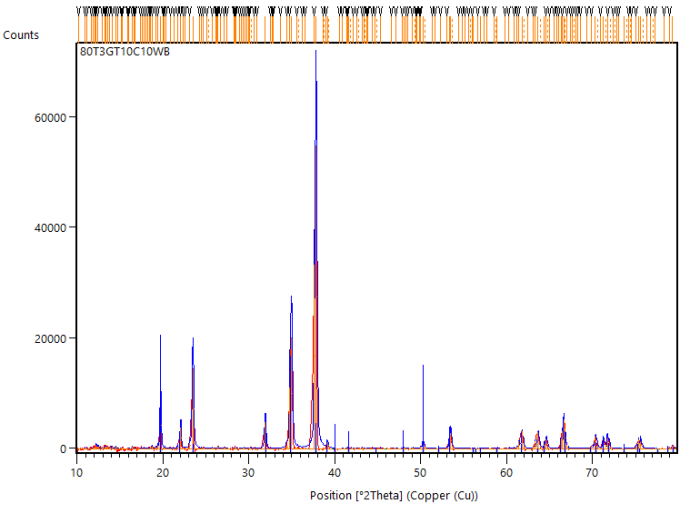
No.	Visi...	Ref. Code	Compound Name	Chemical Formula	Score	SemiQuant [%]	Display Color	Database ID	Subfiles
1	☑	96-412-4698	B4 C	B36.00 C9.00	22	90	Blue	X:\XDR\COD2021...	User Inorganic
2	☑	96-901-2233	Graphite	C16.00	17	10	Lime	X:\XDR\COD2021...	User Inorganic

(b)

Şekil 4.9 TWEEN katkılı a) 80T2GT10C10 kodlu numunenin XRD grafiği, b) verinin HighScore plus programı ile kantitatif analizi



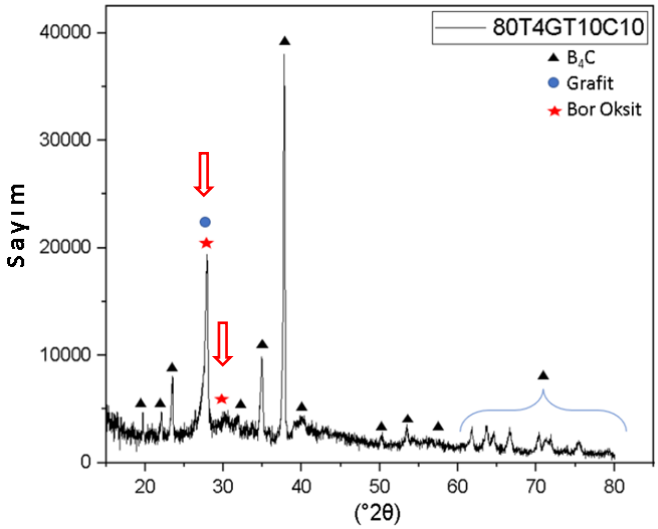
(a)



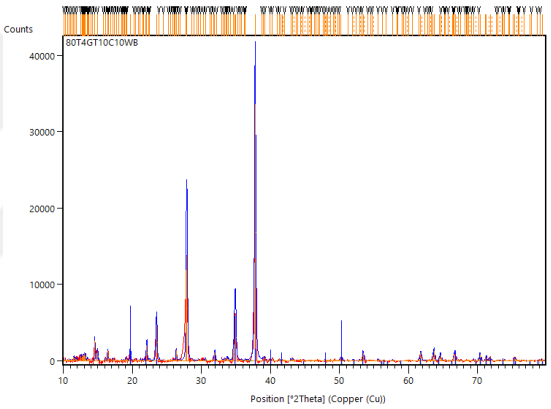
No.	Visi...	Ref. Code	Compound Name	Chemical Formula	Score	SemiQuant [%]	Display Color	Database ID	S
1	☑	96-412-4698	B4 C	B36.00 C9.00	27	100	Blue	X:\XDR\COD2021...	U

(b)

Şekil 4.10 TWEEN katkılı a) 80T3GT10C10 kodlu numunenin XRD grafiği, b) verinin HighScore plus programı ile kantitatif analizi



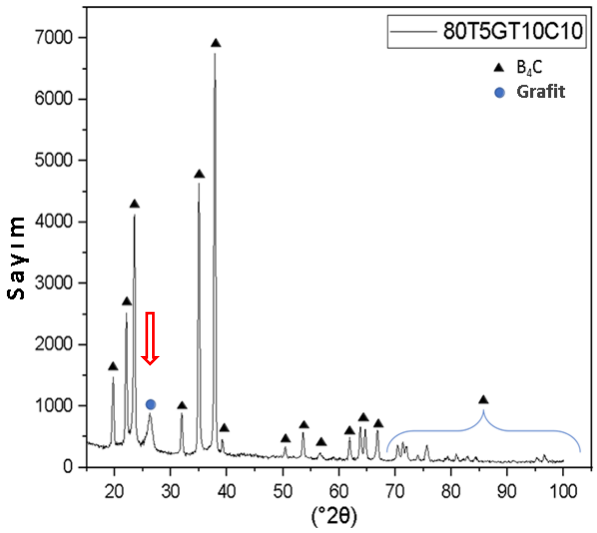
(a)



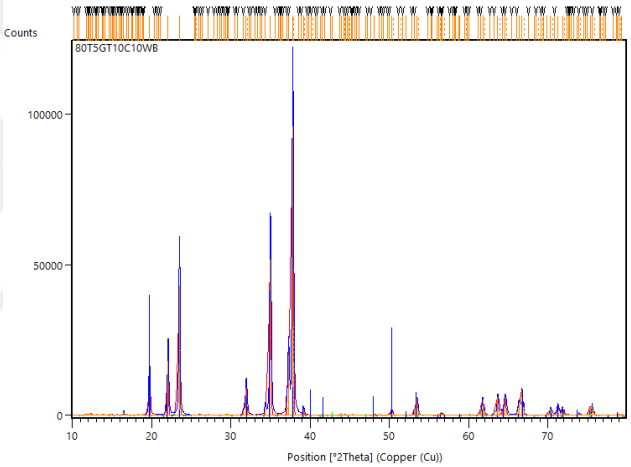
No.	Visi...	Ref. Code	Compound Name	Chemical Formula	Score	SemiQuant [%]	Display Color	Database ID	Subfiles
1	☑	COD 96-412-4698	B4 C	B36.00 C9.00	27	100	Blue	X:\XDR\COD2021...	User Inorganic

(b)

Şekil 4.11 TWEEN katkılı a) 80T4GT10C10 kodlu numunenin XRD grafiği, b) verinin HighScore plus programı ile kantitatif analizi



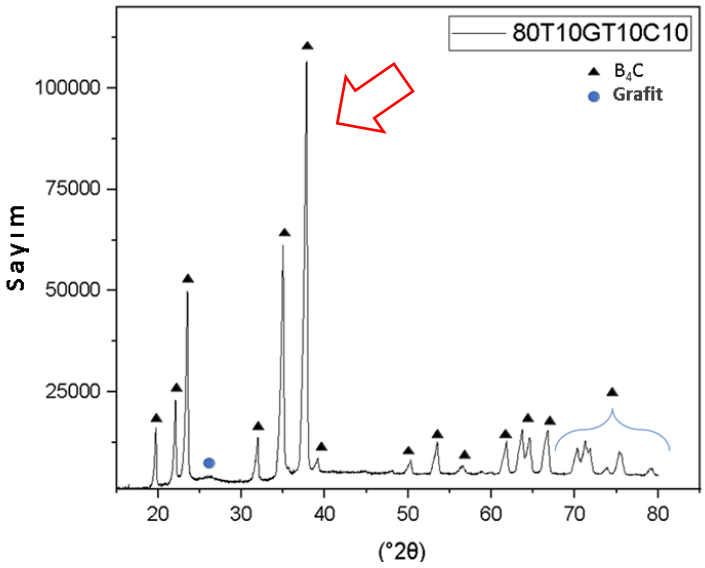
(a)



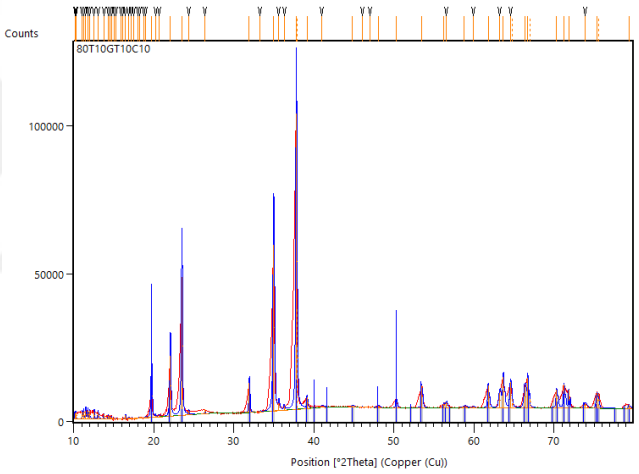
	No.	Visi...	Ref. Code	Compound Name	Chemical Formula	Score	SemiQuant [%]	Display Color	Database ID	Subfiles
	1	☑	96-412-4698	B4 C	B36.00 C9.00	29	97	Blue	X:\XDR\COD2021...	User Inorgan
	2	☑	96-901-2591	9012590	C8.00	0	3	Lime	X:\XDR\COD2021...	User Inorgan

(b)

Şekil 4.12 TWEEN katkılı a) 80T5GT10C10 kodlu numunenin XRD grafiği, b) verinin HighScore plus programı ile kantitatif analizi



(a)



No.	Visi...	Ref. Code	Compound Name	Chemical Formula	Score	SemiQuant [%]	Display Color	Database ID	Subfiles
1	☑	96-412-4698	B4 C	B36.00 C9.00	35	100	Blue	X:\XDR\COD2021...	User Inorg

(b)

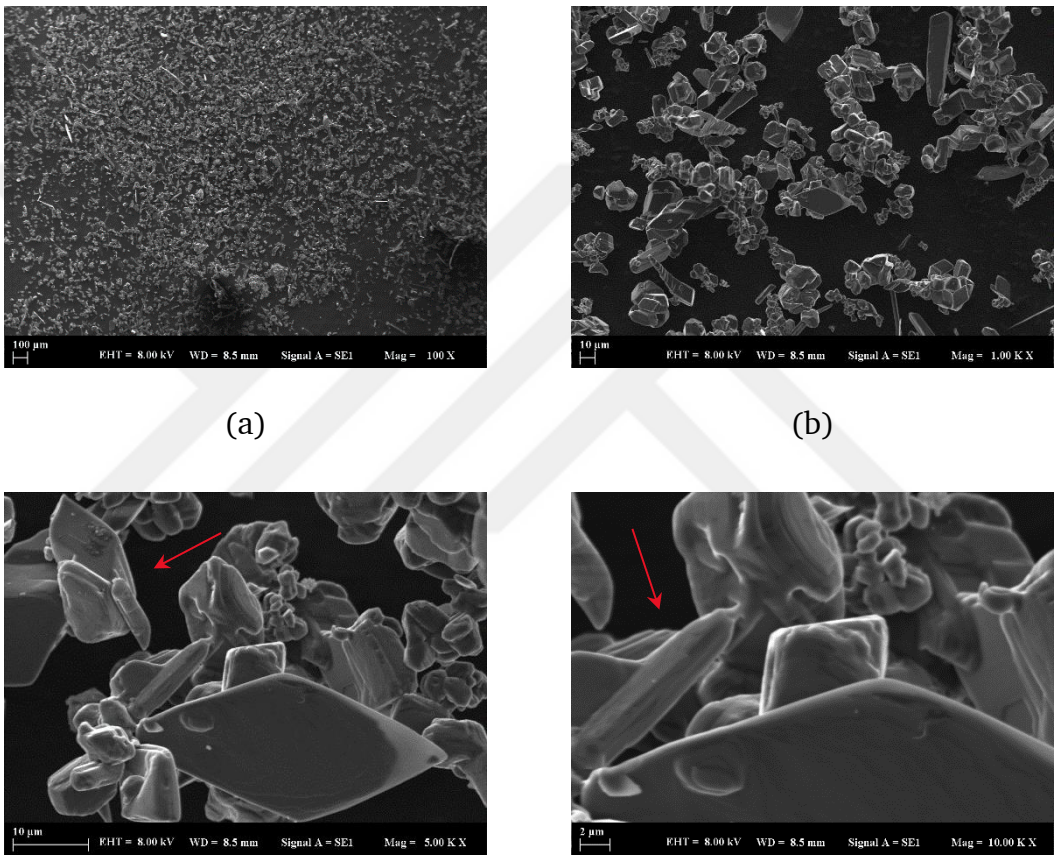
Şekil 4.13 TWEEN katkılı a) 80T10GT10C10 kodlu numunenin XRD grafiği, b) verinin HighScore plus programı ile kantitatif analizi

4.2.4 SEM-EDS Analiz Sonuçlarının İncelenmesi

Bu bölümde Tween 80 katkısının B_4C oluşumuna etkisi, SEM ve EDS analizi sonuçlarıyla incelenmektedir. Tween 80 ilavesi olmaksızın sentezlenen başlangıç numunesinde polyhedral eş-eksenli, kayış benzeri, iğne benzeri ve kompleks şekilli hiyerarşik yapılar dahil olmak üzere değişen morfolojilere sahip bor karbür partikülleri içermektedir.

Karbon ve oksijenin homojen olmamasından kaynaklı morfolojik çeşitlilik meydana geldiği bilinmektedir. Şekil 3.13'de de görüldüğü gibi bor karbür parçalarının parçacık dağılımı oldukça geniş spektrumdadır. Tween 80 katkısıyla birlikte, partiküllerin boyutunda artış gözlemlenmektedir. 80T1GT10C10 numunesinde (Şekil 4.14), mikron altı parçacığa rastlanmamış, SEM görüntüleri incelendiğinde, partikül boyutları yaklaşık olarak 10μ - 60μ üzeri partiküller gözlemlenmiştir. 80T2GT10C10 ve 80T4GT10C10 numunelerine (Şekil 4.16 (c), (d) ve 4.20 (a), (c)) ait SEM görüntüleri incelendiğinde, yoğun amorf fazın varlığı görülmektedir. Burada bor karbür dönüşümü tam olarak sağlanamamış, öncül maddelerden amorf boroksit ve grafit fazı kalmıştır. Bununla birlikte partikül boyutu biraz daha büyümüş, yaklaşık olarak 100μ'dan büyük partiküllerin varlığından söz edilebilir hale gelmiş, bu durumun yapıda kalan tabaka halinde boroksitten ve süngerimsi yapıdaki grafitten kaynaklandığı düşünülmüştür. Elde edilen sonuç, numunelere ait XRD grafikleriyle uyumludur. 80T3GT10C10 numunesine (Şekil 4.18) ait görüntülerde, bor karbür dönüşümünün tamamlandığı ve yoğun şekilde bor karbür partiküllerinin varlığının gözlemlenmesi, numuneye ait XRD sonuçlarıyla uyumluluk içerisindedir. 80T3GT10C10 ve 80T5GT10C10 numuneleri (Şekil 4.18 ve 4.22) karşılaştırıldığında, 80T5GT10C10 numunesinde görece olarak partiküllerin boyutlarında bir miktar düşüş olduğu görülmüş, bu durum 80T10GT10C10 numunesine (Şekil 4.24 (g) ve (h)) ait görüntülerde devam etmiş ve partiküllerin mikronaltı seviyeye düştüğü açık şekilde gözlenmiştir. Tozlara ait EDS analizi sonuçları incelendiğinde, genel olarak, safsızlığa ait oksijen dışında bir pike rastlanmamıştır, fakat yine de 80T1GT10C10 ve 80T2GT10C10 (Şekil 4.15 (h) ve 4.17 (h)) numunelerinde Al ve Si elementlerine ait düşük pikler görülmektedir. Bunun, SEM numuneleri hazırlama sırasında gerçekleşen bir kontaminasyondan kaynaklandığı düşünülmektedir. 80T2GT10C10 ve 80T4GT10C10 numunelerine ait SEM- EDS analiz sonuçlarında oksijen oranının çok yüksek olması, XRD ve SEM görüntülerinde gözlemlenen dönüşmemiş öncül maddenin varlığını ispatlar niteliktedir (Şekil 4.17 ve 4.21). Diğer numunlere ait SEM-EDS analiz sonuçlarında ise oksijen elementine ait pikler oldukça düşük olduğundan, bu durum çok az da olsa yapıda dönüşmemiş faz bulunabileceği gibi, bor karbür tozların yüzeyinde gerçekleşebilecek olası bir oksidasyon kaynaklı olabileceği de düşünülmektedir. TWEEN 80 katkısının bor karbür tozlarına etksi incelendiğinde, parçacık boyutunda bir miktar büyümeye neden olduğu ve yapıda 20 μm'den büyük parçacıklar oluştuğu, fakat konsantrasyonun arttırılmasıyla bu büyümenin yerini, parçacık boyutunda küçülmeye bıraktığı görülmektedir. TWEEN 80 katkısıyla birlikte bor karbür morfolojilerinde önemli bir değişim olmasa da yapının önce

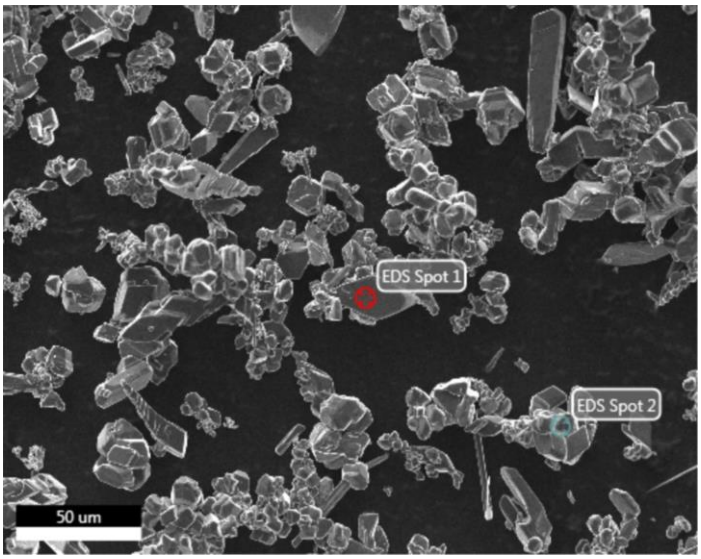
plaka biçimine, sonrasında ise polyhedral- eş eksenli yapıya dönüştüğü gözlemlenmektedir (Şekil 4.14 (c), Şekil 4.24 (b)). SEM sonuçları FT-IR analizleri sonuçlarıyla uyumludur. EDS analizi sonuçlarına bakıldığında, başlangıç kompozisyonu ve TWEEN 80 katkılı numunelerin bor – karbon – oksijen oranlarında ciddi farklılıklar olduğu, TWEEN 80'nin genel olarak öncül maddeni tamamına yakın miktarını bor karbüre dönüşmesine katkı sağladığı söylenebilir. Literatürden de bilindiği üzere TWEEN 80'nin partiküllerin boyutunun düşürülmesinde kullanımı mevcuttur. Elde edilen sonuçların literatürdeki çalışmalarla da uyumlu olduğu görülmektedir [121,122].



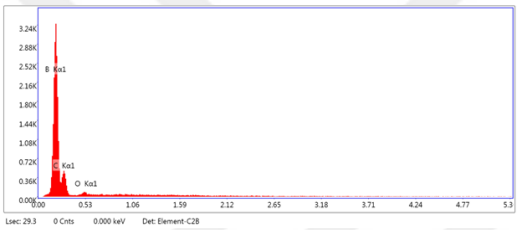
(a) (b)

(c) (d)

Şekil 4.14 80T1GT10C10 numunesine ait SEM analiz görüntüleri

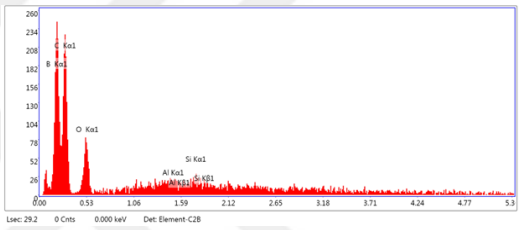


(a) Alan 1



Element	Kütle %	Atomik %	Net Int.
B K	70.7	72.9	596.2
C K	28.7	26.7	98.0
O K	0.6	0.4	5.8

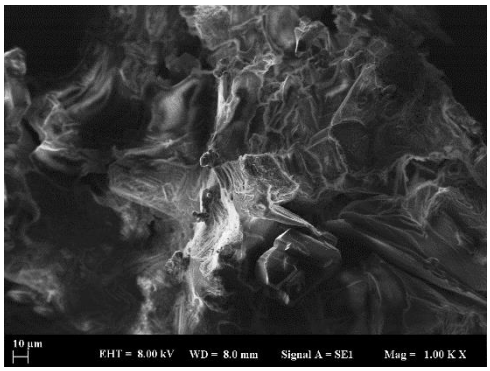
(b) EDS Spot 1



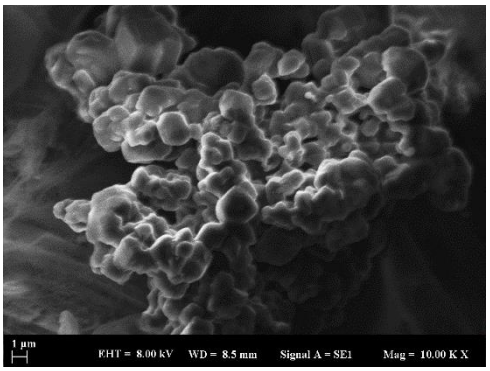
Element	Kütle %	Atomik %	Net Int.
B K	45.7	49.3	46.0
C K	48.1	46.7	36.0
O K	4.6	3.3	6.0
AlK	0.4	0.2	0.6
SiK	1.2	0.5	1.9

(c) EDS Spot 2

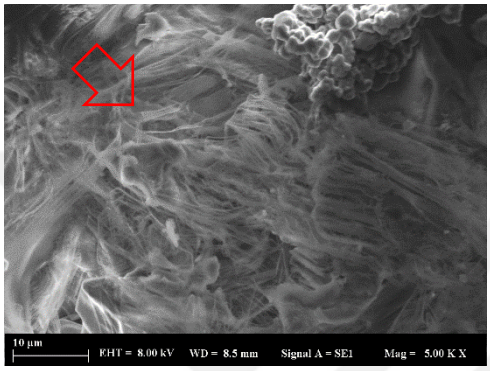
Şekil 4.15 80T1GT10C10 numunesine ait SEM/EDS görüntüleri



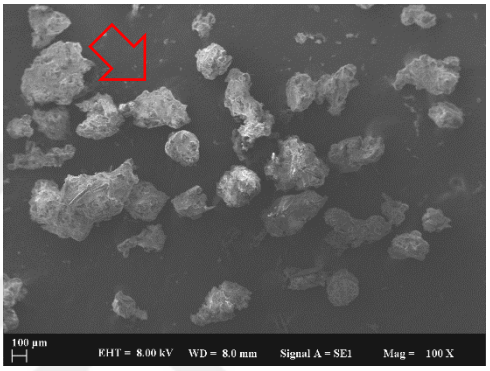
(a)



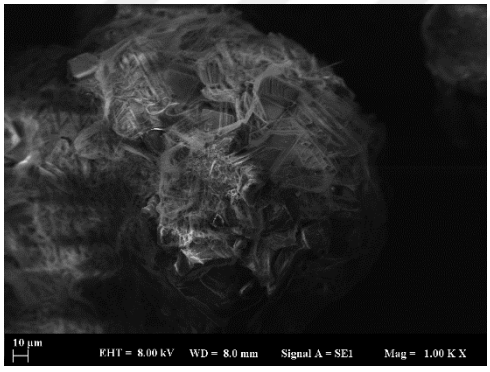
(b)



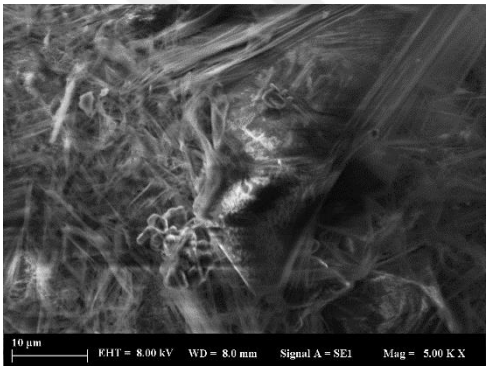
(c)



(d)

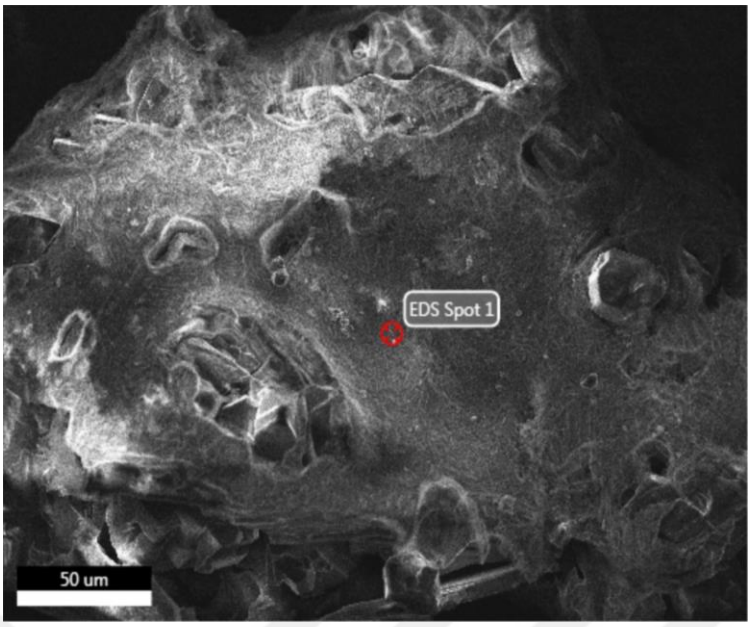


(e)

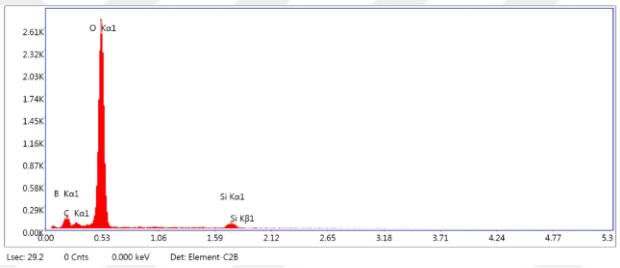


(f)

Şekil 4.16 80T2GT10C10 numunesine ait SEM analiz görüntüleri



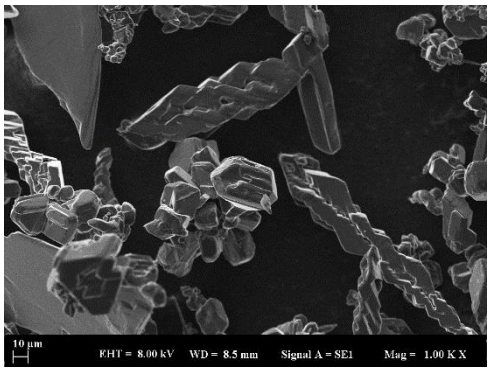
(a) Alan 1



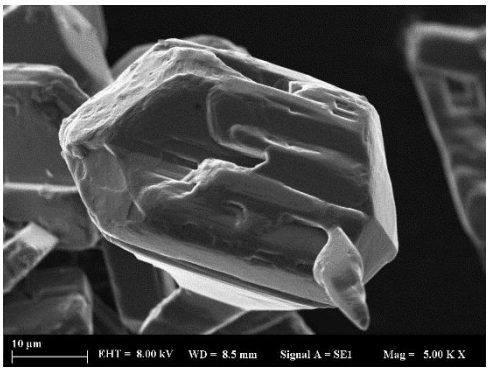
Element	Kütle %	Atomik %	Net Int.
B K	17.5	24.0	32.9
C K	4.2	5.2	17.9
O K	74.1	68.6	639.6
SiK	4.2	2.2	23.0

(b) EDS Spot 1

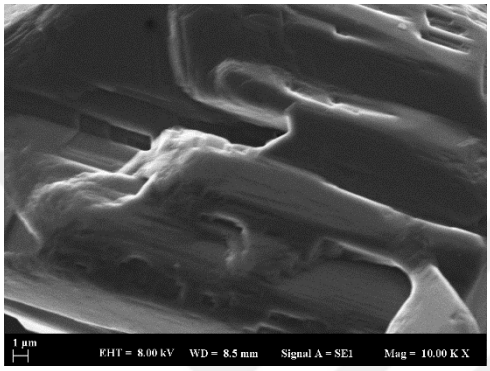
Şekil 4.17 80T2GT10C10 numunesine ait SEM/EDS görüntüleri



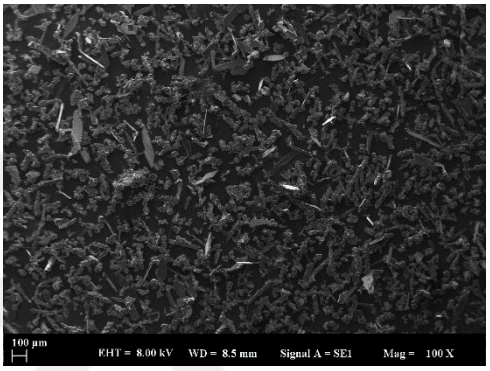
(a)



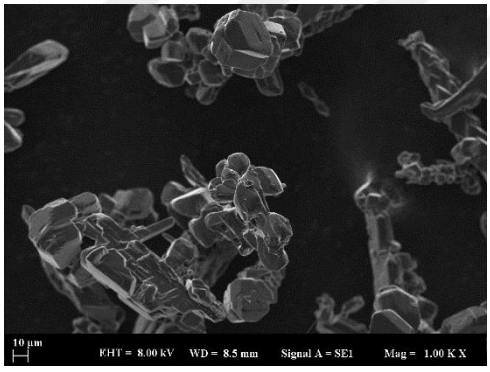
(b)



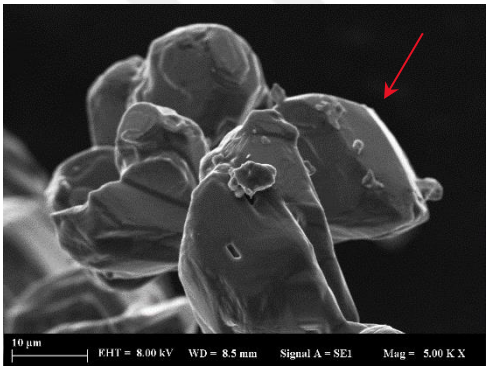
(c)



(d)

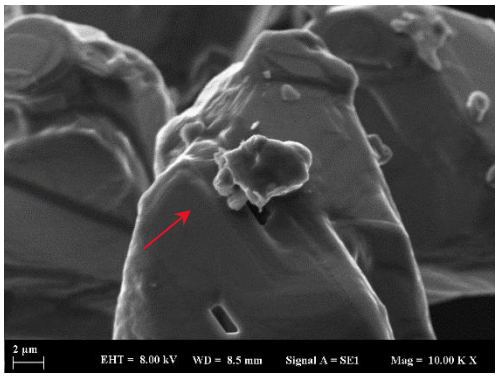


(e)



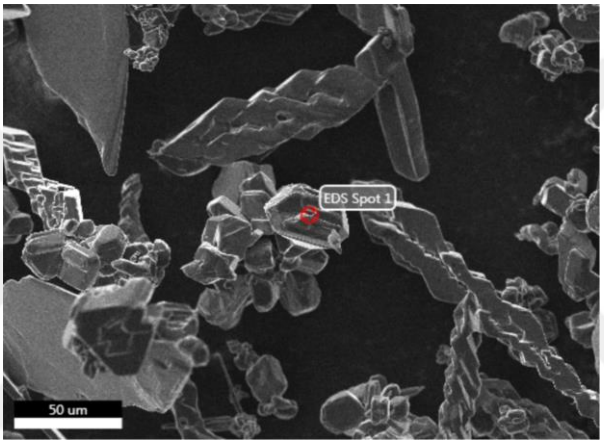
(f)

Şekil 4.18 80T3GT10C10 numunesine ait SEM analiz görüntüleri

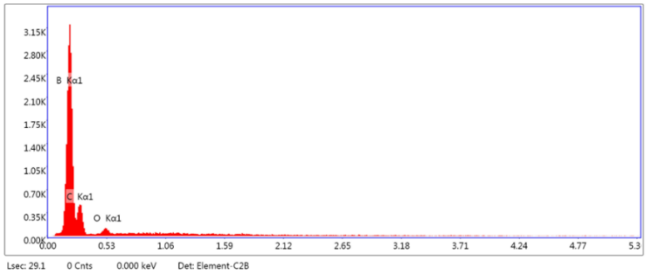


(g)

Şekil 4.18 80T3GT10C10 numunesine ait SEM analiz görüntüleri (devamı)



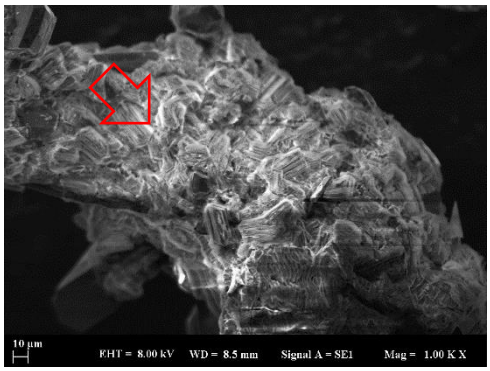
(h) Alan 1



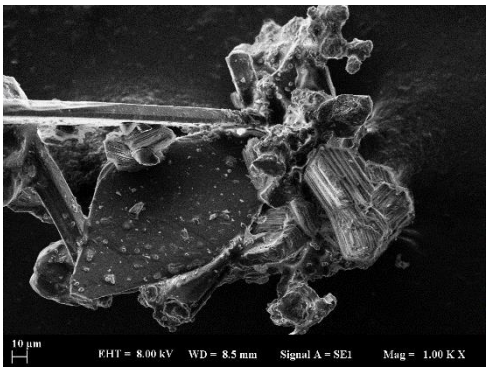
Element	Kütle %	Atomik %	Net Int.
B K	72.1	74.4	616.0
C K	26.7	24.8	90.6
O K	1.2	0.8	11.1

(i) EDS Spot 1

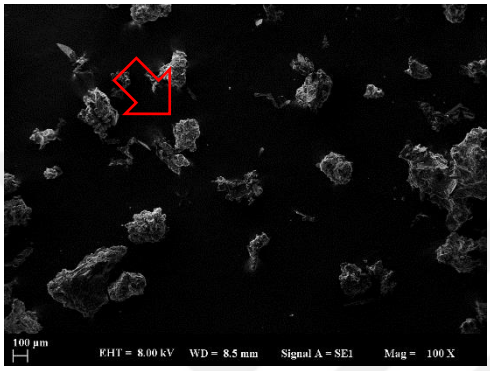
Şekil 4.19 80T3GT10C10 numunesine ait SEM/EDS görüntüleri



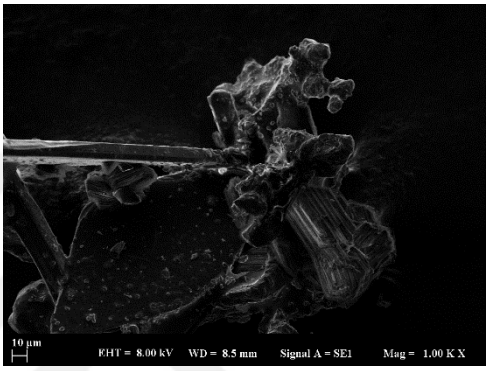
(a)



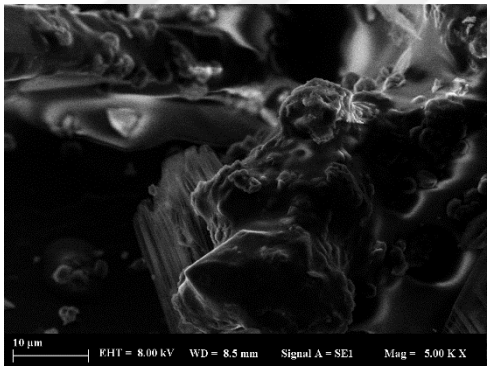
(b)



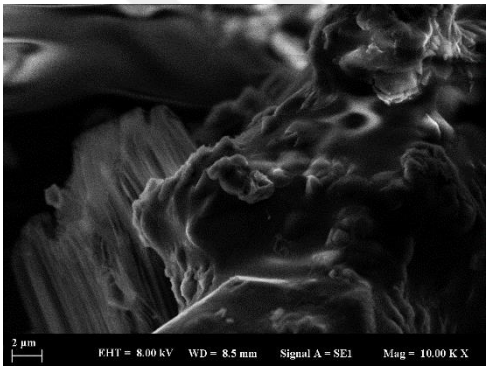
(c)



(d)

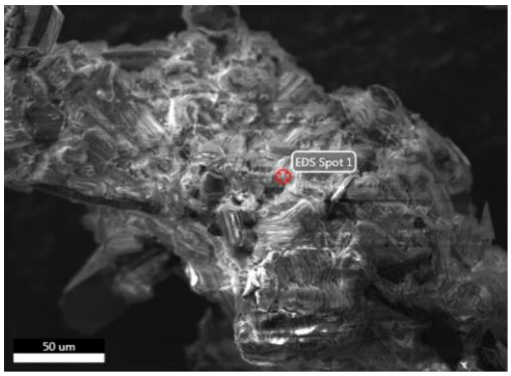


(e)

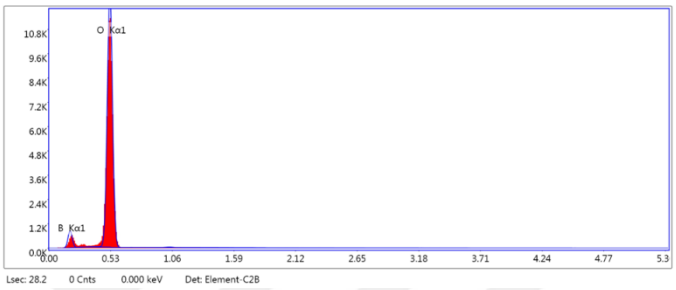


(f)

Şekil 4.20 80T4GT10C10 numunesine ait SEM analiz görüntüleri



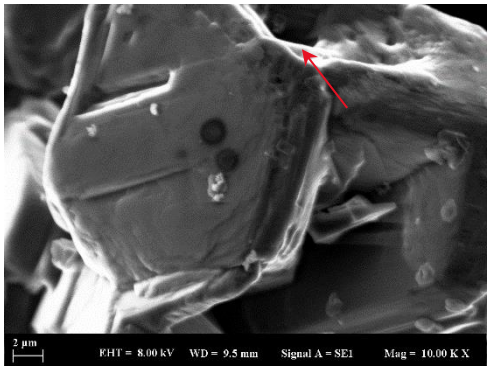
(a) Alan 1



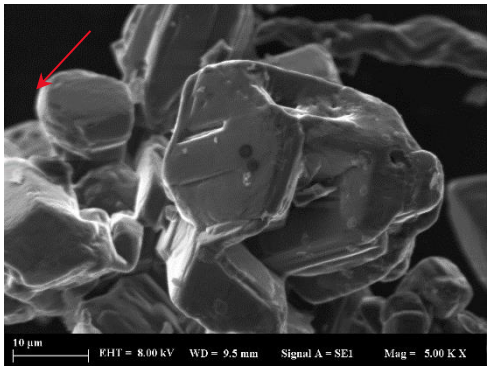
Element	Kütle %	Atomic %	Net Int.
B K	18.6	25.3	135.9
O K	81.4	74.7	2536.8

(b) EDS Spot 1

Şekil 4.21 80T4GT10C10 numunesine ait SEM/EDS görüntüleri

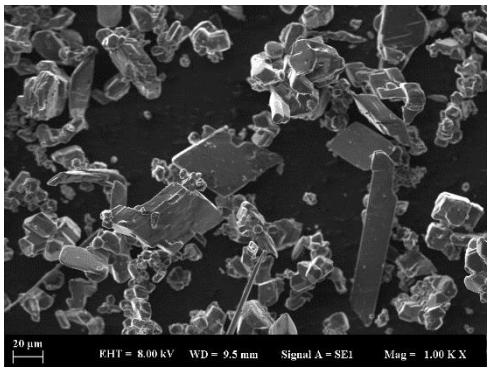


(a)

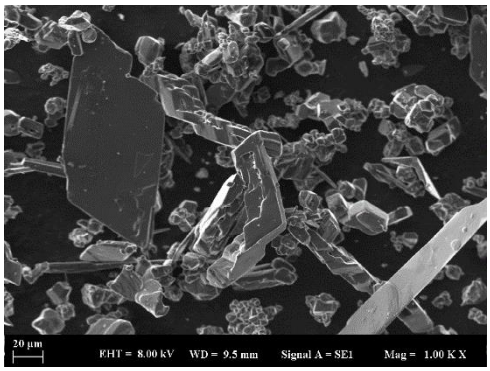


(b)

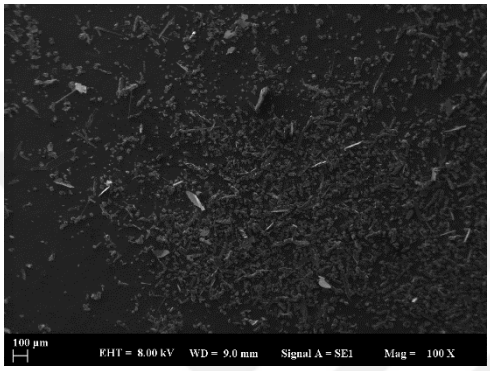
Şekil 4.22 80T5GT10C10 numunesine ait SEM analiz görüntüleri



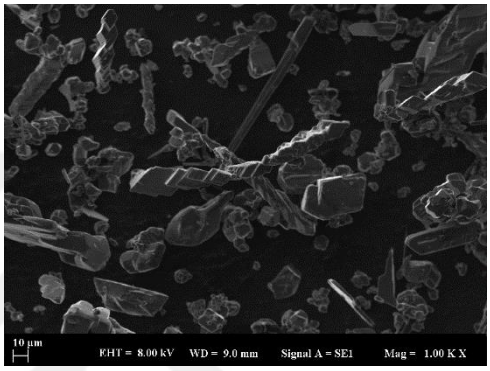
(c)



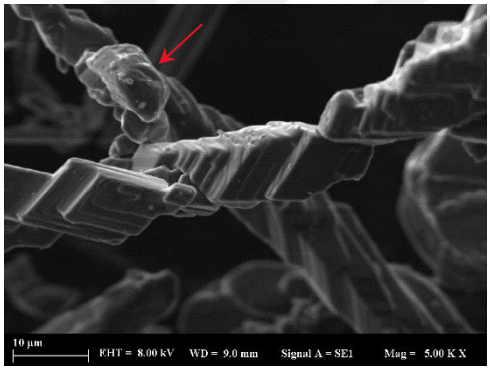
(d)



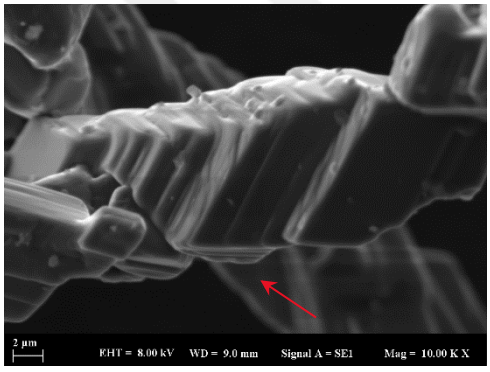
(e)



(f)

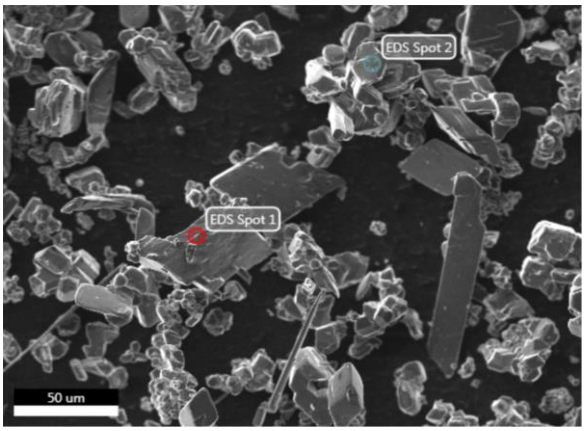


(g)

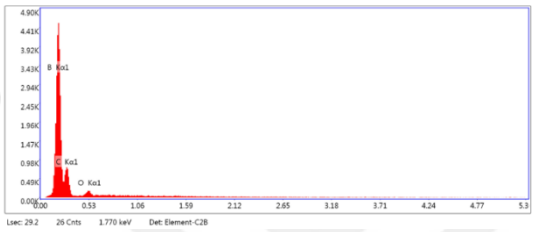


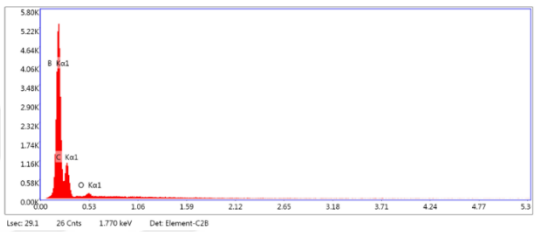
(h)

Şekil 4.22 80T5GT10C10 numunesine ait SEM analiz görüntüleri (devamı)



(i) Alan 1





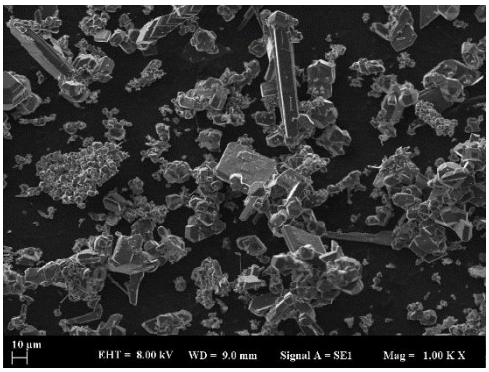
Element	Kütle %	Atomik %	Net Int.
B K	68.6	71.1	854.7
C K	29.8	27.8	158.9
O K	1.5	1.1	21.5

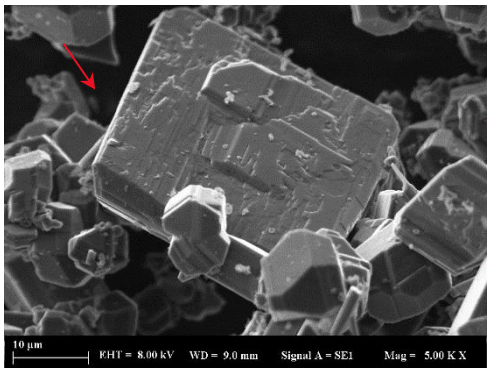
(j) EDS Spot 1

Element	Kütle %	Atomik %	Net Int.
B K	68.0	70.4	1059.8
C K	30.9	28.8	207.3
O K	1.0	0.7	18.4

(k) EDS Spot 2

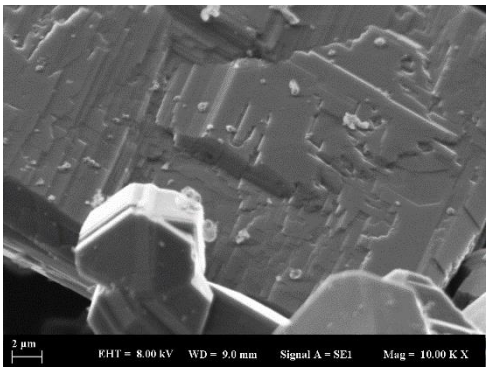
Şekil 4.23 80T5GT10C10 numunesine ait SEM/EDS görüntüleri



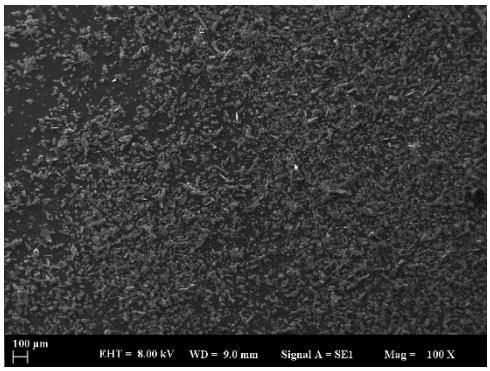


(a) (b)

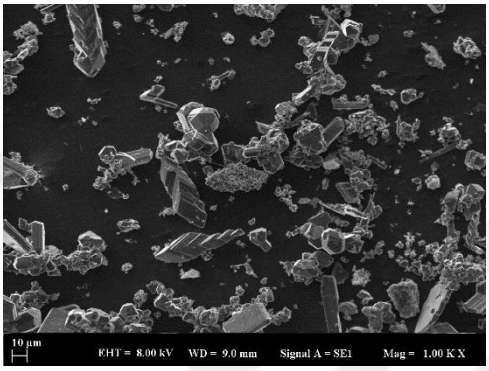
Şekil 4.24 80T10GT10C10 numunesine ait SEM analiz görüntüleri



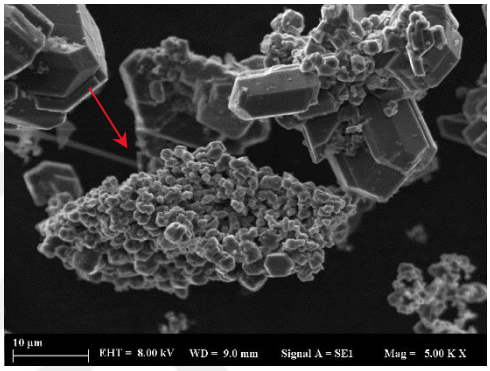
(c)



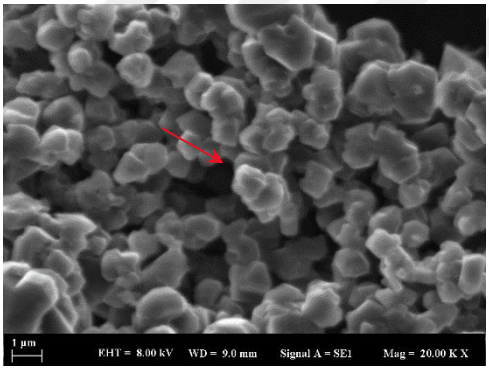
(d)



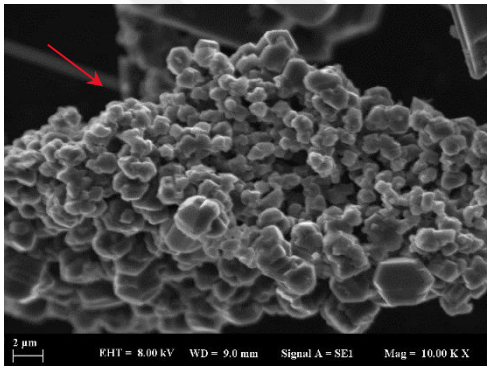
(e)



(f)

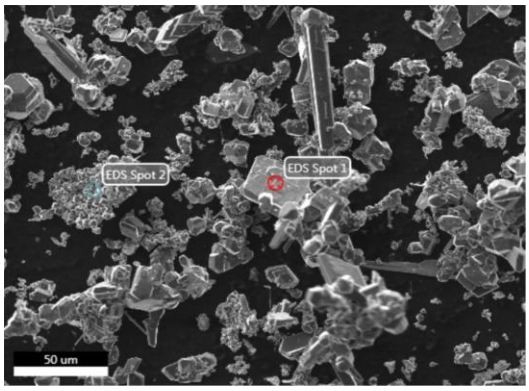


(g)

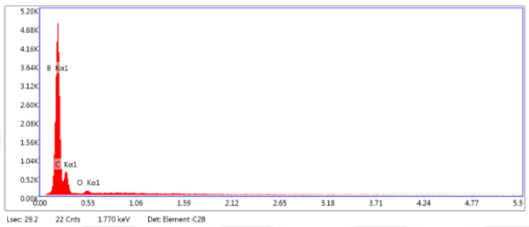


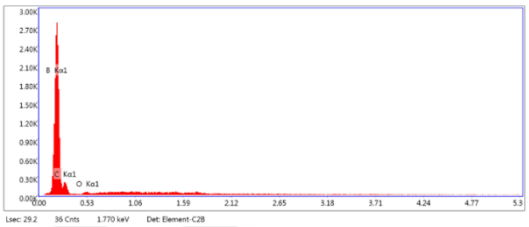
(h)

Şekil 4.24 80T10GT10C10 numunesine ait SEM analiz görüntüleri (devamı)



(a) Alan 1





Element	Kütle %	Atomik %	Net Int.
B K	72.5	74.7	891.2
C K	26.9	25.0	130.5
O K	0.5	0.4	7.5

(b) EDS Spot 1

Element	Kütle %	Atomik %	Net Int.
B K	84.3	85.6	529.3
C K	15.7	14.4	31.7
O K	0.0	0.0	0.0

(c) EDS Spot 2

Şekil 4.25 80T10GT10C10 numunesine ait SEM/EDS görüntüleri

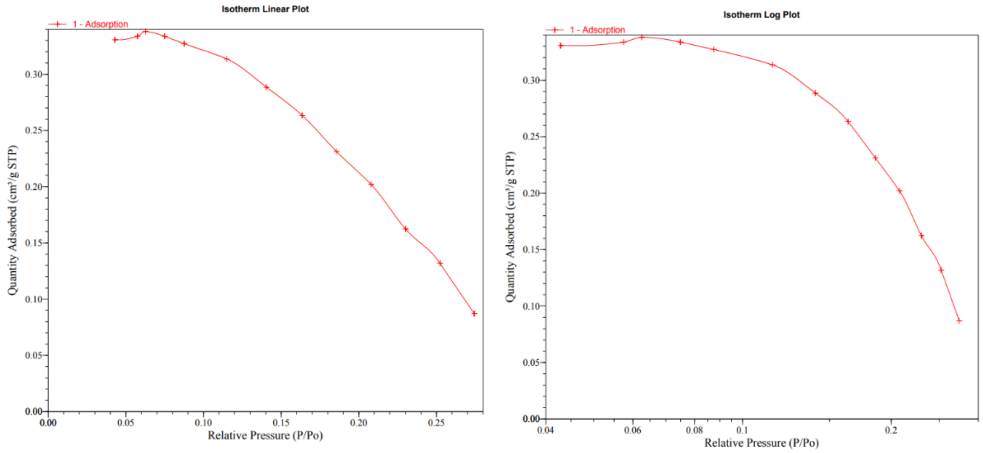
4.2.5 BET Analiz Sonuçlarının İncelenmesi

Tween 80 kullanılan numunelere BET analizi ile karakterizasyon yapılması uygun görülmüştür. Elde edilen sonuçlar Tablo 4.1'de özetlenmiştir. Numunelerin tespit edilen yüzey alanı değerleri karşılaştırıldığında en yüksek yüzey alanına 80T4GT10C10 kodlu numunenin sahip olduğu görülmektedir (Şekil 4.28). Bu numunenin SEM görüntüleri incelendiğinde yapısında yoğun miktarda tabaka halinde amorf boroksit ve süngerimsi yapıda grafit varlığı görülmektedir. Aynı şekilde bu numuneye en yakın BET yüzey alanı veren 80T2GT10C10, numunesinde de SEM görüntülerinde benzer amorf yaplara rastlanmıştır. Dolayısıyla BET yüzey alanlarının bu iki numune için yüksek çıkması sonuçlarla uyumludur. 80T3GT10C10 numunesine ait XRD ve SEM görüntülerinde, yapıda

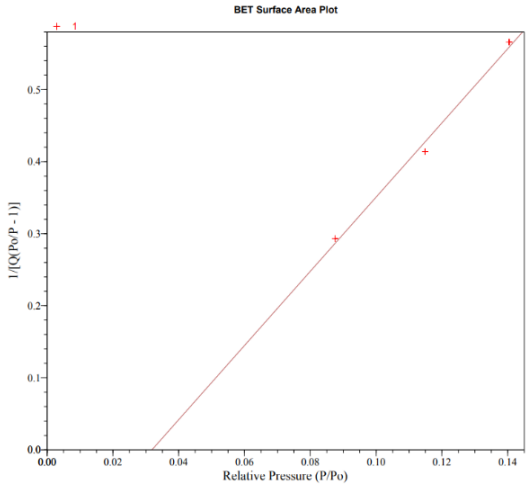
bor karbona dönüşümün tamamlandığı görülmektedir. SEM görüntülerinde farklı polyhedral, eş eksenli ve 100 μm üzeri partiküller tespit edilmişti, dolayısıyla bu sonuçların numuneye ait BET yüzey alanı sonuçlarıyla uyumlu olduğu söylenebilmektedir. Ancak, özellikle 80T5GT10C10 ve 80T10GT10C10 numunelerinde SEM görüntüleri incelendiğinde, çok yüksek miktarda, 20 μm'den dahi büyük boyutlarda olan, plakamsı, iğnemsi partiküller içermesine rağmen BET yüzey alanı boyutu tutarlı çıkmadığı görülmektedir (Şekil 4.29 ve 4.30). Ayrıca iterceptin ve C değerinin pozitif olması gerektiği ve isotermin de hep artan P/P_0 değeri ile yükseliş göstermesi gerektiği literatürden bilinmektedir[43,91]. Sonuçların bu şekilde olmasının sebebi; yanlış seçilen degaz süresi ya da sıcaklığı veya malzemenin çok düşük yüzey alanına sahip olması olabilmektedir.

Tablo 4.1 Farklı Kompozisyonlardaki Tozların BET analizi sonuçları

Numune Kodu	Degaz Sıcaklığı (°C)	Degaz Süresi (s)	BET yüzey alanı (m^2/g)
80T1GT10C10	80	12	0.8733
80T2GT10C10	80	12	5.4603
80T3GT10C10	80	12	4.8515
80T4GT10C10	80	12	5.6904
80T5GT10C10	80	12	2.5925
80T10GT10C10	80	12	0.7031

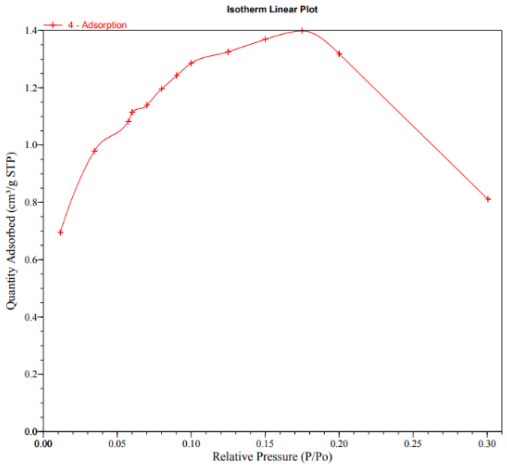


(a) (b)

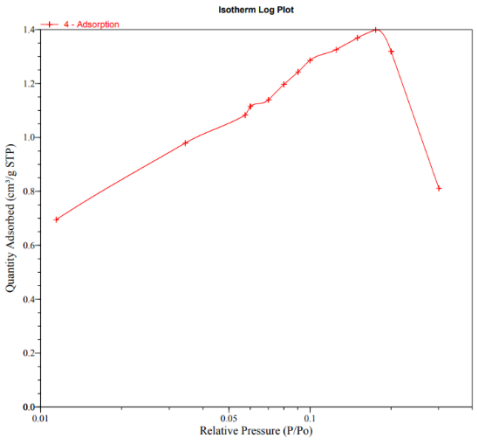


(c)

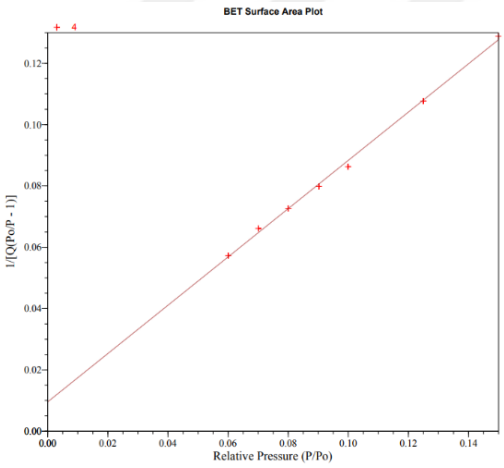
Şekil 4.25 80T1GT10C10; (a) İzoterm lineer alan, (b) İzoterm log alan, (c)BET yüzey alanı



(a)

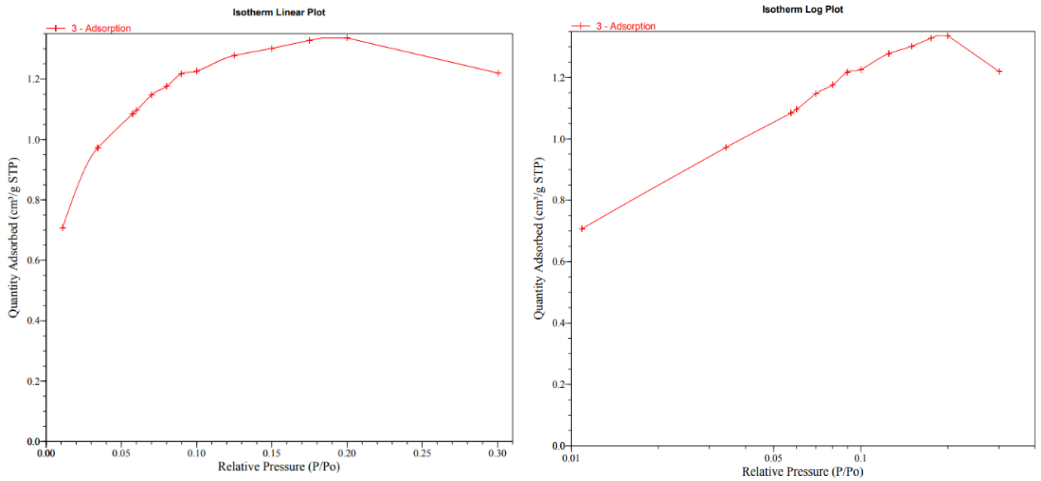


(b)

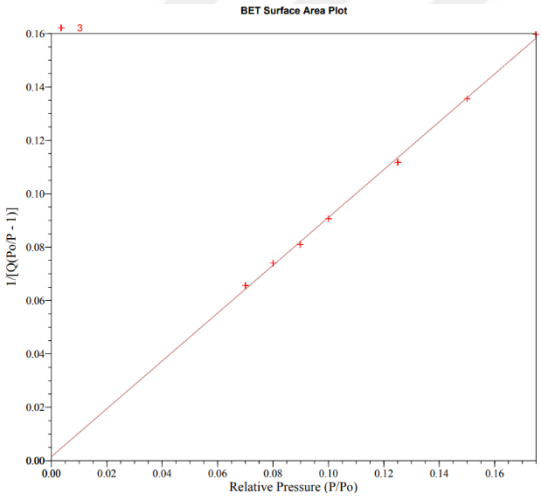


(c)

Şekil 4.26 80T2GT10C10; (a) İzoterm lineer alan, (b)İzoterm log alan, (c)BET yüzey alanı

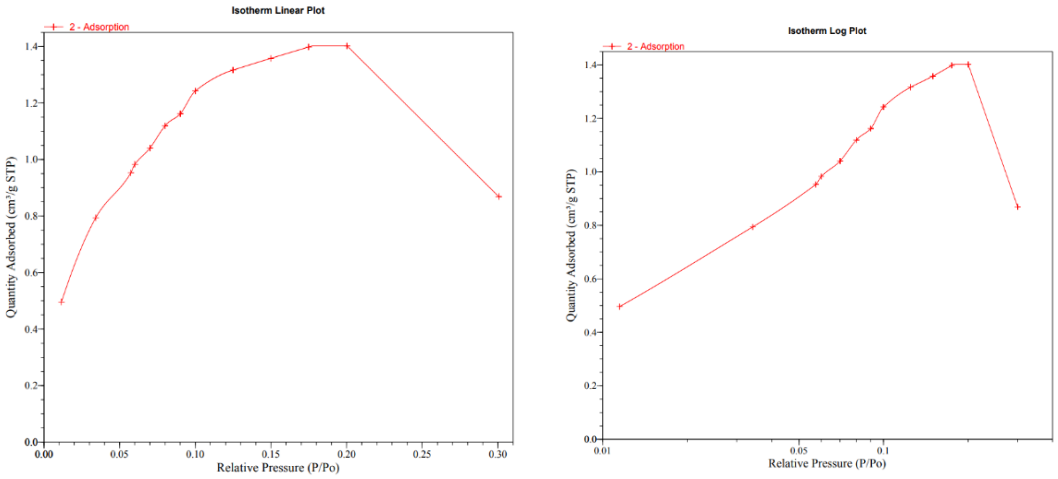


(a) (b)

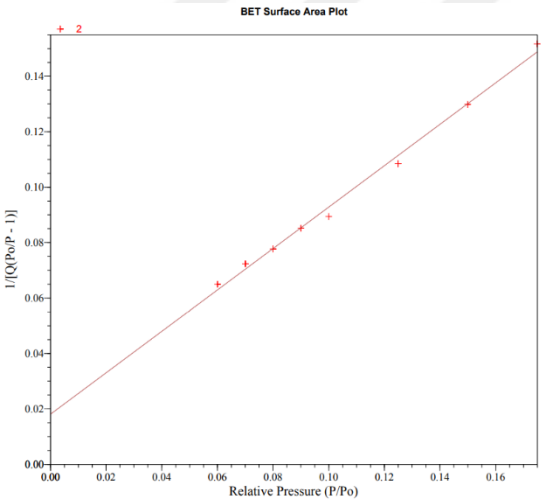


(c)

Şekil 4.27 80T3GT10C10; (a) İzoterm lineer alan, (b)İzoterm log alan, (c)BET yüzey alanı

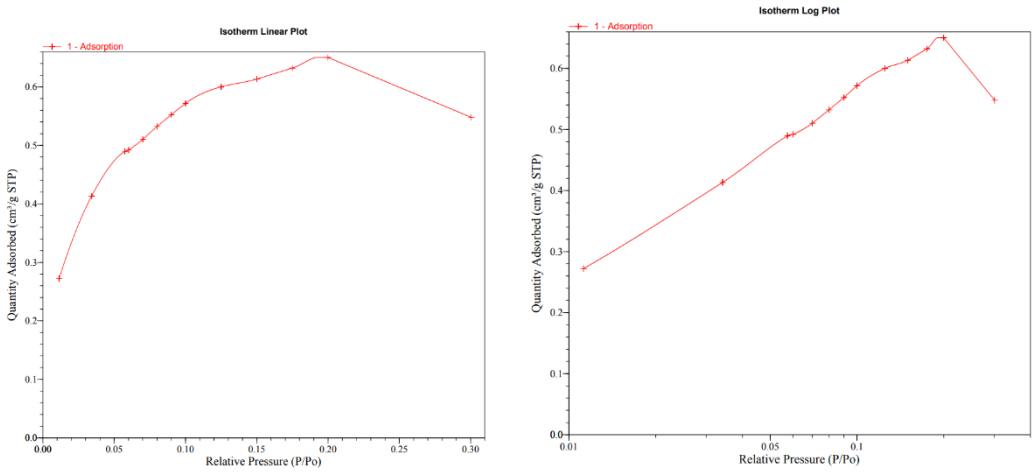


(a) (b)

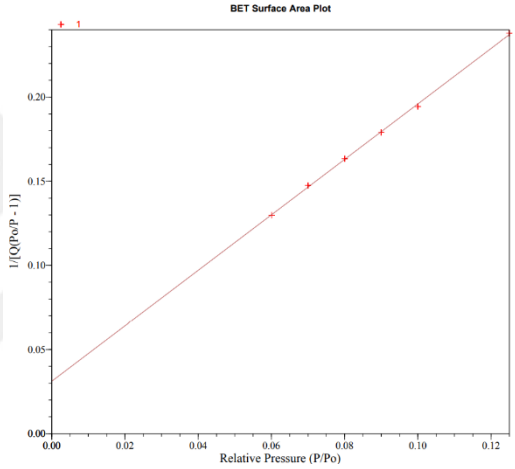


(c)

Şekil 4.28 80T4GT10C10; (a) İzoterm lineer alan, (b)İzoterm log alan, (c)BET yüzey alanı

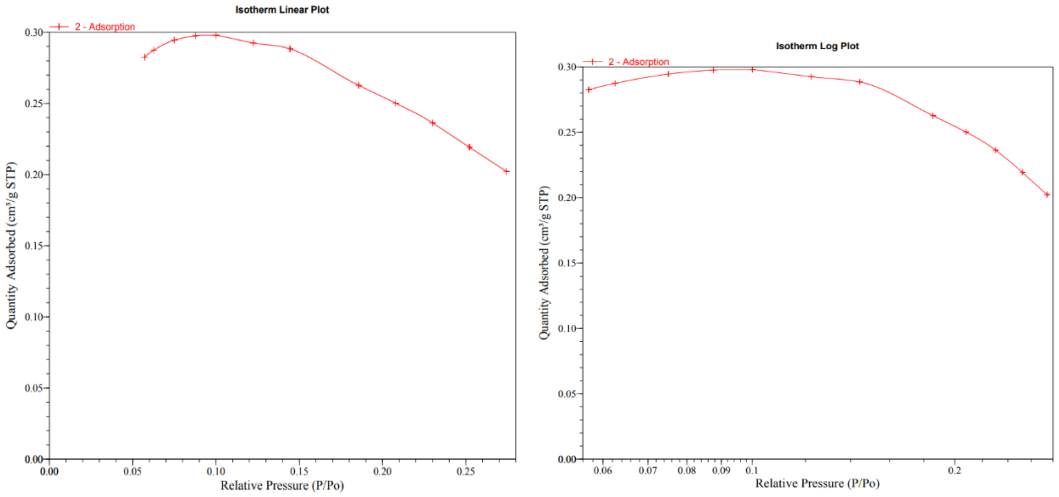


(a) (b)

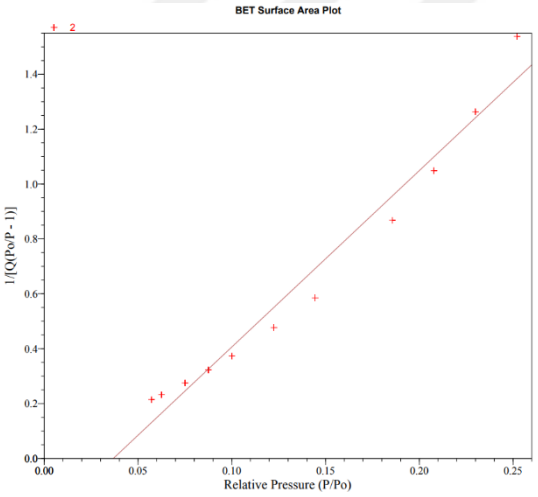


(c)

Şekil 4.29 80T5GT10C10; (a) İzoterm lineer alan, (b)İzoterm log alan, (c)BET yüzey alanı

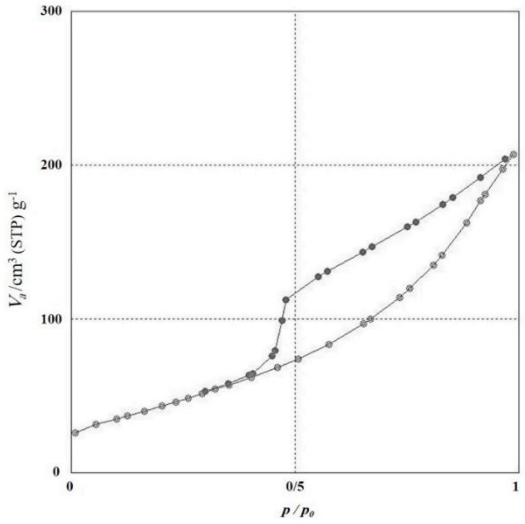


(a) (b)



(c)

Şekil 4.30 80T10GT10C10; (a) İzoterm lineer alan, (b)İzoterm log alan, (c)BET yüzey alanı



Şekil 4.31 Olması gereken P/P_0 grafiği

5
NÜKLEER SINIF BOR KARBÜR – BOR NİTRÜR PARTİKÜL TAKVİYELİ LDPE MATRİS KOMPOZİTLERİN NÖTRON KALKANLAMA PERFORMANSLARININ VE ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ

Bu bölümde, yerli ve milli kaynaklar kullanılarak, nötron radyasyonunu zırhlamada kullanmak amacıyla, kişisel kullanıma uygun, hafif, uygun fiyatlı ve esnek, bor karbür ve bor nitrür katkılı polimer matris kompozit levhaların imalatı hedeflenmektedir. Bu amaç doğrultusunda, tez çalışmasında geliştirilmiş ve optimize edilmiş olan üretim yöntemi ile ASTM (C750-09) standardına göre nükleer kalite sınıfına girebilecek özellikte bor karbür - bor nitrür tozların üretimi gerçekleştirilmiştir. Daha sonra ağırlıkça %5 ve %10 dolgu miktarlarında LDPE matrise takviye elemanı olarak katılmış ve sıcak presleme yöntemi ile kompozit plakaların üretimi gerçekleştirilmiştir. Bor karbür – bor bitrür takviye miktarının kompozit plakaların nötron soğurma kabiliyetlerine etkileri araştırılmış ve tartışılmıştır.

Literatürden bilindiği üzere nötron ışınlarını absorblama yeteneği en iyi olan iki atom hidrojen ve tesir kesiti yüksek olan ^{10}B izotopudur. Bor karbürün güçlü nötron absorbsiyonu yapısındaki dört adet bor atomu bulundurmasından gelmektedir. Dolayısıyla bor karbür - bor nitrür toz katkı madddesi seçilirken bu durum göz önünde bulundurulmuş, bor nitrür oranı bor karbür oranını geçmeyen aynı zamanda yapısında artık faz bulundurmayan bir kompozisyon seçilmeye çalışılmıştır. Tüm bu kriterler göz önünde bulundurularak, nötron kalkanlama için kompozit üretiminde seçilen kompozisyon A80GT10C10 kodlu, 6 saat kalsinasyon 3 saat piroliz ve 5 saat son ısıl işlem gören kompozisyon olmuştur.

5.1 LDPE-B_4C-BN Kompozit Plakaların Mekanik Özelliklerinin İncelenmesi

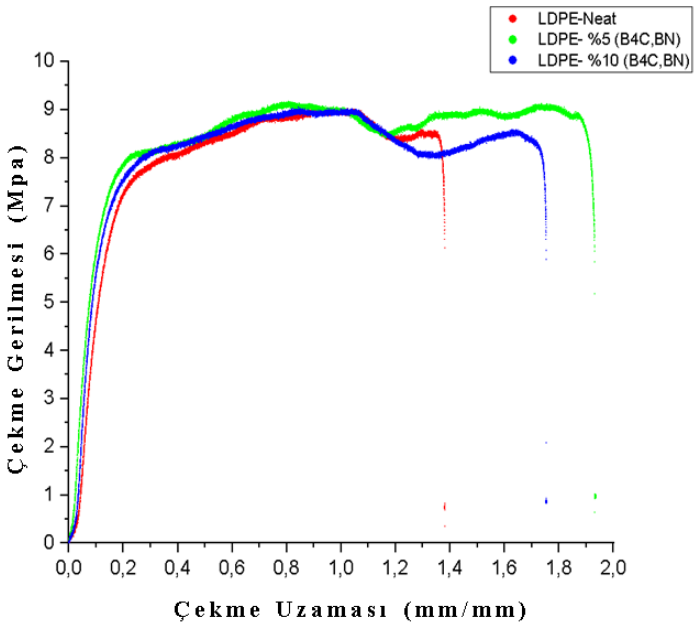
Üretilen kompozitlerin çekme testlerinin sonuçları Tablo 5.2'de gösterilmiştir. LDPE – Neat kodlu numunenin elde edilen çekme mukavemeti değeri, literatürde yer alan çalışmalarla tutarlı olduğu görülmektedir[19,108-110]. Polimerik malzemenin çekme mukavemetinin kristalinitesi ile direk bağlantılı olduğu bilinmektedir. LDPE'deki moleküler zincirlerin dallı yapısı, zincirler arasındaki bağlanma kuvvetlerini düşürdüğünden kristalinite ve mukavemet de düşmektedir. Stres yönü boyunca yönlendirilen takviye parçacıklarının LDPE'nin gerilme mukavemetini arttırabileceği literatürde yer almaktadır[19,108]. Kompozit malzemelerin mekanik özellikleri için belirleyici olan bir diğer faktör ise, takviye partiküllerinin boyutu ve şekli, polimerik matris içindeki dağılımları, takviye partikülleri ve polimerik matris arasındaki ara yüzey etkileşimi olarak gösterilmektedir. Literatürde yapılan çalışmalardan bilindiği üzere, polietilen matrise bor karbür partiküllerinin eklenmesi ile yapılan bazı çalışmalarda gerilme mukavemetinin ve Young modülünün büyük ölçüde azaltıldığı bildirilmektedir[19,110,111]. Bununla tezat olarak bazı araştırmacılar ise bor karbür partiküllerinin eklenmesiyle mekanik mukavemetin arttığı yönünde bilgiler vermektedirler[19,112,113]. Sonuçlardaki bu farklılıkların sebebi olarak yukarıda belirttiğimiz belirleyici faktörlerdeki farklılıklar olabileceği düşünülmektedir. Seçilen matris malzemesinin fiziksel ve kimyasal özellikleriyle birlikte takviye parçacıklarının özellikleri de hesaba katılması gereklidir. Bu tez çalışmasında üretilen kompozitlerin çekme testi sonuçları Tablo5.2'de sunulmuştur. Literatür sonuçlarıyla karşılaştırıldığında, LDPE-Neat kodlu numunenin elde edilen çekme mukavemeti değerinin önceki sonuçlarla uyumlu olduğu görülmektedir[19,108,111,114]. Sonuçlar incelendiğinde B_4C – BN katkısının çekme dayanımını düşürdüğü gözlemlenlenmekte, fakat B_4C – BN katkısındaki artışın çekme dayanımını arttırtıdığı görülmektedir(Şekil 5.1).

Tablo 5.1 Kompozit numunlerin kodları ve dolgu oranları

Kompozit Numune Kodu	Matris	Toz Kodu	Dolgu Oranı (ağ. %)
NEAT	LDPE	-	0
A5	LDPE	A80GT10C10	5
A10	LDPE	A80GT10C10	10

Tablo 5.2 Çekme testi sonuçları

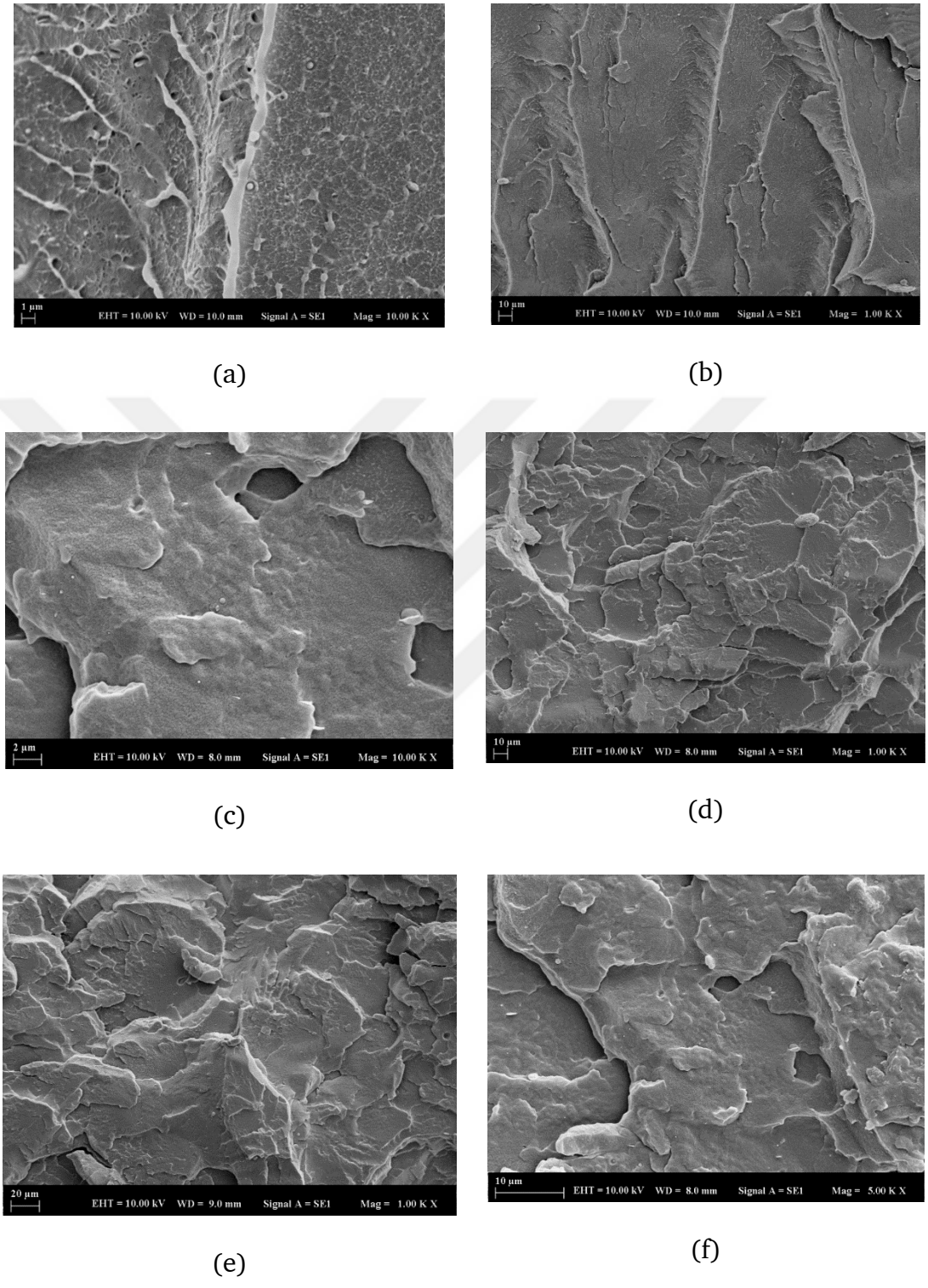
Numune Kodu	Çekme Mukavemeti (MPa)	Elastisite Modülü (mm/mm)	Kopma Uzaması (%)	Kopma Gerilmesi (MPa)	Maksimum Yük (N)
NEAT	9,0431	48,4488	138,0730	0,7532	189,9049
A5	9,1686	56,4584	193,6710	1,0079	192,5403
A10	9,0530	55,4661	175,3530	0,8714	195,5440



Şekil 5.1 A80GT10C10 kodlu numunenin gerilme-gerinim eğrileri

Çekme testi gerçekleştirildikten sonra, kopma meydana gelen yüzeyler, SEM/EDS analiziyle incelenmiştir. LDPE-Neat, LDPE-B_4C-BN-%5 ve LDPE-B_4C-BN-%10 numunelerine ait şekiller aşağıda sunulmuştur. Şekiller incelendiği zaman hem LDPE-B_4C-BN-%5 kodlu numunede hem de LDPE-B_4C-BN-%10 kodlu numune de bor karbür ve bor nitrür partiküllerinin polimer matrisi yırtarak dışarıya çıktığı gözlemlenmektedir(Şekil 5.5 (d) ve Şekil 5.9(c)). Bu partiküllerin bazılarının konumları şekiller üzerinde kırmızıyla işaretlenmiştir. Yüksek büyütmeyle çekilen görüntülerde bor karbür-bor nitrür partiküllerinin etrafında polimer matriste oluşan plastik deformasyon gözlemlenebilmektedir. Polimer matrisin, çekme testi sırasında yükleme yönü boyunca plastik akışı ile birlikte bor karbür ve bor nitrür parçacıklarının yer değiştirmesi nedeniyle oluştuğu ve bu hareket esnasında sert bor karbür-bor nitrür partiküllerinin yumuşak polimer matrisi deforme ettiği düşünülmektedir. Bununla birlikte, çekme testi için numune hazırlanırken, plakalardan uygun ölçülerde, su jeti ile kesilmesiyle numune hazırlanmıştır. Şekil 5.15'da görüldüğü üzere, polimer matris su jeti ile kesim nedeniyle mikro boyutta parçalanmıştır. Literatürden bilindiği üzere LDPE polimer matrisin çekme dayanımı 10 MPa'dan az olmaması gerektiği bilinmektedir. Şekil 5.1'te ise LDPE

polimer matrisin yaklaşık olarak 8 MPa civarında koptuğu görülebilir[123,124]. Buna, su jeti ile kesim esnasında oluşan yırtıkların sebep olduğu düşünülmektedir.

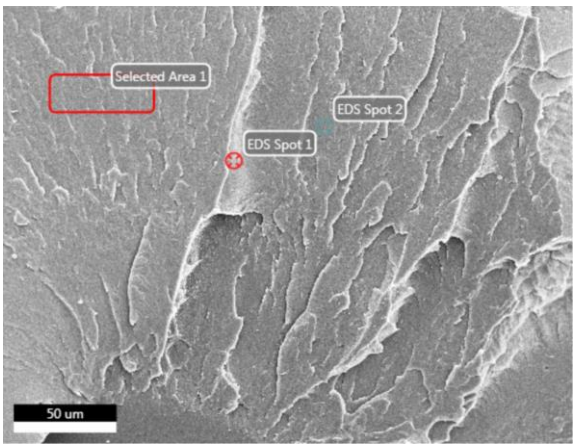


(a) (b)

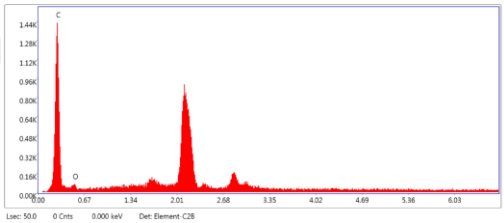
(c) (d)

(e) (f)

Şekil 5.2 Neat – Plakanın kırık yüzeylerinin SEM analiz sonuçları

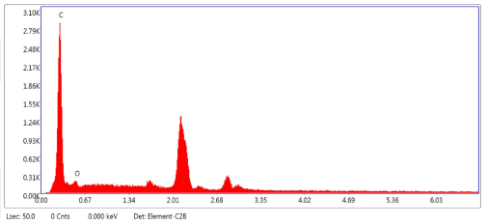


(a) Alan 1



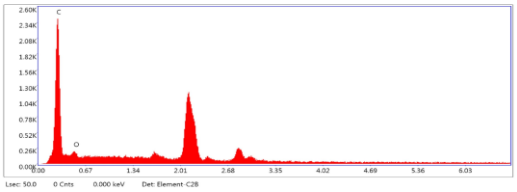
Element	Kütle%	Atomik%	Net Int.
C K	100.00	100.00	174.33
O K	0.00	0.00	0.00

(b) EDS Spot 1



Element	Kütle%	Atomik%	Net Int.
C K	99.61	99.71	411.63
O K	0.39	0.29	0.54

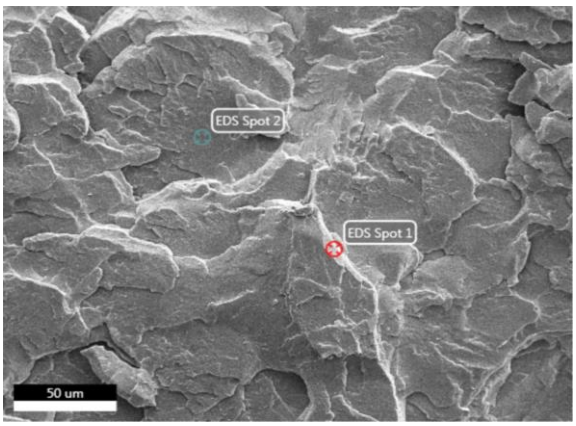
(c) EDS Spot 2



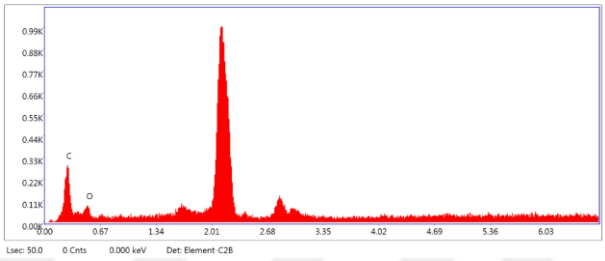
Element	Kütle%	Atomik%	Net Int.
C K	97.79	98.33	340.40
O K	2.21	1.67	2.64

(d) EDS Spot 3

Şekil 5.3 Neat – Plakanın kırık yüzeylerinden Alan 1'in SEM/EDS analiz sonuçları

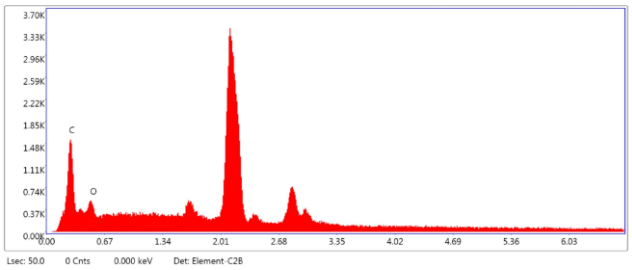


(a) Alan 2



Element	Kütle%	Atomik%	Net Int.
C K	76.60	81.35	37.28
O K	23.40	18.65	5.26

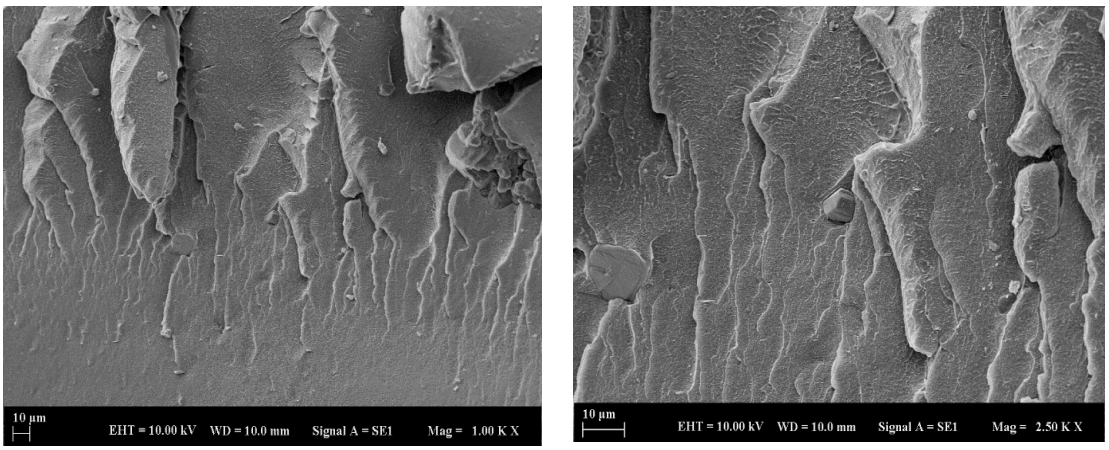
(b) EDS Spot 1



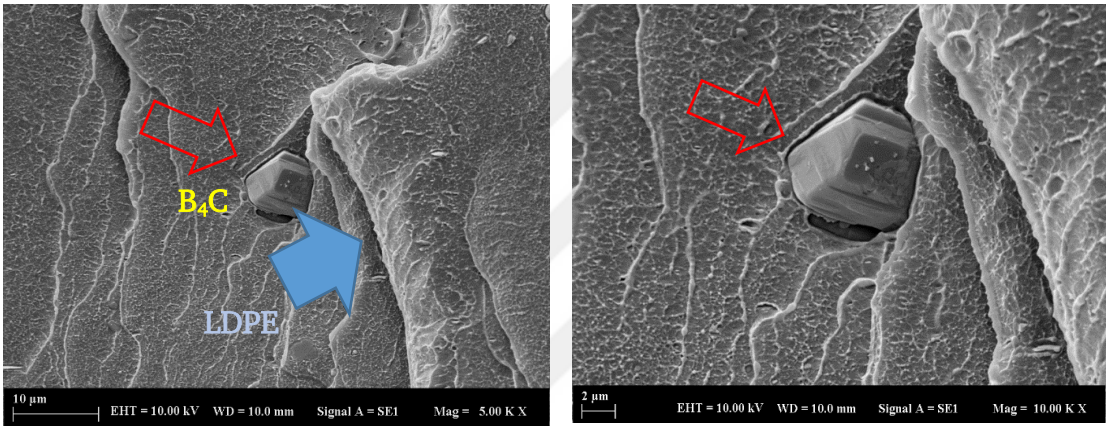
Element	Kütle%	Atomik%	Net Int.
C K	79.90	84.11	181.54
O K	20.11	15.89	20.10

(c) EDS Spot 2

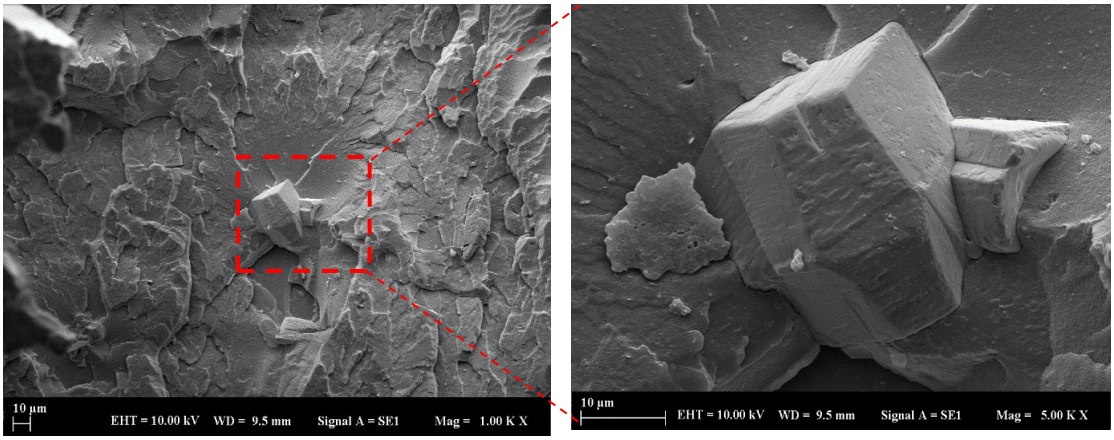
Şekil 5.4 Neat – Plakanın kırık yüzeylerinden Alan 2'in SEM/EDS analiz sonuçları



(a) (b)

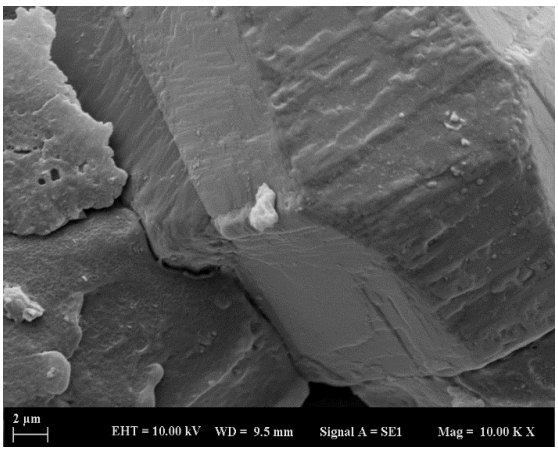


(c) (d)



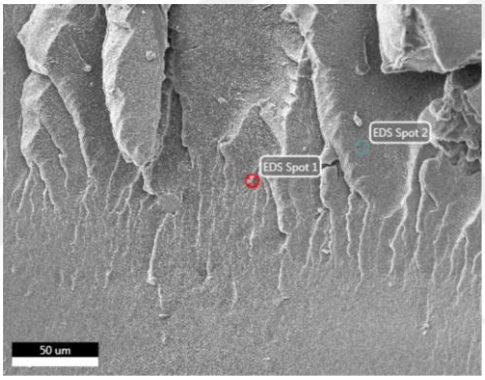
(e) (f)

Şekil 5.5 A5 Kodlu – Plakanın kırık yüzeylerinin SEM analiz sonuçları

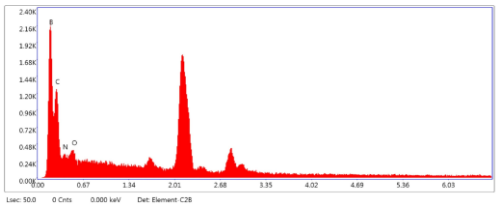


(g)

Şekil 5.5 A5 Kodlu – Plakanın kırık yüeylerinin SEM analiz sonuçları (devamı)

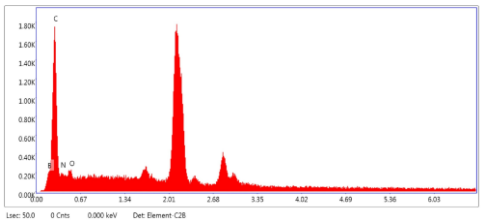


(a) Alan 1



Element	Kütle%	Atomik%	Net Int.
B K	47.94	51.16	280.39
C K	46.65	44.81	155.03
N K	1.31	1.08	3.54
O K	4.10	2.95	27.43

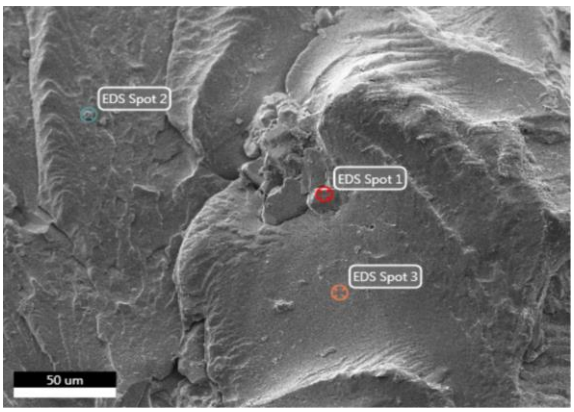
(b) EDS Spot 1



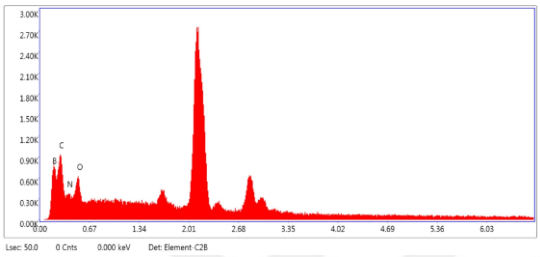
Element	Kütle%	Atomik%	Net Int.
B K	12.23	13.48	17.53
C K	85.45	84.79	215.50
N K	0.03	0.03	0.02
O K	2.29	1.70	3.53

(c) EDS Spot 2

Şekil 5.6 A5 Kodlu – Plakanın kırık yüzeylerinden Alan 1'in SEM/EDS analiz sonuçları

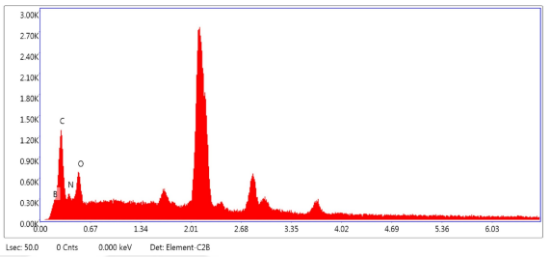


(a) Alan 2



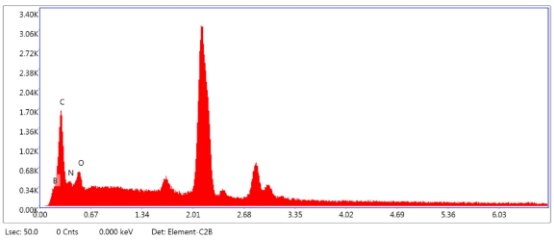
Element	Kütle%	Atomik%	Net Int.
B K	39.03	42.61	87.77
C K	50.66	49.79	85.49
N K	0.02	0.01	0.02
O K	10.29	7.59	30.02

(b) EDS Spot 1



Element	Kütle%	Atomik%	Net Int.
B K	16.48	18.96	20.96
C K	62.38	64.60	133.84
N K	0.02	0.02	0.02
O K	21.12	16.42	42.57

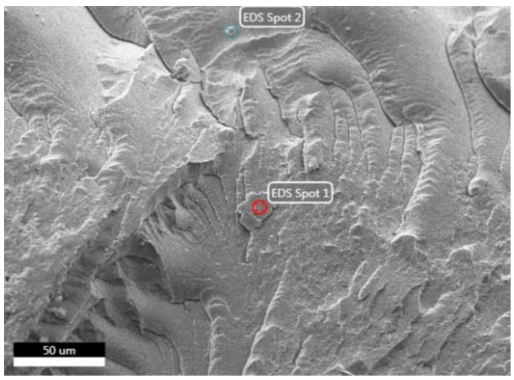
(c) EDS Spot 2



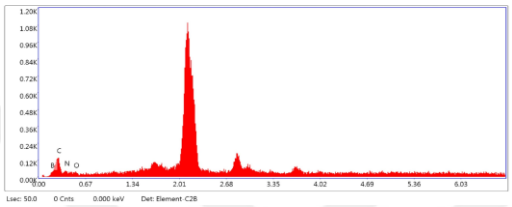
Element	Kütle%	Atomik%	Net Int.
B K	17.22	19.36	28.40
C K	70.25	71.11	179.12
N K	0.02	0.02	0.02
O K	12.51	9.51	27.41

(b) EDS Spot 3

Şekil 5.7 A5 Kodlu – Plakanın kırık yüzeylerinden Alan 2'nin SEM/EDS analiz sonuçları

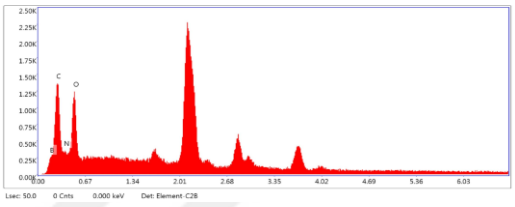


(a) Alan 3



Element	Kütle%	Atomik%	Net Int.
B K	42.84	45.52	1.50
C K	55.78	53.35	1.21
N K	1.38	1.13	0.02
O K	0.00	0.00	0.00

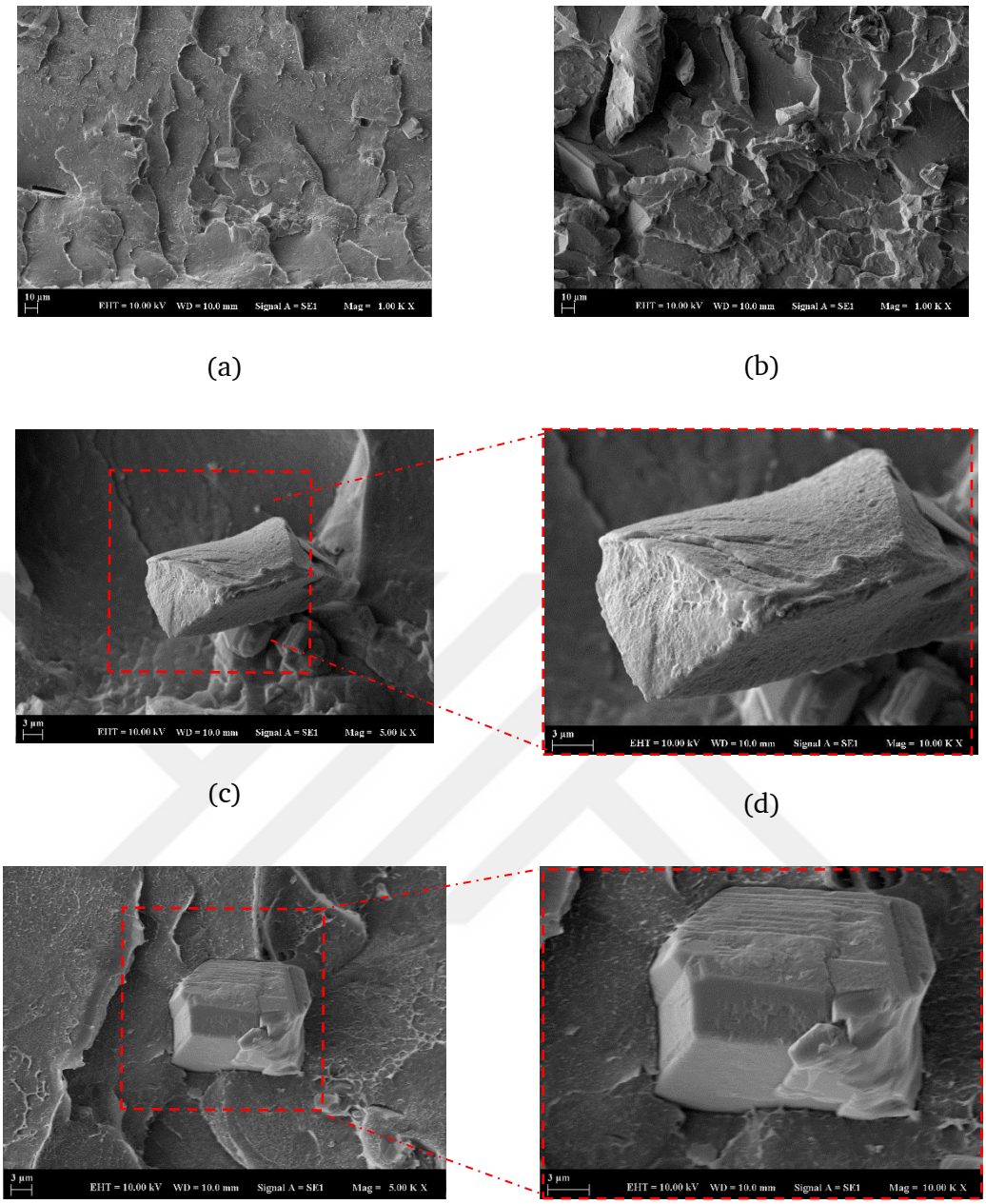
(b) EDS Spot 1



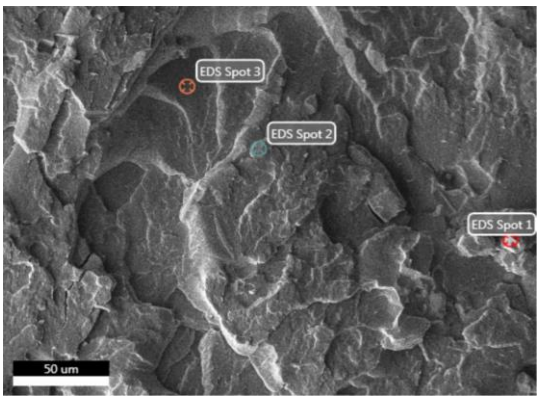
Element	Kütle%	Atomik%	Net Int.
B K	13.70	16.46	20.51
C K	49.93	54.00	153.78
N K	0.01	0.01	0.02
O K	36.36	29.52	117.38

(b) EDS Spot 2

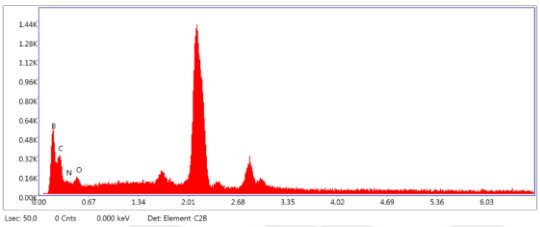
Şekil 5.8 A5 Kodlu – Plakanın kırık yüzeylerinden Alan 3'ün SEM/EDS analiz sonuçları



Şekil 5.9 A10 Kodlu – Plakanın kırık yüzeylerinin SEM analiz sonuçları

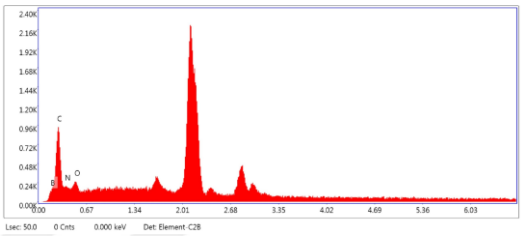


(a) Alan 1



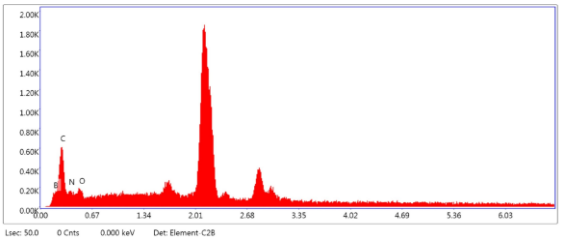
Element	Kütle%	Atomik%	Net Int.
B K	55.35	58.02	66.21
C K	44.02	41.53	24.24
N K	0.04	0.03	0.02
O K	0.59	0.42	0.75

(b) EDS Spot 1



Element	Kütle%	Atomik%	Net Int.
B K	15.08	16.58	9.78
C K	82.48	81.61	83.77
N K	0.07	0.06	0.02
O K	2.36	1.75	1.65

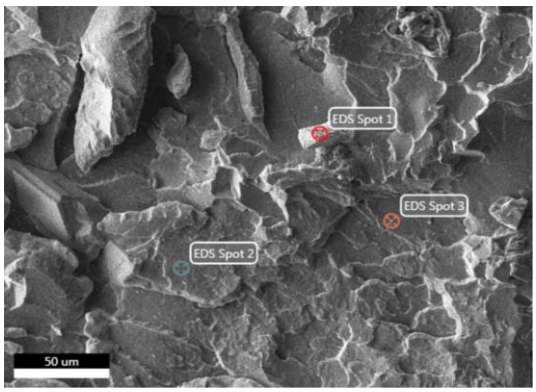
(b) EDS Spot 2



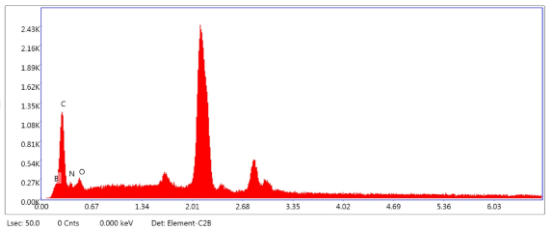
Element	Kütle%	Atomik%	Net Int.
B K	20.12	22.12	12.72
C K	75.09	74.31	62.48
N K	0.07	0.06	0.02
O K	4.73	3.51	3.41

(c) EDS Spot 3

Şekil 5.10 A10 Kodlu – Plakanın kırık yüzeylerinden Alan 1'in SEM/EDS analiz sonuçları

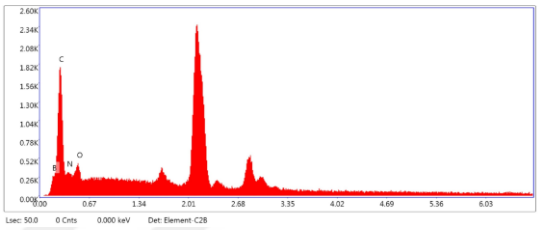


(a) Alan 2



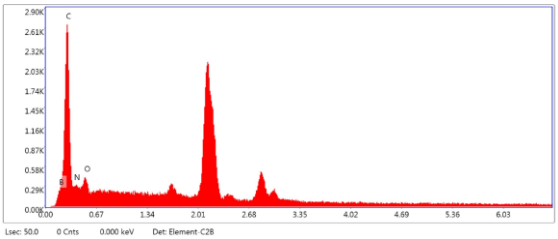
Element	Kütle%	Atomik%	Net Int.
B K	12.52	13.81	10.11
C K	84.69	84.10	119.23
N K	0.06	0.05	0.02
O K	2.73	2.03	2.39

(a) EDS Spot 1



Element	Kütle%	Atomik%	Net Int.
B K	12.52	13.81	10.11
C K	84.69	84.10	119.23
N K	0.06	0.05	0.02
O K	2.73	2.03	2.39

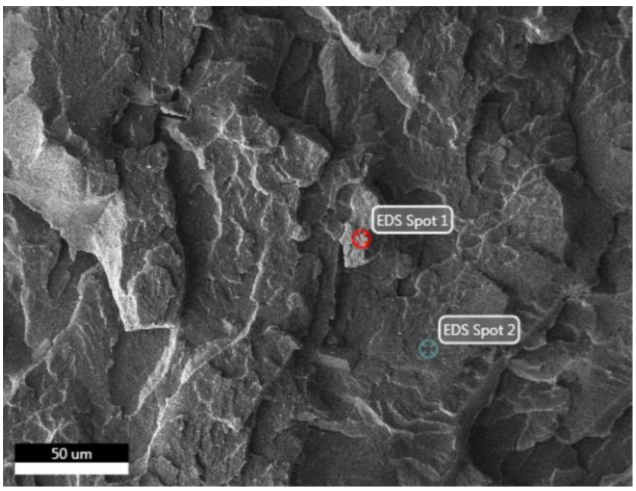
(b) EDS Spot 2



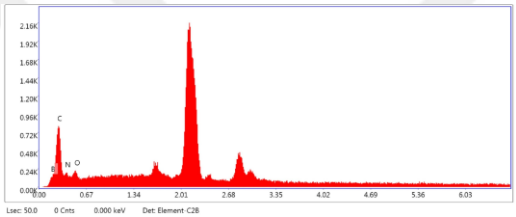
Element	Kütle%	Atomik%	Net Int.
B K	13.10	14.67	19.90
C K	77.80	78.44	210.12
N K	0.03	0.02	0.02
O K	9.08	6.87	17.01

(c) EDS Spot 3

Şekil 5.11 A10 kodlu – plakanın kırık yüzeylerinden Alan 2'nin SEM/EDS analiz sonuçları

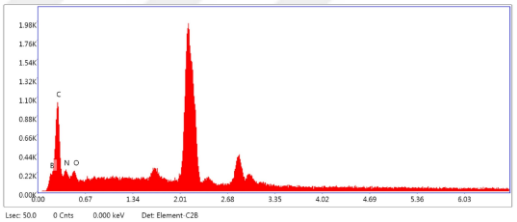


(a) Alan 3



Element	Kütle%	Atomik%	Net Int.
B K	14.19	15.52	7.18
C K	85.71	84.39	69.09
N K	0.10	0.08	0.02
O K	0.00	0.00	0.00

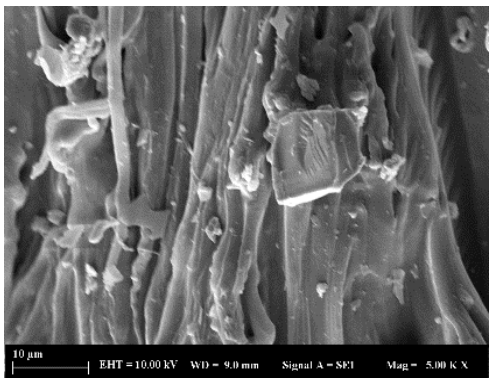
(a) EDS Spot 1



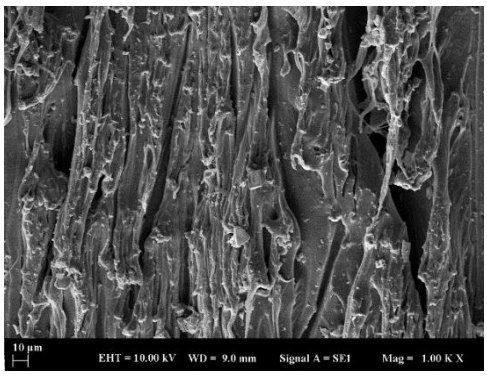
Element	Kütle%	Atomik%	Net Int.
B K	17.44	19.22	18.00
C K	77.13	76.52	114.92
N K	1.98	1.69	0.91
O K	3.45	2.57	3.93

(a) EDS Spot 2

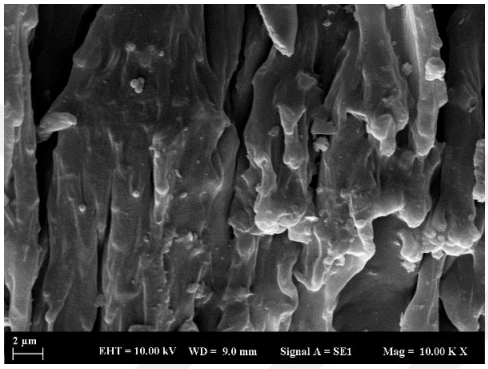
Şekil 5.12 A10 Kodlu – Plakanın kırık yüzeylerinden Alan 2'nin SEM/EDS analiz sonuçları



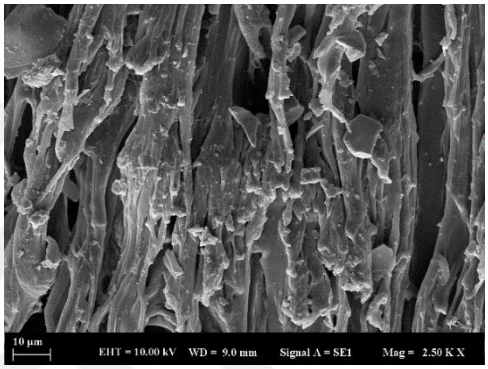
(a)



(b)

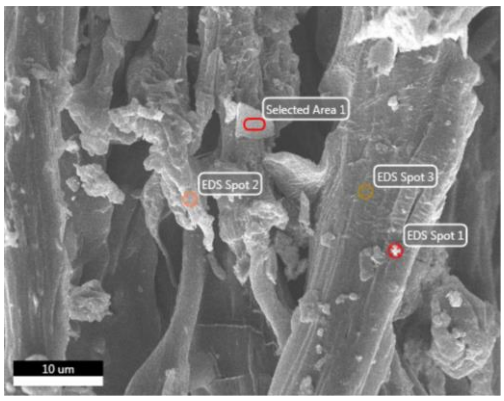


(c)

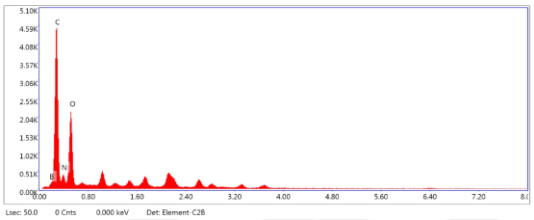


(d)

Şekil 5.13 LDPE-Neat numunesinin su jeti ile kesilmiş yüzeylerinin SEM görüntüleri

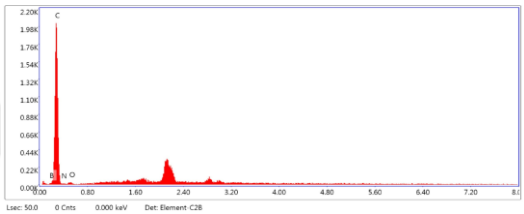


(a) Alan 1



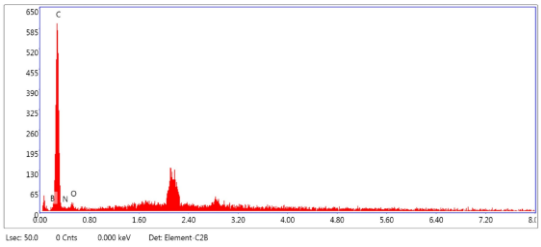
Element	Kütle%	Atomik%	Net Int.
B K	6.31	7.60	22.53
C K	59.30	64.24	629.75
N K	1.66	1.54	4.92
O K	32.73	26.62	244.14

(b) EDS Spot 1



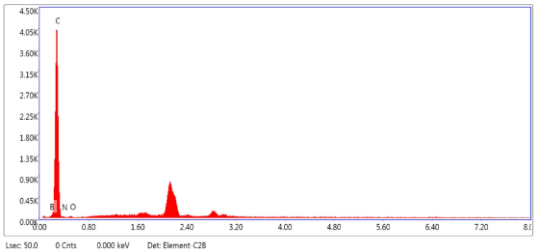
Element	Kütle%	Atomik%	Net Int.
B K	1.68	1.86	1.21
C K	98.24	98.07	225.75
N K	0.08	0.07	0.02
O K	0.00	0.00	0.00

(c) EDS Spot 2



Element	Kütle%	Atomik%	Net Int.
B K	3.79	4.19	0.92
C K	95.98	95.61	65.01
N K	0.23	0.19	0.02
O K	0.00	0.00	0.00

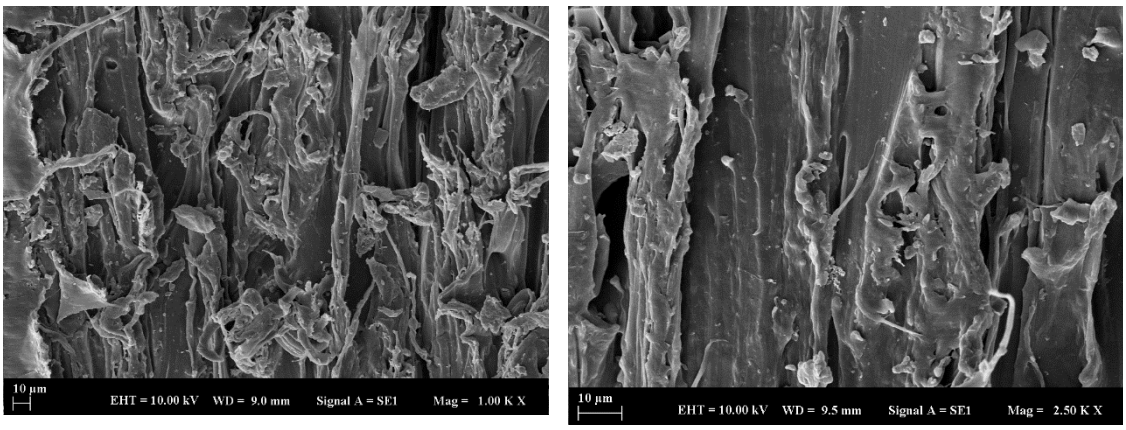
(d) EDS Spot 3



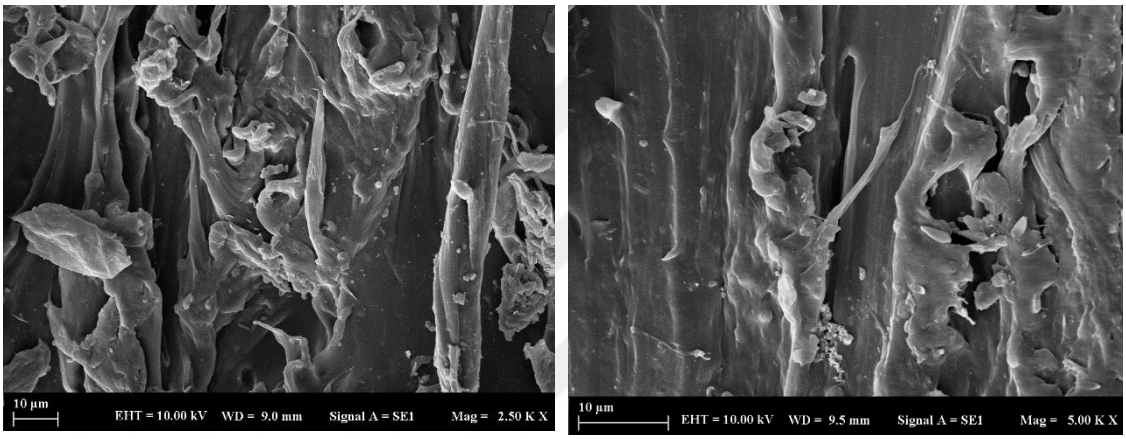
Element	Kütle%	Atomik%	Net Int.
B K	1.53	1.70	2.22
C K	98.43	98.27	460.19
N K	0.04	0.03	0.02
O K	0.00	0.00	0.00

(e) EDS Spot 4

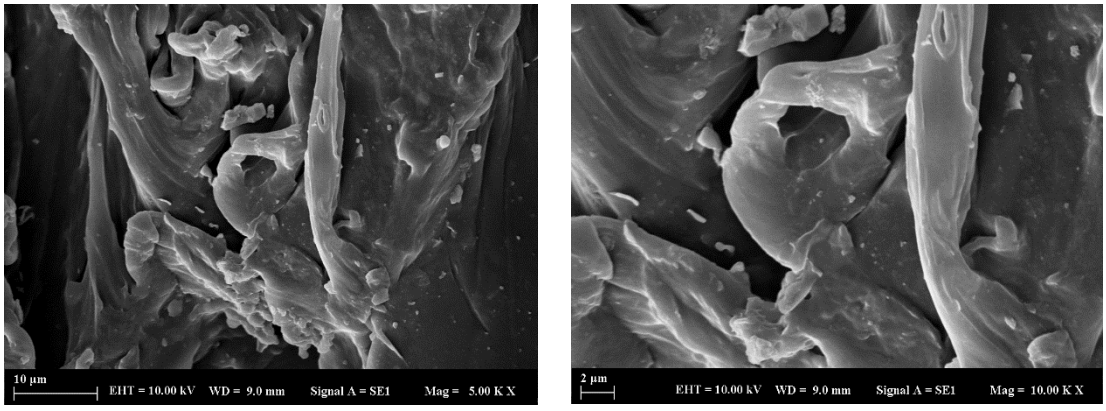
Şekil 5.14 LDPE-Neat numunesinin su jeti ile kesilmiş yüzeylerinin SEM/EDS analiz sonuçları



(a) (b)

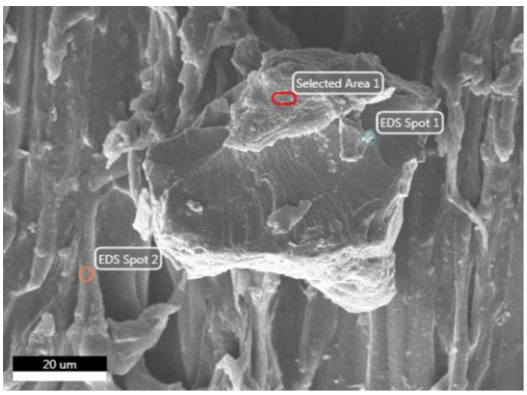


(c) (d)

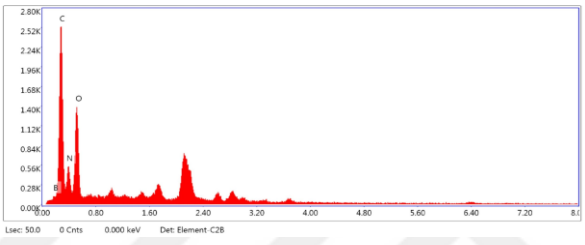


(e) (f)

Şekil 5.15 LDPE-Neat numunesinin su jeti ile kesilmiş yüzeylerinin SEM görüntüleri



(a) Alan 1



Element	Kütle%	Atomik%	Net Int.
B K	6.86	8.39	16.54
C K	47.48	52.30	339.61
N K	13.15	12.42	33.71
O K	32.51	26.89	161.24

(b) EDS Spot 1

Şekil 5.16 LDPE-Neat numunesinin su jeti ile kesilmiş yüzeylerinin SEM görüntüleri

5.2 LDPE-B_4C-BN Kompozit Plakaların Nötron Zırhlama Kabiliyetlerinin İncelenmesi

Tezin bu bölümünde, LDPE-B_4C-BN kompozitlerin nötron radyasyonunu zırhlama performanslarının, B_4C-BN toz partiküllerinin takviye miktarı ve plaka kalınlığının bir fonksiyonu olarak araştırılmıştır. Çalışmada üretilen, nötron kalkanlama performansları incelenecek olan kompozit plakaların kodları Tablo 5.1'de verilmektedir.

Dedektörün boş ölçümünden saptanan nötron akısı ortalama 893,66 $cm^{-1}s^{-1}$ olarak ölçülmüştür(Tablo 5.3). NEAT kodlu, saf, katkısız kompozit numunenin boş ölçümle karşılaştırıldığında daha az nötron akısının dedektöre ulaştığı görülmektedir. NEAT kodlu numunenin 3,2 ve 5,7 mm kalınlığındaki plakalarından geçen nötron akısının sırasıyla 673 ve 543 $cm^{-1}s^{-1}$ olarak ölçülmüştür. Bu sonuca bakarak, NEAT numunenin kalınlığının 2,5 mm arttırılmasıyla, nötron akısının %14,54 daha fazla zırhlandığı görülmektedir. NEAT numune her ne kadar yalnızca saf polimer içerse de, polimerin içeriğindeki yoğun hidrojen ihtivası sebebiyle nötron akısını az da olsa zırhlayabilmesi gayet normal bir durumdur. Literatürde de bahsettiğimiz üzere, hidrojen atomları yüksek enerjiye sahip nötronların yavaşlatılmasında oldukça güçlü bir etkendir[10]. Böylelikle, nötron radyasyonunu zırhlamada önemli bir basamak olan yüksek enerjili nötron atomlarının, yavaşlatılarak termal nötronlara dönüştürülmesine katkı sağlanmaktadır. B_4C-BN partiküllerinin, LDPE matrise katkısıyla birlikte nötron akısında önemli bir azalma tespit edilmiştir. %10 oranında B_4C-BN partikül katkılı A10 kodlu numunenin, %5 partikül takviyeli, A5 kodlu kompozit numuneye göre daha az nötron akısı geçirdiği ve kompozitlerin kalınlıklarının arttırılmasıyla, zırhlama kabiliyetlerinin de önemli ölçüde arttığı tespit edilmiştir. Yalnızca %5'lik bir B_4C katkısı bile gelen nötron akısının %50'den fazlasının elimine edilebilmesini sağlamıştır. A5 kodlu 3,4 mm kalınlığındaki numune, gelen nötron akısının %68,66'sını zırhlamayı başarmış ve NEAT numuneye göre de yaklaşık %50 daha fazla tutuculuk göstermiştir. A5 kodlu numunenin kalınlığının neredeyse iki kat arttırılıp, 6,2 mm'ye çıkarılmasıyla zırhlamada da önemli ölçüde bir farklılık gözlemlenmemiştir. Yanı sıra A10 kodlu numunenin yalnızca 2,9 mm'lik kompoziti %64,97 nötron akısını zırhlayabilmiştir. Kalınlığındaki yalnızca 0,7 mm'lik artışla, nötron absorblama kabiliyeti oldukça artmış ve nötron akısının %81,42'lik kadarını zırhladığı görülmüştür. Polimer matris kompozitlerin, takviye partiküllerinin boyutunun azalmasıyla birlikte, kompozit içerisindeki yoğunluğunun ve nötron soğurma tesir kesitinin arttığı, dolayısıyla da nötron absorblama verimliliklerinin arttığı literatürde yer alan çalışmalarda verilmektedir. Nötron soğurma kesitlerinin toplamı, kompozit malzemenin nötron absorblama yeteneğini de etkilemektedir.

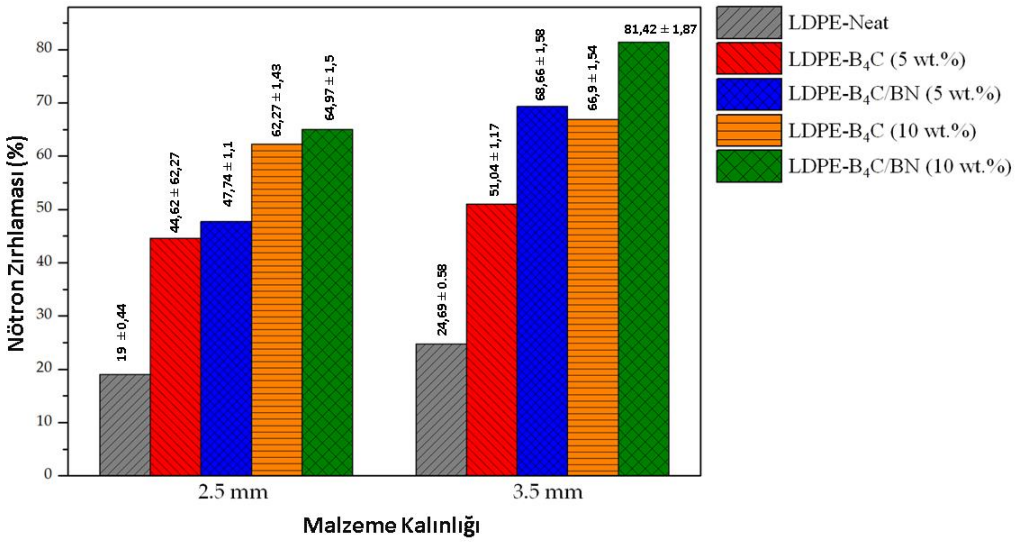
L. Koops, nötron soğurma tesir kesitinin, takviye partiküllerin yarı çapına bağlı olduğunu ve partikül boyutunun nano ölçekli olması halinde daha yüksek soğurma tesir kesiti elde edilebileceğini göstermiştir[17,115]. Makroskobik tesir kesiti, birim hacim başına tüm hedef parçacıkların toplam eş değer alanına karşılık gelen etkileşim olasılığını karakterize etmek için kullanılmaktadır. Sonuç olarak malzemenin toplam nötron tesir kesiti ne kadar yüksekse radyasyon kalkanlama performansı da o kadar artmaktadır[19,116]. Bu çalışmada üretilen bor karbür partiküllerinin boyutu mikron boyutunda kalmış, daha fazla küçültülememiştir. Bununla birlikte bor nitrür partikülleri ise nano boyutta üretilebilmiştir. Kompozit malzemenin, kalkanlama performansı takviye malzemenin yarı çapına bağlı olduğundan bu önemli bir ayrıntıdır.

Tablo 5.3 LDPE ve LDPE Kompozit plakaların nötron radyasyonu zırhlama sayım değerleri

NUMUNE	1. SAYIM (Count\min)	2. SAYIM (Count\min)	3. SAYIM (Count\min)	ORTALAMA (Count\min)
BOŞ ÖLÇÜM	886	885	910	893,66
NEAT; NUMUNE 1	659	697	663	673
NEAT; NUMUNE 2	564	531	534	543
A5; NUMUNE 1	451	478	474	467,66
A5; NUMUNE 2	263	285	293	280,33
A5; NUMUNE 3	203	190	180	191
A10; NUMUNE 1	342	314	284	313,33
A10; NUMUNE 2	158	172	168	166

Tablo 5.4 LDPE ve LDPE Kompozit plakaların kalınlık değerleri ve nötron radyasyonu zırhlama kabiliyetleri

NUMUNE	KALINLIK (mm)	ZIRHLAMA % (BOŞ ÖLÇÜME GÖRE)	ZIRHLAMA (POLİMERLE ÖLÇÜME GÖRE)
BOŞ ÖLÇÜM	-	-	-
NEAT; NUMUNE 1	3,2	24,69 ± 0.58	-
NEAT; NUMUNE 2	5,7	39,23 ± 0,9	-
A5; NUMUNE 1	2,6	47,74 ± 1,1	30,60 ±
A5; NUMUNE 2	3,4	68,66 ± 1,58	48,43 ± 1,11
A5; NUMUNE 3	6,2	78,62 ± 1,8	64,82 ±
A10; NUMUNE 1	2,9	64,97 ± 1,5	53,49 ± 1,23
A10; NUMUNE 2	3,6	81,42 ± 1,87	69,42 ±



Şekil 5.17 Üretilen LDPE – B_4C-BN kompozitlerin önceki çalışmalardan LDPE-B_4C ile kıyaslanması[17]

Literatürde incelendiği kadarıyla bor karbür ve bor nitrür tozlarının aynı anda kulanıldığı bir çalışmaya rastlanmadığından, maalesef bire bir karşılaştırma yaparak bir sonuca ulaşmak olanaksızdır. Bor karbür ve bor nitrür partiküllerinin ayrı ayrı kullanılarak üretildiği kompozitlerle olan çalışmalarla kıyaslandığında ise, tez çalışmasının çıktılarının, benzer çalışmalardan çok daha iyi kalkanlama performansı gösterdiği görülmektedir (Şekil 5.17)[90,19,117-120].

5.3 LDPE-B_4C-BN Kompozit Plakaların Lineer Zayıflama Katsayılarının Hesaplanması

Bu bölümde üretilen plakaların, lineer zayıflama katsayıları hesaplanmıştır. Tablo 5.5 incelendiğinde B_4C-BN partikülleri takviyesi arttıkça lineer zayıflama katsayısında da dramatik bir artış gözlemlenmiştir. Burada ilgi çekici olan bir nokta ise A5 numunesinde 0,62 cm kalınlığındaki numunenin lineer zayıflama katsayısında düşüş göstermesidir. Buradan plakanın kalınlığının arttırılması yerine içeriğindeki toz yoğunluğunun arttırılmasının daha fazla nötron tutuculuğu sağlayabileceği söylenebilmektedir. Nitekim A10 numunesinde toz yoğunluğu yalnızca %5 arttırılmasına rağmen, malzemenin lineer zayıflama katsayısı %28 artmıştır.

Tablo 5.5 LDPE Kompozit plakaların nötron radyasyonu zırhlama kabiliyetleri ve lineer zayıflama katsayıları

NUMUNE	Kalınlık (cm)	Yoğunluk (g/cm^3)	NÖTRON GEÇİRGENLİĞİ (I_0/I)	KÜTLE ZAYIFLAMA KATSAYISI (μ/ρ) (mm^2/mg)	LİNEER ZAYIFLAMA KATSAYISI (μ)
BOŞ ÖLÇÜM	-		-	-	-
NEAT; PLAKA 1	0,32	0,924	1,3278	0,886	0,819
NEAT; PLAKA 1 ve PLAKA 2	0,57	0,924	1,6457	0,873	0,807

Tablo 5.5 LDPE Kompozit plakaların nötron radyasyonu zırhlama kabiliyetleri ve lineer zayıflama katsayıları(devamı)

A5; PLAKA 1	0,26	0,94	1,9109	2,49	2,34
A5; PLAKA 1 ve PLAKA 2	0,34	0,94	3,1878	3,409	3,20
A5; PLAKA 1, PLAKA 2 ve PLAKA 3	0,62	0,94	4,6788	2,488	2,34
A10; PLAKA 1	0,29	0,997	2,8521	3,613	3,6
A10; PLAKA 1 ve PLAKA 2	0,36	0,997	5,3834	4,674	4,66

6
SONUÇ VE ÖNERİLER

6.1 APC Katkısının ve Süreç Parametrelerinin Sol-Jel Yöntemi ile Bor Karbür-Bor Nitrür Toz Üretimi Üzerine Etkilerinin Genel Sonuçları ve Öneriler

Bu çalışmada, polielektrolitin B_4C/BN nanokompozit tozlarının sol-jel sentezi üzerindeki etkilerini araştırmak için, amonyum polikarboksilat miktarına göre sekiz farklı başlangıç kompozisyonu tasarlanmıştır. Sonuçlar poliol bazlı jelin polimerizasyonu sırasında borat ester bağlarının (B-O-C) başarıyla oluşturulduğunu göstermektedir. Polimerik jel ağına ağırlıkça (A80GT10C10 numunesinde) APC katkısının artışıyla birlikte, FT-IR sonuçlarında borat esterlerinin absorpsiyon piklerinde azalma ve (B-N) bağlarının oluşumu görülmüştür. Bununla birlikte, amonyum polikarboksilat ilavesinin miktarındaki (A100GT10C10 numunesinde) daha fazla bir artış, B–N absorpsiyon zirvelerinde bir azalmaya neden olduğu görülmektedir. Bu fenomen, polielektrolit moleküllerinin yüksek konsantrasyonlarda polimerik jel ağına olası flokülasyonu ile ilişkilendirilmiştir. DTA/TG analizi, polimerik jelin termal bozunma sıcaklığının, amonyum polikarboksilat ilavesiyle azaldığını göstermektedir. Bu gözlem, çapraz bağlanmayı azaltarak polielektrolit içeriğinin polimerik jel ağında dağıldığını gösterebilir. Az miktarda artık grafit içeren bor karbür parçacıkları, amonyum polikarboksilat içermeyen polimerik jelden 1500 °C'de 5 saat boyunca 250 ml/dk argon akışı altında ısıl işlemle üretilmiştir. 4 saat kalsinasyon ve 2 saat piroliz işlemi gören tozlarda artık faza daha fazla rastlanırken, bu durumun kalsinasyon süresinin 6 saate ve piroliz süresinin 3 saate çıkarılmasıyla neredeyse tamamen elimine edildiği görülmektedir. Bor karbür parçacıklarının geniş bir parçacık boyutu dağılımına sahip olduğu ve çokyüzlü-eş eksenli, kayış benzeri, iğne benzeri ve karmaşık şekilli hiyerarşik yapılar dahil olmak üzere değişen morfolojilere sahip olduğu gözlemlenmiştir. Öte yandan, amonyum polikarboksilat ilavesi içeren bileşimlerden mikron boyutlu polihedral-eş eksenli

bor karbür partikülleri ve bor nitrür nanopulları içeren nanokompozit tozlar elde edilmiştir. A70GT10C10 ve A100GT10C10 kodlu amonyum polikarboksilat içeren bileşimlerden sentezlenen kompozit tozlarda gözlenen bor nitrür pullarının ortalama boyutu ve kalınlığı sırasıyla yaklaşık 80-377 nm ve 10-65 nm aralığındadır. Ayrıca, amonyum polikarboksilat içeriğinin arttırılmasıyla, nanokompozit tozlarda oluşan BN fazı oranının, A50GT10C10 numunesinde %26 iken, A90GT10C10 numunesinde %51'e yükseldiği bulunmuştur. 4 saat kalsinasyon ve 2 saat piroliz işlemine tabii tutulan numunelerde A90GT10C10 numunesinde APC miktarının arttırılmasına rağmen kompozit tozdaki BN miktarında azalma başladığı ve bu durumun A100GT10C10 numunesinde de devam ettiği görülmüştür. Bununla birlikte, kalsinasyon ve piroliz süreleri arttırılan numunelerde, amonyum polikarboksilat ilavesinin, A90GT10C10 numunesinden A100GT10C10 numunesine arttırılmasıyla, kompozit tozdaki BN miktarının azaldığı tespit edilmiştir. Yani kalsinasyon ve piroliz sürelerinin arttırılması hem artık fazların elimine edilmesine katkı sağlamış hem de BN fazı dönüşümünü olumlu yönde etkilemiştir. Buna uygun olarak, rapor edilen sonuçlar, sentezlenen B_4C/BN nanokompozit tozlarının partikül boyutunun ve faz içeriğinin sol-jel tekniği ile kontrol edilmesinin, yoğunlaştırılmış jelin moleküler yapısının uyarlanmasıyla mümkün olabileceğini göstermiştir. Önceki çalışmalardan, bor karbür ve bor nitrürün aynı potada üretildiği bir çalışma bilinmemekle beraber çeşitli yöntemlerle B_4C-BN tozlarının karıştırılarak nihai ürün elde edildiği bilinmektedir[125,126,127]. Bu yöntemlerin, süre, maliyet, üründe oluşabilecek kirlilik ve katkı malzemelerinin yeterli düzeyde karışmaması gibi çeşitli dezavantajları bulunmaktadır. Yapılan bu çalışmayla bu dezavantajların önüne geçildiği düşünülmektedir. Bunun yanı sıra tez çalışması sonucunda üretilen tozların, termal, iletken, mekanik dayanım gibi özelliklerinin araştırılması sonucunda da bu parametrelerde de olumlu farklılıklar gösterebileceği öngörülmektedir. Yapılan çalışmaları optimize etmek amacıyla; sıcaklık, deney süresi, kompozisyon karışım oranları gibi çeşitli parametrelerde yapılacak değişikliklerle tekrarlanması önerilir.

6.2 TWEEN 80 Katkısının Sol-Jel Yöntemiyle Bor Karbür Tozun Üretimi Üzerine Etkilerinin Genel Sonuçları ve Öneriler

Çalışmanın bu kısmında, polioksietilen sorbitan monooleatların sol-jel yöntemiyle bor karbür tozu üretimi üzerine etkileri incelenmiştir. Bu amaç için başlangıçta 7 farklı kompozisyon tasarlanmıştır. Deney sürecinde TWEEN 80'nin deney prosesinden karbon fazını dramatik şekilde uzaklaştırdığı görülmüştür. FT-IR analizleri incelendiğinde TWEEN 80 katkısının arttırılmasıyla birlikte B-O-C bağlarına ait piklerde de artma gözlemlenmiştir. Bu da B-O-C bağlarının başarıyla oluştuğunu göstermektedir. TWEEN 80'nin katkısının arttırılmasıyla, v(-OH) piklerinde görülen ciddi orandaki azalma, jelin nemliliğindeki azalmaya işaret eder. Yine TWEEN 80 katkısının artmasıyla güçlü karboksilik grupların varlığına işaret eden C=O ve C=C absorbsiyon piklerinde dikkat çeken bir azalma göstermiştir. TWEEN 80 ilavesinin kütlece arttırılmasıyla birlikte B-O piklerinde ciddi artış görülürken bu artış 80T4GT10C10 numunesinden itibaren, kütlece TWEEN 80 artmasına rağmen, bu pikte bir düşüş gözlemlenmiştir. Bu veriler doğrultusunda jelleşme prosesi esnasında borat ester bağlarının oluştuğu, dehidrasyonu gerçekleştiği ve jelleşme prosesi sırasında artık karbonun prosesten uzaklaşmaya başladığı söylenebilmektedir. DTA/TG sonuçları incelendiğinde, borik asitten, borokside dönüşümün TWEEN 80 ilavesi arttıkça, azaldığı görülmektedir. Sonuçlar incelendiğinde genel olarak, TWEEN 80 ilavesinin, başlangıç malzemelerinde önemli oranda kayba sebep olduğu gözlemlenmiştir. XRD sonuçlarına bakıldığında, öncü maddelerin bor karbüre dönüştüğü ve yapıda boroksit, amorf karbona neredeyse hiç rastlanmadığı görülmektedir. Özellikle 80T3GT10C10 numunesinde, öncül maddelerin tamamının bor karbüre dönüşüm sağladığı ve hiç bir artık faz kalmadığı açıkça görülmektedir. Bu sonuçlara dayanarak TWEEN 80 katkısı, öncü maddeleri beklenenden yüksek miktarda prosesten uzaklaştırmış fakat geriye kalan malzemelerin bor karbüre neredeyse tamamen dönüşümünü sağlamıştır. SEM analizleri incelendiğinde, TWEEN 80 katkısı olmayan başlangıç kompozisyonu GT10C10 numunesinde, polyhedral eş eksenli, kayış benzeri, iğne benzeri ve kompleks şekilli hiyerarşik yapılar dahil olmak üzere değişen morfolojilere sahip bor karbür partikülleri içermektedir.

Şekiller incelendiğinde oldukça farklı boyutlarda bor karbür tozlarına rastlandığı görülmektedir. 10 μm'den küçük boyutlu parçacıklar olduğu gibi, mikron altı kümeler de gözlemlenmektedir. TWEEN 80 katkısıyla birlikte bor karbür morfolojilerinde önemli bir değişim olmamasına rağmen, yapılarının önce plaka biçimine, sonrasında ise polyhedral- eş eksenli yapılara dönüşmüştür. TWEEN 80 katkısıyla birlikte yapıda partiküllerin boyutlarında büyüme gözlemlenmiş fakat yine de mikron altı parçacıklar varlıklarını sürdürmeye devam etmiştir. Deney sonuçları dikkate alındığında Tween 80 katkısıyla bor karbür üretiminin daha düşük sıcaklıkta ve daha kısa kalsinasyon ve piroliz süresinde bor karbür üretilebileceği öngörülmektedir. Bu bağlamda, sıcaklık, deney süresi, kompozisyon karışım oranları gibi çeşitli parametrelerde yapılacak değişikliklerle tekrarlanması önerilmektedir.

6.3 Bor Karbür ve Bor Nitrür Katkılı LDPE Polimer Matris Nano Kompozitlerin Üretimi ve Özelliklerine Dair Genel Sonuçlar ve Öneriler

Bu tez çalışmasının bir ürünü olarak, bor karbür takviyeli esnek ve hafif polimer matris nanokompozitler üretilmiştir. Bu kompozitler için B_4C-BN tozlarından, B_4C-BN oranı en optimal olan 6 saat kalsinasyon ve 3 saat piroliz işlemi görmüş A80GT10C10 kodlu numune seçilmiştir. Kompozisyona ait FT-IR analizleri incelendiğinde B-O-C bağlarının oluştuğu, yanı sıra B-N, B-N-O bağlarının da oluştuğu görülmektedir. Ayrıca bu kompozisyona ait XRD grafiği incelendiğinde, yapısında artık faz ve öncül maddelerden kalmadığı söylenebilmektedir. Tozların SEM görüntülerinde 10 μm'den büyük ve mikron altı olmak üzere gayet geniş aralıklı bir partikül boyutu dağılımına rastlanmaktadır. Görüntülerde bor nitrür partiküllerinin zaman zaman belli noktalarda toplandığı fakat çoğu zaman da bor karbür partiküllerinin üzerinde dağıldığı görülmektedir. Bu bor nitrür tozların yağlayıcı özelliğinden faydalanılabildiği söylenebilmektedir. SEM-EDS analizi sonuçlarının da FT-IR ve XRD analizi sonuçlarıyla uyumlu olduğu görülmüştür.

Üretilen kompozitlere ait çekme testleri sonuçlarına bakıldığında B_4C-BN tozu katkısı kompozit plakanın çekme dayamını boş plakaya göre düşürmüştür.

Polimerik malzemenin zincirlerinin dallı yapısı B_4C-BN tozları tarafından bölünmüş ve zincirler arasındaki bağlanma kuvveti düşmüştür. Bu nedenle de çekme dayanımının düşmesi gayet normaldir. Bununla birlikte, B_4C-BN tozu konsantrasyonunun artmasıyla çekme dayanımında bir artış gözlemlenmiştir. Bu da bize B_4C-BN'nin kendi çekme mukavemetiyle ilgili az da olsa bilgi vermektedir. Çekme testi sırasında kopma meydana gelen yüzeyler SEM-EDS analizleriyle incelendiğinde, B_4C-BN partiküllerinin polimer matrisi yırtarak dışarı çıktığı açıkça belli olmaktadır. Bu da biraz önceki tezi doğrular niteliktedir. Polimer matrisli kompozit plakaların nötron kalkanlama performansları incelendiğinde NEAT kodlu boş LDPE matrisli plakanın nötron absorbladığı görülmektedir. Bunu, yapısında bulunan yoğun hidrojen konsantrasyonu sağlamaktadır. B_4C-BN tozunun polimer matrisli kompozite katkısı incelendiğinde, A5 numunesinin kalınlığının neredeyse iki kat daha fazla olduğu durumda dahi A10 numunesinin zırhlama kabiliyetlerini gösteremediği görülmektedir. Buradan anlaşılacağı üzere toz konsantrasyonunun arttırılması, zırh malzemesinin kalınlaştırılmasından çok daha etkili bir yöntem olarak karşımıza çıkmaktadır. Bu sonuç lineer zayıflama katsayılarının değişiminde, A5 kodlu 6,2 mm kalınlığındaki numunenin, lineer katsayısının 3,4 mm kalınlığındaki A5 numunesinden düşük çıkmasıyla tekrar ispatlanmıştır. Sonuç olarak, üretilen bu LDPE- B_4C-BN kompozit plakaların, nükleer tıp ve görüntüleme merkezlerinde veya kişisel zırh için gerekli olan yerlerde, tıp ve moleküler görüntüleme merkezlerinde, radyasyondan koruyucu olarak kişisel zırh mahiyetinde kullanılabilecektir. Önceki çalımalarda bor karbür ve bor nitrürün aynı polimer matris içerisine gömülerek bir kompozit üretimine rastlanmamıştır. Yapılan bazı bor karbür ve bor nitrür kalkanlama çalışmaları incelendiğinde ise, çok daha yüksek konsantrasyonlarda toz katkısı olmasna rağmen, eş değer bir kalkanlama performansının neredeyse hiç görülmediği sonucuna ulaşılmıştır[17,128,129,130]. Daha yüksek nötron kalkanlama performansı istendiği durumlarda öncelikle B_4C-BN tozunun kompozisyonu arttırılmalıdır. Elbette bu belli bir orana kadar yapılabilirdir, toz ve LDPE matrisi belli bir orana kadar karıştırılabileceğini akledebiliriz. O halde kompozisyonun yaklaşık aynı miktar toz ile üretilip daha yüksek performanslı bir zırhlama göstermesi istenmesi durumunda ise, takviye edilen B_4C-BN tozlarının partikül

boyutu düşürülerek nötron absorblama tesir kesiti arttırılabilir ve böylelikle kompozitin zırhlama kabiliyeti arttırılabilmesi önerilebilmektedir.

KAYNAKÇA

[1] Enerji Portalı, "Nükleer Enerji Nedir? Nükleer Enerji Nasıl Çalışır?", https://www.enerjiportali.com/nukleer-enerji-nedir-nukleerenerji-nasil-calisir/ 05.01.2020.

[2] T. Tuna, Polyester Matrisli Bor Karbür Takviyeli Nötron Radyasyonu Zırhlama Malzemesi Geliştirilmesi ve Karakterizasyonu, Yüksek Lisans Tezi, YTÜ Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul, 2017.

[3] K.S. Kiandokht, R.M. Laleh and M.H. Hashem, "Finding a Suitable Shield for Mixed Neutron and Photon Fields Based on an Am-Be Source", J Radional Nucl Chem, 298:33-39, 2013.

[4] J. Martin, Physics for Radiation Protection, Second Edition, WILEY-VCH Verlag Gmbh&Co., Weinheim, 2006.

[5] Ulusal Bor Araştırma Enstitüsü, Rezervler, http://www.boren.gov.tr/tr/bor/borrezervleri 12.10.2016.

[6] C. Güldaş, Bor Karbür Üretimi ve Özelliklerinin Belirlenmesi, Yüksek Lisans Tezi, MÜ Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul, 2017.

[7] D. Bor, "Radyasyon Nedir? Halkımız için Bilgilendirme Kılavuzu", Broşür, 2015.

[8] B. Çimen, M. Erdoğan, R. Oğul, "İyonlaştırıcı Radyasyon ve Korunma Yöntemleri", SÜ Fen Fakültesi Fen Dergisi, Ekim 2017, 139-147.

[9]TAEK, Radyasyon, "Radyasyon ve Biz", https://www.taek.gov.tr/ogrenci/r02.htm 06.06.2021.

[10]https://www.nuclear-power.com/nuclear-power/reactor-physics/atomic-nuclear-physics/fundamental-particles/neutron/ (Erişim, Haziran 2022)

[11]NCBI, Radiation Safety and Protection, https://www.ncbi.nlm.nih.gov/books/NBK557499/ 19.12.2020.

[12]Mirion Technologies, Types of Ionizing Radiation, https://www.mirion.com/learning-center/radiation-safety-basics/types-of-ionizing-radiation#:~:text=Ionizing%20radiation%20takes%20a%20few,and%20gamma%20and%20X%2Drays 22.08.2020.

[13]Introduction to Neutron Radiography, http://large.stanford.edu/courses/2011/ph241/chenw2/ 22.05.2021.

[14] Başyiğit, C., & Kaçar, A. (2006). Bazı Yapı Malzemelerinin Radyasyon Tutuculuk Özellikleri. Süleyman Demirel Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi, 10(2), 307-310.

[15]Radyasyon Güvenliği Yönetmeliği, https://www.mevzuat.gov.tr/File/GeneratePdf?mevzuatNo=5272&mevzuatTur=KurumVeKurulusYonetmeligi&mevzuatTertip=5#:~:text=%C3%96zel%20durumlarda%20%C4%B1%C5%9F%C4%B1nlamaya%20maruz%20kalacak,toplamda%20100%20mSv'i%20ge%C3%A7emez 18.04.2021.

[16] SarithaDevi, H. V., Swapna, M. S., & Sankararaman, S. (2021). Boron carbide nanowires from castor oil for optronic applications: a low-temperature greener approach. Journal of Materials Science: Materials in Electronics, 32(6), 7391-7398.

[17] S. Avcıoğlu, Sol-Jel Yöntemi ile Polimerik Öncülerden Nükleer Kalite Bor Karbür Tozların Düşük Sıcaklıkta Üretimi ve Radyasyon Kalkanı Olarak Polimer Nanokompozitlerde Kullanımı

[18]Science Direct, Boron Carbide, https://www.sciencedirect.com/topics/chemical-engineering/boron-carbide 22.02.2021.

[19] BİNNUR KANBUR Yüksek Lisans Tezi SYNTHESIS OF HEXAGONAL BORON NITRIDE IN THE PRESENCE OF BORATES.

[20] Balmain, W. H. (1842). Bemerkungen über die Bildung von Verbindungen des Bors und Siliciums mit Stickstoff und gewissen Metallen. Journal für Praktische Chemie, 27(1), 422-430.

[21] Haubner, R., Herrmann, M., Lux, B., Petzow, G., Weissenbacher, R., & Wilhelm, M. (2003). High performance non-oxide ceramics II (Vol. 102). springer.

[22] Majety, S., Cao, X. K., Dahal, R., Pantha, B. N., Li, J., Lin, J. Y., & Jiang, H. X. (2012, January). Semiconducting hexagonal boron nitride for deep ultraviolet photonics. In Quantum Sensing and Nanophotonic Devices IX (Vol. 8268, p. 82682R). International Society for Optics and Photonics.

[23] Ö.F. Emrullahoğlu & C.B. Emrullahoğlu "Bor Nitrür Üretimi Production of Boron Nitride" Afyon Kocatepe Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Seramik Mühendisliği Bolümü. https://www.maden.org.tr/resimler/ekler/914ecef9c12ffdb_ek.pdf (Haziran 2022)

[24] Yıldız Teknik Üniversitesi, Malzeme Mühendisliği ve Bilimi Ana Bilim Dalı, Malzeme Proses Laboratuarı Deney Föyü, Sol-Jel Teknolojisi.

[25]https://www.dow.com/en-us/pdp.duramax-d-3005-dispersant-polymer.182477z.html 18.01.2021

[26] V.S. Meka, M.K.G. Sing, M.R. Pichika, S.R. Nali, V.R.M. Kolapalli, P. Kesharwani, A comprehensive review on polyelectrolyte complexes, Drug Discovery Today 22 (2017) 1697–1706.

[27] Y. Sun, C. Peng, X. Wang, R. Wang, J. Yang, D. Zhang, Rheological behavior of Al2O3 suspensions containing polyelectrolyte complexes for direct ink writing, Powder Technology 320 (2017) 223–229.

[28] W. Zhang, P.-I. Au, X. Zhang, H. Fan, C. Sun, M. Saunders, Y.-K. Leong, Spherical α-Al2O3 suspensions layered sequentially with anionic and cationic polyelectrolytes: Chemistry, rheology and TEM images, Powder Technology 338 (2018) 716–724.

[29] Y. Lakhdar, C. Tuck, A. Terry, R. Goodridge, Dispersion and stability of colloidal boron carbide suspensions, Ceramics International 46 (2020) 27957–27966.

[30] A. Rabiee, A. Ershad-Langroudi, M.E. Zeynali, A survey on cationic polyelectrolytes and their applications: acrylamide derivatives, Reviews in Chemical Engineering 31 (2015).

[31] H. Chen, G. Zhang, Z. Wei, K.M. Cooke, J. Luo, Layer-by-layer assembly of sol–gel oxide “glued” montmorillonite-zirconia multilayers, J. Mater. Chem. 20 (2010) 4925.

[32] A. Najafi, F. Golestani-Fard, H.R. Rezaie, N. Ehsani, A novel route to obtain B4C nano powder via sol–gel method, Ceramics International 38 (2012) 3583–3589.

[33] I.L. Radtchenko, M. Giersig, G.B. Sukhorukov, Inorganic Particle Synthesis in Confined Micron-Sized Polyelectrolyte Capsules, Langmuir 18 (2002) 8204–8208.

[34] S. Maiti, S. Jana, B. Laha, Cationic polyelectrolyte–biopolymer complex hydrogel particles for drug delivery, in: Design and Development of New Nanocarriers, Elsevier, 2018, pp. 223–256.

[35] H. Zhang, P.K. Shen, Recent development of polymer electrolyte membranes for fuel cells, Chem. Rev. 112 (2012) 2780–2832.

[36] H.L. Bui, C.-J. Huang, Tough Polyelectrolyte Hydrogels with Antimicrobial Property via Incorporation of Natural Multivalent Phytic Acid, Polymers 11 (2019) 1721.

[37] A. Nafaji, F. Golestani-Fard, H.R. Rezaie, and N. Ehsani, “A Novel Route to Obtain B_4C Nano Powder Via Sol-Gel Method”, Ceramics International, vol. 38 pp. 3583-3589, 2012.

[38] Celtikli OD (2013) Anyonik ve katyonik yüzey aktif maddelerin toprak ortamında parçalanabilirliklerinin tarla koşullarında belirlenmesi. MS Thesis. Namık Kemal Üniversitesi

[39] Akkaya, M., Menlik, T., Sözen, A., & Gürü, M. (2021). The effects of triton x-100 and Tween 80 surfactants on the thermal performance of a nano-lubricant: An experimental study. International Journal of Precision Engineering and Manufacturing-Green Technology, 8(3), 955-967.

[40] Yang, X., Yang, Y., Zhang, Y., He, J., & Xie, Y. (2021). Enhanced exopolysaccharide production in submerged fermentation of Ganoderma lucidum by Tween 80 supplementation. Bioprocess and Biosystems Engineering, 44(1), 47-56.

[41] Singh, A., Van Hamme, J. D., & Ward, O. P. (2007). Surfactants in microbiology and biotechnology: Part 2. Application aspects. Biotechnology advances, 25(1), 99- 121.

[42] Iwasawa, Y., Oyama, N., & Kunieda, H. (2001). Proceedings of the International Conference on Colloid and Surface Science. Elsevier.

[43] Kim, M., Lee, J. W., Kim, S., & Kang, Y. T. (2022). CO2 adsorption on zeolite 13X modified with hydrophobic octadecyltrimethoxysilane for indoor application. *Journal of Cleaner Production*, 130597.

[44] S. Avcıoğlu, F. Kaya, C. Kaya, Morphological evolution of boron carbide particles: Sol-gel synthesis of nano/micro B_4C fibers, Ceramics International 47 (2021) 26651–26667.

[45] W. Zhang, A review of tribological properties for boron carbide ceramics, Progress in Materials Science 116 (2021) 100718.

[46] W. Zhang, S. Yamashita, H. Kita, Progress in pressureless sintering of boron carbide ceramics – a review, Advances in Applied Ceramics 118 (2019) 222–239.

[47] F. Thévenot, Boron carbide—A comprehensive review, Journal of the European Ceramic Society 6 (1990) 205–225.

[48] E. Balci, B. Yavas, G. Goller, Investigation of the effects of varying amount of graphene nanoplatelets' (GNPs) addition on carbon nanotubes (CNTs)

reinforced boron carbide produced by spark plasma sintering, J Aust Ceram Soc (2021).

[49] B.C. Ocak, G. Goller, Investigation the effect of FeNiCoCrMo HEA addition on properties of B4C ceramic prepared by spark plasma sintering, Journal of the European Ceramic Society 41 (2021) 6290–6301.

[50] H.R. Baharvandi, A.M. Hadian, A. Alizadeh, Processing and Mechanical Properties of Boron Carbide–Titanium Diboride Ceramic Matrix Composites, Appl Compos Mater 13 (2006) 191–198.

[51] P. Švec, Z. Gábrišová, A. Brusilová, Hot Pressing of Boron Carbide Based Ceramic Composites, Manufacturing Technology 20 (2020) 394–400.

[52] R. Ruh, M. Kearns, A. Zangvil, Y. Xu, Phase and Property Studies of Boron Carbide-Boron Nitride Composites, J American Ceramic Society 75 (1992) 864– 872.

[53] R. Ruh, K.Y. Donaldson, D.P.H. Hasselman, Thermal Conductivity of Boron Carbide-Boron Nitride Composites, J American Ceramic Society 75 (1992) 2887– 2890.

[54] S.S. Xie, O. Vasylkiv, V. Silberschmidt, A.I.Y. Tok, Bio-inspired structured boron carbide-boron nitride composite by reactive spark plasma sintering, Virtual and Physical Prototyping 8 (2013) 253–258.

[55] N. Yu, F. Romero-Borja, Z.H. Zhang, X.T. Cui, J.R. Liu, L.T. Wood, W.K. Chu, D. Marton, J.W. Rabalais, K.M. Forster, R.R. Reeber, Formation of boron nitride and boron carbide composite by nitrogen implantation at elevated temperature, Appl. Phys. Lett. 63 (1993) 1643–1645.

[56] H.S. Mansur, C.M. Sadahira, A.N. Souza, A.A.P. Mansur, FTIR spectroscopy characterization of poly (vinyl alcohol) hydrogel with different hydrolysis degree and chemically crosslinked with glutaraldehyde, Materials Science and Engineering: C 28 (2008) 539–548.

[57] Y. Shigemasa, H. Matsuura, H. Sashiwa, H. Saimoto, Evaluation of different absorbance ratios from infrared spectroscopy for analyzing the degree of

deacetylation in chitin, International Journal of Biological Macromolecules 18 (1996) 237–242.

[58] H. Günzler, H.-U. Gremlich, IR spectroscopy: An introduction, Wiley-VCH, Weinheim, 2002.

[59] D. Li, Y. Xia, Electrospinning of Nanofibers: Reinventing the Wheel?, Adv. Mater. 16 (2004) 1151–1170.

[60]R.L. Siqueira, I.V.P. Yoshida, L.C. Pardini, M.A. Schiavon, Poly(borosiloxanes) as precursors for carbon fiber ceramic matrix composites, Mat. Res. 10 (2007) 147–151.

[61] X. Zhang, S.-L. Sun, H.-L. Xu, Z.-M. Su, Ammonia borane in an external electric field: structure, charge transfer, and chemical bonding, RSC Adv. 5 (2015) 65991– 65997.

[62] B.D. Vineyard, H.C. Godt, A Study of the Reaction of Boric Acid with Amines: Hydroxyboroxin-Amine Salts, Inorg. Chem. 3 (1964) 1144–1147.

[63] P. Gross, H.A. Höppe, Unravelling the Urea-Route to Boron Nitride: Synthesis and Characterization of the Crucial Reaction Intermediate Ammonium Bis(biureto)borate, Chem. Mater. 31 (2019) 8052–8061.

[64] S. Avcioglu, F. Kaya, C. Kaya, Effect of elemental nano boron on the transformation and morphology of boron carbide (B4C) powders synthesized from polymeric precursors, Ceramics International 46 (2020) 17938–17950.

[65] S. Gao, X. Li, S. Wang, P. Xing, J. kong, G. Yang, A low cost, low energy, environmentally friendly process for producing high-purity boron carbide, Ceramics International 45 (2019) 3101–3110.

[66] S. Kocakuşak, K. Akçay, T. Ayok, H.J. Koöroğlu, M. Koral, Ö.T. Savaşçi, R. Tolun, Production of anhydrous, crystalline boron oxide in fluidized bed reactor, Chemical Engineering and Processing: Process Intensification 35 (1996) 311–317.

[67] R.A. Smith, Boric Oxide, Boric Acid, and Borates, in: Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry, vol. 5, Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, Weinheim, Germany, 2000, Part A, Section.

[68] Avcıoğlu, S., Ateş, Z. N., Kam, E., Kaya, C., & Kaya, F. (2022). The influence of polyelectrolyte on the synthesis of B4C/BN nanocomposite powders via sol-gel method. Ceramics International, 48(11), 15355-15363.

[69] Holder, C. F., & Schaak, R. E. (2019). Tutorial on powder X-ray diffraction for characterizing nanoscale materials. Acs Nano, 13(7), 7359-7365.

[70] Huang, C., Chen, C., Ye, X., Ye, W., Hu, J., Xu, C., & Qiu, X. (2013). Stable colloidal boron nitride nanosheet dispersion and its potential application in catalysis. Journal of Materials Chemistry A, 1(39), 12192-12197.

[71] R. Küçükdoğru, H. Türkez, M.E. Arslan, Ö.Ö. Tozlu, E. Sönmez, A. Mardinoğlu, I. Cacciatore, A. Di Stefano, Neuroprotective effects of boron nitride nanoparticles in the experimental Parkinson's disease model against MPP+ induced apoptosis, Metab Brain Dis 35 (2020) 947–957.

[72] Y. Chen, X. Wang, C. Yu, J. Ding, C. Deng, H. Zhu, Low temperature synthesis via molten-salt method of r-BN nanoflakes, and their properties, Sci Rep 9 (2019) 16338.

[73] B. Zhong, Y. Cheng, M. Wang, Y. Bai, X. Huang, Y. Yu, H. Wang, G. Wen, Three dimensional hexagonal boron nitride nanosheet/carbon nanotube composites with light weight and enhanced microwave absorption performance, Composites Part A: Applied Science and Manufacturing 112 (2018) 515–524.

[74] Li, X., Jiang, D., Zhang, J., Lin, Q., Chen, Z., & Huang, Z. (2013). The dispersion of boron carbide powder in aqueous media. Journal of the European Ceramic Society, 33(10), 1655-1663.

[75] Li, M., Huang, G., Chen, X., Yin, J., Zhang, P., Yao, Y., ... & Huang, J. (2022). Perspectives on environmental applications of hexagonal boron nitride nanomaterials. Nano Today, 44, 101486.

[76] X.W. Chen, S.M. Dong, Y.M. Kan, H.J. Zhou, J.B. Hu, Y.S. Ding, Effect of glycerine addition on the synthesis of boron carbide from condensed boric acid– polyvinyl alcohol precursor, RSC Adv. 6 (2016) 9338–9343.

[77] Chen, X. W., Dong, S. M., Kan, Y. M., Zhou, H. J., Hu, J. B., vd., "Effect of glycerine addition on the synthesis of boron carbide from condensed boric acid– polyvinyl alcohol precursor," RSC Advances, Vol. 6, No. 11, 2016, pp. 9338–9343.

[78] Mansur, H. S., Sadahira, C. M., Souza, A. N., ve Mansur, A. A.P., "FTIR spectroscopy characterization of poly (vinyl alcohol) hydrogel with different hydrolysis degree and chemically crosslinked with glutaraldehyde," Materials Science and Engineering: C, Vol. 28, No. 4, 2008, pp. 539–548.

[79] Li, D. ve Xia, Y., "Electrospinning of Nanofibers: Reinventing the Wheel?," Advanced Materials, Vol. 16, No. 14, 2004, pp. 1151–1170.

[80] Mukherjee, G., & Biradha, K. (2014). 1D, 2D and 3D coordination polymers of 1, 3-phenylene diisonicotinate with Cu (i)/Cu (ii): Cu 2 I 2 building block, anion influence and guest inclusions. CrystEngComm, 16(22), 4701-4705.

[81] Siqueira, R. L., Yoshida, I. V. P., Pardini, L. C., ve Schiavon, M. A., "Poly(borosiloxanes) as precursors for carbon fiber ceramic matrix composites," Materials Research, Vol. 10, No. 2, 2007, pp. 147–151.

[82] Romanos, J., Beckner, M., Stalla, D., Tekeei, A., Suppes, G., vd., "Infrared study of boron–carbon chemical bonds in boron-doped activated carbon," Carbon, Vol. 54, 2013, pp. 208–214

[83] Sun, Y., Wu, Y., Yang, F., Wu, X., & Ding, G. (2021). A novel waterborne polyurethane coating modified by highly dispersed nano-boron carbide particles. Journal of Applied Polymer Science, 138(15), 50214.

[84] Karaahmet, O., & Cicek, B. (2022). Effect of mechanically modification process on boron carbide synthesis from polymeric precursor method. Ceramics International.

[85] Watts, J. L., Talbot, P. C., Alarco, J. A., & Mackinnon, I. D. (2017). Morphology control in high yield boron carbide. Ceramics International, 43(2), 2650-2657.

[86] Li, X., Jiang, D., Zhang, J., Lin, Q., Chen, Z., & Huang, Z. (2013). The dispersion of boron carbide powder in aqueous media. Journal of the European Ceramic Society, 33(10), 1655-1663.

[87] Wu, Z., Yu, Y. S., Zhou, S., & He, C. (2022). Insights into carbon dioxide hydrate formation, fluid type, and agglomeration in the system with or without tween-80. Fuel, 314, 123130.

[88] Oğuz Berk GÜNTÜRKÜN HAYVAN BESLEME ve BESLENME HASTALIKLARI ANABİLİM DALI DOKTORA TEZİ

[89]https://atamankimya.com/sayfalar.asp?LanguageID=1&cid=3&id=11&id2=12604 14.01.2022

[90] Doumeng, M., Makhlouf, L., Berthet, F., Marsan, O., Delbé, K., Denape, J., & Chabert, F. (2021). A comparative study of the crystallinity of polyetheretherketone by using density, DSC, XRD, and Raman spectroscopy techniques. Polymer Testing, 93, 106878.

[91] Najafi, A., Golestani-Fard, F., Rezaie, H. R., & Saeb, S. P. (2021). Sol-Gel synthesis and characterization of SiC–B4C nano powder. Ceramics International, 47(5), 6376-6387.

[92] T. Shen, S. Liu, W. Yan, J. Wang, Highly efficient preparation of hexagonal boron nitride by direct microwave heating for dye removal, J Mater Sci 54 (2019) 8852– 8859.

[93] A. Gangal, R. Edla, J. Manna, P. Sharma, Effect of Misch Metal Nanoparticles on Thermal Decomposition of Ammonia Borane, NANO (2015) 1–8.

[94] S. Bourahla, A. Ali Benamara, S. Kouadri Moustefai, Infrared spectra of inorganic aerosols: ab initio study of (NH 4) 2 SO 4, NH 4 NO 3, and NaNO 3, Can. J. Phys. 92 (2014) 216–221.

[95] P. Gross, H.A. Höppe, Unravelling the Urea-Route to Boron Nitride: Synthesis and Characterization of the Crucial Reaction Intermediate Ammonium Bis(biureto)borate, Chem. Mater. 31 (2019) 8052–8061.

[96] Y. Shigemasa, H. Matsuura, H. Sashiwa, H. Saimoto, Evaluation of different absorbance ratios from infrared spectroscopy for analyzing the degree of deacetylation in chitin, International Journal of Biological Macromolecules 18 (1996) 237–242.

[97] H.S. Mansur, C.M. Sadahira, A.N. Souza, A.A.P. Mansur, FTIR spectroscopy characterization of poly (vinyl alcohol) hydrogel with different hydrolysis degree and chemically crosslinked with glutaraldehyde, Materials Science and Engineering: C 28 (2008) 539–548.

[98] D. Li, Y. Xia, Electrospinning of Nanofibers: Reinventing the Wheel?, Adv. Mater. 16 (2004) 1151–1170.

[99] R.L. Siqueira, I.V.P. Yoshida, L.C. Pardini, M.A. Schiavon, Poly(borosiloxanes) as precursors for carbon fiber ceramic matrix composites, Mat. Res. 10 (2007) 147– 151.

[100] S.M. El-Sheikh, Y.M.Z. Ahmed, E.M.M. Ewais, A.A.-E.-B. Abd Allah, S. Anwar, Nanocrys Talline Boron Carbide Powder Synthesized Via Carbothermal Reduction Reaction, in: J.C. LaSalvia, J. Wang, S. Kirihara (Eds.), Ceramic Engineering and Science Proceedings, 36, issue 4, 2015, Advances in ceramic armor XI. A collection of papers presented at the 39th International Conference on Advanced Ceramics and Composites, January 25-30, 2015, Daytona Beach, Florida, Wiley, Hoboken, New Jersey, 2016, pp. 63–74.

[101] Manuel G. Rodríguez, FORMATION OF BORON CARBIDE NANOFIBERS AND NANOBELTS FROM HEATED BY MICROWAVE, Rev. Adv. Mater. Sci. 7 (2004).

[102] G. Yang, J. Zhao, L. Cui, S. Song, S. Zhang, L. Yu, P. Zhang, Tribological characteristic and mechanism analysis of borate ester as a lubricant additive in different base oils, RSC Adv. 7 (2017) 7944–7953.

[103] J. Romanos, M. Beckner, D. Stalla, A. Tekeei, G. Suppes, S. Jalisatgi, M. Lee, F. Hawthorne, J.D. Robertson, L. Firlej, B. Kuchta, C. Wexler, P. Yu, P. Pfeifer, Infrared study of boron–carbon chemical bonds in boron-doped activated carbon, Carbon 54 (2013) 208–214.

[104] X.W. Chen, S.M. Dong, Y.M. Kan, H.J. Zhou, J.B. Hu, Y.S. Ding, Effect of glycerine addition on the synthesis of boron carbide from condensed boric acid– polyvinyl alcohol precursor, RSC Adv. 6 (2016) 9338–9343.

[105] P.M. Sudeep, S. Vinod, S. Ozden, R. Sruthi, A. Kukovecz, Z. Konya, R. Vajtai, M.R. Anantharaman, P.M. Ajayan, T.N. Narayanan, Functionalized boron nitride porous solids, RSC Adv. 5 (2015) 93964–93968.

[106] X. Zhang, S.-L. Sun, H.-L. Xu, Z.-M. Su, Ammonia borane in an external electric field: structure, charge transfer, and chemical bonding, RSC Adv. 5 (2015) 65991– 65997.

[107] B.D. Vineyard, H.C. Godt, A Study of the Reaction of Boric Acid with Amines: Hydroxyboroxin-Amine Salts, Inorg. Chem. 3 (1964) 1144–1147.

[108] Chee, C. Y., Song, N. L., Abdullah, L. C., Choong, T. S. Y., Ibrahim, A., vd., "Characterization of Mechanical Properties: Low-Density Polyethylene Nanocomposite Using Nanoalumina Particle as Filler," Journal of Nanomaterials, Vol. 2012, 2012, pp. 1–6.

[109] Gaska, K., Xu, X., Gubanski, S., ve Kádár, R., "Electrical, Mechanical, and Thermal Properties of LDPE Graphene Nanoplatelets Composites Produced by Means of Melt Extrusion Process," Polymers, Vol. 9, No. 1, 2017.

[110] Elhrari, W., "The Influence of LDPE Content on the Mechanical Properties of HDPE/LDPE Blends," Research & Development in Material Science, Vol. 7, No. 5, 2018.

[111] Gaska, K., Xu, X., Gubanski, S., ve Kádár, R., "Electrical, Mechanical, and Thermal Properties of LDPE Graphene Nanoplatelets Composites Produced by Means of Melt Extrusion Process," Polymers, Vol. 9, No. 1, 2017.

[112] Harrison, C., Burgett, E., Hertel, N., Grulke, E., ve El-Genk, M. S., "Polyethylene/Boron Composites for Radiation Shielding Applications," AIP Conference Proceedings, 008, Albuquerque (New Mexico), 10–14 February 2008, AIP, 10 Feb 2008, pp. 484–491.

[113] Uddin, Z., Yasin, T., Shafiq, M., Raza, A., ve Zahur, A., "On the physical, chemical, and neutron shielding properties of polyethylene/boron carbide composites," Radiation Physics and Chemistry, Vol. 166, 2020, p. 108450.

[114] Elhrari, W., "The Influence of LDPE Content on the Mechanical Properties of HDPE/LDPE Blends," Research & Development in Material Science, Vol. 7, No. 5, 2018.

[115] Schrempp-Koops, L., "Size Effects on the Efficiency of Neutron Shielding in Nanocomposites — A Full-Range Analysis," International Journal of Nanoscience, Vol. 12, No. 03, 2013, p. 1350015.

[116] Malkapur, S. M. ve Narasimhan, M. C., "10- Virgin and waste polymer incorporated concrete mixes for enhanced neutron radiation shielding characteristics," Use of recycled plastics in eco-efficient concrete, edited by F. P. Torgal, J. M. Khatib, F. Colangelo ve R. Tuladhar, Woodhead Publishing, Oxford, 2018, pp. 215–247.

[117] Yasin, T. ve Khan, M. N., "High density polyethylene/boron carbide composites for neutron shielding," e-Polymers, Vol. 8, No. 1, 2008.

[118] Harrison, C., Burgett, E., Hertel, N., Grulke, E., ve El-Genk, M. S., "Polyethylene/Boron Composites for Radiation Shielding Applications," AIP Conference Proceedings, 008, Albuquerque (New Mexico), 10–14 February 2008, AIP, 10 Feb 2008, pp. 484–491.

[119] Uddin, Z., Yasin, T., Shafiq, M., Raza, A., ve Zahur, A., "On the physical, chemical, and neutron shielding properties of polyethylene/boron carbide composites," Radiation Physics and Chemistry, Vol. 166, 2020, p. 108450.

[120] Kim, J., Lee, B. C., Uhm, Y. R., & Miller, W. H. (2014). Enhancement of thermal neutron attenuation of nano-B4C,-BN dispersed neutron shielding polymer nanocomposites. Journal of Nuclear Materials, 453(1-3), 48-53.

[121] Xiong, J., Xiong, S., Guo, Z., Yang, M., Chen, J., & Fan, H. (2012). Ultrasonic dispersion of nano TiC powders aided by Tween 80 addition. Ceramics International, 38(3), 1815-1821.

[122] Hou, K., Xu, Y., Cen, K., Gao, C., Feng, X., & Tang, X. (2021). Nanoemulsion of cinnamon essential oil Co-emulsified with hydroxypropyl-β-cyclodextrin and Tween-80: Antibacterial activity, stability and slow release performance. Food Bioscience, 43, 101232.

[123] Kismet, Y., Dogan, A., & Wagner, M. H. (2021). Thermoset powder coating wastes as filler in LDPE–Characterization of mechanical, thermal and morphological properties. Polymer Testing, 93, 106897.

[124] Szlachetka, O., Witkowska-Dobrev, J., Baryła, A., & Dohojda, M. (2021). Low-density polyethylene (LDPE) building films–Tensile properties and surface morphology. Journal of Building Engineering, 44, 103386.

[125] Yu, N., Romero-Borja, F., Zhang, Z. H., Cui, X. T., Liu, J. R., Wood, L. T., ... & Reeber, R. R. (1993). Formation of boron nitride and boron carbide composite by nitrogen implantation at elevated temperature. Applied physics letters, 63(12), 1643-1645.

[126] Ruh, R., Kearns, M., Zangvil, A., & Xu, Y. (1992). Phase and property studies of boron carbide–boron nitride composites. Journal of the American Ceramic Society, 75(4), 864-872.

[127] Xie, S. S., Vasylkiv, O., Silberschmidt, V., & Tok, A. I. (2013). Bio-inspired structured boron carbide-boron nitride composite by reactive spark plasma sintering: This paper describes the prototyping of an approach to improve mechanical properties of conventional composites, mimicking biological material structured ‘hard’core and ‘soft’matrix system to efficiently transfer load stress, dissipate energy and resist cracking, by reactive spark plasma

sintering (SPS) of boron carbide B4C carried out in a nitrogen N2 gas environment. Virtual and Physical Prototyping, 8(4), 253-258.

[128] Güngör, A., Akbay, I. K., & Özdemir, T. (2019). EPDM rubber with hexagonal boron nitride: A thermal neutron shielding composite. Radiation Physics and Chemistry, 165, 108391.

[129] Shang, Y., Yang, G., Su, F., Feng, Y., Ji, Y., Liu, D., ... & Shen, C. (2020). Multilayer polyethylene/hexagonal boron nitride composites showing high neutron shielding efficiency and thermal conductivity. Composites Communications, 19, 147-153.

[130] Avcıoğlu, S., Buldu, M., Kaya, F., Üstündağ, C. B., Kam, E., Menceloğlu, Y. Z., ... & Kaya, C. (2020). Processing and properties of boron carbide (B4C) reinforced LDPE composites for radiation shielding. Ceramics International, 46(1), 343-352.

TEZDEN ÜRETİLMİŞ YAYINLAR

Konferans Bildirileri

"Sol-gel synthesis of B4C-BN composite powders for nuclear shielding applications" - Suna AVCIOĞLU, Zeynep Naz ATEŞ, Erol KAM, Cengiz KAYA, Figen KAYA SERES 2021

Makaleler

Suna AVCIOĞLU, Zeynep Naz ATEŞ, Erol KAM, Figen KAYA, Cengiz KAYA. (2022). The influence of polyelectrolyte on the synthesis of B4C/BN nanocomposite powders via sol-gel method. *Ceramics International*, *48*(11), 15355-15363.