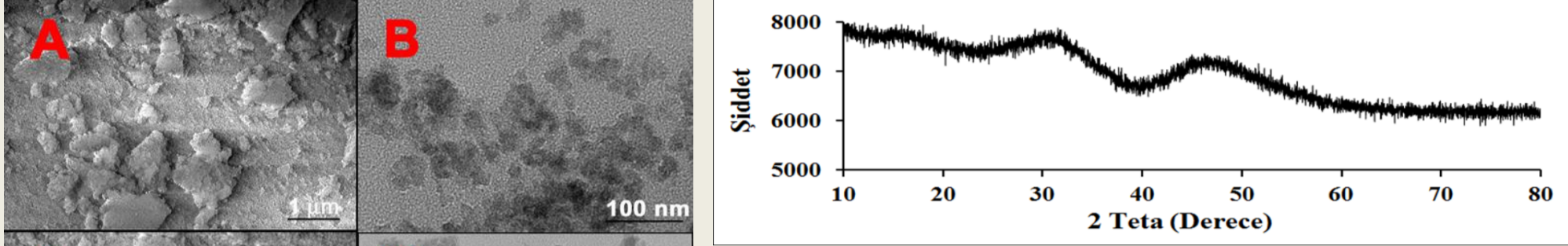


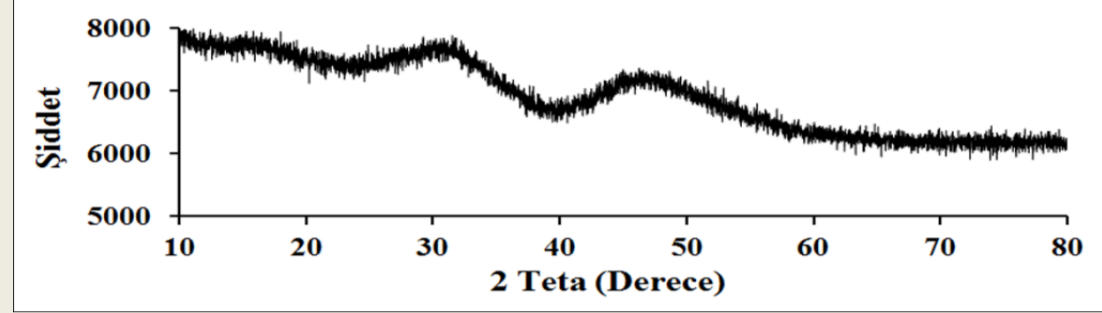
#### TbBO<sub>3</sub>·3H<sub>2</sub>O NANOPARÇACIKLARININ SENTEZİ VE KARAKTERİZASYONU

**Sentezi:** Bir beherde, pH = 9.2 olan bir borat tamponu hazırlanırken, ayrı bir beherde 1:2 stokiometrik oranında PEG-Terbiyum Nitrat çözeltisi hazırlandı. Hazırlanan bu iki çözelti bir mekanik karıştırıcı yardımı ile birbirine ilave edildi ve karıştırma işlemi oda sıcaklığında 30 dakika boyunca devam ettirildi. Elde edilen çökelek safsızlıklardan kurtulmak amacıyla üç kez bol miktarda saf su ile yıkandı ve 70 °C'de 24 saat kurutuldu. Daha sonra elde edilen terbiyum borat bileşiğinin kararlı dispersiyonları hazırlandı.

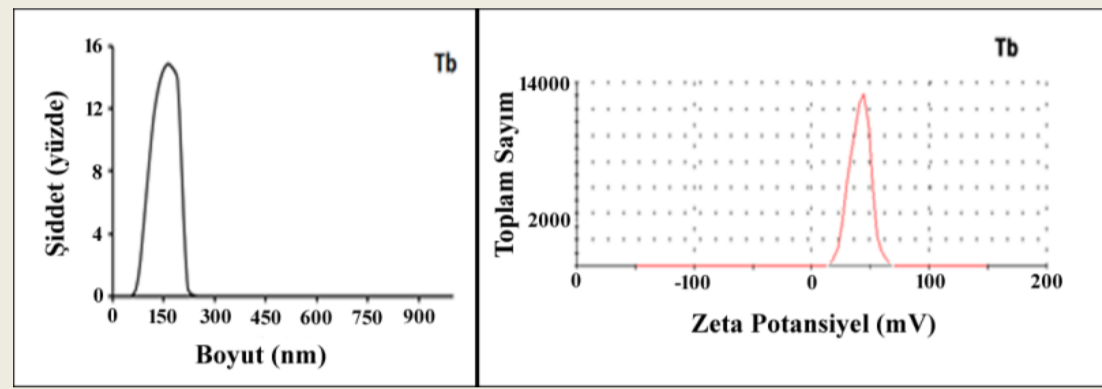
#### Karakterizasyonu:



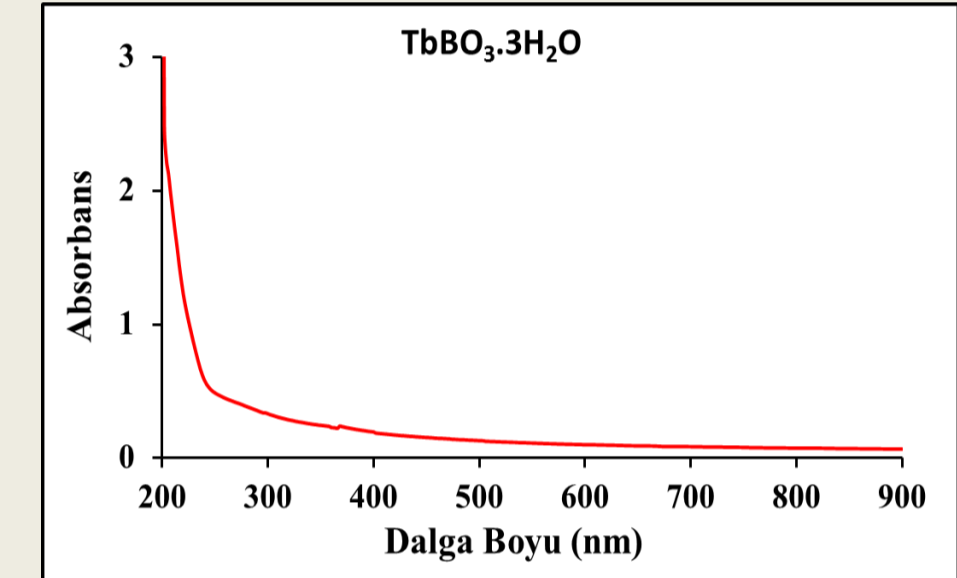
Şekil1. TbBO<sub>3</sub>·3H<sub>2</sub>O nanoparçacıklarının SEM görüntüleri (A) ve TEM görüntüleri (B).



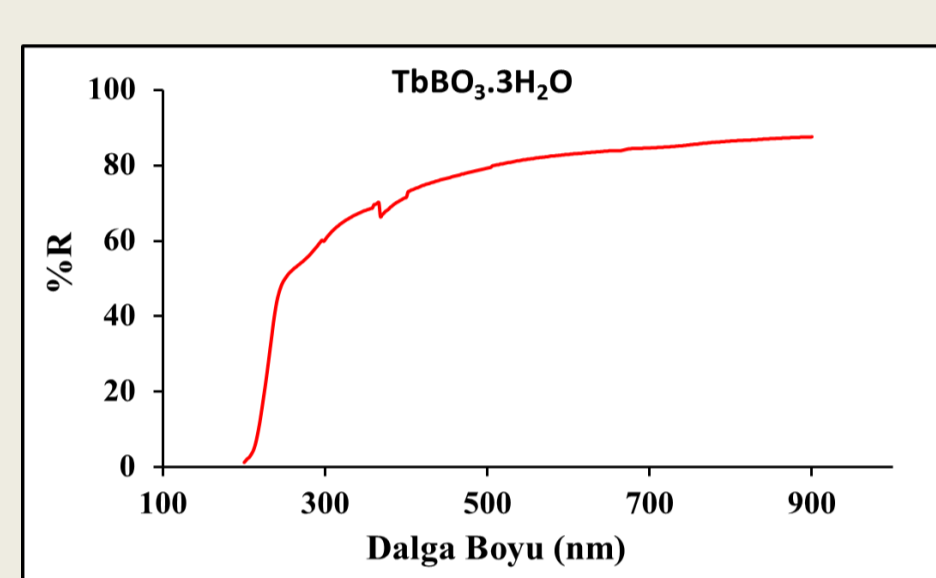
Şekil2. TbBO<sub>3</sub>·3H<sub>2</sub>O nanoparçacıklarının XRD grafiği.



Şekil3. TbBO<sub>3</sub>·3H<sub>2</sub>O nanoparçacıklarının DLS boyut grafiği ve zeta potansiyeli ölçüm grafiği.



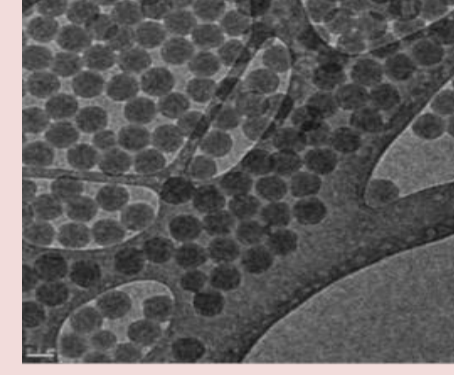
Şekil4. TbBO<sub>3</sub>·3H<sub>2</sub>O nanoparçacıklarının UV-Vis spektrometre cihazından elde edilen absorpsiyon grafiği.



Şekil5. TbBO<sub>3</sub>·3H<sub>2</sub>O nanoparçacıklarının UV-Vis spektrometre cihazından elde edilen reflektans grafiği.

#### KULLANILAN POLİ ( METİL METAKRİLAT ) (PMMA) LATEKSİ SENTEZİ

**Sentezi:** Doç.Dr. Seda Beyaz'ın doktora çalışmaları sırasında sentezlenmiştir [1]. Sentezlenen latekslerdeki polimerik boncuk boyutu 223 nm ve PDI değeri 0.009 dur. Sentezlenen boncuklara ait temsili bir TEM resmi aşağıda verilmiştir.



Şekil6. Kullanılan PMMA lateksinin TEM görüntüsü.



Şekil7. Kullanılan PMMA lateksinin görüntüsü.

#### NANOKOMPOZİTLERİN SENTEZİ VE KARAKTERİZASYONU:

**TbBO<sub>3</sub>·3H<sub>2</sub>O Dispersiyonunun Derişiminin Bulunması:** Üç tane beher boşken tartıldı ve kaydedildi. Her bir beherde 10 ml terbiyum borat çözeltisi eklenip beherler yeniden tartıldı ve etüvde 80 °C'de 24 saat kurumaya bırakıldı. Kurutulan ve soğutulan beherlere tartım işlemi yeniden uygulandı. Böylece yapılan hesaplamalar ile terbiyum borat çözeltisinin konsantrasyonu 723 ppm olarak bulundu.

**Nanokompozit Sentezi (Blending Yöntemi):** Aşağıdaki resimde görüldüğü gibi beş ayrı beherde sırasıyla 5,10,15,20 ve 30 ml terbiyum borat çözeltisi ve 30 ml PMMA lateksi konuldu. Bu karışımlar manyetik karıştırıcıda 30 dakika karıştırıldı. Her bir beherden 2.5 ml alınıp beş tane deney tüpüne koyuldu. Beherler etüvde 80 °C'de 24 saat kurumaya bırakıldı. Saf PMMA lateksi içinde aynı işlem yapıldı. Etüvden alınan beherlerdeki toz terbiyum borat nanokompozitleri deney tüplerine alındı.

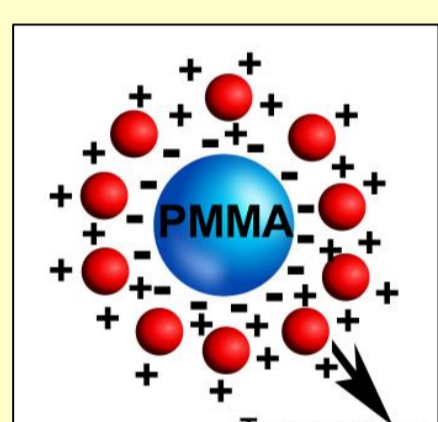
**PMMA-Terbiyum Borat Filmlerinin Oluşturulması:** Her bir deney tüpünün içindeki PMMA-Terbiyum Borat tozlarından 0.2 g alındı üzerine 2.5 ml kloroform çözücüsü eklendi iyice çözüldükten sonra temiz bir yüzeye döküldü ve kloroformun uçması beklendi. Böylece PMMA-Terbiyum Borat filmleri yapılmış oldu.

**Stabilite (Kararlılık) Deneyleri:** Hazırlanan PMMA-Terbiyum Borat sıvı nanokompozit karışımlarından 2.5 ml deney tüplerinden alınarak üzerlerine 10 ml saf su ilave edildi. Bu karışım 8 kat seyreltilerek UV-Vis Spektrometresinde zamana bağlı ölçüm yapmak üzere kullanıldı. Absorpsiyon ölçümleri 10 dakikada bir tekrarlanarak 1 saat boyunca ölçüm alındı.

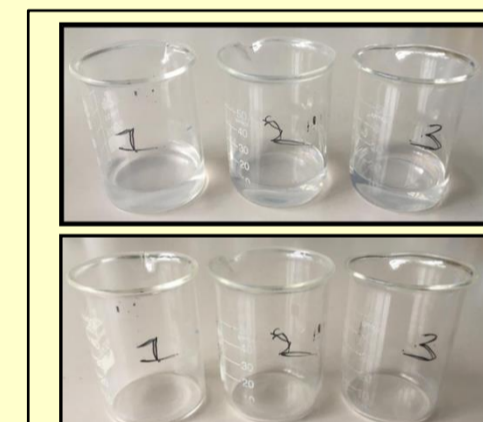
**Nanokompozitlerin Karakterizasyonu:** Toz ve film halindeki PMMA-Terbiyum Borat nanokompozitlerinin IR spektrumu Perkin Elmer 65 Model FT-IR Spektrometre kullanılarak 400-600 cm<sup>-1</sup> aralığında kaydedildi. Sıvı nanokompozit karışımlarının absorpsiyon ve reflektans ölçümleri 200-900 nm aralığında Perkin Elmer T80 UV-Vis Spektrometre tarafından yapıldı.

	% V/V	% W/W
PMMA	0	0
PMMATb5	14.3	3.3
PMMATb10	25	6.4
PMMATb15	33.3	9.4
PMMATb20	40	12.1
PMMATb30	50	17.1

Şekil 8. Nanokompozitlerdeki terbiyum borat yüzdesi.



Şekil 9. Lateks içindeki nanoparçacıkların düzeni.



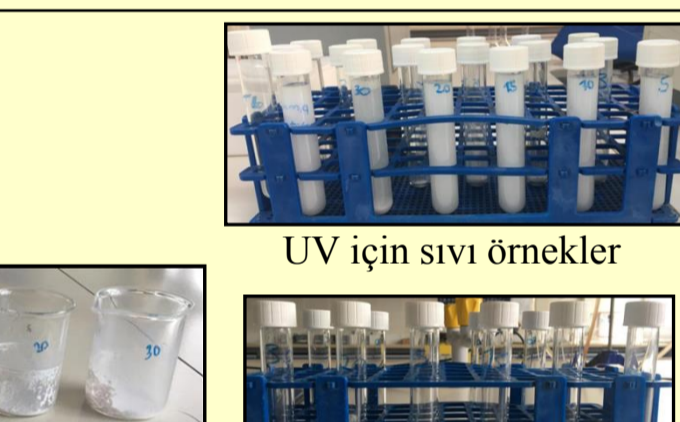
Terbiyum borat yüzdesinin bulunması



Lateks-Terbiyum borat karıştırılması



Kurutma



UV için sıvı örnekler

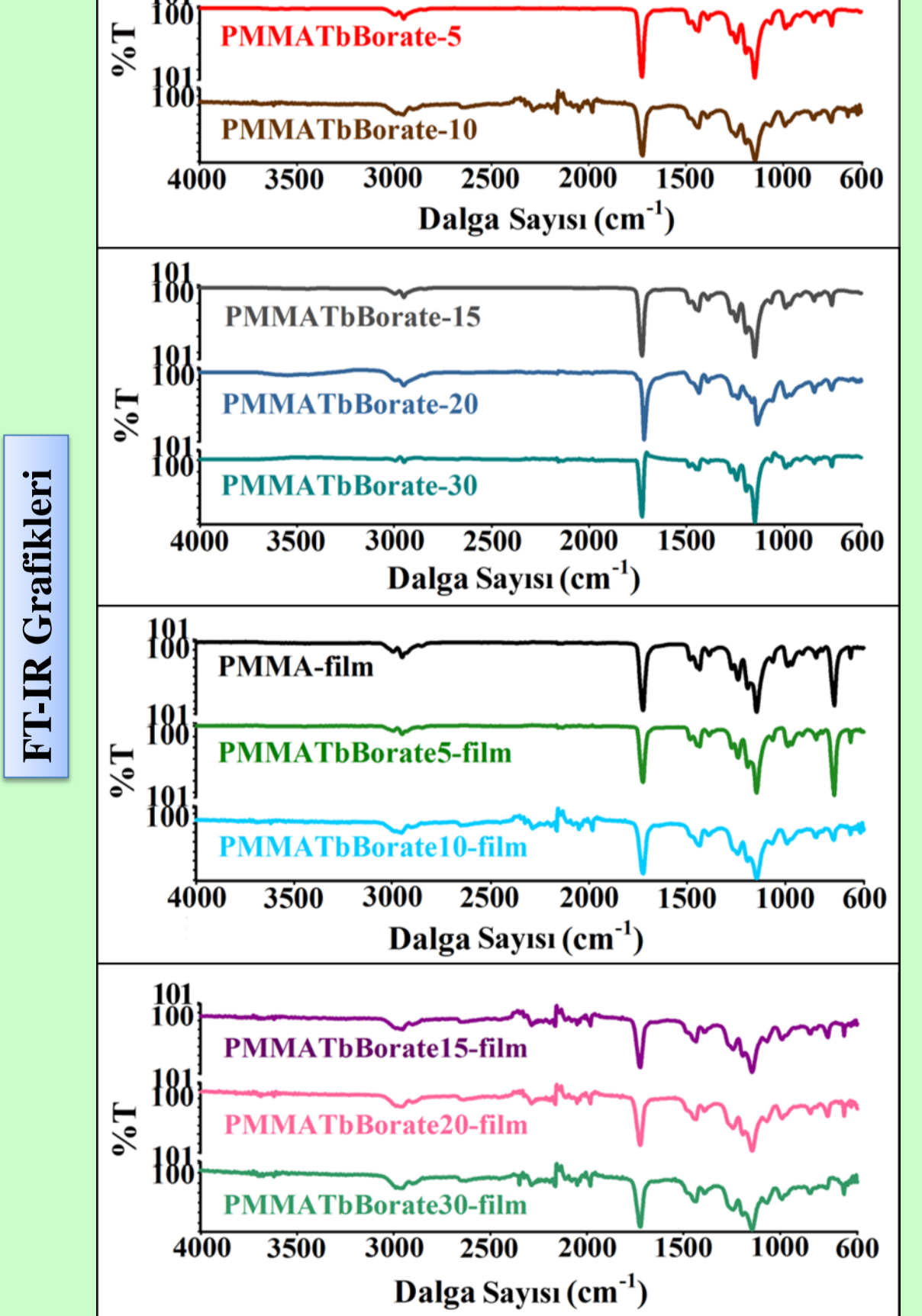
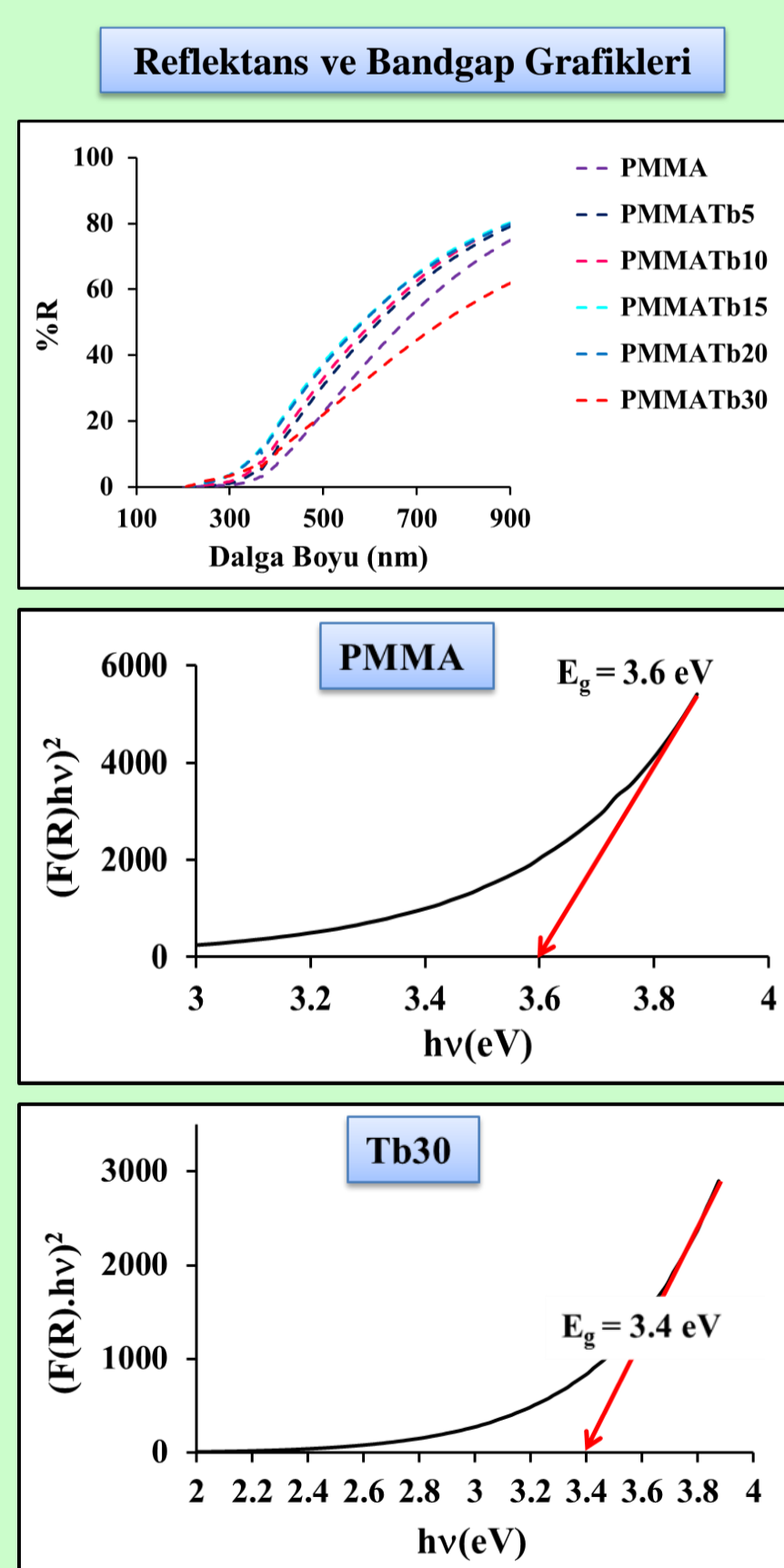
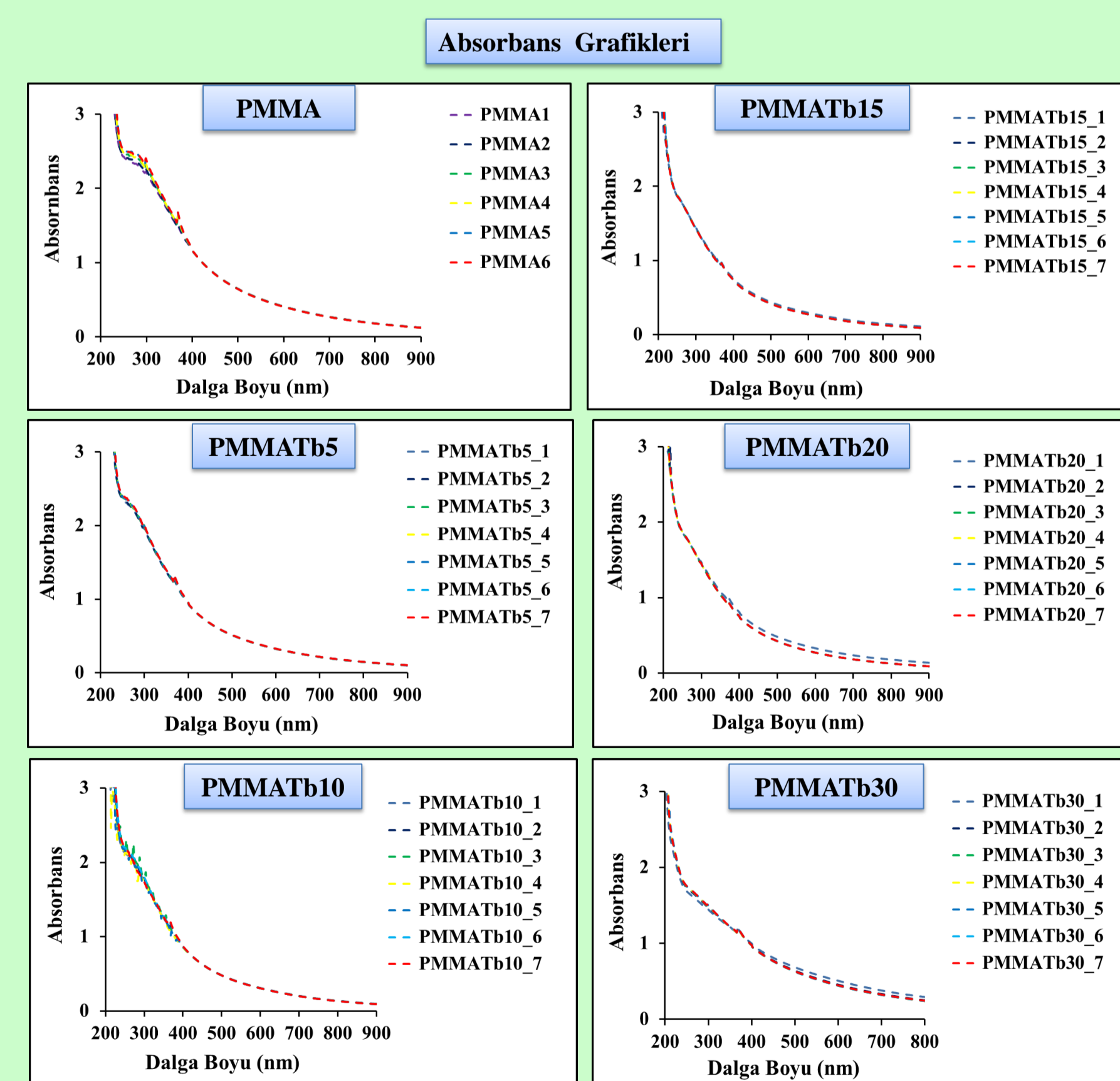


IR için film örnekler

Şekil10. Deneysel aşamaların sırası ile görüntüleri.

#### SONUÇLAR VE TARTIŞMA

##### Stabilite (Kararlılık) Deneyleri



#### Yorumlar:

Zamana karşı sıvı örneklerinin absorpsiyonları ölçülerek yapılan stabilite deneylerinde PMMATb20 ve PMMATb30 örneklerinde kararlılığın bozulduğu gözlenmiştir. FT-IR spektroskopisi ile yapılan PMMA-Terbiyum Borat nanokompozitlerinin ve filmlerinin fonksiyonel grup belirlenmesi deneylerinde PMMA'nın karakteristik pikleri (1725; C=O gerilme, 1146, 1240,1191; C-O-C gerilme, 1387, 750; α-CH<sub>3</sub> grubu gerilme, 1435; C-H eğilme, CH<sub>3</sub>) ile terbiyum boratın karakteristik pikleri 943 cm<sup>-1</sup> ([BO<sub>3</sub>] simetrik gerilme), 1352 cm<sup>-1</sup> ([BO<sub>3</sub>] asimetrik gerilme) ve 682 cm<sup>-1</sup> ([BO<sub>3</sub>] düzlem dışı bağlanma) birbiri üzerine çoğunlukla çakıştığından sentezlenen nanokompozitlerde anlamlı değişiklikler gözlenmemiştir. PMMA ile terbiyum borat nanoparçacıkları arasında sadece fiziksel bir etkileşim olduğu görülmüştür.

#### Referans

[1] Seda Beyaz, "Süperparamanyetik nanomanyetik içeren lateks eldesi ve karakterizasyonu" Doktora Tezi, Balıkesir,2009.