GRAFEN ESASLI NANOELEKTROSERAMİKLERİN ÜRETİLMESİ VE KARAKTERİZASYONU

Cihat AYDIN

Doktora Tezi

Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Anabilim Dalı

1. Danışman : Prof. Dr. Mustafa TAŞKIN
2. Danışman : Prof. Dr. Fahrettin YAKUPHANOĞLU

HAZİRAN-2017

T.C
FIRAT ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

GRAFEN ESASLI NANOELEKTROSERAMİKLERİN ÜRETİLMESİ VE KARAKTERİZASYONU

Arş. Gör. Cihat AYDIN

Doktora Tezi

Anabilim Dalı: Metalurji ve Malzeme Mühendisliği
Programı: Seramik

1.Danışman: Prof. Dr. Mustafa TAŞKIN
2.Danışman: Prof. Dr. Fahrettin YAKUPHANOĞLU

Tezin Enstitüye Verildiği Tarih: 29 Mayıs 2017

HAZİRAN-2017

T.C
FIRAT ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

GRAFEN ESASLI NANOELEKTROSERAMİKLERİN ÜRETİLMESİ VE KARAKTERİZASYONU

DOKTORA TEZİ

Arş. Gör. Cihat AYDIN
(131130203)

Tezin Enstitüye Verildiği Tarih : 29 Mayıs 2017
Tezin Savunulduğu Tarih : 21 Haziran 2017

Tez Danışmanı : Prof. Dr. Mustafa TAŞKIN (M.Ü)
2.Danışman : Prof. Dr. Fahrettin YAKUPHANOĞLU (F.Ü)
Diğer Jüri Üyeleri : Prof. Dr. Sedat KOLUKISA (M.Ü)
Prof. Dr. Niyazi ÖZDEMİR (F.Ü)
Doç. Dr. Tülay YILDIZ (F.Ü)
Doç. Dr. Murat SOYLU (B.Ü)
Doç. Dr. Uğur ÇALIGÜLÜ (F.Ü)

HAZİRAN - 2017

ÖNSÖZ

Doktora eğitimim boyunca her anlamda yanımda olan, bana her türlü imkânı sağlayan, bilgi ve tecrübeleri ile çalışmalarıma yol gösteren, insani ve ahlaki değerleri ile örnek edindiğim, tecrübelerinden yararlanırken göstermiş oldukları sabır ve hoşgörüden dolayı, saygıdeğer hocalarım, danışmanlarım Prof. Dr. Mustafa TAŞKIN ve Prof. Dr. Fahrettin YAKUPHANOĞLU' na,

Deneysel çalışmalarım süresince yardımlarını esirgemeyen Anadolu Üniversitesi Fen Fakültesi Fizik Bölümü Öğretim Üyesi Prof. Dr. Müjdat ÇAĞLAR'a ve Yarıiletkenler Laboratuarı'nın değerli araştırmacılarına,

Sabrı ve desteklerinden dolayı Fırat Üniversitesi Fen Fakültesi Fizik Bölümü Öğretim Üyesi Doç.Dr. Canan AKSU CANBAY'a,

Özverili yardımlarından dolayı Dr. Selçuk KARATAŞ'a ve Gültekin ÖZTÜRK'e,

Her zaman ve her anlamda yanımda olan kadim dostlarım Doç.Dr. Uğur ÇALIGÜLÜ, Yrd.Doç.Dr. Ömer GÜLER , Yrd.Doç.Dr. Halil DİKBAŞ ve Yrd.Doç.Dr. Yakup SAY'a,

Fırat Üniversitesi Nano Malzeme ve Nano Teknoloji Araştırma Laboratuvarı'ndaki tüm çalışma arkadaşlarıma,

Tez çalışmalarıma sunduğu imkânlar ve FÜBAP FF.16.29 nolu proje kapsamında sağladığı maddi destekten dolayı başta Bilimsel Araştırma Projeleri Birimi (FÜBAP) olmak üzere, Fırat Üniversitesi 'ne,

Devletim'e ve Aziz Milletim'e,

Eğitim hayatım boyunca hep yanımda olan, dualarını ve desteklerini benden hiç esirgemeyen evlatları olmaktan onur duyduğum Sevgili Ailem'e,

Tez çalışmalarım sırasında her konuda bana gönülden yardım eden, hoşgörüsü, sevgisi ve desteğiyle hep yanımda olan Sevgili Eşim, Hayat Arkadaşım, Munzur Üniversitesi Mühendislik Fakültesi Öğretim Üyesi Yrd. Doç. Dr. Handan AYDIN'a,

ve

Varlığıyla bana güç veren Oğullarım, Kenan Tuğberk ve Utku Arhan'a,

Eğer yeterse**,** gönülden teşekkür eder, şükranlarımı sunarım…

Cihat AYDIN

ELAZIĞ - 2017

İÇİNDEKİLER

Sayfa No

ÖNSÖZ ..... **I**
İÇİNDEKİLER ..... **II**
ÖZET ..... **V**
SUMMARY ..... **VI**
ŞEKİLLER LİSTESİ ..... **VII**
TABLOLAR LİSTESİ ..... **XIV**
SEMBOLLER LİSTESİ ..... **XVI**
KISALTMALAR LİSTESİ ..... **XVII**
1. GİRİŞ **1**
2. ELEKTROSERAMİKLER **3**
2.1. Dielektrik Özellik 4
2.1.1. Dielektrik Malzemelerde Polarizasyon 5
2.1.1.1. Elektronik Polarizasyon 6
2.1.1.2. İyonik Polarizasyon 7
2.1.1.3. Yönelimli Polarizasyon 7
2.1.1.4. Arayüzey Polarizasyonu 7
2.2. Piezoelektrik Özellik 11
2.3. Ferroelektrik Özellik 13
2.3.1. Faz Geçişi ve Curie (T_c) Sıcaklığı 14
2.3.2. Domain ve Domain Duvarı Hareketi 15
2.3.3. Histerisiz Döngüsü 16
2.3.4. Antiferroelektrikler 17
3. GRAFEN **18**
3.1. Genel Tanımı 18
3.2. Grafenin Örgü Yapısı 18
3.3. Grafenin Özellikleri 20
3.4. Elektronik Yapısı 21
3.5. Kullanım Alanları 22
3.6. Üretim Yöntemleri 23
3.6.1. Mekanik Ayrıştırma 24
3.6.2. Grafitin Kimyasal Oksidasyon ve Redüksiyonu 25
3.6.3. Kimyasal Buhar Depozisyonu 26
3.6.4. Tek Kristal Üzerine Epitaksiyel Büyüme 26
3.6.5. Elektrokimyasal Yöntem 27
4. HİDROTERMAL YÖNTEM **29**
5. MATERYAL VE METOT **31**
5.1. Deneysel İşlemler 31
5.1.1. Numune Üretiminde Kullanılan Kimyasal Malzemeler 31
5.1.2. Hummers Metodu ile Grafen Oksit Sentezi 31
5.1.3. Hidrotermal Metot ile Grafen Oksit katkılı Nano Elektroseramiklerin Sentezi 34
5.1.4. Numune Üretimi ve Karakterizasyonunda Kullanılan Cihazlar 38
5.2. Ölçüm Sonuçları 46
5.2.1. X-Işınları Difraksiyon Analizi (XRD) Sonuçları 46

Sayfa No

5.2.1.1. BFO Serisi Numunelerin XRD Analizleri 47
5.2.1.2. LFO Serisi Numunelerin XRD Analizleri 55
5.2.1.3. YFO Serisi Numunelerin XRD Analizleri 64
5.2.1.4. BMO Serisi Numunelerin XRD Analizleri 73
5.2.1.5. LMO Serisi Numunelerin XRD Analizleri 81
5.2.1.6. YMO Serisi Numunelerin XRD Analizleri 89
5.2.2. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) ve Enerji Dağılımlı X-Işınları Analiz (EDX) Sonuçları 97
5.2.2.1. BFO Serisi Numunelerin SEM Görüntüleri ve EDX Analiz Sonuçları 98
5.2.2.2. LFO Serisi Numunelerin SEM Görüntüleri ve EDX Analiz Sonuçları 106
5.2.2.3. YFO Serisi Numunelerin SEM Görüntüleri ve EDX Analiz Sonuçları 114
5.2.2.4. BMO Serisi Numunelerin SEM Görüntüleri ve EDX Analiz Sonuçları 122
5.2.2.5. LMO Serisi Numunelerin SEM Görüntüleri ve EDX Analiz Sonuçları 130
5.2.2.6. YMO Serisi Numunelerin SEM Görüntüleri ve EDX Analiz Sonuçları 138
5.2.3. Geçirimli Elektron Mikroskobu (TEM) Sonuçları 145
5.2.3.1. BFO Serisi Numunelerin TEM Sonuçları 145
5.2.3.2. LFO Serisi Numunelerin TEM Sonuçları 149
5.2.3.3. YFO Serisi Numunelerin TEM Sonuçları 151
5.2.3.4. BMO Serisi Numunelerin TEM Sonuçları 154
5.2.3.5. LMO Serisi Numunelerin TEM Sonuçları 157
5.2.3.6. YMO Serisi Numunelerin TEM Sonuçları 160
5.2.4. Fourier Transform IR (FT-IR) Spektroskopi Sonuçları 162
5.2.4.1. BFO Serisi Numunelerin FT-IR Sonuçları 163
5.2.4.2. LFO Serisi Numunelerin FT-IR Sonuçları 164
5.2.4.3. YFO Serisi Numunelerin FT-IR Sonuçları 165
5.2.4.4. BMO Serisi Numunelerin FT-IR Sonuçları 166
5.2.4.5. LMO Serisi Numunelerin FT-IR Sonuçları 167
5.2.4.6. YMO Serisi Numunelerin FT-IR Sonuçları 168
5.2.5. Diferansiyel Termal Analiz (TGA/DTA) Ölçüm Sonuçları 169
5.2.5.1. BFO Serisi Numunelerin TGA/DTA Sonuçları 170
5.2.5.2. LFO Serisi Numunelerin TGA/DTA Sonuçları 174
5.2.5.3. YFO Serisi Numunelerin TGA/DTA Sonuçları 178
5.2.5.4. BMO Serisi Numunelerin TGA/DTA Sonuçları 182
5.2.5.5. LMO Serisi Numunelerin TGA/DTA Sonuçları 186
5.2.5.6. YMO Serisi Numunelerin TGA/DTA Sonuçları 190
5.2.6. Numunelerin Optik Özellikleri 194
5.2.6.1. BFO Serisi Numunelerin Optik Ölçüm Sonuçları 195
5.2.6.2. LFO Serisi Numunelerin Optik Ölçüm Sonuçları 197
5.2.6.3. YFO Serisi Numunelerin Optik Ölçüm Sonuçları 199
5.2.6.4. BMO Serisi Numunelerin Optik Ölçüm Sonuçları 201
5.2.6.5. LMO Serisi Numunelerin Optik Ölçüm Sonuçları 203
5.2.6.6. YMO Serisi Numunelerin Optik Ölçüm Sonuçları 205
5.2.7. Dielektrik ve Alternatif Akım İletkenliği Ölçüm Sonuçları 207
5.2.7.1. BFO Serisi Numunelerin Dielektrik ve Alternatif Akım İletkenliği Ölçüm Sonuçları 207
5.2.7.2. LFO Serisi Numunelerin Dielektrik ve Alternatif Akım İletkenliği Ölçüm Sonuçları 209

Sayfa No

5.2.7.3. YFO Serisi Numunelerin Dielektrik ve Alternatif Akım İletkenliği Ölçüm Sonuçları ... 211
5.2.7.4. BMO Serisi Numunelerin Dielektrik ve Alternatif Akım İletkenliği Ölçüm Sonuçları ... 213
5.2.7.5. LMO Serisi Numunelerin Dielektrik ve Alternatif Akım İletkenliği Ölçüm Sonuçları ... 215
5.2.7.6. YMO Serisi Numunelerin Dielektrik ve Alternatif Akım İletkenliği Ölçüm Sonuçları ... 217
5.2.8. Elektriksel İletkenlik Ölçüm Sonuçları ... 219
5.2.8.1. BFO Serisi Numunelerin Elektriksel İletkenlik Ölçüm Sonuçları ... 220
5.2.8.2. LFO Serisi Numunelerin Elektriksel İletkenlik Ölçüm Sonuçları ... 221
5.2.8.3. YFO Serisi Numunelerin Elektriksel İletkenlik Ölçüm Sonuçları ... 222
5.2.8.4. BMO Serisi Numunelerin Elektriksel İletkenlik Ölçüm Sonuçları ... 223
5.2.8.5. LMO Serisi Numunelerin Elektriksel İletkenlik Ölçüm Sonuçları ... 224
5.2.8.6. YMO Serisi Numunelerin Elektriksel İletkenlik Ölçüm Sonuçları ... 225
5.2.9. Ferroelektrik Ölçüm Sonuçları ... 226
5.2.9.1. BFO Serisi Numunelerin P-E Histerisiz Davranışları ... 226
5.2.9.2. LFO Serisi Numunelerin P-E Histerisiz Davranışları ... 227
5.2.9.3. YFO Serisi Numunelerin P-E Histerisiz Davranışları ... 228
5.2.9.4. BMO Serisi Numunelerin P-E Histerisiz Davranışları ... 229
5.2.9.5. LMO Serisi Numunelerin P-E Histerisiz Davranışları ... 230
5.2.9.6. YMO Serisi Numunelerin P-E Histerisiz Davranışları ... 231
6. SONUÇLAR VE TARTIŞMA ... 233
6.1. X-Işınları Difraksiyon Analizi (XRD) Sonuçları ... 233
6.2. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) ve Enerji Dağılımlı X-Işınları Analiz (EDX) Sonuçları ... 235
6.3. Geçirimli Elektron Mikroskobu (TEM) Sonuçları ... 238
6.4. Fourier Transform IR (FT-IR) Spektroskopi Sonuçları ... 239
6.5. Diferansiyel Termal Analiz (TGA/DTA) Ölçüm Sonuçları ... 239
6.6. Optik Ölçüm Sonuçları ... 240
6.7. Dielektrik ve Alternatif Akım İletkenliği Ölçüm Sonuçları ... 240
6.8. Elektriksel İletkenlik Ölçüm Sonuçları ... 241
6.9. Ferroelektrik Ölçüm Sonuçları ... 242
7. GENEL SONUÇLAR ... 244
8. ÖNERİLER ... 246
KAYNAKLAR ... 247
ÖZGEÇMİŞ ... 258

ÖZET

Bu tez çalışması, hidrotermal metot ile üretilen Bizmut, Lantan ve Yitriyum 'un Demir ve Mangan bileşikleri içerisine, Hummers metodu ile sentezlenen grafen oksitin farklı oranlarda katkılandırılmasıyla nano elektroseramik üretimini içermektedir. Elde edilen katkılı ve katkısız numuneler XRD, SEM ve EDX, TEM, FTIR, DTA-TGA, UV-VIS-NIR spektroskopisi, ferroelektrik ölçümler, sıcaklığa bağlı elektriksel direnç değişimleri ve dielektrik ölçümler yardımıyla karakterize edilmiştir. XRD sonuçlarından, üretilen numunelerin nano boyutta oldukları ve kristal boyutlarının grafen oksit katkısı ile değiştiği görülmüştür. SEM görüntüleri ve EDX spektrumları, nano elektroseramiklerin yapısının küçük boyutlu tanelerin birleşmeleri ile oluşan büyük tanelerden meydana geldiğini göstermektedir. TEM görüntüleri ve SAD desenlerinden, numunelerin mikroyapılarının tüm doğrultularda nano boyutlu ve aralarında yönelim ilişkisi bulunmayan, gelişi güzel yönelimli tanelerden oluştuğu görülmüştür.

Elde edilen numunelerin FTIR spektrumlarından, kimyasal özellikleri ve bağ yapıları belirlenmiş, grafen oksitin pik şiddetlerini değiştirdiği görülmüştür. Bu, grafen oksitin seramik yapı içerisine dail olduğunu doğrulamaktadır.

Termal analiz ölçümleri yardımıyla, artan sıcaklıkta numunelerin yapısında meydana gelen reaksiyonlar, reaksiyon sıcaklıkları, reaksiyon enerjileri ve toplam kütle kayıpları belirlenmiştir. Numunelerin yasak enerji aralıkları, optik absorbsiyon yöntemiyle bulunmuştur. Grafen oksit katkısı numunelerin yasak enerji aralıklarını değiştirmiştir. Üretilen nano elektroseramiklerin dielektrik ölçümleri ve alternatif akım iletkenliği frekansa bağlı olarak ölçülmüş ve değişen katkı oranlarının dielektrik özelliklerini değiştirdiği görülmüştür. Sıcaklığa bağlı elektriksel iletkenlik ölçümleri numunelerin yarıiletken davranış gösterdiğini doğrulamıştır. Üretilen nano elektroseramiklerin polarizasyon-elektrik alan histerisiz döngüleri yardımıyla maksimum polarizasyon, kalıntı polarizasyon ve zorlayıcı elektrik alan değerleri belirlenmiştir. Grafen oksit katkısı ile numunelerin ferroelektrik davranışları değişmiştir.

Elde edilen sonuçlar, sentezlenen elektroseramiklerin elektronik ve nanoyapı özelliklerinin elektronik ve enerji uygulamalarında kullanılmak üzere çeşitli grafen içeriği ile kontrol edilebileceğini göstermiştir.

Anahtar Kelimeler: Hidrotermal metot, Grafen oksit, Hummers metodu, Nanoelektroseramik

SUMMARY

Production and Characterization of Graphene Based Nano Electroceramics

This thesis study involves the synthesis of nano electroceramics by the doping of graphene oxide at various ratios synthesized by the Hummers method into the Iron and Manganese compounds of Bismuth, Lanthanum and Yttrium prepared by the hydrothermal method.The obtained doped and undoped samples were characterized by XRD, SEM and EDX, TEM, FTIR, DTA-TGA, UV-VIS-NIR spectroscopy, ferroelectric measurements, temperature dependent electrical resistance changes and dielectric measurements. From the XRD results, it is observed that the obtained samples were in nanoscale and the crystal dimensions are changed with the doping of graphene oxide. SEM images and EDX spectra indicate that the nano electroceramics are formed from the large particles combined of small-sized particles. From the TEM images and SAD patterns of the samples, it is seen that the ceramic samples are consisted of nano-sized, all-directional grains with no oriented relationship between them in all directions.

From FTIR spectra of the obtained samples, the chemical compositions of the samples were determined. FTIR spectra indicate that the graphene oxide changes the peak intensities. This confirms the incorporation of the graphene oxide into the ceramic structure.

With the help of thermal analysis measurements, the reactions occurring in the structure of the samples at increasing temperature, reaction temperatures, reaction energies and total mass losses were determined. The optical band gaps of the samples were determined by optical absorption method. The doping of the graphene oxide changes the optical band gaps of the samples. Dielectric parameters and alternating current conductivity of the produced nano electroceramics were measured depending on the frequency.

The dielectric constants of the samples are changed with the doping ratios. The DC electrical conductivity measurements confirm the semiconducting behavior of the samples. The maximum polarization, residual polarization and coercive electric field values of the nanoelectro-ceramics were determined with the help of polarization-electric field hysteresis loops. The ferroelectric behavior of the samples were changed by the doping of graphene oxide.

The obtained results indicate that the electronic and nanostructure of the synthesized electroceramics can be controlled by the doping of graphene oxide for electronic and energy applications.

Keywords: Hydrothermal method, Graphene oxide, Hummers method, Nano electroceramic

ŞEKİLLER LİSTESİ

Sayfa No

Şekil 2.1. Elektrik Alan Altında Dipoller 5
Şekil 2.2. Dielektrik Malzemelerin Polarizasyon Türleri 6
Şekil 2.3. Kondansatör plakaları arasındaki dielektrik bir malzemenin polarizasyon olayının şematik gösterimi 8
Şekil 2.4. Düz Piezoelektrik etki 11
Şekil 2.5. Ters Piezoelektrik etki 12
Şekil 2.6. a) Simetri Merkezine sahip olan kristale b)Simetri merkezi olmayan kristale mekanik kuvvet uygulanması sonrası yapıdaki değişimler 13
Şekil 2.7. Ferroelektrik bir kristalde domain ve a)180° b)90° 'lik domain duvarlarının şematik gösterimi 15
Şekil 2.8. Tipik bir ferroelektrik malzemeye ait Elektrik Alan-Polarizasyon Grafiği 16
Şekil 2.9. a)Tek Kristalli b)Çok Kristalli malzemelerin histerisiz eğrileri 17
Şekil 3.1. Grafit 19
Şekil 3.2. Grafitin örgü yapısı 19
Şekil 3.3. Grafenin tabakalı yapısı 20
Şekil 3.4. Grafenin Örgü Yapısı 20
Şekil 3.5. Grafenin band yapısı (Dirac Konisi) 22
Şekil 3.6. Tabaka sayısına göre Grafen Üretim metotları 24
Şekil 3.7. Grafenin mekanik olarak ayrıştırılması 24
Şekil 3.8. Hummers Metodu ile Grafen eldesinin şematik gösterimi 25
Şekil 3.9. CVD yöntemi ile Grafen eldesinin şematik gösterimi 26
Şekil 3.10. Tek kristal Rutenyum metalinin üzerinde epitaksiyel olarak büyüyen grafen tabakasının şematik olarak gösterimi 27
Şekil 3.11. Elektrokimyasal metot ile grafen eldesinin şematik gösterimi 28
Şekil 3.12. Katkılama ile ayrışmanın şematik gösterimi 28
Şekil 5.1. Modifiye hummers metodu ile grafen oksit sentezi akış şeması 33
Şekil 5.2. Hidrotermal metotla grafen oksit katkılı nano elektroseramik üretiminin şematik gösterimi 37
Şekil 5.3. Hassas terazi 38
Şekil 5.4. Isıtıcılı dijital manyetik karıştırıcı 38
Şekil 5.5. Isıtıcılı ultrasonik banyo 39
Şekil 5.6. Ph metre 39
Şekil 5.7. Etüv 40
Şekil 5.8. Hidrotermal sistemi 40
Şekil 5.9. XRD cihazı 41
Şekil 5.10. Kaplama cihazı 41
Şekil 5.11. Taramalı elektron mikroskobu 42
Şekil 5.12. Yüksek çözünürlüklü geçirmeli elektron mikroskobu 43
Şekil 5.13. FT-IR cihazı 43
Şekil 5.14. Otomatik Eşzamanlı TG/DTA Cihazı 44
Şekil 5.15. UV-VIS-NIR Spektrofotometre 44
Şekil 5.16. Dielektrik özellik karakterizasyon ünitesi 45
Şekil 5.17. Sıcaklığa bağlı elektriksel iletkenlik ölçüm ünitesi 45
Şekil 5.18. Hassas Multiferroik ve Ferroelektrik Test Sistemi 46
Şekil 5.19. Katkısız BFO numunesinin X-ışını kırınımı analiz sonuçları 48
Şekil 5.20. Grafen oksit katkılı BFO20 numunesinin X-ışını kırınımı analiz sonuçları 49

Sayfa No

Şekil 5.21. Grafen oksit katkılı BFO50 numunesinin X-ışını kırınımı analiz sonuçları 51
Şekil 5.22. Grafen oksit katkılı BFO100 numunesinin X-ışını kırınımı analiz sonuçları .. 53
Şekil 5.23. BFO serisi numunelerin kristal büyüklüklerinin katkı oranıyla değişimi 55
Şekil 5.24. Katkısız LFO numunesinin X-ışını kırınımı analiz sonuçları 56
Şekil 5.25. Grafen oksit katkılı LFO20 numunesinin X-ışını kırınımı analiz sonuçları 58
Şekil 5.26. Grafen oksit katkılı LFO50 numunesinin X-ışını kırınımı analiz sonuçları 60
Şekil 5.27. Grafen oksit katkılı LFO100 numunesinin X-ışını kırınımı analiz sonuçları .. 62
Şekil 5.28. LFO serisi numunelerin kristal büyüklüklerinin katkı oranıyla değişimi 64
Şekil 5.29. Katkısız YFO numunesinin X-ışını kırınımı analiz sonuçları..... 65
Şekil 5.30. Grafen oksit katkılı YFO20 numunesinin X-ışını kırınımı analiz sonuçları 67
Şekil 5.31. Grafen oksit katkılı YFO50 numunesinin X-ışını kırınımı analiz sonuçları 69
Şekil 5.32. Grafen oksit katkılı YFO100 numunesinin X-ışını kırınımı analiz sonuçları .. 71
Şekil 5.33. YFO serisi numunelerin kristal büyüklüklerinin katkı oranıyla değişimi 73
Şekil 5.34. Katkısız BMO numunesinin X-ışını kırınımı analiz sonuçları..... 74
Şekil 5.35. Grafen oksit katkılı BMO20 numunesinin X-ışını kırınımı analiz sonuçları... 75
Şekil 5.36. Grafen oksit katkılı BMO50 numunesinin X-ışını kırınımı analiz sonuçları... 77
Şekil 5.37. Grafen oksit katkılı BMO100 numunesinin X-ışını kırınımı analiz sonuçları. 79
Şekil 5.38. BMO serisi numunelerin kristal büyüklüklerinin katkı oranıyla değişimi..... 81
Şekil 5.39. Katkısız LMO numunesinin X-ışını kırınımı analiz sonuçları..... 82
Şekil 5.40. Grafen oksit katkılı LMO20 numunesinin X-ışını kırınımı analiz sonuçları... 83
Şekil 5.41. Grafen oksit katkılı LMO50 numunesinin X-ışını kırınımı analiz sonuçları... 85
Şekil 5.42. Grafen oksit katkılı LMO100 numunesinin X-ışını kırınımı analiz sonuçları. 87
Şekil 5.43. LMO serisi numunelerin kristal büyüklüklerinin katkı oranıyla değişimi 89
Şekil 5.44. Katkısız YMO numunesinin X-ışını kırınımı analiz sonuçları 90
Şekil 5.45. Grafen oksit katkılı YMO20 numunesinin X-ışını kırınımı analiz sonuçları... 91
Şekil 5.46. Grafen oksit katkılı YMO50 numunesinin X-ışını kırınımı analiz sonuçları... 93
Şekil 5.47. Grafen oksit katkılı YMO100 numunesinin X-ışını kırınımı analizi 95
Şekil 5.48. YMO serisi numunelerin kristal büyüklüklerinin katkı oranıyla değişimi..... 97
Şekil 5.49. BFO numunesinin a) 2000X b) 5000X c) 20.000X ve d) 50.000X büyütme oranlarında alınan SEM görüntüleri 98
Şekil 5.50. BFO numunesinin 2000X büyütme oranındaki EDX spektrumu 99
Şekil 5.51. BFO20 numunesinin a) 2000X b) 5000X c) 20.000X ve d) 50.000X büyütme oranlarında alınan SEM görüntüleri 100
Şekil 5.52. BFO20 numunesinin 2000X büyütme oranındaki EDX spektrumu 101
Şekil 5.53. BFO50 numunesinin a) 2000X b) 5000X c) 20.000X ve d) 50.000X büyütme oranlarında alınan SEM görüntüleri 102
Şekil 5.54. BFO50 numunesinin 2000X büyütme oranındaki EDX spektrumu 103
Şekil 5.55. BFO100 numunesinin a) 2000X b) 5000X c) 20.000X ve d) 50.000X büyütme oranlarında alınan SEM görüntüleri 104
Şekil 5.56. BFO100 numunesinin 2000X büyütme oranındaki EDX spektrumu 105
Şekil 5.57. LFO numunesinin a) 2000X b) 5000X c) 20.000X ve d) 50.000X büyütme oranlarında alınan SEM görüntüleri 106
Şekil 5.58. LFO numunesinin 2000X büyütme oranındaki EDX spektrumu..... 107
Şekil 5.59. LFO20 numunesinin a) 2000X b) 5000X c) 20.000X ve d) 50.000X büyütme oranlarında alınan SEM görüntüleri 108
Şekil 5.60. LFO20 numunesinin 2000X büyütme oranındaki EDX spektrumu..... 109

Sayfa No

Şekil 5.61. LFO50 numunesinin a) 2000X b) 5000X c) 20.000X ve d) 50.000X büyütme oranlarında alınan SEM görüntüleri 110
Şekil 5.62. LFO50 numunesinin 2000X büyütme oranındaki EDX spektrumu..... 111
Şekil 5.63. LFO100 numunesinin a) 2000X b) 5000X c) 20.000X ve d) 50.000X büyütme oranlarında alınan SEM görüntüleri 112
Şekil 5.64. LFO100 numunesinin 2000X büyütme oranındaki EDX spektrumu..... 113
Şekil 5.65. YFO numunesinin a) 2000X b) 5000X c) 20.000X ve d) 50.000X büyütme oranlarında alınan SEM görüntüleri 114
Şekil 5.66. YFO numunesinin 2000X büyütme oranındaki EDX spektrumu 115
Şekil 5.67. YFO20 numunesinin a) 2000X b) 5000X c) 20.000X ve d) 50.000X büyütme oranlarında alınan SEM görüntüleri 116
Şekil 5.68. YFO20 numunesinin 2000X büyütme oranındaki EDX spektrumu 117
Şekil 5.69. YFO50 numunesinin a) 2000X b) 5000X c) 20.000X ve d) 50.000X büyütme oranlarında alınan SEM görüntüleri 118
Şekil 5.70. YFO50 numunesinin 2000X büyütme oranındaki EDX spektrumu 119
Şekil 5.71. YFO100 numunesinin a) 2000X b) 5000X c) 20.000X ve d) 50.000X büyütme oranlarında alınan SEM görüntüleri 120
Şekil 5.72. YFO100 numunesinin 2000X büyütme oranındaki EDX spektrumu 121
Şekil 5.73. BMO numunesinin a) 2000X b) 5000X c) 20.000X ve d) 50.000X büyütme oranlarında alınan SEM görüntüleri 122
Şekil 5.74. BMO numunesinin 2000X büyütme oranındaki EDX spektrumu 123
Şekil 5.75. BMO20 numunesinin a) 2000X b) 5000X c) 20.000X ve d) 50.000X büyütme oranlarında alınan SEM görüntüleri 124
Şekil 5.76. BMO20 numunesinin 2000X büyütme oranındaki EDX spektrumu 125
Şekil 5.77. BMO50 numunesinin a) 2000X b) 5000X c) 20.000X ve d) 50.000X büyütme oranlarında alınan SEM görüntüleri 126
Şekil 5.78. BMO50 numunesinin 2000X büyütme oranındaki EDX spektrumu 127
Şekil 5.79. BMO100 numunesinin a) 2000X b) 5000X c) 20.000X ve d) 50.000X büyütme oranlarında alınan SEM görüntüleri 128
Şekil 5.80. BMO100 numunesinin 2000X büyütme oranındaki EDX spektrumu 129
Şekil 5.81. LMO numunesinin a) 2000X b) 5000X c) 20.000X ve d) 50.000X büyütme oranlarında alınan SEM görüntüleri 130
Şekil 5.82. LMO numunesinin 2000X büyütme oranındaki EDX spektrumu 131
Şekil 5.83. LMO20 numunesinin a) 2000X b) 5000X c) 20.000X ve d) 50.000X büyütme oranlarında alınan SEM görüntüleri 132
Şekil 5.84. LMO20 numunesinin 2000X büyütme oranındaki EDX spektrumu 133
Şekil 5.85. LMO50 numunesinin a) 2000X b) 5000X c) 20.000X ve d) 50.000X büyütme oranlarında alınan SEM görüntüleri 134
Şekil 5.86. LMO50 numunesinin 2000X büyütme oranındaki EDX spektrumu 135
Şekil 5.87. LMO100 numunesinin a) 2000X b) 5000X c) 20.000X ve d) 50.000X büyütme oranlarında alınan SEM görüntüleri 136
Şekil 5.88. LMO100 numunesinin 2000X büyütme oranındaki EDX spektrumu 137
Şekil 5.89. YMO numunesinin a) 2000X b) 5000X c) 20.000X ve d) 50.000X büyütme oranlarında alınan SEM görüntüleri 138
Şekil 5.90. YMO numunesinin 2000X büyütme oranındaki EDX spektrumu 139
Şekil 5.91. YMO20 numunesinin a) 2000X b) 5000X c) 20.000X ve d) 50.000X büyütme oranlarında alınan SEM görüntüleri 140

Sayfa No

Şekil 5.92. YMO20 numunesinin 2000X büyütme oranındaki EDX spektrumu 141
Şekil 5.93. YMO50 numunesinin a) 2000X b) 5000X c) 20.000X ve d) 50.000X büyütme oranlarında alınan SEM görüntüleri 142
Şekil 5.94. YMO50 numunesinin 2000X büyütme oranındaki EDX spektrumu 143
Şekil 5.95. YMO100 numunesinin a) 2000X b) 5000X c) 20.000X ve d) 50.000X büyütme oranlarında alınan SEM görüntüleri 144
Şekil 5.96. YMO100 numunesinin 2000X büyütme oranındaki EDX spektrumu 145
Şekil 5.97. Grafen oksit ilavesiz BFO numunesinin mikroyapısını gösteren (a) aydınlık alan görüntüsü ve (b) aynı bölgeden alınan SAD deseni 146
Şekil 5.98. BFO20 numunesinin mikroyapısını gösteren (a) aydınlık alan görüntüsü ve (b) aynı bölgeden alınan SAD deseni 147
Şekil 5.99. BFO50 numunesinin mikroyapısını gösteren (a) aydınlık alan görüntüsü ve (b) aynı bölgeden alınan SAD deseni 147
Şekil 5.100. BFO100 numunesinin mikroyapısını gösteren (a) aydınlık alan görüntüsü ve (b) aynı bölgeden alınan SAD deseni 148
Şekil 5.101. LFO numunesinin mikroyapısını gösteren (a) aydınlık alan görüntüsü ve (b) aynı bölgeden alınan SAD deseni 149
Şekil 5.102. LFO20 numunesinin mikroyapısını gösteren (a) aydınlık alan görüntüsü ve (b) aynı bölgeden alınan SAD deseni 149
Şekil 5.103. LFO50 numunesinin mikroyapısını gösteren (a) aydınlık alan görüntüsü ve (b) aynı bölgeden alınan SAD deseni 150
Şekil 5.104. LFO100 numunesinin mikroyapısını gösteren (a) aydınlık alan görüntüsü ve (b) aynı bölgeden alınan SAD deseni 151
Şekil 5.105. YFO numunesinin mikroyapısını gösteren (a) aydınlık alan görüntüsü ve (b) aynı bölgeden alınan SAD deseni 151
Şekil 5.106. YFO20 numunesinin mikroyapısını gösteren (a) aydınlık alan görüntüsü ve (b) aynı bölgeden alınan SAD deseni 152
Şekil 5.107. YFO50 numunesinin mikroyapısını gösteren (a) aydınlık alan görüntüsü ve (b) aynı bölgeden alınan SAD deseni 153
Şekil 5.108. YFO100 numunesinin mikroyapısını gösteren (a) aydınlık alan görüntüsü ve (b) aynı bölgeden alınan SAD deseni 153
Şekil 5.109. BMO numunesinin mikroyapısını gösteren (a) aydınlık alan görüntüsü ve (b) aynı bölgeden alınan SAD deseni 154
Şekil 5.110. BMO20 numunesinin mikroyapısını gösteren (a) aydınlık alan görüntüsü ve (b) aynı bölgeden alınan SAD deseni 155
Şekil 5.111. BMO50 numunesinin mikroyapısını gösteren (a) aydınlık alan görüntüsü ve (b) aynı bölgeden alınan SAD deseni 156
Şekil 5.112. BMO100 numunesinin mikroyapısını gösteren (a) aydınlık alan görüntüsü ve (b) aynı bölgeden alınan SAD deseni 156
Şekil 5.113. LMO numunesinin mikroyapısını gösteren (a) aydınlık alan görüntüsü ve (b) aynı bölgeden alınan SAD deseni 157
Şekil 5.114. LMO20 numunesinin mikroyapısını gösteren (a) aydınlık alan görüntüsü ve (b) aynı bölgeden alınan SAD deseni 158
Şekil 5.115. LMO50 numunesinin mikroyapısını gösteren (a) aydınlık alan görüntüsü ve (b) aynı bölgeden alınan SAD deseni 158
Şekil 5.116. LMO100 numunesinin mikroyapısını gösteren (a) aydınlık alan görüntüsü ve (b) aynı bölgeden alınan SAD deseni 159

Sayfa No

Şekil 5.117. YMO numunesinin mikroyapısını gösteren (a) aydınlık alan görüntüsü ve (b) aynı bölgeden alınan SAD deseni 160
Şekil 5.118. YMO20 numunesinin mikroyapısını gösteren (a) aydınlık alan görüntüsü ve (b) aynı bölgeden alınan SAD deseni 160
Şekil 5.119. YMO50 numunesinin mikroyapısını gösteren (a) aydınlık alan görüntüsü ve (b) aynı bölgeden alınan SAD deseni 161
Şekil 5.120. YMO100 numunesinin mikroyapısını gösteren (a) aydınlık alan görüntüsü ve (b) aynı bölgeden alınan SAD deseni 162
Şekil 5.121. Katkısız ve grafen oksit katkılı BFO serisi nanokompozitlerin FT-IR spektrumları 163
Şekil 5.122. Katkısız ve grafen oksit katkılı LFO serisi nanokompozitlerin FT-IR spektrumları 164
Şekil 5.123. Katkısız ve grafen oksit katkılı YFO serisi nanokompozitlerin FT-IR spektrumları 165
Şekil 5.124. Katkısız ve grafen oksit katkılı BMO serisi nanokompozitlerin FT-IR spektrumları 166
Şekil 5.125. Katkısız ve grafen oksit katkılı LMO serisi nanokompozitlerin FT-IR spektrumları 167
Şekil 5.126. Katkısız ve grafen oksit katkılı YMO serisi nanokompozitlerin FT-IR spektrumları 168
Şekil 5.127. BFO nanokompozitine ait TGA/DTA eğrisi 170
Şekil 5.128. BFO20 nanokompozitine ait TGA/DTA eğrisi 171
Şekil 5.129. BFO50 nanokompozitine ait TGA/DTA eğrisi 172
Şekil 5.130. BFO100 nanokompozitine ait TGA/DTA eğrisi 173
Şekil 5.131. LFO nanokompozitine ait TGA/DTA eğrisi 174
Şekil 5.132. LFO20 nanokompozitine ait TGA/DTA eğrisi 175
Şekil 5.133. LFO50 nanokompozitine ait TGA/DTA eğrisi 176
Şekil 5.134. LFO100 nanokompozitine ait TGA/DTA eğrisi 177
Şekil 5.135. YFO nanokompozitine ait TGA/DTA eğrisi 178
Şekil 5.136. YFO20 nanokompozitine ait TGA/DTA eğrisi 179
Şekil 5.137. YFO50 nanokompozitine ait TGA/DTA eğrisi 180
Şekil 5.138. YFO100 nanokompozitine ait TGA/DTA eğrisi 181
Şekil 5.139. BMO nanokompozitine ait TGA/DTA eğrisi 182
Şekil 5.140. BMO20 nanokompozitine ait TGA/DTA eğrisi 183
Şekil 5.141. BMO50 nanokompozitine ait TGA/DTA eğrisi 184
Şekil 5.142. BMO100 nanokompozitine ait TGA/DTA eğrisi 185
Şekil 5.143. LMO nanokompozitine ait TGA/DTA eğrisi 186
Şekil 5.144. LMO20 nanokompozitine ait TGA/DTA eğrisi 187
Şekil 5.145. LMO50 nanokompozitine ait TGA/DTA eğrisi 188
Şekil 5.146. LMO100 nanokompozitine ait TGA/DTA eğrisi 189
Şekil 5.147. YMO nanokompozitine ait TGA/DTA eğrisi 190
Şekil 5.148. YMO20 nanokompozitine ait TGA/DTA eğrisi 191
Şekil 5.149. YMO50 nanokompozitine ait TGA/DTA eğrisi 192
Şekil 5.150. YMO100 nanokompozitine ait TGA/DTA eğrisi 193
Şekil 5.151. Katkısız ve grafen oksit katkılı BFO numunelerinin yansıma spektrumları . 195
Şekil 5.152. Katkısız ve grafen oksit katkılı BFO numunelerinin $\alpha h\upsilon^2 - h\nu$ grafikleri 196
Şekil 5.153. Katkısız ve grafen oksit katkılı LFO numunelerinin yansıma spektrumları . 197

Sayfa No

Şekil 5.154. Katkısız ve grafen oksit katkılı LFO numunelerinin $\alpha h\upsilon^2 - h\nu$ grafikleri..... 198
Şekil 5.155. Katkısız ve grafen oksit katkılı YFO numunelerinin yansıma spektrumları. 199
Şekil 5.156. Katkısız ve grafen oksit katkılı YFO numunelerinin $\alpha h\upsilon^2 - h\nu$ grafikleri 200
Şekil 5.157. Katkısız ve grafen oksit katkılı BMO numunelerinin yansıma spekt. 201
Şekil 5.158. Katkısız ve grafen oksit katkılı BMO numunelerinin $\alpha h\upsilon^2 - h\nu$ grafikleri 202
Şekil 5.159. Katkısız ve grafen oksit katkılı LMO numunelerinin yansıma spektrumları 203
Şekil 5.160. Katkısız ve grafen oksit katkılı LMO numunelerinin $\alpha h\upsilon^2 - h\nu$ grafikleri 204
Şekil 5.161. Katkısız ve grafen oksit katkılı YMO numunelerinin yansıma spekt. 205
Şekil 5.162. Katkısız ve grafen oksit katkılı YMO numunelerinin $\alpha h\upsilon^2 - h\nu$ grafikleri.... 206
Şekil 5.163. BFO serisi numuneler için dielektrik sabitinin reel kısmının frekansa göre değişim grafikleri..... 207
Şekil 5.164. BFO serisi numuneler için dielektrik sabitinin sanal kısmının frekansa göre değişim grafikleri..... 208
Şekil 5.165. BFO serisi numuneler için alternatif akım iletkenliğinin frekansa göre değişim grafikleri..... 208
Şekil 5.166. LFO serisi numuneler için dielektrik sabitinin reel kısmının frekansa göre değişim grafikleri..... 209
Şekil 5.167. LFO serisi numuneler için dielektrik sabitinin sanal kısmının frekansa göre değişim grafikleri..... 210
Şekil 5.168. LFO serisi numuneler için alternatif akım iletkenliğinin frekansa göre değişim grafikleri 210
Şekil 5.169. YFO serisi numuneler için dielektrik sabitinin reel kısmının frekansa göre değişim grafikleri..... 211
Şekil 5.170. YFO serisi numuneler için dielektrik sabitinin sanal kısmının frekansa göre değişim grafikleri..... 212
Şekil 5.171. YFO serisi numuneler için alternatif akım iletkenliğinin frekansa göre değişim grafikleri..... 212
Şekil 5.172. BMO serisi numuneler için dielektrik sabitinin reel kısmının frekansa göre değişim grafikleri..... 213
Şekil 5.173. BMO serisi numuneler için dielektrik sabitinin sanal kısmının frekansa göre değişim grafikleri..... 214
Şekil 5.174. BMO serisi numuneler için alternatif akım iletkenliğinin frekansa göre değişim grafikleri..... 214
Şekil 5.175. LMO serisi numuneler için dielektrik sabitinin reel kısmının frekansa göre değişim grafikleri..... 215
Şekil 5.176. LMO serisi numuneler için dielektrik sabitinin sanal kısmının frekansa göre değişim grafikleri..... 216
Şekil 5.177. LMO serisi numuneler için alternatif akım iletkenliğinin frekansa göre değişim grafikleri..... 216
Şekil 5.178. YMO serisi numuneler için dielektrik sabitinin reel kısmının frekansa göre değişim grafikleri..... 217
Şekil 5.179. YMO serisi numuneler için dielektrik sabitinin sanal kısmının frekansa göre değişim grafikleri..... 218
Şekil 5.180. YMO serisi numuneler için alternatif akım iletkenliğinin frekansa göre değişim grafikleri..... 218
Şekil 5.181. BFO serisi numuneler için lnσ-1000/T grafikleri..... 220
Şekil 5.182. LFO serisi numuneler için lnσ-1000/T grafikleri..... 221

Sayfa No

Şekil 5.183. YFO serisi numuneler için lnσ-1000/T grafikleri 222
Şekil 5.184. BMO serisi numuneler için lnσ-1000/T grafikleri 223
Şekil 5.185. LMO serisi numuneler için lnσ-1000/T grafikleri 224
Şekil 5.186. YMO serisi numuneler için lnσ-1000/T grafikleri 225
Şekil 5.187. Katkısız ve Grafen oksit katkılı BFO serisi numunelerin elektrik alan polarizasyon eğrileri 226
Şekil 5.188. Katkısız ve Grafen oksit katkılı LFO serisi numunelerin elektrik alan polarizasyon eğrileri 227
Şekil 5.189. Katkısız ve Grafen oksit katkılı YFO serisi numunelerin elektrik alan polarizasyon eğrileri 228
Şekil 5.190. Katkısız ve Grafen oksit katkılı BMO serisi numunelerin elektrik alan polarizasyon eğrileri 229
Şekil 5.191. Katkısız ve Grafen oksit katkılı LMO serisi numunelerin elektrik alan polarizasyon eğrileri 230
Şekil 5.192. Katkısız ve Grafen oksit katkılı YMO serisi numunelerin elektrik alan polarizasyon eğrileri 231

TABLOLAR LİSTESİ

Sayfa No

Tablo 5. 1. Numune üretiminde kullanılan kimyasallar 31
Tablo 5. 2. Numunelerin kodları ve kimyasal bileşimleri 35
Tablo 5. 3. Katkısız BFO numunesine ait kristal yapı parametreleri 48
Tablo 5. 4. Grafen oksit katkılı BFO20 numunesine ait kristal yapı parametreleri 50
Tablo 5. 5. Grafen oksit katkılı BFO50 numunesine ait kristal yapı parametreleri 51
Tablo 5. 6. Grafen oksit katkılı BFO100 numunesine ait kristal yapı parametreleri 53
Tablo 5. 7. BFO serisi numunelerin Kristal büyüklükleri 54
Tablo 5. 8. Katkısız LFO numunesine ait kristal yapı parametreleri 56
Tablo 5. 9. Grafen oksit katkılı LFO20 numunesine ait kristal yapı parametreleri..... 58
Tablo 5. 10. Grafen oksit katkılı LFO50 numunesine ait kristal yapı parametreleri..... 60
Tablo 5. 11. Grafen oksit katkılı LFO100 numunesine ait kristal yapı parametreleri..... 62
Tablo 5. 12. LFO serisi numunelerin Kristal büyüklükleri 63
Tablo 5. 13. Katkısız YFO numunesine ait kristal yapı parametreleri 65
Tablo 5. 14. Grafen oksit katkılı YFO20 numunesine ait kristal yapı parametreleri 67
Tablo 5. 15. Grafen oksit katkılı YFO50 numunesine ait kristal yapı parametreleri 69
Tablo 5. 16. Grafen oksit katkılı YFO100 numunesine ait kristal yapı parametreleri 71
Tablo 5. 17. YFO serisi numunelerin Kristal büyüklükleri 72
Tablo 5. 18. Katkısız BMO numunesine ait kristal yapı parametreleri 74
Tablo 5. 19. Grafen oksit katkılı BMO20 numunesine ait kristal yapı parametreleri 76
Tablo 5. 20. Grafen oksit katkılı BMO50 numunesine ait kristal yapı parametreleri 77
Tablo 5. 21. Grafen oksit katkılı BMO100 numunesine ait kristal yapı parametreleri 79
Tablo 5. 22. BMO serisi numunelerin Kristal büyüklükleri 80
Tablo 5. 23. Katkısız LMO numunesine ait kristal yapı parametreleri 82
Tablo 5. 24. Grafen oksit katkılı LMO20 numunesine ait kristal yapı parametreleri 84
Tablo 5. 25. Grafen oksit katkılı LMO50 numunesine ait kristal yapı parametreleri 85
Tablo 5. 26. Grafen oksit katkılı LMO100 numunesine ait kristal yapı parametreleri 87
Tablo 5. 27. LMO serisi numunelerin Kristal büyüklükleri 88
Tablo 5. 28. Katkısız YMO numunesine ait kristal yapı parametreleri..... 90
Tablo 5. 29. Grafen oksit katkılı YMO20 numunesine ait kristal yapı parametreleri..... 92
Tablo 5. 30. Grafen oksit katkılı YMO50 numunesine ait kristal yapı parametreleri..... 93
Tablo 5. 31. Grafen oksit katkılı YMO100 numunesine ait kristal yapı parametreleri..... 95
Tablo 5. 32. YMO serisi numunelerin Kristal büyüklükleri 96
Tablo 5. 33. BFO serisi nano kompozitler için hesaplanan E_g değerleri..... 196
Tablo 5. 34. LFO serisi nano kompozitler için hesaplanan E_g değerleri..... 198
Tablo 5. 35. YFO serisi nano kompozitler için hesaplanan E_g değerleri..... 200
Tablo 5. 36. BMO serisi nano kompozitler için hesaplanan E_g değerleri 202
Tablo 5. 37. LMO serisi nano kompozitler için hesaplanan E_g değerleri..... 204
Tablo 5. 38. YMO serisi nano kompozitler için hesaplanan E_g değerleri 206
Tablo 5. 39. BFO serisi nano elektroseramiklerin dielektrik sabitinin reel kısmının farklı frekanslardaki değerleri 209
Tablo 5. 40. LFO serisi nano elektroseramiklerin dielektrik sabitinin reel kısmının farklı frekanslardaki değerleri 211

Sayfa No

Tablo 5. 41. YFO serisi nano elektroseramiklerin dielektrik sabitinin reel kısmının farklı frekanslardaki değerleri 213
Tablo 5. 42. BMO serisi nano elektroseramiklerin dielektrik sabitinin reel kısmının farklı frekanslardaki değerleri 215
Tablo 5. 43. LMO serisi nano elektroseramiklerin dielektrik sabitinin reel kısmının farklı frekanslardaki değerleri 217
Tablo 5. 44. YMO serisi nano elektroseramiklerin dielektrik sabitinin reel kısmının farklı frekanslardaki değerleri 219
Tablo 5. 45. BFO serisi numuneler için Aktivasyon enerjileri ve oda sıcaklığındaki iletkenlik değerleri 220
Tablo 5. 46. LFO serisi numuneler için Aktivasyon enerjileri ve oda sıcaklığındaki iletkenlik değerleri 221
Tablo 5. 47. YFO serisi numuneler için Aktivasyon enerjileri ve oda sıcaklığındaki iletkenlik değerleri 222
Tablo 5. 48. BMO serisi numuneler için Aktivasyon enerjileri ve oda sıcaklığındaki iletkenlik değerleri 223
Tablo 5. 49. LMO serisi numuneler için Aktivasyon enerjileri ve oda sıcaklığındaki iletkenlik değerleri 224
Tablo 5. 50. YMO serisi numuneler için Aktivasyon enerjileri ve oda sıcaklığındaki iletkenlik değerleri 225
Tablo 5. 51. Katkısız ve Grafen oksit katkılı BFO serisi numunelerin (P_{max}), (P_r) ve (E_c) değerleri 227
Tablo 5. 52. Katkısız ve Grafen oksit katkılı LFO serisi numunelerin (P_{max}), (P_r) ve (E_c) değerleri 228
Tablo 5. 53. Katkısız ve Grafen oksit katkılı YFO serisi numunelerin (P_{max}), (P_r) ve (E_c) değerleri 229
Tablo 5. 54. Katkısız ve Grafen oksit katkılı BMO serisi numunelerin (P_{max}), (P_r) ve (E_c) değerleri 230
Tablo 5. 55. Katkısız ve Grafen oksit katkılı LMO serisi numunelerin (P_{max}), (P_r) ve (E_c) değerleri 231
Tablo 5. 56. Katkısız ve Grafen oksit katkılı YMO serisi numunelerin (P_{max}), (P_r) ve (E_c) değerleri 232

SEMBOLLER LİSTESİ

ε_r :Bağıl Dielektrik sabiti

tan δ :Kayıp tanjantı

ε' :Dielektrik sabitinin reel kısmı

ε'' :Dielektrik sabitinin sanal kısmı

ε_0 :Boşluğun dielektrik geçirgenliği

P_{max} :Maksimum polarizasyon

P_r :Kalıcı polarizasyon

E_c :Zorlayıcı elektrik alan

T_c :Curie sıcaklığı

n :Kırınım mertebesi

λ :Dalga boyu

d :Kristal düzlemleri arası mesafe

hkl :Miller indisleri

a,b,c :Örgü parametreleri

D :Kristal boyutu

β :Maksimum şiddetli pikin radyan olarak yarı pik genişliği

θ :Bragg açısı

α :Soğurma katsayısı

hv :Foton enerjisi

E_g :Yasak Enerji Aralığı

Z :Empedans

Cp :Kapasite

σ_{ac} :Alternatif akım iletkenliği

σ_{dc} :Doğru akım iletkenliği

k :Boltzman Sabiti

E_a :Aktivasyon enerjisi

KISALTMALAR LİSTESİ

BFO : Bizmut demir oksit

LFO : Lantan demir oksit

YFO : Yitriyum demir oksit

BMO : Bizmut mangan oksit

LMO : Lantan mangan oksit

YMO : Yitriyum mangan oksit

GO : Grafen oksit

EDX : Elektron enerji dağılım X-ışını

FTIR : Fourier dönüşüm kızılötesi

JCPDS : Joint Committee on Powder Diffraction Standards

SEM : Taramalı elektron mikroskobu

TEM : Geçirimli elektron mikroskobu

SAD : Selected area diffraction pattern

DTA : Diferansiyel termal analiz

TGA : Termogravimetrik analiz

1. GİRİŞ

Son yıllardaki teknolojik gelişmeler ve yapılan bilimsel çalışmalar, malzemelerin doğal yapısından dolayı kendi bünyesinde barındırdığı çeşitli fiziksel özellikleri bazı dış müdahalelerle ortaya çıkarmak ya da mevcut olanı geliştirmeye yönelik hız kazanmıştır. Bilim dünyasının bu anlamda üzerine yoğunlaştığı en önemli alanlardan biri nanoteknolojik özellikleri bünyesinde barındıran elektroseramiklerdir. Elektrik alanına verdikleri düzenli ve ölçülebilir tepkilerin değişik teknolojik uygulamalarda kullanıldığı seramikler elektroseramik olarak adlandırılır. Elektroseramik terimi genel olarak elektronik, manyetik ve optik özellikleri olan seramik malzemeleri ifade etmektedir. Eskiden beri süregelen araştırma çalışmalarına ek olarak yeni üstün malzemelerin keşfiyle, bu malzemeler yeniden popüler olmuş ve çok daha az voltaj ve enerji ile bilgi depolanmasına olanak sağlamıştır. Böylece, elektrik alan kullanarak, manyetik bilgi depolama uygulamalarında kullanılma potansiyelleri nedeniyle önemli bir malzeme grubuna dönüşmüştür. Benzersiz özelliklerinden dolayı elektroseramikler, ileri teknoloji malzemelerinin en fazla uygulama alanı bulan grubunu oluşturmaktadır. Elektro seramiklerin fiziksel özelliklerinden faydalanılarak üretilen ya da üretilecek olan bu malzemeler, hayati ve stratejik öneme sahip çoğu teknoloji uygulamalarında pek çok yeniliğin ve gelişmenin de kapısını aralayacaktır. Seramikler sahip olduğu yüksek mukavemet, sertlik, aşınmaya ve kimyasal etkilere dayanıklılık gibi üstün özellikleri yanısıra yarı iletkenlik, dielektrik, ferroelektrik piezoelektrik, manyetik ve süper iletkenlik özelliklerine sahip olduklarından değişik amaçlar için de kullanılırlar [1-5].

Günümüzde ileri elektronik endüstrisinde sıklıkla kullanılan ferroelektrik malzemeler sayesinde bilgisayarlarda işletim sisteminin yüklenmesi için bekleme sıkıntısı ortadan kalkacaktır. Ferroelektrik malzemeler, veri okuma ve yazmanın çok hızlı olabildiği, düşük, güçlü ve yüksek verimli elektronik bellek yapımında kullanılabilmektedir. Yeni teknolojinin bilgisayarlardaki elektronik devrelerde kullanılması ile işletim sistemlerinin yüklenmesi için geçecek zamanın neredeyse sıfıra inmesi ve bilgisayarlara “anında açılma” özelliği kazandırılması mümkün olabilecektir. Ferroelektrik malzemeler, ferroelektrik özellikleri nedeniyle bellek elemanı olarak (FRAM) bilgisayarlarda, oyun konsollarında (Playstation), piezoelektrik özellikleriyle nedeniyle sensör ve aktuator olarak (sonar ve ultrasonik temizleyiciler gibi), sahip oldukları yüksek dielektrik sabiti nedeniyle kondansatör olarak

kullanılmaktadır. Bu konuda yapılan çalışmalar bilim adamlarınca çok ilgi görmekte ve bilim dünyasının önemli dergilerinde makale olarak yayınlanmaktadır.

Çağımız teknolojisinde, geniş bir uygulama alanı bulan ve fonksiyonel bir malzeme olarak bilinen, yüksek performanslı ferroelektrik malzemelerle ilgili gerek yurtiçi gerekse yurtdışında yapılan araştırma ve geliştirme çalışmaları umut verici olmasına rağmen, geliştirilmesi, performanslarının artırılması ve günümüz teknolojisinde uygulanabilirliği konusunda yetersiz ve eksik kalınmaktadır. Araştırmacılar, farklı metotlarla ferroelektrik malzemeler hazırlama ve karakterize etme sürecini başarmış olsalar da yapılan çalışmalar sadece bununla sınırlı kalmıştır. Bu malzemelerde yapılan temel araştırmalar, gelecekte teknolojik ürüne dönüşme potansiyeli taşıdığı için değerlidir.

Bilim dünyasında ferroelektrik özellik gösteren nano elektroseramiklerin özelliklerinin iyileştirilmesi adına çağımızın malzemesi olarak adlandırılan grafen kullanılmaya başlanmıştır. Grafen benzersiz özellikleri sayesinde pek çok uygulama alanı için umut vadeden bir malzemedir. Grafen'in eşsiz fiziksel ve kimyasal özellikleri ile nanokompozitler sentezlenerek, nano elektriksel cihazların üretimi, lityum iyon pilleri, güneş pilleri, transistörler, biyosensörler ve biyoelektronikler gibi uygulamaları sayesinde yeni bir dönemin başlaması sağlanmıştır. Bu bağlamda düşünüldüğünde üretilecek elektroseramiklerin yapısına girerek elde edilen malzemeye çeşitli yeni özellikler kazandıracağı açıktır [6-7].

Bu tez çalışmasının konusu ve kapsamı, katkısız ve grafen oksit katkılı nanoelektroseramik malzemelerin üretilmesi, yapısal, fiziksel ve kimyasal özelliklerinin araştırılmasıdır. Hummers metoduyla üretilen grafen oksit, seramik malzeme ile hidrotermal şartlar altında reaksiyona uğratılarak nanokompozit malzemeler elde edilmiştr. Elde edilen nonokompozit yapıdaki elektro seramiklerin karakterizasyonları yapılmıştır.

2. ELEKTROSERAMİKLER

Seramikler karakteristik özellikleri bakımından sert, kırılgan, aşınmaya karşı direnç gösteren, elektriksel ve termal olarak yalıtkan, manyetik olmayan, kimyasal olarak kararlı ve oksidasyon direnci bulunan malzemelerdir. Bu genel özelliklerin yanı sıra, seramiklerde bazı istisna durumlar da mevcuttur. Örneğin bazı seramikler elektriksel ve termal olarak oldukça iletken iken, diğerleri süper iletken özellik gösterebilmektedirler. Teknik seramikler ileri seramik malzemelerinin yüksek mekanik, elektriksel termal özellik gösteren bir alt sınıfıdır. Böylelikle, teknik seramikler uzay, elektronik, sağlık, otomotiv gibi sektörlerde sıkça kullanılmaktadır. Bazı teknik seramikler yüksek elektriksel özelliklerinden dolayı elektronik seramikler olarak adlandırılır. Teknolojide farklı özelliklerinden dolayı geniş kullanım alanları olduğundan yoğun çalışmaların yapıldığı bir alandır. Elektronik seramik malzemelerin kullanıldığı başlıca alanlar, su altı görüntüleme ve haberleşme, teşhis ve tedavi amaçlı tıbbi ultrasonografi, ultrasonik yıkama banyoları, tahribatsız muayene, Yoğunluk, vizkozite, elastisite modülü gibi malzeme karakterizasyonları, sensörler, transformatörler, otomatik ateşleme sistemleri, ultrasonik motor uygulamaları şeklinde sıralanabilir.

Bir seramik malzeme bir elektrik alanına maruz kaldığında elektronik, manyetik ve optik özelliklerinde karakteristik değişiklikler görülür. Elektroseramiklerin nano ölçekte üretilebilen türleri, oda sıcaklığında yüksek mıknatıslanma, elektriksel polarizasyon değerlerine sahip olma, düşük manyetik/elektrik alan altında yüksek elektriksel kutuplaşma (mıknatıslanma) değişimi gösterme, yüksek dielektrik ve piezoelektrik sabitlerine sahip olma gibi mükemmel bazı elektriksel özelliklerinden dolayı, bu malzemeler çeşitli uygulamalar için cazip hale gelmiştir. Elektronik seramikler genellikle ferroelektrikler, piezoelektrikler ve dielektrikler olarak sınıflandırılabilir [1-15].

Teorik olarak, yüksek simetrili kübik paraelektrik yapının distorsiyona uğrayarak daha düşük simetrili kristal yapılara dönüşümü ile kendiliğinden bir dipol oluşumu gerçekleşir. Bu tür kendiliğinden dipol içeren malzemelerde, oluşan dipollerin yönünün ters yönde bir elektrik alanı uygulanarak çevrilebildiği malzemelere Ferroelektrik malzeme, sahip olunan bu özelliğe de ferroelektrik etki denir. Tüm ferroelektrik malzemeler aynı zamanda piezoelektriktir [16-26].

Geleneksel ferroelektrik malzemelerde, malzemenin ferroelektrik özelliği, Curie sıcaklığı (T_c) diye isimlendirilen [7,13] ferroelektrik geçiş sıcaklığı altındaki bir sıcaklıkta, geçiş metali katyonunun onu çevreleyen anyonlara göre yerdeğiştirerek bir dipol momenti

oluşturması ve bu dipollerin malzeme boyunca etkileşmesi sonucu ortaya çıkmaktadır. Bu yer değiştirmenin gerçekleşmesi için geçiş metali katyonunun d orbitalinin boş olması gerekir. Ancak bu koşullar altında metal katyonu yer değiştirerek kovalent bağ oluşturup sistemin serbest enerjisini düşürmektedir [27-41].

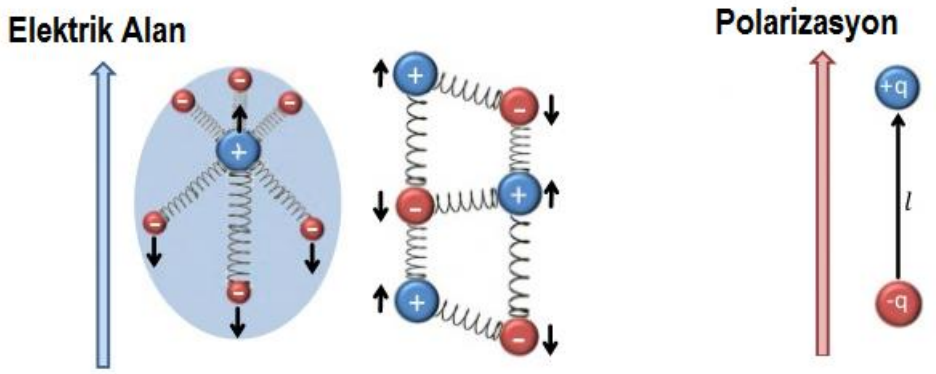
Ferroelektrik özellik, dielektrik katıların en ilginç özelliğidir. Ferroelektriklik gösteren malzemeler elektrik alan altında yeniden yönlendirilebilir olan, kendiliğinden polarizasyona sahip malzemelerdir. Yani ferroelektriklerin sahip olduğu bir kalıcı kutuplanma, elektrik alan ile yönlendirilebilir. Bu malzemeler ya tek kristal ya da çok kristalli katılardır. Bu kristaller elektrik alan yokken de bir dipol momentine sahiptirler. Bu gruba giren malzemeler kapasitörler, süper iletkenler, yarı iletkenler, devre altlıkları ve piezoseramikler gibi malzemelerdir. Doğrusal olmayan yapıdaki ferroelektrik maddeler, kapasitesi ayarlanabilen kondansatör yapımında da kullanılır. Ferroelektriklerin geçirgenliği ayarlanabilirdir. Bu geçirgenlik, özellikle faz geçiş sıcaklığına yaklaştığında, çok yüksek bir değere sahiptir. Bundan dolayı, ferroelektrik kondansatörler, aynı kapasiteye sahip dielektrik kapasitörlere kıyasla daha küçük ebatlara sahiptirler. Ferroelektrik materyallerin piezoelektrik ve piroelektrik olabilmeleri için simetrik olmaları gerekir. Piezoelektrik, piroelektrik ve hafıza özelliklerinin birleşimi ferroelektrik kondansatörlerini sensör uygulamaları için çok kullanışlı yapar [42-44].

2.1. Dielektrik Özellik

Dielektrik kavramı, genelde elektriksel olarak yalıtkan anlamına gelmektedir. Dielektrik malzemeler, bir elektrik alanın veya elektrik akısının geçişine izin verirken, elektrik akımının geçişine izin vermezler. Dolayısıyla bu malzemeler yüksek dirence sahip malzemeler olarak bilinirler. Bununla beraber dielektrikler, yalnızca elektriksel olarak yalıtkan değil, aynı zamanda yüksek dielektrik sabitine sahip malzemeler olarak tanımlanırlar. İyi bir dielektrik malzeme esasında iyi bir yalıtkandır fakat her yalıtkan iyi bir dielektrik değildir.

Tüm malzemeler elektriksel yüklü parçacıklar içerirler. Bu yüklü parçacıklar, atomu oluşturan elektronlar ve protonlardır. Dielektrik malzemelerde ise atomlar belirli bir derecede artı veya negatif olacak şekilde yüklenmiştir. Uygulanan elektrik alan bu yüklü iyonlarda bir yer değişimine, bu değişim ise bir elektriksel dipole neden olurlar. Elektriksel

dipol, birbirine "*l* "mesafede, iki eşit ancak zıt yüklü iki nokta yükten oluşmuştur. Elektrik alan altında dipol momentinin davranışı Şekil 2.1'deki gibidir.



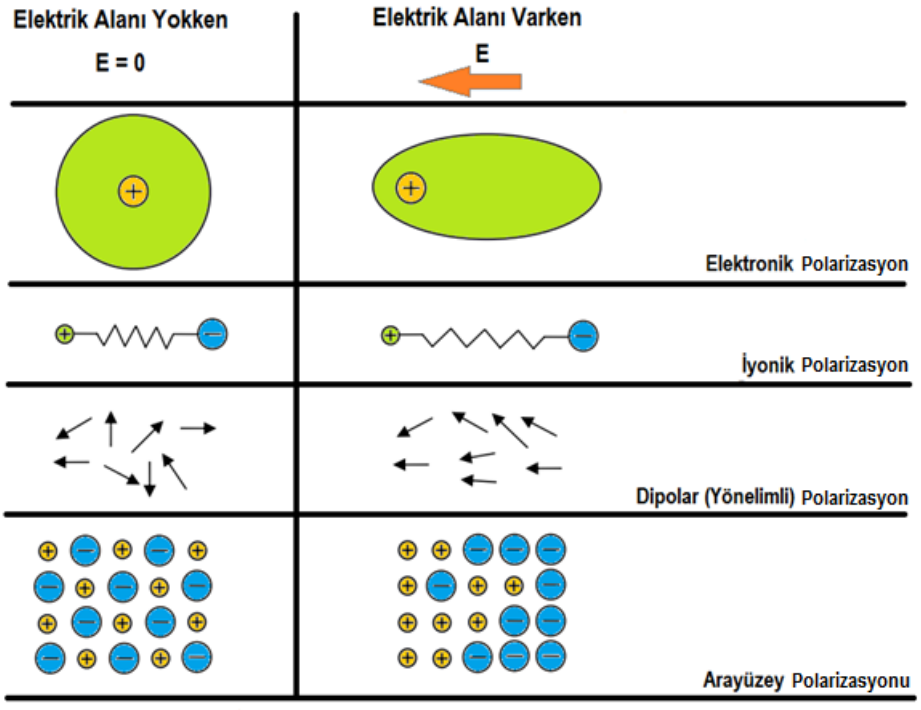
Şekil 2. 1. Elektrik Alan Altında Dipoller

İyonik kristallere elektrik alan uygulanması sonucu elektrostatik etkiden dolayı katyonlar katoda, anyonlar ise anoda doğru hareket eder. Bu hareket esnasında elektron bulutları elektronik dipole neden olacak şekilde etkileşime girer. Dielektrik malzemelerde meydana gelen bu olay elektronik polarizasyon olarak tanımlanır ve birim alanda depolanan elektrik dipollerin sayısına eşittir (C/m^2)[45-57].

2.1.1. Dielektrik Malzemelerde Polarizasyon

Dielektrik malzemelerde yük taşınması durumu meydana gelmese de, bu malzemeler bir elektrik alan içerisine yerleştirildiğinde, elektrik dipollerinin oluşmasına ve bunların hareket etmesine neden olacak şekilde yeniden bir yük dağılımı meydana gelir. Her ne kadar uygulanan bu elektriksel alan bir akım meydana getirmese de; dielektrik malzemelerin atomik veya elektriksel yapıları ile elektriksel durumlarında bir takım değişikliklere sebep olur. Bu değişiklikler elektriksel polarizasyon olarak tanımlanır. Polarizasyon boyunca, sadece uzun mesafeli yük taşınımı söz konusu değildir. Aynı zamanda, sınırlı veya kısa mesafeli yeniden düzenlenme gibi dielektriklerin sahip olduğu dipol momenti ve kutuplanma söz konusudur. Polarizason sırasında dipolün yönü, negatif yükten pozitif yüke doğrudur. Dipol hizalanma işlemi polarizasyon olarak adlandırılır. Polarizasyon, bir dielektrik malzemede, birim hacim başına elektrik dipol yoğunluğu olarak bilinen vektörel bir niceliktir

Dielektrik malzemelerdeki yük taşımalar, çeşitli polarizasyon mekanizmaları ile açıklanabilir. Bunlar; elektronik, iyonik, yönelimli ve ara yüzey polarizasyonu şeklinde sıralanır. Bu polarizasyon mekanizmalarının şematik olarak gösterimi, Şekil 2.2'de verilmiştir [45-57].



Şekil 2.2. Dielektrik Malzemelerin Polarizasyon Türleri [45-53]

2.1.1.1. Elektronik Polarizasyon

Dielektrik bir malzemeye elektrik alan uygulandığında, atomdaki elektronların çekirdeğe göre konumlarında bir değişiklik meydana gelir. Elektronlar, çekirdekte elektrik alanın pozitif olduğu bölgede yoğunlaşırlar. Bu durumda atom geçici olarak uyarılmış bir dipol gibi davranır. Bu etki, atomlara sahip olmalarından dolayı tüm malzemelerde gerçekleşir. Atomdaki elektronların yerdeğişimi çok küçük olduğundan bu etkinin şiddeti de küçüktür. Elektronik polarizasyon mekanizması, sadece kovalent bağlı ve kalıcı dipoller içermeyen elmas ve silisyum gibi saf malzemeler içerisinde meydana gelen bir mekanizmadır. Rezonans frekansı ise morötesi bölgededir [45-57,73-75].

2.1.1.2. İyonik Polarizasyon

İyonik polarizasyon olarak adlandırılan bu mekanizma iyonik bağa sahip NaCl, Al_2O_3 ve MgO gibi seramiklerin elektrik alan içerisine yerleştirilmesi neticesinde görülür. Atomik kutuplanma olarak da isimlendirilir. Birim hücrede, katyon ve anyonlardan oluşan alt kafeslerin birbirlerine göre yer değiştirmesi sonucu dipol momenti açığa çıkar. İyonik bağa sahip bir malzeme, bir elektrik alan içerisine yerleştirildiğinde, birbirine yakın olan pozitif ve negatif iyonlar zıt yönlerde hareket ederler. Bunun sonucunda da iyonlar arasındaki bağlar elastik deformasyona uğrar. Bu nedenle yük, malzeme içerisinde yeniden dağılır. Elektrik alan yönünde bir yönlenme meydana gelir. Geçici olarak uyarılmış olan bu dipollerin oluşturduğu polarizasyon, malzeme boyutlarında bir değişime neden olabilir [45-57,73-75].

2.1.1.3. Yönelimli Polarizasyon

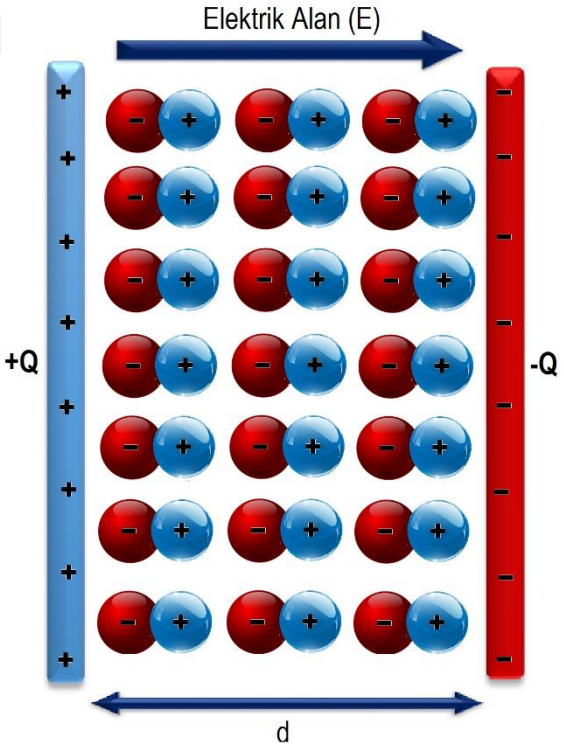
Bazı malzemeler, bünyesinde kalıcı dipoller içerir. Bu tip malzemeler polar malzemeler olarak adlandırılır. Polar malzemelere bir elektrik alan uygulandığında, dipoller uygulanan alanla birlikte dönerler. Bu elektrik alan uzaklaştırıldığında dipoller aynı pozisyonda kalarak, kalıcı kutuplanmaya neden olurlar. Dipol kutuplanması, elektrik alan etkisi ile moleküllerin ısıl hareketlerinin düzenlenmesinden ortaya çıkar. Farklı türdeki moleküller arasındaki simetrik olmayan yük dağılımları, elektrik alanın yokluğunda kalıcı dipol momentlerin oluşmasına neden olur ve böyle momentler, uygulanan bir elektrik alanda onları alan doğrultusunda yönelmeye zorlayan bir tork meydana getirir. Malzeme içerisindeki moleküller, elektrik alan etkisi ile alan doğrultusunda olmaya zorlanan dipol momentleriyle kendilerini sıralamak için yönelirler. Kristal yapıdaki malzemelerde dipoller, erime sıcaklığının altındaki bir sıcaklıkta yönelmezler ve dipol kutuplanması, bu tür malzemelerde meydana gelmez. Kalıcı dipollerin çoğu kristal yapıya zarar vermeden yeniden yönledirilemediği için, seramiklerde genellikle yaygın bir mekanizma değildir. Yalnızca moleküllerin gevşek olarak bağlı olduğu kristallerde dipol kutuplanması oluşabilir. [45-57,73-75]

2.1.1.4. Arayüzey Polarizasyonu

Elektronik, iyonik ve dipolar kutuplanma mekanizmaları homojen maddelerde gözlenmektedir. Heterojen maddelerde ise bu üç mekanizmaya ilave olarak ara yüzeysel kutuplanma veya uzay yükü kutuplanması adı verilen dördüncü bir kutuplanma türü

meydana gelebilir. Bu kutuplanma türünün meydana gelmesinde, numune içerisindeki safsızlıkların rolü büyüktür. Bu safsızlıklar sebebiyle, ara yüzeylerde veya faz sınırlarında bir yük oluşabilir. Malzeme bir elektrik alan içerisine yerleştirildiğinde, oluşan bu yük yüzey üzerinde hareket eder. Pratikte çoğu malzemenin gerçekte tamamen saf olmamasından dolayı kayda değer bir öneme sahip olmasına rağmen, bu tür kutuplanma tam olarak anlaşılmış değildir. Dielektriklerin çoğunda bu tür kutuplanma büyük önem taşımaz. Çoğunlukla bu süreç göz ardı edilebilir çünkü bu etki çok düşük frekanslarda açığa çıkar ve çoğu elektronik devre ise bu frekans değerlerinin üzerinde çalışmaktadır.

Dielektrik malzemelerde, serbest elektron yoktur. Yasak enerji aralığı 4 eV'tan büyüktür. Elektriği iletmemelerine rağmen uygulanan elektrik alandan etkilenirler. Elektrik alan etkisinde atomlar ve elektronlar yer değiştirirler. Dolayısıyla elektrik yük merkezleri kayar. Bunun sonucu olarak elektriksel kutuplanma oluşur. Oluşan elektriksel kutuplar, malzeme yüzeyinde elektriksel yük birikimi sağlar. Bu nedenle dielektrik malzemeler kondansatör üretiminde yaygın olarak kullanılırlar. Elektrik yalıtım malzemesi olarak ve mikrodalga ısıtıcıların üretiminde kullanılırlar [50-54,73-75].



Şekil 2.3. Kondansatör plakaları arasındaki dielektrik bir malzemenin polarizasyon olayının şematik gösterimi

Düzlem levhalı bir kondansatörün kapasitesi;

$$C_0 = \frac{\varepsilon_0 . A}{t} \qquad (2.1)$$

eşitliği ile verilir. Denklem (2.1)'de; *A* kullanılan levhaların alanı, *t* iletken levhalar arası uzaklık ve C_0 kondansatörün dielektrik malzeme yok iken sahip olduğu kapasitedir [76,77]. Eğer Şekil 2.3'te gösterildiği gibi, düzlem levhalı kondansatörün levhaları arasında bir dielektrik malzeme yerleştirildiğinde kapasite;

$$C = \frac{\varepsilon_r . \varepsilon_0 . A}{t} \qquad (2.2)$$

ifadesiyle verilir. Dielektrik sabiti $\varepsilon = \varepsilon_0 . \varepsilon_r$ şeklinde tanımlanır. Dielektrik malzeme levhalar arasına yerleştirilince E_0 başlangıç elektrik şiddeti, *E* değerine düşer dolayısıyla da levhalar arasındaki potansiyel farkı düşer fakat levhalar üzerindeki yük (*Q*) sabit kalır. Böylelikle kondansatörün sığası artar. Denklem (2.2) 'de ε_r bağıl dielektrik sabitidir [78]. Bağıl dielektrik sabiti, bir malzemenin dielektrik geçirgenliğinin boşluktaki dielektrik geçirgenliğe oranıdır ve

$$\varepsilon_r = \frac{\varepsilon}{\varepsilon_0} = \frac{C}{C_0} \qquad (2.3)$$

şeklinde verilir. Dielektrik sabitinin sanal kısmı veya dielektrik kayıp;

$$\varepsilon'' = \varepsilon' . \ tan\delta \qquad (2.4)$$

şeklinde tanımlanır. Denklem (2.4)'te *tan δ* ise kayıp tanjantı olarak bilinir. Ölçüm esnasında, akımın dirençsel bileşeninin sığasal bileşene oranı olarak;

$$tan\delta = \frac{|I_R|}{|I_c|} = \frac{\varepsilon''}{\varepsilon'} \qquad (2.5)$$

Denklem (2.5)'te gösterildiği şekilde ifade edilir [79,80]. Dielektrik kayıp adı verilen enerji kaybı, elektrik alan tarafından soğurulur. Aynı zamanda ısı şeklinde açığa çıkan bu enerji kaybı, dielektrik malzemenin ısınmasına da neden olur. Dielektrik kaybın maksimum olduğu frekansa, relaksasyon (durulma) frekansı adı verilir. Bu frekans değerinin tersine veya uygulanan elektrik alanın etkisi ile dipollerin, yönelimlerini tamamlaması için geçen

süreye durulma zamanı adı verilir. Durulma zamanı, her bir kutuplanma mekanizması için farklıdır. Durulma frekansı, malzemenin rezonans frekansına karşılık gelir. Eğer uygulanan elektrik alanın frekansı, kutuplanma mekanizmasına ait durulma frekansına denk gelirse, dielektrik kayıp maksimum olur. Elektrik alanın frekansı, durulma frekansından küçük olduğu zaman, kutuplanma kolaylıkla oluşur ve elektrik alanı izler. Bu durumda dielektrik kayıplar, ihmal edilebilecek kadar az olur. Elektrik alanın frekansı, durulma frekansı bölgesine yaklaştığında, kutuplanma elektrik alana uymakta zorluk çeker. Malzemeye uygulanan gerilim ile malzemeden geçen akım arasındaki faz farkı artar ve dielektrik kayıp maksimum olur. Durulma frekansından daha yüksek frekanslarda ise, kutuplanma meydana gelmez ve dielektrik sabiti hızla azalır. Kutuplanma oluşmadığı için dielektrik kayıp yoktur [54,76].

Bir dielektrik malzeme; alternatif bir elektrik alana konulursa, dielektrik sabiti, kompleks bir büyüklük olarak;

$$\varepsilon^* = \varepsilon' - i.\varepsilon'' \tag{2.6}$$

Denklem (2.6)'da gösterildiği şekilde tanımlanır [50,76]. Dielektrik malzemelerin elektriksel özellikleri genellikle dielektrik sabitleri cinsinden ifade edilir. Çoğu malzemelerde dielektrik sabitinin değeri, elektrik alan şiddetinden bağımsızdır, ancak değişken elektrik alan etkisinde frekansa bağlı olur [81,82]. Çoğu seramik ve camın dielektrik sabiti 4-10 aralığındadır. Elmas gibi kovalent bağlı seramiklerde kutuplanma, elektroniktir. MgO gibi iyonik bağlı seramiklerde ise kutuplanma, elektronik ve iyonik kutuplanmanın bir arada görüldüğü bütünleşik bir mekanizmaya sahiptir. Özellikle baryum titanat ($BaTiO_3$) ve diğer titanatlar ile zirkonatlar da dielektrik sabitinin değeri, bunların sahip oldukları kalıcı dipol momentlerinden dolayı çok yüksektir. Örneğin $BaTiO_3$ için dielektrik sabitinin 1 MHz'de ölçülen değeri 3000'dir [48].

Dielektrik sabitinin (ε') değeri, t kalınlıklı disk şeklindeki bir numune için şu şekilde hesaplanabilir:

$$\varepsilon' = \frac{C_p \,.d}{\varepsilon_0 \,.A} \tag{2.7}$$

Denklem (2.7)'de gösterilen; C_p numunenin kapasitesi, d numune kalınlığı ve A ise disk şeklindeki numunenin etkin yüzey alanıdır. Bulunan bu değer Denklem (2.4)'te yerine yazılarak, kompleks dielektrik sabiti (ε") bulunabilir [45,50,53,83].

2.2. Piezoelektrik Özellik

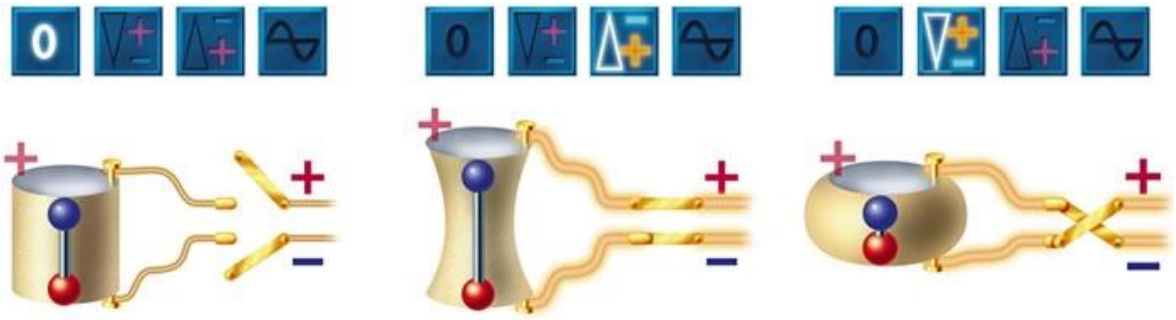
Piezoelektrik malzemeler, uygulanan mekanik gerilim ile elektrik üretebilen ya da uygulanan elektrik alan ile mekanik gerilim meydana getirebilen malzemelerdir. Sürekli kutuplaşmaya sahip, bir asimetrik iyonsal kristale basınç uygulanırsa kutuplar arası uzaklık azalır, yüzeyinde yük birikimi artar, dolayısıyla iki uç arasında bir gerilim farkı doğar ve iletkenle birleştirilirse akım akar. Bu tür malzemelerde ise uygulanan mekanik bir etki sonucu elektriksel polarizasyon oluşur. Mekanik bir etki ile polarizasyon elde edilmesi olayına düz piezoelektrik etki denir. Düz piezoelektrik etkinin şematik gösterimi Şekil 2.4'te verilmiştir.

Şekil 2. 4. Düz Piezoelektrik etki [84]

Eğer her iki yüzü elektrotlanmış ve kutuplanmış bir piezoelektrik numunenin üzerine, Şekil 2.4'te belirtilen yönde bir basma kuvveti uygulanırsa, devreden geçici bir akım geçişi meydana gelir. Çekme kuvveti uygulandığında ise devreden ters yönde bir akım geçişi olur. Aynı piezoelektrik numuneye uygulanan bir elektrik alan, elektrik alanın uygulandığı yöne göre kristal yapıda artı veya eksi yönde bir gerinime yol açar.

Bazı malzemeler ise tam tersi bir etki gösterirler. Tüm piezoelektrik malzemeler, elektrik alana maruz bırakıldıklarında boyutlarında daralma veya genişleme şeklinde ufak değişimler

gösterirler. Aynı kristalin iki ucu arasına bir gerilim uygulanırsa eksi yükler artı elektroda, artı yükler eksi elektroda doğru çekilir, eksi ve artı yük merkezleri arasında uzaklık artar ve bunun sonucu kristalin boyu büyür. Alanın yönü değişirse aynı işaretli yükler birbirlerini iter ve kristalin boyu kısalır. Böylece elektriksel etki mekanik büyüklüğe dönüşür. Bu davranışa ters piezoelektrik etki denir [45-47,51-53]. Ters piezoelektrik etkinin şematik gösterimi Şekil 2.5'te verilmiştir.

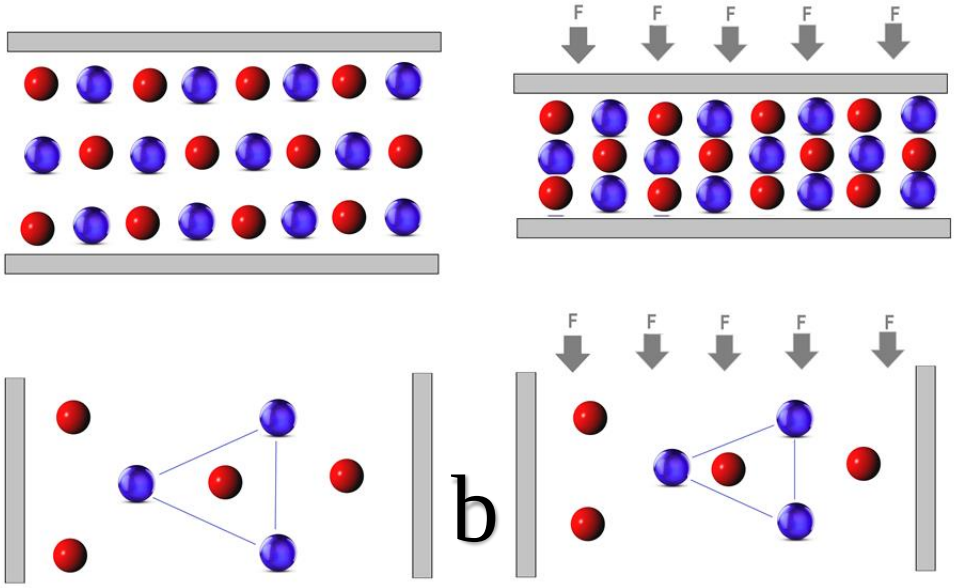


Şekil 2.5. Ters Piezoelektrik etki [84]

Aynı piezoelektrik numuneye uygulanan bir elektrik alan, elektrik alanın uygulandığı yöne göre kristal yapıda artı veya eksi yönde bir gerinime yol açar. Genel anlamda uygulanan elektrik alan her zaman malzemenin geometrik şeklinde bir mekanik değişime neden olur. Çünkü madde yüklü bir çekirdek ve bunun etrafındaki elektron bulutlarından oluşmaktadır. Uygulanan elektrik alanla oluşan polarizasyon yük dağılımını değiştirir. Bu ise mekanik bir değişime neden olur. Oluşan bu davranışa elektrositriktif etki denir.

Piezoelektrik özelliğe sahip malzemelerden düz piezoelektrik etki gösterenler genellikle dönüştürücülerde, ani basınç değişimi algılayıcılarında, gerilmedeki değişimi tespit eden algılayıcılar gibi aygıtlarda yaygın olarak kullanılır. Diğer yandan ters piezoelektrik etkiye sahip malzemeler ise aktüatör olarak kullanılmaktadırlar.

Temelde malzemenin piezoelektrik özellik göstermesi için simetri merkezine sahip olmaması gerekir. Şekil 2.6. a)'da gösterilen simetri merkezine sahip bir kristale mekanik bir etki uygulandığında, boyutları her ne kadar değişse de net bir elektrik dipol oluşmaz. Fakat Şekil 2.6 b)' de verilen simetri merkezine sahip olmayan bir kristale mekanik kuvvet uygulandığında, merkezdeki pozitif ve negatif yüklü iyonlar yer değiştirir ve bir dipol momenti oluşur [45].



Şekil 2. 6. a) Simetri Merkezine sahip olan kristale **b)**Simetri merkezi olmayan kristale mekanik kuvvet uygulanması sonrası yapıdaki değişimlerin şematik gösterimi

2.3. Ferroelektrik Özellik

Ferroelektriklik, dielektrik katıların sahip olduğu en ilginç özelliklerden biridir. Piezoelektrik malzemelerin bir alt sınıfı olan ferroelektrikler, belli bir sıcaklık aralığında, kendiliğinden tersinir bir polarizasyon gösterir. Bu malzemeler, elektrik alan sıfır olsa bile kendiliğinden bir polarizasyona sahiptirler. Uygulanan elektrik alanın etkisiyle, sahip oldukları bu kendiliğinden polarizasyon yeniden yönlendirilebilir. Bazı dielektrik malzemeler, asimetrik içyapılarından dolayı kendiliğinden sürekli kutuplaşma gösterirler. Bu duruma örnek olarak Baryum Titanat ($BaTiO_3$) verilebilir. $BaTiO_3$ kristalinin birim hücresindeki iyonların asimetrik dizilmesi neticesinde bir ucu artı, bir ucu eksi kutupludur. Bazı malzemelerde ise yerel kutuplar gelişigüzel bir şekilde dağıldığından malzeme net bir kutuba sahip değildir. Dağınık olan bu kutuplar elektrik alan ile yönlendirilerek malzemeye net bir kutup kazandırılabilir. Malzemenin yüzeyindeki elektriksel yük yoğunluğunun ölçülmesiyle kutuplaşmanın etkinliği saptanır. Elektrik alan uygulandığında, kutuplar alan doğrultusunda yönlenmeye zorlanır. Uygulanan elektrik alanın şiddeti arttıkça, kutuplaşmanın etkinliği de artar ve maksimum bir değere ulaşır. Ulaşılan bu maksimum noktadan sonra elektrik alan artmaya devam etse bile kutuplaşma değişmez. Bu nedenle elektrik yük sabit kalır. Elektrik alanın azalarak sıfıra yaklaşması durumunda kutupların bir kısmı ilk durumuna dönerken, diğer kısmı ise yönlenmiş olarak kalır. Bundan dolayı kalıcı

bir kutuplaşma (P_k) oluşur. Kalıcı kutuplaşmayı yok etmek için, ters yönde bir elektrik alan uygulanması gerekir. Uygulanan elektrik alan eğer ters yönde büyümeye devam ederse, kutuplaşma yön değiştirerek artar. Böyle bir çevrimde elektrik alan ile polarizasyon değişimi, kapalı histerezis eğrisi şeklinde görülür. Elektriksel yükün, değişen elektrik alanı ile böyle bir kapalı eğri şeklinde değişimi kutuplaşmanın tersinir olduğunu gösterir. Bu özelliğe ferroelektrik özellik ve buna sahip malzemelere de ferroelektrik malzemeler denir. Kapalı eğrinin içinde kalan alan, bir çevrim boyunca kutupları döndürmek için tüketilen enerjiyi verir. Dielektrik kayıp denen bu enerji, ısı enerjisi olarak çevreye yayılır. Bu tür alanla kutuplaşma aynı anda maksimuma erişemeyebilir ve aralarında bir faz farkı doğabilir [45,46,51].

2.3.1. Faz Geçişi ve Curie (T_c) Sıcaklığı

Malzemelerin kendiliğinden polarizasyonu, sadece belirli bir sıcaklık aralığında görülür. Kendiliğinden polarizasyonun oluşmasıyla malzemedeki yapısal değişiklikler ve faz geçişleri Curie Sıcaklığı (T_c) olarak adlandılan sıcaklıkta meydana gelir. Yüksek sıcaklık fazı paraelektrik ve düşük sıcaklık fazı ise ferroelektrik olarak adlandırılır. Bu faz değişimleri sırasında dielektrik sabit, ısıl genleşme katsayısı, piezoelektrik gibi özellikler de değişir. Curie sıcaklığı üzerinde kendiliğinden ferroelektrik polarizasyon yok olur ve paraelektrik (normal dielektrik) davranış gözlemlenir. Çoğu ferroelektrik malzeme uygulanan elektrik alan kuvveti ve sıcaklık altında yüksek dielektrik geçirgenlik gösterir. Bu geçirgenlik Curie sıcaklığında bir maksimum noktaya ulaşır. Curie sıcaklığının üstüne çıkıldıkça geçirgenlik denklem 2.8 ‘te verilen Curie-Weiss yasasına göre düşme gösterir. Eğer birden çok ferroelektrik faz varsa, kristalin ferroelektrik bir fazdan diğerine dönüştüğü sıcaklık geçiş sıcaklığıdır [45, 46, 51, 53]. Curie-Weiss yasasına göre:

$$\varepsilon_r = \frac{A}{T - Q_c} \tag{2.8}$$

olarak ifade edilir. Burada:

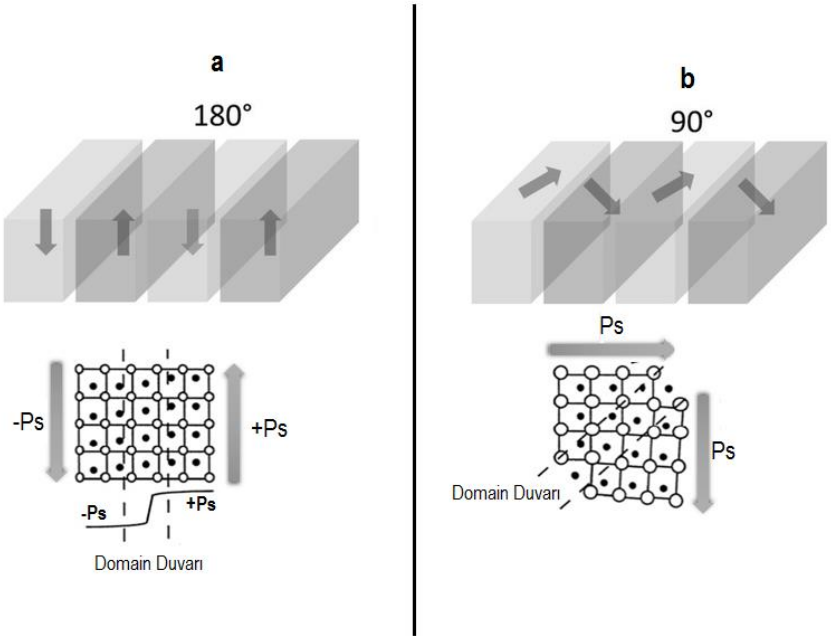
A : Malzemeye bağlı katsayı,

Q_c: Curie sıcaklığına yakın bir sıcaklık,

ε_r :Dielektrik sabiti’dir [45].

2.3.2. Domain ve Domain Duvarı Hareketi

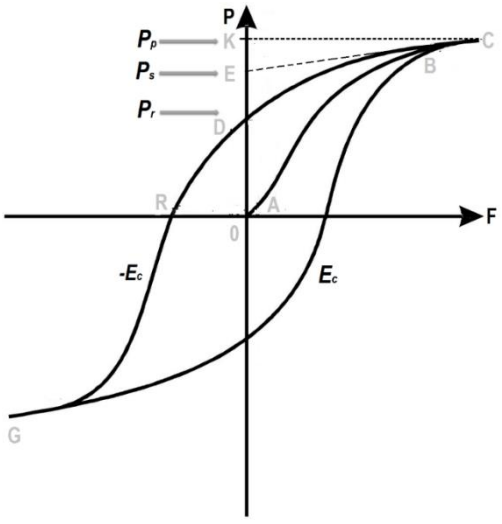
Genel olarak tüm ferroelektrik kristaller, domain denilen ve birbirinden polarizasyon yönü bakımından ayrılan farklı bölgelerden oluşmaktadır. Ferroelektrik malzemelerin mikroyapı görüntüleri domainlerin varlığını kanıtlamaktadır. Domain oluşumu, kristalin sahip olduğu serbest enerjinin azalmasına sebep olur. Domainleri birbirinden ayıran sınırlar domain duvarları olarak adlandırılır. Bu duvarlar, polarizasyona zıt yönde 180°'lik duvarlar ve karşılıklı olarak dikey doğrultuda 90°'lik duvarlar ile domainlere ayrılır (Şekil 2.7). 180°'lik domain duvarları uygulanan elektrik alanın etkisi ile rahatlıkla hareket ederler. Burada, 180° 'lik duvarın hareketi, kristal yapıda herhangibir değişiklik olmadan sadece katyonların birbirleriyle etkileşime girerek kristal kafeslerine zıt yöndeki polarizasyon vektörlerinin dönmesi şeklindedir. Bunun anlamı ise, domain duvarlarının uygulanan elektrik alana zıt doğrultudaki kutuplanma ile domainlere doğru hareket etmesi, sonunda büzülüp yok olarak, domainlerin elektrik alan doğrultusundaki kutuplanma ile yana doğru genişlemesidir. 90°'lik domain duvarlarının hareket etmesi ise daha zordur. Bunun için belirli bir eşik değerden daha yüksek bir elektrik alanın uygulanması gerekir. Genellikle bu hareket, çekirdeklenme ve kutuplu yeni domainlerin elektrik alan yönünde oluşumu olarak değerlendirilir. Böylece elektrik alana dik doğrultudaki kutuplu domainler, kutuplanma boyunca kristalde şekil değişikliğine neden olabilir [45,51].



Şekil 2.7. Ferroelektrik bir kristalde domain ve a)180° b)90°'lik domain duvarları

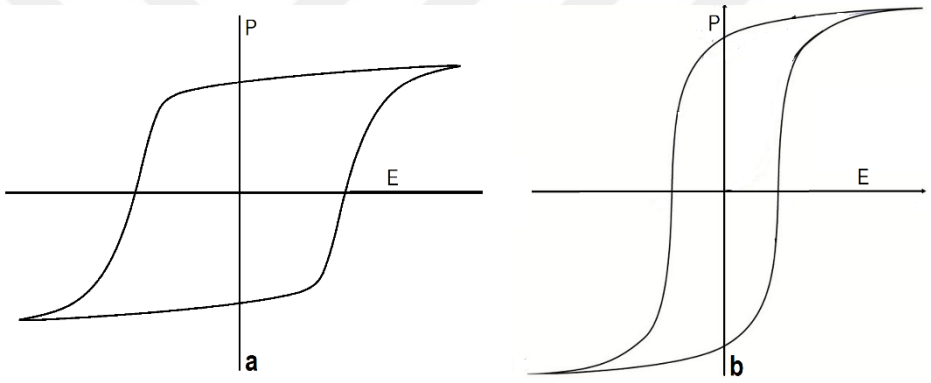
2.3.3. Histerisiz Döngüsü

Ferrroelektrik malzemelerin en önemli özelliği, elektrik alanın etkisi ile gösterdikleri tersinir polarizasyondur. Ferroelektrik malzemelerde, domain duvarlarının dönmesi sonucu meydana gelen polarizasyon-elektrik alan histerisiz grafiği incelendiğinde (Şekil 2.8), düşük elektrik alan altında polarizasyon lineer olarak artar. Çünkü uygulanan elektrik alan domain yapısında bir polarizasyona neden olacak kadar büyük değildir (OA arası). Nispeten daha yüksek elektrik alan olan AB arasında, polarizasyon artan elektrik alan ile birlikte lineer olmayan bir şekilde artış gösterir. Burada domainler elektrik alanın etkisiyle yönlenmeye başlar. BC arasında yüksek elektrik alanın etkisiyle polarizasyon bir doyuma ulaşır. Burada ise domainlerin çoğu elektrik alanla aynı yönde yönlenmişlerdir. Elektrik alan azaltılırsa polarizasyon CBD ile gösterilen yolu izler. Histerisiz grafiğinin doğrusal kısmından lineer yaklaşımla sıfır olduğu anda eğrinin polarizasyon eksenini kestiği nokta olan O-E kendiliğinden polarizasyonu (P_s) verir. Elektrik alanın sıfır olduğu noktada histerisiz eğrisinin polarizasyon grafiğini kestiği nokta olan D ise kalıcı polarizasyonu (P_r) verir. Polarizasyonun P_s'den P_p'ye olan lineer artışı normal indüklenmiş dielektrik polarizasyondan kaynaklanmaktadır. Uygulanan elektrik alan sıfır olduğunda, bazı domainler oluşan gerinimden dolayı ilk pozisyonlarına dönerler. Dönen bu domainlerin net polarizasyona katkısının azalmasından dolayı burada P_r, P_s'den küçüktür. Alanın altında kalan bölge polarizasyonun iki kere döndürülmesi için gerekli enerjiyi verir. Elektrik alan sıfır olduğunda, tek bir domain zıt doğrultularda iki tane kendiliğinden polarizasyon değeri bulunmaktadır [45,53].



Şekil 2.8. Tipik bir ferroelektrik malzemeye ait Elektrik Alan-Polarizasyon Grafiği (Histerisiz Döngüsü)

Elektrik alanın yönü tersine çevrildiğinde polarizasyon azalacak, işaret değiştirecek ve yine belli bir elektrik alan değerinde doyuma ulaşacaktır (DRG eğrisi). R veya $-E_c$ büyüklüğü ile tanımlanan elektrik alan değerine zorlayıcı (coercive) alan (E_c) denir. E_c, polarizasyon değerini sıfıra getirmek için gerekli elektrik alanın büyüklüğüdür. CBDRGHBC eğrisine ise histerisiz döngüsü denir. Genelde ferroelektriklik oluşumu, çok kristalli malzemelerde rastgele tanelerin yönlenmesinden dolayı, tek kristalli malzemelere oranla daha zordur. Bu yüzden tek kristal polarizasyonunun aniden değişmesinden dolayı Şekil 2.9 (a)'daki gibi karesel histerisiz eğrisi görülür. Bununla beraber, çoğu seramik malzemelerde rastgele yönlenmiş kristallerden dolayı, polarizasyonun mekanizması yavaş gerçekleşmektedir. Bu sebeple yuvarlak hatlı histerisiz eğrileri gözlenir (Şekil 2.9 (b)). Fakat ideal histerisis eğrisi, $+E_c = -E_c$ ve $+ P_r = -P_r$ simetrik olduğu durumdur [45].



Şekil 2.9. a) Tek Kristalli **b)** Çok Kristalli malzemelerin histerisiz eğrileri [45]

2.3.4. Antiferroelektrikler

Dielektrik bir kristalde gelişebilecek kararsız durum yalnızca ferroelektrik yer değiştirme değildir. Kristal yapıda bazı deformasyonlar oluşabilir. Bu deformasyonlar kalıcı bir polarizasyon vermeseler de, dielektrik sabitte değişime yol açarlar. Antiferroelektrik denilen deformasyonda komşu iyon sıraları zıt yönde yer değiştirirler. Perovskit yapısı, aralarında pek az enerji farkı bulunan birçok farklı deformasyona elverişli görünmektedir [51].

3. GRAFEN

3.1. Genel Tanımı

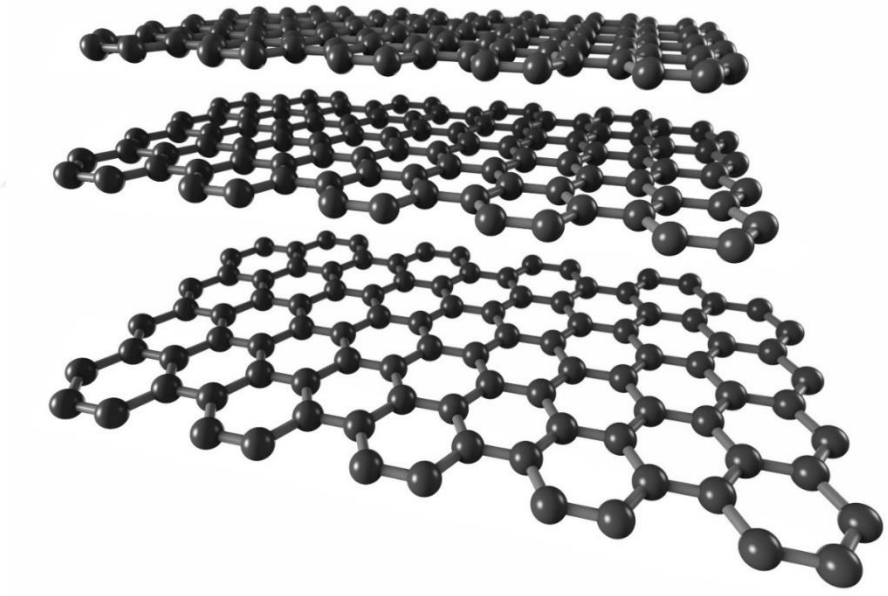
Grafen, karbon atomlarının altıgen yapıda biraraya gelmesiyle oluşan iki boyutlu, tek atom kalınlığında karbon allotropu bir yapıdır. Elektronlar, tek atom kalınlığındaki bu karbon tabakasında kütleleri yokmuş gibi hareket ederler. Grafen bu yapısı sayesinde olağanüstü özelliklere sahiptir. Grafen, yasak enerji aralığı sıfıra yakın olan bir yarı iletken olup, düşük enerjili elektronik uyarımları Dirac fermiyonları aracılığıyla ifade edilir. Grafenin bal peteği şeklindeki örgü yapısından dolayı, enerji-momentum ilişkisi de birçok malzemeden farklıdır. Bu eşsiz elektronik özellikleri sayesinde fizik ve malzeme alanında tüm dikkatleri üzerine çekmiştir. Fiziksel anlamda alışılmışın dışında elektronik uyarımlar sergilediğinden, son yıllarda üzerinde en çok çalışılan ve araştırılan 2 boyutlu yapıların başında gelmektedir.

Grafenin sahip olduğu diğer bir dikkat çekici özellik ise ısıyı çok iyi ileten bir malzeme olmasıdır. Ayrıca bilinen en ince malzeme olmasına rağmen, güçlü karbon bağları sayesinde yeryüzündeki en sağlam malzemelerden biridir. Çelikten yaklaşık 100 kat daha güçlüdür. Sert olmasına rağmen, esnetilebilirliği sayesinde farklı formlardaki malzemelerin yüzeylerine kolaylıkla kaplanabilmektedir. Tüm bu özellikleri bir araya getirildiğinde, gelecek teknolojisini yönlendirecek bir madde olduğu görülmektedir [58,60].

3.2. Grafenin Örgü Yapısı

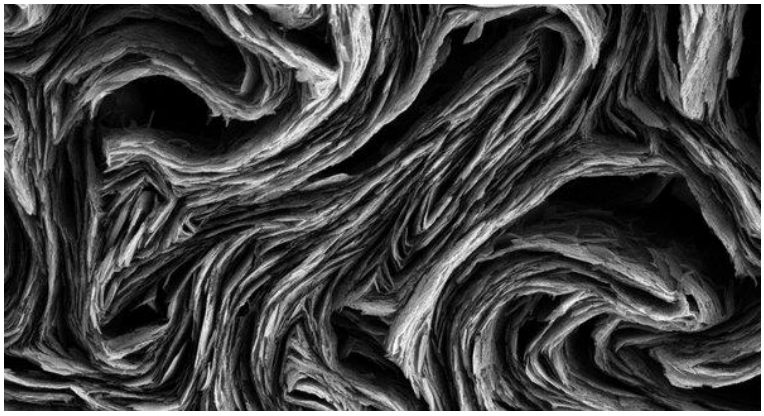
Grafen, doğada bilinen en yumuşak elementlerden biri olan grafitin yapıtaşıdır. Grafit'in doğada bulunan hali Şekil 3.1.' de gösterilmektedir. Grafitte, karbon atomları üst üste yığılmış levhalar halindedir (Şekil 3.2.).

Şekil 3. 1. Grafit'in doğal hali



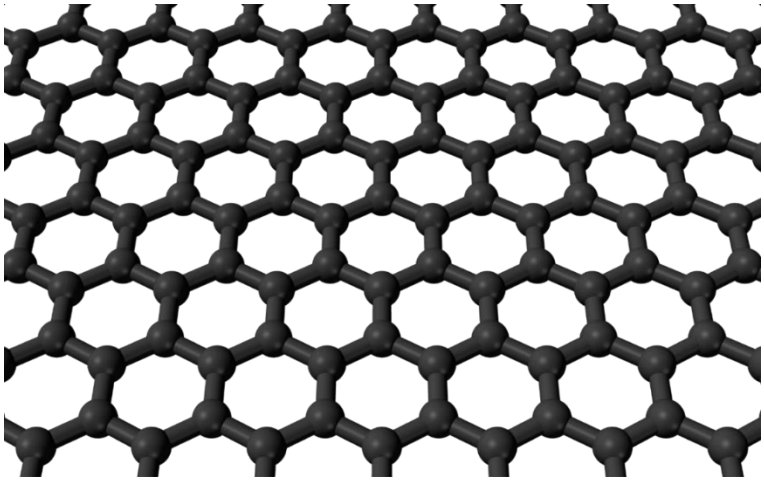
Şekil 3. 2. Grafit'in örgü yapısı [85]

Ancak grafitin aksine, karbonun bir allotropu olan grafen bal peteği şeklinde sp^2 hibritli tamamen karbon atomlarından oluşan, tek atom kalınlığındaki tabakalarından oluşur (Şekil 3.3.). Tabaka kalınlıkları farklı araştırma grupları tarafından ölçülmüş ve bu değer 0,35-1,60 nm aralığında belirlemiştir.



Şekil 3. 3. Grafenin tabakalı yapısı [86]

Grafende, her bir karbon atomu üç tane komşu karbon atomuyla kovalent bağ yaparak iki boyutlu bir yapı oluşturmuştur. Her tabaka ise kendi arasında Van der Waals bağı ile bağlanmıştır. Van der Waals bağ kuvveti kovalent bağ kuvvetinden çok daha zayıf olduğu için grafit her bir tabaka yönünde kolayca ayrılabilmektedir. Grafen bu yapısıyla karbon esaslı malzemelerin en etkileyici üyesi olarak görülmektedir. Grafen hakkında sahip olunan bilgiler son zamanlarda elde edilmiş ve çok fazla ilgiyi üzerine çekmiştir [59-62].



Şekil 3. 4. Grafenin Örgü Yapısı [68]

3.3. Grafenin Özellikleri

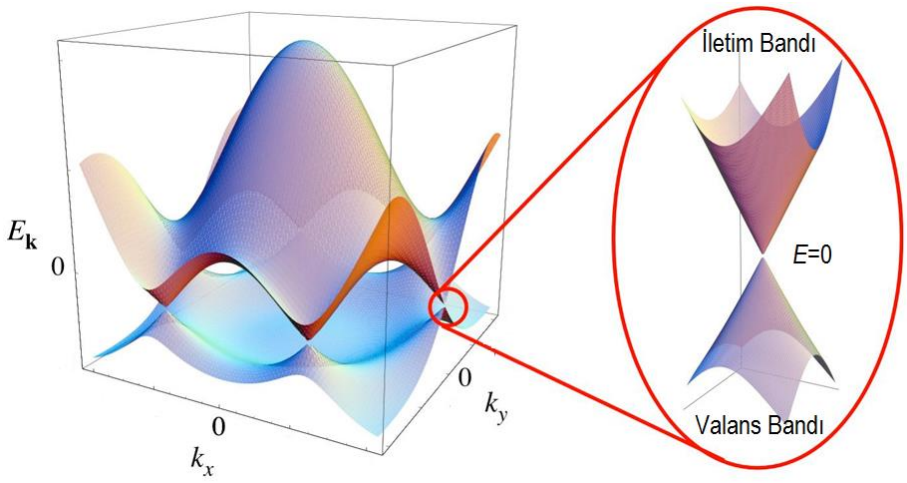
Grafen, sp^2 hibritli balpeteği görünümünde ve tamamıyla karbon atomlarından oluşmuş grafitin tek tabakalı hali olup, 2 boyutlu kristal yapıya sahiptir. Kimyasal olarak kararlı bir malzeme olup, aynı zamanda iyi bir iletkendir. Sıcaklıktan bağımsız olarak yüksek yük

mobilitesine sahiptir (15000 cm^2/Vs). Yüksek şeffaflık göstermektedir. Tek bir tabaka beyaz ışığın %2.3'ünü soğurmakta ve tabaka sayısı arttıkça da rengi değişmektedir. Elmas kadar sert bir malzeme olup, yüksek young modülüne sahiptir. Tek bir tabaka grafen için bulk modülü 34 *Gpa*'dır. Kendi içinde dalgalı bir yapıya sahiptir. Bu yapı grafenin daha esnek olmasını sağlayarak mekanik özelliklerine katkıda bulunmaktadır. Grafen, yarı iletken özelliği gösterir ve elektriksel iletkenliği ~2.5 x 10^6 *S/m*'dir. Grafende, her karbon atomu 3 tane komşu karbon atomuyla σ (sigma) bağı yaparken, 2pz orbitaliylede π bağı yapar. pz (π) orbitali düzeyinde bulunan elektronlar (sistemin hem altında hem üstünde) sistemde delokalize olarak düzlem üzerinde iletkenlik özelliği sağlarlar. Grafen tabakası üzerinde bulunan tüm komşu karbon atomları arasındaki uzaklık 1,42Å'dır. Bu da C−C tek bağından (1,54Å) biraz kısa olup, C=C çift bağından (1,33Å) ise biraz daha uzundur [61].

3.4. Elektronik Yapısı

Grafendeki karbon atomlarının bir tane s ve iki tane p orbitallerinin birleşimi ile 120° açılı üç adet sp^2 melezleşmesi yaparken boşta kalan pz orbitalleri de grafene sıra dışı elektronik özellikler kazandırmaktadır. Grafen iyi iletken bir malzemedir ve yüksek elektron mobilitesine sahiptir.

Grafen özel kimyasal bağ yapısından dolayı dış safsızlıklara karşı daha az enerji kaybı ile cevap verdiğinden diğer yarıiletkenlere oranla elektriksel iletkenliği oldukça fazladır. Grafen, yasak enerji aralıksız bir yarıiletken olup, elektriksel iletkenliği yaklaşık 2,5 x 10^6 S/m'dir. Geleneksel olarak bilinen yarıiletkenlerde yasak enerji aralığı hesaplanırken; valans bandı ile iletkenlik bandı elektronları bir band ile birbirlerinden ayrılmışlardır. Ancak grafende durum farklıdır; bandlar lineer olarak azalır ve enerji bandları bir koni oluşturur (Dirac konisi) (Şekil 3.5). Bu koniler arasında herhangi bir boşluk bulunmadığı için tek tabaka grafen sıfır boşluk yarıiletken olarak da isimlendirilmektedir [63-66].



Şekil 3. 5. Grafenin band yapısı (Dirac Konisi) [87]

Aslında elektronik teknolojisinde grafenin yarıiletken amaçlı kullanılabilmesi için bir yasak enerji aralığına sahip olması gereklidir. Grafenin yasak enerji aralığının olmaması, elektronik uygulamalara sınırlama getirmektedir. Bu yüzden grafenin yasak enerji aralığına sahip olması kritik bir önem taşımaktadır. Grafenin enerji band yapısına band-gap enerjisi kazandırmak için ise kimyasal olarak katkılama, metal kontak kullanma, grafene mekanik gerilme uygulama, üretim tekniğinin çeşitliliği vb. metotlarla grafenin yasak enerji aralığı değiştirilebilmektedir [63-66].

3.5. Kullanım Alanları

Grafenin keşfi ile fizik, kimya, malzeme bilimi ve nanoteknoloji alanlarında yapılan bilimsel çalışmalar yeni bir boyut kazanmıştır. En ince malzeme olarak nitelendirilen grafen, yüksek yük taşıma mobilitesi, yüksek mekanik mukavemet, mükemmel termal iletkenlik, büyük ve spesifik yüzey alanı, kimyasal kararlılık, üstün elektriksel ve optiksel özellikler gibi ilgi çekici özellikler göstermesi nedeniyle hem akademik, hem de endüstriyel alanda büyük ilgi çekmektedir. Grafen keşfedildiğinden beri, eşsiz fiziksel ve kimyasal özellikleri ile nanokompozit sentezi, mikroelektriksel cihazların üretimi, lityum iyon pilleri, güneş pilleri, transistörler, kataliz gibi uygulamaların yanı sıra, biyosensörler ve biyoelektronikler gibi popüler uygulamalarda kullanımıyla dikkatleri üzerine toplamıştır. Grafenin yakın gelecekte biyoelektronik cihazların ve nano elektroniklerin üretiminde önemli bir rol oynayacağı beklenilmektedir. Grafenin, aynı zamanda mükemmel elektriksel

iletkenliğinden dolayı elektronik ve elektriksel cihazlarda metal iletkenlerin yerini alabileceği düşünülmektedir. Bu mükemmel özellikler onun tek tabakasıyla özdeşleşmiştir. Grafenin elektriksel özellikleri tabakaların sayısıyla ve bitişik tabakalardaki atomların yakınlık pozisyonuyla değişiklik göstermektedir.

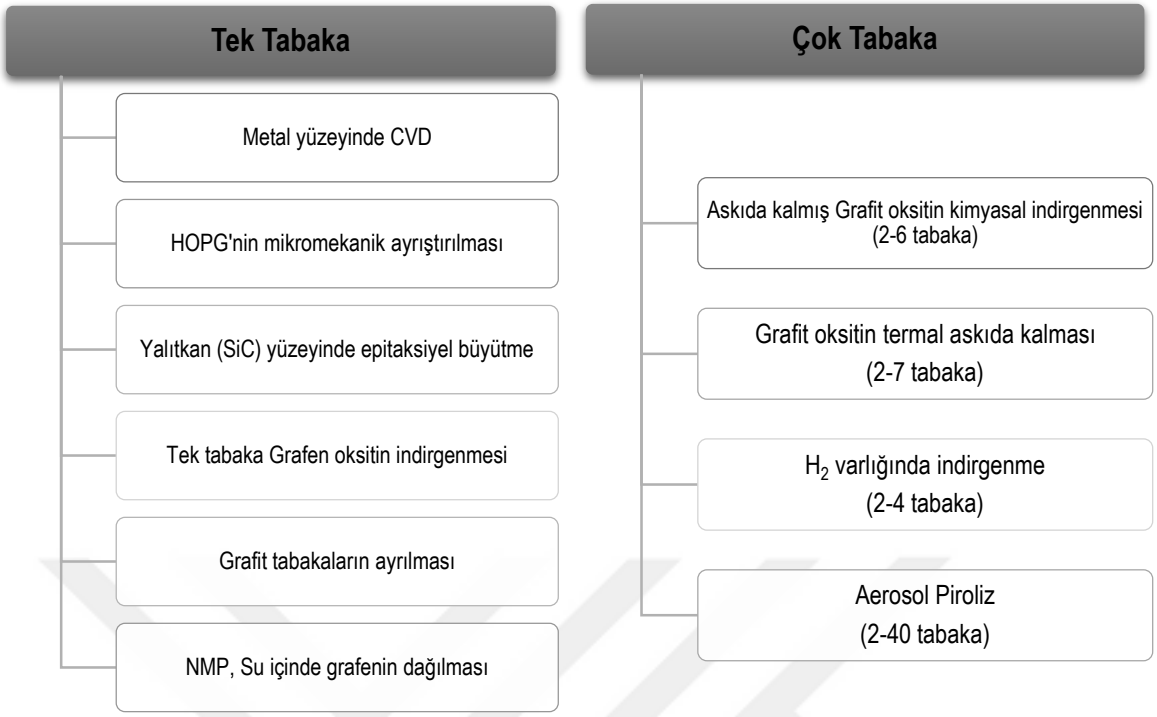
Elektronik kâğıt ve bükülebilir iletişim cihazları gibi hızlı, esnek ve sağlam tüketici elektroniği ürünleri ve enerji verimliliği yüksek uçaklar gibi hayal gücünün el verdiği birçok uygulama grafenin kullanımına imkân sağlayacak alanlardan bazılarıdır. Ayrıca grafenin gelecekte yeni bilgisayar teknolojilerini ve yapay retina gibi çığır açan tıbbi uygulamaları doğurması da beklenmektedir. Günümüz hızla ilerleyen teknolojik gelişmeler grafenin yakın bir gelecekte robot yapımı, elektrik-elektronik, güneş hücreleri, enerji depolama, telekomünikasyon, biyokimya, tıp gibi birçok alanda karşımıza çıkacağını göstermektedir. Grafenin gelecekte en önemli uygulama alanlarından birisi de neredeyse sınırsız bir ömre ve hızla yeniden şarj olma becerisine sahip olan süper kapasitörlerdir.

Güneş panelleri için grafen malzemesinin diğer malzemelere göre daha düşük maliyetli seri üretime olanak tanıyacağı konusunda da birçok çalışma yapılmaktadır. grafen güneş hücrelerinin gelecekte günümüz solar hücrelerinden daha verimli olabileceği anlamına gelmektedir. Bu filmler camlara, otomobillerin dış yüzeyine veya binaların dış cephesine incecik bir katman halinde sürülebilir ve her bir yüzey elektrik üreten sabit ya da hareketli jeneratörler haline dönüştürülebilir.

Grafenin biyoelektronik ve biyomalzeme olarak kullanımı ile ilgili de gelecek için umut vaad eden araştırmalar yapılmaktadır. Grafen yapısının vücut içerisinde bulunan iyonik sıvılarda bozulmamasından dolayı biyonik kulak, biyonik göz vb. organ teknolojilerinin geliştirilmesi grafen ile mümkün olabilecektir. Bilim adamları, nano elektro-mekanik cihazları, virüsleri ortaya çıkarmak üzere kullanmaya başlamışlardır. Grafen teknolojisinin gelişmesiyle pek çok virüsü aynı anda algılayabilecek cihazlar, çok yakın bir gelecekte hayatımıza girebilecektir [58,60,67,68].

3.6. Üretim Yöntemleri

Grafen sentezi için çok çeşitli yöntemler geliştirilmiştir. Literatürde, grafen sentezi ile ilgili önerilen sentez yöntemleri (Şekil 3.6), elde edilmek istenilen tabaka sayısına bağlı olarak değişmektedir. Şekil 3.6 incelendiğinde uygulanan yöntemlere bağlı olarak elde edilen tabaka sayısı farklılık göstermektedir.



Şekil 3. 6. Tabaka sayısına göre Grafen Üretim metotları

3.6.1. Mekanik Ayrıştırma

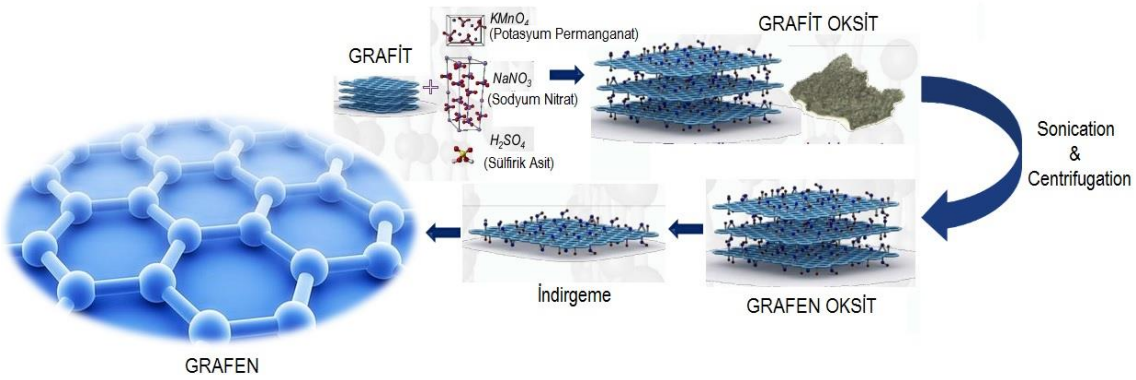
Grafen, ilk olarak 2004 yılında Şekil 3.7'de gösterildiği gibi HOPG (highly oriented pyrolitic graphite)'nin üzerine yapıştırıcı bantın yapıştırılarak aniden çekilmesi ile yüzeyden grafen tabakalarının koparılması yöntemi ile elde edilmiştir. Yapıştırıcı bantı HOPG üzerine yapıştırıp çekerek ve banta aktarılan grafite tekrar başka bant yapıştırmak ve bu işi sürekli yapmak kaydıyla grafeni izole etmişlerdir.

Şekil 3.7. Grafenin mekanik olarak ayrıştırılması [88]

Basit ve ucuz bir yöntem olan bu yönteme, literatürde peeling yöntemi de denilmektedir. Yüksek kalitede düzenlenmiş grafit tabakalarından ayrıştırılarak elde edilen tabakalar, grafenin bilimsel açıdan incelenebilmesi için oldukça uygundur. Fakat bu yöntemle izole edilen grafen malzemeler, çok sayıda tabaka içermeleri ve düşük alana sahip olmaları nedeni ile fabrikasyon ve uygulama alanları için uygun değildir Mekanik ayrıştırma yönteminde ayrıştırma yoluyla grafenin tekrarlanabilir sentezi ilk olarak gerçekleştirilmiştir. Daha sonra yapılan teknikler dünyanın hemen hemen her yerinde ki bilim adamlarına grafen tabakalarını izole etme imkânı sunmuştur [59,61].

3.6.2. Grafitin Kimyasal Oksidasyon ve Redüksiyonu

Grafit tozunun asit ve yükseltgenlerle grafen oksite (GO) yükseltgenmesiyle grafen oksitin sulu çözeltisi elde edilir. Bu çözelti ultrasonik banyo ile grafen oksit tabakalarına ayrılır. Bu grafen oksit tabakasından belli indirgeyiciler, sıcaklık ve süre kullanılarak oksijenin uzaklaştırılmasıyla grafen elde edilmiş olur.

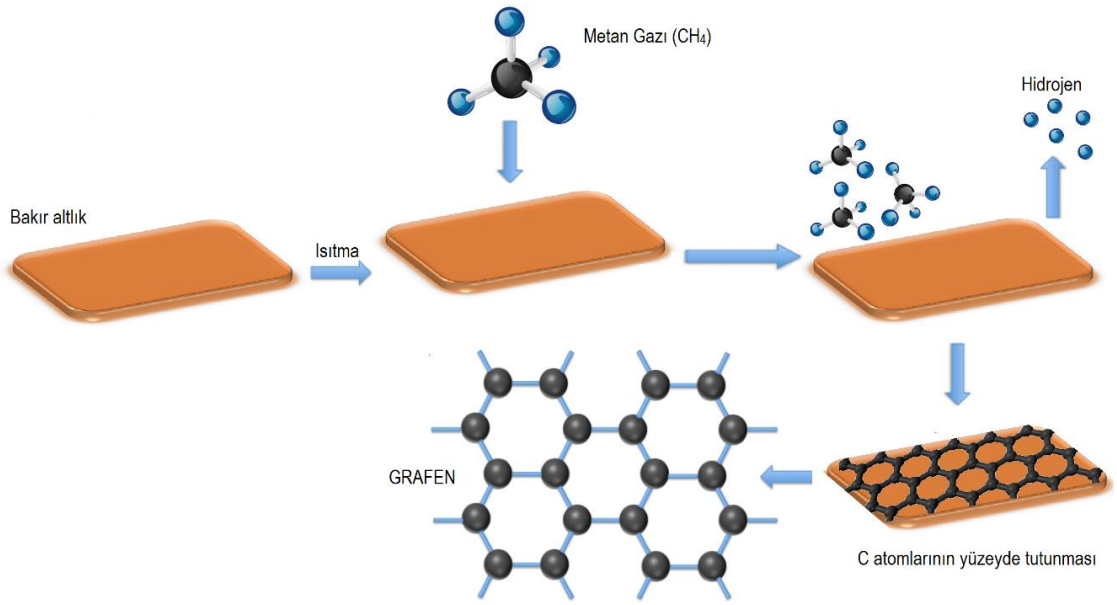


Şekil 3.8. Hummers Metodu ile Grafen eldesinin şematik gösterimi

Günümüzde en fazla kullanılan, daha fazla grafen elde edilmesine imkan sunan ve Hummers Metodu olarak adlandırılan bu yöntem Şekil 3.8.'de gösterilmiştir. Bu yöntemde, grafit tozu sülfürik asit (H_2SO_4), sodyum nitrat ($NaNO_3$) ve potasyum permanganat ($KMnO_4$) kullanılarak oksitlenmiş olan grafit tozu belirli proseslerden geçirildikten sonra hidrazin veya termal olarak indirgenerek grafen elde edilmektedir [59,89].

3.6.3. Kimyasal Buhar Depozisyonu

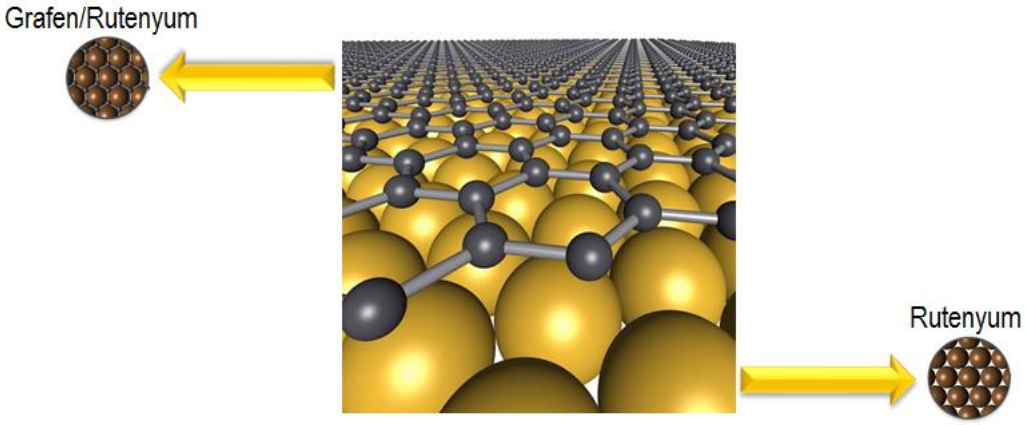
Yüksek saflıkta, büyük alanlı ve birden fazla tabaka halinde grafen üretmek için kullanılan bir yöntemdir. Bu yöntemde, substrat olarak silisyum ve bakır gibi bazı diğer metal tabakalar kullanılır. Temel olarak, yüksek sıcaklıklarda bir hidrokarbon gazına maruz burakılan geçiş metali üzerinde karbon doyuma ulaşmakta ve metal yüzeyi ile reaksiyonu sonucu film oluşmaktadır. Bu işlemler sonucunda grafen sentezi gerçekleştirilmiş olur (Şekil 3.9.). Bu metot ile yüksek kalitede ve büyük miktarlarda grafen üretmek mümkündür. [59-62].



Şekil 3.9. CVD yöntemi ile Grafen eldesinin şematik gösterimi

3.6.4. Tek Kristal Üzerine Epitaksiyel Büyüme

Grafen sentezi yöntemlerinden birisi olan bu metot, belirli yönelimlere sahip metaller üzerinde hidrokarbon türevi bir gazın ayrıştırılarak karbon çekirdeklenmesi temelinde grafen oluşumuna dayanır. Yüksek kalitede tek tabaka grafen üretmek için yaygın olarak kullanılan bir yöntemdir. Bu yöntem Şekil 3.10.' da gösterilmektedir.

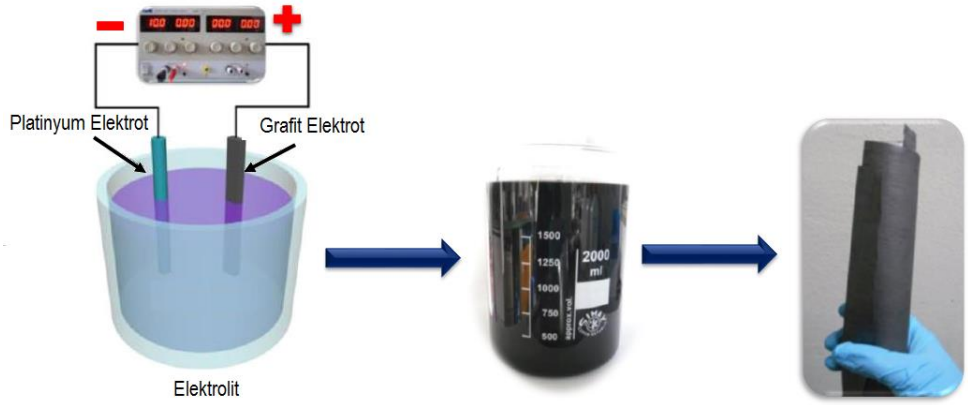


Şekil 3.10. Tek kristal Rutenyum metalinin üzerinde epitaksiyel olarak büyüyen grafen tabakasının şematik olarak gösterimi [90]

Bu yöntem kullanılarak epitaksiyel grafen, SiC tek kristal yüzeylerden Si'un desorpsiyonu ve Ru, Ni ve Cu gibi bazı geçiş metalleri üzerinde karbonun bir yüzey çökelmesi ile sentezlenmektedir. Bu yöntemde bir vakum içerisindeki silisyum karbürün (SiC) ısıtılmasıyla en üsteki silisyum atomlarının kaçışına izin verilmiştir. En üsteki silisyum atomlarının kaçışından sonra geride kalan karbon atomları altıgen grafeni yeniden oluşturmuştur. Bu yöntemle grafen üretimi ultra yüksek vakum altında gerçekleştirilmektedir. Bu teknik zor deneysel koşullarından ve üretilen grafenin niteliğinden dolayı çok tercih edilen bir yöntem değildir. Bu oluşum esnasında bazı atomik kusurlar ve kenar kusurları oluşma ihtimali olduğu için bu yolla üretilen grafen mekanik ayrılma yoluyla üretilen grafen kadar nitelikli olamamaktadır. Genel olarak denilebilir ki; bu yöntemde, alttaş olarak kullanılacak metalin örgü parametresi ile üzerinde eşleşeceği karbon altıgenlerinin uyumu grafenin kalitesini belirlemede önemli bir rol oynamaktadır [59,61].

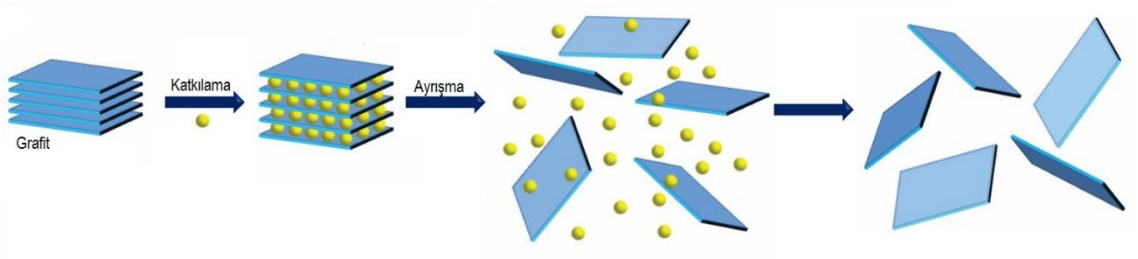
3.6.5. Elektrokimyasal Yöntem

Grafen sentezi için elektrokimyasal yöntemler en umut verici yöntemlerdendir. Sentez sırasında herhangi bir toksik çözücü kullanılmadığından çevre dostu ayrıca, düşük maliyetli yöntemlerdir. Günümüzde uygulanan elektrokimyasal sentez yöntemlerinden birincisi; iki elektrotlu hücrede grafitin anot olarak kullanılarak, grafiti yükseltgenmesi ve ayrışması ile GO eldesidir (Şekil 3.11.).



Şekil 3.11. Elektrokimyasal metot ile grafen eldesinin şematik gösterimi

Bir diğer yöntem temel olarak iki basamak üzerinden gerçekleşir. Bunlar elektrokimyasal olarak katkılama ve ayrışma işlemleleridir. Katkılama işlemi uygulanmış katıya ayrışma işlemi uygulanır ve katmanlarının arasına moleküller girmiş olan katının katmanlarının dökülmesi gerçekleştirilebilir. Bu işlemler Şekil 3.12 'da temsili olarak gösterilmiştir. Bu yöntem, bu prensip ışığında temel materyal olarak grafit kullanılarak gerçekleştirilir ve kısa sürede, geniş ölçekte ve yüksek kalitede grafen hazırlamak için diğer yöntemlere göre daha etkili olabilir [59].



Şekil 3.12. Katkılama ile ayrışmanın şematik gösterimi

4. HİDROTERMAL YÖNTEM

Hidrotermal terimi genellikle normal şartlar altında nispeten çözünmeyen maddeleri çözmek ve kristallendirmek için yüksek basınç ve sıcaklık altında sulu çözücüler veya mineralleştiricilerin varlığında yapılan heterojen bir reaksiyon olarak tanımlanır. Hidrotermal yöntemde başlangıç maddeleri ve çözücü kapalı bir kap içerisine konarak, belirlenen sıcaklıklara kadar ısıtılır. Çözücü su olursa hidrotermal, alkol ya da başka bir organik çözücü olursa solvotermal yöntem olarak adlandırılır. Her ne kadar başlangıç maddelerinin çözücü içinde tam olarak çözünmesi istense de çözünmeden de, diğer şartların kontrolü ile (sıcaklık, pH) istenilen deneyler gerçekleştirilebilmektedir. Metal oksitlerin sentezinde, hidrotermal yöntem, en çok kullanılan yöntemlerden birisidir. Günümüzde birçok malzeme hidrotermal yöntem ile sentezlenebilmektedir. Özellikle inorganik materyallerin tüm formları yani tek kristaller, tozlar, lifler, monolitik seramik cisimler, metalik kaplamalar, polimerler ve seramikler hidrotermal sentez ile hazırlanabilir [69,70,71].

Hidrotermal yönteminin avantajları;

- Kristal boyutu, morfolojisi ve topaklanma derecesinin kontrol edilebilir olması,
- Çözücülerin geri kazanılabilmesi,
- Geri dönüşümü olmayan atıklarda uygun ve güvenilir tasfiyesi olması
- Üretim için düşük sıcaklıkların yeterli olması nedeniyle enerji tasarrufu sağlaması,
- Ekonomik ve çevreci bir metot olması,
- Yüksek tepkime oranı,
- Yüksek saflıkta ve homojen ürün eldesine imkân sağlaması,
- Yüksek yüzey alanına sahip malzemeler elde edilmesi,
- Yöntemin kimyasal yönünün kontrol edilebilir olması,
- Yeni özellikte malzemeler elde edilebilmesi,
- Öğütme ve kalsinasyon gibi yüksek maliyetli işlemlere ihtiyaç duyulmaması

şeklinde sıralanabilir.

Hidrotermal yöntemde nano boyutlu tanelerin sentezi tamamen kapalı bir ortamda gerçekleştirilmekte dolayısıyla sentez için kullanılan organik çözücülerin azalması önlenmektedir. Bu durum ise, kullanılan çözücünün malzeme sentezinde tekrar kullanılması

anlamına gelir [69]. Hidrotermal yöntem ile numune üretimi için çeşitli deneysel cihazlar tasarlanmıştır. Yüksek sıcaklık/yüksek basınç aparatları otoklav veya bomba olarak adlandırılmaktadır. Temel tip otoklavlar basınç/sıcaklık aralıklarında ve hacmine göre sınıflandırılabilir. İnorganik katılar ve organik-inorganik hibrit materyallerin kristallenmesi veya sentezlenmesi için kullanılan temel otoklavlar en popüleridir. Hidrotermal metotla numune üretiminde sıklıkla kullanılan otoklav Şekil 4.1' de gösterilmiştir.

Şekil 4.1. Hidrotermal reaktör [91]

Fakat daha genel kullanımda otoklavlar basitçe sürekli veya programlanabilir sıcaklık fırınlarına yerleştirilir. Fırının hidrotermal sentez için belirlenen sıcaklığa ulaşması sağlanarak kristal için gerekli parametrelere ulaşılmaya çalışılır. Hidrotermal sentezlerde, elde edilmek istenen malzeme türünü, reaksiyon ortamının pH değeri, reaktiflerin sitokiyometrik oranı, çözeltide mevcut olan iyonlar, reaksiyon sıcaklığı ve süre gibi parametreler belirler [70].

5. MATERYAL VE METOT

5.1. Deneysel İşlemler

5.1.1. Numune Üretiminde Kullanılan Kimyasal Malzemeler

Doktora tez çalışmasının, numune üretim safhasında kullanılan kimyasal maddeler Tablo 5.1'de verilmiştir.

Tablo 5.1. Numune üretiminde kullanılan kimyasallar

Kimyasalın Adı	Kimyasal Formülü	Temin Edilen Firma	Özelliği
Grafit	C	Sigma-Aldrich	<20µm
Yitriyum(III) nitrat hekzahidrat	N_3O_9Y	Abcr	%99,9
Lantanyum (III) nitrat hekzahidrat	LaN_3O_9	Abcr	%99
Bizmut nitrat oksit	$BiNO_4$	Sigma-Aldrich	%71-74
Demir(III) klorür hekzahidrat	$FeCl_3.6H_2O$	Merck	%99
Mangan klorür	$MnCl_2$	Sigma-Aldrich	≥%99
Potasyum Hidroksit	KOH	Merck	%85
Sodyum nitrat	$NaNO_3$	Sigma-Aldrich	≥99.99%
Sülfürik asit	H_2SO_4	Merck	-
Potasyum permanganat	$KMnO_4$	Merck	>%99
Hidrojen peroksit	H_2O_2 (%30)	Merck	-

Bu tezde, kimyasal yönünün kontrol edilebilir olması, homojen bir yapının elde edilebilmesi, üretim sıcaklığının düşük olması, istenilen özellikte yeni malzemelerin elde edilebilmesi, mekanik öğütmeye ve kalsinasyona ihtiyaç duyulmaması ve en önemlisi sentezlenen malzemenin tamamen kapalı ortamda oluşması gibi avantajları nedeniyle hidrotermal yöntemle numune üretimi tercih edilmiştir.

5.1.2. Hummers Metodu ile Grafen Oksit Sentezi

Tez numuneleri üretiminin ilk aşaması, elde edilecek nano yapılı seramiklere farklı oranlarda katkılandırılacak olan grafen oksitin sentezidir. Bunun için modifiye hummers metodu kullanılarak grafit tozundan grafen oksit (GO) elde edilmiştir. Grafen eldesinde, bilinen diğer yöntemlere kıyasla modifiye hummers metodu; işlem basamakları olarak daha basit ve daha düşük maliyetlidir. Modifiye hummers metodunda başlangıç maddesi olarak

grafit tozu kullanılmıştır. 3 gr grafit bir behere alınarak 1,5 gr sodyum nitrat ($NaNO_3$) ilave edilmiş ve son olarak 69 ml sülfürik asit (H_2SO_4) eklenerek manyetik karıştırıcı yardımıyla 15 dakika karıştırılmıştır. Daha sonra buz banyosundan çıkarılan solüsyon üzerine toplamda 9 gr olacak şekilde, azar azar potasyum permanganat ($KMnO_4$) eklenmiştir. Potasyum permanganatın ilave süresi yaklaşık 9 saat sürmüştür. Bu işlemin ardından jel formunu elde etmek için çözelti 40°C'ye ayarlanmış ultrasonik karıştırıcıda, 2 saat boyunca karıştırılmıştır. Sonrasında, çözelti içerisine 300 ml saf su ilave edilmiş ve 1 saat boyunca manyetik karıştırıcı da karıştırılmıştır. Karıştırma işlemi devam ederken solüsyona derişik (%30'luk) hidrojen peroksit (H_2O_2) ilave edilmiş ve karıştırma işlemi oda sıcaklığında 2 saat olacak şekilde ayarlanmıştır. Karıştırma aşaması tamamlanan çözelti pH değeri ≈ 7 oluncaya kadar deiyonize su ile yıkanmıştır. İstenilen pH değerine ulaşıldıktan sonra 40x40 μm çapındaki filtre kâğıdı yardımıyla süzülmeye bırakılmıştır. Süzme işleminin ardından elde edilen yoğun viskoziteli malzemenin, 50°C'ye ayarlanmış etüvde 24 saat boyunca kurutulması sonucu grafen oksit elde edilmiştir. Modifiye Hummers metodu ile grafen oksit sentezinin üretim şeması Şekil 5.1'de gösterilmiştir.

Şekil 5.1. Modifiye hummers metodu ile grafen oksit sentezi akış şeması

5.1.3. Hidrotermal Metot ile Grafen Oksit katkılı Nano Elektroseramiklerin Sentezi

Numune üretiminin ikinci aşaması ise, elde edilen grafen oksitin farklı oranlarda hidrotermal yöntem ile nano seramiklere katkılandırılması ve nano kompozitlerin elde edilmesidir. Yapılan malzeme sentezinde, başlangıç maddesi olarak nitratlar (asit tuzları) ve çözücü olarak da ultra saf su kullanılmıştır. Numune üretimi için hazırlanan tüm çözeltiler için başlangıç maddesi 6,1 mmol, geçiş metali miktarı ise 5,5 mmol olarak alınmıştır. Bu düşünce çerçevesinde Bizmut ($BiNO_4$), Lantan (LaN_3O_9) ve Yitriyum (N_3O_9Y)'un yapısına ayrı ayrı olarak 2 farklı geçiş metali olan Demir ($FeCl_3$) ve Mangan ($MnCl_2$)'ın girmesi amaçlanmıştır. Oluşacak nano boyutlu elektro seramik yapıların içine farklı oranlarda grafen oksit ilavesi yapılması planlanmıştır. Numunelere bu düzen çerçevesinde verilecek yeni isimler belirli bir düzende kodlandırılmıştır. Verilen kodun ilk harfi başlangıç malzemesinin içeriğini (Bizmut (B), Lantan (L) ve Yitriyum (Y)), ikinci harfi bünyesindeki geçiş metalini (Demir (F) ve Mangan (M)) ve kodun sonunda sayısal olarak verilen değer ise ilave edilmiş olan grafen oksit miktarını (0, 20mg, 50mg, 100mg) göstermektedir. Üretilen numunelerin kodu, kimyasal bileşimleri ve grafen oksit miktarları Tablo 5.2'de verilmiştir.

Tablo 5.2. Numunelerin kodları, kimyasal bileşimleri ve içerdikleri grafen oksit miktarları

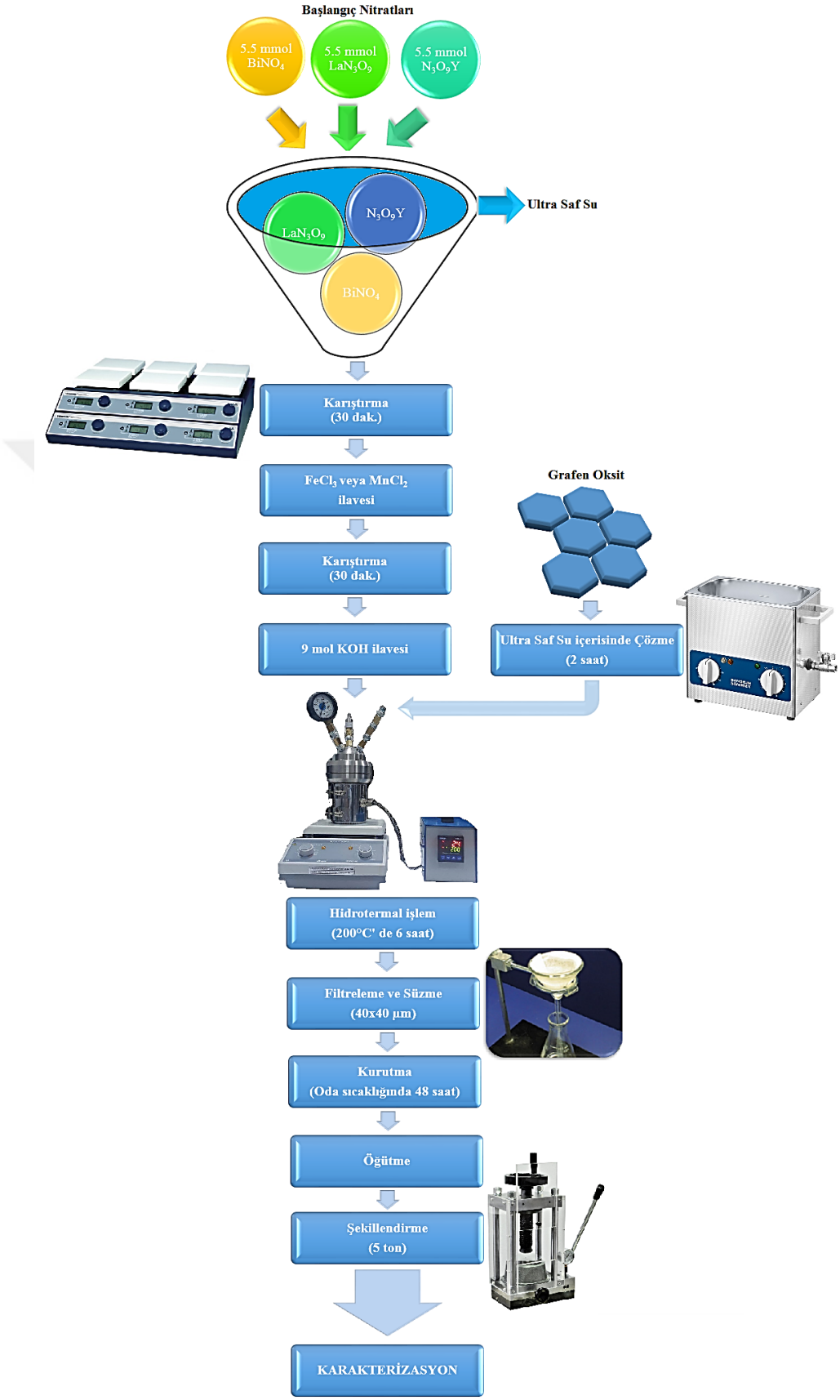
Seri Adı	Kodu	Malzeme İçeriği	Grafen Oksit Miktarı
BFO	BFO	$Bi_{46}Fe_2O_{72}$	-
	BFO20	$Bi_{46}Fe_2O_{72}$/GO	20 mg
	BFO50	$Bi_{46}Fe_2O_{72}$/GO	50 mg
	BFO100	$Bi_{46}Fe_2O_{72}$/GO	100 mg
LFO	LFO	$LaFeO_3$	-
	LFO20	$LaFeO_3$/GO	20 mg
	LFO50	$LaFeO_3$/GO	50 mg
	LFO100	$LaFeO_3$/GO	100 mg
YFO	YFO	$YFeO_3$	-
	YFO20	$YFeO_3$/GO	20 mg
	YFO50	$YFeO_3$/GO	50 mg
	YFO100	$YFeO_3$/GO	100 mg
BMO	BMO	$Bi_{12}MnO_{20}$	-
	BMO20	$Bi_{12}MnO_{20}$/GO	20 mg
	BMO50	$Bi_{12}MnO_{20}$/GO	50 mg
	BMO100	$Bi_{12}MnO_{20}$/GO	100 mg
LMO	LMO	$LaMnO_3$	-
	LMO20	$LaMnO_3$/GO	20 mg
	LMO50	$LaMnO_3$/GO	50 mg
	LMO100	$LaMnO_3$/GO	100 mg
YMO	YMO	$YMnO_3$	-
	YMO20	$YMnO_3$/GO	20 mg
	YMO50	$YMnO_3$/GO	50 mg
	YMO100	$YMnO_3$/GO	100 mg

Kimyasal bileşimleri Tablo 5.2'de detaylı olarak verilen numunelerin üretim aşamaları, Şekil 5.2'de gösterilen akış diyagramı ile şematize edilmiştir. Akış diyagramında gösterilen üretim safhaları;

- Başlangıç nitratlarının her birinin ayrı beherlerde ultra saf su içerisinde çözülmesi,
- Geçiş metal klorürünün ilavesi,
- Potasyum hidroksitin ilavesi
- Elde edilen çözelti ile ayrı bir kapta ultrasonik olarak çözündürülmüş grafen oksitin karıştırılıp, hidrotermal sistem içerisindeki teflon hazneye boşaltılması,
- Belirlenen süre ve sıcaklıkta hidrotermal işleme tabi tutulması,

- Filtreleme ve süzme işlemi,
- Oda sıcaklığında kurutma,
- Topaklanmayı önlemek ve homojenliği sağlamak adına, seramik havanda kısa bir öğütme,
- Hidrolik pres yardımıyla tozları pellet formuna dönüştürme,
- Son işlem basamağı olarak karakterizasyon

şeklinde özetlenebilir. Belirtilen üretim safhaları her bir seri ve her bir geçiş metali ilavesi için ayrı ayrı yapılmıştır.



Şekil 5.2. Hidrotermal metotla grafen oksit katkılı nano elektroseramik üretiminin şematik gösterimi

5.1.4. Numune Üretimi ve Karakterizasyonunda Kullanılan Cihazlar

Deneysel işlemlerin tümü için gerekli kimyasalların ve malzemelerin tartılmasında kullanılan hassas terazi Şekil 5.3'te gösterilmiştir.

Şekil 5.3. Hassas terazi (Mettler Toledo ME403)

Grafen oksit sentezinde ve hidrotermal yöntem ile numune üretiminde sıklıkla kullanılan dijital ısıtıcılı manyetik karıştırıcı Şekil 5.4'te gösterilmiştir.

Şekil 5.4. Isıtıcılı dijital manyetik karıştırıcı (WiseStir SMHS-6)

Grafen oksit üretiminde ve nanokompozitlerin hazırlanmasında kullanılan ultrasonik banyo Şekil 5.5'te gösterilmiştir.

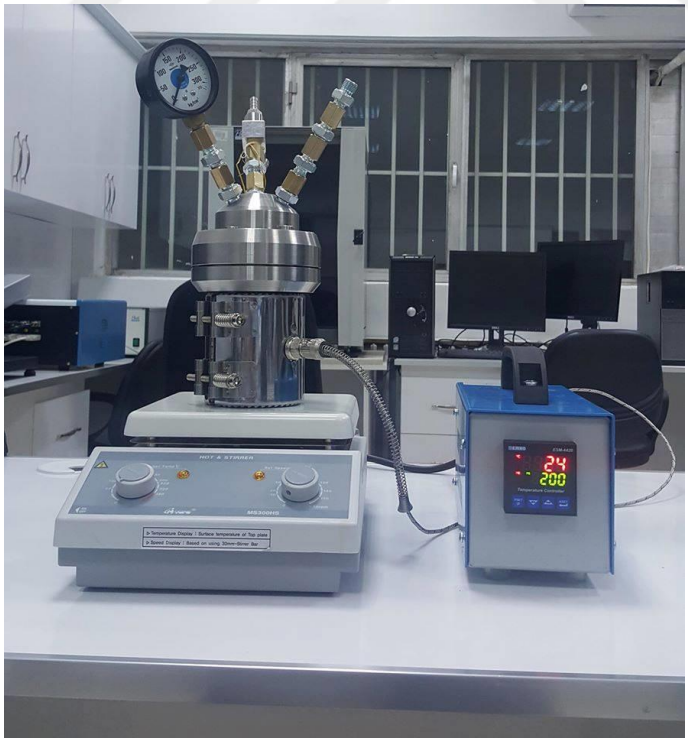
Şekil 5.5. Isıtıcılı ultrasonik banyo (Bandelin Sonorex Super RK 102 H)

Hummers metodu ile grafen oksit sentezinde, çözeltinin pH değerinin ayarlanması için kullanılan pH metre Şekil 5.6'da verilmiştir.

Şekil 5.6. Ph metre (Oakton pH 6+)

Şekil 5.7. Etüv

Hidrotermal metot ile Numune üretimi Fırat Üniversitesi Nano Malzeme ve Nano Teknoloji Araştırma Laboratuvarında yapılmıştır. Nanokompozit sentezinde kullanılan sıcaklık ve zaman ayarlı basınç göstergeli hidrotermal sistemi Şekil 5.8'de verilmiştir.



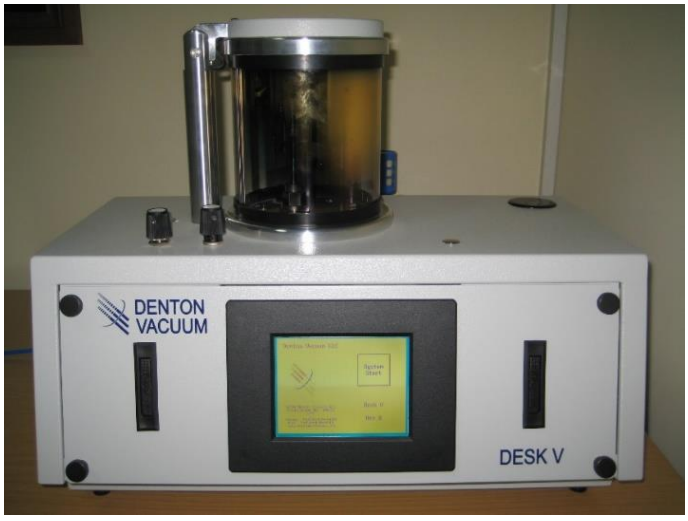
Şekil 5.8. Hidrotermal sistemi (Fytronix HT-100)

Hidrotermal metot yardımıyla hazırlanan toz haldeki numunelerin kristal yapı ve özelliklerinin karakterizasyonu, Anadolu Üniversitesi Fen Fakültesi Yarıiletkenler

Laboratuvarında bulunan Bruker Advance D8 model X- ışınları difraksiyon cihazı (XRD) ile 0,02° tarama hızında *Cu Kα* (λ=0,15406 nm) radyasyonu kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Kristal özelliklerinin belirlenmesinde kullanılan XRD cihazı Şekil 5.9'da verilmektedir.

Şekil 5.9. XRD cihazı (Bruker Advance D8)

Hidrolik pres ile tablet olarak şekillendirilen numunelerin yüzeyleri temizlenip, ardından 20 saniye boyunca altın ile kaplanmıştır. Fırat Üniversitesi Bilimsel ve Teknolojik Araştırma Uygulama Merkezi (FÜBTAM) mikroskopi laboratuarında bulunan, altın kaplamada kullanılan kaplama cihazı Şekil 5.10'da gösterilmiştir.



Şekil 5.10. Kaplama cihazı (Denton Vacuum Desk V)

Hazırlanan numunelerin taramalı elektron mikroskobu (SEM) görüntüleri ve enerji dağılımlı X-ışını (EDX) analizleri, Fırat Üniversitesi Bilimsel ve Teknolojik Araştırma Uygulama Merkezi (FÜBTAM) mikroskopi laboratuvarı bünyesindeki elektron mikroskobu ve buna bağlı Oxford INCAx-ACT dedektörü vasıtasıyla yapılmıştır. Malzemelerin nano boyuttaki yüzey morfolojileri, oluşan nanoyapıların belirlenmesi ve kimyasal bileşimlerinin doğrulanması için kullanılan Taramalı elektron mikroskobu (SEM) Şekil 5.11'de verilmiştir.

Şekil 5.11. Taramalı elektron mikroskobu (Jeol JSM-7001F)

Elektronların üretilen numune ile etkileşimlerinin incelendiği, aydınlık alan görüntülerinin ve SAD (Selected Area Diffraction) desenlerinin alındığı Fırat Üniversitesi Bilimsel ve Teknolojik Araştırma Uygulama Merkezi (FÜBTAM) Mikroskopi Laboratuvarı bünyesindeki geçirmeli elektron mikroskobunun (HRTEM- High Resolution Transmission Electron Microscopy) resmi Şekil 5.12'de verilmektedir.

Şekil 5.12. Yüksek çözünürlüklü geçirmeli elektron mikroskobu (HRTEM) (Jeol JEM-2100F)

Hazırlanan grafen oksit ve nanokompozitlerin kimyasal bağ karakterizasyonu için kullanılan, Fırat Üniversitesi Nano Malzeme ve Nano Teknoloji Araştırma Laboratuvarında bulunan fourier dönüşümlü infrared spektrofotometre (FT-IR) cihazı Şekil 5.13'de gösterilmiştir.

Şekil 5.13. FT-IR cihazı (Thermo Scientific Nicolet iS5)

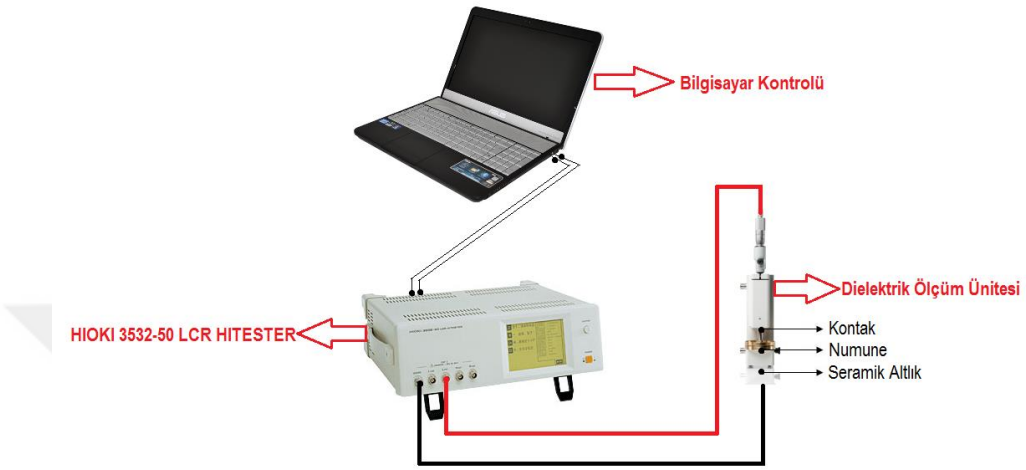
Hazırlanan nano kompozitlerde sıcaklığa bağlı olarak meydana gelecek kütle değişikliklerini (TG) ve numunedeki kristalleşme, erime ve süblimleşme sonucu oluşan egzotermik veya endotermik değişimleri (DTA) tespit etmek amacıyla kullanılan Fırat Üniversitesi Fen Fakültesi Kimya Laboratuvarında bulunan TG/DTA cihazı Şekil 5.14'te verilmiştir.

Şekil 5.14. Otomatik Eşzamanlı TG/DTA Cihazı (Shimadzu DTG-60AH)

Numunelerin optik özellikleri, Fırat Üniversitesi Nano Malzeme ve Nano Teknoloji Araştırma Laboratuvarında bulunan spektrofotometre cihazı yardımıyla araştırılmıştır. Üretilen nanoelektroseramiklerin yansıma özelliklerinin yanısıra yasak enerji aralığının belirlenmesinde kullanılan spektrofotometre cihazı Şekil 5.15'de gösterilmiştir.

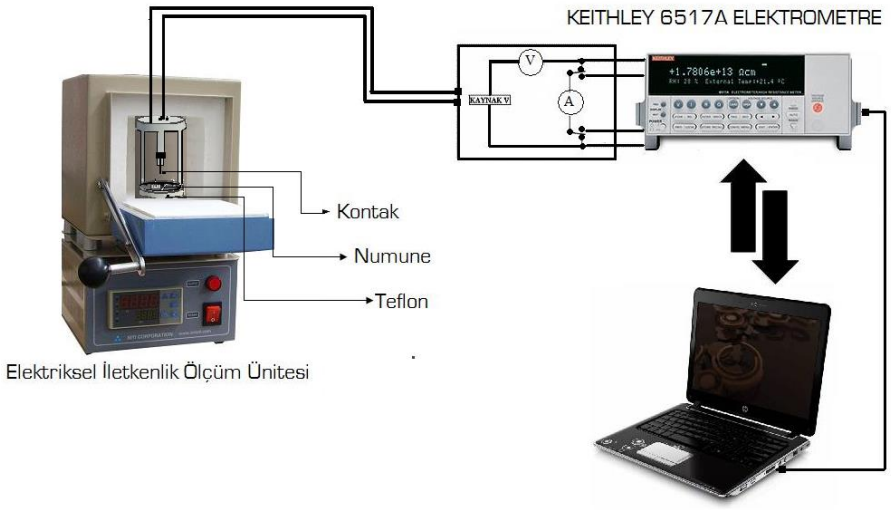
Şekil 5.15. UV-VIS-NIR Spektrofotometre (Shimadzu UV-3600)

Dielektrik ölçümler ve alternatif akım iletkenliği ölçümleri, Fırat Üniversitesi Fen Fakültesi Nano Malzeme ve Nano Teknoloji Araştırma Laboratuarı'nda, oda sıcaklığında ve 1kHz - 5 MHz frekans aralığında alınmıştır. Ölçümlerin alınmasında kullanılan deney düzeneğinin şematik gösterimi Şekil 5.16'da verilmiştir.



Şekil 5.16. Dielektrik özellik karakterizasyon ünitesi (Hioki 3532-50 LCR Hitester)

12 mm çapında ve 1-1,5 mm kalınlığında 5 ton basınç altında şekillendirilen tablet haldeki numunelerin sıcaklığa bağlı elektriksel direnç ölçümleri Fırat Üniversitesi Nano Malzeme ve Nano Teknoloji Araştırma Laboratuarı'nda 150 V'luk *DC* gerilim uygulanarak yapılmıştır. Bilgisayar kontrollü, sıcaklık ayarlı olarak tasarlanan deney düzeneğinin şematik gösterimi Şekil 5.17'de şematik olarak gösterilmiştir.



Şekil 5.17. Sıcaklığa bağlı elektriksel iletkenlik ölçüm ünitesi (Keithley 6517 A)

Elde edilen nano kompozitlerin ferroelektriklik ölçümleri Fırat Üniversitesi Fen Fakültesi Nano Malzeme ve Nano Teknoloji Araştırma Laboratuarı'nda oda sıcaklığında 10 Hz'de yapılmıştır. Ölçümün yapıldığı cihaz Şekil 5.18'de verilmiştir.

Şekil 5.18. Hassas Multiferroik ve Ferroelektrik Test Sistemi (Radiant Precision Premier II Technology)

5.2. Ölçüm Sonuçları

5.2.1. X-Işınları Difraksiyon Analizi (XRD) Sonuçları

Hazırlanan toz halindeki numunelerden elde edilen X-ışını difraksiyon desenleri yardımıyla, piklerin şiddetlerine ve yarı pik genişliklerine bakılarak malzemenin kristalleşmesi hakkında bilgi edinilmiştir. İyi bir kristalleşme seviyesine sahip malzemenin X-ışını kırınım spektrumu, şiddeti minimum olan bir zemin üzerinde bulunan yüksek şiddetli ve yarı pik genişlikleri dar olan piklere sahiptir. Eğer yarı pik genişlikleri geniş ve pik şiddetleri düşük ise kristalleşme seviyesinin iyi olmadığı söylenebilir.

Bu çalışmada elde edilen numunelerin kırınım spektrumları incelenerek malzemelerin kristal yapıları belirlenmiştir. Ayrıca pikler üzerinde ilgili düzlemlerin Miller indisleri verilmiş ve sonuçlar JCPDS kartları ile desteklenmiştir.

Birim hücrede düzlemler arası mesafe, Bragg kırınım şartı olarak bilinen,

$$n\lambda = 2d_{hkl}\sin\theta_{hkl} \quad (5.1)$$

bağıntısı ile hesaplanmıştır. Denklem 5.1'de gösterilen *n* kırınım mertebesi, λ dalgaboyu, d_{hkl} *(hkl)* Miller indislerindeki komşu düzlemler arası mesafe ve θ_{hkl} yansıma açısıdır [50,89,100]. Ayrıca yine X-ışını kırınımı sonuçları kullanılarak numunelerin kristal büyüklükleri, Debye-Scherrer denklemi olarak bilinen,

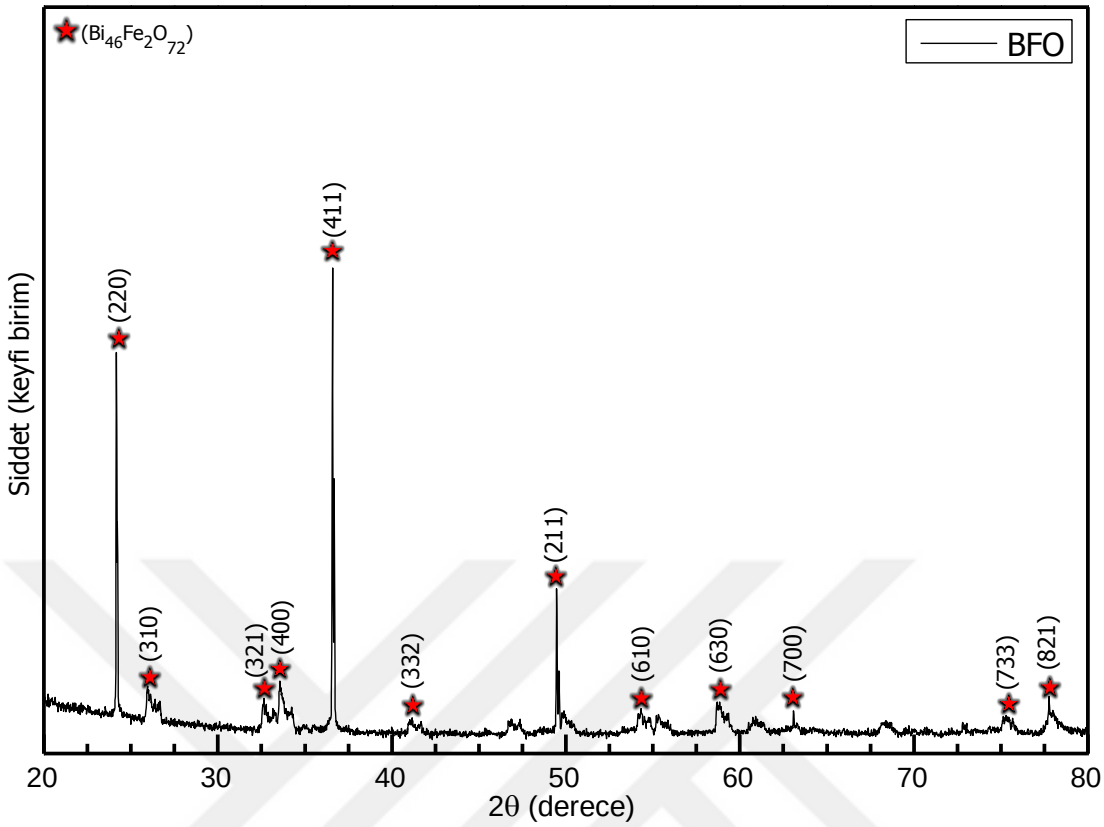
$$D = \frac{0.9\lambda}{\beta\cos\theta} \quad (5.3)$$

bağıntısı yardımı ile hesaplanmıştır. Denklem 5.3'te ki; D kristal boyutu, β maksimum şiddetli pikin radyan olarak yarı pik genişliği, θ Bragg açısı ve λ kullanılan ışının dalga boyudur [50,92-100,136].

5.2.1.1. BFO Serisi Numunelerin XRD Analizleri

BFO serisi numuneler için yapılan analizler sonucu elde edilen pikler, $Bi_{46}Fe_2O_{72}$ bileşiği için *Pbam* uzay grubunda, Kübik kristal kafes yapısında örgü sabiti a= 10,191 nm olarak hesaplanmış ve JCPDS 00-020-0170 kartı ile desteklenmiştir.

Katkısız ve Grafen oksit katkılı BFO serisi nanokompozitlerin kristal yapıları sırasıyla Şekil 5.19, 5.20, 5.21 ve 5.22'de, bu yapıların kristal özelliklerine ait 2θ açıları, düzlemlerin Miller İndisleri ve düzlemler arası mesafelerine ait değerler ise Tablo 5.3, 5.4, 5.5, ve 5.6 'da verilmiştir.



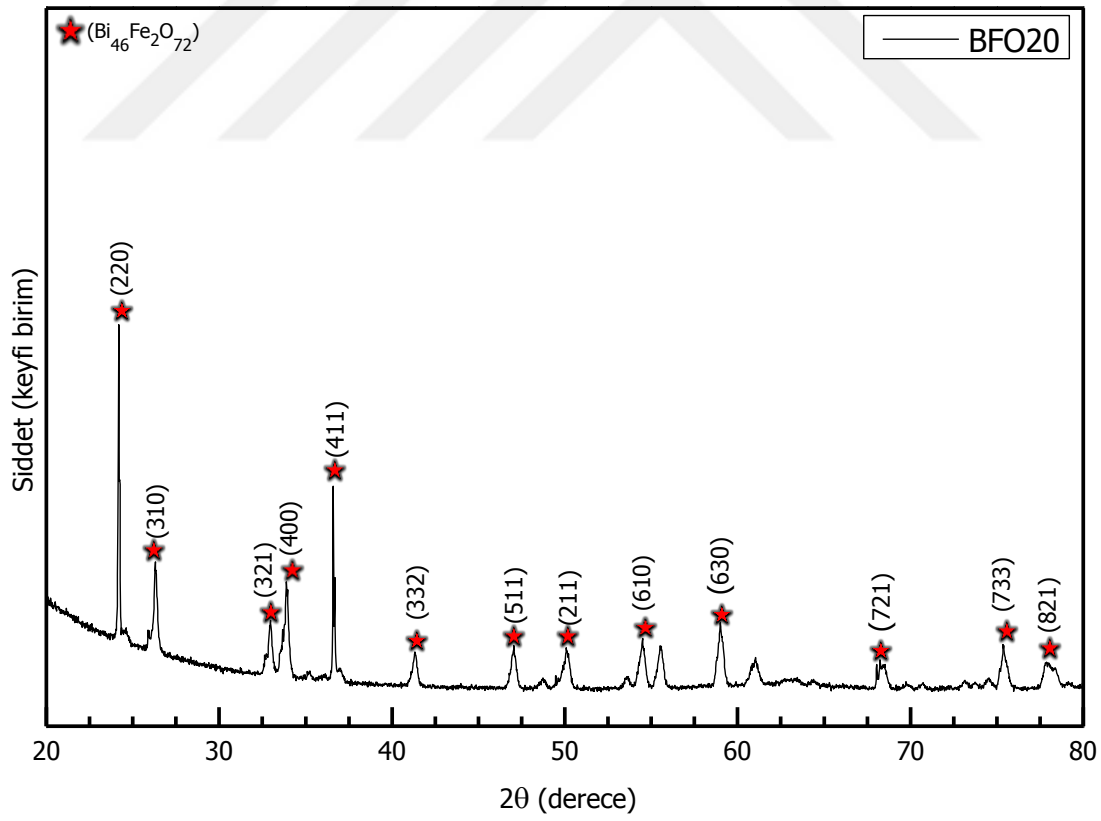
Şekil 5.19. Katkısız BFO numunesinin X-ışını kırınımı analiz sonuçları

Tablo 5.3. Katkısız BFO numunesine ait kristal yapı parametreleri

Pik No	2 θ (Derece)	Pik Şiddeti (sayım)	Pik Şiddeti (%)	Bileşik Adı	Kristal Yapısı	h	k	l	d (Å)
1	24.204	2166	66.6	$Bi_{46}Fe_2O_{72}$	Kübik	2	2	0	3.67415
2	26.080	387	11.9	$Bi_{46}Fe_2O_{72}$	Kübik	3	1	0	3.41403
3	32.721	300	9.2	$Bi_{46}Fe_2O_{72}$	Kübik	3	2	1	2.73465
4	33.674	406	12.5	$Bi_{46}Fe_2O_{72}$	Kübik	4	0	0	2.65939
5	36.609	3253	100.0	$Bi_{46}Fe_2O_{72}$	Kübik	4	1	1	2.45267
6	41.145	240	7.4	$Bi_{46}Fe_2O_{72}$	Kübik	3	3	2	2.19212
7	49.542	447	13.7	$Bi_{46}Fe_2O_{72}$	Kübik	2	1	1	1.83846
8	54.334	301	9.3	$Bi_{46}Fe_2O_{72}$	Kübik	6	1	0	1.68708
9	59.273	222	6.8	$Bi_{46}Fe_2O_{72}$	Kübik	6	3	0	1.52057
10	63.152	188	5.8	$Bi_{46}Fe_2O_{72}$	Kübik	7	0	0	1.47109
11	75.342	226	6.9	$Bi_{46}Fe_2O_{72}$	Kübik	7	3	3	1.26046
12	77.885	275	8.5	$Bi_{46}Fe_2O_{72}$	Kübik	8	2	1	1.22554

Şekil 5.19'da katkısız BFO numunesine ait x-ışını kırınım deseni görülmektedir. Hazırlanan numunenin X-ışını kırınım desenleri ayrıntılı olarak değerlendirilmiş, tespit edilen muhtemel fazlar şekil üzerinde belirtilmiştir. Numunelerin kırınım spektrumları incelendiğinde, hazırlanan nano yapılı BFO numunesinin polikristal yapıda olduğu, pik şiddetleri ve genişlikleri arasında ise farklılıkların olduğu görülmektedir. Şiddetleri büyük ve genişlikleri dar olan piklerde kristalleşmenin iyi, şiddetleri küçük ve genişlikleri büyük olan piklerde ise kristalleşmenin iyi olmadığı görülmektedir.

Katkısız BFO numunesindeki kristal atomları (220), (411) ve (211) düzlemlerinde tercihli yönelime sahiptir. Ancak en yüksek pik şiddeti (411) düzlemine ait olduğu için bu düzlemin tercihli yönelimi daha baskındır. En yüksek pik şiddetine sahip olan 2θ=36,609° deki (411) düzlemine ait düzlemler arası mesafe d=0,2452 nm, maksimum pikin yarı pik genişliği (FWHM) ise 0,101 olarak ölçülmüştür. Bu değerin Radyan cinsinden karşılığı yardımıyla Debye–Scherrer formülünden kristal boyutu 82,89 nm olarak hesaplanmıştır.



Şekil 5.20. Grafen oksit katkılı BFO20 numunesinin X-ışını kırınımı analiz sonuçları

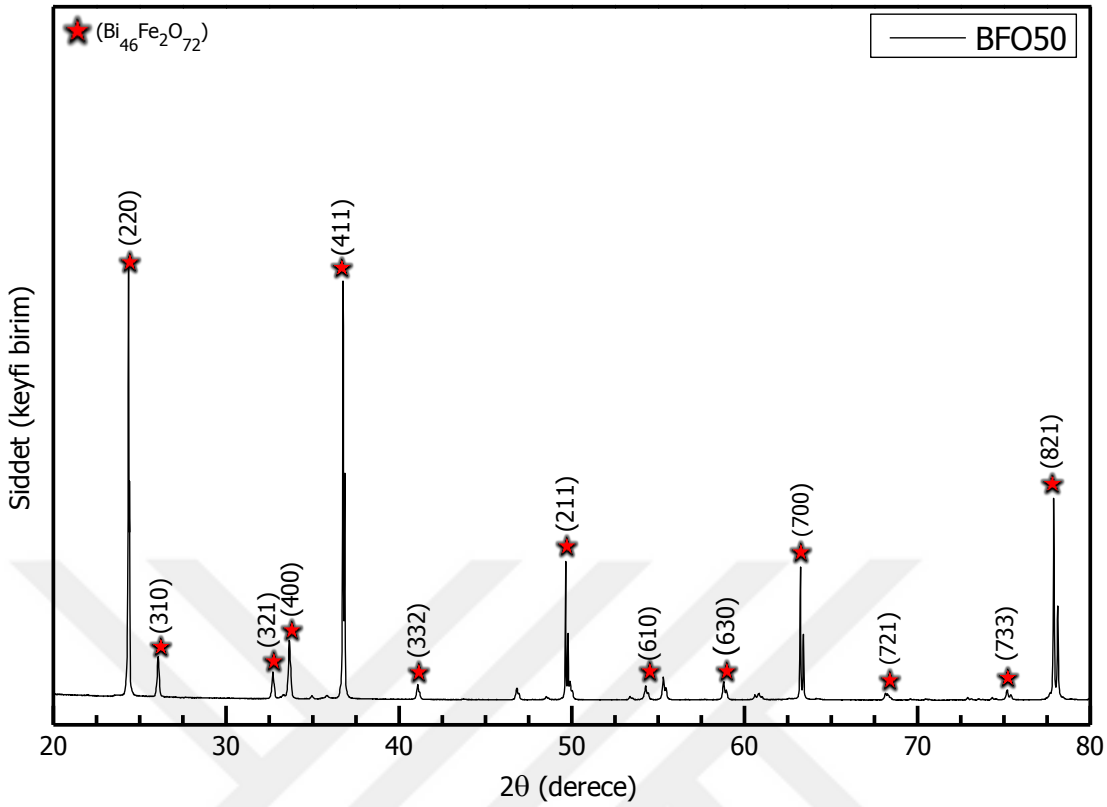
Tablo 5.4. Grafen oksit katkılı BFO20 numunesine ait kristal yapı parametreleri

Pik No	2 θ (Derece)	Pik Şiddeti (sayım)	Pik Şiddeti (%)	Bileşik Adı	Kristal Yapısı	h	k	l	d (Å)
1	24.202	11189	100.0	$Bi_{46}Fe_2O_{72}$	Kübik	2	2	0	3.67448
2	26.299	4574	40.9	$Bi_{46}Fe_2O_{72}$	Kübik	3	1	0	3.38599
3	32.922	2803	25.1	$Bi_{46}Fe_2O_{72}$	Kübik	3	2	1	2.71844
4	33.868	3934	25.2	$Bi_{46}Fe_2O_{72}$	Kübik	4	0	0	2.64461
5	36.661	3404	30.4	$Bi_{46}Fe_2O_{72}$	Kübik	4	1	1	2.44930
6	41.318	2071	18.5	$Bi_{46}Fe_2O_{72}$	Kübik	3	3	2	2.18334
7	47.025	2145	19.2	$Bi_{46}Fe_2O_{72}$	Kübik	5	1	1	1.93083
8	50.108	2182	19.5	$Bi_{46}Fe_2O_{72}$	Kübik	2	1	1	1.81901
9	54.472	2379	21.3	$Bi_{46}Fe_2O_{72}$	Kübik	6	1	0	1.68314
10	59.011	2888	25.8	$Bi_{46}Fe_2O_{72}$	Kübik	6	3	0	1.56405
11	68.361	1662	14.9	$Bi_{46}Fe_2O_{72}$	Kübik	7	2	1	1.37113
12	75.406	2248	20.1	$Bi_{46}Fe_2O_{72}$	Kübik	7	3	3	1.25954
13	77.965	1756	15.7	$Bi_{46}Fe_2O_{72}$	Kübik	8	2	1	1.22448

Şekil 5.20'de Grafen oksit katkılı BFO20 numunesine ait x-ışını kırınım deseni görülmektedir. Hazırlanan numunenin X-ışını kırınım desenleri ayrıntılı olarak değerlendirilmiş, tespit edilen muhtemel fazlar şekil üzerinde belirtilmiştir. Numunelerin kırınım spektrumları incelendiğinde, hazırlanan nano yapılı BFO20 numunesinin polikristal yapıda olduğu, pik şiddetleri ve genişlikleri arasında ise farklılıkların olduğu görülmektedir. Şiddetleri büyük ve genişlikleri dar olan piklerde kristalleşmenin iyi, şiddetleri küçük ve genişlikleri büyük olan piklerde ise kristalleşmenin iyi olmadığı görülmektedir.

Grafen oksit katkılı BFO20 numunesindeki kristal atomları (220), (310) ve (411) düzlemlerinde tercihli yönelime sahiptir. Ancak en yüksek pik şiddeti (220) düzlemine ait olduğu için bu düzlemin tercihli yönelimi daha baskındır. En yüksek pik şiddetine sahip olan 2θ=24,202° deki (220) düzlemine ait düzlemler arası mesafe d=0,3674 nm, maksimum pikin yarı pik genişliği (FWHM) ise 0,076 olarak ölçülmüştür. Bu değerin Radyan cinsinden karşılığı yardımıyla Debye–Scherrer formülünden kristal boyutu 106,95 nm olarak hesaplanmıştır.

Burada elde edilen pikler, grafen oksit katkısız BFO numunesi ile karşılaştırıldığında pik şiddetinin arttığı, yarı pik genişliğinin ise azaldığı görülmektedir. Kristal büyüklüğü olarak katkısız BFO tanecikleri ile kıyaslandığında kristal boyutunun arttığı görülmüştür.



Şekil 5.21. Grafen oksit katkılı BFO50 numunesinin X-ışını kırınımı analiz sonuçları

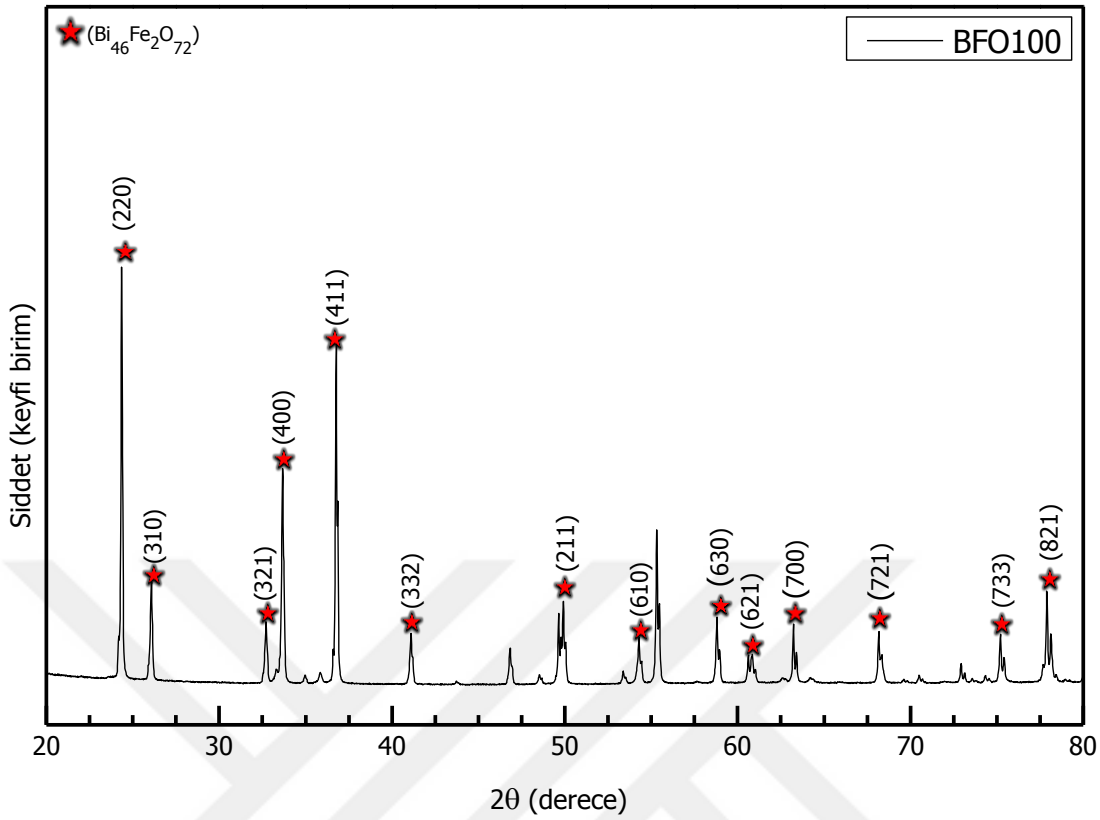
Tablo 5.5. Grafen oksit katkılı BFO50 numunesine ait kristal yapı parametreleri

Pik No	2 θ (Derece)	Pik Şiddeti (sayım)	Pik Şiddeti (%)	Bileşik Adı	Kristal Yapısı	h	k	l	d (Å)
1	24.355	156759	100.0	$Bi_{46}Fe_2O_{72}$	Kübik	2	2	0	3.65175
2	26.055	16933	10.8	$Bi_{46}Fe_2O_{72}$	Kübik	3	1	0	3.41724
3	33.647	22783	14.5	$Bi_{46}Fe_2O_{72}$	Kübik	3	2	1	2.66150
4	34.959	2931	1.9	$Bi_{46}Fe_2O_{72}$	Kübik	4	0	0	2.56458
5	36.778	151591	96.7	$Bi_{46}Fe_2O_{72}$	Kübik	4	1	1	2.44178
6	41.089	6912	4.4	$Bi_{46}Fe_2O_{72}$	Kübik	3	3	2	2.19501
7	49.722	9971	6.4	$Bi_{46}Fe_2O_{72}$	Kübik	2	1	1	1.83224
8	53.396	2665	1.7	$Bi_{46}Fe_2O_{72}$	Kübik	6	1	0	1.71449
9	58.830	6980	4.5	$Bi_{46}Fe_2O_{72}$	Kübik	6	3	0	1.56842
10	63.273	25540	16.3	$Bi_{46}Fe_2O_{72}$	Kübik	7	0	0	1.46855
11	68.247	3575	2.3	$Bi_{46}Fe_2O_{72}$	Kübik	7	2	1	1.37314
12	75.244	4095	2.6	$Bi_{46}Fe_2O_{72}$	Kübik	7	3	3	1.26186
13	77.945	25307	16.1	$Bi_{46}Fe_2O_{72}$	Kübik	8	2	1	1.22474

Şekil 5.21'de Grafen oksit katkılı BFO50 numunesine ait x-ışını kırınım deseni görülmektedir. Hazırlanan numunenin X-ışını kırınım desenleri ayrıntılı olarak değerlendirilmiş, tespit edilen muhtemel fazlar şekil üzerinde belirtilmiştir. Numunelerin kırınım spektrumları incelendiğinde, hazırlanan nano yapılı BFO50 numunesinin polikristal yapıda olduğu, pik şiddetleri ve genişlikleri arasında ise farklılıkların olduğu görülmektedir. Şiddetleri büyük ve genişlikleri dar olan piklerde kristalleşmenin iyi, şiddetleri küçük ve genişlikleri büyük olan piklerde ise kristalleşmenin iyi olmadığı görülmektedir.

Grafen oksit katkılı BFO50 numunesindeki kristal atomları (220), (411) ve (821) düzlemlerinde tercihli yönelime sahiptir. Ancak en yüksek pik şiddeti (220) düzlemine ait olduğu için bu düzlemin tercihli yönelimi daha baskındır. En yüksek pik şiddetine sahip olan $2\theta=24{,}355°$ deki (220) düzlemine ait düzlemler arası mesafe d=0,3651 nm, maksimum pikin yarı pik genişliği (FWHM) ise 0,078 olarak ölçülmüştür. Bu değerin Radyan cinsinden karşılığı yardımıyla Debye–Scherrer formülünden kristal boyutu 104,24 nm olarak hesaplanmıştır.

Burada elde edilen pikler, grafen oksit katkısız BFO numunesi ile karşılaştırıldığında pik şiddetinin arttığı, yarı pik genişliğinin azaldığı, BFO20 numunesi ile kıyaslandığında ise, yine pik şiddetinin ve yarı pik genişliğinin arttığı görülmektedir. Kristal büyüklüğü olarak katkısız BFO tanecikleri ile kıyaslandığında kristal boyutunun arttığı, BFO20 numunesi ile kıyaslandığında ise azaldığı görülmüştür.



Şekil 5.22. Grafen oksit katkılı BFO100 numunesinin X-ışını kırınımı analiz sonuçları

Tablo 5.6. Grafen oksit katkılı BFO100 numunesine ait kristal yapı parametreleri

Pik No	2 θ (Derece)	Pik Şiddeti (sayım)	Pik Şiddeti (%)	Bileşik Adı	Kristal Yapısı	h	k	l	d (Å)
1	24.353	77821	100.0	$Bi_{46}Fe_2O_{72}$	Kübik	2	2	0	3.65201
2	26.064	20829	26.8	$Bi_{46}Fe_2O_{72}$	Kübik	3	1	0	3.41601
3	33.672	41398	53.2	$Bi_{46}Fe_2O_{72}$	Kübik	3	2	1	2.65959
4	34.949	4015	5.2	$Bi_{46}Fe_2O_{72}$	Kübik	4	0	0	2.56527
5	36.796	63647	81.8	$Bi_{46}Fe_2O_{72}$	Kübik	4	1	1	2.44062
6	41.106	11523	14.8	$Bi_{46}Fe_2O_{72}$	Kübik	3	3	2	2.19413
7	49.824	9886	12.7	$Bi_{46}Fe_2O_{72}$	Kübik	2	1	1	1.82870
8	54.299	10764	13.8	$Bi_{46}Fe_2O_{72}$	Kübik	6	1	0	1.68809
9	58.841	14065	18.1	$Bi_{46}Fe_2O_{72}$	Kübik	6	3	0	1.56815
10	60.780	7227	9.3	$Bi_{46}Fe_2O_{72}$	Kübik	6	2	1	1.52269
11	63.276	12123	15.6	$Bi_{46}Fe_2O_{72}$	Kübik	7	0	0	1.46850
12	68.234	8197	10.5	$Bi_{46}Fe_2O_{72}$	Kübik	7	2	1	1.37336
13	75.273	8555	11.0	$Bi_{46}Fe_2O_{72}$	Kübik	7	3	3	1.26144
14	77.958	11123	14.3	$Bi_{46}Fe_2O_{72}$	Kübik	8	2	1	1.22458

Şekil 5.22'de Grafen oksit katkılı BFO100 numunesine ait x-ışını kırınım deseni görülmektedir. Hazırlanan numunenin X-ışını kırınım desenleri ayrıntılı olarak değerlendirilmiş, tespit edilen muhtemel fazlar şekil üzerinde belirtilmiştir. Numunelerin kırınım spektrumları incelendiğinde, hazırlanan nano yapılı BFO100 numunesinin polikristal yapıda olduğu, pik şiddetleri ve genişlikleri arasında ise farklılıkların olduğu görülmektedir. Şiddetleri büyük ve genişlikleri dar olan piklerde kristalleşmenin iyi, şiddetleri küçük ve genişlikleri büyük olan piklerde ise kristalleşmenin iyi olmadığı görülmektedir.

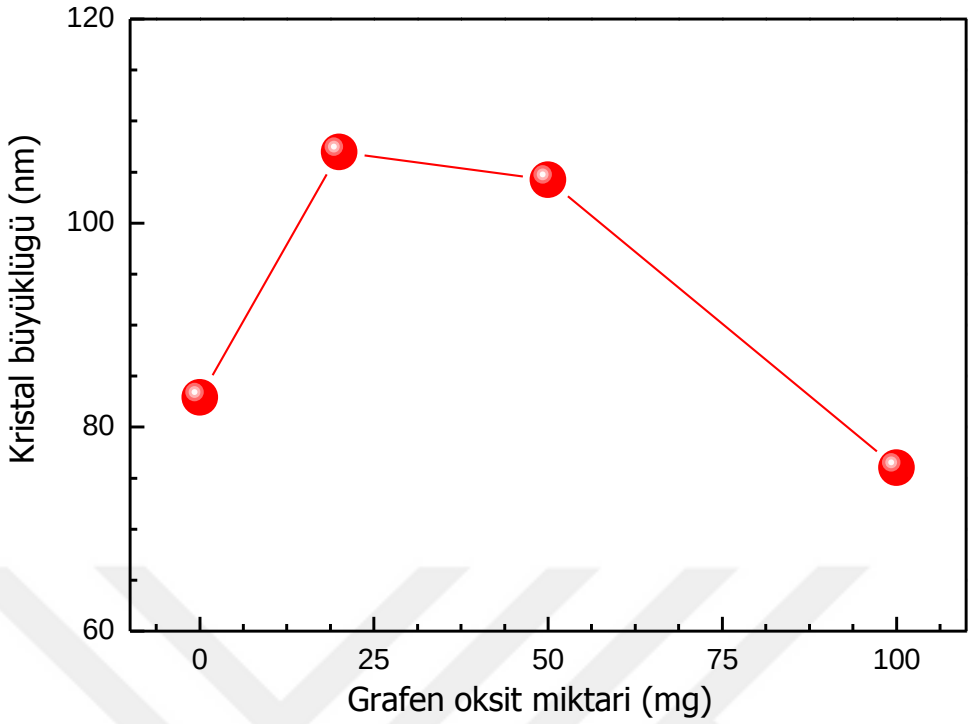
Grafen oksit katkılı BFO100 numunesindeki kristal atomları (220), (400) ve (411) düzlemlerinde tercihli yönelime sahiptir. Ancak en yüksek pik şiddeti (220) düzlemine ait olduğu için bu düzlemin tercihli yönelimi daha baskındır. En yüksek pik şiddetine sahip olan 2θ=24,353° deki (220) düzlemine ait düzlemler arası mesafe d=0,3652 nm, maksimum pikin yarı pik genişliği (FWHM) ise 0,107 olarak ölçülmüştür. Bu değerin Radyan cinsinden karşılığı yardımıyla Debye–Scherrer formülünden kristal boyutu 75,99 nm olarak hesaplanmıştır.

Burada elde edilen pikler, grafen oksit katkısız BFO numunesi ile karşılaştırıldığında pik şiddetinin ve yarı pik genişliğinin arttığı, BFO50 numunesi ile kıyaslandığında ise, pik şiddetinin azaldığı, yarıpik genişliğinin ise arttığı görülmektedir. Kristal büyüklüğü olarak katkısız BFO ve BFO50 tanecikleri ile kıyaslandığında kristal boyutunun azaldığı, görülmüştür.

Şekil 5.19, Şekil 5.20, Şekil 5.21 ve Şekil 5.22'deki X-ışını kırınım desenlerine ait veriler kullanılarak tüm numuneler için hesaplanan kristal büyüklükleri Tablo 5.7'de sıralanmıştır. BFO serisi numuneler için kristal boyutunun katkı miktarına göre değişimi ise Şekil 5.23'te gösterilmiştir.

Tablo 5.7. BFO serisi numunelerin kristal büyüklükleri

Numune adı	2 θ (Derece)	FWHM	Kristal Boyutu (nm)	d (nm)
BFO	36,609	0,101	82,89	0,2452
BFO20	24,202	0,076	106,95	0,3674
BFO50	24,355	0,078	104,24	0,3651
BFO100	24,353	0,107	75,99	0,3652

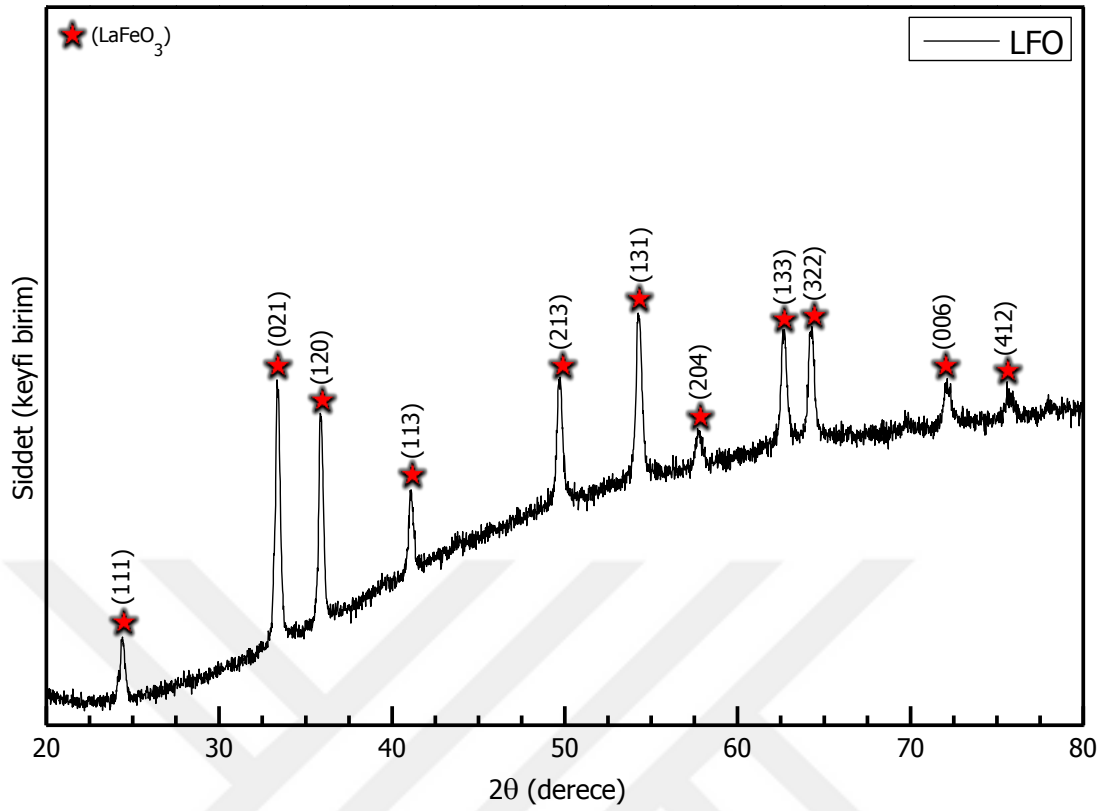


Şekil 5.23. BFO serisi numunelerin kristal büyüklüklerinin katkı oranıyla değişimi

5.2.1.2. LFO Serisi Numunelerin XRD Analizleri

LFO serisi numuneler için yapılan analizler sonucu elde edilen pikler, $LaFeO_3$ bileşiği için *Pbnm* uzay grubunda, Ortorombik kristal kafes yapısında örgü sabitleri a=5,552, b=5,563 ve c=7,843 nm olarak hesaplanmış ve JCPDS 01-070-7777 kartı ile desteklenmiştir.

Katkısız ve Grafen oksit katkılı LFO serisi nanokompozitlerin kristal yapıları sırasıyla Şekil 5.24, 5.25, 5.26, 5.27'de, bu yapıların kristal özelliklerine ait 2θ açıları, düzlemlerin Miller İndisleri ve düzlemler arası mesafelerine ait değerler ise Tablo 5.8, 5.9, 5.10, 5.11'de verilmiştir.



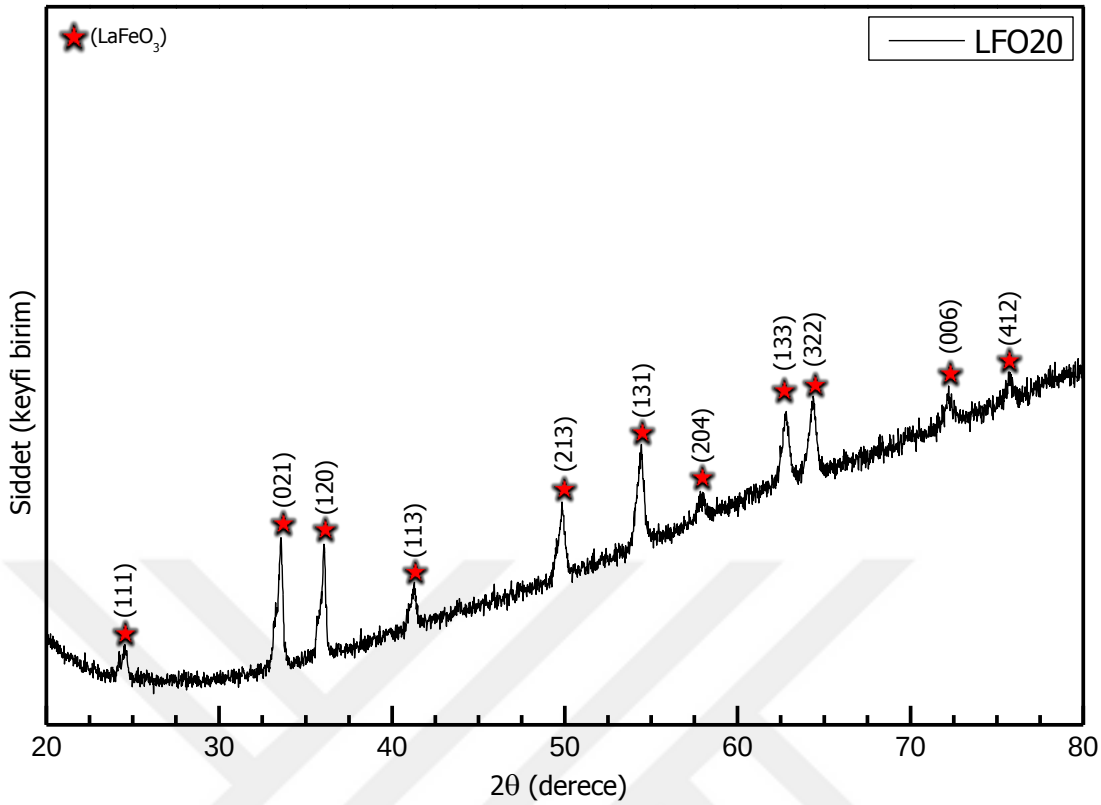
Şekil 5.24. Katkısız LFO numunesinin X-ışını kırınımı analiz sonuçları

Tablo 5.8. Katkısız LFO numunesine ait kristal yapı parametreleri

Pik No	2 θ (Derece)	Pik Şiddeti (sayım)	Pik Şiddeti (%)	Bileşik Adı	Kristal Yapısı	h	k	l	d (Å)
1	24.409	10089	57.1	$LaFeO_3$	Ortorombik	1	1	1	3.64381
2	33.392	15982	90.4	$LaFeO_3$	Ortorombik	0	2	1	2.68122
3	35.899	15303	86.6	$LaFeO_3$	Ortorombik	1	2	0	2.49952
4	41.118	13574	76.8	$LaFeO_3$	Ortorombik	1	1	3	2.19349
5	49.723	16240	91.9	$LaFeO_3$	Ortorombik	2	1	3	1.83220
6	54.305	17673	100.0	$LaFeO_3$	Ortorombik	1	3	1	1.68792
7	57.774	14982	84.8	$LaFeO_3$	Ortorombik	2	0	4	1.59454
8	62.692	17364	98.3	$LaFeO_3$	Ortorombik	1	3	3	1.48075
9	64.270	17335	98.1	$LaFeO_3$	Ortorombik	3	2	2	1.44816
10	72.146	16214	91.7	$LaFeO_3$	Ortorombik	0	0	6	1.30822
11	75.720	15970	90.4	$LaFeO_3$	Ortorombik	4	1	2	1.25511

Şekil 5.24'te katkısız LFO numunesine ait x-ışını kırınım deseni görülmektedir. Hazırlanan numunenin X-ışını kırınım desenleri ayrıntılı olarak değerlendirilmiş, tespit edilen muhtemel fazlar şekil üzerinde belirtilmiştir. Numunelerin kırınım spektrumları backgroundları indirgenerek incelendiğinde, hazırlanan nano yapılı LFO numunesinin polikristal yapıda olduğu, pik şiddetleri ve genişlikleri arasında ise farklılıkların olduğu görülmektedir. Şiddetleri büyük ve genişlikleri dar olan piklerde kristalleşmenin iyi, şiddetleri küçük ve genişlikleri büyük olan piklerde ise kristalleşmenin iyi olmadığı görülmektedir.

Katkısız LFO numunesindeki kristal atomları (021), (120) ve (131) düzlemlerinde tercihli yönelime sahiptir. Ancak en yüksek pik şiddeti (021) düzlemine ait olduğu için bu düzlemin tercihli yönelimi daha baskındır. En yüksek pik şiddetine sahip olan $2\theta=33{,}392°$ deki (021) düzlemine ait düzlemler arası mesafe d=0,2681 nm, maksimum pikin yarı pik genişliği (FWHM) ise 0.310 olarak ölçülmüştür. Bu değerin Radyan cinsinden karşılığı yardımıyla Debye–Scherrer formülünden kristal boyutu 26,76 nm olarak hesaplanmıştır.



Şekil 5.25. Grafen oksit katkılı LFO20 numunesinin X-ışını kırınımı analiz sonuçları

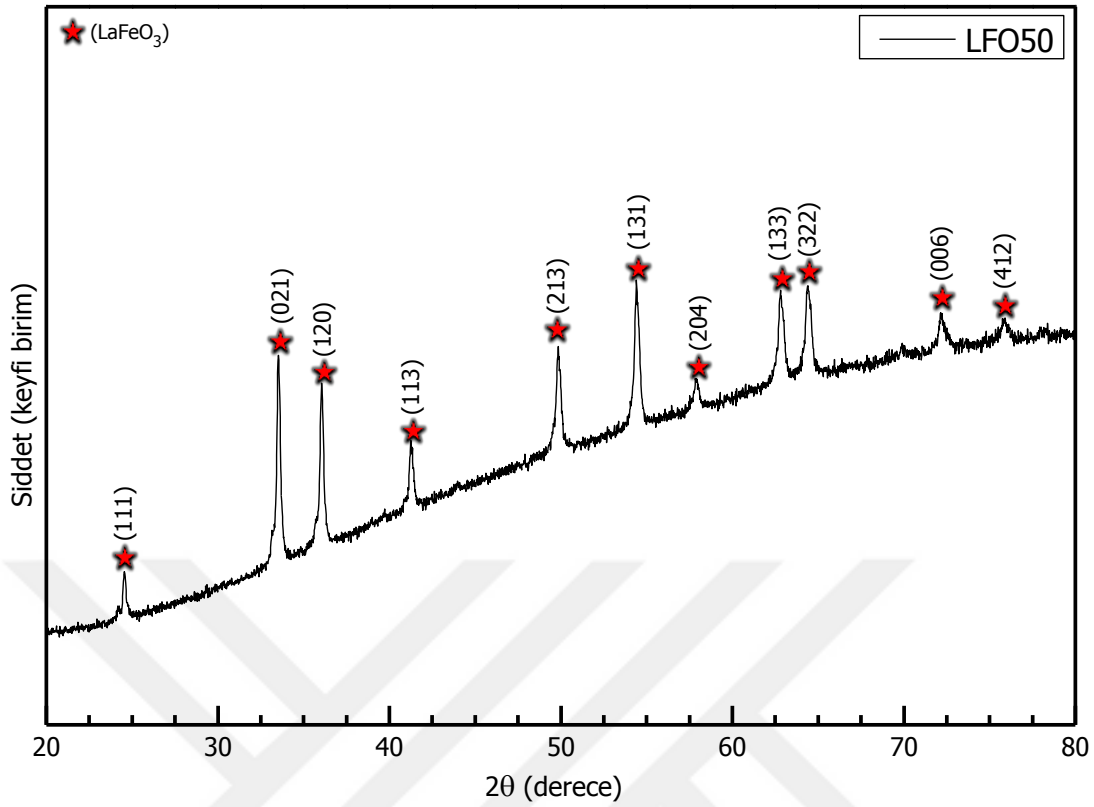
Tablo 5.9. Grafen oksit katkılı LFO20 numunesine ait kristal yapı parametreleri

Pik No	2 θ (Derece)	Pik Şiddeti (sayım)	Pik Şiddeti (%)	Bileşik Adı	Kristal Yapısı	h	k	l	d (Å)
1	24.492	5877	52.1	LaFeO3	Ortorombik	1	1	1	3.63164
2	33.511	7482	66.3	LaFeO3	Ortorombik	0	2	1	2.67199
3	36.007	7333	65.0	LaFeO3	Ortorombik	1	2	0	2.49226
4	41.213	6859	60.8	LaFeO3	Ortorombik	1	1	3	2.18866
5	49.822	8375	74.2	LaFeO3	Ortorombik	2	1	3	1.82880
6	54.376	9234	81.8	LaFeO3	Ortorombik	1	3	1	1.68589
7	57.917	8420	74.6	LaFeO3	Ortorombik	2	0	4	1.59094
8	62.787	9925	87.9	LaFeO3	Ortorombik	1	3	3	1.47874
9	64.345	10088	89.4	LaFeO3	Ortorombik	3	2	2	1.44665
10	72.222	10397	92.1	LaFeO3	Ortorombik	0	0	6	1.30703
11	75.785	10630	94.2	LaFeO3	Ortorombik	4	1	2	1.25419

Şekil 5.25'te grafen oksit katkılı LFO20 numunesine ait x-ışını kırınım deseni görülmektedir. Hazırlanan numunenin X-ışını kırınım desenleri ayrıntılı olarak değerlendirilmiş, tespit edilen muhtemel fazlar şekil üzerinde belirtilmiştir. Numunelerin kırınım spektrumları backgroundları indirgenerek incelendiğinde, hazırlanan nano yapılı LFO20 numunesinin polikristal yapıda olduğu, pik şiddetleri ve genişlikleri arasında ise farklılıkların olduğu görülmektedir. Şiddetleri büyük ve genişlikleri dar olan piklerde kristalleşmenin iyi, şiddetleri küçük ve genişlikleri büyük olan piklerde ise kristalleşmenin iyi olmadığı görülmektedir.

Grafen oksit katkılı LFO20 numunesindeki kristal atomları (021), (120) ve (131) düzlemlerinde tercihli yönelime sahiptir. Ancak en yüksek pik şiddeti (021) düzlemine ait olduğu için bu düzlemin tercihli yönelimi daha baskındır. En yüksek pik şiddetine sahip olan 2θ=33,511° deki (021) düzlemine ait düzlemler arası mesafe d=0,2671 nm, maksimum pikin yarı pik genişliği (FWHM) ise 0,402 olarak ölçülmüştür. Bu değerin Radyan cinsinden karşılığı yardımıyla Debye–Scherrer formülünden kristal boyutu 20,64 nm olarak hesaplanmıştır.

Burada elde edilen pikler, grafen oksit katkısız LFO numunesi ile karşılaştırıldığında pik şiddetinin neredeyse yarısı oranında azaldığı, yarı pik genişliğinin ise buna bağlı olarak arttığı görülmektedir. Kristal büyüklüğü olarak katkısız BFO tanecikleri ile kıyaslandığında kristal boyutunun azaldığı görülmüştür.



Şekil 5.26. Grafen oksit katkılı LFO50 numunesinin X-ışını kırınımı analiz sonuçları

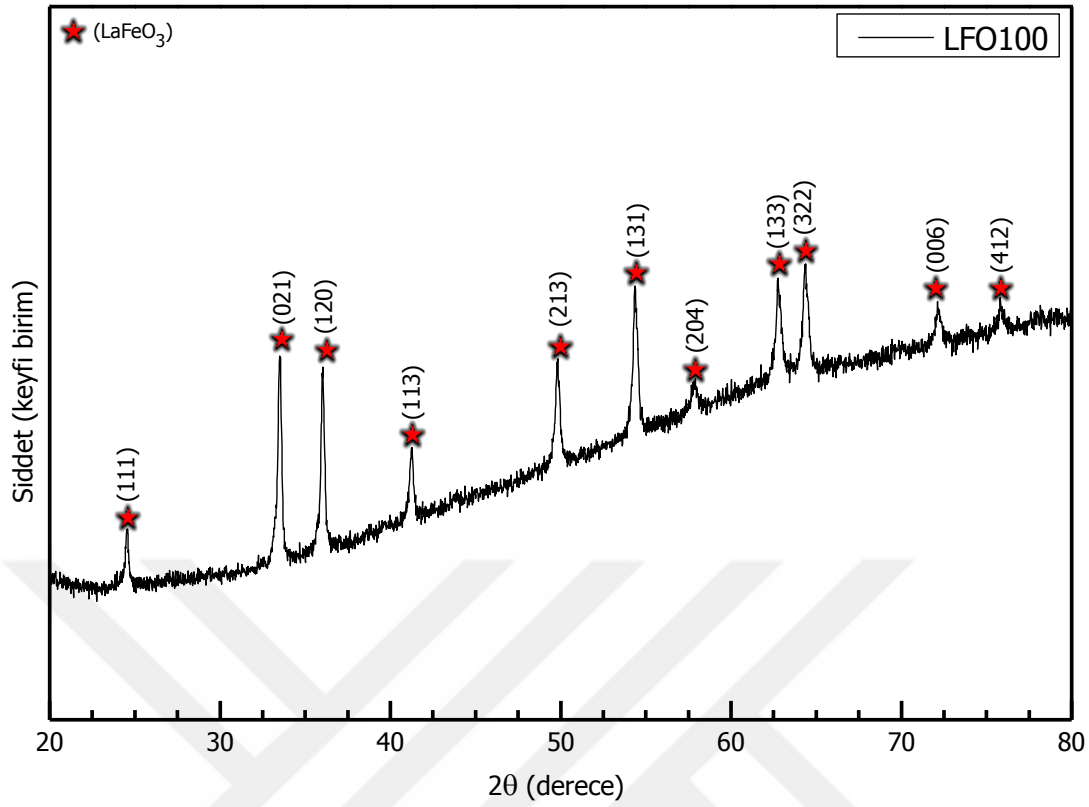
Tablo 5.10. Grafen oksit katkılı LFO50 numunesine ait kristal yapı parametreleri

Pik No	2 θ (Derece)	Pik Şiddeti (sayım)	Pik Şiddeti (%)	Bileşik Adı	Kristal Yapısı	h	k	l	d (Å)
1	24.552	11003	47.1	LaFeO3	Ortorombik	1	1	1	3.62287
2	33.531	20202	86.4	LaFeO3	Ortorombik	0	2	1	2.67047
3	36.059	19014	81.3	LaFeO3	Ortorombik	1	2	0	2.48880
4	41.283	16481	70.5	LaFeO3	Ortorombik	1	1	3	2.18514
5	49.861	20573	88.0	LaFeO3	Ortorombik	2	1	3	1.82742
6	54.426	23381	100.0	LaFeO3	Ortorombik	1	3	1	1.68446
7	57.893	19206	82.1	LaFeO3	Ortorombik	2	0	4	1.59155
8	62.851	22716	97.2	LaFeO3	Ortorombik	1	3	3	1.47740
9	64.432	23121	98.9	LaFeO3	Ortorombik	3	2	2	1.44492
10	72.237	21977	94.0	LaFeO3	Ortorombik	0	0	6	1.30680
11	75.885	21775	93.1	LaFeO3	Ortorombik	4	1	2	1.25278

Şekil 5.26'da Grafen oksit katkılı LFO50 numunesine ait x-ışını kırınım deseni görülmektedir. Hazırlanan numunenin X-ışını kırınım desenleri ayrıntılı olarak değerlendirilmiş, tespit edilen muhtemel fazlar şekil üzerinde belirtilmiştir. Numunelerin kırınım spektrumları backgroundları indirgenerek incelendiğinde, hazırlanan nano yapılı LFO50 numunesinin polikristal yapıda olduğu, pik şiddetleri ve genişlikleri arasında ise farklılıkların olduğu görülmektedir. Şiddetleri büyük ve genişlikleri dar olan piklerde kristalleşmenin iyi, şiddetleri küçük ve genişlikleri büyük olan piklerde ise kristalleşmenin iyi olmadığı görülmektedir.

Grafen oksit katkılı LFO50 numunesindeki kristal atomları (021), (120) ve (131) düzlemlerinde tercihli yönelime sahiptir. Ancak en yüksek pik şiddeti (021) düzlemine ait olduğu için bu düzlemin tercihli yönelimi daha baskındır. En yüksek pik şiddetine sahip olan 2θ=33,531° deki (021) düzlemine ait düzlemler arası mesafe d=0,2670 nm, maksimum pikin yarı pik genişliği (FWHM) ise 0,231 olarak ölçülmüştür. Bu değerin Radyan cinsinden karşılığı yardımıyla Debye–Scherrer formülünden kristal boyutu 35,93 nm olarak hesaplanmıştır.

Burada elde edilen pikler, grafen oksit katkısız LFO numunesi ile karşılaştırıldığında pik şiddetinin arttığı, yarı pik genişliğinin azaldığı, LFO20 numunesi ile kıyaslandığında ise, yine pik şiddetinin arttığı ve yarı pik genişliğinin ise azaldığı görülmektedir. Kristal büyüklüğü olarak katkısız LFO ve LFO20 tanecikleri ile kıyaslandığında kristal boyutunun arttığı görülmüştür.



Şekil 5.27. Grafen oksit katkılı LFO100 numunesinin X-ışını kırınımı analiz sonuçları

Tablo 5.11. Grafen oksit katkılı LFO100 numunesine ait kristal yapı parametreleri

Pik No	2 θ (Derece)	Pik Şiddeti (sayım)	Pik Şiddeti (%)	Bileşik Adı	Kristal Yapısı	h	k	l	d (Å)
1	24.519	8639	60.0	LaFeO3	Ortorombik	1	1	1	3.62765
2	33.501	12404	86.1	LaFeO3	Ortorombik	0	2	1	2.67278
3	36.016	12167	84.4	LaFeO3	Ortorombik	1	2	0	2.49170
4	41.246	10408	72.2	LaFeO3	Ortorombik	1	1	3	2.18699
5	49.821	12350	85.7	LaFeO3	Ortorombik	2	1	3	1.82882
6	54.379	13933	96.7	LaFeO3	Ortorombik	1	3	1	1.68579
7	57.884	11912	82.7	LaFeO3	Ortorombik	2	0	4	1.59177
8	62.789	14096	97.8	LaFeO3	Ortorombik	1	3	3	1.47870
9	64.378	14408	100.0	LaFeO3	Ortorombik	3	2	2	1.44599
10	72.172	13425	93.2	LaFeO3	Ortorombik	0	0	6	1.30782
11	75.867	13404	93.0	LaFeO3	Ortorombik	4	1	2	1.25303

Şekil 5.27'de Grafen oksit katkılı LFO100 numunesine ait x-ışını kırınım deseni görülmektedir. Hazırlanan numunenin X-ışını kırınım desenleri ayrıntılı olarak değerlendirilmiş, tespit edilen muhtemel fazlar şekil üzerinde belirtilmiştir. Numunelerin kırınım spektrumları backgroundları indirgenerek incelendiğinde, hazırlanan nano yapılı LFO100 numunesinin polikristal yapıda olduğu, pik şiddetleri ve genişlikleri arasında ise farklılıkların olduğu görülmektedir. Şiddetleri büyük ve genişlikleri dar olan piklerde kristalleşmenin iyi, şiddetleri küçük ve genişlikleri büyük olan piklerde ise kristalleşmenin iyi olmadığı görülmektedir.

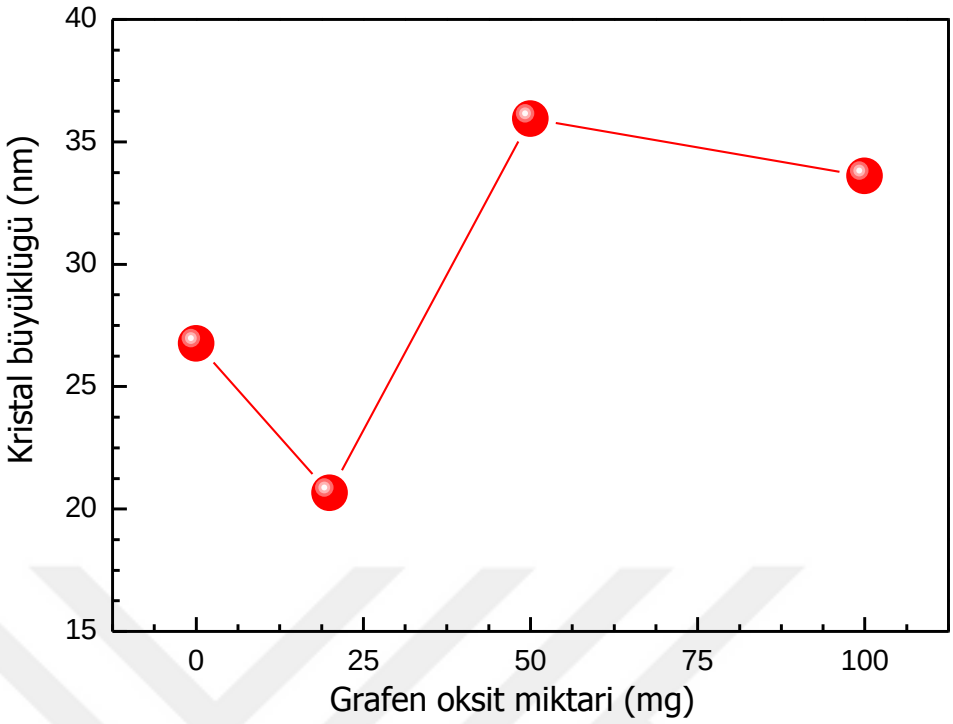
Grafen oksit katkılı LFO100 numunesindeki kristal atomları (021), (120) ve (131) düzlemlerinde tercihli yönelime sahiptir. Ancak en yüksek pik şiddeti (021) düzlemine ait olduğu için bu düzlemin tercihli yönelimi daha baskındır. En yüksek pik şiddetine sahip olan 2θ=33,501° deki (021) düzlemine ait düzlemler arası mesafe d=0,2672 nm, maksimum pikin yarı pik genişliği (FWHM) ise 0,247 olarak ölçülmüştür. Bu değerin Radyan cinsinden karşılığı yardımıyla Debye–Scherrer formülünden kristal boyutu 33,60 nm olarak hesaplanmıştır.

Burada elde edilen pikler, grafen oksit katkısız LFO numunesi ile karşılaştırıldığında pik şiddetinin ve yarı pik genişliğinin azaldığı, LFO50 numunesi ile kıyaslandığında ise, yine pik şiddetinin azaldığı ve yarı pik genişliğinin ise arttığı görülmektedir. Kristal büyüklüğü olarak katkısız LFO tanecikleri ile kıyaslandığında kristal boyutunun arttığı, LFO50 numunesi ile kıyaslandığında ise azaldığı görülmüştür.

Şekil 5.24, 5.25, 5.26 ve 5.27'deki X-ışını kırınım desenlerine ait veriler kullanılarak tüm numuneler için hesaplanan kristal büyüklükleri Tablo 5.12' de sıralanmıştır. LFO serisi numuneler için kristal boyutunun katkı miktarına göre değişimi ise Şekil 5.28'de gösterilmiştir.

Tablo 5.12. LFO serisi numunelerin kristal büyüklükleri

Numune adı	2 θ (°)	FWHM	Kristal Boyutu (nm)	d (nm)
LFO	33,392	0,310	26,76822	0,2681
LFO20	33,511	0,402	20,6486	0,2671
LFO50	33,531	0,231	35,93582	0,2670
LFO100	33,501	0,247	33,60534	0,2672

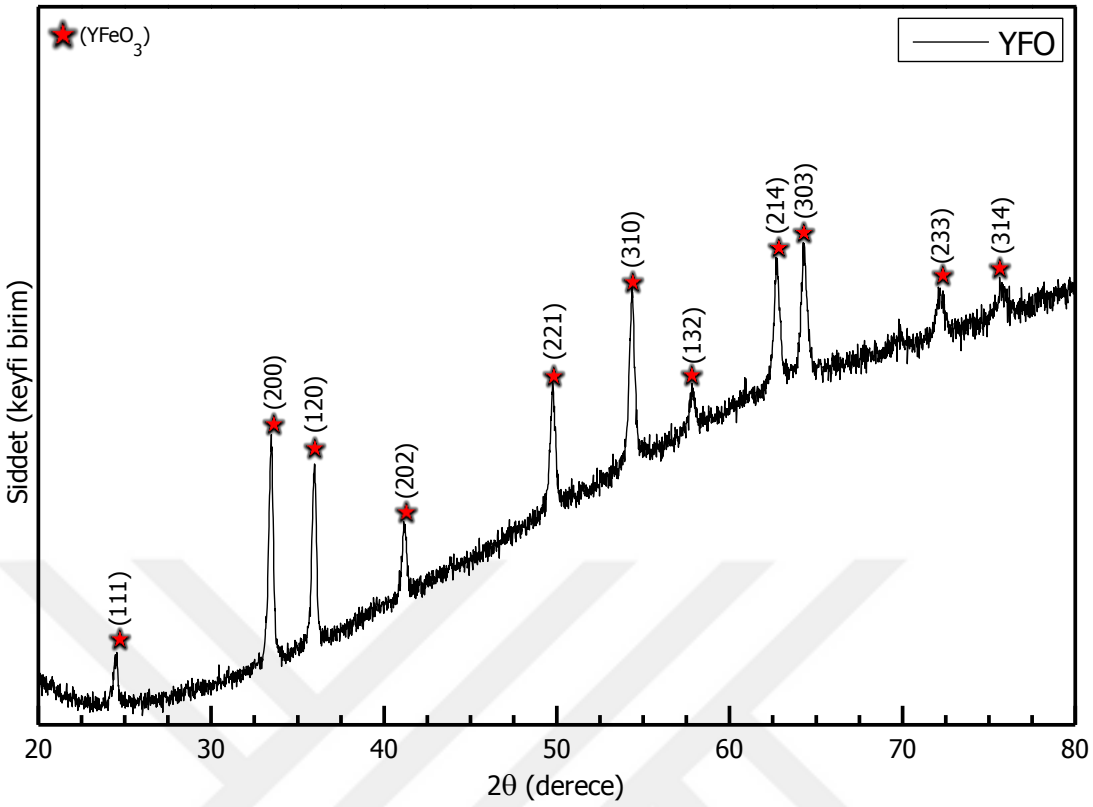


Şekil 5.28. LFO serisi numunelerin kristal büyüklüklerinin katkı oranıyla değişimi

5.2.1.3. YFO Serisi Numunelerin XRD Analizleri

YFO serisi numuneler için yapılan analizler sonucu elde edilen pikler, $YFeO_3$ bileşiği için *Pbn21* uzay grubunda, Ortorombik kristal kafes yapısında örgü sabitleri a=5,2819 nm, b=5,5957 nm ve c=7,6046 nm olarak hesaplanmış ve JCPDS 01-073-1345 kartı ile desteklenmiştir.

Katkısız ve grafen oksit katkılı YFO serisi nanokompozitlerin kristal yapıları, sırasıyla Şekil 5.29, 5.30, 5.31 ve 5.32'de gösterilmiştir. Bu yapıların kristal özelliklerine ait 2θ açıları, düzlemlerin Miller İndisleri ve düzlemler arası mesafelerine ait değerler ise, Tablo 5.13, 5.14, 5.15 ve 5.16'da verilmiştir.



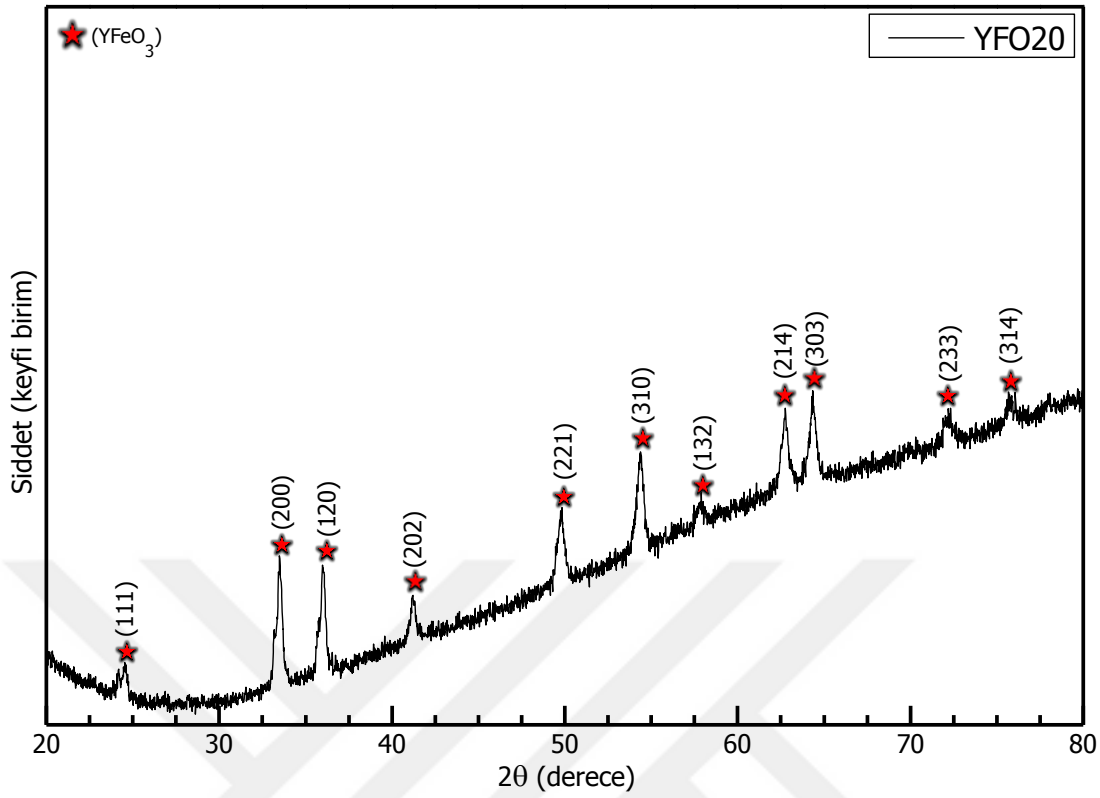
Şekil 5.29. Katkısız YFO numunesinin X-ışını kırınımı analiz sonuçları

Tablo 5.13. Katkısız YFO numunesine ait kristal yapı parametreleri

Pik No	2 θ (Derece)	Pik Şiddeti (sayım)	PikŞiddeti (%)	Bileşik Adı	Kristal Yapısı	h	k	l	d (Å)
1	24.452	6620	50.1	$YFeO_3$	Ortorombik	1	1	1	3.63745
2	33.462	10143	76.8	$YFeO_3$	Ortorombik	2	0	0	2.67578
3	35.956	9677	73.2	$YFeO_3$	Ortorombik	1	2	0	2.49568
4	41.185	8713	65.9	$YFeO_3$	Ortorombik	2	0	2	2.19008
5	49.777	10977	83.1	$YFeO_3$	Ortorombik	2	2	1	1.83032
6	54.361	12499	94.6	$YFeO_3$	Ortorombik	3	1	0	1.68632
7	57.865	10896	82.5	$YFeO_3$	Ortorombik	1	3	2	1.59227
8	62.735	12901	97.6	$YFeO_3$	Ortorombik	2	1	4	1.47985
9	64.309	13214	100.0	$YFeO_3$	Ortorombik	3	0	3	1.44739
10	72.198	12493	94.5	$YFeO_3$	Ortorombik	2	3	3	1.30740
11	75.761	12582	95.2	$YFeO_3$	Ortorombik	3	1	4	1.25453

Şekil 5.29'da Katkısız YFO numunesine ait x-ışını kırınım deseni görülmektedir. Hazırlanan numunenin X-ışını kırınım desenleri ayrıntılı olarak değerlendirilmiş, tespit edilen muhtemel fazlar şekil üzerinde belirtilmiştir. Numunelerin kırınım spektrumları backgroundları indirgenerek incelendiğinde, hazırlanan nano yapılı YFO numunesinin polikristal yapıda olduğu, pik şiddetleri ve genişlikleri arasında ise farklılıkların olduğu görülmektedir. Şiddetleri büyük ve genişlikleri dar olan piklerde kristalleşmenin iyi, şiddetleri küçük ve genişlikleri büyük olan piklerde ise kristalleşmenin iyi olmadığı görülmektedir.

Katkısız YFO numunesindeki kristal atomları (200), (120) ve (310) düzlemlerinde tercihli yönelime sahiptir. Ancak en yüksek pik şiddeti (200) düzlemine ait olduğu için bu düzlemin tercihli yönelimi daha baskındır. En yüksek pik şiddetine sahip olan $2\theta=33{,}462°$ deki (200) düzlemine ait düzlemler arası mesafe d=0,2675 nm, maksimum pikin yarı pik genişliği (FWHM) ise 0.304 olarak ölçülmüştür. Bu değerin Radyan cinsinden karşılığı yardımıyla Debye–Scherrer formülünden kristal boyutu 27,3 nm olarak hesaplanmıştır.



Şekil 5.30. Grafen oksit katkılı YFO20 numunesinin X-ışını kırınımı analiz sonuçları

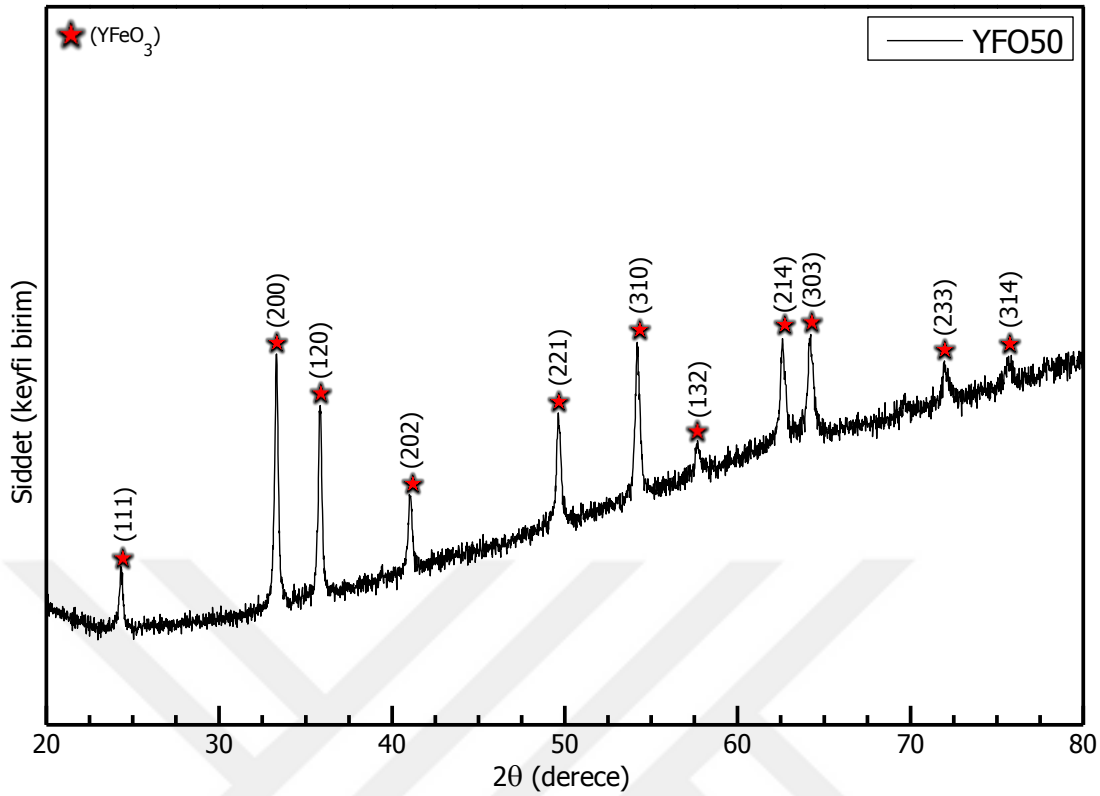
Tablo 5.14. Grafen oksit katkılı YFO20 numunesine ait kristal yapı parametreleri

Pik No	2 θ (Derece)	Pik Şiddeti (sayım)	PikŞiddeti (%)	Bileşik Adı	Kristal Yapısı	h	k	l	d (Å)
1	24.443	5781	54.6	$YFeO_3$	Ortorombik	1	1	1	3.63883
2	33.484	7667	72.5	$YFeO_3$	Ortorombik	2	0	0	2.67406
3	35.992	7513	71.0	$YFeO_3$	Ortorombik	1	2	0	2.49330
4	41.219	7002	66.2	$YFeO_3$	Ortorombik	2	0	2	2.18837
5	49.773	8437	79.7	$YFeO_3$	Ortorombik	2	2	1	1.83046
6	54.380	9440	89.2	$YFeO_3$	Ortorombik	3	1	0	1.68577
7	57.855	8587	81.2	$YFeO_3$	Ortorombik	1	3	2	1.59251
8	62.734	10130	95.7	$YFeO_3$	Ortorombik	2	1	4	1.47988
9	64.353	10475	99.0	$YFeO_3$	Ortorombik	3	0	3	1.44649
10	72.165	10168	96.1	$YFeO_3$	Ortorombik	2	3	3	1.30792
11	75.819	10365	98.0	$YFeO_3$	Ortorombik	3	1	4	1.25371

Şekil 5.30'da Grafen oksit katkılı YFO20 numunesine ait x-ışını kırınım deseni görülmektedir. Hazırlanan numunenin X-ışını kırınım desenleri ayrıntılı olarak değerlendirilmiş, tespit edilen muhtemel fazlar şekil üzerinde belirtilmiştir. Numunelerin kırınım spektrumları backgroundları indirgenerek incelendiğinde, hazırlanan nano yapılı YFO20 numunesinin polikristal yapıda olduğu, pik şiddetleri ve genişlikleri arasında ise farklılıkların olduğu görülmektedir. Şiddetleri büyük ve genişlikleri dar olan piklerde kristalleşmenin iyi, şiddetleri küçük ve genişlikleri büyük olan piklerde ise kristalleşmenin iyi olmadığı görülmektedir.

Grafen oksit katkılı YFO20 numunesindeki kristal atomları (200), (120) ve (310) düzlemlerinde tercihli yönelime sahiptir. Ancak en yüksek pik şiddeti (200) düzlemine ait olduğu için bu düzlemin tercihli yönelimi daha baskındır. En yüksek pik şiddetine sahip olan 2θ=33,484° deki (200) düzlemine ait düzlemler arası mesafe d=0,2674 nm, maksimum pikin yarı pik genişliği (FWHM) ise 0,330 olarak ölçülmüştür. Bu değerin Radyan cinsinden karşılığı yardımıyla Debye–Scherrer formülünden kristal boyutu 25,15 nm olarak hesaplanmıştır.

Burada elde edilen pikler, grafen oksit katkısız YFO numunesi ile karşılaştırıldığında pik şiddetinin azaldığı, yarı pik genişliğinin ise buna bağlı olarak arttığı görülmektedir. Kristal büyüklüğü olarak katkısız YFO tanecikleri ile kıyaslandığında kristal boyutunun azaldığı görülmüştür.



Şekil 5.31. Grafen oksit katkılı YFO50 numunesinin X-ışını kırınımı analiz sonuçları

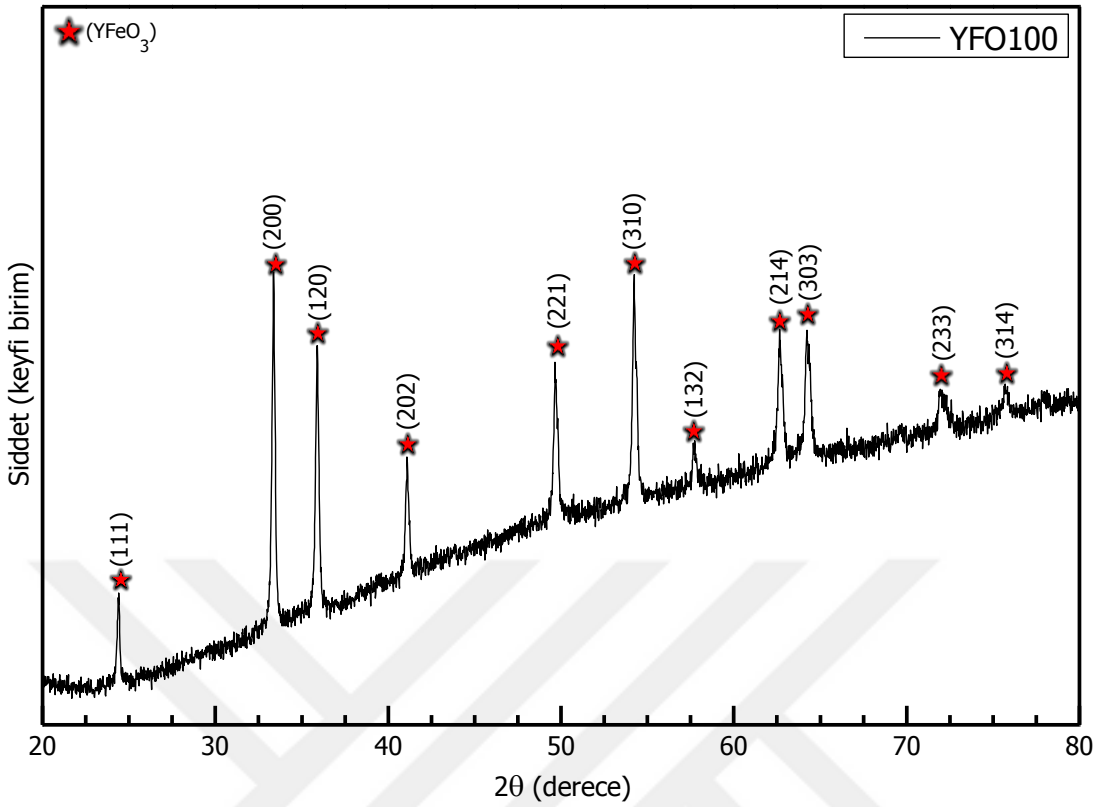
Tablo 5.15. Grafen oksit katkılı YFO50 numunesine ait kristal yapı parametreleri

Pik No	2 θ (Derece)	Pik Şiddeti (sayım)	PikŞiddeti (%)	Bileşik Adı	Kristal Yapısı	h	k	l	d (Å)
1	24.320	7488	65.5	$YFeO_3$	Ortorombik	1	1	1	3.65689
2	33.312	11101	97.1	$YFeO_3$	Ortorombik	2	0	0	2.68751
3	35.839	10224	89.4	$YFeO_3$	Ortorombik	1	2	0	2.50358
4	41.058	8688	76.0	$YFeO_3$	Ortorombik	2	0	2	2.19657
5	49.644	10099	88.3	$YFeO_3$	Ortorombik	2	2	1	1.83493
6	54.215	11296	98.8	$YFeO_3$	Ortorombik	3	1	0	1.69052
7	57.703	9618	84.1	$YFeO_3$	Ortorombik	1	3	2	1.59634
8	62.622	11255	98.4	$YFeO_3$	Ortorombik	2	1	4	1.48225
9	64.220	11435	100.0	$YFeO_3$	Ortorombik	3	0	3	1.44916
10	72.071	10786	94.3	$YFeO_3$	Ortorombik	2	3	3	1.30940
11	75.712	10942	95.7	$YFeO_3$	Ortorombik	3	1	4	1.25522

Şekil 5.31'de grafen oksit katkılı YFO50 numunesine ait x-ışını kırınım deseni görülmektedir. Hazırlanan numunenin X-ışını kırınım desenleri ayrıntılı olarak değerlendirilmiş, tespit edilen muhtemel fazlar şekil üzerinde belirtilmiştir. Numunelerin kırınım spektrumları backgroundları indirgenerek incelendiğinde, hazırlanan nano yapılı YFO50 numunesinin polikristal yapıda olduğu, pik şiddetleri ve genişlikleri arasında ise farklılıkların olduğu görülmektedir. Şiddetleri büyük ve genişlikleri dar olan piklerde kristalleşmenin iyi, şiddetleri küçük ve genişlikleri büyük olan piklerde ise kristalleşmenin iyi olmadığı görülmektedir.

Grafen oksit katkılı YFO50 numunesindeki kristal atomları (200), (120) ve (310) düzlemlerinde tercihli yönelime sahiptir. Ancak en yüksek pik şiddeti (200) düzlemine ait olduğu için bu düzlemin tercihli yönelimi daha baskındır. En yüksek pik şiddetine sahip olan $2\theta=33{,}312°$ deki (200) düzlemine ait düzlemler arası mesafe d=0,2687 nm, maksimum pikin yarı pik genişliği (FWHM) ise 0,225 olarak ölçülmüştür. Bu değerin Radyan cinsinden karşılığı yardımıyla Debye–Scherrer formülünden kristal boyutu 36,87 nm olarak hesaplanmıştır.

Burada elde edilen pikler, grafen oksit katkısız YFO numunesi ile karşılaştırıldığında pik şiddetinin arttığı, yarı pik genişliğinin azaldığı, YFO20 numunesi ile kıyaslandığında ise, yine pik şiddetinin arttığı ve yarı pik genişliğinin ise azaldığı görülmektedir. Kristal büyüklüğü olarak katkısız YFO ve YFO20 tanecikleri ile kıyaslandığında ise her iki numuneye göre kristal boyutunun arttığı görülmüştür.



Şekil 5.32. Grafen oksit katkılı YFO100 numunesinin X-ışını kırınımı analiz sonuçları

Tablo 5.16. Grafen oksit katkılı YFO100 numunesine ait kristal yapı parametreleri

Pik No	2 θ (Derece)	Pik Şiddeti (sayım)	PikŞiddeti (%)	Bileşik Adı	Kristal Yapısı	h	k	l	d (Å)
1	24.378	9301	61.2	$YFeO_3$	Ortorombik	1	1	1	3.64833
2	33.352	15191	100.0	$YFeO_3$	Ortorombik	2	0	0	2.68433
3	35.880	13866	91.3	$YFeO_3$	Ortorombik	1	2	0	2.50079
4	41.092	11849	78.0	$YFeO_3$	Ortorombik	2	0	2	2.19485
5	49.696	13249	87.2	$YFeO_3$	Ortorombik	2	2	1	1.83310
6	54.270	14722	96.9	$YFeO_3$	Ortorombik	3	1	0	1.68891
7	57.765	12058	79.4	$YFeO_3$	Ortorombik	1	3	2	1.59478
8	62.690	13962	91.9	$YFeO_3$	Ortorombik	2	1	4	1.48081
9	64.296	13861	91.2	$YFeO_3$	Ortorombik	3	0	3	1.44764
10	72.072	13019	85.7	$YFeO_3$	Ortorombik	2	3	3	1.30939
11	75.743	13061	86.0	$YFeO_3$	Ortorombik	3	1	4	1.25479

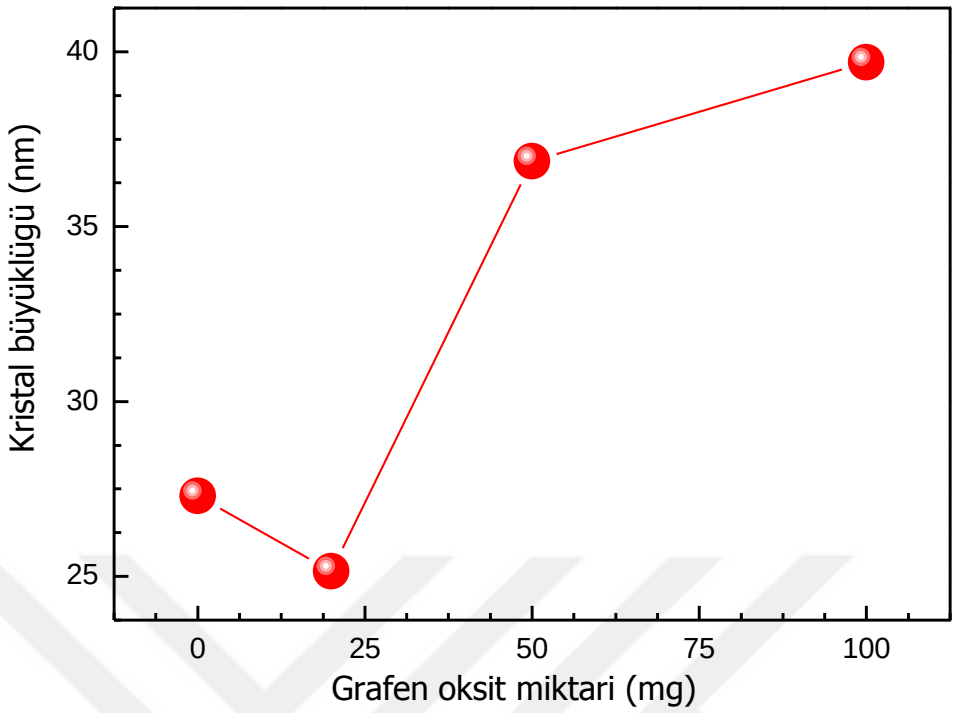
Şekil 5.32'de Grafen oksit katkılı YFO100 numunesine ait x-ışını kırınım deseni görülmektedir. Hazırlanan numunenin X-ışını kırınım desenleri ayrıntılı olarak değerlendirilmiş, tespit edilen muhtemel fazlar şekil üzerinde belirtilmiştir. Numunelerin kırınım spektrumları backgroundları indirgenerek incelendiğinde, hazırlanan nano yapılı YFO100 numunesinin polikristal yapıda olduğu, pik şiddetleri ve genişlikleri arasında ise farklılıkların olduğu görülmektedir. Şiddetleri büyük ve genişlikleri dar olan piklerde kristalleşmenin iyi, şiddetleri küçük ve genişlikleri büyük olan piklerde ise kristalleşmenin iyi olmadığı görülmektedir.

Grafen oksit katkılı YFO100 numunesindeki kristal atomları (200), (120) ve (310) düzlemlerinde tercihli yönelime sahiptir. Ancak en yüksek pik şiddeti (200) düzlemine ait olduğu için bu düzlemin tercihli yönelimi daha baskındır. En yüksek pik şiddetine sahip olan 2θ=33,352° deki (200) düzlemine ait düzlemler arası mesafe d=0,2684 nm, maksimum pikin yarı pik genişliği (FWHM) ise 0,209 olarak ölçülmüştür. Bu değerin Radyan cinsinden karşılığı yardımıyla Debye–Scherrer formülünden kristal boyutu 39,69 nm olarak hesaplanmıştır.

Burada elde edilen pikler, grafen oksit katkısız YFO numunesi ile karşılaştırıldığında pik şiddetinin arttığı ve yarı pik genişliğinin azaldığı, YFO50 numunesi ile kıyaslandığında ise, yine pik şiddetinin arttığı ve yarı pik genişliğinin ise azaldığı görülmektedir. Kristal büyüklüğü olarak katkısız YFO ve YFO50 tanecikleri ile kıyaslandığında ise her iki numuneye göre kristal boyutunun arttığı görülmüştür. Şekil 5.29, 5.30, 5.31 ve 5.32'deki X-ışını kırınım desenlerine ait veriler kullanılarak tüm numuneler için hesaplanan kristal büyüklükleri Tablo 5.17'de sıralanmıştır. YFO serisi numuneler için kristal boyutunun katkı miktarına göre değişimi ise Şekil 5.33'de gösterilmiştir.

Tablo 5.17. YFO serisi numunelerin kristal büyüklükleri

Numune adı	2 θ (°)	FWHM	Kristal Boyutu (nm)	d (nm)
YFO	33,462	0,304	27,30	0,2675
YFO20	33,484	0,330	25,15	0,2674
YFO50	33,312	0,225	36,87	0,2687
YFO100	33,352	0,209	39,69	0,2684

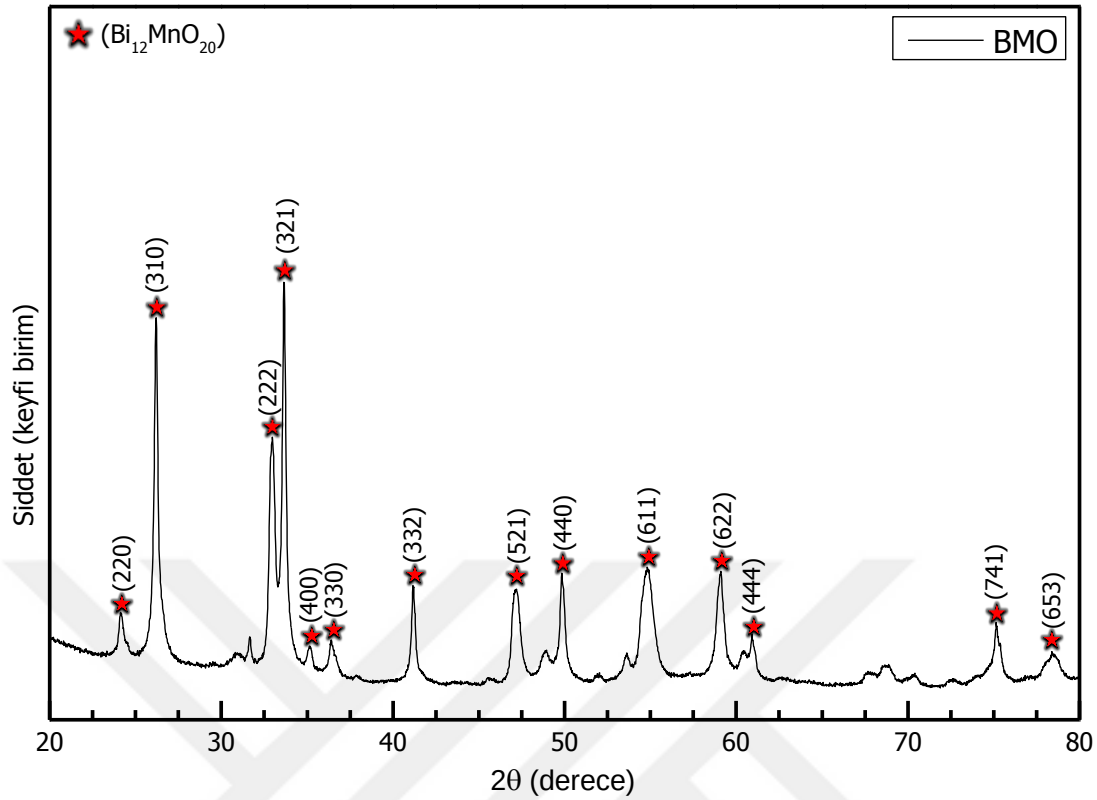


Şekil 5.33. YFO serisi numunelerin kristal büyüklüklerinin katkı oranıyla değişimi

5.2.1.4. BMO Serisi Numunelerin XRD Analizleri

BMO serisi numuneler için yapılan analizler sonucu elde edilen pikler, $Bi_{12}MnO_{20}$ bileşiği için *I23* uzay grubunda, Kübik kristal kafes yapısında örgü sabitleri a=b=c=10,2174 nm olarak hesaplanmış ve JCPDS 00-045-0276 kartı ile desteklenmiştir.

Katkısız ve Grafen oksit katkılı BMO serisi nanokompozitlerin kristal yapıları sırasıyla Şekil 5.34, 5.35, 5.36 ve 5.37'de verilmiştir. Bu yapıların kristal özelliklerine ait 2θ açıları, düzlemlerin Miller İndisleri ve düzlemler arası mesafelerine ait değerler ise Tablo 5.18, 5.19, 5.20 ve 5.21'de gösterilmiştir.



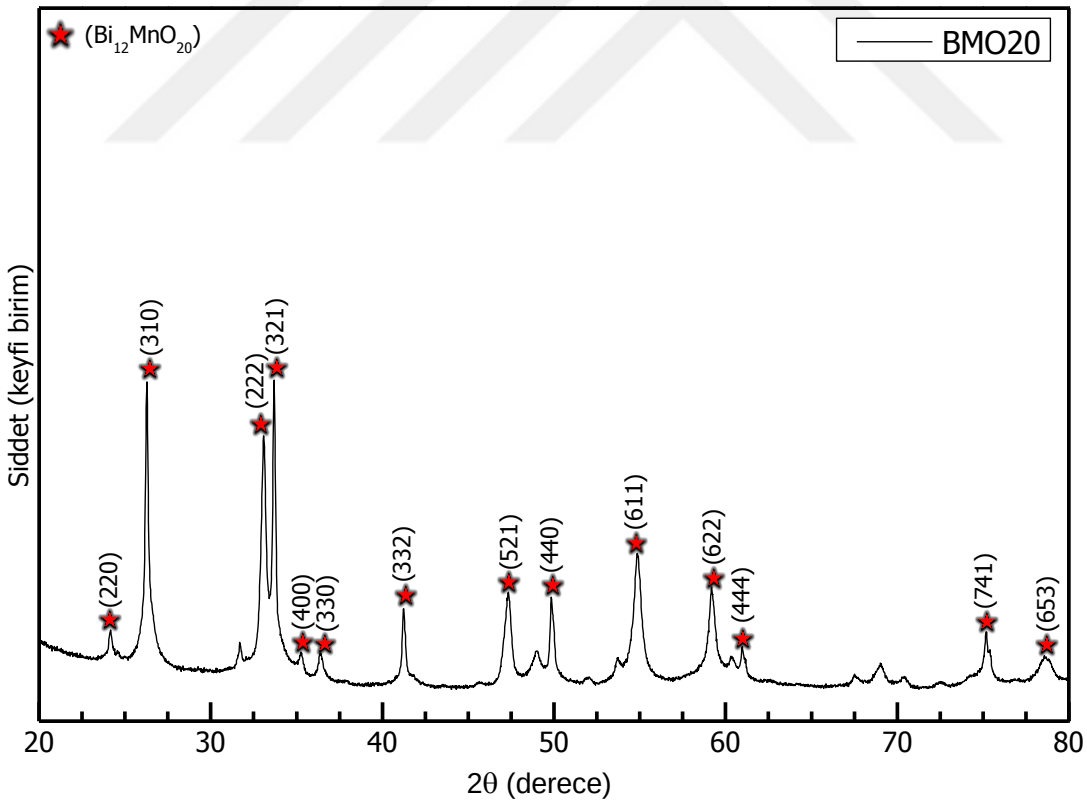
Şekil 5.34. Katkısız BMO numunesinin X-ışını kırınımı analiz sonuçları

Tablo 5.18. Katkısız BMO numunesine ait kristal yapı parametreleri

Pik No	2 θ (Derece)	Pik Şiddeti (sayım)	Pik Şiddeti (%)	Bileşik Adı	Kristal Yapısı	h	k	l	d (Å)
1	24.186	5195	24.2	$Bi_{12}MnO_{20}$	Kübik	2	2	0	3.67682
2	26.198	19726	91.9	$Bi_{12}MnO_{20}$	Kübik	3	1	0	3.39881
3	32.974	13871	64.6	$Bi_{12}MnO_{20}$	Kübik	2	2	2	2.71427
4	33.648	21469	100.0	$Bi_{12}MnO_{20}$	Kübik	3	2	1	2.66138
5	35.139	3620	16.9	$Bi_{12}MnO_{20}$	Kübik	4	0	0	2.55181
6	36.458	3714	17.3	$Bi_{12}MnO_{20}$	Kübik	3	3	0	2.46250
7	41.191	6579	30.6	$Bi_{12}MnO_{20}$	Kübik	3	3	2	2.18977
8	47.165	6404	29.8	$Bi_{12}MnO_{20}$	Kübik	5	2	1	1.92542
9	49.862	7201	33.5	$Bi_{12}MnO_{20}$	Kübik	4	4	0	1.82741
10	54.804	7479	34.8	$Bi_{12}MnO_{20}$	Kübik	6	1	1	1.67371
11	60.904	4209	19.6	$Bi_{12}MnO_{20}$	Kübik	6	2	2	1.51988
12	62.645	2103	9.8	$Bi_{12}MnO_{20}$	Kübik	4	4	4	1.48176
13	75.196	4593	21.4	$Bi_{12}MnO_{20}$	Kübik	7	4	1	1.26254
14	78.476	3202	14.9	$Bi_{12}MnO_{20}$	Kübik	6	5	3	1.21779

Şekil 5.34'te Katkısız BMO numunesine ait x-ışını kırınım deseni görülmektedir. Hazırlanan numunenin X-ışını kırınım desenleri ayrıntılı olarak değerlendirilmiş, tespit edilen muhtemel fazlar şekil üzerinde belirtilmiştir. Numunelerin kırınım spektrumları incelendiğinde, hazırlanan nano yapılı BMO numunesinin polikristal yapıda olduğu, pik şiddetleri ve genişlikleri arasında ise farklılıkların olduğu görülmektedir. Şiddetleri büyük ve genişlikleri dar olan piklerde kristalleşmenin iyi, şiddetleri küçük ve genişlikleri büyük olan piklerde ise kristalleşmenin iyi olmadığı görülmektedir.

Katkısız BMO numunesindeki kristal atomları (310), (222) ve (321) düzlemlerinde tercihli yönelime sahiptir. Ancak en yüksek pik şiddeti (321) düzlemine ait olduğu için bu düzlemin tercihli yönelimi daha baskındır. En yüksek pik şiddetine sahip olan 2θ=33,648° deki (321) düzlemine ait düzlemler arası mesafe d=0,2661 nm, maksimum pikin yarı pik genişliği (FWHM) ise 0.210 olarak ölçülmüştür. Bu değerin Radyan cinsinden karşılığı yardımıyla Debye–Scherrer formülünden kristal boyutu 39,54 nm olarak hesaplanmıştır.



Şekil 5.35. Grafen oksit katkılı BMO20 numunesinin X-ışını kırınımı analiz sonuçları

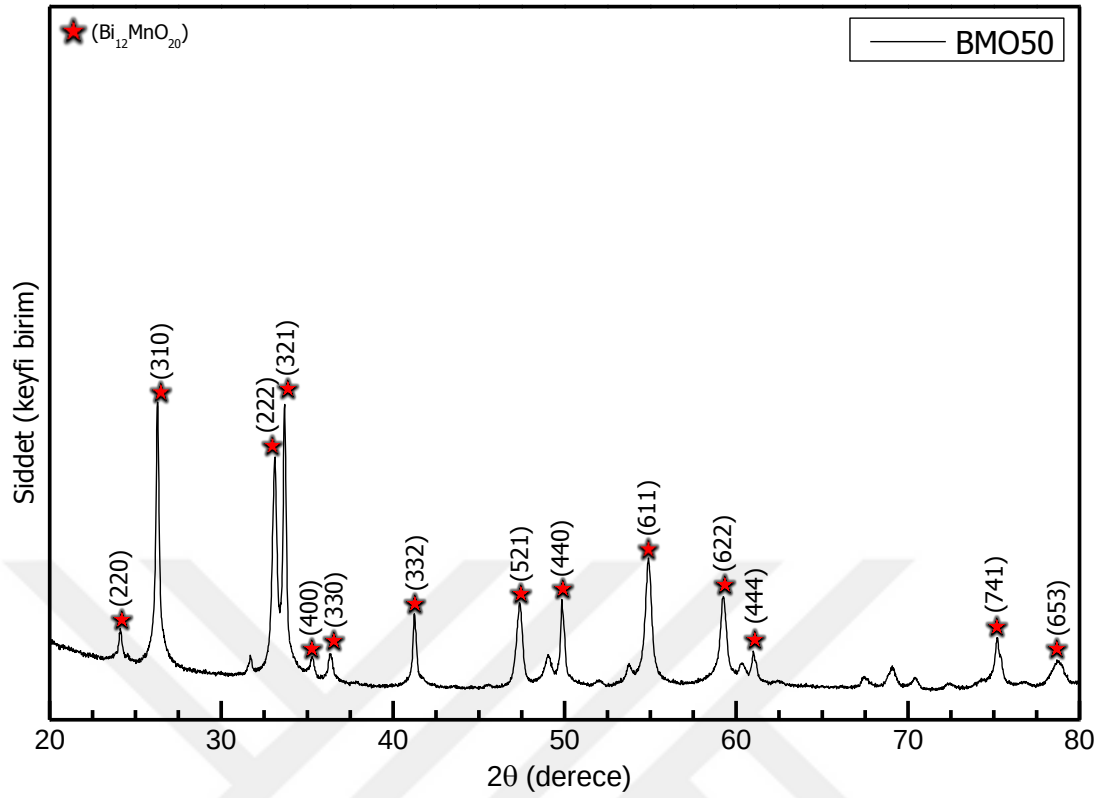
Tablo 5.19. Grafen oksit katkılı BMO20 numunesine ait kristal yapı parametreleri

Pik No	2 θ (Derece)	Pik Şiddeti (sayım)	PikŞiddeti (%)	Bileşik Adı	Kristal Yapısı	h	k	l	d (Å)
1	24.168	4474	26.7	$Bi_{12}MnO_{20}$	Kübik	2	2	0	3.67955
2	26.287	16647	99.5	$Bi_{12}MnO_{20}$	Kübik	3	1	0	3.38756
3	33.079	14001	83.6	$Bi_{12}MnO_{20}$	Kübik	2	2	2	2.70590
4	33.685	16739	100.0	$Bi_{12}MnO_{20}$	Kübik	3	2	1	2.65858
5	35.190	3225	19.3	$Bi_{12}MnO_{20}$	Kübik	4	0	0	2.54827
6	36.421	3339	19.9	$Bi_{12}MnO_{20}$	Kübik	3	3	0	2.46486
7	41.262	5510	32.9	$Bi_{12}MnO_{20}$	Kübik	3	3	2	2.18621
8	47.320	6271	37.5	$Bi_{12}MnO_{20}$	Kübik	5	2	1	1.91948
9	49.896	5912	35.3	$Bi_{12}MnO_{20}$	Kübik	4	4	0	1.82623
10	54.866	8225	49.1	$Bi_{12}MnO_{20}$	Kübik	6	1	1	1.67199
11	59.204	6577	39.3	$Bi_{12}MnO_{20}$	Kübik	6	2	2	1.55941
12	60.982	3654	21.8	$Bi_{12}MnO_{20}$	Kübik	4	4	4	1.51813
13	75.230	4376	26.1	$Bi_{12}MnO_{20}$	Kübik	7	4	1	1.26205
14	78.657	3144	18.8	$Bi_{12}MnO_{20}$	Kübik	6	5	3	1.21543

Şekil 5.35'te grafen oksit katkılı BMO20 numunesine ait x-ışını kırınım deseni görülmektedir. Hazırlanan numunenin X-ışını kırınım desenleri ayrıntılı olarak değerlendirilmiş, tespit edilen muhtemel fazlar şekil üzerinde belirtilmiştir. Numunelerin kırınım spektrumları incelendiğinde, hazırlanan nano yapılı BMO20 numunesinin polikristal yapıda olduğu, pik şiddetleri ve genişlikleri arasında ise farklılıkların olduğu görülmektedir. Şiddetleri büyük ve genişlikleri dar olan piklerde kristalleşmenin iyi, şiddetleri küçük ve genişlikleri büyük olan piklerde ise kristalleşmenin iyi olmadığı görülmektedir.

Grafen oksit katkılı BMO20 numunesindeki kristal atomları (310), (222) ve (321) düzlemlerinde tercihli yönelime sahiptir. Ancak en yüksek pik şiddeti (321) düzlemine ait olduğu için bu düzlemin tercihli yönelimi daha baskındır. En yüksek pik şiddetine sahip olan 2θ=33,685° deki (321) düzlemine ait düzlemler arası mesafe d=0,2658 nm, maksimum pikin yarı pik genişliği (FWHM) ise 0,173 olarak ölçülmüştür. Bu değerin Radyan cinsinden karşılığı yardımıyla Debye–Scherrer formülünden kristal boyutu 48 nm olarak hesaplanmıştır.

Burada elde edilen pikler, grafen oksit katkısız BMO numunesi ile karşılaştırıldığında pik şiddetinin ve yarı pik genişliğinin azaldığı görülmektedir. Kristal büyüklüğü olarak katkısız BMO tanecikleri ile kıyaslandığında kristal boyutunun arttığı görülmüştür.



Şekil 5.36. Grafen oksit katkılı BMO50 numunesinin X-ışını kırınımı analiz sonuçları

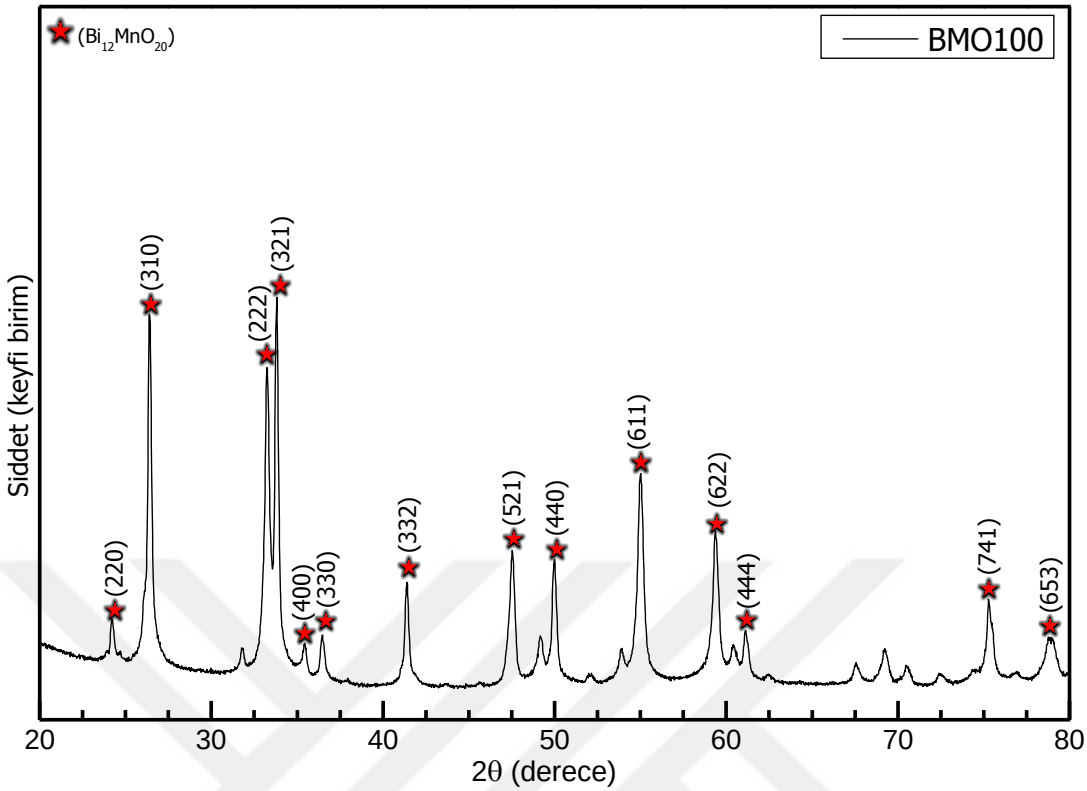
Tablo 5.20. Grafen oksit katkılı BMO50 numunesine ait kristal yapı parametreleri

Pik No	2 θ (Derece)	Pik Şiddeti (sayım)	PikŞiddeti (%)	Bileşik Adı	Kristal Yapısı	h	k	l	d (Å)
1	24.112	4473	28.7	$Bi_{12}MnO_{20}$	Kübik	2	2	0	3.68792
2	26.282	15589	100.0	$Bi_{12}MnO_{20}$	Kübik	3	1	0	3.38824
3	33.105	12906	82.8	$Bi_{12}MnO_{20}$	Kübik	2	2	2	2.70380
4	33.705	15475	99.3	$Bi_{12}MnO_{20}$	Kübik	3	2	1	2.65701
5	35.255	3084	19.8	$Bi_{12}MnO_{20}$	Kübik	4	0	0	2.54367
6	36.351	3211	20.6	$Bi_{12}MnO_{20}$	Kübik	3	3	0	2.46949
7	41.262	5202	33.4	$Bi_{12}MnO_{20}$	Kübik	3	3	2	2.18618
8	47.377	5746	36.9	$Bi_{12}MnO_{20}$	Kübik	5	2	1	1.91728
9	49.870	5786	37.1	$Bi_{12}MnO_{20}$	Kübik	4	4	0	1.82711
10	54.882	7933	50.9	$Bi_{12}MnO_{20}$	Kübik	6	1	1	1.67154
11	59.261	6030	38.7	$Bi_{12}MnO_{20}$	Kübik	6	2	2	1.55805
12	61.014	3366	21.6	$Bi_{12}MnO_{20}$	Kübik	4	4	4	1.51741
13	75.236	4027	25.8	$Bi_{12}MnO_{20}$	Kübik	7	4	1	1.26197
14	78.765	2893	13.2	$Bi_{12}MnO_{20}$	Kübik	6	5	3	1.21403

Şekil 5.36'da grafen oksit katkılı BMO50 numunesine ait x-ışını kırınım deseni görülmektedir. Hazırlanan numunenin X-ışını kırınım desenleri ayrıntılı olarak değerlendirilmiş, tespit edilen muhtemel fazlar şekil üzerinde belirtilmiştir. Numunelerin kırınım spektrumları backgroundları indirgenerek incelendiğinde, hazırlanan nano yapılı BMO50 numunesinin polikristal yapıda olduğu, pik şiddetleri ve genişlikleri arasında ise farklılıkların olduğu görülmektedir. Şiddetleri büyük ve genişlikleri dar olan piklerde kristalleşmenin iyi, şiddetleri küçük ve genişlikleri büyük olan piklerde ise kristalleşmenin iyi olmadığı görülmektedir.

Grafen oksit katkılı BMO50 numunesindeki kristal atomları (310), (222) ve (321) düzlemlerinde tercihli yönelime sahiptir. Ancak en yüksek pik şiddeti (310) düzlemine ait olduğu için bu düzlemin tercihli yönelimi daha baskındır. En yüksek pik şiddetine sahip olan $2\theta=26{,}282°$ deki (310) düzlemine ait düzlemler arası mesafe d=0,3388 nm, maksimum pikin yarı pik genişliği (FWHM) ise 0,212 olarak ölçülmüştür. Bu değerin Radyan cinsinden karşılığı yardımıyla Debye–Scherrer formülünden kristal boyutu 38,5 nm olarak hesaplanmıştır.

Burada elde edilen pikler, grafen oksit katkısız BMO numunesi ile karşılaştırıldığında pik şiddetinin azaldığı, yarı pik genişliğinin arttığı, BMO20 numunesi ile kıyaslandığında ise, pik şiddetinin azaldığı ve yarı pik genişliğinin ise arttığı görülmektedir. Kristal büyüklüğü olarak katkısız BMO ve BMO20 tanecikleri ile kıyaslandığında ise her iki numuneye göre kristal boyutunun azaldığı görülmüştür.



Şekil 5.37. Grafen oksit katkılı BMO100 numunesinin X-ışını kırınımı analiz sonuçları

Tablo 5.21. Grafen oksit katkılı BMO100 numunesine ait kristal yapı parametreleri

Pik No	2 θ (Derece)	Pik Şiddeti (sayım)	PikŞiddeti (%)	Bileşik Adı	Kristal Yapısı	h	k	l	d (Å)
1	24.223	4947	23.9	$Bi_{12}MnO_{20}$	Kübik	2	2	0	3.67128
2	26.410	19910	96.0	$Bi_{12}MnO_{20}$	Kübik	3	1	0	3.37207
3	33.235	17280	83.3	$Bi_{12}MnO_{20}$	Kübik	2	2	2	2.69352
4	33.809	20734	100.0	$Bi_{12}MnO_{20}$	Kübik	3	2	1	2.64910
5	35.392	3694	17.8	$Bi_{12}MnO_{20}$	Kübik	4	0	0	2.53417
6	36.470	4160	20.1	$Bi_{12}MnO_{20}$	Kübik	3	3	0	2.46168
7	41.396	6753	32.6	$Bi_{12}MnO_{20}$	Kübik	3	3	2	2.17941
8	47.514	8298	40.0	$Bi_{12}MnO_{20}$	Kübik	5	2	1	1.91210
9	49.994	7882	38.0	$Bi_{12}MnO_{20}$	Kübik	4	4	0	1.82289
10	55.010	12081	58.3	$Bi_{12}MnO_{20}$	Kübik	6	1	1	1.66793
11	59.388	9231	44.5	$Bi_{12}MnO_{20}$	Kübik	6	2	2	1.55501
12	61.140	4398	21.2	$Bi_{12}MnO_{20}$	Kübik	4	4	4	1.51459
13	75.355	5507	26.6	$Bi_{12}MnO_{20}$	Kübik	7	4	1	1.26027
14	78.901	4041	19.5	$Bi_{12}MnO_{20}$	Kübik	6	5	3	1.21229

Şekil 5.37'de grafen oksit katkılı BMO100 numunesine ait x-ışını kırınım deseni görülmektedir. Hazırlanan numunenin X-ışını kırınım desenleri ayrıntılı olarak değerlendirilmiş, tespit edilen muhtemel fazlar şekil üzerinde belirtilmiştir. Numunelerin kırınım spektrumları incelendiğinde, hazırlanan nano yapılı BMO100 numunesinin polikristal yapıda olduğu, pik şiddetleri ve genişlikleri arasında ise farklılıkların olduğu görülmektedir. Şiddetleri büyük ve genişlikleri dar olan piklerde kristalleşmenin iyi, şiddetleri küçük ve genişlikleri büyük olan piklerde ise kristalleşmenin iyi olmadığı görülmektedir.

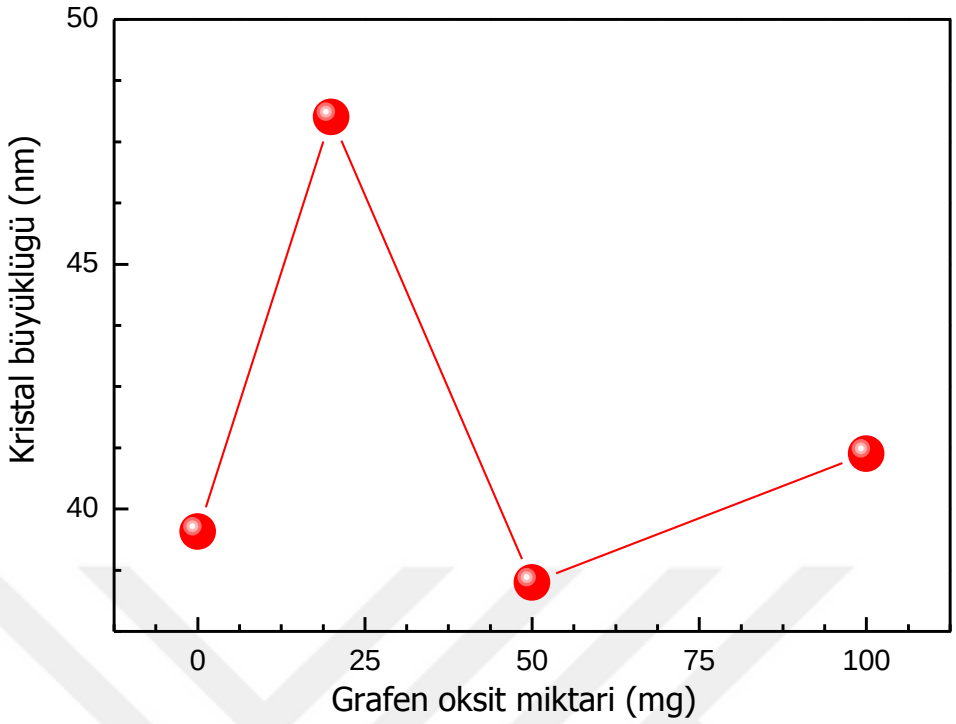
Grafen oksit katkılı BMO100 numunesindeki kristal atomları (310), (222) ve (321) düzlemlerinde tercihli yönelime sahiptir. Ancak en yüksek pik şiddeti (321) düzlemine ait olduğu için bu düzlemin tercihli yönelimi daha baskındır. En yüksek pik şiddetine sahip olan 2θ=33,809° deki (321) düzlemine ait düzlemler arası mesafe d=0,2649 nm, maksimum pikin yarı pik genişliği (FWHM) ise 0,209 olarak ölçülmüştür. Bu değerin Radyan cinsinden karşılığı yardımıyla Debye–Scherrer formülünden kristal boyutu 41,12 nm olarak hesaplanmıştır.

Burada elde edilen pikler, grafen oksit katkısız BMO numunesi ile karşılaştırıldığında pik şiddetinin arttığı ve yarı pik genişliğinin azaldığı, BMO50 numunesi ile kıyaslandığında ise, yine pik şiddetinin arttığı ve yarı pik genişliğinin ise azaldığı görülmektedir. Kristal büyüklüğü olarak katkısız BMO ve BMO50 tanecikleri ile kıyaslandığında kristal boyutunun ise her iki numuneye göre arttığı görülmüştür.

Şekil 5.34, 5.35, 5.36 ve 5.37'deki x-ışını kırınım desenlerine ait veriler kullanılarak tüm numuneler için hesaplanan kristal büyüklükleri Tablo 5.22'de sıralanmıştır. BMO serisi numuneler için kristal boyutunun katkı miktarına göre değişimi ise Şekil 5.38'de gösterilmiştir.

Tablo 5.22. BMO serisi numunelerin kristal büyüklükleri

Numune adı	2 θ (°)	FWHM	Kristal Boyutu (nm)	d (nm)
BMO	33,648	0,210	39,54	0,2661
BMO20	33,685	0,173	48	0,2658
BMO50	26,282	0,212	38,5	0,3388
BMO100	33,809	0,202	41,12	0,2649

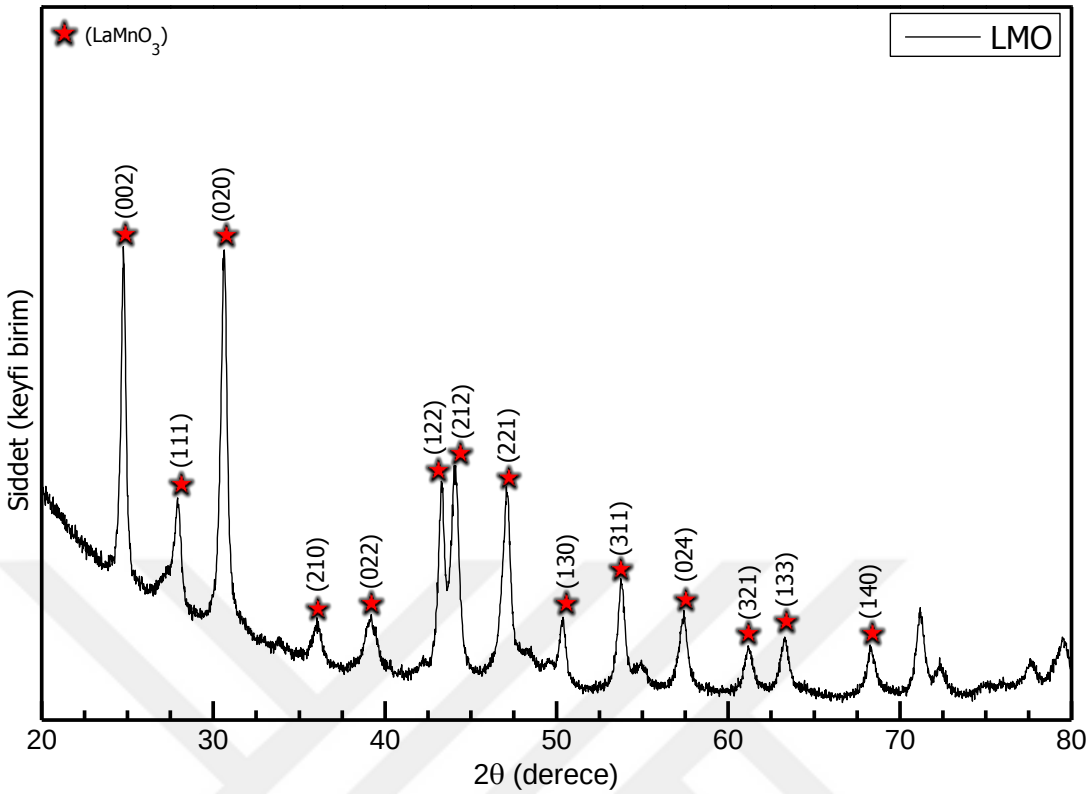


Şekil 5.38. BMO serisi numunelerin kristal büyüklüklerinin katkı oranıyla değişimi

5.2.1.5. LMO Serisi Numunelerin XRD Analizleri

LMO serisi numuneler için yapılan analizler sonucu elde edilen pikler, $LaMnO_3$ bileşiği için *Pbnm* uzay grubunda, Ortorombik kristal kafes yapısında örgü sabitleri a=5,5328, b=5,7031 ve c=7,6953 nm olarak hesaplanmış ve JCPDS 01-072-7933 kartı ile desteklenmiştir.

Katkısız ve grafen oksit katkılı LMO serisi nanokompozitlerin kristal yapıları sırasıyla, Şekil 5.39, 5.40, 5.41 ve 5.42'de gösterilmiştir. Bu yapıların kristal özelliklerine ait 2θ açıları, düzlemlerin Miller İndisleri ve düzlemler arası mesafelerine ait değerler ise Tablo 5.23, 5.24, 5.25 ve 5.26'da verilmiştir.



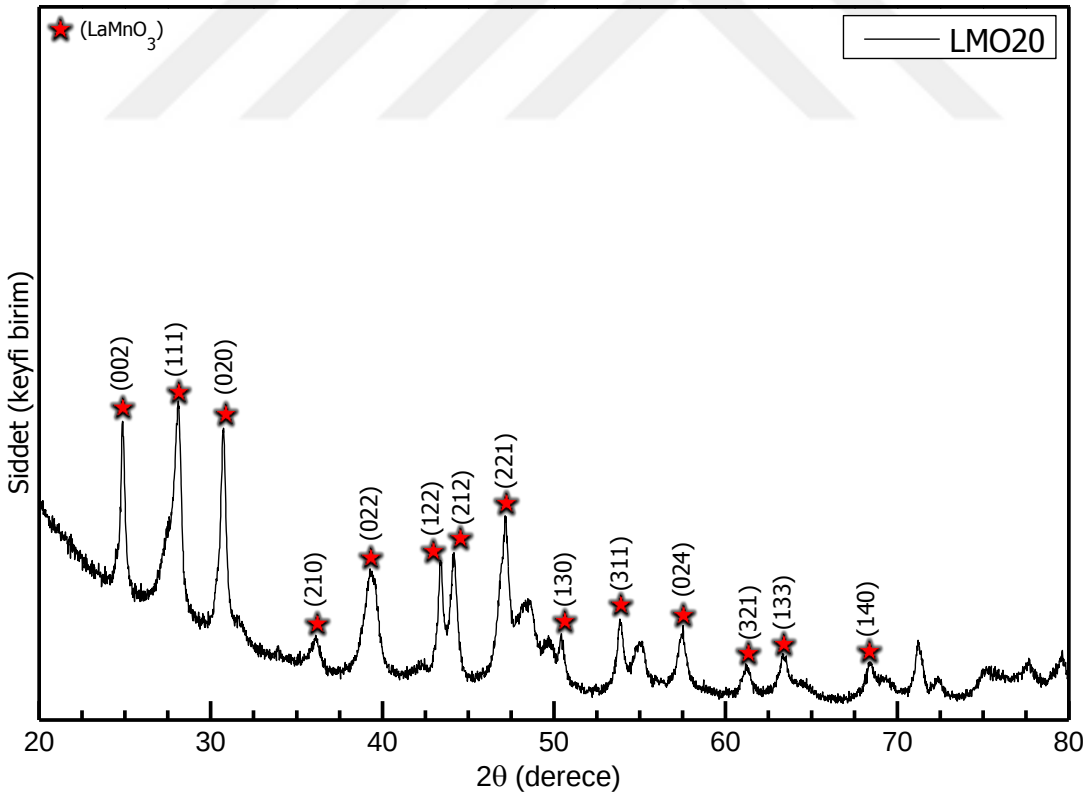
Şekil 5.39. Katkısız LMO numunesinin X-ışını kırınımı analiz sonuçları

Tablo 5.23. Katkısız LMO numunesine ait kristal yapı parametreleri

Pik No	2 θ (Derece)	Pik Şiddeti (sayım)	PikŞiddeti (%)	Bileşik Adı	Kristal Yapısı	h	k	l	d (Å)
1	24.758	6889	100.0	$LaMnO_3$	Ortorombik	0	0	2	3.59324
2	27.905	3630	52.7	$LaMnO_3$	Ortorombik	1	1	1	3.19473
3	30.625	6847	99.4	$LaMnO_3$	Ortorombik	0	2	0	2.91689
4	36.026	2079	30.2	$LaMnO_3$	Ortorombik	2	1	0	2.49099
5	39.160	2082	30.2	$LaMnO_3$	Ortorombik	0	2	2	2.29855
6	43.309	3845	55.8	$LaMnO_3$	Ortorombik	1	2	2	2.08748
7	44.075	3988	57.9	$LaMnO_3$	Ortorombik	2	1	2	2.05297
8	47.094	3774	54.8	$LaMnO_3$	Ortorombik	2	2	1	1.92816
9	50.328	2044	29.7	$LaMnO_3$	Ortorombik	1	3	0	1.81157
10	53.782	2542	36.9	$LaMnO_3$	Ortorombik	3	1	1	1.70309
11	57.385	2171	31.5	$LaMnO_3$	Ortorombik	0	2	4	1.60442
12	61.191	1712	24.9	$LaMnO_3$	Ortorombik	3	2	1	1.51344
13	63.285	1826	26.5	$LaMnO_3$	Ortorombik	1	3	3	1.46830
14	68.335	1676	24.3	$LaMnO_3$	Ortorombik	1	4	0	1.37159

Şekil 5.39'da katkısız LMO numunesine ait x-ışını kırınım deseni görülmektedir. Hazırlanan numunenin X-ışını kırınım desenleri ayrıntılı olarak değerlendirilmiş, tespit edilen muhtemel fazlar şekil üzerinde belirtilmiştir. Numunelerin kırınım spektrumları incelendiğinde, hazırlanan nano yapılı LMO numunesinin polikristal yapıda olduğu, pik şiddetleri ve genişlikleri arasında ise farklılıkların olduğu görülmektedir. Şiddetleri büyük ve genişlikleri dar olan piklerde kristalleşmenin iyi, şiddetleri küçük ve genişlikleri büyük olan piklerde ise kristalleşmenin iyi olmadığı görülmektedir.

Katkısız LMO numunesindeki kristal atomları (002), (020) ve (212) düzlemlerinde tercihli yönelime sahiptir. Ancak en yüksek pik şiddeti (002) düzlemine ait olduğu için bu düzlemin tercihli yönelimi daha baskındır. En yüksek pik şiddetine sahip olan 2θ=24,758° deki (002) düzlemine ait düzlemler arası mesafe d=0,3593 nm, maksimum pikin yarı pik genişliği (FWHM) ise 0.316 olarak ölçülmüştür. Bu değerin Radyan cinsinden karşılığı yardımıyla Debye–Scherrer formülünden kristal boyutu 25,75 nm olarak hesaplanmıştır.



Şekil 5.40. Grafen oksit katkılı LMO20 numunesinin X-ışını kırınımı analiz sonuçları

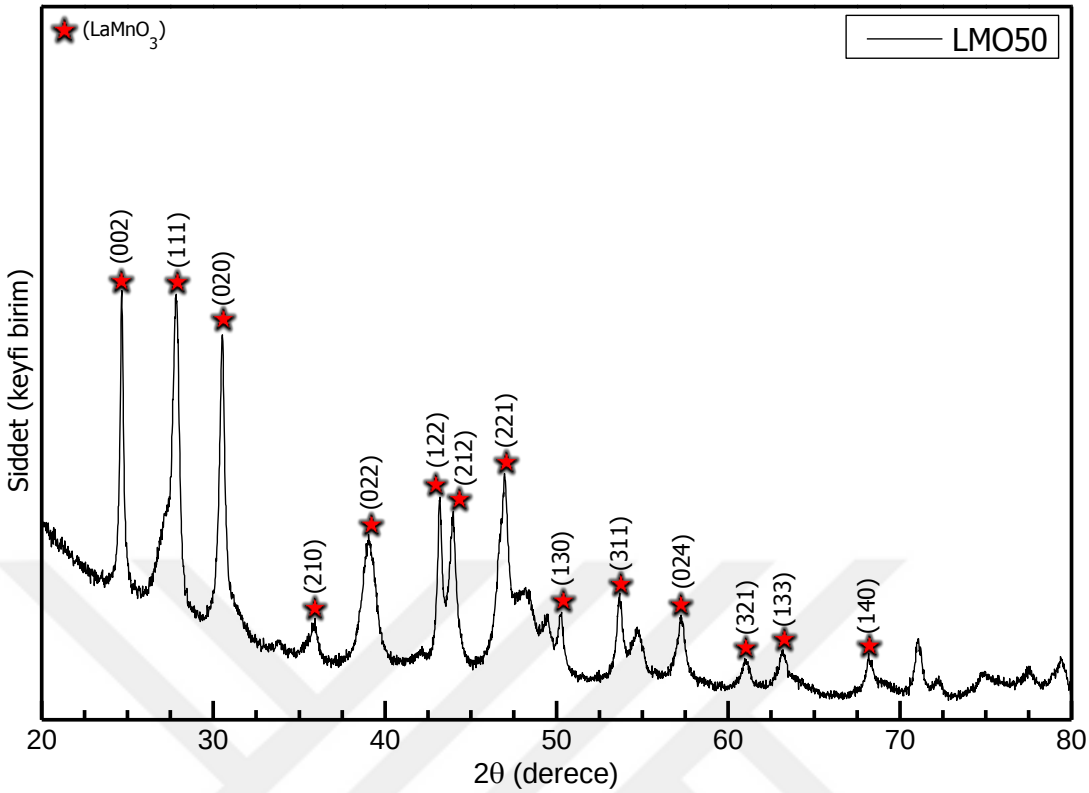
Tablo 5.24. Grafen oksit katkılı LMO20 numunesine ait kristal yapı parametreleri

Pik No	2 θ (Derece)	Pik Şiddeti (sayım)	PikŞiddeti (%)	Bileşik Adı	Kristal Yapısı	h	k	l	d (Å)
1	24.871	4625	95.6	$LaMnO_3$	Ortorombik	0	0	2	3.57709
2	28.060	4836	100.0	$LaMnO_3$	Ortorombik	1	1	1	3.17740
3	30.716	4512	93.3	$LaMnO_3$	Ortorombik	0	2	0	2.90842
4	36.080	1808	37.4	$LaMnO_3$	Ortorombik	2	1	0	2.48743
5	39.371	2683	55.5	$LaMnO_3$	Ortorombik	0	2	2	2.28674
6	43.403	2817	58.3	$LaMnO_3$	Ortorombik	1	2	2	2.08318
7	44.148	2901	60.0	$LaMnO_3$	Ortorombik	2	1	2	2.04973
8	47.135	3400	70.3	$LaMnO_3$	Ortorombik	2	2	1	1.92656
9	50.412	1837	38.0	$LaMnO_3$	Ortorombik	1	3	0	1.80875
10	53.879	2008	41.5	$LaMnO_3$	Ortorombik	3	1	1	1.70025
11	57.469	1866	38.6	$LaMnO_3$	Ortorombik	0	2	4	1.60227
12	61.206	1431	29.6	$LaMnO_3$	Ortorombik	3	2	1	1.51310
13	63.384	1603	33.1	$LaMnO_3$	Ortorombik	1	3	3	1.46626
14	68.434	1501	31.0	$LaMnO_3$	Ortorombik	1	4	0	1.36985

Şekil 5.40'ta grafen oksit katkılı LMO20 numunesine ait x-ışını kırınım deseni görülmektedir. Hazırlanan numunenin X-ışını kırınım desenleri ayrıntılı olarak değerlendirilmiş, tespit edilen muhtemel fazlar şekil üzerinde belirtilmiştir. Numunelerin kırınım spektrumları incelendiğinde, hazırlanan nano yapılı LMO20 numunesinin polikristal yapıda olduğu, pik şiddetleri ve genişlikleri arasında ise farklılıkların olduğu görülmektedir. Şiddetleri büyük ve genişlikleri dar olan piklerde kristalleşmenin iyi, şiddetleri küçük ve genişlikleri büyük olan piklerde ise kristalleşmenin iyi olmadığı görülmektedir.

Grafen oksit katkılı LMO20 numunesindeki kristal atomları (002), (111) ve (020) düzlemlerinde tercihli yönelime sahiptir. Ancak en yüksek pik şiddeti (111) düzlemine ait olduğu için bu düzlemin tercihli yönelimi daha baskındır. En yüksek pik şiddetine sahip olan 2θ=28,060° deki (111) düzlemine ait düzlemler arası mesafe d=0,3177 nm, maksimum pikin yarı pik genişliği (FWHM) ise 0,543 olarak ölçülmüştür. Bu değerin Radyan cinsinden karşılığı yardımıyla Debye–Scherrer formülünden kristal boyutu 15,08 nm olarak hesaplanmıştır.

Burada elde edilen pikler, grafen oksit katkısız LMO numunesi ile karşılaştırıldığında pik şiddetinin azaldığı, yarı pik genişliğinin arttığı görülmektedir. Kristal büyüklüğü olarak katkısız LMO tanecikleri ile kıyaslandığında kristal boyutunun azaldığı görülmüştür.



Şekil 5.41. Grafen oksit katkılı LMO50 numunesinin X-ışını kırınımı analiz sonuçları

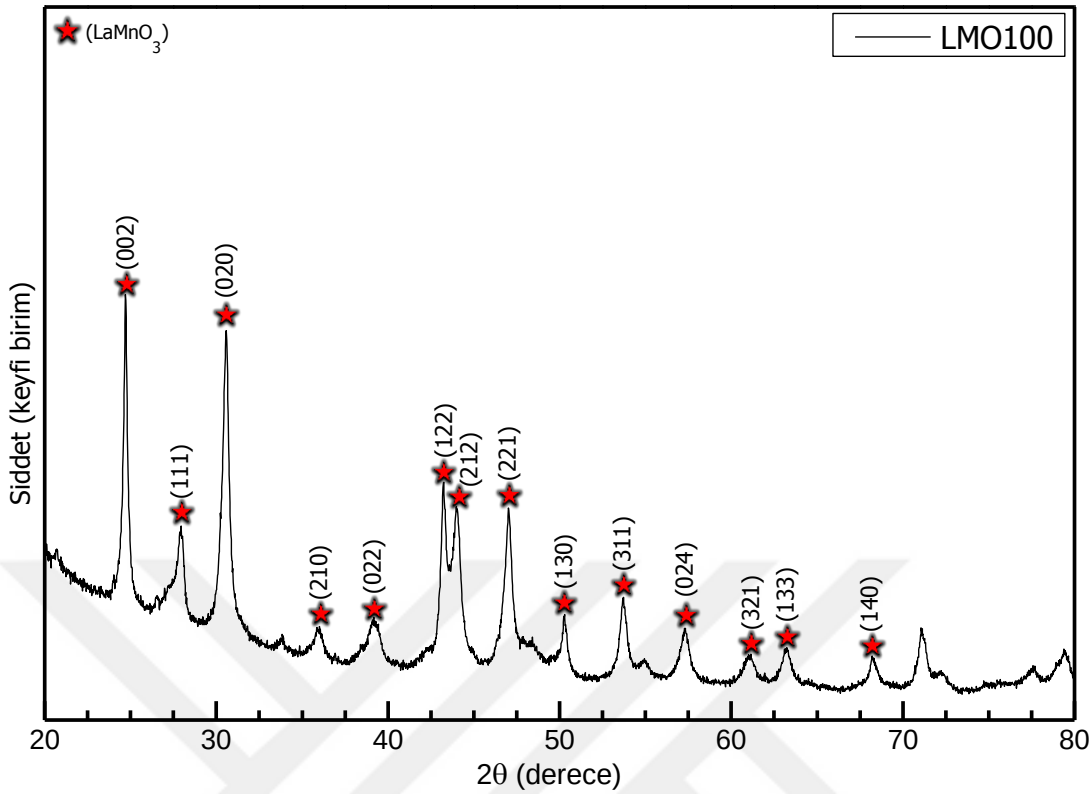
Tablo 5.25. Grafen oksit katkılı LMO50 numunesine ait kristal yapı parametreleri

Pik No	2 θ (Derece)	Pik Şiddeti (sayım)	PikŞiddeti (%)	Bileşik Adı	Kristal Yapısı	h	k	l	d (Å)
1	24.659	7580	100.0	$LaMnO_3$	Ortorombik	0	0	2	3.60745
2	27.813	7525	99.3	$LaMnO_3$	Ortorombik	1	1	1	3.20503
3	30.506	6889	90.9	$LaMnO_3$	Ortorombik	0	2	0	2.92801
4	35.837	2402	31.7	$LaMnO_3$	Ortorombik	2	1	0	2.50371
5	39.072	3783	49.9	$LaMnO_3$	Ortorombik	0	2	2	2.30356
6	43.208	4368	57.6	$LaMnO_3$	Ortorombik	1	2	2	2.09213
7	43.934	4047	53.4	$LaMnO_3$	Ortorombik	2	1	2	2.05924
8	46.933	4734	62.5	$LaMnO_3$	Ortorombik	2	2	1	1.93440
9	50.214	2538	33.5	$LaMnO_3$	Ortorombik	1	3	0	1.81542
10	53.676	2875	37.9	$LaMnO_3$	Ortorombik	3	1	1	1.70620
11	57.250	2527	33.3	$LaMnO_3$	Ortorombik	0	2	4	1.60790
12	61.028	1841	24.3	$LaMnO_3$	Ortorombik	3	2	1	1.51709
13	63.180	1988	26.2	$LaMnO_3$	Ortorombik	1	3	3	1.47050
14	68.250	1822	24.0	$LaMnO_3$	Ortorombik	1	4	0	1.37308

Şekil 5.41'de Grafen oksit katkılı LMO50 numunesine ait x-ışını kırınım deseni görülmektedir. Hazırlanan numunenin X-ışını kırınım desenleri ayrıntılı olarak değerlendirilmiş, tespit edilen muhtemel fazlar şekil üzerinde belirtilmiştir. Numunelerin kırınım spektrumları backgroundları indirgenerek incelendiğinde, hazırlanan nano yapılı LMO50 numunesinin polikristal yapıda olduğu, pik şiddetleri ve genişlikleri arasında ise farklılıkların olduğu görülmektedir. Şiddetleri büyük ve genişlikleri dar olan piklerde kristalleşmenin iyi, şiddetleri küçük ve genişlikleri büyük olan piklerde ise kristalleşmenin iyi olmadığı görülmektedir.

Grafen oksit katkılı LMO50 numunesindeki kristal atomları (002), (111) ve (020) düzlemlerinde tercihli yönelime sahiptir. Ancak en yüksek pik şiddeti (002) düzlemine ait olduğu için bu düzlemin tercihli yönelimi daha baskındır. En yüksek pik şiddetine sahip olan $2\theta=24,659°$ deki (002) düzlemine ait düzlemler arası mesafe d=0,3607 nm, maksimum pikin yarı pik genişliği (FWHM) ise 0,219 olarak ölçülmüştür. Bu değerin Radyan cinsinden karşılığı yardımıyla Debye–Scherrer formülünden kristal boyutu 37,33 nm olarak hesaplanmıştır.

Burada elde edilen pikler, grafen oksit katkısız LMO numunesi ile karşılaştırıldığında pik şiddetinin arttığı, yarı pik genişliğinin azaldığı, LMO20 numunesi ile kıyaslandığında ise, pik şiddetinin arttığı ve yarı pik genişliğinin ise azaldığı görülmektedir. Kristal büyüklüğü olarak kıyaslandığında ise hem katkısız LMO hemde LMO20 numunesine göre arttığı görülmüştür.



Şekil 5.42. Grafen oksit katkılı LMO100 numunesinin X-ışını kırınımı analiz sonuçları

Tablo 5.26. Grafen oksit katkılı LMO100 numunesine ait kristal yapı parametreleri

Pik No	2 θ (Derece)	Pik Şiddeti (sayım)	PikŞiddeti (%)	Bileşik Adı	Kristal Yapısı	h	k	l	d (Å)
1	24.704	9148	100.0	$LaMnO_3$	Ortorombik	0	0	2	3.60088
2	27.899	4321	47.2	$LaMnO_3$	Ortorombik	1	1	1	3.19535
3	30.545	8402	91.8	$LaMnO_3$	Ortorombik	0	2	0	2.92432
4	35.946	2335	25.5	$LaMnO_3$	Ortorombik	2	1	0	2.49636
5	39.202	2515	27.5	$LaMnO_3$	Ortorombik	0	2	2	2.29619
6	43.275	5336	58.3	$LaMnO_3$	Ortorombik	1	2	2	2.08902
7	43.983	4842	52.9	$LaMnO_3$	Ortorombik	2	1	2	2.05706
8	47.018	4813	52.6	$LaMnO_3$	Ortorombik	2	2	1	1.93108
9	50.279	2643	28.9	$LaMnO_3$	Ortorombik	1	3	0	1.81321
10	53.713	2991	32.7	$LaMnO_3$	Ortorombik	3	1	1	1.70511
11	57.303	2366	25.9	$LaMnO_3$	Ortorombik	0	2	4	1.60652
12	61.063	1803	19.7	$LaMnO_3$	Ortorombik	3	2	1	1.51629
13	63.221	1975	21.6	$LaMnO_3$	Ortorombik	1	3	3	1.46965
14	68.276	1768	19.3	$LaMnO_3$	Ortorombik	1	4	0	1.37263

Şekil 5.42'de Grafen oksit katkılı LMO100 numunesine ait x-ışını kırınım deseni görülmektedir. Hazırlanan numunenin X-ışını kırınım desenleri ayrıntılı olarak değerlendirilmiş, tespit edilen muhtemel fazlar şekil üzerinde belirtilmiştir. Numunelerin kırınım spektrumları incelendiğinde, hazırlanan nano yapılı LMO100 numunesinin polikristal yapıda olduğu, pik şiddetleri ve genişlikleri arasında ise farklılıkların olduğu görülmektedir. Şiddetleri büyük ve genişlikleri dar olan piklerde kristalleşmenin iyi, şiddetleri küçük ve genişlikleri büyük olan piklerde ise kristalleşmenin iyi olmadığı görülmektedir.

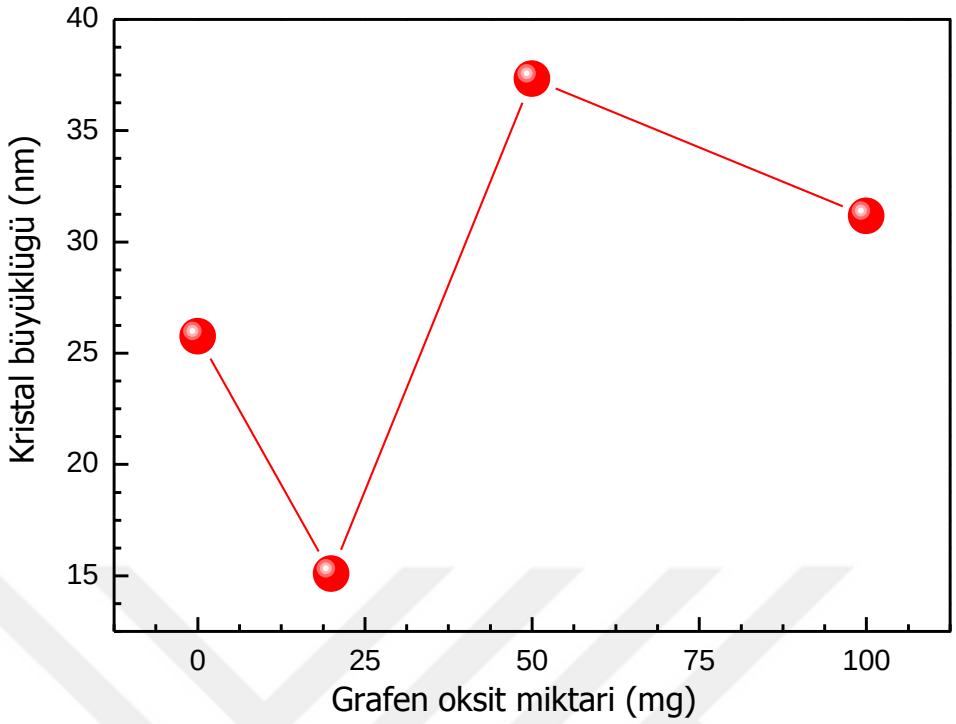
Grafen oksit katkılı LMO100 numunesindeki kristal atomları (002), (020) ve (122) düzlemlerinde tercihli yönelime sahiptir. Ancak en yüksek pik şiddeti (002) düzlemine ait olduğu için bu düzlemin tercihli yönelimi daha baskındır. En yüksek pik şiddetine sahip olan 2θ=24,704° deki (002) düzlemine ait düzlemler arası mesafe d=0,3600 nm, maksimum pikin yarı pik genişliği (FWHM) ise 0,261 olarak ölçülmüştür. Bu değerin Radyan cinsinden karşılığı yardımıyla Debye–Scherrer formülünden kristal boyutu 31,17 nm olarak hesaplanmıştır.

Burada elde edilen pikler, grafen oksit katkısız LMO numunesi ile karşılaştırıldığında pik şiddetinin arttığı ve yarı pik genişliğinin azaldığı, LMO50 numunesi ile kıyaslandığında ise, pik şiddetinin ve yarı pik genişliğinin arttığı görülmektedir. Kristal büyüklüğü olarak katkısız LMO tanecikleri ile kıyaslandığında kristal boyutunun arttığı, LMO50 numunesi ile kıyaslandığında ise azaldığı görülmüştür.

Şekil 5.39, 5.40, 5.41 ve 5.42' deki X-ışını kırınım desenlerine ait veriler kullanılarak tüm numuneler için hesaplanan kristal büyüklükleri Tablo 5.27'de sıralanmıştır. LMO serisi numuneler için kristal boyutunun katkı miktarına göre değişimi ise Şekil 5.43'te gösterilmiştir.

Tablo 5.27. LMO serisi numunelerin kristal büyüklükleri

Numune adı	2 θ (°)	FWHM	Kristal Boyutu (nm)	d (nm)
LMO	24,758	0,316	25,75	0,3593
LMO20	28,060	0,543	15,08	0,3177
LMO50	24,659	0,219	37,33	0,3607
LMO100	24,704	0,261	31,17	0,3600

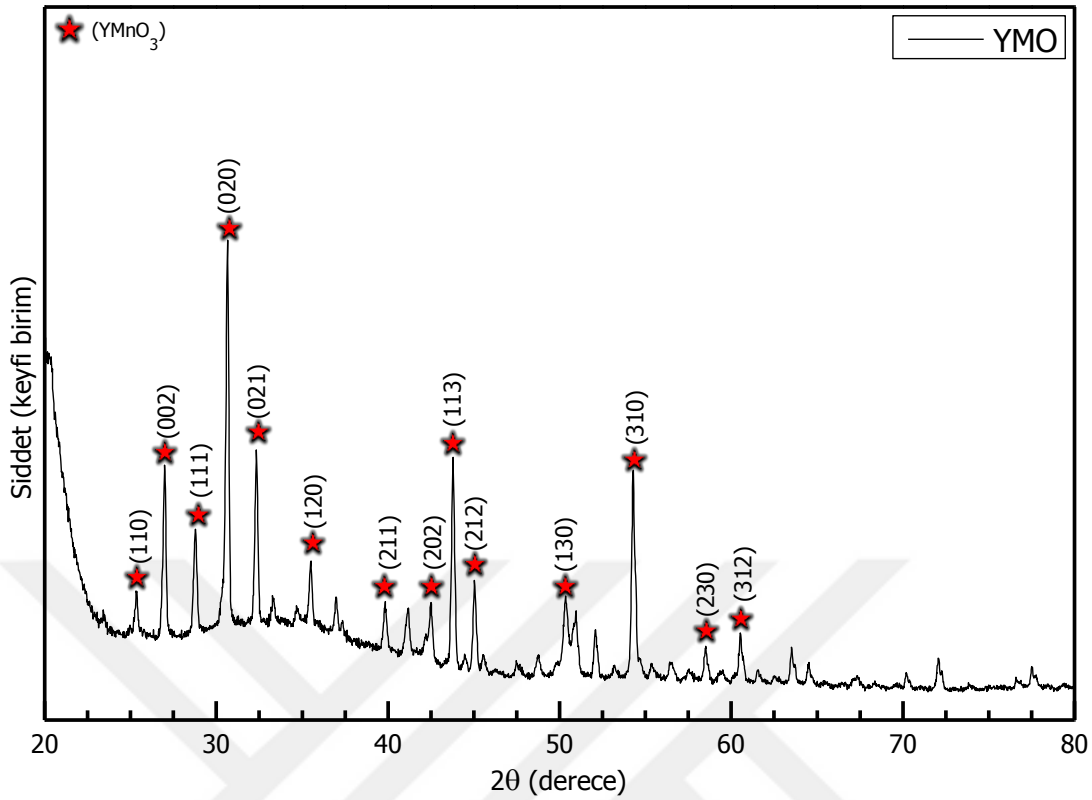


Şekil 5.43. LMO serisi numunelerin kristal büyüklüklerinin katkı oranıyla değişimi

5.2.1.6. YMO Serisi Numunelerin XRD Analizleri

YMO serisi numuneler için yapılan analizler sonucu elde edilen pikler, $YMnO_3$ bileşiği için *Pbnm(62)* uzay grubunda, Ortorombik kristal kafes yapısında örgü sabitleri a=5,2580, b=5,8361 ve c=7,3571 nm olarak hesaplanmış ve JCPDS 01-077-8272 kartı ile desteklenmiştir.

Katkısız ve grafen oksit katkılı YMO serisi nanokompozitlerin kristal yapıları sırasıyla, Şekil 5.44, 5.45, 5.46 ve 5.47'de verilmiştir. Bu yapıların kristal özelliklerine ait 2θ açıları, düzlemlerin Miller İndisleri ve düzlemler arası mesafelerine ait değerler ise, Tablo 5.28, 5.29, 5.30 ve 5.31'de verilmiştir.



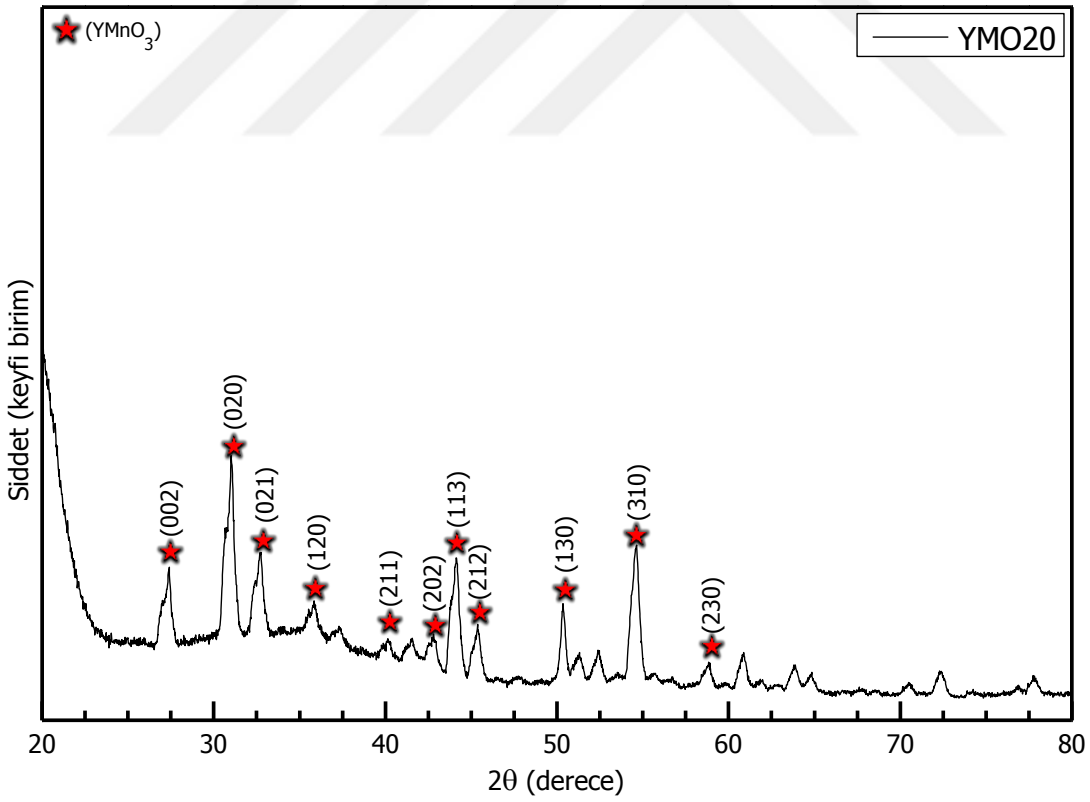
Şekil 5.44. Katkısız YMO numunesinin X-ışını kırınımı analiz sonuçları

Tablo 5.28. Katkısız YMO numunesine ait kristal yapı parametreleri

Pik No	2 θ (Derece)	Pik Şiddeti (sayım)	PikŞiddeti (%)	Bileşik Adı	Kristal Yapısı	h	k	l	d (Å)
1	25.346	2153	12.1	$YMnO_3$	Ortorombik	1	1	0	3.51111
2	26.974	4181	45.6	$YMnO_3$	Ortorombik	0	0	2	3.30283
3	28.779	3197	28.3	$YMnO_3$	Ortorombik	1	1	1	3.09962
4	30.629	7641	100.0	$YMnO_3$	Ortorombik	0	2	0	2.9165
5	32.324	4408	46.3	$YMnO_3$	Ortorombik	0	2	1	2.76735
6	35.475	2571	17.4	$YMnO_3$	Ortorombik	1	2	0	2.5284
7	39.836	1960	12.8	$YMnO_3$	Ortorombik	2	1	1	2.26112
8	42.425	1674	11.5	$YMnO_3$	Ortorombik	2	0	2	2.12892
9	43.788	4398	57.8	$YMnO_3$	Ortorombik	1	1	3	2.06575
10	45.049	2325	24.6	$YMnO_3$	Ortorombik	2	1	2	2.01081
11	50.392	1954	19.7	$YMnO_3$	Ortorombik	1	3	0	1.80943
12	54.311	3861	51.6	$YMnO_3$	Ortorombik	3	1	0	1.68774
13	58.524	1226	9.2	$YMnO_3$	Ortorombik	2	3	0	1.5759
14	60.557	1419	12.7	$YMnO_3$	Ortorombik	3	1	2	1.52775

Şekil 5.44'te katkısız YMO numunesine ait x-ışını kırınım deseni görülmektedir. Hazırlanan numunenin X-ışını kırınım desenleri ayrıntılı olarak değerlendirilmiş, tespit edilen muhtemel fazlar şekil üzerinde belirtilmiştir. Numunelerin kırınım spektrumları incelendiğinde, hazırlanan nano yapılı YMO numunesinin polikristal yapıda olduğu, pik şiddetleri ve genişlikleri arasında ise farklılıkların olduğu görülmektedir. Şiddetleri büyük ve genişlikleri dar olan piklerde kristalleşmenin iyi, şiddetleri küçük ve genişlikleri büyük olan piklerde ise kristalleşmenin iyi olmadığı görülmektedir.

Katkısız YMO numunesindeki kristal atomları (020), (113) ve (310) düzlemlerinde tercihli yönelime sahiptir. Ancak en yüksek pik şiddeti (020) düzlemine ait olduğu için bu düzlemin tercihli yönelimi daha baskındır. En yüksek pik şiddetine sahip olan 2θ=30,629° deki (020) düzlemine ait düzlemler arası mesafe d=0,2916 nm, maksimum pikin yarı pik genişliği (FWHM) ise 0.196 olarak ölçülmüştür. Bu değerin Radyan cinsinden karşılığı yardımıyla Debye–Scherrer formülünden kristal boyutu 42,04 nm olarak hesaplanmıştır.



Şekil 5.45. Grafen oksit katkılı YMO20 numunesinin X-ışını kırınımı analiz sonuçları

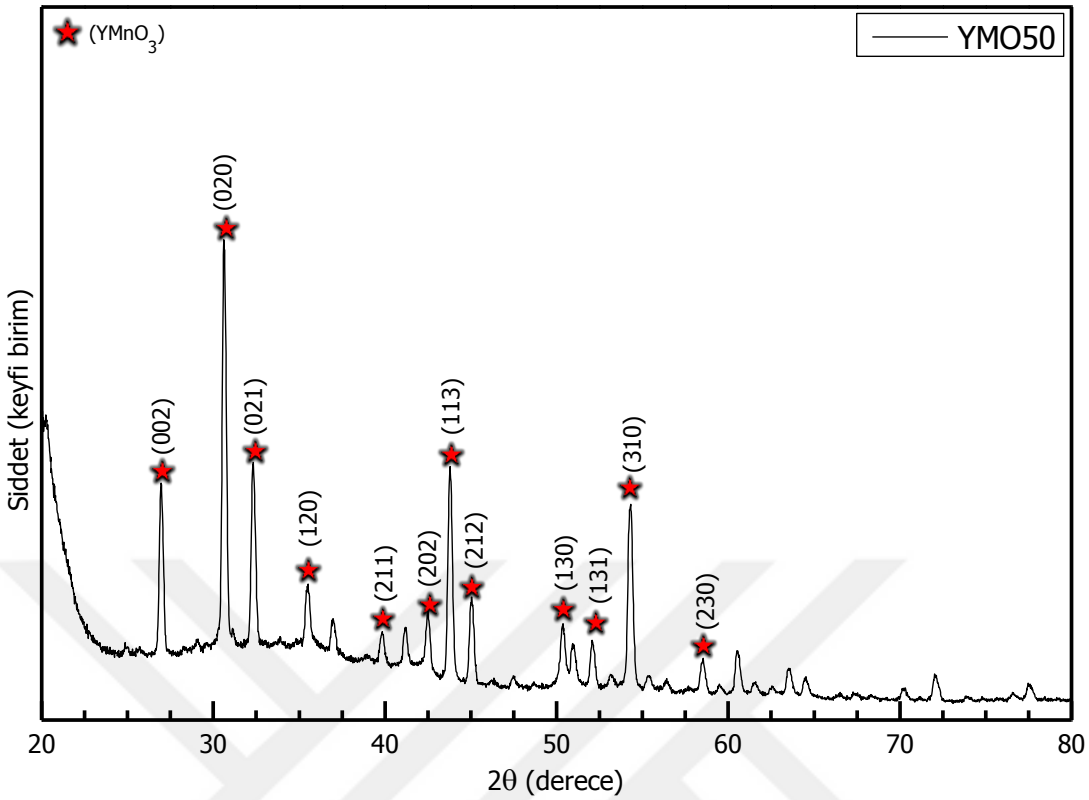
Tablo 5.29. Grafen oksit katkılı YMO20 numunesine ait kristal yapı parametreleri

Pik No	2 θ (Derece)	Pik Şiddeti (sayım)	PikŞiddeti (%)	Bileşik Adı	Kristal Yapısı	h	k	l	d (Å)
1	27.303	2286	35.2	$YMnO_3$	Ortorombik	0	0	2	3.26375
2	30.959	3956	100.0	$YMnO_3$	Ortorombik	0	2	0	2.88244
3	32.643	2694	45.1	$YMnO_3$	Ortorombik	0	2	1	2.74098
4	35.778	1929	21.1	$YMnO_3$	Ortorombik	1	2	0	2.5077
5	40.104	1314	9.0	$YMnO_3$	Ortorombik	2	1	1	2.24659
6	42.726	1390	17.3	$YMnO_3$	Ortorombik	2	0	2	2.11462
7	44.074	2592	62.6	$YMnO_3$	Ortorombik	1	1	3	2.05301
8	45.328	1482	26.7	$YMnO_3$	Ortorombik	2	1	2	1.99908
9	50.356	1926	44.2	$YMnO_3$	Ortorombik	1	3	0	1.81064
10	55.626	771	4.9	$YMnO_3$	Ortorombik	3	1	0	1.65093
11	58.769	905	11.8	$YMnO_3$	Ortorombik	2	3	0	1.5699

Şekil 5.45'te grafen oksit katkılı YMO20 numunesine ait x-ışını kırınım deseni görülmektedir. Hazırlanan numunenin X-ışını kırınım desenleri ayrıntılı olarak değerlendirilmiş, tespit edilen muhtemel fazlar şekil üzerinde belirtilmiştir. Numunelerin kırınım spektrumları incelendiğinde, hazırlanan nano yapılı YMO20 numunesinin polikristal yapıda olduğu, pik şiddetleri ve genişlikleri arasında ise farklılıkların olduğu görülmektedir. Şiddetleri büyük ve genişlikleri dar olan piklerde kristalleşmenin iyi, şiddetleri küçük ve genişlikleri büyük olan piklerde ise kristalleşmenin iyi olmadığı görülmektedir.

Grafen oksit katkılı YMO20 numunesindeki kristal atomları (020), (113) ve (130) düzlemlerinde tercihli yönelime sahiptir. Ancak en yüksek pik şiddeti (020) düzlemine ait olduğu için bu düzlemin tercihli yönelimi daha baskındır. En yüksek pik şiddetine sahip olan 2θ=30,959° deki (020) düzlemine ait düzlemler arası mesafe d=0,2882 nm, maksimum pikin yarı pik genişliği (FWHM) ise 0,589 olarak ölçülmüştür. Bu değerin Radyan cinsinden karşılığı yardımıyla Debye–Scherrer formülünden kristal boyutu 14 nm olarak hesaplanmıştır.

Burada elde edilen pikler, grafen oksit katkısız YMO numunesi ile karşılaştırıldığında pik şiddetinin neredeyse yarısı oranında azaldığı, yarı pik genişliğinin ise arttığı görülmektedir. Kristal büyüklüğü olarak katkısız YMO tanecikleri ile kıyaslandığında kristal boyutunun azaldığı görülmüştür.



Şekil 5.46. Grafen oksit katkılı YMO50 numunesinin X-ışını kırınımı analiz sonuçları

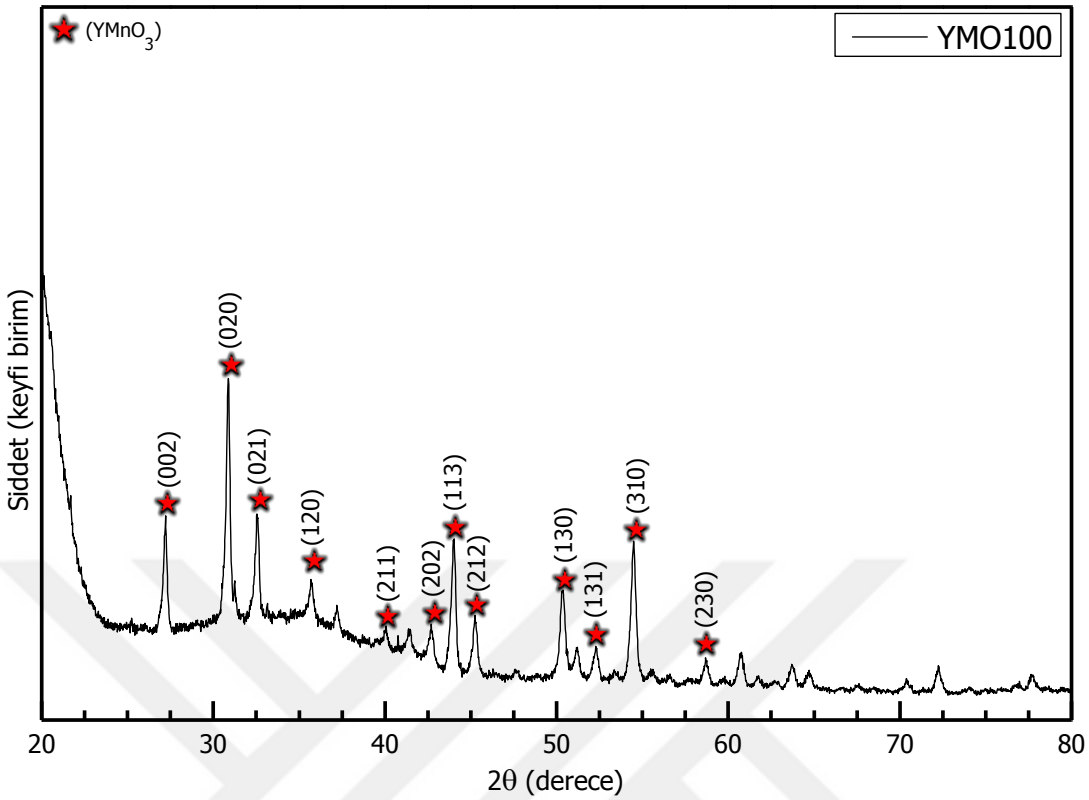
Tablo 5.30. Grafen oksit katkılı YMO50 numunesine ait kristal yapı parametreleri

Pik No	2 θ (Derece)	Pik Şiddeti (sayım)	PikŞiddeti (%)	Bileşik Adı	Kristal Yapısı	h	k	l	d (Å)
1	26.974	4944	42.5	$YMnO_3$	Ortorombik	0	0	2	3.30282
2	30.647	9892	100.0	$YMnO_3$	Ortorombik	0	2	0	2.91484
3	32.339	5414	46.1	$YMnO_3$	Ortorombik	0	2	1	2.76609
4	35.511	2860	16.6	$YMnO_3$	Ortorombik	1	2	0	2.52604
5	39.834	1850	8.2	$YMnO_3$	Ortorombik	2	1	1	2.26119
6	42.484	2247	15.0	$YMnO_3$	Ortorombik	2	0	2	2.12611
7	43.803	5300	52.9	$YMnO_3$	Ortorombik	1	1	3	2.06508
8	45.059	2584	21.5	$YMnO_3$	Ortorombik	2	1	2	2.01039
9	50.372	2011	15.5	$YMnO_3$	Ortorombik	1	3	0	1.81008
10	52.099	1647	11.1	$YMnO_3$	Ortorombik	1	3	1	1.75407
11	54.299	4507	45.6	$YMnO_3$	Ortorombik	3	1	0	1.68808
12	58.521	1250	8.1	$YMnO_3$	Ortorombik	2	3	0	1.57599

Şekil 5.46'da grafen oksit katkılı YMO50 numunesine ait x-ışını kırınım deseni görülmektedir. Hazırlanan numunenin X-ışını kırınım desenleri ayrıntılı olarak değerlendirilmiş, tespit edilen muhtemel fazlar şekil üzerinde belirtilmiştir. Numunelerin kırınım spektrumları incelendiğinde, hazırlanan nano yapılı YMO50 numunesinin polikristal yapıda olduğu, pik şiddetleri ve genişlikleri arasında ise farklılıkların olduğu görülmektedir. Şiddetleri büyük ve genişlikleri dar olan piklerde kristalleşmenin iyi, şiddetleri küçük ve genişlikleri büyük olan piklerde ise kristalleşmenin iyi olmadığı görülmektedir.

Grafen oksit katkılı YMO50 numunesindeki kristal atomları (020), (021) ve (113) düzlemlerinde tercihli yönelime sahiptir. Ancak en yüksek pik şiddeti (020) düzlemine ait olduğu için bu düzlemin tercihli yönelimi daha baskındır. En yüksek pik şiddetine sahip olan $2\theta=30,647°$ deki (020) düzlemine ait düzlemler arası mesafe d=0,2914 nm, maksimum pikin yarı pik genişliği (FWHM) ise 0,272 olarak ölçülmüştür. Bu değerin Radyan cinsinden karşılığı yardımıyla Debye–Scherrer formülünden kristal boyutu 30,29 nm olarak hesaplanmıştır.

Burada elde edilen pikler, grafen oksit katkısız YMO numunesi ile karşılaştırıldığında pik şiddetinin ve yarı pik genişliğinin arttığı, YMO20 numunesi ile kıyaslandığında ise, yine pik şiddetinin arttığı ve yarı pik genişliğinin ise azaldığı görülmektedir. Kristal büyüklüğü olarak katkısız YMO tanecikleri ile kıyaslandığında kristal boyutunun azaldığı, YMO20 numunesi ile kıyaslandığında ise arttığı görülmüştür.



Şekil 5.47. Grafen oksit katkılı YMO100 numunesinin X-ışını kırınımı analiz sonuçları

Tablo 5.31. Grafen oksit katkılı YMO100 numunesine ait kristal yapı parametreleri

Pik No	2 θ (Derece)	Pik Şiddeti (sayım)	PikŞiddeti (%)	Bileşik Adı	Kristal Yapısı	h	k	l	d (Å)
1	27.178	2605	41.1	$YMnO_3$	Ortorombik	0	0	2	3.27853
2	30.851	4653	100.0	$YMnO_3$	Ortorombik	0	2	0	2.89604
3	32.539	2886	45.3	$YMnO_3$	Ortorombik	0	2	1	2.74952
4	35.678	1958	19.4	$YMnO_3$	Ortorombik	1	2	0	2.51449
5	39.986	1226	6.6	$YMnO_3$	Ortorombik	2	1	1	2.25294
6	42.662	1260	13.9	$YMnO_3$	Ortorombik	2	0	2	2.11764
7	43.985	2507	55.2	$YMnO_3$	Ortorombik	1	1	3	2.05696
8	45.242	1442	24.5	$YMnO_3$	Ortorombik	2	1	2	2.0027
9	50.354	1796	36.5	$YMnO_3$	Ortorombik	1	3	0	1.81069
10	52.276	1019	13.3	$YMnO_3$	Ortorombik	1	3	1	1.74855
11	54.475	2478	58.4	$YMnO_3$	Ortorombik	3	1	0	1.68304
12	58.691	857	10.8	$YMnO_3$	Ortorombik	2	3	0	1.57181

Şekil 5.47'de Grafen oksit katkılı YMO100 numunesine ait x-ışını kırınım deseni görülmektedir. Hazırlanan numunenin X-ışını kırınım desenleri ayrıntılı olarak değerlendirilmiş, tespit edilen muhtemel fazlar şekil üzerinde belirtilmiştir. Numunelerin kırınım spektrumları incelendiğinde, hazırlanan nano yapılı YMO100 numunesinin polikristal yapıda olduğu, pik şiddetleri ve genişlikleri arasında ise farklılıkların olduğu görülmektedir. Şiddetleri büyük ve genişlikleri dar olan piklerde kristalleşmenin iyi, şiddetleri küçük ve genişlikleri büyük olan piklerde ise kristalleşmenin iyi olmadığı görülmektedir.

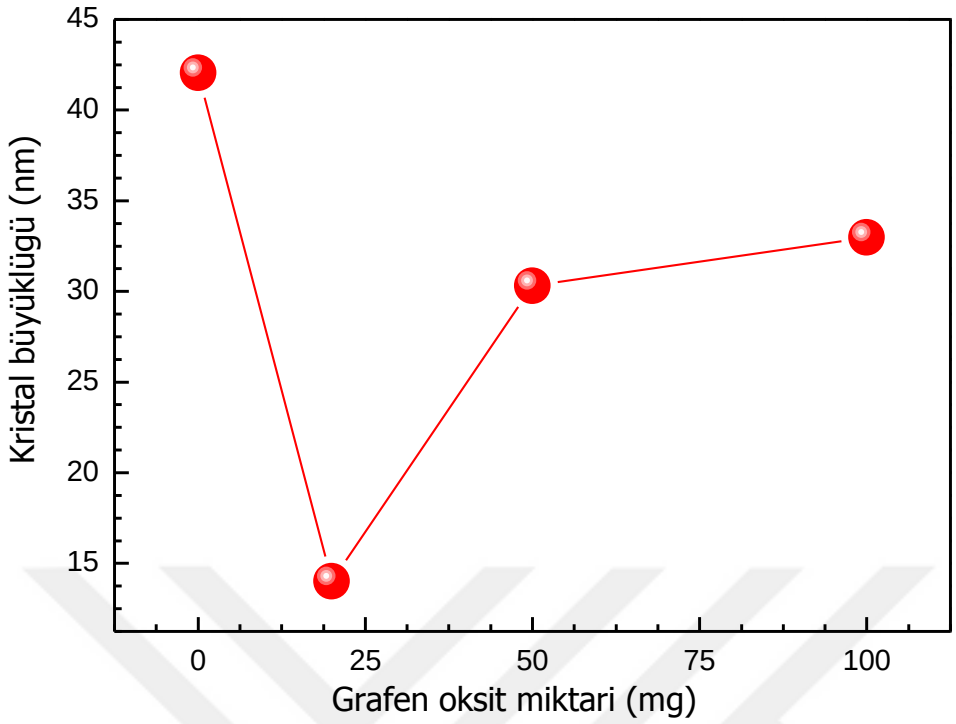
Grafen oksit katkılı YMO100 numunesindeki kristal atomları (020), (113) ve (310) düzlemlerinde tercihli yönelime sahiptir. Ancak en yüksek pik şiddeti (020) düzlemine ait olduğu için bu düzlemin tercihli yönelimi daha baskındır. En yüksek pik şiddetine sahip olan 2θ=30,851° deki (020) düzlemine ait düzlemler arası mesafe d=0,2896 nm, maksimum pikin yarı pik genişliği (FWHM) ise 0,250 olarak ölçülmüştür. Bu değerin Radyan cinsinden karşılığı yardımıyla Debye–Scherrer formülünden kristal boyutu 32,98 nm olarak hesaplanmıştır.

Burada elde edilen pikler, grafen oksit katkısız YMO numunesi ile karşılaştırıldığında pik şiddetinin azaldığı ve yarı pik genişliğinin arttığı, YMO50 numunesi ile kıyaslandığında ise, pik şiddetinin ve yarı pik genişliğinin azaldığı görülmektedir. Kristal büyüklüğü olarak katkısız YMO tanecikleri ile kıyaslandığında kristal boyutunun azaldığı, YMO50 numunesi ile kıyaslandığında ise arttığı görülmüştür.

Şekil 5.44, 5.45, 5.46 ve 5.47'deki X-ışını kırınım desenlerine ait veriler kullanılarak tüm numuneler için hesaplanan kristal büyüklükleri Tablo 5.32'de sıralanmıştır. YMO serisi numuneler için kristal boyutunun katkı miktarına göre değişimi ise Şekil 5.48' de gösterilmiştir.

Tablo 5.32. YMO serisi numunelerin kristal büyüklükleri

Numune adı	2 θ (°)	FWHM	Kristal Boyutu (nm)	d (nm)
YMO	30,629	0,196	42,04	0,2916
YMO20	30,959	0,589	14	0,2882
YMO50	30,647	0,272	30,29	0,2914
YMO100	30,851	0,250	32,98	0,2896

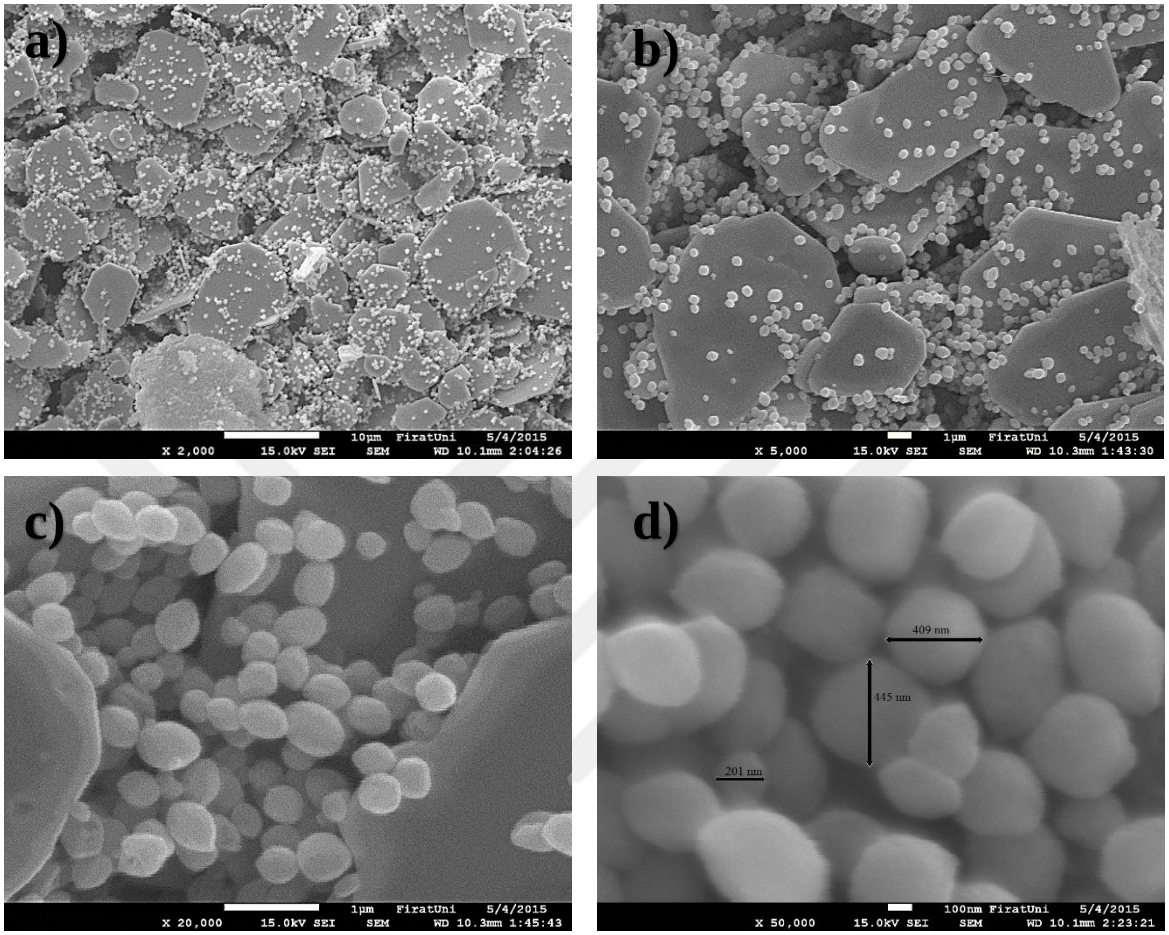


Şekil 5.48. YMO serisi numunelerin kristal büyüklüklerinin katkı oranıyla değişimi

5.2.2. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) ve Enerji Dağılımlı X-Işınları Analiz (EDX) Sonuçları

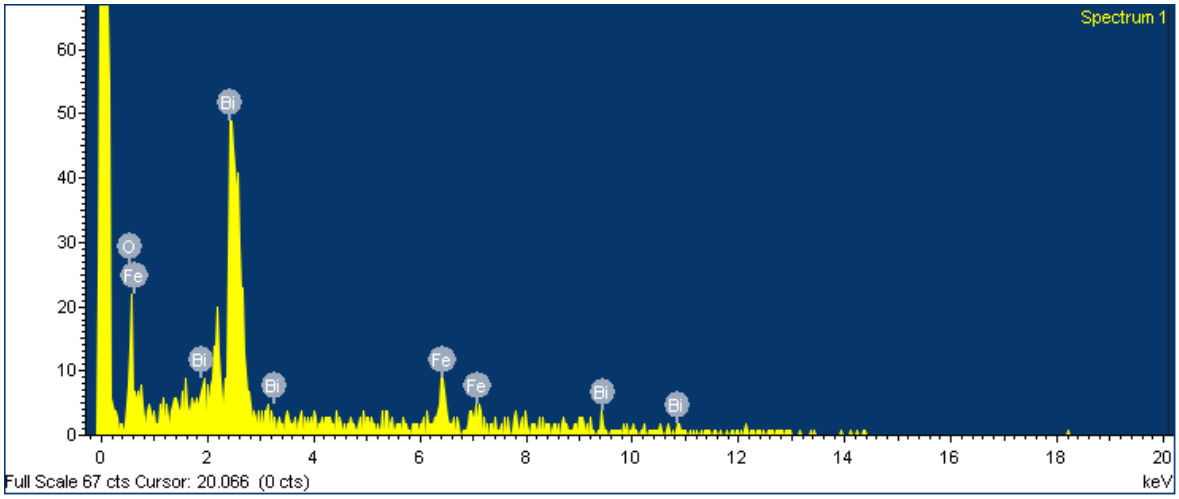
Hazırlanan numunelerin tamamı için 2000X, 5000X, 20000X ve 50000X büyütme oranlarında alınan SEM fotoğrafları ve bu fotoğraflardan 2000X büyütme oranında çekilen SEM görüntüsüne ait enerji dağılımlı X-ışını (EDX) spektrumu analiz sonuçları aşağıda verilmiştir.

5.2.2.1. BFO Serisi Numunelerin SEM Görüntüleri ve EDX Analiz Sonuçları



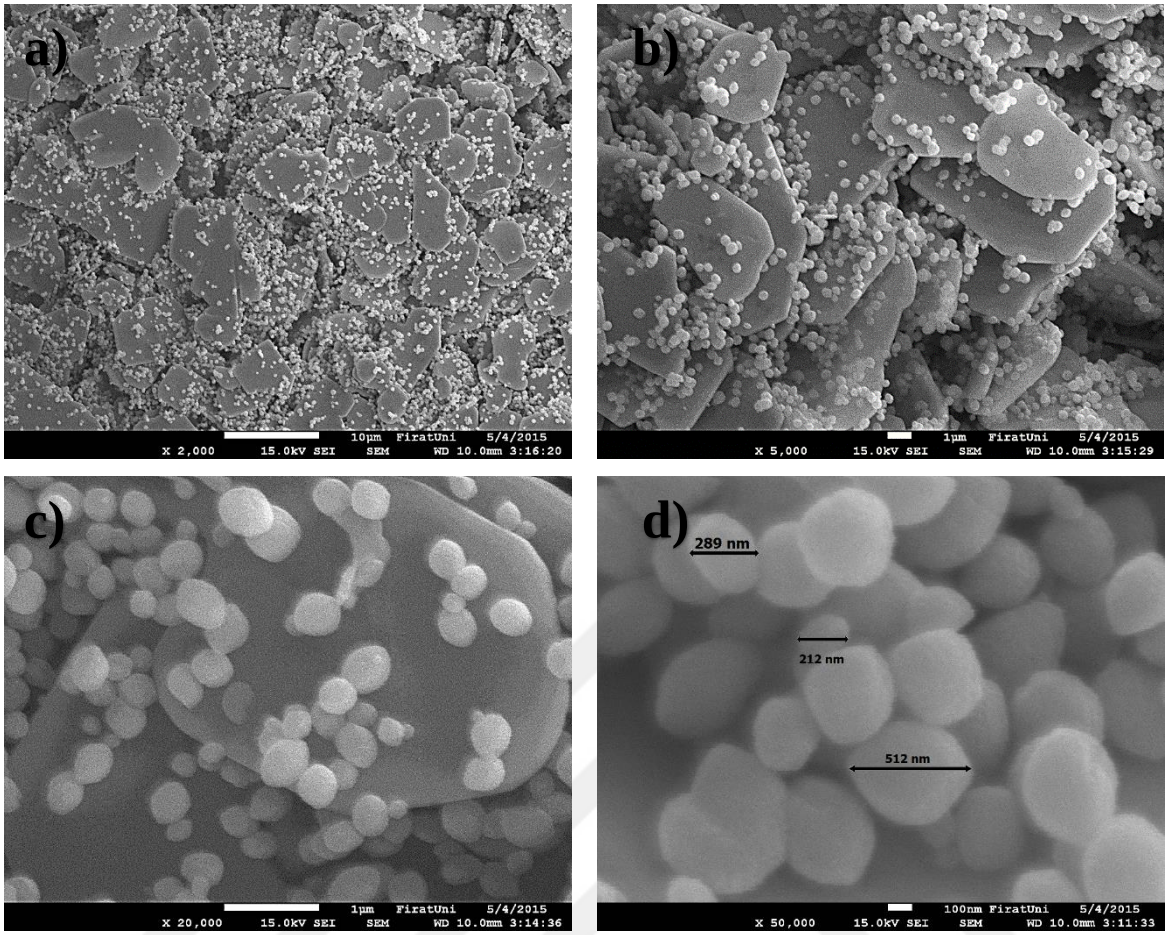
Şekil 5.49. BFO numunesinin a) 2000X b) 5000X c) 20.000X ve d) 50.000X büyütme oranlarında alınan SEM görüntüleri

Şekil 5.49'da hidrotermal metotla hazırlanmış olan katkısız BFO numunesinin farklı büyütme oranlarında çekilen Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) görüntüleri gösterilmiştir. SEM fotoğrafları incelendiğinde, büyük boyutlu tanelerin tabakalar halinde kendi aralarında gelişi güzel yönelimli oldukları, küçük boyutlu küresel tanelerin de yine aynı şekilde herhangi bir yönelim ilişkisine bağlı kalmaksızın tabakaların yüzeyine kısmen, tabakalar arasına ise yoğun bir şekilde rastgele dağılmış olduğu görülmektedir. Numunenin nano boyutlu taneciklerden oluşan kompozit yapıda olduğu açıktır. Numunenin yüzey yapısı genel olarak farklı boyut ve morfolojilere sahip tanelerden oluşmaktadır. 50.000X büyütmedeki SEM fotoğrafından, üretilen numuneyi oluşturan tane boyutları yaklaşık 201 ile 445 nm aralığında ölçülmüştür.



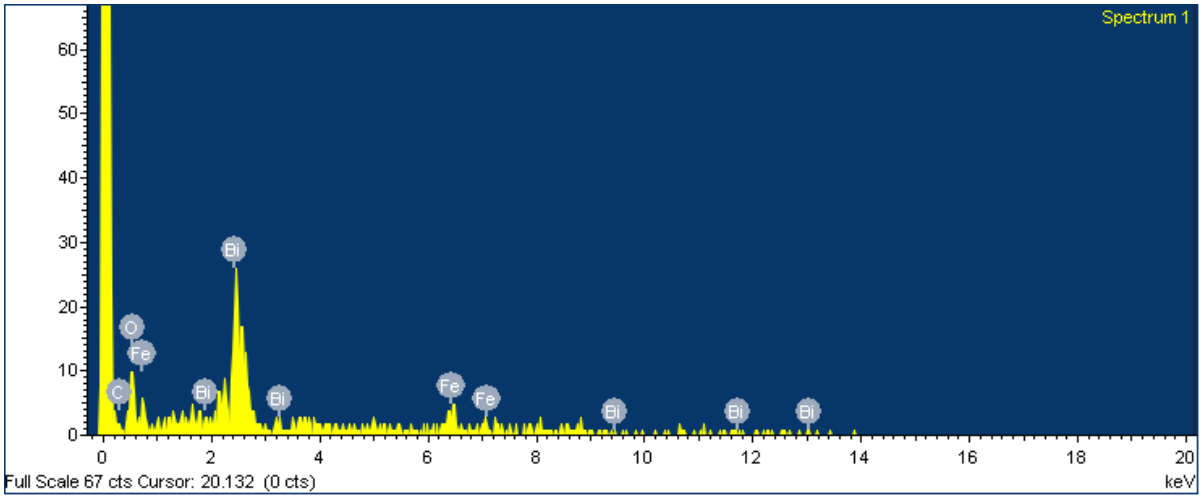
Şekil 5.50. BFO numunesinin 2000X büyütme oranındaki EDX spektrumu

Şekil 5.50'de 2.000X büyütmede BFO numunesinin yüzeyinin tamamından alınan enerji dağılımlı X-ışını spektroskopi (EDX) spektrumu gösterilmektedir. Spektrum sonuçları incelendiğinde, elde edilen pikler, numune bileşimini oluşturan elementler olan Bi, Fe ve O şeklinde gözlemlenmiş ve numunenin bileşimini doğrulamıştır. Böylece numunenin başarılı bir şekilde üretildiği sonucuna varılabilmektedir. Çünkü istenilen doğrultuda, numune herhangi bir safsızlık veya ikincil faz içermemektedir.



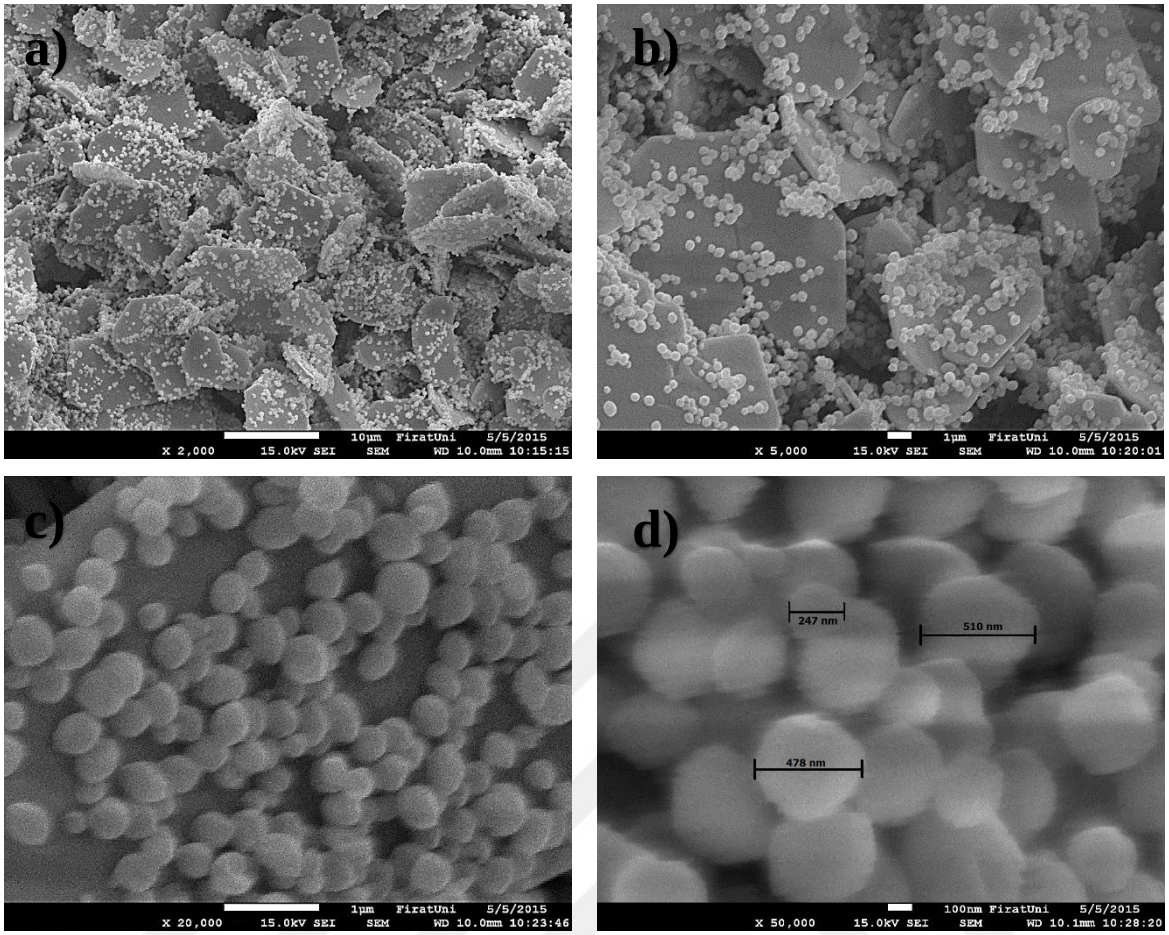
Şekil 5.51. BFO20 numunesinin a) 2000X b) 5000X c) 20.000X ve d) 50.000X büyütme oranlarında alınan SEM görüntüleri

Şekil 5.51' de hidrotermal metotla hazırlanmış olan grafen oksit katkılı BFO20 numunesinin farklı büyütme oranlarında çekilen Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) görüntüleri verilmiştir. SEM fotoğrafları incelendiğinde, katkısız BFO numunesindeki yapıya benzerlik göstererek büyük boyutlu tanelerin tabakalar halinde kendi aralarında gelişi güzel yönelimli oldukları, küçük boyutlu küresel tanelerin de yine aynı şekilde herhangi bir yönelim ilişkisine bağlı kalmaksızın çoğunlukla tabakaların yüzeyine ve kısmen tabakalar arasına rastgele dağılmış olduğu izlenmektedir. Numunenin nano boyutlu taneciklerden oluşan kompozit yapıda olduğu görülmektedir. Numunenin yüzey yapısı genel olarak farklı boyut ve morfolojilere sahip tanelerden oluşmaktadır. 50.000X büyütmedeki SEM fotoğrafından, üretilen numuneyi oluşturan tane boyutlarının yaklaşık olarak 212 ile 512 nm aralığında değiştiği gözlemlenmiştir.



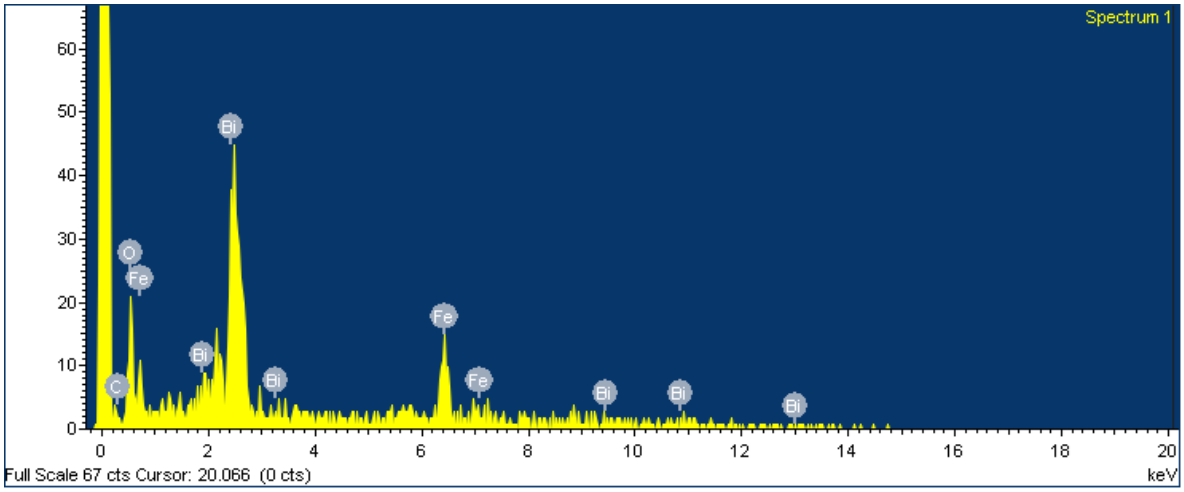
Şekil 5.52. BFO20 numunesinin 2000X büyütme oranındaki EDX spektrumu

Şekil 5.52'de 2.000X büyütmede BFO20 numunesinin yüzeyinin tamamından alınan enerji dağılımlı X-ışını spektroskopi (EDX) spektrumu gösterilmektedir. Spektrum sonuçları incelendiğinde, elde edilen pikler, numune bileşimini oluşturan elementler olan Bi, Fe, O ve ilave edilen grafen oksit (C) şeklinde gözlemlenmiş ve numunenin bileşimini doğrulamıştır. Böylece numunenin başarılı bir şekilde üretildiği sonucuna varılabilmektedir. Ayrıca BFO20 numunesinin pik şiddetlerinin, grafen oksit katkısı ile değişim gösterdiği açıkça görülmektedir. Numune herhangi bir safsızlık veya ikincil faz içermemektedir.



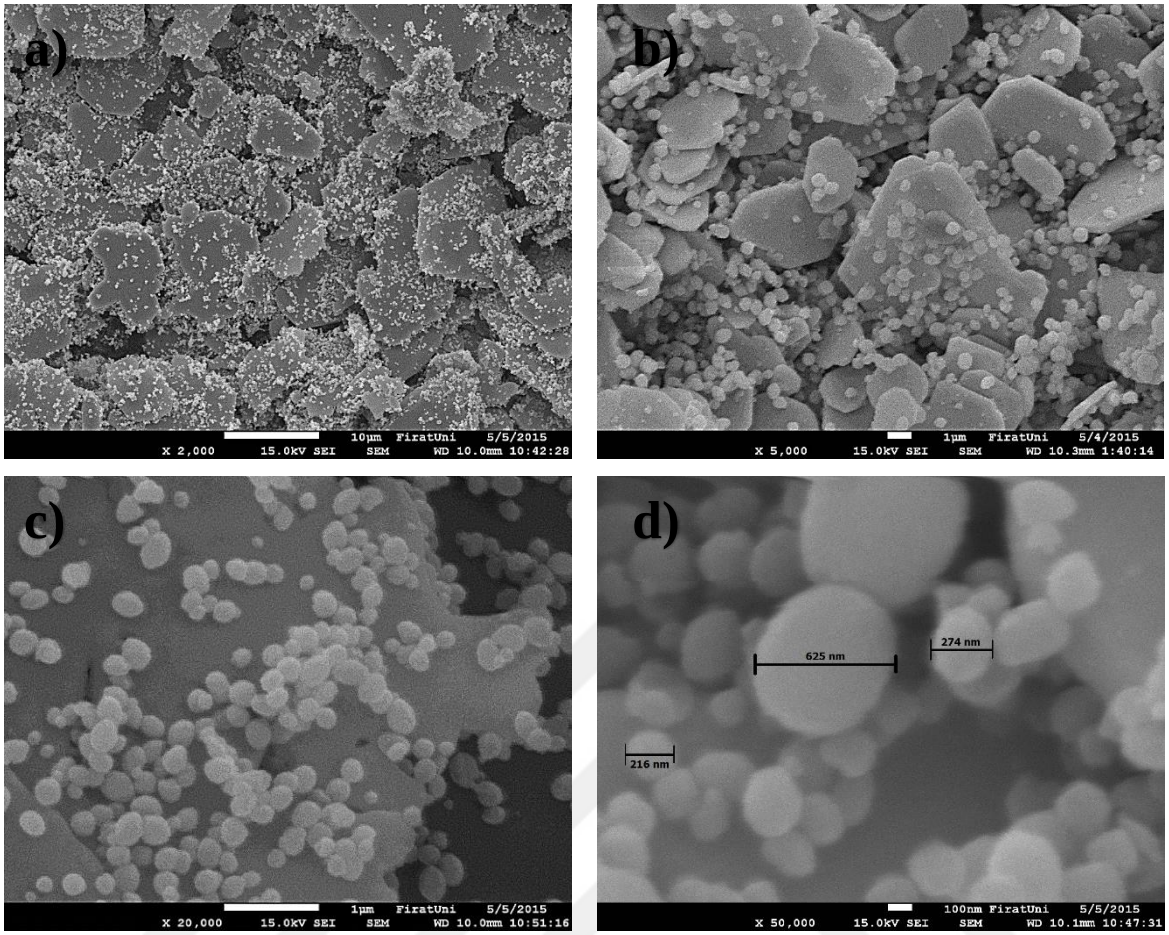
Şekil 5.53. BFO50 numunesinin a) 2000X b) 5000X c) 20.000X ve d) 50.000X büyütme oranlarında alınan SEM görüntüleri

Şekil 5.53'te hidrotermal metotla hazırlanmış olan grafen oksit katkılı BFO50 numunesinin farklı büyütme oranlarında çekilen Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) görüntüleri verilmiştir. SEM fotoğrafları incelendiğinde, yüzey yapısındaki morfolojik farklılıkların olduğu açıkça görülmektedir. BFO ve BFO20 numunesindeki yapıdan farklı olarak büyük boyutlu tanelerin tabakalar halindeki yapısının bozulduğu ve küçük boyutlara sahip tanelerin bir araya gelerek tabakaların yüzeyinde yoğunlaşmaya başladığı karmaşık istiflenmeler göze çarpmaktadır. Numunenin hedeflendiği gibi nano boyutlu taneciklerden oluşan kompozit yapıda olduğu görülmektedir. Numunenin yüzey yapısı genel olarak farklı boyut ve morfolojilere sahip tanelerden oluşmaktadır. 50.000X büyütmedeki SEM fotoğrafından, üretilen numuneyi oluşturan tane boyutları yaklaşık olarak 247 ile 510 nm aralığında ölçülmüştür.



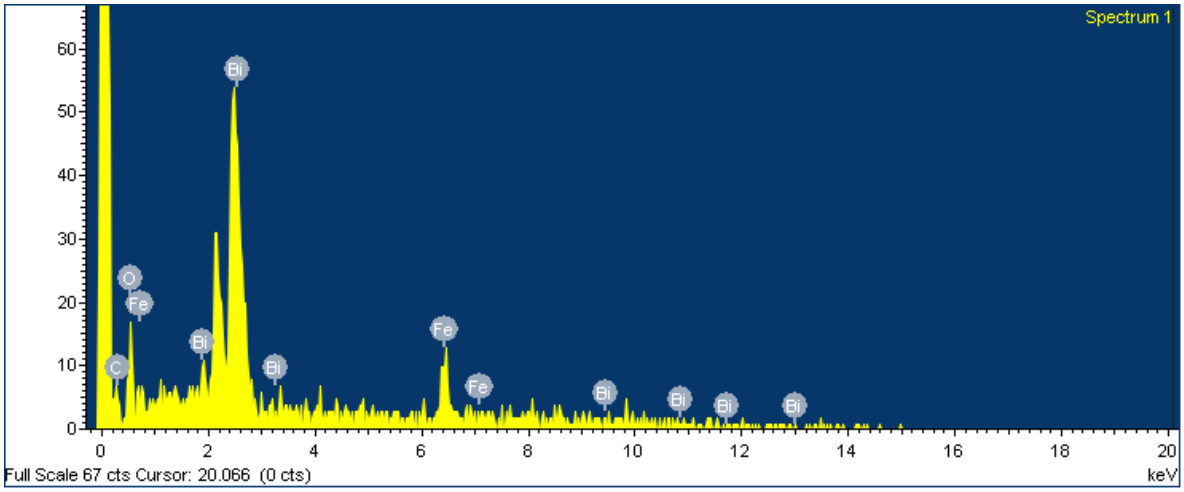
Şekil 5.54. BFO50 numunesinin 2000X büyütme oranındaki EDX spektrumu

Şekil 5.54'te 2.000X büyütmede BFO50 numunesinin yüzeyinin tamamından alınan enerji dağılımlı X-ışını spektroskopi (EDX) spektrumu gösterilmektedir. Spektrum sonuçları incelendiğinde, elde edilen pikler, numune bileşimini oluşturan elementler olan Bi, Fe, O ve ilave edilen grafen oksit (C) şeklinde gözlemlenmiş ve numunenin bileşimini doğrulamıştır. Böylece numunenin başarılı bir şekilde üretildiği sonucuna varılabilmektedir. Ayrıca BFO50 numunesinin pik şiddetlerinin, ilave edilen grafen oksit miktarının artması ile değişim gösterdiği açıkça görülmektedir. Numune herhangi bir safsızlık veya ikincil faz içermemektedir.



Şekil 5.55. BFO100 numunesinin a) 2000X b) 5000X c) 20.000X ve d) 50.000X büyütme oranlarında alınan SEM görüntüleri

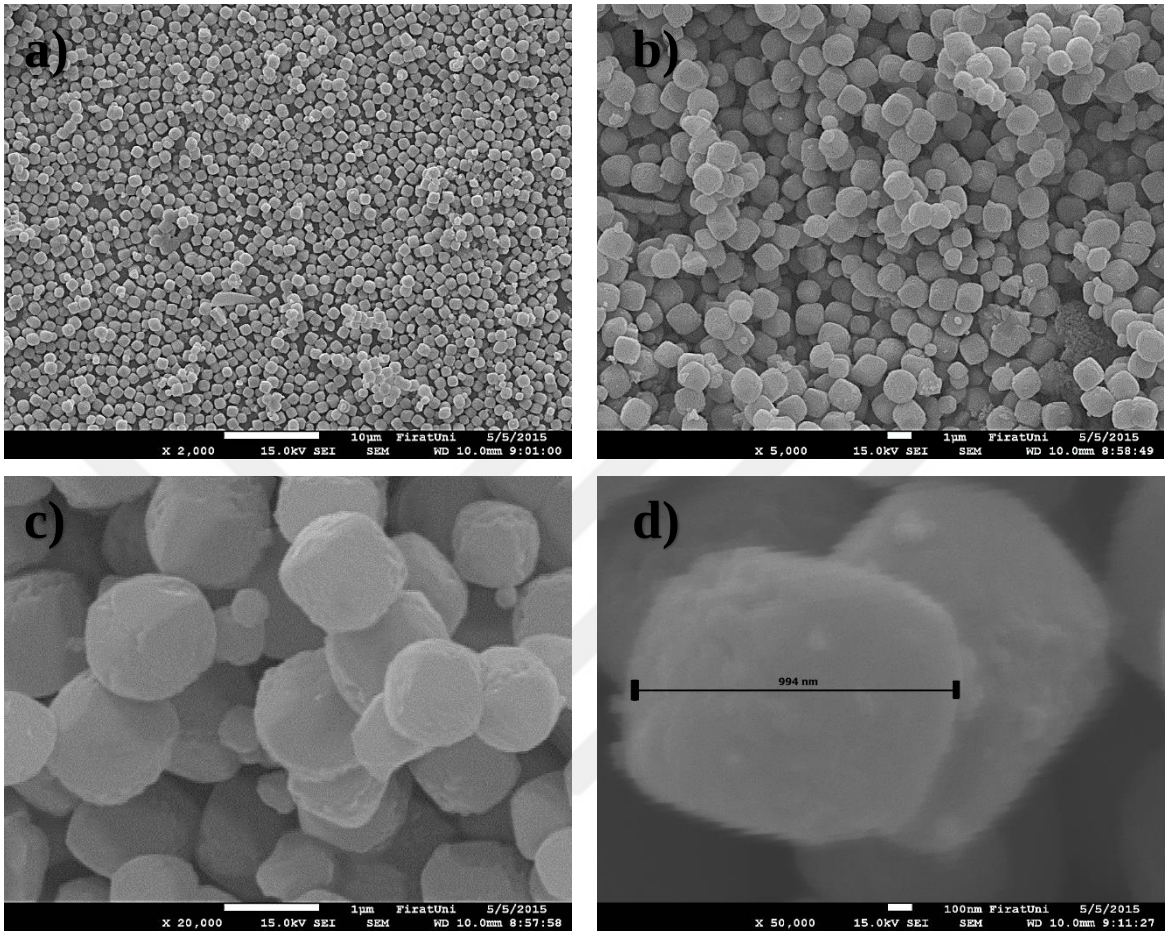
Şekil 5.55'te hidrotermal metotla hazırlanmış olan grafen oksit katkılı BFO50 numunesinin farklı büyütme oranlarında çekilen Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) görüntüleri verilmiştir. SEM fotoğrafları incelendiğinde, yüzey yapısındaki morfolojik farklılıkların olduğu açıkça görülmektedir. BFO50 numunesindeki yapıya benzer bir yapının oluştuğu, büyük boyutlu tanelerin tabakalar halindeki yapısının bozulduğu, küçük tanelerin ise boyutlarının irili ufaklı düzensiz bir yapıya dönüştüğü söylenebilir. Numunenin yine aynı şekilde nano boyutlu taneciklerden oluşan kompozit yapıda olduğu görülebilmektedir. Numunenin yüzey yapısı genel olarak farklı boyut ve morfolojilere sahip tanelerden oluşmaktadır. 50.000X büyütmedeki SEM fotoğrafından, üretilen numuneyi oluşturan tane boyutları yaklaşık 216 ile 625 nm aralığında ölçülmüştür.



Şekil 5.56. BFO100 numunesinin 2000X büyütme oranındaki EDX spektrumu

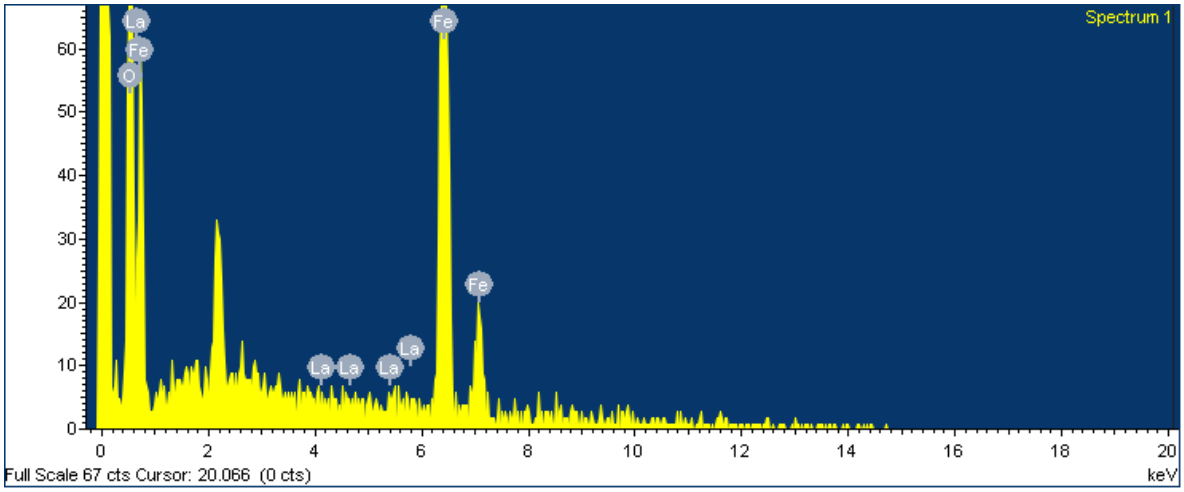
Şekil 5.56'da 2.000X büyütmede BFO100 numunesinin yüzeyinin tamamından alınan enerji dağılımlı X-ışını spektroskopi (EDX) spektrumu gösterilmektedir. Spektrum sonuçları incelendiğinde, elde edilen pikler, numune bileşimini oluşturan elementler olan Bi, Fe, O ve ilave edilen grafen oksit (C) şeklinde gözlemlenmiş ve numunenin bileşimini doğrulamıştır. Böylece numunenin başarılı bir şekilde üretildiği sonucuna varılabilmektedir. Ayrıca BFO100 numunesinin pik şiddetlerinin, ilave edilen grafen oksit miktarının artması ile değişim gösterdiği açıkça görülmektedir. Numune herhangi bir safsızlık veya ikincil faz içermemektedir.

5.2.2.2. LFO Serisi Numunelerin SEM Görüntüleri ve EDX Analiz Sonuçları



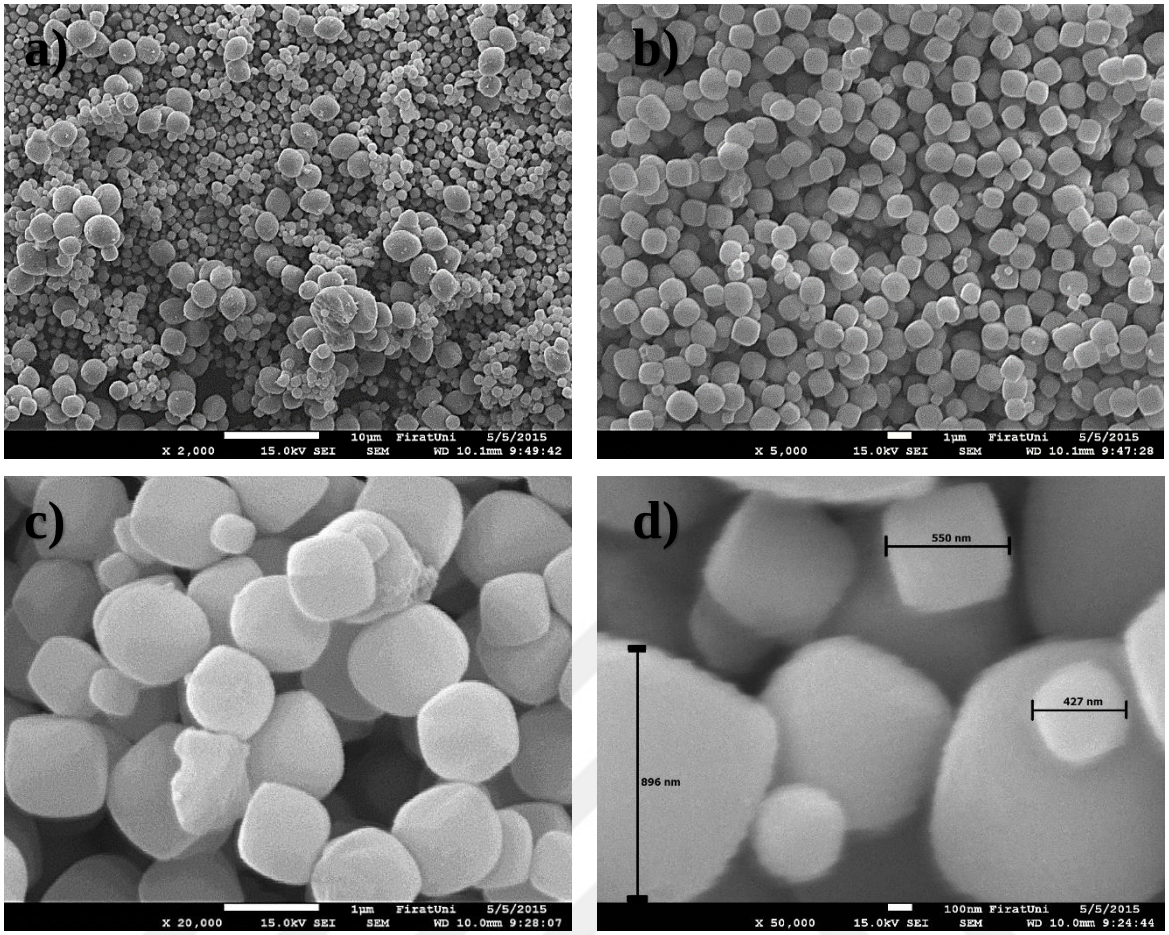
Şekil 5.57. LFO numunesinin a) 2000X b) 5000X c) 20.000X ve d) 50.000X büyütme oranlarında alınan SEM görüntüleri

Şekil 5.57'de hidrotermal metotla hazırlanmış olan katkısız LFO numunesinin farklı büyütme oranlarında çekilen Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) görüntüleri verilmiştir. SEM fotoğrafları incelendiğinde, küresel tanelerin kısmi toparlanmaların haricinde herhangi bir yönelim ilişkisine bağlı kalmaksızın, homojen denilebilecek şekilde dağılmış olduğu görülmektedir. Bu toparlanmaların ise, tane yığınlarının oluşturduğu topaklar oldukları düşünülmektedir. Numunenin nano boyutlu taneciklerden oluştuğu açıkça izlenebilmektedir. Numunenin yüzey yapısı genel olarak benzer boyut ve morfolojilere sahip tanelerden oluşmaktadır. 50.000X büyütmedeki SEM fotoğrafından, tanelerin birden fazla tanecikten oluştuğu görülmüş ve tanelerin boyutu yaklaşık 994 nm olarak ölçülmüştür.



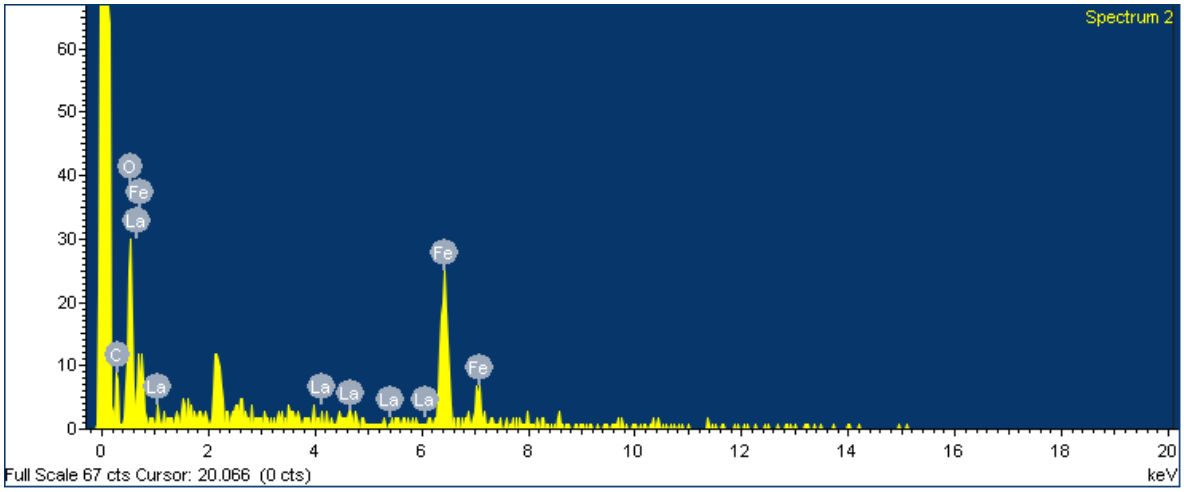
Şekil 5.58. LFO numunesinin 2000X büyütme oranındaki EDX spektrumu

Şekil 5.58'de 2.000X büyütmede LFO numunesinin yüzeyinin tamamından alınan enerji dağılımlı X-ışını spektroskopi (EDX) spektrumu gösterilmektedir. Spektrum sonuçları incelendiğinde, elde edilen pikler, numune bileşimini oluşturan elementler olan La, Fe, O şeklinde gözlemlenmiş ve numunenin bileşimini doğrulamıştır. Böylece numunenin başarılı bir şekilde üretildiği sonucuna varılabilmektedir. Numune herhangi bir safsızlık veya ikincil faz içermemektedir.



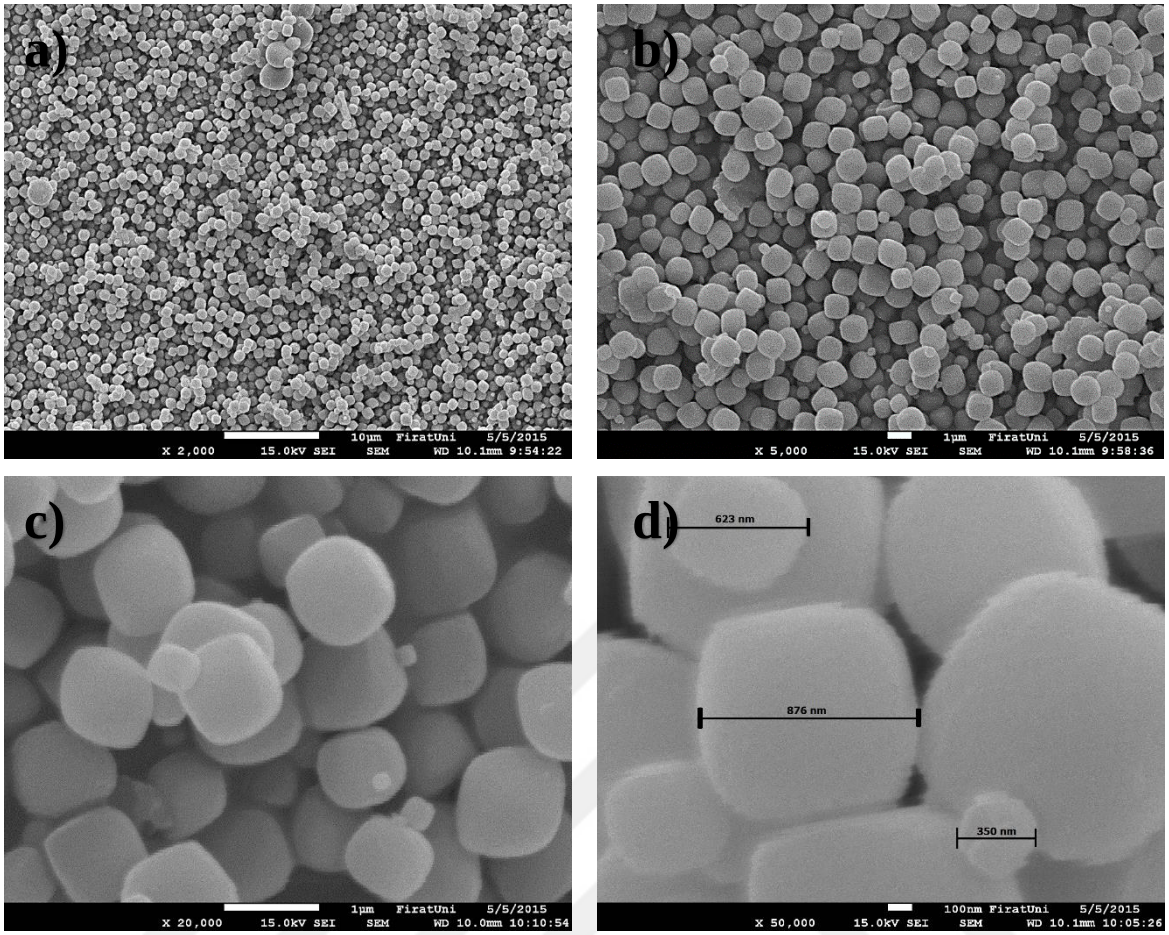
Şekil 5.59. LFO20 numunesinin a) 2000X b) 5000X c) 20.000X ve d) 50.000X büyütme oranlarında alınan SEM görüntüleri

Şekil 5.59'da hidrotermal metotla hazırlanmış olan grafen oksit katkılı LFO20 numunesinin farklı büyütme oranlarında çekilen Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) görüntüleri verilmiştir. SEM fotoğrafları incelendiğinde, numune yüzeyindeki tanelerin irili ufaklı kendi aralarında gelişi güzel yönelimli oldukları, homojen olarak dağılmadığı, kısmi toparlanmaların oluştuğu görülmektedir. Bu toparlanmaların, tane yığınlarının oluşturduğu topaklar oldukları düşünülmektedir. Numunenin nano boyutlu taneciklerden oluştuğu, yüzey yapısındaki morfolojik farklılıkların olduğu açıkça izlenebilmektedir. Katkısız BFO numunesine kıyasla tane boyutunun küçüldüğü gözlemlenmektedir. Numunenin yüzey yapısı genel olarak benzer boyut ve morfolojilere sahip tanelerden oluşmaktadır. 50.000X büyütmedeki SEM fotoğrafından, üretilen numuneyi oluşturan tane boyutlarının 427 ile 896 nm arasında değiştiği görülmektedir.



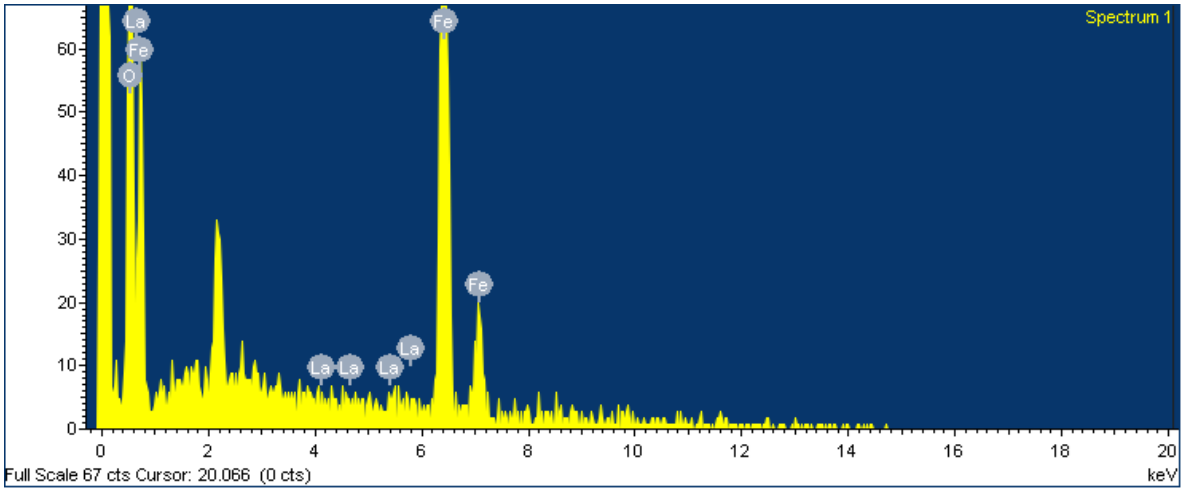
Şekil 5.60. LFO20 numunesinin 2000X büyütme oranındaki EDX spektrumu

Şekil 5.60'ta 2.000X büyütmede LFO20 numunesinin yüzeyinin tamamından alınan enerji dağılımlı X-ışını spektroskopi (EDX) spektrumu gösterilmektedir. Spektrum sonuçları incelendiğinde, elde edilen pikler, numune bileşimini oluşturan elementler olan La, Fe, O ve ilave edilen grafen oksit (C) şeklinde gözlemlenmiş ve numunenin bileşimini doğrulamıştır. Böylece numunenin başarılı bir şekilde üretildiği sonucuna varılabilmektedir. Ayrıca LFO20 numunesinin pik şiddetlerinin, ilave edilen grafen oksit miktarının artması ile değişim gösterdiği açıkça görülmektedir. Numune herhangi bir safsızlık veya ikincil faz içermemektedir.



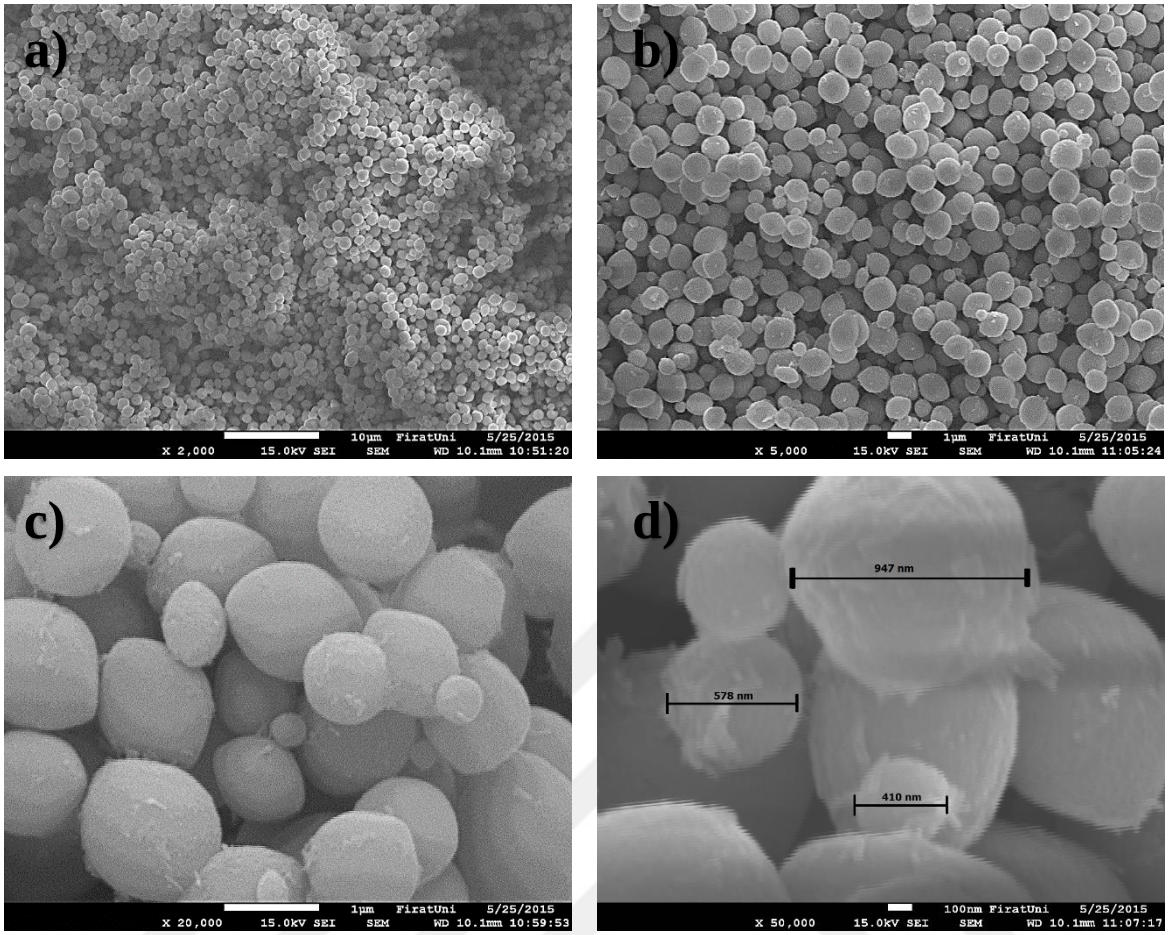
Şekil 5.61. LFO50 numunesinin a) 2000X b) 5000X c) 20.000X ve d) 50.000X büyütme oranlarında alınan SEM görüntüleri

Şekil 5.61'de hidrotermal metotla hazırlanmış olan grafen oksit katkılı LFO50 numunesinin farklı büyütme oranlarında çekilen Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) görüntüleri verilmiştir. SEM fotoğrafları incelendiğinde, numune yüzeyindeki tanelerin değişik boyutta ve gelişi güzel yönelimli oldukları, homojen denebilecek bir şekilde dağıldığı, kısmi toparlanmaların yer yer oluştuğu görülmektedir. Tane şekillerinin küresel olarak değil de köşeli olduğu da gözlemlenmiştir. Numunenin nano boyutlu taneciklerden oluştuğu, yüzey yapısındaki morfolojik farklılıkların olduğu da açıkça izlenebilmektedir. 50.000X büyütmedeki SEM fotoğrafından, üretilen numuneyi oluşturan tane boyutları yaklaşık olarak 350 ile 876 nm aralığında ölçülmüştür.



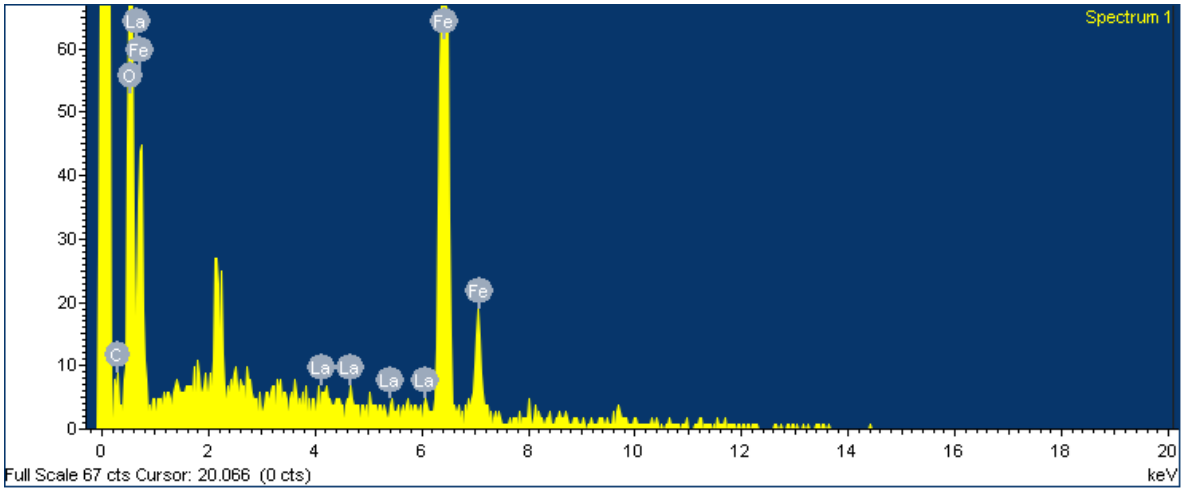
Şekil 5.62. LFO50 numunesinin 2000X büyütme oranındaki EDX spektrumu

Şekil 5.62'de 2.000X büyütmede LFO50 numunesinin yüzeyinin tamamından alınan enerji dağılımlı X-ışını spektroskopi (EDX) spektrumu gösterilmektedir. Spektrum sonuçları incelendiğinde, elde edilen pikler, numune bileşimini oluşturan elementler olan La, Fe, O ve ilave edilen grafen oksit (C) şeklinde gözlemlenmiş ve numunenin bileşimini doğrulamıştır. Böylece numunenin başarılı bir şekilde üretildiği sonucuna varılabilmektedir. Ayrıca LFO50 numunesinin pik şiddetlerinin, ilave edilen grafen oksit miktarının artması ile değişim gösterdiği açıkça görülmektedir. Numune herhangi bir safsızlık veya ikincil faz içermemektedir.



Şekil 5.63. LFO100 numunesinin a) 2000X b) 5000X c) 20.000X ve d) 50.000X büyütme oranlarında alınan SEM görüntüleri

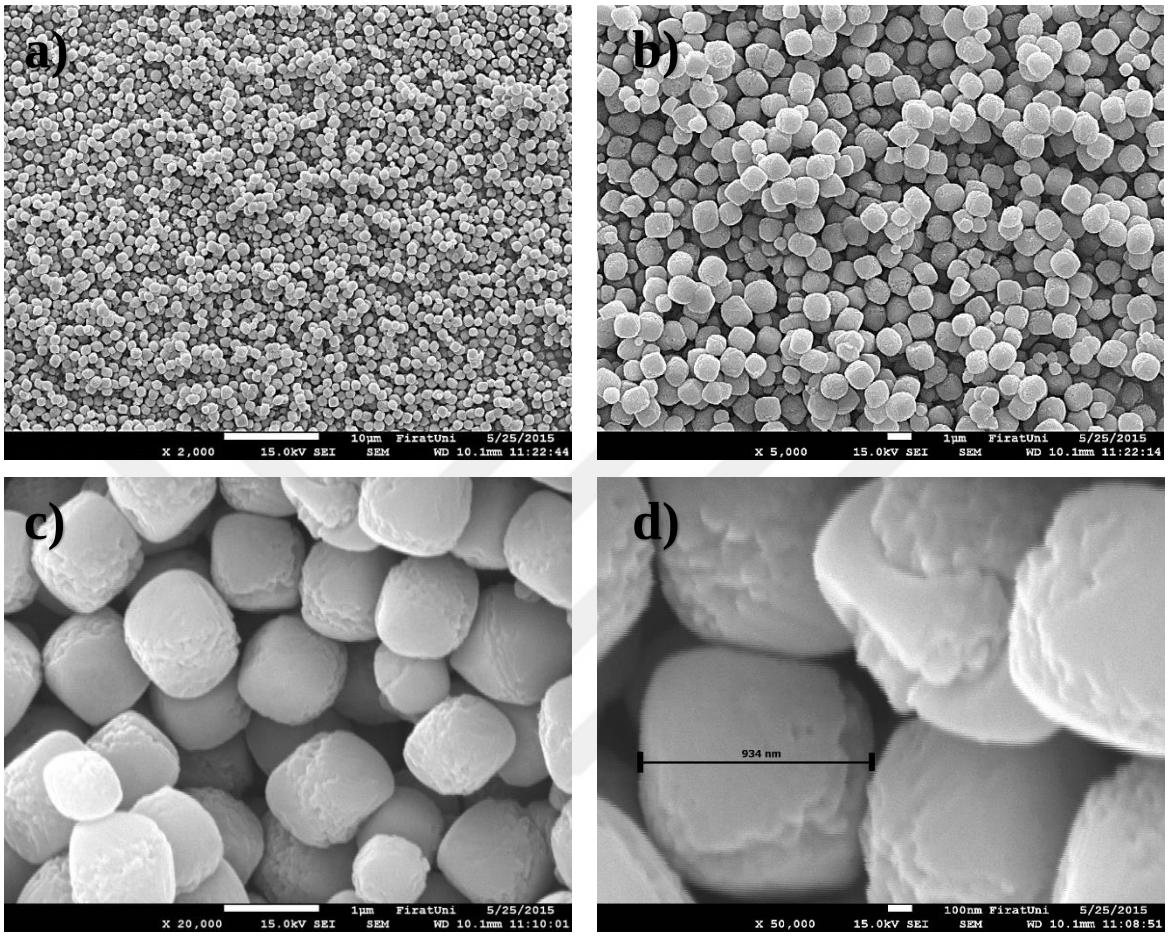
Şekil 5.63'te hidrotermal metotla hazırlanmış olan grafen oksit katkılı LFO100 numunesinin farklı büyütme oranlarında çekilen Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) görüntüleri verilmiştir. SEM fotoğrafları incelendiğinde, tanelerin gelişigüzel şekilde dağılmış olduğu görülmektedir. Numunenin yüzey yapısı genel olarak benzer morfolojilere sahip nano boyutlu küresel taneciklerden oluşmaktadır. 50.000X büyütmedeki SEM fotoğrafından, tane boyutları yaklaşık olarak 410 ile 947 nm aralığında ölçülmüştür.



Şekil 5.64. LFO100 numunesinin 2000X büyütme oranındaki EDX spektrumu

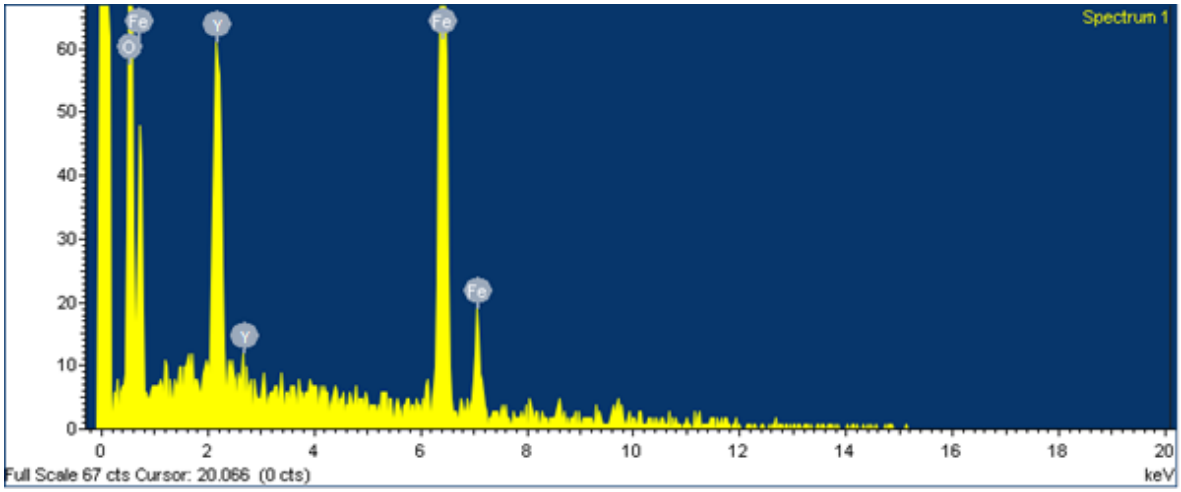
Şekil 5.64'te 2.000X büyütmede LFO100 numunesinin yüzeyinin tamamından alınan enerji dağılımlı X-ışını spektroskopi (EDX) spektrumu gösterilmektedir. Spektrum sonuçları incelendiğinde, elde edilen pikler, numune bileşimini oluşturan elementler olan La, Fe, O ve ilave edilen grafen oksit (C) şeklinde gözlemlenmiş ve numunenin bileşimini doğrulamıştır. Böylece numunenin başarılı bir şekilde üretildiği sonucuna varılabilmektedir. Ayrıca LFO100 numunesinin pik şiddetlerinin, ilave edilen grafen oksit miktarının artması ile değişim gösterdiği açıkça görülmektedir. Numune herhangi bir safsızlık veya ikincil faz içermemektedir.

5.2.2.3. YFO Serisi Numunelerin SEM Görüntüleri ve EDX Analiz Sonuçları



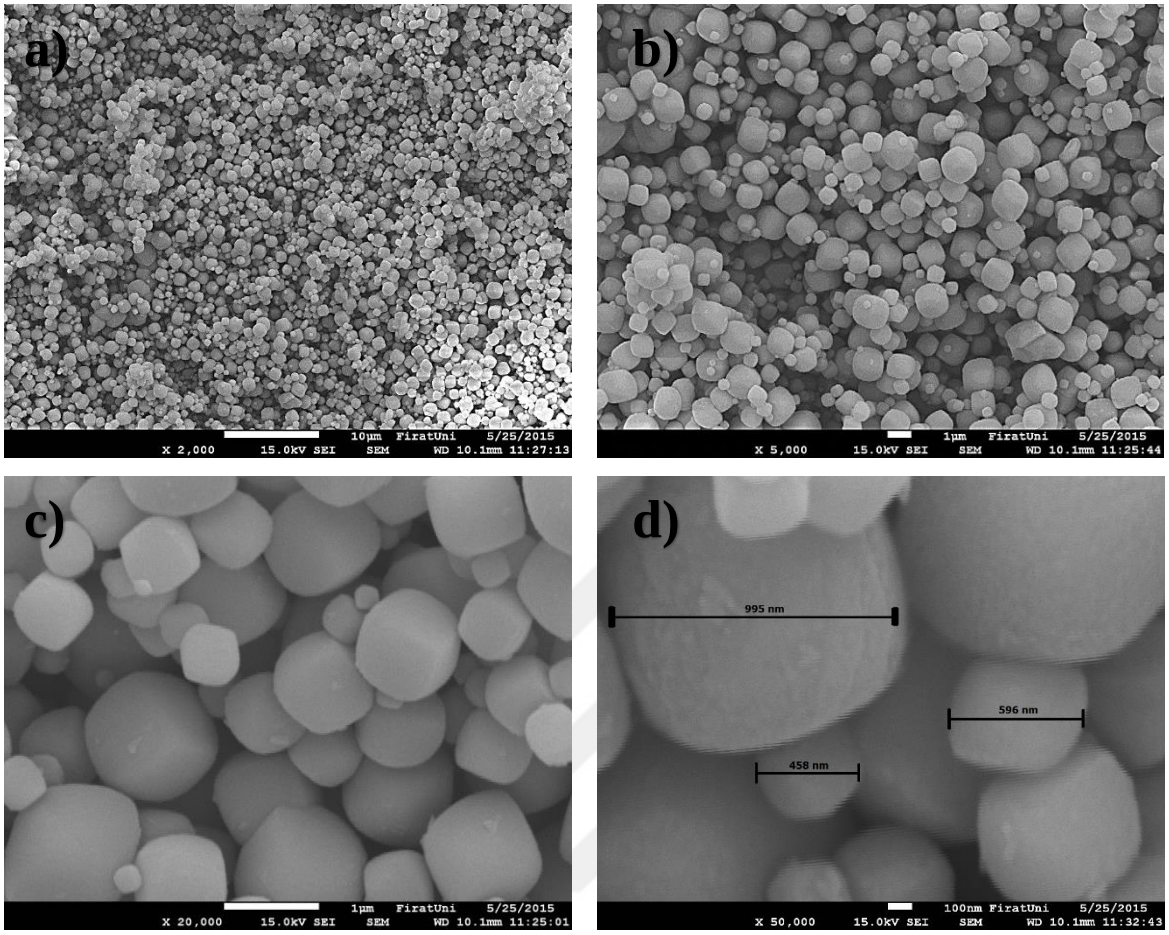
Şekil 5.65. YFO numunesinin a) 2000X b) 5000X c) 20.000X ve d) 50.000X büyütme oranlarında alınan SEM görüntüleri

Şekil 5.65'te hidrotermal metotla hazırlanmış olan katkısız YFO numunesinin farklı büyütme oranlarında çekilen Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) görüntüleri verilmiştir. SEM fotoğrafları incelendiğinde, tanelerin herhangi bir yönelim ilişkisine bağlı kalmaksızın, homojen denilebilecek şekilde dağılmış olduğu açıkça izlenmektedir. Numunenin nano boyutlu taneciklerden oluştuğu gözlemlenmiştir. Numunenin yüzey yapısı genel olarak benzer boyut ve morfolojilere sahip tanelerden oluşmaktadır. 50.000X büyütmedeki SEM fotoğrafından, birden fazla tanecikten oluşan partiküller izlenmiş ve bu partikülllerin boyutunun ortalama 934 nm olduğu tespit edilmiştir.



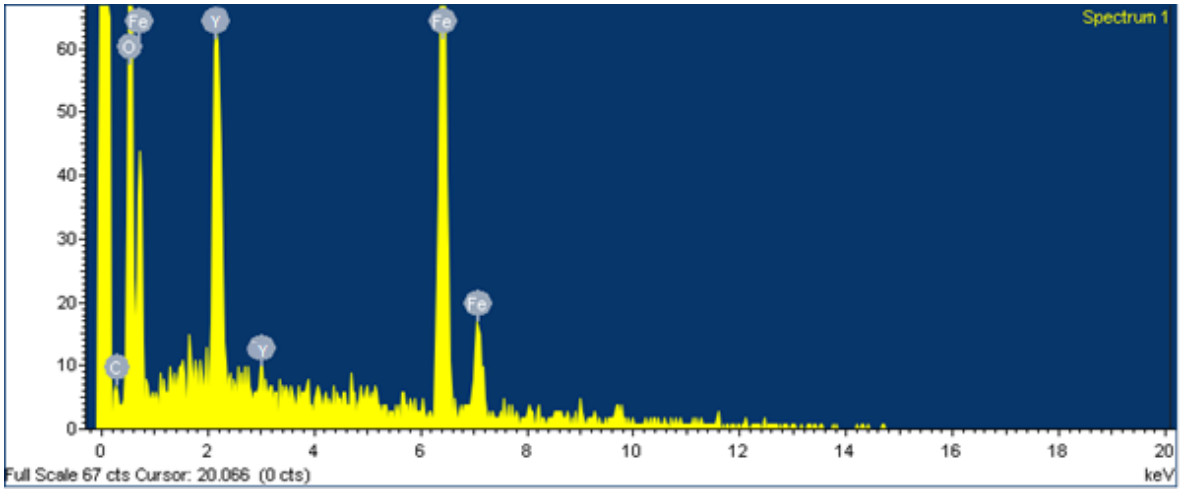
Şekil 5.66. YFO numunesinin 2000X büyütme oranındaki EDX spektrumu

Şekil 5.66'da 2.000X büyütmede YFO numunesinin yüzeyinin tamamından alınan enerji dağılımlı X-ışını spektroskopi (EDX) spektrumu gösterilmektedir. Spektrum sonuçları incelendiğinde, elde edilen pikler, numune bileşimini oluşturan elementler olan Y, Fe, O ve ilave edilen grafen oksit (C) şeklinde gözlemlenmiş ve numunenin bileşimini doğrulamıştır. Böylece numunenin başarılı bir şekilde üretildiği sonucuna varılabilmektedir. Numune herhangi bir safsızlık veya ikincil faz içermemektedir.



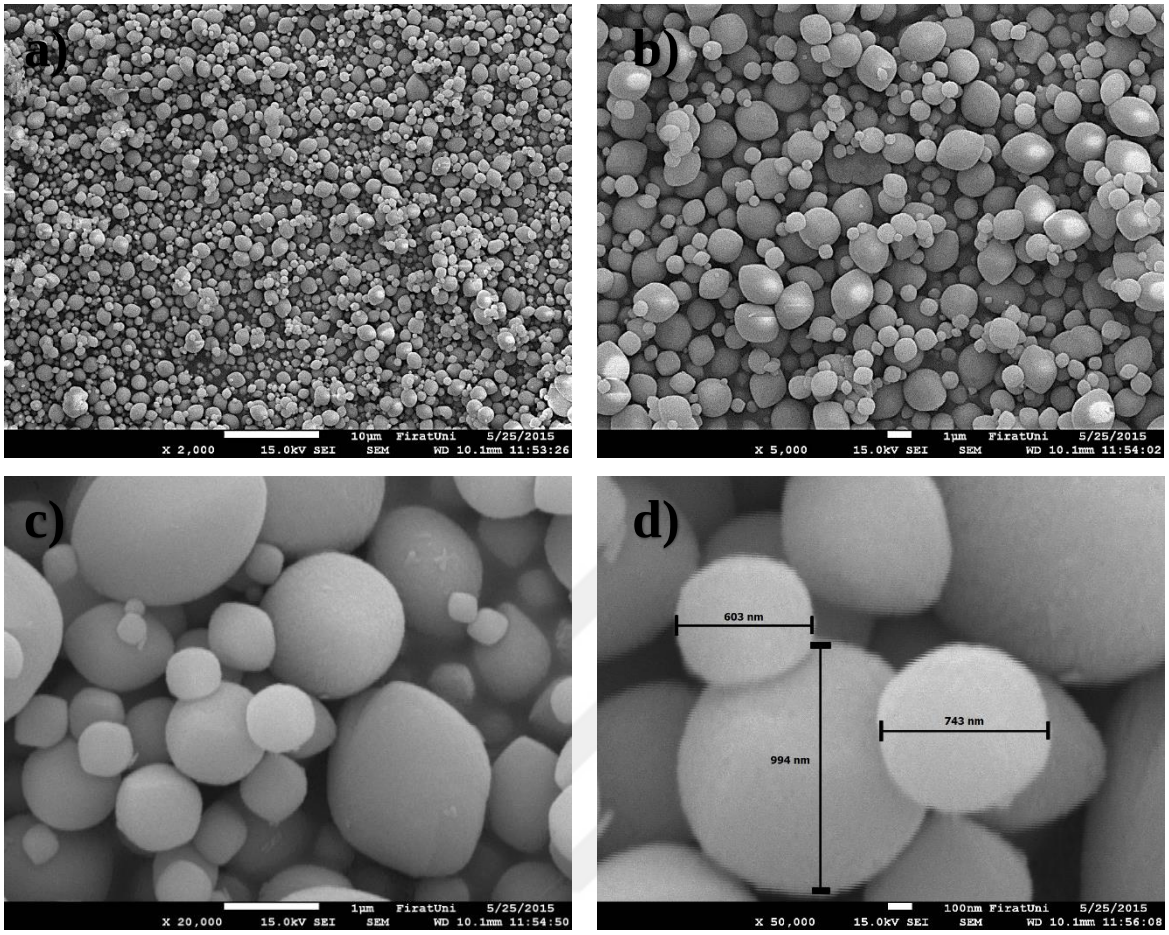
Şekil 5.67. YFO20 numunesinin a) 2000X b) 5000X c) 20.000X ve d) 50.000X büyütme oranlarında alınan SEM görüntüleri

Şekil 5.67'de hidrotermal metotla hazırlanmış olan grafen oksit katkılı YFO20 numunesinin farklı büyütme oranlarında çekilen Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) görüntüleri verilmiştir. SEM fotoğrafları incelendiğinde, numune yüzeyindeki tanelerin irili ufaklı kendi aralarında gelişi güzel yönelimli oldukları, homojen olarak dağılmadığı, kısmi toparlanmaların oluştuğu görülmektedir. Bu toparlanmaların, tane yığınlarının oluşturduğu topaklar oldukları düşünülmektedir. Numunenin nano boyutlu küp şeklinde taneciklerden oluştuğu, yüzey yapısındaki morfolojik farklılıkların olduğu açıkça izlenebilmektedir. Katkısız YFO numunesine kıyasla tane boyutunun küçüldüğü gözlemlenmektedir. Numunenin yüzey yapısı genel olarak benzer boyut ve morfolojilere sahip tanelerden oluşmaktadır. 50.000X büyütmedeki SEM fotoğrafından, üretilen numuneyi oluşturan tane boyutları yaklaşık olarak 458 ile 995 nm aralığında ölçülmüştür.



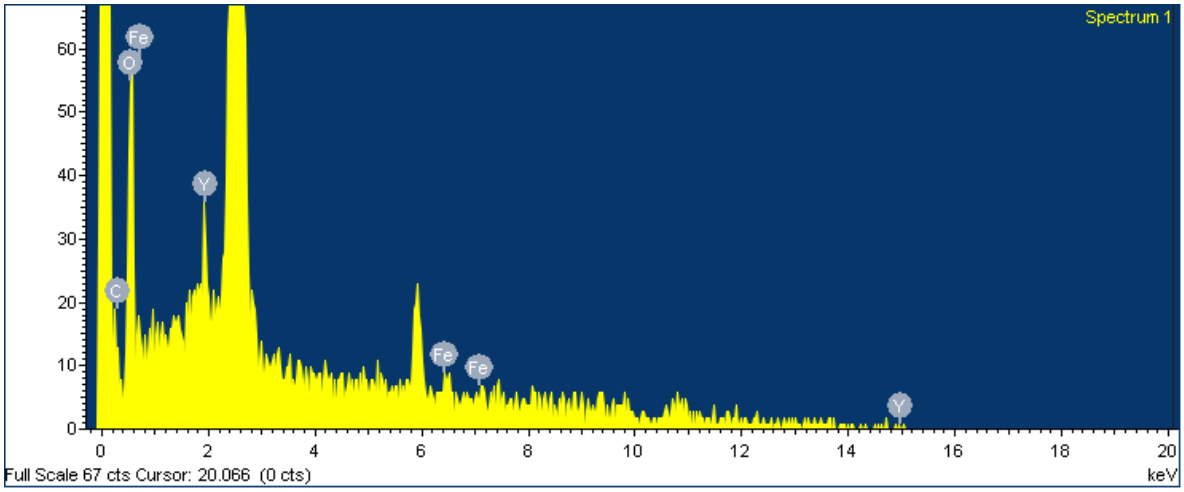
Şekil 5.68. YFO20 numunesinin 2000X büyütme oranındaki EDX spektrumu

Şekil 5.68'de 2.000X büyütmede YFO20 numunesinin yüzeyinin tamamından alınan enerji dağılımlı X-ışını spektroskopi (EDX) spektrumu gösterilmektedir. Spektrum sonuçları incelendiğinde, elde edilen pikler, numune bileşimini oluşturan elementler olan Y, Fe, O ve ilave edilen grafen oksit (C) şeklinde gözlemlenmiş ve numunenin bileşimini doğrulamıştır. Böylece numunenin başarılı bir şekilde üretildiği sonucuna varılabilmektedir. Ayrıca YFO20 numunesinin pik şiddetlerinin, ilave edilen grafen oksit miktarının artması ile değişim gösterdiği açıkça görülmektedir. Numune herhangi bir safsızlık veya ikincil faz içermemektedir.



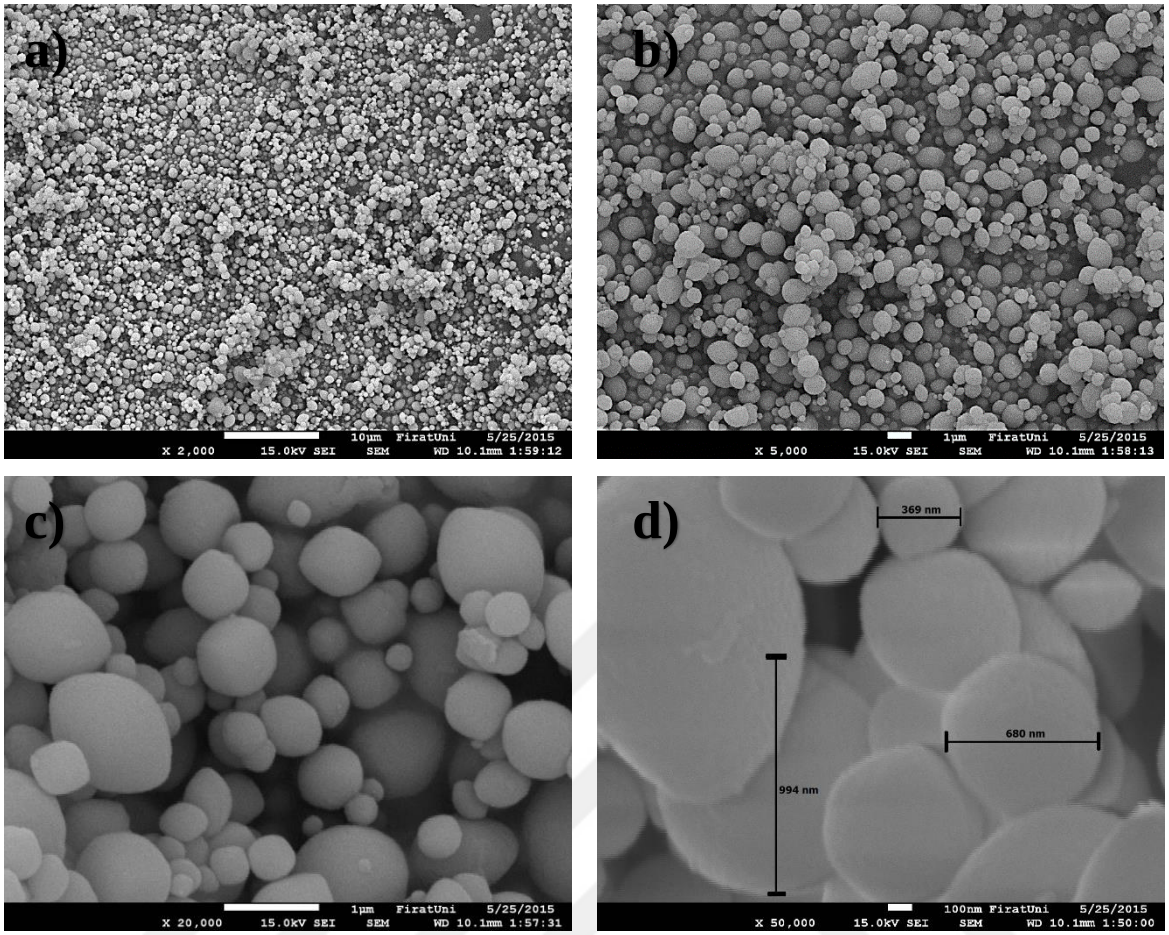
Şekil 5.69. YFO50 numunesinin a) 2000X b) 5000X c) 20.000X ve d) 50.000X büyütme oranlarında alınan SEM görüntüleri

Şekil 5.69'da hidrotermal metotla hazırlanmış olan grafen oksit katkılı YFO50 numunesinin farklı büyütme oranlarında çekilen Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) görüntüleri verilmiştir. SEM fotoğrafları incelendiğinde, numune yüzeyindeki tanelerin değişik boyutta ve gelişi güzel yönelimli oldukları, YFO20 numunesine kıyasla daha homojen bir şekilde dağıldığı, büyük denebilecek tanelerin daha da yoğunlaştığı, kısmi toparlanmaların yer yer oluştuğu görülmektedir. Yapıdaki tane şekillerinin köşeli olarak değil de küresel forma dönüştüğü gözlemlenmiştir. Numunenin nano boyutlu taneciklerden oluştuğu, yüzey yapısındaki morfolojik farklılıkların olduğu da açıkça izlenebilmektedir. 50.000X büyütmedeki SEM fotoğrafından, üretilen numuneyi oluşturan tane boyutları yaklaşık olarak 603 ile 994 nm aralığında ölçülmüştür.



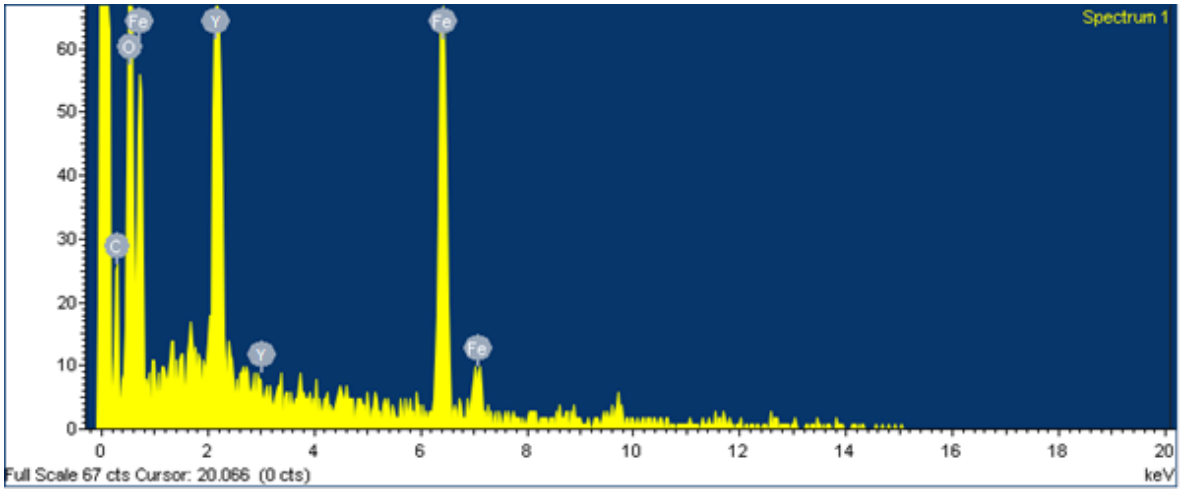
Şekil 5.70. YFO50 numunesinin 2000X büyütme oranındaki EDX spektrumu

Şekil 5.70'te 2.000X büyütmede YFO50 numunesinin yüzeyinin tamamından alınan enerji dağılımlı X-ışını spektroskopi (EDX) spektrumu gösterilmektedir. Spektrum sonuçları incelendiğinde, elde edilen pikler, numune bileşimini oluşturan elementler olan Y, Fe, O ve ilave edilen grafen oksit (C) şeklinde gözlemlenmiş ve numunenin bileşimini doğrulamıştır. Böylece numunenin başarılı bir şekilde üretildiği sonucuna varılabilmektedir. Ayrıca YFO50 numunesinin pik şiddetlerinin, ilave edilen grafen oksit miktarının artması ile değişim gösterdiği açıkça görülmektedir. Numune herhangi bir safsızlık veya ikincil faz içermemektedir.



Şekil 5.71. YFO100 numunesinin a) 2000X b) 5000X c) 20.000X ve d) 50.000X büyütme oranlarında alınan SEM görüntüleri

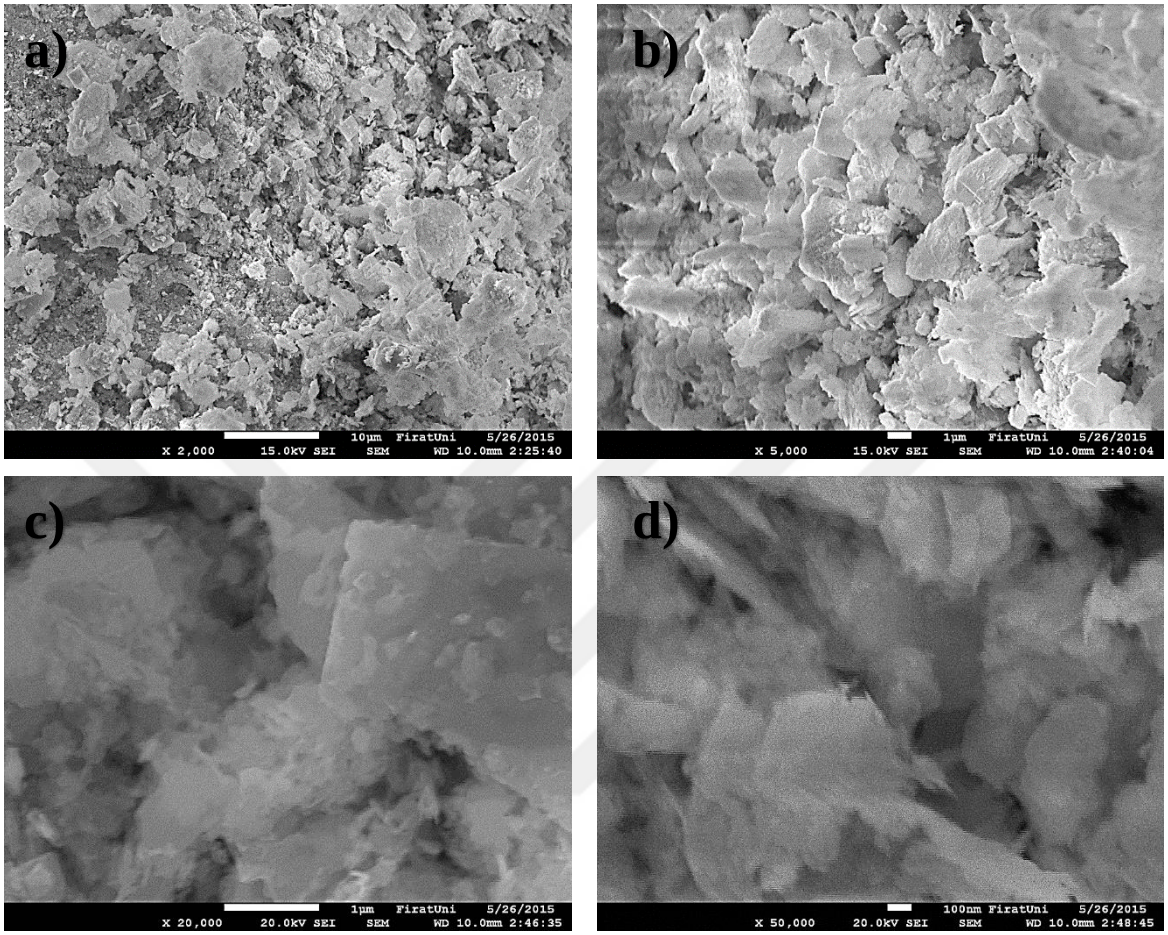
Şekil 5.71'de Hidrotermal metotla hazırlanmış olan grafen oksit katkılı YFO100 numunesinin farklı büyütme oranlarında çekilen Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) görüntüleri verilmiştir. SEM fotoğrafları incelendiğinde, numune yüzeyindeki tanelerin irili ufaklı kendi aralarında gelişi güzel yönelimli oldukları, homojen olarak dağılmadığı, kısmi toparlanmaların oluştuğu görülmektedir. Bu toparlanmaların, tane yığınlarının oluşturduğu üretimden kaynaklanan topaklar oldukları düşünülmektedir. Numune nano boyutlu küre formundaki taneciklerden oluşmaktadır. YFO serisi numuneler arasında en küçük tane dağılımına sahip numunenin YFO100 numunesi olduğu söylenebilir. 50.000X büyütmedeki SEM fotoğrafından, üretilen numuneyi oluşturan tane boyutları yaklaşık olarak 369 ile 994 nm aralığında ölçülmüştür.



Şekil 5.72. YFO100 numunesinin 2000X büyütme oranındaki EDX spektrumu

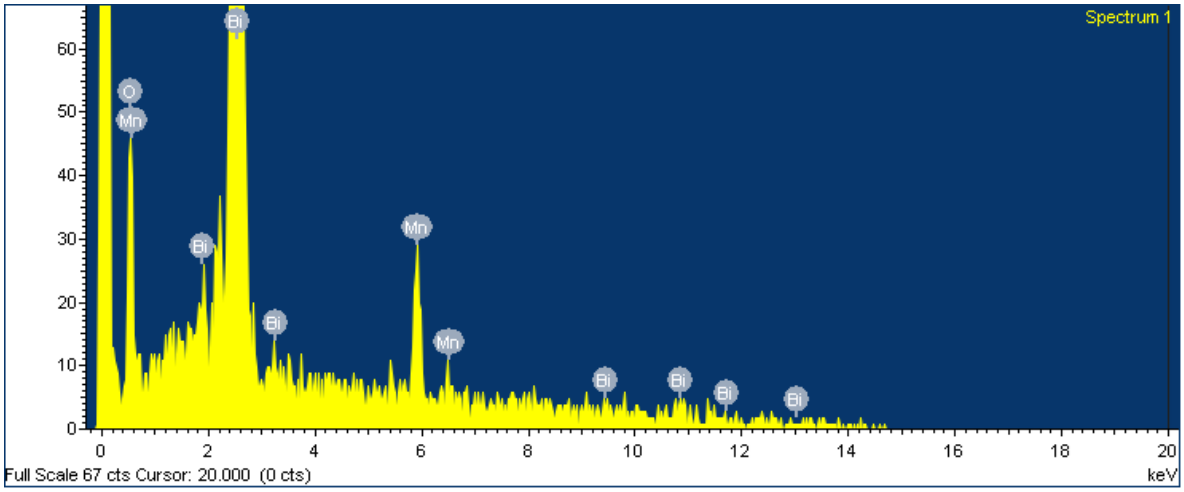
Şekil 5.72'de 2.000X büyütmede YFO100 numunesinin yüzeyinin tamamından alınan enerji dağılımlı X-ışını spektroskopi (EDX) spektrumu gösterilmektedir. Spektrum sonuçları incelendiğinde, elde edilen pikler, numune bileşimini oluşturan elementler olan Y, Fe, O ve ilave edilen grafen oksit (C) şeklinde gözlemlenmiş ve numunenin bileşimini doğrulamıştır. Böylece numunenin başarılı bir şekilde üretildiği sonucuna varılabilmektedir. Ayrıca YFO100 numunesinin pik şiddetlerinin, ilave edilen grafen oksit miktarının artması ile değişim gösterdiği açıkça görülmektedir. Numune herhangi bir safsızlık veya ikincil faz içermemektedir.

5.2.2.4. BMO Serisi Numunelerin SEM Görüntüleri ve EDX Analiz Sonuçları



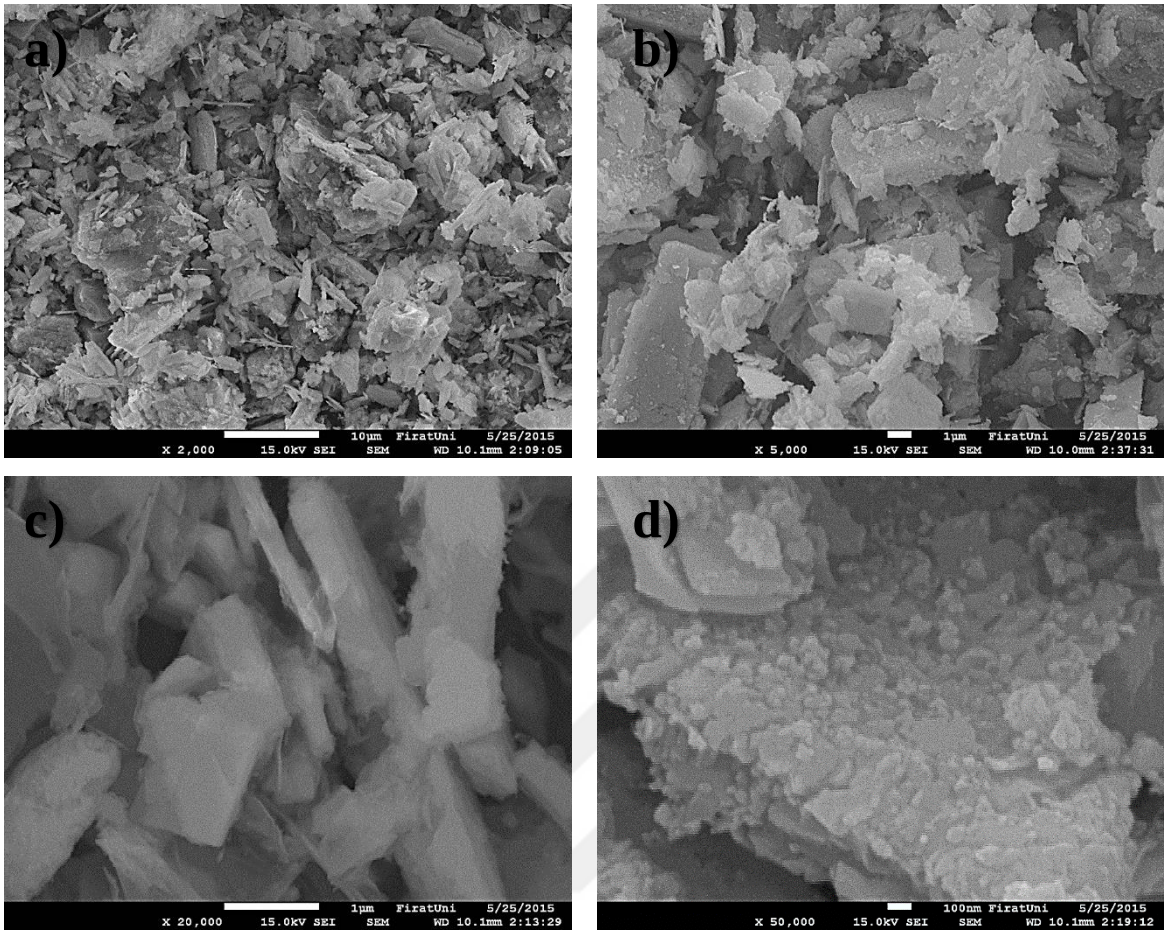
Şekil 5.73. BMO numunesinin a) 2000X b) 5000X c) 20.000X ve d) 50.000X büyütme oranlarında alınan SEM görüntüleri

Şekil 5.73'de hidrotermal metotla hazırlanmış olan katkısız BMO numunesinin farklı büyütme oranlarında çekilen Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) görüntüleri verilmiştir. SEM fotoğrafları incelendiğinde, yapıda çoğunlukla gelişigüzel konumlanmış tabakalar ve bu tabakaların yüzeyinde bulunan nano boyutlu taneler gözlenmektedir. Numunenin nano boyutlu taneciklerden oluşan kompozit yapıda olduğu görülmektedir.



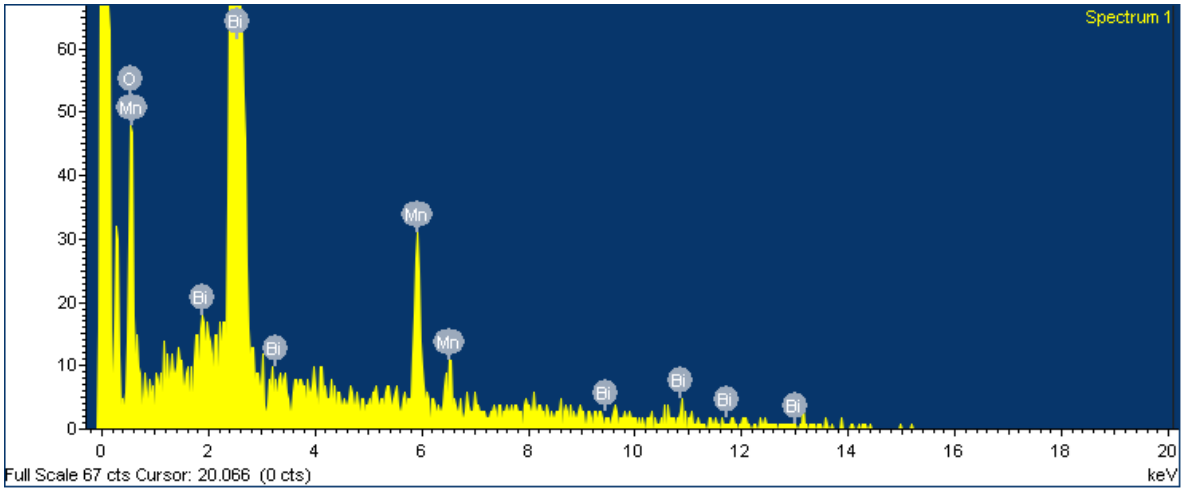
Şekil 5.74. BMO numunesinin 2000X büyütme oranındaki EDX spektrumu

Şekil 5.74'te 2.000X büyütmede BMO numunesinin yüzeyinin tamamından alınan enerji dağılımlı X-ışını spektroskopi (EDX) spektrumu gösterilmektedir. Spektrum sonuçları incelendiğinde, elde edilen pikler, numune bileşimini oluşturan elementler olan Bi, Mn, O şeklinde gözlemlenmiş ve numunenin bileşimini doğrulamıştır. Böylece numunenin başarılı bir şekilde üretildiği sonucuna varılabilmektedir. Numune herhangi bir safsızlık veya ikincil faz içermemektedir.



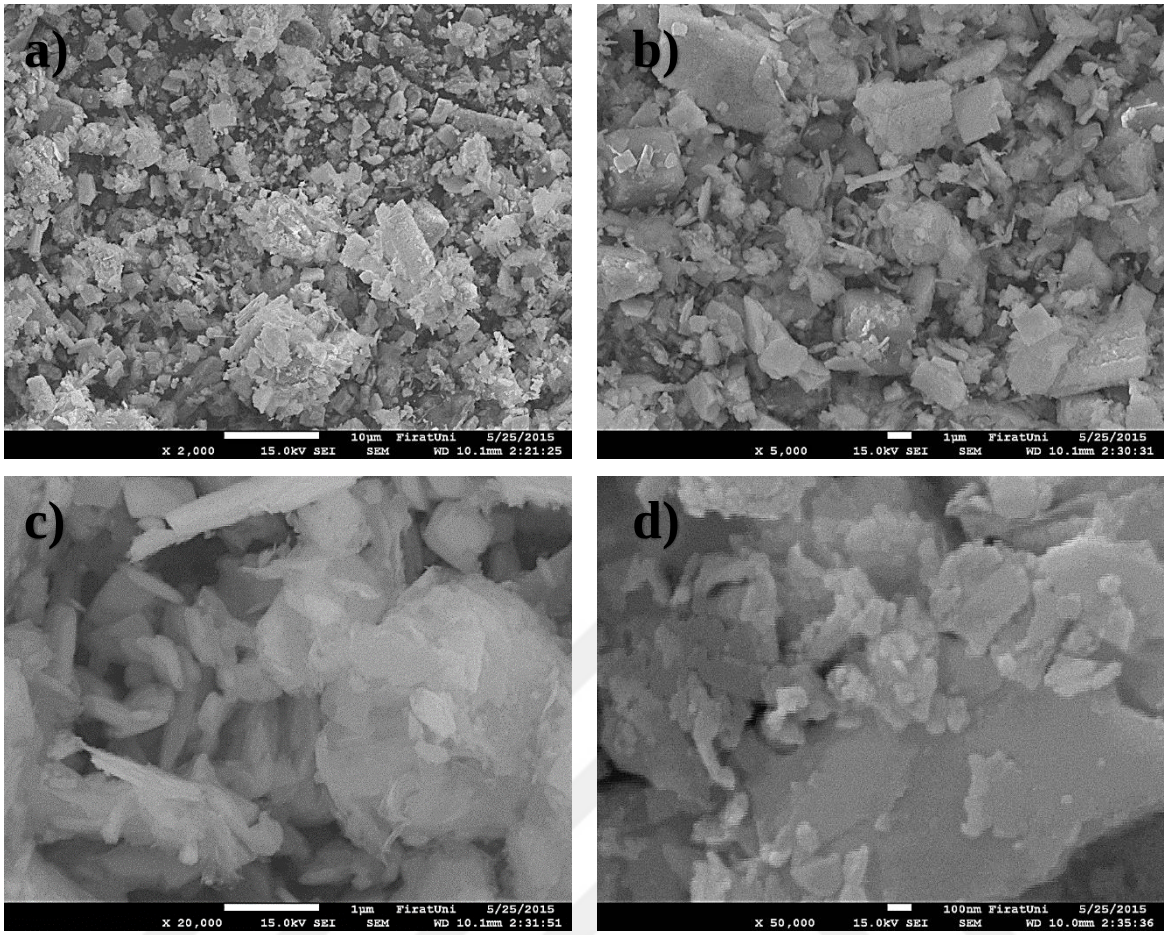
Şekil 5.75. BMO20 numunesinin a) 2000X b) 5000X c) 20.000X ve d) 50.000X büyütme oranlarında alınan SEM görüntüleri

Şekil 5.75'te hidrotermal metotla hazırlanmış olan katkısız BMO20 numunesinin farklı büyütme oranlarında çekilen Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) görüntüleri verilmiştir. SEM fotoğrafları incelendiğinde, BMO numunesinden farklı olarak tabakamsı yapının bozulduğu, tanelerin toparlanmaya başladığı, yer yer çubuk şeklinde yapıların oluştuğu ve bu yapıların yüzeyinde yoğun bir şekilde konumlanmış nano boyutlu tanecikler gözlenmektedir. Numunenin nano boyutlu taneciklerden oluşan kompozit yapıda olduğu görülmektedir. 50.000X büyütmedeki SEM fotoğrafından, üretilen numuneyi oluşturan tane boyutları yaklaşık olarak 169 ile 366 nm aralığında ölçülmüştür.



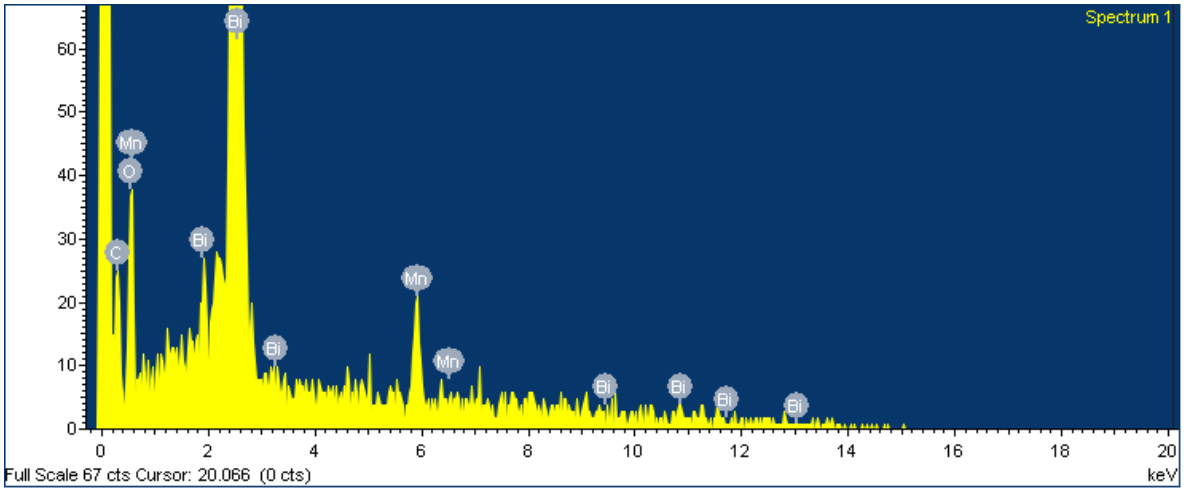
Şekil 5.76. BMO20 numunesinin 2000X büyütme oranındaki EDX spektrumu

Şekil 5.76'da 2.000X büyütmede BMO20 numunesinin yüzeyinin tamamından alınan enerji dağılımlı X-ışını spektroskopi (EDX) spektrumu gösterilmektedir. Spektrum sonuçları incelendiğinde, elde edilen pikler, numune bileşimini oluşturan elementler olan Bi, Mn, O ve ilave edilen grafen oksit (C) şeklinde gözlemlenmiş ve numunenin bileşimini doğrulamıştır. Böylece numunenin başarılı bir şekilde üretildiği sonucuna varılabilmektedir. Ayrıca BMO20 numunesinin pik şiddetlerinin, ilave edilen grafen oksit miktarının artması ile değişim gösterdiği açıkça görülmektedir. Numune herhangi bir safsızlık veya ikincil faz içermemektedir.



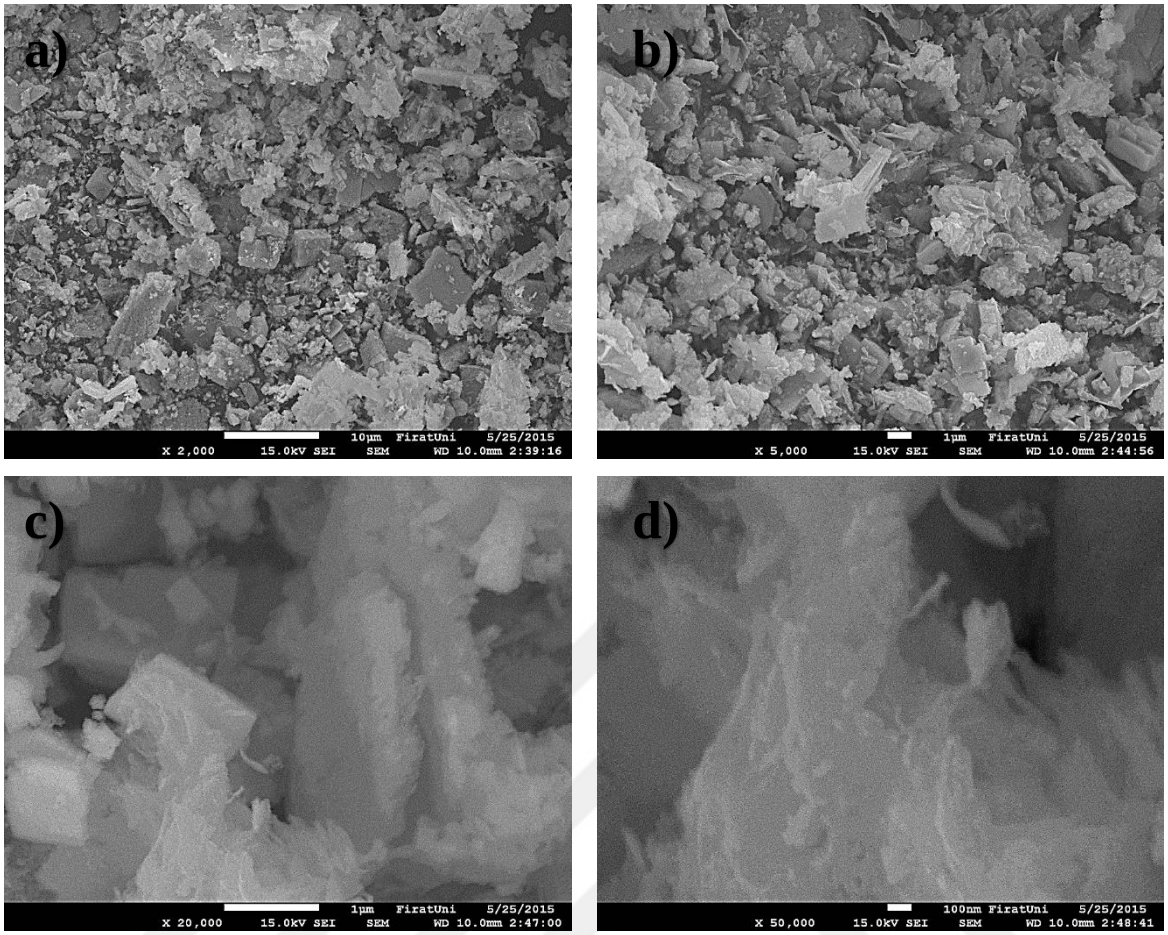
Şekil 5.77. BMO50 numunesinin a) 2000X b) 5000X c) 20.000X ve d) 50.000X büyütme oranlarında alınan SEM görüntüleri

Şekil 5.77'de Hidrotermal metotla hazırlanmış olan katkısız BMO50 numunesinin farklı büyütme oranlarında çekilen Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) görüntüleri verilmiştir. SEM fotoğrafları incelendiğinde, BMO20 numunesine benzer bir yapının oluştuğu, farklı olarak çubuk şeklinde yapıların arttığı gözlenmektedir. Numunenin nano boyutlu taneciklerden oluşan kompozit yapıda olduğu görülmektedir. 50.000X büyütmedeki SEM fotoğrafından, üretilen numuneyi oluşturan tane boyutları yaklaşık olarak 236 ile 412 nm aralığında ölçülmüştür.



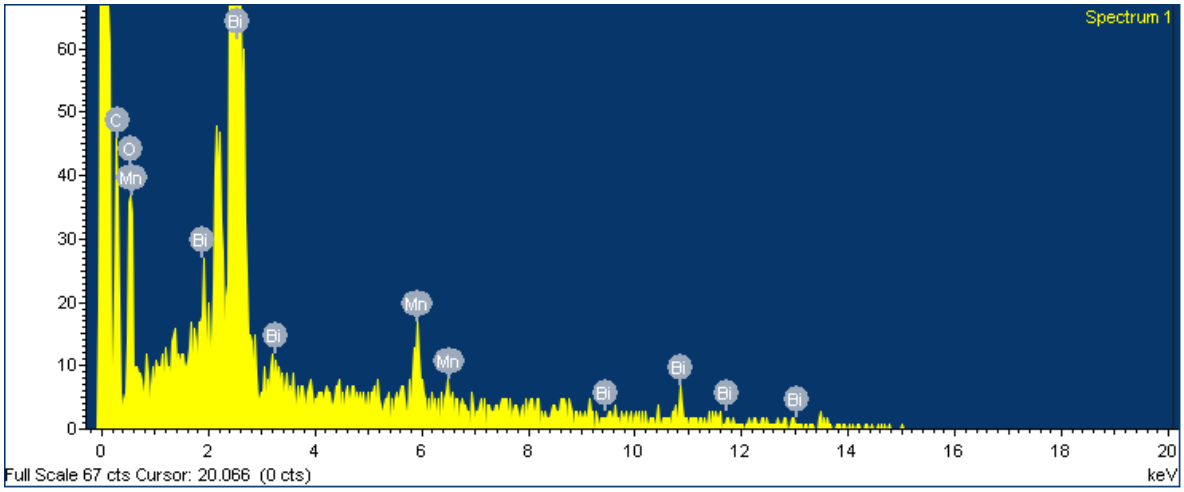
Şekil 5.78. BMO50 numunesinin 2000X büyütme oranındaki EDX spektrumu

Şekil 5.78'de 2.000X büyütmede BMO50 numunesinin yüzeyinin tamamından alınan enerji dağılımlı X-ışını spektroskopi (EDX) spektrumu gösterilmektedir. Spektrum sonuçları incelendiğinde, elde edilen pikler, numune bileşimini oluşturan elementler olan Bi, Mn, O ve ilave edilen grafen oksit (C) şeklinde gözlemlenmiş ve numunenin bileşimini doğrulamıştır. Böylece numunenin başarılı bir şekilde üretildiği sonucuna varılabilmektedir. Ayrıca BMO50 numunesinin pik şiddetlerinin, ilave edilen grafen oksit miktarının artması ile değişim gösterdiği açıkça görülmektedir. Numune herhangi bir safsızlık veya ikincil faz içermemektedir.



Şekil 5.79. BMO100 numunesinin a) 2000X b) 5000X c) 20.000X ve d) 50.000X büyütme oranlarında alınan SEM görüntüleri

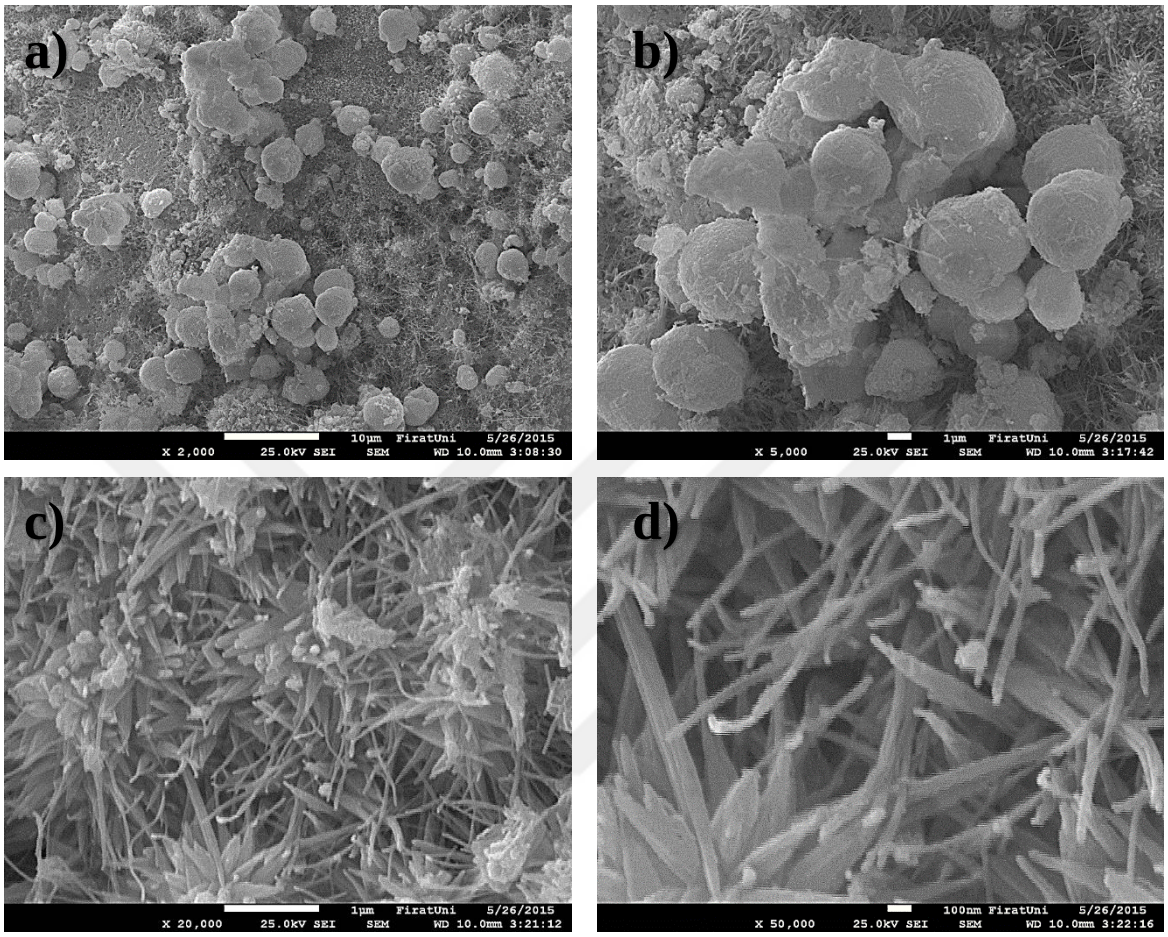
Şekil 5.79'da hidrotermal metotla hazırlanmış olan katkısız BMO100 numunesinin farklı büyütme oranlarında çekilen Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) görüntüleri verilmiştir. SEM fotoğrafları incelendiğinde, serinin diğer numunelerine benzer bir yapı görülmektedir. Numunenin nano boyutlu taneciklerden oluşan kompozit yapıda olduğu söylenebilir. 50.000X büyütmedeki SEM fotoğrafından, üretilen numuneyi oluşturan tane boyutları yaklaşık olarak 361 ile 523 nm aralığında ölçülmüştür.



Şekil 5.80. BMO100 numunesinin 2000X büyütme oranındaki EDX spektrumu

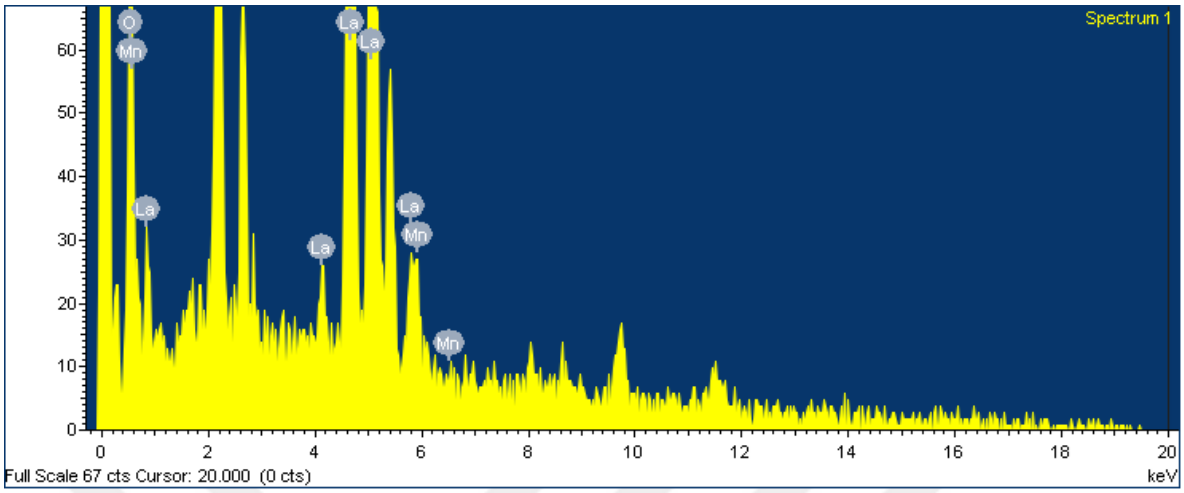
Şekil 5.80'de 2.000X büyütmede BMO100 numunesinin yüzeyinin tamamından alınan enerji dağılımlı X-ışını spektroskopi (EDX) spektrumu gösterilmektedir. Spektrum sonuçları incelendiğinde, elde edilen pikler, numune bileşimini oluşturan elementler olan Bi, Mn, O ve ilave edilen grafen oksit (C) şeklinde gözlemlenmiş ve numunenin bileşimini doğrulamıştır. Böylece numunenin başarılı bir şekilde üretildiği sonucuna varılabilmektedir. Ayrıca BMO100 numunesinin pik şiddetlerinin, ilave edilen grafen oksit miktarının artması ile değişim gösterdiği açıkça görülmektedir. Numune herhangi bir safsızlık veya ikincil faz içermemektedir.

5.2.2.5. LMO Serisi Numunelerin SEM Görüntüleri ve EDX Analiz Sonuçları



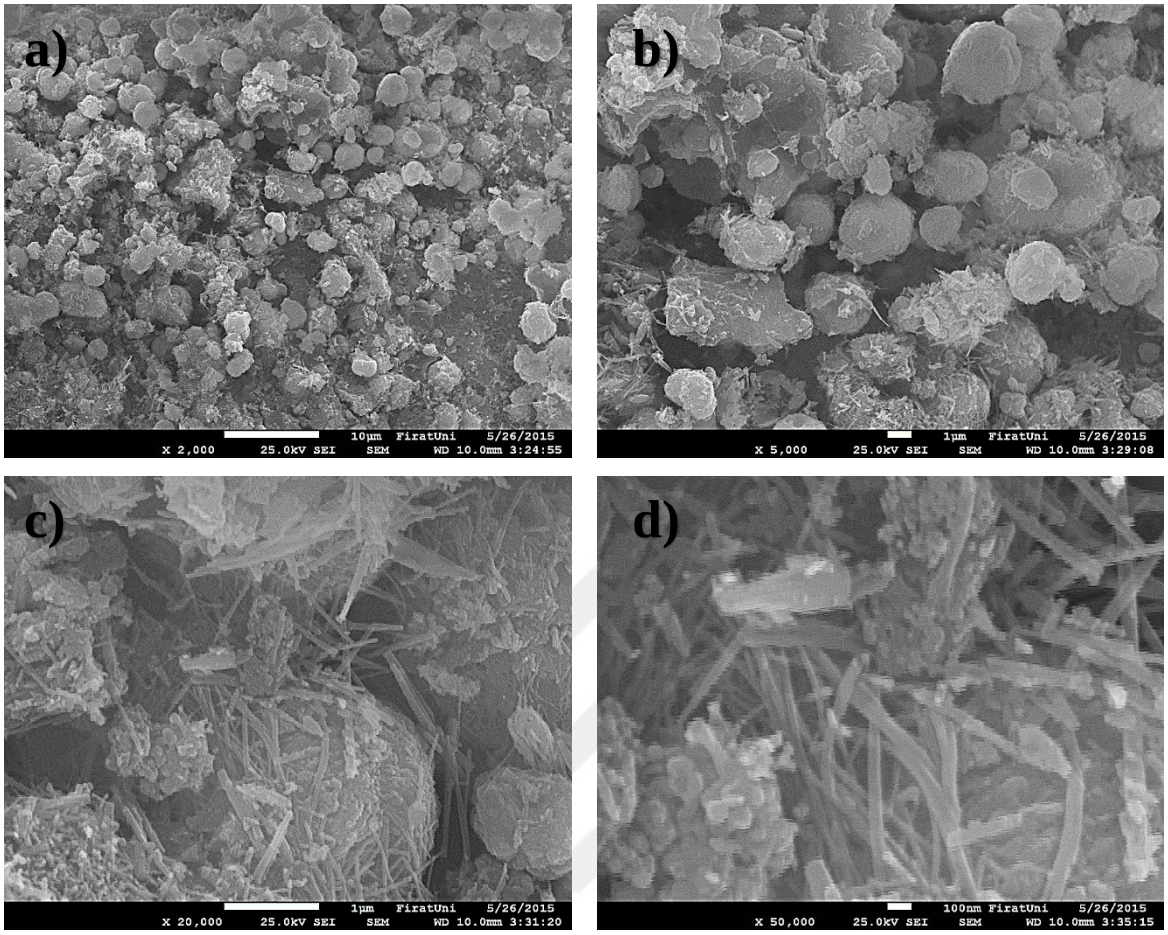
Şekil 5.81. LMO numunesinin a) 2000X b) 5000X c) 20.000X ve d) 50.000X büyütme oranlarında alınan SEM görüntüleri

Şekil 5.81'de hidrotermal metotla hazırlanmış olan katkısız LMO numunesinin farklı büyütme oranlarında çekilen Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) görüntüleri verilmiştir. SEM fotoğrafları incelendiğinde, numune yüzeyinin küre formundaki büyük taneler ve nano çubuklardan oluştuğu görülmektedir. Büyük tanelerin kendi aralarında gelişi güzel bir şekilde kümelendikleri, homojen olarak dağılmadığı söylenebilir. Bu toparlanmaların, tane yığınlarının oluşturduğu topaklar oldukları düşünülmektedir. Yüksek büyütmeler çıkıldığında yapıdaki nano çubukların daha da belirginleştiği, rastgele yönelmiş çubukların kısmen nano çiçekler şeklinde büyüdüğü de gözlemlenmiştir. 50.000X büyütmedeki SEM fotoğrafından, üretilen numuneyi oluşturan nano çubukların kalınlığı yaklaşık olarak 36 ile 58 nm aralığında ölçülmüştür.



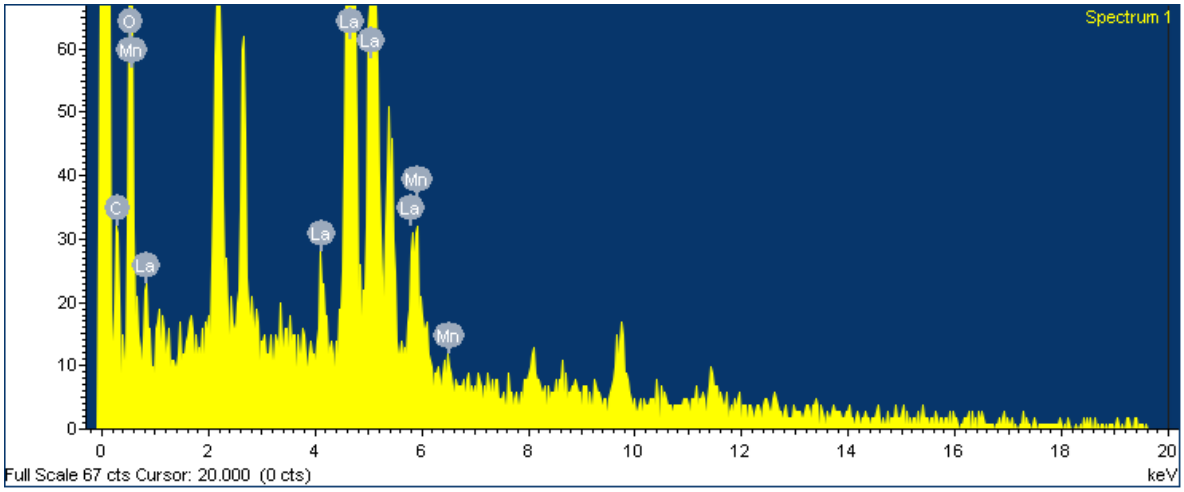
Şekil 5.82. LMO numunesinin 2000X büyütme oranındaki EDX spektrumu

Şekil 5.82'de 2.000X büyütmede LMO numunesinin yüzeyinin tamamından alınan enerji dağılımlı X-ışını spektroskopi (EDX) spektrumu gösterilmektedir. Spektrum sonuçları incelendiğinde, elde edilen pikler, numune bileşimini oluşturan elementler olan La, Mn, O şeklinde gözlemlenmiş ve numunenin bileşimini doğrulamıştır. Böylece numunenin başarılı bir şekilde üretildiği sonucuna varılabilmektedir. Numune herhangi bir safsızlık veya ikincil faz içermemektedir.



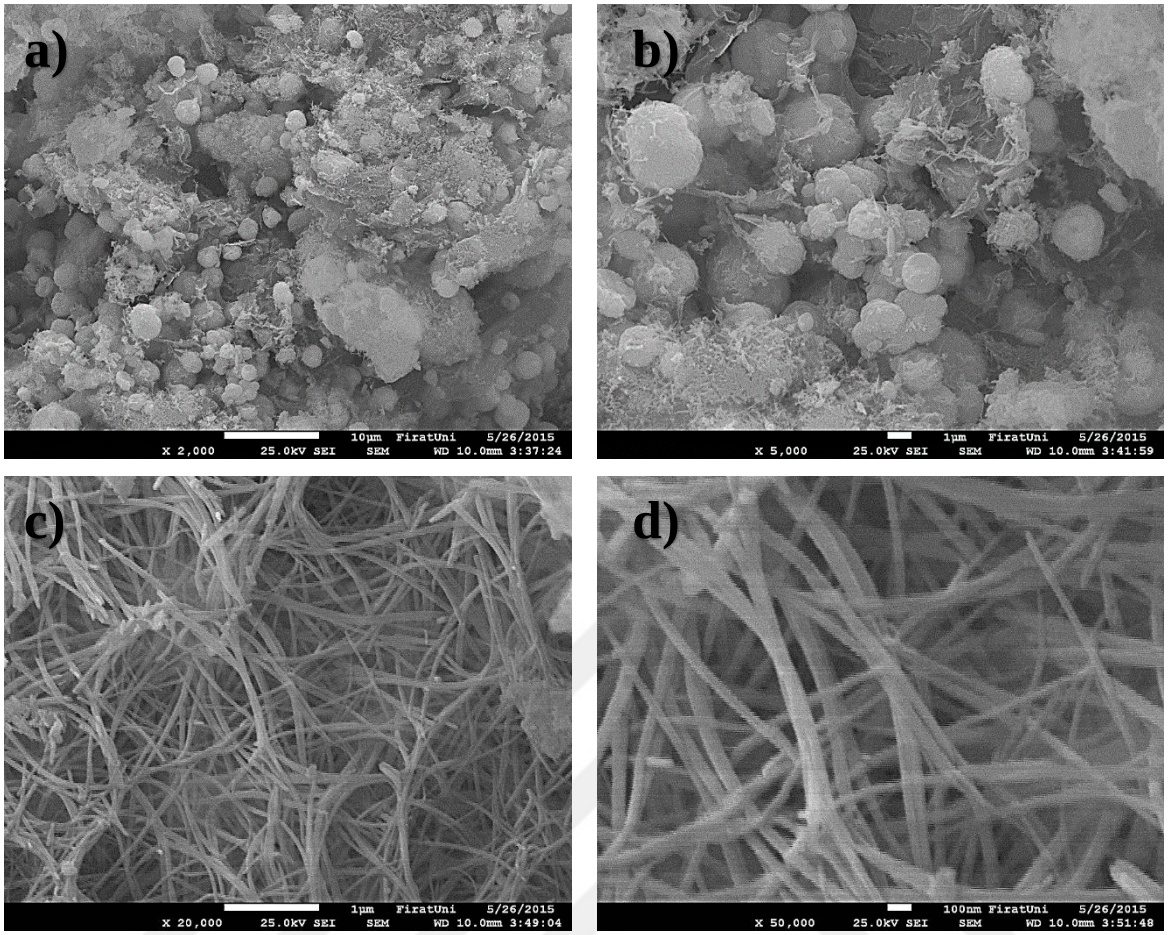
Şekil 5.83. LMO20 numunesinin a) 2000X b) 5000X c) 20.000X ve d) 50.000X büyütme oranlarında alınan SEM görüntüleri

Şekil 5.83'te hidrotermal metotla hazırlanmış olan grafen oksit katkılı LMO20 numunesinin farklı büyütme oranlarında çekilen Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) görüntüleri verilmiştir. SEM fotoğrafları incelendiğinde, numune yüzeyinin küre formundaki büyük taneler ve nano çubuklardan oluştuğu görülmektedir. Büyük tanelerden oluşan kümelerin ayrışmaya başladığı, nano çubukların taneler arasına homojen olmayan biçimde dağıldığı söylenebilir. Bu numune için alınan yüksek büyütmelerdeki görüntülerde, nano çubukların yapıda mevcut olduğu, bunun yanısıra nano boyutta küçük tanelerin de bu çubuklar arasında yer aldığı izlenebilmektedir. 50.000X büyütmedeki SEM fotoğrafından, üretilen numuneyi oluşturan nano çubukların kalınlığı 54 nm ile 101 nm, taneciklerin boyutları ise yaklaşık olarak 89 nm ile 144 nm aralığında ölçülmüştür.



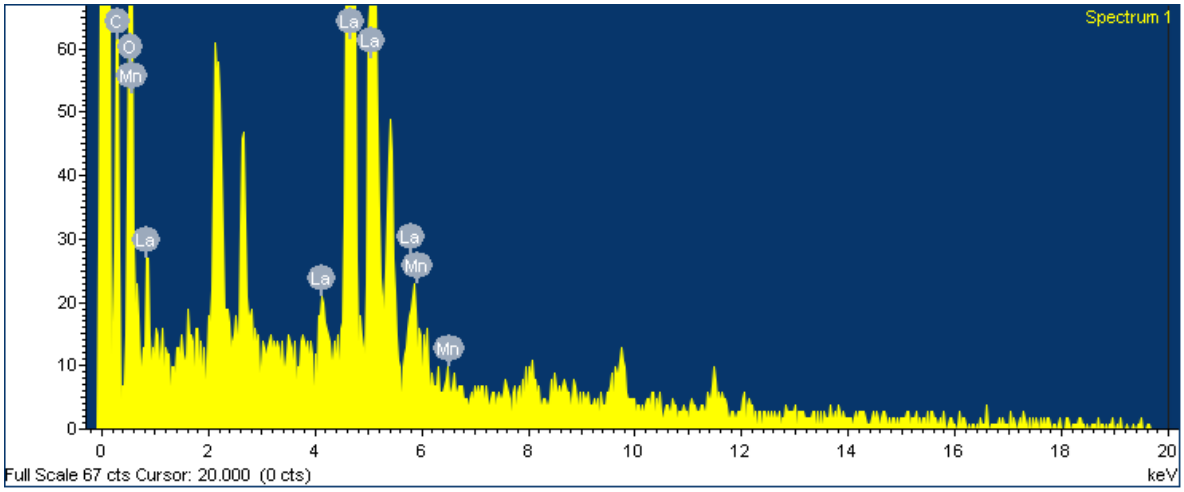
Şekil 5.84. LMO20 numunesinin 2000X büyütme oranındaki EDX spektrumu

Şekil 5.84'te 2.000X büyütmede LMO20 numunesinin yüzeyinin tamamından alınan enerji dağılımlı X-ışını spektroskopi (EDX) spektrumu gösterilmektedir. Spektrum sonuçları incelendiğinde, elde edilen pikler, numune bileşimini oluşturan elementler olan La, Mn, O ve ilave edilen grafen oksit (C) şeklinde gözlemlenmiş ve numunenin bileşimini doğrulamıştır. Böylece numunenin başarılı bir şekilde üretildiği sonucuna varılabilmektedir. Ayrıca LMO20 numunesinin pik şiddetlerinin, ilave edilen grafen oksit miktarının artması ile değişim gösterdiği açıkça görülmektedir. Numune herhangi bir safsızlık veya ikincil faz içermemektedir.



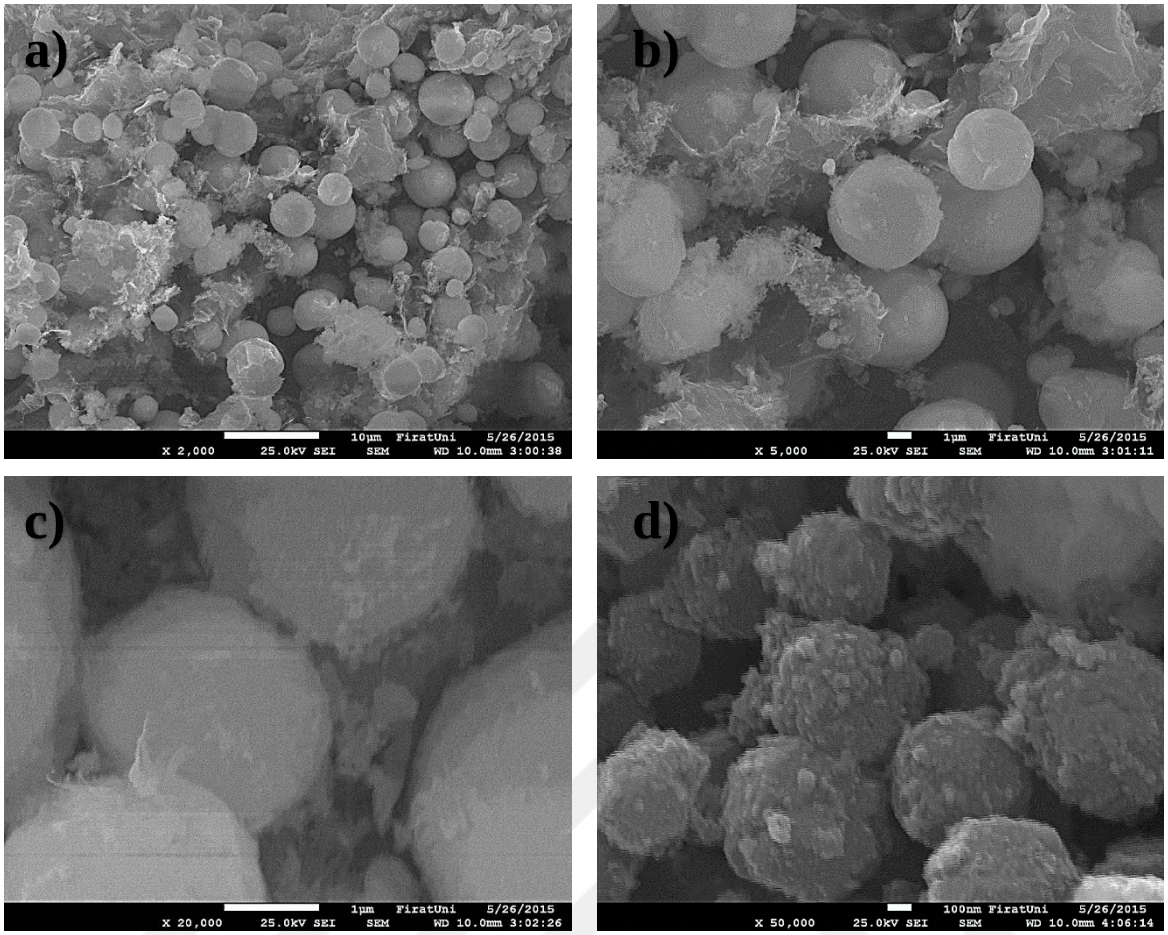
Şekil 5.85. LMO50 numunesinin a) 2000X b) 5000X c) 20.000X ve d) 50.000X büyütme oranlarında alınan SEM görüntüleri

Şekil 5.85'te hidrotermal metotla hazırlanmış olan grafen oksit katkılı LMO50 numunesinin farklı büyütme oranlarında çekilen Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) görüntüleri verilmiştir. SEM fotoğrafları incelendiğinde, numune yüzeyinin küre formundaki büyük taneler ve nano çubuklardan oluştuğu görülmektedir. Büyük tanelerden oluşan kümelerin yüzeye serpilmeye başladığı, nano çubukların taneler arasına homojen bir biçimde dağıldığı gözlemlenmiştir. Nano çubukların daha düzenli, kalınlıklarının daha az ve lif şeklinde bir yapıya büründüğü söylenebilir. Yüksek büyütmelerdeki görüntülerde nano çubukların yapının büyük çoğunluğunu oluşturduğu, nano boyutlu küçük tanelerin kaybolduğu izlenmektedir. 50.000X büyütmedeki SEM fotoğrafından, üretilen numuneyi oluşturan nano çubukların kalınlığı yaklaşık olarak 24 nm ile 43 nm aralığında ölçülmüştür.



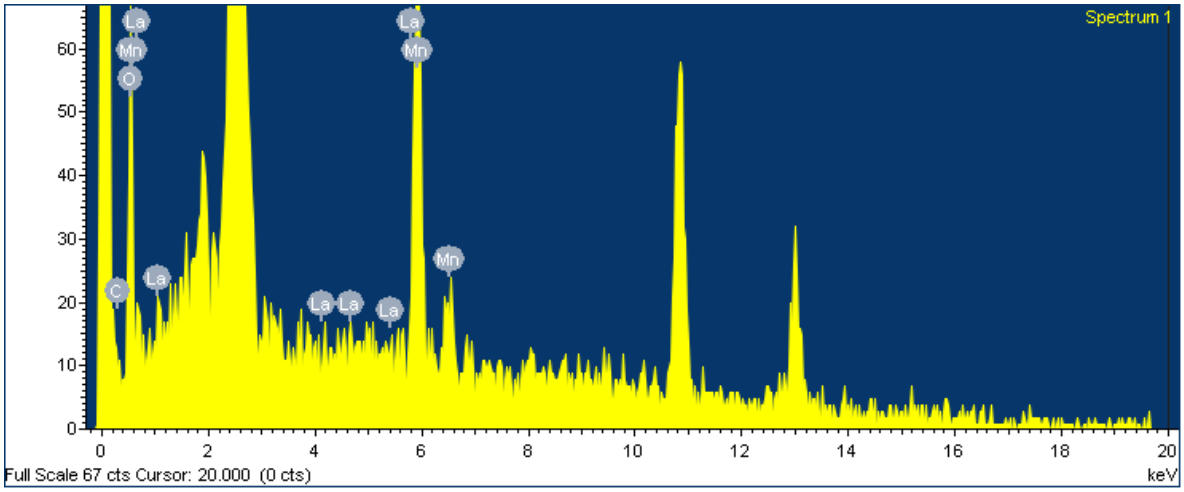
Şekil 5.86. LMO50 numunesinin 2000X büyütme oranındaki EDX spektrumu

Şekil 5.86'da 2.000X büyütmede LMO50 numunesinin yüzeyinin tamamından alınan enerji dağılımlı X-ışını spektroskopi (EDX) spektrumu gösterilmektedir. Spektrum sonuçları incelendiğinde, elde edilen pikler, numune bileşimini oluşturan elementler olan La, Mn, O ve ilave edilen grafen oksit (C) şeklinde gözlemlenmiş ve numunenin bileşimini doğrulamıştır. Böylece numunenin başarılı bir şekilde üretildiği sonucuna varılabilmektedir. Ayrıca LMO50 numunesinin pik şiddetlerinin, ilave edilen grafen oksit miktarının artması ile değişim gösterdiği açıkça görülmektedir. Numune herhangi bir safsızlık veya ikincil faz içermemektedir.



Şekil 5.87. LMO100 numunesinin a) 2000X b) 5000X c) 20.000X ve d) 50.000X büyütme oranlarında alınan SEM görüntüleri

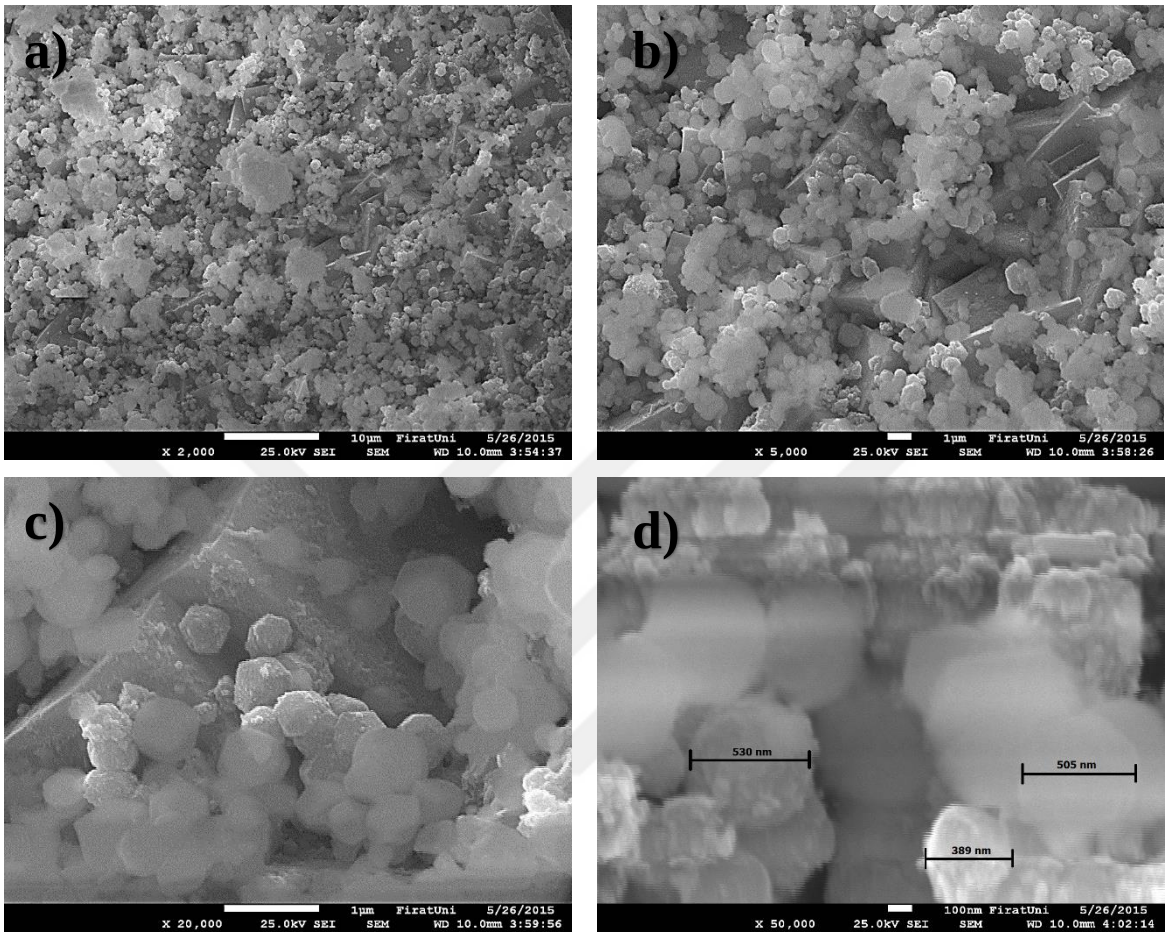
Şekil 5.87'de hidrotermal metotla hazırlanmış olan grafen oksit katkılı LMO100 numunesinin farklı büyütme oranlarında çekilen Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) görüntüleri verilmiştir. SEM fotoğrafları incelendiğinde, numune yüzeyinin çoğunluğunun küre formundaki büyük tanelerden ve bunlar aarsında kısmen dağılmış olan nano çubuklardan oluştuğu görülmektedir. Büyük tanelerin artık yapıda belirgin bir şekilde çoğaldığı, nano çubuk yapısının giderek azaldığı, sadece taneler arasına konumlandığı açıkça gözlenebilmektedir. Nano çubukların yerini, küre formunda küçük tanelere bıraktığı söylenebilir. Yüksek büyütmelerdeki görüntülerde nano çubukların kaybolduğu izlenmektedir. 50.000X büyütmedeki SEM fotoğrafından, üretilen numuneyi oluşturan tanelerin boyutu yaklaşık olarak 108 nm ile 871 nm aralığında ölçülmüştür.



Şekil 5.88. LMO100 numunesinin 2000X büyütme oranındaki EDX spektrumu

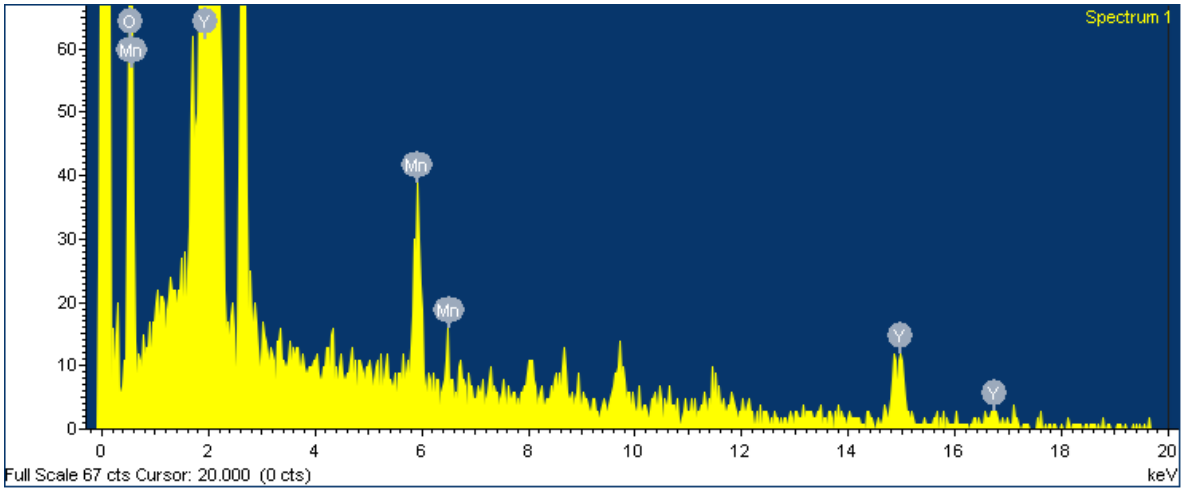
Şekil 5.88'de 2.000X büyütmede LMO100 numunesinin yüzeyinin tamamından alınan enerji dağılımlı X-ışını spektroskopi (EDX) spektrumu gösterilmektedir. Spektrum sonuçları incelendiğinde, elde edilen pikler, numune bileşimini oluşturan elementler olan La, Mn, O ve ilave edilen grafen oksit (C) şeklinde gözlemlenmiş ve numunenin bileşimini doğrulamıştır. Böylece numunenin başarılı bir şekilde üretildiği sonucuna varılabilmektedir. Ayrıca LMO100 numunesinin pik şiddetlerinin, ilave edilen grafen oksit miktarının artması ile değişim gösterdiği açıkça görülmektedir. Numune herhangi bir safsızlık veya ikincil faz içermemektedir.

5.2.2.6. YMO Serisi Numunelerin SEM Görüntüleri ve EDX Analiz Sonuçları



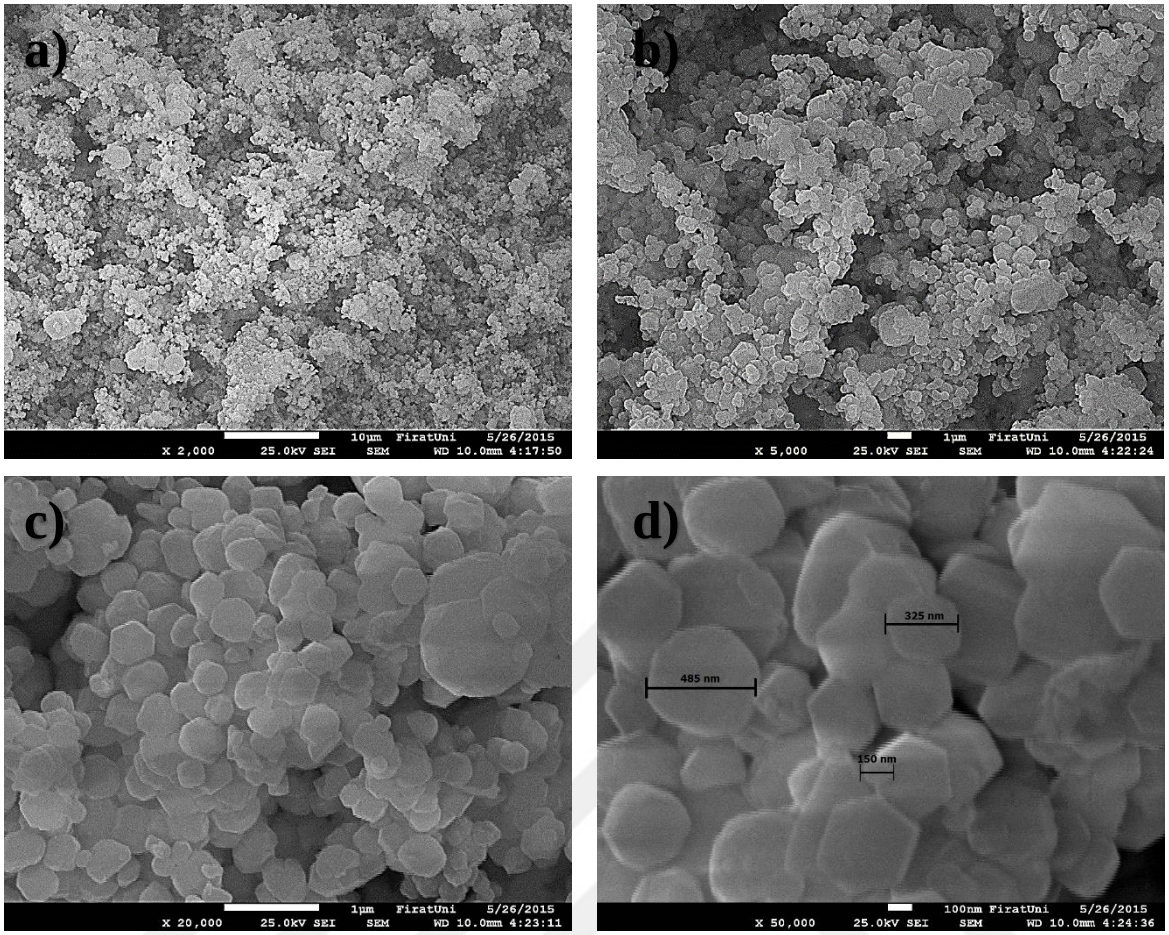
Şekil 5.89. YMO numunesinin a) 2000X b) 5000X c) 20.000X ve d) 50.000X büyütme oranlarında alınan SEM görüntüleri

Şekil 5.89'da Hidrotermal metotla hazırlanmış olan katkısız YMO numunesinin farklı büyütme oranlarında çekilen Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) görüntüleri verilmiştir. SEM fotoğrafları incelendiğinde, numune yüzeyindeki tanelerin irili ufaklı kendi aralarında gelişi güzel yönelimli oldukları, homojen olarak dağılmadığı, kısmi toparlanmaların oluştuğu görülmektedir. Numunenin nano boyutlu taneciklerden oluşan kompozit yapıda olduğu söylenebilir. 50.000X büyütmedeki SEM fotoğrafından, üretilen numuneyi oluşturan tane boyutları yaklaşık olarak 389 ile 530 nm aralığında ölçülmüştür.



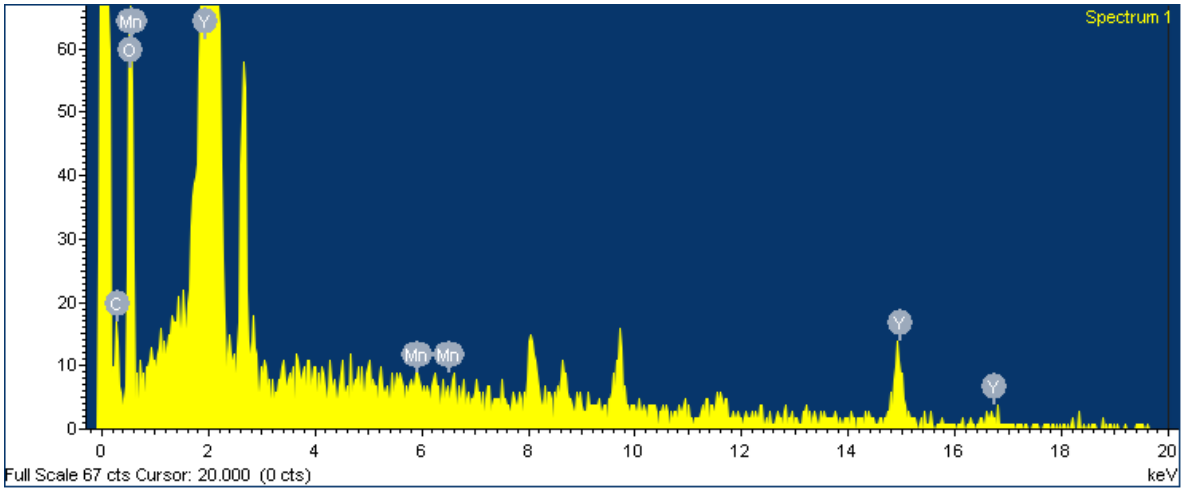
Şekil 5.90. YMO numunesinin 2000X büyütme oranındaki EDX spektrumu

Şekil 5.90'da 2.000X büyütmede YMO numunesinin yüzeyinin tamamından alınan enerji dağılımlı X-ışını spektroskopi (EDX) spektrumu gösterilmektedir. Spektrum sonuçları incelendiğinde, elde edilen pikler, numune bileşimini oluşturan elementler olan Y, Mn, O şeklinde gözlemlenmiş ve numunenin bileşimini doğrulamıştır. Böylece numunenin başarılı bir şekilde üretildiği sonucuna varılabilmektedir. Numune herhangi bir safsızlık veya ikincil faz içermemektedir.



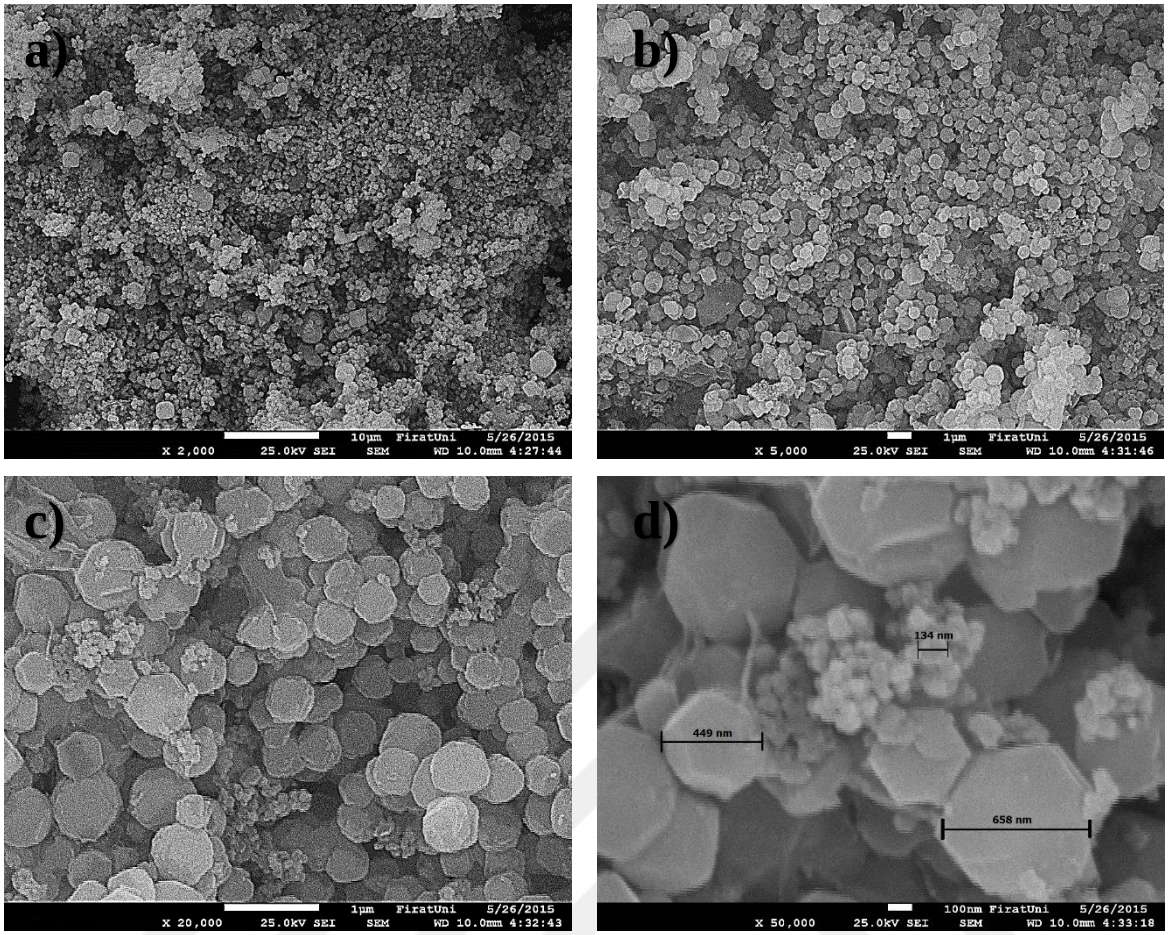
Şekil 5.91. YMO20 numunesinin a) 2000X b) 5000X c) 20.000X ve d) 50.000X büyütme oranlarında alınan SEM görüntüleri

Şekil 5.91'de hidrotermal metotla hazırlanmış olan grafen oksit katkılı YMO20 numunesinin farklı büyütme oranlarında çekilen Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) görüntüleri verilmiştir. SEM fotoğrafları incelendiğinde, numune yüzeyindeki tanelerin gelişi güzel yönelimli oldukları, tane boyutunun küçüldüğü ve şekillerinin hegzagonal formunda şekillenmeye başladığı, homojen olarak dağılmadığı görülmektedir. Numunenin nano boyutlu taneciklerden oluşan kompozit yapıda olduğu söylenebilir. 50.000X büyütmedeki SEM fotoğrafından, üretilen numuneyi oluşturan tane boyutları yaklaşık olarak 150 ile 485 nm aralığında ölçülmüştür.



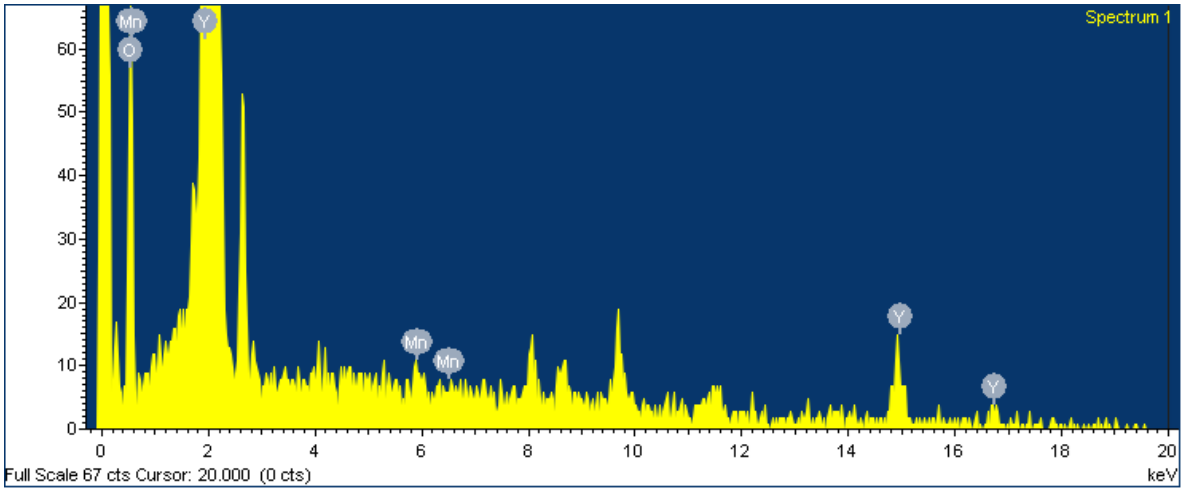
Şekil 5.92. YMO20 numunesinin 2000X büyütme oranındaki EDX spektrumu

Şekil 5.92'de 2.000X büyütmede YMO20 numunesinin yüzeyinin tamamından alınan enerji dağılımlı X-ışını spektroskopi (EDX) spektrumu gösterilmektedir. Spektrum sonuçları incelendiğinde, elde edilen pikler, numune bileşimini oluşturan elementler olan Y, Mn, O ve ilave edilen grafen oksit (C) şeklinde gözlemlenmiş ve numunenin bileşimini doğrulamıştır. Böylece numunenin başarılı bir şekilde üretildiği sonucuna varılabilmektedir. Ayrıca YMO20 numunesinin pik şiddetlerinin, ilave edilen grafen oksit miktarının artması ile değişim gösterdiği açıkça görülmektedir. Numune herhangi bir safsızlık veya ikincil faz içermemektedir.



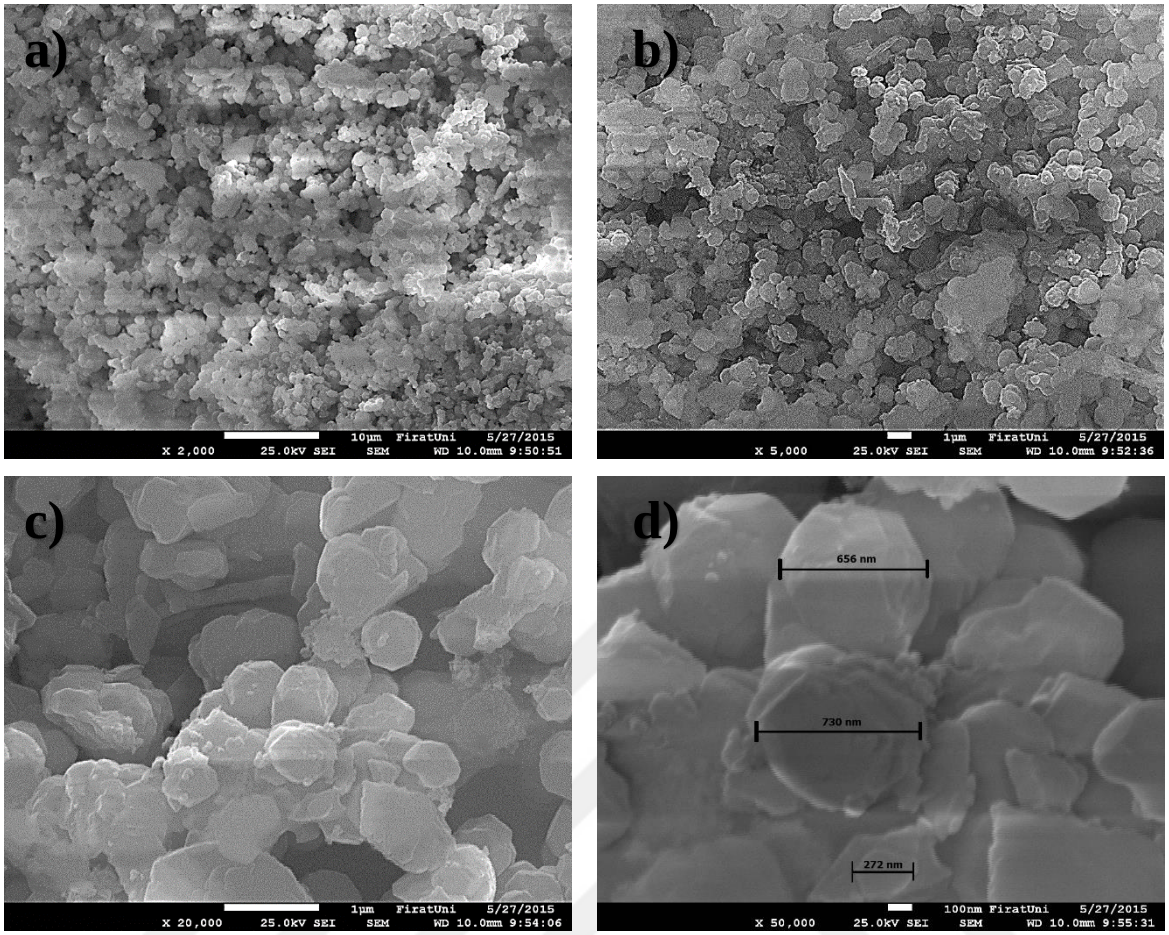
Şekil 5.93. YMO50 numunesinin a) 2000X b) 5000X c) 20.000X ve d) 50.000X büyütme oranlarında alınan SEM görüntüleri

Şekil 5.93'te hidrotermal metotla hazırlanmış olan grafen oksit katkılı YMO50 numunesinin farklı büyütme oranlarında çekilen Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) görüntüleri verilmiştir. SEM fotoğrafları incelendiğinde, numune yüzeyindeki tanelerin boyutunun daha da küçüldüğü ve şekillerinin hegzagonal formunda şekillenmeye başladığı, homojen olarak dağılmadığı görülmektedir. Ayrıca taneler arasında küresel formda yeni küçük tanelerin yer aldığı da gözlemlenmektedir. Numunenin nano boyutta farklı büyüklüklerde taneciklerden oluşan kompozit yapıda olduğu söylenebilir. 50.000X büyütmedeki SEM fotoğrafından, üretilen numuneyi oluşturan tane boyutları yaklaşık olarak 134 ile 658 nm aralığında ölçülmüştür.



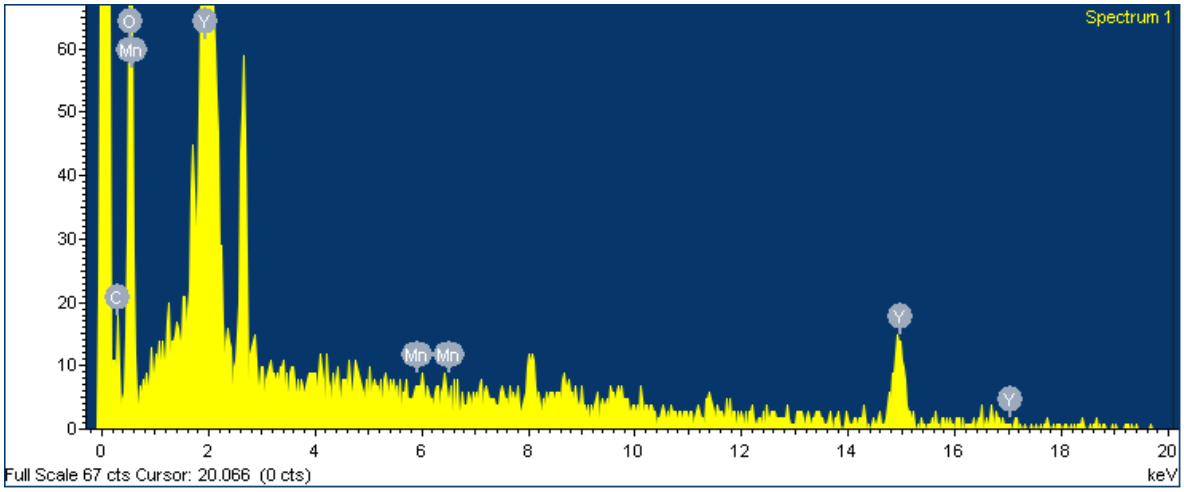
Şekil 5.94. YMO50 numunesinin 2000X büyütme oranındaki EDX spektrumu

Şekil 5.94'te 2.000X büyütmede YMO50 numunesinin yüzeyinin tamamından alınan enerji dağılımlı X-ışını spektroskopi (EDX) spektrumu gösterilmektedir. Spektrum sonuçları incelendiğinde, elde edilen pikler, numune bileşimini oluşturan elementler olan Y, Mn, O ve ilave edilen grafen oksit (C) şeklinde gözlemlenmiş ve numunenin bileşimini doğrulamıştır. Böylece numunenin başarılı bir şekilde üretildiği sonucuna varılabilmektedir. Ayrıca YMO50 numunesinin pik şiddetlerinin, ilave edilen grafen oksit miktarının artması ile değişim gösterdiği açıkça görülmektedir. Numune herhangi bir safsızlık veya ikincil faz içermemektedir.



Şekil 5.95. YMO100 numunesinin a) 2000X b) 5000X c) 20.000X ve d) 50.000X büyütme oranlarında alınan SEM görüntüleri

Şekil 5.95'te hidrotermal metotla hazırlanmış olan grafen oksit katkılı YMO100 numunesinin farklı büyütme oranlarında çekilen Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) görüntüleri verilmiştir. SEM fotoğrafları incelendiğinde, numune yüzeyindeki tanelerin homojen olarak dağılmadığı görülmektedir. Ayrıca tane şekillerinin hegzagonal şeklinde olmadığı, taneler arasındaki küçük tanelerin yok denecek kadar az olduğu gözlemlenmektedir. Buna küçük tanelerin büyük tanelerle birleşmesinin sebep olduğu, bu durumun tane boyutunu artırdığı düşünülmektedir. Numunenin nano boyutta farklı büyüklüklerde taneciklerden oluşan kompozit yapıda olduğu söylenebilir. 50.000X büyütmedeki SEM fotoğrafından, üretilen numuneyi oluşturan tane boyutları yaklaşık olarak 272 ile 730 nm aralığında ölçülmüştür.



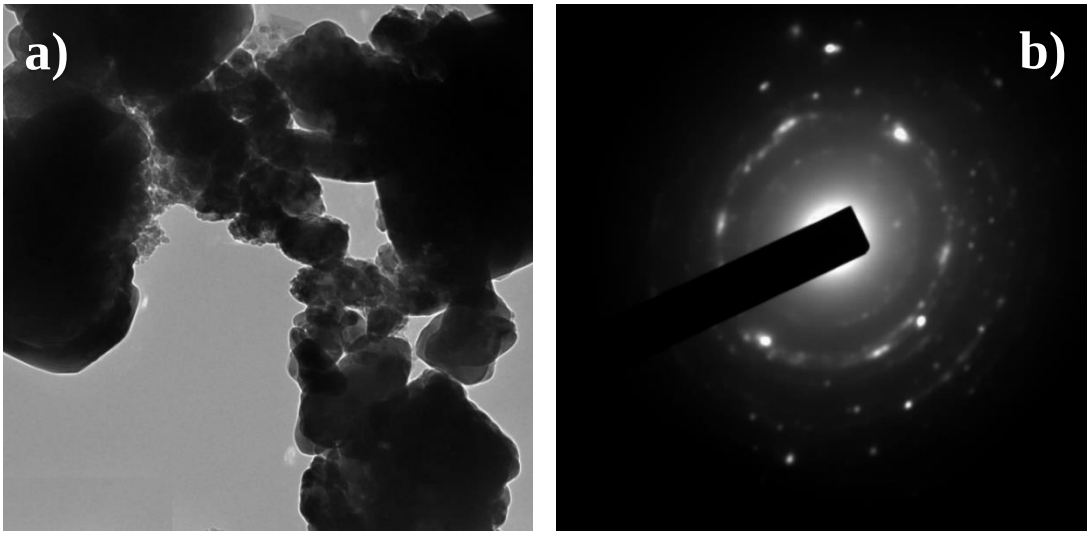
Şekil 5.96. YMO100 numunesinin 2000X büyütme oranındaki EDX spektrumu

Şekil 5.96'da 2.000X büyütmede YMO100 numunesinin yüzeyinin tamamından alınan enerji dağılımlı X-ışını spektroskopi (EDX) spektrumu gösterilmektedir. Spektrum sonuçları incelendiğinde, elde edilen pikler, numune bileşimini oluşturan elementler olan Y, Mn, O ve ilave edilen grafen oksit (C) şeklinde gözlemlenmiş ve numunenin bileşimini doğrulamıştır. Böylece numunenin başarılı bir şekilde üretildiği sonucuna varılabilmektedir. Ayrıca YMO100 numunesinin pik şiddetlerinin, ilave edilen grafen oksit miktarının artması ile değişim gösterdiği açıkça görülmektedir. Numune herhangi bir safsızlık veya ikincil faz içermemektedir.

5.2.3. Geçirimli Elektron Mikroskobu (TEM) Sonuçları

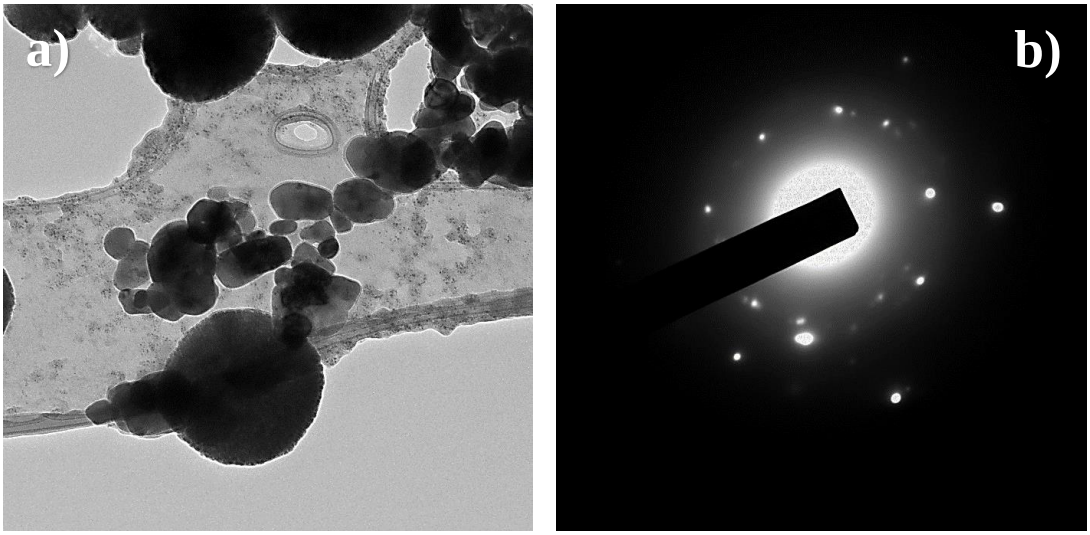
5.2.3.1. BFO Serisi Numunelerin TEM Sonuçları

Hidrotermal metot ile hazırlanan, nano boyutlu, çok kristalli tanelerden oluşan, Bizmut Ferrit/Grafen oksit serisi numunelerin, mikroyapısını gösteren aydınlık alan TEM resimleri ve görüntülenen bölgeden alınan, uygun SAD deseni sırasıyla Şekil 5.97 (a,b), 5.98 (a,b), 5.99 (a,b) ve 5.100 (a,b)'de gösterilmektedir.



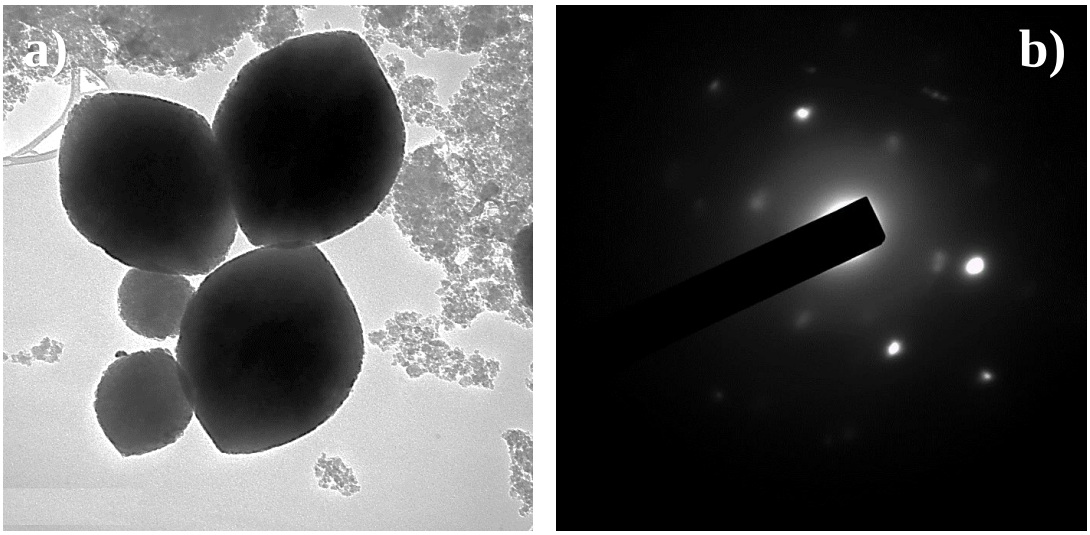
Şekil 5.97. Grafen oksit ilavesiz BFO numunesinin mikroyapısını gösteren (a) aydınlık alan görüntüsü ve (b) aynı bölgeden alınan SAD deseni

Şekil 5.97'de gösterilen BFO numunesine ait TEM SAD görüntüsünde halka yapısında bir süreklilik gösterdiği ve aydınlık alan görüntüsünde ise tanelerin homojen olarak dağılmadıkları, nanoboyutta oldukları ve kısmen üst üste bindikleri tespit edilmiştir. SAD deseni gelişi güzel yönelimli, çok kristalli yapının kanıtı olan difraksiyon halkalarından oluşmaktadır. İnce yapılı tanelerin oluşturdukları yığınlar aydınlık alan görüntüsünde çok net bir şekilde gözlenebilmektedir. Tane yapısı düzensizdir ve bazı tanelerin üst üste bindikleri görülmektedir. Bu durum SEM fotoğraflarında gözlenen yapıyla benzerdir. Aydınlık alan TEM resmi dikkatlice incelendiğinde nano boyutlu tanelerin oluşturdukları daha büyük boyutlu tane kümeleri fark edilmektedir. Elde edilen bu ve benzeri görüntülerden numunenin mikroyapısının esasında nano boyutlu küçük tanelerden meydana geldiği fakat bu ince tanelerin kendi aralarında daha büyük boyutlu tane kümeleri oluşturarak mikroyapıyı tamamladıkları görülmektedir.



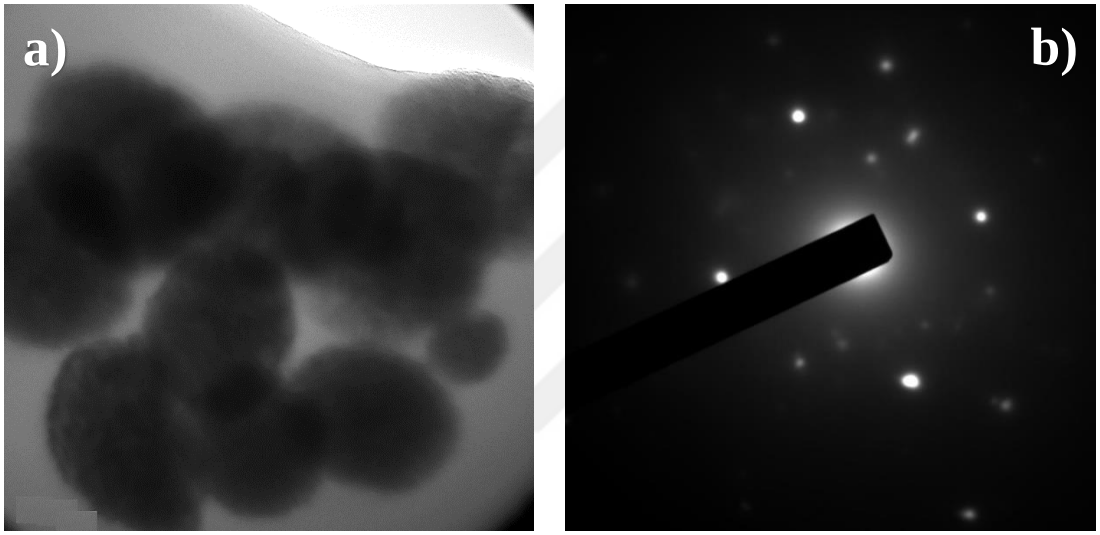
Şekil 5.98. BFO20 numunesinin mikroyapısını gösteren (a) aydınlık alan görüntüsü ve (b) aynı bölgeden alınan SAD deseni

BFO20 numunesine ait TEM görüntüsü Şekil 5.98'de gösterilmiştir. Aydınlık alan görüntüsü incelendiğinde tanelerin homojen olarak dağılmadıkları, nanoboyutta oldukları ve gelişi güzel yönelimli tanelerden oluştuğu gözlemlenmiştir. İnce yapılı çok kristalli taneler arasında yönelim ilişkisi bulunmadığı görülmektedir. Tane sınırları oldukça belirgindir ve taneler bireysel olarak izlenebilmektedir. Tane yapısı düzensizdir ve bazı tanelerin üst üste bindikleri görülmektedir. Bu durum SEM görüntülerinde gözlenen yapısal özellikle benzerdir.



Şekil 5.99. BFO50 numunesinin mikroyapısını gösteren (a) aydınlık alan görüntüsü ve (b) aynı bölgeden alınan SAD deseni

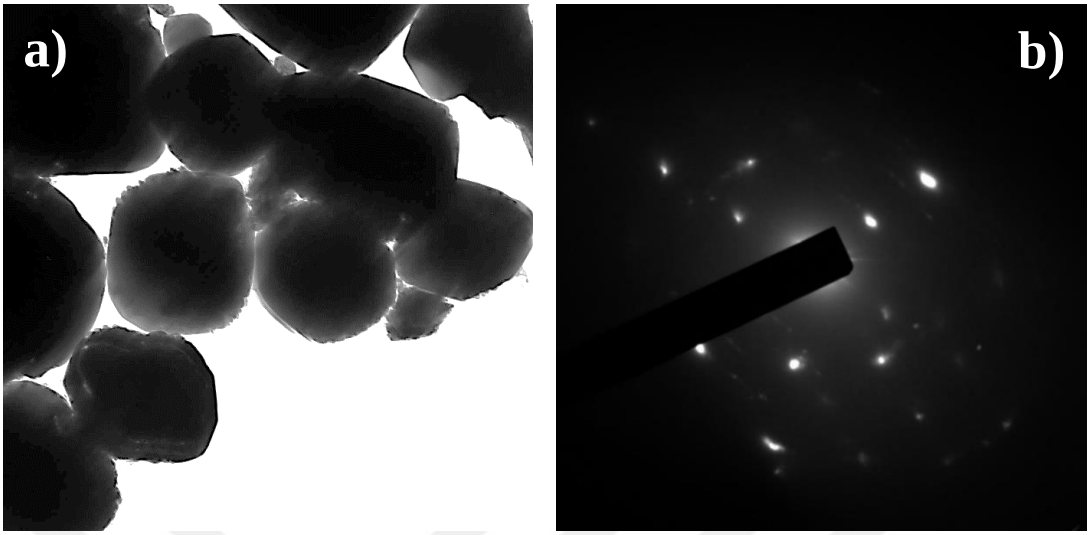
Şekil 5.99'da gösterilen BFO50 numunesine ait TEM görüntüsü incelendiğinde, çok kristalli taneler arasında yönelim ilişkisi bulunmadığı göze çarpmaktadır. Tane sınırları oldukça belirgindir ve taneler bireysel olarak izlenebilmektedir. Aydınlık alan TEM resmi dikkatlice incelendiğinde nano boyutlu tanelerin oluşturdukları daha büyük boyutlu tane kümeleri fark edilmektedir. Elde edilen bu ve benzeri görüntülerden numunenin mikroyapısının esasında nano boyutlu küçük tanelerden meydana geldiği fakat bu tanelerin de kendi aralarında daha büyük boyutlu tane kümeleri oluşturarak mikroyapıyı tamamladıkları görülmektedir.



Şekil 5.100. BFO100 numunesinin mikroyapısını gösteren (a) aydınlık alan görüntüsü ve (b) aynı bölgeden alınan SAD deseni

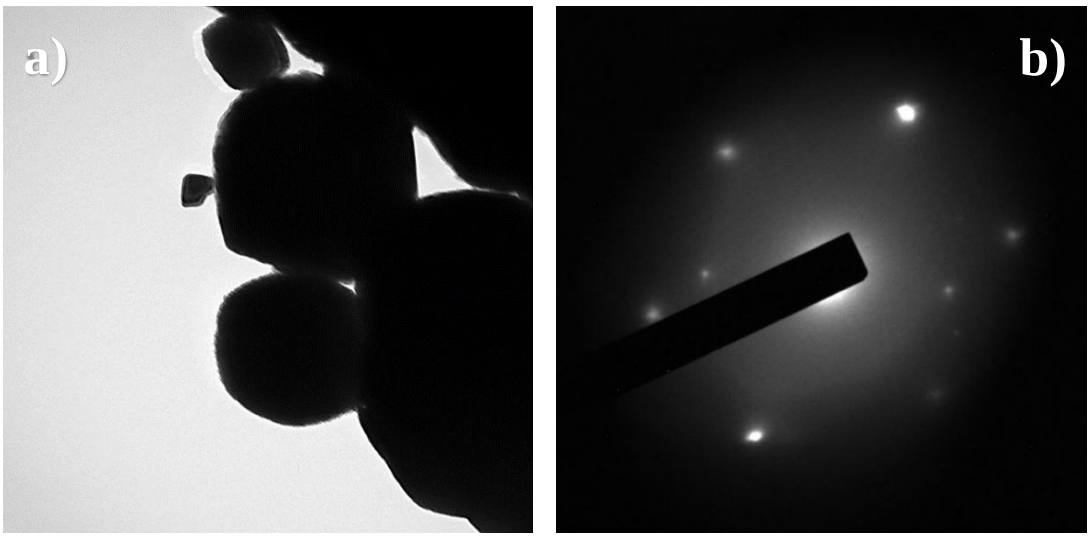
Hidrotermal metot ile hazırlanmış BFO100 nanokompozitine ait TEM görüntüsü ve SAD deseni Şekil 5.100'de gösterilmiştir. Aydınlık alan görüntüsüne bakılarak genel olarak yapının nano boyutlu ve ince tanelerden oluştuğu çok net bir şekilde söylenebilir. Mikroyapıyı oluşturan taneler rahatlıkla seçilebilmektedir. Tane sınırları oldukça belirgindir ve taneler bireysel olarak izlenebilmektedir. Tane yapısı düzensizdir ve bazı tanelerin üst üste bindikleri görülmektedir. Aydınlık alan TEM resmi dikkatlice incelendiğinde, nano boyutlu tanelerin oluşturdukları daha büyük boyutlu tane kümeleri fark edilmektedir. Elde edilen bu ve benzeri görüntülerden numunenin mikroyapısının esasında nano boyutlu küçük tanelerden meydana geldiği fakat tanelerin de kendi aralarında daha büyük boyutlu tane kümeleri oluşturarak mikro yapıyı tamamladıkları görülmektedir.

5.2.3.2. LFO Serisi Numunelerin TEM Sonuçları



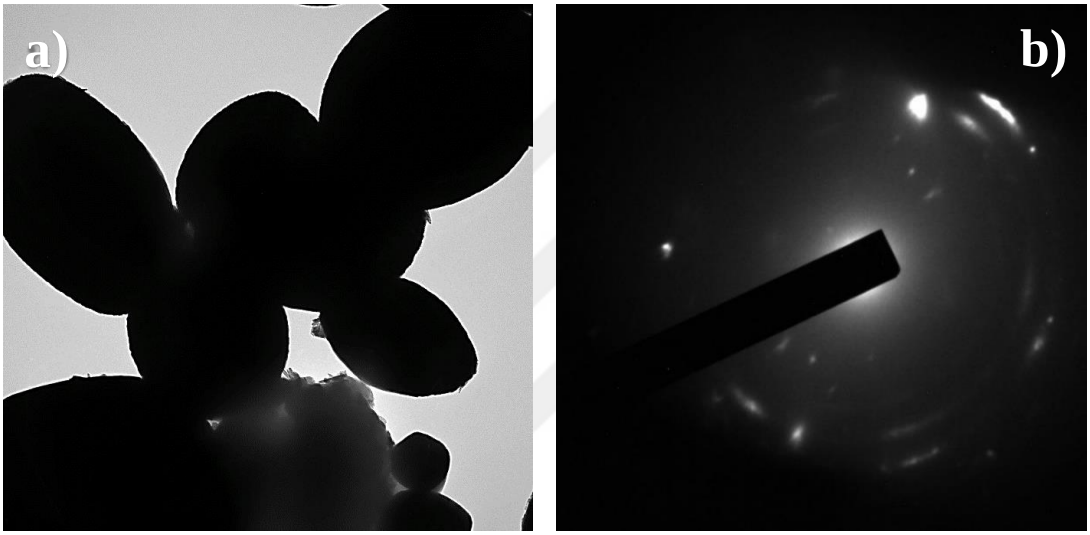
Şekil 5.101. LFO numunesinin mikroyapısını gösteren (a) aydınlık alan görüntüsü ve (b) aynı bölgeden alınan SAD deseni

Hazırlanmış olan numunelerden grafen oksit katkısız LFO numunesine ait TEM görüntüsü ve SAD deseni Şekil 5.101'de verilmiştir. BFO numunesine ait TEM SAD görüntüsünde halka yapısında bir süreklilik olmadığı ve aydınlık alan görüntüsünde ise tanelerin homojen olarak dağılmadıkları, irili ufaklı tanelerin yapıda bulunduğu gözlemlenmektedir. Tane sınırları oldukça belirgindir ve taneler bireysel olarak izlenebilinmektedirler. Tane yapısı düzensizdir ve bazı tanelerin üst üste bindikleri görülmektedir. Bu yapı aynı numunenin SEM fotoğraflarından gözlenen yapıyla benzerdir.



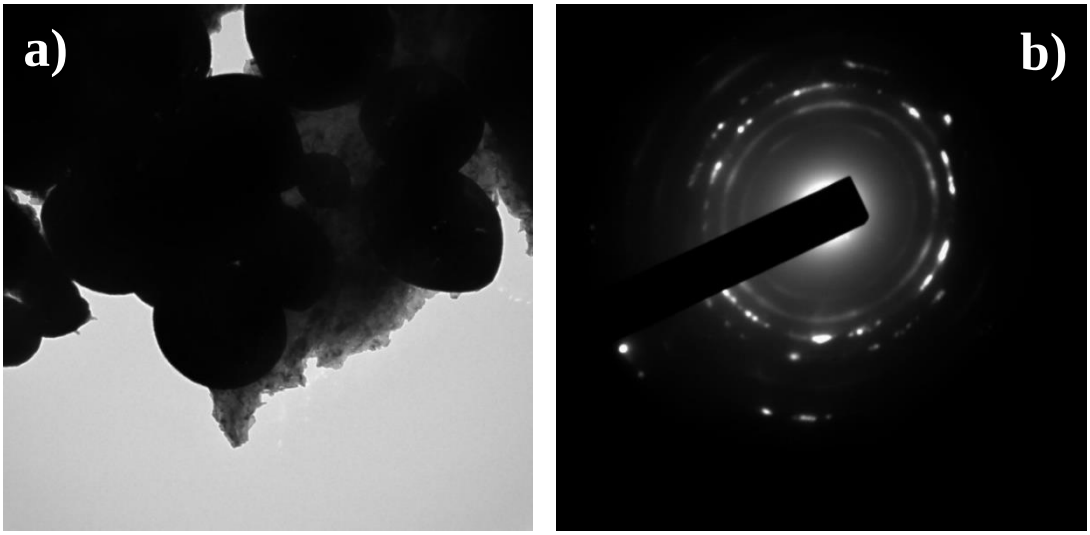
Şekil 5.102. LFO20 numunesinin mikroyapısını gösteren (a) aydınlık alan görüntüsü ve (b) aynı bölgeden alınan SAD deseni

LFO20 numunesine ait aydınlık alan ve TEM SAD görüntüsü Şekil 5.102'de verilmiştir. Aydınlık alan görüntüsünden tanelerin nano boyutta fakat iri tanelerden oluştuğu, homojen bir dağılım göstermediği ve gelişi güzel yönelimli tanelerden oluştuğu göze çarpmaktadır. Gözlemlenen tanelerin kalın ve iri oldukları aydınlık alan görüntüsünde çok net bir şekilde görülmektedir. Tane sınırlarının oldukça belirgin olması göze çapan diğer bir hususdur. Tanelerin yapısı ve düzeni taramalı elektron mikroskobu resimlerindeki yapıyla benzerdir. Aydınlık alan TEM resmine bakılarak küçük ve büyük boyutlu tanelerin kümeleşerek mikro yapıyı oluşturdukları görülmektedir.



Şekil 5.103. LFO50 numunesinin mikroyapısını gösteren (a) aydınlık alan görüntüsü ve (b) aynı bölgeden alınan SAD deseni

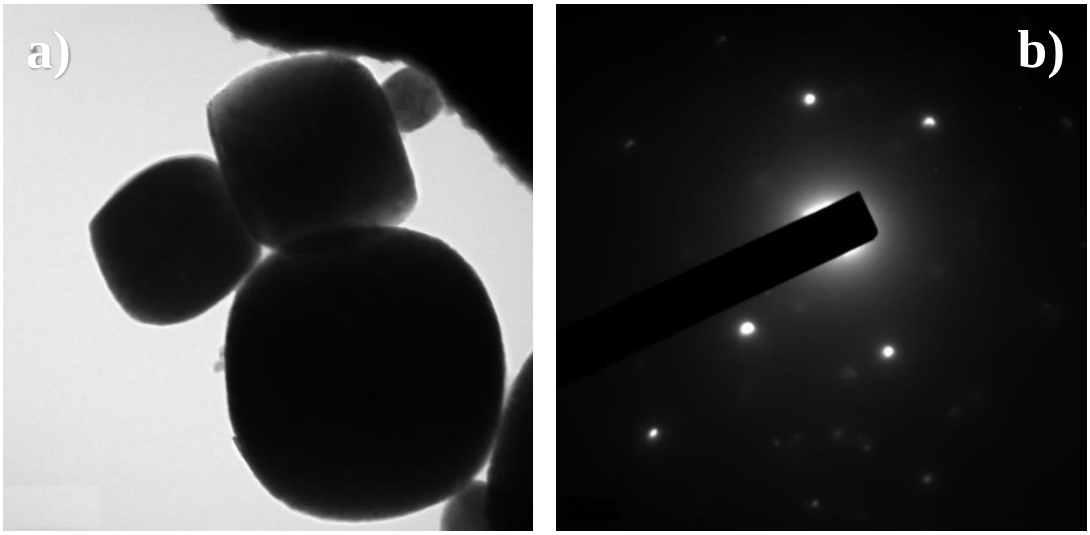
Şekil 5.103'de hidrotermal yöntem ile elde edilen LFO50 nanokompozitinin aydınlık alan ve TEM SAD görüntüsü verilmiştir. TEM SAD görüntüsüne bakılarak halka yapısında bir sürekliliğin olmadığı, aydınlık alan görüntüsünden ise tanelerin nanoboyutlu fakat iri tanelerden oluştuğu, homojen bir dağılımın olmadığı ve kısmen üst üste bindikleri tespit edilmiştir. TEM SAD görüntüsündeki difraksiyon halkaları, yapının gelişi güzel yönelimli çok kristalli bir yapıyı işaret ettiği söylenebilir. Kalın bir mikroyapı ve bu mikroyapıyı oluşturan iri taneler aydınlık alan görüntüsünde izlenmiştir. Tane sınırlarının belirgin, tane yapısının düzensiz ve bazı tanelerin ise üst üste bindikleri görülmektedir.



Şekil 5.104. LFO100 numunesinin mikroyapısını gösteren (a) aydınlık alan görüntüsü ve (b) aynı bölgeden alınan SAD deseni

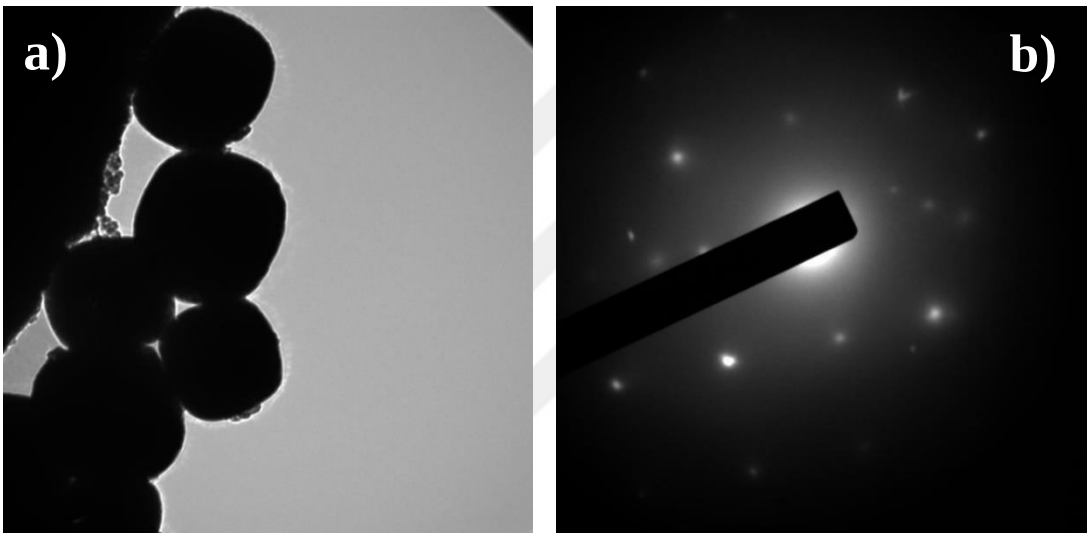
LFO100 nanoelektroseramiğine ait aydınlık alan ve TEM SAD görüntüsü Şekil 5.104'de verilmektedir. TEM SAD deseni sadece difraksiyon halkalarından oluşmaktadır. Bu durum incelenen bölge içerisinde farklı ikincil bir fazın bulunmadığını göstermektedir. SAD deseninin halkalardan oluşması yapının gelişi güzel yönelimli çok kristalli olduğuna da dikkat çekmektedir. Bu yapıdaki çok kristalli tanelerin birbiri arasında yönelim ilişkisi olmadığı şeklinde yorumlanabilir. TEM görüntüsünden taneler ve tane sınırları belirgin bir şekilde görülmektedir. Görülen bu yapı ve taneler aynı numunin SEM fotoğrafındaki yapı ile örtüşmektedir.

5.2.3.3. YFO Serisi Numunelerin TEM Sonuçları



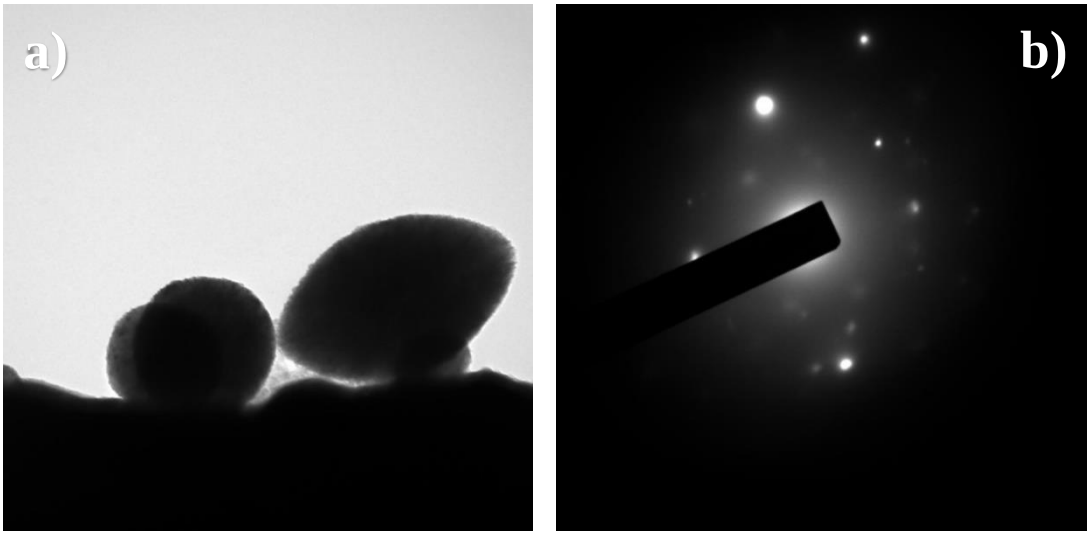
Şekil 5.105. YFO numunesinin mikroyapısını gösteren (a) aydınlık alan görüntüsü ve (b) aynı bölgeden alınan SAD deseni

Hidrotermal metot ile hazırlanan katkısız YFO nano kompozitine ait aydınlık alan ve TEM SAD görüntüsü Şekil 5.105'te verilmiştir. Aydınlık alan görüntüsüne bakılarak nanoboyutlu fakat iri tanelerin yapıda yer aldığı görülmektedir. Bu taneler gelişigüzel bir şekilde dizilmişlerdir. Aydınlık alan görüntüsünde açıkça belirgin olan bu iri tanelerin aslında nano boyutlu küçük tanelerin birleşiminden oluştuğu ve bu tanelerin tane kümeleri oluşturarak mikroyapıyı tamamladıkları görülmektedir. Çok kristalli taneler arasında herhangibir yönelim ilişkisi bulunmamaktadır. Tane sınırları net biçimde görülmektedir. Aydınlık alan TEM görüntüsü aynı numunenin taramalı elektron mikroskop görüntüleri ile birebir uyuşmaktadır.



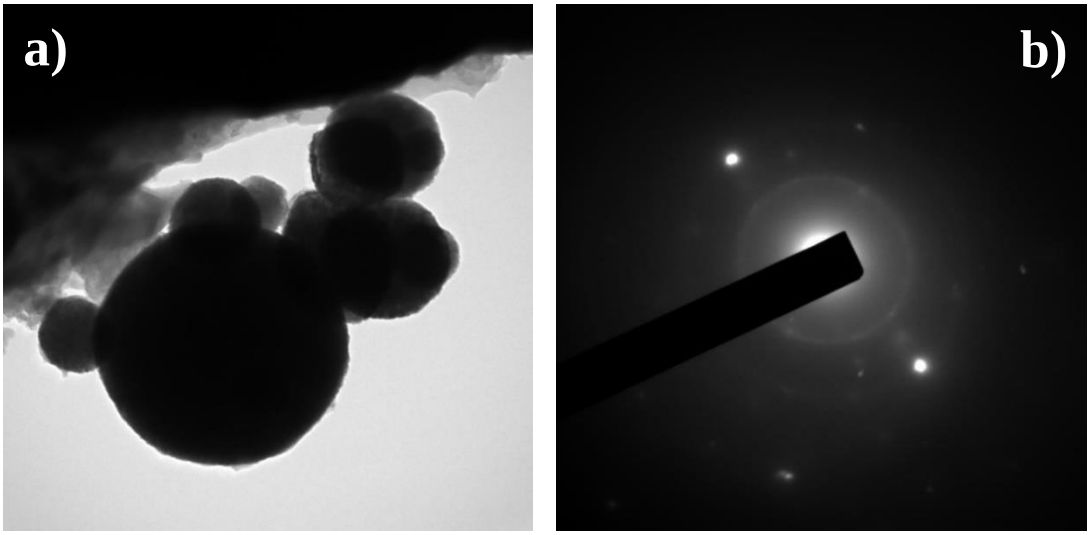
Şekil 5.106. YFO20 numunesinin mikroyapısını gösteren (a) aydınlık alan görüntüsü ve (b) aynı bölgeden alınan SAD deseni

YFO20 nanokompozitine ait aydınlık alan ve TEM SAD görüntüsü Şekil 5.106'da verilmektedir. Aydınlık alan görüntüsü incelendiğinde, tane dağılımının homojen olmadığı ve yapının nano boyutlu irili ufaklı tanelerden oluştuğu görülmektedir. Tanelerin yapısı ve şekli net olarak belirgindir. Tane yapısı düzensizdir ve bazı tanelerin üst üste bindikleri söylenebilir. Bu durum aynı numunenin SEM görüntülerinde gözlenen yapıya benzerdir. Aydınlık alan TEM görüntüsü dikkatlice incelendiğinde, nano boyutlu tanelerin bir araya gelerek yine nano boyutlu daha iri taneleri oluşturduğu fark edilmektedir. Elde edilen bu ve benzeri görüntülerden YFO20 nanokompozitinin aslında küçük tanelerden meydana geldiği ama bu tanelerin de kendi aralarında daha büyük boyutlu tane kümeleri oluşturduğu görülmektedir.



Şekil 5.107. YFO50 numunesinin mikroyapısını gösteren (a) aydınlık alan görüntüsü ve (b) aynı bölgeden alınan SAD deseni

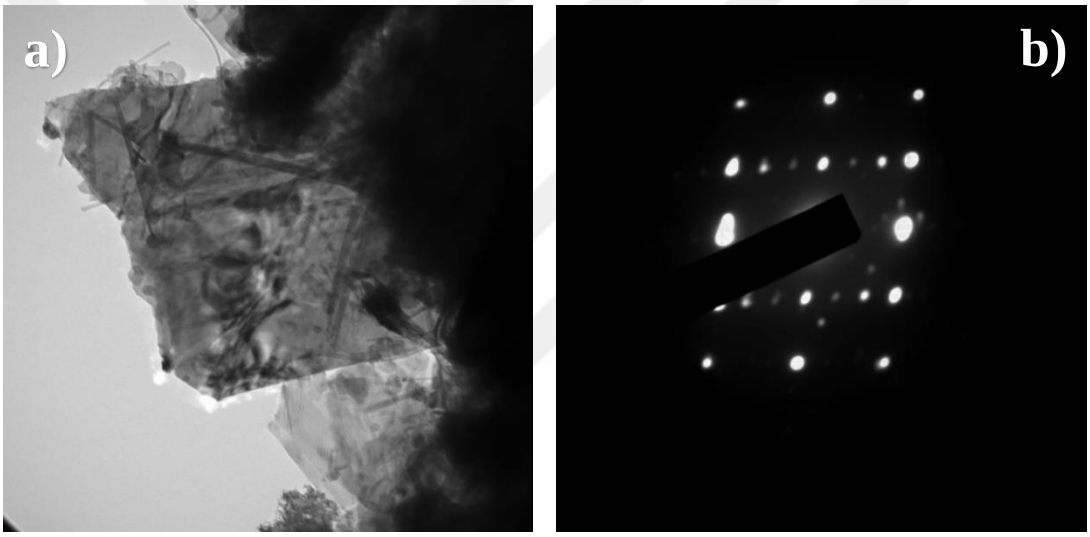
Hidrotermal metotla üretilen YFO50 nanokompozitine ait aydınlık alan ve TEM SAD görüntüleri Şekil 5.107'de verilmektedir. Aydınlık alan görüntüsüne bakılarak tanelerin homojen olarak dağılmadıkları, nanoboyutta oldukları ve kısmen üst üste bindikleri görülmektedir. Gelişi güzel yönelimli olan tanelerin aslında çok kristalli yapıda oldukları göze çarpmaktadır. Çoklu kristallere sahip bu tanelerin elips ve küre şeklinde bir araya gelerek yapıyı oluşturdukları söylenebilir. Taneler oldukça belirgindir ve net olarak izlenebilmektedir. Tanelerin düzensiz olması ve üst üste binmesi aynı numunenin taramalı elektron mikroskobu fotoğraflarıyla benzerlik göstermektedir.



Şekil 5.108. YFO100 numunesinin mikroyapısını gösteren (a) aydınlık alan görüntüsü ve (b) aynı bölgeden alınan SAD deseni

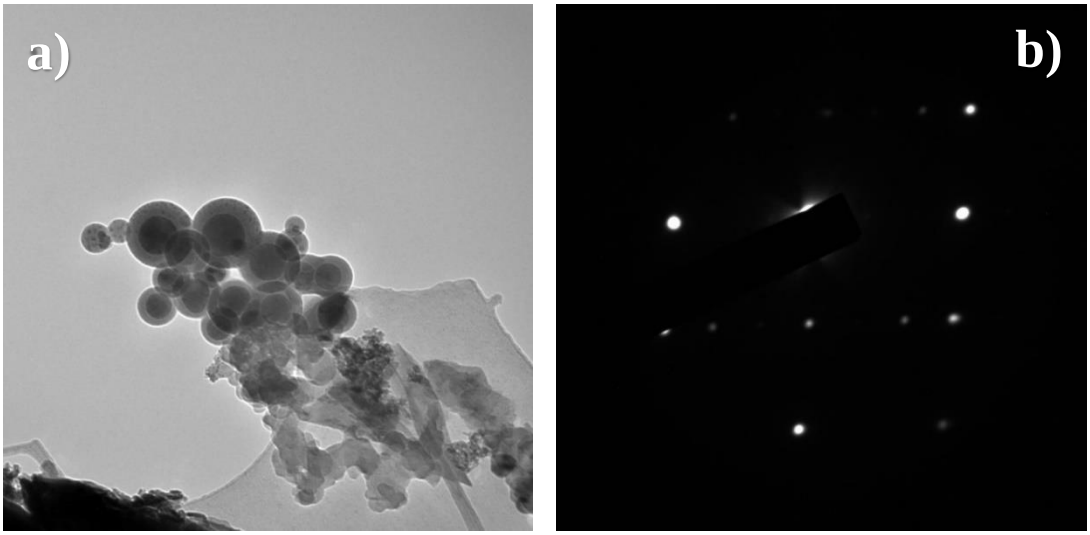
Şekil 5.108'de YFO100 numunesine ait aydınlık alan ve TEM SAD görüntüsü verilmiştir. Bu görüntülere bakılarak tanelerin homojen bir dağılım göstermediği, nanoboyutta irili ve ufaklı tanelerden oluştuğu ve yer yer üst üste bindikleri söylenebilir. Aydınlık alan TEM fotoğrafından, nano boyutlu bu tanelerin gelişi güzel yönelimli oldukları ve taneler arasında bir yönelim ilişkisi bulunmadığı görülmektedir. Tane oldukça belirgin ve tane yapısı düzensizdir. Küçük tanelerin birleşerek yine nano boyutta iri taneleri oluşturduğu yapının aydınlık alan TEM görüntüsü aynı numunenin SEM ftoğraflarıyla uyum içerisindedir.

5.2.3.4. BMO Serisi Numunelerin TEM Sonuçları



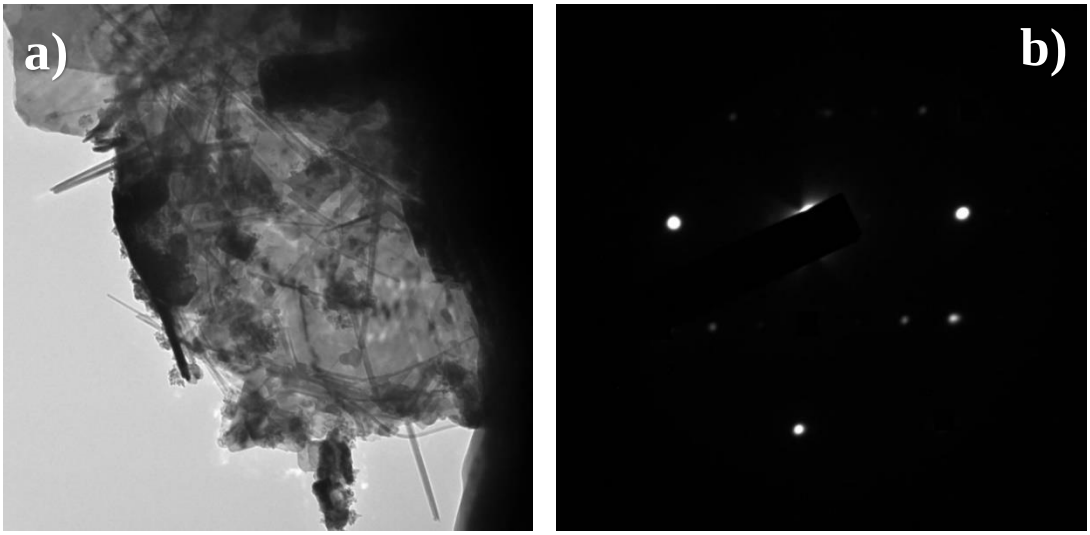
Şekil 5.109. BMO numunesinin mikroyapısını gösteren (a) aydınlık alan görüntüsü ve (b) aynı bölgeden alınan SAD deseni

BMO numunesine ait aydınlık alan TEM ve TEM SAD görüntüsü Şekil 5.109'da gösterilmiştir. Aydınlık alan fotoğrafı incelendiğinde, numune yapısının yaprağımsı, homojen olmayan, nanoboyutlu ve üst üste binmiş tabakalar şeklinde olduğu görülmektedir. Gelişi güzel yönelimli ve çok kristalli olduğu görülen bu yapı oldukça düzensizdir. Yapıdaki çok kristalli tanelerin arasında herhangi bir yönelim ilişkisi bulunmadığı söylenebilir. Tabaka şeklindeki bu yapının oldukça ince oluşundan dolayı nano yapıyı oluşturan taneler ve çubuklar aydınlık alan görüntüsünden rahatlıkla gözlemlenmektedir. Bu durum SEM fotoğraflarındaki yapıya benzerdir.



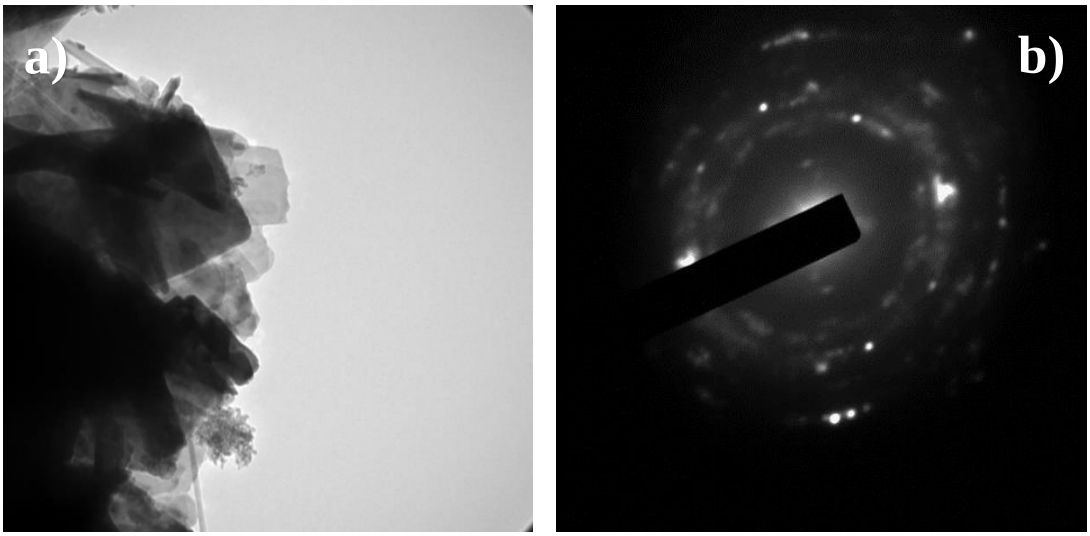
Şekil 5.110. BMO20 numunesinin mikroyapısını gösteren (a) aydınlık alan görüntüsü ve (b) aynı bölgeden alınan SAD deseni

Hidrotermal metot ile hazırlanan grafen oksit katkılı BMO20 nano kompozitine ait aydınlık alan TEM ve TEM SAD görüntüleri Şekil 5.110'da verilmiştir. Elde edilen aydınlık alan görüntüsünden, tanelerin dağılımının homojen olmadığı, yaprağımsı yapının yüzeyinde nano boyutlu küre ve çubuk formunda tanelerin şekillenmeye başlaması dikkat çekmektedir. Üst üste binmiş tabakalı yapıların tamamıyla gelişi güzel yönelimli oldukları, çok kristalli olduğu görülen yapıdaki taneler arasında yönelim ilişkisi bulunmadığı söylenebilir. Numunede ki bu tabakalı yapının oldukça ince olmasından dolayı bu tabakaları oluşturan küre ve çubuk formundaki taneler aydınlık alan görüntüsünden net olarak seçilebilmektedir. Tane yapısın düzensiz olduğu ve tabakaların üst üste bindikleri bu yapıya SEM fotoğraflarında da rastlanmıştır.



Şekil 5.111. BMO50 numunesinin mikroyapısını gösteren (a) aydınlık alan görüntüsü ve (b) aynı bölgeden alınan SAD deseni

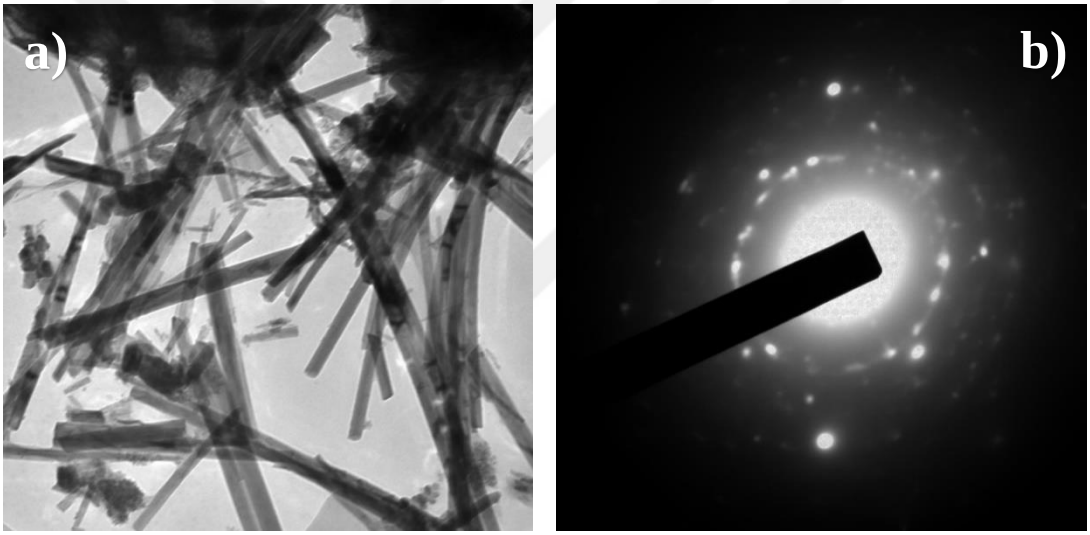
BMO50 numunesine ait Şekil 5.111'de gösterilen aydınlık alan ve TEM SAD görüntüsü incelendiğinde, yapının gelişi güzel yönelimli çok kristalli taneler ve fiberlerden oluştuğu görülmektedir. Yapıdaki ince tanelerden oluşan yığınlar, aydınlık alan görüntüsünde çok net bir şekilde izlenmektedir. Bu taneler arasında herhangi bir yönelim ilişkisi dikkat çekmemiştir. Tane yapısının düzensiz ve bazı tanelerin ise üst üste bindikleri söylenebilir. Bu duruma SEM görüntülemelerinde de rastlanmıştır.



Şekil 5.112. BMO100 numunesinin mikroyapısını gösteren (a) aydınlık alan görüntüsü ve (b) aynı bölgeden alınan SAD deseni

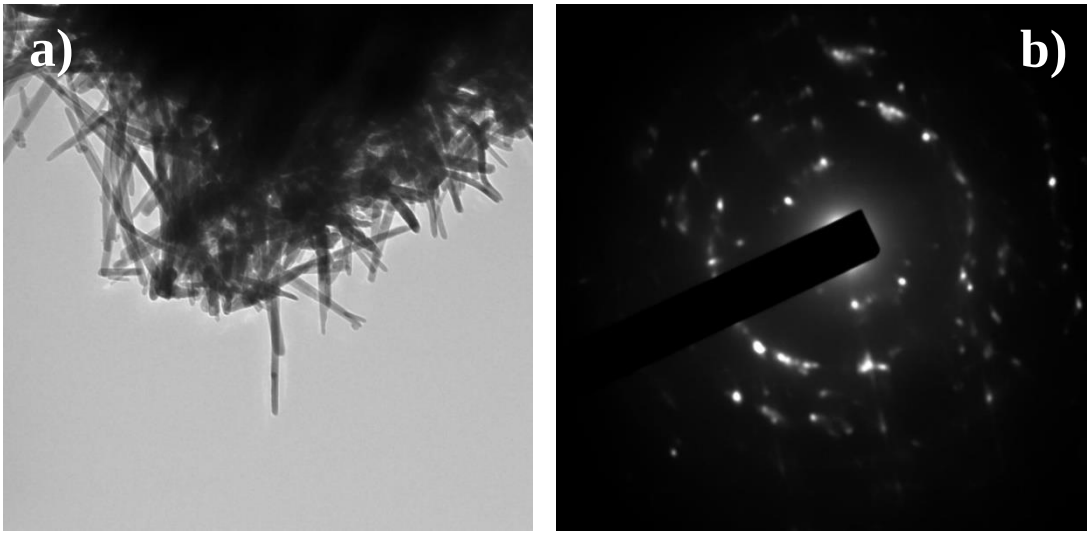
Hidrotermal metot ile hazırlanmış olan grafen oksit katkılı BMO100 nanokompozitine ait aydınlık alan TEM ve TEM SAD görüntüleri Şekil 5.112'de gösterilmiştir. BMO100 numunesine ait TEM SAD görüntüsü incelendiğinde, halka yapısında bir süreklilik görülmektedir. Elde edilen SAD deseni, gelişi güzel yönelimli çok kristalli yapıya işaret eden difraksiyon halkalarından meydana gelmektedir. Aydınlık alan TEM görüntüsünde ise taneli bir yapıdan ziyade tabakalı ve yaprağımsı bir yapı göze çarpmaktadır. Bu tabakaların homojen olarak dağılmadıkları ve kısmen üst üste bindikleri tespit edilmiştir. Bu tabakamsı yapıların oluşturdukları yığınlar aydınlık alan TEM görüntüsünde çok net bir şekilde izlenmektedir. Aydınlık alan TEM görüntülemelerindeki bu durum SEM fotoğraflarındaki yapıyla uyum içerisindedir.

5.2.3.5. LMO Serisi Numunelerin TEM Sonuçları



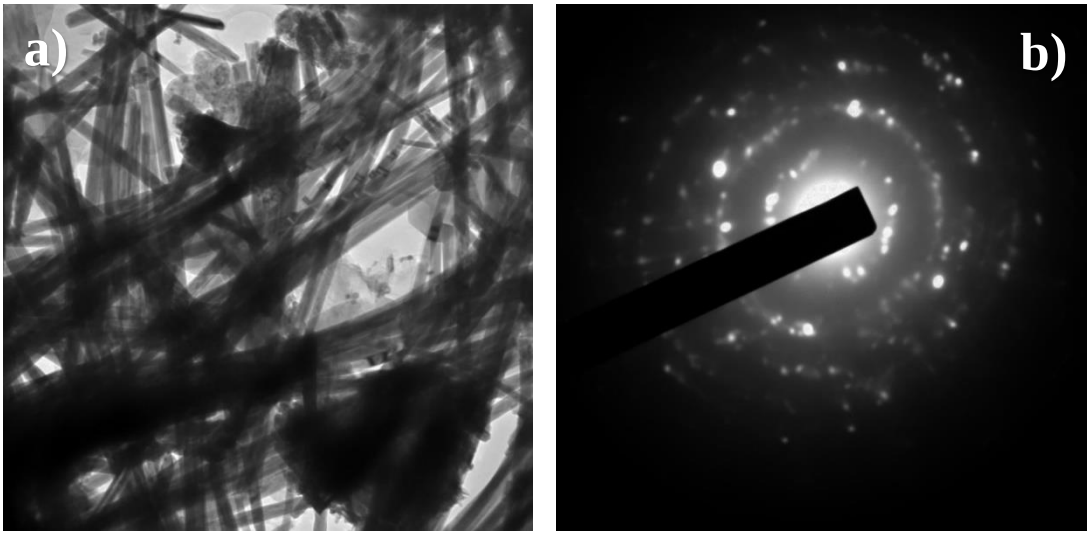
Şekil 5.113. LMO numunesinin mikroyapısını gösteren (a) aydınlık alan görüntüsü ve (b) aynı bölgeden alınan SAD deseni

LMO numunesine ait aydınlık alan Tem ve TEM SAD görüntüsü Şekil 5.113'de verilmiştir. Numuneye ait TEM SAD görüntüsü incelendiğinde, halka yapısında bir süreklilik ve aydınlık alan görüntüsünde ise kısmen üst üste binmiş nano fiberlerin oluştukları görülmektedir. Elde edilen TEM SAD deseni gelişi güzel yönelimli çok kristalli olan nano fiber şeklindeki bu yapıyı doğrulamaktadır. Nano boyutlu fiberler aydınlık alan görüntüsünde net olarak izlenmektedir. Bu fiberler homojen olarak dağılmamakla beraber yapı içerisinde düzensiz ve gelişigüzel olarak yerleşmişlerdir. LMO nano kompozitine ait SEM görüntülerinde de rastlanan bu durum mikro yapının nano fiberlerden oluştuğunu doğrulamaktadır.



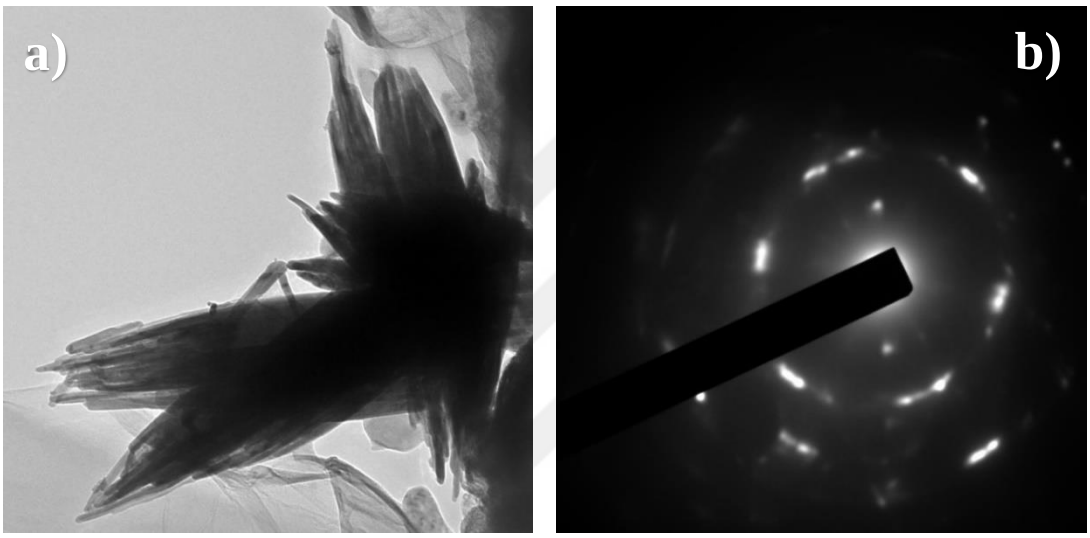
Şekil 5.114. LMO20 numunesinin mikroyapısını gösteren (a) aydınlık alan görüntüsü ve (b) aynı bölgeden alınan SAD deseni

LMO20 numunesine ait aydınlık alan TEM ve TEM SAD görüntüsü Şekil 5.114'de verilmiştir. LMO numunesine ait TEM SAD görüntüsü incelendiğinde halka yapısında bir süreklilik olmasa da, çok kristalli yapının kanıtı olan difraksiyon halkalarından oluştuğu görülmektedir. Aydınlık alan TEM görüntülemesinde ise yapının, homojen olmayan, gelişi güzel yönelimli ve kısmen üst üste binmiş nanoboyutlu fiberlerden oluştuğu gözlemlenmiştir. Nano fiberlerden oluşan yığınlar aydınlık alan görüntüsünde net olarak görülmektedir. Fiberlerin boyutunun daha da küçüldüğü ve yapı içerisindeki dağılımının tamamen düzensiz olduğu bu durum taramalı elektron mikroskobu görüntülemelerinde gözlenen yapıyla bire bir aynıdır.



Şekil 5.115. LMO50 numunesinin mikroyapısını gösteren (a) aydınlık alan görüntüsü ve (b) aynı bölgeden alınan SAD deseni

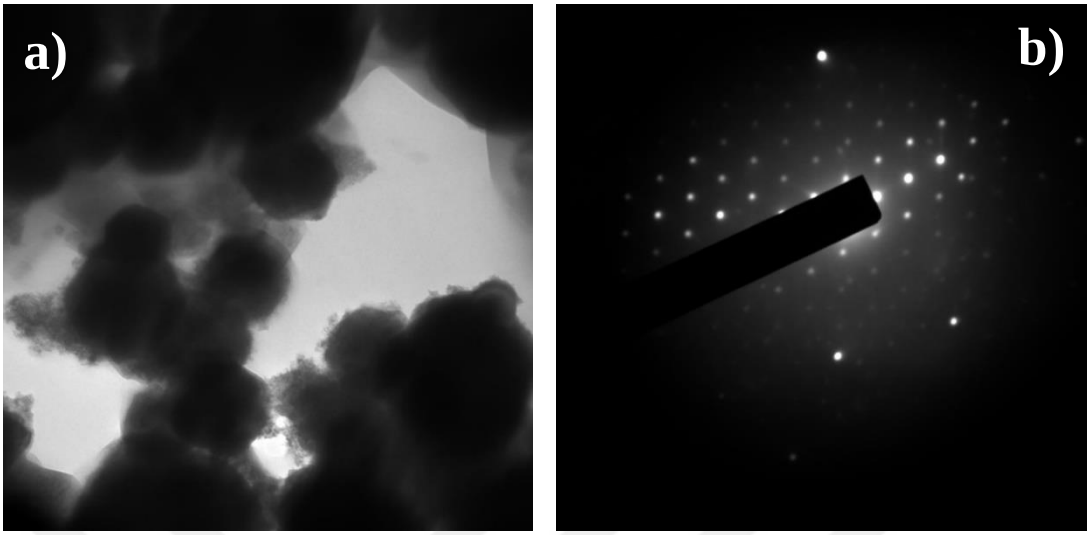
Hidrotermal metot ile üretilen LMO50 numunesine ait aydınlık alan TEM ve TEM SAD görüntüsü Şekil 5.115'de verilmiştir. LMO50 nanokompozitinden elde edilen TEM SAD görüntüsünden süreklilik göstermeyen difraksiyon halkalarından oluştuğu görülmektedir. Numunenin aydınlık alan TEM görüntüsünde ise yapının, homojen denebilecek şekilde yapıda konumlanmış nano fiberlerden oluştuğu gözlemlenmiştir. Görüntülerden nano fiberlerin boyutlarının küçüldüğü ve yapı içerisindeki miktarının arttığı söylenebilir. Elde edilen aydınlık alan TEM görüntüsü, numunenin SEM görüntüsü ile uyum içerisindedir.



Şekil 5.116. LMO100 numunesinin mikroyapısını gösteren (a) aydınlık alan görüntüsü ve (b) aynı bölgeden alınan SAD deseni

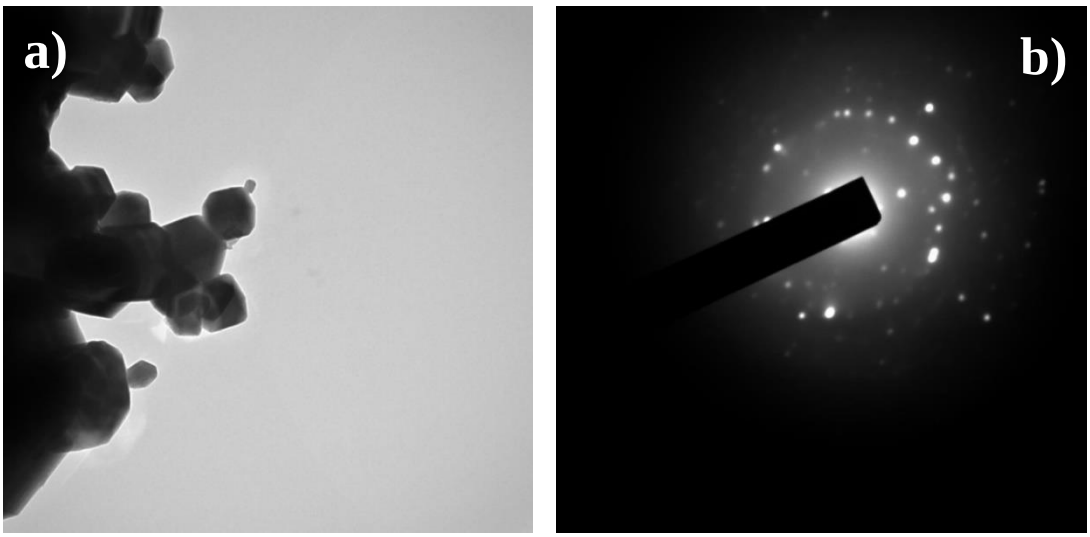
Hidrotermal metot ile üretilen LMO100 numunesine ait aydınlık alan TEM ve TEM SAD görüntüsü Şekil 5.116'da gösterilmiştir. Elde edilen TEM SAD görüntüsü gelişi güzel yönelimli çok kristalli yapının kanıtı olan süreklilik göstermeyen difraksiyon halkalarından oluşmaktadır. Numunenin aydınlık alan TEM görüntüsünde homojen olmayan nano fiberlerin kısmen üst üste bindikleri ve bu kümeleşme sonucunda oluşan çiçek görüntüsü göze çarpmaktadır. Elde edilen aydınlık alan TEM görüntüsü, numunenin SEM görüntüsü ile benzerlik göstermektedir.

5.2.3.6. YMO Serisi Numunelerin TEM Sonuçları



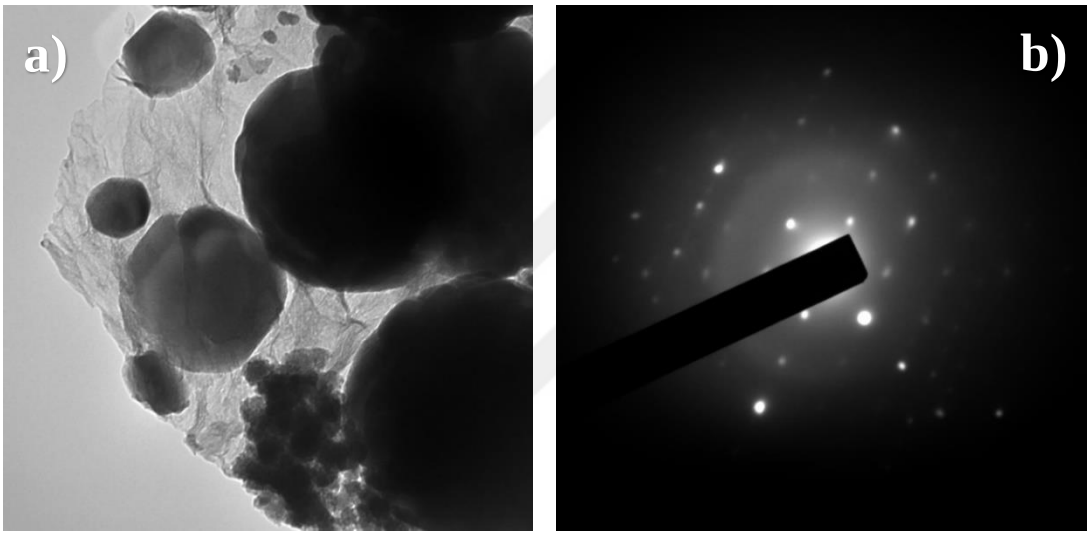
Şekil 5.117. YMO numunesinin mikroyapısını gösteren (a) aydınlık alan görüntüsü ve (b) aynı bölgeden alınan SAD deseni

Hidrotermal metot ile üretilen YMO numunesine ait aydınlık alan TEM ve TEM SAD görüntüsü Şekil 5.117'de gösterilmiştir. Aydınlık alan TEM görüntüsünde, nanoboyuttaki tanelerin yer yer üst üste bindikleri ve homojen olarak dağılmadıkları görülmektedir. İnce yapılı nano boyutlu tanelerin üst üste binerek oluşturdukları yığınlar aydınlık alan görüntüsünde çok net bir şekilde izlenebilmektedir. Yapıdaki nano tanelerin çok kristalli olduğu ve taneler arasında bir yönelim ilişkisi bulunmadığı göze çarpmaktadır. Tane yapısının düzensiz olduğu söylenebilir. Elde edilen aydınlık alan TEM görüntüsü ile YMO nanokompozitinin SEM fotoğrafları uyum içerisindedir.



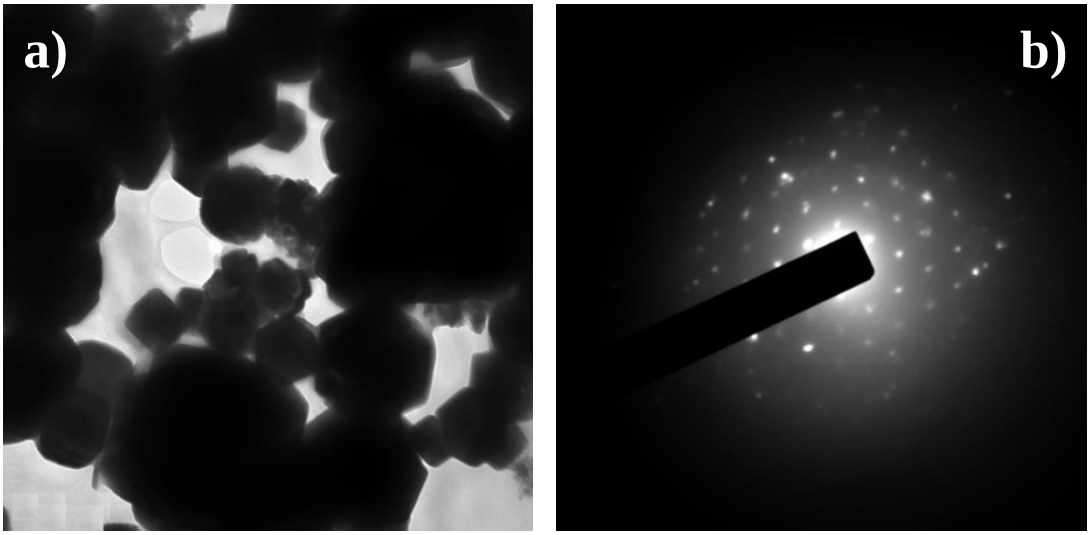
Şekil 5.118. YMO20 numunesinin mikroyapısını gösteren (a) aydınlık alan görüntüsü ve (b) aynı bölgeden alınan SAD deseni

Hidrotermal metot ile üretilen grafen oksit katkılı YMO20 nanokompozitine ait aydınlık alan TEM ve TEM SAD görüntüsü Şekil 5.118'de gösterilmiştir. Aydınlık alan görüntüsünden yapının homojen olarak dağılmayan, irili ufaklı nano ölçekteki tanelerden oluştuğu görülmektedir. Nano boyutlu tanelerin kısmen üst üste binmesiyle oluşan kümelenmeler aydınlık alan TEM görüntüsünde çok net bir şekilde gözlenebilmektedir. Altıgen biçiminde olan tanelerin sınırları oldukça belirgindir. Tanelerin yapısı düzensizdir ve bazı tanelerin üst üste bindikleri söylenebilir. Bu durum SEM fotoğraflarında izlenen yapısal özelliklere benzerdir.



Şekil 5.119. YMO50 numunesinin mikroyapısını gösteren (a) aydınlık alan görüntüsü ve (b) aynı bölgeden alınan SAD deseni

Hidrotermal metot ile üretilen grafen oksit katkılı YMO50 numunesine ait aydınlık alan TEM ve TEM SAD görüntüsü Şekil 5.119'da gösterilmiştir. Aydınlık alan görüntüsünden yapının homojen olarak dağılmayan, irili ufaklı nano ölçekteki tanelerden oluştuğu görülmektedir. İnce yapılı tanelerin oluşturdukları yığınlar aydınlık alan görüntüsünde çok net bir şekilde gözlenebilmektedir. Tanelerin yapısı düzensizdir ve bazı tanelerin üst üste binmiştir. Numunenin aydınlık alan görüntülemesine bakılarak mikroyapısının esasında ince ve küçük tanelerden meydana geldiği ama bu ince tanelerin de kendi aralarında daha büyük boyutlu tane kümeleri oluşturarak mikroyapıyı tamamladıkları söylenebilir. Bu durum SEM fotoğraflarında izlenen yapısal özelliklere benzerdir.



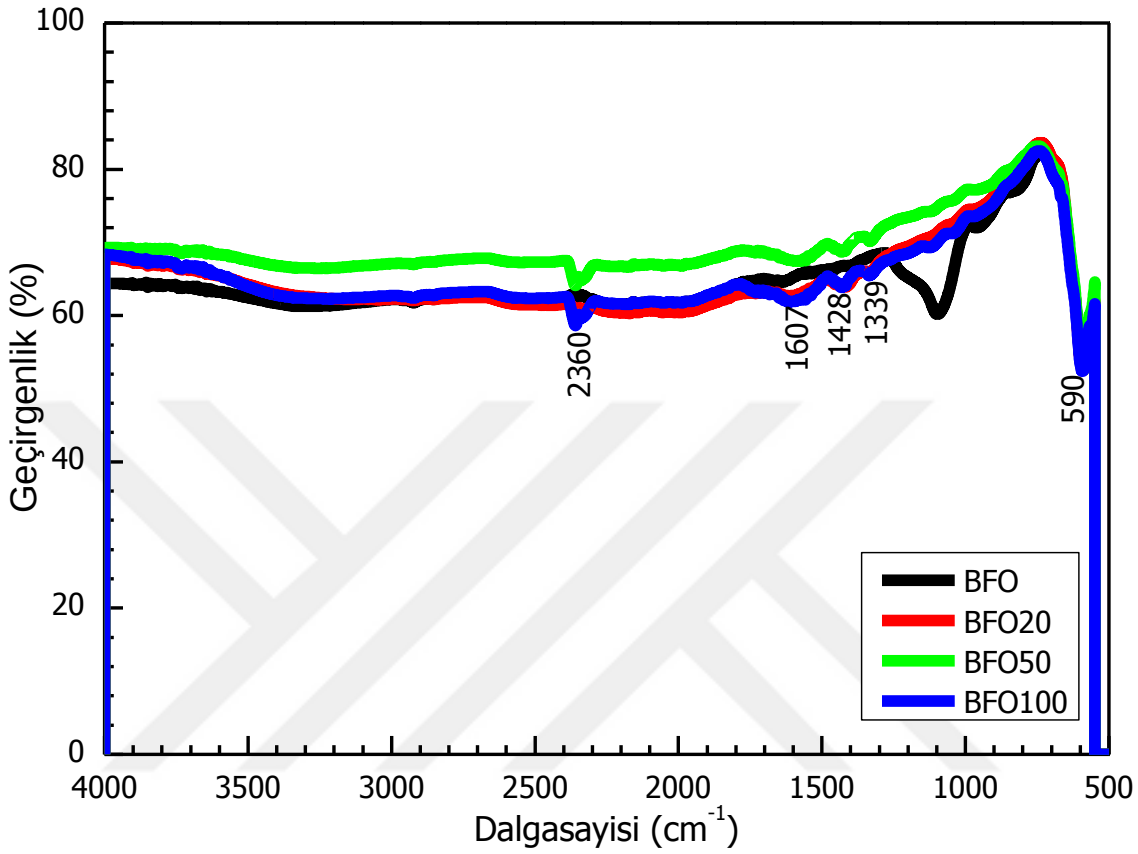
Şekil 5.120. YMO100 numunesinin mikroyapısını gösteren (a) aydınlık alan görüntüsü ve (b) aynı bölgeden alınan SAD deseni

Hidrotermal metot ile üretilen grafen oksit katkılı YMO100 numunesine ait aydınlık alan TEM ve TEM SAD görüntüsü Şekil 5.120'de gösterilmiştir. Aydınlık alan görüntüsünden tane boyutunun giderek azaldığı, yapının homojen olarak dağılmayan, irili ufaklı nano boyuttaki tanelerden oluştuğu görülmektedir. İnce yapılı tanelerin oluşturdukları yığınlar aydınlık alan görüntüsünde çok net bir şekilde gözlenebilmektedir. Tanelerin yapısı düzensizdir ve bazı tanelerin üst üste binmiştir. Numunenin aydınlık alan görüntülemesine bakılarak oluşan mikroyapının SEM fotoğraflarında izlenen yapısal özelliklere benzer olduğu görülmektedir.

5.2.4. Fourier Transform IR (FT-IR) Spektroskopi Sonuçları

Hidrotermal metot ile sentezlenen nano kompozitlerin FT-IR analizi, hem reaksiyon işleminin kontrolü için hem de elde edilen yeni malzemelerin kimyasal özelliklerinin belirlenmesinde büyük önem arzetmektedir. Bu sebepten dolayı, katkısız ve grafen oksit katkılı nano elektro seramiklerdeki atomlar arası kimyasal bağlanmayı araştırmak için FT-IR spektroskopisi uygulanmıştır. Tüm numunelerin FT-IR ölçümleri 500 ile 4000 cm^{-1} dalgasayısı aralığında alınmıştır. Elde edilen veriler literatür ışığında [101-108] doğrulanmıştır.

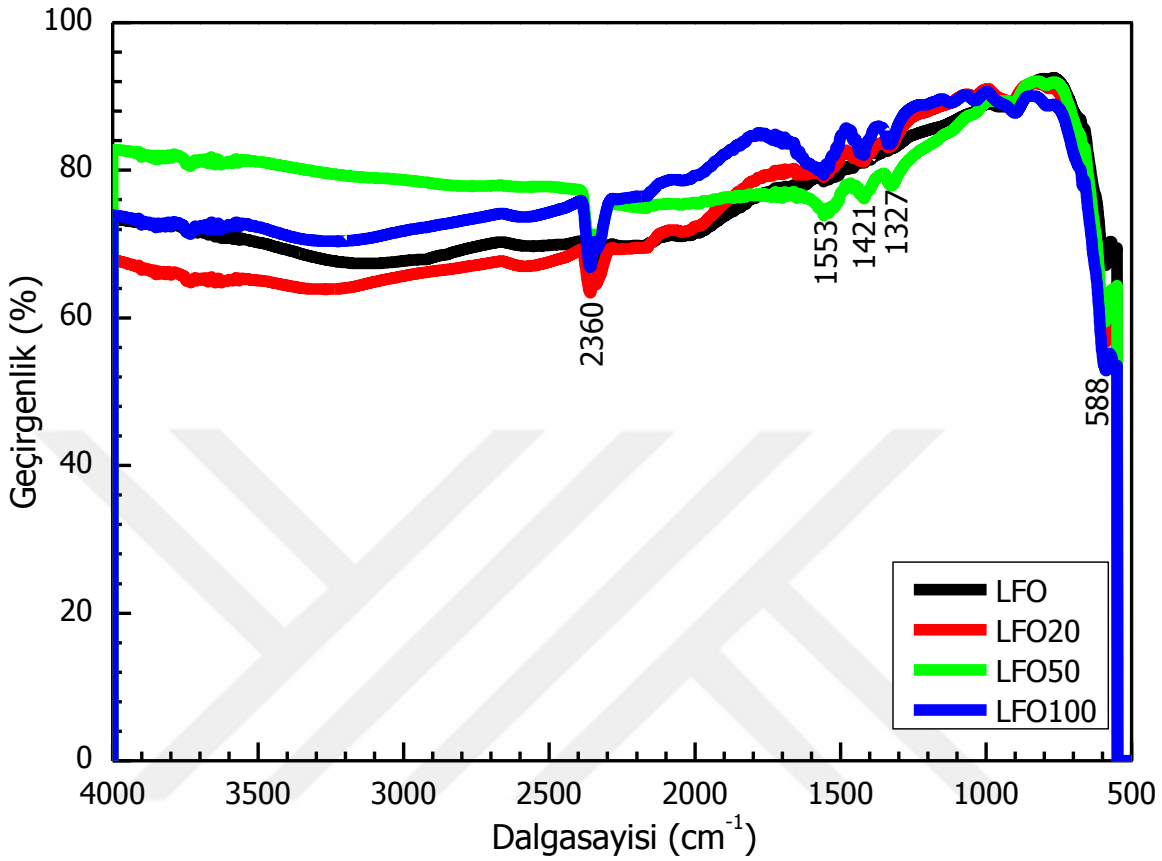
5.2.4.1. BFO Serisi Numunelerin FT-IR Sonuçları



Şekil 5.121. Katkısız ve grafen oksit katkılı BFO serisi nanokompozitlerin FT-IR spektrumları

Üretilen katkısız ve grafen oksit katkılı BFO nano tozlarının FT-IR spektrumu Şekil 5.121'de gösterilmektedir. Elde edilen spektrum incelendiğinde, 590 cm^{-1}'de Fe─O eğilme titreşim modu, 1339 cm^{-1}'de NO_3^- gerilme titreşim modu, 1428 cm^{-1}'de C=O karbonil ve gerilme titreşim modu, 1607 cm^{-1}'de H_2O'nun bükülme titreşim modu, 2360 cm^{-1}'de CO ve CO_2 titreşim modu, 3000-3600 cm^{-1}'deki geniş band da ise H_2O ve OH^- gruplarının antisimetrik ve simetrik gerilmesinden kaynaklanan titreşim modu görülmüştür.

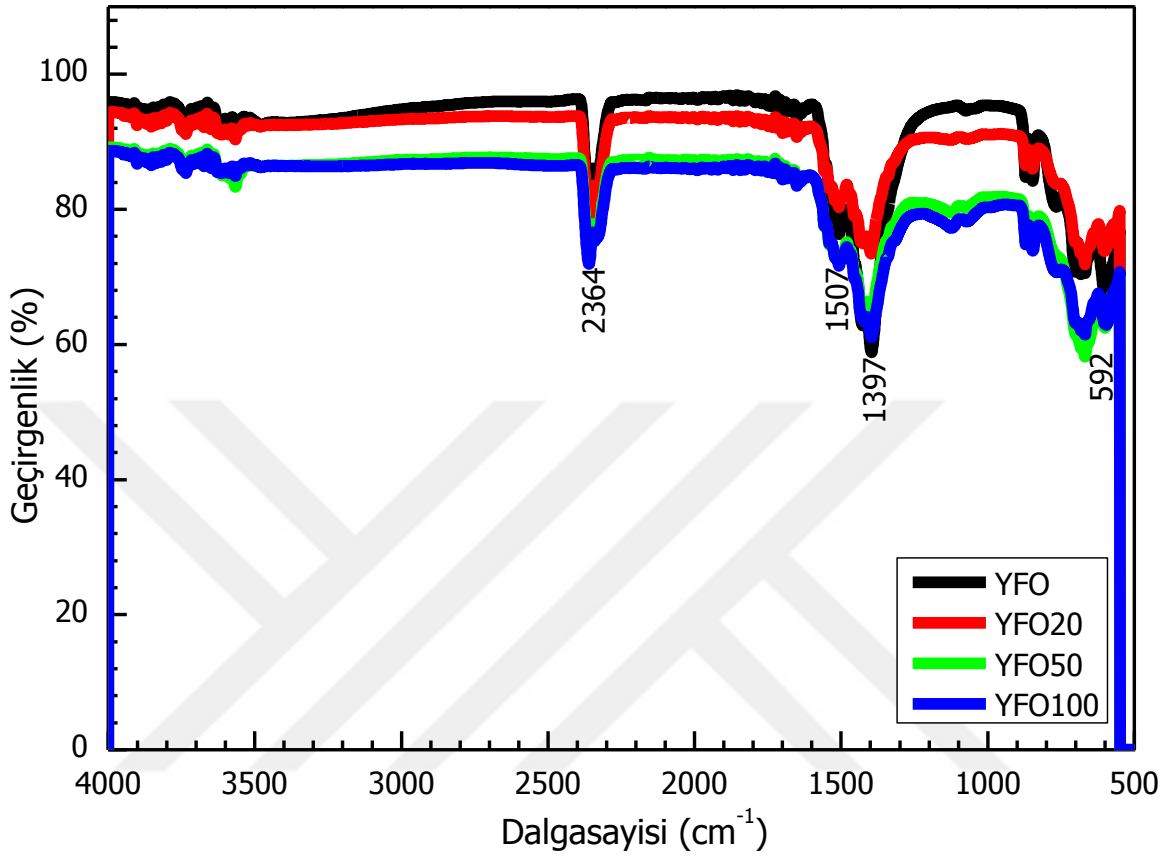
5.2.4.2. LFO Serisi Numunelerin FT-IR Sonuçları



Şekil 5.122. Katkısız ve grafen oksit katkılı LFO serisi nanokompozitlerin FT-IR spektrumları

Üretilen katkısız ve grafen oksit katkılı LFO nano tozlarının FT-IR spektrumu Şekil 5.122'de gösterilmektedir. Elde edilen spektrumlar incelendiğinde, 588 cm^{-1} civarında Lantanyum ferritin oluşumundan dolayı Fe─O gerilme titreşiminden kaynaklanan güçlü bir absorbsiyon bandına, 1327 cm^{-1}'de NO_3^- gerilme titreşim moduna, 1421 cm^{-1}'de metal karbonatların asimetrik gerilmesine, 1553 cm^{-1}'de H_2O'nun bükülme titreşim moduna, 2360 cm^{-1}'de CO ve CO_2 titreşim moduna, 3000-3600 cm^{-1}'deki geniş band da ise H_2O ve OH^- gruplarının antisimetrik ve simetrik gerilmesinden kaynaklanan titreşimlere rastlanmıştır.

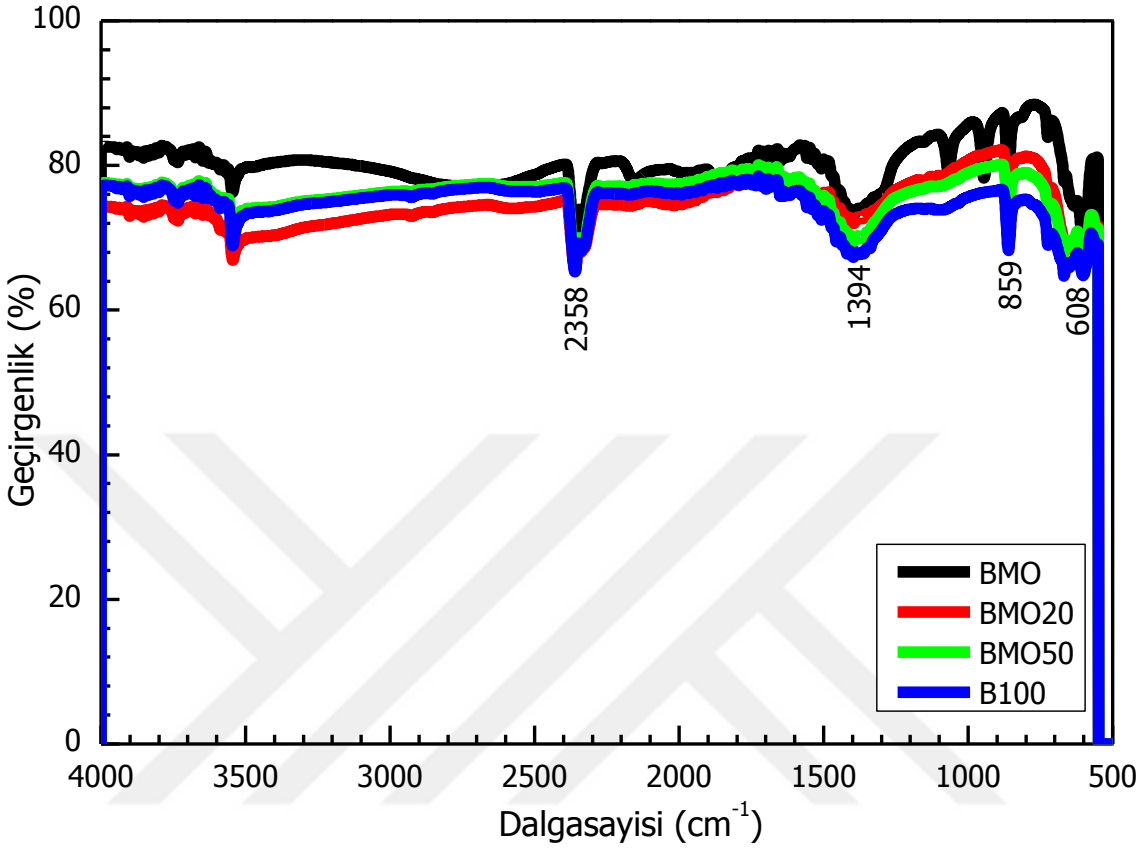
5.2.4.3. YFO Serisi Numunelerin FT-IR Sonuçları



Şekil 5.123. Katkısız ve grafen oksit katkılı YFO serisi nanokompozitlerin FT-IR spektrumları

Üretilen katkısız ve grafen oksit katkılı YFO nano tozlarının FT-IR spektrumu Şekil 5.123'de gösterilmektedir. Elde edilen spektrumlar incelendiğinde, 592 cm^{-1} civarında Fe─O eğilme titreşim modu, 1320-1360 cm^{-1}'de NO_3^- gerilme titreşimine, 1397 cm^{-1}'de C=O karbonil ve gerilme titreşim modu, 1507 cm^{-1}'de H_2O'nun bükülme titreşim modu, 2364 cm^{-1}'de CO ve CO_2 titreşim modu gözlemlenmiştir.

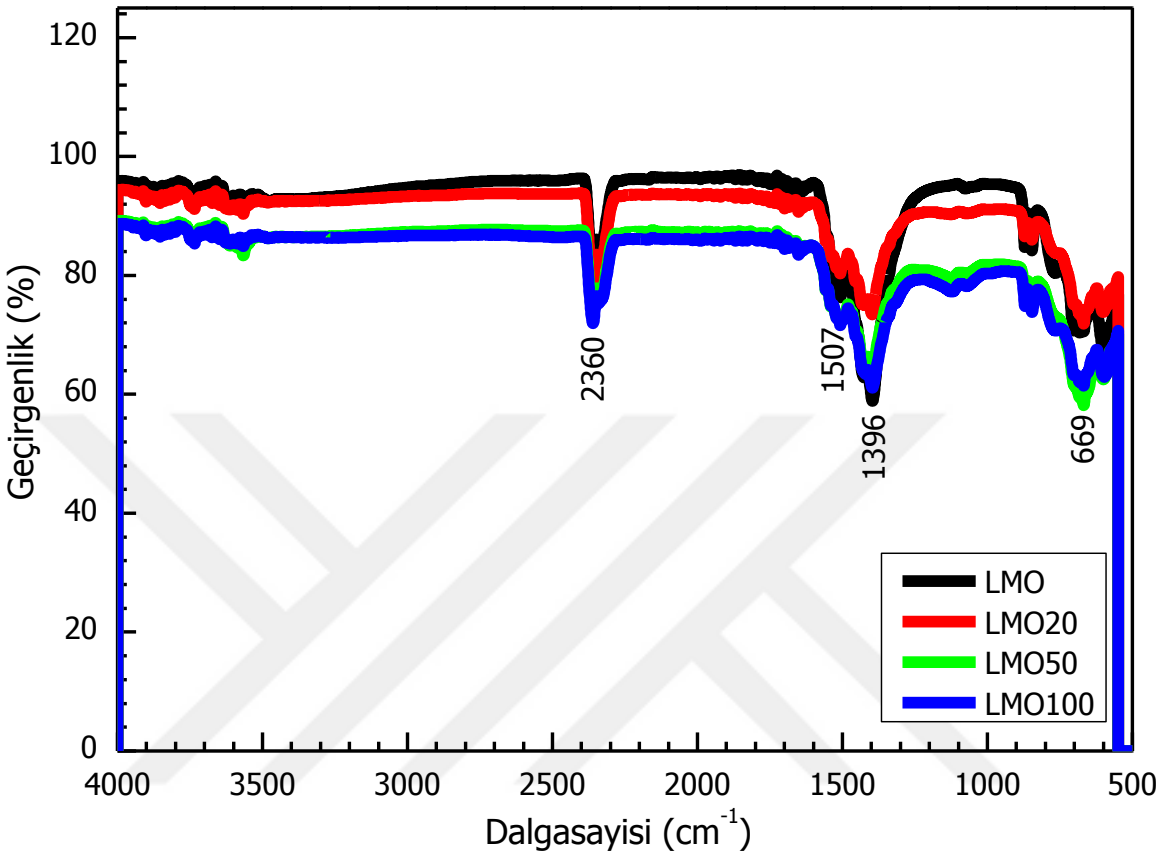
5.2.4.4. BMO Serisi Numunelerin FT-IR Sonuçları



Şekil 5.124. Katkısız ve grafen oksit katkılı BMO serisi nanokompozitlerin FT-IR spektrumları

Üretilen katkısız ve grafen oksit katkılı BMO nano tozlarının FT-IR spektrumu Şekil 5.124'de gösterilmektedir. Elde edilen spektrumlar incelendiğinde, 608 cm^{-1} civarında Mn─O eğilme titreşim moduna, 859 cm^{-1}'de NH_2 sallanma titreşim moduna, 1394 cm^{-1}'de NO_3^- gerilme titreşim moduna, 2358 cm^{-1}'de CO ve CO_2 titreşim moduna, 3000-3600 cm^{-1}'deki geniş band da ise H_2O ve OH^- gruplarının antisimetrik ve simetrik gerilmesinden kaynaklanan titreşim moduna rastlanmıştır.

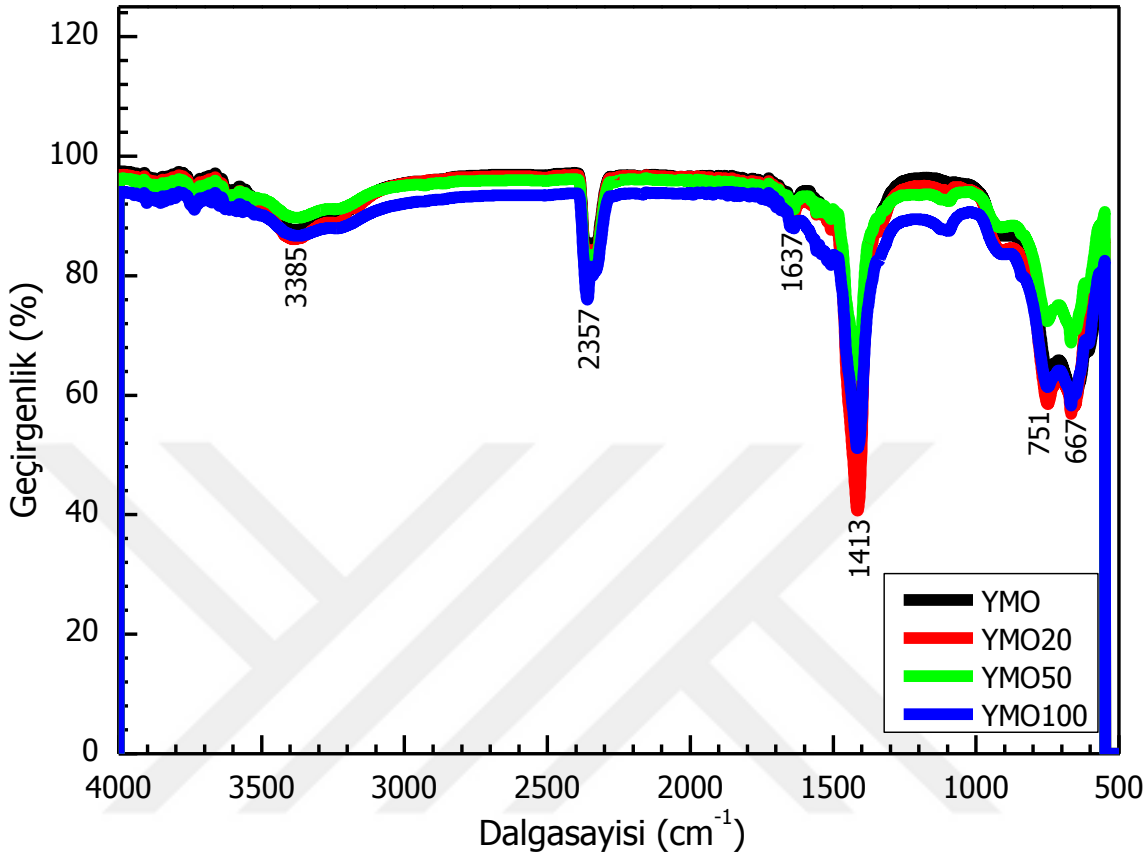
5.2.4.5. LMO Serisi Numunelerin FT-IR Sonuçları



Şekil 5.125. Katkısız ve grafen oksit katkılı LMO serisi nanokompozitlerin FT-IR spektrumları

Üretilen katkısız ve grafen oksit katkılı LMO nano tozlarının FT-IR spektrumu Şekil 5.125'de gösterilmektedir. Elde edilen spektrum incelendiğinde, 669 cm^{-1}'de Mn─O eğilme titreşim modu, 1396 cm^{-1}'de NO_3^- gerilme titreşim modu, 1507 cm^{-1} civarında H_2O'nun bükülme titreşim modu, 2360 cm^{-1}'de CO ve CO_2 titreşim modu, 3000-3600 cm^{-1}'deki geniş band da ise H_2O ve OH^- gruplarının antisimetrik ve simetrik gerilmesinden kaynaklanan titreşim modu görülmektedir.

5.2.4.6. YMO Serisi Numunelerin FT-IR Sonuçları



Şekil 5.126. Katkısız ve grafen oksit katkılı YMO serisi nanokompozitlerin FT-IR spektrumları

Üretilen katkısız ve grafen oksit katkılı YMO nano tozlarının FT-IR spektrumu Şekil 5.126'da gösterilmektedir. Elde edilen spektrumlar incelendiğinde, 667 cm^{-1}'de Mn─O eğilme titreşim moduna, 751 cm^{-1}'de NH_2 sallanma titreşim moduna, 1413 cm^{-1}'de NO_3^- gerilme titreşim moduna, 1637 cm^{-1}'de H_2O'nun bükülme titreşim moduna, 2357 cm^{-1}'de CO ve CO_2 titreşim moduna, 3000-3600 cm^{-1}'deki geniş band da ise H_2O ve OH^- gruplarının antisimetrik ve simetrik gerilmesinden kaynaklanan titreşim moduna rastlanmıştır.

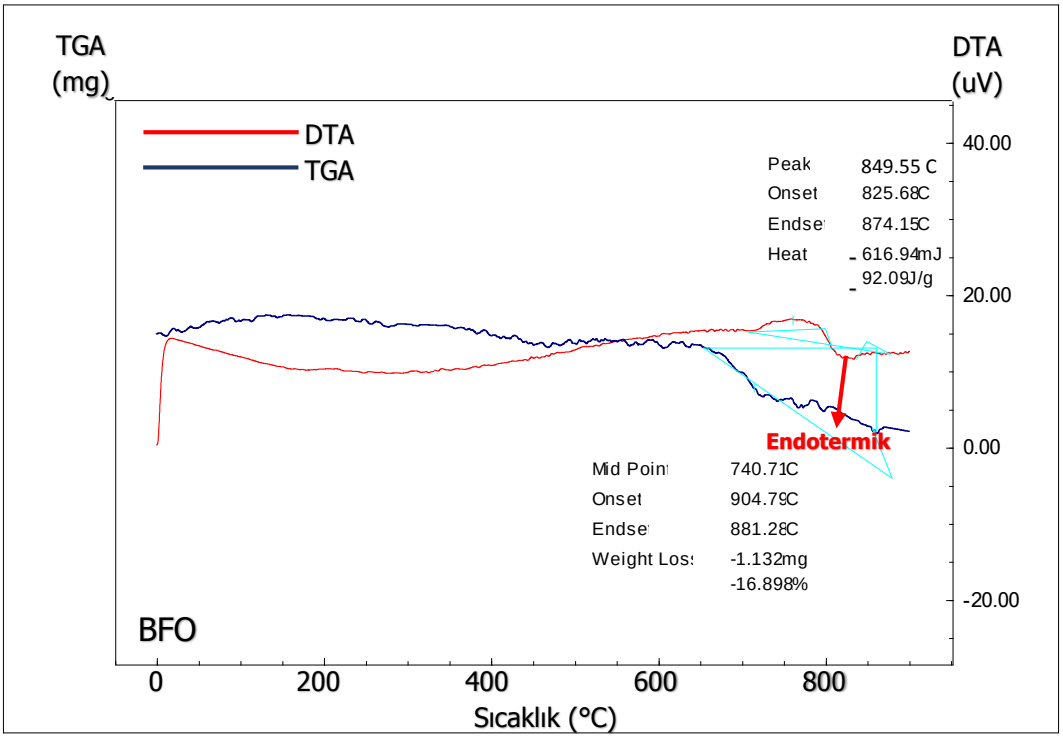
5.2.5. Diferansiyel Termal Analiz (TGA/DTA) Ölçüm Sonuçları

Sıcaklık karşısında malzemenin yapısında meydana gelen değişiklikleri tespit etmek ve muhtemel faz geçişlerini belirlemek için numunelere termal analiz metotlarının en önemlileri olan Termogravimetrik (TGA) ve diferansiyel termal analiz (DTA) uygulanmıştır. Termogravimetrik analizde kütle değişimi, Diferansiyel termal analizde ise enerji değişimi, ölçümün temelini teşkil etmektedir.

TGA bir numunenin ısıtılması veya belirlenen bir sıcaklıkta tutulması esnasında kütlesindeki değişiklikleri zamanın veya sıcaklığın bir fonksiyonu olarak ölçen bir tekniktir. Termogravimetrik metotla bir malzemenin incelenebilmesi için, artan sıcaklık ile birlikte numunenin kütlesinde bir değişimin olması gerekmektedir. Fakat enerjinin değişimiyle sonuçlanan her dönüşüm kütle kaybıyla sonuçlanmamaktadır. Bu durumlarda diferansiyel termal analizler daha belirleyici olmaktadır. DTA yüksek sıcaklıklarda numunede meydana gelen faz dönüşümleri ve reaksiyonlar hakkında bilgi vermektedir. DTA yönteminde analizi yapılacak malzeme ve termal olarak referans bir maddeye benzer sıcaklık rejimi uygulanmaktadır. Numune ile referans birlikte ısıtılarak, uygulanan sıcaklık lineer bir şekilde artırılmakta ve her iki malzeme arasındaki fark, sıcaklığın bir fonksiyonu olarak ölçülmektedir. DTA ölçümleri TGA'daki gibi yalnızca kütle değişimine bağlı olmadığından dolayı kullanım alanı daha yaygındır. Isının açığa çıktığı veya soğrulduğu her tür numuneye rahatlıkla uygulanabilir. Fiziksel olarak soğurma ve kristalizasyon olayları ekzotermik bir olay iken desorbsiyon, erime, süblimleşme ve buharlaşma ise endotermik olaylardır [109].

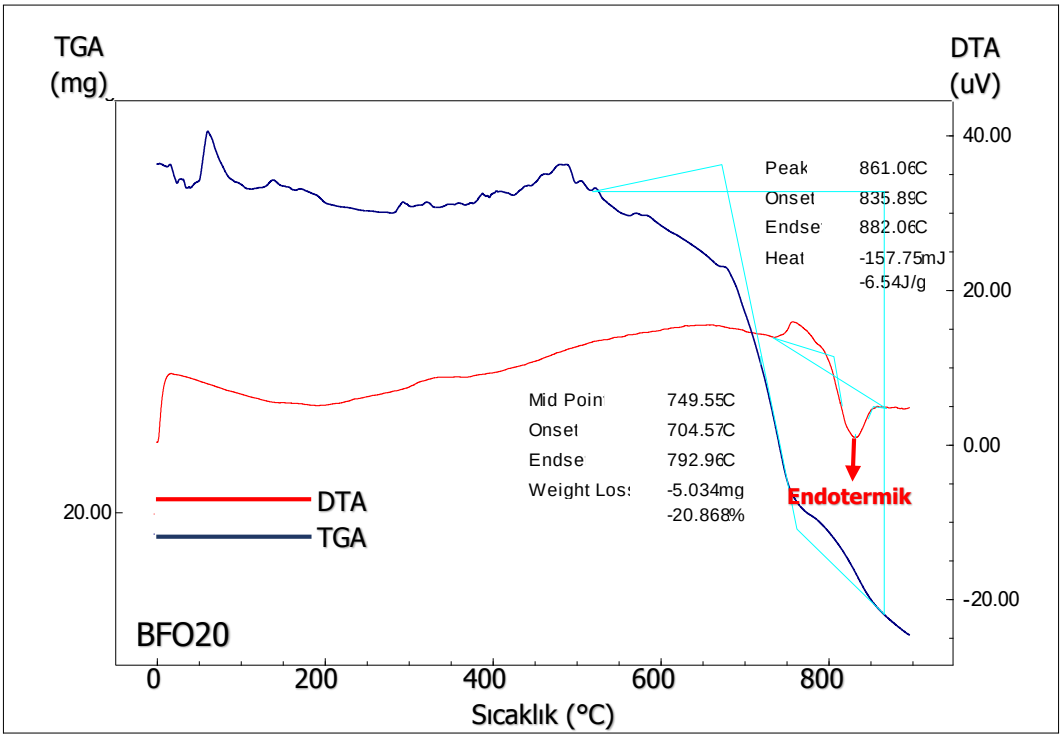
Hidrotermal metotla hazırlanan tüm nano elektro seramiklerin termogravimetrik analizi (TGA) ve diferansiyel termal analizleri (DTA) Argon gazı atmosferinde, oda sıcaklığından 900 °C' ye kadar 10 °C/dakika ısıtma hızında gerçekleştirilmiştir.

5.2.5.1. BFO Serisi Numunelerin TGA/DTA Sonuçları



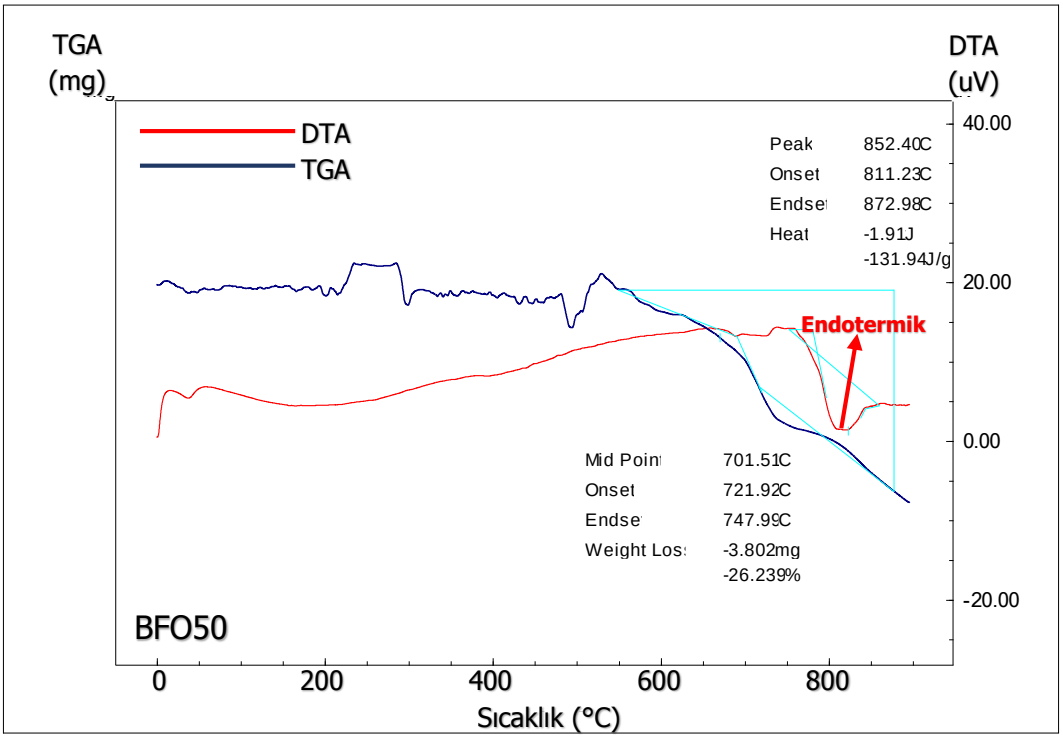
Şekil 5.127. BFO nanokompozitine ait TGA/DTA eğrisi

Hidrotermal metotla sentezlenen katkısız BFO numunesinden 10 ºC/dakika ısıtma hızında elde edilen, Termogravimetrik analiz (TGA) ve Diferansiyel Termal Analiz (DTA) eğrileri Şekil 5.127'de verilmiştir. DTA/TGA eğrilerinden, reaksiyonların başlangıç ve bitiş sıcaklıkları, reaksiyon enerjileri ve reaksiyon tipleri belirlenmiştir. Ayrıca eğri üzerinde kütle ve enerji değişimlerinin miktarı gösterilmektedir. Elde edilen termal analiz eğrileri incelendiğinde, DTA eğrisi üzerinde nano tozlar için Curie sıcaklığı olarak kabul edilen (T_c= ≈*850*°C) [102, 106, 110-113] sıcaklığa yakın bir değer olan 849 °C civarında malzeme bünyesinde endotermik bir reaksiyon olduğu görülmektedir. Bu durum, üretilen BFO nanokompozitinin ferroelektrik özellikte olmasından ve bu sıcaklıkta faz dönüşümüyle ferroelektrik fazdan paraelektrik faza dönüşümünden kaynaklanmaktadır. TGA eğrisine bakılarak BFO nanokompozitinin 25-900 °C sıcaklık aralığındaki toplam kütle kaybı %16,89 olarak belirlenmiştir.



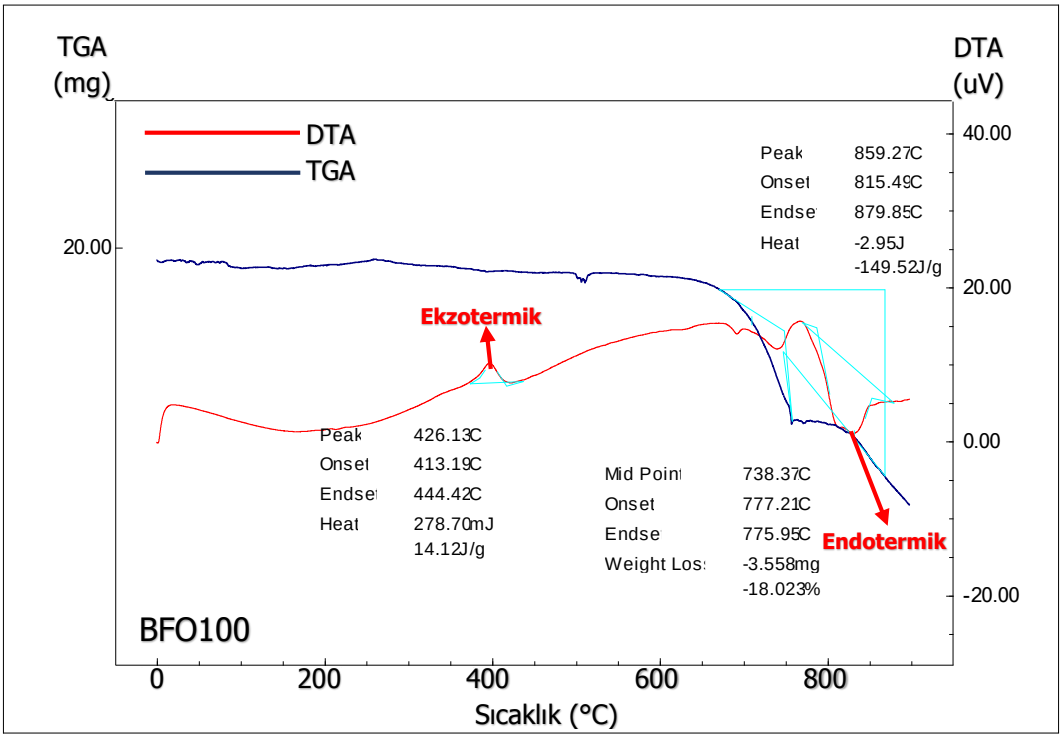
Şekil 5.128. BFO20 nanokompozitine ait TGA/DTA eğrisi

Hidrotermal metotla sentezlenen BFO20 numunesinden 10 ºC/dakika ısıtma hızında elde edilen, Termogravimetrik analiz (TGA) ve Diferansiyel Termal Analiz (DTA) eğrileri Şekil 5.128'de verilmiştir. DTA/TGA eğrilerinden, reaksiyonların başlangıç ve bitiş sıcaklıkları, reaksiyon enerjileri ve reaksiyon tipleri belirlenmiştir. Ayrıca eğri üzerinde kütle ve enerji değişimlerinin miktarı gösterilmektedir. Elde edilen termal analiz eğrileri incelendiğinde, DTA eğrisi üzerinde nano tozlar için Curie sıcaklığı olarak kabul edilen ($T_c = \approx 850$°C) [102, 106, 110-113] sıcaklığa yakın bir değer olan 861 °C civarında malzeme bünyesinde endotermik bir reaksiyon olduğu görülmektedir. Bu durum, üretilen BFO20 nanokompozitinin ferroelektrik özellikte olmasından ve bu sıcaklıkta faz dönüşümüyle ferroelektrik fazdan paraelektrik faza dönüşümünden kaynaklanmaktadır. TGA eğrisine bakılarak BFO20 nanokompozitinin 25-900 °C sıcaklık aralığındaki toplam kütle kaybı %20,86 olarak belirlenmiştir.



Şekil 5.129. BFO50 nanokompozitine ait TGA/DTA eğrisi

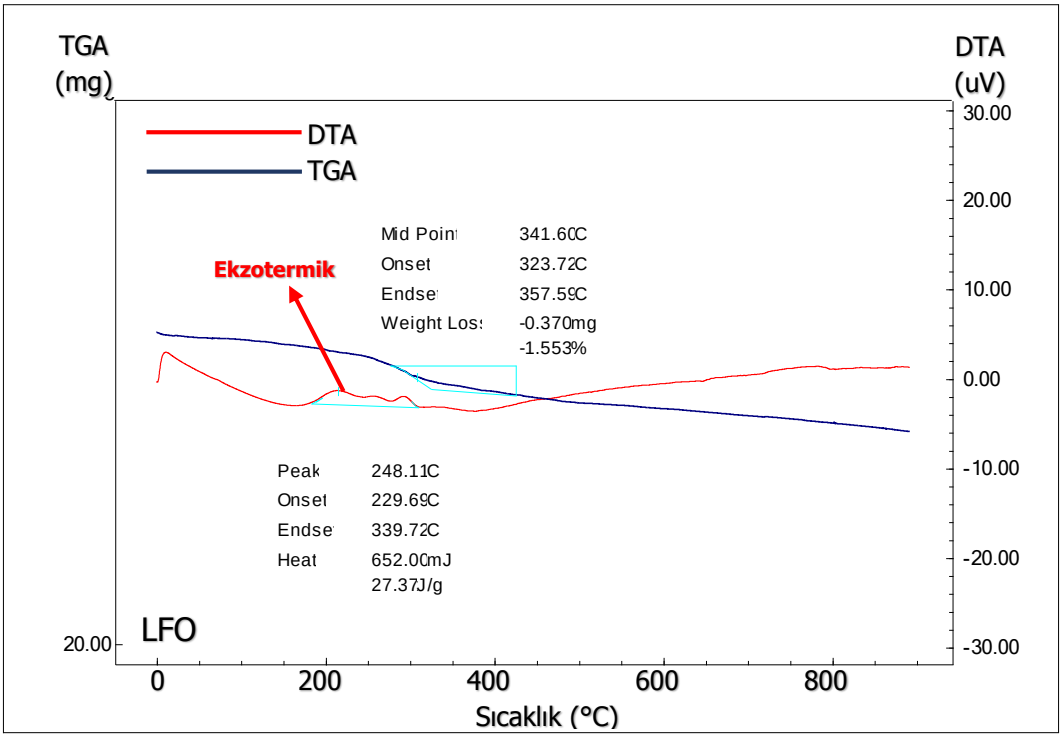
Hidrotermal metotla sentezlenen BFO50 numunesinden 10 ºC/dakika ısıtma hızında elde edilen, Termogravimetrik analiz (TGA) ve Diferansiyel Termal Analiz (DTA) eğrileri Şekil 5.129'da verilmiştir. DTA/TGA eğrilerinden, reaksiyonların başlangıç ve bitiş sıcaklıkları, reaksiyon enerjileri ve reaksiyon tipleri belirlenmiştir. Ayrıca eğri üzerinde kütle ve enerji değişimlerinin miktarı gösterilmektedir. Elde edilen termal analiz eğrileri incelendiğinde, DTA eğrisi üzerinde nano tozlar için Curie sıcaklığı olarak kabul edilen ($T_c = \approx 850$°C) [102, 106, 110-113] sıcaklığa yakın bir değer olan 852 °C civarında malzeme bünyesinde endotermik bir reaksiyon olduğu görülmektedir. Bu durum, üretilen BFO50 nanokompozitinin ferroelektrik özellikte olmasından ve bu sıcaklıkta faz dönüşümüyle ferroelektrik fazdan paraelektrik faza dönüşümünden kaynaklanmaktadır. TGA eğrisine bakılarak BFO50 nanokompozitinin 25-900 °C sıcaklık aralığındaki toplam kütle kaybı %26,23 olarak belirlenmiştir.



Şekil 5.130. BFO100 nanokompozitine ait TGA/DTA eğrisi

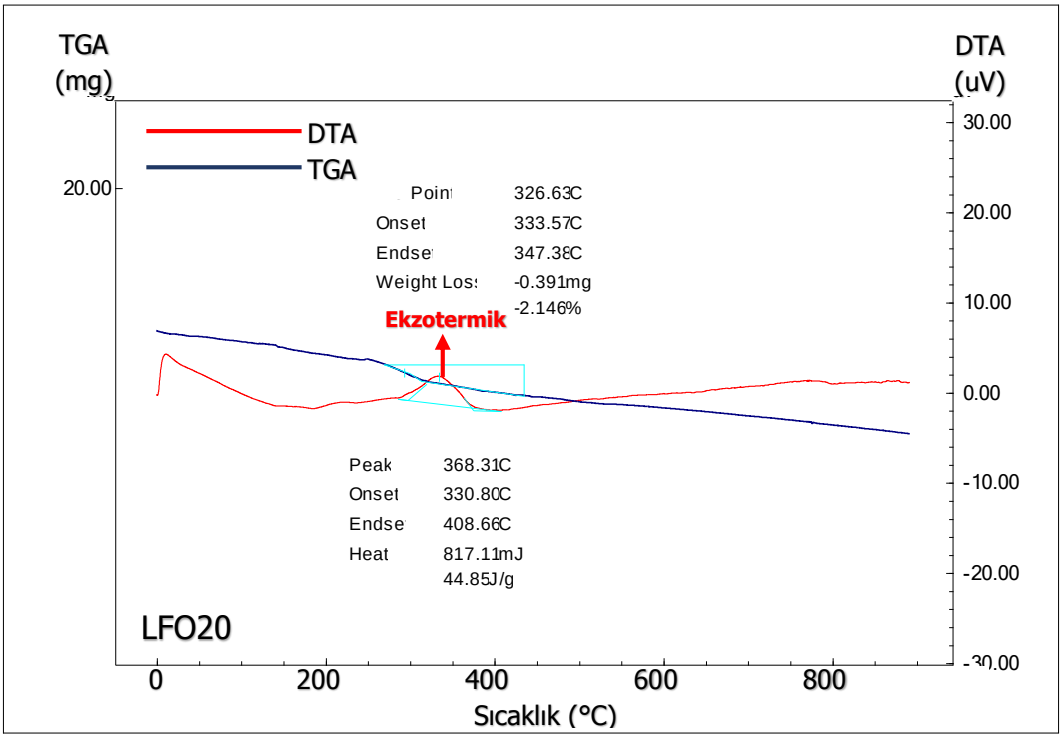
Hidrotermal metotla sentezlenen BFO100 numunesinden 10ºC/dakika ısıtma hızında elde edilen, Termogravimetrik analiz (TGA) ve Diferansiyel Termal Analiz (DTA) eğrileri Şekil 5.130'da verilmiştir. DTA/TGA eğrilerinden, reaksiyonların başlangıç ve bitiş sıcaklıkları, reaksiyon enerjileri ve reaksiyon tipleri belirlenmiştir. Ayrıca eğri üzerinde kütle ve enerji değişimlerinin miktarı gösterilmektedir. Elde edilen termal analiz eğrileri incelendiğinde, DTA eğrisi üzerinde, Bizmut Ferrit için Neel sıcaklığı olan (378°C) sıcaklığın hemen üzerinde, 426 °C de ekzotermik bir reaksiyon şeklinde bir faz dönüşümü ve nano tozlar için Curie sıcaklığı olarak kabul edilen (T_c= ≈*850*°C) [102, 106, 110-113] sıcaklığa yakın bir değer olan 859 °C civarında, malzeme bünyesinde endotermik bir reaksiyon olduğu görülmektedir. Bu durum, üretilen BFO100 nanokompozitinin ferroelektrik özellikte olmasından ve bu sıcaklıkta faz dönüşümüyle ferroelektrik fazdan paraelektrik faza dönüşümünden kaynaklanmaktadır. TGA eğrisine bakılarak BFO100 nanokompozitinin 25-900 °C sıcaklık aralığındaki toplam kütle kaybı %18,02 olarak belirlenmiştir.

5.2.5.2. LFO Serisi Numunelerin TGA/DTA Sonuçları



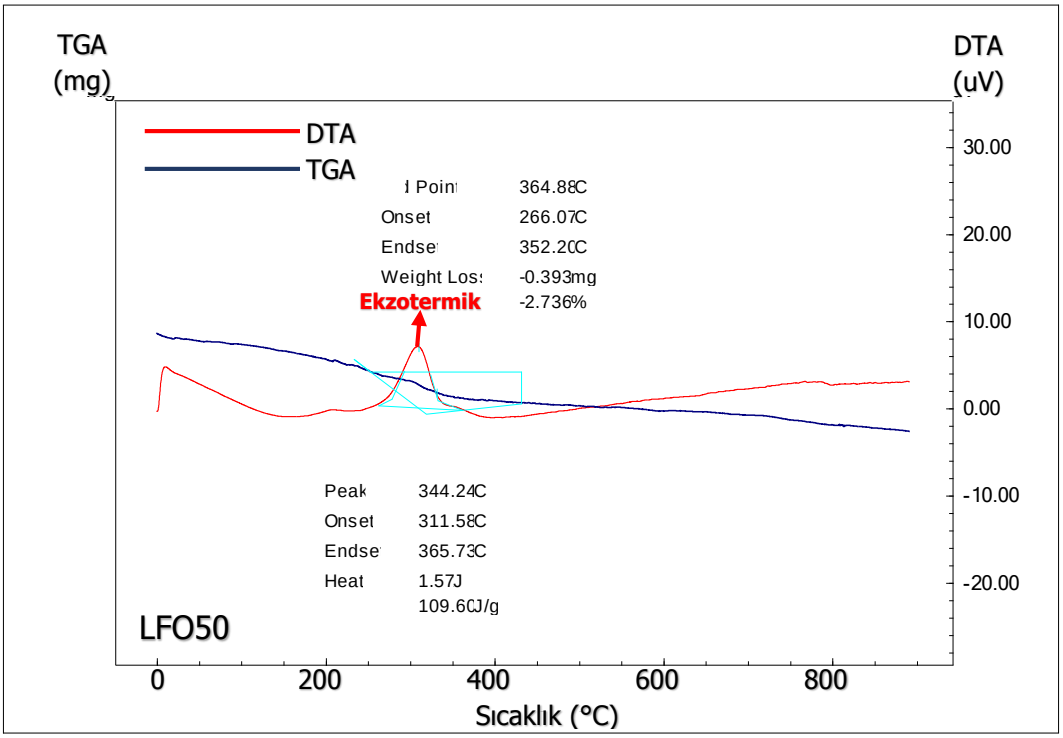
Şekil 5.131. LFO nanokompozitine ait TGA/DTA eğrisi

Hidrotermal metotla sentezlenen katkısız LFO numunesinden 10 ºC/dakika ısıtma hızında elde edilen, Termogravimetrik analiz (TGA) ve Diferansiyel Termal Analiz (DTA) eğrileri Şekil 5.131'de verilmiştir. Ayrıca eğri üzerinde kütle ve enerji değişimlerinin miktarı, değişimlerin başlangıç ve bitiş sıcaklıkları gösterilmektedir. Elde edilen termal analiz eğrileri incelendiğinde, DTA eğrisi üzerinde 248 °C civarında malzeme bünyesinde ekzotermik bir reaksiyon olduğu görülmektedir. Bu durum, üretilen LFO nanokompozitinin yapısında emilen suyun uzaklaşmasından kaynaklanmaktadır. TGA eğrisine bakılarak ise, adsorbe edilmiş suyun uzaklaşmasından kaynaklanan kütle kaybı %1,553 olarak bulunmuştur.



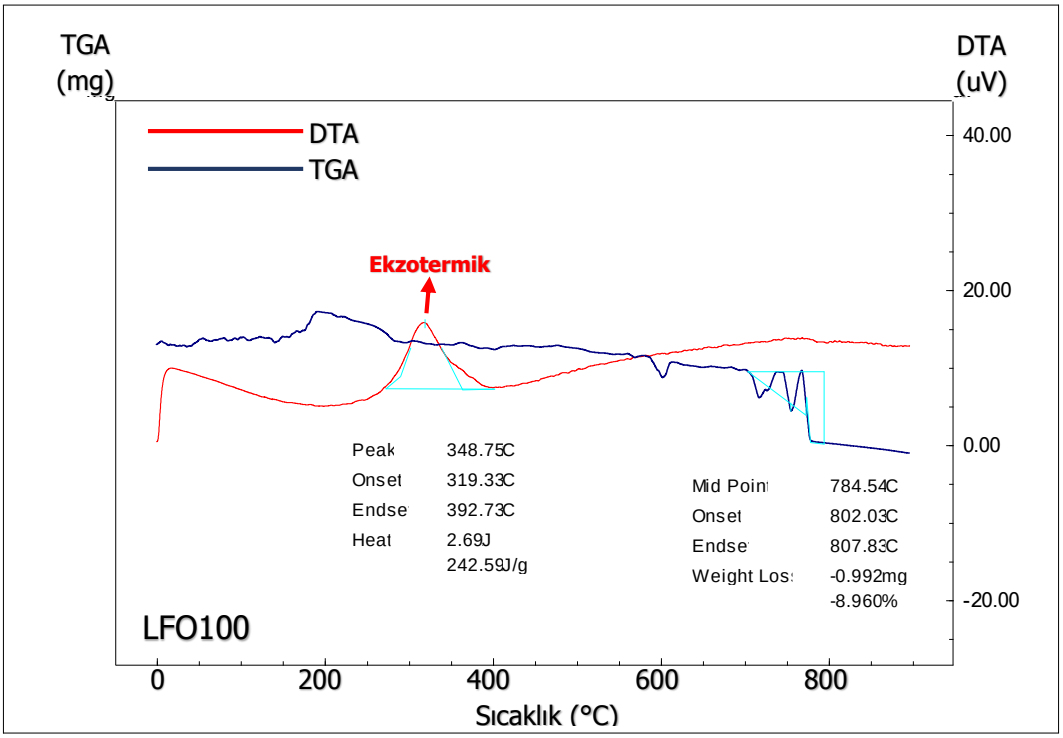
Şekil 5.132. LFO20 nanokompozitine ait TGA/DTA eğrisi

Hidrotermal metotla sentezlenen LFO20 numunesinden 10 ºC/dakika ısıtma hızında elde edilen, Termogravimetrik analiz (TGA) ve Diferansiyel Termal Analiz (DTA) eğrileri Şekil 5.132'de verilmiştir. Ayrıca eğri üzerinde kütle ve enerji değişimlerinin miktarı, değişimlerin başlangıç ve bitiş sıcaklıkları gösterilmektedir. Elde edilen termal analiz eğrileri incelendiğinde, DTA eğrisi üzerinde 368 °C civarında malzeme bünyesinde ekzotermik bir reaksiyon olduğu görülmektedir. TGA eğrisine bakılarak ise, sıcaklık artışı ile oluşan kütle kaybı %2,146 olarak bulunmuştur.



Şekil 5.133. LFO50 nanokompozitine ait TGA/DTA eğrisi

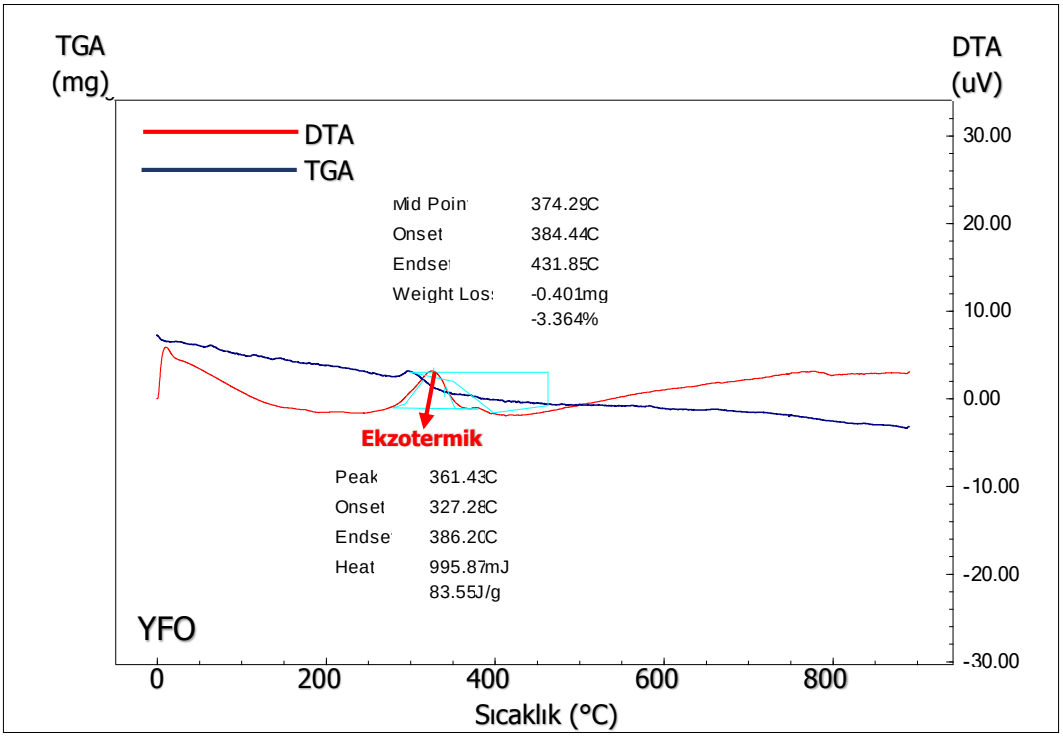
Hidrotermal metotla sentezlenen LFO50 numunesinden 10 ºC/dakika ısıtma hızında elde edilen, Termogravimetrik analiz (TGA) ve Diferansiyel Termal Analiz (DTA) eğrileri Şekil 5.133'de verilmiştir. Ayrıca eğri üzerinde kütle ve enerji değişimlerinin miktarı, değişimlerin başlangıç ve bitiş sıcaklıkları gösterilmektedir. Elde edilen termal analiz eğrileri incelendiğinde, DTA eğrisi üzerinde 344 °C civarında malzeme bünyesinde ekzotermik bir reaksiyon olduğu görülmektedir. TGA eğrisine bakılarak, kütle kaybı %2,736 olarak bulunmuştur.



Şekil 5.134. LFO100 nanokompozitine ait TGA/DTA eğrisi

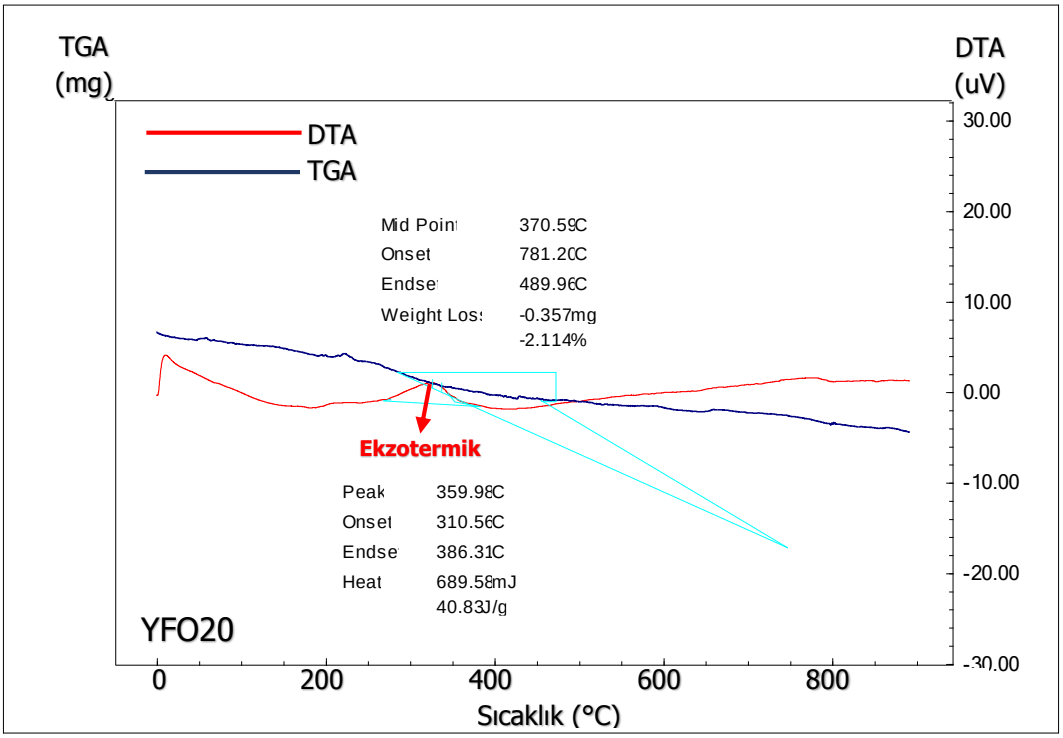
Hidrotermal metotla sentezlenen LFO100 numunesinden 10 ºC/dakika ısıtma hızında elde edilen, Termogravimetrik analiz (TGA) ve Diferansiyel Termal Analiz (DTA) eğrileri Şekil 5.134'de verilmiştir. Ayrıca eğri üzerinde kütle ve enerji değişimlerinin miktarı, değişimlerin başlangıç ve bitiş sıcaklıkları gösterilmektedir. Elde edilen termal analiz eğrileri incelendiğinde, DTA eğrisi üzerinde 348 °C civarında malzeme bünyesinde ekzotermik bir reaksiyon olduğu görülmektedir. TGA eğrisi yardımıyla kütle kaybı %8,960 olarak bulunmuştur.

5.2.5.3. YFO Serisi Numunelerin TGA/DTA Sonuçları



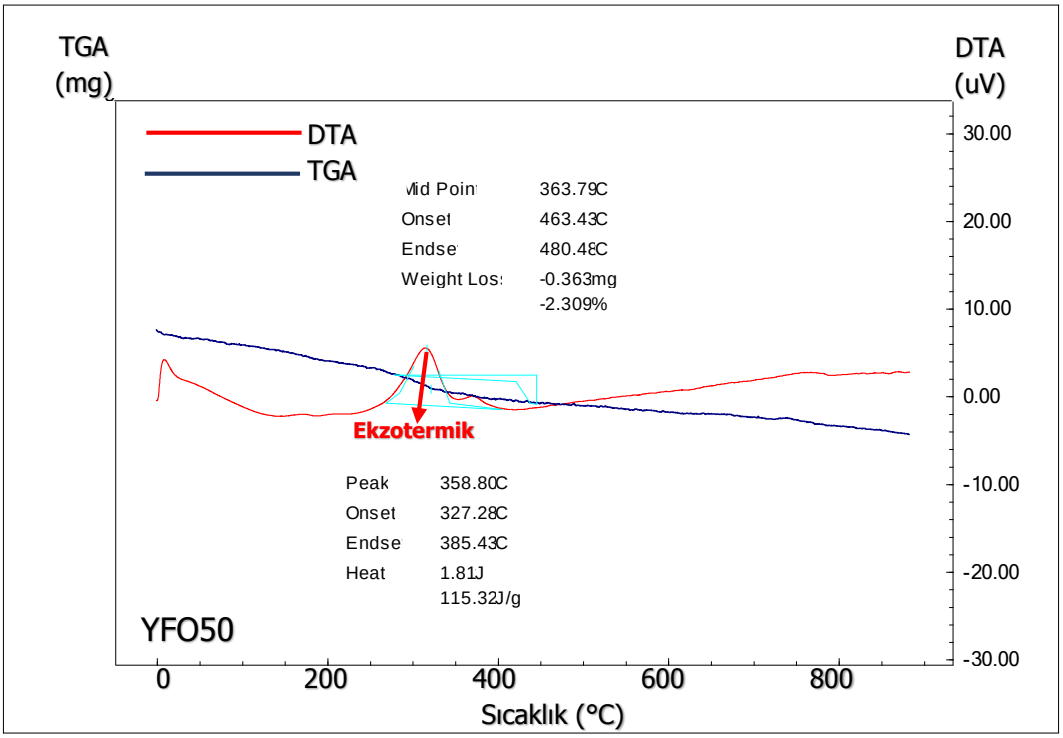
Şekil 5.135. YFO nanokompozitine ait TGA/DTA eğrisi

Hidrotermal metotla sentezlenen katkısız YFO numunesinden 10 ºC/dakika ısıtma hızında elde edilen, Termogravimetrik analiz (TGA) ve Diferansiyel Termal Analiz (DTA) eğrileri Şekil 5.135'de verilmiştir. Ayrıca eğri üzerinde kütle ve enerji değişimlerinin miktarı, değişimlerin başlangıç ve bitiş sıcaklıkları gösterilmektedir. Elde edilen termal analiz eğrileri incelendiğinde, DTA eğrisi üzerinde 361 °C civarında malzeme bünyesinde ekzotermik bir reaksiyon olduğu görülmektedir. TGA eğrisine bakılarak toplam kütle kaybı %3,364 olarak bulunmuştur.



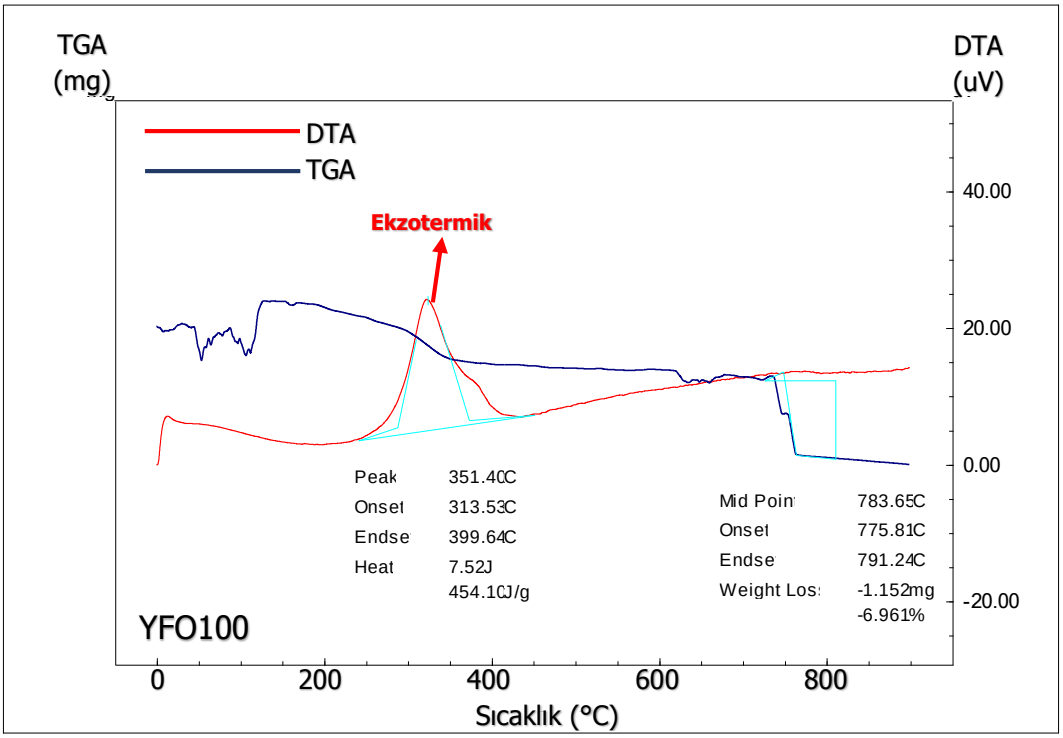
Şekil 5.136. YFO20 nanokompozitine ait TGA/DTA eğrisi

Hidrotermal metotla sentezlenen YFO20 numunesinden 10 ºC/dakika ısıtma hızında elde edilen, Termogravimetrik analiz (TGA) ve Diferansiyel Termal Analiz (DTA) eğrileri Şekil 5.136'da verilmiştir. Ayrıca eğri üzerinde kütle ve enerji değişimlerinin miktarı, değişimlerin başlangıç ve bitiş sıcaklıkları gösterilmektedir. Elde edilen termal analiz eğrileri incelendiğinde, DTA eğrisi üzerinde 359 °C civarında malzeme bünyesinde ekzotermik bir reaksiyon olduğu görülmektedir. TGA eğrisine ile toplam kütle kaybı %2,114 olarak bulunmuştur.



Şekil 5.137. YFO50 nanokompozitine ait TGA/DTA eğrisi

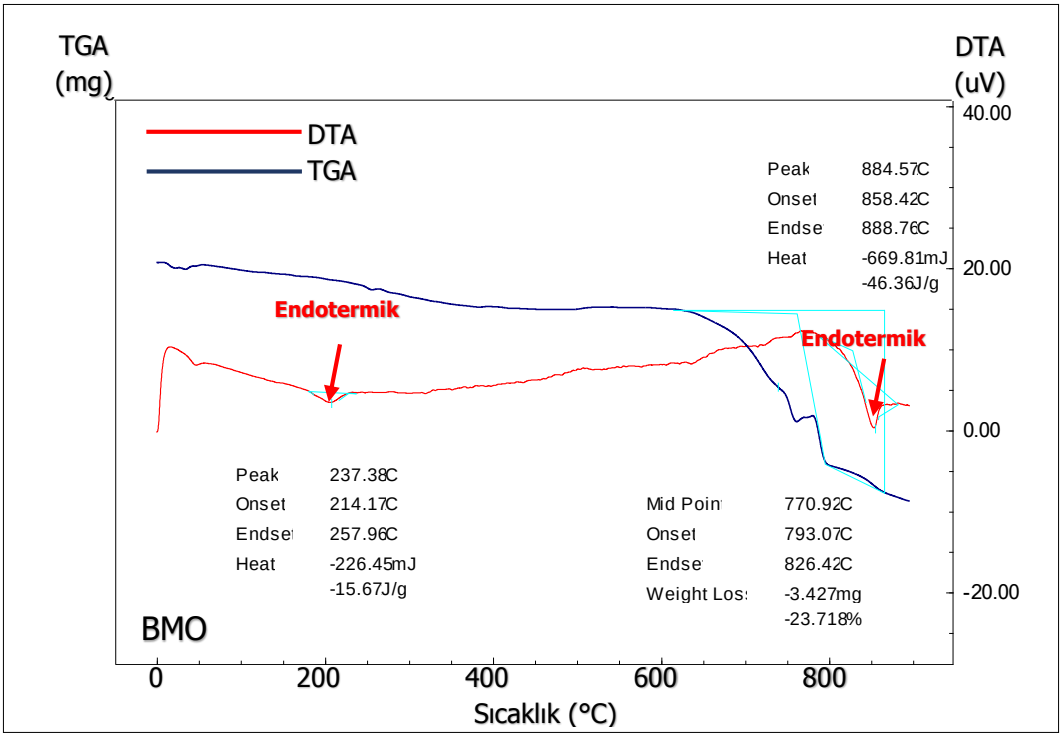
Hidrotermal metotla sentezlenen YFO50 numunesinden 10 ºC/dakika ısıtma hızında elde edilen, Termogravimetrik analiz (TGA) ve Diferansiyel Termal Analiz (DTA) eğrileri Şekil 5.137'de verilmiştir. Ayrıca eğri üzerinde kütle ve enerji değişimlerinin miktarı, değişimlerin başlangıç ve bitiş sıcaklıkları gösterilmektedir. Elde edilen termal analiz eğrileri incelendiğinde, DTA eğrisi üzerinde 358 °C civarında malzeme bünyesinde ekzotermik bir reaksiyon olduğu görülmektedir. TGA eğrisinden kütle kaybı %2,309 olarak bulunmuştur.



Şekil 5.138. YFO100 nanokompozitine ait TGA/DTA eğrisi

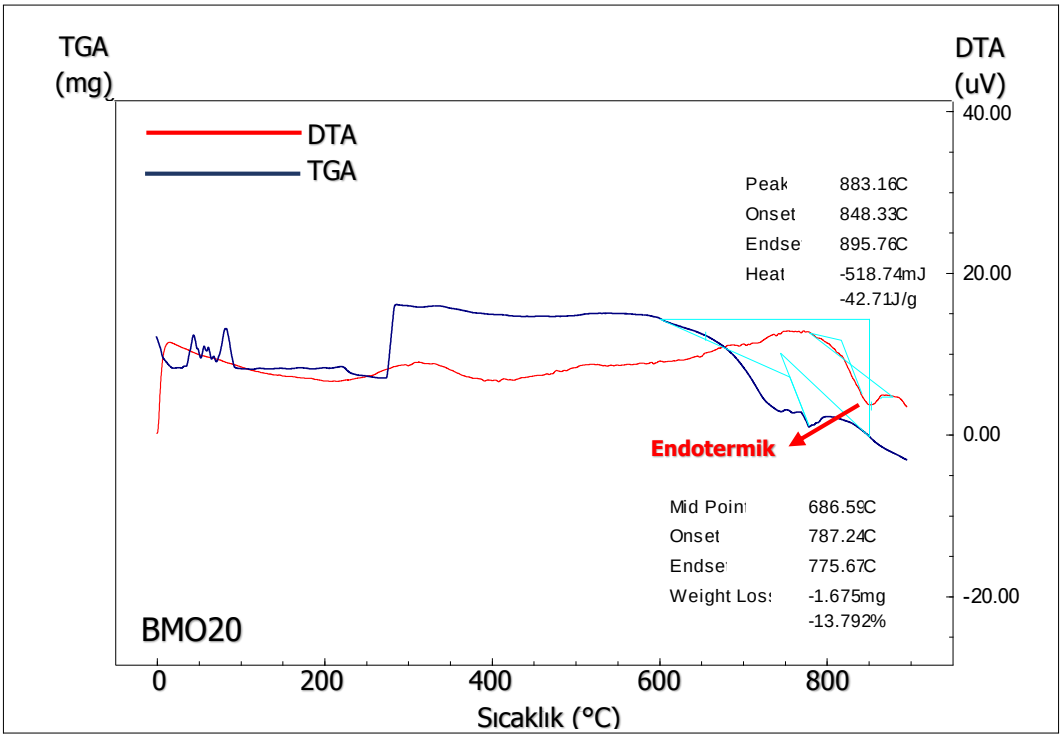
Hidrotermal metotla sentezlenen YFO100 numunesinden 10 ºC/dakika ısıtma hızında elde edilen, Termogravimetrik analiz (TGA) ve Diferansiyel Termal Analiz (DTA) eğrileri Şekil 5.138'de verilmiştir. Ayrıca eğri üzerinde kütle ve enerji değişimlerinin miktarı, değişimlerin başlangıç ve bitiş sıcaklıkları gösterilmektedir. Elde edilen termal analiz eğrileri incelendiğinde, DTA eğrisi üzerinde 351 °C civarında malzeme bünyesinde ekzotermik bir reaksiyon olduğu görülmektedir. TGA eğrisine bakılarak oluşan kütle kaybı %6,961 olarak bulunmuştur.

5.2.5.4. BMO Serisi Numunelerin TGA/DTA Sonuçları



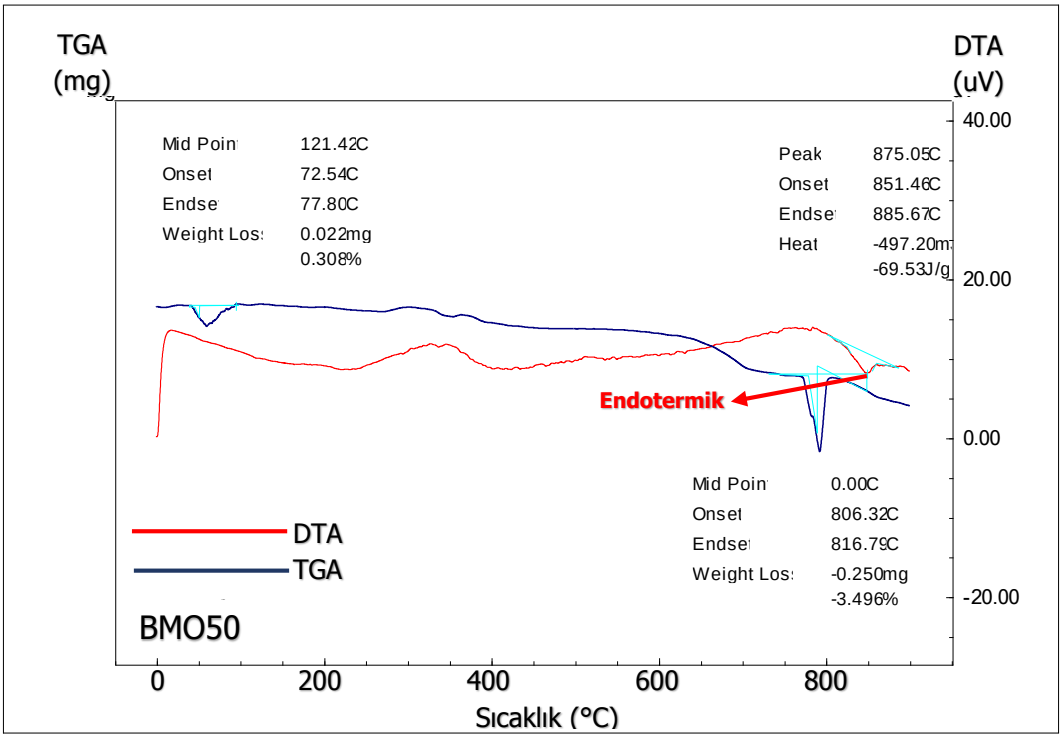
Şekil 5.139. BMO nanokompozitine ait TGA/DTA eğrisi

Hidrotermal metotla sentezlenen katkısız BMO numunesinden 10 ºC/dakika ısıtma hızında elde edilen, Termogravimetrik analiz (TGA) ve Diferansiyel Termal Analiz (DTA) eğrileri Şekil 5.139'da verilmiştir. Ayrıca eğri üzerinde kütle ve enerji değişimlerinin miktarı, değişimlerin başlangıç ve bitiş sıcaklıkları gösterilmektedir. Elde edilen termal analiz eğrileri incelendiğinde, DTA eğrisi üzerinde iki farklı sıcaklıkta endotermik reaksiyonlar görülmüştür. Bunlardan ilki 237 °C civarında bünyede bulunan emilmiş haldeki suyun uzaklaşmasından, diğeri ise nano tozlar için Curie sıcaklığı olarak kabul edilen (T_c= ≈*850*°C) [102, 106, 110-113] sıcaklığa yakın bir değer olan 884 °C civarındadır. Bu durum, üretilen BMO nanokompozitinin ferroelektrik özellikte olmasından ve bu sıcaklıkta faz dönüşümüyle ferroelektrik fazdan paraelektrik faza dönüşümünden kaynaklanmaktadır. TGA eğrisine bakılarak ise, suyun uzaklaşması ve faz dönüşümünden kaynaklanan toplam kütle kaybı %23,718 olarak bulunmuştur.



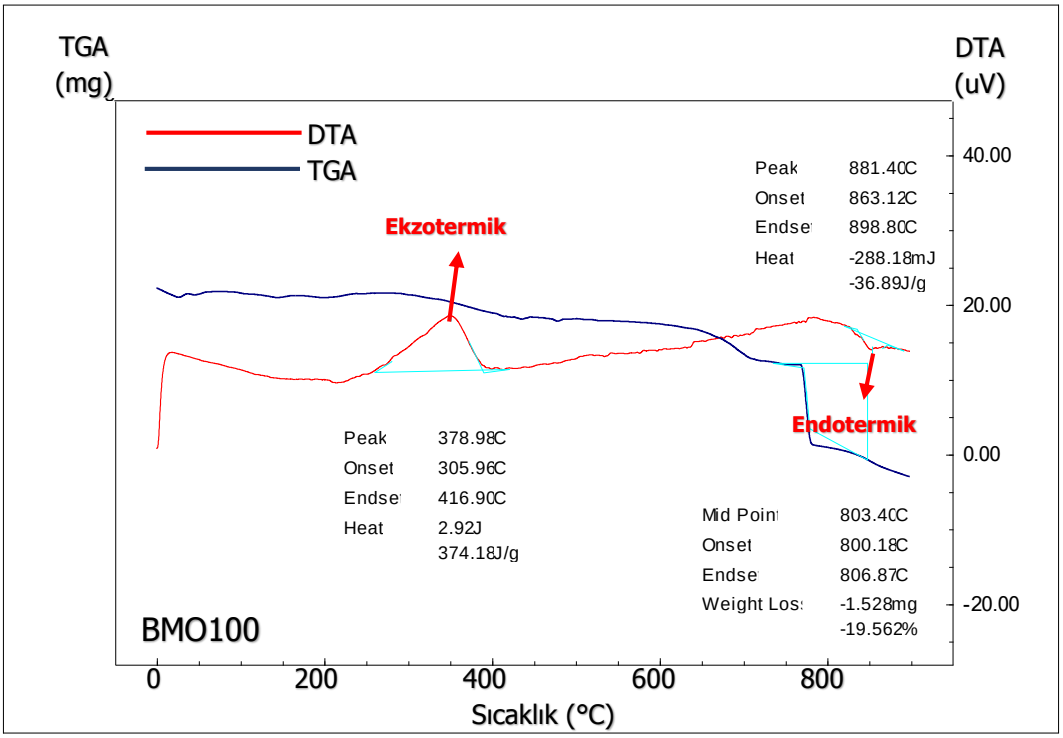
Şekil 5.140. BMO20 nanokompozitine ait TGA/DTA eğrisi

Hidrotermal metotla sentezlenen BMO20 numunesinden 10 ºC/dakika ısıtma hızında elde edilen, Termogravimetrik analiz (TGA) ve Diferansiyel Termal Analiz (DTA) eğrileri Şekil 5.140'ta verilmiştir. Ayrıca eğri üzerinde kütle ve enerji değişimlerinin miktarı, değişimlerin başlangıç ve bitiş sıcaklıkları gösterilmektedir. Elde edilen termal analiz eğrileri incelendiğinde, DTA eğrisi üzerinde nano tozlar için Curie sıcaklığı olarak kabul edilen (T_c= ≈*850*°C) [102, 106, 110-113] sıcaklığa yakın bir değer olan 883 °C civarında malzeme bünyesinde endotermik bir reaksiyon olduğu görülmektedir. Bu durum, üretilen BMO20 nanokompozitinin ferroelektrik özellikte olmasından ve bu sıcaklıkta faz dönüşümüyle ferroelektrik fazdan paraelektrik faza dönüşümünden kaynaklanmaktadır. TGA eğrisine bakılarak ise, faz dönüşümünden kaynaklanan kütle kaybı %13,792 olarak bulunmuştur.



Şekil 5.141. BMO50 nanokompozitine ait TGA/DTA eğrisi

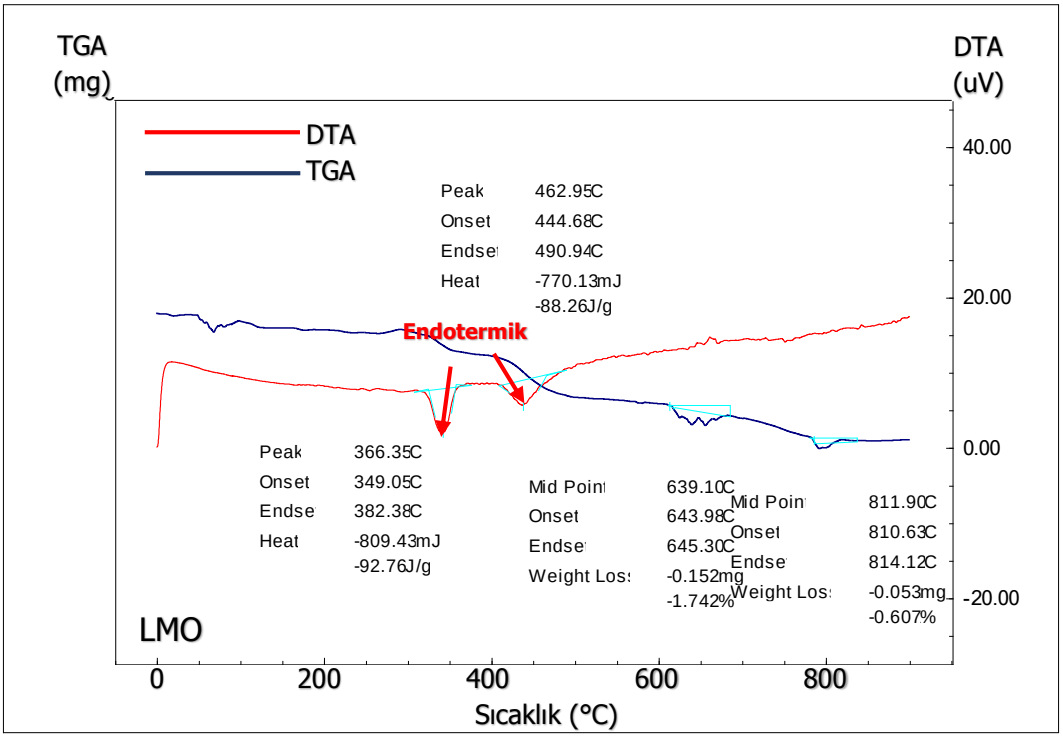
Hidrotermal metotla sentezlenen BMO50 numunesinden 10 ºC/dakika ısıtma hızında elde edilen, Termogravimetrik analiz (TGA) ve Diferansiyel Termal Analiz (DTA) eğrileri Şekil 5.141'de verilmiştir. Ayrıca eğri üzerinde kütle ve enerji değişimlerinin miktarı, değişimlerin başlangıç ve bitiş sıcaklıkları gösterilmektedir. Elde edilen termal analiz eğrileri incelendiğinde, DTA eğrisi üzerinde nano tozlar için Curie sıcaklığı olarak kabul edilen (T_c= ≈*850*°C) [102, 106, 110-113] sıcaklığa yakın bir değer olan 875 °C civarında malzeme bünyesinde endotermik bir reaksiyon olduğu görülmektedir. Bu durum, üretilen BMO50 nanokompozitinin ferroelektrik özellikte olmasından ve bu sıcaklıkta faz dönüşümüyle ferroelektrik fazdan paraelektrik faza dönüşümünden kaynaklanmaktadır. TGA eğrisine bakılarak ise, faz dönüşümünden kaynaklanan toplam kütle kaybı %3,804 olarak bulunmuştur.



Şekil 5.142. BMO100 nanokompozitine ait TGA/DTA eğrisi

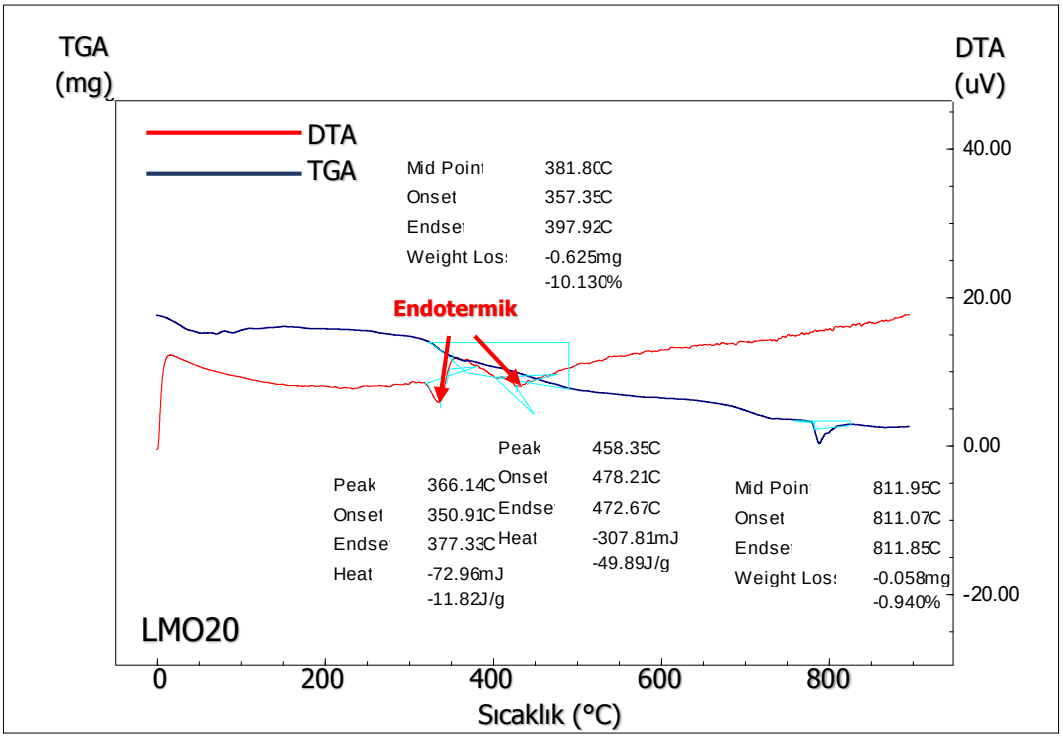
Hidrotermal metotla sentezlenen BMO100 numunesinden 10 ºC/dakika ısıtma hızında elde edilen, Termogravimetrik analiz (TGA) ve Diferansiyel Termal Analiz (DTA) eğrileri Şekil 5.142'de verilmiştir. Ayrıca eğri üzerinde kütle ve enerji değişimlerinin miktarı, değişimlerin başlangıç ve bitiş sıcaklıkları gösterilmektedir. Elde edilen termal analiz eğrileri incelendiğinde, DTA eğrisi üzerinde 378 °C civarında yapıdaki nitratların parçalanması sonucu gazların açığa çıkmasından kaynaklanan bir ekzotermik reaksiyon ve nano tozlar için Curie sıcaklığı olarak kabul edilen (T_c= ≈*850*°C) [102, 106, 110-113] sıcaklığa yakın bir değer olan 898 °C civarında endotermik bir reaksiyon olduğu görülmektedir. Bu durum, üretilen BMO100 nanokompozitinin ferroelektrik özellikte olmasından ve bu sıcaklıkta faz dönüşümüyle ferroelektrik fazdan paraelektrik faza dönüşümünden kaynaklanmaktadır. TGA eğrisine bakılarak ise, faz dönüşümünden kaynaklanan toplam kütle kaybı %19,562 olarak bulunmuştur.

5.2.5.5. LMO Serisi Numunelerin TGA/DTA Sonuçları



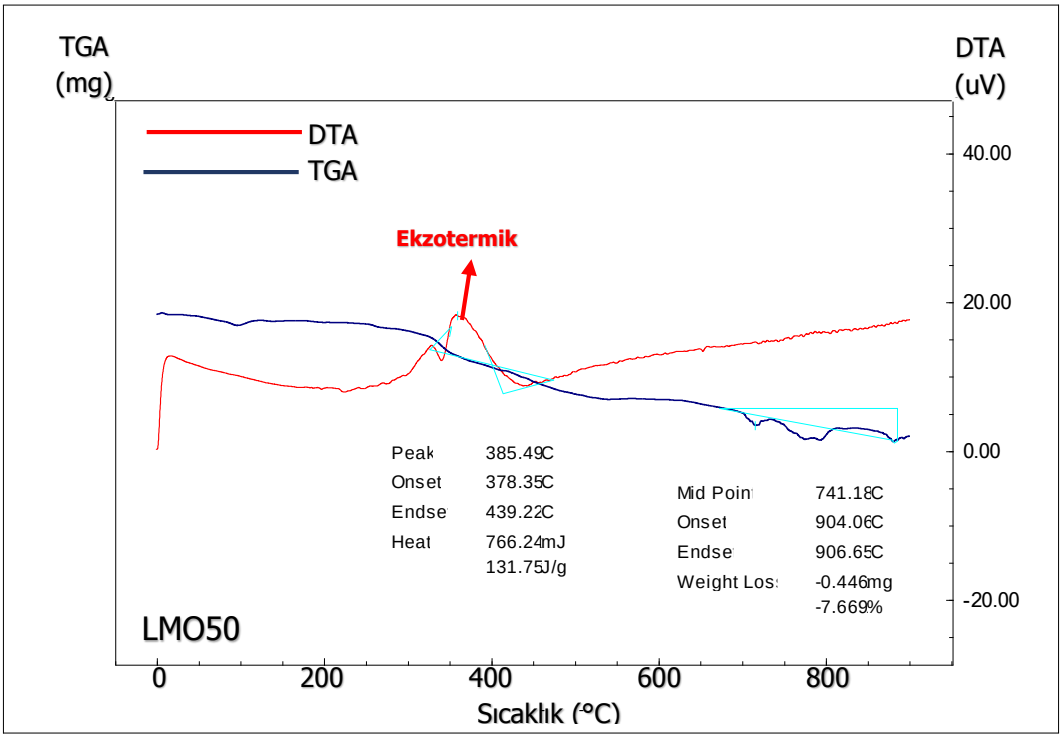
Şekil 5.143. LMO nanokompozitine ait TGA/DTA eğrisi

Hidrotermal metotla sentezlenen katkısız LMO numunesinden 10 ºC/dakika ısıtma hızında elde edilen, Termogravimetrik analiz (TGA) ve Diferansiyel Termal Analiz (DTA) eğrileri Şekil 5.143'te verilmiştir. Ayrıca eğri üzerinde kütle ve enerji değişimlerinin miktarı, değişimlerin başlangıç ve bitiş sıcaklıkları gösterilmektedir. Elde edilen termal analiz eğrileri incelendiğinde, DTA eğrisi üzerinde 366 °C ve 462 °C civarında yapıdaki gazların açığa çıkmasından veya safsızlık fazlarının oluşumundan kaynaklanan iki endotermik reaksiyon olduğu görülmektedir. TGA eğrisine bakılarak ise, endotermik reaksiyonlardan kaynaklanan toplam kütle kaybı %2,349 olarak bulunmuştur



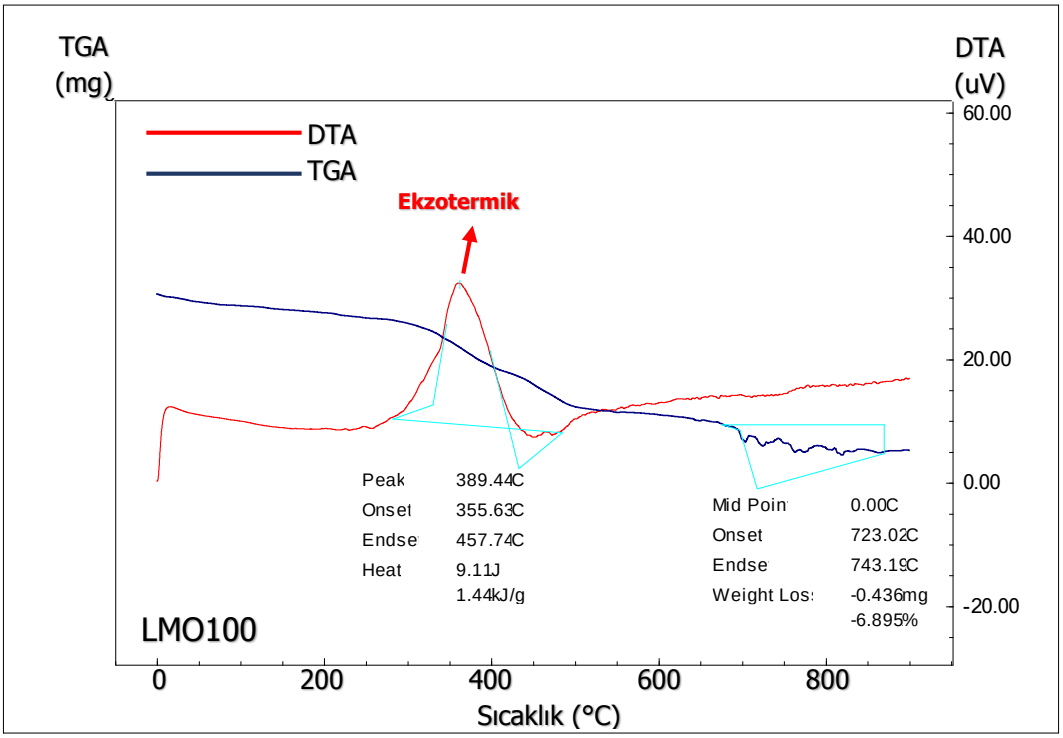
Şekil 5.144. LMO20 nanokompozitine ait TGA/DTA eğrisi

Hidrotermal metotla sentezlenen LMO20 numunesinden 10 ºC/dakika ısıtma hızında elde edilen, Termogravimetrik analiz (TGA) ve Diferansiyel Termal Analiz (DTA) eğrileri Şekil 5.144'de verilmiştir. Ayrıca eğri üzerinde kütle ve enerji değişimlerinin miktarı, değişimlerin başlangıç ve bitiş sıcaklıkları gösterilmektedir. Elde edilen termal analiz eğrileri incelendiğinde, DTA eğrisi üzerinde 366 °C ve 458 °C civarında yapıdaki gazların açığa çıkmasından veya safsızlık fazlarının oluşumundan kaynaklanan iki endotermik reaksiyon olduğu görülmektedir. TGA eğrisine bakılarak ise, endotermik reaksiyonlardan kaynaklanan toplam kütle kaybı %11,07 olarak bulunmuştur



Şekil 5.145. LMO50 nanokompozitine ait TGA/DTA eğrisi

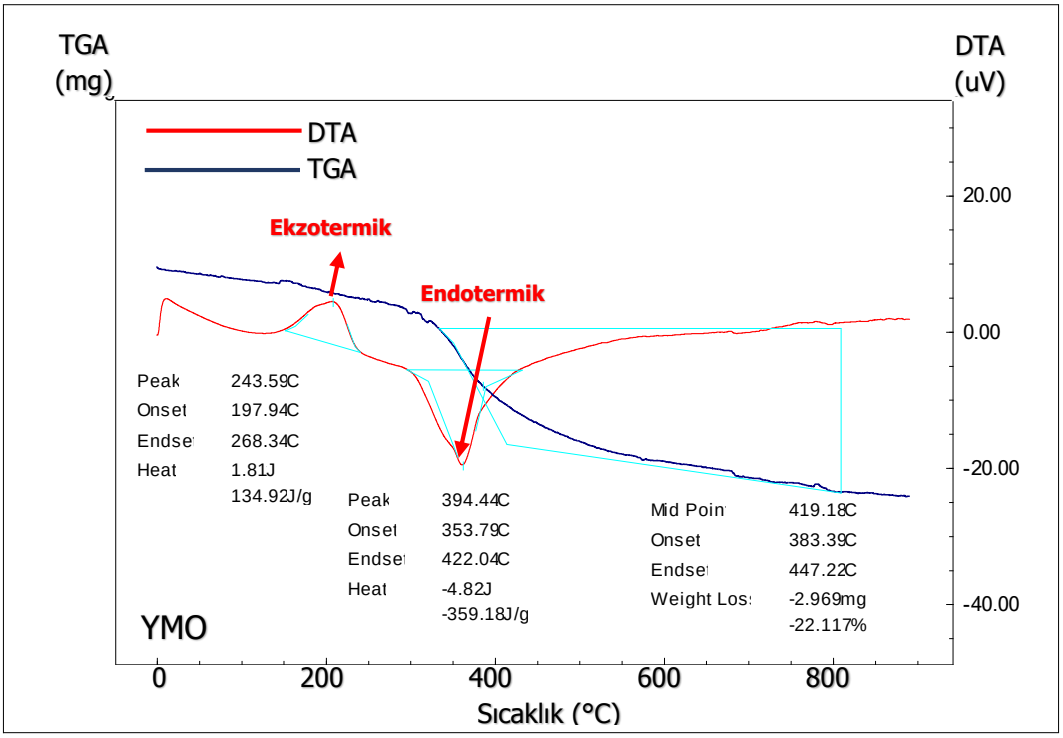
Hidrotermal metotla sentezlenen LMO50 numunesinden 10 ºC/dakika ısıtma hızında elde edilen, Termogravimetrik analiz (TGA) ve Diferansiyel Termal Analiz (DTA) eğrileri Şekil 5.145'te verilmiştir. Ayrıca eğri üzerinde kütle ve enerji değişimlerinin miktarı, değişimlerin başlangıç ve bitiş sıcaklıkları gösterilmektedir. Elde edilen termal analiz eğrileri incelendiğinde, DTA eğrisi üzerinde 385 °C civarında ekzotermik bir reaksiyon olduğu görülmektedir. TGA eğrisine bakılarak ise, endotermik reaksiyonlardan kaynaklanan toplam kütle kaybı %7,669 olarak bulunmuştur.



Şekil 5.146. LMO100 nanokompozitine ait TGA/DTA eğrisi

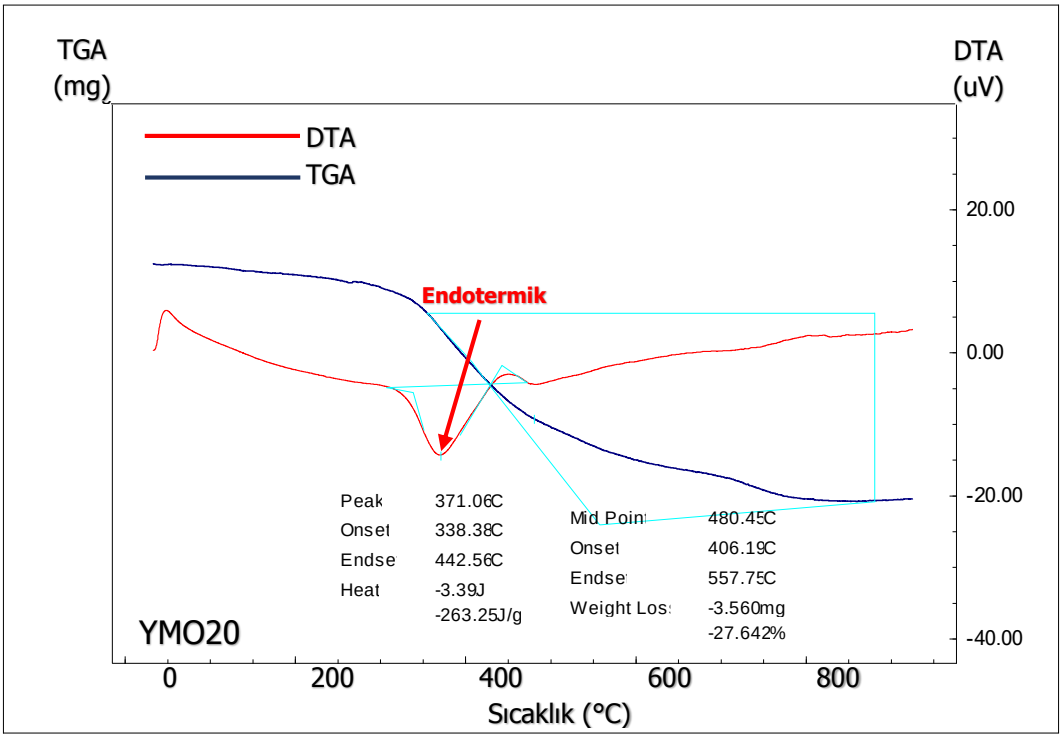
Hidrotermal metotla sentezlenen LMO100 numunesinden 10 ºC/dakika ısıtma hızında elde edilen, Termogravimetrik analiz (TGA) ve Diferansiyel Termal Analiz (DTA) eğrileri Şekil 5.146'da verilmiştir. Ayrıca eğri üzerinde kütle ve enerji değişimlerinin miktarı, değişimlerin başlangıç ve bitiş sıcaklıkları gösterilmektedir. Elde edilen termal analiz eğrileri incelendiğinde, DTA eğrisi üzerinde 389 °C civarında ekzotermik bir reaksiyon olduğu görülmektedir. TGA eğrisine bakılarak ise, ekzotermik reaksiyonlardan kaynaklanan toplam kütle kaybı %6,895 olarak bulunmuştur.

5.2.5.6. YMO Serisi Numunelerin TGA/DTA Sonuçları



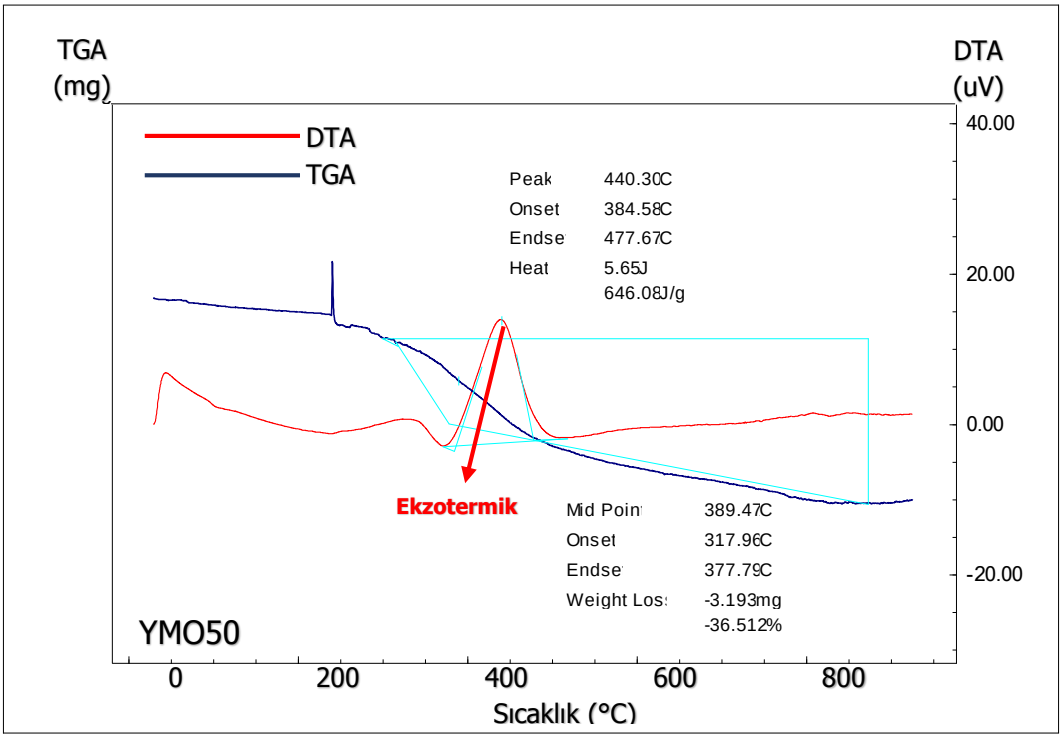
Şekil 5.147. YMO nanokompozitine ait TGA/DTA eğrisi

Hidrotermal metotla sentezlenen katkısız YMO numunesinden 10 ºC/dakika ısıtma hızında elde edilen, Termogravimetrik analiz (TGA) ve Diferansiyel Termal Analiz (DTA) eğrileri Şekil 5.147'de verilmiştir. Ayrıca eğri üzerinde kütle ve enerji değişimlerinin miktarı, değişimlerin başlangıç ve bitiş sıcaklıkları gösterilmektedir. Elde edilen termal analiz eğrileri incelendiğinde, DTA eğrisi üzerinde 243 °C civarında bünyedeki emilmiş olan suyun uzaklaşmasından kaynaklanan ekzotermik bir reaksiyon, 394 °C civarında endotermik bir reaksiyon olduğu görülmektedir. TGA eğrisine bakılarak ise, bu reaksiyonlardan kaynaklanan toplam kütle kaybı %22,117 olarak bulunmuştur.



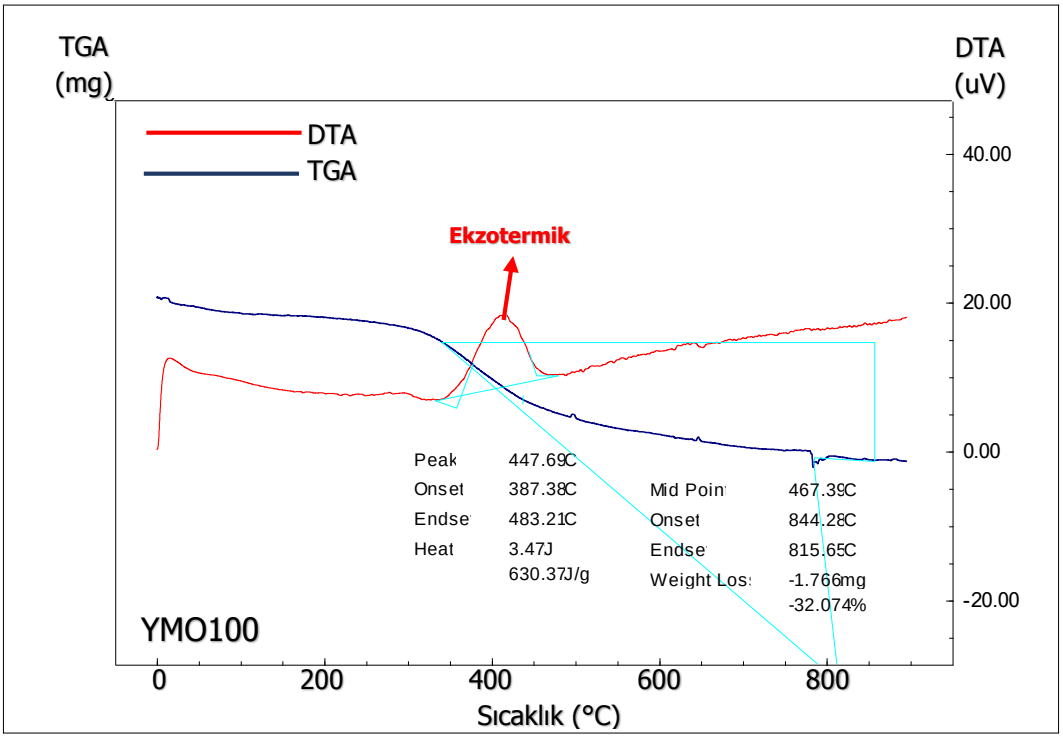
Şekil 5.148. YMO20 nanokompozitine ait TGA/DTA eğrisi

Hidrotermal metotla sentezlenen YMO20 numunesinden 10 ºC/dakika ısıtma hızında elde edilen, Termogravimetrik analiz (TGA) ve Diferansiyel Termal Analiz (DTA) eğrileri Şekil 5.148'de verilmiştir. Ayrıca eğri üzerinde kütle ve enerji değişimlerinin miktarı, değişimlerin başlangıç ve bitiş sıcaklıkları gösterilmektedir. Elde edilen termal analiz eğrileri incelendiğinde, DTA eğrisi üzerinde 371 °C civarında endotermik bir reaksiyon olduğu görülmektedir. TGA eğrisine bakılarak ise, bu endotermik reaksiyondan kaynaklanan toplam kütle kaybı %27,642 olarak bulunmuştur.



Şekil 5.149. YMO50 nanokompozitine ait TGA/DTA eğrisi

Hidrotermal metotla sentezlenen YMO50 numunesinden 10 ºC/dakika ısıtma hızında elde edilen, Termogravimetrik analiz (TGA) ve Diferansiyel Termal Analiz (DTA) eğrileri Şekil 5.149'da verilmiştir. Ayrıca eğri üzerinde kütle ve enerji değişimlerinin miktarı, değişimlerin başlangıç ve bitiş sıcaklıkları gösterilmektedir. Elde edilen termal analiz eğrileri incelendiğinde, DTA eğrisi üzerinde 389 °C civarında ekzotermik bir reaksiyon olduğu görülmektedir. TGA eğrisine bakılarak ise, bu ekzotermik reaksiyonlardan kaynaklanan toplam kütle kaybı %36,512 olarak bulunmuştur.



Şekil 5.150. YMO100 nanokompozitine ait TGA/DTA eğrisi

Hidrotermal metotla sentezlenen YMO100 numunesinden 10 ºC/dakika ısıtma hızında elde edilen, Termogravimetrik analiz (TGA) ve Diferansiyel Termal Analiz (DTA) eğrileri Şekil 5.150'de verilmiştir. Ayrıca eğri üzerinde kütle ve enerji değişimlerinin miktarı, değişimlerin başlangıç ve bitiş sıcaklıkları gösterilmektedir. Elde edilen termal analiz eğrileri incelendiğinde, DTA eğrisi üzerinde 447 °C civarında yapıda sıkışmış olan gazların açığa çıkmasından ve yeni safsızlık fazlarının oluşumundan kaynaklanan ekzotermik bir reaksiyon olduğu görülmektedir. TGA eğrisine bakılarak ise, ekzotermik reaksiyonlardan kaynaklanan toplam kütle kaybı %32,074 olarak bulunmuştur.

5.2.6.Numunelerin Optik Özellikleri

Hidrotermal metot yardımıyla elde edilen katkısız ve grafen oksit katkılı numunelerin oda sıcaklığında yansıma spektrumları 200-1400 nm tarama bölgesinde UV–VIS-NIR spektrofotometre cihazıyla alınmıştır.Numunelerin yasak enerji aralıklarının belirlenmesinde optik absorpsiyon yöntemi kullanılmıştır. Bu yöntemde elde edilen reflektans eğrileri Kubelka-Munk [110,137] denklemi yardımıyla absorpsiyon spektrumlarına dönüştürülmüştür.

$$F(R) = \frac{(1-R)^2}{2R} \tag{5.7}$$

Denklem 5.7'de verilen, *R* diffuse reflektans, *F(R)* ise Kubelka-Munk fonksiyonudur. Numune kalınlıkları yardımıyla numunelerin *hv*'ye karşı $(\alpha hv)^{1/n}$ grafikleri çizilmiştir Grafiğin lineer olduğu kısma karşı gelen doğrunun *hv* eksenini $(\alpha hv)^n = 0$'da kestiği noktanın enerji değeri o materyalin yasak enerji aralığı değerini verir. *n* değeri 2 ise materyal dolaylı band aralığına sahiptir, n değeri ½ ise materyal doğrudan band aralığına sahiptir. Elde edilen grafiklerde *n* yerine ½ konulduğunda en iyi lineerlik belirlenmiştir. Böylece numunelerin doğrudan band geçişine sahip oldukları belirlenmiştir. Yasak enerji aralığının hesaplanmasında ;

$$(\alpha hv) = A.(hv - E_g)^n \tag{5.8}$$

formülü kullanılmıştır [96,97,116-122] . Denklem 5.8' e göre ;

α = soğurma katsayısı

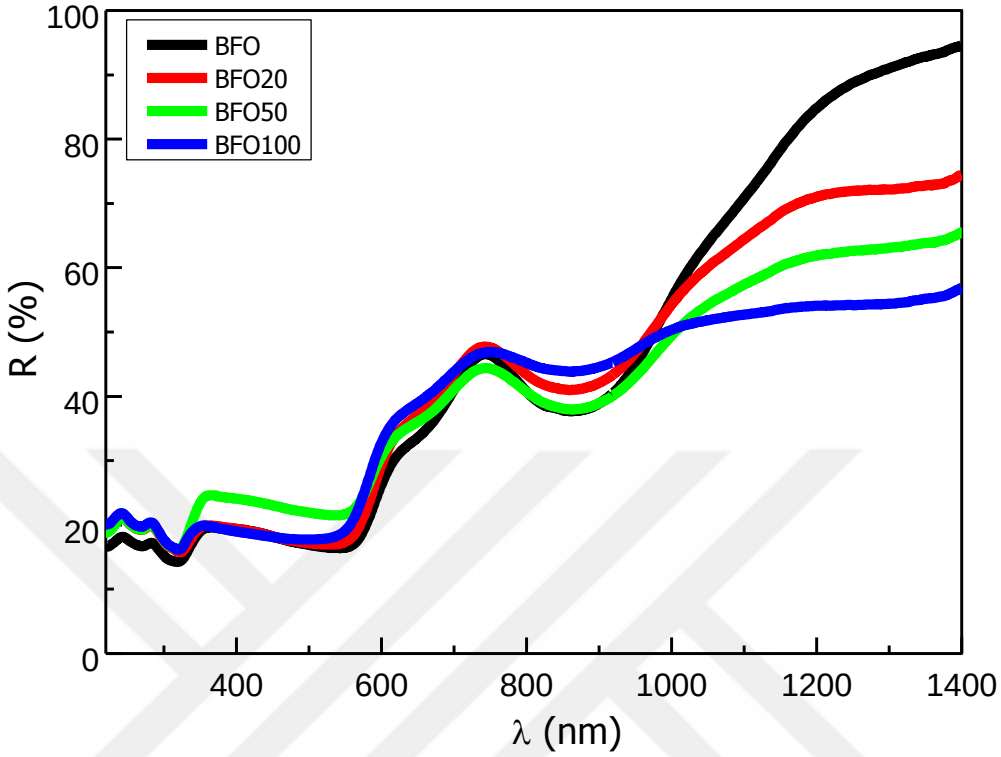
hv = foton enerjisi

E_g = Yasak Enerji Aralığı

n = ½ (direkt geçişler için)

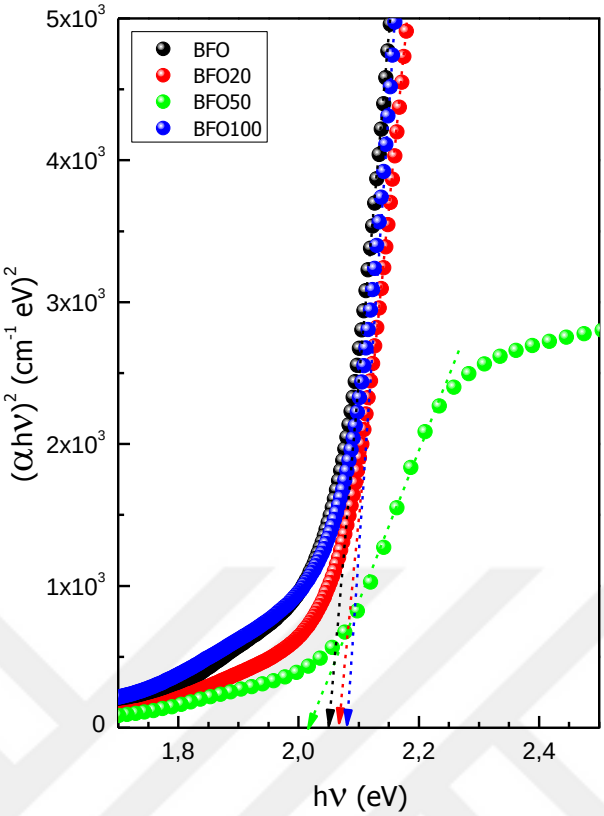
A = sabit' dir.

5.2.6.1. BFO Serisi Numunelerin Optik Ölçüm Sonuçları



Şekil 5.151. Katkısız ve grafen oksit katkılı BFO numunelerinin yansıma spektrumları

Hidrotermal metotla hazırlanan BFO serisi nanoelektroseramiklerden oda sıcaklığında elde edilen optik yansıma spektrumları Şekil 5.151'de görülmektedir. Spektrumlardan görüldüğü üzere artan grafen oksit miktarına bağlı olarak optik yansıma azalmaktadır. Numunelerin yansıma eğrileri, dalgaboyu arttıkça optik yansımanın arttığını, kısa dalga boylarına kaydıkça azaldığını göstermektedir.



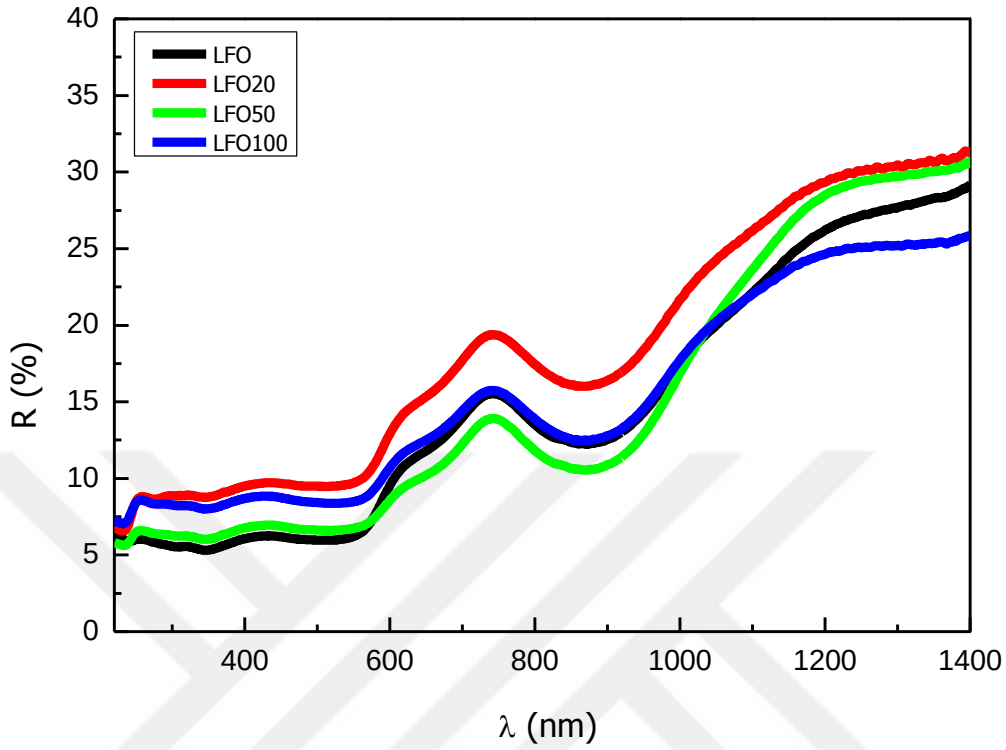
Şekil 5.152. Katkısız ve grafen oksit katkılı BFO numunelerinin $(\alpha h\nu)^2$ - hν grafikleri

Hazırlanan BFO serisi numunelere ait $(\alpha h\nu)^2$-E grafikleri Şekil 5.152'de gösterilmiştir. Elde edilen grafiklerin lineer kısmının x eksenini kestiği nokta bulunarak, nanokompozitlerin yasak enerji aralıkları hesaplanmıştır. Hesaplanmış olan E_g değerleri Tablo 5.33'te verilmiştir.

Tablo 5.33. BFO serisi nano kompozitler için hesaplanan E_g değerleri

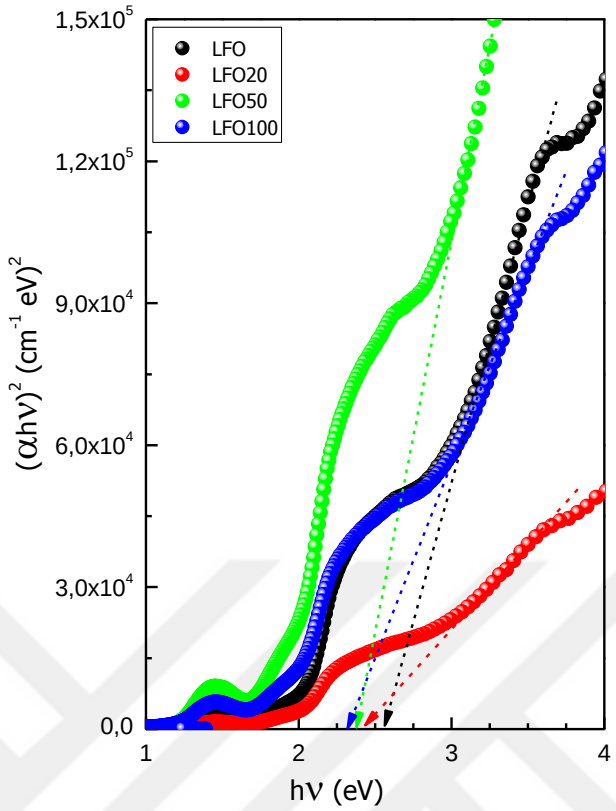
Numune	E_g (eV)
BFO	2,051
BFO20	2,064
BFO50	2,025
BFO100	2,089

5.2.6.2. LFO Serisi Numunelerin Optik Ölçüm Sonuçları



Şekil 5.153. Katkısız ve grafen oksit katkılı LFO numunelerinin yansıma spektrumları

Hidrotermal metotla hazırlanan LFO serisi nano elektroseramiklerden oda sıcaklığında elde edilen optik yansıma spektrumları Şekil 5.153'te görülmektedir. Spektrumlardan görüldüğü üzere, değişen grafen oksit miktarına bağlı olarak optik yansımalar da değişmiştir. En yüksek yansıma değerine LFO20 numunesinde rastlanmıştır. Numunelerin yansıma eğrileri, dalgaboyu arttıkça optik yansımanın arttığını, kısa dalga boylarına kaydıkça azaldığını göstermektedir.



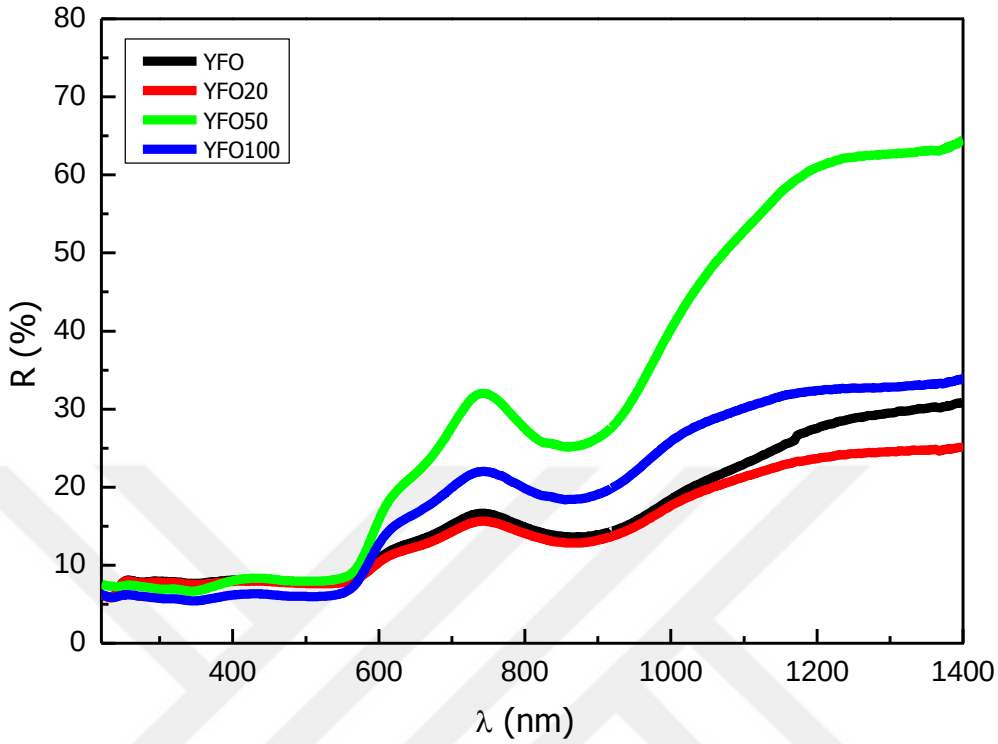
Şekil 5.154. Katkısız ve grafen oksit katkılı LFO numunelerinin $(\alpha h\nu)^2$ - hν grafikleri

Hazırlanan LFO serisi numunelere ait $(\alpha h\nu)^2$-E grafikleri Şekil 5.154'te gösterilmiştir. Elde edilen grafiklerin lineer kısmının x eksenini kestiği nokta bulunarak, nanokompozitlerin yasak enerji aralıkları hesaplanmıştır. Hesaplanmış olan E_g değerleri Tablo 5.34'de verilmiştir.

Tablo 5.34. LFO serisi nano kompozitler için hesaplanan E_g değerleri

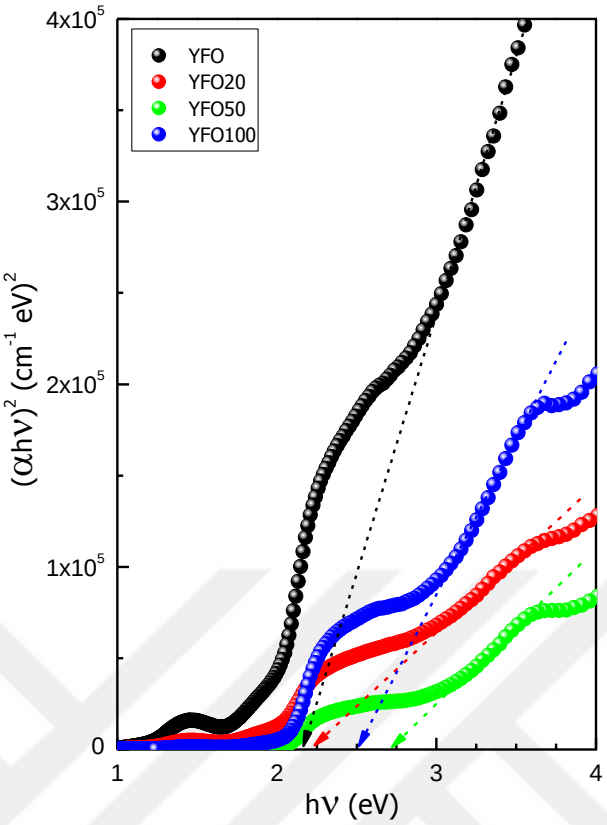
Numune	E_g (eV)
LFO	2,55
LFO20	2,34
LFO50	2,29
LFO100	2,35

5.2.6.3. YFO Serisi Numunelerin Optik Ölçüm Sonuçları



Şekil 5.155. Katkısız ve grafen oksit katkılı YFO numunelerinin yansıma spektrumları

Hidrotermal metotla hazırlanan YFO serisi nano elektroseramiklerden oda sıcaklığında elde edilen optik yansıma spektrumları Şekil 5.155'te görülmektedir. Spektrumlardan görüldüğü üzere, değişen grafen oksit miktarına bağlı olarak optik yansımalar da değişmiştir. En yüksek yansıma değerine YFO50 numunesinde rastlanmıştır. Numunelerin yansıma eğrileri, dalgaboyu arttıkça optik yansımanın arttığını, kısa dalga boylarına kaydıkça azaldığını göstermektedir.



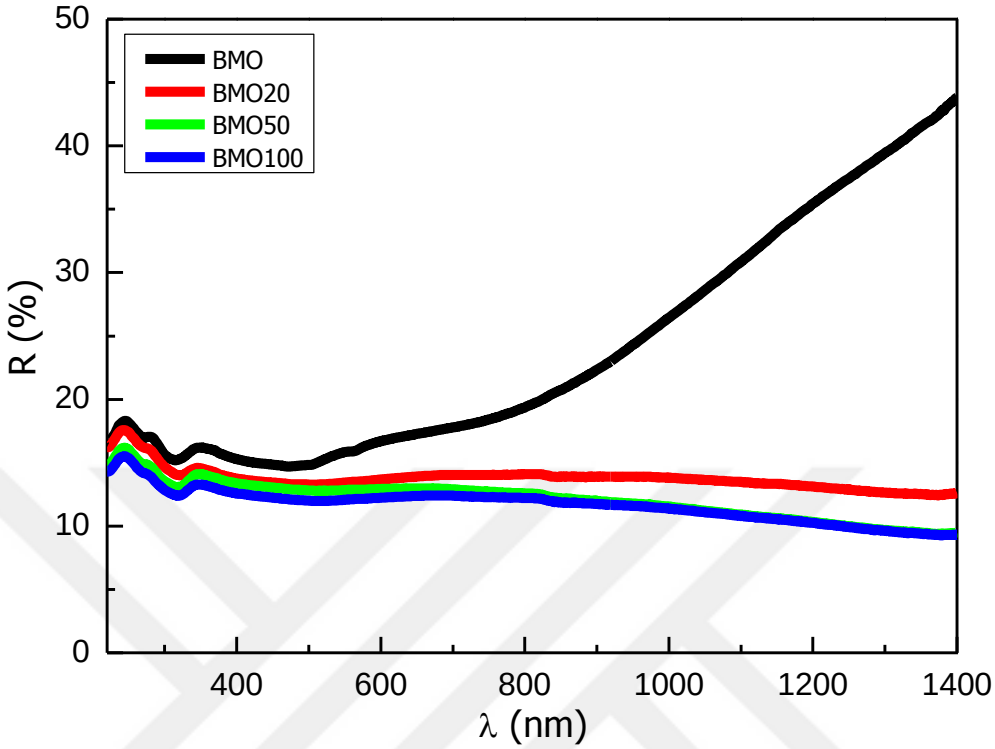
Şekil 5.156. Katkısız ve grafen oksit katkılı YFO numunelerinin $(\alpha h\upsilon)^2$ - hν grafikleri

Hazırlanan YFO serisi numunelere ait $(\alpha h\upsilon)^2$-E grafikleri Şekil 5.156'da gösterilmiştir. Elde edilen grafiklerin lineer kısmının x eksenini kestiği nokta bulunarak, nanokompozitlerin yasak enerji aralıkları hesaplanmıştır. Hesaplanmış olan E_g değerleri Tablo 5.35'de verilmiştir.

Tablo 5.35. YFO serisi nano kompozitler için hesaplanan E_g değerleri

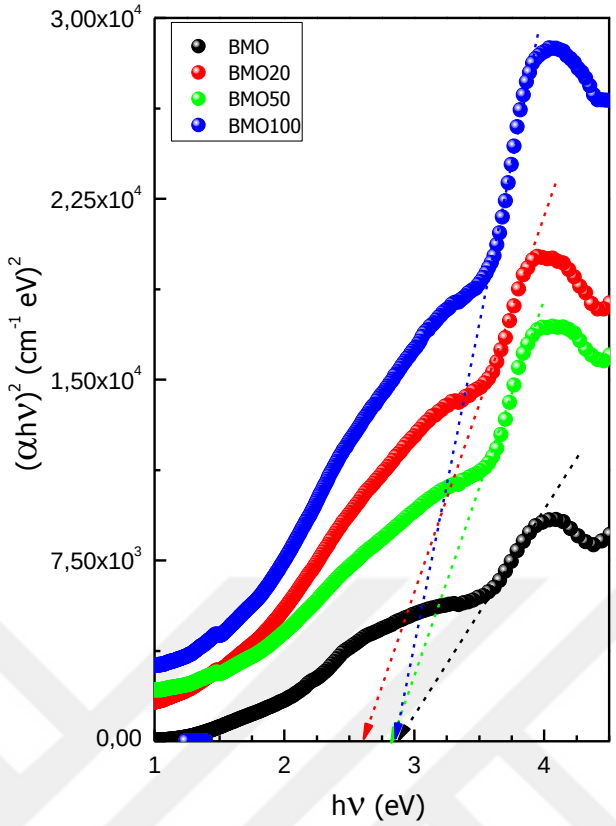
Numune	E_g **(eV)**
YF0	2,20
YFO20	2,13
YFO50	2,66
YFO100	2,50

5.2.6.4. BMO Serisi Numunelerin Optik Ölçüm Sonuçları



Şekil 5.157. Katkısız ve grafen oksit katkılı BMO numunelerinin yansıma spektrumları

Hidrotermal metotla hazırlanan BMO serisi nano elektroseramiklerden oda sıcaklığında elde edilen optik yansıma spektrumları Şekil 5.157'de görülmektedir. Spektrumlardan görüldüğü üzere artan grafen oksit miktarına bağlı olarak optik yansıma azalmaktadır. Numunelerin yansıma eğrileri incelendiğinde, dalgaboyu arttıkça katkısız BMO numunesinde optik yansımanın arttığını, grafen oksit katkılı numunelerde ise azaldığını göstermektedir.



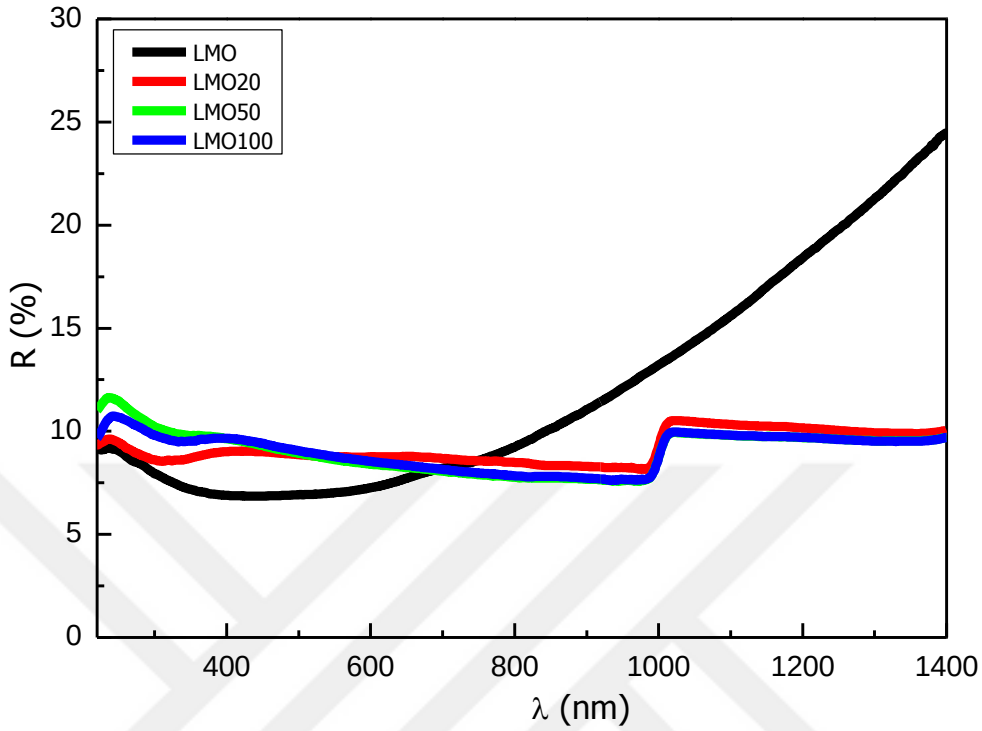
Şekil 5.158. Katkısız ve grafen oksit katkılı BMO numunelerinin $(\alpha h\nu)^2$ - hν grafikleri

Hazırlanan BMO serisi numunelere ait $(\alpha h\nu)^2$-E grafikleri Şekil 5.158'de gösterilmiştir. Elde edilen grafiklerin lineer kısmının x eksenini kestiği nokta bulunarak, nanokompozitlerin yasak enerji aralıkları hesaplanmıştır. Hesaplanmış olan E_g değerleri Tablo 5.36'da verilmiştir.

Tablo 5.36. BMO serisi nano kompozitler için hesaplanan E_g değerleri

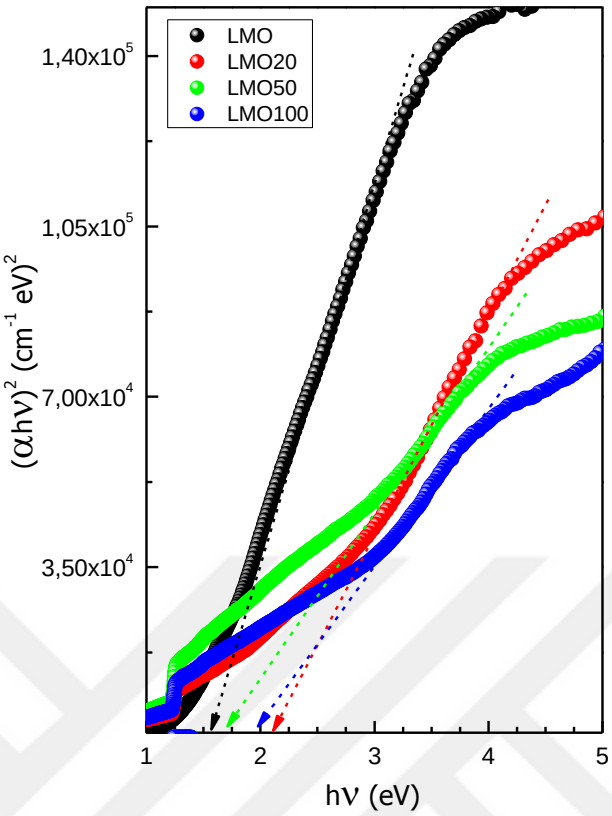
Numune	**E_g (eV)**
BMO	2,95
BMO20	2,68
BMO50	2,81
BMO100	2,82

5.2.6.5. LMO Serisi Numunelerin Optik Ölçüm Sonuçları



Şekil 5.159. Katkısız ve grafen oksit katkılı LMO numunelerinin yansıma spektrumları

Hidrotermal metotla hazırlanan LMO serisi nano elektroseramiklerden oda sıcaklığında elde edilen optik yansıma spektrumları Şekil 5.159'da görülmektedir. Spektrumlardan görüldüğü üzere artan grafen oksit miktarına bağlı olarak optik yansıma azalmaktadır. Numunelerin yansıma eğrileri incelendiğinde, dalgaboyu arttıkça katkısız LMO numunesinde optik yansımanın arttığı, grafen oksit katkılı numunelerde ise azaldığı görülmektedir.



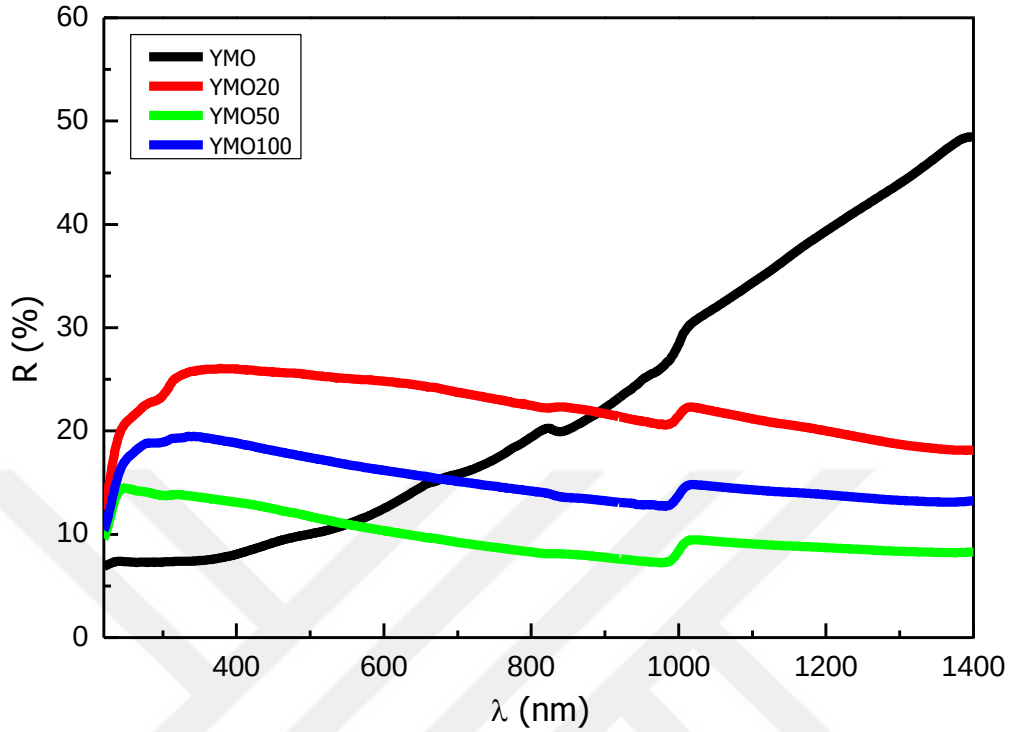
Şekil 5.160. Katkısız ve grafen oksit katkılı LMO numunelerinin $(\alpha h\upsilon)^2$ - hν grafikleri

Hazırlanan LMO serisi numunelere ait $(\alpha h\upsilon)^2$-E grafikleri Şekil 5.160'ta gösterilmiştir. Elde edilen grafiklerin lineer kısmının x eksenini kestiği nokta bulunarak, nanokompozitlerin yasak enerji aralıkları hesaplanmıştır. Hesaplanmış olan E_g değerleri Tablo 5.37'de verilmiştir.

Tablo 5.37. LMO serisi nano kompozitler için hesaplanan E_g değerleri

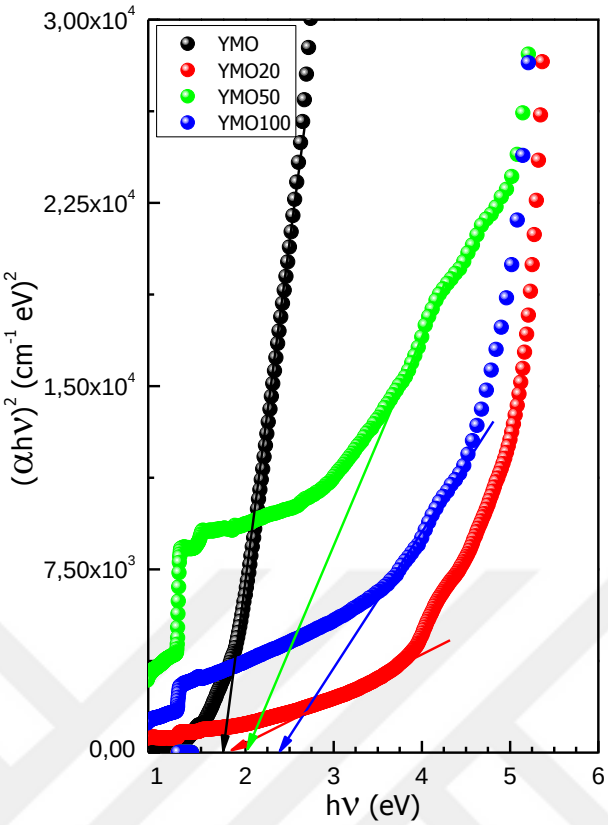
Numune	**E_g (eV)**
LMO	1,61
LMO20	2,12
LMO50	1,74
LMO100	1,97

5.2.6.6. YMO Serisi Numunelerin Optik Ölçüm Sonuçları



Şekil 5.161. Katkısız ve grafen oksit katkılı YMO numunelerinin yansıma spektrumları

Hidrotermal metotla hazırlanan YMO serisi nano elektroseramiklerden oda sıcaklığında elde edilen optik yansıma spektrumları Şekil 5.161'de görülmektedir. Spektrumlardan görüldüğü üzere artan grafen oksit miktarına bağlı olarak optik yansıma azalmaktadır. Numunelerin yansıma eğrileri incelendiğinde, dalgaboyu arttıkça katkısız YMO numunesinde optik yansımanın arttığı, grafen oksit katkılı numunelerde ise azaldığı görülmektedir.



Şekil 5.162. Katkısız ve grafen oksit katkılı YMO numunelerinin $(\alpha h\upsilon)^2$ - hν grafikleri

Hazırlanan YMO serisi numunelere ait $(\alpha h\upsilon)^2$-E grafikleri Şekil 5.162'de gösterilmiştir. Elde edilen grafiklerin lineer kısmının x eksenini kestiği nokta bulunarak, nanokompozitlerin yasak enerji aralıkları hesaplanmıştır. Hesaplanmış olan E_g değerleri Tablo 5.38'de verilmiştir.

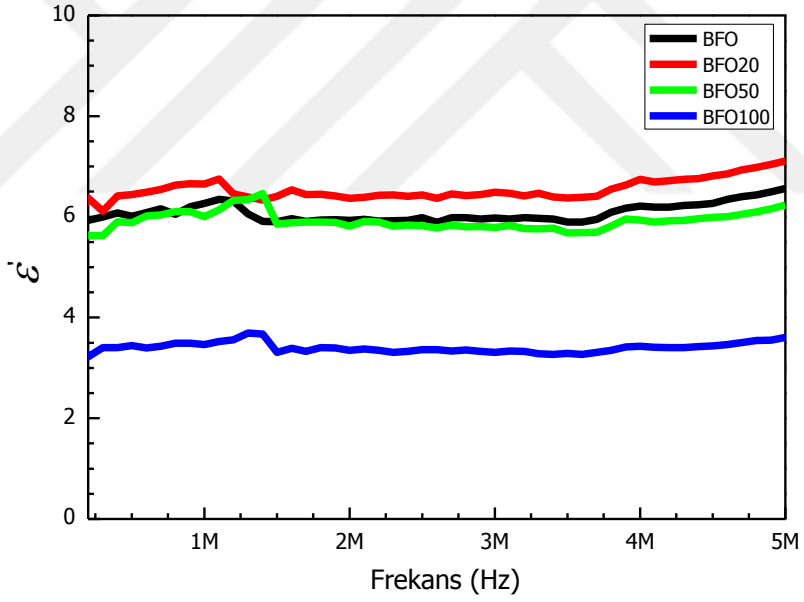
Tablo 5.38. YMO serisi nano kompozitler için hesaplanan E_g değerleri

Numune	**E_g (eV)**
YMO	1,78
YMO20	1,86
YMO50	2,14
YMO100	2,34

5.2.7.Dielektrik ve Alternatif Akım İletkenliği Ölçüm Sonuçları

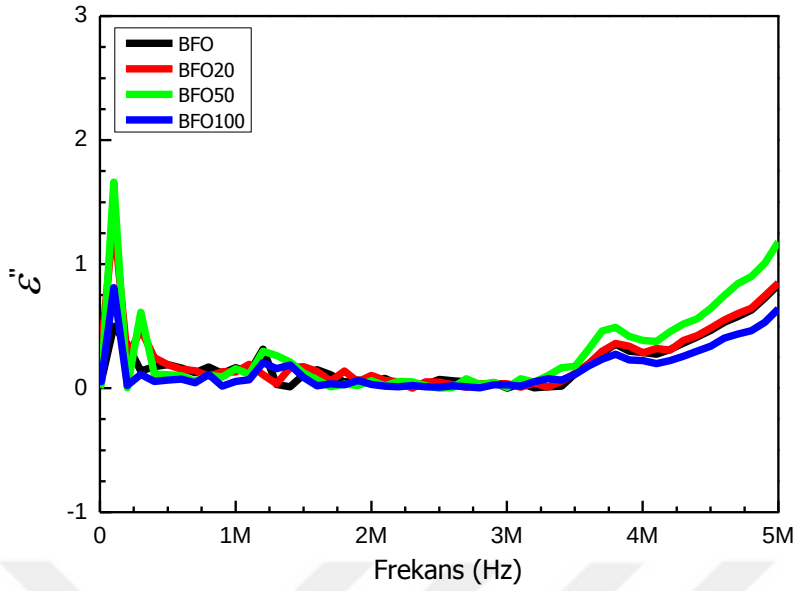
Hidrotermal metotla hazırlanan nanokompozitlerin dielektrik ölçümleri oda sıcaklığında ve 1kHz – 5MHz frekans aralığında alınmıştır. Hazırlanan numunelere *AC* 1 V gerilim uygulanmıştır. Belirlenen frekans aralığında numunelere ait; empedans (Z), kapasite (Cp) ve kayıp faktörü değerleri ölçülmüştür. Bu verilerden yararlanarak, numunelere ait alternatif akım iletkenliği (σ_{ac}), dielektrik sabitinin reel kısmı (ε') ve dielektrik sabitinin sanal kısmına (ε'') ait değerler hesaplanmıştır. Daha sonra bu parametrelerin frekansa bağlı olarak değişim grafikleri çizilmiştir.

5.2.7.1. BFO Serisi Numunelerin Dielektrik ve Alternatif Akım İletkenliği Ölçüm Sonuçları



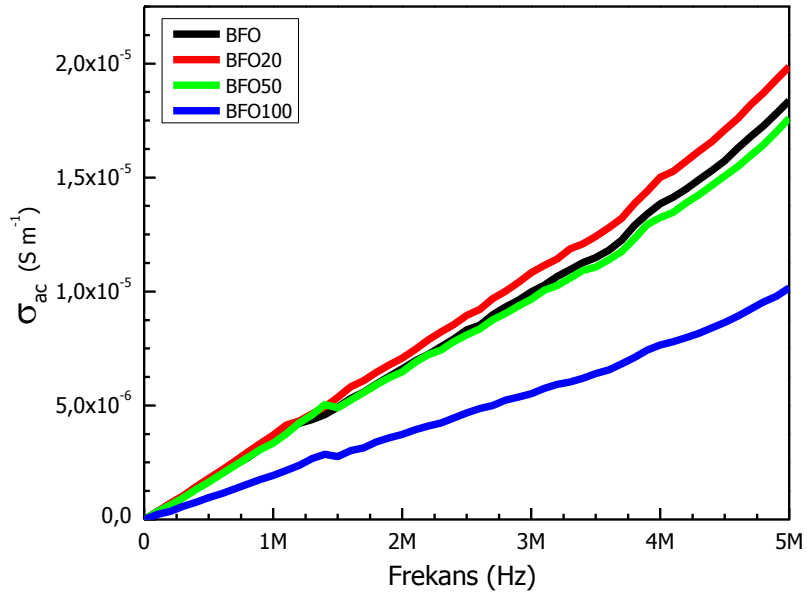
Şekil 5.163. BFO serisi numuneler için dielektrik sabitinin reel kısmının frekansa göre değişim grafikleri

Hidrotermal metotla üretilen BFO serisi nanokompozitler için oda sıcaklığında alınan, dielektrik sabitinin frekansa göre değişim grafikleri Şekil 5.163'te verilmektedir. Grafiklerden görüldüğü üzere grafen oksit ilavesi ile dielektrik sabiti değişmektedir. Frekansın artmasıyla dielektrik sabitinin reel kısmı (ε') na ait değerlerde de değişimler meydana gelmektedir.



Şekil 5.164. BFO serisi numuneler için dielektrik sabitinin sanal kısmının frekansa göre değişim grafikleri

Hidrotermal metotla üretilen BFO serisi nanokompozitler için dielektrik kaybının frekansa göre değişim grafikleri Şekil 5.164 'de verilmektedir. Grafiklerden görüldüğü üzere grafen oksit ilavesi ile dielektrik kayıplarında değişimler gözlemlenmiştir. BFO serisi numunelerin oda sıcaklığında ve düşük frekanslarda nispeten düşük dielektrik kayıpları sergilediği, fakat frekansın artmasıyla birlikte dielektrik kaybın önemli oranda arttığı görülmektedir.



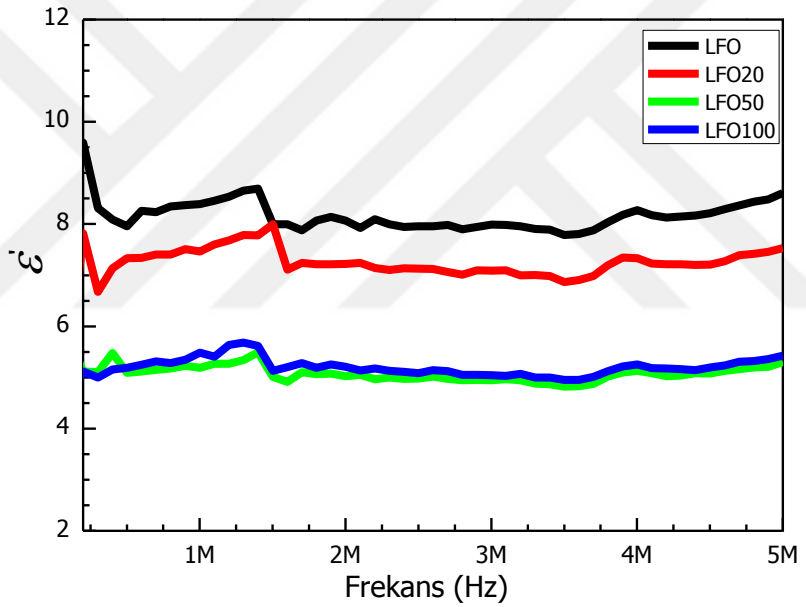
Şekil 5.165. BFO serisi numuneler için alternatif akım iletkenliğinin frekansa göre değişim grafikleri

Hidrotermal metotla üretilen BFO serisi nanokompozitler için alternatif akım iletkenliğinin frekansa göre değişim grafikleri Şekil 5.165'te verilmektedir.

Tablo 5.39. BFO serisi nano elektroseramiklerin dielektrik sabitinin reel kısmının farklı frekanslardaki Değerleri

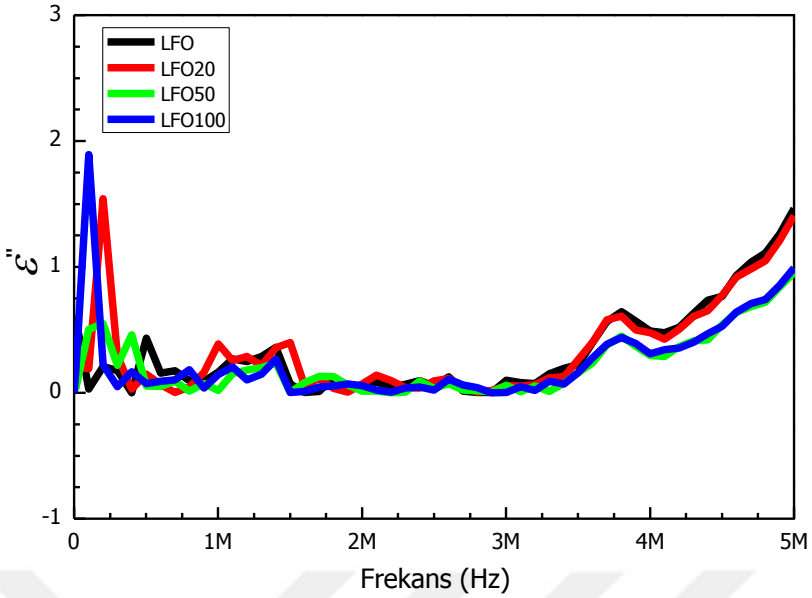
Dielektrik Sabitinin Reel Kısmı (ε')									
Numune	ε'_{1kHz}	ε'_{10kHz}	ε'_{100kHz}	ε'_{500kHz}	ε'_{1MHz}	ε'_{2MHz}	ε'_{3MHz}	ε'_{4MHz}	ε'_{5MHz}
BFO	6,415	3,088	6,329	6,007	6,268	5,931	5,979	6,214	6,564
BFO20	6,796	3,440	5,851	6,438	6,648	6,365	6,488	6,743	7,106
BFO50	6,110	2,501	5,822	5,880	6,008	5,812	5,785	5,936	6,230
BFO100	3,426	1,490	3,738	3,441	3,466	3,351	3,308	3,432	3,604

5.2.7.2. LFO Serisi Numunelerin Dielektrik ve Alternatif Akım İletkenliği Ölçüm Sonuçları



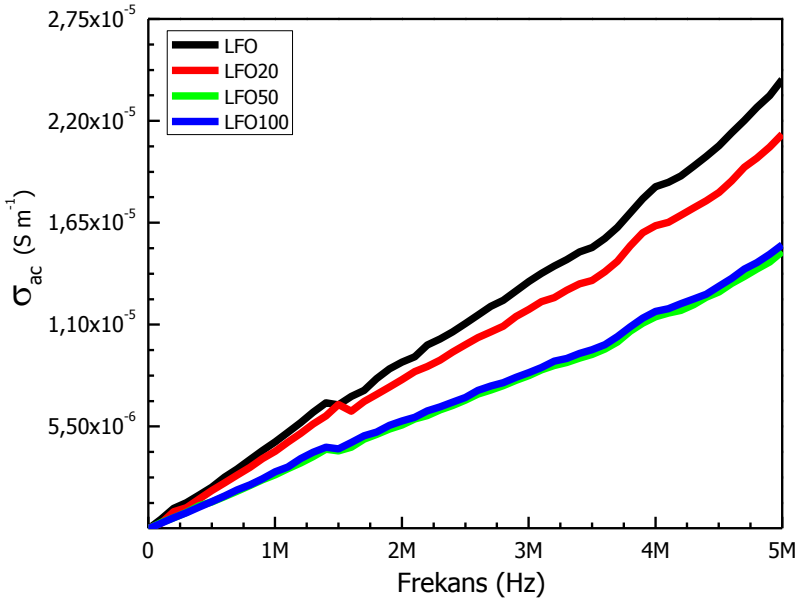
Şekil 5.166. LFO serisi numuneler için dielektrik sabitinin reel kısmının frekansa göre değişim grafikleri

Hidrotermal metotla üretilen LFO serisi nanokompozitler için dielektrik sabitinin frekansa göre değişim grafikleri Şekil 5.166 'da verilmektedir. Grafiklerden görüldüğü üzere grafen oksit ilavesi ile genel olarak dielektrik sabiti düşmektedir. Frekansın artmasıyla dielektrik sabitinin reel kısmı (ε') na ait değerlerde de artışlar meydana gelmektedir.



Şekil 5.167. LFO serisi numuneler için dielektrik sabitinin sanal kısmının frekansa göre değişim grafikleri

Hidrotermal metotla üretilen LFO serisi nanokompozitler için dielektrik kaybının frekansa göre değişim grafikleri Şekil 5.167'de verilmektedir. Grafiklerden görüldüğü üzere grafen oksit ilavesi ile dielektrik kayıplarında değişimler gözlemlenmiştir. LFO serisi numunelerin oda sıcaklığında ve düşük frekanslarda nispeten düşük dielektrik kayıpları sergilediği, fakat frekansın artmasıyla birlikte dielektrik kaybın önemli oranda arttığı görülmektedir.



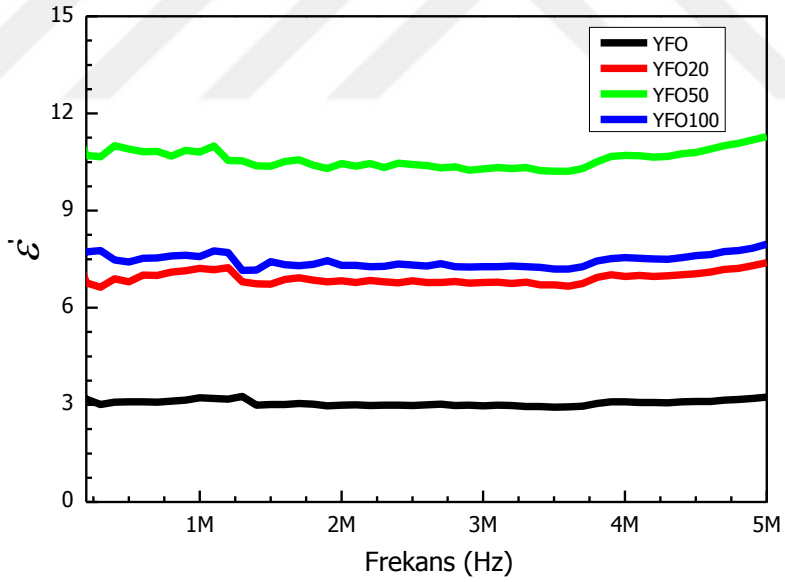
Şekil 5.168. LFO serisi numuneler için alternatif akım iletkenliğinin frekansa göre değişim grafikleri

Hidrotermal metotla üretilen LFO serisi nanokompozitler için alternatif akım iletkenliğinin frekansa göre değişim grafikleri Şekil 5.168'de verilmektedir.

Tablo 5.40. LFO serisi nano elektroseramiklerin dielektrik sabitinin reel kısmının farklı frekanslardaki değerleri

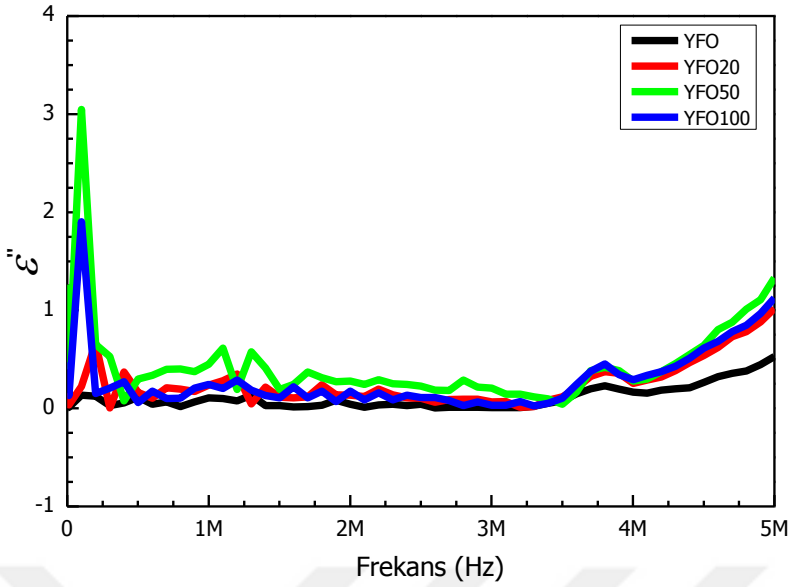
Dielektrik Sabitinin Reel Kısmı (ε')									
Numune	ε'_{1kHz}	ε'_{10kHz}	ε'_{100kHz}	ε'_{500kHz}	ε'_{1MHz}	ε'_{2MHz}	ε'_{3MHz}	ε'_{4MHz}	ε'_{5MHz}
LFO	8,025	3,740	8,812	7,958	8,393	8,068	7,989	8,273	8,607
LFO20	7,471	3,480	4,943	7,330	7,461	7,217	7,088	7,332	7,532
LFO50	5,115	2,131	5,794	5,087	5,189	5,022	4,945	5,129	5,301
LFO100	5,357	2,352	4,532	5,191	5,482	5,210	5,041	5,252	5,426

5.2.7.3. YFO Serisi Numunelerin Dielektrik ve Alternatif Akım İletkenliği Ölçüm Sonuçları



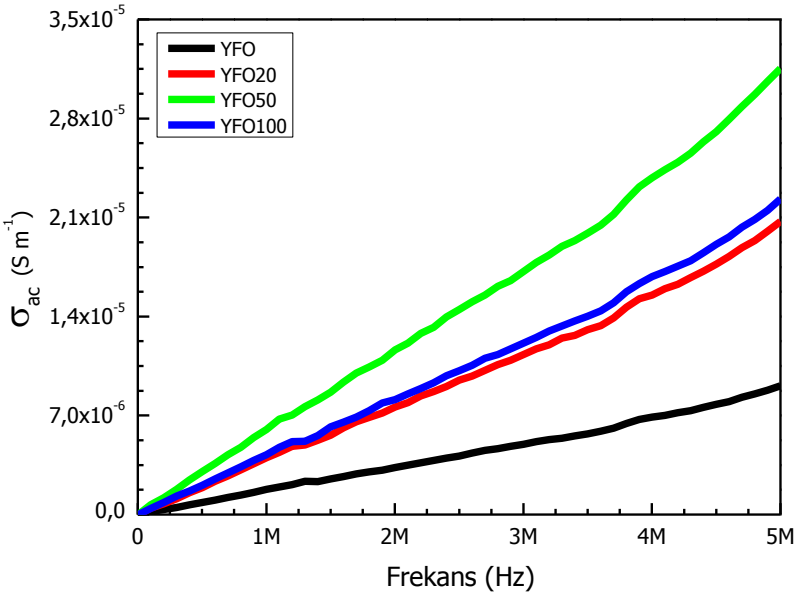
Şekil 5.169. YFO serisi numuneler için dielektrik sabitinin reel kısmının frekansa göre değişim grafikleri

Hidrotermal metotla üretilen YFO serisi nanokompozitler için dielektrik sabitinin frekansa göre değişim grafikleri Şekil 5.169'da verilmektedir. Grafiklerden görüldüğü üzere grafen oksit ilavesi ile dielektrik sabiti artmaktadır. Frekansın artmasıyla dielektrik sabitinin reel kısmı (ε') na ait değerlerde de artışlar meydana gelmektedir.



Şekil 5.170. YFO serisi numuneler için dielektrik sabitinin sanal kısmının frekansa göre değişim grafikleri

Hidrotermal metotla üretilen YFO serisi nanokompozitler için dielektrik kaybının frekansa göre değişim grafikleri Şekil 5.170'te verilmektedir. Grafiklerden görüldüğü üzere grafen oksit ilavesi ile dielektrik kayıplarında artışlar gözlemlenmiştir. YFO serisi numunelerin oda sıcaklığında ve düşük frekanslarda nispeten düşük dielektrik kayıpları sergilediği, fakat frekansın artmasıyla birlikte dielektrik kaybın önemli oranda arttığı görülmektedir.



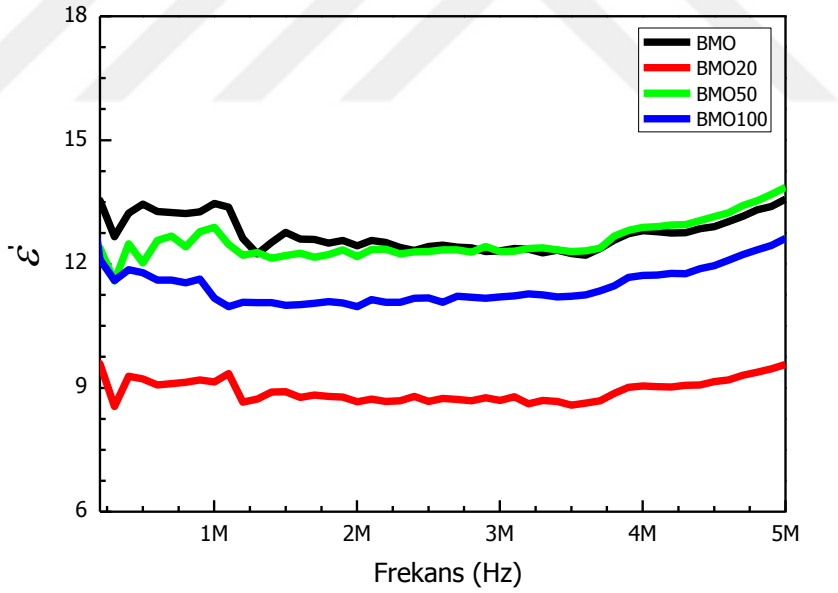
Şekil 5.171. YFO serisi numuneler için alternatif akım iletkenliğinin frekansa göre değişim grafikleri

Hidrotermal metotla üretilen YFO serisi nanokompozitler için alternatif akım iletkenliğinin frekansa göre değişim grafikleri Şekil 5.171'de verilmektedir.

Tablo 5.41. YFO serisi nano elektroseramiklerin dielektrik sabitinin reel kısmının farklı frekanslardaki değerleri

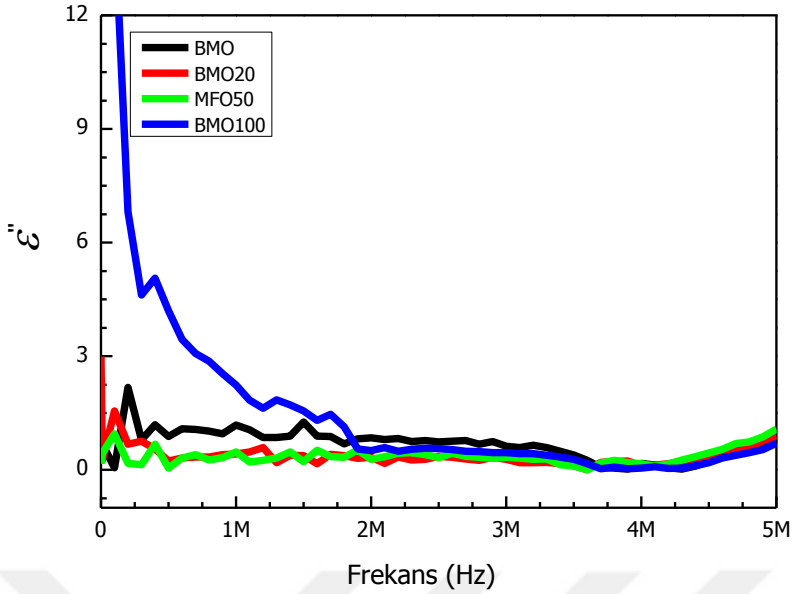
Dielektrik Sabitinin Reel Kısmı (ε')									
Numune	ε'_{1kHz}	ε'_{10kHz}	ε'_{100kHz}	ε'_{500kHz}	ε'_{1MHz}	ε'_{2MHz}	ε'_{3MHz}	ε'_{4MHz}	ε'_{5MHz}
YFO	3,161	1,459	3,597	3,090	3,213	2,990	2,970	3,095	3,240
YFO20	7,330	3,349	8,037	6,797	7,219	6,833	6,776	6,966	7,391
YFO50	13,039	6,284	11,767	10,897	10,804	10,457	10,288	10,698	11,283
YFO100	8,575	3,349	7,400	7,406	7,580	7,307	7,263	7,551	7,957

5.2.7.4. BMO Serisi Numunelerin Dielektrik ve Alternatif Akım İletkenliği Ölçüm Sonuçları



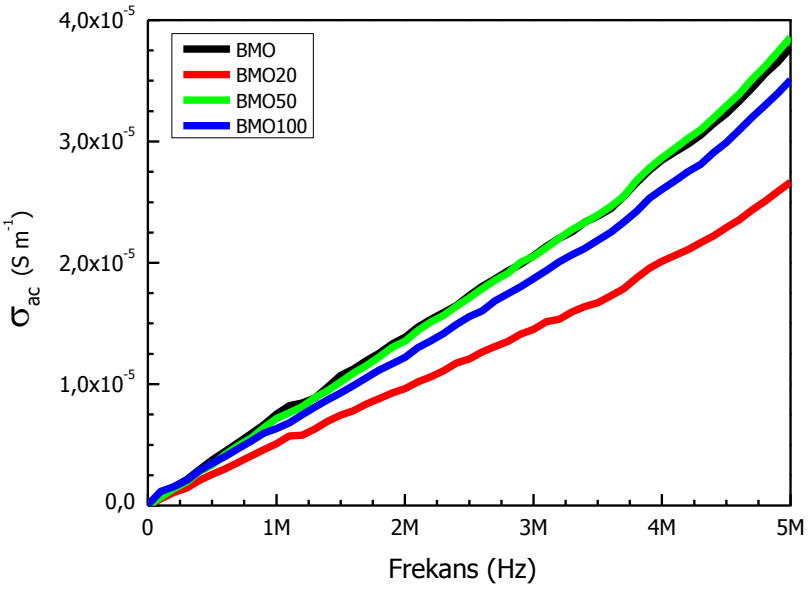
Şekil 5.172. BMO serisi numuneler için dielektrik sabitinin reel kısmının frekansa göre değişim grafikleri

Hidrotermal metotla üretilen BMO serisi nanokompozitler için dielektrik sabitinin frekansa göre değişim grafikleri Şekil 5.172'de verilmektedir. Grafiklerden görüldüğü üzere grafen oksit ilavesi ile genel olarak dielektrik sabiti düşmektedir. Frekansın artmasıyla dielektrik sabitinin reel kısmı (ε') na ait değerlerde de artışlar meydana gelmektedir.



Şekil 5.173. BMO serisi numuneler için dielektrik sabitinin sanal kısmının frekansa göre değişim grafikleri

Hidrotermal metotla üretilen BMO serisi nanokompozitler için dielektrik kaybının frekansa göre değişim grafikleri Şekil 5.173'te verilmektedir. Grafiklerden görüldüğü üzere grafen oksit ilavesi ile dielektrik kayıplarında değişimler gözlemlenmiştir. BMO serisi numunelerin oda sıcaklığında ve düşük frekanslarda nispeten düşük dielektrik kayıpları sergilediği, fakat frekansın artmasıyla birlikte dielektrik kaybın arttığı görülmektedir.



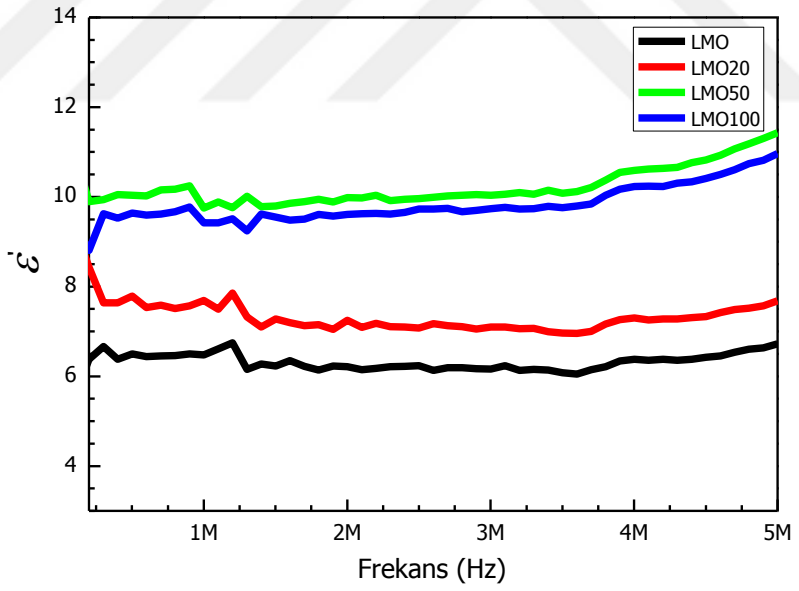
Şekil 5.174. BMO serisi numuneler için alternatif akım iletkenliğinin frekansa göre değişim grafikleri

Hidrotermal metotla üretilen BMO serisi nanokompozitler için alternatif akım iletkenliğinin frekansa göre değişim grafikleri Şekil 5.174'te verilmektedir.

Tablo 5.42. BMO serisi nano elektroseramiklerin dielektrik sabitinin reel kısmının farklı frekanslardaki değerleri

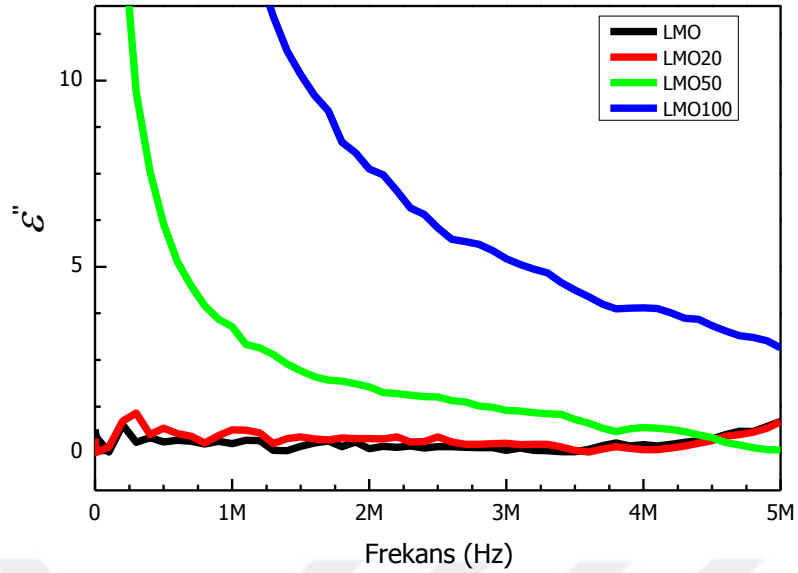
Dielektrik Sabitinin Reel Kısmı (ε')									
Numune	ε'_{1kHz}	ε'_{10kHz}	ε'_{100kHz}	ε'_{500kHz}	ε'_{1MHz}	ε'_{2MHz}	ε'_{3MHz}	ε'_{4MHz}	ε'_{5MHz}
BMO	17,879	7,745	13,195	13,445	13,467	12,442	12,320	12,802	13,570
BMO20	11,491	4,436	9,860	9,218	9,144	8,659	8,697	9,044	9,563
BMO50	12,654	6,126	12,124	12,021	12,889	12,182	12,301	12,886	13,859
BMO100	12,220	8,683	14,537	11,791	11,166	10,970	11,202	11,720	12,619

5.2.7.5. LMO Serisi Numunelerin Dielektrik ve Alternatif Akım İletkenliği Ölçüm Sonuçları



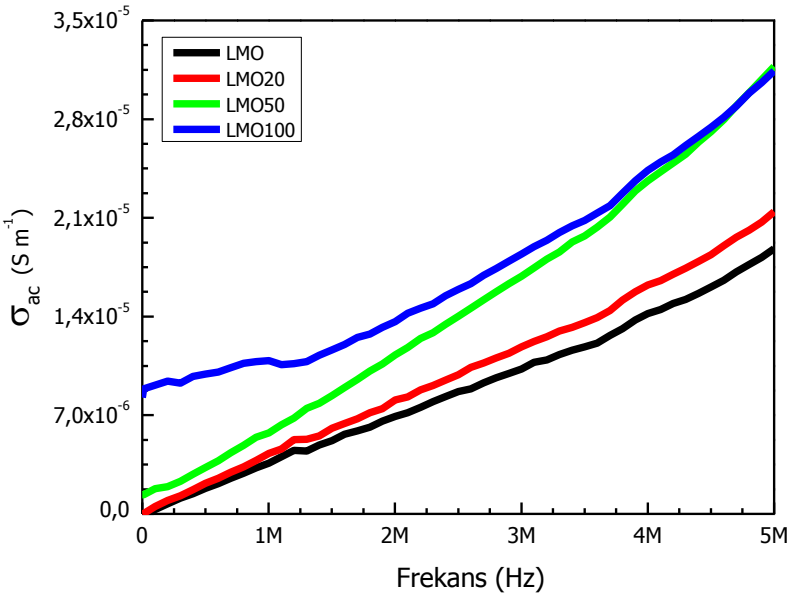
Şekil 5.175. LMO serisi numuneler için dielektrik sabitinin reel kısmının frekansa göre değişim grafikleri

Hidrotermal metotla üretilen LMO serisi nanokompozitler için dielektrik sabitinin frekansa göre değişim grafikleri Şekil 5.175'te verilmektedir. Grafiklerden görüldüğü üzere grafen oksit ilavesi ile dielektrik sabitinin arttığı görülmektedir. Frekansın artmasıyla dielektrik sabitinin reel kısmı (ε') na ait değerlerde de artışlar meydana gelmektedir.



Şekil 5.176. LMO serisi numuneler için dielektrik sabitinin sanal kısmının frekansa göre değişim grafikleri

Hidrotermal metotla üretilen LMO serisi nanokompozitler için dielektrik kaybının frekansa göre değişim grafikleri Şekil 5.176'da verilmektedir. Grafiklerden görüldüğü üzere grafen oksit ilavesi ile dielektrik kayıplarında değişimler gözlemlenmiştir. LMO serisi numunelerin oda sıcaklığında ve düşük frekanslarda grafen oksit miktarına bağlı olarak nispeten yüksek dielektrik kayıpları sergilediği, fakat frekansın artmasıyla birlikte dielektrik kaybın azaldığı görülmektedir.



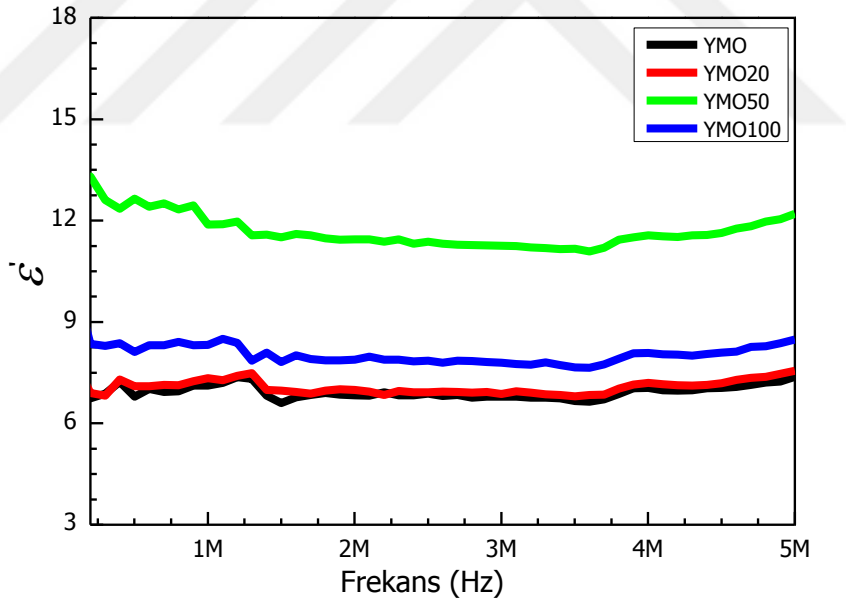
Şekil 5.177. LMO serisi numuneler için alternatif akım iletkenliğinin frekansa göre değişim grafikleri

Hidrotermal metotla üretilen LMO serisi nanokompozitler için alternatif akım iletkenliğinin frekansa göre değişim grafikleri Şekil 5.177'de verilmektedir.

Tablo 5.43. LMO serisi nano elektroseramiklerin dielektrik sabitinin reel kısmının farklı frekanslardaki değerleri

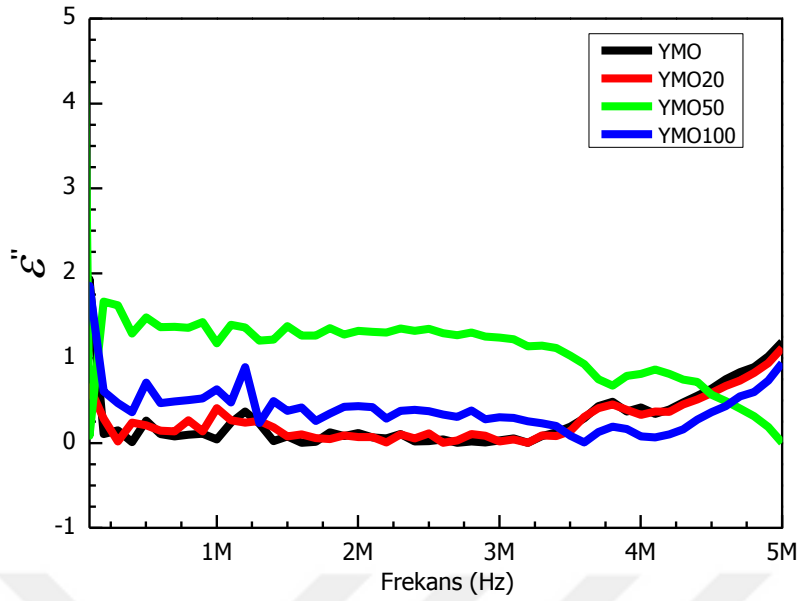
Dielektrik Sabitinin Reel Kısmı (ε')									
Numune	ε'_{1kHz}	ε'_{10kHz}	ε'_{100kHz}	ε'_{500kHz}	ε'_{1MHz}	ε'_{2MHz}	ε'_{3MHz}	ε'_{4MHz}	ε'_{5MHz}
LMO	8,821	3,584	5,542	6,498	6,473	6,212	6,163	6,379	6,721
LMO20	9,041	4,577	9,324	7,786	7,688	7,250	7,098	7,300	7,681
LMO50	11,169	8,785	10,976	10,039	9,751	9,981	10,037	10,592	11,430
LMO100	4,921	10,260	9,374	9,640	9,422	9,606	9,736	10,232	10,967

5.2.7.6. YMO Serisi Numunelerin Dielektrik ve Alternatif Akım İletkenliği Ölçüm Sonuçları



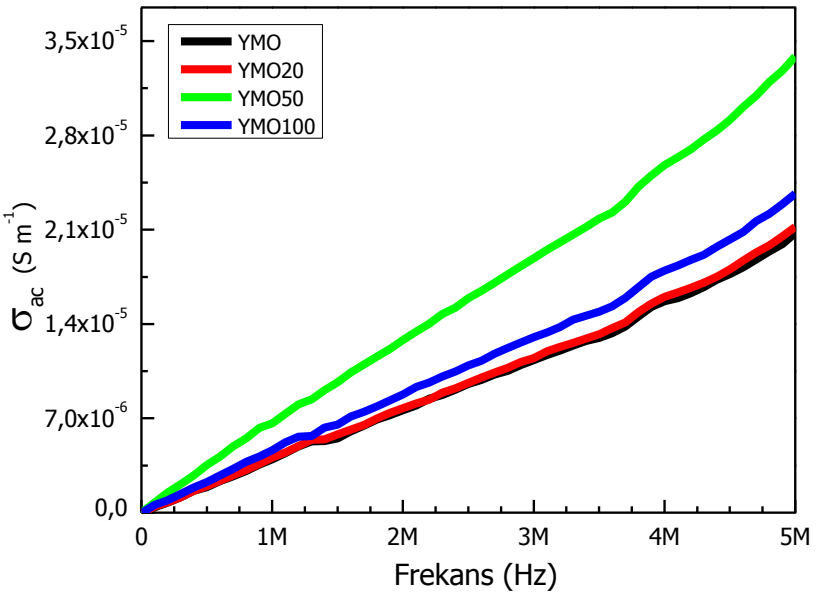
Şekil 5.178. YMO serisi numuneler için dielektrik sabitinin reel kısmının frekansa göre değişim grafikleri

Hidrotermal metotla üretilen YMO serisi nanokompozitler için dielektrik sabitinin frekansa göre değişim grafikleri Şekil 5.178'de verilmektedir. Grafiklerden görüldüğü üzere grafen oksit ilavesi ile dielektrik sabitinin arttığı görülmektedir. Frekansın artmasıyla dielektrik sabitinin reel kısmı (ε') na ait değerlerde de artışlar meydana gelmektedir.



Şekil 5.179. YMO serisi numuneler için dielektrik sabitinin sanal kısmının frekansa göre değişim grafikleri

Hidrotermal metotla üretilen YMO serisi nanokompozitler için dielektrik kaybının frekansa göre değişim grafikleri Şekil 5.179'da verilmektedir. Grafiklerden görüldüğü üzere grafen oksit ilavesi ile dielektrik kayıplarında değişimler gözlemlenmiştir. YMO serisi numunelerin oda sıcaklığında ve düşük frekanslarda YMO50 numunesi hariç nispeten düşük dielektrik kayıpları sergilediği, fakat frekansın artmasıyla birlikte dielektrik kaybın aynı oranda arttığı görülmektedir.



Şekil 5.180. YMO serisi numuneler için alternatif akım iletkenliğinin frekansa göre değişim grafikleri

Hidrotermal metotla üretilen YMO serisi nanokompozitler için alternatif akım iletkenliğinin frekansa göre değişim grafikleri Şekil 5.180'de verilmektedir.

Tablo 5.44. YMO serisi nano elektroseramiklerin dielektrik sabitinin reel kısmının farklı frekanslardaki değerleri

Dielektrik Sabitinin Reel Kısmı (ε')									
Numune	ε'_{1kHz}	ε'_{10kHz}	ε'_{100kHz}	ε'_{500kHz}	ε'_{1MHz}	ε'_{2MHz}	ε'_{3MHz}	ε'_{4MHz}	ε'_{5MHz}
YMO	7,058	3,452	6,874	6,792	7,113	6,832	6,792	7,043	7,380
YMO20	7,261	3,226	7,770	7,097	7,341	6,984	6,872	7,197	7,555
YMO50	13,870	6,381	13,260	12,648	11,882	11,440	11,256	11,563	12,197
YMO100	10,925	4,315	10,003	8,107	8,325	7,881	7,796	8,078	8,480

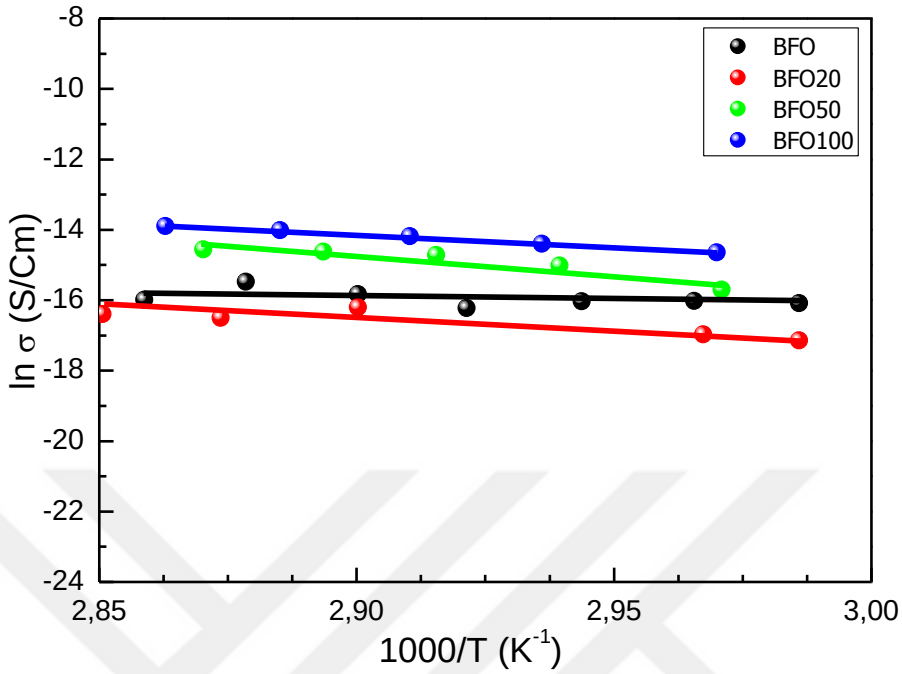
5.2.8. Elektriksel İletkenlik Ölçüm Sonuçları

Üretilen katkısız ve grafen oksit katkılı nanoelektroseramiklerin iletkenliklerinin sıcaklığa göre değişimi karanlık bir ortamda 10-50V akım uygulanarak 25-200 °C aralığında sıcaklık değerleri uygulanarak alınmıştır. Tüm numunelerin elektriksel taşınım mekanizmasını tespit etmek amacıyla, sıcaklığa bağlı iletkenlik eğrilerinden yararlanılmıştır. İletkenlik eğrileri; [118]

$$\sigma_{DC} = \sigma_0 \, exp\left(-\frac{E_a}{k\,T}\right) \tag{5.9}$$

Arrhenius eşitliği olarak bilinen denklem yardımıyla analiz edilmiştir. Denklem 5.9'da verilen σ_o; üstel fonksiyon, *k*; Boltzman Sabiti ve E_a ise Aktivasyon enerjisini temsil etmektedir. Elde edilen değerler Denklem 5.9' da yerine koyularak hesaplamalar yapılmış ve buna bağlı olarak tüm numuneler için *lnσ-1000/T* değişim grafikleri çizilmiş ve donör seviyesine karşılık gelen aktivasyon enerjileri saplanmıştır. Şekil 5.181, 5.182, 5.183, 5.184, 5.185 ve 5.186'da verilen eğrilerin doğrusal kısımlarının eğiminden elde edilen aktivasyon enerjileri ve oda sıcaklığındaki iletkenlik değerleri Tablo 5.45, 5.46, 5.47, 5.48, 5.49 ve 5.50'de verilmiştir.

5.2.8.1. BFO Serisi Numunelerin Elektriksel İletkenlik Ölçüm Sonuçları



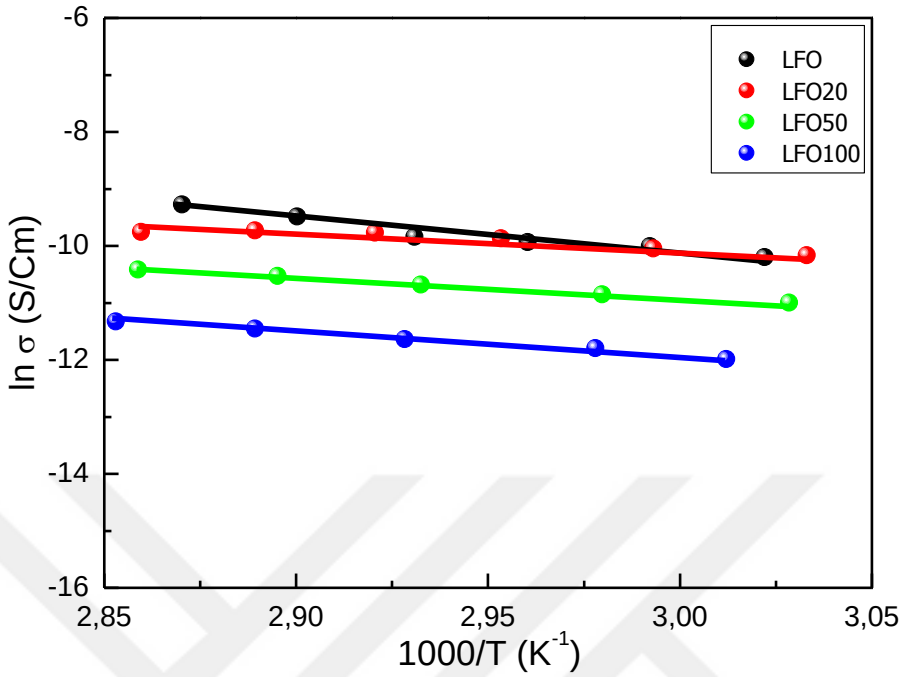
Şekil 5.181. BFO serisi numuneler için lnσ-1000/T grafikleri

Hazırlanan BFO serisi nanoelektroseramiklere ait lnσ-1000/T grafiği Şekil 5.181'de verilmiştir. Grafen oksit miktarı değiştikçe numunelerdeki elektriksel iletkenlik değişmiştir. BFO20 numunesiyle azalan iletkenlik BFO50 ve BFO100 numunelerinde artış göstermiştir. En yüksek iletkenlik değerini BFO100 numunesi göstermiştir. Ayrıca sıcaklığın artmasıyla iletkenliğin arttığı görülmektedir. Grafiklerden görüldüğü gibi her bir numunede tek bir iletkenlik mekanizması meydana gelmiştir. Numunelerdeki iletkenlik mekanizması, taşıyıcı yüklerin termal uyarılmasıyla meydana gelmektedir. Numunelerin aktivasyon enerjisi, grafiğin eğiminden hesaplanıp Tablo 5.45'te verilmiştir.

Tablo 5.45. BFO serisi numuneler için aktivasyon enerjileri ve oda sıcaklığındaki iletkenlik değerleri

Numune Adı	Aktivasyon Enerjisi (ΔE_A) (eV)	İletkenlik (σ_{dc})(S/cm) (30°C)
BFO	0,327	$7{,}24 \times 10^{-8}$
BFO20	0,411	$9{,}41 \times 10^{-9}$
BFO50	0,996	$3{,}51 \times 10^{-8}$
BFO100	0,618	$5{,}53 \times 10^{-8}$

5.2.8.2. LFO Serisi Numunelerin Elektriksel İletkenlik Ölçüm Sonuçları



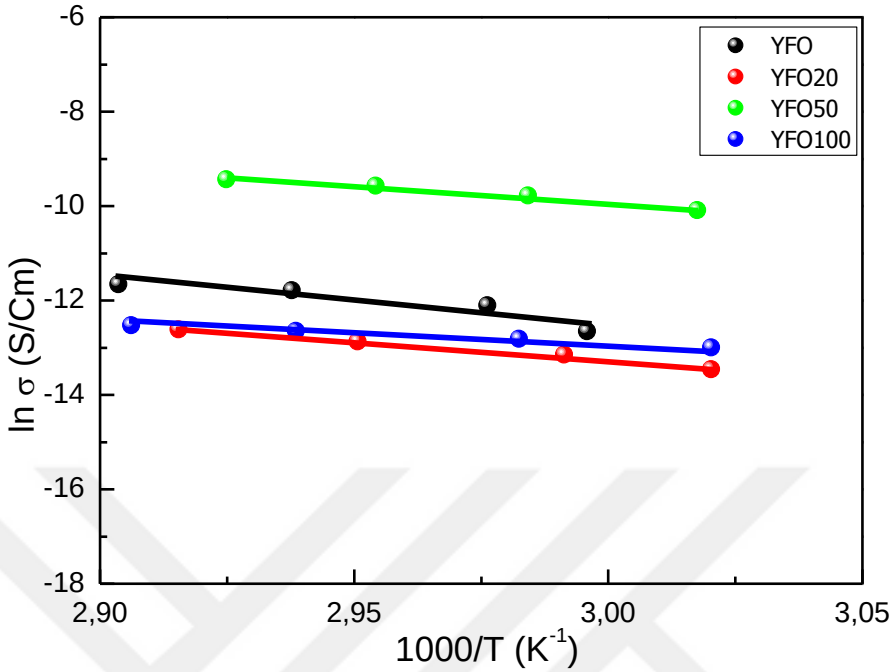
Şekil 5.182. LFO serisi numuneler için lnσ-1000/T grafikleri

Hazırlanan LFO serisi nanoelektroseramiklere ait lnσ-1000/T grafiği Şekil 5.182'de verilmiştir. Grafikten görüldüğü gibi grafen oksit miktarı arttıkça numunelerdeki elektriksel iletkenlik azalmıştır. Sıcaklığın artmasıyla iletkenliğin arttığı görülmektedir. Grafiklerden görüldüğü gibi her bir numunede tek bir iletkenlik mekanizması meydana gelmiştir. Numunelerdeki iletkenlik mekanizması, taşıyıcı yüklerin termal uyarılmasıyla meydana gelmektedir. Numunelerin aktivasyon enerjisi, grafiğin eğiminden hesaplanıp Tablo 5.46'da verilmiştir.

Tablo 5.46. LFO serisi numuneler için aktivasyon enerjileri ve oda sıcaklığındaki iletkenlik değerleri

Numune Adı	Aktivasyon Enerjisi (ΔE_A) (eV)	İletkenlik (σ_{dc})(S/cm) (30°C)
LFO	0,524	$1,11x10^{-5}$
LFO20	0,228	$8,92x10^{-6}$
LFO50	0,256	$1,43x10^{-6}$
LFO100	0,342	$1,95x10^{-6}$

5.2.8.3. YFO Serisi Numunelerin Elektriksel İletkenlik Ölçüm Sonuçları



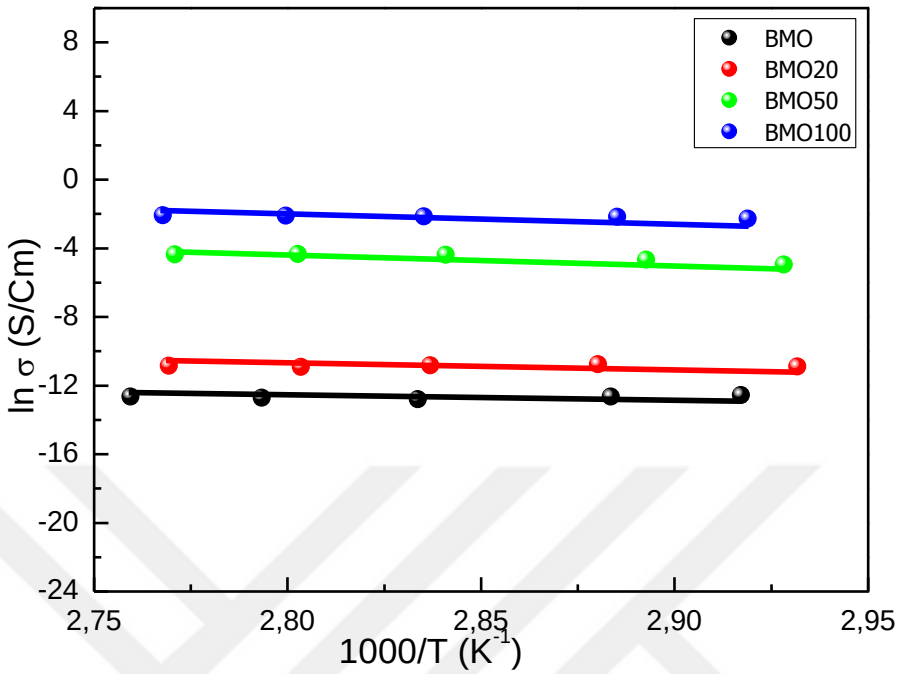
Şekil 5.183. YFO serisi numuneler için lnσ-1000/T grafikleri

Hazırlanan YFO serisi nano elektro seramiklere ait lnσ-1000/T grafiği Şekil 5.183'te verilmiştir. Grafen oksit miktarı değiştikçe numunelerdeki elektriksel iletkenlik değişmiştir. YFO50 numunesiyle artan iletkenlik YFO20 ve YFO100 numunelerinde azalmıştır. En yüksek iletkenlik değerini YFO50 numunesi göstermiştir. Ayrıca sıcaklığın artmasıyla iletkenliğin arttığı görülmektedir. Grafiklerden görüldüğü gibi her bir numunede tek bir iletkenlik mekanizması meydana gelmiştir. Numunelerdeki iletkenlik mekanizması, taşıyıcı yüklerin termal uyarılmasıyla meydana gelmektedir. Numunelerin aktivasyon enerjisi, grafiğin eğiminden hesaplanıp Tablo 5.47'de verilmiştir.

Tablo 5.47. YFO serisi numuneler için Aktivasyon enerjileri ve oda sıcaklığındaki iletkenlik değerleri

Numune Adı	Aktivasyon Enerjisi (ΔE_A) (eV)	İletkenlik (σ_{dc})(S/cm) (30°C)
YFO	0,796	$1,09x10^{-6}$
YFO20	0,651	$4,11x10^{-7}$
YFO50	0,606	$3,53x10^{-6}$
YFO100	0,337	$1,16x10^{-6}$

5.2.8.4. BMO Serisi Numunelerin Elektriksel İletkenlik Ölçüm Sonuçları



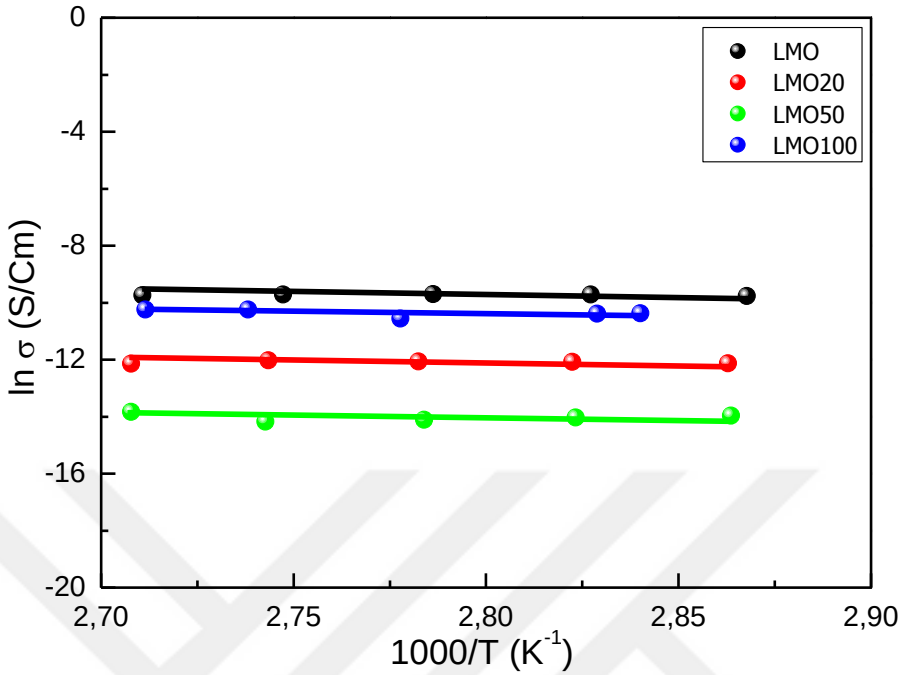
Şekil 5.184. BMO serisi numuneler için lnσ-1000/T grafikleri

Hazırlanan BMO serisi nano elektro seramiklere ait lnσ-1000/T grafiği Şekil 5.184'te verilmiştir. Artan grafen oksit miktarına paralel olarak numunelerdeki elektriksel iletkenlik de artmıştır. En yüksek iletkenlik değerini BMO100 numunesi göstermiştir. Ayrıca sıcaklığın artmasıyla iletkenliğin arttığı görülmektedir. Grafiklerden görüldüğü gibi her bir numunede tek bir iletkenlik mekanizması meydana gelmiştir. Numunelerdeki iletkenlik mekanizması, taşıyıcı yüklerin termal uyarılmasıyla meydana gelmektedir. Numunelerin aktivasyon enerjisi, grafiğin eğiminden hesaplanıp Tablo 5.48'de verilmiştir.

Tablo 5.48. BMO serisi numuneler için Aktivasyon enerjileri ve oda sıcaklığındaki iletkenlik değerleri

Numune Adı	Aktivasyon Enerjisi (ΔE_A) (eV)	İletkenlik (σ_{dc})(S/cm) (30°C)
BMO	0,062	$1,94x10^{-6}$
BMO20	0,059	$2,07x10^{-5}$
BMO50	0,335	$6,24x10^{-3}$
BMO100	0,090	$9,56x10^{-2}$

5.2.8.5. LMO Serisi Numunelerin Elektriksel İletkenlik Ölçüm Sonuçları



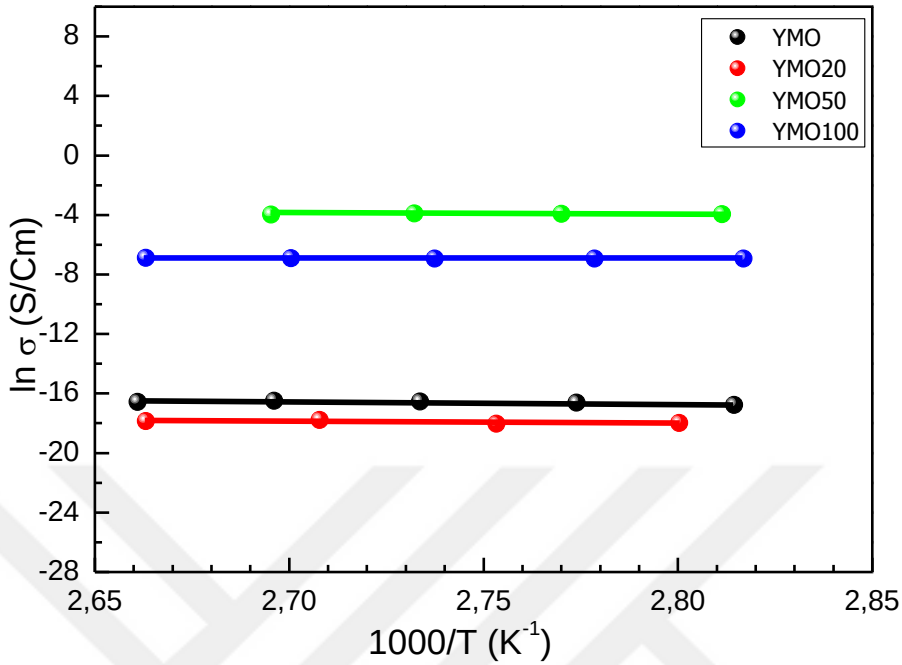
Şekil 5.185. LMO serisi numuneler için lnσ-1000/T grafikleri

Hazırlanan LMO serisi nano elektro seramiklere ait lnσ-1000/T grafiği Şekil 5.185'te verilmiştir. Grafen oksit miktarı arttıkça numunelerdeki elektriksel iletkenlik genel olarak azalmıştır. Katkılı numuneler arasında en yüksek iletkenlik değerini LMO100 numunesi göstermiştir. Ayrıca sıcaklığın artmasıyla iletkenliğin arttığı görülmektedir. Grafiklerden görüldüğü gibi her bir numunede tek bir iletkenlik mekanizması meydana gelmiştir. Numunelerdeki iletkenlik mekanizması, taşıyıcı yüklerin termal uyarılmasıyla meydana gelmektedir. Numunelerin aktivasyon enerjisi, grafiğin eğiminden hesaplanıp Tablo 5.49'da verilmiştir.

Tablo 5.49. LMO serisi numuneler için Aktivasyon enerjileri ve oda sıcaklığındaki iletkenlik değerleri

Numune Adı	Aktivasyon Enerjisi (ΔE_A) (eV)	İletkenlik (σ_{dc})(S/cm) (30°C)
LMO	0,014	$2,86x10^{-6}$
LMO20	0,012	$6,20x10^{-6}$
LMO50	0,024	$4,21x10^{-7}$
LMO100	0,098	$7,17x10^{-4}$

5.2.8.6. YMO Serisi Numunelerin Elektriksel İletkenlik Ölçüm Sonuçları



Şekil 5.186. YMO serisi numuneler için lnσ-1000/T grafikleri

Hazırlanan YMO serisi nano elektro seramiklere ait lnσ-1000/T grafiği Şekil 5.186'da verilmiştir. Grafen oksit miktarı değiştikçe numunelerdeki elektriksel iletkenlik değişmiştir. YMO20 numunesiyle azalan iletkenlik YMO50 ve YMO100 numunelerinde artış göstermiştir. En yüksek iletkenlik değerini YMO50 numunesi göstermiştir. Ayrıca sıcaklığın artmasıyla iletkenliğin arttığı görülmektedir. Grafiklerden görüldüğü gibi her bir numunede tek bir iletkenlik mekanizması meydana gelmiştir. Numunelerdeki iletkenlik mekanizması, taşıyıcı yüklerin termal uyarılmasıyla meydana gelmektedir. Numunelerin aktivasyon enerjisi, grafiğin eğiminden hesaplanıp Tablo 5.50'de verilmiştir.

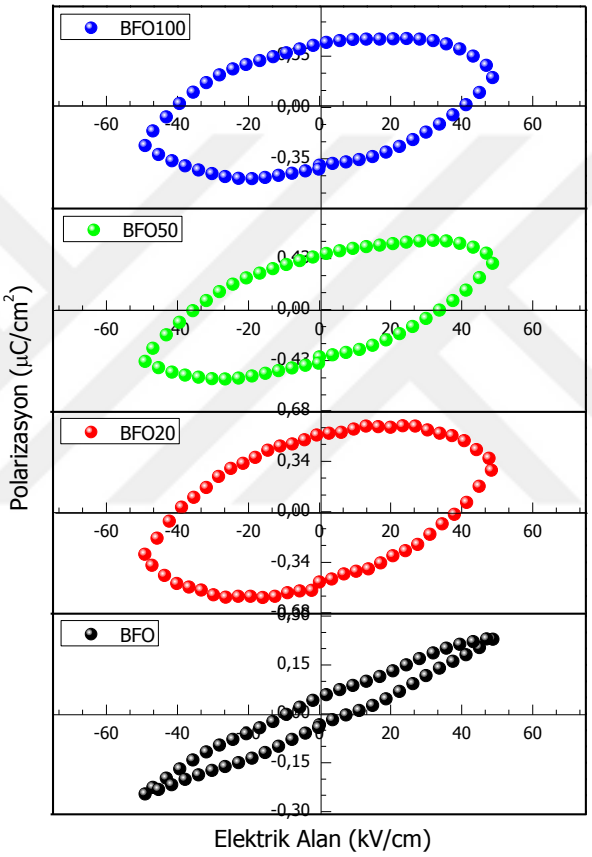
Tablo 5.50. YMO serisi numuneler için Aktivasyon enerjileri ve oda sıcaklığındaki iletkenlik değerleri

Numune Adı	Aktivasyon Enerjisi (ΔE_A) (eV)	İletkenlik (σ_{dc})(S/cm) (30°C)
YMO	0,102	$2{,}61 \times 10^{-8}$
YMO20	0,125	$2{,}58 \times 10^{-8}$
YMO50	0,023	$8{,}35 \times 10^{-2}$
YMO100	0,022	$9{,}04 \times 10^{-4}$

5.2.9.Ferroelektrik Ölçüm Sonuçları

Hidrotermal metot ile hazırlanmış tüm nano elektro seramiklerin, değişen grafen oksit miktarına bağlı olarak Polarizasyon-Elektrik Alan (P-E) histerisiz döngüleri 10 kV ile 60 kV arasında ölçülmüştür. Bu döngüler yardımıyla maksimum polarizasyon (P_{max}), kalıntı polarizasyon (P_r) ve zorlayıcı elektrik alanı (E_c) değerleri hesaplanmıştır.

5.2.9.1. BFO Serisi Numunelerin P-E Histerisiz Davranışları



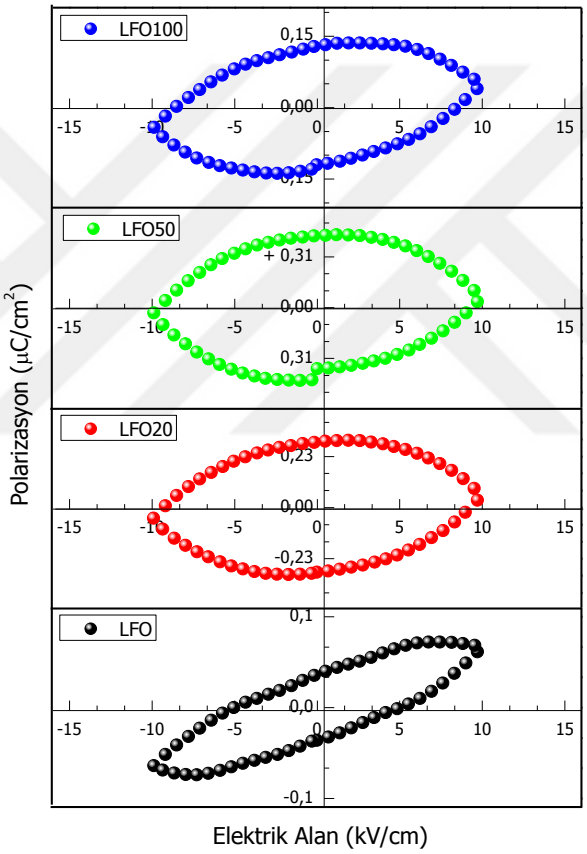
Şekil 5.187. Katkısız ve Grafen oksit katkılı BFO serisi numunelerin elektrik alan polarizasyon eğrileri

BFO serisi numunelerin oda sıcaklığında elde edilmiş ferroelektrik polarizasyon histerisiz döngüleri Şekil 5.187'de görülmektedir. Düşük elektrik alanlarda P_r düşüktür ve artan elektrik alan ile P-E döngüleri büyümüş ve genişlemiştir. P-E histerisiz döngülerine bakılarak numunelerin ferroelektrik özellik gösterdiği anlaşılmaktadır. Eğriler yardımıyla elde edilen maksimum polarizasyon (P_{max}), kalıntı polarizasyon (P_r) ve zorlayıcı elektrik alanı (E_c) değerleri Tablo 5.51'de verilmiştir.

Tablo 5.51. Katkısız ve Grafen oksit katkılı BFO serisi numunelerin maksimum polarizasyon (P_{max}), kalıntı polarizasyon (P_r) ve zorlayıcı elektrik alanı (E_c) değerleri

Numune	P_{max} (μC/cm²)	P_r (μC/cm²)	E_c (kV/cm)
BFO	0,203	0,0384	8,460
BFO20	0,152	0,471	17,071
BFO50	0,022	0,406	22,181
BFO100	0,160	0,402	37,654

5.2.9.2. LFO Serisi Numunelerin P-E Histerisiz Davranışları



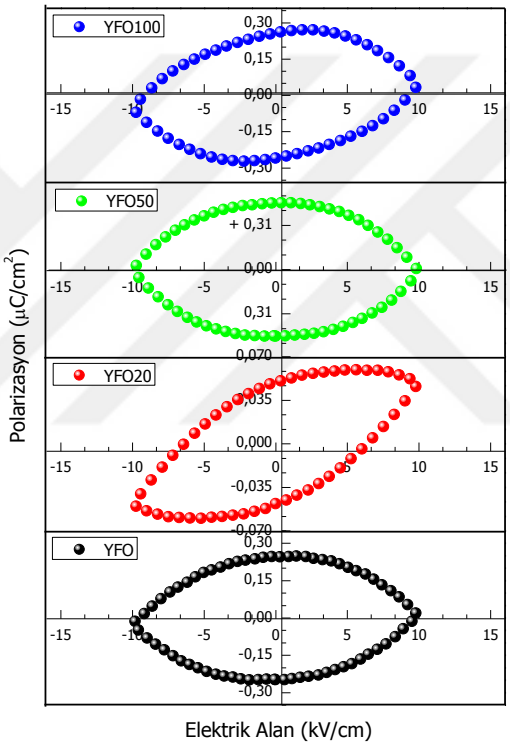
Şekil 5.188. Katkısız ve Grafen oksit katkılı LFO serisi numunelerin elektrik alan polarizasyon eğrileri

LFO serisi numunelerin oda sıcaklığında elde edilmiş ferroelektrik polarizasyon histerisiz döngüleri Şekil 5.188'de görülmektedir. Düşük elektrik alanlarda P_r düşüktür ve artan elektrik alan ile P-E döngüleri büyümüş ve genişlemiştir. P-E histerisiz döngülerine bakılarak numunelerin ferroelektrik özellik gösterdiği anlaşılmaktadır. Eğriler yardımıyla elde edilen maksimum polarizasyon (P_{max}), kalıntı polarizasyon (P_r) ve zorlayıcı elektrik alanı (E_c) değerleri Tablo 5.52'de verilmiştir.

Tablo 5.52. Katkısız ve Grafen oksit katkılı LFO serisi numunelerin maksimum polarizasyon (P_{max}), kalıntı polarizasyon (P_r) ve zorlayıcı elektrik alanı (E_c) değerleri

Numune	P_{max} (μC/cm²)	P_r (μC/cm²)	E_c (kV/cm)
LFO	0,028	0,037	4,285
LFO20	0,234	0,291	1,523
LFO50	0,308	0,406	0,763
LFO100	0,072	0,122	2,460

5.2.9.3. YFO Serisi Numunelerin P-E Histerisiz Davranışları



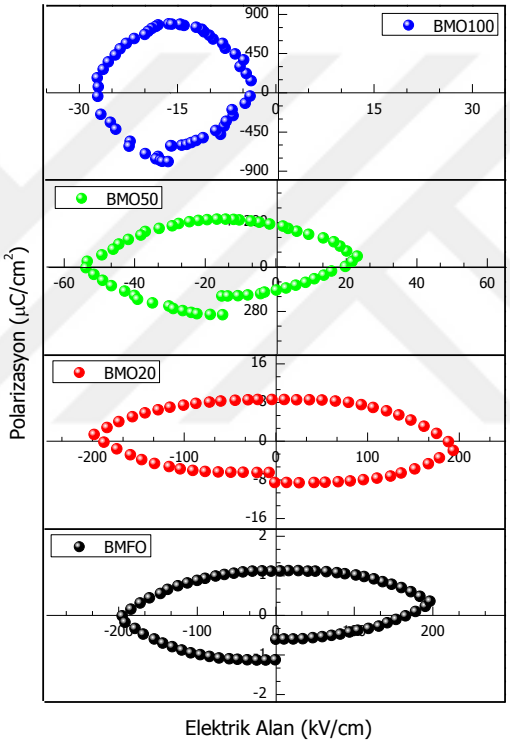
Şekil 5.189. Katkısız ve Grafen oksit katkılı YFO serisi numunelerin elektrik alan polarizasyon eğrileri

YFO serisi numunelerin oda sıcaklığında elde edilmiş ferroelektrik polarizasyon histerisiz döngüleri Şekil 5.189'da görülmektedir. Düşük elektrik alanlarda P_r düşüktür ve artan elektrik alan ile P-E döngüleri büyümüş ve genişlemiştir. P-E histerisiz döngülerine bakılarak numunelerin ferroelektrik özellik gösterdiği anlaşılmaktadır. Eğriler yardımıyla elde edilen maksimum polarizasyon (P_{max}), kalıntı polarizasyon (P_r) ve zorlayıcı elektrik alanı (E_c) değerleri Tablo 5.53'te verilmiştir.

Tablo 5.53. Katkısız ve Grafen oksit katkılı YFO serisi numunelerin maksimum polarizasyon (P_{max}), kalıntı polarizasyon (P_r) ve zorlayıcı elektrik alanı (E_c) değerleri

Numune	P_{max} (μC/cm²)	P_r (μC/cm²)	E_c (kV/cm)
YFO	0,235	0,249	1,393
YFO20	0,110	0,213	6,606
YFO50	2,859	2,790	1,078
YFO100	1,421	1,554	2,326

5.2.9.4. BMO Serisi Numunelerin P-E Histerisiz Davranışları



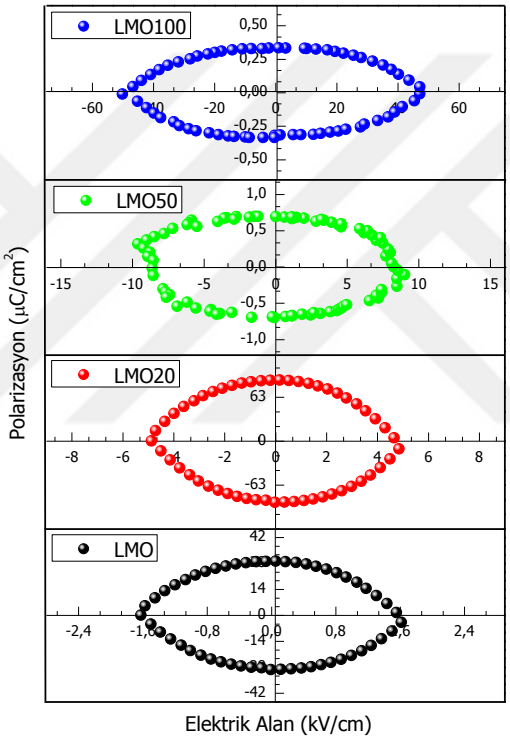
Şekil 5.190. Katkısız ve Grafen oksit katkılı BMO serisi numunelerin elektrik alan polarizasyon eğrileri

BMO serisi numunelerin oda sıcaklığında elde edilmiş ferroelektrik polarizasyon histerisiz döngüleri Şekil 5.190'da görülmektedir. Düşük elektrik alanlarda P_r düşüktür ve artan elektrik alan ile P-E döngüleri büyümüş ve genişlemiştir. P-E histerisiz döngülerine bakılarak numunelerin ferroelektrik özellik gösterdiği anlaşılmaktadır. Eğriler yardımıyla elde edilen maksimum polarizasyon (P_{max}), kalıntı polarizasyon (P_r) ve zorlayıcı elektrik alanı (E_c) değerleri Tablo 5.54'te verilmiştir.

Tablo 5.54. Katkısız ve Grafen oksit katkılı BMO serisi numunelerin maksimum polarizasyon (P_{max}), kalıntı polarizasyon (P_r) ve zorlayıcı elektrik alanı (E_c) değerleri

Numune	P_{max} (μC/cm²)	P_r (μC/cm²)	E_c (kV/cm)
BMO	0,291	0,861	12,613
BMO20	9,881	16,086	29,003
BMO50	173,758	293,542	13,818
BMO100	1840,844	2617,879	15,641

5.2.9.5. LMO Serisi Numunelerin P-E Histerisiz Davranışları



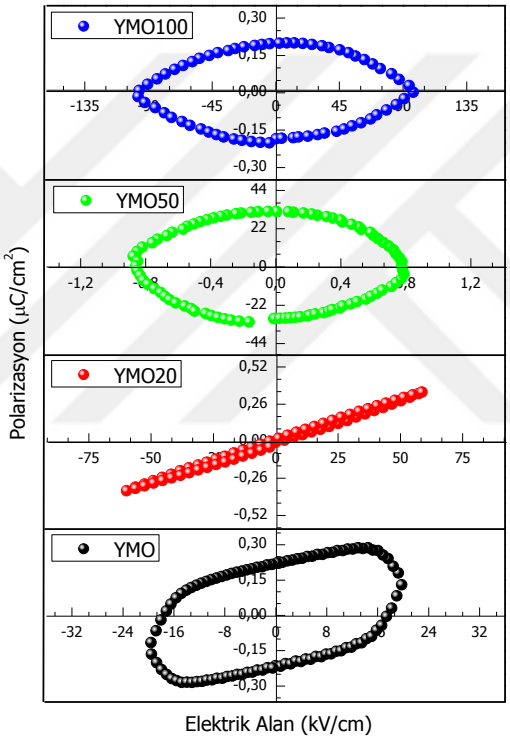
Şekil 5.191. Katkısız ve Grafen oksit katkılı LMO serisi numunelerin elektrik alan polarizasyon eğrileri

LMO serisi numunelerin oda sıcaklığında elde edilmiş ferroelektrik polarizasyon histerisiz döngüleri Şekil 5.191'de görülmektedir. Düşük elektrik alanlarda P_r düşüktür ve artan elektrik alan ile P-E döngüleri büyümüş ve genişlemiştir. P-E histerisiz döngülerine bakılarak numunelerin ferroelektrik özellik gösterdiği anlaşılmaktadır. Eğriler yardımıyla elde edilen maksimum polarizasyon (P_{max}), kalıntı polarizasyon (P_r) ve zorlayıcı elektrik alanı (E_c) değerleri Tablo 5.55'te verilmiştir.

Tablo 5.55. Katkısız ve Grafen oksit katkılı LMO serisi numunelerin maksimum polarizasyon (P_{max}), kalıntı polarizasyon (P_r) ve zorlayıcı elektrik alanı (E_c) değerleri

Numune	P_{max} (μC/cm²)	P_r (μC/cm²)	E_c (kV/cm)
LMO	0,029	0,117	1,259
LMO20	94,520	174,098	0,147
LMO50	0,899	0,693	-
LMO100	0,312	0,315	1,176

5.2.9.6. YMO Serisi Numunelerin P-E Histerisiz Davranışları



Şekil 5.192. Katkısız ve Grafen oksit katkılı YMO serisi numunelerin elektrik alan polarizasyon eğrileri

YMO serisi numunelerin oda sıcaklığında elde edilmiş ferroelektrik polarizasyon histerisiz döngüleri Şekil 5.192'de görülmektedir. Düşük elektrik alanlarda P_r düşüktür ve artan elektrik alan ile P-E döngüleri büyümüş ve genişlemiştir. P-E histerisiz döngülerine bakılarak numunelerin ferroelektrik özellik gösterdiği anlaşılmaktadır. Eğriler yardımıyla elde edilen maksimum polarizasyon (P_{max}), kalıntı polarizasyon (P_r) ve zorlayıcı elektrik alanı (E_c) değerleri Tablo 5.56'da verilmiştir.

Tablo 5.56. Katkısız ve Grafen oksit katkılı YMO serisi numunelerin maksimum polarizasyon (P_{max}), kalıntı polarizasyon (P_r) ve zorlayıcı elektrik alanı (E_c) değerleri

Numune	P_{max} (μC/cm^2)	P_r (μC/cm^2)	E_c (kV/cm)
YMO	0,137	0,003	0,075
YMO20	0,339	0,016	1,420
YMO50	30,682	60,312	0,030
YMO100	0,179	0,192	6,631

6. SONUÇLAR VE TARTIŞMA

Bu tez çalışmasında hidrotermal metot kullanılarak Bizmut, Lantan ve Yitriyum' un Fe ve Mn' lı bileşikleri içerisine Hummers Metodu ile sentezlenmiş olan Grafen oksit farklı oranlarda (0, 20 mg, 50 mg, 100 mg) katkılandırılmıştır. Grafen oksit ile Fe ve Mn katkılı nanokompozitlerin hidrotermal koşullar altında bileşik oluşturmaları sağlanarak BFO, LFO, YFO, BMO, LMO ve YMO olarak kodlanan toplamda 24 numuneden oluşan nano boyutlu 6 seri elektroseramik elde edilmiştir. Üretilen bu katkılı ve katkısız numuneler XRD, SEM, EDX, TEM, FTIR, DTA-TGA, UV-VIS-NIR spektrofotometre, ferroelektrik ölçüm, sıcaklığa bağlı elektriksel ölçüm ve dielektrik ölçümler yardımıyla karakterize edilmiştir.

6.1. X-Işınları Difraksiyon Analizi (XRD) Sonuçları

Hazırlanan öğütülmüş toz halindeki numunelerden elde edilen X-ışını kırınım spektrumları incelenmiş, piklerin şiddetlerine ve yarı pik genişliklerine bakılarak malzemelerin kristal yapıları ve özellikleri belirlenmiştir.

- BFO serisi numuneler için yapılan analizler sonucu elde edilen pikler, $Bi_{46}Fe_2O_{72}$ bileşiği için *Pbam* uzay grubunda, Kübik kristal kafes yapısında örgü sabiti a= 10,191 nm olarak hesaplanmış ve JCPDS 00-020-0170 kartı ile desteklenmiştir. Serideki tüm numunelerin pik şiddetlerinin büyük ve yarı pik genişliklerinin dar olması nedeniyle kristalleşmenin iyi olduğu sonucuna varılmıştır. Hidrotermal metotla hazırlanan BFO nanokompozitlerinin düzlemler arası mesafe ve kristal büyüklüklerinin hesaplanmalarında elde edilen veriler ışığında nanoboyutta oldukları belirlenmiştir. En düşük kristal boyutuna BFO100 numunesinde ulaşılmıştır. En yüksek pik şiddetine sahip numune BFO50 olarak belirlenmiştir. Grafen oksit katkısıyla kristal yapılarının değişmediği fakat pik şiddetlerini ve kristal büyüklüklerini etkilediği tespit edilmiştir.
- LFO serisi numuneler için yapılan analizler sonucu elde edilen pikler, $LaFeO_3$ bileşiği için *Pbnm* uzay grubunda, Ortorombik kristal kafes yapısında örgü sabitleri a=5,552 ,b=5,563 ve c=7,843 nm olarak hesaplanmış ve JCPDS 01-070-7777 kartı ile desteklenmiştir. Bu değerler literatürle uyum içerisindedir [126,127]. Serideki tüm numunelerin pik şiddetlerinin büyük ve yarı pik genişliklerinin dar olması nedeniyle kristalleşmenin iyi olduğu sonucuna varılmıştır. Hidrotermal metotla hazırlanan LFO nanokompozitlerinin düzlemler arası mesafe ve kristal büyüklüklerinin hesaplanmalarında

elde edilen veriler ışığında nanoboyutta oldukları belirlenmiştir. En düşük kristal boyutuna LFO20 numunesinde ulaşılmıştır. En yüksek pik şiddetine sahip numune LFO50 olarak belirlenmiştir. Grafen oksit katkısıyla kristal yapılarının değişmediği fakat pik şiddetlerini ve kristal büyüklüklerini etkilediği tespit edilmiştir. Elde edilen kristal büyüklükleri literatürdeki değerlerle örtüşmektedir [129].

- YFO serisi numuneler için yapılan analizler sonucu elde edilen pikler, YFeO3 bileşiği için *Pbn21* uzay grubunda, Ortorombik kristal kafes yapısında örgü sabitleri a=5,2819 nm, b=5,5957 nm ve c=7,6046 nm olarak hesaplanmış ve JCPDS 01-073-1345 kartı ile desteklenmiştir. Serideki tüm numunelerin pik şiddetlerinin büyük ve yarı pik genişliklerinin dar olması nedeniyle kristalleşmenin iyi olduğu sonucuna varılmıştır.

Hidrotermal metotla hazırlanan YFO nanokompozitlerinin düzlemler arası mesafe ve kristal büyüklüklerinin hesaplanmalarında elde edilen veriler ışığında nanoboyutta oldukları belirlenmiştir. En düşük kristal boyutuna YFO20 numunesinde ulaşılmıştır. En yüksek pik şiddetine sahip numune YFO100 olarak belirlenmiştir. Grafen oksit katkısıyla kristal yapılarının değişmediği fakat pik şiddetlerini ve kristal büyüklüklerini etkilediği tespit edilmiştir.

- BMO serisi numuneler için yapılan analizler sonucu elde edilen pikler, $Bi_{12}MnO_{20}$ bileşiği için *I23* uzay grubunda, Kübik kristal kafes yapısında örgü sabitleri a=b=c=10,2174 nm olarak hesaplanmış ve JCPDS 00-045-0276 kartı ile desteklenmiştir. Serideki tüm numunelerin pik şiddetlerinin büyük ve yarı pik genişliklerinin dar olması nedeniyle kristalleşmenin iyi olduğu sonucuna varılmıştır. Hidrotermal metotla hazırlanan BMO nanokompozitlerinin düzlemler arası mesafe ve kristal büyüklüklerinin hesaplanmalarında elde edilen veriler ışığında nanoboyutta oldukları belirlenmiştir. En düşük kristal boyutuna BMO50 numunesinde ulaşılmıştır. En yüksek pik şiddetine sahip numune katkısız BMO olarak belirlenmiştir. Grafen oksit katkısıyla kristal yapılarının değişmediği fakat pik şiddetlerini ve kristal büyüklüklerini etkilediği tespit edilmiştir.

- LMO serisi numuneler için yapılan analizler sonucu elde edilen pikler, $LaMnO_3$ bileşiği için *Pbnm* uzay grubunda, Ortorombik kristal kafes yapısında örgü sabitleri a=5,5328, b=5,7031 ve c=7,6953 nm olarak hesaplanmış ve JCPDS 01-072-7933 kartı ile desteklenmiştir. Serideki tüm numunelerin pik şiddetlerinin büyük ve yarı pik genişliklerinin dar olması nedeniyle kristalleşmenin iyi olduğu sonucuna varılmıştır. Hidrotermal metotla hazırlanan LMO nanokompozitlerinin düzlemler arası mesafe ve kristal büyüklüklerinin hesaplanmalarında elde edilen veriler ışığında nanoboyutta oldukları belirlenmiştir. En

düşük kristal boyutuna LMO20 numunesinde ulaşılmıştır. En yüksek pik şiddetine sahip numune LMO100 olarak belirlenmiştir. Grafen oksit katkısıyla kristal yapılarının değişmediği fakat pik şiddetlerini ve kristal büyüklüklerini etkilediği tespit edilmiştir.

- YMO serisi numuneler için yapılan analizler sonucu elde edilen pikler, $YMnO_3$ bileşiği için *Pbnm(62)* uzay grubunda, Ortorombik kristal kafes yapısında örgü sabitleri a=5,2580, b=5,8361 ve c=7,3571 nm olarak hesaplanmış ve JCPDS 01-077-8272 kartı ile desteklenmiştir. Serideki tüm numunelerin pik şiddetlerinin büyük ve yarı pik genişliklerinin dar olması nedeniyle kristalleşmenin iyi olduğu sonucuna varılmıştır. Hidrotermal metotla hazırlanan YMO nanokompozitlerinin düzlemler arası mesafe ve kristal büyüklüklerinin hesaplanmalarında elde edilen veriler ışığında nanoboyutta oldukları belirlenmiştir. En düşük kristal boyutuna YMO20 numunesinde ulaşılmıştır. En yüksek pik şiddetine sahip numune YMO50 olarak belirlenmiştir. Grafen oksit katkısıyla kristal yapılarının değişmediği fakat pik şiddetlerini ve kristal büyüklüklerini etkilediği tespit edilmiştir.

6.2. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) ve Enerji Dağılımlı X-Işınları Analiz (EDX) Sonuçları

Hidrotermal metotla Hazırlanan numunelerin tamamı için 2000X, 5000X, 20000X, 50000X büyütme oranlarında alınan taramalı elektron mikroskobu (SEM) fotoğrafları ve bu fotoğraflardan 2000X büyütme oranında çekilen SEM görüntüsüne ait enerji dağılımlı X-ışını (EDX) spektrumu alınarak malzemelerin yüzey morfolojileri hakkında incelemeler yapılmıştır. Yapılan incelemeler sonucunda;

- BFO serisi numunelerden alınan görüntülerden tanelerin ortalama boyutlarının 201 ile 625 nm aralığında değiştiği ve yapının nano boyutlu taneciklerden oluşan kompozit yapıda olduğu gözlemlenmiştir. Bu tanelerin iki farklı dağılım sergiledikleri tespit edilmiştir. Büyük boyutlu tanelerin tabakalar halinde kendi aralarında gelişi güzel yönelimli oldukları, küçük boyutlu küresel tanelerin de yine aynı şekilde herhangi bir yönelim ilişkisine bağlı kalmaksızın tabakaların yüzeyine kısmen ve tabakalar arasına ise yoğun bir şekilde rastgele dağılmış olduğu izlenmektedir. Chen ve arkadaşlarının yaptığı benzer çalışmada [110] elde edilen fotoğraflara benzer şekilde alınan görüntüden numunenin yüzey yapısı genel olarak farklı boyut ve morfolojilere sahip tanelerden oluşmaktadır. Küçük boyutlu tanelerin oluşturdukları yüzey topaklarının herhangi bir geometrik şekil özelliğine ve dizilim kuralına uymadıkları ve numune yüzeyinde gözenekler oluşturduğu görülmüştür. Düşük büyütmelerde numunenin tabakamsı görünen yapısının, yüksek büyütmelere çıkıldıkça nano

boyutlu küçük tanelerin oluşturduğu cluster yapısında olduğu gözlemlenmiştir. Grafen oksit ilavesinin, numuneyi oluşturan tanelerin büyüklüğü ve şeklini az da olsa değiştirdiği görülmüştür. Numune yüzeyinin kimyasal bileşimleri, 2.000X büyütmede yüzeyinin tamamından alınan enerji dağılımlı X-ışını spektroskopi (EDX) spektrumları ile belirlendi. Spektrum sonuçlarından, beklenen elementlerin doğrulandıkları görülmüştür. Malzemelerin elde edilen EDX spektrum verilerinde herhangi bir yabancı maddeye veya safsızlığa rastlanamamıştır.

- LFO serisi numunelerden alınan SEM görüntülerden tanelerin ortalama boyutlarının 350 ile 994 nm aralığında değiştiği ve yapının nano boyutlu taneciklerden oluştuğu görülmüştür. SEM fotoğrafları incelendiğinde, küresel tanelerin kısmi toparlanmaların haricinde herhangi bir yönelim ilişkisine bağlı kalmaksızın, homojen denilebilecek şekilde dağılmış olduğu görülmektedir. Bu toparlanmaların ise, tane yığınlarının oluşturduğu topaklar oldukları düşünülmektedir. Numunenin yüzey yapısı genel olarak farklı boyut ve morfolojilere sahip tanelerden oluşmaktadır. Düşük büyütmelerde numune yapısının çoğunlukla homojen olarak dağılmış eş boyutlu tanelerden oluştuğu, yüksek büyütmelere çıkıldıkça nano boyutlu küçük tanelerin oluşturduğu cluster yapısında olduğu gözlemlenmiştir. Grafen oksit ilavesi, numuneyi oluşturan tanelerin büyüklüğü ve şeklinde değişikliğe sebep olmuştur. Numune yüzeyinin kimyasal bileşimleri, 2.000X büyütmede yüzeyinin tamamından alınan enerji dağılımlı X-ışını spektroskopi (EDX) spektrumları ile belirlenmiştir. Spektrum sonuçlarından, beklenen elementlerin doğrulandıkları görülmüştür. Malzemelerin elde edilen EDX spektrum verilerinde herhangi bir yabancı maddeye veya safsızlığa rastlanamamıştır.
- YFO serisi numunelerden alınan görüntülerden tanelerin ortalama boyutlarının 369 ile 994 nm aralığında değiştiği ve yapının nano boyutlu irili ufaklı taneciklerden oluştuğu gözlemlenmiştir. Tanelerin herhangi bir yönelim ilişkisine bağlı kalmaksızın rastgele dağılmış bir şekilde dizildiği gözlemlenmiştir. Numunenin yüzey yapısı genel olarak farklı boyut ve morfolojilere sahip tanelerden oluşmaktadır. Bu irili ufaklı tanelerin oluşturdukları yüzey topaklarının herhangi bir geometrik şekil özelliğine ve dizilim kuralına uymadıkları ve numune yüzeyinde gözenekler oluşturduğu görülmüştür. Yüksek büyütmelere çıkıldıkça aslında tüm tanelerin, nano boyutlu küçük tanelerin oluşturduğu cluster yapısında olduğu gözlemlenmiştir. Grafen oksit ilavesinin, numuneyi oluşturan tanelerin büyüklüğü ve şeklini az da olsa değiştirdiği görülmüştür. Numune yüzeyinin kimyasal bileşimleri, 2.000X büyütmede yüzeyinin tamamından alınan enerji dağılımlı X-ışını spektroskopi (EDX)

spektrumları ile belirlenmiştir. Spektrum sonuçlarından, beklenen elementlerin doğrulandıkları görülmüştür. Malzemelerin elde edilen EDX spektrum verilerinde herhangi bir yabancı maddeye veya safsızlığa rastlanamamıştır.

- BMO serisi numunelerden alınan görüntülerden yapının nano boyutlu taneciklerden oluşan kompozit yapıda olduğu gözlemlenmiştir. Yapıda çoğunlukla gelişigüzel konumlanmış tabakalar ve bu tabakaların yüzeyinde bulunan nano boyutlu taneler gözlenmektedir. Numunenin yüzey yapısı, tanelerin herhangi bir geometrik şekil özelliğine ve dizilim kuralına uymadıklarını göstermiştir. Düşük büyütmelerde numunenin tabakamsı görünen yapısının, yüksek büyütmelere çıkıldıkça aslında nano boyutlu küçük tanelerden oluştuğu gözlemlenmiştir. Grafen oksit ilavesi ile, numune yapısının değiştiği görülmüştür. Numune yüzeyinin kimyasal bileşimleri, 2.000X büyütmede yüzeyinin tamamından alınan enerji dağılımlı X-ışını spektroskopi (EDX) spektrumları ile belirlenmiştir. Spektrum sonuçlarından, beklenen elementlerin doğrulandıkları görülmüştür. Malzemelerin elde edilen EDX spektrum verilerinde herhangi bir yabancı maddeye veya safsızlığa rastlanamamıştır.
- LMO serisi numunelerden alınan SEM görüntülerden tanelerin ortalama boyutlarının 24 ile 871 nm aralığında değiştiği ve yapının yüzeyinin küre formundaki büyük taneler ve nano çubuklardan oluştuğu görülmüştür. SEM fotoğrafları incelendiğinde, büyük tanelerin kendi aralarında gelişi güzel bir şekilde kümelendikleri, homojen olarak dağılmadığı görülmektedir. Bu toparlanmaların, tane yığınlarının oluşturduğu topaklar oldukları düşünülmektedir. Düşük büyütmelerde numune yapısının çoğunlukla düzensizce istiflenmiş iri tanelerden oluştuğu görülsede, yüksek büyütmelere çıkıldığında görünen iri tanelerin aslında nano çubuklardan oluştuğu ve rastgele yönelmiş bu çubukların kısmen nano çiçekler şeklinde büyüdüğü gözlemlenmiştir. Grafen oksit ilavesi, numuneyi oluşturan tanelerin büyüklüğünü ve şeklini belirgin bir şekilde değiştirmiştir. Numune yüzeyinin kimyasal bileşimleri, 2.000X büyütmede yüzeyinin tamamından alınan enerji dağılımlı X-ışını spektroskopi (EDX) spektrumları ile belirlenmiştir. Spektrum sonuçlarından, beklenen elementlerin doğrulandıkları görülmüştür. Malzemelerin elde edilen EDX spektrum verilerinde herhangi bir yabancı maddeye veya safsızlığa rastlanamamıştır.
- YMO serisi numunelerden alınan görüntülerden tanelerin ortalama boyutlarının 134 ile 730 nm aralığında değiştiği ve yapının nano boyutlu irili ufaklı taneciklerden oluştuğu gözlemlenmiştir. Tanelerin herhangi bir yönelim ilişkisine bağlı kalmaksızın rastgele dağılmış bir şekilde dizildiği gözlemlenmiştir. Numunenin yüzey yapısı genel olarak farklı

boyut ve morfolojilere sahip tanelerden oluşmaktadır. Bu irili ufaklı tanelerin oluşturdukları yüzey topaklarının herhangi bir geometrik şekil özelliğine ve dizilim kuralına uymadıkları ve numune yüzeyinde gözenekler oluşturduğu görülmüştür. Grafen oksit ilavesinin, numuneyi oluşturan tanelerin büyüklüğü ve şeklini değiştirdiği görülmüştür. Numune yüzeyinin kimyasal bileşimleri, 2.000X büyütmede yüzeyinin tamamından alınan enerji dağılımlı X-ışını spektroskopi (EDX) spektrumları ile belirlenmiştir. Spektrum sonuçlarından, beklenen elementlerin doğrulandıkları görülmüştür. Malzemelerin elde edilen EDX spektrum verilerinde herhangi bir yabancı maddeye veya safsızlığa rastlanamamıştır.

6.3. Geçirimli Elektron Mikroskobu (TEM) Sonuçları

Hidrotermal metotla hazırlanan nano boyutlu, çok kristalli tanelerden oluşan nanokompozit numunelerin mikroyapısını gösteren aydınlık alan TEM resimleri ve görüntülenen bölgeden alınan uygun SAD desenleri incelenmiştir. Sun [134] ve diğerlerinin yaptığı çalışmalarda benzer TEM görüntülerine rastlanması mikroyapıları doğrulamıştır. Elde edilen veriler ışığında, tanelerin homojen bir şekilde dağılmadıkları, nanoboyutlu tanelerin veya nano çubukların yer yer birbirlerinden ayrık dağılımlar sergiledikleri kısmende üst üste bindikleri tespit edilmiştir. Bazı bölgelerde kısmi tane yığınları ve bazı alanlarda da büyük boyutlu tane kümelenmeleri görülmüştür. İnce yapılı tanelerin oluşturdukları yığınlar aydınlık alan görüntüsünde çok net bir şekilde gözlenmiştir. Tane yapısının genellikle eşeksenli olduğu ve tane sınırlarının çok net gözlenebildiği belirlenmiştir. Aydınlık-alan TEM resmi dikkatlice incelendiğinde nano boyutlu tanelerin veya nano çubukların oluşturdukları daha büyük boyutlu tane kümeleri fark edilmektedir. Bu durum SEM fotoğraflarında gözlenen yapısal özellikle uyum içerisindedir. Elde edilen bu ve benzeri görüntülerden tüm numunelerin mikroyapısının özünde ince tanelerden meydana geldiği ama bu ince tanelerin de kendi aralarında daha büyük boyutlu tane kümeleri oluşturarak mikroyapıyı tamamladıkları görülmektedir. Tüm nano seramiklerin mikroyapısı içerisinde çökelti veya ikincil faz bulunmadığı tespit edilmiştir. SAD desenleri yardımıyla, genel olarak tanelerin arasında yönelim ilişkisi olmayacak şekilde gelişi güzel yönelimli ve çok kristalli olarak dizildikleri sonucuna varılmıştır.

6.4. Fourier Transform IR (FT-IR) Spektroskopi Sonuçları

Hidrotermal metot ile sentezlenen nano elektroseramiklerin kimyasal özelliklerinin belirlenmesi ve atomlar arası kimyasal bağlanmayı araştırmak için FT-IR spektroskopisi uygulanmıştır. Elde edilen veriler ışığında malzeme bünyesinde meydana gelen eğilme, gerilme ve bükülme titreşimlerinin literatüre uygunluğu görülmüş ve doğrulanmıştır [101-108]. Numunelere ait spektrum desenleri incelendiğinde, Demir ve Mangan katkılı tüm numunelerde gözlenen Fe-O ve Mn-O titreşim moduna ait karakteristik pikler tüm numunelerde gözlemlenmiştir. Tespit edilen bu pikler, X-ışını kırınım analizleri sayesinde tespit edilen, yapı içerisinde arzu edilen (Fe ve Mn bileşiklerinin) fazların mevcut olduğu sonucunu desteklemektedir. Ayrıca yüzeye tutunmuş veya muhtemelen sentez ve kurutma işlemi sırasında absorbe olmuş suya ait piklere rastlanmıştır. Tüm numunelerde rastlanan ve kaynağının ilave edilen grafen oksit yada hava ortamındaki karbondioksitten dolayı oluşum göstermesi muhtemel olan CO ve CO_2 bileşiklerine ait pikler de FTIR spektrum desenlerinde gözlenmiştir. Tüm numunelerin FTIR spektrumlarının detaylıca incelenmesi sonucu grafen oksit ilavesi ile kimyasal yapının değişmediği, sadece pik şiddetlerinde bir değişimin olduğu sonucuna varılmıştır.

6.5. Diferansiyel Termal Analiz (TGA/DTA) Ölçüm Sonuçları

Hidrotermal metot ile sentezlenen nano elektro seramiklerin sıcaklığa karşı bünyelerinde meydana gelen değişiklikleri görmek ve en önemlisi ferroelektrik faz geçişini belirlemek için numuneler Argon gazı atmosferinde, oda sıcaklığından 900 °C' ye kadar 10 °C/dakika ısıtma hızında termogravimetrik analiz (TGA) ve diferansiyel termal analiz (DTA) tabi tutulmuşlardır. Tüm numunelere eşit şartlarda uygulanan termal analizler sonucu elde edilen DTA/TG eğrilerinden, numunelerin yapısında meydana gelen reaksiyonların başlangıç-bitiş sıcaklıkları, reaksiyon enerjileri ve reaksiyon tipleri belirlenmiştir. Ayrıca bu eğriler yardımıyla kütle ve enerji değişim miktarları da gösterilmiştir. Elde edilen termal analiz eğrileri incelendiğinde, BFO ve BMO serileri için DTA eğrileri üzerinde nano tozlar için Curie sıcaklığı olarak kabul edilen (T_c= ≈*850*°C) sıcaklığa yakın sıcaklıklarda yapıda reaksiyonlar olduğu görülmüştür [102,106, 110-113]. Bu durum, Wang'ın çalışmasında [116] belirttiği gibi üretilen Bizmut serisi nanokompozitlerin bu sıcaklıkta faz dönüşümüyle ferroelektrik fazdan paraelektrik faza dönüşümünden kaynaklanmaktadır. Bu faz geçiş sıcaklığının literatürdeki bazı çalışmalarla uyum sağlamaması ise katkılanan grafen oksitten ve numunelerin üretim koşullarından kaynaklanmaktadır. Ayrıca hemen hemen tüm

serilerde farklı sıcaklıklarda yapıda bulunan suyun uzaklaşması sonucu oluşan piklere de rastlanmıştır. Tüm reaksiyonlar sonucu numunelerin toplam kütle kayıpları hesaplanmıştır. Bu kütle kayıplarının faz dönüşümünden ve yapıdaki bağıl suyun uzaklaşması yada karbonatların parçalanması sonucu açığa çıkan gazların bünyeden uzaklaşmasından dolayı olduğu fikrine varılmıştır.

6.6. Optik Ölçüm Sonuçları

Hidrotermal metot yardımıyla elde edilen katkısız ve grafen oksit katkılı numunelerin oda sıcaklığında yansıma spektrumları 200-1400 nm dalgaboyu aralığında ölçülmüştür. Numunelerin yansıma eğrileri, dalgaboyu arttıkça optik yansımanın arttığını, kısa dalga boylarına kaydıkça azaldığını göstermektedir. Bu durumun, fotonların enerjisinin azalmasından dolayı, fotonların elektronlar, atomlar veya kristal molekülleriyle daha az etkileşmesi ve geri yansımanın azalmasından kaynaklandığı düşünülmektedir. Absorbsiyon kenarı ise katkı oranı değiştikçe, C atomları ile B─F─O atomları arasındaki etkileşimden dolayı az da olsa değişmektedir. Bu durum, nanokompozitlerin yasak enerji aralıklarının grafen oksit katkısı ile değiştiğini doğrulamaktadır [99].

Katkısız ve grafen oksit katkılı nano elektro seramiklerin yasak enerji aralıklarının belirlenmesinde optik absorpsiyon yöntemi kullanılmıştır. Bu yöntemde elde edilen yarıiletken numunelerin $hv\text{-}(\alpha hv)^n$ grafiklerinde n yerine 1/2 konulduğunda en iyi lineerlik elde edilmiştir. Böylece üretilen numunelerin doğrudan band geçişine sahip oldukları belirlenmiştir. Hesaplanan yasak enerji aralıkları Yang [122], Gao [123], Srivastav [124], Abazari [125] ve Phokha [126] diğerlerinin yaptığı benzer birçok çalışma ile kıyaslanmış ve literatürle uyum içerisinde oldukları görülmüştür. Grafen oksit katkısının numunelerin yansıma ve yasak enerji aralığını değiştirdiği gözlemlenmiştir.

6.7. Dielektrik ve Alternatif Akım İletkenliği Ölçüm Sonuçları

Hidrotermal metot yardımıyla sentezlenen nanoelektroseramiklerin dielektrik ölçümleri sonucunda, kullanılan sıcaklık aralığının, ölçülen ve hesaplanan parametreler üzerinde belirgin bir etkiye sahip olmadığı gözlenmiştir. Bu sebeple her bir numune için, 25 °C'de alınan ölçüm sonuçları kullanılmıştır. Elde edilen verilerden yararlanarak, numunelere ait alternatif akım iletkenliği (σ_{ac}), dielektrik sabitinin reel kısmı (ε') ve dielektrik sabitinin sanal kısmına (ε'') ait değerler hesaplanmıştır. Daha sonra bu parametrelerin frekansa bağlı olarak değişim grafikleri çizilmiştir. Tüm numuneler için alınan ölçümler sonucunda elde edilen

veriler yardımıyla hesaplanan fiziksel parametrelerin frekansa bağlı olarak değişimleri incelendiğinde frekansın artmasıyla numunelerin ac iletkenlik (σ_{ac}) değerleri artmaktadır. Ayrıca frekansın artmasıyla dielektrik sabitinin reel kısmı (ε') ile dielektrik sabitinin sanal kısmına (ε") ait değerlerde de değişmeler meydana gelmektedir. Tüm numuneler için dielektrik katsayısının belirli frekans aralıklarında değişken değerlere sahip olduğu açıkça görülmektedir. Numunelerin dielektrik sabitinin reel kısmına ait değerlerin, ölçüm alınan frekans aralığında değişim göstermesi ise; uygulanan alternatif akımın frekansının numunelerdeki kutuplanma mekanizması üzerinde etkili olması sebebiyledir. Cai ve diğerlerine göre [140], bu mekanizmalar düşük frekanslar için elektron yer değiştirme polarizasyonu, iyon yer değiştirme polarizasyonu, dönüş yönü polarizasyonu ve boşluk yük polarizasyonları iken, yüksek frekanslarda sadece elektron yer değiştirme polarizasonudur. Kumar ve diğerlerinin yaptığı benzer bir çalışma [139], bazı numunelerin ε' ve ε" değerlerinin artan frekans ile azalmasını elektrik dipollerinin yüksek frekansta uygulanan elektrik alan frekansına ayak uyduramamasından kaynaklanabileceğini belirtmişlerdir. Numunelerin ölçülen ve hesaplanan parametrelerin kimyasal bileşime bağlı olarak değişim gösterdiği söylenebilir, fakat bu değişimin bileşimdeki katkı maddesinin oranına bağlı olarak artma veya azalma eğilimli olduğu hakkında kesin bir şey söylenemez. Ayrıca elde edilen mevcut sonuçların birebir mukayese edilebileceği çalışmalara rastlanamamıştır. Fakat bulunan dielektrik sabiti değerlerinin mevcut hidrotermal sentezleri ve farklı bileşime sahip ferroelektrik özellikteki malzemelerden ölçülen değerler ile uyumlu oldukları tespit edilmiştir [128].

6.8. Elektriksel İletkenlik Ölçüm Sonuçları

Hidrotermal metotla elde edilen nano elektro seramiklerin iletkenliklerinin sıcaklığa bağlı olarak değişimi, 10-50V akım uygulanarak 25-200 °C sıcaklık değerlerinde ölçülmüştür. Yapılan ölçümler sonucunda sıcaklığa bağlı iletkenlik eğrileri elde edilmiştir. Bu eğriler yardımıyla tüm numune serilerinin elektriksel taşınım mekanizmasını tespit edilmiştir. İletkenlik eğrileri Arrhenius eşitliği olarak bilinen denklem yardımıyla analiz edilmiştir. Yapılan analizler sonucunda nano kompozitlerin elektrik iletkenliğinin artan sıcaklık ile birlikte arttığı görülmüştür. Sıcaklık artışı ile iletkenliğin artması, daha fazla yük taşıyıcısının, bileşiklerdeki aktivasyon enerji bariyerini aşması ve buna bağlı olarak elektrik iletimine katılan yük taşıyıcılarının sayısının da artması ile ilişkilendirilmiştir. Tüm numunelere ait iletkenlik eğrilerinin tek doğrusal bölgeye sahip olduğu tespit edilmiştir. Tüm

numuneler için hesaplanan aktivasyon enerjisi (ΔE) değerlerinin, benzer yöntemlerle elde edilen numunelere göre daha düşük çıktığı görülmüştür. Chybczynska [132] ve Chaudhuri [133] yaptıkları çalışmada benzer metotlarla elde ettikleri BFO serisi numunelerinden hesapladıkları aktivasyon enerjisi değerini 0.33-0,4 eV aralığında bulmuşlardır. Bu değerler bu çalışmada bulunan aktivasyon enerjisi değerlerini doğrulamaktadır. Artan grafen oksit ilavesiyle numunelerin aktivasyon enerjilerindeki değişim, grafen oksitin donör seviyesi oluşturarak azalış, yada tuzak seviyeleri oluşturarak artış şeklinde kendini göstermiştir. Üretilen numunelerden Mn içerikli olan serilerin aktivasyon enerjisinin, Fe içerikli serilere göre daha düşük olduğu gözlemlenmiştir. Genel olarak grafen oksit ilavesinin numunelerin oda sıcaklığındaki iletkenliklerini artırdığı görülmüştür. Bazı numunelerde görülen iletkenlikteki düşüşün sebebinin, grafen oksitin yapı içerisinde homojen olarak dağılmamasından kaynaklandığı düşünülmektedir.

6.9. Ferroelektrik Ölçüm Sonuçları

Hidrotermal metotla hazırlanmış nanoelektro seramiklerin Polarizasyon-Elektrik Alan (P-E) histerisiz döngüleri ilave edilen grafen oksit miktarının bir fonksiyonu olarak gösterilmiştir. Elde edilen histerisiz döngüleri yardımıyla hesaplanan maksimum polarizasyon (P_{max}), kalıntı polarizasyon (P_r) ve zorlayıcı elektrik alanı (E_c) değerleri tablolar halinde verilmiştir. Üretilen nano elektro seramiklere elektrik alan uygulanması sonucu oluşan domain çevirimi ile çoğunlukla doymuş döngülerin oluştuğu açıkça görülmektedir. Bazı serilere ait elde edilen dar ve basık histerisiz eğrilerinin ise bu numunelerin düşük zorlayıcı elektrik alan ve düşük kalıcı polarizasyona sahip relaksör olarak bilinen ferroelektrik olmalarından kaynaklanmaktadır. Bunun sebebi, uygulanan elektrik alan yönünde yönlendirilebilecek domain sayısının daha az miktarda olmasıdır şeklinde açıklanabilir. Tüm seriler için grafen oksit ilavesinin, kalıcı polarizasyon ve zorlayıcı elektrik alan değerlerini değiştirdiği görülmüştür. Grafen oksitin ilavesiyle tüm numunelerin kalıntı polarizasyon (P_r) değerlerinin arttığı tespit edilmiştir. Grafen oksitin Lantan esalı numuneler (LFO ve LMO) hariç serideki diğer tüm numunelerin zorlayıcı elektrik alanını (E_c) ise artırdığı görülmüştür. En yüksek P_r ve E_c değerlerine BMO serisi numunelerde rastlanırken, LFO serisi numunelerin en düşük değerlere sahip olduğu gözlenmiştir. Kumar ve arkadaşlarının yaptığı benzer çalışmalarda [138] maksimum polarizasyon ve kalıcı polarizasyon değerlerinin daha yüksek, zorlayıcı elektrik alanının ise daha düşük olduğu görülmüştür. Kalıcı polarizasyon (P_r) değerinin düşük değerde çıkmasının sebebi, uygulanan

elektrik alan yönünde yönlendirilebilecek domain sayısının daha az miktarda olmasına ya da ilave edilen katkılara (grafen oksit, Fe veya Mn) bağlı olarak meydana gelen hata çiftleriyle domain sınırları arasında etkileşim olmasıdır. Bu etkileşimin ise mikroyapıyı kararlı bir hale getirerek domain duvarlarının hareketini zorlaştırmasına bağlanabilir. Ayrıca grafen oksitin numunelerdeki P_r ve E_c değerlerini katkı miktarına göre lineer olarak artırmaması ve azaltmaması üretim şartlarının farklılık göstermesi, tanelerin homojen olarak dağılmaması, tane boyutlarının değişken olması veya yüksek kaçak akımdan kaynaklandığı düşünülmektedir [130,131,135].

7. GENEL SONUÇLAR

Hidrotermal olarak sentezlenen katkısız ve grafen oksit katkılı numunelerin;

- X-ışını kırınım spektrumlarına bakılarak iyi kristalleşme sergiledikleri, nano boyutta oldukları, grafen oksitin kafes yapısı içerisine dahil olmasına rağmen kristal yapıyı değiştirmediği fakat pik şiddetlerini ve kristal büyüklüklerini etkilediği tespit edilmiştir.
- SEM görüntüleri ve EDX spektrumlarından nano boyutlu taneciklerden oluşan kompozit yapıda oldukları, grafen oksit ilavesinin tanelerin büyüklüğü ve şeklini değiştirdiği ve hedeflenen doğrultuda safsızlık elementleri içermemesinden dolayı başarıyla üretilmiştir.
- Aydınlık alan TEM resimleri ve SAD desenleri incelenmiş, mikroyapının birbirleri arasında yönelim ilişkisi bulunmayan gelişi güzel yönelimli ve çok kristalli, özünde nano boyutlu tanelerden oluştuğu ve grafen oksit ilavesiyle yapı içerisinde çökelti veya ikincil faz bulunmadığı görülmüştür. Elde edilen sonuçlar SEM görüntüleri ile uyum göstermiştir.
- FT-IR spektrumlarının tamamında karakteristik Metal-Oksijen titreşim modu gözlemlenmiş ve bu durum perovskite yapısının oluştuğunu teyit etmiştir. Grafen oksit ilavesi ile kimyasal yapı değişmemiş, birim hücreye girmesi sonucu birim hücrenin hacmini değiştirmiş ve bu da pik şiddetlerinde bir değişime sebep olmuştur. Bu durum gerek XRD sonuçları ile gerekse literatürdeki yapılan çalışmalarla doğrulanmıştır.
- TGA ve DTA analizlerine tabi tutulması neticesinde, yapıdaki ferroelektrik faz dönüşümlerinin yanısıra kütle ve enerji değişim miktarları da belirlenmiştir. Toplam kütle kayıplarının faz dönüşümünden, yapıdaki bağıl suyun uzaklaşmasından yada karbonatların parçalanması sonucu açığa çıkan gazların bünyeden uzaklaşmasından dolayı olduğu fikrine varılmıştır.
- Optik yansıma eğrileri kaydedilmiş ve bu eğriler yardımıyla yasak enerji aralıkları hesaplanmıştır. Grafen oksit ilavesi ile nano elektroseramiklerin band yapısında değişiklikler saptanmış ve yasak enerji aralıkları değişmiştir.
- Dielektrik katsayısının belirli frekans aralıklarında değişken değerlere sahip olduğu görülmüştür. Numunelerin dielektrik sabitinin reel kısmına ait değerlerin, ölçüm alınan frekans aralığında değişim göstermesi ise; uygulanan alternatif akımın frekansının numunelerdeki kutuplanma mekanizması üzerinde etkili olması sebebiyledir. Buradan ölçülen ve hesaplanan parametrelerin kimyasal bileşime bağlı olarak değişim gösterdiği

söylenebilir, fakat bu değişimin bileşimdeki katkı maddesinin oranına bağlı olarak artma veya azalma eğilimli olduğu hakkında kesin bir şey söylenememektedir.

- Elektrik iletkenliklerini artan sıcaklık ile birlikte arttığı görülmüştür. Sıcaklık artışı ile iletkenlikteki artış, daha fazla yük taşıyıcısının, bileşiklerdeki aktivasyon enerji bariyerini aşması ve elektrik iletimine katılan yük taşıyıcılarının sayısının artmasına bağlanmıştır. Numunelerin sahip olduğu aktivasyon enerjilerinin, artan grafen oksit ilavesiyle değiştiği fakat düzenli bir artış ya da azalış göstermediği görülmüştür. Bu durumun, grafen oksitin numune bünyesinde homojen olarak dağılmamasından kaynaklandığı düşünülmektedir. Ayrıca grafen oksit ilavesinin numunelerin çoğunun oda sıcaklığındaki iletkenliklerini artırdığı görülmüştür.
- Ferroelektrik özelliğin belirlenmesi için yapılan ölçümler sonucunda, numunelere elektrik alan uygulanması sonucu oluşan domain çevirimi ile çoğunlukla doymuş döngülerin oluştuğu açıkça görülmektedir. Elde edilen dar ve basık histerisiz eğrilerinin ise bu numunelerin düşük zorlayıcı elektrik alan ve düşük kalıcı polarizasyona sahip relaksör olarak bilinen ferroelektrik olmalarından kaynaklanmaktadır. Bunun sebebi, uygulanan elektrik alan yönünde yönlendirilebilecek domain sayısının daha az miktarda olmasıdır şeklinde açıklanabilir. Tüm seriler için grafen oksit ilavesinin, kalıcı polarizasyon ve zorlayıcı elektrik alan değerlerini değiştirdiği görülmüştür.

8. ÖNERİLER

Doktora tezine konu olan bu bilimsel çalışmanın daha da ilerletilebilmesi için yapılması gerekenler şu şekilde sıralanabilir:

- Hidrotermal metot kullanılarak hazırlanan numuneler, kurutma sonrası farklı sıcaklıklarda sinterlenerek yapıda oluşacak değişiklikler veya üretilecek yeni malzemeler araştırılabilir.
- Farklı miktarlarda grafen oksit ilavesi yapılarak elde edilecek yeni malzemelerin karakterizasyonu yapılabilir.
- Grafen oksitin indirgenmesi sonucu elde edilecek Grafenin ilavesi araştırılabilir.
- Fe ve Mn dışındaki Farklı geçiş metallerinin bileşikleri oluşturalarak yeni ve çeşitli malzemeler üretilebilir ve bu malzemelerin ferroelektrik özellikleri kıyaslanabilir.
- Hidrotermal metotla üretilen numunelerin Sol-Jel tekniği ile üretilebilirliği araştırılabilir.
- Tüm numunelerin ayrıntılı TEM çalışmaları yapılarak grafen oksit ilavesinin domain yapısına etkisi araştırılabilir.
- Mevcut numunelerin manyetik özellikleri de tespit edilerek, bunların kimyasal bileşime bağlı olarak değişimi araştırılabilir.

KAYNAKLAR

[1] Emanet N., 2010. Sn katkılı $BaTiO_3$ piezo/ferroelektrik seramiklerin üretimi ve karakterizasyonu, A.K.Ü Elektroseramikler Araştırma Grubu.

[2] Avşar A. L., Şahin M., 2012. Piezoelektrik Malzemeler Yardimiyla Enerji Hasati, , Savunma Teknolojileri Kongresi (SAVTEK 2012), ODTÜ, Ankara.

[3] Erdinç B., 2006. Perovskit Yapidaki Bazi Kristallerde İzotop Yerleştirmenin Faz Geçiş Sicakliği Üzerine Etkilerinin İncelenmesi, *Doktora Tezi*, Çukurova Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Adana.

[4] Elerman H. Y., 2015, $R_2Cu_2O_5$ (R=In, Ho, Dy) ve $RBaCo_4O_7$ (Ca, In, Er, Yb, Lu) malzemelerinin sentezi ve yapısal, manyetik, ısısal, dielektrik, ferroelektrik ve multiferroik özelliklerinin incelenmesi, Ankara Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Birimi (Proje no: 13B4343007), Ankara.

[5] Bayat D., 2010. Grafen Tabanli Nano Yapilarda Safsizlik Etkileri, *Yüksek Lisans Tezi*, Ankara Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Ankara.

[6] Erçarıkcı E., 2014. Poli(Metilen Mavisi)/Grafen Nanokompozit İnce Filmlerinin Sentezi ve Elektrokatalitik Uygulamalari, *Yüksek Lisans Tezi*, Atatürk Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Erzurum.

[7] Barsoum M.W., 2003. Fundamentals of ceramics, IOP Publishing Ltd,.

[8] Ayan I., 2009. Elektroseramik, katkılı ve katkısız $Pb(Zr,Ti)O_3$ tozlarının sentezlenmesi ve karakterizasyonları, *Yüksek Lisans Tezi*, Gebze Yüksek Teknoloji Enstitüsü Mühendislik Ve Fen Bilimleri Enstitüsü Metalurji ve Malzeme Mühendisliği A.B.D., Gebze.

[9] Kingery W.D., Bowen H. K., Uhlman D. R. ,1990. Introduction to Ceramics, John Wiley and Sons Inc.,

[10] Akça E., 2010. Kurşun esaslı elektroseramik tozlarin sentezlenmesi, seramiklerin üretilmesi ve karakterizasyonları, *Yüksek Lisans Tezi*, Gebze Yüksek Teknoloji Enstitüsü Mühendislik ve Fen Bilimleri Enstitüsü Malzeme Bilimi Ve Mühendisliği Anabilim Dali, Gebze.

[11] Kao K.C., 2004. Dielectric Phenomena in Solids: With Emphasis on Physical Concepts of Electronic Processes ,Elsevier, Inc.

[12] https://eksisozluk.com/ferroelektrik--898884, Son erişim tarihi: 12.07.2016

[13] Soyşen T., 2008. Hacimsel Fotovoltaik Olay, *Bitirme Tezi*, Yildiz Teknik Üniversitesi Fen-Edebiyat Fakültesi Fizik Bölümü, İstanbul.

[14] https://tr.wikipedia.org/wiki/Ferroelektrik, Son erişim tarihi: 20.06.2016

[15] https://www.hayaletinyeri.com/bilgisayarlar-artik-aninda-acilacak/, Son erişim tarihi: 12.05.2016

[16] Fiebig M., 2005. Revival of the magnetoelectric effect, *J. Phys. D-Appl. Phys*., **38**, 123-152.

[17] Spaldin N.A., Fiebig M., 2005. The renaissance of magnetoelectric multiferroics, *Science*, **309**, 391-392.

[18] Khomskii D.I., 2006. Multiferroics: Different ways to combine magnetism and ferroelectricity, *J. Magn. Magn. Mater.*, **306**, 1-8.

[19] Cheong S.W.,Mostovoy M., 2007. Multiferroics: a magnetic twist for ferroelectricity, *Nat. Mater.*, **6**, 13-20.

[20] Hur N., S Park., Sharma P.A., J.S. Ahn, S. Guha, S.W. Cheong, 2004. Electric polarization reversal and memory in a multiferroic material induced by magnetic fields, *Nature*, **429**, 392-395.

[21] Van Aken B.B., Palstra T.T.M., Filippetti A., Spaldin N.A., 2004. The origin of ferroelectricity in magnetoelectric $YMnO_3$, *Nat. Mater.*, **3** , 164-170.

[22] Haertling G.H., 1999. Ferroelectric ceramics: History and technology, *J. Am. Ceram. Soc.*, **82**, 797-818.

[23] Scott J.F., 2007. Data storage - Multiferroic memories, *Nat. Mater.*, **6**, 256-257.

[24] Hill N.A., 2000. Why are there so few magnetic ferroelectrics?, *J. Phys. Chem. B*, **104**, 6694-6709.

[25] Catalan G., Scott J.F., 2009. Physics and Applications of Bismuth Ferrite, *Adv. Mater.*, **21**, 2463-2485.

[26] Wang J., Neaton J.B., Zheng H., V Nagarajan., Ogale S.B., . Liu B, Viehland D., Vaithyanathan V., Schlom D.G., U.V. Waghmare, N.A. Spaldin, K.M. Rabe, M. Wuttig, R. Ramesh, 2003. Epitaxial $BiFeO_3$ multiferroic thin film heterostructures, *Science*, **299**, 1719-1722.

[27] Goto T., Kimura T., Lawes G., Ramirez A.P., Tokura Y., 2004. Ferroelectricity and giant magnetocapacitance in perovskite Rare-Earth Manganites, *Physical Review Letters*, **92.**

[28] Kimura T., 2007. Spiral magnets as magnetoelectrics, in: Annual Review of Materials Research, *Annual Reviews*, **Palo Alto**, 387-413.

[29] Kimura T., Goto T., Shintani H., Ishizaka K., Arima T., Tokura Y., 2003. Magnetic control of ferroelectric polarization, *Nature*, **426**, 55-58.

[30] Yamasaki Y., Miyasaka S., Kaneko Y., He J.P., T Arima., Tokura Y., 2006. Magnetic reversal of the ferroelectric polarization in a multiferroic spinel oxide, *Physical Review Letters*, **96** .

[31] Yamasaki Y., Sagayama H., Goto T., Matsuura M., Hirota K., Arima T., Tokura Y., 2007. Electric control of spin helicity in a magnetic ferroelectric, *Physical Review Letters*, **98.**

[32] K Taniguchi., Abe N., Takenobu T., Iwasa Y., Arima T., 2006. Ferroelectric polarization flop in a frustrated magnet $MnWO_4$ induced by a magnetic field, *Physical Review Letters*, **97.**

[33] Lebeugle D., Colson D., Forget A., Viret M., 2007. Very large spontaneous electric polarization in $BiFeO_3$ single crystals at room temperature and its evolution under cycling fields, *Appl. Phys. Lett*., **91.**

[34] Kimura T., Lawes G., Goto T., Tokura Y., Ramirez A.P., 2005.Magnetoelectric phase diagrams of Orthorhombic $RMnO_3$ (R=Gd, Tb, and Dy), *Physical Review B*, **71**.

[35] Fiebig M., Lottermoser T., Frohlich D., Goltsev A.V., Pisarev R.V., 2002. Observation of coupled magnetic and electric domains, *Nature*, **419** ,818-820.

[36] Huang Z.J., Cao Y., Sun Y.Y., Xue Y.Y., Chu C.W., 1997. Coupling between the Ferroelectric and Antiferromagnetic orders in $YMnO_3$, *Phys. Rev. B*, **56**, 2623-2626.

[37] Verwey E.J.W., Haayman P.W., 1941. Electronic conductivity and transition point of magnetite (Fe_3O_4), *Physica*, **8**, 979-987.

[38] Efremov D.V., Van den Brink J., Khomskii D.I., 2004. Bond-versus site-centred ordering and possible ferroelectricity in manganites, *Nat. Mater.*, **3** ,853-856.

[39] Freund H.R., 1977. Mullerbuschbaum, Oxocuprates 23 about $Ho_2Cu_2O_5$, *Z.Naturforsch.(B)*, **32**, 609-611.

[40] Adem U., Nenert G., Arramel, Mufti N., Blake G.R., Palstra T.T.M., 2009. Magnetodielectric coupling by Exchange striction in $Y_2Cu_2O_5$, *European Physical Journal B*, **71**, 393-399.

[41] Troc R., Klamut J., Bukowski Z., Horyn R., Stepiendamm J., 1989. On the magnetic-ordering in the $R_2Cu_2O_5$ systems, *Physica B*, **154**, 189-196.

[42] Garciamunoz J.L., Rodriguezcarvajal J., Obradors X., Valletregi M., Gonzalezcalbet J., Parras M., 1991. Complex Magnetic-Structures of the Rare-earth Cuprates $R_2Cu_2O_5$ (R=Y,Ho,Er,Yb,Tm), *Physical Review B*, **44**, 4716-4719.

[43] Kazei Z.A., Kolmakova N.P., Levitin R.Z., Mill B.V., Moshchalkov V.V., Orlov V.N., Snegirev V.V., Zoubkova J.,1990. Metamagnetism of Cuprates, $R_2Cu_2O_5$, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, **86**, 124-134.

[44] Wiegelmann H., Vitebsky I.M., Stepanov A.A., Jansen A.G.M., Wyder P., 1997. Magnetoelectric effect in $R_2Cu_2O_4$ (R=Gd, Sm, and Nd), *Phys. Rev. B*, **55**, 15304-15311.

[45] Tekdaş A. S., 2011. Kurşun esaslı ve kurşunsuz piezoelektrik seramik fiberlerin üretilmesi ve karakterizasyonu, *Yüksek Lisans Tezi*, Gebze Yüksek Teknoloji Enstitüsü Mühendislik Ve Fen Bilimleri Enstitüsü Malzeme Bilimi Ve Mühendisliği Anabilim Dalı, Gebze.

[46] Berksoy A., 2011. Bakır Oksit ve Lityum Oksit katkılı kurşunsuz piezoelektrik Potasyum Sodyum Niyobatın elektriksel özelliklerinin incelenmesi, *Yüksek Lisans Tezi*, Gebze Yüksek Teknoloji Enstitüsü Mühendislik ve Fen Bilimleri Enstitüsü Malzeme Bilimi ve Mühendisliği Anabilim Dalı, Gebze.

[47] Zorlu E. B., 2012. Yüksek Curie sıcaklığına sahip kurşunsuz piezoelektrik seramiklerin Üretimi ve karakterizasyonu, *Yüksek Lisans Tezi*, Afyon Kocatepe Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Malzeme Bilimi Ve Mühendisliği Anabilim Dalı**, Afyon.**

[48] Yücedağ İ., 2007. Metal-Yalıtkan-Yarıiletken (MIS) yapılarda elektrik ve dielektrik özelliklerinin sıcaklık ve frekansa bağlı incelenmesi, *Doktora Tezi*, Gazi Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Endüstriyel Teknoloji Eğitimi Anabilim Dalı, Ankara.

[49] Maksutoğlu M., 2010. Perovskite yapılı Manyetoelektrik Fe:$SrTiO_3$ ve Co:$BaTiO_3$ kompozit malzemelerin manyetik ve dielektrik özellikleri, *Yüksek Lisans Tezi*, Gebze Yüksek Teknoloji Enstitüsü Mühendislik ve Fen Bilimleri Enstitüsü Fizik Anabilim Dalı, Gebze.

[50] Kayğılı Ö., 2011. Sol Jel metodu ile üretilen Hidroksiapatit esaslı biyoseramik malzemelerin mikroyapı ve fiziksel özelliklerinin incelenmesi, *Doktora Tezi*, Fırat Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Fizik Anabilimdalı, Elazığ.

[51] Akyüz H., 2008. Sol-Jel yöntemiyle hazırlanan seramik ince filmlerin dielektrik özellikleri, *Yüksek Lisans Tezi*, Harran Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Fizik Anabilimdalı, Şanlıurfa.

[52] Zorlu H., 2009. Katkılı $Bi_{1.5}Zn_{0.92}Nb_{1.5}O_{6.92}$ dielektrik seramiklerinin üretimi ve karakterizasyonu, *Yüksek Lisans Tezi*, Marmara Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Fizik Anabilimdalı, İstanbul.

[53] Erdağ İ., 2010. Kurşun esaslı elektronik seramiklerin dielektrik, piezoelektrik ve elektromekanik özelliklerinin karakterizasyonu, *Yüksek Lisans Tezi*, Gebze Yüksek Teknoloji Enstitüsü Mühendislik ve Fen Bilimleri Enstitüsü Malzeme Bilimi Ve Mühendisliği Anabilim Dalı, Gebze .

[54] Carter, C.B., Norton, M.G., 2007. Ceramic Materials: Science and Engineering, Springer, New York.

[55] Birlik A. B., 2011. ZrO_2 Nano parçacıkların üretimi, Dielektrik ve Işıma özelliklerinin belirlenmesi, *Yüksek Lisans Tezi*, Marmara Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Fizik Anabilimdalı, İstanbul.

[56] Sipahioğlu S., 2012. $BaTiO_3$/PANI Kompozitlerinin yapısal ve Dielektrik Özelliklerinin İncelenmesi, *Yüksek Lisans Tezi*, Marmara Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Fizik Anabilimdalı, İstanbul.

[57] Sönmez Z., 2012. Metal-Yalıtkan-Yarıiletken (Al/SiO_2/p-Si) Yapıların Elektrik Ve Dielektrik Özelliklerinin Frekans ve Potansiyele Bağlı İncelenmesi, *Doktora Tezi*, Gazi Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Fizik Anabilim Dalı, Ankara.

[58] Bayat D., 2010. Grafen tabanlı Nano yapılarda safsızlık etkileri, *Yüksek Lisans Tezi*, Ankara Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Fizik Anabilimdalı, Ankara.

[59] Erçarıkcı E., 2014. Poli(Metilen Mavisi)/Grafen Nanokompozit ince filmlerinin sentezi ve Elektrokatalitik uygulamaları, *Yüksek Lisans Tezi*, Atatürk Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Kimya Anabilimdalı, Erzurum.

[60] Yılser D., 2013. Teknolojide Devrim Yaratacak Mucize Malzeme-Grafen. Cumhuriyet Gazetesi Bilim ve Teknoloji Eki(1407), (Kontrol No: 1179684)

[61] Arseven M., 2011. Polikristalin Bakır Folyo üzerinde Grafen sentezi, *Yüksek Lisans Tezi*, Hacettepe Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Nanoteknoloji ve Nanotıp Anabilimdalı, Ankara.

[62] Öztürk M., 2011. Grafen Transistörlerin elektriksel parametrelerinin belirlenmesi, *Yüksek Lisans Tezi*, Bozok Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Fizik Anabilimdalı, Yozgat.

[63] Gökçek N., 2011. Grafen Kuantum Noktaları, *Yüksek Lisans Tezi*, Ankara Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Fizik Anabilimdalı, Ankara.

[64] Kılıç B., 2011. İndirgenmiş Grafen Oksite tutturulmuş Paladyum Nanopartikülleri: Hazırlanması, Tanımlanması ve Amonyak Boranın Dehidrojenlenmesinde Katalitik Etkinliği, *Yüksek Lisans Tezi*, Atatürk Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Kimya Anabilimdalı, Erzurum.

[65] Karaduman I., 2013. Grafen Yapıların Karbon Oksit Ortamında Elektriksel Karakterizasyonu, *Yüksek Lisans Tezi*, Gazi Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Fizik Anabilimdalı, Ankara

[66] Öztürk Doğan H., 2014. Grafit Oksitin Elektrokimyasal İndirgenmesi ile Grafen ve Metal-Grafen Kompozit Sentezi, *Doktora Tezi*, Atatürk Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Kimya Anabilimdalı, Erzurum.

[67] Kozal B., 2012. Karbon tabanlı petek örgülerin elektronik özellikleri, *Doktora Tezi*, Ankara Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Fizik Anabilimdalı, Ankara.

[68] https://www.extremetech.com/extreme/223605-an-exception-to-ohms-law-graphene-makes-electrons-act-like-a-viscous-liquid-with-negative-resistance, Son erişim tarihi: 20.01.2017

[69] Esen B., 2011. Hidrotermal Yöntemle Sentezlenen Nano Metal Oksitlerin Fotokatalitik Özelliklerinin İncelenmesi, *Yüksek Lisans Tezi*, Ankara Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Kimya Anabilimdalı, Ankara.

[70] Ay B., 2011. Dikarboksilik Asit Grupları İçeren Geçiş Metal Komplekslerinin Hidrotermal Sentezi, Uv Etkileşimlerinin ve Katalitik Aktivitelerinin İncelenmesi, *Yüksek Lisans Tezi*, Çukurova Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Kimya Anabilimdalı, Adana.

[71] Donar Y. O., 2013. Hidrotermal Yöntemle Sentezlenen Nano Metal Oksitlerin Model Biyokütle Olarak Selüloz Pirolizindeki Katalitik Etkisinin İncelenmesi, *Yüksek Lisans Tezi*, Ankara Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Kimya Anabilimdalı, Ankara.

[72] Callister, W.D., 2005. Fundamentals of Materials Science and Engineering, An Integrated Approach, John Wiley & Sons, USA.

[73] Benenson, W., Harris, J.W., Stocker, H. and Lutz, H., 2002. Handbook of Physics, Springer-Verlag, New York.

[74] Kao, K.C., 2004. Dielectric Phenomena in Solids, Elsevier Academic Pres, New York.

[75] Yüceyurt Çelik, Ş., 2006. DC Elektrik Alan Altında Katı Kil Numunelerinin Dielektrik Özelliklerinin Empedans Analizörü ile Ölçümü, *Yüksek Lisans Tezi*, Selçuk Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Konya.

[76] İzci, E., 2001. Gördes yöresi doğalklinoptilolitin doğal ve iyon değiştirmiş formlarının dielektrik özelliklerinin incelenmesi, *Doktora Tezi*, Anadolu Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Eskişehir.

[77] Özşin, S., 1988. Dielektrik Sistemlerin Alternatif Alanlardaki Davranışları, *Yüksek Lisans Tezi*, Gazi Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Ankara.

[78] Walker, J.S., 2010. Physics, Pearson Addison-Wesley, San Francisco.

[79] Daniel, V.V., 1967. Dielectric Relaxation, Academic Press, London.

[80] Jonscher, A.K., 2000. Relaxation in low-loss dielectrics, *J. Mol. Liq.*, **86**, 259-268.

[81] Altıntaş, E., 1998. Pyroelektrik İnce Filmlerde Pyroelektrik Sabit ve Dielektrik Katsayısı Ölçümü, *Yüksek Lisans Tezi*, Hacettepe Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Ankara.

[82] Mott, N.F., Davis, E.A., 1978. Electronic Processes in Non-Crystalline Materials, Oxford University Press, London

[83] Farea, A.M.M., Kumar, S., Batoo, K.M., Yousef, A. Lee, C.G., Alimuddin, 2008. Structure and electrical properties of $Co_{0.5}Cd_xFe_{2.5-x}O_4$ ferrites, *J. Alloy. Compd.*, **464**, 361-369.

[84] http://www.ceramtec.com.tr/seramik-malzemeler/piezoseramikler/temeller/, Son erişim tarihi: 04.01.2017

[85] http://nisenet.org/catalog/scientific-image-graphite-models, Son erişim tarihi: 03.01.2017

[86] https://twitter.com/themicroscopist/status/629502450563592193, Son erişim tarihi: 09.02.2017

[87] http://exciting-code.org/boron10-graphene-from-the-ground-state-to-excitations, Son erişim tarihi: 09.02.2017

[88] https://lostinscience.wordpress.com/2012/03/, Son erişim tarihi: 04.02.2017

[89] Şaşmaz M., 2015. Grafen Katkılı Nanokompozit Malzemelerin Üretimi ve Karakterizasyonu, *Doktora Tezi*, Fırat Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Fizik Anabilimdalı, Elazığ.

[90] https://www.bnl.gov/newsroom/news.php?a=21756, Son erişim tarihi: 03.02.2017

[91] https://www.researchgate.net/topic/Hydrothermal-Synthesis, Son erişim tarihi: 20.01.2017

[92] Aydın C., El-Nasser H.M., Yakuphanoglu F., Yahia I.S., A ksoy M., 2011. Nanopowder synthesis of aluminum doped cadmium oxide via sol–gel calcination processing, *Journal of Alloys and Compounds*, **509**, 854–858.

[93] Benhaliliba M., Benouis C.E., Yakuphanoglu F., Tiburcio-Silver A., Aydin C., Hamzaoui S., Mouffak Z., 2012. Detailed investigation of submicrometer-sized grains of chemically sprayed ($Sn_{1-x}Al_x, O_2$) ($0 \leq x \leq 0.085$) thin films, *Journal of Alloys and Compounds* , **527**, 40–47.

[94] Aydın C., Al-Hartomy Omar A., Al-Ghamdi A., Al-Hazmi F., Yahia I. S., El-Tantawy F., Yakuphanoglu F., 2012. Controlling of crystal size and optical band gap of CdO nanopowder semiconductors by low and high Fe contents", *J Electroceram*, **29**, 155–162.

[95] Aydın C., Mansour Sh. A., Alahmed Z. A., Yakuphanoglu F., 2012. Structural and optical characterization of sol–gel derived boron doped Fe_2O_3 nanostructured films, *Journal of Sol-Gel Science and Technology*, **62**, Issue 3, 397-403.

[96] Aydın C., Benhaliliba M., Al-Ghamdi Ahmed A., Gafer Zarah H., El-Tantawy Farid, Yakuphanoglu F., 2013. Determination of optical band gap of $ZnO:ZnAl_2O_4$ composite semiconductor nanopowder materials by optical reflectance method, *Journal of Electroceramics*, **31**, 265–270.

[97] Orhan A., Aydin C., Aydin H., Al‐Ghamdi A. A., El‐Tantawy F., Yakuphanoglu F., 2015. Synthesis and optical properties of iron doped gallium nitride nanostructures by sol gel method, *Microsystem Technologies*, **21**, Issue 6, 1219-1224,

[98] Aydin H., El-Nasser H.M., Aydin C., Al-Ghamdi Ahmed. A., Yakuphanoglu F., 2015. Synthesis and characterization of nanostructured undoped and Sn-doped ZnO thin films via sol-gel approach, *Applied Surface Science*, **350**, 109–114.

[99] Aydin H., 2013. ZnO Esaslı Nanoyapılı Yarıiletken İnce Filmlerin Büyütülmesi ve Gaz Sensörlerinin Üretilmesi, *Doktora tezi*, Fırat Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Fizik A.B.D., Elazığ.

[100] Aydin C., 2010. Metal Oksit Katkılı Yarıiletken Malzemelerin Üretilmesi ve Elektriksel Özelliklerinin İncelenmesi, *Yüksek Lisans tezi*, Fırat Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Metalurji ve Malzeme Mühendisliği A.B.D., Elazığ.

[101] Ghosh, S., Dasgupta S., Sen A., Maiti H.S.,2005. Low temperature synthesis of bismuth ferrite nanoparticles by a ferrioxalate precursor method, *Materials Research Bulletin*, **40**, 2073– 2079.

[102] Chen C., Cheng J. , Yu S., Che L., Meng Z., 2006. Hydrothermal synthesis of perovskite bismuth ferrite crystallites, *Journal of Crystal Growth*, **291**, 135-139

[103] Hardy, A., Gielis, S. Van den Rul, H., D'Haen, J., Van Bael, M.K., Mullens, J.,2009. Effects of precursor chemistry and thermal treatment conditions on obtaining phase pure bismuth ferrite from aqueous gel precursors, *Journal of the European Ceramic Society*, **29**, 3007–3013.

[104] Farhadi, S., Zaidi, M., 2009. Bismuth ferrite ($BiFeO_3$) nanopowder prepared by sucrose-assisted combustion method: A novel and reusable heterogeneous catalyst for acetylation of amines, alcohols and phenols under solvent-free conditions, *Journal of Molecular Catalysis A: Chemical*, **299**, 18–25.

[105] Sakar, M., Balakumar, S., Saravanan, P., Jaisankar S.N., 2013. Annealing temperature mediated physical properties of bismuth ferrite ($BiFeO_3$) nanostructures synthesized by a novel wet chemical method, *Materials Research Bulletin*, **48**, 2878–2885.

[106] Biasotto, G., Simoes, A.Z., Foschini, C.R., Zaghete, M.A., Varela, J.A., Longo, E., 2011. Microwave-hydrothermal synthesis of perovskite bismuth ferrite nanoparticles, *Materials Research Bulletin*, **46**, 2543–2547.

[107] Fruth, V., Mitoseriu, L., Berger, D., Ianculescu, A., Matei, C., Preda, S., Zaharescu, M., 2007. Preparation and characterization of $BiFeO_3$ ceramic, *Progress in Solid State Chemistry*, **35**, 193-202.

[108] Lisnevskaya, I. V., Petrova, A.V., 2009. Low-Temperature Synthesis of the Multiferroic Compound $BiFeO_3$, *Inorganic Materials*, **45**, 8, 930-934.

[109] Aksu Canbay C., 2010. Bakır Bazlı Şekil Hatırlamalı Alaşım Üretimi ve Alaşımların Yapısal, Termal ve Elektriksel Özelliklerinin İncelenmesi, *Doktora Tezi*, Fırat Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Fizik Anabilimdalı, Elazığ.

[110] Chen, X.-Z., Qiu, Z.-C., Zhou J.-P., Zhu, G., Bian, X.-B., Liu, P., 2011. Large-scale growth and shape evolution of bismuth ferrite particles with a hydrothermal method, *Materials Chemistry and Physics*, **126**, 560–567

[111] Aguiar, E.C., Ramirez, M.A., Moura, F., Varela, J.A., Longo, E., Simoes, A.Z., 2013. Low-temperature synthesis of nanosized bismuth ferrite by the soft chemical method. *Ceramics International*, **39**, 13-20.

[112] Xu, J.-H., Ke, H., Jia D.-C., Wang, W., Zhou, Y., 2009. Low-temperature synthesis of $BiFeO_3$ nanopowders via a sol–gel method, *Journal of Alloys and Compounds*, **472**, 473-477.

[113] Chaudhuri, A., Mitra S., Mandal M., Mandal K., 2010. Nanostructured bismuth ferrites synthesized by solvothermal process, *Journal of Alloys and Compounds*, **491**, 703-706

[114] Chandradass, J., Kim, K.H., 2010. Nano-$LaFeO_3$ powder preparation by calcining an emulsion precursor, *Materials Chemistry and Physics*, **122**, 329-332

[115] John Berchmans L., Sindhu, R., Angappan S., Augustin C.O., 2008. Effect of antimony substitution on structural and electrical properties of $LaFeO_3$, *journal of materials processing technology*, **207**, 301-306.

[116] Wang, X., Zhang, Y., Wu, Z., 2010. Magnetic and optical properties of multiferroic bismuth ferrite nanoparticles by tartaric acid-assisted sol–gel strategy, *Materials Letters*, **64**, 486-488.

[117] Wang, X., Lin, Y., Ding, X., Jiang, J., 2011. Enhanced visible-light-response photocatalytic activity of bismuth ferrite nanoparticles, *Journal of Alloys and Compounds*, **509**, 6585-6588.

[118] Azam A., Jawad A., Ahmed A. S., Chaman M., Naqvi A.H., 2011. Structural, optical and transport properties of Al^{3+} doped $BiFeO_3$ nanopowder synthesized by solution combustion method, *Journal of Alloys and Compounds*, **509**, 2909-2913

[119] Phokha S., Pinitsoontorn S., Maensiri S., Rujirawat S., 2014. Structure, optical and magnetic properties of $LaFeO_3$ nanoparticles prepared by polymerized complex method, *J Sol-Gel Sci Technol*, **71**, 333-341.

[120] Aydin H., Tataroglu A., Al-Ghamdi Ahmed A., Yakuphanoglu F., El-Tantawy Farid, Farooq W.A., 2015. A novel type heterojunction photodiodes formed junctions of Au/LiZnSnO and LiZnSnO/p-Si in series, *Journal of Alloys and Compounds*, **625**, 18–25

[121] Soylu M., Aydin H., Al-Ghamdi Ahmed A., Farooq W. A., Yakuphanoglu F., 2014. Study of optical and electrical assessments of the quaternary MgZnSnO system containing different Mg content, *J Mater Sci: Mater Electron*, **25**, 4235–4245.

[122] Yang X, Zhang Y., Xu G., Wei X., Ren Z., Shen G., Han G., 2013. Phase and morphology evolution of bismuth ferrites via hydrothermal reaction route, *Materials Research Bulletin*, **48**, 1694–1699.

[123] Gao T., Chen Z., Huang Q., Niu F., Huang X., Qin L. And Huang Y., 2015. A Review: Preparation Of Bismuth Ferrite Nanoparticles and Its Applications In Visible-Light Induced Photocatalyses, *Rev. Adv. Mater. Sci.*, **40**, 97-109.

[124] Srivastav S. K., Gajbhiye N. S., 2012. Low Temperature Synthesis, Structural, Optical and Magnetic Properties of Bismuth Ferrite Nanoparticles, *J. Am. Ceram. Soc.*, **95** [11], 3678–3682.

[125] Abazari R., Sanati S., 2013. Perovskite $LaFeO_3$ nanoparticles synthesized by the reverse microemulsion nanoreactors in the presence of aerosol-OT: Morphology, crystal structure, and their optical properties, *Superlattices and Microstructures*, **64**, 148–157.

[126] Phokha S., Pinitsoontorn S., Maensiri S., Rujirawat S., 2014. Structure, optical and magnetic properties of $LaFeO_3$ nanoparticles prepared by polymerized complex method, *J Sol-Gel Sci Technol*, **71**, 333–341.

[127] John Berchmans L., Sindhu R., Angappan S., Augustin C.O., 2008. Effect of antimony substitution on structural and electrical properties of $LaFeO_3$, *journal of materials processing technology*, **207**, 301-306.

[128] Naseem S., Khan W., Singh B.R., Naqvi A.H., 2015. Room Temperature Optical and Dielectric Properties of Sr and Ni Doped Lanthanum Ferrite Nanoparticles, *AIP Conference Proceedings*, **1665**, 050048.

[129] Wang J., Liu Q., Xue D., Li F., 2002. Synthesis And Characterization of Lafeo$_3$ Nano Particles, *Journal of material science letter*, **21**, 1059-1062.

[130] Akalp D., 2010. Kurşun İçermeyen Ve Kurşun Esaslı Ferroelektrik Seramiklerin Elektriksel Karakterizasyonu, *Yüksek Lisans Tezi*, Gebze Yüksek Teknoloji Enstitüsü Mühendislik Ve Fen Bilimleri Enstitüsü Malzeme Bilimi Ve Mühendisliği Anabilim Dalı, Gebze.

[131] Efe C., 2011. Ferroelektrik Seramiklerin Elektrik ve Mekanik Özelliklerinin Araştırılması, *Yüksek Lisans Tezi*, Gebze Yüksek Teknoloji Enstitüsü Bölüm: Mühendislik ve Fen Bilimleri Enstitüsü, Gebze.

[132] Chybczynska K., Markiewicz E., Błaszyk M., Hilczer B., Andrzejewski B., 2016. *Journal of Alloys and Compounds*, **671**, 493-501.

[133] Chaudhuri A, Mandal K., 2014. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, **353**, 57–64

[134] Sun Y., Xiong X., Xia Z., Liu H., Zhou Y., Luo M., Wang C., 2013. *Ceramics International*, **39**, 4651–4656

[135] Bhole C. P., 2011, *Archives of Applied Science Research*, **3**, [5], 384-389

[136] Manzoor A., Afzal A.M., Amin N., Imran Arshad M., Usman M., Rasool M.N., Khan M.F., 2016, *Ceramics International*, **42**, 11447–11452

[137] Aydın C., Abd El-sadek M.S., Zheng K., Yahia I.S., Yakuphanoglu F., 2013, *Optics and Laser Technology*, **48,** 447–452.

[138] Kumar M., Yadav K. L., 2006. *Journal of Applied Physics*, **100**, 074111.

[139] Kumar A., Yadav K.L., 2011. *Materials Science and Engineering B,* **176,** 227–230

[140] Cai W., Fu C., Hu W., Chen G., Deng X., 2013. *Journal of Alloys and Compounds*, **554**, 64-71.

ÖZGEÇMİŞ

1. KİŞİSEL BİLGİLER

Adı Soyadı : Cihat AYDIN
Doğum Yeri : ELAZIĞ
Doğum Tarihi : 8 Mart 1980
Medeni Hali : Evli

2. İŞ DENEYİMİ

Araştırma Görevlisi :2012- 2017
Fırat Üniversitesi Teknoloji Fakültesi Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü
Arş. Gör. Dr. :2017- Devam Ediyor
Fırat Üniversitesi Teknoloji Fakültesi Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü

3. ÖĞRENİM DURUMU

- **2013-2017 DOKTORA**
  Fırat Üniversitesi
  Fen Bilimleri Enstitüsü
  Metalurji ve Malzeme Mühendisliği A.B.D.
  1.Danışman : Prof. Dr. Mustafa TAŞKIN
  2.Danışman : Prof. Dr. Fahrettin YAKUPHANOĞLU

- **2008-2010 YÜKSEK LİSANS**
  Fırat Üniversitesi
  Fen Bilimleri Enstitüsü
  Metalurji ve Malzeme Mühendisliği A.B.D.
  Danışman : Prof. Dr. Mustafa AKSOY

- **2000-2004 LİSANS**
  Afyon Kocatepe Üniversitesi
  Uşak Mühendislik Fakültesi
  Seramik Mühendisliği Bölümü

4. UZMANLIK ALANLARI

İleri Teknoloji Seramikleri, Nano Malzemeler ve Üretim Teknikleri, Nano Tozlar, Yarıiletkenlerin Üretilmesi ve Karakterizasyonu, Sol-Jel Metodu, Nano Elektro Seramikler, Hidrotermal Yöntem

5. YAYINLAR

5.1. Uluslararası Hakemli Dergilerde Yayımlanmış Makaleler (SCI & SSCI & Arts and Humanities)

5.1.1. C. Aydın, MSA. El-Sadek, K. Zheng, I.S. Yahia, F. Yakuphanoglu, "Synthesis, diffused reflectance and electrical properties of nanocrystalline Fe-doped ZnO via sol–gel calcination technique", Optics & Laser Technology 48 (2013) 447–452

5.1.2. C. Aydın, HM. El-Nasser, F. Yakuphanoglu, I.S. Yahia, M. Aksoy," Nanopowder synthesis of aluminum doped cadmium oxide via sol–gel calcination processing",Journal of Alloys and Compounds, Journal of Alloys and Compounds, 509 (2011) 854–858

5.1.3. H. Aydin, H.M. El-Nasser, C. Aydin, A.A. Al-Ghamdi, F. Yakuphanoglu," Synthesis and characterization of nanostructured undoped and Sn-doped ZnO thin films via sol–gel approach", Applied Surface Science 350 (2015) 109–114

5.1.4. C. Aydın, M. Benhaliliba, A.A. Al-Ghamdi, Z.H. Gafer, F. El-Tantawy, F. Yakuphanoglu,"Determination of optical band gap of ZnO: $ZnAl_2O_4$ composite semiconductor nanopowder materials by optical reflectance method", Journal of Electroceramics 31 (1-2), 265-270, (2013)

5.1.5. H. Aydin, S.A. Mansour, C. Aydin, A.A. Al-Ghamdi, O.A. Al-Hartomy, Farid El-Tantawy, F. Yakuphanoglu,"Optical properties of nanostructure boron doped NiO thin films", J Sol-Gel Sci Technol (2012) 64, 728–733

5.1.6. C. Aydın, O.A Al-Hartomy, A.A. Al-Ghamdi, F. Al-Hazmi, I.S. Yahia, F. El-Tantawy, F. Yakuphanoglu,"Controlling of crystal size and optical band gap of CdO nanopowder semiconductors by low and high Fe contents", J Electroceram (2012) 29:155–162

5.1.7. M. Benhaliliba, C.E. Benouis, F. Yakuphanoglu, A. Tiburcio-Silver, C. Aydin, S. Hamzaoui, Z. Mouffak,"Detailed investigation of submicrometer-sized grains of chemically sprayed ($Sn_{1-x}Al_x$, O2)($0 \leq x \leq 0.085$) thin films", Journal of Alloys and Compounds 527 (2012) 40–47

5.1.8. C. Aydın, S.A. Mansour, Z.A. Alahmed, F. Yakuphanoglu,"Structural and optical characterization of sol–gel derived boron doped Fe_2O_3 nanostructured films", Journal of sol-gel science and technology (2012) 62:397–403

5.1.9. H. Aydın, C. Aydın, A.A. Al-Ghamdi, W.A. Farooq, F. Yakuphanoglu," Refractive index dispersion properties of Cr-doped ZnO thin films by sol–gel spin coating method",Optik-International Journal for Light and Electron Optics, 127 (2016) 1879–1883

5.1.10. A. Orhan, C. Aydin, H. Aydin, A.A. Al-Ghamdi, F. El-Tantawy, F. Yakuphanoglu,"Synthesis and optical properties of iron doped gallium nitride nanostructures by sol gel method", Microsystem Technologies 21 (6), 1219-1224, (2015)

5.1.11. Ömer Guler, Seval Hale Guler, Fahrettin Yakuphanoglu, Handan Aydin, Cihat Aydin, Farid El-Tantawy, El-Shazly M. Durai,"Electrical and Optical Properties of Carbon Nanotube Hybrid Zinc Oxide Nanocomposites prepared by ball mill technique", Fullerenes, Nanotubes and Carbon Nanostructures (2014) 23, 865–869

5.1.12. C. Aydin, N.M. Khusayfan, A.A. Al-Ghamdi, F. El-Tantawy, W.A. Farooq, F. Yakuphanoglu," Facile synthesis, electrical and optical properties of Cu-doped GaN nanorods by sol–gel technique", Journal of Sol-Gel Science and Technology 76 (1), 68-75, 2016

6.2. Uluslararası Bilimsel Toplantılarda Sunulan ve Bildiri Kitabında (Proceedings) Basılan Bildiriler

6.2.1. Cihat Aydin, H.Aydin, M.Aksoy and F.Yakuphanoglu, "Nanostructure ZnO Semiconductor Materials Synthesized by Sol–Gel Technique", Eg-MRS 2010, THE XXVII CONFERENCE, Solid State Science and Materials Physics WORKSHOP Functional Nanostructures and Hybrid Organic-Inorganic Materials 22th - 25th March 2010, Fayoum, Egypt (P 120)

6.2.2. Cihat Aydin, H.Aydin, M.Aksoy, F.Yakuphanoglu ,"Structural, optical and electrical properties of Al-doped ZnO nanocrystalline powders prepared by calcination sol-gel route" ,ThinFilms2010&Compo2010, 11th - 14th July 2010, Harbin, China (P 191)

6.2.3. Cihat Aydin, H.Aydin, E.Güzel ," ZnO nanofiber films for UV sensor applications", 5th Szeged International Workshop on Advances in Nanoscience (SIWAN5), 24-27 October 2012, Szeged/HUNGARY (P:48-49)

6.2.4. Cihat Aydin, H.Aydin, F.Yakuphanoglu,"Synthesis of BN nanocrystals by hydrothermal method",1st Internatıonal Nanoscience and Nanotechnology for Next Generation Conference (NanoNG'2014),20-22 August 2014,Elazig,TURKEY

6.2.5. Cihat Aydin,H.Aydin,F.Yakuphanoglu,"GaN Powders from Ammonolysis: Influence of Doping on Structure and Electrical properties",1st Internatıonal Nanoscience and Nanotechnology for Next Generation Conference(NanoNG'2014),20-22 August 2014,Elazig,TURKEY

6.2.6. Cihat Aydin,H.Aydin,F.Yakuphanoglu,"Synthesis and structural properties undoped and Ni-doped of GaN powders",1st Internatıonal Nanoscience and Nanotechnology for Next Generation Conference(NanoNG'2014),20-22 August 2014,Elazig,TURKEY

6.2.7. H.Aydin,Cihat Aydin,F.Yakuphanoglu,"Optical characteristics of LaCaMnO thin films prepared by sol-gel technique",1st Internatıonal Nanoscience and Nanotechnology for Next Generation Conference(NanoNG'2014),20-22 August 2014,Elazig,TURKEY

6.2.8. Cihat Aydin,H.Aydin,F.Yakuphanoglu,"Preparation and Characterization of NiMnZnO Nano-fiber Thin Films",Science and Applications of Thin Films, Conference & Exhibition (SATF 2014)",15-19 September, Çeşme,İzmir/TURKEY

6.2.9. H.Aydin,Cihat Aydin,F.Yakuphanoglu,"Structural and Optical characterization of nanostructured Al–Zn–Sn–O Thin Films",1st Internatıonal Nanoscience and Nanotechnology for Next Generation Conference,20-22 August 2014,Elazig,TURKEY

6.2.10. Cihat Aydin,H.Aydin,F.Yakuphanoglu,"Characterization of Al - Doped Zinc Oxide Thin Films for Nanomaterial Applications",1st Internatıonal Nanoscience and Nanotechnology for Next Generation Conference(NanoNG'2014),20-22 August 2014,Elazig,TURKEY

6.2.11. H. Aydin, Cihat Aydin, F. Yakuphanoglu,"Synthesis and Optical Properties Nanostructure of Sn Doped Zinc Oxide Thin Films",Science and Applications of Thin Films, Conference & Exhibition (SATF 2014)",15-19 September, Çeşme,İzmir/TURKEY

6.2.12. O.Guler, H.Aydin, Cihat Aydin, S.H. Guler, F.Yakuphanoglu"Morphological and Optical Properties of Cr-doped ZnO Thin Films Prepared by Sol–Gel Spin Coating Method",Science and Applications of Thin Films, Conference & Exhibition (SATF 2014),15-19 September, Çeşme,İzmir/TURKEY

6.2.13. O.Guler, H.Aydin, S.H. Guler, Cihat Aydin, "The Effect to Properties of ZnO-Carbon Nanotube Composites Sintering Temperature", 1sn International Organic Electronic Material Technologies Conference (OEMT 2015), 25-28 March 2015, Elazig/TURKEY

6.2.14. Cihat Aydin, B.Cicek Ozkan, H.Aydin, F. Yakuphanoglu,"Structure of Perylene/Graphene Oxide organic nanocomposite", 1st International Organic Electronic Material Technologies Conference (OEMT 2015), 25-28 March 2015, Elazig/TURKEY

6.2.15. Cihat Aydin, F. Yakuphanoglu,"Characterization of undoped and Graphene Oxide doped Poly (9-vinylcarbazole) (PVK) Organic Films ", 1st International Organic Electronic Material Technologies Conference (OEMT 2015), 25-28 March 2015, Elazig/TURKEY

6.2.16. Cihat Aydin, F. Yakuphanoglu,"Synthesis and Electrical properties of Graphene Oxide/SnO2 nanocomposites by microwave hydrothermal technique", 1st International Organic Electronic Material Technologies Conference (OEMT 2015), 25-28 March 2015, Elazig/TURKEY

6.2.17. Cihat Aydin, H.Aydin, B.Cicek Ozkan, F. Yakuphanoglu,"Copper(II) phthalocyanine(CuPc)/Graphene Oxide(GO) Nanocomposites", 1st International Organic Electronic Material Technologies Conference (OEMT 2015), 25-28 March 2015, Elazig/TURKEY

6.2.18. Cihat Aydin, F. Yakuphanoglu,"Investigation of Electrical properties of nanostructured Al doped SnO_2 powders", 1st International Organic Electronic Material Technologies Conference (OEMT 2015), 25-28 March 2015, Elazig/TURKEY

6.2.19. H.Aydin, Cihat Aydin, F. Yakuphanoglu,"Structural properties of Fe-doped Tin(II) oxide nanocrystalline powders prepared by sol-gel calcination route", 1st International Organic Electronic Material Technologies Conference (OEMT 2015), 25-28 March 2015, Elazig/TURKEY

6.2.20. Cihat Aydin, M. Taskin, F. Yakuphanoglu, "Characterization of Graphene Oxide doped $BiMnO_3$ Nanoelectroceramics", 2nd International Nanoscience and Nanotechnolgy for Next Generation (NaNoNG) 2015 Conference, 29-31 October 2015, Kemer, Antalya/TURKEY

6.2.21. Cihat Aydin, M. Taskin, F. Yakuphanoglu, "Synthesis and characterization of $LaFeO_3$ nano particles", 2nd International Nanoscience and Nanotechnolgy for Next Generation (NaNoNG) 2015 Conference, 29-31 October 2015, Kemer, Antalya/TURKEY

6.2.22. Cihat Aydin, M. Taskin, F. Yakuphanoglu, "Influence of the Graphene Oxide on the Structural Properties of $YMnO_3$ Obtained from Hydrothermal Method", 2nd International Nanoscience and Nanotechnolgy for Next Generation (NaNoNG) 2015 Conference, 29-31 October 2015, Kemer, Antalya/TURKEY

6.2.23. Cihat Aydin, M. Taskin, F. Yakuphanoglu, "Low-Temperature Synthesis of Nanosized $BiFeO_3$ by Hydrothermal Method", 1st International Advanced and Functional Materials Technologies (AFMAT 2015) Conference, 26-28 October 2015, Kemer, Antalya/TURKEY

6.2.24. Cihat Aydin, M. Taskin, F. Yakuphanoglu, "Characterization and Optical Properties of Graphene Oxide Doped $LaMnO_3$ Nanostructures", 1st International Advanced and Functional Materials Technologies (AFMAT 2015) Conference, 26-28 October 2015, Kemer, Antalya/TURKEY

6.2.25. Cihat Aydin, M. Taskin, F. Yakuphanoglu, "Synthesis of yttrium ferrite /Graphene Oxide Nanocomposites and Its magnetic properties", 1st International Advanced and Functional Materials Technologies (AFMAT 2015) Conference, 26-28 October 2015, Kemer, Antalya/TURKEY

6.2.26. Cihat Aydin, H. Aydin, M. Taskin, F. Yakuphanoglu, "The improving with graphene oxide of the electrical behavior of lanthanum ferrite nano electroceramics by hydrothermal route", 5 th International Nanomaterials and Nanotechnology (NanoOstrava 2017) conference, May 22 - 25, New aula, VŠB-TU Ostrava, Czech Republic

6.2.27. Cihat Aydin, H. Aydin, M. Taskin, F. Yakuphanoglu, "Physics, chemistry and synthesis of structurally modified yttrium manganite-based nano materials for multifunctional applications", 5 th International Nanomaterials and Nanotechnology

(NanoOstrava 2017) conference, May 22 - 25, New aula, VŠB-TU Ostrava, Czech Republic

6.3. Eserlerine Yapılan Atıflar

Toplam Atıf sayısı : 180 (h-Index=6) (Google Scholar verilerine göre)

7. ULUSAL & ULUSLARARASI PROJELER

7.1. "Elazığ Yöresi Killerinin Seramik Sanayiinde Kullanılabilirliğinin Araştırılması", 1172 Nolu FÜBAP-(Fırat Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Koordinasyon Birimi) Projesi, Araştırmacı, 2007

7.2. "Metal Oksit Katkılı Yarıiletken Malzemelerinin Üretilmesi ve Elektriksel Özelliklerinin İncelenmesi", 1838 Nolu FÜBAP-(Fırat Üniversitesi Bilimsel Bilimsel Araştırma Projeleri Koordinasyon Birimi) Projesi, Araştırmacı, 2010.

7.3. "Grafen esaslı nano elektroseramiklerin üretilmesi ve karakterizasyonu, FF.16.29 Nolu FÜBAP-(Fırat Üniversitesi Bilimsel Bilimsel Araştırma Projeleri Koordinasyon Birimi) Projesi, Araştırmacı, 2017

7.4. "Yeni Sıvı Kristal Polimerlerin Sentezi ve Elektro-Optik Özelliklerinin İncelenmesi", 108T722 Nolu TÜBİTAK Araştırma Projesi, Bursiyer, 2009

8. BİLİMSEL ETKİNLİKLER

8.1. 1st International Nanoscience and Nanotechnolgy for Next Generation (NanoNG) 2014 Conference, 20-22 August 2014, Elazig, Turkey (MEMBER OF ORGANISING COMMITTEE)

8.2. 1st International Nanoscience and Nanotechnolgy for Next Generation (NanoNG) 2014 Conference, 20-22 August 2014, Elazig, Turkey (CONFERENCE SECRETARY)

8.3. Organic Electronic Material Technologies, OEMT'2015 ,International Conference, 25-28 March 2015, Elazig, Turkey (MEMBER OF ORGANISING COMMITTEE)

8.4. Organic Electronic Material Technologies, OEMT'2015 ,International Conference, 25-28 March 2015, Elazig, Turkey (CONFERENCE SECRETARY)

8.5. 2nd International Nanoscience and Nanotechnolgy for Next Generation (NaNoNG) 2015 Conference, 29-31 October 2015, Kemer, Antalya/Turkey, (CONFERENCE SECRETARY)

8.6. 1st International Advanced and Functional Materials Technologies (AFMAT 2015) Conference, 26-28 October 2015, Kemer, Antalya/Turkey, (CONFERENCE SECRETARY)

9. ALINAN EĞİTİM VE SERTİFİKALAR

9.1. "Temel Bilimlerde 1001 Araştırma Projesi Hazırlama Eğitimi Programı", 01 - 03 November 2013, Elazig, Turkey (PARTICIPANT)

9.2. "Turkish-German Workshop For Graphene Based Electronic Devices",21-23 May 2014, Elazig,Turkey (PARTICIPANT)

9.3. "Tranmission Electron Microscopy(TEM) User Training"(JEOL), 07-11 January 2014, Anadolu University, Eskisehir/TURKEY

9.4. "Scanning Electron Microscopy(SEM) User Training"(SEC), 06-09 May 2011, TEKNO-TIP ,Ankara/TURKEY

9.5. "Atomic Force Microscopy(AFM) User Training"(PARK SYSTEM), 06-09 July 2009, Firat University, Elazig/TURKEY

9.6. "TS 18001 Occupational Health and Safety Management System Basic and Documentiation", 15-19 December 2012, Elazig, Turkey (Training Certificate Number : MD1000-23042FU)

9.7. "ISO 9001:2008 Quality Management System Basic and Documentiation", 15-19 December 2012, Elazig, Turkey (Training Certificate Number : MD1000-23042FU)

9.8. "ISO 9001:2008 Internal Quality Audit and Internal Auditor", 15-19 December 2012, Elazig, Turkey (Training Certificate Number : MD1000-23042FU)