

**T.C.**  
**YILDIZ TEKNİK ÜNİVERSİTESİ**  
**FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**

**POLİMER LATEKSLERDEN GÖRÜNÜR BÖLGEDE IŞIK**  
**GEÇİRGENLİĞİ İZLENEREK FİLM OLUŞUMU**  
**AŞAMALARININ İNCELENMESİ**

**Tugay EKİNCİ**

YÜKSEK LİSANS TEZİ

Fizik Anabilim Dalı

Fizik Programı

Danışman

Doç. Dr. Önder YARGI

Aralık, 2020

**T.C.**

**YILDIZ TEKNİK ÜNİVERSİTESİ**

**FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**

**POLİMER LATEKSLERDEN GÖRÜNÜR BÖLGEDE IŞIK  
GEÇİRGENLİĞİ İZLENEREK FİLM OLUŞUMU  
AŞAMALARININ İNCELENMESİ**

Tugay EKİNCİ tarafından hazırlanan tez çalışması 23.12.2020 tarihinde aşağıdaki jüri tarafından Yıldız Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Fizik Anabilim Dalı, Fizik Programı **YÜKSEK LİSANS TEZİ** olarak kabul edilmiştir.

Doç. Dr. Önder YARGI  
Yıldız Teknik Üniversitesi  
Danışman

**Jüri Üyeleri**

Doç. Dr. Önder YARGI, Danışman  
Yıldız Teknik Üniversitesi

Prof. Dr. Çiğdem NUHOĞLU, Üye  
Yıldız Teknik Üniversitesi

Dr. Öğretim Üyesi İbrahim İNANÇ, Üye  
Ondokuz Mayıs Üniversitesi

---

---

---

Danışmanım Doç. Dr. Önder Yargı sorumluluğunda tarafımca hazırlanan Polimer Latekslerden Görünür Bölgede Işık Geçirgenliği İzlenerek Film Oluşumu Aşamalarının İncelenmesi başlıklı çalışmada veri toplama ve veri kullanımında gerekli yasal izinleri aldığımı, diğer kaynaklardan aldığım bilgileri ana metin ve referanslarda eksiksiz gösterdiğimi, araştırma verilerine ve sonuçlarına ilişkin çarpıtma ve/veya sahtecilik yapmadığımı, çalışmam süresince bilimsel araştırma ve etik ilkelerine uygun davrandığımı beyan ederim. Beyanımın aksinin ispatı halinde her türlü yasal sonucu kabul ederim.

Tugay EKİNCİ

İmza

## TEŐEKKÜR

---

Bu tez alıőmamda beni destekleyen hoőgörösünü ve yardımlarını esirgemeyen yol gösteren SAYIN Do. Dr. Önder YARGI hocama saygı ve teőekkürlerimi sunarım.

Bu noktaya gelmemde, üniversite yüksek lisans eğitimi tamamlamamda ve hayatımın her anında yanımda olan, desteęini ve sevgisini hiç esirgemeyen annem Őerife Han EKİNCİ'ye sonsuz teőekkürler.

Tugay EKİNCİ

# İÇİNDEKİLER

---

<b>SİMGE LİSTESİ</b>	<b>vii</b>
<b>KISALTMA LİSTESİ</b>	<b>viii</b>
<b>ŞEKİL LİSTESİ</b>	<b>ix</b>
<b>TABLO LİSTESİ</b>	<b>x</b>
<b>ÖZET</b>	<b>xi</b>
<b>ABSTRACT</b>	<b>xiii</b>
<b>1 GİRİŞ</b>	<b>1</b>
1.1 Literatür Özeti . . . . .	1
1.2 Tezin Amacı . . . . .	2
1.3 Hipotez . . . . .	2
<b>2 DENEYSEL ÇALIŞMA</b>	<b>3</b>
2.1 Polisteren, (PS) Filmlerinin Hazırlanışı . . . . .	3
2.2 Poli Akrilamid, (PAAM) Filmlerinin Hazırlanışı . . . . .	3
2.3 PS/ALGINATE Filmlerinin Hazırlanışı . . . . .	3
2.4 PS/Na-ALGINATE ve PS/POLY ACRYLAMIDE Filmlerinin Ölçümleri	4
2.5 Film Oluşumu Modelleri . . . . .	4
<b>3 DENEYSEL SONUÇLAR VE TARTIŞMA</b>	<b>5</b>
3.1 PS/PAAM Filmlerinden Film Oluşumunun Foton Geçirgenlik Tekniği ile İncelenmesi . . . . .	5
3.1.1 Deneysel Sonuçlar . . . . .	5
3.1.2 Aktivasyon Enerjilerinin Hesaplanması . . . . .	13

3.2 PS/Alg Filmlerinden Film Oluşumunun Foton Geçirgenlik Tekniği ile İncelenmesi . . . . .	16
<b>4 SONUÇ VE ÖNERİLER</b>	<b>26</b>
<b>KAYNAKÇA</b>	<b>27</b>
<b>Tezden Üretilmiş Yayınlar</b>	<b>30</b>

## SİMGE LİSTESİ

---

$T_o$	Başlangıç Sıcaklığı
$I_{tr}$	Filmden Geçen Işık Şiddeti
$T_g$	Geçiş Sıcaklığı
$I_o$	Gelen Işık Şiddeti
$T_h$	Kaynaşma Sıcaklığı

## KISALTMA LİSTESİ

---

AAM	Monomer Akrilamid
APS	Amonyum Persulfat
BİS	METIKLENBISAKRILAMID
KPS	Potasyum Persulfat
PS/PMMA	Polystrene-Polyacrylamide
PS-ALG	Polystrene-Na-Alginate
PT	Prager-Tirrell
SANS	Small-Angle Neutron Scattering
SSF	Steady State Fluorescence
TEM	Transmission Electron Microscopy
UVV	UV-Visible



## ŞEKİL LİSTESİ

- Şekil 3.1** PAAM içinde (a) 20 PS(ağırlık,%) ve (b) 60 PS (ağırlık,%) içeriğinin SEM görüntüleri. . . . . 6
- Şekil 3.2** Fırında geleneksel ısıtma ve INFRARED ISITMA ile tavlanan PS katkılateks film için sıcaklığa karşı geçen ışık ( $I_{tr}$ ).. . . . . 7
- Şekil 3.3** Tavlama öncesi (a) ve 150 °C'de fırın (b) ve INFRARED ISITMA sisteminde (c) tavlama sonrası 60 PS (ağırlıkça%) içerikli filmlerin SEM görüntüleri. . . . . 9
- Şekil 3.4** (a) Fırında ve INFRARED ISITMA ile tavllanmış %PS- $T_o$  ve %PS- $T_h$  grafiği. . . . . 10
- Şekil 3.5** Fırında(a,b,c) ve INFRARED ISITMA(d,e,f) için  $I_{tr}$ -%PS grafiği. 11
- Şekil 3.6** 60 °C de INFRARED ISITMA ile %10 PS nin SEM resmi. . . . . 12
- Şekil 3.7** Fırın ve INFRARED ISITMA ile ısıtılan filmlerin boşluk doldurma;  $\Delta H$  ve İnterdifüzyon;  $\Delta E$  enerjileri . . . . . 15
- Şekil 3.8** Işık şiddetinin Fırında (a, c) ve INFRARED ISITMA sisteminde (b, d) sıcaklığa bağlı değişimi. . . . . 18
- Şekil 3.9** (a) Oda sıcaklığı (b) Fırın(150 °C) ve (c) INFRARED ISITMA (150 °C) de %80 PS katkılı kompozitlerin SEM Resmi. . . . . 19
- Şekil 3.10** Fırında (a, b) ve INFRARED ISITMA sisteminde (c, d) tavlanan kompozit filmler için PS nin  $I_{tr}$  ye bağlı değişimi.. . . . . 20
- Şekil 3.11** Fırında (dolu daire) ve INFRARED ISITMA sisteminde (açık daire) tavllanmış kompozit filmler için PS içeriğine göre başlangıç  $T_o$ ,kaynaşma  $T_h$ , sıcaklıklarının değişimi . . . . . 21
- Şekil 3.12** Fırında ve INFRARED ISITMA ile ısıtılan filmler için (a) $\Delta H$  ve (b) $\Delta E$  nin PS ye göre değişimi . . . . . 23
- Şekil 3.13** Farklı sürelerde fırında (a) ve INFRARED ISITMA de(b) ısıtılan filmlerin  $T(^{\circ}C)$ - $I_{tr}$  grafiği. . . . . 24
- Şekil 3.14** 10, 20 ve 30 dakika fırında ve INFRARED ISITMA'de filmlerin  $T(^{\circ}C)$ - $I_{tr}$  grafiği . . . . . 25

## TABLO LİSTESİ

---

- Tablo 3.1** INFRARED ISITMA için boşluk kapama; Void Closure ( $\Delta H$ ) ve Arayüzey; Interdiffusion ( $\Delta E$ ) Aktivasyon enerjileri.....14
- Tablo 3.2** Fırında ısıtma için boşluk kapama; Void Closure ( $\Delta H$ ) ve Ara yüzey; Interdiffusion ( $\Delta E$ ) Aktivasyon enerjileri .....14

## **Polimer Latekslerden Görünür Bölgede Işık Geçirgenliği İzlenerek Film Oluşumu Aşamalarının İncelenmesi**

Tugay EKİNCİ

Fizik Anabilim Dalı

Yüksek Lisans Tezi

Danışman: Doç. Dr. Önder YARGI

Bu tez, iki ayrı lateks kompozit sistemin çalışmasından oluşmaktadır: PS/PAAM ve PS/Na-Alg kompozit filmlerinin film oluşum davranışına olan etkisi incelenmiştir. Lateks kompozitlerin film oluşumunu incelemek için foton geçirgenlik tekniği kullanılmıştır ve geçen ışık şiddeti  $I_{tr}$ , ısıtma süreçleri boyunca izlenmiştir. Tavlama için INFRARED ISITMA ve geleneksel fırında(Konvektif) ısıtma yöntemi kullanılarak birbirlerine göre olan farkları ve Infrared lamba altında ısıtma sürelerinin kompozit filmlerdeki film oluşumuna olan etkisi incelenmiştir. INFRARED ISITMA sistemi kullanıldığında film oluşum işleminin fırındakilere göre daha düşük sıcaklıklarda tamamlandığı görülmüştür. Bu, INFRARED ISITMA'nin fırındaki standart ısıtmadan daha etkili olduğunu açıkça göstermektedir. Isıtma ve soğutma süreci boyunca  $I_{tr}$  deki yükselme ve

düşme sırasıyla “void closure” ve “interdiffusion” süreçleri ile açıklanmıştır. Film oluşumu aşamaları modellendirilip karşılık gelen aktivasyon enerjileri de hesaplanmıştır.

**Anahtar Kelimeler:** Kompozit, infrared, boşluk kapama, arayüzey.

## **Investigation of Film Formation Stages by Monitoring Light Transmittance in Visible Region from Polymer Latex**

Tugay EKİNCİ

Department of Physics

Master of Science Thesis

Advisor: Assoc. Prof. Dr. Önder YARGI

This thesis consists of the study of two different latex composite systems: The effect of PS/PAAM and PS/Na-Alg composite films on the film formation behavior was investigated. To understand the film formation behavior of latex composites, photon transmission technique was used and the transmitted light intensity  $I_{tr}$  was monitored during the heating processes. For annealing, using Infrared and conventional furnace (Convective) heating method, the differences between each other and the effect of heating times under the Infrared lamp on the film formation in composite films were investigated. When using the Infrared Heating system, it has been observed that the film formation process is completed at lower temperatures than in the oven. This clearly shows that Infrared heating is more effective than standard heating in the oven. Throughout the heating and cooling process, the rise and fall in  $I_{tr}$  is explained by the "void closure" and "interdiffusion" processes, respectively.

The film formation steps were modeled and the corresponding activation energies were also calculated.

**Keywords:** Composite, infrared, void closure, interdiffusion.

### 1.1 Literatür Özeti

Polimer latekslerin kullanım alanları oldukça geniş olup bunlardan bazıları boyalar, kaplamalar ve kozmetiktir [1]. Tek bileşenli latekslerin [2,3–6]. kuru filmleri zayıf mekanik özelliklere sahip oldukları için, iki veya daha fazla farklı cam geçiş sıcaklığına sahip ( $T_g$ ) değerli [7,8] polimer içeren kompozit lateks Bu kompozit filmler yüksek ısı direncine, mekanik dayanıklılığa ve darbeye karşı dirence sahip olmakla birlikte zayıf elektiriksel iletkenliğe sahiptir[11-15]. Genel süreçte ve yapısal gelişimde çalışmalar, optiksel, elektiriksel ve mekanik özellikleri içeren kaplama özelliklerinin incelenmesi ile tanımlanmıştır[16-17]. Geçirgen “transmission electron microscopy” (TEM) ve fracture TEM (FFTEM) filmlerin yapısını incelemek için yaygın kullanılır [20-22]. Kurutulmuş freze kullanılmıştır[22]. Küçük açılı nötron saçıcısı “small-angle neutron scattering” (SANS) ise moleküler seviyede film oluşumu için kullanılmıştır[23]. Sperling ve arkadaşları tarafından SANS kullanılarak, sıkıştırılarak kalıplanmış polistren filmleri üzerine kapsamlı çalışmalar gerçekleştirilmiştir. Direkt ışımaz enerji transferi (DET) metodu, yumuşak[24-26] film oluşum işlemi araştırmaları için kullanılmıştır. Kararlı durum floresans “steady state fluorescence” (SSF) tekniği ile (DET) tekniği birleştirilerek, boya etiketli poly(metil metakrilat) (PMMA) lateks sistemlerinde kaynaşma ve interdifüzyon işlemlerini anlamak için kullanılmıştır[27-29]. Son zamanlarda UV-Visible tekniği film oluşumu süresince geçen ışık şiddetini gözlemleyerek PMMA ve polistren (PS) parçacıklarından film oluşumu çalışılmıştır.[30,31]. Film oluşumu üç aşamada gerçekleşir.[32]; ilk adımda, çözücünün buharlaşması İkinci adımda, yumuşak parçacıkların tavlama ve son adım da daha fazla tavlama sonucunda sırasıyla kaynaşma ve interdifüzyon [33, 34] işlemleri gerçekleşir. Sonunda, homojen ve sürekli bir film oluşur.

Polimerler, toz kaplama uygulamalarında yakın kızılötesi aralığında ışığı etkili bir şekilde emer. Bir çalışma, fırın ve Kızılötesi ısıtma arasında, kurutma süresini belirlemek için sulu poli (vinil alkol) çözeltilerine bu iki ısıtma türünü uygulamıştır. Sadece fırın da kurutma için bu süre 120 dakika sürmüştür. Bununla birlikte, konvektif ve IR radyasyon birleştirildiğinde, aynı PVA [35] ile kuruma süresi 15 dakikaya düşmüştür.

## **1.2 Tezin Amacı**

Bu tezde, Polystrene-Na-Alginate (PS-Alg), ve Polystyrene-Polyacrylamide (PS/PAAM) kompozit sistemlerinden geçen ışık şiddeti ( $I_{tr}$ ) Infrared Isıtmadan (INFRARED ISITMA) sonra her farklı sıcaklık için ayı ayrı takip edilerek çalışılmıştır. Foton geçirgenlik (UV-visible) tekniği kullanarak kompozit polimerlerin film oluşum davranışları “boşluk kapama” voidclosure” ve “arayüzey” (interdiffusion) modelleri ile açıklanmıştır.

## **1.3 Hipotez**

Neden Polystrene-Na-Alginate ve Polystrene-Polyacrylamide kullandık? Bunların ikisi de polimer, lateks polimerlerin film oluşum aşamalarını incelemek hep yapılan bir çalışma ve değişik kompozitler kullanılmakta. Polyacrylamide renk bakımından şeffaf bir görüntüsü vardır ve biz de ışık geçirgenliği kullandığımız için bu şeffaflığı kapatan başka bir malzeme kullanmak istedik yani Polystrene. Polystrene opak bir malzemedir, yani birisi şeffaf bir diğeri opak malzemeler tercih ettik. Aynı zamanda Polyacrylamide'in cam geçiş sıcaklığı düşük ve Polystrene'in cam geçiş sıcaklığı yüksek olduğundan, yapılan bu çalışmada ısıtma türlerinin yaratacağı etkiyi ortaya koymak açısından bu malzemeler uygun seçeneklerdi ve INFRARED ISITMA'nın etkisini bize kanıtlamış oldu.



**2.1 Polisteren, (PS) Filmlerinin Hazırlanışı:**

Floresan PS lateksleri, başlatıcı olarak (Potasyum persülfat) KPS kullanılarak stiren monomerinin (Alfa Asea'den% 99 saf) yüzey aktif madde içermeyen bir emülsiyon polimerizasyon işlemiyle hazırlandı. Floresan lateksler, polimer çözeltisi içinde floresan monomer dimetakrilat (PolyFluor™ 511, Polysciences, Inc.) ilave edilerek hazırlandı. Suda çözünür radikal başlatıcısı KPS suda çözündürüldü ve polimerizasyon sıcaklığı 90°C'ye ulaştığında çözeltiliye eklendi. Tüm polimerizasyonlarda deiyonize su kullanılmıştır.

**2.2 Poli Akrilamid, (PAAm) Filmlerinin Hazırlanışı:**

Monomer, akrilamid (AAM); başlatıcı, amonyum persülfat (APS); ve çok işlevli çapraz bağlayıcılar, metilenbisakrilamid (Bis) Merck (Darmstadt, Almanya) tarafından sağlandı.. PAAM polimeri, 0.5 M AAM'nin ve 7.0 mM APS deiyonize suda çözündürüldü. Örnek çözelti, 15 dakika boyunca nitrojen ile oksijenden arındırıldıktan sonra bir teflon tıpa ile kapatıldı. Daha sonra numune 60 °C'de bir ısı banyosuna alındı.

**2.3 PS/ALGINATE Filmlerinin Hazırlanışı:**

Toz halindeki aljinik asit sodyum tuzu SigmaAldrich'ten temin edilmiş ve alındığı gibi kullanılmıştır. Polistren/Sodyum Alginat (PS/Na-Alg) kompozitlerinin dispersiyonundan, 1.4x2.5 cm<sup>2</sup> büyüklüğündeki cam plakalara aynı sayıda damla yerleştirilerek iki set halinde; birincisi geleneksel ısıtma diğeri INFRARED ISITMA için hazırlandı. Daha sonra numuneler 10 dakika boyunca Na-Alginat ın T<sub>g</sub> si olan 40 °C altından başlanarak hem etüv de hem de IR de 270 °C'ye kadar ayrı ayrı tavlandı. Fırın için tavlama sırasında sıcaklık değişim aralığı ±2 °C ve INFRARED ISITMA için ±1 °C'de tutulmuştur.

## **2.4 PS/Na-ALGINATE ve PS/POLY ACRYLAMIDE Filmlerinin Ölçümleri**

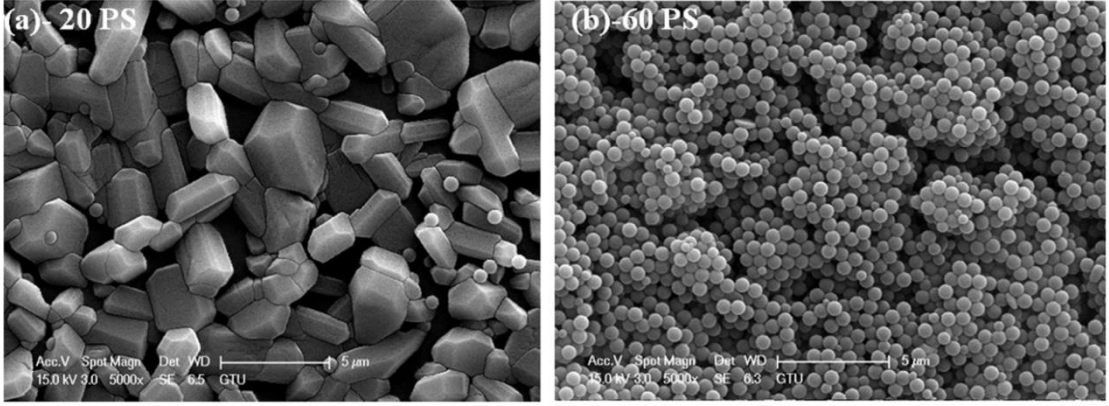
Foton geçirgenlik ölçümleri UV-Visible spectrometer, B&W Tek cihazı kullanılarak oda sıcaklığında ve cam bir yüzey üzerine damlatılan polimerlerin içindeki suyun kurumasından sonra filmlerden geçen ışık şiddeti  $I_{tr}$ , 800 nm de ölçülerek gerçekleştirilmiştir. Isıtma işlemlerinden sonra PS/PAAM ve PS/Alg kompozit filmlerinin görüntüsünü almak için taramalı electron mikroskop (Scanning Electron Microscopy (SEM), Philips XL30 SFEG) cihazı kullanılmıştır.

## **2.5 Film Oluşumu Modelleri**

Polimerlerdeki film oluşumunu açıklamak için “void closure” ve “interdifüzyon” modeli kullanılmıştır.

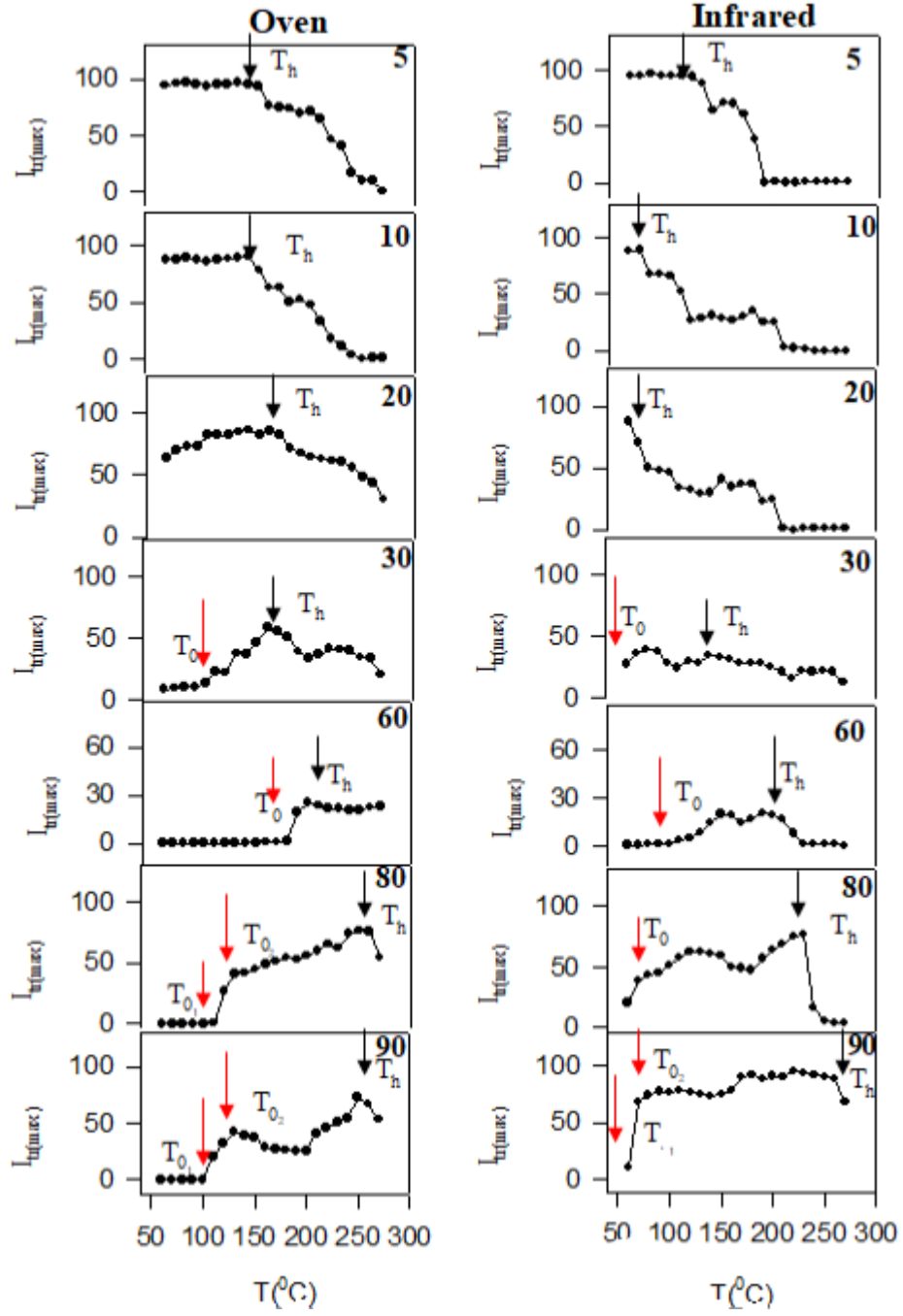
**3.1 PS/PAAM Filmlerinden Film Oluşumunun Foton Geçirgenlik Tekniği ile İncelenmesi****3.1.1 Deneysel Sonuçlar**

Bu çalışmada, sulu çözeltilerin kurutulduktan sonra INFRARED ISITMA ve konvektif ısıtma olmak üzere iki farklı ısıtma işlemine bağlı olarak saf Polistiren (PS) ve Polistiren/Poliakrilamid (PS/PAAM) kompozitlerinden film oluşumunu araştırdık. Film oluşumu foton geçirgenlik (PT) tekniği ile incelenmiştir. Kolay işlenmesi, geniş bir çözücü yelpazesinde çözünürlüğü ve PAAM dispersiyonunun mikron ölçeğinde optik olarak gözlemlenebilir olmasını sağlayan berraklığı nedeniyle PS ana bileşen olarak seçilmiştir. Her tavlama aşamasından sonra, iki ayrı ısıtma koşulunda film oluşumunu gözlemlemek için iletilen ışık,  $I_{tr}$ , UV-Görünür (UVV) tekniği kullanılarak izlendi.  $I_{tr}$ 'deki artış, viskoz akışın aktivasyon enerjisiyle (boşluk kapanması) iyileştirme sıcaklığına,  $T_h$ 'ye ve daha yüksek  $T_h$ 'ye kadar açıklanmıştır. Bu, hem INFRARED ISITMA hem de konvektif ısıtma için polimer zincirlerinin hareketi boşluk kapama ve interdifüzyon modeli ile açıklanmıştır.



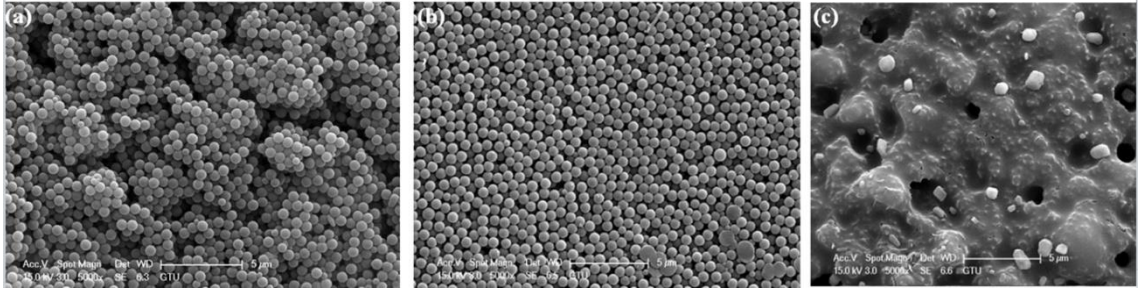
**Şekil 3.1** PAAM içinde (a) 20 PS(ağırlık,%) ve (b) 60 PS (ağırlık,%) içeriğinin SEM-görüntüleri.

Şekil 3.1(a) ve (b) 'de verilen SEM görüntüleri, sırasıyla oda sıcaklığında tavlama öncesi düşük PS (20 wt,%) ve yüksek PS (60 wt,%) içerikli film yapılarını göstermektedir. Polimer partiküllerinin yapısının her polimer için tamamen farklı olduğu görülmüştür. Yapı genel olarak PS parçacıkları için küresel PAAM için ise hegzagonal şekildedir.. PAAM parçacıklarının boyutu, PS parçacıklarının boyutundan kıyaslanabilir şekilde daha büyüktür. Fırın ve INFRARED ISITMA'de tavlama sıcaklıkları olan lateks filmlerden 800 nm'de geçen ışık,  $I_{tr}$ , Şekil 3.2'de gösterilmiştir.



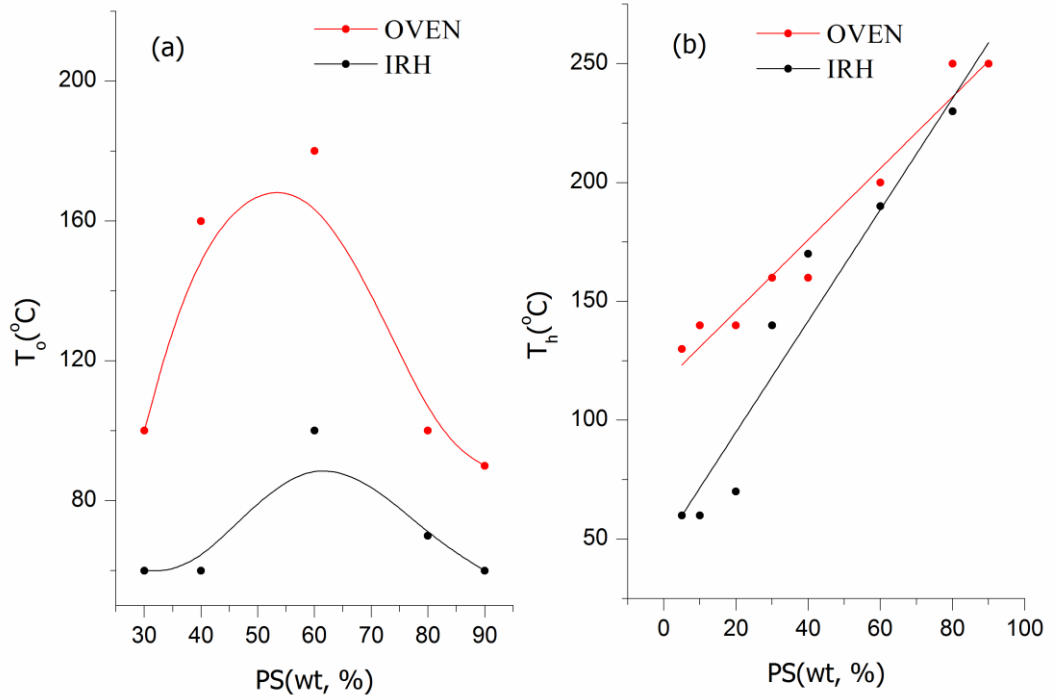
**Şekil 3.2** Fırında geleneksel ısıtma ve INFRARED ISITMA ile tavlanan PS katkılı lateks film için sıcaklığa karşı geçen ışık ( $I_{tr}$ ).

Düşük PS içerikleri için (5, 10, kısmen ağırlıkça % 20),  $I_{tr}$  yüksek ve ilk tavlama sıcaklıklarında hemen hemen sabittir ve daha sonra tavlama sıcaklığının artmasıyla azalmaktadır. Düşük PS içerikleri için ilk tavlama sıcaklıklarındaki yüksek  $I_{tr}$  şu şekilde açıklanabilir: PAAM parçacıklarının ortalama boyutu, geçen ışığın dalga boyu ile karşılaştırıldığında Şekil 3.1(a) 'da da görüldüğü gibi daha büyüktür (yaklaşık birkaç mikrometre civarında) Bu özellik, filmde geçen ışığın neredeyse hiç saçılmayan bir ortam haline getirmektedir. Sıcaklık etkisiyle, PAAM in parçacık boyutu azalmaya başlar (Şekil 3.6) ve filmin yapısı ışığın saçan bir ortam olmaya başlar. Böylece, düşük PS içerikli filmler için tavlama sonrasında geçen ışık yoğunluğu azalır. Burada önemli olan bir diğer nokta ise, fırında tavlanan filmler için geçen ışığın sabit olduğu sıcaklık aralığının daha geniş olmasıdır. Buda, ışık etkisiyle oluşan enerjinin filmler tarafından daha etkin bir şekilde absorbe edildiğini açıklamaktadır. Şekil 3.2'deki yüksek PS konsantrasyonları için,  $I_{tr}$ , başlangıç sıcaklıklarında düşüktür ve  $T_0$  olarak adlandırılan başlangıç sıcaklığından sonra artmaya başlar ve daha fazla sıcaklık ile en üst seviyeye ulaşır. Bu aşamadan sonra  $T_h$ 'nin üzerinde tekrar düşer. Başlangıçtaki düşük  $I_{tr}$ , PS parçacıklarının ışık için ışığı saçma merkezleri gibi davranmasıyla açıklanabilir. Boşluk kapanması olarak adlandırılan ilk aşamada, sıcaklıkla beraber parçacıklar boşluklardan akarak homojen bir film yapısı oluşturmaya başlar. Isıtma işleminin devam etmesi halinde polimerler arasındaki ara yüzeyler kaybolmaya başlar ve zincirler bu parçacıkların ara yüzleri boyunca hareket ederek karşılıklı zincir geçişleri başlar. Bu geçişlerin tam başlangıç kısmındaki aşamaya kaynaşma(healing) denirken zincir geçişlerinin çoğaldığı aşamaya ise (interdiffusion) aşaması denir. Şekil 3.3'te verilen SEM görüntülerinde boşluk kapatma işlemi açıkça görülmektedir.



**Şekil 3.3** Tavlama öncesi (a) ve 150 °C'de fırın (b) ve INFRARED ISITMA sisteminde (c) tavlama sonrası 60 PS (ağırlıkça%) içerikli filmlerin SEM görüntüleri.

Bu görüntüler tavlama öncesi ve 150 °C'de fırın ve INFRARED ISITMA sisteminde tavlama sonrası 60 PS (ağırlıkça%) içerikli filmlere aittir. Burada, filmlerin tavlama sonrası üzerine, PS kümelerindeki PS parçacıkları, kümeler arasındaki boşluklara doğru hareket etmeye başlar ve boşluklar, Şekil 3.3(b) 'de görüldüğü gibi neredeyse kaybolur. Isıtma türü arasındaki fark, Şekil 3.3(b) ve (c) de açıkça görülmektedir. Her iki tavlama sistemi için tavlama sıcaklıkları eşit olmakla birlikte INFRARED ISITMA'de tavlama sonrası film için hemen hemen iyileşme süreci başlatılırken, fırında tavlama sonrası film için boşluk kapatma işlemi neredeyse tamamlanmıştır. Bu, daha önce bahsedildiği gibi INFRARED ISITMA sisteminde ısı aktarımının veriminin daha verimli olduğunu ve film oluşturma işleminin daha düşük sıcaklıklarda gerçekleştirilebileceğini açıkça göstermektedir. Şekil 3.4'te,  $T_o$  ve  $T_h$  nin PS ye göre değişimi iki ısıtma türü içinde gösterilmiştir.

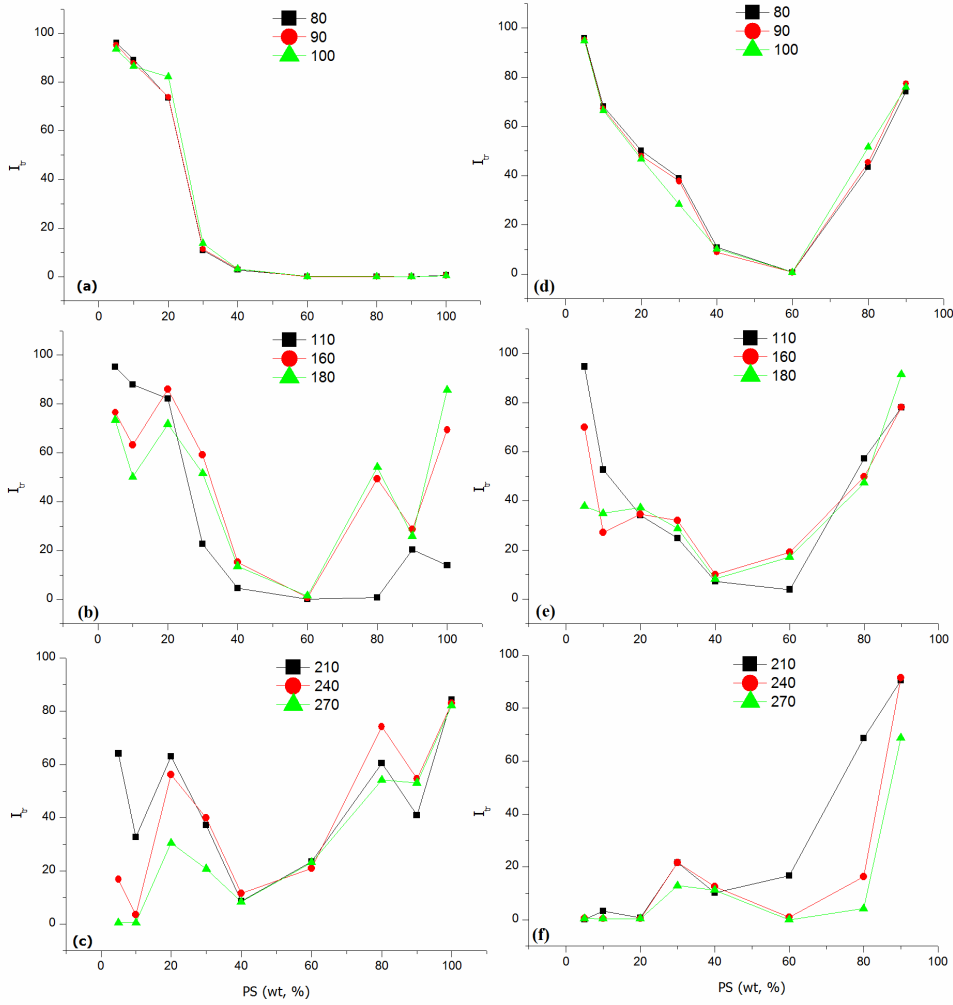


**Şekil 3.4** (a) Fırında ve INFRARED ISITMA ile tavllanmış %PS- $T_o$  ve %PS- $T_h$  grafiği

Şekil 3.4(a) 'da INFRARED ISITMA için  $T_o$  değerleri fırındakilerden daha düşüktür. Bu durum, film oluşum sıcaklığının INFRARED ISITMA için daha az sıcaklıklarda gerçekleştiğini belirtmektedir. Bu şekildeki diğer bir nokta,  $T_o$  değerlerinin Şekil 3.4(a) 'da görüldüğü gibi her iki ısıtma sistemi için 60 PS (ağırlık,%) içeriğine kadar artması ve ardından azalmasıdır. Bu artma ve azalma PS miktarına bağlı olan faz ayrışımı ile açıklanabilir. Düşük katkı PS parçacıkları saçıcı merkez noktaları gibi davranır. Belirli bir katkı değerinden sonra ise PS parçacıkları baskın hale gelir ve boşluklar, başlangıç sıcaklığının düşmesine neden olan büyük miktarda PS parçacığı ile daha kolay kapatılabilir. Şekil 3.4(b) 'de görüldüğü gibi, fırın için kaynaştırma sıcaklıklarının, özellikle düşük PS içerikleri için (ağırlıkça% 30'un altında) INFRARED ISITMA için olanlardan daha yüksek ve kaynaştırma sıcaklıklarının daha yüksek PS içerikleri için neredeyse eşit olduğu görülmektedir. Buda PAAm ın IR yi daha etkili bir şekilde absorbe ettiğini göstermektedir. Düşük PS lerinde, termal enerji PAAm parçacıkları verimli bir

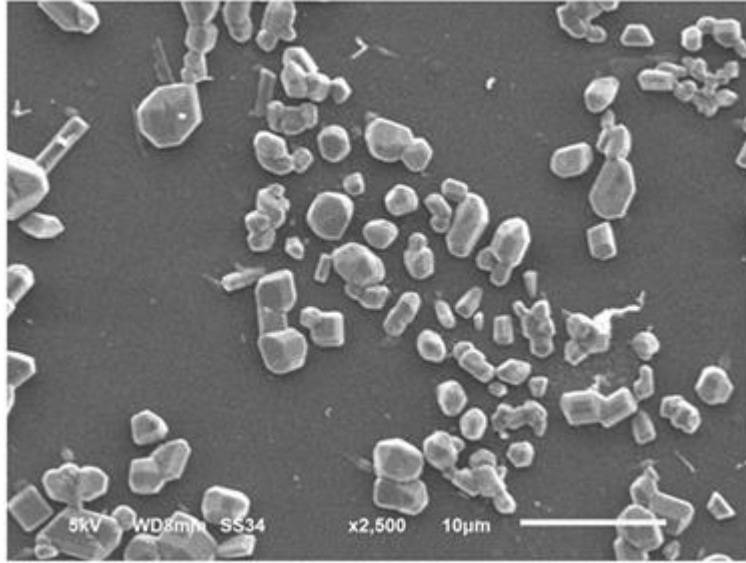


şekilde emildiğinden, iyileşme süreci daha düşük sıcaklıklarda elde edilir. Ancak yüksek PS çağlarında, PS parçacıkları bu verimli enerji emilimini bozar ve kaynaşma sıcaklığının artmasına neden olur. Şekil 3.5'te, ısıtma türlerine göre  $I_{tr}$ 'nin PS ye bağlı değişimi görülmektedir.



**Şekil 3.5** Fırında(a,b,c) ve INFRARED ISITMA(d,e,f) için  $I_{tr}$ -% PS e grafiği

110 °C'nin altındaki düşük sıcaklıklarda, boşluk kapatma işlemi muhtemelen fırında tamamlanmamakta ve filmler, Şekil 3.5 (a) 'da görüldüğü gibi geçen ışık şiddeti yüksek PS içerikli filmlerin oldukça heterojen yapıda olması sebebiyle düşük çıkmıştır. Fırında tavlanan filmdeki boşlukların ancak 150 °C civarında kapatılabildiği bu şekilde görülmektedir. Ancak INFRARED ISITMA ile tavlanan filmler, Şekil 3.3 (c) 'de görüldüğü gibi, daha etkili ısı aktarımı nedeniyle boşluk kapatma işlemi tamamlanmış ve geçen ışık şiddeti Şekil 4.5'te görüldüğü gibi % 60 PS'nin üzerinde artmıştır 3.3(d). Bu, INFRARED ISITMA nin daha düşük sıcaklıklarda film oluşumunu gerçekleştirilebileceğini göstermektedir.  $I_{tr}$  belirli bir konsantrasyona kadar azalmakta(% 60) ve sonrasında tekrar artmaktadır. Şekil 3.6 dan da anlaşılacağı gibi, düşük PS konsantrasyonu için  $I_{tr}$ 'deki azalmanın nedeni, tavlama sonucu azalan partikül boyutundan dolayı PAAM partiküllerinin ışığı saçma olasılığının artması ve düşük konsantrasyonlarda PS partiküllerinin ışığı saçma davranışdır.



**Şekil 3.6** 60 °C de INFRARED ISITMA ile %10 PS nin SEM resmi

Burada, PAAM partiküllerinin ortalama partikül boyutu, Şekil 3.1(a) 'da verilen görüntülerle karşılaştırıldığında 60 °C'de tavlama sonucunda küçülmüştür. % 60 PS içeriğinden sonra PS partikülleri sistemde baskın hale gelir ve yapıyı daha homojen hale getirerek 100 °C'nin üzerindeki sıcaklıklarda tavlama ile geçen ışık şiddetinin tekrar artmasına neden olur.  $I_{tr}$  200 °C'nin üzerinde artar, çünkü

sıcaklıklar yüksek olduğu için PS katkılı kolayca homojenleştirmektedir. Buradaki ulaşılan sonucu destekleyen bir diğer nokta - INFRARED ISITMA sisteminde daha düşük sıcaklıklarda gerçekleştirilen film oluşturma işlemi, Şekil 3.5(c) ve Şekil 3.5(f) 'de verilen grafiklerdir. Bu grafiklerden de görüldüğü gibi INFRARED ISITMA ısıtma sisteminde fırında 270 °C'de ulaşılan film yapısına 210 °C'de ulaşılmıştır.

### 3.1.2 Aktivasyon Enerjilerinin Hesaplanması

Boşluk kapanması ve ara difüzyon süreçleri için aktivasyon enerjileri aşağıdaki denklemler kullanılarak hesaplanır

$$I_{ir}(T) = S(t) \exp\left(-\frac{3\Delta H}{kT}\right) \quad (3.1)$$

$$I_{ir}(T) / I_{ir}(\infty) = A \exp\left(-\frac{\Delta E}{2k_B T}\right) \quad (3.2)$$

Fırın ve INFRARED ISITMA ısıtma da ki PS ve PS/PAAM filmleri için hesaplanan aktivasyon enerjileri Tablo 3.1 ve 3.2 de verilmiştir.

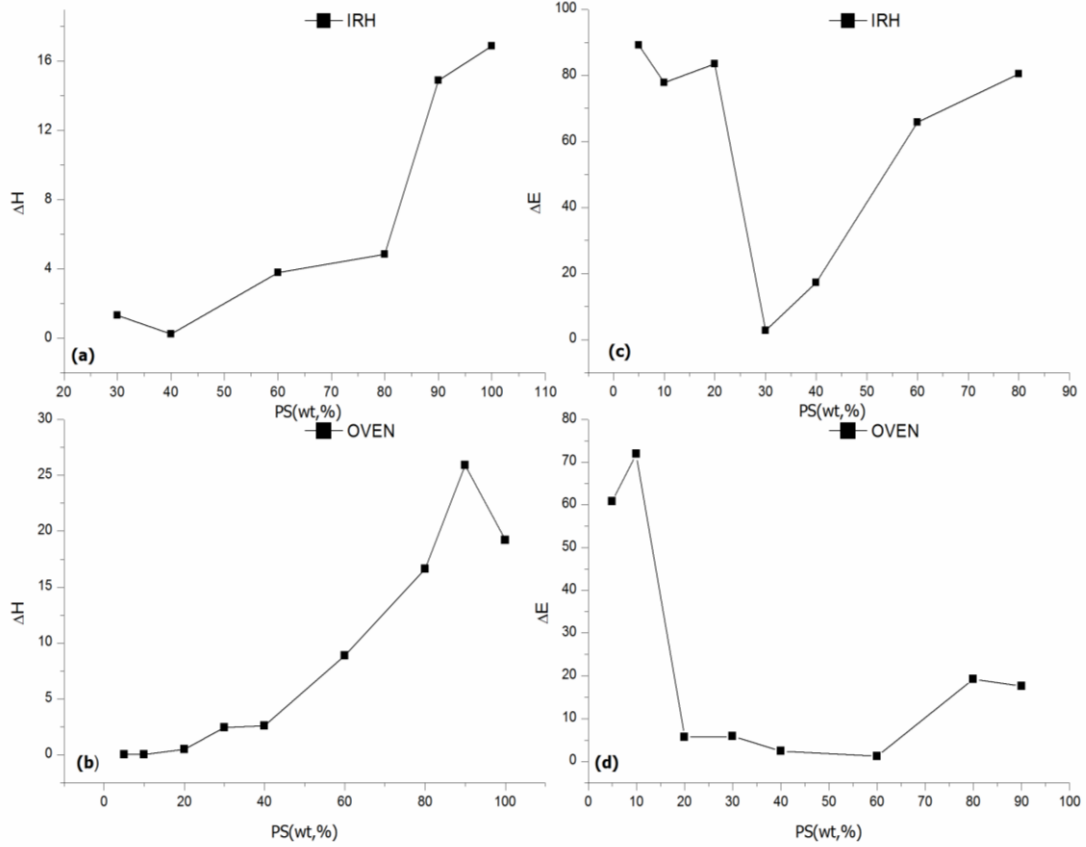
**Tablo 3.1** INFRARED ISITMA için boşluk kapama; Void Closure ( $\Delta H$ ) ve Arayüzey; Interdiffusion ( $\Delta E$ ) Aktivasyon enerjileri

PS ( wt,%)	$\Delta H_1$ (k.cal/mol)	$\Delta H_2$ (k.cal/mol)	$\Delta E_1$ (k.cal/mol)	$\Delta E_2$ (k.cal/mol)
5	X	X	89,21	2,36
10	X	X	77,77	6,49
20	X	X	83,44	4,3
30	1,31	X	2,73	X
40	0,23	X	17,29	X
60	3,79	X	65,78	X
80	4,84	0,47	80,47	X
90	14,88	0,14	X	X
100	16,88	0,67	X	x

**Tablo 3.2** Fırında ısıtma için boşluk kapama; Void Closure ( $\Delta H$ ) ve Arayüzey; Interdiffusion ( $\Delta E$ ) Aktivasyon enerjileri

PS(wt,%)	$\Delta H$ (k.cal/mol)	$\Delta E$ (k.cal/mol)
5	0,001	60,77
10	0,02	71,93
20	0,49	5,64
30	2,44	5,87
40	2,58	2,46
60	8,87	1,23
80	16,62	19,26
90	25,91	17,57
100	19,19	x

Burada, boşluk kapama aktivasyon enerjilerinin Tablo 3.1, 3.2 ve Şekil 3.7'de listelendiği gibi iki farklı tavlama tekniği için farklı olduğuna dikkat edilmelidir.



**Şekil 3.7** Fırın ve INFRARED ISITMA ile ısıtılan filmlerin boşluk doldurma;  $\Delta H$  ve İnterdifüzyon;  $\Delta E$  enerjileri

INFRARED ISITMA ile ısıtılan filmler için hesaplanan boşluk kapama aktivasyon enerjileri, fırında standart ısıtma için hesaplananlardan daha küçüktür (Şekil 3.7 (a, b) ve Tablo 3.1, 3.2). Bu sonuç, tüm kompozit filmler için boşluk kapatma işleminin INFRARED ISITMA tekniği ile daha hızlı gerçekleştirilebileceğini doğrudan gösterir.  $\Delta H$  değerleri iki ısıtma türü içinde artmaktadır. Kaynaşma sıcaklığına kadar baskın olan faz ayrışımı sebebiyle parçacıklar birbirinden uzak konumdadırlar. bu da boşluk kapanma süreçlerini zorlaştırarak daha fazla enerji gerektirmektedir., INFRARED ISITMA sisteminde  $\Delta E$  değerleri ise bir yere kadar azalmaktadır. (Şekil 3.7(c) ve 3.7(d)). Daha sonra tekrar artmaya başlamaktadır.

Yani yüksek sıcaklıklarda polimer segmentlerinin karşılıklı geçişleri iki ısıtma türü içinde belirli PS katkılarına kadar kolay olmaktadır. Bu sonuç, Şekil 3.2 den de görülebileceği gibi morfolojik yapısı bozulan filmin  $I_{tr}$  si her iki ısıtma türünde de azalsa bile INFRARED ISITMA de daha düşük sıcaklıklarda azalmaktadır.

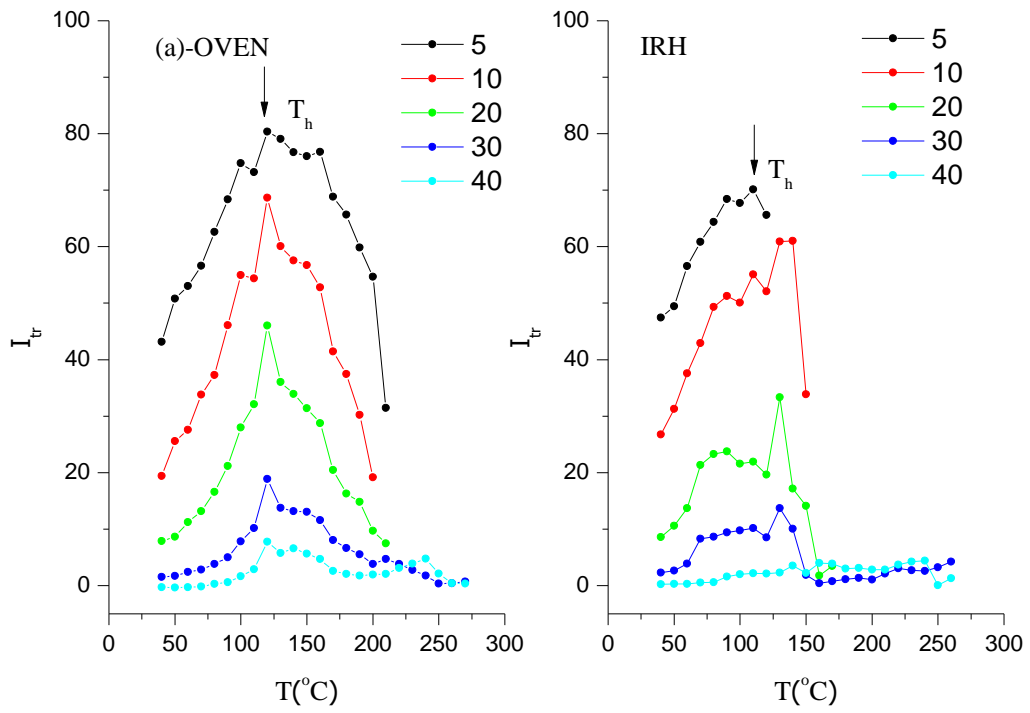
Çünkü INFRARED ISITMA ile tavlanan PS/PAAm filmin yüzeyinde belli bir sıcaklıktan sonra bazı koyu noktalar gözlenmiştir. INFRARED ISITMA ile tavllanmış PS/PAAm kompozit film için film oluşumu sırasında bu işlemleri ayırt etmek mümkün değildir. Bu sonucun yüksek sıcaklıklar için geçerli olduğuna dikkat edilmelidir. Ancak standart ısıtma, daha yüksek PS içeriği için yeniden etkili olmaya başlar. INFRARED ISITMA sisteminin, yüksek PS içeriği için kompozit lateks parçacıkları arasında polimer zincirinin taşınması için gerekli enerjiyi sağlamada zorlandığı anlaşılmaktadır. Ek olarak,  $\Delta E$  değerleri iki farklı ısıtma sistemi için  $\Delta H$  değerlerinden nispeten daha büyüktür. Küçük zincir parçasının (küçük zincir), bir zincirin kütle merkezini parçacık-parçacık arayüzlerinden geçmek için gereken enerjiden çok daha az enerjiye ihtiyaç duyduğunu kabul etmek oldukça mantıklıdır.

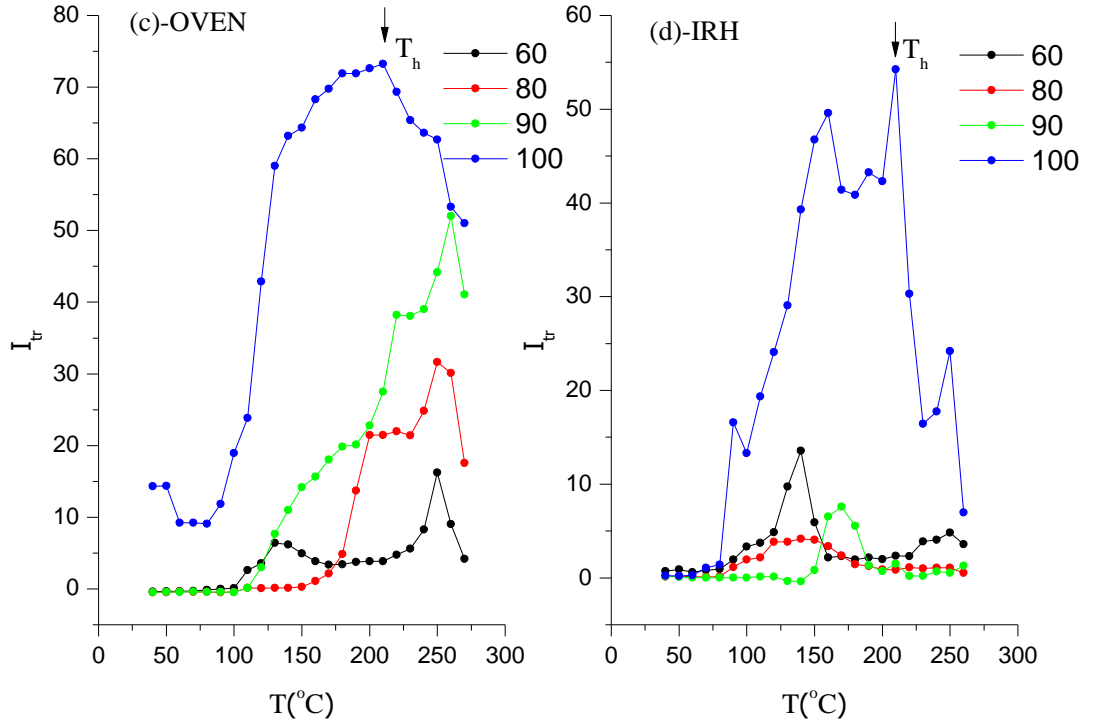
Tablo 3.1'den elde edilen bir başka ilginç sonuç ise, fırında hem boşluk kapama hem de interdifüzyon işlemleri tek aşamada tamamlanırken, bu işlemin INFRARED ISITMA tarafından hem boşluk kapatma hem de difüzyon işlemleri için iki aşamada olmasıdır.

### **3.2 PS/Alg Filmlerinden Film Oluşumunun Foton Geçirgenlik Tekniği ile İncelenmesi**

Düşük  $T_g$  Na-Alginate ve yüksek- $T_g$ , Polimer (PS) ye sahip Polimer latekslerinin karışımından (5,10,20,30,40,50,60,80,90 ve 100 % PS) oluşan kompozit filmlerin üç farklı tavlama sürelerinde ve iki farklı ısıtma tekniği (infrared (INFRARED ISITMA) ve standart; konveksiyonel) uygulanarak film oluşum süreçleri incelenmiştir. Film oluşumu için Foton geçirgenlik tekniği (PT) kullanıldı. İki deney seti hazırlandı. Film oluşumunda eşit tavlama zaman aralıklarında ısıtma için INFRARED ISITMA ve fırın sistemlerini karşılaştırmak için% 5 ila% 100 PS içeriği arasında değişen bir set kullanıldı ve ikinci deney seti, iki özdeş film olarak

hazırlandı. INFRARED ISITMA'nin özellikle daha uzun süre uygulanmasıyla film oluşumunu hızlandırdığı ve konveksiyonel ısıtmaya göre daha homojen bir film oluşturduğu görülmüştür. Şekil 3.8'de, farklı konsantrasyonlardaki PS/Alg kompozit filmleri için 800 nm'de geçen ışık şiddetinin sıcaklığa bağımlılığı görülmektedir. Kompozit filmlerden geçen ışık,  $I_{tr}$ , ilk olarak kaynaşma sıcaklığı  $T_h$  den(maximum değer) geçerek daha sonra, daha fazla tavlama nedeniyle  $I_{tr}$  tekrar azalmaktadır.



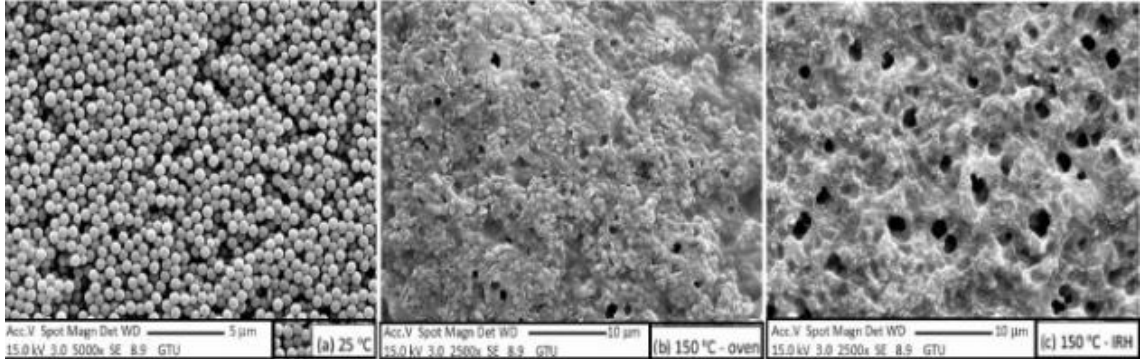


**Şekil 3.8** Işık şiddetinin Fırında (a, c) ve INFRARED ISITMA sisteminde (b,d) sıcaklığa bağlı değişimi.

Aşağıdaki sonuçlar Şekil 3.8'den çıkarılabilir: (i) özellikle düşük PS içeriği için (ağırlıkça% 60'ın altında), PS içeriği arttıkça iletilen ışık yoğunluğunda genel bir azalma gözlemlendi. Daha önce ifade edildiği gibi, boşluklar ışığı saçmaktadırlar ve burada saçıcı merkezler gibi davranmaktadırlar.. (ii) PS parçacıkları, özellikle Şekil 3.8'de görüldüğü gibi, özellikle düşük PS içeriklerinde baskın olan faz ayrışımı alanlar sebebiyle kompozit film içinde bulunan boşluklardan ışık saçılmaktadır. Ancak PS katkısı yüksek iken  $I_{tr}$  de artmaktadır baskın PS boşlukları doldurmaya başlayarak yüksek  $I_{tr}$  ye sebep olmaktadır. Ayrıca Yüksek PS lerde  $T_o$ , Düşük PS lerdeki filmlerden daha büyüktür. (ii) Tavlama sistemlerinin sonuçları karşılaştırıldığında, Şekil 3.8(a)-(c) ve Şekil 3.8(b)-(d), film oluşturma sürecinin daha düşük sıcaklıklarda tamamlandığı açıkça görülmektedir. Bu durum INFRARED ISITMA sisteminde ısının filme daha etkin bir şekilde taşındığını gösterir. Tavlama öncesi ve 150 °C sıcaklıkta fırın ve INFRARED ISITMA tavlama sonrası PS içeriği 90 (wt,%) olan filmlerin SEM



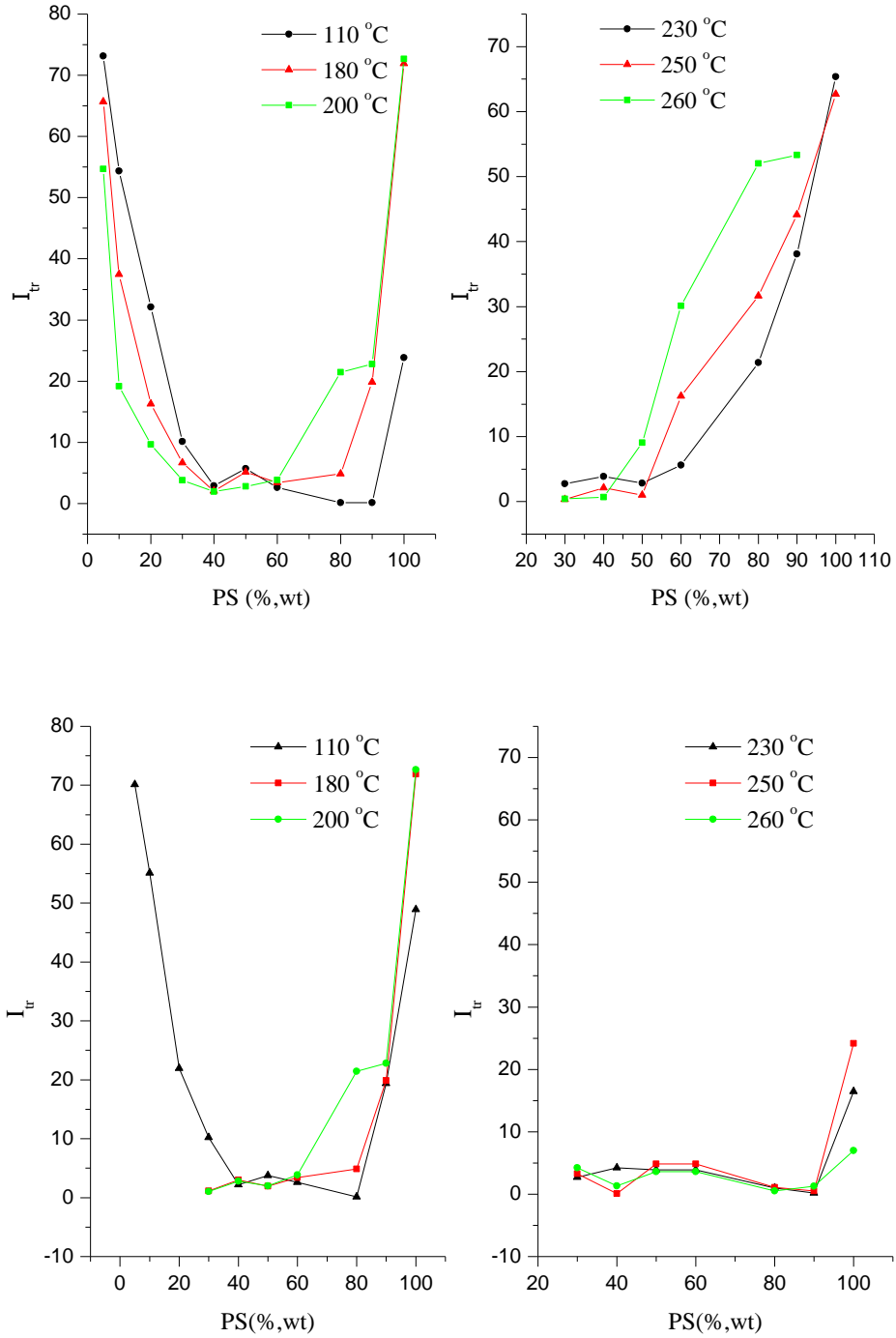
görüntüleri Şekil 3.9'de verilmiştir. PS parçacıklarının baskın olduğu görülmektedir.



**Şekil 3.9** (a) Oda sıcaklığı (b) Fırın(150 °C) ve (c) INFRARED ISITMA (150 °C) de %80 PS katkılı kompozitlerin SEM Resmi.

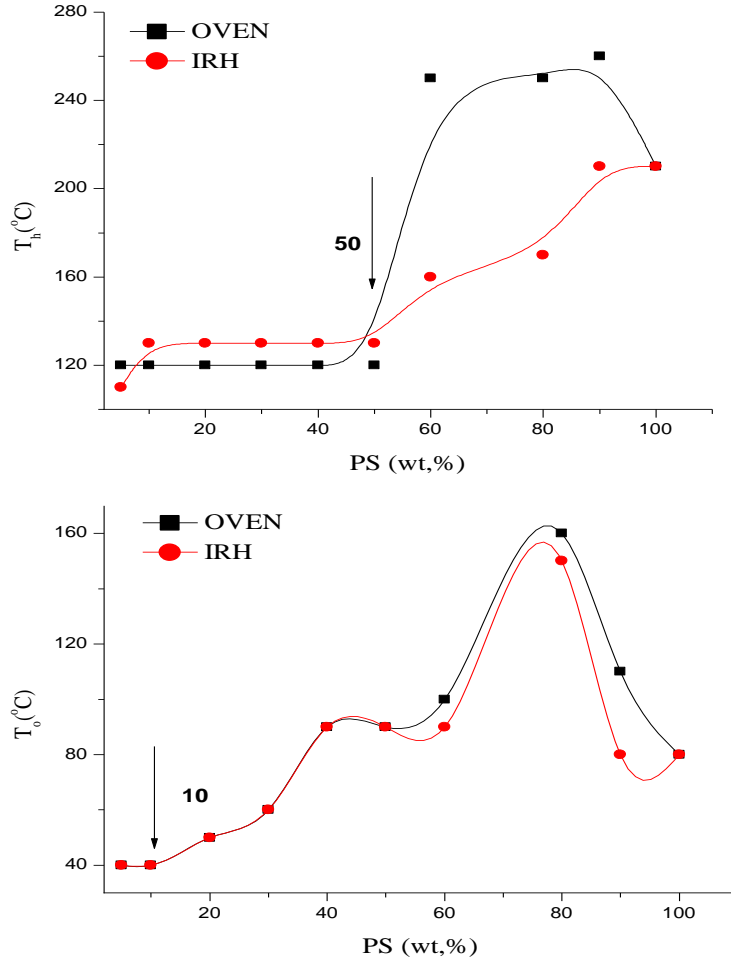
Kompozit filmler tavlendiğinde, PS parçacıkları boşluklardan akmış durumda ve boşlukların boyutu Şekil 3.9 (b) ve (c) 'de görüldüğü gibi azalmıştır. Bununla birlikte, fırında tavlanan filmdeki bazı PS parçacıkları, her bir tavlama sistemi için tavlama sıcaklıkları eşit olsa bile, INFRARED ISITMA'de tavlananlar ile karşılaştırıldığında, INFRARED ISITMA de ki PS kürecikleri tamamen erimiş haldeyken fırındakiler de halen yapılarını kısmen korumaya devam etmektedir. Bu resimler, INFRARED ISITMA nin etkisini öne çıkarmaktadır. Ayrıca Şekil 3.9 (c)'de görüldüğü gibi INFRARED ISITMA sisteminde yüksek sıcaklıklarda tavlama sonucunda filmlerin yüzeyinde bazı büyük gözenekler/boşluklar oluşmuştur. PS içeriğine göre  $I_{tr}$  değişimleri Şekil 3.9'te gösterilmiştir. Şekil 3.9 (a)'da,  $I_{tr}$ , fırında tavlanan filmler için hem sıcaklık hem de PS içeriği ile 5'ten 60'a (ağırlıkça, %) kadar düşmektedir.  $I_{tr}$  de ki bu düşüş PS parçacıklarının yapı içinde kümelenmesi ile oluşur. Parçacıkların kümeleri oluşturmak için bu şekilde yer değiştirmesinin bir sonucu olarak, kümeler arasında bazı büyük boşluklar oluşmakta ve saçılma olasılığının artması nedeniyle  $I_{tr}$  azalmaktadır. Ancak 60'ın (ağırlıkça %) üzerindeki PS içerikleri için, artan PS içeriği ile yoğunluk artar. Ayrıca, bu PS katkıları için  $I_{tr}$  sıcaklıkla artmaktadır(Şekil 3.9 (b)). INFRARED ISITMA

sisteminde tavlanan filmlerde, özellikle düşük sıcaklıklarda, fırında tavlanan filmlerle benzer davranışlar gözlemlenmiştir.



**Şekil 3.10** Fırında (a, b) ve INFRARED ISITMA sisteminde (c, d) tavlanan kompozit filmler için PS nin  $I_{tr}$  ye bağlı değişimi.

$T_o$  ve  $T_h$  deęerleri, Őekil 5'te sunulmuŐtur.  $T_o$ , minimum film oluŐumu sıcaklıęını gstermek iin kullanılır [37-39].



**Őekil 3.11** Fırında (doluy daire) ve INFRARED ISITMA sisteminde (aık daire) tavlannıŐ kompozit filmler iin PS ierięine gre baŐlangı  $T_o$ , kaynaŐma  $T_h$ , sıcaklıklarının deęiŐimini.

Őekil 3.11(a) 'dan grldę gibi  $T_o$ , artan PS ierięi ile belirli bir sıcaklıęa kadar artmakta ve daha sonra tavlama iin kullanılan her iki ısıtma sistemi iin azalmaktadır. Yani minimum film oluŐumu sıcaklıęı PS konsantrasyonuna baęlı olarak deęiŐmektedir. %50 PS e kadar iki ısıtma tr benzerlik gsterirken, deęerin zerinde artıŐ gzlemlenmiŐtir. Alginate ın dŐk PS nin ise yksek cam

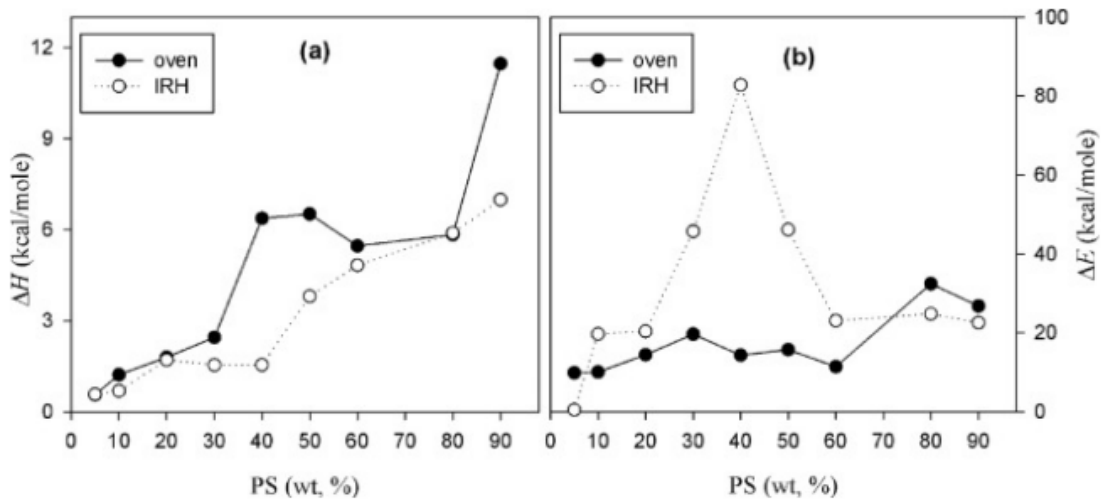
geçiş sıcaklığı nedeniyle bu durum açıklanabilir. Düşük PS içeriklerinde Alg sistemde baskındır ve Alg daha küçük cam geçiş sıcaklığına sahip olduğundan daha düşük sıcaklıklarda kolaylıkla hareket edebilir. Fırın için %50 PS üzerinde  $T_o$  daha yüksektir. Ayrıca, %80 PS ye kadar  $T_o$  önce artıp sonra azalmaktadır. Bunun sebebi başlangıçta az miktardaki PS lerin oluşturduğu faz ayrımı nedenidir. Belirli bir katkı değerinden sonra artık bu boşluklar PS ler tarafından doldurularak daha az yer kaplamakta ve yüksek  $I_{tr}$  ye ve düşük  $T_o$  a sebep olmaktadır.

Bu durum, Şekil 3.11'de görüldüğü gibi düşük PS içeriğinde daha etkili olan bir faz ayrılması ile ilgilidir, yani faz ayrımı olarak yapılandırılan PS kümeleri, düşük konsantrasyonda saçılma merkezleri gibi davranır ve artışın bir sonucu olarak başlangıç sıcaklığı artar. Belirli bir konsantrasyona kadar PS konsantrasyonu. Bu spesifik konsantrasyonun üzerinde, PS parçacıkları baskın hale gelir ve boşluklar, büyük miktarda PS parçacığı tarafından daha kolay kapatılabilir, bu da başlangıç sıcaklığının düşmesine neden olur. Kaynaşma sıcaklıklarının,  $T_h$ 'nin PS içeriğine göre değişimi Şekil 3.11(b)'de verilmiştir. Yine düşük PS içeriklerinde, 50'nin (ağırlıkça%) altında, iyileştirme sıcaklıkları her ısıtma sistemi için birbirine yakındır, ancak yüksek PS içeriklerinde INFRARED ISITMA'de tavlanan filmler için kaynaşma sıcaklıkları fırının içinde tavlanan filmler için gözlemlenenenden daha küçüktür. Buda polimerin INFRARED ISITMA ile enerjiyi etkili bir şekilde absorbe ettiğini göstermektedir.

Fırında konvektif ısıtma ve INFRARED ISITMA ile tavlanan PS/Alg kompozit filmler için hesaplanan aktivasyon enerjileri Şekil 3.12'de verilmiştir. Daha önce tartışılmış olduğu gibi,  $I_{tr}$ 'deki artışın boşluk kapatma işlemi hem fırın hem de INFRARED ISITMA sistemlerinde tavllanmış tüm kompozit filmler için  $T_o$  ve  $T_h$  arasında denklem (3.1) kullanılarak hesaplanan aktivasyon enerjileri,  $\Delta H$ , iki ısıtma sistemi için Şekil 3.12 (a) 'da verilmiştir. Kuvvet ile boyut arasındaki ilişki ile de bağlantılı olan  $\Delta H$  değerleri düşük PS katkılı filmler için küçüktür. Yüksek  $T_g$  li PS ler daha fazla PS katkısıyla beraber etkinlik kazanmakta ve bu da oluşan mukvaemet nedeniyle  $\Delta H$  değerlerini arttırmaktadır.

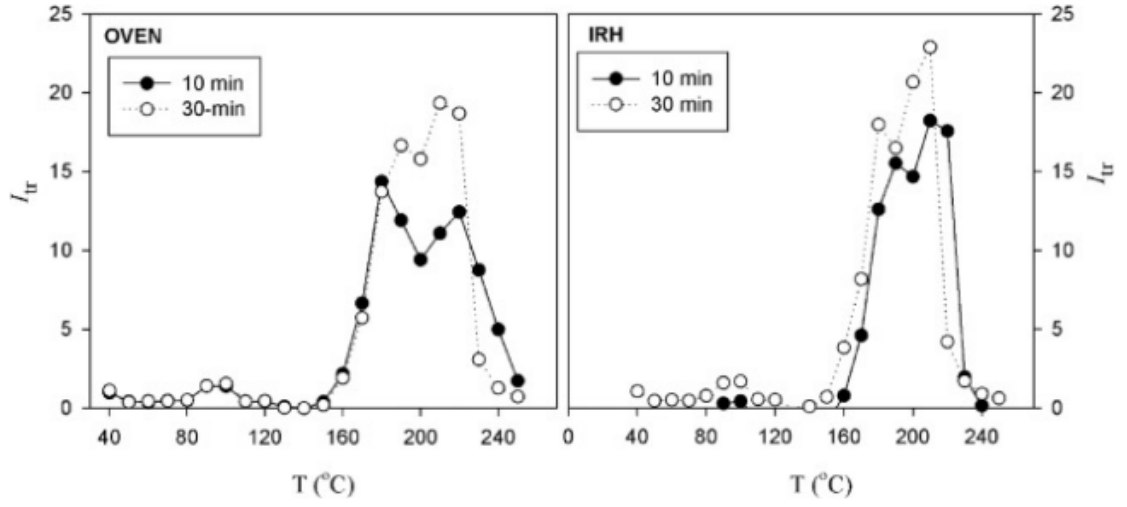
Şekil 3.13'da, ısıya göre 800 nm'de geçirgenliğin varyasyonları, fırında ve INFRARED ISITMA'de tavllanmış PS içeriği 80 (ağırlık,%) olan filmler için verilmiştir.

Böylelikle fırında 10 dakika tavlama sonucunda elde edilen film yapısı yarı kararlı bir yapıya sahip olup tavlama süresinin arttırılması yapıyı önemli ölçüde etkilemeyecektir. Öte yandan INFRARED ISITMA sisteminde tavlama sonucunda ulaşılan film yapısı muhtemelen biraz daha homojen konformasyonlara sahiptir ve tavlama süresini arttırarak film yapısını daha homojen bir yapıya dönüştürmek mümkün olabilir.



**Şekil 3.12** Fırında ve INFRARED ISITMA ile ısıtılan filmler için (a) $\Delta H$  ve (b) $\Delta E$  nin PS ye göre değişimi.

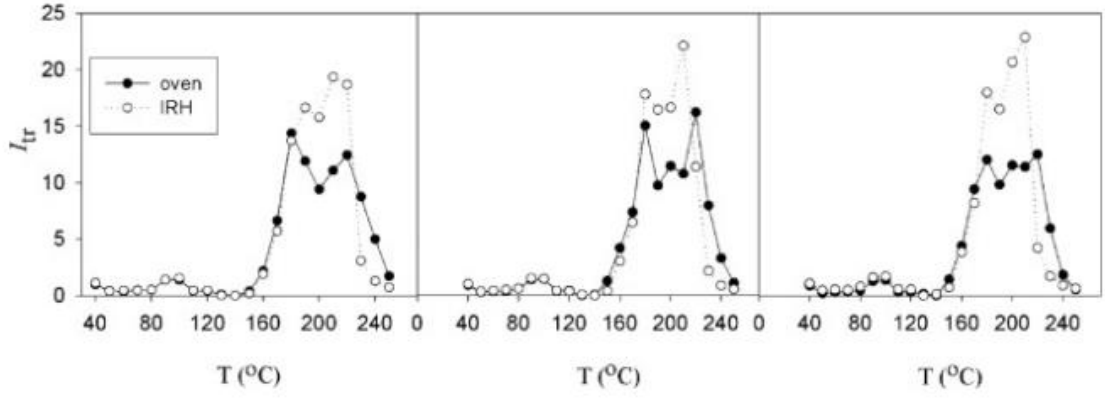
Interdiffusion işlemi için hesaplanan aktivasyon enerjileri, AE, Şekil 3.12(b) 'de verilmiştir. Kompozit filmde PS içeriği arttırıldığında,  $\Delta E$  her iki ısıtma sistemi için de artar. %40 PS katkılı filmin INFRARED ISITMA deki  $\Delta E$  si fırındakinden daha yüksektir. Bu, INFRARED ISITMA daha verimli olduğunun bir göstergesidir. Ayrıca, zincir geçiş enerjileri, boşluk kapatma işleminin aktivasyon enerjisinden daha büyüktür. Bu beklenen bir sonuçtur, çünkü tek bir zincir, polimer-polimer ara yüzünde difüzyonun üstesinden gelmek için viskoz akış işlemiyle sağlanandan daha fazla enerjiye ihtiyaç duyar.



**Şekil 3.13** Farklı sürelerde fırında (a) ve INFRARED ISITMA de (b) ısıtılan filmlerin  $T(^{\circ}C)$ - $I_{tr}$  grafiği

Şekil 3.13'da, sıcaklığa göre 800 nm'de geçirgenliğin değişimleri, fırında ve INFRARED ISITMA'de tavllanmış PS içeriği 80 (ağırlık,%) olan filmler için verilmiştir.

Isıtma süreleri fırında bir fark oluşturmamış ancak INFRARED ISITMA'de bir artış oluşturmuştur. Böylelikle fırında 10 dakika tavlama sonucunda elde edilen film yapısı yarı kararlı bir yapıya sahip olup tavlama süresinin arttırılması yapıyı önemli ölçüde etkilemeyecektir. Öte yandan INFRARED ISITMA sisteminde tavlama sonucunda ulaşılan film yapısı muhtemelen biraz daha homojen konformasyonlara sahiptir ve tavlama süresini arttırarak film yapısını daha homojen bir yapıya dönüştürmek mümkün olabilir.



**Şekil 3.14** 10, 20 ve 30 dakika fırında ve INFRARED ISITMA'da filmlerin  $T(^{\circ}C)$ - $I_{tr}$  grafiği

Şekil 3.14, fırında ve INFRARED ISITMA'de tavlama sürelerine (10, 20 ve 30 dakika) bağlı olarak %80 katkılı PS filmin farklı sürelerde  $T(^{\circ}C)$ - $I_{tr}$  değişimi görülmektedir. Grafiklerden açıkça görüldüğü gibi INFRARED ISITMA ile hem  $I_{tr}$  nin Yüksek hem de tavlama süresinin dah kısa olduğu görülmektedir.

Bu çalışmada yapılan deneylerden aşağıdaki sonuçlar çıkarılabilir: Tavlama için INFRARED ISITMA sistemi kullanıldığında daha düşük sıcaklıklarda film oluşturma işlemi tamamlandığı görülmüştür. Yani INFRARED ISITMA'nin enerji tüketimi ve verimlilik açısından fırından daha performanslıdır. INFRARED ISITMA sisteminde film oluşumunu özellikle yüksek  $T_g$ 'li polimerlerde daha etkili olmaktadır. Bu, INFRARED ISITMA tarafından enerjinin aktarımın daha verimli olduğunu göstermektedir. Isıtma türünün düşük  $T_g$  ye sahip kompozitlerde etkili olmadığı görülmüştür. Tavlama süresi 10 dakikadan 30 dakikaya çıkarıldığında, fırında tavlanan filmlerin optik geçirgenliğinde önemli bir değişiklik gözlenmemiştir. Öte yandan INFRARED ISITMA'de tavlanan filmlerin tavlama süresi arttıkça optik geçirgenliği de daha fazla artmıştır. Filmler IR lambası ile tavlandığında film oluşumunun daha düşük sıcaklıklarda gerçekleştiği SEM görüntüleri ve geçen ışık şiddetinin ölçümleri ile de gösterilmiştir. Ayrıca bu durumda film oluşumu için daha az enerjiye ihtiyaç duyulmaktadır. Ek olarak, sızma modelindeki INFRARED ISITMA ile ısıtılan filmlerden elde edilen kritik üs fırındakine göre daha tutarlı olduğu görülmüştür.



## Kaynakça

---

- [1] Kedide, J. K. 1997: Film formation of Latex, *Materials Science and Engineering*,R,21,101-170.
- [2] Mazur S., 1995:"Coalescence of Polymer Particles", *Polymer Powder Processing*,Ed.N.Rosenweig,John-Wiley&Sons.
- [3] Provider Th. Winnik M.A. M. Urban, M.W. 1996: Film Formation in Waterborne Coatings, (*ACS Symposium Series*) 648.
- [4] (a)-Canpolat M. and Pekcan Ö., 1995:" Photon Diffusion Study in Films Formed from High-T Latex Particles," *Polymer* 36, 2025, (b)- Pekcan Ö. and Canpolat M., 1997: *J. App. Polym. Sci.*, 66, 655.
- [5] Uğur Ş. Elaissari A. and Pekcan, Ö. 2003 : *J. Coll. Int. Sci.* , 263, 674.
- [6] Uğur Ş. Elaissari A. and Pekcan Ö. 2004 : *J. Coat. Technol. Res.* 1 (4), 305 313.
- [7] Feng J. F. Winnik M. A. , Shivers RR and Club B., 1995: *Macromolecules* 28 7671-7682.
- [8] Keddie JL Meredith P. Jones RAL and Donald AM, 1996: *Langmuir* 12 3793.
- [9] Winnik M. A. , Feng J. R., J. 1996. *Coating Technol.*, 68, 39. 68.,
- [10] Cvevalier Y. , Hidalgo M., Cavaille J. Y. , Cabane B., 1999: *Macromolecules* 32,7887.
- [11] Vara R. A., Jandt K. D., Kramer F. J., Giannelis F. P., 1996: *Chem. Mater.* 8, 2628.
- [12] Noh, M.W. , Lee, D.C. , 1999. Synthesis and characterization of PS–clay nanocomposite by emulsion polymerization. *Polym. Bull.* 42, 619–626.
- [13] Friedlander H. Z. , Grink C. R., 1964: *J. Polym. Sci. Polym. Lett.* 2, 475.
- [14] Kato C. , Kuroda K., Takahara H., 1981: *Clay and Clay Minerals* 29, 294.
- [15] Doh, J.G. Cho, I. , 1998. Synthesis and properties of polystyrene organoammonium montmorillonite hybrid. *Polym. Bull.* 41, 511–518

- [16] Francis L.F., Mc Cormick A.V., Vaessen D.M., Payne J.A., 2002: *J. Mats. Sci.*37,4897.
- [17] Grunlan J.C., Gerberich W.W., Francis L.H., 2001: *Polym. Sci.*41, 1947,. 134
- [18] Vaessen D.M., Ngantung F. A., Palacio M.L.B., Francis L.F., Mc Cormic A.V., 2002: *J. Appl. Polym. Sci.* 84, 2784.
- [19] Vaessen D.M., Mc Cormic A. V., Francis L.F., 2002: *Polymer* 43, 2267.
- [20] Kanig G. , Neff H. , 1975: *Colloid Polym. Sci.*, 256, 1052.
- [21] Wang Y., Kats A. , Juhue D. and Winnik M.A., Shivers R. R., Dinsdale C.J., 1992. *Langmiur*, 8, 1435.
- [22] Roulstone B.J., Wilkinson M.C., Hearn J., Wilson A.J., 1991: *Polym. Int.*, 24, 87.
- [23] Kim K.D., Sperling L.H., Klein A. 1993: *Macromolecules* 26, 4624.
- [24] Wang Y. Zhao C.L. , and Winnik M.A., 1991: *J. Chem. Phys.* 95, 2143.
- [25] Wang Y., and Winnik M.A. , 1993 : *Macromolecules* 26, 1347.
- [26] Pekcan Ö. Winnik M.A. and Croucher M.D. 1990: *Macromolecules* 23, 2673.
- [27] Pekcan Ö., Canpolat M. , 1996: *J. Appl. Polym. Sci.* 59, 277.
- [28] Pekcan Ö. Canpolat M. and Göçmen A., 1993: *Polymer* 34, 3319.
- [29] Canpolat M. and Pekcan Ö., 1996: *J. Polym. Sci. Polym. Pys. Ed.* 34,691.
- [30] Arda E., Bulmuş V., Pişkin E., and Pekcan Ö., 1999: *J.Coll.Int.Sci.* 213,160.
- [31] Uğur Ş., Elaissari A. and Pekcan Ö., 2003:*J.Coll.Interface Sci.*, 263, 674-683
- [32] Steward, P. A., Heam, J., Wilkinson, M. C., 2000: *Advances in Colloid and Interface Science*,.86, 195-267.
- [33] Pekcan, Ö. and Uğur, Ş. , 1999: Latex Film Formation and Dissolution ; A Fluorescence Study, *Macromolecular Symposium*, 141, 227-246.
- [34] Pekcan, Ö. , Uğur, Ş., 2003 : Fluorescence Method for Studying Latex Film Formation, *ARI Bulletin*, 53(1), 58-64.
- [35] Gonzalez E. , Paulis M., Barandiaran M.J., and Keddie J.L. *Langmuir*, 2013, 29, 2044-2053.
- [36] Ugur S., Yargi Ö., Pekcan Ö. 2008: *Composite Interface*, 15, 4, 411–424.

- [37] J. Keddie, P. Meredith, R. Jones, M. Donald Kinetics of film formation in acrylic latices studied with multiple-angle-of-incidence ellipsometry and environmental SEM *Macromolecules*, 28 (1995), pp 2673-2682
- [38] S. Eckersley, S.T. and Rudin, A. (1990) Mechanism of film formation from polymer latexes, *J. Coat. Technol.* **62** (780), 89–100.
- [39] S. Prager, M. Tirell The healing process at polymer–polymer interfaces *J.Chem.Phys.*, 75 (1981),pp. 5194-5198

# Tezden Üretilmiş Yayınlar

---

**İletişim Bilgisi:** [ekinci.tugay@gmail.com](mailto:ekinci.tugay@gmail.com)

## **Konferans Bildirileri**

1. TUGAY EKİNCİ, DOÇ. DR. ÖNDER YARGI (2020). Effect of Infrared Heating on the Film Formation Process of Polymer Latexes. *UBAK, 9. ULUSLARARASI BİLİMSEL ARAŞTIRMALAR KONGRESİ 12-13 ARALIK 2020 ANKARA.*