

T.C.
GEBZE TEKNİK ÜNİVERSİTESİ
LİSANSÜSTÜ EĞİTİM ENSTİTÜSÜ

**0-3 PİEZOKOPOZİT FORMUNDAKİ DOKUNSA
SENSÖRLERDE AKTİF FAZIN MORFOLOJİSİNİN VE
YÖNLENMESİNİN ÖZELLİKLERE ETKİSİNİN İNCELENMESİ**

MEHMET ALKAN

YÜKSEK LİSANS TEZİ
MALZEME BİLİMİ VE MÜHENDİSLİĞİ ANABİLİM DALI

DANIŞMAN: PROF. DR. SEDAT ALKOY

TEMMUZ 2025

T.C.
GEBZE TEKNİK ÜNİVERSİTESİ
LİSANSÜSTÜ EĞİTİM ENSTİTÜSÜ

**0-3 PİEZOKOMPOZİT FORMUNDAKİ DOKUNSA
SENSÖRLERDE AKTİF FAZIN MORFOLOJİSİNİN VE
YÖNLENMESİNİN ÖZELLİKLERE ETKİSİNİN
İNCELENMESİ**

MEHMET ALKAN

YÜKSEK LİSANS TEZİ
MALZEME BİLİMİ VE MÜHENDİSLİĞİ
ANABİLİM DALI

DANIŞMAN: PROF. DR. SEDAT ALKOY

TEMMUZ 2025

T.R.
GEBZE TECHNICAL UNIVERSITY
GRADUATE SCHOOL

**INVESTIGATION OF THE EFFECT OF THE
MORPHOLOGY AND ORIENTATION OF THE ACTIVE
PHASE ON THE PROPERTIES OF 0-3
PIEZOCOMPOSITE TACTILE SENSORS**

MEHMET ALKAN

**A THESIS OF MASTER OF SCIENCE
DEPARTMENT OF MATERIALS SCIENCE AND
ENGINEERING**

ADVISOR: PROF. DR. SEDAT ALKOY

JULY 2025

YÜKSEK LİSANS JÜRİ ONAY FORMU

GTÜ Lisansüstü Eğitim Enstitüsü Yönetim Kurulunun 30/06/2025 tarih ve 2025/34 sayılı kararıyla oluşturulan jüri tarafından 08/07/2025 tarihinde tez savunma sınavı yapılan Mehmet ALKAN'ın tez çalışması Malzeme Bilimi ve Mühendisliği Anabilim Dalında YÜKSEK LİSANS tezi olarak kabul edilmiştir.

JÜRİ

ÜYE

(TEZ DANIŞMANI) : Prof. Dr. Sedat ALKOY

ÜYE

: Dr. Öğr. Üyesi Merve MOCAN

ÜYE

: Dr. Öğr. Üyesi Ayşe BERKSOY YAVUZ

ONAY

Gebze Teknik Üniversitesi Lisansüstü Eğitim Enstitüsü Yönetim Kurulunun

...../...../..... tarih ve/..... sayılı kararı.

İMZA/MÜHÜR

ÖZET

İnsan vücudundaki 5 adet ana duyu organı olan göz, kulak, burun, dil ve deri sırasıyla görme, duyma, koklama, tatma ve dokunma hislerini algılar. Dokunsal sensörler beş insan duyusundan birisi olan dokunma duyusunu taklit ederek cismin sertliğini, yüzey pürüzlülüğünü ve sıcaklığını algılar. Bu özelliği ile protez uzuvlar, robotlar ve sanal gerçeklik gibi alanlarda kullanılmaktadırlar. Dokunsal sensörler piezorezistif, kapasitif, piezoelektrik ve optoelektrik gibi farklı çalışma mekanizmalara sahip olabilirler.

Bu çalışmada, polimer matris içerisinde dağıtılmış farklı morfolojilerdeki BaTiO_3 aktif fazına sahip 0-3 bağlantı notasyonunda piezokompozit üretilmiştir. Üç aşamalı ergiyik tuz sentezi ile plakasal morfolojide anizometrik BaTiO_3 tozlar, tek aşamalı ergiyik tuz sentezi ve katı hal reaksiyonu ile eşeksenli küresel morfolojide BaTiO_3 tozlar sentezlenmiştir. Elde edilen tozlar hacimce %5, %10, %15, %20, %30 oranlarında polimer matris içerisinde karıştırılıp şerit döküm yöntemiyle cam üzerine “doctor blade” yardımıyla dökülmüştür. Döküm sonucunda 100 mikron kalınlıkta esnek 0-3 piezokompozitler elde edilmiştir.

Üretilen tozların ve piezokompozitlerin X-ışını kırınımı (XRD), taramalı elektron mikroskopu (SEM) teknikleriyle mikroyapı ve faz analizleri yapılmıştır. X-ışını kırınımı (XRD) analizi ile kullanılan tozların polimer matris içerisinde yönelme miktarı “Lotgering Factor” ile hesaplanmıştır. Dielektrik ve ferroelektrik ölçümler ile elektriksel karakterizasyonları yapıp yönelmenin özelliklere etkisi incelenmiştir. Yapılan çalışmalar sonucunda plakasal morfolojide anizometrik BaTiO_3 seramik tozu ile üretilen piezokompozitlerde yönelme görülmüştür. Hacimce %5 BT şablon içeren piezokompozit 0.91 ile en yüksek yönelme miktarına sahip olduğu anlaşılmıştır. Eşeksenli tozlar ile üretilen piezokompozitlerde yönelme görülmemiştir.

Anahtar Kelimeler: Dokunsal Sensör, Piezokompozit, BaTiO_3 , Şerit Döküm, Ergiyik Tuz Sentezi

ABSTRACT

The five main sensory organs in the human body, namely the eyes, ears, nose, tongue and skin, perceive the senses of sight, hearing, smell, taste and touch, respectively. Tactile sensors imitate the sense of touch, one of the five human senses, and detect the hardness, surface roughness and temperature of the object. With this feature, they are used in areas such as prosthetic limbs, robots and virtual reality. Tactile sensors can have different working mechanisms such as piezoresistive, capacitive, piezoelectric and optoelectric.

In this study, piezocomposites with 0-3 connection notation having BaTiO₃ active phase with different morphologies distributed in polymer matrix were produced. Anisometric BaTiO₃ powders in plate-like morphology were synthesized with three step molten salt synthesis, and BaTiO₃ powders in equiaxed spherical morphology were synthesized with molten salt synthesis and solid state reaction. The obtained powders were mixed in polymer matrix at the ratios of 5%, 10%, 15%, 20%, 30% by volume and cast on glass with the help of “doctor blade” by tape casting method. As a result of casting, flexible 0-3 piezocomposites with 100 micron thickness were obtained.

Microstructure and phase analyses of the produced powders and piezocomposites were performed using X-ray diffraction (XRD) and scanning electron microscope (SEM) techniques. The amount of orientation of the powders used in the polymer matrix was calculated with the “Lotgering Factor” by X-ray diffraction (XRD) analysis. Electrical characterizations were performed with dielectric and ferroelectric measurements and the effect of orientation on the properties was investigated. As a result of the studies, orientation was observed in piezocomposites produced with anisometric BaTiO₃ ceramic powder in plate morphology. It was understood that the piezocomposite containing 5% BT template by volume had the highest orientation amount with 0.91. No orientation was observed in piezocomposites produced with equiaxed powders.

Keywords: Tactile Sensor, Piezocomposite, BaTiO₃, Tape Casting, Molten Salt Synthesis

TEŞEKKÜR

Yüksek lisans eğitimim boyunca her zaman bilgi birikimini benimle paylaşan, yardıma ihtiyacım olan her noktada bana destek olan Prof. Dr. Sedat ALKOY' a teşekkürlerimi sunuyorum.

Tez çalışmam boyunca her türlü yardımına koşan, karşılaştığım en küçük sorunlarımda bile tereddütsüz yardım eden Dr. Namık Kemal Gözüaık, Dr. Ayşe Berksoy Yavuz ve Muhammet Boz' a teşekkür ediyorum.

Yürüttüğüm çalışmalar süresince X-ışını kırınımı ve taramalı elektron mikroskobu analizlerinde bana yardımcı olan Öğretim Görevlisi Ahmet Nazım ve Uzman Adem Şen'e teşekkür ediyorum.

Beni büyüten ve bu günlere gelmeme vesile olan, desteğini her zaman arkamda hissettiğim aileme teşekkürlerimi sunuyorum.



İÇİNDEKİLER

	Sayfa
ÖZET	v
ABSTRACT	vi
TEŞEKKÜR	vii
İÇİNDEKİLER	viii
SİMGELER ve KISALTMALAR DİZİNİ	x
ŞEKİLLER DİZİNİ	xii
TABLolar DİZİNİ	xiv
1. GİRİŞ	1
2. LİTERATÜR ÖZETİ	2
2.1. Dokunsal Sensörler	2
2.2. Dielektrik	6
2.3. Piezoelektrik	9
2.4. Ferroelektrik	11
2.5. Piezokompozit	12
2.6. Perovskit Yapı	13
2.7. Baryum Titanat-BaTiO ₃	14
2.8. Ergiyik Tuz Sentezi	16
2.9. Üç Aşamalı Ergiyik Tuz Sentezi ile BaTiO ₃ Şablon Üretimi	18
2.10. Katı Hal Reaksiyonu	19
3. DENEYSEL ÇALIŞMALAR	21
3.1. Piezokompozit Üretim Planı	21
3.2. Üç Aşamalı Ergiyik Tuz Sentezi	22
3.3. Tek Aşamalı Ergiyik Tuz Sentezi	25
3.4. Katı Hal Reaksiyonu	26
3.5. Şerit Döküm	27
3.6. Faz ve Mikroyapı Analizleri	29
3.7. Yönlenme Karakterizasyonları	29
3.8. Elektriksel Ölçümler	30
4. SONUÇLAR	31
4.1. Sentezlenen Tozların X-Işınları Kırınımı Faz Analizleri	31
4.1.1. Bi ₄ Ti ₃ O ₁₂ XRD Analizi	31
4.1.2. BaBi ₄ Ti ₄ O ₁₂ XRD Analizi	32
4.1.3. Plakasal BaTiO ₃ XRD Analizi	33
4.1.4. Katı Hal Reaksiyonu ile Üretilmiş BaTiO ₃ XRD Analizi	34
4.1.5. Tek Aşamalı Ergiyik Tuz Sentezi ile Üretilmiş BaTiO ₃ XRD Analizi	36
4.2. BaTiO ₃ Seramik Tozlarının Taramalı Elektron Mikroskobu Partikül Morfoloji Analizleri	37
4.3. Piezokompozitlerin XRD Yönlenme ve Doku Analizleri	40
4.4. Piezokompozitlerin SEM Mikroyapı Analizleri	42
4.5. Elektriksel Analizler	48
4.5.1. Dielektrik Ölçümler	48
4.5.2. Ferroelektrik Ölçümler	50
5. GENEL SONUÇLAR	57

6. ÖNERİLER	58
KAYNAKLAR	60
ÖZGEÇMİŞ	63



SİMGELER ve KISALTMALAR DİZİNİ

%	: Yüzde
°	: Derece
µm	: Mikro metre
ε	: Elektriksel geçirgenlik
ε ₀	: Vakumun elektriksel geçirgenliği
ABO ₃	: Perovskit yapı formülü
AgNO ₃	: Gümüş nitrat
BaCO ₃	: Baryum karbonat
BaTiO ₃	: Baryum titanat
BaBiT	: Baryum bizmut titanat
BaBi ₄ Ti ₄ O ₁₂	: Baryum bizmut titanat
BaCl ₂ ·2H ₂ O	: Baryum klorür dihidrat
Ba ²⁺	: Baryum iyonu
Bi ₂ O ₃	: Bizmut oksit
BiT	: Bizmut titanat
Bi ₄ Ti ₃ O ₁₂	: Bizmut titanat
(Bi ₂ O ₂) ²⁺	: Bizmut oksit iyonu
Bi ₂ O ₃	: Bizmut iyonu
BT	: Baryum titanat
°C	: Santigrat derece
C	: Coulomb
Ca ²⁺	: Kalsiyum iyonu
cm	: Santimetre
cm ²	: Santimetre kare
D	: Elektriksel yer değiştirme
d	: Piezoelektrik katsayı
dk	: Dakika
E	: Elektrik alan
F	: Farad
f	: Lotgering faktör
gr	: Gram
Hz	: Hertz
HNO ₃	: Nitrik asit
I	: Şiddet
K	: Dielektrik sabiti
KCl	: Potasyum klorür
kHz	: Kiloherertz
kV	: Kilovolt
MHz	: Megahertz
m	: Metre
m ²	: Metre kare
NaCl	: Sodyum klorür
Nb ⁵⁺	: Niyobyum iyonu
O ²⁻	: Oksijen iyonu
P	: Polarizasyon
PU	: Poliüretan
P _{max}	: Maksimum polarizasyon

P_r	: Kalıcı polarizasyon
Pb^{2+}	: Kurşun iyonu
SEM	: Taramalı elektron mikroskobu
Sr^{2+}	: Stronsiyum iyonu
Tc	: Curie Sıcaklığı
TiO_2	: Titanyum dioksit
Ti^{4+}	: Titanyum iyonu
X	: Gerilme
x	: Gerinim
XRD	: X-ışını kırınımı
Zr^{4+}	: Zirkonyum iyonu



ŞEKİLLER DİZİNİ

	<u>Sayfa</u>
Şekil 2.1: Dokunsal sensöre sahip protez uzvun çalışma prensibi.	2
Şekil 2.2: Piezorezistif dokunsal sensörün parçaları.	4
Şekil 2.3: Kapasitif dokunsal sensör yapısı.	4
Şekil 2.4: Piezoelektrik etkiye sahip dokunsal sensörün yapay deri olarak kullanılması.	5
Şekil 2.5: a) Optik Sensör, b) Optik Sensör arakesiti.	5
Şekil 2.6: Polarizasyon mekanizmaları.	7
Şekil 2.7: Frekansa bağlı dielektrik sabiti.	8
Şekil 2.8: a) Düz piezoelektrik etki b) Ters piezoelektrik etki.	9
Şekil 2.9: Heckmann diyagramı.	10
Şekil 2.10: Ferroelektrik histerisiz döngüsü.	11
Şekil 2.11: Piezokompozit bağlantı notasyonları.	12
Şekil 2.12: 0-3, 1-3 ve 2-2 piezokompozitlerine ait şematik gösterimler.	13
Şekil 2.13: BaTiO ₃ perovskit yapısı, a) Atomik model, b) Baryum merkezli perovskit yapı.	14
Şekil 2.14: Baryum titanat faz dönüşümleri.	15
Şekil 2.15: BaTiO ₃ a) Dielektrik sabiti matrisi, b) Piezoelektrik katsayı matrisi.	15
Şekil 2.16: BaTiO ₃ a) Dielektrik sabiti b) Piezoelektrik katsayı geometrik gösterim.	16
Şekil 2.17: NaCl ve KCl tuz karışımına ait faz diyagramı.	17
Şekil 2.18: Topokimyasal mikro kristal dönüşüm.	19
Şekil 2.19: Katı hal reaksiyonunun aşamaları; a) Öncül tozlar, b) Reaksiyonun tane sınırlarında başlaması, c) Reaksiyonun tamamlanması.	20
Şekil 3.1: 0-3 piezokompozit formundaki dokunsal sensörlerin üretimine ait akış şeması.	21
Şekil 3.2: Bi ₄ Ti ₃ O ₁₂ sentezinin akış şeması.	23
Şekil 3.3: BaBi ₄ Ti ₄ O ₁₂ sentezinin akış şeması.	24
Şekil 3.4: Plakasal BaTiO ₃ sentezinin akış şeması.	25
Şekil 3.5: Tek aşamalı ergiyik tuz sentezi ile BaTiO ₃ sentezinin akış şeması.	26
Şekil 3.6: Katı hal reaksiyonu ile BaTiO ₃ sentezinin akış şeması.	27
Şekil 3.7: Şerit döküm yöntemi ile plakasal BaTiO ₃ aktif fazına sahip piezokompozit üretimi.	29
Şekil 4.1: Bi ₄ Ti ₃ O ₁₂ seramik tozuna ait XRD analizi.	31
Şekil 4.2: BaBi ₄ Ti ₄ O ₁₂ seramik tozuna ait XRD analizi.	32
Şekil 4.3: Plakasal BaTiO ₃ seramik tozuna ait XRD analizi.	33
Şekil 4.4: Plakasal BaTiO ₃ seramik tozuna ait (200) (002) piklerinin deseni.	34
Şekil 4.5: Katı hal reaksiyonu ile sentezlenen BaTiO ₃ seramik tozuna ait XRD analizi.	35
Şekil 4.6: Katı hal reaksiyonu ile sentezlenen BaTiO ₃ ait (200) (002) piklerinin deseni.	35
Şekil 4.7: Tek aşamalı ergiyik tuz sentezi ile sentezlenen BaTiO ₃ seramik tozuna ait XRD analizi.	36

Şekil 4.8: Tek aşamalı ergiyik tuz sentezi ile sentezlenen BaTiO_3 ait (200)(002) piklerinin deseni.	37
Şekil 4.9: a) $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$, b) $\text{BaBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{12}$, c) Plakasal BaTiO_3 seramik tozlarına ait SEM görüntüleri.	38
Şekil 4.10: Katı hal reaksiyonu ile sentezlenmiş BaTiO_3 seramik tozuna ait SEM görüntüleri.	39
Şekil 4.11: Ergiyik tuz sentezi ile üretilmiş BaTiO_3 seramik tozuna ait SEM görüntüleri.	39
Şekil 4.12: Plakasal BaTiO_3 seramik tozu ile üretilmiş piezokompozitlerin XRD analizleri.	40
Şekil 4.13: Katı hal reaksiyonu ile sentezlenmiş BaTiO_3 seramik tozu ile üretilmiş piezokompozitlerin XRD analizleri.	41
Şekil 4.14: Tek aşamalı ergiyik tuz sentezi ile sentezlenmiş BaTiO_3 seramik tozu ile üretilmiş piezokompozitlerin XRD analizleri.	42
Şekil 4.15: Hacimce %5 a) Plakasal BaTiO_3 , b) KHR BaTiO_3 , c) ETS BaTiO_3 seramik toz miktarına sahip piezokompozitlerin yüzeyden alınan SEM görüntüleri.	43
Şekil 4.16: Hacimce %10 a) Plakasal BaTiO_3 , b) KHR BaTiO_3 , c) ETS BaTiO_3 seramik toz miktarına sahip piezokompozitlerin yüzeyden alınan SEM görüntüleri.	44
Şekil 4.17: Hacimce %15 a) Plakasal BaTiO_3 , b) KHR BaTiO_3 , c) ETS BaTiO_3 seramik toz miktarına sahip piezokompozitlerin yüzeyden alınan SEM görüntüleri.	45
Şekil 4.18: Hacimce %20 a) Plakasal BaTiO_3 , b) KHR BaTiO_3 , c) ETS BaTiO_3 seramik toz miktarına sahip piezokompozitlerin yüzeyden alınan SEM görüntüleri.	46
Şekil 4.19: Hacimce %30 a) Plakasal BaTiO_3 , b) KHR BaTiO_3 , c) ETS BaTiO_3 seramik toz miktarına sahip piezokompozitlerin yüzeyden alınan SEM görüntüleri.	47
Şekil 4.20: a) %5, b) %10, c) %15, d) %20, e) %30 oranlarında farklı morfolojilerde BaTiO_3 seramik tozu katkılı piezokompozitlerin frekansa bağlı dielektrik sabitlerinin karşılaştırmaları.	49
Şekil 4.21: %5 BaTiO_3 seramik tozu katkılı piezokompozitlerin P – E grafikleri.	51
Şekil 4.22: %10 BaTiO_3 seramik tozu katkılı piezokompozitlerin P – E grafikleri.	51
Şekil 4.23: %15 BaTiO_3 seramik tozu katkılı piezokompozitlerin P – E grafikleri.	52
Şekil 4.24: %20 BaTiO_3 seramik tozu katkılı piezokompozitlerin P – E grafikleri.	53
Şekil 4.25: %30 BaTiO_3 seramik tozu katkılı piezokompozitlerin P – E grafikleri.	53
Şekil 4.26: a) BT şablon, b) Tek aşamalı ergiyik tuz sentezi, c) Katı hal reaksiyonu ile üretilmiş BaTiO_3 ile üretilmiş bütün piezokompozitlerin P – E grafikleri.	54
Şekil 6.1: Sensör ölçüm düzeneği.	58
Şekil 6.2: %5 KSN içeren piezokompozitlerin voltaj-zaman grafiği.	59

TABLÖLER DİZİNİ

	<u>Sayfa</u>
Tablo 2.1: Dokunsal sensör mekanizmalarının avantajları ve dezavantajları	3
Tablo 3.1: Toz sentezinde kullanılan hammaddeler.	22
Tablo 3.2: Piezokompozit üretiminde kullanılan polimer ve seramik toz miktarları.	28
Tablo 3.3: Biresin U1406 özellikleri.	28
Tablo 4.1: BaTiO ₃ şablonları ile üretilen piezokompozitlerin dielektrik sabitleri.	48
Tablo 4.2: Katı hal reaksiyonu ile sentezlenmiş BaTiO ₃ seramik tozları ile üretilen piezokompozitlerin dielektrik sabitleri.	48
Tablo 4.3: Tek aşamalı ergiyik tuz sentezi ile elde edilmiş BaTiO ₃ seramik tozları ile üretilen piezokompozitlerin dielektrik sabitleri.	48
Tablo 4.4: Piezokompozitlerin elektriksel değerleri.	55
Tablo 4.5: Farklı miktarlarda ve farklı yönlenmelere sahip KSN aktif fazı bulunan 0-3 piezokompozitlerin elektriksel özellikleri.	56
Tablo 4.6: 0-3 ve 1-3 EVA/BaTiO ₃ piezokompozitlerine ait dielektrik Sabitleri.	56

1. GİRİŞ

Dokunsal sensörler son yıllarda yapay zekâ, artırılmış gerçeklik gibi yüksek teknolojilerin hızla gelişmesiyle büyük önem kazanmışlardır. Robotlar, robotik uzuvlar yapay zekâ desteği ile bir canlının sahip olduğu his mekanizmasına sahip olabilirler [Wang vd., 2015], [Pyo vd., 2021]. Farklı çalışma mekanizmaları olan dokunsal sensörlerde piezoelektrik etki önemli bir rol oynar.

Piezoelektrik etki malzeme bilimi dünyası içinde kendine özgü yer kaplar. Piezoelektrik malzemeler akustik, enerji hasadı, medikal uygulamalar vb. alanlarda kullanılmaktadırlar. Piezoelektrik seramikler yüksek piezoelektrik özellikleri sayesinde bu alanlarda tercih edilmektedirler. Buna karşın seramik malzemelerin karakteristiği olan rijitlik ve kırılabilirlik, piezoelektrik seramikleri dokunsal sensör uygulamalarında kısıtlamaktadır. Dokunsal sensör uygulamalarında esneklik, şekil değiştirebilme, uzayabilme gibi özellikler gerekmektedir. Piezokompozit fikri ile piezoelektrik seramiklerin sahip olduğu dezavantajlar ortadan kaldırılabilir.

0-3 notasyonuna sahip piezokompozitlerde polimer matris içerisinde piezoelektrik seramik tozlar homojen olarak karıştırılır. Elde edilen kompozit malzeme esnek şekil değiştirebilen ve aynı zamanda piezoelektrik etki gösterebilen bir piezokompozit haline gelir.

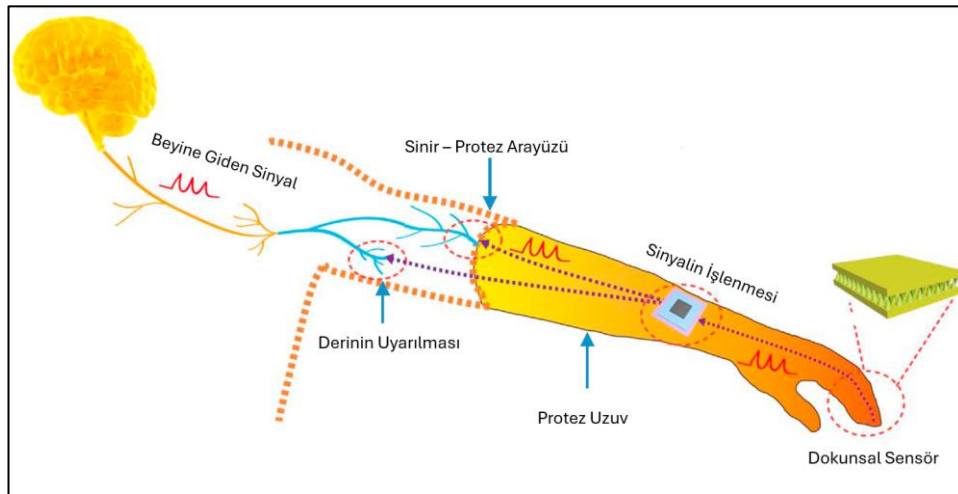
Bu çalışma kapsamında farklı morfolojide $BaTiO_3$ seramik tozları ile piezokompozitler üretilmiştir. Plakasal ve eş eksenli küresel morfolojide sentezlenen tozlar poliüretan matris içerisinde karıştırılıp şerit döküm yöntemi ile döküm yapılmıştır. En boy oranı yüksek plakasal morfolojiye sahip tozların, şerit döküm yönteminde kullanılan “Doctor Blade” yardımıyla yönlendirmeleri sağlanmıştır. Bu sayede anisometrik morfolojideki tek kristal $BaTiO_3$ partiküllerin anizotropik özelliklerinden faydalanılmıştır. Elde edilen piezokompozitlerin X-ışını kırınımı, taramalı elektron mikroskobu ve elektriksel analizleri yapılmıştır.

2. LİTERATÜR ÖZETİ

2.1. Dokunsal Sensörler

İnsan doğumundan ölümüne kadar çevre ile etkileşimini beş duyu organı ile yapar. Görme, duyma, dokunma, koklama ve tatma insanoğlunun beş temel duyusudur. İlk günlerinden itibaren duyu organları ile çevresi ile iletişime geçer ve elde ettiği bilgileri hafızasında depolar. Bu davranış biçimi teknolojik anlamda dokunsal sensör teknolojisine ilham olmaktadır.

Esnek dokunsal sensörlerin son yıllarda hızla gelişmesiyle birlikte yapay zekâ destekli çalışmalar da hız kazanmıştır. Temel anlamda insan derisini taklit eden dokunsal sensörler, bir uyarı tarafından uyarıldığında elektriksel sinyal üretmektedirler. Bu çalışma mekanizması ile insan derisinin çalışma mekanizmasına paralellik gösterirler. İnsan derisinde bulunan dokunma hissini sağlayan reseptörler bir cisim tarafından uyarıldığında, cismin sertliği, yüzey pürüzlülüğü, sıcaklığı gibi özelliklerine göre farklı nöral sinyaller üretirler. Üretilen bu sinyal **Şekil 2.1**'de görüldüğü gibi sinir sistemi vasıtası ile beyinde bulunan somatosensöriyel kortekse iletilir ve burada gelen sinyal işlenerek cismin tahlili yapılır. Dokunsal sensör teknolojisi de insan vücudunda bulunan bu çalışma prensibine paralel olarak sensörlerde üretilen elektriksel sinyalin bir işlemcide yapay zekâ destekli olarak işlenmesini ve etkileşime geçtiği uyarıyı tahlil etmeyi amaçlamaktadır [Zou vd., 2017]. Bu kapsam da dokunsal sensörler protez uzuvlarda, yapay zekâ destekli robotiklerde, sağlık alanlarında kullanılmaktadırlar.



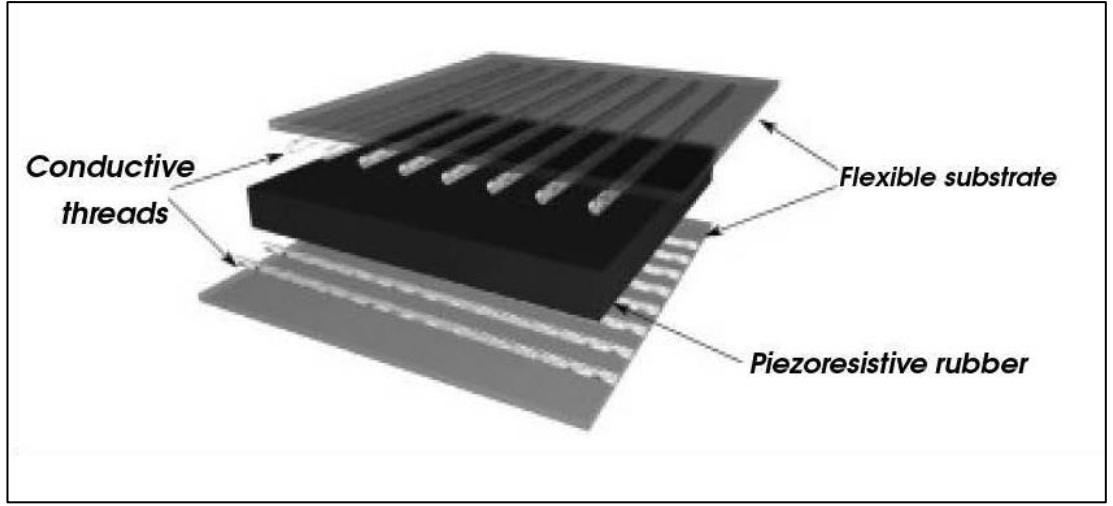
Şekil 2.1: Dokunsal sensöre sahip protez uzvun çalışma prensibi [Yongbiao vd.,2017].

Dokunsal sensörler piezorezistif, kapasitif, piezoelektrik, optoelektrik vb. mekanizmalara sahiptirler. Çalışma mekanizmalarının farklılığı nedeniyle tercih edildikleri alanlar da değişiklik gösterirler. **Tablo 2.1**'de çalışma mekanizmalarının avantajları ve dezavantajları verilmiştir.

Tablo 2.1: Dokunsal sensör mekanizmalarının avantajları ve dezavantajları [Tiwana vd., 2012].

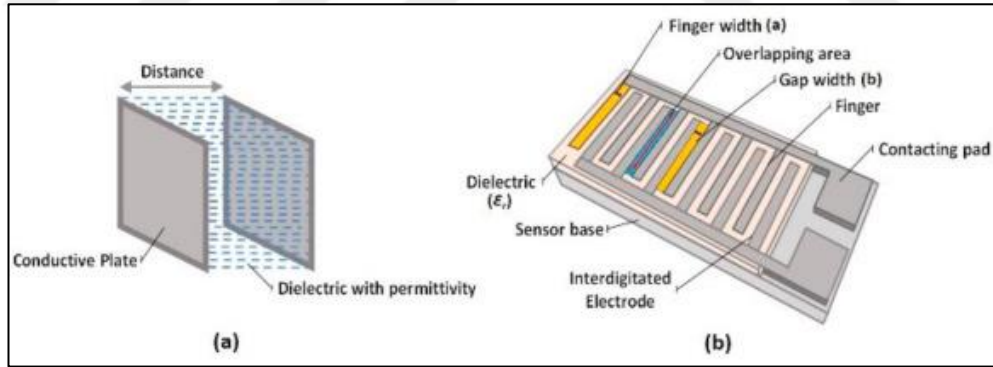
Sensör Mekanizmaları	Avantajlar	Dezavantajlar
Piezorezistif	Yüksek mekansal çözünürlük Birim alanda yüksek tarama oranı Yapılandırılmış sensörler	Daha düşük tekrarlanabilirlik Daha yüksek güç tüketimi
Kapasitif	Mükemmel hassasiyet İyi mekansal çözünürlük Geniş dinamik aralık	Kaçak kapasitans Gürültüye duyarlı Ölçüm zorluğu
Piezoelektrik	Yüksek frekans tepkisi Yüksek hassasiyet Yüksek dinamik aralık	Zayıf mekansal çözünürlük Yalnızca dinamik algılama
Optoelektrik	Yüksek algılama aralığı Yüksek güvenilirlik Yüksek tekrarlanabilirlik Yüksek mekansal çözünürlük	Kaba Geometrik Yapı Uyumsuz

Piezorezistif sensörlerde malzeme üzerine uygulanan basınç neticesinde malzeme şekil değiştirip direnç farklılığı gösterir, bu durumda sensör sinyal üreterek gelen basıncı algılar. Genellikle robotik eller, elektronik deriler, giyilebilir sensör alanlarında kullanılmaktadırlar. Piezorezistif dokunsal sensörü oluşturan parçalar **Şekil 2.2**'de gösterilmiştir.



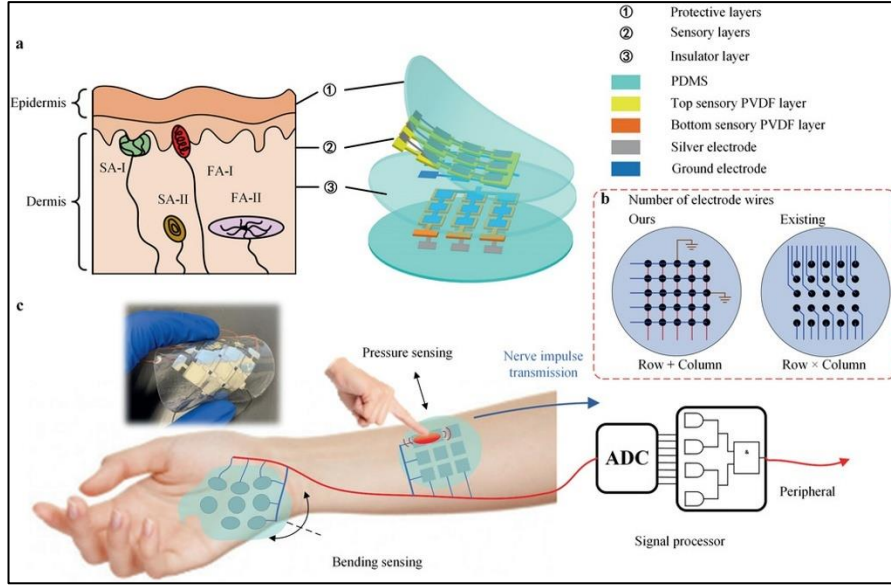
Şekil 2.2: Piezorezistif dokunsal sensörün parçaları [Kappassov vd., 2015].

Kapasitif sensörler günümüzde yaygın olarak dokunmatik ekranlarda, robotik yüzeylerde kullanılmaktadır. Sensörün geometrik şekil değiştirmesi sonucunda kapasitans değerleri farklılık gösterir ve elektriksel sinyal açığa çıkarır. Bu sinyal işlenerek cisim tanımlanır. Kapasitif sensörler Şekil 2.3’de görüldüğü gibi kapasitörlerin çalışma prensibini temel almaktadır.



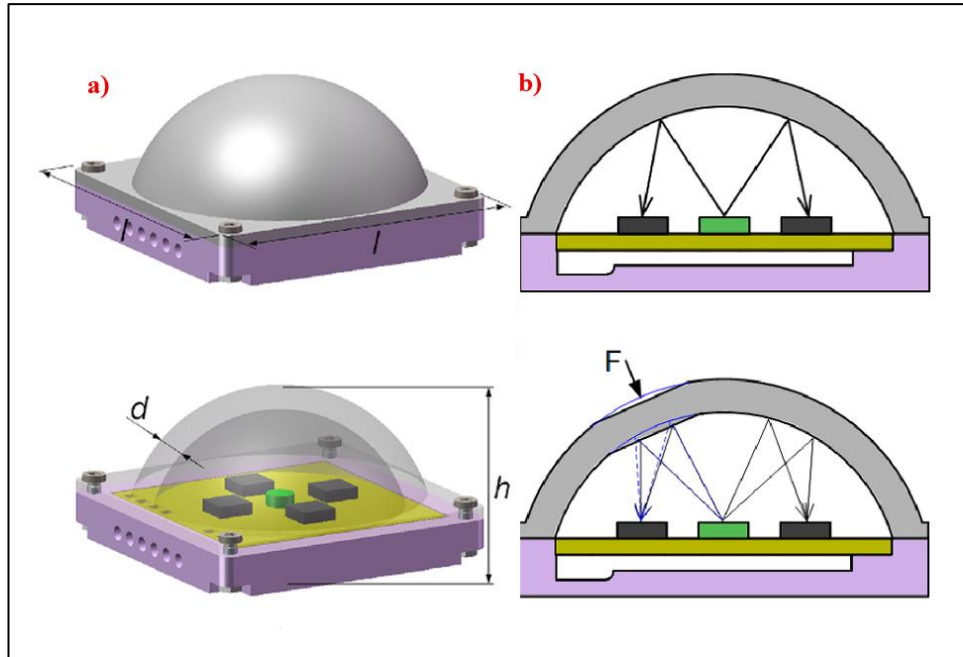
Şekil 2.3: Kapasitif dokunsal sensör yapısı [Rumon vd., 2021].

Piezoelektrik özelliğe sahip dokunsal sensörlerde, sensör malzemesinin üzerine uygulanan basınç piezoelektrik etki ile elektriksel sinyale dönüştürülür. Piezoelektrik dokunsal sensörlerde çalışma prensibi dinamiktir yani basınç uygulandığı süre boyunca elektriksel sinyal üretmezler. Yüksek hassasiyet ve geniş bir çalışma aralığı vardır. Şekil 2.4’te insan derisini taklit eden piezoelektrik mekanizmasına sahip dokunsal sensörde, PVDF malzemesinin sensör olarak kullanıldığı görülmektedir.



Şekil 2.4: Piezoelektrik etkiye sahip dokunsal sensörün yapay deri olarak kullanılması [Lin vd.,2021].

Optoelektrik dokunsal sensörlerde ışık yolunun değişimi prensibi vardır. Esnek bir yüzeye bir ışık gönderilir ve ışığın kırılma açısı anlık olarak izlenir. Esnek yüzeyin bir kuvvet sebebiyle şekil değiştirmesiyle, yüzeye gönderilen ışığın kırılma açısı değişir ve ortaya çıkan farklılık ile uyaran cisim tahlil edilir. Optik Sensöre ait temsili gösterim Şekil 2.5'te verilmiştir.



Şekil 2.5: a) Optik Sensör, b) Optik Sensör arakesiti [Huang vd.,2023]

2.2. Dielektrik

Dielektrik malzemeler en temel kavramıyla yalıtkan malzemeler olarak tanımlanabilir. Yalıtkan malzemeler bir elektrik alan altında ya da elektrik akımına maruz kaldıklarında elektrik yüklerinin hareketlerini kısıtlayarak tek bir bölgede toplarlar. Dielektrik malzemelerde ise uygulanan elektriksel kuvvetlere karşı yalıtkanlık gösterirken aynı zamanda bu kuvvetler altında elektriksel yükleri depolayabilmektedirler. Yüksek dielektrik sabitine sahip malzemelerde ise yük depolayabilme kapasitesi yüksektir. Bu sebeple dielektrik sabiti yüksek olan elektroseramikler için son derece önemli bir özelliktir [Carter vd., 2007].

Dielektrik özelliğın tanıımı olan dielektrik sabiti “K” sembolü ile gösterilir ve birimi yoktur. Dielektrik malzemenin elektrik alan altında yük depolayabilme özelliğinin matematiksel ifadesi aşağıda bulunan eşitlikler ile tanımlanır.

$$D = \epsilon E \quad (2.1)$$

Eşitlik 2.1’de gösterilen ifade skalar bir eşitliktir. “D” (C/m²) elektriksel yer değıştirme, “ε” (F/m) elektriksel geçirgenlik, “E” (V/m) elektrik alanı ifade etmektedir. Dielektrik sabiti ise Eşitlik 2.2’de görüldüğü gibi malzemenin elektriksel geçirgenliğinin “ε” (F/m), vakumun elektriksel geçirgenliğine “ε₀” (8.854×10⁻¹² F/m) bölünmesiyle bulunur.

$$K = \epsilon / \epsilon_0 \quad (2.2)$$

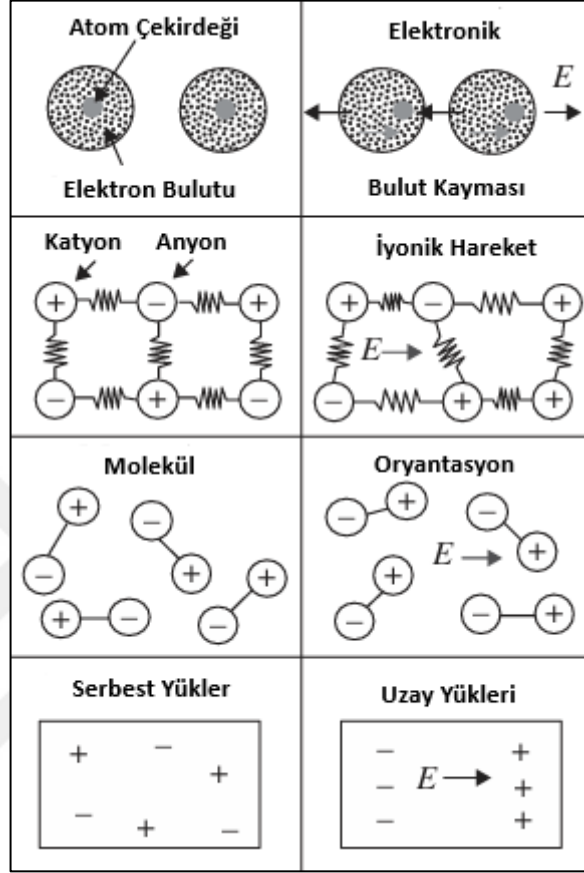
Elektrik yer değıştirme “D” Eşitlik 2.3’te, elektrik alan altında vakumda depolanan yükler ile malzemenin polarizasyonunun toplamına eşittir.

$$D = \epsilon_0 E + P \quad (2.3)$$

Elektrik yer değıştirme “D” ile elektriksel geçirgenlik “ε” ve elektrik alan “E” arasında bulunan ilişkiyi tanımlayan matematiksel ifade eşitlik (2.4)’de tensör olarak verilmiştir. Elektrik yer değıştirme ve elektrik alan birinci derece alan tensörleridir, bu nedenle elektriksel geçirgenlik ikinci derece bir özellik tensörüdür. Elektriksel geçirgenliğın vakumun geçirgenliğine bölünmesiyle bulunan dielektrik sabiti de bu sebeple ikinci derece bir tensördür [Newnham, 2005].

$$D_i = \epsilon_{ij} E_j \quad (2.4)$$

Dielektrik malzemenin içerisinde bulunan elektronik, iyonik, dipolar ve uzay yükleri olmak üzere dielektrik özelliği etkileyen dört farklı polarizasyon mekanizması vardır. Polarizasyon mekanizmalarının temsili gösterimleri **Şekil 2.6**'da verilmiştir.



Şekil 2.6: Polarizasyon mekanizmaları [Newnham, 2005].

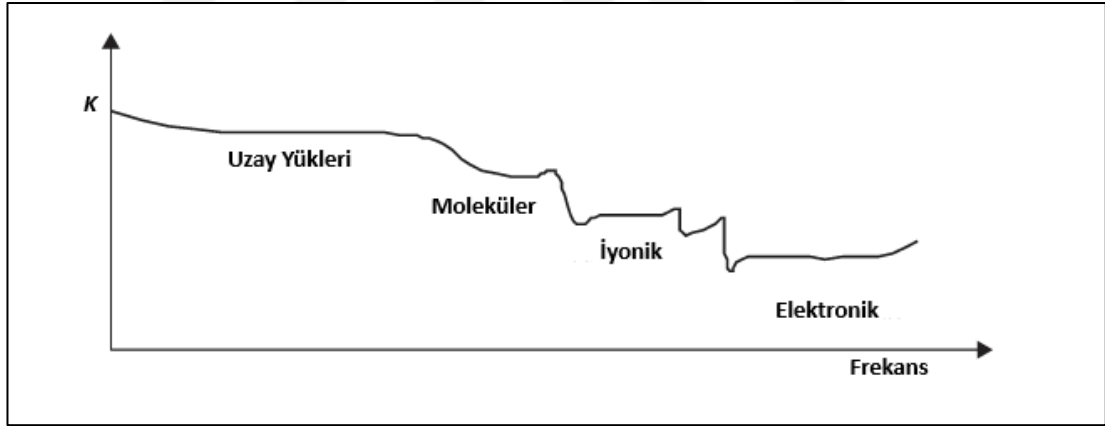
Elektronik polarizasyona katkı atom çekirdeğini saran elektron bulutunun hareketi sayesinde olur. Dielektrik malzeme üzerine uygulanan elektrik alan sebebiyle atom çekirdeğinin etrafında bulunan elektron bulutu elektrik alan yönünün tersine hareket eder. Negatif yüklü olan elektron bulutunun merkezi kayarak pozitif yüklü olan atom çekirdeği arasında bir dipol momenti oluşturur.

İkinci mekanizma olan iyonik polarizasyon ise malzemeyi oluşturan anyonlar ile katyonların elektrik alan sebebiyle yer değiştirmesi sonucu oluşmaktadır. Katyonlar elektrik alan yönüne doğru hareket ederken anyonlar elektrik alan yönünün tersine doğru hareket ederler. Pozitif ve negatif yüklerin merkezlerinin birbirinden uzaklaşması sonucunda dipol momenti meydana gelir.

Moleküler yapıda bulunan malzemelerde ise molekülde bulunan pozitif ve negatif yüklü atomların oluşturduğu yük merkezlerinin elektrik alan yönüne bağlı olarak hareketleri sonucunda moleküler dipoller oluşur.

Dielektriklerin belli bir kısmında karşılaşılan uzay yüklerinde, negatif ve pozitif olmak üzere serbest halde bulunan yük taşıyıcıları elektrik alan altında yönlendirilerek malzeme içerisinde belli bölgelerde toplanır. Dipol momenti yük merkezlerinin kayması neticesinde oluşur [Carter vd., 2007].

Anlaşılabileceği üzere polarizasyon mekanizmalarının etkisi elektronik boyuttan malzeme içerisinde bulunan tane boyutuna kadar değişmektedir. Elektrik alanın frekansının artması sonucunda daha büyük yapıda görülen polarizasyon mekanizmalarının devreden çıktığı bilinmektedir. Frekans arttıkça sırasıyla uzay yükleri, moleküllerin yönlendirilmesi ve iyonik polarizasyon mekanizmaları elektrik alan yönünün değişim hızına yetişemedikleri için polarizasyona katkıda bulunamayacaklardır. Dielektrik sabitinin frekansa bağlı değişim grafiği Şekil 2.7’de verilmiştir.

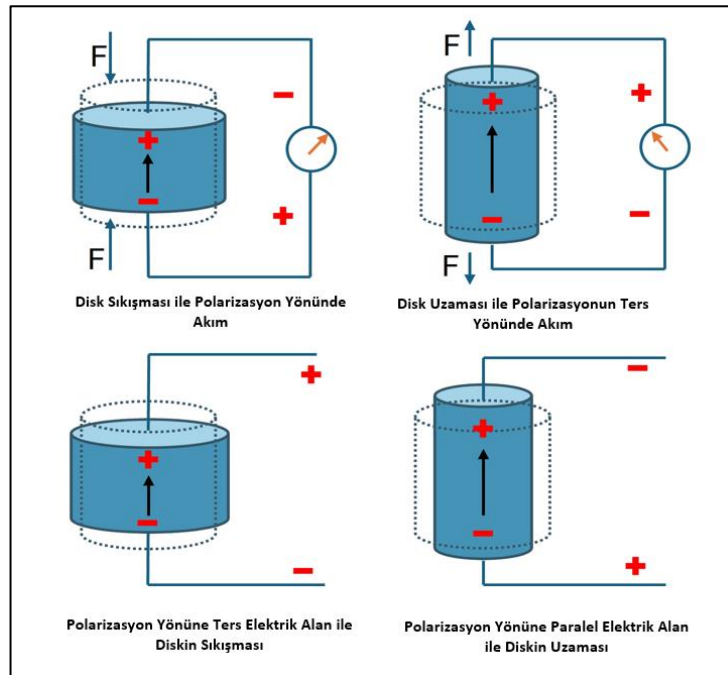


Şekil 2.7: Frekansa bağlı dielektrik sabiti [Newnham, 2005].

2.3. Piezoelektrik

Piezoelektrik etki, Jacques ve Pierre Curie kardeşler tarafından 1880 yılında keşfedilmiştir. Curie kardeşler basıncın elektriksel yük üretimindeki etkisini incelemek için çinko sülfür, kuvars ve turmalin kristalleri üzerinde çalışmalar yapmıştır, bu çalışmalar sırasında piezoelektrik özelliği keşfetmişlerdir [Richardson, 1992]. Piezoelektrik kelimesi, Yunancada bulunan “piezein” kelimesinden türetilmiştir. Bu kelime, Yunancada “basınç, sıkıştırma” anlamına gelmektedir [Newnham, 2005]. Piezoelektrik etki belirli malzemelerde gözlenmektedir. Malzemenin piezoelektrik özellik gösterebilmesi için simetri merkezine sahip olmaması gerekmektedir. Tek kristal formundaki malzemelerde gözlemlenen 32 farklı simetri nokta grubundan sadece 21 nokta grubu simetri merkezine sahip değildir. 21 nokta grubundan sadece 1 tanesi piezoelektrik özellik göstermemektedir [Moulson vd., 2003].

Piezoelektrik özellik, düz piezoelektrik etki ve ters piezoelektrik etki olmak üzere ikiye ayrılmaktadır. Düz piezoelektrik etkide; piezoelektrik bir malzemenin üzerine uygulanan kuvvet ile malzeme içerisindeki kutuplanmış yüklerin yer değiştirmesi sonucu elektriksel yükler açığa çıkmaktadır. Ters piezoelektrik etkide; piezoelektrik malzeme üzerine uygulanan elektrik alan ile malzemede şekil değişimleri gözlemlenmektedir. Piezoelektrik etki Şekil 2.8’de gösterilmiştir.



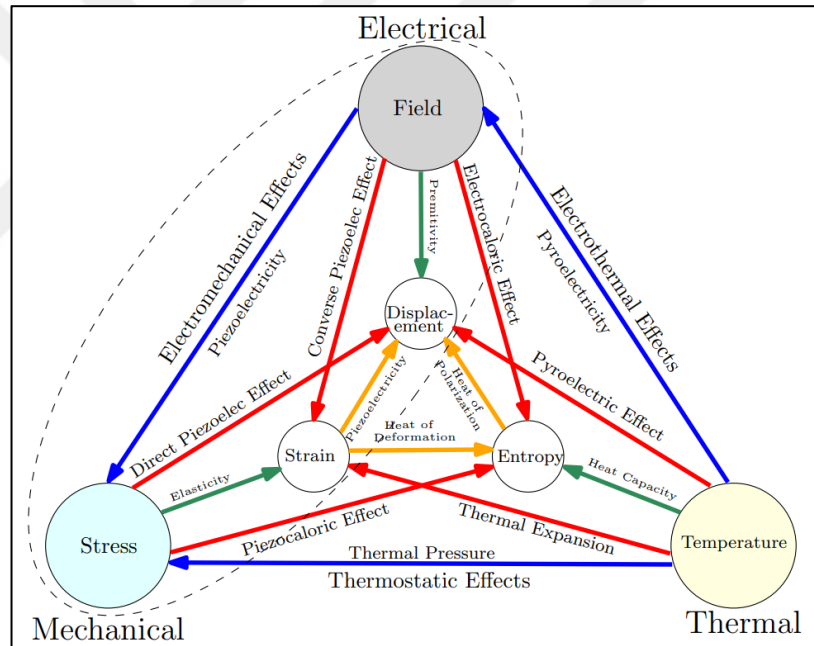
Şekil 2.8: a) Düz piezoelektrik etki, b) Ters piezoelektrik etki.

Düz piezoelektrik etki Eşitlik 2.5'te olduğu gibi ifade edilir. Elektriksel yüklerin yer değiştirmesi P_j üç farklı yönde değişik gösteren vektörel bir özelliktir. Malzeme üzerine uygulanan gerilme X_{kl} ikinci derece alan tensörüdür. Bu nedenle polarizasyon ile gerilim arasındaki bağlantıyı ifade eden piezoelektrik katsayı üçüncü derece bir tensördür [Newnham, 2005].

$$P_j = d_{jkl}X_{kl} \quad (2.5)$$

Eşitlik 2.6'da gerinim ile elektrik alan arasındaki ilişki piezoelektrik katsayı ile ifade edilmiştir. Gerinim x_{ij} ikinci derece alan tensörü iken uygulanan elektrik alan E_k birinci derece tensördür. Bu sebeple ters piezoelektrik etkiyi tanımlayan d_{ijk} piezoelektrik katsayısı üçüncü derece bir tensördür [Newnham, 2005].

$$x_{ij} = d_{ijk}E_k \quad (2.6)$$

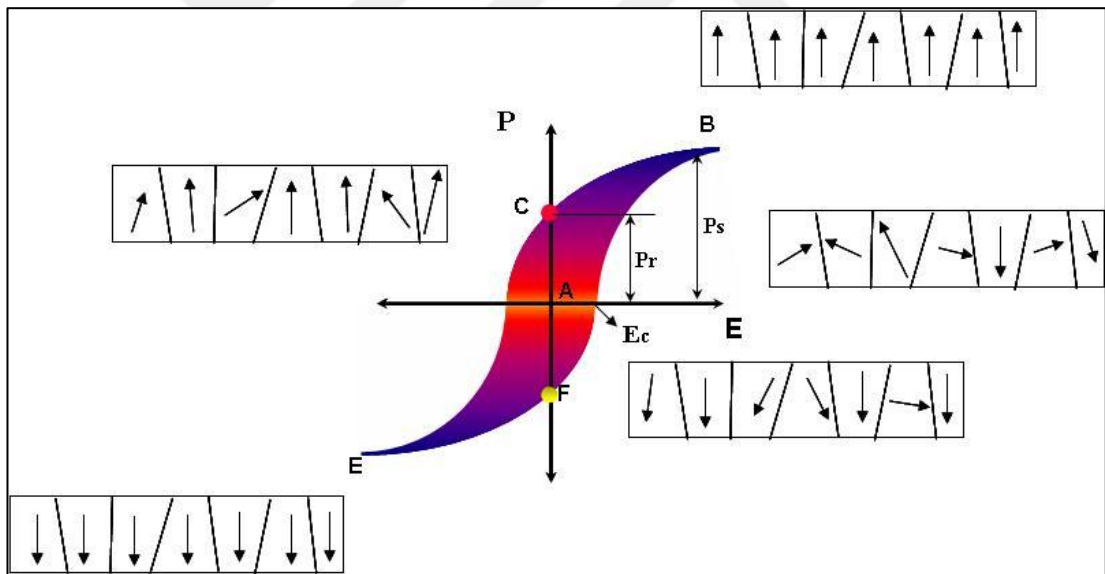


Şekil 2.9: Heckmann diyagramı [Shirvanimoghaddam vd.,2019].

Malzeme üzerine uygulanan etkiler ile malzemenin bu etkilere karşı gösterdiği tepkilerin arasında bulunan ilişkileri tanımlayan Heckmann diyagramı Şekil 2.9'da gösterilmiştir. Gerilme ile polarizasyon ve gerinim ile elektrik alan arasındaki ilişkileri gösteren bölge piezoelektrik özellik olarak tanımlanır.

2.4. Ferroelektrik

Ferroelektrik malzemeler piroelektrik malzemelerin bir alt grubu olarak yer almaktadırlar. Ferroelektrik malzemeler kendiliğinden polarizasyona sahip malzemelerdir. Sahip oldukları kendiliğinden polarizasyon elektrik alan altında tekrar yönlendirilebilir. Ferroelektrik özellik malzemenin belli kristal yapılarında ve simetrilerinde gözlemlenir. Sıcaklığa bağlı değişim gösteren bu özellik faz değişimlerinden etkilenmektedir. Curie sıcaklığı (T_c) üzerinde ferroelektrik malzemelerin sahip olduğu kendiliğinden polarizasyon kaybolur. Bu sebeple kritik sıcaklık aralığı geçildiğinde malzeme paraelektrik özellik gözlemlenir [Damjanovic, 1998]. Curie sıcaklığının altında farklı sıcaklık değerlerinde malzemede faz değişimine bağlı olarak kendiliğinden polarizasyonun yönünün değişimi gözlemlenebilir. Şekil 2.10’da ferroelektrik malzemeye ait standart bir histerisiz eğrisi verilmiştir.



Şekil 2.10: Ferroelektrik histerisiz döngüsü [Vijatović Petrović M.M vd., 2008].

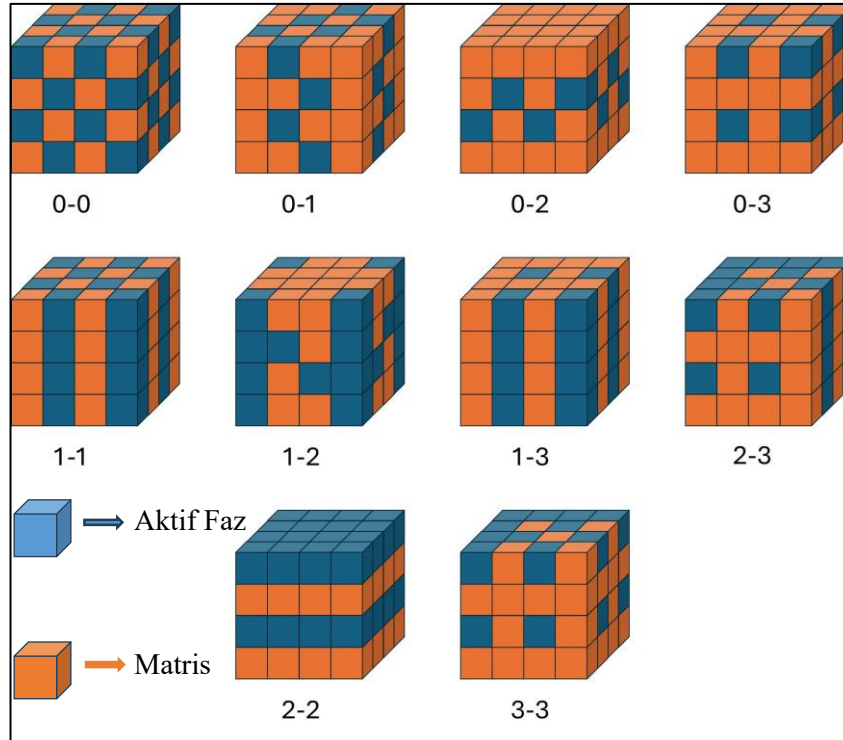
Elektrik alanın uygulanmasıyla birlikte A ve B noktaları arasında doğrusal olmayan bir polarizasyon artışı gözlemlenir. B noktasında domainlerin sahip olduğu polarizasyonlar aynı yönde yönlenir ve bu noktada doyuma ulaşır. Uygulanan elektrik alan kaldırıldığında polarizasyon B-C yolunu izler. Domainlerin yönlenmesi kısmen bozulsa da C noktasında kalıntı polarizasyon (P_r) gözlemlenir. Elektrik alan yönü değişmesiyle kalıcı olarak yönlenen domainler tam ters yönde yönlenmeye başlar.

Zorlayıcı elektrik alan (E_c) seviyesinde polarizasyon tamamen sıfıra düşecektir. Elektrik alan negatif değerde doyuma ulaştığında domain hizalanması tamamen ters yönde olacaktır. Elektrik alan değerinin pozitif ve negatif olarak değişmesiyle tam bir histerisiz döngüsü tamamlanır [Kao, 2004].

2.5. Piezokompozit

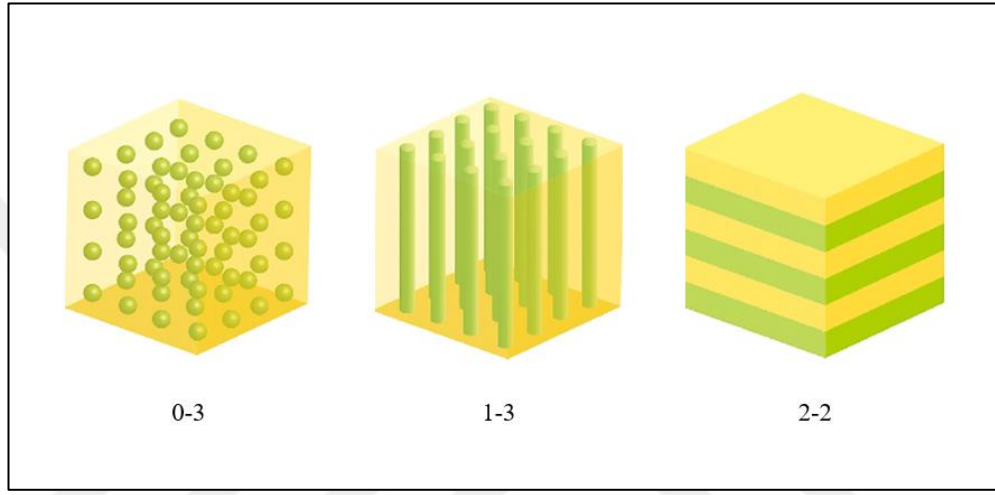
Piezoelektrik malzemeler yüksek piezoelektrik özellikler ve yüksek sıcaklık dayanımı gibi özellikleri yanında düşük duyarlılık, kırılgenlik ve rijitlik gibi dezavantajlara sahiptirler. Bu kısıtlamalar yüksek piezoelektrik etkinin yüksek duyarlılık ve esneklik isteyen koşullarda kullanılmasını engellemektedir.

Piezokompozit malzemeler yüksek piezoelektrik özellik gösteren seramik bir faz ile esnek, şekil değiştirebilen ya da yüksek duyarlılığa sahip polimer bir matrisin bir araya gelmesi ile üretilirler. Newnham ve arkadaşları 1978 yılında piezokompozitlerde bulunan aktif ve pasif fazın boyutsal olarak bağlanabilirlik durumlarına göre farklı notasyonlar geliştirmişlerdir [Newnham vd., 1978]. Şekil 2.11’de görüldüğü gibi 0-0, 1-0, 2-0, 1-1, 2-1, 3-1, 2-2, 3- 2, 3-3 piezokompozitleri tanımlayan on farklı notasyondur.



Şekil 2.11: Piezokompozit bağlantı notasyonları.

Piezokompozit notasyonları arasında 0-3, 1-3 ve 2-2 en yaygın olan notasyonlardır. 0-3 notasyonuna sahip piezokompozitler dokunsal sensör, basınç sensörleri, enerji hasadı; 1-3 piezokompozitler su altı akustik sistemler, hidrofonlar, tıbbi ultrason problemleri; 2-2 piezokompozitler mikro robotikler, yapı hasar analizi, enerji hasadı gibi yüksek hassasiyet alanlarda kullanılmaktadırlar [Lee vd., 2014], [Akdogan vd., 2005], [Tressler vd., 1998]. Şekil 2.12’de 0-3, 1-3 ve 2-2 piezokompozitleri şematik halde gösterilmiştir.

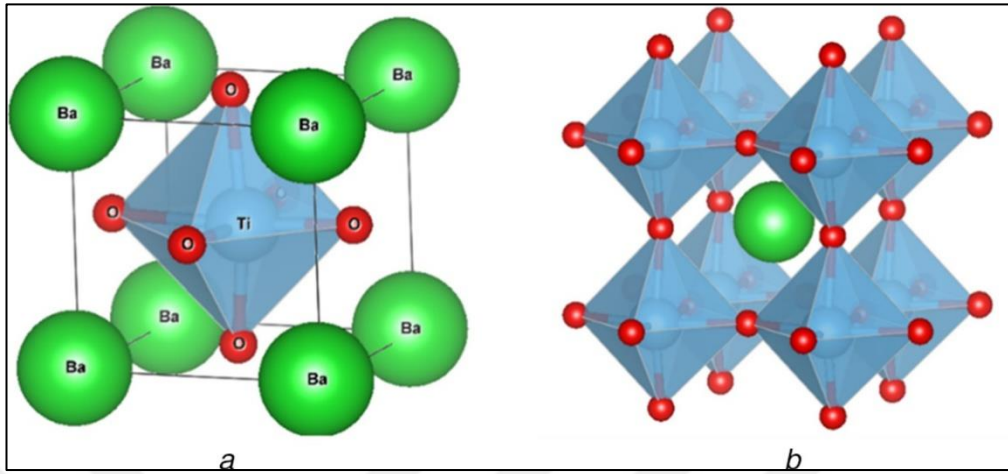


Şekil 2.12: 0-3, 1-3 ve 2-2 piezokompozitlerine ait şematik gösterimler [Narita vd.,2017].

2.6. Perovskit Yapı

Perovskit yapı ferroelektrik malzemeler arasında yaygın bir yapıdır. Bir perovskit birim hücrenin kimyasal bileşimi ABO_3 olarak ifade edilir. A ve B atomları pozitif değerlikli metal iyonları olmakla birlikte, A atomları kristal yapıda köşelere yerleşirken, B atomları yapının merkezine yerleşmektedir. Negatif değerlikli oksijen atomları ise birim hücrenin yüzey merkezlerinde bulunmaktadır [Troler-McKinstry vd., 2017]. Perovskit yapıda bulunan A ve B atomlarının çap farkları yüksektir. Küçük çapa sahip metal iyonunun daha yüksek yüke sahip olması sebebiyle perovskit yapı ferroelektrik özellik kazanır [Izyumskaya vd., 2007]. A bölgesinde bulunan büyük katyonlar genellikle Ba^{2+} , Sr^{2+} , Pb^{2+} , Bi^{3+} , Ca^{2+} , gibi metal iyonlarıdır. Merkezde bulunan B bölgesinde ise yüksek değerlikli katyonlar olan Ti^{4+} , Zr^{4+} , Nb^{5+} metal iyonları bulunmaktadır. B metal iyonları birim hücrenin yüzey merkezlerinde bulunan

oksijen atomları ile oktahedral yapı oluşturur [Kao, 2004]. Şekil 2.13' de BaTiO₃ perovskit kristal yapısının iki farklı görünüşü paylaşılmıştır.

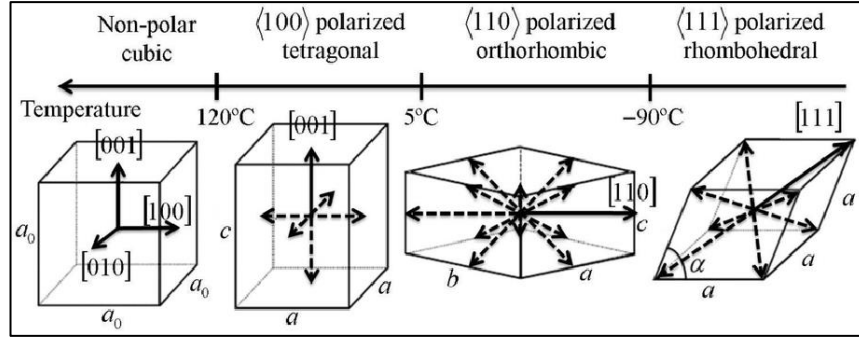


Şekil 2.13: BaTiO₃ perovskit yapısı, a) Atomik model, b) Baryum merkezli perovskit yapı [Shi vd., 2020].

2.7. Baryum Titanat- BaTiO₃

Baryum titanat perovskit yapı ailesinde bulunan ve tarihteki ilk ferroelektrik seramik özelliğini taşıyan bir malzemedir. İlk keşif yılları 2. Dünya Savaşı'na kadar uzanmaktadır. [Randall vd., 2004]. İlk zamanlar üzerine yapılan birçok çalışma olsa da kurşunlu elektroseramiklerin keşfi ile popülerliğini yitirmiştir. 20. yüzyılın sonlarına doğru kurşun kullanılarak üretilen malzemelerin çevreye verdiği zarar ve toksik olması sebebiyle insan sinir sistemine zarar vermesi gündeme gelmesiyle, çalışmalar tekrar kurşunsuz malzemelere doğru yoğunlaşmıştır.

Baryum titanatın ferroelektrik özellikleri faz geçişlerine göre değişiklik göstermektedir. Baryum titanatın Şekil 2.14'te sıcaklığa bağlı faz dönüşümleri verilmiştir. Sıcaklığın artması ile sırasıyla rombohedral, ortorombik, tetragonal ve kübik fazlara sahip olan baryum titanatın Curie Sıcaklığı $T_c = 120$ °C'dir. Curie sıcaklığının altında sahip olduğu bütün fazlarda kendiliğinden polarizasyona sahiptir. Bu yapısal farklılık baryum titanata anizotropik özellik katmaktadır. [Vijatović Petrović M.M vd., 2008].



Şekil 2.14: Baryum titanat faz dönüşümleri [Potnis vd.,2011].

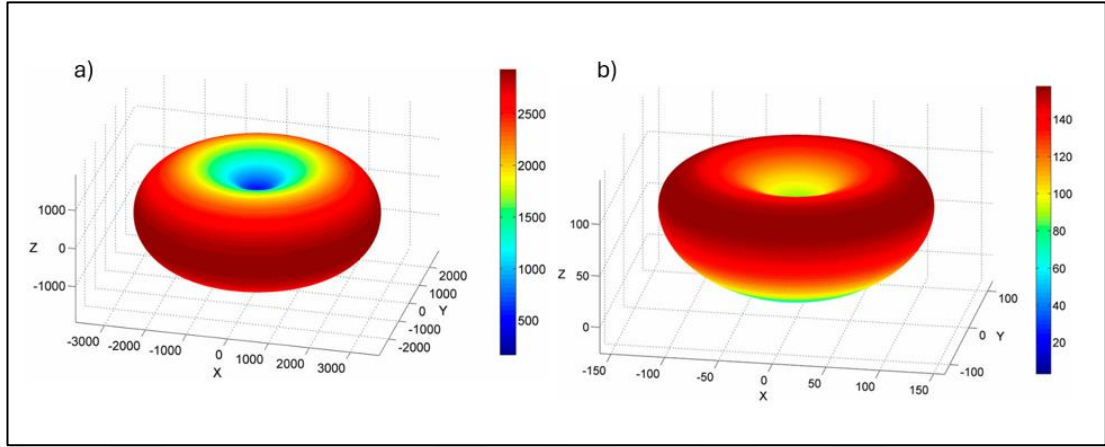
Perovskit yapısında bulunan baryum titanat Şekil 2.13'te görüldüğü gibi birim hücrenin köşelerinde Ba^{2+} , merkezinde Ti^{4+} ve yüzey merkezinde O^{2-} iyonları bulunur. Oda sıcaklığında tetragonal fazda bulunan baryum titanat katyonlar ile anyonların normal pozisyonlarından birbirlerine zıt yönlerde kaymasından dolayı kendiliğinden polarizasyona sahip bir ferroelektrik malzemeye dönüşür. Curie sıcaklığı üzerine çıkıldığında birim hücre kübik yapıya dönüşmesinden dolayı kendiliğinden polarizasyon ortadan kaybolur ve paraelektrik bir malzemeye dönüşür [Carter vd., 2007].

Baryum titanat tetragonal fazda 4mm simetrisine sahiptir. Bu simetri nokta grubunda kristal kafes içerisinde “z” kristalografik eksenine doğru polar bir özellik kazanır. Anizotropik özellikler sayesinde farklı yönlerde elektriksel özellikleri değişmektedir [Randall vd., 2004]. Şekil 2.15. a) dielektrik sabiti matrisi ve Şekil 2.15. b) piezoelektrik katsayı matrisi verilmiştir.

$$\begin{aligned}
 \text{a)} \\
 \epsilon_r &= \begin{bmatrix} 2920 & 0 & 0 \\ 0 & 2920 & 0 \\ 0 & 0 & 168 \end{bmatrix} \\
 \text{b)} \\
 d &= \begin{bmatrix} 0 & 0 & 0 & 0 & 392 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 392 & 0 & 0 \\ -34.5 & -34.5 & 85.6 & 0 & 0 & 0 \end{bmatrix} \text{ pC/N}
 \end{aligned}$$

Şekil 2.15: BaTiO₃ a) Dielektrik sabiti matrisi, b) Piezoelektrik katsayı matrisi [Fuentes-Cobas vd., 2017].

Şekil 2.16’da dielektrik sabiti matrisi ile piezoelektrik katsayı matrislerine ait geometrik olarak şematik gösterimleri verilmiştir.

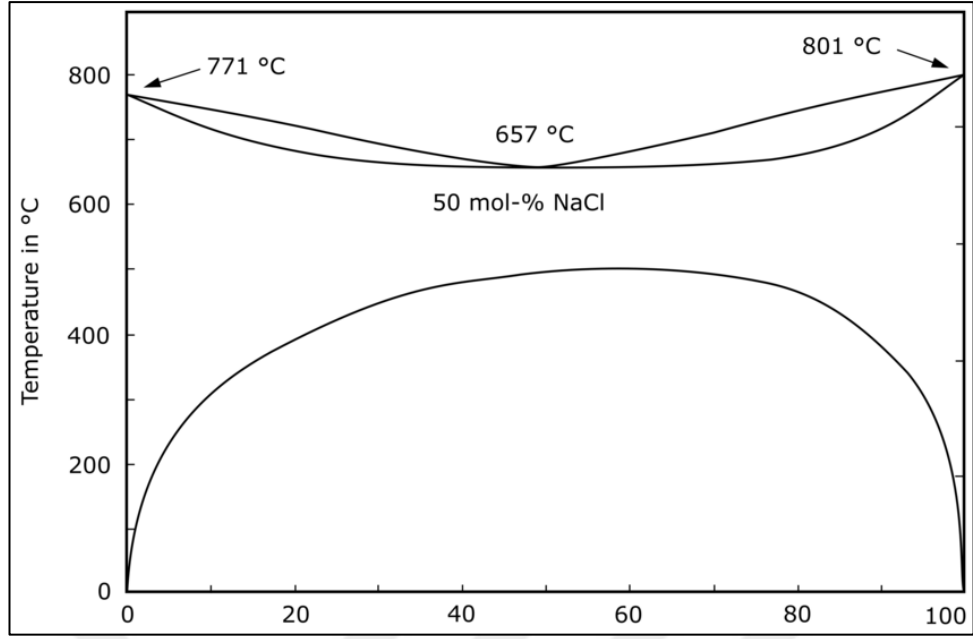


Şekil 2.16: BaTiO₃ a) Dielektrik sabiti b) Piezoelektrik katsayı geometrik gösterim [Fuentes-Cobas vd., 2017].

2.8. Ergiyik Tuz Sentezi

Ergiyik tuz sentezi seramik tozların ergimiş bir tuz ortamında sentezlenmesini sağlayan seramik toz sentez tekniklerinden bir tanesidir. Bu sentez yönteminde öncül toz olarak genellikle oksitler ve karbonatlar kullanılıp karmaşık yapıdaki oksitler üretilir. Yüksek ölçekli seramik tozların üretimi katı hal reaksiyonu ile gerçekleştirilir. Ergiyik tuz sentezinde ise katı hal reaksiyonunda izlenen yola ilave olarak klorür ve sülfat tuzları öncül tozlarla birlikte kullanılır. Bu aşamada bir veya birden fazla tuzun oluşturduğu karışım kullanılabilir. Kullanılan tuz ısıtma işlemi sırasında öncül tozlara kıyasla daha düşük ergime sıcaklığında sahip olması nedeniyle bir çözücü görevi görmektedir. Ergiyik tuz sentezi ile üretimi yapılan seramik tozlarında tane morfolojisi ve boyutu kullanılan tuz miktarlarına, ısıtma işlem süresine ve sıcaklığa bağlı olarak değişiklik gösterebilir.

Sentez aşamasında kullanılacak tuzlar kritik bir öneme sahiptir. Tercih edilen tuz karışımları genellikle ötektik karışımlardır. Ergiyik tuz sentezinde kullanılan NaCl ve KCl tuzları 801 °C ve 771 °C ergime noktalarına sahiptirler. Bu tuzların oluşturduğu karışımda ötektik nokta %50 NaCl ve %50 KCl noktasında bulunmaktadır. NaCl ve KCl tuzlarına ait faz diyagramı Şekil 2.17’de verilmiştir. Ötektik karışım noktasında ergime sıcaklığının 657 °C’ ye kadar düştüğü görülmektedir.



Şekil 2.17: NaCl ve KCl tuz karışımına ait faz diyagramı [Krichebner vd., 2021].

Düşük ergime sıcaklığı hem ekonomik hem de sentezin daha düşük sıcaklıklarda başlaması açısından önemlidir. Kullanılan tuzlar ve miktarları sentez için gerekli olan öncül tozların kimyasına ve ergime noktalarına göre değişiklik göstermektedir.

Ergiyik tuz sentezine ilk olarak tuzların ve öncül tozların homojen olarak karıştırılması ile başlanır. Isıl işlem sırasında ergimiş tuz havuzunun içerisinde öncül tozlar çözünür ve ürün olarak seramik toz partiküllerini oluşturur. Isıl işlem sonucunda elde edilen ürün saf su ile yıkanarak içindeki tuzdan arındırılır.

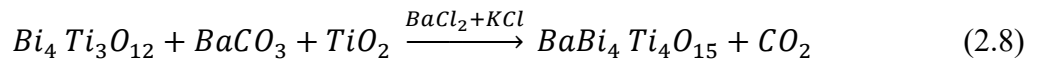
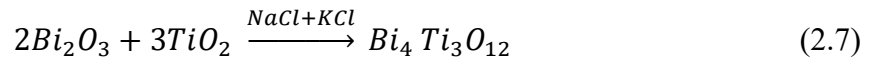
Ergiyik tuzun kullanım amaçları; reaksiyon hızını arttırmak ve reaksiyon sıcaklığını düşürmek, mümkün olduğunca öncül tozların homojen olarak karışmasını sağlamak, ürün olarak çıkan partiküllerin morfolojisini ve büyüklüğünü kontrol etmektir [Kimura, 2011].

Tek kristal üretim yöntemlerinden bir tanesi de ergiyik tuz sentezidir [Elwell vd., 1975]. Öncül tozlar ergimiş tuz havuzunun içerisinde homojen olarak çözünüp homojen bir sıvı karışım oluşturur. Soğutma sırasında karışım içerisinde farklı noktalar çekirdeklenmeler başlar ve tek kristal partiküller oluşur. Soğuma hızının kontrolü ile partiküllerin boyutu ve sayısı kontrol edilebilir.

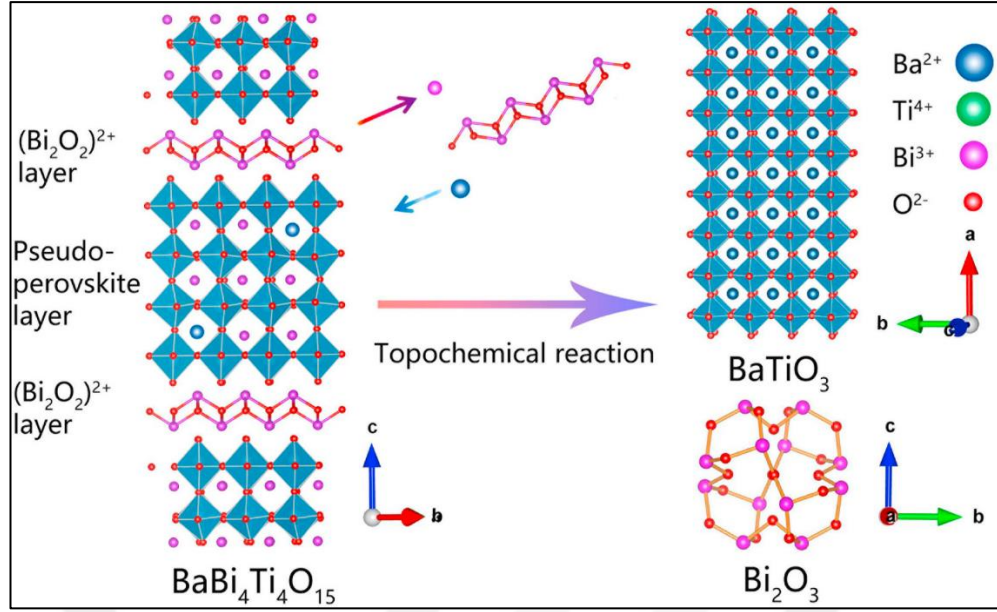
2.9. Üç Aşamalı Ergiyik Tuz Sentezi ile Plakasal BaTiO₃ Şablon Üretimi

Ergiyik tuz sentezi ile farklı morfolojilere ve boyutlara sahip tek kristal partiküller üretilir. Farklı seramik toz üretim yöntemleri ile eş eksenli küresel, kübik veya çubuksu morfolojilerde BaTiO₃ sentezi yapılabilir. Normal şartlarda BaTiO₃ sentezleri sonucunda plakasal morfolojide partiküller elde edilememektedir. Plakasal morfolojide BaTiO₃ elde edebilmek için plakasal morfolojiye sahip Bi₄Ti₃O₁₂ şablonları ile sentez yapılması gerekmektedir.

Plakasal BaTiO₃ üretiminin ilk aşaması olarak Bi₄Ti₃O₁₂ sentezi ile başlanmaktadır. Bi₄Ti₃O₁₂ seramik tozu Aurivillius yapısındadır ve çarpık perovskit yapıların bulunduğu bloklar (Bi₂O₂)²⁺ katmanları ile birbirine bağlanmaktadır [Makovec vd., 2022]. Sentezlenen Bi₄Ti₃O₁₂ şablon parçacıkları öncül olarak ikinci aşamada BaBi₄Ti₄O₁₅ sentezinde kullanılır. Bu aşamada çarpık perovskit yapıda bulunan bloklarda Bi³⁺ iyonları ile Ba²⁺ arasında yer değişimi gerçekleşmektedir. Bu değişim sonucunda katmanlar arasındaki uyumsuzluktan kaynaklı gerilimler kısmi olarak azalır ve oktahedraların çarpıklığı azalır [Jin vd., 2021]. Üçüncü aşamaya gelindiğinde plakasal BaBi₄Ti₄O₁₅ şablonları öncül olarak kullanılır. Bu aşama sonucunda perovskit yapıda bulunan Bi³⁺ iyonlarının tamamı Ba²⁺ iyonları ile yer değiştirir ve bloklar arasında bulunan (Bi₂O₂)²⁺ katmanları yapıdan ayrılır. Reaksiyon sonucunda plakasal morfolojide ve perovskit yapıda BaTiO₃ şablonları elde edilir. Sentez aşamalarında gerçekleşen reaksiyonlar aşağıdaki gibidir;



Gerçekleşen bu mekanizmanın tümü topokimyasal mikro kristal dönüşüm olarak bilinmektedir. Şekil 2.18'de üçüncü sentezin üçüncü aşamasında gerçekleşen reaksiyonda topokimyasal mikro kristal dönüşümün şematik gösterimi verilmiştir. Yapı morfoloji olarak kendini korurken kimyasal olarak değişmektedir.

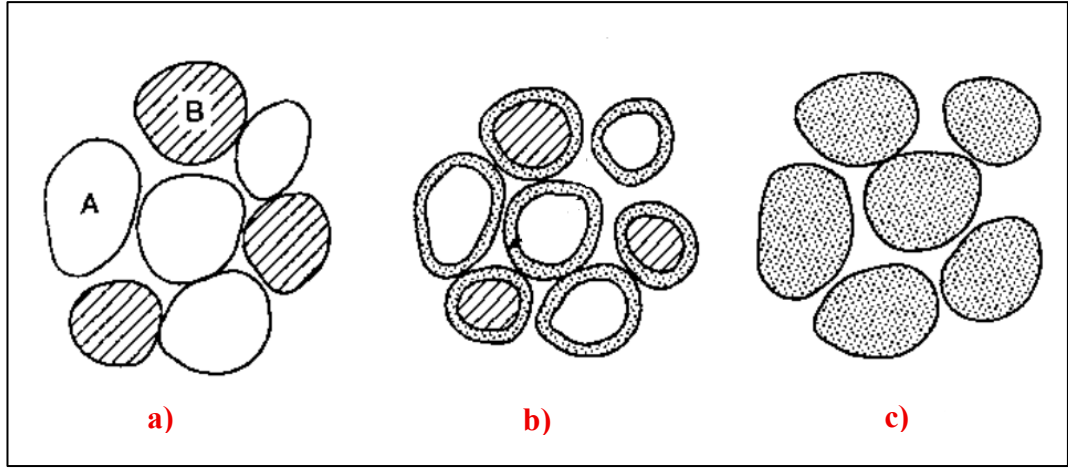


Şekil 2.18: Topokimyasal mikro kristal dönüşüm [Jin vd.,2021].

2.10. Katı Hal Reaksiyonu

Seramik toz sentez teknikleri arasında kullanılan en temel yöntemlerden birisi katı hal reaksiyonudur. Bu sentez tekniği diğer seramik toz sentez tekniklerine kıyasla görece daha ucuz ve ilkeldir. Bu sebeple üretim yöntemleri arasında en yaygın olarak kullanılan sentez tekniklerinden birisidir. Basit sentez yöntemi sayesinde büyük miktarlarda üretim yapılabilir.

Reaksiyon sırasında homojen olarak karıştırılan tozlar birbirine difüze olmaktadır. Şekil 2.19'da katı hal reaksiyonu sırasında gerçekleşen difüzyon mekanizması gösterilmektedir. Toz tanelerinin yüzeyinden başlayan reaksiyon zaman ve sıcaklığa bağlı olarak tanenin merkezine kadar devam eder [Rahaman, 2009].



Şekil 2.19: Katı hal reaksiyonunun aşamaları; a) Öncül tozlar, b) Reaksiyonun tane sınırlarında başlaması, c) Reaksiyonun tamamlanması.

Katı hal reaksiyonu ile toz sentezinde etkili olan parametreler aşağıda verilmiştir [Rahaman, 2009];

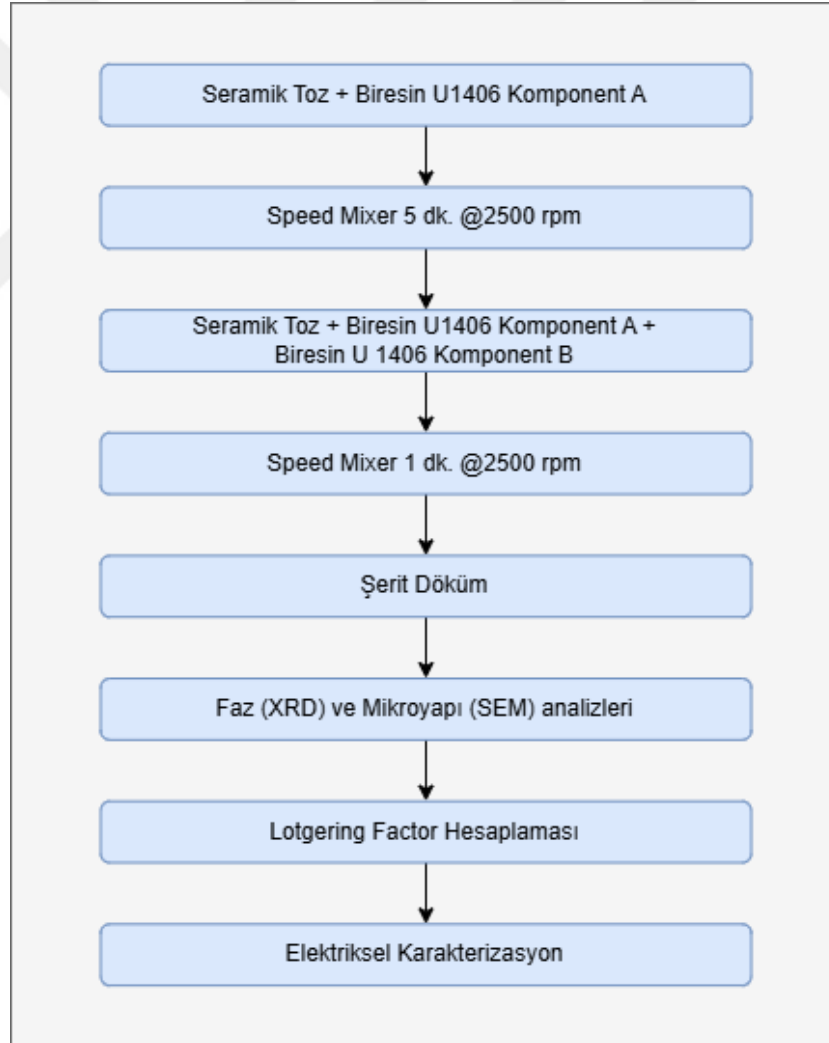
- Kullanılan öncül tozların kimyasal özellikleri
- Toz partiküllerinin boyutu, boyut dağılımı ve morfolojisi
- Öncül tozların partikül boyutlarının birbirine oranı
- Toz karışımının homojenliği
- Zaman
- Sıcaklık

Sentez sonucunda partikül büyüklüğüne etki eden en önemli faktörler kalsinasyon sıcaklığı, kalsinasyon süresi ve öncül tozları karıştırma süresidir. Kalsinasyon sıcaklığı ve kalsinasyon süresi difüzyon miktarını artırır [Kambe vd., 2014] [Clabel vd., 2020]. Karıştırma süresi arttıkça öncül olarak kullanılan tozların partikül büyüklükleri azalır, bu sebeple reaksiyon sonucunda elde edilen toz partiküllerinin boyutları da daha küçük olur [Clabel vd., 2020].

3. DENEYSEL ÇALIŞMALAR

3.1. Piezokompozit Üretim Planı

Bu tez çalışmasında 0-3 piezokompozit formunda dokunsal sensör üretimi için farklı morfolojilerdeki BaTiO₃ seramik tozları sırasıyla hacimce %5, %10, %15, %20, %30 polimer matris içinde karıştırılmıştır. Farklı morfolojilerdeki BaTiO₃ seramik tozlarının üretimi için katı hal reaksiyonu, tek aşamalı ergiyik tuz sentezi ve üç aşamalı ergiyik tuz sentezi olmak üzere üç farklı toz sentez tekniği kullanılmıştır. Bu sentez yöntemleri ile 3 farklı morfolojide seramik tozlar elde edilmiştir. Piezokompozit numunelerin üretim sürecinde izlenen akış şeması **Şekil 3.1**'de gösterilmiştir.



Şekil 3.1: 0-3 piezokompozit formundaki dokunsal sensörlerin üretimine ait akış şeması.

3.2. Üç Aşamalı Ergiyik Tuz Sentezi

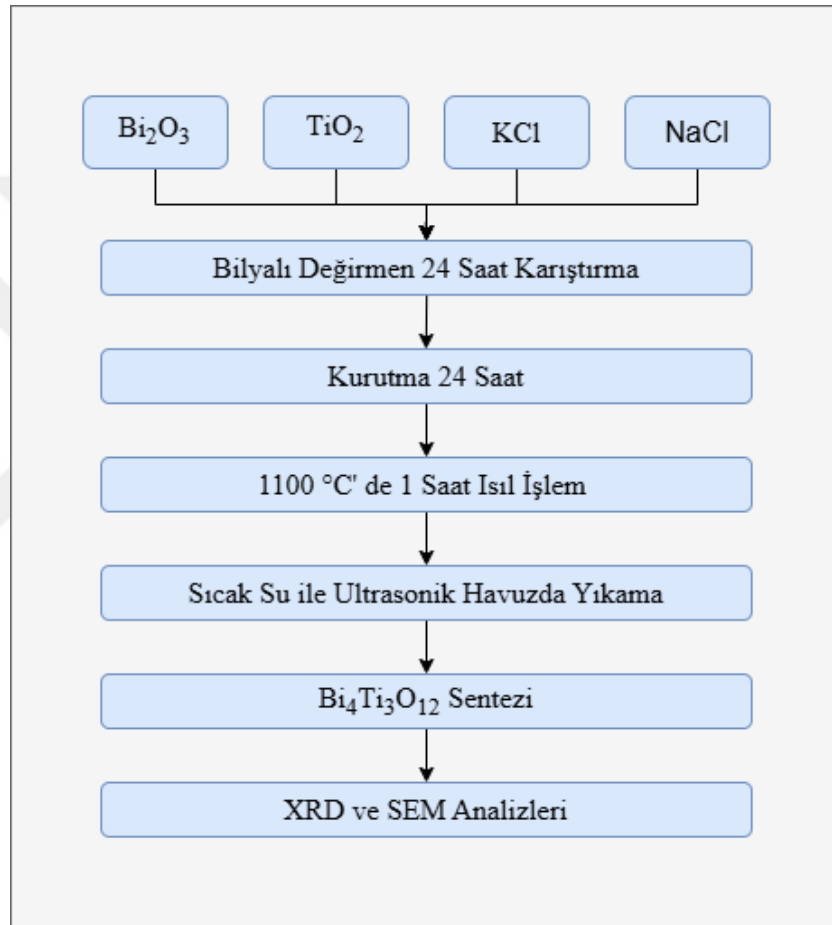
En boy oranı yüksek anizometrik plakasal morfolojide tek kristal BaTiO_3 seramik tozlarının sentezi için ergiyik tuz sentezinin değiştirilmiş bir versiyonu olan üç aşamalı ergiyik tuz sentezi yöntemiyle üretim yapılması gerekmektedir. Sentez için kullanılan kimyasal tozlar **Tablo 3.1**'de gösterilmiştir.

Tablo 3.1: Toz sentezinde kullanılan hammaddeler.

Ham madde	Marka	Safılık
Bi_2O_3	Alfa Aesar	99%
TiO_2	Alfa Aesar	99%
BaCO_3	Alfa Aesar	99%
$\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$	Alfa Aesar	99%
KCl	Merck	99%
NaCl	Merck	99%

Üç aşamalı ergiyik tuz sentezinin ilk aşamasında plakasal morfolojide $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ üretimi yapılması gerekmektedir. Bu sentez için Bi_2O_3 ve TiO_2 seramik tozları molce 2:3 oranlarında ve tuz ortamını sağlamak için gerekli olan KCl ve NaCl tuzları ağırlıkça 1:1 oranında tartılmıştır. Tartılan ham maddeler içerisinde bulunan sert topaklanmaları kırmak ve homojen bir şekilde karışması için mermer bir havan içerisinde karıştırılmıştır. Homojen olarak karıştırılan tozlar içerisinde 3 ila 5 mm zirkonya bilyeler olan yüksek yoğunluklu polietilen kap (Nalgine™) içine konulmuştur. Tozların daha düzenli karışması için izopropil alkol eklenmiştir. Yüksek yoğunluklu polietilen kap bilyeli değirmende 24 saat boyunca tutulmuştur. Karıştırma işleminden sonra çamur haline gelen karışım pipet yardımı ile bir behere aktarılmıştır. Karışımın içinde bulunan izopropil alkolü uçurmak için sıcaklıkla beraber manyetik karıştırma işlemine tabi tutulmuş ardından 24 saat boyunca etüvde bekletilmiştir. Kuruyan toz seramik bir pota içerisine konulduktan sonra potanın kapağı kapatılıp, mümkün olduğunca hava almaması için kapağın çevresi alümina çamurla kapatılmıştır. Alümina pota 5 °C/dk. sıcaklık rejimi ile 1100 °C' ye ısıtılmıştır ve bu sıcaklıkta 1 saat ısıtılma işlemine tabi tutulmuştur. İşlem sonunda oda sıcaklığına fırın

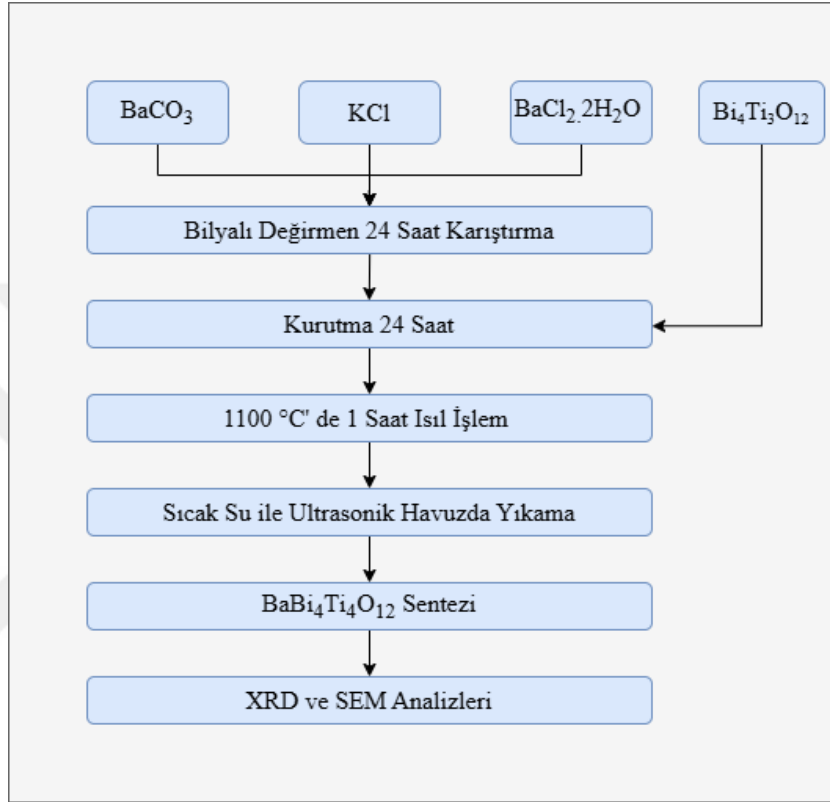
içerisinde normal bir şekilde inmiştir. Isıl işlem sonunda katılmış halde olan toz karışım sıcak saf su ortamında ultrasonik havuzda yıkanmıştır. Bu sayede karışım içerisinde bulunan tuzlardan arındırılıp sert topaklanmalar kırılmıştır. Gümüş nitrat (AgNO_3) testi ile tozun içerisinde tuzun kalıp kalmadığı tayin edilmiştir. İşlem sonunda elde edilen tozun X-ışını kırınımı (XRD) ile faz ve taramalı elektron mikroskopu (SEM) ile mikroyapı analizleri yapılmıştır. $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ sentezinde izlenen akış şeması **Şekil 3.2**'de gösterilmiştir.



Şekil 3.2: $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ sentezinin akış şeması.

İkinci aşamada üretilecek olan $\text{BaBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{12}$ bileşiği için; BaCO_3 ve TiO_2 öncül tozları molce 1:1 oranlarında, $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ve KCl tuzları ağırlıkça 1:1 oranlarında tartılmıştır. Toz karışımı izopropil alkol ortamında bilyeli değirmende 24 saat karıştırılmıştır. Homojen bir şekilde hazırlanan toz karışımının içerisine kurutma işlemi sırasında birinci aşamada üretilen plakasal morfolojideki $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ tozu izopropil alkol içinde çözdürülüp eklemiştir. Kurutma işleminden sonra ısıtma işlemi için $5\text{ }^\circ\text{C/dk.}$ sıcaklık

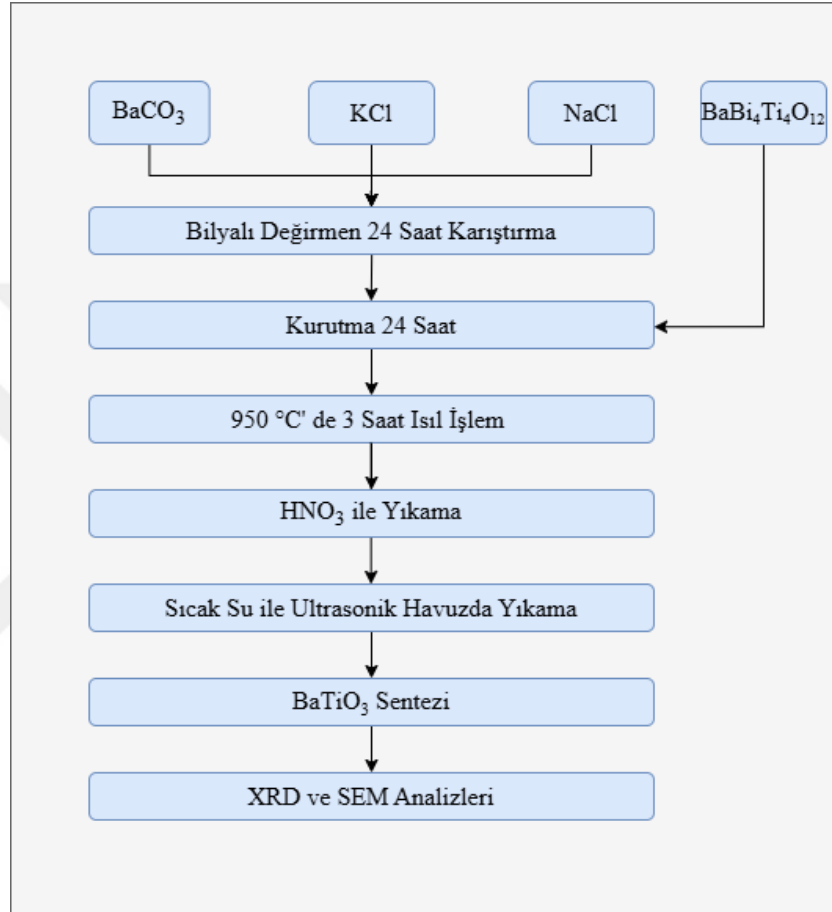
rejimi ile 1100 °C' ye ısıtılmıştır ve bu sıcaklıkta 1 saat ısıtılma tabi tutulmuştur. Elde edilen toz ultrasonik havuz içerisinde sıcak saf su ile yıkanıp içindeki tuzdan arındırılıp sert topaklanmalar kırılmıştır. Gümüş nitrat (AgNO_3) testi ile tuz tayini yapılmıştır. Sentezlenen tozun faz (XRD) ve mikroyapı (SEM) analizleri yapılmıştır. $\text{BaBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{12}$ sentezinde izlenen akış şeması **Şekil 3.3**'te gösterilmiştir.



Şekil 3.3: $\text{BaBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{12}$ sentezinin akış şeması.

Üçüncü aşamada BaTiO_3 seramik tozunun sentezi için öncül toz olarak BaCO_3 seramik tozu, KCl ve NaCl tuzları bilyeli değirmende 24 saat boyunca izopropil alkol ortamında karıştırılmıştır. Karıştırma işleminden sonra kurutmaya alınmıştır. Kurutma aşamasında ikinci aşamada sentezlenen $\text{BaBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$ tozu izopropil alkol ortamında çözdürülerek hazırlanan karışımın içine katılmıştır. Kuruma işlemi tamamlandıktan sonra toz karışımı alümina pota içine konulmuş, hava almaması için potanın kapağının çevresi alümina çamur ile kapatılmıştır. Isıl işlem için 5 °C/dk. sıcaklık rejimi ile 950 °C' ye ısıtılmış ve bu sıcaklıkta 3 saat boyunca ısıtılma tabi tutulmuştur. İşlem sonunda alümina pota içine katılmış halde bulunan toz sıcak saf su ile çözdürülmüştür. BaTiO_3 seramik tozunun sentezi sırasında gerçekleşen reaksiyonlarda Bi_2O_3 seramik tozu ürün olarak çıkmıştır. Bu sebeple, saf BaTiO_3 seramik tozu elde

edebilmek için karışım HNO_3 (%65 Merck) asidi ile yıkanmıştır. Asit ile yıkamanın ardından toz içinde kalabilecek sert topaklanmaları önlemek için ultrasonik havuz içerisinde sıcak su ile yıkama işlemi birkaç defa tekrar edilmiştir. Elde edilen BaTiO_3 seramik tozunun faz (XRD) ve mikroyapı (SEM) analizleri yapılmıştır. Plakasal BaTiO_3 sentezinde izlenen akış şeması Şekil 3.4'te gösterilmiştir.

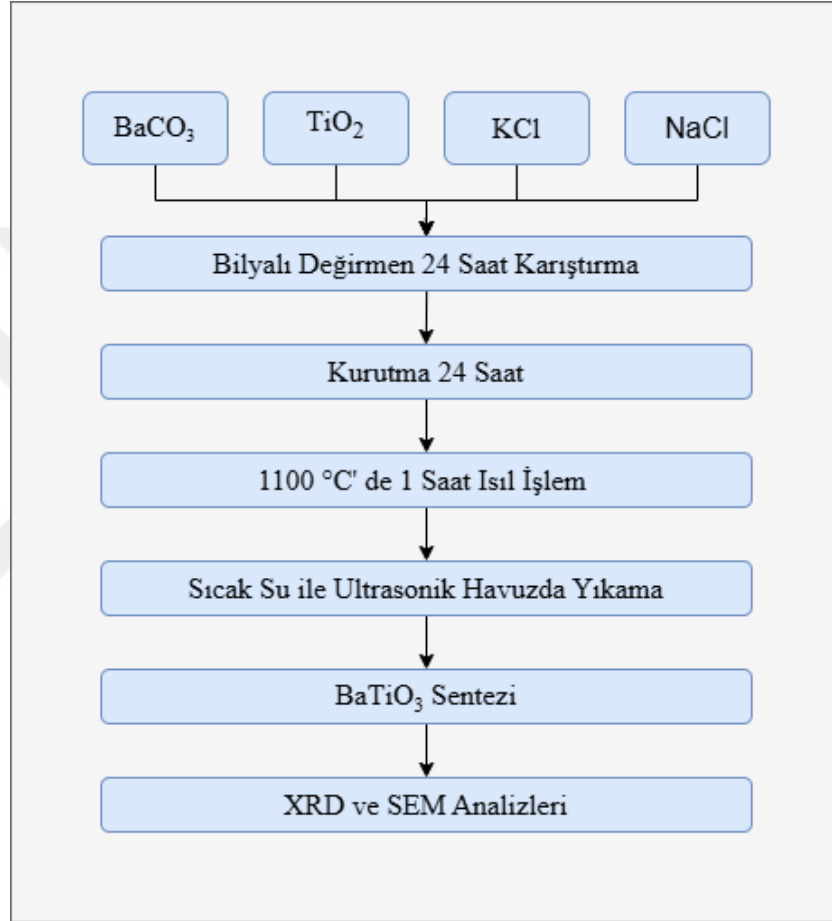


Şekil 3.4: Plakasal BaTiO_3 sentezinin akış şeması.

3.3. Tek Aşamalı Ergiyik Tuz Sentezi

Ergiyik tuz sentezi eş eksenli küresel morfolojideki BaTiO_3 seramik tozunun sentezi için kullanılan yöntemlerden bir tanesidir. Bu sentez için öncül olarak BaCO_3 ve TiO_2 seramik NaCl ve KCl tuzları molce 1:1:1:1 oranlarında tartılmıştır. Bilyeli değirmende izopropil alkol ortamında 24 saat boyunca karıştırılıp ardından kurutmaya alınmıştır. Kurutma işleminin ardından ağzı alümina çamur ile kapatılmış alümina pota içerisinde yüksek sıcaklık fırınına konulmuş, 5 °C/dk. sıcaklık rejimi ile 1100 °C' ye ısıtılmış ve

bu sıcaklıkta 1 saat boyunca ısıtılma tutulmuştur. Elde edilen tozu içerisinde bulunan tuzlardan arındırmak için sıcak saf su ile ultrasonik havuzda yıkanmıştır, içerisinde tuz kalmayınca kadar bu işlem birkaç defa tekrarlanmıştır. Elde edilen BaTiO_3 seramik tozunun faz (XRD) ve mikroyapı (SEM) analizleri yapılmıştır. Ergiyik tuz sentezi ile üretilen küresel morfolojideki BaTiO_3 seramik tozunun üretim aşamaları **Şekil 3.5**'te gösterilmiştir.

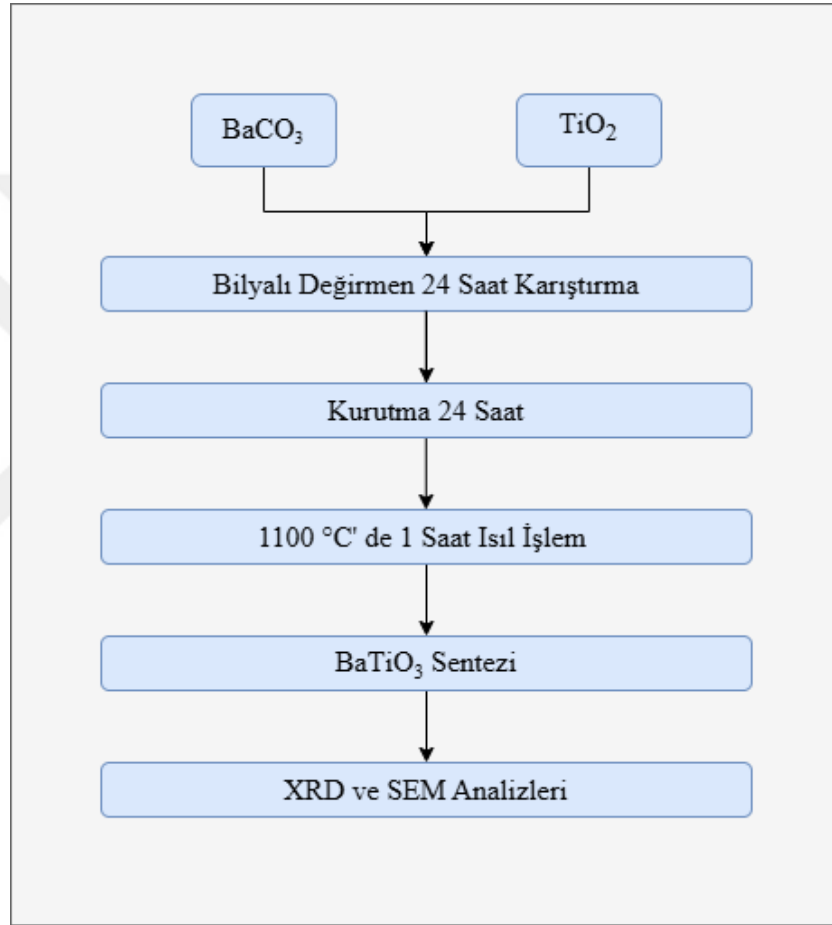


Şekil 3.5: Tek aşamalı ergiyik tuz sentezi ile BaTiO_3 sentezinin akış şeması.

3.4. Katı Hal Reaksiyonu

Katı hal reaksiyonu ile seramik toz üretimi, ergiyik tuz sentezi ile yapılan seramik toz üretimine kıyasla daha basit ve geleneksel bir yöntemdir. Bu sentez tekniğinde sadece BaCO_3 ve TiO_2 öncül tozları kullanılmıştır. Öncül tozlar homojen karışım için 24 saat bilyeli değirmende izopropil alkol ortamında karıştırılmıştır ve ardından kurutma işlemine alınmıştır. Kurutulan tozlar alümina pota içerisinde 5 °C/dk. sıcaklık rejimi

ile 1100 °C' ye ısıtılmıştır ve bu sıcaklıkta 1 saat ısıtma işlemi uygulanmıştır. Isıtma işlemi sonrasında toz içerisindeki sert katı topraklanmaları kırmak için 24 saat süresince bilyeli değirmende izopropil alkol ortamında kırma işlemi uygulanmıştır. Kurutma ile içerisindeki izopropil alkol uçurulmuştur. Katı hal reaksiyonu ile sentezlenen BaTiO₃ seramik tozunun faz (XRD) ve mikroyapı (SEM) analizleri yapılmıştır. Katı hal reaksiyonu ile sentezlenen BaTiO₃ seramik tozunun üretim aşamaları **Şekil 3.6**'da gösterilmiştir.



Şekil 3.6: Katı hal reaksiyonu ile BaTiO₃ sentezinin akış şeması.

3.5. Şerit Döküm

0-3 piezokompozit formundaki dokunsal sensörlerin üretiminde şerit döküm yöntemi kullanılmıştır. Farklı morfolojilerde sentezlenen BaTiO₃ seramik tozları **Tablo 3.2**'de gösterilen oranlarda Biresin U1406 poliüretan matris içerisinde yüksek rotasyonlu karıştırıcıda (Hauschild Speedmixer DAC250.3 SP) karıştırılmıştır. Kullanılan

polimer reçine ve sertleştirici olarak iki komponentten oluşmaktadır. Reçine (Komponent A) ve sertleştirici (Komponent B) ağırlıkça 10:3 oranında karıştırılarak 1 gün boyunca kürlenmesi beklenmektedir. Biresin U1406 polimerine ait özellikler **Tablo 3.3**'te verilmiştir.

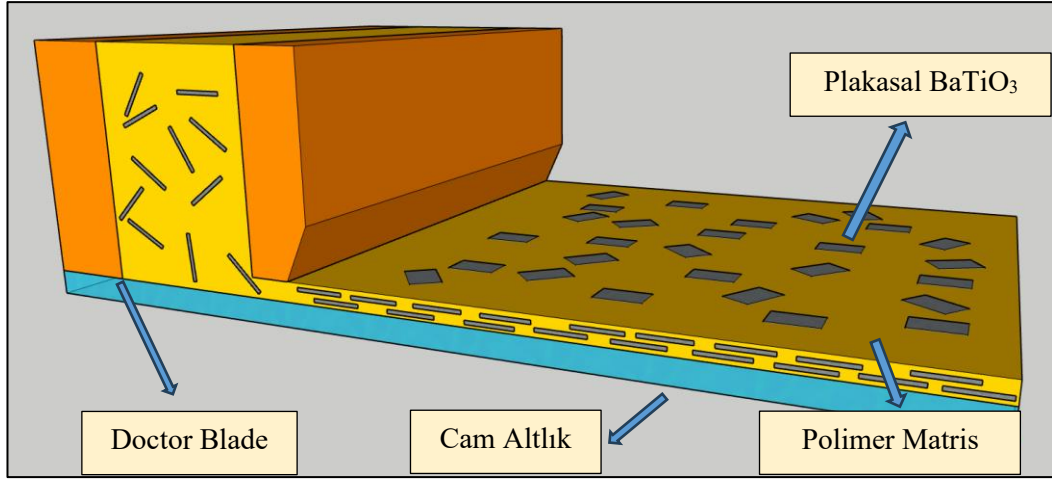
Tablo 3.2: Piezokompozit üretiminde kullanılan polimer ve seramik toz miktarları.

Hacim %	Toz	Polimer	Komponent A	Komponent B
5%	1,5gr	4,98 gr	3,84 gr	1,15 gr
10%	3,01gr	4,73 gr	3,63 gr	1,09 gr
15%	4,52gr	4,46 gr	3,43 gr	1,03 gr
20%	6,02gr	4,2 gr	3,23 gr	0,97 gr
30%	9,03gr	3,68 gr	2,83 gr	0,85 gr

Tablo 3.3: Biresin U1406 özellikleri.

Bileşenler	Komponent A	Komponent B	Karışım
Özellikler			
Viskozite (mPas)	3000	830	2800
Yoğunluk (g/cm ³)	1,03	1,05	1,05

BaTiO₃ seramik tozu matris için kullanılan polimerin A komponenti içerisinde 5 dakika süresince 2500 devir/dk. hızda karıştırılmıştır. Polimerin sertleştiricisi olarak kullanılan B komponenti eklenerek 1 dakika daha 2500 devir/dk. hızda karıştırılıp sıvı haldeyken şerit döküm için kullanılan “Doctor Blade” haznesinin içine aktarılmıştır. “Doctor blade” hızı 5 cm/sn ve bıçak aralığı 200 µm olarak ayarlanıp her morfoloji ve toz miktarı için 15 ayrı döküm yapılmıştır. “Doctor Blade” ile şerit döküm yöntemi **Şekil 3.7**'de gösterilmiştir.



Şekil 3.7: Şerit döküm yöntemi ile plakasal BaTiO₃ aktif fazına sahip piezokompozit üretimi.

3.6. Faz ve Mikroyapı Analizleri

Sentezlenen seramik tozların ve üretilen esnek piezokompozitlerin faz analizi için X-ışını kırınım (Rigaku Dmax 2200, Tokyo, Japan) tekniği ve mikroyapı analizi için SEM (XL30; FEI Co., USA) görüntüleme tekniği kullanılmıştır. Sentezlenen tozların içinde istenmeyen faz, kirlilik ya da artık olarak kalmış öncül tozların kalıp kalmadığı X-ışını kırınımı ile analiz edilmiştir. Şerit döküm yöntemiyle üretilen piezokompozitlerin içerisinde kullanılan tozların kayma gerilmesi ile ne kadar yönlendiği yine X-ışını kırınımı tekniği ile analiz edilmiş ve yönlenme hesabı yapılmıştır [Lotgering, 1959].

Seramik tozların morfolojilerinin ve piezokompozitlerin içerisinde oluşturdukları dağılımların görüntülenmesi taramalı elektron mikroskopu (SEM) ile yapılmıştır. Özellikle plakasal BaTiO₃ seramik tozunun üretiminde son aşamada uygulanan asitle yıkama işleminin yapıyı ne kadar dağladığının görüntülenmesi yapılmıştır.

3.7. Yönlenme Karakterizasyonları

Çalışma kapsamında üretilen piezokompozitlerde kullanılan BaTiO₃ seramik tozlarının polimer matris içerisinde yönlenme miktarlarının hesaplanması için “Lotgering Factor” yöntemi kullanılmıştır [Lotgering, 1959]. Bu yöntem tozların yönlenme miktarını yüzde olarak vermektedir. Üretilen piezokompozitlere ait X-ışını

kırınımı yöntemiyle elde edilen piklerden 20 °- 70 ° arasında olan pikler kullanılmıştır. Yönlenmenin istendiği (001) düzlemine ait yönlenme miktarı aşağıda verile eşitlikler kullanılarak hesaplanır [Messing vd., 2004];

$$f_{(00l)} = \frac{P_{(00l)} - P_0}{1 - P_0} \quad (3.1)$$

$$P_{(00l)} = \frac{\sum I_{(00l)}}{\sum I_{(hkl)}} \quad (3.2)$$

$$P_0 = \frac{\sum I_{0(00l)}}{\sum I_{0(hkl)}} \quad (3.3)$$

$P_{(00l)}$, piezokompozitlere ait X-ışını kırınımı analizlerine ait (001) ve (002) pik şiddetlerinin toplamlarının; 20 °- 70 ° arasında kalan bütün piklerin şiddetlerin toplamına oranıyla bulunur. P_0 ise piezokompozitlerde kullanılan tozların X-ışını kırınımı analizlerine ait (001) ve (002) pik şiddetlerinin toplamlarının; 20 °- 70 ° arasında kalan bütün piklerin şiddetlerin toplamına oranıyla bulunur. Hesaplamalar sonucunda elde edilen “ f ” değeri 0 ila 1 arasında değişmektedir, tam yönlenme görülmesi halinde “ $f=1$ ” dir.

3.8. Elektriksel Ölçümler

Üretilen piezokompozitlerin frekansa bağlı dielektrik ölçümleri LCR metre (Hioki 3520-50-Japan) ile yapılmıştır. Dielektrik sabiti; 1 kHz, 10 kHz, 100 kHz, 1MHz frekanslarında her numune için ayrı olarak ölçülmüştür.

Polarizasyon – Elektrik alan (P – E) ölçümleri ferroelektrik ölçüm cihazı (Radiant-Precision LC, USA) ile piezokompozit numunelerin elektrik alan altında gösterdikleri polarizasyon davranışları gözlenip, maksimum polarizasyon (P_{max}) ve kalıntı polarizasyon (P_r) değerleri elde edilmiştir.

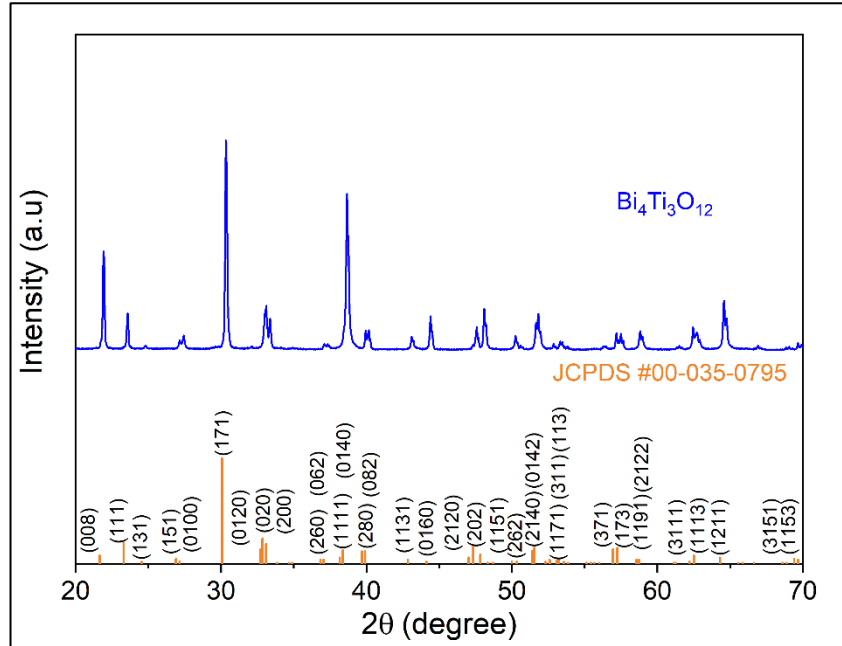
4. SONUÇLAR

4.1. Sentezlenen Tozların X-Işınları Kırınımı Faz Analizleri

Farklı sentez teknikleriyle üretilen ve sentez tekniğine bağlı olarak farklı morfolojilere sahip olan BaTiO_3 seramik tozlarının hangi faza sahip oldukları X-ışını kırınımı (XRD) tekniği ile analiz edilmiştir. Analizler sonucunda elde edilen tozların perovskit yapıya sahip olduğu ve tetragonal fazda oldukları gözlemlenmiştir. Sentezlenen tozlar ile üretilen 0-3 piezokompozitlerin X-ışını kırınımı analizleri de sentezlenen BaTiO_3 seramik tozlarının piezokompozit içerisindeki oryantasyonlarının hesaplanması için yapılmıştır.

4.1.1. $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ XRD Analizi

$\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ (BiT) seramik tozu oda sıcaklığında çarpık perovskit yapıda bulunmaktadır. Merkezinde Ti^{+4} katyonu bulunan oksijen oktahedralarının düzensiz yönelmesi yapıyı karmaşık hale getirmektedir. $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ seramik tozuna ait X-ışını kırınımı analizi Şekil 4.1’de verilmiştir.

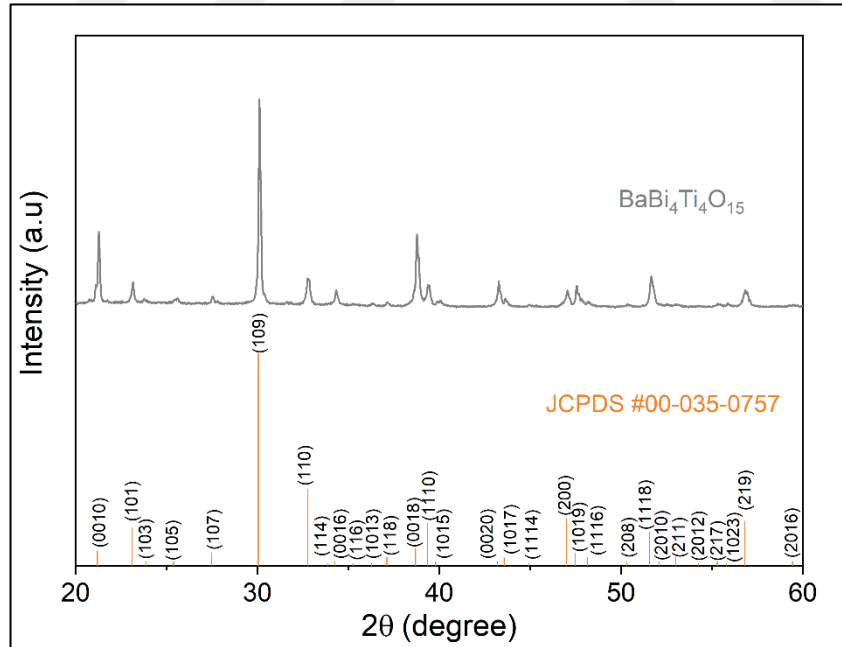


Şekil 4.1: $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ seramik tozuna ait XRD analizi.

Analiz sonuçlarına göre yapıda Bi_2O_3 ve TiO_2 ya da NaCl ve KCl tuzlarına rastlanmamıştır. Öncül olarak kullanılan tozlar tamamıyla reaksiyona girmiştir. Saf su ile yıkama işlemi ile tozun içerisinde kalan tuzlar arındırılmıştır.

4.1.2. $\text{BaBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{12}$ XRD Analizi

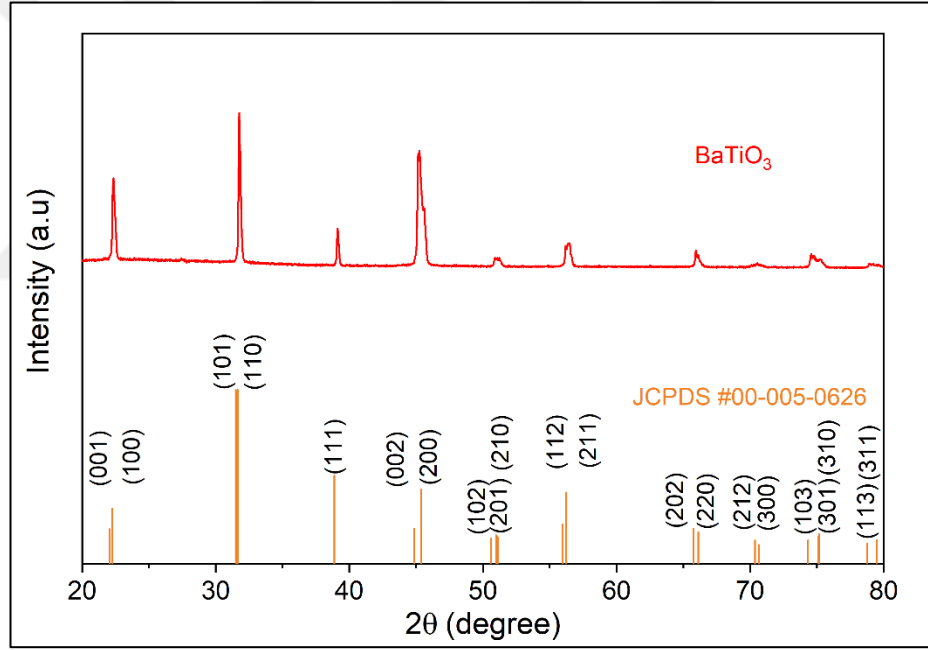
$\text{BaBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{12}$ (BaBiT) seramik tozu yapısı itibari ile $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ seramik tozuna benzemektedir. Katmanlı yapı ve oksijen oktahedralarının çarpık bir şekilde konumlanmış olması perovskit-benzeri yapıya sahip olduğunu göstermektedir. Perovskit-benzeri yapıların arasında bulunan $(\text{Bi}_2\text{O}_2)^{2+}$ katmanları yapının karmaşık hale gelmesine neden olmaktadır. $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ yapısından farklı olarak, Bi^{3+} katyonlarının yerine Ba^{2+} değerlikli katyonlar yerleşmeye başlamaktadır. Bu sebeple Ba^{2+} katyonuna komşu olan oksijen oktahedraları “c” eksenine paralel olarak yönelmektedir [Jin vd., 2021]. Bu değişim X-ışını kırınımı desenini etkileyerek $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ seramik tozuna ait X-ışını kırınımı desenine kıyasla daha az sayıda pik gözlemlenmesine neden olmaktadır. $\text{BaBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{12}$ seramik tozuna ait X-ışını kırınımı analizi Şekil 4.2’de verilmiştir.



Şekil 4.2: $\text{BaBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{12}$ seramik tozuna ait XRD analizi.

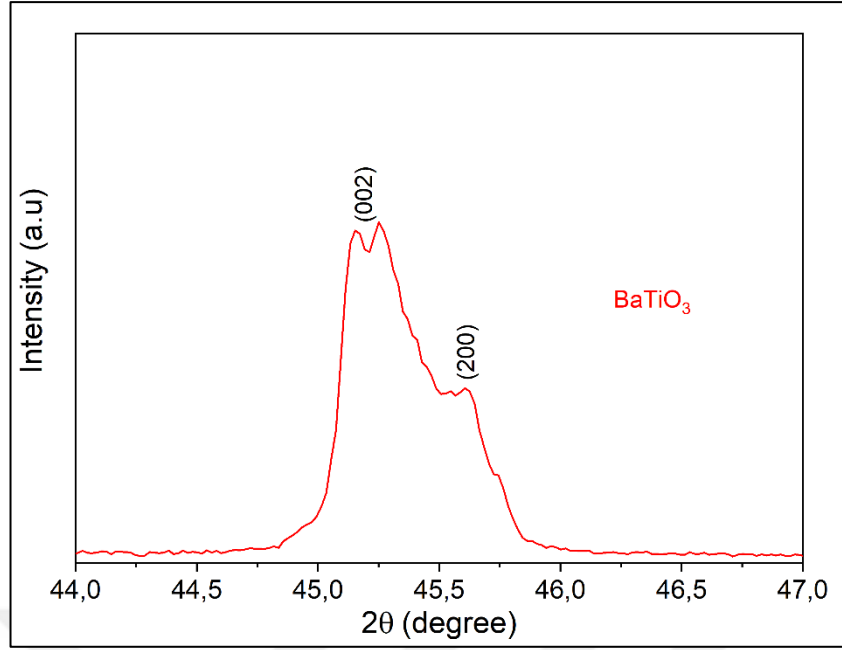
4.1.3. Plakasal BaTiO₃ XRD Analizi

Üç aşamalı ergiyik tuz sentezinin son aşaması BaTiO₃ (BT) seramik tozunun sentezlenmesidir. Bu aşamada ikinci aşamadan gelen BaBi₄Ti₄O₁₂ seramik tozu şablon olarak kullanılmaktadır. Plakasal morfolojide bulunan BaBi₄Ti₄O₁₂ seramik tozunun içinde bulunan Bi³⁺ katyonları bu aşamada tamamen Ba²⁺ katyonları ile yer değiştirmektedir. Bu reaksiyonlar sonucu perovskit bloklar arasında bulunan (Bi₂O₂)²⁺ katmanını ortamdaki bir adet O²⁻ anyonu çekerek yapıdan ayrılmaktadır. Kalan bloklar tetragonal fazda ve perovskit yapıdadır [Jin vd., 2021]. Şekil 4.3'te gösterilen X-ışını kırınımı deseni plakasal morfolojideki BaTiO₃ seramik tozuna aittir. Literatürde paylaşılan analiz sonuçları ile karşılaştırıldığında elde edilen tozun tetragonal faza ve perovskit yapıya sahip olduğu anlaşılmaktadır.



Şekil 4.3: Plakasal BaTiO₃ seramik tozuna ait XRD analizi.

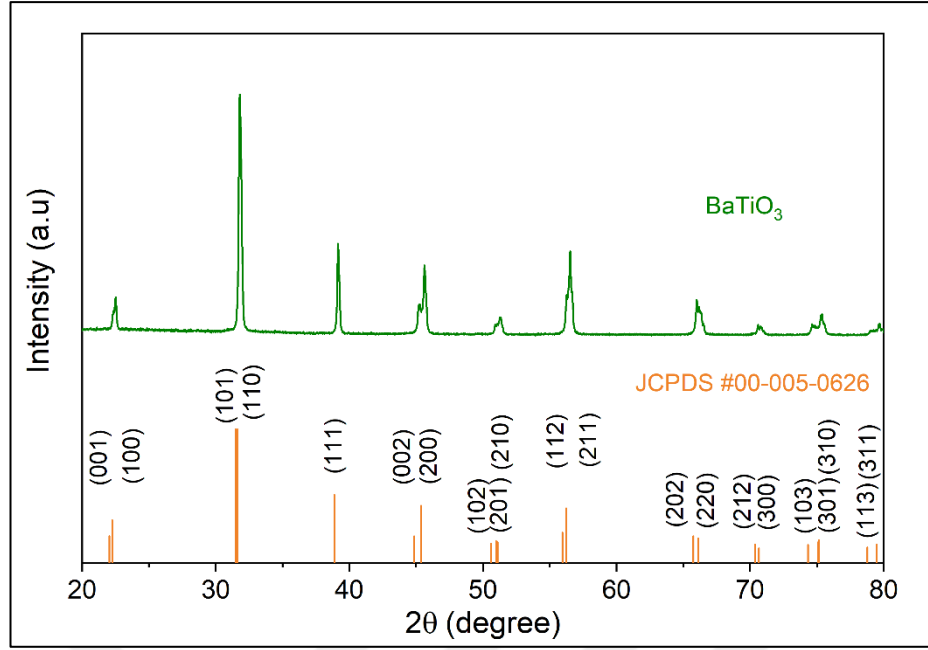
Yapının tetragonal fazda olduğunun anlaşılması için (200) (002) piklerine bakılması gerekmektedir. 45° derece civarında görülen ayrılmış ikili pik kristal kafesin tetragonal yapıya sahip olduğunu belirtmektedir. Şekil 4.4'te plakasal morfolojiye sahip BaTiO₃ seramik tozuna ait (200) (002) piklerini gösteren X-ışını kırınımı deseni gösterilmiştir. Desenden anlaşılabileceği üzere toz tetragonal yapıya sahiptir.



Şekil 4.4: Plakasal BaTiO₃ seramik tozuna ait (002) (200) piklerinin deseni.

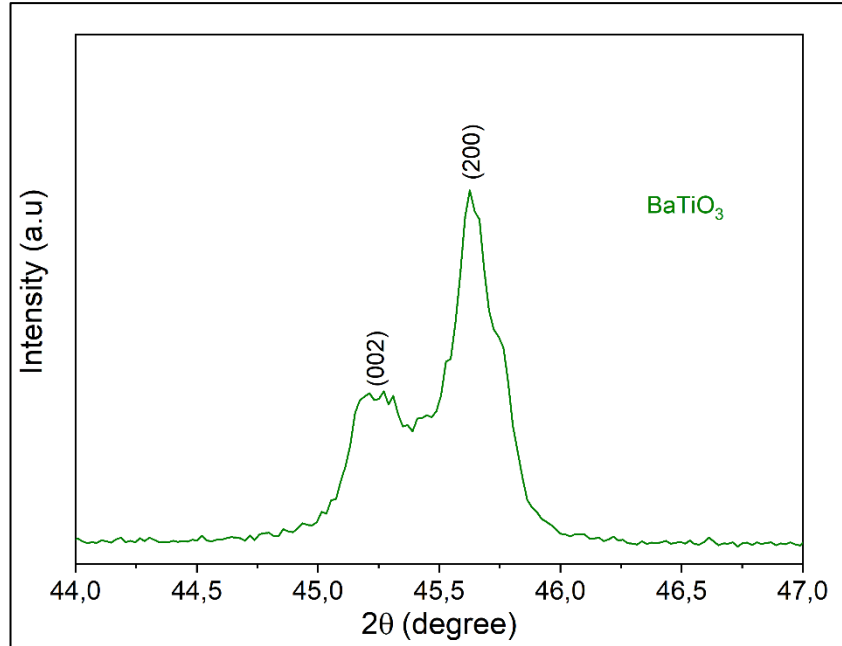
4.1.4. Katı Hal Reaksiyonu ile Üretilmiş BaTiO₃ XRD Analizi

Katı hal reaksiyonu ile sentezlenmiş BaTiO₃ (BT) normal şartlar altında perovskit yapıya ve tetragonal faza sahip olması gerekmektedir. **Şekil 4.5**'te sentezlenen BaTiO₃ tozunun X-ışını kırınımı deseni gösterilmiştir. Desende görüldüğü gibi öncül tozların hepsi reaksiyona girmiştir. BaCO₃ ve TiO₂ öncül tozlarına ait ve kirliliklerin oluşturabileceği pikler desende görülmemektedir. Küresel morfolojiden dolayı (110) ve (111) pikleri plakasal morfoloji ile üretilmiş BaTiO₃ seramik tozunun X-ışını kırınımı grafiğinde gözlemlenen (110) ve (111) piklerine kıyasla daha şiddetli olduğu anlaşılmaktadır.



Şekil 4.5: Katı hal reaksiyonu ile sentezlenen BaTiO₃ seramik tozuna ait XRD analizi.

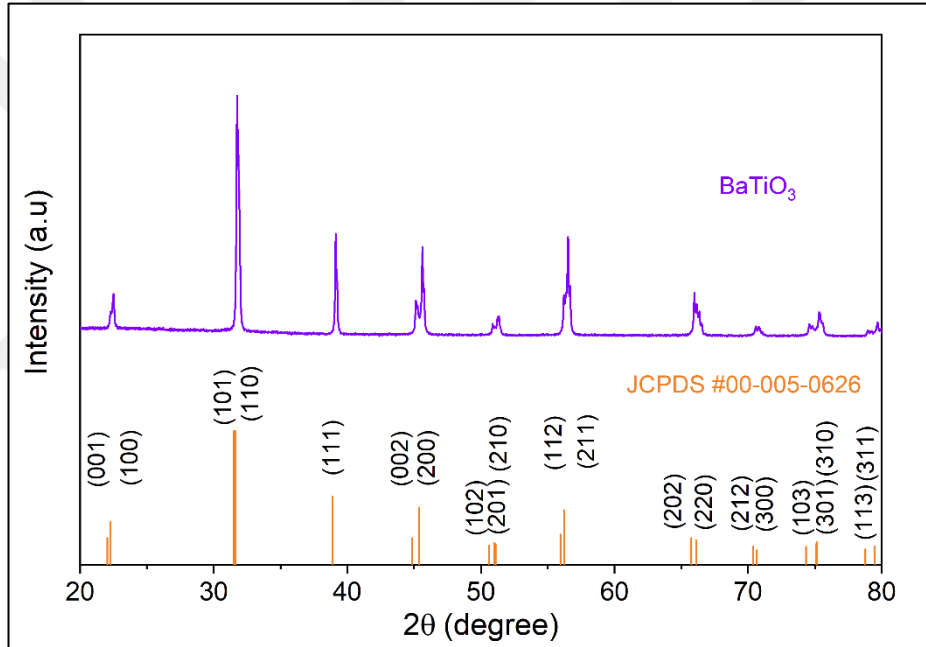
(200) ve (002) piklerinin bulunduğu X-ışını kırınımı deseni **Şekil 4.6**'da verilmiştir. 45° derece civarına yakından bakıldığında ayrılmış ikili pikler görülmektedir. Literatürde bulunan kaynaklardan elde edilen analiz desenleri ile karşılaştırıldığında BaTiO₃ tetragonal faza sahip olduğu anlaşılmıştır.



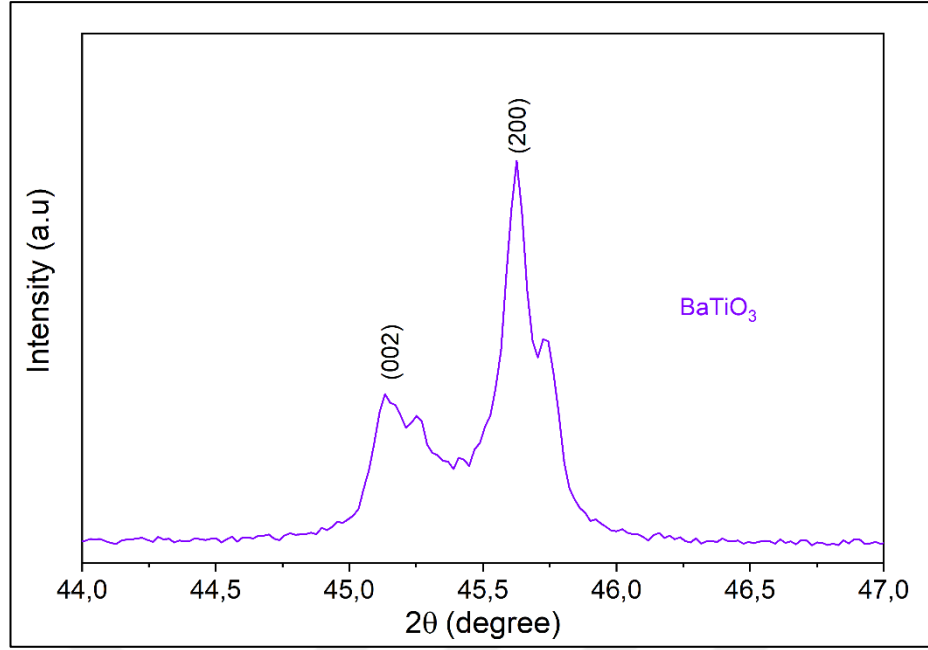
Şekil 4.6: Katı hal reaksiyonu ile sentezlenen BaTiO₃ ait (002) (200) piklerinin deseni.

4.1.5. Tek Aşamalı Ergiyik Tuz Sentezi ile Üretilmiş BaTiO₃ XRD Analizi

Tek aşamalı ergiyik tuz sentezi ile sentezlenmiş BaTiO₃ (BT) seramik tozlarının X-ışını kırınımı deseni **Şekil 4.7'**de gösterilmiştir. Deseni incelediğinde BaTiO₃ seramik tozunun karakteristik (100), (110), (111) ve (200) (002) pikleri gözlemlenmektedir. Eş eksenli küresel morfoloji nedeniyle (110) ve (111) pikleri (100) ve (200) (002) piklerine göre nispeten daha şiddetlidir. X-ışını kırınımı deseni incelendiğinde sentez sonucunda yapıda BaCO₃ ve TiO₂ öncül tozlarının tamamen reaksiyona girdiği ve tuz ortamını oluşturmak için kullanılan KCl ve NaCl tuzlarının yıkama ile arındırıldığı anlaşılmıştır.



Şekil 4.7: Tek aşamalı ergiyik tuz sentezi ile sentezlenen BaTiO₃ seramik tozuna ait XRD analizi.

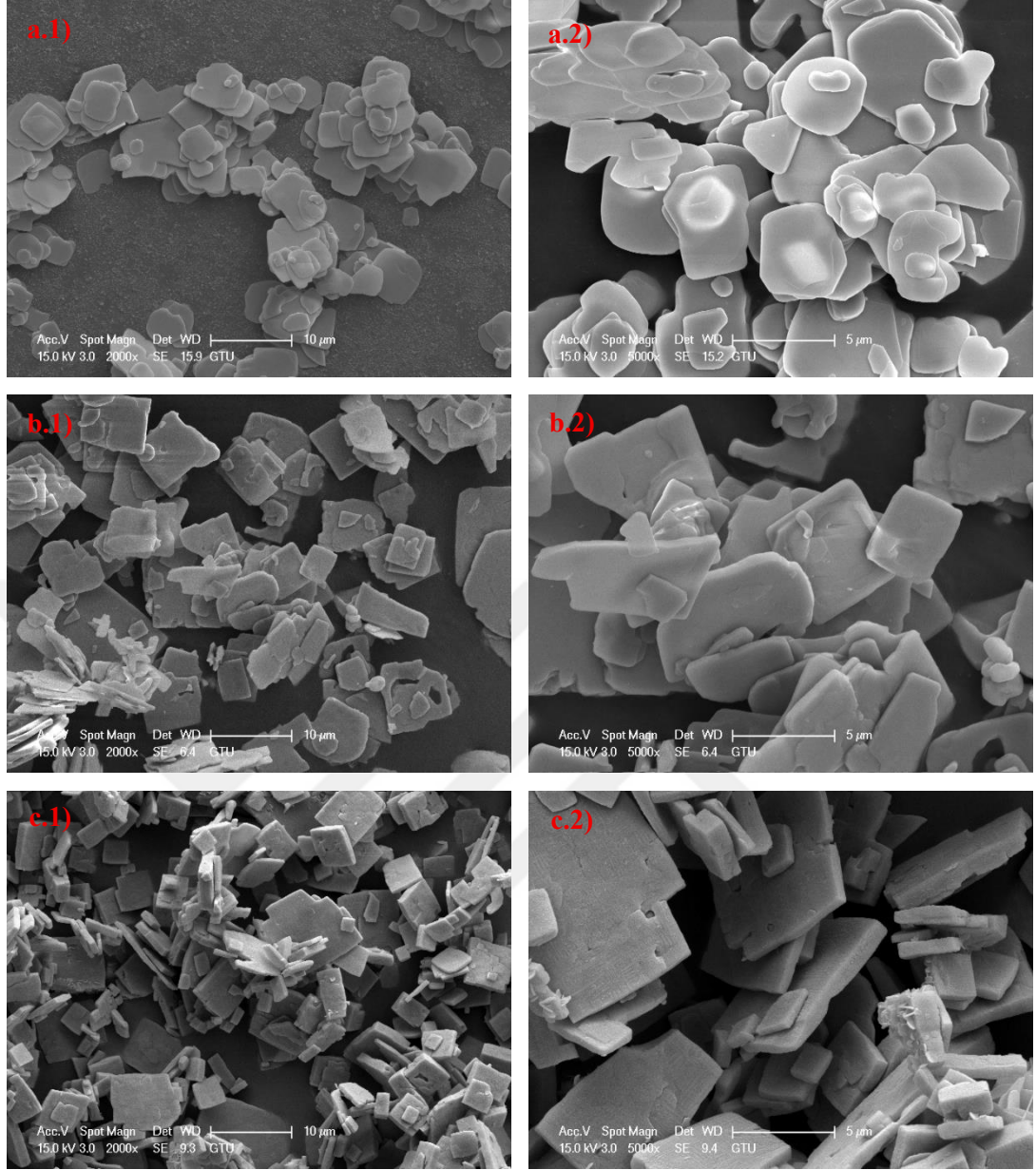


Şekil 4.8: Tek aşamalı ergiyik tuz sentezi ile sentezlenen BaTiO₃ ait (002) (200) piklerinin deseni.

Şekil 4.8’de gösterilen X-ışını kırınımı deseninde 45° derece civarında ayrılmış ikili pik gözlemlenmektedir. Bu pikler (200) (002) düzlemlerine aittir. Piklerin ayrışmasından anlaşılaacağı üzere BaTiO₃ seramik tozu tetragonal faza sahiptir.

4.2. BaTiO₃ Seramik Tozlarının Taramalı Elektron Mikroskobu Partikül Morfoloji Analizleri

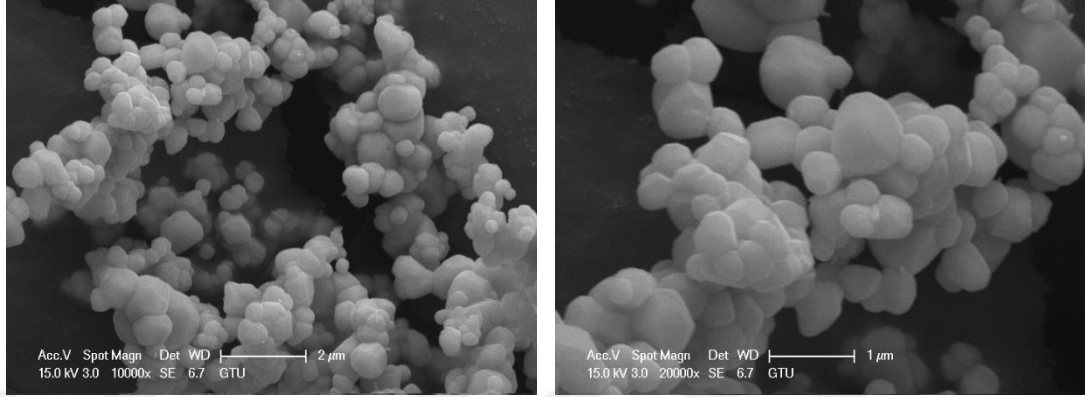
Üç aşamalı ergiyik tuz sentezi, katı hal reaksiyonu ve tek aşamalı ergiyik tuz sentezi ile elde edilen BaTiO₃ seramik tozlarının taramalı elektron mikroskobu (SEM) analizi yapılarak morfolojileri tayin edilmiştir.



Şekil 4.9: a) $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$, b) $\text{BaBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{12}$, c) Plakasal BaTiO_3 seramik tozlarına ait SEM görüntüleri.

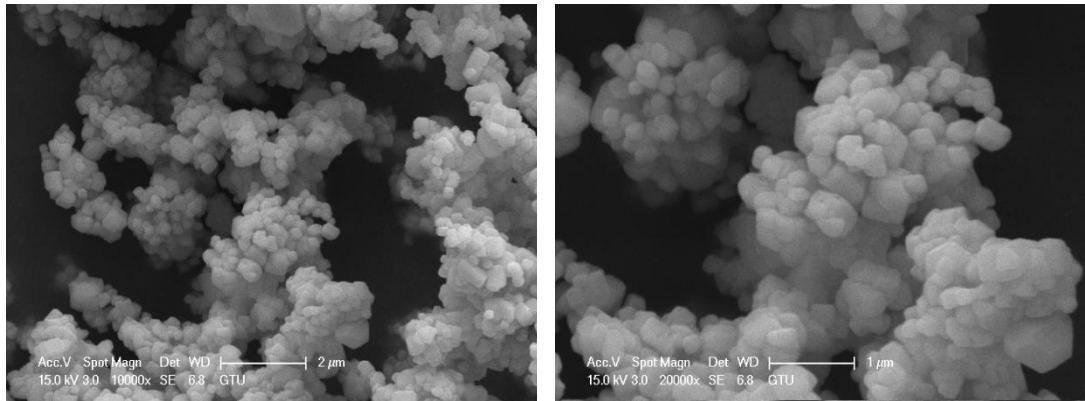
Üç aşamalı ergiyik tuz sentezinin ilk aşaması olan BiT sentezinde tozların plakasal morfolojide olması amaçlanmaktadır. **Şekil 4.9**'un (a) kısmında BiT seramik tozlarına ait taramalı elektron mikroskobu görüntüleri verilmiştir. Görüntülerden anlaşılabileceği üzere sentez sonucunda plakasal morfoloji gözlemlenmektedir. İkinci aşamada Ba^{2+} metal iyonlarının yapıya girmesiyle birlikte plakasal morfolojideki tozların kalınlığının arttığı ve daha köşeli bir yapıya evrildikleri görülmektedir. **Şekil 4.9**'un (b) kısmında BaBiT seramik tozu; (c) kısmında BT şablonlarına ait taramalı elektron mikroskobu analizlerine yer verilmiştir.

Katı hal reaksiyonu ile sentezlenen BaTiO₃ seramik tozlarının taramalı elektron mikroskobu görüntüleri **Şekil 4.10**'da verilmiştir. Elde edilen tozların eş eksenli küresel morfolojide olduğu görülmektedir.



Şekil 4.10: Katı hal reaksiyonu ile sentezlenmiş BaTiO₃ seramik tozuna ait SEM görüntüleri.

Tek aşamalı ergiyik tuz sentezi ile üretilen BaTiO₃ seramik tozlarına ait taramalı elektron mikroskobu görüntüleri **Şekil 4.11**'de verilmiştir. Katı hal reaksiyonu ile üretilmiş BaTiO₃ seramik tozlarından farklı olarak bu yöntemle elde edilen tozların daha köşeli bir morfolojiye ve daha küçük ortalama tane boyutuna sahip oldukları gözlemlenmektedir.

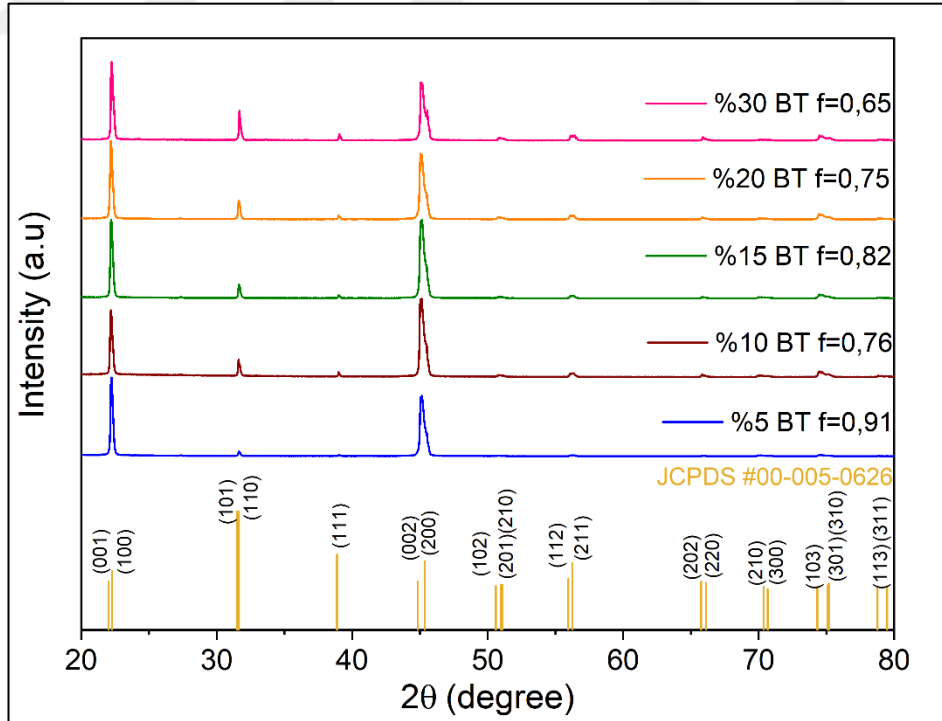


Şekil 4.11: Tek aşamalı ergiyik tuz sentezi ile üretilmiş BaTiO₃ seramik tozuna ait SEM görüntüleri.

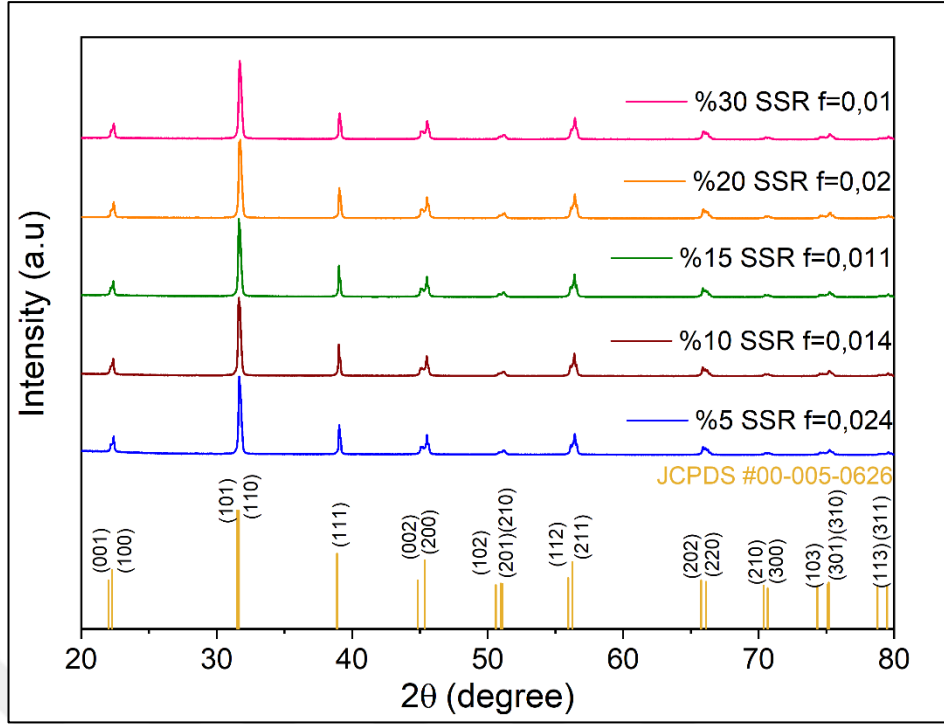
4.3. Piezokompozitlerin XRD Yönlenme ve Doku Analizleri

Eş eksenli küresel ve plakasal morfolojideki BaTiO₃ seramik tozları ile üretilen piezokompozitlerin X-ışını kırınımı analizleri toz morfolojilerinin yönlenmeye ne ölçüde katkıda bulunduklarını hesaplamak için yapılmıştır. Şerit döküm yönteminde kullanılan “Doctor Blade” in uyguladığı kayma gerilmeleri morfolojiye göre farklılık göstermektedir. Plakasal morfolojiye uygulanan kayma gerilmeleri ile belli ölçüde yönlenme sağlandığı anlaşılmaktadır.

Morfoloji ve toz miktarına bağlı olarak yönlenme miktarları değişmektedir. **Şekil 4.12**'de farklı miktarlarda plakasal BaTiO₃ içeren piezokompozitlerin X-ışını kırınımı desenleri verilmiştir. Hacimce %5 plakasal BaTiO₃ içeren piezokompozitin desenine bakıldığında (110) ve (111) piklerinin neredeyse gözlenmediği ve (100) ve (200) (002) piklerinin diğer piklere nispeten yüksek şiddette olduğu görülmektedir. Artan toz miktarı ile pik şiddetlerindeki bu farklılık (110) ve (111) piklerinin lehine değişmektedir. Bu sebeple toz miktarının artmasının yönlenmeyi düşürdüğü anlaşılmaktadır.



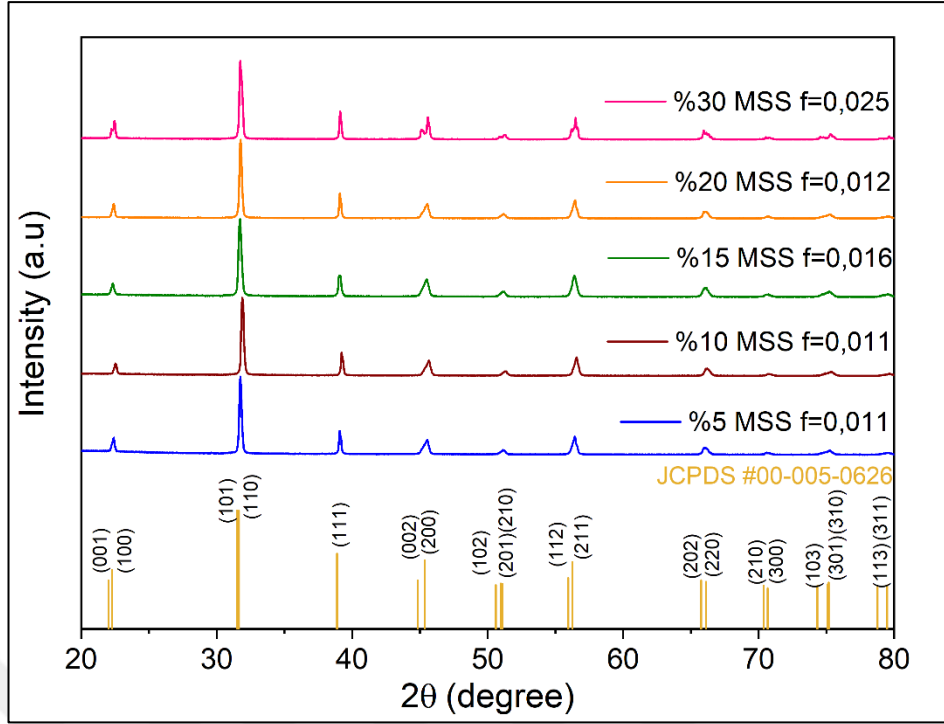
Şekil 4.12: Plakasal BaTiO₃ seramik tozu ile üretilmiş piezokompozitlerin XRD analizleri.



Şekil 4.13: Katı hal reaksiyonu ile sentezlenmiş BaTiO₃ seramik tozu ile üretilmiş piezokompozitlerin XRD analizleri.

Kayma gerilmelerinin eş eksenli morfolojide bulunan BaTiO₃ seramik tozuna herhangi bir yönlenme vermediği **Şekil 4.13**'te gözlemlenmektedir. Artan toz miktarının, toz tanelerinin yönlenmesine herhangi bir katkıda ya da engellemede bulunmadığı anlaşılmaktadır. Eş eksenli küresel tozlar ile üretilen piezokompozitlerin X-ışını kırınımı desenine bakıldığında bütün toz miktarlarında (110) ve (111) düzlemlerine ait piklerin daha şiddetli olduğu ve yönlenmenin gözlemlendiği (100) ve (200) (002) düzlemlerine ait pikler nispeten daha düşük şiddete sahip olduğu görülmektedir.

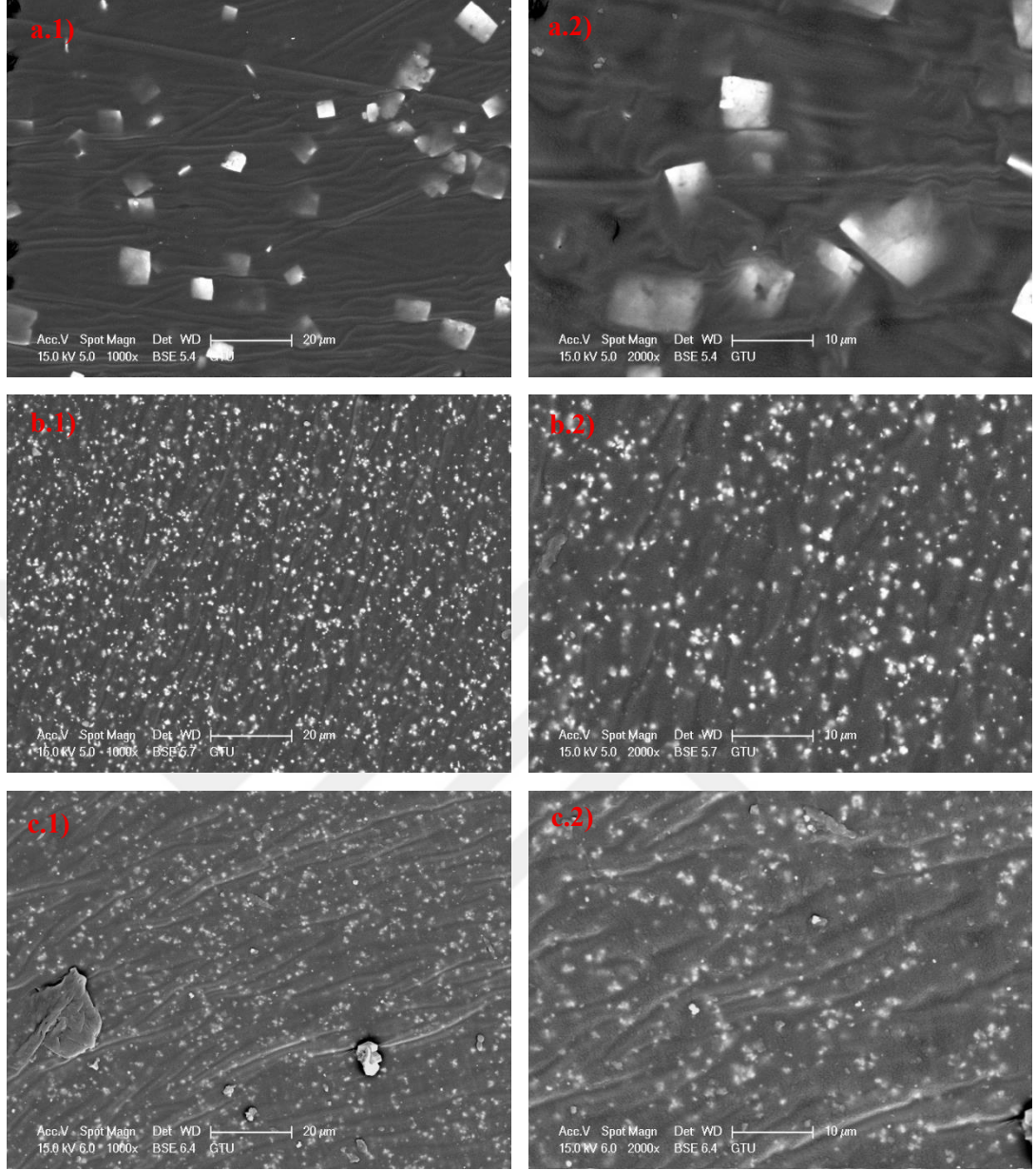
Katı hal reaksiyonu ile sentezlenmiş BaTiO₃ ile üretilmiş piezokompozitlerin X-ışını kırınımı analizlerinin benzeri **Şekil 4.14**'te tek aşamalı ergiyik tuz sentezi ile sentezlenmiş BaTiO₃ ile üretilmiş piezokompozitlere ait X-ışını kırınımı analizlerinde görülmektedir. Sonuç olarak her iki sentez yöntemi ile üretilmiş BaTiO₃ seramik tozlarının aynı faza ve aynı simetriye sahip olduğu anlaşılmaktadır. Her iki toz da yönlenmeye katkı sağlamamaktadır.



Şekil 4.14: Tek aşamalı ergiyik tuz sentezi ile sentezlenmiş BaTiO₃ seramik tozu ile üretilmiş piezokompozitlerin XRD analizleri.

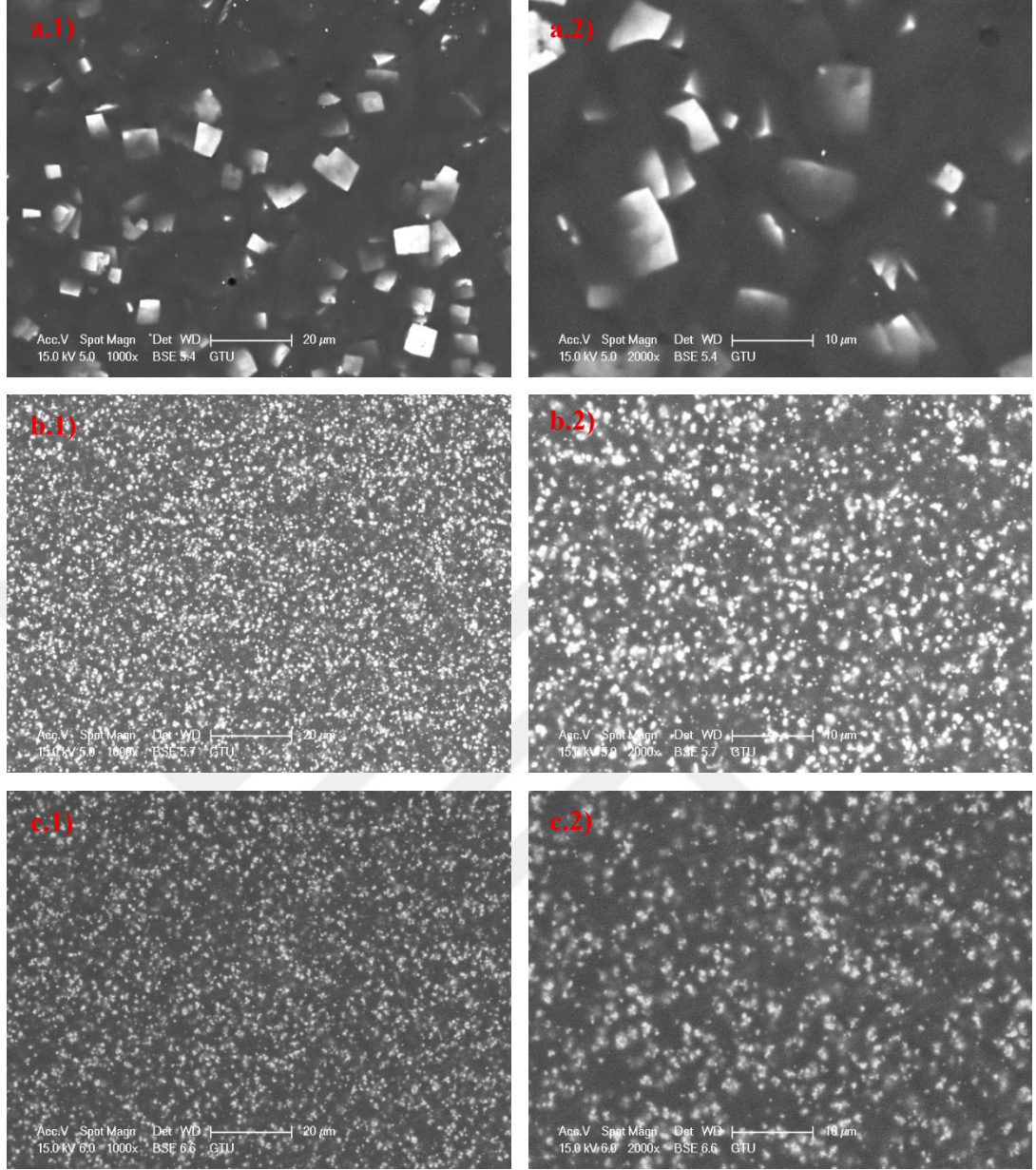
4.4. Piezokompozitlerin SEM Mikroyapı Analizleri

Farklı sentez yöntemleri ile elde edilmiş BaTiO₃ seramik tozlarını hacimce %5, %10, %15, %20, %30 miktarlarında polimer içerisinde karıştırılmasıyla üretilen 0-3 piezokompozitlerin taramalı elektron mikroskobu analizleri yapılmıştır. Numunelere ait taramalı elektron mikroskobu görüntüleri BSE “Back Scattered Electron” modunda alınmıştır. Polimer içerisinde dağılmış olan toz tanelerinin görüntülenmesi için bu mod seçilmiştir. BSE “Back Scattered Electron” modunda yüksek atom numarasına ve kütleye sahip baryum ve titanyum elementlerini içeren seramik tozlar daha parlak bir kontrasta sahipken daha düşük atom numaralı ve hafif karbon, hidrojen, vb. elementlerden oluşan polimer matris daha koyu bir kontrasta sahiptir. Bu sayede iki fazın arasında renk kontrastı oluşur ve ayrıştırılması kolaylaşır. Bu sayede BaTiO₃ seramik tozların polimer içerisinde homojenliği kontrol edilmektedir. Özellikle plakasal morfolojideki BT şablonlarının yönlenme davranışları analizlerden elde edilen görüntüler doğrultusunda incelenebilmektedir.



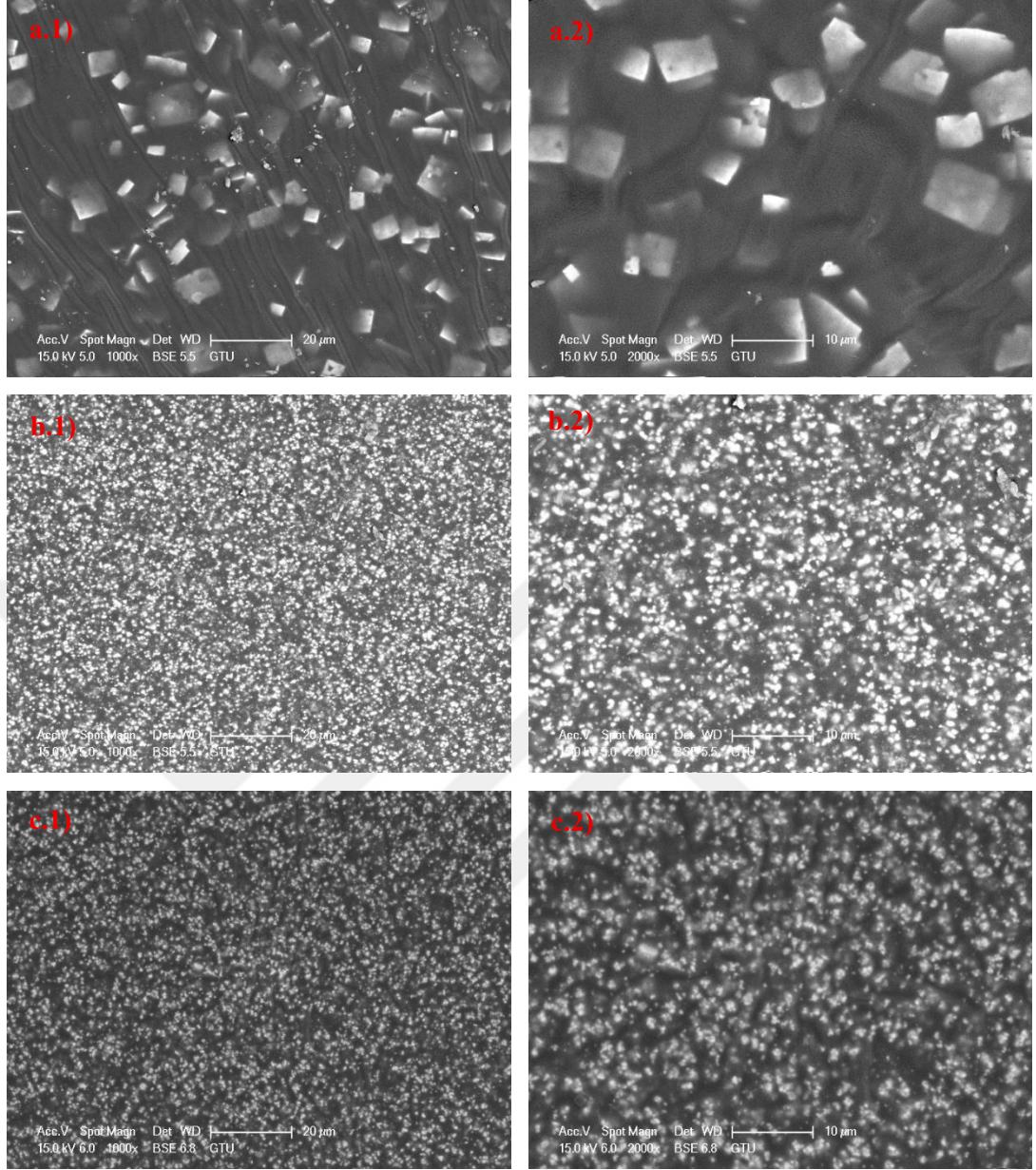
Şekil 4.15: Hacimce %5 a) Plakasal BaTiO₃, b) KHR BaTiO₃, c) ETS BaTiO₃ seramik toz miktarına sahip piezokompozitlerin yüzeyden alınan SEM görüntüleri.

Şekil 4.15'te hacimce %5 toz içeren piezokompozitlere ait taramalı elektron mikroskobu görüntüleri verilmiştir. İçerisinde hacimce %5 oranında BT şablon bulunan piezokompozitin yüzey görüntüleri incelendiğinde, BT şablonlarının (001) düzlemlerinin yüzeye paralel olduğu görülmektedir. Katı hal reaksiyonu ve tek aşamalı ergiyik tuz sentezi ile elde edilmiş BaTiO₃ seramik tozu kullanılarak üretilen piezokompozitlerde ise tozların polimer içerisinde homojen olarak dağıldıkları anlaşılmaktadır.



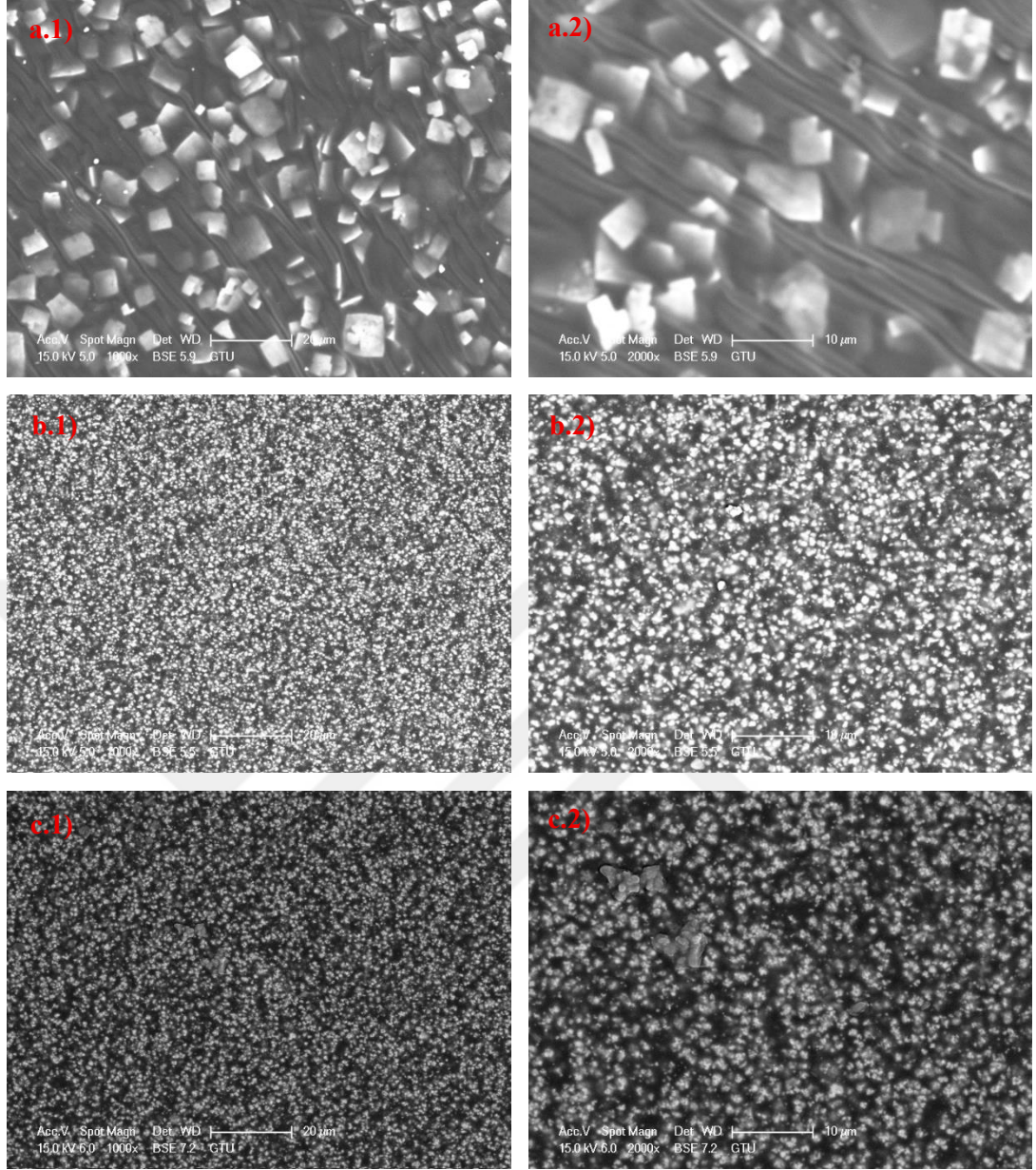
Şekil 4.16: Hacimce %10 a) Plakasal BaTiO₃, b) KHR BaTiO₃, c) ETS BaTiO₃ seramik toz miktarına sahip piezokompozitlerin yüzeyden alınan SEM görüntüleri.

Hacimce %10 toz katkılı piezokompozitlere ait taramalı elektron mikroskobu görüntüleri **Şekil 4.16**'da verilmiştir. BT şablon kullanılan piezokompozit görüntülerinden anlaşılabileceği üzere tozların bir kısmının polimer içerisine doğru açılı yerleştiği görülmektedir. Katı hal reaksiyonu ve tek aşamalı ergiyik tuz sentezi ile elde edilen BaTiO₃ seramik tozu kullanılarak üretilen piezokompozitlerin bazı bölgelerinde daha yoğun toz öbeklerinin olduğu görülmektedir.



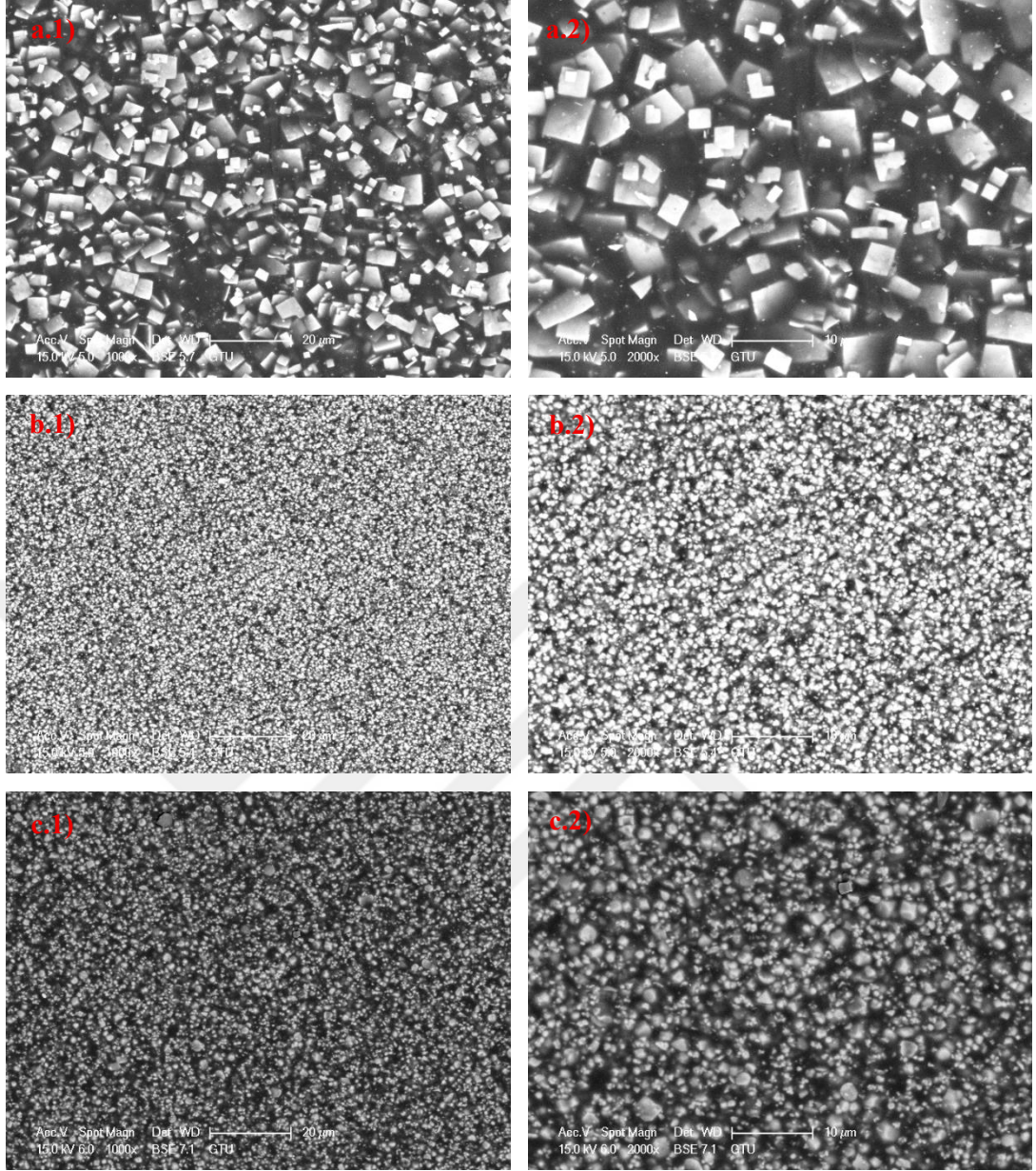
Şekil 4.17: Hacimce %15 a) Plakasal BaTiO₃, b) KHR BaTiO₃, c) ETS BaTiO₃ seramik toz miktarına sahip piezokompozitlerin yüzeyden alınan SEM görüntüleri.

Şekil 4.17’de hacimce %15 toz oranına sahip piezokompozitlerin taramalı elektron mikroskobu görüntülerine yer verilmiştir. Plakasal morfolojideki BaTiO₃ ile üretilen piezokompozitin görüntüleri incelendiğinde yüzeye dik olarak yerleşen tozların olduğu görülmektedir. Diğer yöntemle elde edilen tozların kullanıldığı piezokompozite ait görüntülerde tozların polimer matris içerisindeki boşlukları doldurdukları ve daha homojen bir yapıya sahip oldukları gözlemlenmektedir.



Şekil 4.18: Hacimce %20 a) Plakasal BaTiO_3 , b) KHR BaTiO_3 , c) ETS BaTiO_3 seramik toz miktarına sahip piezokompozitlerin yüzeyden alınan SEM görüntüleri.

Şekil 4.18’de hacimce %20 toz katkılı piezokompozitlerin taramalı elektron mikroskobu görüntüleri yer almaktadır. BT şablon kullanılarak üretilen piezokompozitlerde plakasal tozların polimer matris içine doğru açılı olarak yerleştikleri yüzeye paralel toz miktarının azaldığı görülmektedir. Katı hal reaksiyonu ve tek aşamalı ergiyük tuz sentezi ile elde edilen BaTiO_3 seramik tozları katkılanarak üretilen piezokompozitlerde polimer matrisin çok büyük bir bölümüne tozların yerleştiği anlaşılmaktadır.



Şekil 4.19: Hacimce %30 a) Plakasal BaTiO_3 , b) KHR BaTiO_3 , c) ETS BaTiO_3 seramik toz miktarına sahip piezokompozitlerin yüzeyden alınan SEM görüntüleri.

Şekil 4.19'da hacimce %30 BaTiO_3 seramik toz içeren piezokompozitlerin taramalı elektron mikroskobu görüntüleri farklı büyütme ölçeklerinde görülmektedir. BT şablon ile üretilen piezokompozitin görüntülerinde büyük boyutta olan BT şablonların polimer matris içerisine gömüldüğü, küçük boyutta olan tozların ise yüzeyde kaldığı gözükmemektedir. Hacimce %30 toz içeren bütün piezokompozitlerde polimer matrisin tozları tamamen kaplamaya yeterli olmadığı görülmektedir.

4.5. Elektriksel Analizler

4.5.1. Dielektrik Ölçümler

Farklı morfolojilerde sentezlenen BaTiO₃ seramik tozu ile hazırlanan piezokompozitlerin yük depolayabilme kabiliyetlerini belirlemek için dielektrik ölçümleri yapılmıştır. İçerisindeki seramik toz miktarına ve seramik tozların morfolojilerine bağlı olarak dielektrik sabitlerinin değiştiği gözlemlenmiştir. Dielektrik sabitleri sırasıyla 1 kHz, 10 kHz, 100 kHz ve 1 MHz frekanslarında ölçülmüştür. Plakasal morfolojiye sahip BaTiO₃ seramik tozu, katı hal reaksiyonu ile sentezlenmiş BaTiO₃ seramik tozu ve tek aşamalı ergiyik tuz sentezi ile üretilen BaTiO₃ seramik tozu kullanılan piezokompozitlerin; frekansa ve kullanılan toz miktarına bağlı dielektrik sabiti değerleri sırasıyla **Tablo 4.1**, **Tablo 4.2** ve **Tablo 4.3**'te verilmiştir.

Tablo 4.1: BaTiO₃ şablonları ile üretilen piezokompozitlerin dielektrik sabitleri.

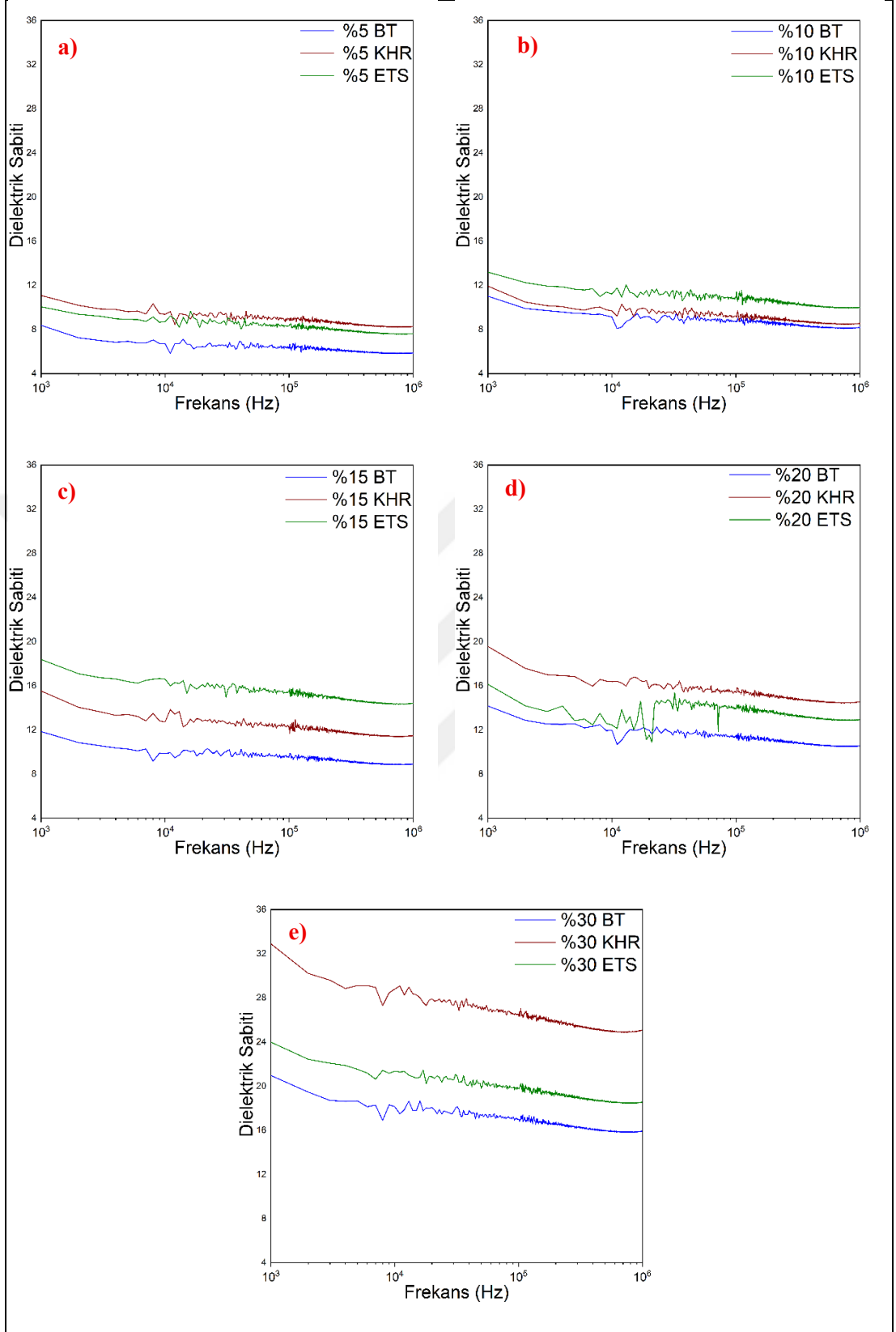
Frekans (Hz)	5%	10%	15%	20%	30%
1000	9	11	12	15	17
10000	8	10	10	13	16
100000	7	9	10	12	15
1000000	7	9	9	12	13

Tablo 4.2: Katı hal reaksiyonu ile sentezlenmiş BaTiO₃ seramik tozları ile üretilen piezokompozitlerin dielektrik sabitleri.

Frekans (Hz)	5%	10%	15%	20%	30%
1000	11	12	16	19	33
10000	10	11	14	17	29
100000	9	10	13	16	27
1000000	9	10	13	15	26

Tablo 4.3: Tek aşamalı ergiyik tuz sentezi ile elde edilmiş BaTiO₃ seramik tozları ile üretilen piezokompozitlerin dielektrik sabitleri.

Frekans (Hz)	5%	10%	15%	20%	30%
1000	11	13	18	17	24
10000	9	12	16	15	21
100000	9	11	15	14	20
1000000	9	11	15	14	19

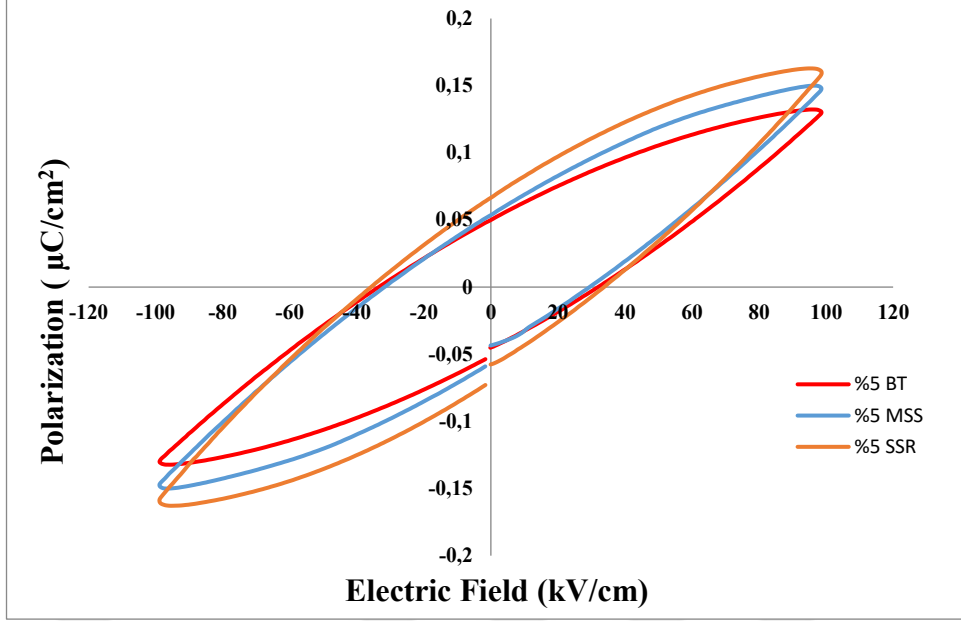


Şekil 4.20: a) %5, b) %10, c) %15, d) %20, e) %30 oranlarında farklı morfolojilerde BaTiO₃ seramik tozu katkılı piezokompozitlerin frekansa bağlı dielektrik sabitlerinin karşılaştırmaları.

Oda sıcaklığında tetragonal fazda bulunan BaTiO₃ seramiği “4mm” simetrisine sahiptir. Bu simetride dielektrik sabiti (100) ve (010) yönlerinde aynı değere sahipken, (001) yönünde diğer yönlerle göre çok daha düşüktür [Rehrig vd., 2000]. (001) yönüne doğru yönelmiş BT şablonlarına sahip piezokompozitlerde daha düşük dielektrik sabitine sahip olduğu gözlemlenmektedir. Katı hal reaksiyonu ve tek aşamalı ergiyik tuz sentezi ile üretilen BaTiO₃ seramik tozları eş eksenli küresel morfolojiye sahip oldukları için şerit döküm yönteminde üretilen piezokompozitlerin içerisinde herhangi bir yönelmeye sahip değildirler. Bu sebeple dielektrik sabitlerinin daha yüksek olduğu gözlemlenmiştir. **Şekil 4.20**'de farklı yöntemlerle sentezlenmiş BaTiO₃ seramik tozu katkılı piezokompozitlerin frekansa bağlı dielektrik sabiti karşılaştırmaları kullanılan toz miktarlarına göre ayrı ayrı verilmiştir.

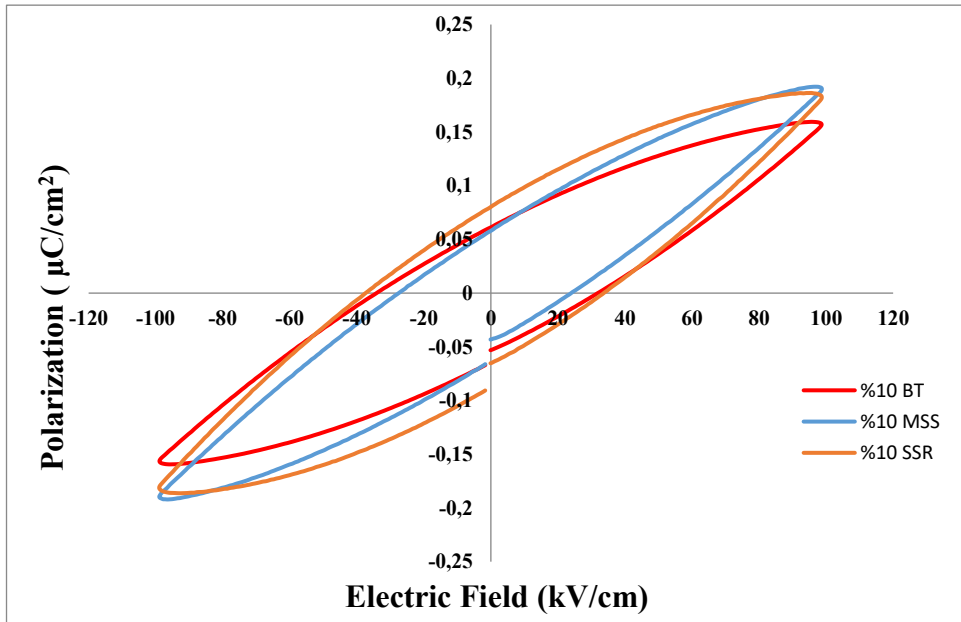
4.5.2. Ferroelektrik Ölçümler

Çalışma kapsamında üretilen piezokompozitlerin yüksek elektrik alan altında polarize olma kabiliyetini belirlemek için ferroelektrik ölçümleri yapılmıştır. Farklı kompozisyonda ve farklı morfolojilerde BaTiO₃ seramik tozu kullanılarak üretilen piezokompozitlerin polarizasyon – elektrik alan (P – E) grafikleri oluşturulmuştur. Ölçümler neticesinde numunelerin sahip olduğu en yüksek polarizasyon (P_{max}) ve elektrik alan kaldırıldığında malzeme içinde kalan kalıntı polarizasyon (P_r) değerleri belirlenmiştir. Bazı numunelerin yüksek elektrik alan altında bozulmasından dolayı ölçümler 100 kV/cm elektrik alanda sınırlandırılmıştır. **Şekil 4.21**'de hacimce %5 BaTiO₃ seramik tozu ile hazırlanmış piezokompozitlerin polarizasyon – elektrik alan (P – E) grafikleri verilmiştir.



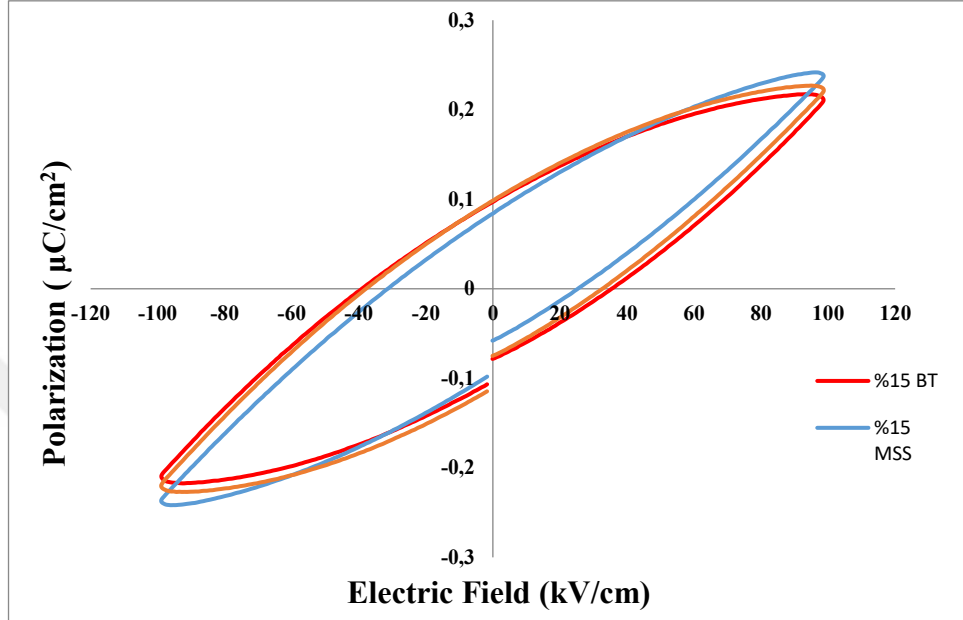
Şekil 4.21: %5 BaTiO₃ seramik tozu katkılı piezokompozitlerin P – E grafikleri.

Yüksek elektrik alan altında plakasal morfolojiye sahip BaTiO₃ seramik tozu ile üretilen piezokompozitlerin P_{max} ve P_r değerlerinin diğer sentez teknikleri ile üretilmiş piezokompozitlere göre daha düşük olduğu gözlemlenmektedir. BaTiO₃ perovskit yapısında kendiliğinden polarizasyon (001) yönündedir. BT şalon ile üretilen piezokompozitlerin içerisinde BT şablonlar şerit döküm yöntemi ile (001) yönüne doğru yönlendirilmiştir.



Şekil 4.22: %10 BaTiO₃ seramik tozu katkılı piezokompozitlerin P – E grafikleri.

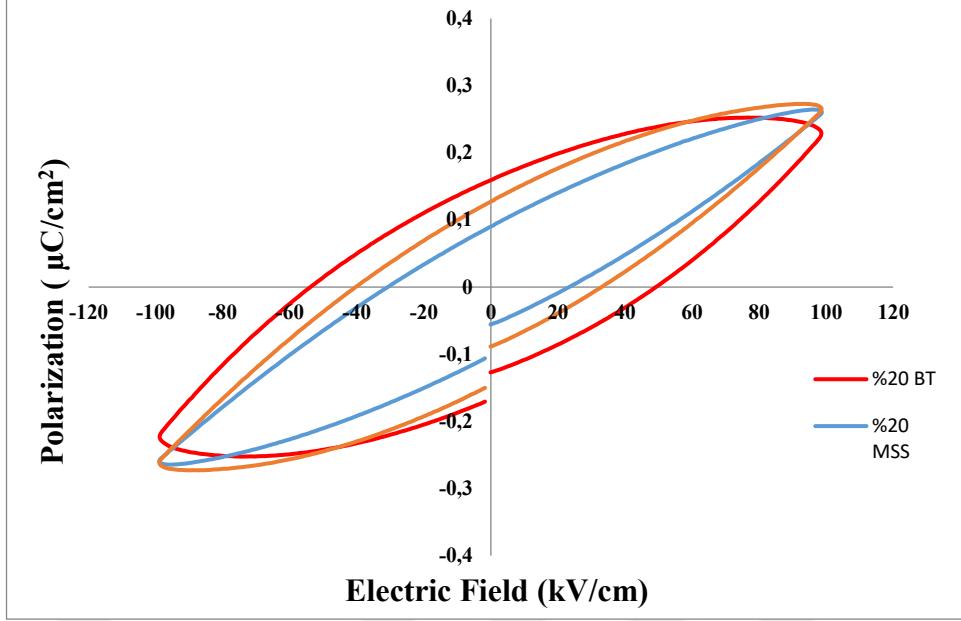
Şekil 4.22'de %10 toz katkılı piezokompozitlerin histeresiz grafiklerinin karşılaştırılması verilmiştir. BT şablon ile üretilmiş piezokompozitin $P_{\max}$ ve P_r değerleri eş eksenli küresel morfolojiye sahip piezokompozitlere göre daha düşük olduğu histeresiz grafiklerinden anlaşılmaktadır.



Şekil 4.23: %15 BaTiO₃ seramik tozu katkılı piezokompozitlerin P – E grafikleri.

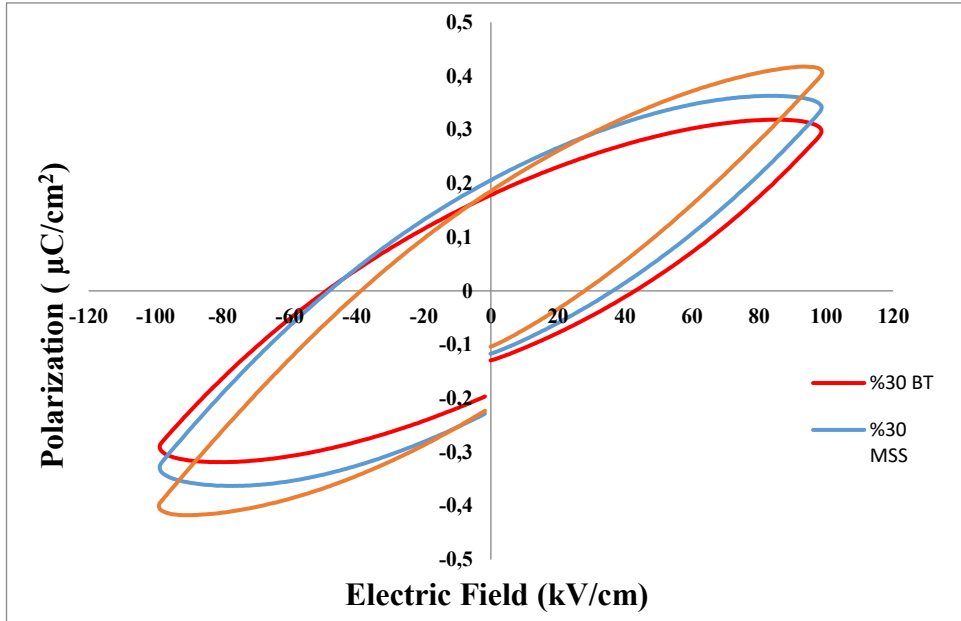
Şekil 4.23'te içerisinde %15 BaTiO₃ seramik tozu bulunan piezokompozitlerin histeresiz eğrilerinin karşılaştırma grafiği verilmiştir. Bu hacim oranında da hacim olarak %5 ve %10 toz miktarına sahip piezokompozitlerde gözlemlenen davranışlara paralellik olduğu anlaşılmaktadır. BT şablonlar ile üretilen piezokompozitlerin daha düşük $P_{\max}$ değerine sahip olduğu görülmektedir.

Şekil 4.24'te BaTiO₃ seramik tozu hacimce %20 olarak hazırlanan piezokompozitlerin P – E grafikleri verilmiştir. %20 BT şablona oranı ile üretilen piezokompozitlerde, daha düşük konsantrasyonlara sahip piezokompozitlerin sahip olduğu davranıştan farklı olarak P_r değeri, katı hal reaksiyonu ve tek aşamalı ergiyik tuz sentezi ile elde edilmiş BaTiO₃ seramik tozu ile üretilmiş piezokompozitlerin P_r değerlerinden daha yüksek olduğu görülmektedir. BT şablonlar ile üretilen piezokompozitlerde plakasal morfolojinin sebep olduğu hava boşlukları sızıntı akımları arttırmaktadır. Bu sebeple elde edilen histeresiz eğrisi diğer yöntemlerle üretilmiş piezokompozitlerin histeresiz eğrilerine göre daha şişkin bir yapıya sahiptir.

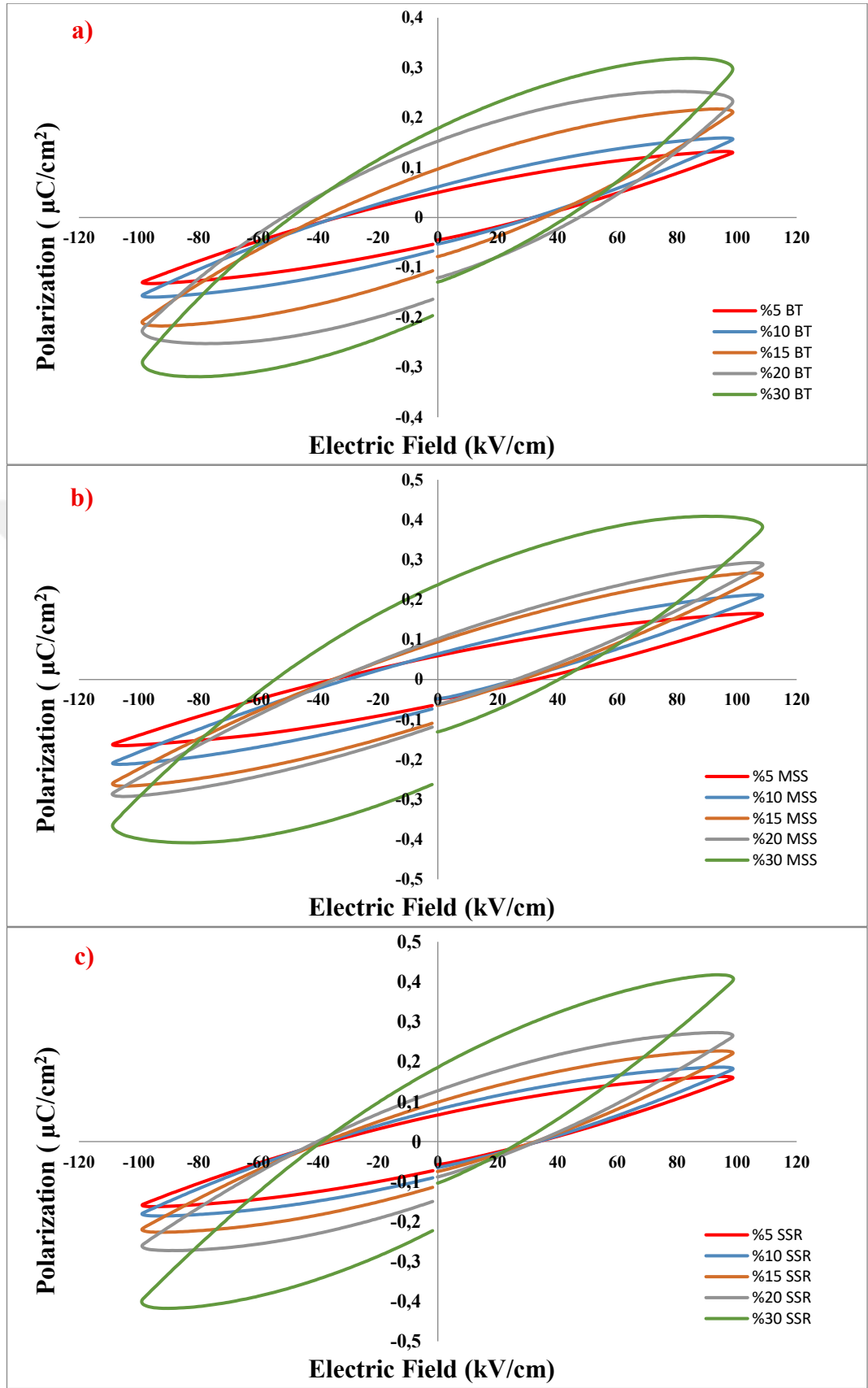


Şekil 4.24: %20 BaTiO₃ seramik tozu katkılı piezokompozitlerin P – E grafikleri.

Hacimce %30 BaTiO₃ seramik toz miktarına sahip piezokompozitlerin P – E grafikleri Şekil 4.25'te verilmiştir. Katı hal reaksiyonu ile üretilmiş BaTiO₃ seramik tozu ile üretilen piezokompozit en yüksek P_{max} değerine sahip olduğu gözlemlenmektedir. %30 hacim oranında da BT şablon kullanılarak üretilmiş piezokompozitin P_{max} değeri en düşük değere sahip olduğu görülmektedir.



Şekil 4.25: %30 BaTiO₃ seramik tozu katkılı piezokompozitlerin P – E grafikleri.



Şekil 4.26: a) BT şablon, b) Tek aşamalı ergiyik tuz sentezi, c) Katı hal reaksiyonu ile üretilmiş BaTiO₃ ile üretilmiş bütün piezokompozitlerin P – E grafikleri.

Farklı yöntemlerle üretilmiş BaTiO₃ seramik tozlarının hacimce %5, %10, %15, %20, %30 oranlarında polimer matris içerisine katılarak üretilen piezokompozitlere ait P-E grafiklerinin tamamı **Şekil 4.26**'da verilmiştir. Artan toz konsantrasyonu ile P_{max} ve P_r değerlerinin her bir üretim yöntemi ile elde edilen BaTiO₃ seramik tozuna sahip piezokompozitlerde arttığı anlaşılmaktadır.

Tablo 4.4'te üretilen bütün kompozitlere ait yönlenme ($f_{(00l)}$), kalıntı polarizasyon (P_r), maksimum polarizasyon (P_{max}) ve dielektrik sabit (K) değerleri paylaşılmıştır.

Tablo 4.4: Piezokompozitlerin elektriksel değerleri.

Üç Aşamalı Ergiyik Tuz Sentezi				
Hacim	$f_{(00l)}$	P _r (μC/cm ²)	P _{Max} (μC/cm ²)	K (10 kHz)
5%	0,91	0,05	0,13	8
10%	0,76	0,06	0,15	10
15%	0,82	0,1	0,21	10
20%	0,75	0,15	0,23	13
30%	0,65	0,19	0,29	16
Katı Hal Reaksiyonu				
Hacim	$f_{(00l)}$	P _r (μC/cm ²)	P _{Max} (μC/cm ²)	K (10 kHz)
5%	0,024	0,06	0,16	10
10%	0,014	0,08	0,18	11
15%	0,011	0,1	0,22	14
20%	0,02	0,12	0,26	17
30%	0,01	0,18	0,4	29
Tek Aşamalı Ergiyik Tuz Sentezi				
Hacim	$f_{(00l)}$	P _r (μC/cm ²)	P _{Max} (μC/cm ²)	K (10 kHz)
5%	0,011	0,06	0,15	9
10%	0,011	0,08	0,19	12
15%	0,016	0,1	0,23	16

Sarı ve arkadaşları elektrik alan altında iğnemsı morfolojideki KSN seramik tozlarını polimer matris içerisinden yönlendirdikleri bilinmektedir. Farklı frekanslarda alternatif akımda elektrik alanlar uygulayarak KSN tozlarının frekansa bağlı yönlenmelerini ve yönlenmeye bağlı elektriksel özelliklerdeki değişimleri gözlemlemişlerdir. Elde ettikleri sonuçlar **Tablo 4.5**'te paylaşılmıştır. Çalışma sonuçlarına bakıldığında yönlenme arttıkça dielektrik sabitinin ve ferroelektrik değerlerin de yükseldiği görülmektedir [Sarı vd., 2025].

Tablo 4.5: Farklı miktarlarda ve farklı yönlenmelere sahip KSN aktif fazı bulunan 0-3 piezokompozitlerin elektriksel özellikleri [Sarı vd., 2025].

Hacim %	AC Elektrik Alan Frekansı	P_r ($\mu\text{C}/\text{cm}^2$)	$P_{\max}$ ($\mu\text{C}/\text{cm}^2$)	K (1 MHz)	f
5%-Ra	—	0.01	0.14	5	0
5%	100	0.2	0.97	6.49	0.78
	200	0.21	1.37	6.39	0.83
	400	0.04	0,24	5.9	0.74
	600	0.17	0.68	6.01	0.77
10% Ra	—	0.05	0.34	6	0
10%	100	0.3	0.75	10.43	0.64
	200	0.14	0.61	8.62	0.31
	400	0.61	1.24	11.53	0.66
	600	0.31	0.7	10.35	0.52
%15 Ra	—	0.04	0.45	8	0
15%	100	0.16	0.34	8.96	0.13
	200	0.15	0.73	9.19	0.17
	400	0.42	1.11	11.9	0.31
	600	0.14	1.09	11.08	0.27

Zahhaf ve arkadaşları küresel morfolojideki BaTiO₃ seramik tozlarını AC elektrik alan ile polimer içerisinde yönlendirme yaparak piezokompozitler üretmişlerdir. Elektrik alan uygulanması sonucunda BaTiO₃ toz tanelerinin zincir şeklinde dizilerek piezokompozitin 0-3 notasyonundan 1-3 notasyonuna geçtiğini bildirmişlerdir. Herhangi bir yönlenme olmadan üretilen 0-3 piezokompozitlere ve yönlenme sonucunda elde edilen 1-3 piezokompozitlere ait dielektrik sabitleri **Tablo 4.6**'da gösterilmiştir [Zahhaf vd., 2022].

Tablo 4.6: 0-3 ve 1-3 EVA/BaTiO₃ piezokompozitlerine ait dielektrik sabitleri [Zahhaf vd., 2022].

Hacim %	0-3 Piezokompozit K (1 kHz)	1-3 Piezokompozit (1 kHz)
3%	3.9	7.1
16%	5.9	10.7
29%	12	23.9

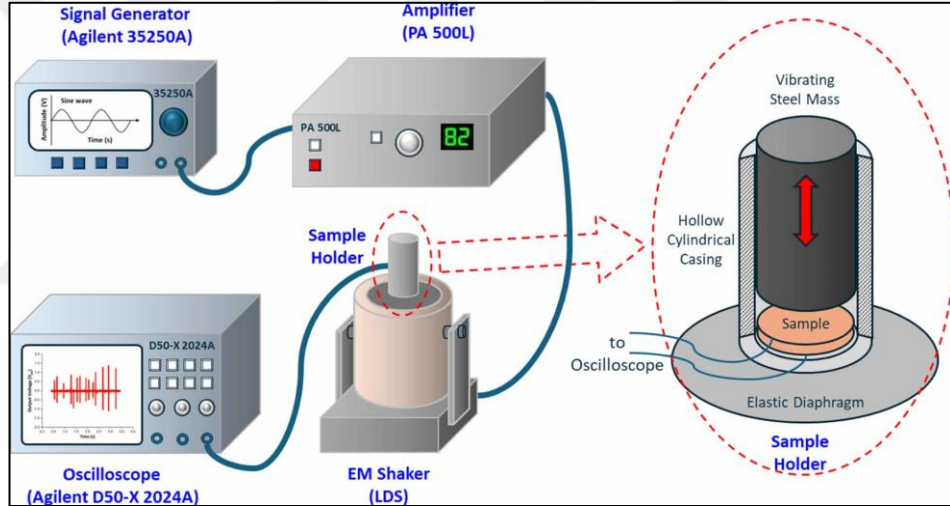
5. GENEL SONUÇLAR

Bu çalışma kapsamında farklı morfolojide BaTiO₃ seramik tozları sentezlenip, hacimce %5, %10, %15, %20, %30 oranlarında polimer matris içerisinde karıştırılarak 0-3 piezokompozit formunda dokunsal sensörler üretilmiştir. Yapılan X-ışını kırınımı analizleri sonucunda sentezlenen BaTiO₃ seramik tozlarının tetragonal fazda olduğu anlaşılmaktadır. Plakasal BT şablonları kullanılarak üretilen piezokompozitlere ait X-ışını kırınımı analizlerine bakıldığında tozların polimer matris içerisinde yönlendiği ve artan toz miktarı ile yönelmenin düştüğü “Lotgering Factor” hesaplaması ile ölçülmüştür. Katı hal reaksiyonu ve tek aşamalı ergiyik tuz sentezi kullanılarak üretilen piezokompozitlerde ise herhangi bir yönelme görülmemiştir. Taramalı elektron mikroskobu ile üretilen piezokompozitlerin yüzeylerinden görüntüler alınmıştır. Artan toz miktarına bağlı olarak plakasal morfolojideki BT şablonlarının birbirlerinin hareketlerini engellediklerini ve yönelmelerini kısıtladıkları anlaşılmaktadır. Üretilen piezokompozitlerin dielektrik ölçümleri sonucunda en düşük dielektrik sabitinin “9” ile %5 plakasal BT seramik tozu ile üretilen piezokompozit numuneye ait olduğu görülmektedir. Piezokompozitlerin ferroelektrik ölçümleri neticesinde bütün numunelerin 0-3 piezokompozitlere ait karakteristik histeresiz eğrilerine sahip olduğu görülmüştür. Ferroelektrik ölçüm sonuçları incelendiğinde bütün hacim oranlarında plakasal morfolojiye ait piezokompozitlerin en düşük maksimum polarizasyon (P_{max}) değerlerine sahip olduğu anlaşılmaktadır. Hacimce %30 oranında katı hal reaksiyonu ile sentezlenmiş BaTiO₃ seramik tozu kullanılarak üretilen piezokompozit numunenin 0,4 $\mu\text{C}/\text{cm}^2$ maksimum polarizasyon (P_{max}) değeri ile en yüksek maksimum polarizasyon değerine sahip olduğu ölçülmüştür.

6. ÖNERİLER

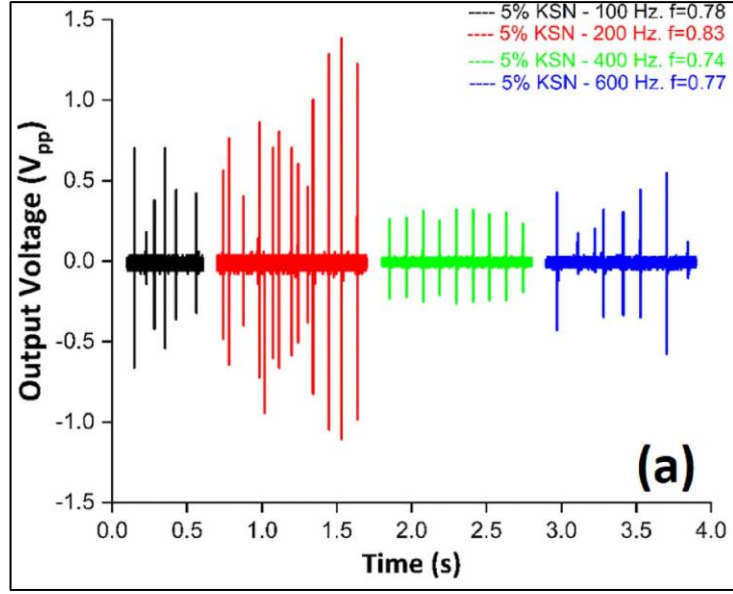
Bu tez çalışmasında farklı morfolojilerde sentezlenen BaTiO_3 seramik tozları ile polimer matrisli 0-3 piezokompozit formunda dokunsal sensörler üretilmiştir. Bu kapsamda çalışmanın ilk adımında piezokompozitlerin yönlenmeye ve morfolojiye bağlı elektriksel özellikleri incelenmiştir. Çalışmanın ilerleyen aşamalarında çalışmayı tamamlayacak ve elde edilen sonuçları iyileştirecek farklı deneysel çalışmalar yapılabilir.

Üretilen piezokompozitlerin sensör ölçümleri yapılabilir. Sarı ve arkadaşlarının yaptığı çalışmada üretilen piezokompozitlerin sensör ölçümleri **Şekil 6.1**'de gösterilen deney düzeneğinde yapılmıştır [Sarı vd., 2025].



Şekil 6.1: Sensör ölçüm düzeneği.

%5 KSN içeren farklı yönlenme miktarlarına sahip piezokompozitlerin çıkış voltajı (V_{pp}) ve zaman (t) grafiği **Şekil 6.2**'de verilmiştir. Grafikten anlaşılabacağı üzere en yüksek yönlenme miktarına sahip piezokompozitin, en yüksek çıkış voltajına sahip olduğu görülmektedir [Sarı vd., 2025]. Bu kapsamda BT ile üretilen piezokompozitlerinde sensör ölçümleri ile morfoloji ve yönlenmeye bağlı voltaj çıkış değerleri elde edilebilir.



Şekil 6.2: %5 KSN içeren piezokompozitlerin voltaj-zaman grafiği.

Bu çalışmada plakasal ve eş eksenli küresel morfolojideki BT seramik tozları sentezlenmiş ve bu tozlarla piezokompozit sentezleri yapılmıştır. Farklı üretim yöntemleri veya çalışma kapsamında uygulanan sentez tekniklerinin sıcaklık, zaman ve toz miktarları gibi parametreleri değiştirilerek çubuksu, küp gibi morfolojilerde BT seramik tozu sentezleri yapılp; bu tozlar ile piezokompozitler üretimleri yapılabilir.

Kullanılan poliüretan matris yerine farklı viskozitelere ve elektriksel özelliklere sahip polimerler kullanılarak piezokompozitler üretilip, polimerin yönlenmeye ve genel olarak elektriksel davranışa etkisi incelenebilir.

Şerit döküm yönteminde kullanılan “Doctor Blade” aparatının bıçak aralığı değiştirilerek polimer matris üzerine uygulanan kayma gerilmesindeki değişimin yönlenmeye etkisi gözlemlenebilir. Farklı bıçak aralıkları ile katmanlı döküm denemeleri yapılabilir ve piezokompozitin kalınlığının özelliklere etkisi ölçülebilir.

KAYNAKLAR

Akdogan E., Allahverdi M., Safari A., (2005). Piezoelectric Composites for Sensor and Actuator Applications. IEEE Transactions on Ultrasonics, Ferroelectrics and Frequency Control, 52, 746- 775.

Carter C.B., Norton M.G., (2007). “Ceramic Materials- Science and Engineering”. 1st Edition Springer.

Clabel H J.L., Awan I. T., Pinto A. H., Nogueira I.C., Bezzon V.D.N., Leite E.R., Balogh D. T., Mastelaro V. R, Ferreira S.O., Marega E., (2020). Insights on the Mechanism of Solid State Reaction between TiO₂ and BaCO₃ to Produce BaTiO₃ Powders: The Role of Calcination, Milling, and Mixing Solvent. Ceramics International, 46 (3), 2987-3001.

Damjanovic D., (1998). Ferroelectric, Dielectric and Piezoelectric Properties of Ferroelectric Thin Films and Ceramics. Reports on Progress in Physics, 61(9), 1267.

Elwell D., Scheel H. J., Kaldis E., (1976). Crystal Growth from High Temperature Solutions. Journal of Electrochemical Society, 123(9), 319C.

Fuentes-Cobas L. E., Chateigner D., Fuentes-Montero M. E., Pepponi G., Grazulis S., (2017). The Representation of Coupling Interactions in the Material Properties Open Database (MPOD). Advances in Applied Ceramics, 116(8), 428–433.

Haertling G. H., (1999). Ferroelectric Ceramics: History and Technology. Journal of the American Ceramic Society, 82(4), 797-818.

Huang B., Yin M., Yi Z., Ye C., Li X., Zhou Z., Wu X., (2023). Dynamic Liquid Volume Estimation Using Optical Tactile Sensors and Spiking Neural Network. Intelligent Service Robotics. 17(11), 1-11.

Izyumskaya N., Alivov Y., Cho S., Morkoç H., Lee H., Kang Y.-S., (2007). Processing, Structure, Properties, and Applications of PZT Thin Films. Critical Reviews in Solid State and Materials Sciences, 32, 111-202.

Jin L., Huang Y., Zhang L., Qiao J., He Z., Jing R., Hu Q., Du H., Zhang L., Chang Y., Wei X., Yan Y., (2021). Formation Mechanism of Barium Titanate Single Crystalline Microplates Based on Topochemical Transformation Using Bismuth-Based Precursors. Ceramics International, 47(4), 4543-4550.

Kambale K.R., Kulkarni A.R., Venkataramani N., (2014). Grain Growth Kinetics of Barium Titanate Synthesized Using Conventional Solid State Reaction Route. Ceramics International, 40(1), 667-673.

Kao K. C. (2004). “Dielectric Phenomena in Solids”, 1st Edition, Elsevier.

Kappasov Z., Corrales Ramon J. A., Perdereau V., (2015). Tactile sensing in Dexterous Robot Hands — Review. Robotics and Autonomous Systems. 74.

Kimura T., (2011). "Molten Salt Synthesis of Ceramic Powders". In: C. Sikalidis, Editor, "Advances in Ceramics-Synthesis and Characterization, Processing and Specific Applications Book" Intech Open.

Kirchbner B., Ploetz M., Rehekampff C., Lechner P., Volk W., (2021). Influence of Salt Support Structures on Material Jetted Aluminum Parts. *Materials*, 14, 4072.

Lee H. J., Zhang, S., Bar-Cohen Y., Sherrit S., (2014). High Temperature, High Power Piezoelectric Composite Transducers. *Sensors*, 14, 14526-14552.

Lin W., Wang B., Peng G., Shan Y., Hu H., Yang Z., (2021). Skin-Inspired Piezoelectric Tactile Sensor Array with Crosstalk-Free Row+Column Electrodes for Spatiotemporally Distinguishing Diverse Stimuli. *Advanced Science*, 8, 2002817.

Lotgering F., (1959). Topotactical Reactions with Ferrimagnetic Oxides Having Hexagonal Crystal Structures-I. *Journal of Inorganic and Nuclear Chemistry*, 9, (2).

Messing G. L., Trolier-McKinstry S., Sabolsky E. M., Duran C., Kwon S., Brahmaroutu B., Park P., Yilmaz H., Rehrig P. W., Eitel K. B., Suvaci E., Seabaugh M., Oh K. S., (2004). Templated Grain Growth Of Textured Piezoelectric Ceramics. *Critical Reviews in Solid State and Materials Sciences*, 29 (2), 45-96.

Moulson A.J., Herbert J.M., (2003). "Electroceramics: Materials, Properties, Applications", 2nd Edition, Wiley.

Narita F., Fox M., (2017). A Review on Piezoelectric, Magnetostrictive, and Magnetoelectric Materials and Device Technologies for Energy Harvesting Applications. *Advanced Engineering Materials*, 20:1700743.

Newnham R. E. (2005). "Properties of Materials: Anisotropy, Symmetry, Structure". 1st Edition, Oxford University Press.

Newnham R. E., Skinner D. P., Cross L. E., (1978). Connectivity and Piezoelectric-Pyroelectric Composites. *Materials Research Bulletin*, 13(5), 525-536.

Potnis P., Tsou N., Huber J., (2011). A Review of Domain Modelling and Domain Imaging Techniques in Ferroelectric Crystals. *Materials*, 4, 417-447.

Pyo S., Lee J., Bae K., Sim S., Kim J., (2021). Recent Progress in Flexible Tactile Sensors for Human-Interactive Systems: From Sensors to Advanced Applications. *Advanced Materials*, 33, 2005902.

Rahaman M. N. (2003). "Ceramic Processing and Sintering". 2nd Edition, Marcel and Dekker.

Randall C. A., Newnham R. E., Cross L. E., (2004). History of the First Ferroelectric Oxide, BaTiO₃. *Materials Research Institute, The Pennsylvania State University, University Park, Pa, USA*, 1, 11.

Rehrig P. W., Trolier-McKinstry S., Park S., Messing G. L., (2000). Dielectric and Electromechanical Properties of Barium Titanate Single Crystals Grown by Templated Grain Growth. *IEEE Transactions on Ultrasonics, Ferroelectrics, and Frequency Control*, 47(4), 895-902.

Richardson D.W., (1992). “Modern Ceramic Engineering”. 2nd edition, Marcel Dekker, Inc.

Rumon M. A., Shahariar H., (2021). Fabrication of Interdigitated Capacitor on Fabric as Tactile Sensor. *Sensors International*, 2.

Shi F., Chen H., Wang, J. (2020). Liquid-phase Preparation of BaTiO₃ Nanoparticles. *IET Nanodielectrics*, 3, 107-115.

Sari H., Birdoğan S., Dural S., Camadanli S., Gülgün M., Alkoy S., (2025). 0–3 Piezocomposites with Anisometric Single-crystalline Filler Particles Crystallographically Oriented by Dielectrophoretic Alignment Method. *Smart Materials and Structures*, 34(3).

Shirvanimoghaddam M., Shirvanimoghaddam K., Abolhasani M. M., Farhangi M., Zahiri V., Liu H., Dohler M., Naebe M., (2019). Towards a Green and Self-Powered Internet of Things Using Piezoelectric Energy Harvesting. *IEEE Access*, 99, 1-1.

Tiwana M. I., Redmond S. J., Lovell N. H., (2012). A Review of Tactile Sensing Technologies with Applications in Biomedical Engineering. *Sensors and Actuators A: Physical*, 179, 17-31.

Tressler J.F., Alkoy S., Newnham R.E., (1998). Piezoelectric Sensors and Sensor Materials. *Journal of Electroceramics*, 2(4), 257-272.

Trolier-McKinstry S., Newnham R., (2017). “Materials Engineering: Bonding, Structure, and Structure-Property Relationships”, 1st Edition, Cambridge.

Vijatović Petrović M.M., Bobić J.D., Stojanović B., (2008). History and Challenges of Barium Titanate: Part I. *Science of Sintering*, 40.

Wang X., Dong L., Zhang H., Yu R., Pan C., Wang Z. L. (2015). Recent Progress in Electronic Skin. *Advanced Science*, 2: 1500169.

Yongbiao W., Yan W., Chuan F. G., (2017). Recent Progresses on Flexible Tactile Sensors. *Materials Today Physics*, 1, 61-73.

Zahhaf O., D’Ambrogio G., Giunta A., Le M., Rival G., Cottinet P., Capsal J., (2022). Molten-State Dielectrophoretic Alignment of EVA/BaTiO₃ Thermoplastic Composites: Enhancement of Piezo-Smart Sensor for Medical Application. *International Journal of Molecular Sciences*, 23, 15745.

Zou L., Ge C., Wang Z. J., Cretu E., Li X., (2017). Novel Tactile Sensor Technology and Smart Tactile Sensing Systems: A Review. *Sensors*, 17(11), 2653.

ÖZGEÇMİŞ

Mehmet Alkan 2013 yılında Nevzat Ayaz Anadolu Lisesi’nden mezun olmuştur. Aynı yıl Marmara Üniversitesi Mühendislik Fakültesinde Metalurji ve Malzeme Mühendisliği bölümüne giriş yapmıştır ve 2019 yılında mezun olmuştur. Ağustos 2022 – Ağustos 2023 yılları arasında yedek subay olarak askerlik görevini tamamlamıştır. Eylül 2023’te yüksek lisans eğitimine başlamış olup öğrenciliği devam ederken Şubat 2024’te araştırma görevlisi olarak Gebze Teknik Üniversitesi Malzeme Bilimi ve Mühendisliği bölümünde göreve başlamıştır.

