T.C. YILDIZ TEKNİK ÜNİVERSİTESİ FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

## PROBERTİT, ELEKTROKOAGÜLASYON TERMAL ATIK VE ELEKTROKOAGÜLASYON BOR ATIĞIN DİELEKTRİK ÖZELLİKLERİNİN EMPEDANS SPEKTROSKOPİSİ YÖNTEMİ İLE İNCELENMESİ

**DİDEM DELİPINAR** 

YÜKSEK LİSANS TEZİ FİZİK ANABİLİM DALI

DANIŞMAN PROF. DR. ORHAN İÇELLİ

İSTANBUL, 2013

#### T.C.

## YILDIZ TEKNİK ÜNİVERSİTESİ FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

## PROBERTİT, ELEKTROKOAGÜLASYON TERMAL ATIK VE ELEKTROKOAGÜLASYON BOR ATIĞIN DİELEKTRİK ÖZELLİKLERİNİN EMPEDANS SPEKTROSKOPİSİ YÖNTEMİ İLE İNCELENMESİ

Didem DELİPINAR tarafından hazırlanan tez çalışması ...... tarihinde aşağıdaki jüri tarafından Yıldız Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Fizik Anabilim Dalı'nda YÜKSEK LİSANS TEZİ olarak kabul edilmiştir.

#### Tez Danışmanı

Prof. Dr. Orhan İÇELLİ Yıldız Teknik Üniversitesi

**Jüri Üyeleri** Prof. Dr. Orhan İÇELLİ Yıldız Teknik Üniversitesi

Prof. Dr. Sait Eren SAN Gebze Yüksek Teknoloji Enstitüsü

Doç. Dr. Mustafa OKUTAN

Yıldız Teknik Üniversitesi

Bu tezi hazırlamam sırasında bana bilgi ve deneyimleriyle yardımcı olan ve yol gösteren çok değerli danışman hocam sayın Prof. Dr. Orhan İÇELLİ' ye sonsuz saygı ve teşekkürlerimi sunarım.

Örneklerin ölçümleri esnasında cihazın çalıştırılması, kullanılması, elde edilen verilerin yorumlanmasında ve çalışmanın her bölümünde benden yardımını esirgemeyen sayın hocam Doç. Dr. Mustafa OKUTAN' a sonsuz teşekkürü borç bilirim.

Ayrıca değerli bilgilerinden faydalandığım sayın hocalarım Prof. Dr. Ahmet ALTINDAL ve Prof. Dr. Zeynel YALÇIN' a sonsuz teşekkürlerimi sunarım.

Son olarak sabır ve sevgiyle bana destek veren, yanımda olan sevgili anneme, babama ve nişanlım H.Emrah Erzurumlu'ya teşekkür ederim.

Mart, 2013

Didem DELİPINAR

# İÇİNDEKİLER

## Sayfa

SİMGE LİSTESİvii
KISALTMALİSTESİviii
ŞEKİL LİSTESİix
ÇİZELGE LİSTESİx
ÖZETxi
ABSTRACTxiii
BÖLÜM 1
GİRİŞ1
1.1 Literatür Özeti
1.2 Tezin Amacı
1.3 Hipotez
BÖLÜM 2
GENEL BİLGİLER
2.1. Bor atıklarının fiziksel özellikleri
2.1.1 Kernit (Razorit) (Na <sub>2</sub> B <sub>4</sub> O <sub>7</sub> .4H <sub>2</sub> O)
2.1.2 Pandermit (Priseit) ( $Ca_4B_{10}O_{19}$ ,7H <sub>2</sub> O)

2.1.3 Hidroborasit (CaMgB <sub>6</sub> O <sub>11</sub> .6H <sub>2</sub> O)			
2.2 Konsantre Bor Ürünleri			
2.2.1 Boraks (Tinkal) (Na2B4O7.10H2O)			
2.2.2 Üleksit (NaCaB5O9.8H2O)			
2.2.3 Kolemanit (Ca2B6O11.5H2O)			
2.3. Bor Ürünlerinin Kullanım Alanları			
2.4. Probertit, ECBW ve ECTW ve Kullanım Alanları			
2.4.1. Probertit			
2.4.2. Elektrokoagülasyon Termal Atık (ECTW) ve Elektrokoagülasyon Bor Atık (ECBW)			
BÖLÜM 3			
DİELEKTRİK MALZEMELERİN DEĞERLENDİRİLMESİ			
3.1 Dielektrik Fonksiyonu			
3.2 Dielektrik Teori			
3.3 Dielektriğin Fiziksel Özellikleri			
3.4. Elektriksel Geçirgenlik (Permitivite)			
3.5. Elektrik Akış Yoğunluğu (D)			
3.6 Mikroskopik Elektrik Dipol Moment			
3.7 Dielektrik Bozulma Gerilimi			
3.8 Dielektrik Soğurma			
3.9. Dielektrik Sabit			
3.10. Dielektrik Kayıplar			
3.11. Kayıp Tanjantı			
3.12. Dielektrik Davranış			
3.12.1 Polarizasyon Mekanizmaları			
3.12.2 Elektronik ve Atomik Polarizasyon			

3.12.3 Rezorans frekansı
3.12.4 İyonik Polarizasyon
3.12.5 Yönelme Polarizasyonu
3.12.6. Boşluk Yük polarizasyonu
3.13 Relaksasyon (durulma) Zamanı
3.14 Frekansın Polarizasyona Etkisi
3.15 Dielektrik Kayıpların Frekansla Değişimi
3.16. Dielektrik Bozulma Mekanizmaları
3.17 Termal Mekanizma
3.18 İç Mekanizma
3.19 Elektriksel Büzülme
3.20 Cole-Cole Diyagramı
3.21 İyonik İletkenlik
3.22 Arayüzey ya da Boşluk Yük Polarizasyonu
3.23 Katıların Dielektrik Sabiti Ölçümü
3.24 Empedans Spektroskopisi

## BÖLÜM 4

## DENEYSEL METOD VE YÖNTEMLER

4.1 Örneklerin Elde Edilmesi.	
4.1.1Probertit	
4.1.2 ECTW	
4.1.3 ECBW	
4.2. Deneysel Metod ve Yönte	emler
4.2. Deneyde Kullanılan Ciha	zlar

4.2.1. Empedans Analizör				
4.2.2. Novotherm sıcaklık kontrol sistemi				
4.2.3. Yüzey İletkenliği Ölçüm Cihazı				
4.2.4. Atomik Kuvvet Mikroskobu (AFM)				
4.3. Empedans Ölçümleri				
4.4. Dielektrik Fonksiyonunun Sıcaklık ve Frekansa Bağlılığı				
4.4.1 Probertit, ECTW ve ECBW				
4.5 Probertit Örneği Sıcaklık ve Frekansa Bağlı Ölçümlerinde Elde				
Edilen Bulgular				
4.6 ECTW Örneği Sıcaklık ve Frekansa Bağlı Ölçümlerinde Elde Edilen				
Bulgular				
4.7 ECBW Örneği Sıcaklık ve Frekansa Bağlı Ölçümlerinde Elde Edilen				
Bulgular				
BÖLÜM 5				
5.1. SONUÇ VE ÖNERİLER				
KAYNAKLAR				
ÖZGEÇMİŞ				

α <sub>e</sub> :	elektronik polarizasyon		
[α <sub>e</sub> ]:	mutlak elektronik polarizasyon		
A:	elektrot yüzey alanı		
A:	test cihazının alanı (m <sup>2</sup> )		
AC:	alternatif akım		
<i>B</i> :	imajiner iletkenliktir		
C:	malzemeli kapasitans		
C <sub>0</sub> :	malzemesiz kapasitans		
C :	kapasitör		
D:	elektrik yer değiştirme		
D:	Elektrik AkımYoğunluğu		
D:	dağılma (dissipation) faktörü		
C:	kapasitör		
c:	ışık hızı,		
$C_p$ :	paralel kapasitans,		
$d_{\frac{1}{2}}$	elektrotlar arası uzaklık		
:3	Dielektrik sabiti		
$\epsilon_p$ :	Elektriksel geçirgenlik		
$\epsilon_r^*$ :	kompleks relatif permitivite		
ε <sub>0</sub> :	serbest uzay permitivite $\approx 8.85 \times 10^{-12}$ Farad/m		
<b>ɛ*</b> :	kompleks geçirgenlik		
ε <sub>R:</sub>	test cihazının relatif dielektrik sabiti		
E <sub>0</sub> :	atomdaki elektrik alan		
f :	frekans		
G:	paralel iletkenlik		

Hz: Hertz

- $\kappa'$ : malzemenin dielektrik sabiti
- L: indüktör
- M\*: kompleks modulus
- M': modulusun reel kısmı
- M": modulusun imajiner kısmı
- $\mu_o$ : serbest uzay geçirgenliği,
- n: atom yoğunluğu
- p<sub>i</sub>: elektrik dipol moment
- Q: kalite faktörü
- $R_p$ : paralel reel direnç,
- R: direnç
- τ: Relaksasyon zamanı
- t: test cihazının kalınlığı (m)
- T: Dielektrik relaksasyon (durulma) sabiti
- t: zaman
- V: volt
- Y\*: kompleks admitans,
- Y'(w):admitansın reel kısmı
- Y''(w) : admitansın imajiner kısmı,
- X<sub>L</sub>: İndüktif reaktans
- $X_{C:}$  kapasitif reaktansa
- Z\*: kompleks empedans

## KISALTMA LİSTESİ

Elektrokoagülasyon termal atık ECTW: Elektrokoagülasyon bor atık ECBW: Doğru akım DC : Empedans spektroskopisi IS: genişbant dielektrik spektroskopisi BDS : R (Karekök), M (Ortalama), S (Karesi) RMS X-ışını Difraksiyonu XRD: Joint Committee on Powder Diffraction Standards JCPDS: NTCS : NOVOTHERM sıcaklık kontrol sistemi

## ŞEKİL LİSTESİ

#### Sayfa

- Şekil 3.1Paralel plakalı kapasitör
- Şekil 3.2 Kayıp tanjantı vektör diyagramı
- Şekil 3.3 Frekansa bağlı dielektrik mekanizmaları
- Şekil 3.4 Elektrotlar ile test cihazı
- Şekil 3.5 Cole-Cole diyagramı
- Şekil 3.6 Dielektrik malzemenin iki elektrotlu sistemin AC beslemesi ile RpCp paralel eşdeğer devresi.
- Şekil 4.1 Örnekler için deney düzeneği.
- Şekil 4.2 Novocontrol sıcaklık birimi
- Şekil 4.3 Deney düzeneğinde yer alan bazı araçlar
- Şekil 4.4 Çeşitli sıcaklıklardaki *M*<sup>"</sup> değerinin frekansa bağlılığı
- Şekil 4.5 Çeşitli sıcaklıklardaki *M*'değerinin frekansa bağlılığı
- Şekil 4.6 Farklı sıcaklıklarda dielektrik sabitin reel kısmının frekansa bağlılığı
- Şekil 4.7 Farklı sıcaklıklarda dağıtma faktörünün frekansa bağlılığı
- Şekil 4.8 Farklı sıcaklıklarda modulusun frekansa bağlılığı ECTW reel ve imajiner kısmı.
- Şekil 4.9 Elektriksel Modulusün Cole-Cole çizimi
- Şekil 4.10 Dört nokta uç ile ECTW örneğinin Voltaj-Akım (V-I) grafiği.
- Şekil 4.11 ECBW nin Cole-Cole çizimi
- Şekil 4.12 Farklı sıcaklıklarda Cp nin frekansa bağlılığı
- Şekil 4.13 Farklı sıcaklıklarda dağıtma faktörünün frekans bağımlılığı
- Şekil 4.14 Faklı sıcaklıklar için M' değerlerindeki kayma
- Şekil 4.15 Dört nokta uç ölçümü ile EC-BW örneğinin voltaj-akım(V-I) grafiği.
- Şekil 4.16 Dört nokta uç ölçümü ile EC-BW örneğinin voltaj-akım(V-I) grafiği.

- Şekil 4.17 Frekansa bağlı 25 °C'de ki reel dielektrik sabiti,  $tan(\delta)$ , elektriksel modulusun reel ve imajiner değer değişimleri.
- Şekil 4.18 Frekansa bağlı 75 °C'de ki reel dielektrik sabiti,  $tan(\delta)$ , elektriksel modulusun reel ve imajiner değer değişimleri.
- Şekil 4.19 Frekansa bağlı 125 °C'de ki; a) reel dielektrik sabiti, b)  $tan(\delta)$ , elektriksel modulusun; c) reel, d) imajiner değer değişimleri.

# ÇİZELGE LİSTESİ

	Sayfa
Çizelge 2.1	Bor elementinin fiziksel özellikleri
Çizelge 2.2	Bor mineralleri formül ve bileşimleri
Çizelge 4.1	Probertit kimyasal yapısı
Çizelge 4.2	ECTW nin kimyasal bileşimi
Çizelge 4.3	ECBW' nin kimyasal bileşimi
Çizelge 4.4	Probertitin elektriksel parametrelerinin maksimum değerleri
Çizelge 4.5	Probertitin dielektrik gücü
Çizelge 4.6	ECBW örneği kimyasal bileşimi
Çizelge 4.7	Probertit, ECBW ve ECTW örneklerin belli başlı kimyasal bileşenleri

## PROPERTİT, ELEKTROKOAGÜLASYON TERMAL ATIK VE ELEKTROKOAGÜLASYON BOR ATIĞIN DİELEKTRİK ÖZELLİKLERİNİN EMPEDANS SPEKTROSKOPİSİ YÖNTEMİ İLE İNCELENMESİ

Didem DELİPINAR

Fizik Anabilim Dalı Yüksek Lisans Tezi

Tez Danışmanı: Prof. Dr. Orhan İÇELLİ

Radyoaktif radyasyondan korunmak için elektrokoagülasyon termal atık (ECTW), elektrokoagülasyon bor atık (ECBW) ve Probertit malzemeleri elektrostatik dağıtma veya elektromanyetik zırhlama gibi birçok endüstriyel uygulamalar için kullanılabilir. Yüksek dielektrik özellik gösteren malzemeler, yüksek enerji kaybına sahiptirler ve yüksek soğurma özellikleri gösterirler. İmajiner dielektrik sabiti yüksek olan atık malzemelerin araştırılması bu açıdan önem arz etmektedir. Elektrostatik dağıtma veya elektromanyetik zırhlama gibi birçok endüstriyel uygulamalar için çimento ve betona katılan ECTW, ECBW ve Probertitin dielektrik özelliklerinin bilinmesi materyal karakterizasyonu açısından önemlidir.

Ayrıca çimento ve betona agrega olarak inşaat sektöründe kullanılan bu materyallerin elektriksel özelliklerini karşılaştırılarak bir kıyaslama yapmak istedik. Yaptığımız çalışmada, düşük frekanslarda Probertitin ile ECBW'nin dielektrik sabiti aynı değerlerdeyken, ECTW'nin yaklaşık 10 kat daha yüksek seviyede olduğunu tespit ettik. Bu durum, ECTW'nin bileşimindeki dielektrik malzeme olan % 77.98 oranında  $Al_2O_3$ 'den kaynaklandığını söyleyebiliriz. Bu durum ECTW için kararlı dielektrik güç ( $\Delta\epsilon$ ) değerini en yüksekte olmasını sağlamaktadır.

Oda sıcaklığında en ideal radyasyon zırh malzemesi ECTW iken yüksek sıcaklıklarda ECBW daha iyi sonuç vermektedir. Ayrıca Probertit ile yaptığımız çalışmalarda, frekans artışı ile daha iyi dielektrik davranış sergilediği elektriksel ölçümler ile ortaya konmuştur. Bundan yola çıkarak, malzemede sıcaklık ve frekans artışı ile oksit yapının

ortadan kalkma eğiliminde olduğu ve elektriksel olarak iletken davranış sergilediğini söyleyebiliriz.

Bu durumda iyi bir dielektrik Probertit malzemesinin oda sıcaklığı (25°C) ve 50°C sıcaklıkta elektriksel iletkenliği optimumdur. Ancak bu sıcaklıklardan sonra dielektrik gücün azalmasını Probertitin yapısında bulunan  $B_2O_3$ 'ün oda sıcaklığı ve 50°C ye kadar olan kısmında dielektrik gücüne katkı yaptığını söyleyebiliriz. Sonuç olarak gerçekten ucuz, etkin ve alternatif bir elektromanyetik zırhlama malzemesi olarak ECTW'nin düşük elektriksel iletkenliği ya da yüksek direnç göstermesi elektromanyetik zırhlama ve elektrostatik dağıtma gibi uygulamalar için kullanılabilir ve hatta endüstriyel bir öneme haiz olduğunu söyleyebiliriz.

Anahtar Kelimeler: Elektrokoagülasyon, elektromanyetik zırhlama, bor atık

#### YILDIZ TEKNİK ÜNİVERSİTESİ FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

ABSTRACT

## ANALYZING DIELECTRIC PROPERTIES OF PROBERTITE, ELECTROKOAGULATION THERMAL WASTE AND ELECTROKOAGULATION BORON WASTE WITH IMPEDANCE SPECTROSKOPY

**Didem DELİPINAR** 

**Department of Physics** 

MSc. Thesis

Advisor: Prof. Dr. Orhan İÇELLİ

Electrocoagulation thermal waste (ECTW), electrocoagulation boron waste (ECBW) Electro Coagulation Thermal Waste (ECTW), Electro Coagulation Boron Waste (ECBW) and Probertite can be used for industrial applications such as electrostatic dissipation and electromagnetic shielding. These materials are well known for having high-energy loss and also have high absorption property. Therefore the study of waste materials with high imaginer dielectric constant would become more important. Knowing the dielectric properties of these materials plays a critical role when they are combined with cement and concrete for industrial applications.

In addition, we tried to determine which materials could be more convenient additives for cement and concrete by comparing the electrical properties of the material based on these measurements. The dielectric constant of Probertit is found to be the same level with that of ECBW at lower frequencies. Dielectric constant of ECTW is estimated to be approximately 10 times higher than that of Properties. This result can be explained by % 77.98 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> dielectric material and correspondingly having higher values of dielectric strength (( $\Delta\epsilon$ ).

At room temperature ECTW is defined as best ideal shielding, while at higher temperatures ( $\sim 50$  °C) ECBW exhibits better shielding properties. Probertite displays dielectric behavior as the frequency rises and becomes better conductor. Based on our findings, oxide structure diminishes as temperature and frequency increase, and the material displays better conductive properties.

Therefore, a great dielectric Probertit material is optimum at room temperature (25 °C) and 50 °C. We claim that  $B_2O_3$ , which is found in Probertit, may contribute to dielectric strength until 50 °C. As a conclusion we propose ECTW as cheap, effective and alternative shielding material. Since ECTW exhibits low electrical conductivity or high resistance it can be used in electromagnetic shielding or electrostatic dissipation and even it have an industrial important.

Keywords: Electrocoagulation, electromagnetic shielding, boron waste

YILDIZ TECHNICAL UNIVERSITY GRADUATE SCHOOL OF NATURAL AND APPLIED SCIENCES

#### 1.BÖLÜM

#### GİRİŞ

#### 1.1 Literatür Özeti

Bor günümüzde çok önemli bir yere sahiptir ve birçok alanda kullanılmaktadır. Plastiklerde, sanayi elyafi üretiminde, lastik ve kâğıt endüstrisinde, tarımda, nükleer enerji santrallerinde, roket yakıtlarında kullanıldığından borun dielektrik özelliklerinin incelenmesi borun hafifliği, gerilmeye olan direnci ve kimyasal etkilere dayanıklılığının ölçülmesi sebebiyle büyük bir öneme sahiptir. Ayrıca camın ısıyla genleşmesini önemli ölçüde indirgediği, camı asite ve çizilmeye karşı koruduğu, titreşim, yüksek ısı ve ısı şoklarına karşı dayanıklılığı sağladığı için ısıya dayanıklı cam gereçleri ve elektronik ve uzay araştırmalarında kullanılacak üstün nitelikli camların üretiminde de borun önemli yeri vardır. Bu nedenle dielektrik özelliklerin ölçülmesi önem taşımaktadır.

1990'lı yıllarda çimento tabakalarının endüstriyel uygulamalarında mikro yapı ve elektriksel özellikleri tespit etmek için AC empedans en önemli tekniktir [Mc Carter ve Brousseau, 1990; Christensen vd, 1992; Xu vd, 1993; Coverdale vd, 1994; Gu vd, 1994; Christensen vd, 1994; Coverdale vd, 1995; Keddeam vd, 1997; Andrade vd, 1999; Cabeza vd, 2002]. Yüzey direnci çimento içindeki etkin iletkenlik ile üretilir [Chung, 2002; Wen ve Chung, 2003; Reza vd, 2003]. Elektriksel ölçümler materyal karakterizasyonunda güçlü araçlardır. Bu ölçümler yumuşak materyallerden polimerlere [Okutan vd, 2007; 2005a; 2005b], çimento ve beton gibi sert maddelere [McCarter vd, 2003; Hasar, 2007; Haddad ve Al-Qadi, 1998] kadar çeşitli maddelerin ölçümünde kullanılabilir.

Baz istasyonlarının konutların yanı başında kurulması insan sağlığı üzerine etkileri bakımından endişe yaratmaktadır. Günümüzde güncelliğini koruyan baz istasyonları

yakınında bulunan yerleşkeler ciddi bir elektromanyetik radyasyon tehdidi ile karşı karşıyadır. Elektrostatik dağıtma veya elektromanyetik zırhlama gibi birçok endüstriyel uygulamalar için çimento ve betona katılan ECTW, ECBW ve Probertitin dielektrik özelliklerinin bilinmesi materyal karakterizasyonunda önemli bir yer tutmaktadır. Çünkü bu bileşikler betonun elektriksel özellikleri çeşitli uygulamaları etkilemektedir. Malzemenin kompleks geçirgenlik ve etkin iletkenliği, betonun elektromanyetik dalga yayılımını önlemesinde önemli bir role sahiptir. Elektromanyetik tedirginliğe karşı üretilmiş yapılardaki güçlendirilmiş beton ve beton yapılarında konumlandırılan hassas devrelerin korunumu için bu özellikler önemlidir. Sandrolini vd. betonun elektriksel özelliklerini etkin zırhlama için betonu, deneysel veri parametrelerine dayanan DC elektriksel iletkenlik uygulanan Debye malzemesi olarak modellemiştir [Sandrolini vd, 2007]. İmajiner dielektrik sabiti yüksek olan atık malzemelerin araştırılması yüksek dielektrik malzemeye sahip malzemelerin yüksek enerji kaybının ve yüksek soğurma özellikleri olması nedeniyle daha önemli hale gelmektedir. Betonun empedans spektroskopi ölçümleri dielektrik özellikler ve sistemin mikro yapıları ilişkisi olasılığı sebebiyle oldukça önemlidir [McCarter W.J vd.(1990), Gu P.vd, 1994]. Metal yalıtkandaki elektrik alan bölge dışında yalıtkan ile değişkenlik gösterirse geometrik ve kapasitans ölçümleri değişebilir. [El-Nahass M.M. vd 2006, Jarosz G.vd, 2005, Riad A.S. 1999, Shihub S.I.vd, 1995, Shihub S.I. vd, 1996]. Son zamanlarda kil içerikli bor atıkların seramik sanayinde kullanılabilirliğine yönelik araştırmalar da hız kazanmıştır. Jian Quan Qi vd, 2004; B<sub>2</sub>O<sub>3</sub> buhar katkılı baryum titanat seramiklerin dielektrik özelliklerini incelemiş ve katkılamadan sonra BaTiO<sub>3</sub> bileşiğinin Curie sıcaklığının ve dielektrik sabitinin arttığını görmüştür [Jian Quan Qi vd, 2004]. Lu Yin vd, (CaLiSm)TiO3 seramiklerine katkılanan ZnO-B<sub>2</sub>O<sub>3</sub>'nin mikro yapı ve mikrodalga dielektrik özelliklerini çalışmıştır. Sonuçta % 3 oranına kadar katkılanan ZnO-B<sub>2</sub>O<sub>3</sub>'nin dielektrik sabitini artırdığını % 3'den sonra azaldığını tayin etmisleridir [Lu Yin vd, 2010].

#### 1.2 Tezin Amacı

Kompleks empedans analizi dielektrik malzemeleri analiz için kullanılan oldukça güçlü bir araçtır. Tanımlı frekans aralığındaki elektrot etkileri, katı etkileri ve ara yüzler, görünür parçacık sınırları gibi çeşitli süreçlerin katkıları bu analiz yardımıyla çözüme ulaştırılabilir. Empedans spektroskopisi (IS) ve dört nokta uç ölçüm tekniği ECTW, ECBW ve Probertitin hazırlanış sürecini daha iyi anlamak için kullanılan yöntemlerdir. Düşük genlikli sinüzoidal elektrik sinyali materyallerin kompleks empedansını ölçmek için uygulanmıştır. Materyallerin yüzey direnci DC moddaki dört nokta uç ölçümü ile incelenmiştir. Teknolojik uygulamalar yüksek frekanslarda durağan olan dielektrik malzemelerin radyasyon zırhlama için uygun malzemeler olduğunu göstermektedir ve oysaki düşük frekanslarda yalıtkan hale gelmektedir. Radyasyon zırhlama konusunda yapılan birçok çalışma yüksek enerjili bölgede (X ve Gama) yapılmasına rağmen mikrodalga bölgede hiçbir çalışma görülmemektedir.

Materyallerin dielektriksel ve elektriksel özellikleri empedans spektroskopisi ile (IS) incelenmiştir. Bu yöntem dipolar yapı davranışları ve dielektrik malzeme ve bileşiklerin optimizasyonu için oldukça güvenilir bir yöntemdir. Örneğin kapasitans, dielektrik kayıp, dielektrik sabit ve iletkenlik parametreleri sıcaklığa bağlı olarak analiz edilmiştir. Ayrıca ilgili materyaller geniş bant dielektrik spektroskopisi (BDS) ile çalışılmıştır. Bu yöntem malzemelerin elektriksel özelliklerin belirlenmesi açısından çok güvenlidir. BDS kullanarak frekans aralığındaki elektrot etkileri, katı etkileri, arayüzler, parçacık boyutları, relaksasyon ve iletkenlik mekanizması gibi süreçlerin katkılarının üstesinden gelinebilir [Prabakar vd, 2003]. BDS verileri 4 ana denklemle temsil edilebilir. Bu dört denklem kompleks empedans (Z\*), kompleks admittans (Y\*), kompleks geçirgenlik ( $\varepsilon$ \*) ve kompleks modülüs (M\*) tür. Bor ve bor atığı içeren betonun elektriksel özellikleri pek çok uygulamada kullanıldığı için önemlidir. Malzemenin modülüsünün reel kısmı ve etkin iletkenliği elektromanyetik dalga yayılımını önlemek için betona olanak sağlar. Bu açıdan modülüsün reel ve imajiner kısmının hem sıcaklık hem frekansa bağlılığı sınanmış ve analiz edilmiştir.

#### 1.3 Hipotez

Zırhlama ile radyasyondan korunmak mümkündür. Bu çalışmada incelenen ECTW, ECBW ve Probertit araştırılan dielektrik özellikleri ile bu bileşiklerin elektromanyetik zırhlama özelliği açısından ucuz, etkili bir alternatif olduğu düşünülmektedir.

Genişbant dielektrik spektroskopisi (BDS), Empedans spektroskopisi (IS) ve dört nokta uç ölçüm tekniği ile ECTW, ECBW ve Probertit atıklarının dielektrik ölçümlerinin yapılması özellikle betonda katkı malzemesi olarak kullanılabilmesi bakımından önemli bir boşluğu dolduracaktır. Ayrıca bu ölçümlerden yola çıkarak ECTW, ECBW ve Probertitin kendi içinde elektriksel özellikleri karşılaştırılarak materyal karakterizasyonuyla çimento ve betona hangisinin daha uygun bir katkı malzemesi olduğu ve endüstriyel uygulamalarda özellikle inşaat sektöründe etkili olarak kullanılabileceği düşünülebilmektedir. [McCarter vd, 2003; Hasar, 2007; Haddad ve Al-Qadi, 1998]. Seramiklerde katkı malzemesi olarak kullanılan bor

bileşikleri ve atıklar içinde bizim kullandığımız ECTW, ECBW ve Probertitin katkı malzemesi olarak kullanılmasıyla mikro yapı ve mikrodalga dielektrik özelliklerinde bozulma olmadan seramiklerin [Lu Yin vd, 2010] sinterleme sıcaklığındaki değişim olup olmayacağı da merak konusudur. Bunun için seçilen malzemelerin dielektrik özelliklerinin öncelikle belirlenmesi amaçlanmış ve seramik çalışmalarına temel oluşturması amaçlanmıştır.

## 2. BÖLÜM

## **GENEL BİLGİLER**

#### 2.1. Bor atıklarının fiziksel özellikleri

Bor, periyodik tabloda B simgesi ile gösterilen, atom numarası 5, atom ağırlığı 10,81 olan metalle ametal arası yarı iletken özelliğe sahip bir elementtir. Periyodik cetvelin 3A grubunun ilk ve en hafif üyesidir. Temel hal elektron konfigürasyonu  $1s^2 2s^2 2p^1$ 'dir. Elmastan sonra en sert madendir. Bor, bor alaşımları, bor tuzları ve organometalik bor kompleksleri ya kendi başlarına ileri teknoloji malzemesidirler ya da başka maddelere katılarak onlara ileri teknoloji malzemesi özelliği kazandırırlar. Bor mineralleri ve ürünlerinin kullanım alanları; cam, seramik, deterjan, ilaç ve kimya sanayi, yanmayı önleyici (geciktirici) madde yapımı, tarım, metalürji, enerji depolama, arabalar (hava yastıkları, hidrolik fren vb), su arıtma, pigment ve kurutucu olarak, nükleer uygulamalar ve diğer kullanım alanlarıdır.

Özellik	Değeri
Atom ağırlığı	$10.811 \pm 0.005$ veya 0.007
Ergime noktası	2190+20 °C
Kaynama noktası	3660 °C
Isıl genleşme katsayısı (25-1050 °C arası 1 °C için)	5x10 <sup>6</sup> -7x10 <sup>6</sup>
Knoop sertliği	2100-2580 HK
Mohs sertliği (elmas-15)	11
Vickers sertliği	5000 HV

Çizelge 2.1 Bor elementinin fiziksel özellikleri

**2.1.1 Kernit (Razorit) (Na<sub>2</sub>B<sub>4</sub>O<sub>7</sub>.4H<sub>2</sub>O):** Tabiatta renksiz, saydam uzunlamasına iğne şeklinde küme kristaller şeklinde bulunur. Sertliği 3, özgül ağırlığı 1.95 gr/cm3 ve  $B_2O_3$  içeriği %51'dir. Soğuk suda az çözünür. Kırka' da Na-borat kütlesinin alt seviyelerinde yer alır. Dünyada ise Arjantin ve ABD.'de bulunur.

**2.1.2 Pandermit (Priseit) (Ca<sub>4</sub>B<sub>10</sub>O<sub>19</sub>.7H<sub>2</sub>O)**: Beyaz renkte ve masif olarak teşekkül etmiş olup kireçtaşına benzer. Ülkemizde Sultançayırı ve Bigadiç yataklarında Pandermit özlenmektedir. B<sub>2</sub>O<sub>3</sub> içeriği % 49.8 'dir.

**2.1.3 Hidroborasit (CaMgB<sub>6</sub>O<sub>11</sub>.6H<sub>2</sub>O):** Bir merkezden ışınsal ve iğne şeklindeki kristallerin rastgele yönlenmiş ve birbirini kesen kümeler halinde bulunur. Lifsi bir dokuya sahiptir.  $B_2O_3$  içeriği % 50.5'tir. Beyaz renkte, bazen içerisindeki impüritelere bağlı olarak sarı ve kırmızımsı renklerde (arsenik içeriğine göre) kolemanit, Üleksit, Probertit, Tunalit ile birlikte bulunur.

#### 2.2 Konsantre Bor Ürünleri

**2.2.1 Boraks (Tinkal) (Na<sub>2</sub>B<sub>4</sub>O<sub>7</sub>.10H<sub>2</sub>O):** Tabiatta genellikle renksiz ve saydam olarak bulunur. Ancak içindeki bazı maddeler nedeniyle pembe, sarımsı, gri renklerde de bulunabilir. Sertliği 2- 2.5, özgül ağırlığı 1.7 gr/cm<sup>3</sup> B<sub>2</sub>O<sub>3</sub> içeriği % 36.6 dir. Tinkal suyunu kaybederek kolaylıkla tinkalkonite dönüşebilir. Kille ara katkılı tinkalkonit ve Üleksit ile birlikte bulunur. Ülkemizde Eskişehir-Kırka yataklarından üretilmektedir.

**2.2.2 Üleksit (NaCaB<sub>5</sub>O<sub>9</sub>.8H<sub>2</sub>O):** Tabiatta masif, lifsi ve sütun şeklinde bulunur. Saf olanı, beyaz rengin tonlarındadır. İpek parlaklığında olanları da vardır. Genelde Kolemanit, Hidroboraksit ve Probertit ile birlikte teşekkül etmiştir.  $B_2O_3$  içeriği % 43'tür. Ülkemizde Kırka, Bigadiç ve Emet yörelerinde, dünyada ise Arjantin'de bulunmaktadır.

**2.2.3 Kolemanit** ( $Ca_2B_6O_{11}.5H_2O$ ): Monoklinik sistemde kristallenir. Sertliği 4-4.5, özgül ağırlığı 2.42'dir.  $B_2O_3$  içeriği % 50.8' dir. Suda yavaş, asitte (HCl) hızla çözünür. Bor bileşikleri içinde en yaygın olanıdır. Türkiye'de Emet, Bigadiç ve Kestelek'te, dünyada ise A.B.D.de bilinen birçok yatak vardır.

Bazı bor mineralleri ve özellikleri aşağıdaki çizelge 2. 2'de verilmiştir.

Çizelge 2.2 Bor mineralleri formül ve bileşimleri

TİP	MİNERAL	BİLEŞİM	%B2O3	NOTLAR
Hidrojen Boratlar	SASOLİT	H <sub>3</sub> BO <sub>3</sub>	56,3	Doğal borik asittir ve sadece
				İtalya'da bulunmaktadır.
Sodyum Boratlar	TİNKAL	Na2B4O7.10H2O	36,5	Tinkal yatakları Eskişehir Kırka'da bulunmaktadır.
	TİNKALKONİT	Na <sub>2</sub> B <sub>4</sub> O <sub>7</sub> .5H <sub>2</sub> O	47,8	Genellikle aksesuar olarak kullanılmaktadır.
	KERNİT	Na <sub>2</sub> B <sub>4</sub> O <sub>7</sub> .4H <sub>2</sub> O	51,0	Kernit yatakları Arjantin'nin Tincalayu ve Blanca bölgelerinde bulunmaktadır.
Sodyum-Kalsiyum Boratlar	ÜLEKSİT	NaCaB <sub>5</sub> O <sub>9</sub> .8H <sub>2</sub> O	43,0	Üleksit yatakları, Şili, ABD ve Türkiye'de bulunmaktadır.
Doratian	PROPERTİT	NaCaB <sub>3</sub> O <sub>9</sub> .5H <sub>2</sub> O	49,6	ABD'de Dealt Walley bor yataklarında bulunmaktadır.
Kalsiyum	KOLEMANİT	$Ca_2B_6O_{11}.5H_2O$	50,8	En büyük rezerv Türkiye'dedir.
Boratlar	PANDERMİT	$CaB_{10}O_{19}.7H_2O$	49,8	Bigadiç ve Kırka bor yataklarında bulunmaktadır.
Kalsiyum	DATOLİT	CaBSiO <sub>4</sub> OH	24,9	Datolit yatakları esas olarak
Borosilikatlar				Rusya'nın Doğu bölgelerinde
				bulunmaktadır
Magnezyum Boratlar	HİDROBORASİT	CaMgB <sub>6</sub> O <sub>11</sub> .6H <sub>2</sub> O	50,5	Arjantin'de kolemanit ile birlikte hidroborasit oluşumu da bulunmakta ve ağırlıklı olarak seramik sanayinde kullanılmaktadır.
	AŞARİT	MgBO <sub>2</sub> OH	41,4	Bu mineral oluşumu ağırlıklı olarak Kazakistan'da bulunmaktadır.
	BORASİT	Mg <sub>3</sub> B <sub>7</sub> O <sub>13</sub> Cl	62,2	Türkiye'de Emet, Kırka, Bigadiç borat yataklarında oldukça sık görülür. Kolemanit, Üleksit bazen Tünelit ve Veaçit-A ile birlikte rastlanır.

#### 2.3. Bor Ürünlerinin Kullanım Alanları

Askeri & Zırhlı Araçlar: Zırh plakalar, seramik plakalar, ateşli silah namluları vb. kullanılır. Cam Sanayi: Borosilikat camlar, laboratuar camları, uçak camları, borcam, Pyrex, izole cam elyafı, tekstil cam elyafı, optik lifler, cam seramikleri, şişe, diğer düz camlar, otomotiv camlarında kullanılır.

**Elektronik ve Bilgisayar Sanayi:** Mikrochipler, LCD ekranları, CD-Sürücüleri, akım levhaları, bilgisayar ağlarında; ısıya-aşınmaya dayanıklı fiber optik, kablolar, yarı iletkenler, vakum tüpler, dielektrik malzemeler, elektrik kondansatörleri, kapasitörler, gecikmeli sigortalar, bataryalar, lazer yazıcı tonerlerinde kullanılmaktadır.

**Enerji sektörü**: Güneş enerjisinin depolanması, güneş pillerinde koruyucu olarak, hücre yakıtlarında kullanılır.

**Fotoğrafçılık ve Görüş:** Kamera ve mercek camları, fotoğraf makineleri, dürbünler, banyo ve film imalatlarında kullanılır.

**İlaç ve Kozmetik Sanayi:** Dezenfekte ediciler, antiseptikler, diş macunları, lens solüsyonları, kolonya, parfüm, şampuanlarda kullanılır.

İletişim Araçları: Cep telefonları, modemler, televizyonlar vb.

İnşaat Sektöründe: Çimentoya mukavemet artırıcı ve izolasyon amaçlı olarak kullanılır.

Kâğıt Sanayi: Beyazlatıcı olarak kullanılır.

Kauçuk ve plastik Sanayi: Naylon gibi plastik malzemelerde kullanılır.

**Kimya Sanayi:** Bazı Kimyasalların İndirgenmesi, elektrolitik işlemler, flotasyon ilaçları, banyo çözeltileri, katalistler, atık temizleme amaçlı olarak, petrol boyaları, yanmayan ve erimeyen boyalar, tekstil boyaları, yapıştırıcılar, soğutucu kimyasallar, korozyon önleyiciler, mürekkep, pasta ve cilalar, kibrit, kireçlenme, mumyalamada kullanılır.

**Koruyucu:** Ahşap malzemeler ve ağaçlarda koruyucu olarak, boya ve vernik kurutucularında kullanılır.

Makine Sanayi Manyetik cihazlar, zımpara ve aşındırıcılar komposit malzemeler, vb.

**Otomotiv Sanayi:** Hava yastıklarında, hidroliklerde, plastik aksamda, yağlarda ve metal aksamlarda, ısı ve ses yalıtımı sağlamak amacıyla, antifrizlerde kullanılmaktadır.

Patlayıcı Maddeler: Fişeklerde kullanılır.

Seramik Sanayi: Emaye, sır, fayans, porselen boyalarında kullanılır.

**Spor Malzemeleri:** Kayak aksamları, tenis raketleri, balık oltaları, golf sopaları, darbe koruyucularda kullanılır.

**Tarım Sektörü:** Biyolojik gelişim ve kontrol kimyasalları, gübreler, böcek-bitki öldürücüler, yabani otlarda kullanılmaktadır.

**Tekstil Sektörü:** Isıya dayanıklı kumaşlar, yanmayı geciktirici ve önleyici selülozik malzemeler, izolasyon malzemeleri, tekstil boyaları deri renklendiricileri, suni ipek parlatma malzemelerinde kullanılır.

**Tıp**: Ostreopoz tedavilerinde, alerjik hastalıklarda, psikiyatride, kemik gelişiminde ve artiritte, menopoz tedavisinde BNTC terapi yöntemiyle beyin kanserlerinin tedavisinde, manyetik rezorans görüntüleme cihazlarında vb.

**Uzay ve Havacılık Sanayi:** Sürtünmeye-aşınmaya ve ısıya dayanıklı malzemeler, roket yakıtı, uydular, uçaklar, helikopterler, zeplinler, balonlarda kullanılır.

A.B.D., Batı Avrupa ve Japonya'da bor mineralleri ve ürünlerinin kullanım oranları farklıdır. A.B.D.' de en çok tüketim fiberglas izolasyon sanayinde olmaktadır. Batı Avrupa'da ise sabun ve deterjan sanayi bor tüketiminde öndedir. Japonya'da en büyük bor tüketimi tekstil ve fiberglas sanayinde gerçekleşmektedir.

#### 2.4. Probertit, ECBW ve ECTW ve Kullanım Alanları

#### 2.4.1. Probertit

**Probertit (NaCaB<sub>5</sub>0<sub>9</sub>.5H<sub>2</sub>O):** Kirli beyaz, açık sarımsı renklerde olup ışınsal ve lifsi şekilli kristaller şeklinde bulunur. Kristal boyutları 5 mm ile 5 cm arasında değişir. B<sub>2</sub>O<sub>3</sub> içeriği %49.6' dır. Kestelek yataklarında Üleksit ikincil mineral olarak gözlenir. Ancak Emet'te tekdüze tabakalı birincil olarak ve Doğanlar, İğdeköy bölgesinde kalın tabakalı olarak oluşmuştur. Beton ve çimentoda kullanılan Probertit camsı ve renksiz bir orijinal bor mineralidir. Klevaj özelliği mükemmel, renksiz, şeffaf, sert fakat kolayca kırılabilir yapıdadır.

Yoğunluğu 2.14 g/cm<sup>3</sup> olan Probertit kristal monoklinik yapıda, sertliği (mohs) 3.5, formülü CaNa[B<sub>5</sub>O<sub>7</sub>(OH)<sub>4</sub>]·3H<sub>2</sub>O şeklindedir ve B<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Na<sub>2</sub>O ve CaO içerikleri Üleksit ile aynıdır. çizelge 4.1 de görüldüğü gibi Probertit, % 55.89 B<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, % 8.976 Na<sub>2</sub>O ve % 25.773 CaO dan oluşmaktadır. Çalışmada kullanılan malzemeler Bandırma'daki Eti Bor Holding ve Asit Fabrikasından alınmıştır. Örnekler 105°C sıcaklıkta kurutulmuş daha sonra ezilmiştir. Probertitin parçacık boyutları ezilebilir yapıya gelene dek dikkate alınmamış ve tamamen 200 mesh' lik elekten geçirilmiştir.

# 2.4.2. Elektrokoagülasyon Termal Atık (ECTW) ve Elektrokoagülasyon Bor Atık (ECBW)

ECBW'nin kimyasal bileşimi XRD( X-ışını difraktometre) ile ölçülmüştür. X-ışını spektrumundan Al, B, Ca, Cl, Cr, Cu, Fe, Ga, Mn, Na, Ni, O, S, Si, Ti ve V varlıkları doğrulanmış ve elektrokoagülasyon ile daha önce elde edilen BW içinde bulunma yüzdeleri hesaplanmıştır. ECBW örneği, % 84.61 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ve % 12.1 B<sub>2</sub>O<sub>3</sub> den oluşmuştur. ECTW ise % 78 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ve %5 Na<sub>2</sub>O den oluşmuştur. Bu oranlar endüstriyel uygulamalar için önemlidir. Bu termal şok ve kimyasal korozyon, balistik zırhlama plakası, seramik fırın malzemeleri, tekstil seramikleri, kâğıt seramikleri ve laboratuar seramiklerinde gibi uygulamalarda alümina bazlı malzemeler kullanılmaktadır. Seramik bazlı malzemeler yüksek dielektrik gücü ve düşük yoğunluğu sebebiyle hafif zırhlama sistemleridir.

Son zamanlarda kil içerikli bor atıkların seramik sanayinde kullanılabilirliğine yönelik olarak dielektrik özellikler çalışılmaktadır [Jian Quan Qi vd, 2004]. Bor bileşikleri katkılanmış betonun elektriksel özellikleri ve ECBW atığı çeşitli uygulamalara imkân vermesi sebebiyle çok büyük öneme sahiptir. Literatürde görüldüğü üzere Sandrolini vd. zırhlama için betonun elektriksel özelliklerini modelleyen çalışmalar yapmaktadırlar ve bu çalışma, deneysel verilere uygun parametreler ile modellenen DC elektriksel iletimli Debye malzemesi tasarlanarak başarılmıştır [Sandrolini L. (2007)]. ECBW' nin elektriksel özelliklerinin bilinmesi betona katkı malzemesi olarak kullanımı bakımından önemlidir.

ECTW ve ECBW' yi kendi içinde karşılaştırdığımızda içeriğinde hemen hemen aynı oranda ECTW için % 78 ve ECBW için % 84.61 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> olması ancak sadece ECBW' de % 12.1 B<sub>2</sub>O<sub>3</sub> olması ve ECTW' de B<sub>2</sub>O<sub>3</sub> olmaması bu çalışmayı ilginç kılmaktadır. Dielektrik özellikleri tanımlanırken B<sub>2</sub>O<sub>3</sub>'e göre değerlendirme yapmak bor atığı bakımından önemlidir.

## 3. BÖLÜM

## DİELEKTRİK MALZEMELERİN DEĞERLENDİRİLMESİ

#### 3.1. Dielektrik fonksiyonu

Bir dielektrik, elektrik alan uygulandığında polarize olabilen yalıtkandır. Dielektrik, elektrik alan içine konulduğunda elektrik yükleri iletken malzemede olduğu gibi malzeme boyunca ilerlemez fakat elektrik alan yönünde konumlanarak dielektrik polarizasyona neden olurlar. Dielektrik polarizasyon nedeniyle pozitif yükler alan yönünde konumlanırken negatif yükler zıt yönde yer değiştirir. Bu durum dielektriğin içinde bir uçtan diğer uca uzanan bir iç elektrik alan oluşturur.

Bir malzemenin dielektrik fonksiyonu frekans, dalga boyu ve enerjiye karşı elektriksel ve optik özellikleri gösterir. Dielektrik fonksiyon malzemenin polarizasyonunu (elektriksel kutuplanabilirlik) ve soğurma özellikleridir. Dielektrik fonksiyonu  $\varepsilon_1$ , bir elektrik alan uygulandığında elektrik dipollerin oluşumuna karşı malzemenin ne kadar polarize olduğunu gösterir. Elektrik alan pozitif ve negatif arasında salınırken  $\varepsilon_1$ , faz içinde veya dışındaki salınan alandaki indüklenmiş dipollere bağlı olarak negatif ya da pozitif değerler alabilir.

Materyal içindeki indüklenmiş dipol salınımları çok büyük olduğunda malzeme elektrik alandan enerji soğurabilir. Soğurma gerçekleştiğinde  $\varepsilon_2$  önem kazanır. Malzeme saydam ise  $\varepsilon_2$ değeri sıfırdır, fakat soğurma başladığında sıfırdan farklı değerler alır. Yani  $\varepsilon_2$  malzeme içindeki soğurmayı temsil eder.  $\varepsilon_1$  ve  $\varepsilon_2$  birlikte yazıldığında kompleks dielektrik fonksiyonunu verir. Kompleks olarak adlandırılır çünkü iki kısım birlikte düşünülür.

Her malzeme kendi dielektrik özelliklerine bağlı elektriksel karakteristiklere sahiptir. Bu özelliklerin doğru ölçümleri, bilim adamları ve mühendislere daha fazla katı madde tasarımı ya da geliştirilmiş kalite kontrolü için üretim sürecini izlemekte tasarlanmış olan uygulamaları uygun şekilde birleştirme imkânı veren değerli bilgiler sağlayabilir.

Bir malzemenin dielektrik ölçümü bazı elektronik uygulamalar için parametre bilgisinin belirlenmesini sağlar. Örneğin, yalıtkan kablonun kaybı, maddenin empedansı ya da dielektrik rezonatörün frekansı dielektrik özelliklerine bağlı olabilir. Bu bilgi aynı zamanda ferrite, soğurucu ve paketleme tasarımını geliştirme olanağını da verir. Dahası yiyecek, lastik, plastik ve seramiğin endüstriyel mikrodalga üretimi alanlarındaki son uygulamalar dielektrik özellikler sayesinde yapılabilmektedir.

#### 3.2 Dielektriğin Fiziksel Özellikleri

Dielektrik malzemelerin elektriksel özelliklerini anlamak için fiziksel nicelikleri bilmek oldukça önemlidir. Bu bölümde permitivite (geçirgenlik), polarizasyon, dielektrik sabit, dielektrik kayıp, dielektrik mekanizmaları olmak üzere çeşitli fiziksel özellikler irdelenecektir.

#### 3.3. Elektriksel Geçirgenlik (Permitivite)

Elektriksel geçirgenlik ( $\varepsilon_p$ ) elektrik alan ve materyal arasındaki etkileşimi tanımlar. Dielektrik sabiti ( $\varepsilon$ ) relatif elektriksel geçirgenliğe ) eşit ya da elektriksel geçirgenlik serbest uzaya bağlıdır.

$$\varepsilon_{\mathbf{r}}^{*} = \varepsilon^{*} = \frac{\varepsilon_{\mathbf{p}}^{*}}{\varepsilon_{\mathbf{0}}} = \left(\frac{\varepsilon_{\mathbf{p}}}{\varepsilon_{\mathbf{0}}}\right) - j\left(\frac{\varepsilon_{\mathbf{p}}}{\varepsilon_{\mathbf{0}}}\right)$$
(3.1)

 $\epsilon_r^*$ : kompleks relatif permitivite

$$\epsilon_0$$
: serbest uzay permitivite  $\approx 8.85 \times 10^{-12}$  Farad/m

Elektriksel geçirgenliğin reel kısmı,  $\varepsilon_r'$  materyaldeki elektrik alandan ne kadar enerji depolandığının ölçüsüdür. Çoğu katı ve sıvılar için  $\varepsilon_r' > 1$  dir. Elektriksel geçirgenliğin imajiner kısmı,  $\varepsilon_r'' = \left(\frac{\varepsilon_p}{\varepsilon_0}\right)$  kayıp faktörü olarak adlandırılır. Elektrik alandaki malzemenin

ne kadar saçıcı olduğunun ya da ne kadar enerji kaybettiğinin ölçüsüdür.  $\varepsilon_r''$  her zaman 0 dan büyüktür ve  $\varepsilon_r'$  den daha küçüktür. Kayıp faktörü hem dielektrik kaybı hem de iletkenlik etkilerini içerir.

Bir yalıtkan malzemenin relatif geçirgenliği uygulanan elektrik alanın Hertz (Hz) birimindeki frekansına (f) bağlıdır ve kompleks fiziksel nicelik olarak ifade edilebilir.

$$\boldsymbol{\varepsilon}_{\mathbf{P}} = \boldsymbol{\varepsilon}_{\mathbf{\Gamma}}' + \boldsymbol{j} \cdot \boldsymbol{\varepsilon}_{\mathbf{r}}'' \tag{3.2}$$

Burada sanal kısım dielektrik kayıp ile ilişkilidir. Malzemelerin dielektrik sabitleri genelde 1MHz frekansında ölçülmüş olan çizelgelerde verilir (9).

#### 3.4. Elektrik Akım Yoğunluğu (D)

Elektrik akım yoğunluğu ya da elektrik yer değiştirme (D) boşluğun geçirgenliği ve elektrik alan kuvvetinin bir ürünü olan boşlukta tanımlanan bir vektördür. Birimi C.M<sup>-2</sup> dir.

$$D = \varepsilon_0 \cdot E \tag{3.3}$$

Denklemi ile tanımlanır. Bir ortamda elektrik akım yoğunluğu, ortamın geçirgenliği olarak tanımlanan elektrik alan kuvvetinin bir ürünüdür.

$$D = \varepsilon_0 \cdot \varepsilon_r \cdot E = \varepsilon_P \cdot E \tag{3.4}$$

#### 3.5. Mikroskopik Elektrik Dipol Moment

Disimetrik elektron bulut dağılımına sahip moleküller sürekli elektrik dipol moment sergiler. Bir molekülün elektrik dipol momenti, i,  $\mu_i$  ya da  $p_i$  ile verilen, C.M biriminde vektörel niceliktir.

İki yük (q) arasındaki elektrik dipol momenti

#### p<sub>i</sub> = iq d

#### d<sub>i</sub>: yükler arası uzaklık.

#### 3.6. Dielektrik Bozulma Gerilimi

Dielektrik bir materyalin bozulma gerilimi yalıtkan özelliklerini kaybetmeden dayanabileceği maksimum potansiyel fark değeridir.  $V_b$  ile sembolize edilir ve birimi volttur (V). Yine de bozulma gerilimi yalıtkanın kalınlığına bağlıdır ve bu sebeple malzemeyi tanımlayan temel bir özellik değildir. Bu nedenle dielektrik alan gücü kullanmak için tercih edilir.

#### 3.7. Dielektrik Soğurma

Dielektrik soğurma boşaltma yapıldıktan sonra kapasitördeki artık elektrik yükünün ölçümüdür ve artık gerilimin başlangıç yük gerilimi oranına eşittir. Artık gerilim ya da yük polarizasyonun relaksasyonuna katkıda bulunur. Aslında polarizasyon mekanizması uygulanan elektrik alan ile gevşer. Ters durumda, depolarizasyonda relaksasyon ya da boşaltma varken de uygulanır. Polarizasyonun küçük bir kesiti boşaltma sonrasında uzun bir süre devam edebilir ve yüksek empedans voltmetre ile ölçülebilir. Yüksek dielektrik geçirgenliğe sahip dielektrikler ve daha çok polarize olmuş mekanizmalar daha düşük dielektrik geçirgenliğe sahip olanlara kıyasla tipik olarak daha fazla dielektrik soğurma özelliği sergiler.

#### 3.8. Dielektrik Sabit

Bir malzeme bir elektrik alan uygulandığında enerji depolama özelliğine sahipse ''dielektrik'' olarak tanımlanır. Eğer DC voltaj kaynağı paralel plakalı kapasitör karşısına konumlandırılmışsa, plakalar arasında dielektrik bir malzeme olduğunda dielektrik malzeme olmadığı durumdan daha fazla yük depolanır. Dielektrik malzeme genellikle elektrik alana katkıda bulunan elektrotlardaki nötrleyici yükler ile kapasitörün depolama kapasitesini arttırır. Dielektrik malzemeye sahip kapasitans dielektrik sabiti ile ilintilidir.

$$C = C_0 \kappa' \tag{3.6}$$

$$\kappa' = C/C_0 \tag{3.7}$$

 $\kappa'$ : malzemenin dielektrik sabiti

C: malzemeli kapasitans = 
$$\frac{qd}{V}$$
 (3.8)

(3.9)



Şekil 3.1 Paralel plakalı kapasitör

Aynı kapasitöre bir AC sinüzoidal voltaj kaynağı konulursa sonuç akımı dielektrik sabiti ile bağıntılı olan yükleme akımı ve kayıp akımından oluşacaktır. Malzemedeki kayıplar kapasitöre (C) paralel iletkenlik (G) olarak gösterilebilir.

$$I = I_{y\bar{\mathbf{u}}k} + I_{kayip} = V(jwC + G) = V(jwC_0\varepsilon' + G)$$
(3.10)

(3.11)

$$I = V(jwC_0\varepsilon'twC_0\varepsilon'') = V(jwC_0)(\varepsilon' - j\varepsilon'') = V(jwC_0)\varepsilon^*$$
(3.12)

$$\varepsilon^* = \varepsilon' - j \varepsilon'' \tag{3.13}$$

Kompleks dielektrik sabit ( $\epsilon^*$ ) depolamayı temsil eden reel kısım ( $\epsilon'$ ) ve kaybı temsil eden imajiner kısımdan ( $\epsilon''$ ) oluşur.

#### 3.9. Dielektrik Kayıplar

Bir AC devresinde kapasitörün gerilim ve akımı faz dışında  $\pi/2$  radyandır. Bu aşağıdaki ifade ile verilir.

$$Q = C \cdot V \tag{3.14}$$

Alternatif uygulanan elektrik alan içinde

$$V = V_0 \sin(wt) \tag{3.15}$$

*V*o, sinüssel sinyalin genliği,  $\omega$ , rad.s<sup>-1</sup> biriminde açısal hız ve t saniye biriminde zamandır. Böylece:

$$Q = CV_0 \sin(wt) \tag{3.16}$$

$$i = \frac{dQ}{dt} = \frac{d}{dt} C V_0 \sin(wt)$$
(3.17)

$$i = CV_0 w \cos(wt) \tag{3.18}$$

Çünkü  $\cos(\omega t) = \sin(\omega t + \pi/2)$  ve ideal kapasitörde gerilim ile faz dışında akım  $\pi/2$  radyandır. Gerçek dielektrikler, yine de, malzemenin direnci bakımından ideal aygıt değillerdir ve polarizasyon mekanizmalarının durulma (relaksasyon) zamanı kayıplara neden olur. Pratik uygulamalarda gerçek kapasitör, ideal direnç ile paralel olan ideal kapasitör olarak düşünülebilir. Gerçek kapasitörde alternatif elektrik alandaki V = V<sub>0</sub> sin( $\omega$  t) gerilimidir ve kapasitörden geçen i<sub>c</sub> elektrik akımı,

$$i_c = CV_0 w \cos(wt) \tag{3.19}$$

 $i_R$  dirençten geçen akım

$$i_R = \frac{V}{R} = V_0 \frac{\sin(wt)}{R}$$
(3.20)

Net elektrik akışı  $i_c+i_R$  toplamına ya da i denklemine eşittir.

#### 3.10. Kayıp Tanjantı

Kompleks permitivite basit vektör diyagramı olarak gösterildiğinde reel ve imajiner bileşenler 90' faz dışındadır. Vektör toplamı reel eksen ( $\varepsilon_r'$ ) ile  $\delta$  açısı yapar. Malzemenin relatif kaybı, enerji kaybının depolanan enerjiye oranıdır.



Şekil 3.2 Kayıp tanjantı vektör diyagramı.

$$\tan \delta = \frac{I_{kay1p}}{I_{y\ddot{u}k}} = \frac{\varepsilon'}{\varepsilon} = \frac{\varepsilon''_{r}}{\varepsilon_{r}} \frac{\varepsilon_{p}}{\varepsilon_{p}} \varepsilon_{p}.$$
(3.21)

tan  $\delta = \infty$  (çevrim başı enerji kaybı)/(çevrim başı depolanan enerji)

$$\tan \delta = D = \frac{1}{Q} \tag{3.22}$$

 $\tan \delta = \text{kayıp tanjantı, tan delta, tanjant kayıp, vb.}$ 

Q= kalite faktörü

D= dağılma (dissipation) faktörü

#### 3.11. Dielektrik Davranış

Dielektrik davranış malzemenin moleküler ve atomik yapısından dolayı gerçekleşir. Elektrik polarizasyon elektrik yüklerinin hareketinden ve iç elektrik alandaki dipollerden dolayı gerçekleşir. Bu nedenle toplam polarizasyon dielektrik malzemede var olan dört tür elektrik yük değişiminden oluşan polarizasyonun ayrı ayrı toplamından oluşur. Bu yük değişimleri önemlilik derecesine göre atomik ve moleküler elektron bulutunun yer değişiminden kaynaklanan elektronik polarizasyon, iyonların (anyon, katyon) yer değişiminden kaynaklanan iyonik polarizasyon, kalıcı moleküler elektrik dipollerin yöneliminden kaynaklanan dipol polarizasyon ve son olarak elektrik yüklerinin makroskopik yer değişimi

$$P = P_{\rm e} + P_{\rm i} + P_{\rm d} + P_{\rm c} \tag{3.23}$$

#### 3.11.1. Polarizasyon Mekanizmaları

Bir malzeme genel permitiviteye katkıda bulunan çeşitli dielektrik mekanizmaları ve polarizasyon etkilerine sahiptir. Bir dielektrik malzeme elektrik yük taşıyıcıların bir düzenlemesinden oluşur. Bu taşıyıcılar bir elektrik alan uygulandığında yer değiştirebilirler. Yükler elektrik alanda pozitif ve negatif yükler ters yönde hareket ederek polarize olur.



Şekil 3.3 Frekansa bağlı dielektrik mekanizmaları

Her dielektrik mekanizmasının karakteristik rezorans ya da relaksasyon frekansı vardır. Frekans arttıkça yavaş olan mekanizma yerine hızlı olan mekanizma depolamaya ( $\varepsilon_r'$ ) katkıda bulunur. Kayıp faktörü ( $\varepsilon_r''$ ) her kritik frekans değerinde pik yapar. Rezorans etkisi genellikle elektronik ve atomik polarizasyon ile ilişkilidir. Relaksasyon etkisi ise genellikle yönelme polarizasyonu ile ilişkilidir.

#### 3.11.2. Elektronik ve Atomik Polarizasyon

Elektronik polarizasyon, elektrik alandaki çekirdeğin etrafındaki atomik elektron bulutunun simetrik yük merkezinin bozulmasından ötürü oluşur. Bir elektrik alan uygulandığında atom çekirdeği ve elektronların negatif yük merkezi küçük bir elektrik dipol oluşturarak kayar. Materyal içinde çok sayıda atom olmasına rağmen bu polarizasyon etkisi küçüktür çünkü dipollerin açısal momenti çok kısadır. Bu davranış sebebiyle oluşan elektronik polarizasyon aşağıdaki bağıntı ile verilir.

$$P = n[\alpha_g] \cdot \varepsilon_0 E = n[\alpha_g] D \tag{3.24}$$

n: atom yoğunluğu α<sub>e</sub>: elektronik polarizasyon [α<sub>e</sub>]: mutlak elektronik polarizasyon E<sub>0</sub>: atomdaki elektrik alan Elektronik polarizasyon nötral atomda elektronlarca çevrilmiş çekirdek elektrik alan etkisiyle yer değiştirdiğinde oluşur. Atomik polarizasyon ise uygulanan elektrik alandaki art arda gelen pozitif ve negatif iyonlar yayıldığında meydana gelir. Asıl rezorans daha yüksek frekanslarda olsa da bazı kuru katılar için mikrodalga frekanslarda bu polarizasyonlar baskındır.

#### 3.11.3. Rezorans Frekansı

Kızılötesi ve görünür ışık bölgelerinde bir yörüngede dönen elektronların eylemsizliği hesaba katılmalıdır. Atomlar bir kütle yay sistemine benzer şekilde salınım yapan bir osilatör gibi modellenebilir. Salınımın dalgaboyu rezorans frekansı dışındaki her frekans değeri için küçük olacaktır. Rezorans altında elektronik ve atomik mekanizmalar  $\varepsilon_r'$  ye çok az miktarda katkıda bulunur ve neredeyse kayıp yoktur. Rezorans frekansı  $\varepsilon_r'$  deki rezorans cevap ve  $\varepsilon_r''$  deki maksimum soğurma piki ile tanımlanır. Rezorans altında bu mekanizmalardan artık katkı gelmez.

#### 3.11.4. İyonik Polarizasyon

İyonların yer değiştirmesi seramik malzemeler gibi bazı iyonik katılarda Elektrik alan etkisi altında dipol momentler bu iyonların yer değiştirmesinden kaynaklanır. Dipollerin yer değişimi elektronik yer değişimine kıyasla oldukça büyüktür ve seramiklerde relatif geçirgenliğe katkısı yüksektir.

#### 3.11.5. Yönelme Polarizasyonu

Atomlar bir ya da daha fazla elektronunu paylaşarak birleştiğinde bir molekül oluşur. Elektronların bu yeniden düzenlenmesi kalıcı dipol momenti oluşturan yük dağılımında bir dengesizlik meydana getirir. Bu momentler elektrik alan yokluğunda rastgele düzenlendiği için polarizasyon yoktur. Bir elektrik alan etkisi altında dipoller elektrik alan yönünde konumlanır. Böylece yönelme polarizasyonu oluşur. Dipol rotasyonu, genellikle mikrodalga bölgesinde olan relaksasyon frekanslarındaki hem  $\varepsilon_r'$  hem de  $\varepsilon_r''$  de bir değişmeye neden olur. Güçlü yönelme polarizasyonu sergileyen maddeye örnek olarak su verilebilir.

Elektrik alan etkisi altındaki kalıcı elektrik dipollerin rotasyonu ile yönelme polarizasyonu oluşur. Simetrik olamayan pozitif ve negatif yükler içeren bazı seramik bileşiklerin (SiO<sub>2</sub>) içinde kalıcı dipoller olmasına rağmen dipol yönelimi bazı durumlarda olmaz. Çünkü seramik malzemelerin katı kristal örgüsünde dipol yönelimi engellenir. Dipol yönelimi polimerlerde yaygındır. Kalıcı dipollerin bu mekanizması iyonik polarizasyonun uyarılmış dipolleri ile
aynıdır. Dipol polarizasyonu aşağıdaki denklem ile tanımlanan molekülün kalıcı dipol momentin fonksiyonudur.

$$\alpha_{\rm dipol} = \frac{\mu^2}{3kT}.$$
(3.25)

#### 3.11.6. Boşluk Yük Polarizasyonu

Bu mekanizma herhangi kristal örgünün dışındadır. Polikristal seramiklerin ara yüzlerinin düzensiz geometrilerinden ya da kusurlar sebebiyle oluşan yükler boşluk yük polarizasyonunu oluşturur. Bu yükler kısmen hareketlidir ve uygulanan elektrik alan altında yer değiştirir.

#### 3.12. Relaksasyon (durulma) Zamanı

Relaksasyon zamanı ( $\tau$ ) materyal içindeki moleküllerin hareketliliğinin bir ölçüsüdür. Elektrik alan etkisiyle yer değiştirmiş sistemin rastgele denge değeri 1/e ye dönmesi için gereken süredir. Sıvı ve katı malzemeler bir elektrik alan uygulandığında yoğun durumda hareketi sınırlandırılmış molekülere sahiptir. Sabit çarpışmalar iç sürtünmelere neden olur. Bu yüzden moleküller yavaşça ve ekponansiyel olarak sabit  $\tau$  relaksasyon zamanına sahip yönelme polarizasyonunun son durumuna döner. Alan kaldırıldığında dizi tersine döner ve aynı zaman sabitiyle rastgele dağılım olur.

Relaksasyon frekansı relaksasyon zamanı ile ters orantılıdır ( $f_{relaks} = 1/2\pi\tau$ ). Relaksasyon zamanı altındaki frekanslarda, değişen elektrik alan, dipolleri alan değişimlerine ayak uydurmalarını sağlamak için yeterince yavaştır. Polarizasyon tamamen oluşabileceği için kayıp ( $\varepsilon_r''$ ) doğrudan frekans ile orantılıdır. Frekans arttıkça  $\varepsilon_r''$  de artmaya devam eder fakat dipol dizisi ve elektrik alan arasındaki faz gecikmesi nedeniyle depolama ( $\varepsilon_r'$ ) azalmaya başlar. Relaksasyon frekansları üzerinde elektrik alan, dipol rotasyonu ve yönelme polarizasyonunu etkilemek için fazla hızlı olduğundan  $\varepsilon_r'$  ve  $\varepsilon_r''$  nin her ikisi de azalır.

#### 3.13. Frekansın Polarizasyona Etkisi

Polarizasyonun dört mekanizması zamanla değiştiği için dielektrik katı özellikleri uygulanan elektrik alanın frekansına sahiptir. Aslında elektronlar elektrik potansiyel değişimlerine karşı hızlı tepki verir ve 10<sup>6</sup> GHz frekanslara kadar elektronik yer değişim polarizasyonu relaksasyonu gerçekleşmez. İkinci olarak elektronlardan daha ağır ve geniş olan iyonlar alan değişimlerine karşı daha az duyarlıdır. İyonik yer değişimin polarizasyon etkisi 10<sup>4</sup> GHz de azalır. Bu frekansta iyonik yer değişimi, alan değişimlerinde geri kalmaya başlar, kayıp faktör

değeri artar ve dielektrik sabite daha az katkı sağlar. Daha yüksek frekanslarda iyonlar gibi bazıları alan içinde görünmez hale gelir ve iyonik yer değişim ile oluşan polarizasyon ya da kayıp faktör katkısı olmaz. Dipol yönelimi ve uzay yük polarizasyonu frekans değişimlerine daha yavaş cevap verir. Sınır frekansı yakınlarındaki iyonik ve elektronik polarizasyon piklerinde uygulanan frekans malzemenin doğal frekansına eşittir. Polarizasyon mekanizması frekansının değişimi kapasitörün dielektrik sabiti ölçümüne yansıtılır. Beklenildiği gibi tüm seramik materyallerde frekans arttıkça kapasitans değeri azalır.

### 3.14. Dielektrik Kayıpların Frekansla Değişimi

Önceki bölümlerde de bahsedilen dielektrik materyal frekansı, polarizasyon mekanizması üzerinde ve özellikle alternatif akımdaki alan değişimlerine duyarlı olan durulma (relaksasyon) ya da gecikme zamanı önemli bir etkiye sahiptir. Düşük durulma zamanı ani polarizasyon süreci ile büyük durulma zamanı yavaş polarizasyon süreci ile ilişkilidir. Polarizasyonda olduğu gibi uygulanan elektrik alan frekansı aynı frekansa sahip olduğunda kayıp katkısı en büyük değere ulaşır. Böylece durulma zamanı ve elektrik alan periyodu T=1/f birbirinden çok farklı olduğunda dieletrik kayıplar azdır. Durulma frekansı elektrik alan frekansı alan değişimlerinde yavaş olur ve iyonlar alanı tamamen takip etmez, böylece ısı ile kayıp olmaz. Öte yandan durulma frekansı elektrik alan frekansından düşük olduğunda dielektrik kayıplar yine azdır çünkü polarize olma süreci alan değişimlerini kolaylıkla ve gecikme olmadan izler. Sonuç olarak alan frekansına benzer durulma frekansı için iyonlar alan değişimlerini belli bir gecikme ile izler ve böylece en büyük kayıp olur.

### 3.15. Dielektrik Bozulma Mekanizmaları

Elektriksel bozulma bir yalıtkanın iletken duruma değişmesi biçiminde olan hızlı bir süreçtir. Aslında uygulanan elektrik alan gücü eşik noktasına (10<sup>5</sup> den 10<sup>9</sup> V.m<sup>-1</sup> a kadar) geldiğinde yalıtkanda dielektrik bozulma meydana gelir. Bu elektrik bozulma tipine ek olarak yüksek gerilim materyalin direncini düşüren ısı meydana getirir. Bu termal bozukluk elbette sıcaklığa bağlıdır ve dielektrik gücü sıcaklıkla azalır. Dielektrik bozulmaları açıklayan 3 mekanizma vardır. Bu başlıca mekanizmalar önemlilik sırasına göre elektronik boşaltma ya da corona mekanizması, termal boşaltım mekanizması ve son olarak içsel boşaltım ya da iç boşaltımdır. Yalıtkan içinde bir dielektrik bozulma meydana geldiğinde üç mekanizmanın hepsi malzeme tipi ve şartına bağlı olarak çalışır.

## 3.16. Termal Mekanizma

Elektriksel boşaltım bir yol oluşturduktan sonra elektrik yük taşıyıcıların yer değiştirmeleri materyal boyunca akan bir akım ve Joule etkisi ile üretilen bir ısı oluşturur. Toplam ısı elektrik-fonon etkileşimleri ile iyonik ve dielektrik kayıplara neden olan örgü titreşimlerini arttırır.

# 3.17. İç Mekanizma

Bu mekanizma materyale uygulanan elektrik alan materyal boyunca elektronları hızlandırdığında ve katıda oyuklar oluştuğunda meydana gelir. Oyuklardaki boşaltımlar aşınmalara, kimyasal reaksiyonlara, bölgesel erimelere ve buharlaşmalara sebep olabilir. Yüksek elektrik alan ve yüksek frekanslarda bölgesel yıkıcı süreçler hızlı olabilir fakat düşük gerilim ve DC akımda görece daha yavaştır.

# 3.18. Elektriksel Büzülme

Dielektrik materyallere bir elektrik alan uygulandığında kristal örgüdeki iyonların yer değişimlerinden kaynaklanan bir deformasyon oluşur. Bu davranışa elektrostriksiyon denir ve simetrik merkezli tüm kristallerde ortaktır. Elektrostriksiyon tek taraflı bir özelliktir çünkü elektrik alan deformasyona neden olur fakat uygulanan mekanik basınç yük merkezleri gösterilmediğinden bir elektrik alanı indüklemez.

# 3.19. Cole-Cole Diyagramı

Kompleks permitivite Cole-Cole diyagramında da gösterilebilir. İmajiner kısım ( $\varepsilon_r''$ ) dikey eksen üzerinde, reel kısım ( $\varepsilon_r'$ ) yatay eksen üzerinde bağımsız parametre olan frekansa bağlılığı cinsinden ifade edilecektir. Bunun bir diğer yansıması elektriksel modülüs ile de açıklanır. Yani elektriksel modülüsün reel ve imajiner davranışları ile de Cole-Cole durumları açıklanmaktadır. Bu durum dielektrik sabiti ile elektriksel modülüsün birbirinin benzerleri olmasından kaynaklanmaktadır.

Debye bağıntısı ile gösterilen tek durulma (relaksasyon) frekansına sahip materyal merkezi yatay  $\varepsilon_r''=0$  ekseninde olan yarı çember olarak görünür ve kayıp faktörü 1/ $\tau$  da pik yapar. Çoklu durulma frekanslarına sahip bir materyal ise yatay  $\varepsilon_r''=0$  ekseninde yarı çember (simetrik dağılım) ya da bir yay olarak (simetrik olmayan dağılım) görünür.

# 3.20. İyonik İletkenlik

Bir malzemenin kaybı dielektrik kayıp ( $\epsilon_{rd}$ ") ve iletkenliğin ( $\sigma$ ) fonksiyonu olarak ifade edilir.

$$\varepsilon_{r}^{"} = \varepsilon_{rd}^{"} + \frac{\sigma}{w\varepsilon_{0}}$$
(3.26)

Düşük frekanslarda genel iletkenlik birkaç farklı iletkenlik mekanizmasından oluşabilir fakat iyonik iletkenlik nemli malzemelerde daha yaygındır. Çözücüde (genellikle su) hazır olarak bulunan serbest iyonlar tarafından oluşturulan elektrolitik iletkenlik ile  $\varepsilon_r$ " baskın hale gelir. İyonik iletkenlik sadece materyal içindeki kayıpları gösterir. Düşük frekanslarda iyonik iletkenlik frekans ile ters orantılıdır.

### 3.21. Ara yüzey ya da Boşluk Yük Polarizasyonu

Elektronik, atomik ve yönelme polarizasyonu yükler atom, molekül ya da katı, sıvı yapıları sınırlarında konumlandığında oluşur. Yük taşıyıcıları ayrıca düşük frekanslı bir elektrik alan uygulandığında malzeme boyunca ilerleyebilir. Bu yer değiştiren yüklerin hareketi geciktiğinde ara yüzey ya da boşluk yük dağılımı meydana gelir. Yükler materyalin ara yüzeyinde tuzaklanmaya başlar. Yükler serbestçe deşarj olamadığında ya da elektrotlarda yer değiştiremediğinde de hareket gecikebilir.  $\varepsilon_r$ " ile artan malzemenin genel kapasitansını arttıran bu yüklerin toplamı alan değişimine neden olur.

Elektriksel olarak iletken olan bölgelerdeki malzeme karışımları birbirleri ile kontak halinde değildir (iletken olmayan bölgeler ile ayrılmıştır). Bu karışımlar düşük frekanslardaki Maxwell-Wagner etkisi gösterirler. Eğer yük katmanları ince ve parçacık boyutlarından çok küçük ise yükler parçacıkların yakınındaki yüklere ayrı ayrı cevap verir. Düşük frekanslarda  $\varepsilon_r'$  artışına neden olan iletkenlik bölgeleri sınırında yükler toplanmak için yeterli süreye sahiptir. Yüksek frekanslarda ise yüklerin toplanmak için süresi yoktur ve yükler iletkenlik bölgesi boyutlarına kıyasla küçük yer değiştirmeler yaptığından polarizasyon gerçekleşmez, frekans arttıkça  $\varepsilon_r'$  azalır.

Bazı diğer dielektrik malzemelerin mekanizmaları, düşük frekans bölgelerinde dielektrik sabiti değerlerinde önemli değişimlere neden olmaktadır. Örnek vermek gerekirse yük katmanı parçacık boyutları ile aynı büyüklük ve genişlikte ise kolloidal süspansiyon oluşur.

Tepki şimdi art arda gelen parçacıkların yük dağılımından etkilendiği için Maxwell-Wagner etkisi artık geçerli değildir.

### 3.22. Katı Malzemelerin Dielektrik Sabiti Ölçümü

Dielektrik sabiti ölçümü yalıtkanlar ve polimerler gibi katı malzemeleri incelemek için önemli yöntemlerden biridir. Çünkü dielektrik sabiti ölçümleri kimyasal analiz yöntemlerinden çok daha basittir. Elektriksel karakteristik yanında fiziksel özellikler de incelenebilir. Elementin yapısal özellikleri ve yoğunluğu dielektrik sabiti yardımıyla belirlenebilir.

#### 3.23.1 Katıların Dielektrik Sabiti Ölçümü

Burada bir malzemenin dielektrik sabitinin teorik hesaplaması C-D değerleri ölçülerek verilecektir. Disk şeklindeki katı maddelerin (Şekil 3.4) dielektrik sabiti aşağıdaki formül yardımıyla hesaplanabilir.

$$\varepsilon = \varepsilon_{0}\varepsilon_{R} = \frac{t}{A} C \left[\frac{F}{m}\right]$$

$$\frac{t x C}{A x \kappa_{\Box}} = \frac{t x C}{\pi x \left(\frac{d}{2}\right)^{2} x \kappa} \qquad (3.27)$$

$$\kappa_{R} = (3.28)$$

$$\varepsilon: dielektrik sabit$$

$$\varepsilon_{0}: boşluğun dielekrik sabiti (8.85x10^{-12})$$

 $\epsilon_{R:}$  test cihazının relatif dielektrik sabiti

A: test cihazının alanı (m<sup>2</sup>)

C: test cihazının kapasitansı (F)

d: test cihazının çapı (m)



Şekil 3.4 Elektrotlar ile test cihazı.

Genellikle relatif dielektrik sabiti ( $\epsilon_R$ ) ölçülecek olan asıl parametredir ve bu sebeple 'dielektrik sabiti' olarak anılacaktır. Bir materyal içinden geçen elektrik alanın şiddeti değiştiğinde polarizasyonu elektrik alan değişiminden geride kalır. Bu olay 'dielektrik sonrası etkisi' olarak adlandırılır ve zamanın fonksiyonu olarak aşağıdaki şekilde verilir.

$$\Phi(t) = \tag{3.29}$$

### T: Dielektrik relaksasyon (durulma) sabiti

#### t: zaman

Bu durumda dielektrik sabiti kompleks formdaki denklem 3.2'deki reel ve imajiner bileşenler yazılabilir:

$$\varepsilon' = \varepsilon_R \cos \delta = \frac{t \, x \, C}{A \, x \, \varepsilon \Box} \times \cos \left( \tan \right)^{-1} [D]$$
(3.30)
$$\varepsilon \Box \Box'' = \varepsilon_R \sin \delta = \frac{t \, x \, C}{A \, x \, \varepsilon \Box} \times \sin(\tan^{-1} D)$$

$$\tan \delta = D = \frac{\varepsilon_R''}{\epsilon_R'}$$
(3.31)

$$\varepsilon_{\mathbf{R}}$$
 (3.32)

 $\epsilon'$ : dielektrik sabiti reel kısmı

ε": dielektrik sabiti sanal kısmı

tan  $\delta$ : dielektrik dağılma faktörü

D: test cihazı dağılma faktörü

 $\epsilon'$  ve  $\epsilon''$  değerleri  $\tau$  kullanarak elde edilebilir:

$$\varepsilon \Box \Box' = \varepsilon_{R\infty} + \frac{(\varepsilon_{R0} - \varepsilon_{R\infty})\mathbf{1}}{\mathbf{1} + w^2 \tau^2}$$
(3.33)

$$\varepsilon'' = \frac{(\varepsilon_{R0} - \varepsilon_{R\infty})\mathbf{1}}{\mathbf{1} + w^2\tau^2} \tag{3.34}$$

Debye denklemi olup,

 $\epsilon_{R0}$ : Frekans  $\approx$  **0** durumunda dielektrik sabiti

 $\varepsilon_{R\infty}$ : Frekans  $\approx \infty$  durumunda dielektrik sabiti

Bu denklem ( $\epsilon'$ ) ve ( $\epsilon''$ )'nin frekansa bağlılığını göstermektedir ve bu bağlılık 'dielektrik dispersiyon' olarak adlandırılır. Aşağıdaki denklem bir önceki denklemden türetilmiştir ve bu denklemden türetilen grafik Cole-Cole diyagramı gösterilmektedir (Şekil 3.5).

$$\varepsilon' - \left(\frac{\varepsilon_{\rm R0} + \varepsilon_{\rm R\infty}}{2}\right)^2 + \varepsilon''^2 = \left(\frac{\varepsilon_{\rm R0} - \varepsilon_{\rm Rm}}{2}\right)_2 \tag{3.35}$$

 $\varepsilon_{R0}$  ve  $\varepsilon_{R}$ ,  $\varepsilon'$  ve  $\varepsilon''$  değerleri kullanılarak Cole-Cole diyagramından hesaplanmıştır. Cole-Cole diyagramı organik maddelerin fiziksel analizi için uygundur.



Şekil 3.5 Cole-Cole diyagramı.

### 3.24. Empedans Spektroskopisi

Empedans spektroskopisi (IS) malzemenin küçük genlikli sinyallere karşı verdiği tepkinin ölçümüdür. Elektriksel ölçümler materyal karakterizasyonunda güçlü araçlardır. Empedans spektroskopisi (IS) örneklerin hazırlanış sürecini daha iyi anlamak için kullanılan bir yöntemdir. Sistemin fizikokimyasal özellikleri ile ilgili yeterli verileri sağlar. Bu teknik bazen zaman fonksiyonunda ölçülmesine rağmen genellikle frekansın fonksiyonu olarak ölçülür. Dielektrik spektroskopisi ise (DS) maddenin yük iletim mekanizması hakkında daha ayrıntılı bilgi edinmek için kullanılan yöntemlerden birisidir. Ayrıca bu spektroskopi empedans spektroskopisinin bir parçası olarak da bilinmektedir. Dielektrik spektroskopisi, geniş bir frekans aralığında empedansı ölçüldükten sonra, kapasitans, empedansın gerçel ve sanal kısımları, admittans, iletkenlik, modülüs, vb. gibi parametrelerin tümü ölçülüp bileşenleri empedanstan hesaplanabilir

Maddenin kompleks dielektrik sabiti (ε\*) özellikleri ile ilgili yapılan çalışmalar, reel dielektrik sabiti ve dielektrik kaybın, frekansa ve sıcaklığa bağlı değişimlerine bakılır. Sıcaklık dielektriği etkileyen önemli parametredir. Maddelerin bilinen genel durumu frekans yükseldikçe dielektrik sabiti azalmakta ve yüksek frekanslarda sabit kalmaktadır.

 $\varepsilon^*$  kompleks dielektrik sabit ve kompleks empedans Z<sup>\*</sup> gibi bazı dielektrik fonksiyonları malzemenin frekansa bağlı özelliklerini belirlemek için kullanılır. Bu gösterim [W. Cao vd.1990, Millete vd.1967, Jonscher A.K. 1983, Srivastava K.K. vd.1979, T.G. Abdel-Malik 1992],

$$Z^{\dagger} \ast = Z' - iZ''$$
(3.36)

Empedans spektroskopisi olarak bilinen alternatif akım (AC) ölçümler, maddenin elektriksel karakterizasyonunda en etkili tekniklerden birisidir. Maddenin empedansı iki bileşenli ifade olup, bunlar direnç (reel kısım) ve tepkisel (imajiner kısım) değerlerdir. Bu iki bileşenli kompleks empedans ifadesini, bütün malzemeler için kompleks düzlemde genel olarak şu şekilde ifade edebiliriz. Kompleks empedans:

$$Z^{*}(w) = Z^{'}(w) - Z^{''}(w) = R_{s} - \frac{j}{wC_{s}}$$
(3.37)

burada *w* açısal frekans ( $w = 2\pi f$ ) olup *f* ise frekansı, Z'(w) empedansın reel kısmı, Z''(w) empedansın imajiner kısmı,  $R_s$  seri reel direnç ve  $C_s$  seri kapasitansıdır. Kompleks empedans ifadesinin tersine kompleks admittans denir. Kompleks admittans,

$$Y^{*}(w) = \frac{1}{Z^{*}(w)} = Y^{'}(w) - Y^{''}(w) = \frac{1}{R_{p}} - jwC_{p} = G(w) + jB(w)$$
(3.38)

Burada Y'(w) admitansın reel kısmı, Y''(w) admitansın imajiner kısmı,  $R_p$  paralel reel direnç,  $C_p$  paralel kapasitans, G iletkenlik, B imajiner iletkenliktir. İki elektrot arasında yer alan dielektrik malzemelerin kapasitansı değerinden dielektrik sabitinin reel değeri hesaplanmaktadır. Bu hesaplamaların temeli, elektrotlar arasında hava tabakası kapasitansına karşılık gelen  $C_o$ , dielektrik malzeme yer aldığındaki kapasitansına karşılık gelen  $C_p$  değerlerine sahip olurlar.  $C_o$  kapasitansına sahip bir kondansatörün levhaları arasına bir dielektrik malzemeyle doldurulduğunda ortamın kapasitansı  $C_p$  değerine yükselir.

Elektrotlar arası hava tabakasının  $C_o$  kapasitansını,

$$C_o = \varepsilon_o \frac{A}{d} \tag{3.39}$$

Şeklinde ifade edilir. Burada  $\varepsilon_o$  serbest uzay dielektrik sabiti (8.8542x10<sup>-12</sup> F/m) ve  $\varepsilon_o = 1/(c^2 \mu_o)$  ifadesindeki c ışık hızı,  $\mu_o$  serbest uzay geçirgenliği, d elektrotlar arası uzaklık, A elektrot yüzey alanıdır. Reel dielektrik sabiti  $\varepsilon'(w)$  açısal frekans altında bir değişken olup, bu iki değer arasındaki orantısal değere karşılık gelmektedir. Açısal frekansa bağlı kapasitanslar arası orantısal reel dielektrik sabiti fonksiyonu,

$$\varepsilon'(w) = \frac{C_p}{C_o} \tag{3.40}$$

Bağıntısal ilişki ile verilir.



### Şekil 3.6 Dielektrik malzemenin iki elektrotlu sistemin AC beslemesi ile Rp Cp paralel eşdeğer devresi.

Şekildeki gibi geometrik yapılı alana alternatif akım uyguladığımızda, malzemenin reel dielektrik sabiti fonksiyonu,

$$\varepsilon'(w) = \frac{C_p}{\varepsilon_o} \frac{d}{A}$$
(3.41)

şeklinde ifade edilir. Malzemenin imajiner dielektrik sabiti fonksiyonu,

$$\varepsilon''(w) = \frac{1}{R_p w C_o} \tag{3.42}$$

şeklinde ifade edilir. Bu durumda dielektriğin reel kısmı ile imajiner kısmının kompleks toplamı fonksiyonunu,

$$\varepsilon^*(w) = \varepsilon'(w) - j\varepsilon''(w) = \frac{-j}{2\pi j Z^*(w)C_o}$$
(3.43)

şeklinde olup, bu denklem kompleks dielektrik fonksiyonu olarak adlandırılır.

## DENEYSEL METOD VE YÖNTEMLER

### 4.1 Örneklerin Elde Edilmesi

### 4.1.1 Probertit

Probertit ölçümleri Au elektrot arasına konularak farklı frekans ve farklı sıcaklıklar altında gerçekleştirilmiştir.

Çalışmada kullanılan Probertit Tinkalden boraks dekahidrat üretimi esnasında proses borularında Probertit oluşmaktadır (Dursun H., 2007). Bu malzeme hazırlama sürecinden sonra 15 dakika 10 saniye süreyle 122 (Pa) x 10<sup>5</sup> hidrolik pres ile pellet haline getirilmiştir. Pellet kalınlığı ve çapı sırasıyla 1 mm ve 13 mm dir. Probertit faz oluşumu X-ışını difraksiyon ile belirlenmiştir. Probertit faz karakteri araştırılmasında X-ışını difraksiyon oldukça başarılıdır. Böylece mineralin belirlenmesine ek olarak tüm materyallerin analizi geleneksel X-ışını difraksiyon ile yapılmıştır. Bir sonraki aşamada tüm materyallerin XRD pikleri JCPDS verileri ve XRD modelleri ile karşılaştırılmıştır. Meansof "MDI Jade 7 Software" ile analiz yapılmıştır. MDI Jade 7 Software sonuçları mineral yapı formülü, iz elementer dağılım fazlası mineralller, tek mineraller vb. şeklinde olmuştur.

Element	Konsantrasyon	Analit	Bileşik formülü	Konsantrasyon
	%			%
Al	0.307	Na	Na <sub>2</sub> O	8.976
Ca	34.423	Mg	MgO	1.236
Cl	0.084	Al	$Al_2O_3$	0.311
Fe	0.273	Si	SiO <sub>2</sub>	1.510
K	0.095	S	SO <sub>3</sub>	0.121
Mg	1.393	Cl	Cl	0.045
Na	12.446	K	K <sub>2</sub> O	0.061
0	22.727	Ca	CaO	25.773
Rb	0.022	Fe	$Fe_2O_3$	0.209

Çizelge 4.1 Probertit kimyasal yapısı

S	0.091	Rb	Rb	0.012
Si	1.320	Sr	SrO	5.856
Sr	9.254	В	$B_2O_3$	55.89
В	17.565			

## 4.1.2 ECTW

Çalışmada kullanılan malzemeler Bandırma'daki Eti Holding Boraks ve Asit Fabrikası'ndan temin edilmiştir. ECTW, Tinkal içeren reaktör fazlasından alınmıştır. Bu örnekler açık havada kurutulmuş ve sonrasında mekanik yollarla ezilmiştir. ECTW nin parçacık boyutları ezilebilir boyuta gelene dek dikkate alınmamıştır ve 100 mesh elekten geçirilmiştir. Bu toz parçacıklarının kalınlığı 0.09908 g/cm<sup>2</sup> dir. Materyal hazırlama sürecinden sonra örnek 15 dakika 10 saniye süreyle 244x10<sup>5</sup> Pa hidrolik pres ile ezilmiş ve pellet haline getirilmiştir. Pelletlerin kalınlığı 1 mm ve eni 13mm dir. ECTW nin kimyasal yapısı çizelge 4.2 de verilmiştir. Çizelge 4.2 de çalışmada kullanılan ECTW in kimyasal bileşim değerleri gösterilmektedir. ECTW örneğinin %78 i Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> den oluşmaktadır. Bu oran ölçüsü endüstriyel açıdan oldukça önemlidir. Bu endüstriyel uygulama malzemeleri termal şok, kimyasal korozyon, balistik zırhlama tabakaları, harç filtreleri, seramik fırın malzemeleri, tekstil, kâğıt, laboratuar seramikleridir ve bu malzemeler alümina (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) temellidir.

Çizelge 4.2 ECTW'nın kimyasal bileşimi.

Analit	Konsantrasyon	Bileşik	Konsantrasyon	
	%	Formülü	%	
Na	3.851	Na <sub>2</sub> O	5.191	
Mg	0.791	MgO	1.311	
Al	41.272	$Al_2O_3$	77.982	
Si	1.864	SiO <sub>2</sub>	3.988	
Р	0.009	$P_2O_5$	0.021	
S	1.314	SO <sub>3</sub>	3.281	
Cl	5.259	Cl	5.259	
K	0.115	K <sub>2</sub> O	0.138	

Ca	1.561	CaO	2.184
Ti	0.010	TiO <sub>2</sub>	0.017
Mn	0.007	$MnO_2$	0.010
Fe	0.327	$Fe_2O_3$	0.468
Ni	0.011	NiO	0.013
Cu	0.011	CuO	0.014
Zn	0.016	ZnO	0.020
Ga	0.011	$Ga_2O_3$	0.015
Br	0.003	Br	0.003
Sr	0.027	SrO	0.032
Мо	0.004	MoO <sub>3</sub>	0.007
Ba	0.032	BaO	0.036
Pb	0.007	PbO	0.008

ECTW in örnek olarak seçilmesindeki asıl sebep Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> in yüksek konsantrasyonudur. Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> endüstride yaygın olarak kullanılır ve %80 oranında yüksek konsantrasyona sahiptir. Bu nedenle ECTW malzemelerin geri dönüşümü için uygun olabilir. Seramik yapılı malzemeler yüksek güç ve düşük yoğunluk özelliklerinden ötürü zırhlama sistemlerinde sıklıkla kullanılır.

# 4.1.3 ECBW

Çalışmada kullanılan ECBW Türkiye Bandırma'daki Eti Holding, Bor ve Asit fabrikasından alınmıştır. Bor atığı (BW) reaktör fazlasından elde edilmiştir. Bu atıklar kurutulmaya bırakılmış ve sonrasında mekanik yollarla ezilerek öğütülmüştür. BW örneğinin parçacık boyutları ezilebilir boyutlara gelene dek önemsenmemiş ve 100 mesh elekten geçirilmiştir. Tanecik kalınlığı 0.09908 g/cm<sup>2</sup> dir. Malzeme hazırlama sürecinden sonra örnek 244x10<sup>5</sup> Pa hidrolik pres ile pellet haline getirilmiştir. Pellet kalınlığı ve çapı sırasıyla 1 mm ve 13 mm dir. ECBW kristal yapısı CuK<sub>a</sub>-radyasyonlu Rigaku 2200 D/Max diffractometer X ışını difraksiyon yöntemi ile incelenmiştir. ECBW sadece atık değil aynı zamanda bir komposit malzemedir ve radyo dalgaları ve mikro dalga bölgeleri gibi düşük enerji bölgelerinde dahi yüksek soğurma kapasitesine sahiptir.

Analit	Konsantrasyon	Bileşik formülü	Konsantrasyon	
	%		%	
Al	48.921	Na <sub>2</sub> O	1.746	
В	3.701	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	84.61	
Ca	0.115	B <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	12.19	

Çizelge 4.3 ECBW' nin kimyasal bileşimi

Cl	0.0866	SiO <sub>2</sub>	0.318
Cr	0.0028	SO <sub>3</sub>	0.286
Cu	0.0153	Cl	0.09
Fe	0.33	CaO	0.168
Ga	0.0163	TiO <sub>2</sub>	0.013
Mn	0.004	V <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	0.015
Na	0.296	Cr <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0.004
Ni	0.007	MnO <sub>2</sub>	0.006
0	46.251	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0.49
S	0.105	NiO	0.009
Si	0.133	CuO	0.022
Ti	0.008	ZnO	0.031
V	0.008	GaO <sub>3</sub>	0.022

# 4.2. Deneylerde Kullanılan Cihazlar

Örneklerin elektriksel özellikleri dielektrik spektroskopisi ile karakterize edilmiştir. Dielektrik spektroskopisi ölçümleri empedans analizör ile ölçülmüştür. Sinyalin RMS genliği ve belli bir frekans aralığındaki kompleks empedansın sıcaklığa bağlılığı ölçümü yapıldı. Sıcaklık hassasiyeti resistör ile sağlanıp örneğe direk temas ile ölçüldü.

### 4.2.1. Empedans Analizör

ECTW örneği dielektrik özelliklerini belirlemek için empedans spektroskopisi kullanılmıştır. HP4194A empedans analizör bu amaçla kullanıldı. Sinyalin RMS genişliği yaklaşık olarak 495 mV ve kompleks empedansa bağlı sıcaklığı 100 Hz ve 15 MHz aralığında ölçülmüştür.

# 4.2.2. NOVOTHERM Sıcaklık Kontrol Sistemi

Sıcaklık ölçümleri PT100 Resister ile ölçülmüştür. Cihaz örnek ile direk temas halindedir. NOVOTHERM sıcaklık kontrol sistemi (NTCS) 0.1° C doğrulukla sıcaklığı 25-200 ° C aralığında ölçmüştür. Tek frekans değeri süresince sabit sıcaklıkta uzun süre kontrol yapılmıştır. Her sıcaklık noktasında empedans parametrelerinin reel ve sanal kısımlarının sıcaklık ve frekansa bağlılıkları şekil 4.1'te gösterilen NTSC WinDETA yazılımı ile kaydedilmiştir.



Şekil 4.1 Örnekler için deney düzeneği. S:örnek, PC: bilgisayar, IA: empedans analizör, NH: novotherm 1sı birimi, NM: novotherm mikroproses kontrol birimi, SM: kaynak metre ve dört nokta uç birimi.

# 4.2.3 Yüzey İletkenliği Ölçüm Cihazı

Yüzey iletkenliği Lucas Signatone 302 Resistivity Stand ve Keithley 2400 Source Meter ile belirlenmiştir. Dört nokta uç yöntemi kullanarak Şekil 4.1' deki düzenek kurularak, dış uç kontaklardan akım uygulanıp, iç kontaklardan voltajı LabView programında yazılan program ile kontrollü bir şekilde yüzeyden akım-voltaj (I-V) ölçülerek yapılmıştır.

# 4.3 Empedans Ölçümleri

Örneklerin dielektrik özelliklerinin incelenmesi empedans spektroskopisiyle gerçekleştirilmiştir. Dielektrik özellikler DUT (device under test) ölçüm kitinde Novocontrol Novotherm Kryostat içinde ölçülmüştür. Tüm ölçümler WINDETA yazılımında elde edilmiştir. Empedans ve Kryostat ölçümü yapılan sistemler aşağıda verilen şekillerde görülmektedir.



Şekil 4.2 Novocontrol sıcaklık birimi



Şekil 4.3 Deney düzeneğinde yer alan bazı araçlar

# 4.4. Dielektrik Fonksiyonunun Sıcaklık ve Frekansa Bağlılığı

# 4.4.1 Probertit, ECTW ve ECBW

Probertit, ECTW ve ECBW örneklerinin sıcaklık ve frekansa bağlı olarak dielektrik sabit, modülüs, tanδ ölçümleri yapılmıştır. Örneklerin içeriğinde bulunan bor ve diğer maddelerin elektriksel parametreleri nasıl etkilediği incelenmiştir. Sıcaklığa ve frekansa bağlı olarak gösterdiği yapısal davranışları diğer kimyasal işlemlerden geçirilmiş termal atık ve bor atığı ile kıyaslanmıştır. Frekans 100 Hz - 10 MHz aralığında, sıcaklıklar 25°C - 200°C arasında ölçülmüştür. Sıcaklık dielektrik sabit değerini değiştirdiğinden oldukça önemli bir parametredir.

# 4.5 Probertit Örneğinin Sıcaklık ve Frekansa Bağlı Ölçümlerinden Elde Edilen Bulgular

Probertit örneğinin frekansa bağlı ölçümleri yapılmıştır. Katı elektrolit durumunda modülüs spektrumu geniş ve asimetrik non-Debye doğası sergiler. Şekil 4-5 de Probertitin elektromanyetik soğurma özelliği için kritik frekans varlığında rezorans şartı gösterilmektedir.

Şekil 4.4-4.5 de eğrilerin şekilleri Non-Debye davranışından dolayı yüksek frekans aralıklarında asimetriktir ve  $f_{max}$  değerinde pik yapar. Elde edilen sonuçlara göre M" eğrileri tersinir iletim sürecinde enerji dağıtımı ile bağlantılıdır ve azalma sürecinin non-ekponansiyel özelliğini sergiler [Moynihan C.T. vd. (1973)].



Şekil 4.4 Çeşitli sıcaklıklardaki *M* " değerinin frekansa bağlılığı.



Şekil 4.5 Probertitin çeşitli sıcaklıklardaki *M* 'değerinin frekansa bağlılığı

Temperature	$\varepsilon' x(10^2)$	$tan(\delta)$	Modulus'	Modulus"	Sig'(S / cm)
$\left[ C^{0}  ight]$	100 Hz		$x(10^{-2})$	$x(10^{-2})$	$x(10^{-5})$
25	5.42	1.88	9.72	3.65	6.08
50	20.68	1.97	4.69	2.10	6.26
75	39.63	1.94	3.44	1.73	7.34
100	18.50	2.63	3.53	1.10	6.69
125	0.707	0.56	8.20	2.02	4.75
150	0.766	4.38	6.64	1.64	5.06

Çizelge 4.4 Probertitin elektriksel parametrelerinin maksimum değerleri.

Genelde iletken ölçümleri malzemeye direk DC akım uygulanarak gerçekleştirilir fakat uygulanan alana karşı elektrot- elektrolit ara yüzünde polarizasyon oluşması ile sonuçlanır ve böylece iyonik akım zamanla azalır. Bu problemin üstesinden gelebilmek için dört problu nokta veya iki dönüştürülebilir elektrot yöntemi ile DC iletkenlik ölçümleri için uyarlanmıştır [Roling B.(1999)]. Daha sonra tek frekans ölçümleri gerçekleştirilmiş fakat bu yöntemin malzemenin elektriksel davranışını anlamakta yetersiz olduğu anlaşılmıştır, çünkü çeşitli tek elementler (R,C ve L) sebebiyle elektrokimyasal süreçler frekansa bağımlıdır [Badwal S.P.S (1988), Bauerle J.E. (1969)].

Birçok reel malzeme için ideal denklemden sapma durumu vardır ve non-Debye dielektrik davranış sergiler. Non-Debye dielektrik cevabı Cole-Cole, Davidson-Cole kullanılarak ve deneysel Havriliak-Negami (H-N) [Hench L.L vd. (1990), Cole R.H. and Cole K.S. (191), Davidson D.W. ve Cole R. (1951), Havriliak S. vd. (1967) ] gösterimi ile tanımlanabilir.



Şekil 4.6 Farklı sıcaklıklarda Probertit dielektrik sabitinin reel kısmının frekansa bağlılığı.

Sistemin dielektrik davranışı geniş bir frekans ve sıcaklık aralığında incelendi. Şekil 4.6 farklı sıcaklıklardaki dielektrik sabiti frekansın fonksiyonu olarak değişimini göstermektedir. Başlangıçta ɛ' değeri çok yüksektir. Dielektrik sabit artan frekansla birlikte kademeli olarak azalır ve düşük frekanslarda dispersif davranış sergiler. Bu dielektrik malzemelerin karakteristiğidir [Sinha S.K vd.(2001)].

Şekil 4.6 da görüldüğü gibi frekans arttıkça ε' azalır ve yüksek frekanslardaki aynı değer elde edilir. Yüksek frekanslarda AC alanın yüksek periyodik tersinimden dolayı ara yüzde yük birikintisi yoktur ve bu nedenle iyon difüzyon mekanizması terimiyle açıklanabilen ε' aynı değerlere yaklaşır. Düşük frekanslarda yükler dielektrik sabit ε' arttıkça değişen elektrotelektrolit ara yüzünde boşluk yük alanı oluşumu sonucu oluşan iyoniklik sonucu net polarizasyona öncülük eden ara yüz bölgesinde yükler toplanır. [Ingram M.D. (1987), Liu C. vd. (1986), Sidebottom D. L. vd. (1995), Nagi K. L. vd. (1984), Martin S.W. vd. (1986), Howell F.S. vd. (1974)].

Minimum ve maksimum frekanslarda dielektrik değerler arasındaki fark dielektrik güçtür. Empedans spektroskopisi tekniğinde dielektrik güç  $\Delta \varepsilon$ ,

$$\Delta \varepsilon = \varepsilon_0 - \varepsilon_{\infty} \tag{4.1}$$

olarak ifade edilir.  $\varepsilon_s$  ve  $\varepsilon_{\infty}$  minimum ve maksimum dielektrik sabit bileşenleridir. Şekil 4.6 Probertit örneğinin dielektrik gücünün sıcaklık düşüşünü göstermektedir. Aslında  $\Delta \varepsilon$  dielektik güç değerleri şekil 4.6 den elde edilmiştir ve çizelge 4.5 de verilmektedir. Ölçülen frekans aralığında sıcaklıkla birlikte  $\Delta \varepsilon$  değerleri yaklaşık 1996- 47 arasında değiştiği görülmektedir (100 -201k Hz).

Sıcaklık $\begin{bmatrix} C^0 \end{bmatrix}$	25	50	75	100	125	150
Δε	532.07	1996.17	1932.04	1814.77	47.70	67.02

Çizelge 4.5 Probertitin dielektrik gücü.



Şekil 4.7 Farklı sıcaklıklarda dağıtma faktörünün frekansa bağlılığı.

Şekil 4.7, 25°C ve 150°C arasında artan frekans ile sıcaklık değerlerinde Probertitin sıcaklığının azalmasıyla dağıtma faktörünün nasıl farklı değerler alabileceğini göstermektedir. Sıcaklık ile kayan kayıp pikler dielektrik durulma sürecini gösterir [Prabakar K.vd.(2003), Simmons J.G.vd. (1970)]. tanδ nın maksimum değeri ışıklandırma sürecinden sonra 75°C de saptanmıştır. Yüksek sıcaklıklarda (100 -150°C) artan frekans ile tanδ değerleri şekil 4.7 de verilmiştir.

Probertit frekans artışı ile yapısında oksit özellik barındırması açısından dielektrik davranış sergilediği elektriksel ölçümler ile ortaya kondu. Malzemede sıcaklık artışı ile oksit yapının ortadan kalkma eğiliminde olup elektriksel olarak iletken davranış sergilediği görmekteyiz. Bu durumda iyi bir dielektrik Probertit malzemesinin sıcaklık artışı ile borun yapısal özelliğinden dolayı elektriksel iletkenliği artırdığı görülmektedir.

#### 4.6 ECTW Örneği Sıcaklık ve Frekansa Bağlı Ölçümlerinde Elde Edilen Bulgular

Elektrik modulusun M' ve M'' çeşitli sıcaklıklardaki ECTW frekansa bağlılığı şekil 4.9 da verilmiştir.



Şekil 4.8 Farklı sıcaklıklarda modülüsün frekansa bağlılığı, a) ECTW reel kısmı, b) ECTW imajiner kısmı.

Elektriksel modülüs reel kısmı (M') 100 Hz den 15 MHz e kadar logaritmik frekanslarda farklı sıcaklıklardan 125°C ye kadar sıcaklık şekil 4.8 (a) da verilmiştir. Elektrik modülüs değişimi düşük frekanslarda yüksek değerler sergilerken sıcaklık arttıkça artar. Öte yandan modülüs değerleri 125°C ye kadar frekans arttıkça azalır ve 200°C ye kadar artar. 125° C den düşük sıcaklıklarda modülüs değerleri ve düşük frekanslarda sabittir; modülüsün maksimum değeri yüksek frekanslarda azalır. Şekil 4.8 (b) de M'' çeşitli sıcaklıklarda frekansa bağlılığını gösterir.

Şekil 4.9 a da ECTW nin 25°C- 100°C arasındaki sıcaklık tepkisi ve elektrik modülüsün Cole-Cole çizimi şekil 4.9(b) de 125°C- 200°C arasındaki sıcaklık tepkisi ve elektrik modülüsün Cole-Cole çizimi değişimi verilmiştir.



Şekil 4.9 Elektriksel modülüsün Cole-Cole çizimi; a) 100 °C den az, b) 100 °C fazla ECTW.

Buradan eşdeğer devresi hakkında bilgi elde edilmiştir. Bu eşdeğer RLC devresi, direnç (R), indüktör (L) ve kapasitör (C) den oluşur. İndüktif reaktans  $X_L$ , kapasitif reaktansa  $X_C$  eşit olduğunda devrede rezorans meydana gelir. Devredeki akım sadece direnç tarafından sınırlanır. Dielektrik çalışmalarda rezorans olayı dielektrik soğurma için önerilir [Raju G.G. 2003, Jonscher A.K. 1983]. Elde edilen Cole-Cole yarı çemberi eş RC devresini ifade eder. İdeal RLC devresinin şekli tam çember biçimindedir [Raju G.G., 2003].

ECTW' nin dielektrik sabit ve dağıtma faktörü 25°C ile 100°C sıcaklık aralığında ve 100 Hz den 10 MHz frekans aralığında ölçülmüştür.

Örnekler elektriksel kayba bağlı olarak sıcaklıkta önemli değişimler göstermektedir. Bu sonuçlar ECTW de dipollerin varlığını gösterir. Malzemedeki deformasyonlar ve kusurlar iyonik, dipol ve atomik etkilerin oluşumuna neden olur. Artan sıcaklık dipollerin düşük rotasyonuna neden olur. Bu rotasyon M" değerlerinin artmasına neden olur ve M" nin orta rotasyonu artan frekansın etkisiyle daha yüksek sıcaklıklara doğru pik yapması ECTW nin polar olduğunu gösterir. Artan sıcaklık ayrıca boşluk yük relaksasyon frekanslarını azaltır.

Dört nokta uç tekniği düzlemdeki iletkenlik ölçümleri boyunca kullanılmıştır. Bu teknik materyal özelliklerine göre tasarlanmaktadır. Seçilen ECTW için akım aralığı  $1 \times 10^{-7}$  ile  $1 \times 10^{-6}$  amperdir. Gerilim-akım grafiği eğimi (V-I) Ohm/cm biriminde yüzey direncini verir.  $\pi/\ln 2 = 4.5324$  sabittir. Yüzey direnci teorisi şu formüle uygulanır:

$$\rho_s = 4.5324 \frac{V}{I} \tag{4.2}$$



 $\rho_s$  santimetre başına ohm miktarı, V volt biriminde ve akım amper birimindedir.

Şekil 4.10 Dört nokta uç ile ECTW örneğinin Voltaj-Akım (V-I) grafiği.

Şekil 4.10 deki lineer artış düzenlenmiş ve yüzey direnci bu düzeltmeden elde edilmiştir. Eğim düzeltmesi boyunca y=a+bx lineer denklemini ve b=V/I ve  $R^2$ = 0. 99832 dir. Eğimi (b) standart hata ile yüzey direnci (ohm/cm) değerleri sırasıyla 2. 97146 x10<sup>8</sup>, 1.72218x10<sup>6</sup>, 1.34678x10<sup>9</sup> ohm/cm.

Bu çalışmanın kapsamında ECTW örneğinin empedans spektroskopisi ile incelenmesi mevcuttur. Bu yöntem dielektrik malzeme ve bileşiklerin optimizasyonu ve dipolar yapı davranışının araştırılması için güvenilir bir araçtır. Örneğin kapasitans, dielektrik kayıp, dielektrik sabit ve iletkenlik parametreleri sıcaklığa bağlı olarak analiz edilmiştir. ECTW örneğinin 100 Hz ile 10 MHz logaritmik frekans aralığındaki AC iletkenliğin reel kısmının yarı-logoritmik grafiğine göre ECTW örneğinin iletkenlik değerleri sıcaklık ve frekans arttıkça artar, bu artış ölçülen sıcaklık ve frekans aralığında elektronik iletkenliğin baskın olduğunun kanıtıdır. Frekans artışı ile artan iletkenlik, tüm sıcaklıklarda ECTW örneğinin elektronik yük iletiminde zıplama mekanizmasının etkin olduğunu göstermektedir.

Literatür araştırılırken yüksek enerji bölgelerinde (X ve gama ışını) birçok radyasyon zırhlama çalışması görülürken bu çalışmalar mikrodalga bölgede gözlenememektedir. Bu çalışmada ECTW'nin sadece atık olarak değil aynı zamanda radyo ve mikrodalga gibi düşük

enerji bölgelerinde dahi etkili yüksek soğurma kapasitesine sahip komposit malzeme olduğunu göstermek amaçlanmıştır. Konutların yanında yer alan baz istasyonları sağlık konusunda önemli endişeler yaşanmasına neden olmaktadır. Yüksek imajiner dielektrik sabitli atık malzemelerin değerlendirilmesi önem kazanmaya başlamıştır çünkü bu malzemelerin enerji kaybı önemlidir ve yüksek enerji kaybına sahip olmak demek aynı zamanda yüksek soğurma özelliği demektir.

### 4.7 ECBW Örneği Sıcaklık ve Frekansa Bağlı Ölçümlerinde Elde Edilen Bulgular

ECBW nin dielektrik sabiti  $\varepsilon'$  nin dispersiyon merkezinde  $\varepsilon''$  pik yaptığında ( $\varepsilon''_{max}$ ) yüksek frekans değerlerinde sabittir Rao vd. [Rao K.S. vd. (2008)].  $\varepsilon''_{max}$  değeri 75 °C de azalır ve sıcaklık yükseldikçe daha yüksek frekanslar tarafına yönelir. Bu olay  $T_c$  nin geniş aralığında  $\varepsilon'$ değeri maksimum değerdedir.  $\varepsilon'$  nin frekansa bağlı geniş kayma göstermesi malzeme içinde sıcaklık relaksasyon sürecinin varlığını gösterir. Cole–Cole çizimi şekil 4.11 te verilmiştir.



Şekil 4.11 ECBW' nin Cole-Cole çizimi.

Genelde yüksek frekans değerlerinde oluşan eğim katının elektriksel iletimi, ortadaki, eğim parçacık sınırlarında iletim ile ve düşük frekanslardaki eğim elektrot oluşumu ile ilgilidir. Her yarım çember tek RC kombinasyonunu temsil etmektedir. Merkezi pozitif eksen altında olan içinde boşluk bulunan yarı çember ideal Debye davranışından kaynaklanır. Yarı çember maksimum frekans değerinde  $f_{\text{max}}$  (relaksasyon frekansı) yer alır ve wt=1 şartını sağlar. Yani kompleks geçirgenlik çizimi dielektrik sistemlerin yanıtını göstermektedir [Badwal S.P.S vd. (1988)].

Şekil 4.12 de çeşitli sıcaklıklardaki ECBW örneğinin Cp çizimi gösterilmiştir. Şekilde de görüldüğü gibi örneğin kapasitansı artan frekansla azalmakta ve pik yapmaktadır. Pik pozisyonları sıcaklık ile değişmektedir.

Düşük frekanslarda bor atığı örneğinin dağılma faktörü yüksek değerler göstermiştir. Örneğin Cole-Cole diyagramı dielektrik dağılma mekanizmasının non-Debye türünde olduğunu kanıtlamıştır. Bor atığı elektriksel direnç boyunca (1.03x10<sup>9</sup> ohm/cm) yüksek direnç malzeme özelliği göstermiş ve bu sonuçlar elektrokoagülasyon bor atık (ECBW) tabakasının elektriksel davranışı ile uyum göstermiştir.

Dielektrik kayıp dağıtma faktörü olarak da bilinir ve karakteristik enerji kayıp miktarı belirtir. Farklı sıcaklıklardaki dağıtma faktörünün frekansa bağlılığı şekil 4.13' te verilmiştir.



Şekil 4.12 Farklı sıcaklıklarda Cp nin frekansa bağlılığı



Şekil 4.13 Farklı sıcaklıklarda dağıtma faktörünün frekans bağımlılığı.

Dielektrik sabitin reel ve imajiner kısımlarının çeşitli sıcaklıklardaki değişimi şekil 4.13' de gösterilmiştir. Şekil 4.13' de görüldüğü gibi anomali 75 °C civarında geniş bir biçimde dağılmıştır.



Şekil 4.14 Faklı sıcaklıklar için *M*' değerlerindeki kayma.

Literatürde görüldüğü üzere Sandrolini vd. zırhlama için betonun elektriksel özelliklerini modelleyen çalışmalar yapmaktadırlar ve bu çalışma, deneysel verilere uygun parametreler ile

modellenen DC elektriksel iletimli Debye malzemesi tasarlanarak başarılmıştır [Sandrolini L. (2007)].



Örnek malzemenin akım-gerilim (I-V) karakteristikleri şekil 4.15 'da görülmektedir.

Şekil 4.15. Dört nokta uç ölçümü ile EC-BW örneğinin voltaj-akım(V-I) grafiği. Yüzey direnci  $\rho_s$  ECBW pelletin direnç denkleminden hesaplanır. Örneğin yüzey direnci 1.03x10<sup>9</sup> ohm/sq dir. Buradan örnek malzemenin yüksek dirençli olduğu anlaşılmaktadır. Bu sonuç ECBW elektriksel davranışı ile uyum göstermektedir. ECBW malzemesi düşük elektriksek iletime sahiptir ve daha büyük elektriksel direnç değerlerinde elektromanyetik zırhlama ya da elektrostatik kaybın uygulamalarında kullanılabilir.

# 4.10. Probertit, ECBW VE ECTW Örneklerinin Frekansa ve Sıcaklığa Bağlı Karakterizasyonu

Probertitin, ECBW ve ECTW örneklerinin frekansa ve sıcaklığa bağlı karşılaştırma analizine; reel dielektrik sabiti,  $tan(\delta)$ , elektriksel modülüsün reel ve imajiner değer değişimlerine bakarak net davranışlarını aşağıdaki Şekil 4.17-18-19' dan anlayabiliriz.

Örneklerimizin kimyasal yapılarında konsantrasyon oranlarını daha yoğun olmaları bakımından özet bir tablo yaparsak, elektriksel değerlendirmeleri bu baskın oranlara dayalı olarak farklılıkları ortaya koyalım.

Analit ve Bileşik	Bileşik Probertit % ECBW %		ECTW%
Al	0.307	48.921	41.272
В	17.565	3.701	-
Ca	34.423	0.115	1.561
$B_2O_3$	55.89	12.19	-
$Al_2O_3$	0.311	84.61	77.982
CaO	<b>CaO</b> 25.773		-
SiO <sub>2</sub>	1.510	0.318	3.988

Çizelge 4.7 Probertit, ECBW ve ECTW örneklerin belli başlı kimyasal bileşenleri.

Çizelge 4.11'de Probertit, ECBW ve ECTW örneklerinin yüzde konsantrasyon oranlarına göre değerleri verilip:

- Probertit örneğinde; %17.565-B, %34.423-Ca ve %55.89-B<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, % 25.773-CaO analit ve bileşikleri etkin,
- ECBW örneğinde; %48.921-Al, %3.701-B ve %84.61-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, %12.19-B<sub>2</sub>O<sub>3</sub> analit ve bileşikleri etkin,
- ECTW örneğinde; %41.272-Al ve %77.982-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> analit ve bileşiği etkin olduğu görülmektedir.

Bu oranlara bağlı olarak elektriksel özelliklerinde değişimleri fark edilir derecede olduğunu Şekil 4.17-18-19'dan anlamaktayız.

Empedans ölçümlerimizi Probertit, ECBW ve ECTW örneklerinin kıyaslaması: a)reel dielektrik sabiti, b) tan( $\delta$ ), elektriksel modülüsün; c) reel, d) imajiner değer değişimleri, 25 °C, 75 °C ve 125 °C için sırasıyla ile Şekil 4.17, 4.18, 4.19' da verilmiştir. Değişimler frekans ve sıcaklık bağlı olup, bu grafikleri sırası ile değerlendirdiğimizde:

# • 25 °C' deki değişimine baktığımızda;

Probertitin dielektrik sabiti düşük frekanslarda ECBW ile aynı seviyede iken, ECTW' nin yaklaşık 10 kat daha yüksek seviyede olması sadece  $Al_2O_3$  dielektrik malzemesinden kaynaklandığı ve aynı şekilde tek bir dielektrik malzeme barındırması ile kararlı dielektrik güç ( $\Delta\epsilon$ ) değerini en yüksekte olmasını sağlamaktadır. Yapısal olarak ECTW dielektrik

özellik gösterip kullanım alanı açısından bu atık malzeme değerlendirilebileceğini de görmekteyiz Şekil 4 (22a).

Şekil 4.17 b' den de frekansa bağlı olarak enerji kayıp faktörüne baktığımızda minimum seviyede olması ECBW'nin karalı yapıda bir malzeme olup, ECTW'nin enerjiyi kaybetme faktörü açısından alternatif malzeme olabilme özelliği olduğunu görmekteyiz.

Şekil 4.18c'den elektriksel modülüsün reel değerlerinden yapısal olarak enerji soğurma frekanslarının hangi seviyede ve genişlikte olduğunu anlamaktayız. Ayrıca örneklerin yapısal durumlarına bağlı olarak moleküler titreşim ve dönme kabiliyetleri hakkında bilgi vermektedir. Burada, Probertit için ölçülen kritik frekans 116964 Hz olup, bu frekansın dar ve şiddetli olması bize moleküler titreşimin daha etkin olduğunu göstermektedir. Bu durumlar ECBW için ölçülen kritik frekans 259519 Hz değerine arttığı, bu frekansın daha geniş ve şiddeti azalması bize moleküler titreşim yerine dönme hareketinin daha etkin olduğunu göstermekte ve son olarak 25 °C' de ECTW için ölçülen kritik frekans 820574 Hz' e kadar artıp, bu frekansta moleküler dönme hareketi katkılara bağlı olarak daha etkin olduğunu söyleyebiliriz.



Şekil 4.17. Frekansa bağlı 25 °C' deki a) reel dielektrik sabiti, b) tan(δ), elektriksel modülüsün c) reel d) imajiner değer değişimleri.

Şekil 4.17 d'den elektriksel modülüsün imajiner değerlerinden Probertit için geniş bir rezorans frekans bölgesine sahip olduğu görülmektedir, B katkısı ve katkısız olma özelliklerine bağlı olarak sırası ile ECBW ve ECTW'nin rezorans alanlarının daraldığı ve daha yüksek frekanslara kaydığını ayrıca bu grafikten de görülmektedir.

### • 75 °C' deki değişimine baktığımızda;

Probertitin dielektrik sabiti düşük frekanslarda ECBW ile aynı seviyede olmayıp değerinin düştüğü, ECTW'nin 75 °C'deki gibi yaklaşık 10 kat daha yüksek seviyede olması aynı şekilde  $Al_2O_3$  gibi tek bir dielektrik malzeme barındırmasından kaynaklanır ve kararlı dielektrik güç ( $\Delta \epsilon$ ) değerini bu sıcaklıkta da en yüksekte olmasını sağlamaktadır (Şekil 4 18a).



Şekil 4.18. Frekansa bağlı 75 °C'deki a) reel dielektrik sabiti, b) tan (δ), elektriksel modülüsün c) reel d) imajiner değer değişimleri.

Şekil 4.18 b' den sıcaklığın artması ile frekansa bağlı olarak enerji kayıp faktörüne baktığımızda kararlı yapıda olan Probertit olup, ECBW'nin geniş bir frekansta lineer azalış göstererek minimum seviyede olmasını, dielektrik malzeme yapısında B<sub>2</sub>O<sub>3</sub>' nin karalı yapıda

bir malzeme davranışı sergilediğini ve ara malzeme olarak kullanılabileceğini, ECTW' nin enerjiyi kaybetme faktörü açısından alternatif malzeme olabilme özelliği olduğunu görmekteyiz.

Şekil 4.18 c'den elektriksel modülüsün reel değerlerine bakılarak; Probertit için ölçülen kritik frekans 575821 Hz olup, bu frekansın da dar ve şiddetli olması bize moleküler titreşimin daha etkin olduğunu göstermektedir. Bu durumlar ECBW için ölçülen kritik frekans 161831 Hz değerine doğru bir azalışta olması, bu frekansın daha geniş ve şiddeti azalması bize moleküler titreşim yerine dönme hareketinin daha etkin olduğunu göstermektedir. ECTW için ölçülen kritik frekans olmayıp sadece daha düşük frekansta omuzcuk şeklinde bir değişim olup frekansla etkileşiminde moleküler hareketi kısıtladığını söyleyebiliriz.

Şekil 4.18 d' den elektriksel modülüsün imajiner değerlerinden Probertit için geniş bir rezorans frekans bölgesine sahip olan malzeme B katkısı ile ECBW rezorans alanlarının daralmakta ve daha düşük frekanslara kaydığı görülmektedir. ECTW'nin bu durumu sıcaklık artmasına bağlı bir durum olup grafikten de görülmektedir.

# • 125 °C' deki değişimine baktığımızda;

Probertit, ECBW ve ECTW örneklerinin sıcaklık değeri artması ile ciddi bir reel dielektrik sabiti düşüşü olduğunu Şekil 4.19 a' dan görmekteyiz.



Şekil 4.19. Frekansa bağlı 125 ° C' deki a) reel dielektrik sabiti, b)  $tan(\delta)$ , elektriksel modülüsün c) reel d) imajiner değer değişimleri

Probertitin dielektrik sabiti düşük frekanslarda 60 seviyesinde iken ECBW 111 seviyelerine varan sıcaklık artışı ile B oksitlenmesine dayalı olarak bu durumun ortaya çıktığını, ECTW' nin 125 ° C' de en düşük seviyede olması ve düşük frekanslarda aynı seviyede kalması Al metaline bağlı durumdur. Dielektrik güç ( $\Delta \varepsilon$ ) değerlerinin örnekler için 125 ° C sıcaklıkta belli frekanslarda ortaya çıktığı ve ECTW için  $\Delta \varepsilon$  ters değer alabileceğini görülmektedir.

Şekil 4.19 b'den anlaşıldığı gibi sıcaklığın artması ile frekansa bağlı olarak enerji kayıp faktörünün şiddeti ters yönde olur ve Δε değerinin ters değere bağlı olmasının yansıması sonucu oluşur. Eps', tan(delta), modülüs', modülüs'' değerlerine bakıldığında Probertit grafiğinin başlangıç noktası ve bitiş noktası arası mesafenin kısa olduğu, ECBW' de bu mesafenin Probertit grafiğine kıyasla daha kısa ve ECTW grafiğinde en kısa olduğu görülmektedir. Enerjiyi kaybetme faktörünün geri yansıtılması açısından Probertitin 125 ° C' de alternatif malzeme olabilme özelliği olduğunu görmekteyiz.

Şekil 4.18 c'den elektriksel modülüsün reel değerlerine bakılarak; Probertit için ölçülen kritik frekans 189423 Hz olup, bu frekansın biraz daha genişlemesi ile moleküler titreşimden dönmeye geçişin daha etkin olduğunu göstermektedir. ECBW için ölçülen kritik frekans 187568 Hz değerine doğru bir azalışta olması, bu frekansın daha geniş olması bize moleküler dönme hareketinin daha etkin olduğunu göstermekte ve ECTW için ölçülen kritik frekans 72222 Hz olup daha düşük frekanslara kayarak geniş bir moleküler harekete sahip olabileceğini söyleyebiliriz.

Şekil 4.19 d' den elektriksel modülüsün imajiner değerlerinden Probertit için geniş bir rezorans frekans bölgesine sahip olan malzeme B katkısı ile ECBW rezorans alanlarının daralıp zayıfladığı ve ECTW 'de rezoransa gelme durumunun zayıfladığı sıcaklık artmasına bağlı bir durum olup bu grafikten de görülmektedir.

# BÖLÜM 5

# SONUÇ VE ÖNERİLER

Bu çalışmada ECTW, ECBW ve Probertit örneklerinin dielektrik özellikleri 100 Hz ile 15M Hz frekans aralığında ölçülmüştür. Analizler; elektromanyetik zırhlamanın frekansa bağlı soğurma özellikleri sergileyen ECTW, ECBW ve Probertitin örneklerinin rezorans şartına sahip davranışları sınamaktadır.

Dielektrik gücü değerini yükselten Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> oksit malzemesidir. Oda sıcaklığında Probertitin dielektrik sabiti, düşük frekanslarda ECBW ile aynı seviyede iken, ECTW' nin yaklaşık 10 kat daha yüksek seviyededir. Bu durum ECTW içeriğinde bulunan % 77,98 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> oranca yüksek dielektrik malzemesi ile etkileşimli davranıştan ileri gelmektedir. Aynı şekilde tek bir dielektrik malzeme barındırması ile kararlı dielektrik güç ( $\Delta \epsilon$ ) değerini en yüksekte olmasını sağlamaktadır. Yapısal olarak ECTW dielektrik özellik gösterip kullanım alanı açısından bu atık malzeme değerlendirilebilir. Oda sıcaklığında en ideal radyasyon zırh malzemesi ECTW iken yüksek sıcaklıklarda (125 °C) ECBW daha iyi sonuç vermektedir. Probertit frekans artışı ile yapısında oksit malzemeler barındırması açısından dielektrik davranış sergilediği elektriksel ölçümler ile ortaya konmuştur. Malzemede sıcaklık artışı ile oksit yapının ortadan kalkma eğiliminde olduğu ve elektriksel olarak iletken davranış sergilediğini söyleyebiliriz. Bu durumda iyi bir dielektrik Probertit malzemesinin oda sıcaklığı civarında 25  $^{\circ}$ C ve 50  $^{\circ}$ C sıcaklıkta elektriksel iletkenliği optimum olduğunu çizelge 4.5 de görmekteyiz. Ancak bu sıcaklıklardan sonra dielektrik gücün azalması; Probertitin yapısında bulunan B<sub>2</sub>O<sub>3</sub>'ün oda sıcaklığı ve 50 °C ye kadar olan kısmında dielektrik gücüne katkı yaptığını söyleyebiliriz. Probertitin elektrik modülüsü kritik frekans değerlerinde ve rezorans şartında elektromanyetik soğurma kapasitesine sahiptir. Bu durum eksponansiyel olmayan iletkenlik durulma türündedir. Bu özellikler özel beton türleri için elektromanyetik zırhlama bakımından elverişlidir. Probertit  $10^6$ -  $10^7$  Hz frekans aralığındaki geniş rezorans spektrum sergilemesi bakımından elektromanyetik zırhlama oluşturduğuna atfedilir.

Örneklerin 100 Hz ile 10MHz logaritmik frekans aralığındaki AC iletkenliğin reel kısmının ölçümlerinde ECTW örneğinin yüzey direnci 1,34x10<sup>9</sup> ohm/cm iken ECBW yüzey direnci 1,03x10<sup>9</sup> ohm/cm olduğu ve bunların Giga Ohm/cm seviyelerde olması yüksek seviyede dirence sahip malzemelerin özelliğinin de bir göstergesidir. ECTW içeriğinde bulunan % 3,98 oranındaki SiO<sub>2</sub>, ECBW'nin içeriğindeki SiO<sub>2</sub> (% 0,31) den fazla olması dikkate alınarak SiO<sub>2</sub>'nin yüzey direnç değerinin yükselmesine sebep olduğu düşünülebilir. Böylece ECTW malzemesinin yüksek dirençli olduğu anlaşılmaktadır. ECBW malzemesi ise düşük elektriksel iletime sahiptir. Bu durumda yüzey direnci büyük olan ECTW, yüksek yüzey direnci ve yüksek dielektrik sabiti sebebiyle zırhlama için daha uygun malzeme olduğu söylenebilir.

Seramik bazlı malzemeler yüksek dielektrik gücü ve düşük yoğunluğu sebebiyle hafif zırhlama sistemleridir. Yapısındaki SiO<sub>2</sub> oranı incelendiğinde ECTW içeriğinde % 3.988, Probertit içeriğinde % 1.510 ve ECBW içeriğinde % 0.318 olduğu görülmüştür. Bu sonuçtan hareketle en iyi seramik bazlı hafif zırhlama malzemesi olarak ECTW'yi önerebiliriz. ECTW oda sıcaklığındaki yüksek dielektrik sabiti, yüksek yüzey direnci, içeriğinde bulunan yüksek SiO<sub>2</sub> oranı sebebiyle ucuz ve etkin bir radyasyon soğurma malzemesi olarak önerilebilir.

# Öneriler

Sonuç olarak gerçekten ucuz, etkin ve alternatif bir elektromanyetik zırhlama malzemesi olarak ECTW' nin düşük elektriksel iletkenliği ya da yüksek direnç göstermesi elektromanyetik zırhlama ve elektrostatik dağıtma gibi uygulamalar için kullanılabilir ve hatta endüstriyel bir öneme haiz olduğunu söyleyebiliriz.

Kompleks dielektrik sabit ve etkin iletkenlik elektromanyetik dalgaların yayınımını önlemede temel rol oynar. ECTW içeren beton ve çimento, endüstriyel fizikte çok amaçlı olarak kullanılabilir.

Yüksek dielektrik sabitli sistemler düşük radyasyon gücüne sahiptir. Yüksek dielektrik sabitine sahip yeni ve farklı karışımların denenmesi ve bunların geliştirilmesi, betona ve çimentoya farklı konsantrasyonlarda ilave edilen katkı malzemesi aralığının genişletilmesi bakımından önemlidir. Bu yeni malzemelerin araştırılması mevcut yöntem ile sağlanabilir.
Gelecekte gama ve X-ışını kaynaklarıyla radyasyona maruz bırakılmış ECTW, ECBW, Probertit, Uleksit, Kolemanit, Pellet atığı, Tinkal, Kemererit, Pomza ve daha birçok malzemenin elektriksel ve manyetik özellikleri: Network Analyzer ve ESR (Elektromanyetik Spin Rezorans) teknikleri ile elektromanyetik dalga spektrumundaki soğurma ve manyetik özellikleri araştırılacaktır. Ayrıca endüstriyel bor atıklarıyla da ilgili elektriksel karakterizasyonu ve radyasyon duyarlılıkları ile ilgili deneysel parametrelerin ölçülmesine devam edilecektir.

#### KAYNAKLAR

- Andrade, C., Blanco V.M., Collazo A., Keddam M., No'voa X.R., Takenouti H., (1999). "Cement paste hardening process studied by impedance spectroscopy", Electrochimica Acta, 44:4313–4318.
- Abdel-Malik, T.G., Kassem M.E., Aly N.S. ve Khalil S. M., (1992). "AC conductivity of cobalt phthalocyanine", Acta Physica Polonica A, 81(6): 675.
- Badwal, S.P.S., (1988). Proceedings of International Seminar on Solid state Ionic Devices, 165, World Scientific Publishing, Singapore.
- 4. Bauerle, J.E., (1969). "Study of solid electrolyte polarization by a complex admittance method", Journal of Physics and Chemistry of Solids , 30: 2657.
- Coverdale, R.T., Christensen, B.J., Olson, R.A., Mason, T.O., Jennings, H.M., Garboczi, E.J., (1994). "Interpretation of the impedance spectroscopy of cement paste via computer modelling", Journal of Materials Science, 29:4984.
- Coverdale, R.T., Christensen, B.J, Jennings, H.M., Mason, T.O., Bentz, D.P., Garboczi, E.J., (1995). "Interpretation of the Impedance Spectroscopy of Cement Paste Via Computer Modelling. Part 1. Bulk Conductivity and Offset Resistance", Journal of Materials Science, 30:712.
- Christensen, B.J., Coverdale R.T., Olson R.A., Ford S.J., Garboczi E.J., Jennings H.M., Mason T.O.,(1994). "Impedance Spectroscopy of Hydrating Cement-based Materials; Measurements, Interpretation and Application", J. Am. Ceram. Soc., 77:2789.
- Christensen, B.J., Mason, T.O., Jennings, H.M., (1992). "Influence of Silica Fume on the Early Hydration of Portland Cements Using Impedance Spectroscopy", Journal of the American Ceramic Society, 75:939.
- Cabeza, M., Miranda, A., Merino, P., N'ovoa, X.R., S'anchez, I., (2002). "Impedance Spectroscopy Study of Hardened Portland Cement Paste", Cement and Concrete Research., 32:881.
- Chung, D.D.L., (2002). "Piezoresistivite Cement-Based Materials for Strain Sensing", The Journal of Intelligent Materials Systems and Structures, 13:599.

- 11. Cao, W., Gerhardt, R., (1990) "Calculation of Various Relaxation Times and Conductivity for a Single Dielectric Relaxation Process", Solid State Ionics, 42:213.
- Cole, K.S., ve Cole, R. H., (1941) "Dispersion and Absorption in Dielectrics" Journal of Chemical Physics, 9(4/41):341.
- Davidson, D.W., ve Cole, R. H (1951). "Dielectric Relaxation in Glycerol, Propylene Glycol, and *n*-Propanol", Journal of Chemical Physics, 19:1484.
- Dursun H. (2007). "Probertit Minarelinin Titriplex-111 Çözeltilerinde Çözünürlüğünün İncelenmesi", Yüksek Lisans Tezi, Atatürk Üniversitesi, fen Bilimleri Enstitüsü, Erzurum.
- El-Nahass, M.M., El-Deeb A.F., Abd-El-Salam, F., (2006). "Influence of Temperature and Frequency on the Electrical Conductivity and the Dielectric Properties of Nickel Phthalocyanine", Organic Electronics, 7 (5): 261–270
- Gu, P., Xie, P., Fu, Y., Beaudoin, J.J., (1994). "AC-Impedance Phenomena in Hydrating Cement Systems-Frequency Dispersion Angle and Pore-Size Distribution", Cement and Concrete Research, 24:86.
- Howell, F.S., Bose, R.A., Macedo, P.B., Moynihan, C.T., (1974). "Electrical Relaxation in a Glass-Forming Molten Salt", Journal of Physical Chemistry, 78:639.
- Hasar, U. C.,(2007). "Free-space nondestructive characterization of young mortar samples", Journal of Materials in Civil Engineering, 19 (8):674.
- Haddad, R. H., ve Al-Qadi, I.L., (1998). "Characterization of Portland Cement Concrete Using Electromagnetic Waves Over the Microwave Frequencies", Cement and Concrete Research, 28/10:1379-1391.
- Hench L.L., West J.K., (1990). Principles of Electronic Ceramics. Inc. John Wiley&Sons,Singapore.
- Havriliak, S., Negami S., (1967). "A complex plane representation of dielectric and mechanical relaxation processes in some polymers", Polymer, 8:161.
- Ingram, M.D., (1987). "Ionic Conductivity in Glass", Physics and Chemistry of Glasses, 28: 215.
- Jian Quan Qi Chen, Q.J., Wang W.P., Chan, Y., Helen, L.W., Longtu L., (2004).
  "Dielectric properties of barium titanate ceramics doped by B<sub>2</sub>O<sub>3</sub> vapor", Journal of Applied Physics, 96, 11:6937 6939.
- Jonscher, A. K., (1983). Dielectric relaxation in solids, Chelsea Dielectric Press Ltd. London.

- Jarosz G., Quinn, P.D., Stephan, N., Brehmer, L., (2005). "Dielectric Properties of Zinc Phthalocyanine Thin Films: Effects of Annealing in Air and in N2", Thin Solid Films, 474:301–305
- Keddam, M.H., Takenouti, No'voa, X.R., Andrade, C., Alonso, C., (1997).
  "Impedance measurements on cement paste", Cement and Concrete Research, 27:1191–1201.
- Lu, Yin Li, Haitao, Li, Qian Zhang, Boping., (2010). "Microstructure and Microwave Dielectric Properties of ZnO-B2O3 added (Ca0.254Li0.19Sm0.14)TiO3 Ceramics", Rare Metals, 29:243
- Liu, C., Angell, C.A., (1986). "Mechanical vs Electrical Relaxation in Agl-based Fast Ion Conducting Glasses", Journal of Non-Crystalline Solids, 83:162.
- McCarter, W. J., Chrisp, T. M., Starrs G., ve Blewett J., (2003). "Characterization and Monitoring of Cement-based Systems Using Intrinsic Electrical Property Measurements", Cement and Concrete Research, 33/2 : 197-206.
- Mc Carter, W.J., Brousseau, R., (1990). "The A.C. response of hardened cement paste", Cement and Concrete Research, 20:891.
- Millete, J., Gillou, M., (1967). "Determination of the Electric Semi-conduction in the binary Oxide Zirconia-Cerium Oxide", Journal of Chemical Physics, 64:1726
- Moynihan, C.T., Boesch, L.P., Laberge, N.L., (1973). "Decay Function for the Electric Field Relaxation in Vitreous Ionic Conductors", Physics and Chemistry of Glasses, 14(6): 122.
- Martin, S.W., Angell, C.A.,(1986). "Dc and Ac Conductivity in Wide Composition Range Li<sub>2</sub>O□P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> glasses", Journal of Non-Crystalline Solids, 83:185.
- Nagi, K.L, Mundy, J.N., Jain, H.,Kanert, O., Balzer Jollenbeck, G., (1984).
  "Correlation Between the Activation Enthalpy and Kohlrausch Exponent for Ionic Conductivity in Alkali Aluminogermanate Glasses", Physical Review B,39: 6169.
- Okutan, M., Yerli, Y., San, S.E., F. Yılmaz, Günaydın, O., Durak M., (2007).
  "Dielectric Properties of Thiophene Based Conducting Polymers", Synthetic Metals, 157/ 8-9:368-373.
- Okutan, M., Yakuphanoglu, F., San, S.E., Koysal, O., (2005a). "Impedance Spectroscopy and Dielectric Anisotropy-type Analysis in Dye-doped Nematic Liquid Crystals Having Different Preliminary Orientations", Physica B:Condensed Matters, 368/1-4:308-317.

- Okutan, M., Basaran, E., Bakan, H.I., Yakuphanoglu, F., (2005b). "AC Conductivity and Dielectric Properties of Co-doped TiO<sub>2</sub>", Physica B, 364/1-4:300-305.
- Prabakar, K., Narayandass, Sa.K., Mangalaraj, D., (2003). "Dielectric and Electric Modulus Properties of Vacuum Evaporated Cd0.8Zn0.2Te Thin Films", Materials Science and Engineering B, 98 : 225/231.
- Reza, F., Batson, G.B., Yamamuro, J.A. ve Lee, J.S., (2003). "Resistance Changes During Compression of Carbon Fiber Cement Composites", Journal of Materials in Civil Engineering, 15:476.
- Riad, A.S., (1999), "Influence of Dioxygen and Annealing Process on the Transport Properties of Nickel Phthalocyanine Schottky-barrier Devices", Physica B: Condensed Matter 270:148-156
- Rao, K.S., Prasad, D.M., Krishna, P.M., Latha, T.S., (2008) "Structure, Dielectric and Impedance Properties of Barium Strontium Samarium Bismuth Niobate Ceramic", Ceramics- Silikáty, 52:190-200.
- 42. Roling, B., (1999). "What Do Electrical Conductivity and Electrical Modulus Spectra Tell Us About the Mechanisms of Ion Transport Processes in Melts, Glasses, and Crystals?", Journal of Non-Crystalline Solids, 244:34.
- 43. Raju, G.G., (2003). Dielectrics in Electric Fields, Marcel Dekker, New York.
- 44. Sandrolini, L., Reggiani, U., Ogunsola, A.,(2007). "Modelling the electrical Properties of Concrete for Shielding Effectiveness Prediction", Journal of Physics. D: Applied Physics, 40:5366-5372.
- Shihub S.I., Gould R.D., (1995). "Frequency Dependence of Electronic Conduction Parameters in Evaporated Thin Films of Cobalt Phthalocyanine", Thin Solid Films, 254:187–193.
- Shihub S.I., (1996). "The Effects of Annealing on the AC Electrical Properties of Cobalt Phthalocyanine Thin Films", Physica B: Condensed Matter, 222:136–142
- Srivastava K.K., Kumaro A., Panwar O.S., Lakshminarayan K. N., (1979).
  "Dielectric Relaxation Study of Chalcogenide Glasses", Journal of Non-Crystalline Solids, 33:205.
- San S.E., Okutan M., Nyokong T., Durmuş M., Ozturk B., (2011). "Temperature Activated Ionic Conductivity in Gallium and Indium Phthalocyanines", Polyhedron, 30/6:1023-1026.

- Sinha S.K., Choudhary S.N., Choudhary R.N.P., (2001), "Structural and Dielectric Behavior of Pb(Mn<sub>1/4</sub>Zn<sub>1/4</sub> W<sub>1/2</sub>)O<sub>3</sub> Ceramics" Materials Chemistry and Physics, 70:296.
- Sidebottom D.L., Green P.F., Brow R.K., (1995). "Comparison of KWW and Power Law Analyses of an Ion-conducting Glass ", Journal of Non-Crystalline Solids, 183:151.
- Simmons J.G., Nadkarni G.S., Lancaster M.C., (1970). "Alternating Current Electrical Properties of Highly Doped Insulating Films", Journal of Applied Physics, 41:538.
- 52. Xu Z., Gu O., Xie P., Beaudoin J.J., (1993). "Application of AC Impedance Techniques in Studies of Porous Cementitious Materials II : relationship Between ACIS Behaviour and the Porous Microstructure", Cement and Concrete Research, 23:853.
- Wen S. and Chung D. D. L., (2003). "A Comparative Study of Steel –and- carbon-Fibre Cement as Piezoresistive Strain Sensors" Advance Cement Research, 15:119.

# ÖZGEÇMİŞ

# KİŞİSEL BİLGİLER

Adı Soyadı	Didem DELİPINAR	
Doğum Tarihi ve Yeri	12.03.1987 İstanbul	
Yabancı Dili	İngilizce	
E-posta	delipinardidem@hotmail.com	

### ÖĞRENİM DURUMU

Derece	Alan	Okul/Üniversite	Mezuniyet yılı
Lisans	Fizik	Dokuz Eylül Üniversitesi	2010
Lise	Fen	Çemberlitaş Kız Lisesi (YDA) 2005	

#### BiLDiRi

 M. OKUTAN, O. İÇELLİ, Z. YALÇIN, Ö.E.KARA, O.ARTUN, D. DELİPINAR, Radiation in Electrical Parameters for Electro-Coagulation of Bor Waste by Impedance Spectroscopy, 17Th International Symposium Boron, Borides and Related Materials, (2011)
 Z. YALÇIN, M. OKUTAN, O. İÇELLİ, O.ARTUN, Ö.E.KARA, D. DELİPINAR, Dielectric Constant and Dissipation Factor Measurement of Propertite Powders by Dielectric Spectroscopy, 17Th International Symposium Boron, Borides and Related Materials. , (2011)
 O. İÇELLİ, Z. YALÇIN, M. OKUTAN, D. DELİPINAR, Ö.E.KARA, O.ARTUN , Analysis of Impedance spectroscopy, polarization and resistivity behavior in electrocoagulation of thermal waste, 17Th International Symposium Boron, Borides and Related Materials, (2011)