



**T.C.**

**BATMAN ÜNİVERSİTESİ  
LİSANSÜSTÜ EĞİTİM ENSTİTÜSÜ**

**6BA/nABA (n=3, 4) SIVI KRİSTAL KARIŞIMLARININ ÜRETİMİ VE  
KARAKTERİZASYONU**

**Zafer EKER**

**YÜKSEK LİSANS TEZİ  
Fizik Anabilim Dalı**

**Danışman  
Doç. Dr. Mustafa OKUMUŞ**

**Ocak-2023  
BATMAN  
Her Hakkı Saklıdır**

## TEZ KABUL VE ONAYI

Zafer EKER tarafından hazırlanan “6BA/nABA (n=3, 4) SIVI KRİSTAL KARIŞIMLARININ ÜRETİMİ VE KARAKTERİZASYONU” adlı tez çalışması 12/01/2023 tarihinde aşağıdaki jüri tarafından oy birliği / oy çokluğu ile Batman Üniversitesi Lisansüstü Eğitim Enstitüsü Fizik Anabilim Dalı’nda YÜKSEK LİSANS TEZİ olarak kabul edilmiştir.

### Jüri Üyeleri

### İmza

#### Başkan

Prof. Dr. Şükrü ÖZĞAN

.....

#### Danışman

Doç. Dr. Mustafa OKUMUŞ

.....

#### Üye

Prof. Dr. Ömer GÜLLÜ

.....

Yukarıdaki sonucu onaylarım.

Prof. Dr. Osman PAKMA

Lisansüstü Eğitim Enstitüsü Müdür V.

Bu tez çalışması Batman Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Birimi tarafından BTÜBAP-2022-YL-014 nolu proje ile desteklenmiştir.

## **TEZ BİLDİRİMİ**

Bu tezdeki bütün bilgilerin etik davranış ve akademik kurallar çerçevesinde elde edildiğini ve tez yazım kurallarına uygun olarak hazırlanan bu çalışmada bana ait olmayan her türlü ifade ve bilginin kaynağına eksiksiz atıf yapıldığını bildiririm.

## **DECLARATION PAGE**

I hereby declare that all information in this document has been obtained and presented in accordance with academic rules and ethical conduct. I also declare that, as required by these rules and conduct, I have fully cited and referenced all material and results that are not original to this work.

Zafer EKER

12/01/2023

## ÖZET

### YÜKSEK LİSANS TEZİ

## 6BA/nABA (n=3, 4) SIVI KRİSTAL KARIŞIMLARININ ÜRETİMİ VE KARAKTERİZASYONU

Zafer EKER

BATMAN ÜNİVERSİTESİ LİSANSÜSTÜ EĞİTİM ENSTİTÜSÜ  
FİZİK ANABİLİM DALI

Danışman: Doç. Dr. Mustafa OKUMUŞ

2023, 56 Sayfa

Jüri

Prof. Dr. Şükrü ÖZĞAN  
Doç. Dr. Mustafa OKUMUŞ  
Prof. Dr. Ömer GÜLLÜ

Bu tez çalışmasında mezojenik olmayan 3-Aminobenzoik asit (3ABA) ve 4-Aminobenzoik asit (4ABA) ile mezojenik olan 4-Hekzilbenzoik asit (6BA) belirli oranlarda karıştırılarak homojen sıvı kristal karışımlar üretilmiştir. Üretilen sıvı kristal karışımların termal, mikroyapısal ve optiksel özellikleri incelenmiştir. Termal analizler Diferansiyel Taramalı Kalorimetre (DSC) cihazı kullanılarak yapılmıştır. DSC dataları kullanılarak sıvı kristal fazlarda faz geçiş sıcaklığı, entalpisi ve aktivasyon enerjisi gibi önemli özellikler incelenmiştir. DSC sonuçları sürekli ısıtma ve soğutma sırasında sıvı kristal fazları işaret eden Smektik ve Nematik faz geçiş piklerini göstermiştir. Soğutma sırasında elde edilen faz geçiş sıcaklık değerlerinin ısıtma sırasında elde edilen faz geçiş sıcaklık değerlerinden daha düşük olduğu görülmüştür. Sıvı kristal faz adlandırmalarını yapmak için Polarize optik mikroskop (POM) ile çalışmalar yapılmıştır. POM analizleri sonucunda DSC ile uyumlu olarak, üretilen sıvı kristal karışımlarda Smektik A, Smektik C ve nematik fazları tespit edilmiştir. Faz geçiş pik değerleri kullanılarak her bir faz geçişi için aktivasyon enerjisi değerleri hesaplanmıştır. 6BA/3ABA ve 6BA/4ABA ikili karışımlarının FTIR analizleri yapılarak karışım bileşenlerinin molekülleri arasında hidrojen bağlarının olduğu görülmüştür. Ayrıca üretilen numunelerin kristografik yapı özellikleri X-ışını difraksiyonu (XRD) ile incelenmiştir. XRD sonuçları kullanılarak moleküler dizilimlerde bazal mesafe değerleri hesaplanmıştır. Karışımın bazal mesafe değerlerinin bileşenlerin bazal mesafe değerleri arasında olduğu görülmüştür.

**Anahtar kelimeler:** DSC, Faz Geçişleri, FTIR, POM, Sıvı Kristal Karışımlar, Termal Özellikler, XRD.

## **ABSTRACT**

### **MASTER'S THESIS**

# **PRODUCTION AND CHARECTERIZATION OF 6BA/nABA (n=3, 4) LIQUID CRYSTAL MIXTURES**

**Zafer EKER**

**BATMAN UNIVERSITY GRADUATE EDUCATION INSTITUTE  
DEPARTMENT OF PHYSICS**

**Advisor: Assoc. Prof. Dr. Mustafa OKUMUŞ**

**2023, 56 Pages**

**Jury**

**Prof. Dr. Şükrü ÖZĞAN  
Assoc. Prof. Dr. Mustafa OKUMUŞ  
Prof. Dr. Ömer GÜLLÜ**

In this thesis, homogeneous liquid crystal mixtures were produced by mixing non-mesogenic 3-Aminobenzoic acid (3ABA) and 4-Aminobenzoic acid (4ABA) with mesogenic 4-Hexylbenzoic acid (6BA) in certain proportions. The thermal, microstructural and optical properties of the produced liquid crystal mixtures were investigated. Thermal analyzes were made using a Differential Scanning Calorimetry (DSC) device. By using DSC data, important properties such as phase transition temperature, enthalpy and activation energy in liquid crystal phases were investigated. DSC results showed Smectic and Nematic phase transition peaks, indicating liquid crystalline phases during continuous heating and cooling. It was observed that the phase transition temperature values obtained during cooling were lower than the phase transition temperature values obtained during heating. Polarized optical microscope (POM) studies were carried out to make liquid crystal phase naming. Consistent with DSC, as a result of POM analysis, smectic A, smectic C and nematic phases were detected in the produced liquid crystalline mixtures. Activation energy values were calculated for each phase transition using the phase transition peak values. FTIR analysis of the binary mixtures of 6BA/3ABA and 6BA/4ABA was performed and it was observed that hydrogen bonds were formed between the molecules of the mixture components. In addition, the crystallographic properties of the produced samples were investigated by X-ray diffraction (XRD). Basal distance values were calculated in molecular sequences using XRD results. It was observed that the basal distance values of the mixture were between the basal distance values of the components.

**Keywords:** DSC, Phase Transitions, FTIR, POM, Liquid Crystal Mixtures, Thermal Properties, XRD.

## ÖNSÖZ

Yüksek lisans eğitimim boyunca ilgi ve alakasını esirgemeyen, bilgi ve tecrübesiyle beni sürekli destekleyen hocam Sayın Doç. Dr. Mustafa OKUMUŞ'a teşekkürlerimi sunarım.

Polarize Optik Mikroskobu kullanımında yardımcı olan Jeoloji Mühendisliği öğretim üyesi Sayın Dr. Öğr. Üyesi Salih Dinç'e teşekkürlerimi sunarım.

Çalışmalarım süresince manevi desteklerini esirgemeyen değerli eşime ve çocuklarıma teşekkür ederim.

Zafer EKER

BATMAN-2023

## İÇİNDEKİLER

<b>ÖZET</b> .....	<b>iv</b>
<b>ABSTRACT</b> .....	<b>v</b>
<b>ÖNSÖZ</b> .....	<b>vi</b>
<b>İÇİNDEKİLER</b> .....	<b>viii</b>
<b>SİMGELER VE KISALTMALAR</b> .....	<b>x</b>
<b>ŞEKİLLER</b> .....	<b>x</b>
<b>ÇİZELGELER</b> .....	<b>xiii</b>
<b>1. GİRİŞ</b> .....	<b>1</b>
1.1. Sıvı Kristaller .....	2
1.2. Sıvı Kristallerin Sınıflandırılması .....	3
1.2.1. Termotropik Sıvı Kristaller .....	4
1.2.1.1. Smektik Sıvı Kristaller .....	5
1.2.1.2. Nematik Sıvı Kristaller .....	7
1.2.1.3. Kolesterik Sıvı Kristaller .....	8
1.2.2. Liyotropik Sıvı Kristaller .....	9
1.3. Sıvı Kristallerin Kullanım Alanları .....	9
1.4. İkili Sıvı Kristal Karışımlar .....	11
1.4.1. Polimer-Sıvı Kristal Karışımlar .....	12
1.4.2. Sıvı Kristal- Sıvı Kristal Karışımlar .....	13
1.4.3. Nanopartikül Katkılı Sıvı Kristaller.....	14
<b>2. KAYNAK ARAŞTIRMASI</b> .....	<b>16</b>
<b>3. MATERYAL VE YÖNTEM</b> .....	<b>21</b>
3.1. Malzemeler .....	21
3.2. Karışımların Hazırlanması .....	22
3.3. Deneyde Kullanılan Cihazlar .....	23
3.3.1. X- Işını Difraktometre (XRD) .....	23
3.3.2. Polarize Optik Mikroskop (POM) .....	25
3.3.3. Diferansiyel Taramalı Kalorimetre (DSC) .....	27
3.3.4. Fourier Dönüşümlü Kızılötesi Spektrometre (FTIR) .....	28
<b>4. ARAŞTIRMA SONUÇLARI VE TARTIŞMA</b> .....	<b>30</b>
4.1. DSC Çalışmaları .....	30
4.1.1. 6BA, 4ABA ve 3ABA Kimyasallarının Termal Analizi .....	30
4.1.2. 4:1 Oranındaki 6BA/3ABA Sıvı Kristal Karışımının Termal Analizi.....	33

4.1.3. 3:2 Oranındaki 6BA/3ABA Sıvı Kristal Karışımının Termal Analizi.....	34
4.1.4. 2:3 Oranındaki 6BA/3ABA Sıvı Kristal Karışımının Termal Analizi.....	35
4.1.5. 1:4 Oranındaki 6BA/3ABA Sıvı Kristal Karışımının Termal Analizi.....	37
4.1.6. 1:1 Ağırlık Oranındaki Sıvı Kristal Karışımların Termal Analizi.....	38
4.1.7. 1:1 Mol Oranındaki Sıvı Kristal Karışımların Termal Analizi.....	39
4.1.8. 1:1 Mol Oranındaki 6BA/4ABA Sıvı Kristal Karışımın Isıtma Oranına Bağlı Termal Analizi.....	41
4.2. POM Çalışmaları .....	44
4.2.1. 6BA/3ABA Sıvı Kristal Karışımların POM Analizi .....	44
4.2.2. 6BA/4ABA Sıvı Kristal Karışımların POM Analizi .....	46
4.3. FTIR Çalışmaları .....	48
4.3.1. 6BA ve 3ABA Sıvı Kristallerin FTIR Analizi .....	48
4.3.2. 1:1 Ağırlık Oranında Üretilen Sıvı Kristal Karışımların FTIR Analizi.....	49
4.3.3. 1:1 Mol Oranında Üretilen Sıvı Kristal Karışımların FTIR Analizi.....	50
4.4. XRD Çalışmaları.....	52
<b>5. SONUÇLAR VE ÖNERİLER.....</b>	<b>54</b>
<b>KAYNAKLAR.....</b>	<b>57</b>
<b>ÖZGEÇMİŞ .....</b>	<b>62</b>



## SİMGELER VE KISALTMALAR

### Simgeler

<b>n</b>	Moleküllerin Ortalama Yön Direktörü
<b>nm</b>	Nanometre
<b><math>\theta</math></b>	Eğim Açısı, Sapma Açısı
<b>R</b>	Gaz Sabiti
<b>T</b>	Sıcaklık
<b>B</b>	Isıtma Oranı
<b>E<sub>a</sub></b>	Aktivasyon Enerjisi

### Kısaltmalar

<b>K</b>	Kristal Faz
<b>CCD</b>	Sarj Bağlantılı Cihazlar
<b>DSC</b>	Diferansiyel Taramalı Kalorimetre
<b>FTIR</b>	Fourier Dönüşümlü Kızılötesi Spektrometrisi
<b>I</b>	İzotropik Faz
<b>LC</b>	Sıvı Kristal
<b>N</b>	Nematik Faz
<b>NP</b>	Nanopartikül
<b>NPLC</b>	Nanopartikül Sıvı Kristal
<b>HBLC</b>	Hidrojen Bağlı Sıvı Kristaller
<b>POM</b>	Polarize Optik Mikroskop
<b>SmA</b>	Smektik A Fazı
<b>SmC</b>	Smektik C Fazı
<b>SmG</b>	Smektik G Fazı
<b>LCD</b>	Sıvı Kristal Görüntü
<b>SLM</b>	Uzamsal Işık Düzenleyici
<b>LCTF</b>	Sıvı Kristal Ayarlanabilir Filtre
<b>XRD</b>	X-Işını Difraktometresi
<b>3ABA</b>	3-Aminobenzoik asit
<b>4ABA</b>	4-Aminobenzoik asit
<b>6BA</b>	4-HekzilBenzoik Asit

## ŞEKİLLER

Şekil 1.1: Moleküllerin katı, sıvı ve sıvı kristal fazlarındaki dizilişi.....	3
Şekil 1.2: Sıvı kristallerin sınıflandırılması.....	4
Şekil 1.3: 4-n-pentylbenzenethio-4' n-decyloxybenzoate bileşiğine ait faz geçiş sıcaklıkları.....	5
Şekil 1.4: Termotropik sıvı kristallerin önemli üç tipi; nematik, smetik ve kolesterik....	5
Şekil 1.5: Smektik sıvı kristalin a) yönelimi b) POM kullanılarak çekilmiş fotoğrafı.....	6
Şekil.1.6: Smektik-A ve Smektik-C Fazları.....	6
Şekil 1.7: Nematik sıvı kristal fazının a) yönelimi, b) POM kullanılarak çekilmiş fotoğrafı .....	8
Şekil 1.8: Kolesterik sıvı kristallerde moleküllerinin a) yönelim b) POM'dan elde edilen fotoğraf .....	8
Şekil 1.9: Sabunun kimyasal yapısı.....	9
Şekil 1.10: Sıvı kristal malzemelerin uygulama alanları .....	11
Şekil 1.11: Esnek bir polimer ve "uzun" bir sıvı kristalin karışımlarının faz diyagramları .....	13
Şekil 1.12: LC varlığında karışık bir ligand tabakası ile kaplanmış bir parçacığın şeması çözücü (siyah elipsoidler).....	15
Şekil 3.1: Elde edilen numunelerin karışım oranları ve işlem basamakları .....	23
Şekil 3.2: X-Işını Difraktometresi (XRD) .....	25
Şekil 3.4: Leica marka polarize optik mikroskop ve görüntü oluşumu.....	26
Şekil 3.5: Diferansiyel taramalı kalorimetre (DSC) cihazı.....	27
Şekil 3.6: FTIR spektrometri cihazı .....	29
Şekil 4.1: Saf 6BA sıvı kristalinin DSC ile elde edilen ısıtma ve soğutma grafiği .....	31
Şekil 4.2: Saf 4ABA kimyasalının DSC ile elde edilen sürekli ısıtma ve soğutma grafiği.....	32
Şekil 4.3: Saf 3ABA sıvı kristalinin DSC ile elde edilen sürekli ısıtma ve soğutma grafiği.....	33
Şekil 4.4: 4:1 oranındaki 6BA/3ABA sıvı kristal karışımının DSC ile elde edilen devamlı ısıtma ve soğutma grafiği .....	33
Şekil 4.5: 3:2 oranındaki 6BA/3ABA sıvı kristal karışımının DSC ile elde edilen devamlı ısıtma ve soğutma grafiği .....	35
Şekil 4.6: 2:3 oranındaki 6BA/3ABA sıvı kristal karışımının DSC'den elde edilen devamlı ısıtma ve soğutma grafiği.....	36
Şekil 4.7: 1:4 oranındaki 6BA/3ABA sıvı kristal karışımının DSC ile elde edilen devamlı ısıtma ve soğutma grafiği.....	37
Şekil 4.8: 1:1 ağırlık(wt) oranındaki sıvı kristal karışımların DSC ile elde edilen devamlı ısıtma ve soğutma grafiği.....	38
Şekil 4.9: 1/1 (mol/mol) oranında oluşturulan 6BA/4ABA ve 6BA/3ABA sıvı kristal karışımının 10 °C/dak ısıtma ve soğutma oranında elde edilen DSC sonuçları.....	40
Şekil 4.10: 1/1 (mol/mol) oranında oluşturulan 6BA/4ABA sıvı kristal karışımından DSC ile elde edilen farklı ısıtma oranlarındaki grafikleri .....	41
Şekil 4.11: 1/1 (mol/mol) oranında oluşturulan 6BA/4ABA sıvı kristal karışımından DSC ile elde edilen farklı soğutma oranlarındaki grafikleri.....	42
Şekil 4.12: 6BA/3ABA (%wt) 1:1 oranında üretilen karışımlarının sürekli ısıtma sırasında a) Kristal faz b) Nematik faz c) Nematik- izotropik faz geçişi d) İzotropik faz ve soğutma sırasında e) Nematik faz f) Kristal faz için elde edilen POM fotoğrafları .....	45

Şekil 4.13: 6BA/3ABA (%mol) 1:1 oranında üretilen karışımlardan sürekli ısıtma sırasında a) Kristal faz b) Smektik G fazı c) Nematik faz d) Nematik-izotropik faz geçişi e) İzotropik faz ve soğutma sırasında f) Smektik G faz için elde edilen POM fotoğrafları.....	46
Şekil 4.14: 6BA/4ABA (%wt) 1:1 oranında üretilen karışımın sürekli ısıtma sırasında a) Kristal faz b) Nematik faz c) Nematik-izotropik faz geçişi d) İzotropik faz ve soğutma sırasında e) Nematik faz f) Kristal faz için elde edilen POM fotoğrafları .....	47
Şekil 4.15: 6BA/4ABA (%mol) 1:1 oranında üretilen karışımın sürekli ısıtma sırasında a) Kristal faz b) Smektik C fazı c) Nematik faz d) Nematik-izotropik faz geçişi e) İzotropik faz ve soğutma sırasında f) I-N faz geçişi g) Nematik-smektik C faz geçişi h) Smektik C fazı ı) Kristal fazı için elde edilen POM fotoğrafları.....	48
Şekil 4.16: 6BA ve 3ABA sıvı kristallerin FTIR spektrumu.....	49
Şekil 4.17: 6BA/3ABA ve 6BA/4ABA sıvı kristal karışımların FTIR spektrumu.....	50
Şekil 4.18: 6BA/3ABA ve 6BA/4ABA sıvı kristal karışımların FTIR spektrumu.....	51
Şekil 4.19: 6BA /3ABA ikili sıvı kristal karışımlarının XRD analizleri.....	52
Şekil 4.20: 6BA / 4ABA ikili sıvı kristal karışımlarının XRD analizleri.....	53

## ÇİZELGELER

Çizelge 3.1: Deneyde kullanılan sıvı kristallerin lineer formülü ve kimyasal yapısı.....	21
Çizelge 3.2: Kullanılan kimyasal maddeler ile elde edilen karışımlar.....	22
Çizelge 4.1: 6BA,4ABA ve 3ABA kimyasalların entalpi değişim ( $\Delta H$ ) ve faz geçiş pik sıcaklık (T) değerleri .....	31
Çizelge 4.2: 4:1 oranındaki 6BA/3ABA sıvı kristalinin entalpi değişim ( $\Delta H$ ) ve faz geçiş pik sıcaklık (T) değerleri .....	34
Çizelge 4.3: 3:2 oranındaki 6BA/3ABA sıvı kristalinin entalpi değişimleri ( $\Delta H$ ) ve faz geçiş pik sıcaklık (T) değerleri.....	35
Çizelge 4.4: 2:3 oranındaki 6BA/3ABA sıvı kristalinin entalpi değişim ( $\Delta H$ ) ve faz geçiş pik sıcaklık (T) değerleri .....	36
Çizelge 4.5: 1:4 oranındaki 6BA/3ABA sıvı kristalinin entalpi değişim ( $\Delta H$ ) ve faz geçiş pik sıcaklık (T) değerleri .....	38
Çizelge 4.6: 1:1 ağırlık oranındaki sıvı kristallerin entalpi değişim ( $\Delta H$ ) ve faz geçiş pik sıcaklık (T) değerleri .....	39
Çizelge 4.7: 1:1 mol oranındaki sıvı kristallerin entalpi değişim ( $\Delta H$ ) ve faz geçiş pik sıcaklık (T) değerleri .....	41
Çizelge 4.8: Isıtma oranına bağlı olarak 6BA/4ABA sıvı kristal karışımının faz geçiş sıcaklıkları .....	43
Çizelge 4.9: 6BA/4ABA sıvı kristal karışımının faz geçiş aktivasyon enerjileri.....	44

## 1. GİRİŞ

Taneciklerin diziliş şekillerine göre maddeler temel olarak doğada üç halde bulunurlar. Bunlar; katı, sıvı ve gazdır. Katı hal durumunda tanecikler arası boşluklar çok küçük olduğu için tanecikler arasında güçlü bir bağ oluşur. Dolayısıyla tanecikler hareket edemez ve sadece titreşim hareketi yaparlar. Bu yüzden katı maddelerin şekilleri de hacimleri de vardır. Katılar ısıtılırsa taneciklerin titreşimi artar ve tanecikler arası bağlar zayıflayarak madde sıvı hale geçmiş olur. Madde sıvı halde iken tanecikler arasındaki boşluklar katılara göre daha fazla olduğu için tanecikler titreşim hareketinin yanında öteleme ve dönme hareketi de yapar. Dolayısıyla sıvı madde akışkan özelliği kazanmış olur. Sıvılar öteleme ve dönme hareketi yapabildiği için belirli bir hacimleri vardır ancak belirli bir şekilleri yoktur. Bu yüzden buldukları kabın şeklini alırlar. Sıvı kristaller, kristal yapıları katıların anizotropik ve sıvıların izotropik özelliklerini taşımanın yanında, onlardan farklı olarak katı ve sıvılarda gözlenemeyen bazı özelliklere de sahiptirler. Bu sıvı kristal maddeler ısıtıldığında anizotropik katıdan izotropik sıvıya doğrudan geçmek yerine ara fazlar göstererek kademeli bir geçiş gösterirler. Sıvı kristaller, katıların düzenli kristal yapısı ile sıvıların akışkan yapısını bir arada bulundurduğundan üstün özelliklere sahip olabilirler.

Sıvı kristallerin geometrik anizotropileri fazla olduğundan dolayı basınç, sıcaklık, manyetik alan, elektrik alan gibi etkiler altında farklı durumlar göstermesinden dolayı bilim insanlarının ilgisini çekmiştir. Manyetik ve elektrik alanında moleküllerin düzenli bir şekilde dizilmesi, çift kırınım, iletkenlik, viskozite ve esneklik gibi özellikler barındırması sıvı kristallerin kullanım alanının artmasına sebep olmuştur. Sıvı kristallerin çok kullanım alanlarından birisi sıvı kristal görüntü (LCD) teknolojisidir. Televizyonlarda, hesap makinelerinde, cep telefonu ekranlarında, uçak kokpitlerinde, saatlerde, monitörlerde, hologramlarda, radyo frekanslarının yakalanmasında, sıcaklık sensörlerinde vs. sıvı kristal ekranlar yaygın olarak kullanılmaktadır (Harris, 2007).

Sıvı kristaller, üzerine uygulanan sıcaklık arttıkça genellikle smektik, nematik ve izotropik fazlar sergilemektedir. Oluşturulan sıvı kristal karışım da en az smektik veya nematik fazları göstermelidir. Ayrıca sıvı kristal karışım izotropik faz durumunda iken soğutulmaya başlandığında yine izotropik-nematik-smektik-kristal faz geçişlerini göstermelidir. Eğer bu dönüşüm gerçekleşmiyorsa üretilen sıvı kristal karışım üstün fiziksel özelliklere sahip olamaz ve ekran teknolojisinde kullanımı imkânsızlaşır. Bu

malzemelerin hangi sıcaklık aralığında hangi fazı gösterdiğinin bilinmesi ve fazın morfolojik yapısının araştırılması son derece önemlidir. Literatürde, sıvı kristal yapıda üretilen karışımlar ısıtma ve soğutma işlemlerine tabi tutularak, karışımların faz geçiş sıcaklıkları, faz geçiş entalpileri, faz geçiş aktivasyon enerjileri, düzen parametresi ve termal stabilite faktörü araştırılmıştır (Okumuş ve ark., 2016).

Günümüz teknolojisinde kullanılan sıvı kristaller veya sıvı kristal karışımlar, geniş sıcaklık aralığında çalışma, yüksek çözünürlük sağlama ve az elektrik tüketimi gibi özellikleri gösterememektedirler. Bu sebepten dolayı tezde sanayinin ihtiyacı olan üstün özelliklere sahip sıvı kristal karışımların oluşturulması hedeflenmektedir. Literatüre göre sıvı kristal karışımlar kendilerini oluşturan saf maddelerden farklı özellikler göstermektedirler. Burada önemli olan, karışım hangi oranlarda olursa daha üstün özelliklere sahip malzemelerin oluşturulmasıdır. Bu nedenle tez kapsamında üretilen sıvı kristal karışımların fiziksel özelliklerine, deneyde kullanılan aminobenzoik asit (nABA) grubu ve 4 heksilbenzoik asit (6BA) malzemesinin etkileri ayrı ayrı araştırılmıştır. Bunun için kullanılacak olan grupların oranları değiştirilerek sıvı kristal karışımlar üretilmiştir. Üretilen karışımlarda faz geçiş sıcaklıkları, entalpileri ve faz tipleri incelenmiştir (Rajanandkumar ve ark., 2013, s. 60-79).

Tez çalışmasında mezojenik olmayan 3-Aminobenzoik asit ve 4-Aminobenzoik asitleri ile 4-Hekzilbenzoik asit belirli oranlarda karıştırılarak homojen sıvı kristal karışımlar oluşturulmuştur. Üretilen sıvı kristal karışımların termal, mikroyapısal ve optiksel özellikleri incelenmiştir.

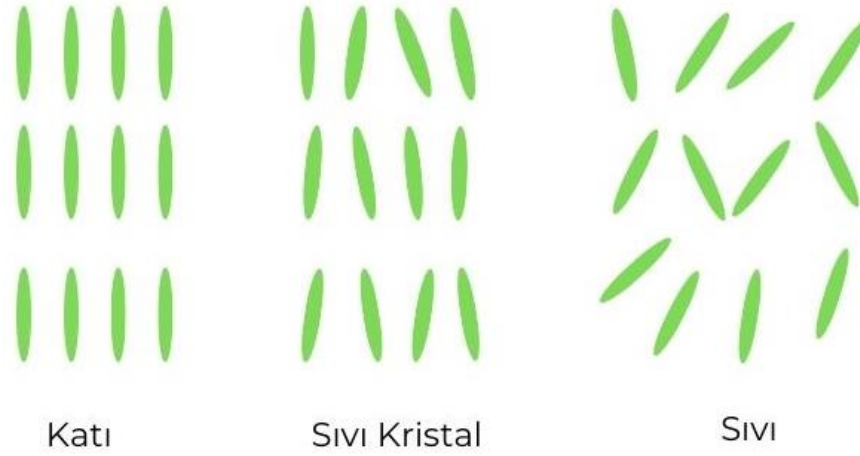
### **1.1. Sıvı Kristaller**

Maddelerin katı ve sıvı fazı arasındaki hali sıvı kristal olarak adlandırılır. Sıvı kristaller moleküllerin sahip olduğu düzenlilik, katı kristalin üç boyutlu düzeniyle izotropik bir sıvının düzensizliği arasında yer alıp her iki faz özelliğini taşımaktadır. Sıvı kristaller, izotropik sıvıların ve anizotropik kristal yapıları katıların özelliklerini taşımanın yanında, farklılık olarak sıvılar ve katılarda gözlenemeyen birtakım özelliklerde barındırır. Bu sıvı kristaller ısıtıldıkları zaman anizotropik katıdan izotropik sıvıya geçerken ara fazlar göstererek sıralı bir geçiş gösterirler.

Sıvı kristaller, katı ve sıvı haller arasında ara madde olan maddenin dördüncü halini temsil eder. Bu nedenle, anizotropik sıvılardır. Bu malzemelere büyük ilgi gösterilmesine ve bu malzemelerin uygulanmasına yol açan bu gerçektir. Sıvı kristaller ilk olarak 18. yüzyılın ortalarından sonra tanımlandı, ancak onlara olan ilgi Hull

Üniversitesi'nden George Gray'in siyanobifenil sıvı kristallerini keşfettiği 1970'lerin başında gerçekten arttı. Bu malzemeler sıvı kristal ekranlarda uygulama için tüm doğru özelliklere sahipti ve bir İngiliz konsorsiyumu tarafından ticarileştirildi. Bu gelişme LCD endüstrisi ortaya çıkmasına sebep olmuştur (Bruce, url)

Bütün maddelerin molekül yapıları birbirine göre farklılık göstermektedirler. Bunlar ise katı, sıvı ve gaz hallerdir. Bu hallerde moleküller çeşitli dış etkenlerle (basınç, ısı, kimyasal etkileşim vb.) değişikliklere uğramaktadırlar. Moleküllerin ortamda dizilimleri Şekil 1.1'de görülmektedir. Şekil 1.1'de görüldüğü gibi sıvı kristaller maddenin katı hali ile sıvı hali arasında bir faz olup her iki fazında özelliklerini gösteren malzemelerdir (Emek, 2007, s.2-35).

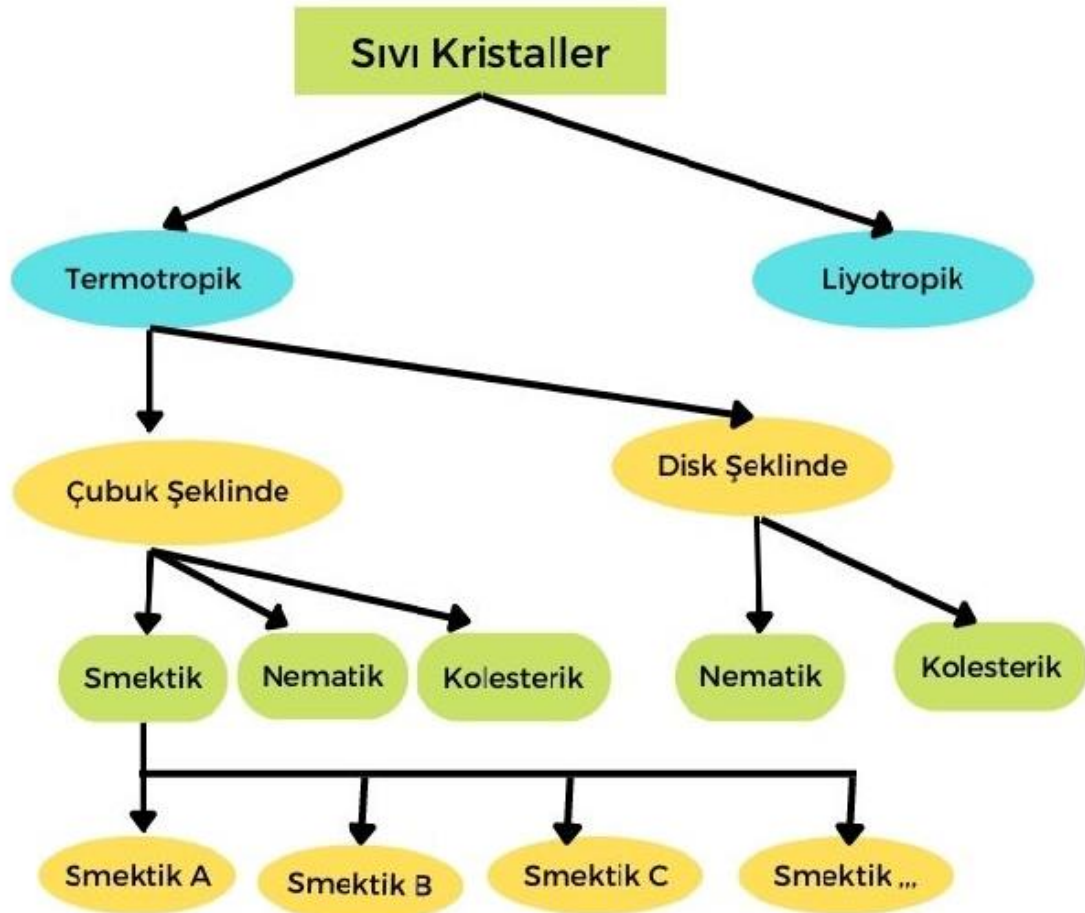


Şekil 1.1: Moleküllerin katı, sıvı ve sıvı kristal fazlarındaki dizilişi

## 1.2. Sıvı Kristallerin Sınıflandırılması

Sıvı kristaller, oluşma sebeplerine bağlı olarak liyotropik ve termotropik olmak üzere iki ana gruba ayrılmaktadır. Sıvı kristal ve mezojen terimleri eş anlamlı olarak kullanılır. Sıvı kristalliğin temel koşulu molekülün yüksek derecede şekil anizotropisi (disk benzeri veya çubuk benzeri) sergilemesidir. Molekülün yapısına bağlı olacak şekilde, bir bileşik birçok sıvı fazdan birine geçebilir. Madde izotropik sıvıya geçmeden önce düzen ve simetriyle karakterize edilir. Faz geçişleri sıcaklığa bağlı olarak gerçekleşenlere termotropik sıvı kristaller, çözücünün etkisiyle oluşanlar ise liyotropik sıvı kristaller olarak bilinir. Ayrıca sıvı kristaller disk benzeri (distik) ve çubuk benzeri (kalamitik) olarak da sınıflandırılır (Woltman ve ark., 2007, s.1-3). Şekil 1.2'de görüldüğü gibi termotropik sıvı kristaller çubuk ve disk şeklinde olmak üzere ikiye

ayrılır. Çubuk şeklinde olan termotropik sıvı kristaller ise smektik, nematik ve kolesterik fazlar olmak üzere üçe ayrılır. Smektik fazda smektik A, smektik B, smektik C... gibi sınıflandırılır.



Şekil 1.2: Sıvı kristallerin sınıflandırılması

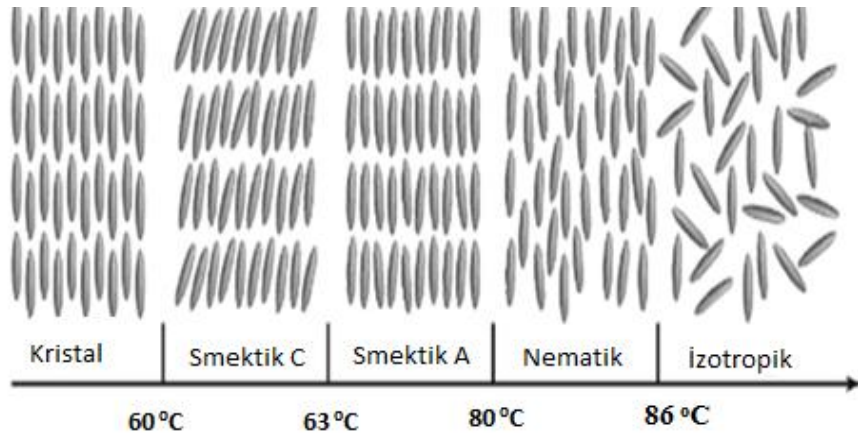
### 1.2.1. Termotropik Sıvı Kristaller

Termotropik sıvı kristaller; belirli bir sıcaklık aralığında izotropik sıvının soğutulmasıyla ya da kristalin ısıtılmasıyla oluşur. Termotropik sıvı kristallerin büyük bir bölümü geniş ölçüde nematik, kolesterik ve smektik olarak gruplandırılanlar çubuk benzeri moleküller içermektedir. Şekil 1.3'te artan sıcaklıkla belirli bir faz sırası görülmektedir. Bu özel faz dizisi ve karşılık gelen sıcaklıklar 4-n-pentylbenzenethio-4' n-decyloxybenzoate bileşiği tarafından sergilenmektedir. Bu bileşik çok çeşitli fazlara sahip olduğundan sıvı kristal özellik gösteren oldukça fazla bileşik arasından seçilmiştir.

En yaygın olarak kullanılan sıvı kristaller doğrusal ve doğrusal olmayan optik özellikleri açısından kapsamlı bir şekilde incelenen termotropik sıvı kristallerdir. Sıcaklığın bir



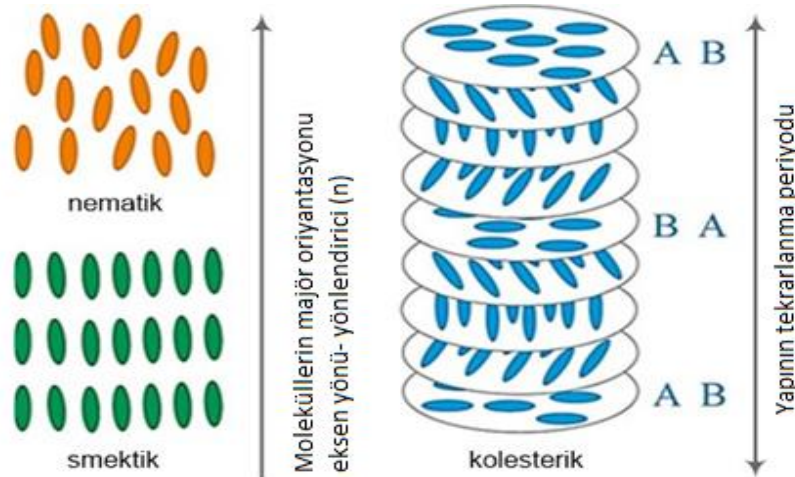
fonksiyonu olarak çeşitli sıvı kristal fazlar sergilerler. Moleküler yapıları genel olarak oldukça karmaşık olmakla birlikte, genellikle "sert çubuklar" olarak temsil edilir (Ekinci, 2014).



Şekil 1.3: 4-n-pentylbenzenethio-4' n-decyloxybenzoate bileşiğine ait faz geçiş sıcaklıkları

Bu rijit çubuklar birbirleriyle etkileşir ve farklı düzenli yapılar oluşturur. Üç ana termotropik sıvı kristal sınıfı vardır. Bunlar nematik, kolesterik ve smektik sıvı kristallerdir.

Termotropikler Şekil 1.4'te verildiği gibi disk biçiminde ya da çubuksu moleküllerden oluşmaktadır.



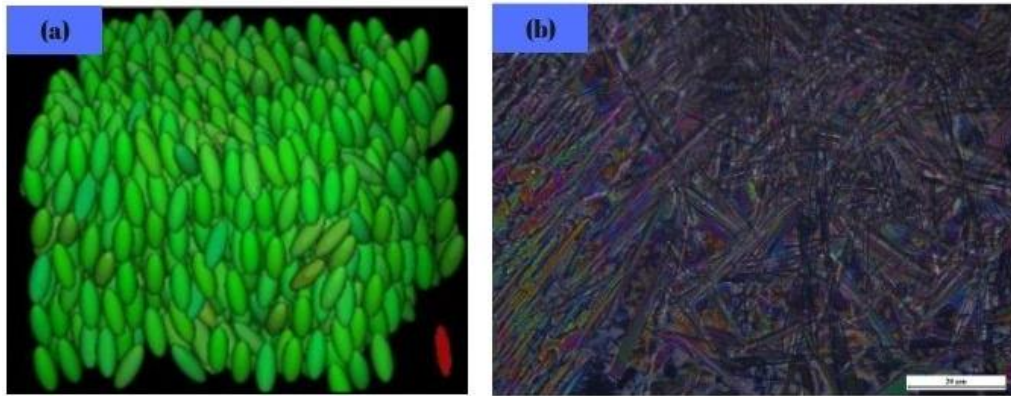
Şekil 1.4: Termotropik sıvı kristallerin önemli üç tipi; nematik, smetik ve kolesterik (url)

### 1.2.1.1. Smektik Sıvı Kristaller

Sabunlukların dibindeki kaygan, kalın tabakaya eşdeğer olarak tanımlanmakta olan sıvı kristalin smektik fazı, kristal molekülünde nematik fazda bulunmayan öteleme düzeniyle karakterize edilmektedir. Nematik sıvı kristaldeki moleküllerin yaptığı gibi benzer yönelimi

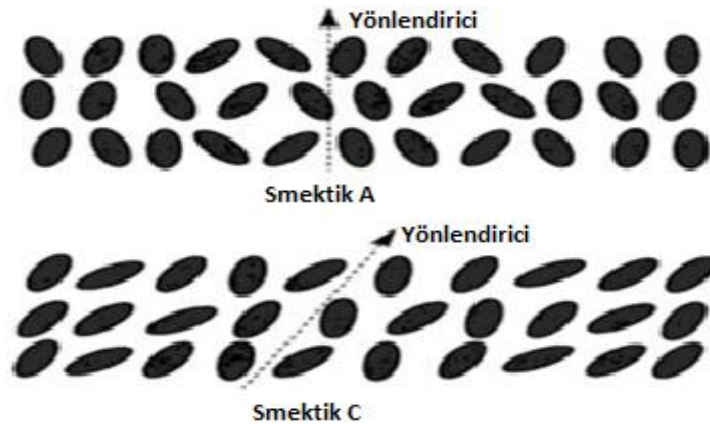
koruyarak ve aynı yönü işaret ederek, bu basamakta moleküller kendilerini tabakalar halinde hizalama eğiliminde olurlar (Wang, 2002, s. 173-178). Bu tabakalar bütünlük içinde serbestçe hareket ederken, tabakalar içindeki hareket sınırlıdır; bu sebeple biraz daha katı madde oluşur. Smektik sıvı kristallerin hızlı elektro-optik tepki süresine sahip oldukları bulunmuş ve bu sebeple sıvı kristal ekran (LCD) üretiminde nematik sıvı kristal ile birlikte kullanılmaktadır (Leaf, url).

Smektik fazdaki moleküller yönelimsel bir düzen göstermektedirler. Smektik faz düşey katmanlara ayrılmaktadır. Smektik faz Şekil 1.5’te olduğu gibi bu katmanların içinde bulunan yönelimsel düzeni korurken, ekseriyette konumsal düzeni de göstermektedirler.



Şekil 1.5: Smektik sıvı kristalin a) yönelimi b) POM kullanılarak çekilmiş fotoğrafı

Nematik fazdan farklı olarak smektik sıvı kristaller konumsal düzene sahiptir. Moleküllerin konumu sıralı bir düzende ilişkilidir. Moleküllerin düzenlenmesi, sıralanması ve yapısal özelliklerine göre birkaç smektik alt fazı mevcuttur. Bunlar; smektikA, smektik-C ve Smektik-C\* ‘dir (Şekil 1.6). Smektik-A fazında, her katmanda moleküller pozisyona göre rastgele olmakla birlikte uzun eksenleri katmanın düzlemine dik olacak şekilde sıralanmaktadır. Nematiklere benzer şekilde Smektik-A sıvı kristalleri optik olarak tek eksene sahiptir. Bu da direktör  $\hat{n}$  etrafında dönme simetrisi olduğu anlamına gelmektedir (Khoo, 2007, s. 8-10).



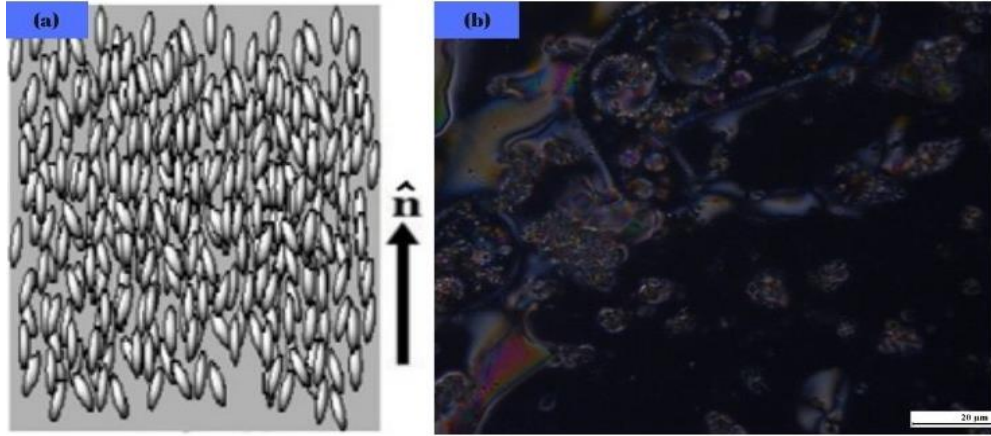
Şekil 1.6: Smektik-A ve Smektik-C Fazları( Khoo,2007)

### 1.2.1.2. Nematik Sıvı Kristaller

Nematik faz, sıvı kristalin en basit şekline sahiptir. Ancak kristal moleküllerinin düzgün bir konuma sahip olmadığı ve herhangi bir biçimde serbestçe hareket edebileceği faza denilmektedir. Bununla birlikte, belirli bir düzenleri olmasa da bu aşamada moleküller aynı yönü gösterme eğiliminde bulunmaktadır. Bu durum onu saf bir sıvıdan farklı kılan en önemli özelliktir. Bu fazlardaki sıvı kristaller, mikroskop altında incelendiğinde iplik benzeri bir görüntü ile Şekil 1.7'deki gibi temsil edilmektedir. Nematik sıvı kristalin kullanımları, araştırmacılar atmosferik türbülansla karşılaştıklarında net bir görüntü sağladığı için teleskop merceklerinde yaygın olarak kullanılmaktadır (Naradikian, 2004, s.118-129).

Nematik (N) sıvı kristal faz, teknolojik olarak iyi bilinen ve yaygın olarak incelenen mezofazların (nematik, smektik, kolesterik ve sütunlu) en önemlisidir. Nematikler aynı zamanda en çok kullanılanlardır, çünkü sıvı kristallerin ikili doğasını en iyi şekilde gösterirler. Bu nedenle, sıvı kristal (LC) mezofazlarını (kristal ve sıvı faz arasındaki ara durumlar) oluşturan moleküller, çok sayıda teknik uygulamanın temeli olan, uzun menzilli düzen ve hareketlilik arasında benzersiz bir özellik kombinasyonu sergilerler. Bununla birlikte, sıvı kristal biyomolekülün oluşumunda, örneğin smektik fazlar (hücrede fosfolipid çift tabakasında, protein filamentinde), sütunlu fazlar (DNA'da) veya nematikte önemli bir rol oynadığı düşünüldüğünde, bu kombinasyon canlı madde için de temel bir gereklilik oluşturur (Irana, 2020).

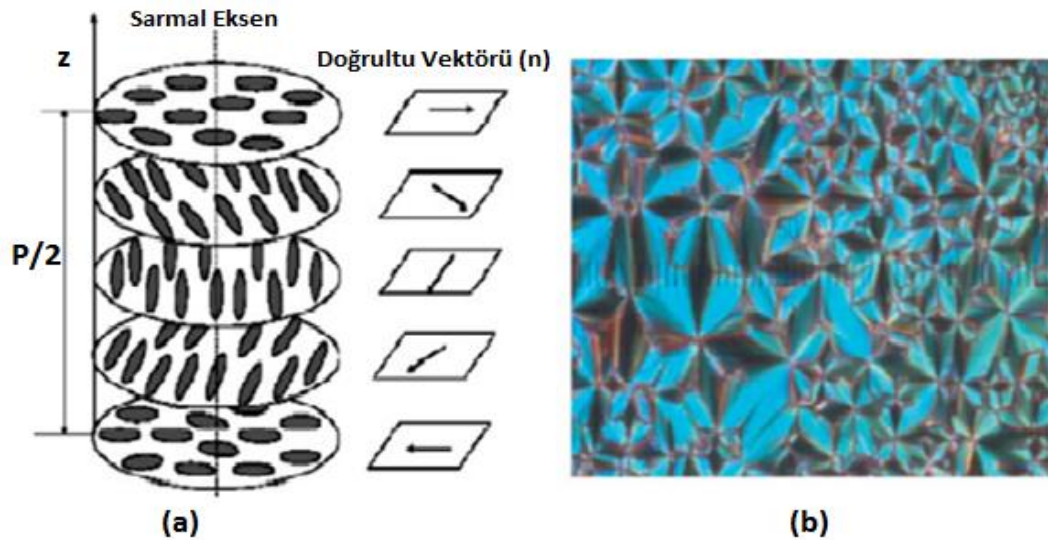
Ayrıca, sıvı kristal moleküllerin zayıf dış uyaranlar (sıcaklık, elektrik veya moleküler adsorbatlar) altında yanıt verme yeteneği kimyager, fizikçi veya elektrik mühendisi gibi uzmanlar arasındaki entelektüel iş birliğini teşvik etmiştir. Sıvı kristal bilimi ve diğer alanların birleşmesinin bir sonucu olarak, polimerler, kolloidler veya yüzey aktif cisimleri içeren yeni uygulamalar için fırsatlar geliştirilmiştir. Bu nedenle, bir ortam içinde dağılmış veya polimerik kabuklara kapsüllenmiş nematik sıvı kristal damlacıklar kullanan yüzey kaynaklı sıralama geçişlerine dayanan yumuşak yanıt veren malzemeler, deneysel araştırmalar için umut verici bir bakış açısı olmuştur (Karapınar, 1996).



Şekil 1.7: Nematik sıvı kristal fazının a) yönelimi, b) POM kullanılarak çekilmiş fotoğrafı

### 1.2.1.3. Kolesterik Sıvı Kristaller

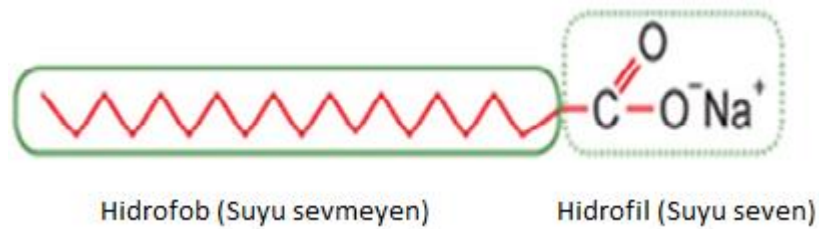
Kiral nematik faz olarak da bilinmekte olan kolesterik faz, moleküllerin birbirine göre hafif bir açıyla hizalanması ve çok ince katmanlar halinde istiflenmesi ile Şekil 1.8'deki gibi temsil edilmektedir; bu, maddenin kristal ya da katı hale gelmesinden önceki son aşamayı göstermektedir (Demus, 1999). Bu sıvı kristalin türü, farklı sıcaklık değerlerine maruz bırakıldığında renk değiştirme özelliği de göstermektedir. Bu sebeple, kolesterik sıvı kristaller, ruh hali halkaları ve termometre gibi çok farklı amaçlardaki ev eşyalarının yapımında da kullanılmaktadır (Leaf, url).



Şekil 1.8: Kolesterik sıvı kristallerde moleküllerin a) yönelimi b) POM'dan elde edilen fotoğraf (Okumuş, 2012)

### 1.2.2. Liyotropik Sıvı Kristaller

Liyotropik sıvı kristaller, farklı maddelerin karıştırılmasıyla elde edilen çözeltinin çözelti konsantrasyonuna bağlı olarak farklı faz sergilemesi ile oluşur. Liyotropik sıvı kristallerde bir fazdan başka bir faza geçiş çözücü konsantrasyonuna göre değişir. Genellikle bir tanesi hidrofobik (suyu sevmeyen) bir gruba diğer ucu hidrofilik (suyu seven) bir gruba sahip olan amfilik moleküllerden oluşur. Amfilik molekül polar ve polar olmayan molekül içerir. Çözücü olarak ise su içerir. Bu tür sıvı kristaller biyolojide önemli bir yere sahiptir (Yang ve ark. 2006). Liyotropik sıvı kristaller hücre ve doku gibi canlı yapılarda bulunur. Sabun, liyotropik sıvı kristallere iyi bir örnektir (Şekil 1.9).



Şekil 1.9: Sabunun kimyasal yapısı

### 1.3. Sıvı Kristallerin Kullanım Alanları

Sıvı kristaller basınç, sıcaklık, elektrik alan, yabancı gazlar ve manyetik alan gibi dış etkiye karşı oldukça hassas davranışlar göstermektedir. Bu özellikleri onların çok geniş bir kullanım alanının oluşmasına imkân hazırlamıştır. Sıvı kristalografi 1960 ile 1970 yılları arasında hızla büyümüştür. Dolayısıyla görüntüleme teknolojileri alanı büyük ölçüde uygulamalı ve temel araştırmalara sebep olmuştur. Bunun sonucunda LCD ekranların alanı, dizüstü bilgisayarlardan masaüstü monitörlere kadar muazzam bir şekilde genişleyerek ve şimdi geniş alanlı TV pazarına girmiştir. Bu görüntüleme sistemleri, sadece tüketicilerin elinde değil, aynı anda dünyadaki tüm modern hastanelerde teşhis ve görüntüleme sistemlerinin kullanılmasının birinci yolu olarak karşımıza çıkmaktadır. Görüntüleme sistemlerinde, sıvı kristal örneklerinin düzenlenme derecesini tanımlar. Konumsal düzenleme, bir ara molekülün veya molekül grubunun (kristal bir madde durumunda olduğu gibi) ortaya çıkma derecesini ifade eder. Yönlendirme düzenlemesi, parçacıkların kılavuzu uzun vadede yanlış hizalama eğiliminin bir ölçüsüdür, oysa yönlendirme ile bağ, bu hat boyunca düzenli aralıklara ihtiyaç duymadan yakındaki bitişik moleküllerin merkezlerini birleştiren bir çizgiyi

tanımlar; Moleküller arası merkez hattına kıyasla nispeten uzun menzilli düzenleme, bu hat boyunca kısa vadeli lokalize bir düzenlemeden başka bir şey değildir.

Sıvı kristallerin uygulamaları arasında en çok tıpta ve teknolojik alanlarda karşımıza çıkmaktadır. Biyoloji ve tıp, büyük ölçüde numunelerin ve numunelerin görsel incelemesine dayanır. Optik bileşenlerde kullanılan sıvı kristal malzemenin değişim gösterebilir elektrooptik özellikleri, onları geliştirmek için daha ideal hale getirir. Örneğin, biyomedikal cihazlarda, sıvı kristal ayarlanabilir filtrelerde (LCTF), uzamsal ışık düzenleyicilerde (SLM), bağlantısı farklı malzemelerin konfigürasyonlarında, maliyetli düşük optik bileşenler için yeni yollar ile entegre sistemler için yaygın olarak kullanılmaktadır.

Biyolojik sistemlerde sıvı kristallerin kullanım alanlarında ise hücrelerin, dokuların ve hayati sıvıların hızlı bir şekilde taranması için küçük hasta başı cihazlarının yanı sıra laboratuvar ortamında güçlü tezgâh üstü araçların geliştirilmesine olanak sağlar. Karmaşık mikroskopi işlemlerini basitleştirerek ve işlevlerini ekleyerek, bu bileşenleri birleştirerek, araştırmacıların biyolojik sistemleri yenilikçi yollarla keşfetmelerine olanak sağlar. Gelişmekte olan LCTF'ler ve SLM'lerin dışında, araştırma lazer odaklı görüntülerin her pikselinde yer alan spektral imza, dalga boyu boyunca LCTF taraması kullanılarak meydana getirilir. CCD kameralarda olduğu gibi çok pikseli bir görüntüleme sensörü, görüntünün yoğunluğunu fotoğraflamak için kullanılabilir. Her bir dalga boyunda iletilen ışık; bu şekilde tam spektrum, bir model olarak her piksele birleştirilerek hiperspektral görüntüleme gerçekleştirilmiş olur. Bu yaklaşımın bir özelliği, çoklu spektral bölgeleri keşfetme yeteneğidir. Örneğin, yansıma görüntüleri ve dağınık beyin tümörlerini bulmak için lezyon alınabilir ve karşılaştırılabilir. Spektral hipoksi, oksijen doygunluğunu ve hipoksiyi haritalamak için LCTF'lerle ve diğerlerinin yanı sıra floroskopi tekniklerinde kullanılmıştır (Francesco, 1997, s. 14-15).

Biyosensör olarak sıvı kristaller, sıvı kristal araştırma grubunun büyük bir bölümü, bunlara ilişkin yeni uygulama alanları bulmaya çalışmaktadır. Bunlar yatak teşhisi ve laboratuvar uygulamalarında yeni nesil biyosensör aletlerin üretilmesi için malzemelerde sıvı kristaller kullanılmaktadır. Özellikle biyosensörler ve optik teşhis cihazlarıyla ilgili olarak sıvı kristal araçlar kullanılmaktadır. Son derece uyarılabilir özellikleri ve aşırı uç özellikleri ile sıvı kristal malzemeler yüzey reaksiyonlarına karşı hassasiyet, bu cihazlarda önemli bir rol oynamaya başlamıştır. Optik sensörlerde sıvı kristal malzemelerin kullanılması, işaretleyicilere veya işaretleyicilere olan ihtiyacı ortadan kaldırabilir, çünkü sıvı kristal parçacıklar proses sinyallerinin veya biyolojik bir

yapının görsel görünümünü iyileştirmektedir. Sıvı kristaller; ekranlarda, sıvı kristal termometrelerde, termal görüntüleme sistemlerinde ve laboratuvar sistemlerinde kullanılmaktadır. Şekil 1.10'da sıvı kristallerin farklı kullanım alanlarını örnekler verilmektedir.

Bazı kimyasal bileşikler ve bazı malzemeler için sıvı kristal halinin ortaya çıkışı kıvılcımlar saçmıştır. Sıvı kristal araştırmaların başladığından beri birçok hayati alanda daha yeni gelişmeler ve yeni uygulama alanları oluşturmak için temel bilimlerin birçok yönüyle hareket etmektedir (Nagham ve ark., 2021).



Şekil 1.10: Sıvı kristal malzemelerin uygulama alanları

#### 1.4. İkili Sıvı Kristal Karışımlar

Uzun menzilli oryantasyon ve kısmi konumsal düzen sergileyen anizotropik viskoelastik yumuşak madde malzemeleri olan sıvı kristaller (LC'ler), bir çok diğer alanlar arasında elektro-manyetik alanlara, substratlara ve arayüzlere, sıcaklık ve

konsantrasyon gradyanlarına ve pH'a duyarlıdır. Sıvı kristaller birçok biyolojik sistemde (DNA, hücre zarı, bitki hücre duvarı vb.) bulunurlar (Donald, 2006; Rey, 2010) ve LCD ekranlar, ışık valfleri, akıllı pencereler, sensör-harekete geçiriciler, yapay kas, karbon süper fiberler gibi birçok fonksiyonel ve yapısal malzeme ve cihazın temelini oluşturur (Bahadur, 1993; Lee, 2008). Pek çok farklı türde sıvı kristal faz (bunlar aynı zamanda mezofaz olarak da bilinir) vardır. Sıvı kristal fazlardan en basiti, yalnızca yönelimsel düzen gösteren nematik (N) fazdır.

Çoğu teknolojik uygulamada ve biyolojik sistemde, sıvı kristal malzeme saf bir madde değil, en az birinin sıvı kristal olduğu iki veya daha fazla türün karışımıdır. Örneğin, görüntüleme uygulamalarında, N fazının kararlı olduğu sıcaklık aralığını ayarlamak (Lee, 2008) ve viskoelastik özelliklerin optimizasyonu yoluyla yanıt süresini azaltmak için farklı sıvı kristallerin ötektik karışımları kullanılır. Diğer bir önemli örnek, merkezci oluşumunu, bir çözünenin topolojik kusurların çekirdeğine tercihli olarak ayrılması açısından açıklayan bir modelin önerildiği hücre bölünmesidir (Lydon, 2006). Sıvı kristallerin polimerler (Matsuyaman ve ark., 1996) ve koloidal parçacıklar (Poulin ve ark., 1997) gibi diğer malzemelerle karışımları, ilginç fizikleri ve teknolojik yenilik potansiyelleri nedeniyle geniş çapta incelenmiştir. Yüksek mezojen konsantrasyonuna sahip bir karışım homojen kalabilir ve esas olarak saf bir malzeme (değiştirilmiş özelliklere sahip) gibi davranabilir, ancak karışım aynı zamanda faz-ayrılı olabilir, bu da karmaşık morfolojileri önemli ölçüde etkileyebilecek ve iyileştirebilecek sipariş parametresi gradyanlarına sahip heterojen bir malzemeye yol açabilir. En basit ikili mezojenik karışımlar bile, bağlantıları yeni termodinamik kararsızlıklar ve klasik olmayan faz geçiş kinetiği oluşturan korunmuş (konsantrasyon) ve korunmamış (oryantasyonel düzen) düzen parametreleri ile karakterize edilir (Ezequiel ve ark., 2012).

Sıvı kristal karışımlar oluşturulurken genellikle; Sıvı Kristal + Sıvı Kristal, Sıvı Kristal + Polimer, Sıvı Kristal + Nanopartikül, Sıvı kristal + Boyar Madde gibi yöntemler kullanılmaktadır. Teknolojideki gelişmelerle birlikte ikili karışımların yanı sıra üçlü karışımlar ve hatta çoklu karışımlar yapılmaktadır (Okumuş, 2012).

#### **1.4.1. Polimer-Sıvı Kristal Karışımları**

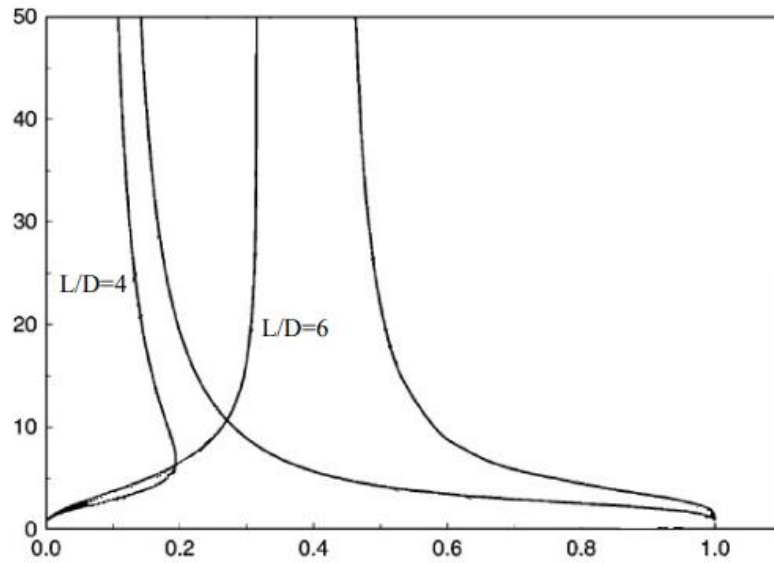
Farklı PDLC türlerinin faz diyagramları birkaç grup tarafından incelenmiştir (Matsuyama, 1996; Das ve Rey, 2006). Termoplastik (yani çapraz bağlı olmayan) polimerlerle karıştırılmış düşük moleküler ağırlıklı sıvı kristal, Şekil 1.11'de gösterilen



faz diyagramını tipini veren Maier-Saupe / Flory Huggins teorileri ile tanımlanır (Matsuyaman ve ark., 1996).

Şekil 1.11'de (Dorgan, 1998; Das ve Rey, 2004) görüldüğü gibi, faz diyagramında bir "baca" görünebilir. Bu, belirli bir değerden daha yüksek bir LC konsantrasyonu için, sistemin her sıcaklıkta nematik fazda olduğu anlamına gelir.

Bir polimer malzemenin bir sıvı kristal malzemeye katılınması ile oluşan karışımlardır. Polimer etkisiyle sıvı kristalin mezofaz özellikleri değişmektedir. Bunu polimer katkılı sıvı kristal karışımlar ilginç özellikleri ile dikkati çekmeyi başarmışlardır.



Şekil 1.11: Esnek bir polimer ve "uzun" bir sıvı kristalin karışımlarının faz diyagramları

#### 1.4.2. Sıvı Kristal- Sıvı Kristal Karışımlar

İki sıvı kristal arasındaki bir karışımda, her biri sıvı kristallerin her birine karşılık gelen iki izotropik-nematik geçiş vardır (Benmouna, 1998; Golmohammadi ve ark., 2009). İki bileşen arasındaki etkileşimler ve  $T_{NI}$  asimetrisi tarafından kontrol edilir (Golmohammadi ve ark., 2008; Golmohammadi ve ark., 2009). İkili ideal sıvı kristal karışımlar için, karışımın  $T_{NI}$  sıcaklığı,  $T_{NI,1}$  ve  $T_{NI,2}$ 'nin doğrusal interpolasyonudur, idealiteden güçlü sapmalar için ise azeotropik/ötekik davranış gözlemlenebilir (Brochard ve ark. 1984; Golmohammadi ve ark., 2009).

Elektrooptik uygulamalarda kullanılan sıvı kristallerin geniş sıcaklık aralığında özellikleri gösterme istenmektedir. Bu sebeple sıvı kristal malzeme geniş bir nematik alanının gözlenmesi onu diğerlerinden üstün kılar. Sıvı kristallerin nematik alan gibi mezomorfik özellikleri onların moleküler yapılarındaki değişikliklerden oldukça fazla

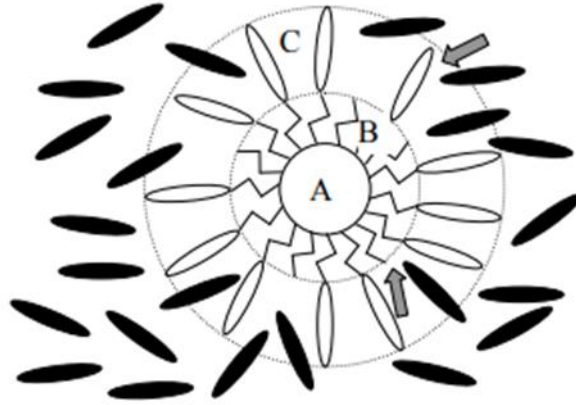
etkilenirler. Moleküler yapılarında deęişiklik yapmak suretiyle yeni tür sıvı kristaller üretilebilir. Ayrıca, farklı sıvı kristallerin molekülleri arasında hidrojen bağları oluşturularak da sıvı kristalik özellikler gösteren bileşikler üretilebilmektedir (Okumuş, 2017).

### 1.4.3. Nanopartikül Katkılı Sıvı Kristaller

Bir nematik faza gömülmüş bir koloidal parçacık, yönetici alanında elastik bozulmalara ve topolojik kusurların oluşumuna (Poulin, 1997; Kim ve ark. 2004) neden olur, bu da toplam serbest enerjiyi artırarak  $T_{NI}$  sıcaklığında bir düşüşe neden olur. Ek olarak, düzenli parçacık dizilerinin oluşumu da elastik etkiler tarafından belirlenir. Bu mikron boyutlu parçacıklar durumunda (tek moleküllerden çok daha büyük), serbest enerjiye elastik etkiler hakimdir. Nano boyutlu parçacıklar için, parçacıkların boyutunun bir molekülün boyutuyla karşılaştırılabilir olması bakımından durum farklıdır, bu nedenle karıştırma entropisi ve entropik olarak yönlendirilen kristalleşme gerçekleşir. Nanopartikül sıvı kristal (NPLC) için faz diyagramlarının teorik çalışmaları yakın zamanda sunulmuştur (Popa-Nita ve ark. 2006; Matsuyama ve Hirashima, 2008; Soulé ve ark. 2011). Basit modeller iki adet birinci dereceden geçişi dikkate alır: LC'nin nematik sıralaması ve parçacıkların koloidal kristalleşmesi. Böyle bir model ilk olarak Matsuyama ve Hirashima (Matsuyama ve Hirashima, 2008) tarafından sunuldu ve daha sonra Soule ve arkadaşları (Soule ve ark. 2011), aşağıdaki deęişiklikleri dikkate almıştır. Birincisi, parçacıklar esnek zincirler olmadığından, Flory-Huggins teorisi deęiştirilmelidir. Bu, Carnahan-Starling durum denkleminde elde edilen, hariç tutulan bir hacim terimi getirilerek yapılır. Bu fikir ilk olarak Ginzburg tarafından polimer nanokompozitler için önerildi (Ginzburg; 2005) ve o zamandan beri yaygın olarak kullanılmaktadır (Popa-Nita ve ark., 2006; Soule ve ark., 2007; Soule ve ark., 2010). İkinci bir deęişiklik, etkileşimlerin bileşenlerin hacimleriyle deęil, temas alanlarıyla orantılı olduğunu düşünmektir (Soule ve ark., 2010; Soule ve ark., 2011). Nematik dört kutuplu etkileşimin aynı zamanda temas alanıyla orantılı olduğu göz önüne alındığında, izotropik-nematik geçişin parçacık yarıçapına tutarlı bir bağımlılığı yeniden üretilir (yani, parçacık yarıçapı arttıkça, karışımın  $T_{NI}$  deęeri artar ve sonsuz büyük parçacıklar sınırındaki saf sıvı kristalin deęerine yaklaşır.) (Ezequiel ve ark., 2012).

Bu model daha sonra parçacığın metalik çekirdeğinin iki farklı ligandın karışımıyla kaplandığı işlevselleştirilmiş nanopartiküllerden (Soule ve ark., 2011; Jai, 2022) oluşan

sisteme genişletildi: bir mezojenik grup içeren uzun bir ligand ve kısa bir alkilik ligand. LC moleküllerinin ligandların koronasına kısmi nüfuz etmesiyle üretilen entropik ve entalpi etkiler için etkileşim parametresi  $\chi$  için fenomenolojik bir ifade, iki ligandın farklı bir boyuta sahip olduğu dikkate alınarak tanıtıldı. Bu durum Şekil 1.12’de şematik olarak gösterilmiştir (Ezequiel ve ark., 2012).



Şekil 1.12: LC varlığında karışık bir ligand tabakası ile kaplanmış bir parçacığın şeması çözütü (siyah elipsoidler).

A Bölgesi altın çekirdek, B Bölgesi alkil zincirlerinden (zikzak çizgiler) oluşan iç katman ve C Bölgesi ligandların mezojenik grubundan (beyaz elipsoidler) oluşan dış katmandır. Solvent moleküllerinin koronanın dış tabakasına kısmi penetrasyonu gösterilmiştir. Bir alkanetiol zinciri ve sıvı-kristalin bir ligand ile doğrudan temas halinde olan LC solvent molekülünün örnekleri gri oklarla gösterilmiştir (Ezequiel ve ark., 2012).

Nanopartikül katkılı sıvı kristal karışımlara örnek olarak Eskalen tarafından yapılan “Nanoparçacık katkılı nematik sıvı kristallerin optiksel ve elektriksel özelliklerinin incelenmesi” adlı yüksek lisans çalışması verilebilir. Bu çalışmada E7 sıvı kristali, altın ve çinko oksit nanoparçacıklar ile katılama işlemi yapılmış, sıvı kristallerin özelliklerine olumlu bir etki yaptığını ve endüstriyel kullanımlara olanak sağladığını belirtmişlerdir (Eskalen, 2013).

## 2. KAYNAK ARAŞTIRMASI

Svård ve ark. (2010) yaptıkları bir çalışmada m-aminobenzoik asidin polimorfizmini araştırılmış. Bu çalışmada İki polimorf tanımlanmış ve XRPD, FTIR, mikroskopi ve termal analiz ile karakterize edilmiştir. Her iki polimorfun erime özellikleri ve izobarik ısı kapasiteleri kalorimetrik olarak, her bir polimorfun farklı sıcaklıklarda birkaç çözücü içindeki çözünürlüğü gravimetrik olarak belirtmişler. Her polimorfun katı hal aktivitesi (yani, Gibbs serbest füzyon enerjisi), deneysel verilere dayanan kapsamlı bir termodinamik analiz yoluyla belirlemişler. Polimorfların, 156.1°C'lik bir stabilite geçiş sıcaklığı ile enantiotropik olarak ilişkili olduğunu bulmuşlar. Oluşan kristal yapının, oda sıcaklığında metastabil olan polimorfa ait olduğunu göstermişler. Her iki polimorfun enerji-sıcaklık diyagramları, serbest enerji, entalpi ve füzyon entropisinin sıcaklığın bir fonksiyonu olarak belirlenmesiyle oluşturmuşlar. Farklı doyma sıcaklıkları ve çözücüler kullanılarak sabit soğutma hızında toplam 300 soğutma kristalizasyonu gerçekleştirmişler ve birincil çekirdeklenmenin görünür başlangıcını kaydetmişler. Sonuçlar, bu madde için çekirdeklenecek polimorfun esas olarak çözücüye bağlı olduğunu göstermişler (Svård ve ark., 2010, s.195-204).

Rajanandkumar ve arkadaşlarının, “Hidrojen Bağlı Sıvının Karakterizasyonu Suberik Asit Tarafından Oluşturulan Kristaller ve Alkil Benzoik Asitler” ile ilgili yaptıkları çalışmada; bir homolog tasarlamak ve izole etmek için başarılı bir girişimde bulunmuşlar. HBLC serisi. Mezojenik p-n-alkil benzoik asitler, suberik asit ile lineer tamamlayıcı hidrojen bağları oluşturmuşlar. Sentezlenen tüm mezojenler suda çözünmez. Metanol, etanol, benzen ve dikloro metan gibi organik çözücülerde ortak olarak az çözünür. Ancak, onlar DMSO ve piridin gibi koordine çözücülerde yüksek derecede çözünürlük gösterir. Onlar 116.5°C'nin altındaki belirli sıcaklıklarda erir. Ayrıca, tüm bu mezojenler yüksek polarizasyon sırasında tekrarlanan termal taramalarla işlendiğinde termal ve kimyasal kararlılık optik mikroskop ve DSC çalışmaları yapmışlar. Gözlenen faz farkı, geçiş sıcaklıkları ve karşılık gelen entalpi değerleri SA + nBA kompleksleri için soğutma ve ısıtma döngülerinde DSC tarafından elde etmişler. SA + nBA serisinin yedi homologunun tümü için IR spektrumları, oda sıcaklığında katı hal (KBr) için FTIR verileri elde etmişler. SA ve butil için elde edilen DSC termogramı benzoik asit, SA + 4BA kompleksi araştırmışlar. DSC'de ısıtma çalışmasının şu anda üç endotermik tepe noktası sergilediği sonucuna varmışlar. Isıtma sırasında üç pik, soğutma sırasında ise dört pik gözlemlenmişler (Rajanandkumar ve ark., 2013).

Okumuş ve Özgan (2014) 4-heksilbenzoik asit, 4-(oktiloksi)benzoik asit ve 4-(desiloksi)benzoik asitten hidrojen bağlı nematik sıvı kristal üçlü karışımları üretmişler, termal ve mezofaz davranışları diferansiyel taramalı kalorimetri (DSC) ile araştırmışlar ve mezofaz yapıları da polarize optik mikroskop (POM) ile belirlemişler. DSC ve POM sonuçlarının, üretilen karışımların sıvı kristal özellikler sergilediğini rapor etmişlerdir. DSC analizlerinde elde edilen faz geçiş sıcaklığı değerlerinin, POM gözlemleri ile uyumlu olduğunu tespit etmişler. Üçlü karışımların ısıl özelliklerinin incelenmesi sonucunda, üretilen karışımların nematik aralığının hem karışım oranına hem de alkiloksi zincir uzunluklarındaki farka bağlı olarak etkilendiğini rapor etmişlerdir. Ayrıca, üçlü karışımın faz geçiş sıcaklık değerlerinin artan ısıtma hızı ile arttığını ve hesaplanan aktivasyon enerji değerlerinin karışımın faz geçişleri sırasında ortaya çıkan reaksiyonun düzenli olduğunu rapor etmişler (Okumuş ve Özgan, 2014).

Sundaram ve ark. (2017), mezojenik 4-desiloksi benzoik asit (10OBA) ve alifatik mezojenik olmayan sitrik asit (CA) kullanarak yeni bir hidrojen bağlı sıvı kristal kompleksi (HBLC) sentezlemişler. Sentezlenen kompleksin sıvı kristal (LC) fazları polarize optik mikroskopi (POM) ve diferansiyel taramalı kalorimetri (DSC) çalışmaları ile araştırmışlar. Sentezlenen kompleksin sıvı kristal mezofazlar sergilediğini rapor etmişler. Fourier dönüşümü kızılötesi spektroskopisi (FT-IR) ve nükleer manyetik rezonans spektroskopisi (NMR) ile sentezlenen HBLC kompleksindeki moleküller arası bağlanmaları ve moleküler yapı ortamını doğrulamışlardır. Nematik, smektik X (Sm X) ve smektik G (Sm G) gibi mezomorfik fazları, POM, DSC ve optik eğim açısı ölçümleri gibi farklı teknikler kullanılarak karakterize etmişler. Gözlenen faz için termal genişliği ve termal stabilite faktörünü hesaplamışlar. Kompleksleri farklı mol oranlarında hazırlamışlar ve bunların faz geçişleri üzerindeki etkilerini araştırmışlar. Ayrıca hidrojen bağlarının yeni Sm X fazını stabilize etmede önemli bir rol oynadığı ifade etmişler. Mevcut HBLC komplekslerinin farklı mol oranlarında aromatik çekirdeklerin ve uç zincirin uzunluğunun etkisine bağlı olarak smektik fazların termal stabilitesindeki değişimi de tartışmışlardır. Eğim açısının smektik fazdaki sıcaklığa göre değişimi deneysel olarak hesaplanmışlar ve analiz etmişler. Sm X fazındaki erime ve izotropikleşme geçiş sıcaklıklarını ve termal genişliği de rapor etmişlerdir (Sundaram ve ark., 2017, s. 148-161).

Chandrasekar ve ark. (2018), metil malonik asit (MM) ve p-n-alkiloksi benzoik asitler (nBAO) arasında oluşan çift hidrojen bağlı sıvı kristal ikili karışımları sentezlemişler ve FTIR, DSC ve POM teknikleri ile karakterize etmişler. Sentezlenen

hidrojen bağı sıvı kristal ikili karışımların tümünün, nematik ve smektik B mezofazlarını sergilediklerini bulmuşlardır. Oluşan ikili karışımlar arasında moleküller arası hidrojen bağının varlığını ve moleküler yapı ortamının varlığı, FTIR ve NMR kimyasal teknikleri ile doğrulamışlardır. Bileşen sıvı kristallerde var olan smektik C ve smektik G mezofazlarının kaybolarak yeni mezofaz smektik B'nin ortaya çıktığını rapor etmişlerdir. Termal kararlılık, termal denge, faz geçiş sırası, mezofazların enerjisi ve özgül ısı analizi DSC eğrilerinden yapılmıştır. Ayrıca, iki ikili karışım için faz diyagramı, POM ve DSC verilerinden oluşturulmuştur (Chandrasekar ve ark., 2018, s. 1799).

Vasanthi ve ark. (2019) tarafından yapılan bir çalışmada diglikolik asit ve 4-n-alkoksibenzoik asit ( $n = 9-12$ ) kullanılarak hidrojen bağı sıvı kristal (HBLC) karışımların tasarımını ve sentezini gerçekleştirmişler. Sentezlenen malzemelerin UV-Vis, FT-IR ve DSC gibi spektroskopik metotlarla karakterizasyonunu yapmışlar ve HBLC karışımlarının moleküler geometrisinin mezojenik varlığını rapor etmişler. Polarize filtre uygulamaları için termokromik etki analizi edilmiştir. İndüklenen yeni fazlar (Smectic X ve Smectic Cr) ve bunların birinci dereceden geçişleri, polarize edici optik mikroskop kullanılarak gözlemlenmiş ve bu fazlara karşılık gelen tekstür dokuları DSC aracılığıyla da doğrulanmıştır. Ayrıca, tek çiftten  $\pi^*$  geçişine bağılı olarak yeniden indüklenen smektik sıralamayı, yoğunluk fonksiyonel teorisi (DFT) çalışmalarını kullanılarak rapor etmişler. Dipol moment çalışmaları (DFT), mevcut HBLC karışımlarında monopol-dipol etkileşiminden dolayı nematik ve smektik fazların oluştuğuna dair güçlü kanıtlar sunmuştur. Sentezlenen HBLC'lerin bant aralığının, HOMO-LUMO analizi ile hesaplanan ve deneysel gözlemler kullanılarak 5.175 eV olduğunu bulmuşlar. Ayrıca bu çalışmalarında faz geçiş sıcaklığı, entalpi değerleri, stabilite faktörü ve eğim açıları gibi sıvı kristal parametreleri de rapor edilmiştir (Vasanthi ve ark. 2019, s. 229-248).

Okumuş ve ark. (2019) saf sıvı kristaller para-azoksianisol (PAA) ve 4-heksilbenzoik asitten (6BA) yeni bir supramoleküler sıvı kristal kompleksi sentezlemişler ve karakterize etmişler. Sentezlenen PAA/6BA ikili sıvı kristal kompleks sisteminin termal ve mikroyapısal özelliklerini, diferansiyel taramalı kalorimetre (DSC), polarize optik mikroskop (POM) ve X-ışını difraktometresi (XRD) ile incelemişlerdir. Fourier dönüştürülmüş kızılötesi spektroskopisini (FTIR), PAA ve 6BA molekülleri arasında hidrojen bağı oluşumunu doğrulamak için kullanmışlardır. Bu çalışmada; XRD sonuçlarında, hidrojen bağı PAA/6BA kompleksinin molekül yapısının ortorombik olduğunu göstermişlerdir. DSC ve POM sonuçları, PAA/6BA ikili kompleksinin, PAA ve 6BA molekülleri arasında oluşan hidrojen bağları sebebiyle sıvı kristal özellikleri

taşıdıklarını açıkça göstermişler. PAA/6BA kompleksi, DSC ile sırasıyla sürekli ısıtma ve soğutma sırasında Cr/N/I ve I/N/SmA/Cr faz sırasını gösteren faz geçiş pik noktalarını göstermiştir. Bu faz dizileri ayrıca POM gözlemleriyle de doğrulanmıştır. Ayrıca ısıtma hızının faz geçiş sıcaklık değerlerine etkisi de incelenmiştir. Isıtma hızı arttıkça faz geçiş sıcaklık değerlerinin de arttığını rapor etmişler. Ayrıyeten PAA/6BA sıvı kristal kompleksinin faz geçiş sıcaklıkları için aktivasyon enerjilerini Ozawa, Takhor ve Kissinger yöntemleri kullanılarak hesaplamışlar. Hesaplanan sonuçlara göre faz geçişlerinin düzenli olduğunu rapor etmişler (Okumuş ve ark., 2019).

Arakawa ve ark. (2019) yaptıkları bir çalışmada her biri 2/1 (mol/mol) oranında bir 4-n-alkiltiyobenzoik asit homolog serisi ile bir 4,4-bipiridin arasında hidrojen bağlı sıvı kristaller sentezlemişler ve mezomorfik özelliklerini FTIR, DSC ve POM ile araştırmışlardır. DSC ve POM sonuçları sentezlenen malzemelerin sıvı kristal mezofazlar gösterdiklerini gözlemlemişlerdir. Artan alkil zincirlerine bağlı olarak nematik, smektik C (SmC), smektik A (SmA) ve smektik I (SmI) fazlarının gözlemlendiğini rapor etmişlerdir. Ayrıca, erime noktalarının 4-n-alkoksi kompleksleri için en yüksek olduğunu ve geri kalanları için eğilimlerinin alkil zincir uzunluğuna bağlı olduğunu bulmuşlardır (Arakawa ve ark., 2019, s. 153-159).

Vasanthi ve ark. (2019) “Uyarılmış termokromik etki ve doğrusal çift hidrojen bağlı smektik faz ikili sıvı kristal karışımları ile ilgili deneysel ve hesaplamalı çalışmalar” adlı yayınında; hidrojen bağlı sıvı kristalin (HBLC) sentezlenmesiyle ikili sıvı kristaller elde etmişler. DSC ile HBLC'nin moleküler geometrisinin varlığını desteklemişler. İndüklenmiş yeni fazlar (Smectic X ve Smectic Cr) ve bunların birinci dereceden geçişleri DSC ile birlikte gözlemlemişler. Mevcut HBLC karışımlarında, DGA + nOBA'daki H-bağının konfigürasyonunu analiz etmişler. IR çalışmaları kullanarak. DGA + 'nın C=O, O-H,  $\delta(C-H)$  ve  $\nu(C-C)$  germe titreşimlerinin frekansları nOBA (n=9-12) HBLC karışımlarında oluştuğunu belirtmişler. HBLC karışımlarının homolog serisi, DGA ve nOBA'dan türetmişler. Elde edilen çift HBLC karışımları, ortam sıcaklığında (30°C) oldukça kararlı olduğunu belirtmişler. Ayrıca, türetilen HBLC'ler 97°C de eridiğini ifade etmişler. Mevcut HBLC karışımları (DGA + nOBA; n=9-12) farklı dokular gösterdiğini bulmuşlardır. DSC termogramları endotermik ve ekzotermik çevrimlerle elde etmişler. Faz geçişi sıcaklıklara karşılık gelen entalpi değerleri termogramlardan elde etmişler. Tüm HBLC karışımlarının ~96°C'de eridiğini bulmuşlar. DGA + 10OBA HBLC karışımında, DSC termogramı şunları göstermişler: Ekzotermik döngüde altı geçiş tepe noktası bulmuşlar. Birinci dereceden faz geçişlerini gösteren entalpi değerleri Sm X ve

Sm Cr, 0,83 ve 1,23 J/g entalpi değerleriyle DSC termogramı tarafından açıkça tanımlanmış, ısıtma çevriminde kararlı yapı oluşması nedeniyle daha yüksek entalpi değerlerini gözlemlemişler (Vasanthi ve ark., 2019, s. 229-248).

Vasanthi ve ark. (2021) yaptıkları çalışmada hidrojen bağlı sıvı kristal (HBLC) kompleksini, 4-Aminobenzoik asit (ABA) ve mezojenik 4-(Dodesiloksi) benzoik asit (12OBA) kombinasyonundan elde etmişlerdir. Üretilen HBLC kompleksin moleküler yapısını, B3LYP/6-311G temel seti (d, p) ile optimize etmişler. O-H---O bağ açısını, bağ uzunluğunu ve elektrostatik potansiyeli (ESP) DFT ile incelemişler. Doğal bağ orbitalinin, moleküller içindeki moleküller arası yük transferlerini ortaya çıkardığını ifade etmişler ve sentezledikleri monomer I, monomer II ve dimer O-H O molekülleri arası stabilizasyon enerjisini analiz etmişlerdir. Ayrıca monomer I (4.275 eV), monomer II (4.559 eV) ve dimer (4.745 eV) için bant aralığı enerjisi Homo-Lumo yöntemini kullanarak hesaplamışlar. Termokimya özellikleri, O-H---O bağlanma enerjisi, çarpışma çapı ve kimyasal parametreler de Gaussian 16 programı ile hesaplanmıştır. Böylece sentezlenen HBLC kompleksinin doğasını ve optoelektronik alanındaki olası uygulamalarını belirlemek için hesaplamalı çalışmalar yapmışlardır (Vasanthi ve ark., 2021, s.1724-1730).

Dindar S. (2021) “Bazı mezojenik/nonmezojenik sıvı kristal karışımların termal ve optiksel özelliklerinin incelenmesi” adlı yüksek lisans tez çalışmasında mezojenik olmayan 3-Aminobenzoik asit (3ABA) ve 4-Aminobenzoik (4ABA) asitleri ile mezojenik 4-(Oktiloksi) benzoik asit (8OBA)’in karışımları üstünde çalışmıştır. Bu maddeleri belirli oranlarda karıştırarak sıvı kristal malzemeler elde etmiştir. Bu elde ettiği malzemelerin DSC, POM, FTIR ve XRD analizlerini yapmıştır. POM ve DSC analiz sonuçlarında, üretilen karışımların sıvı kristal özelliği gösteren faz geçişlerine sahip olduğunu gözlemlemiştir. Üretilen karışımların nematik-izotropik geçiş sıcaklık değerlerinin ya da izotropikleşme sıcaklık değerlerinin karışım bileşenlerinin izotropikleşme sıcaklık değerleri arasında olduğu ölçmüştür. Elde ettiği 8OBA/4ABA ve 8OBA/3ABA sıvı kristal karışımlarının IR spektroskopisi sonuçlarında karışımların bileşenleri arasında (O-H) ve (C=O) bağlarının oluştuğunu gözlemlemiştir. XRD analizinde ise ölçülen bazal mesafe değerlerinin karışımları oluşturan maddelerin bazal mesafe değerleri arasında olduğunu belirlemiştir (Dindar, 2021).

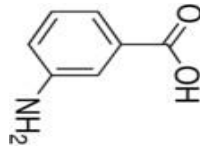
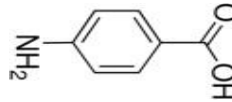
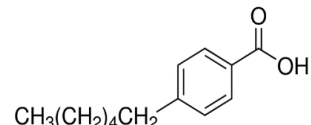


### 3. MATERYAL VE TÖNTEM

#### 3.1. Malzemeler

Bu çalışmada mezojenik olmayan 3-Aminobenzoik asit (3ABA) ve 4-Aminobenzoik asit (4ABA) malzemeleri ile mezojenik olan 4-hekzilbenzoik asit (6BA) malzemeleri kullanılmıştır. Çalışmada kullanılan malzemelerin saflık oranları yüksek olduğu için saflaştırma işlemine ihtiyaç duyulmamıştır. Deneysel çalışmada kullanılan malzemelerin lineer formülleri ve kimyasal yapıları Çizelge 3.1’de verilmiştir.

Çizelge 3.1: Denede kullanılan sıvı kristallerin lineer formülü ve kimyasal yapısı

LC	Lineer Formül	Kimyasal Yapı
<b>3ABA</b>	$H_2NC_6H_4COOH$	
<b>4ABA</b>	$H_2NC_6H_4COOH$	
<b>6BA</b>	$CH_3(CH_2)_5C_6H_4CO_2H$	

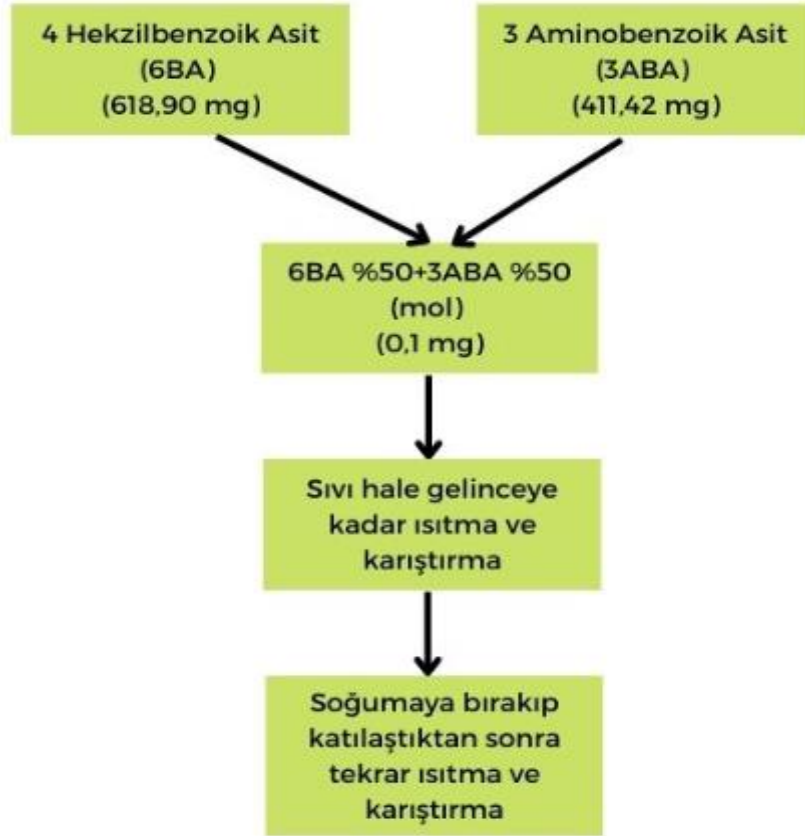
Bu tez çalışmasında kullanılacak kristal karışım numuneleri oluşturulurken saf maddeler ağırlık ve mol oranlarına göre hassas terazi ile tartıldıktan sonra homojen olacak şekilde karıştırılarak elde edilmiştir. Denede kullanılan kimyasal maddeler ve elde edilen sıvı kristalik karışımlar Çizelge 3.2’de olduğu gibi gösterilmiştir.

Çizelge 3.2: Kullanılan kimyasal maddeler ile elde edilen karışımlar

No	Numuneler	Karıştırma Oranı
1	6BA	%100
2	4ABA	%100
3	3ABA	%100
4	6BA/3ABA	%80 - %20(wt)
5	6BA/3ABA	%60 - %40(wt)
6	6BA/3ABA	%50 - %50(wt)
7	6BA/3ABA	%40 - %60(wt)
8	6BA/3ABA	%20 - %80(wt)
9	6BA/4ABA	%50 - %50(wt)
10	6BA/4ABA	%50 - %50(mol)
11	6BA/3ABA	%50 - %50(mol)

### 3.2. Karışımların Hazırlanması

Tez çalışmasında kullanılacak sıvı kristal karışımlar öncelikle ağırlık ve mol oranlarınca 6BA, 3ABA ve 4ABA kimyasal maddelerinden Çizelge 3.2'deki gibi belirlenen oranlarda hassas terazi ile tartılarak ikili karışımlar oluşturulmuştur. Saf maddelerden tartılan numuneler bir cam kap içerisine konularak ısıtma tablası üzerine konulmuştur. Isıtma tablası dakikada 5°C artacak şekilde ısıtılmaya başlamıştır. Sürekli ısıtma esnasında bir enjektör iğnesi ile numuneler sıvı faza geçinceye kadar sürekli olarak karıştırılmıştır. Numunelerin izotropik fazda homojen karışım olması için sıcaklık artışı durdurularak bir dakika kadar karıştırma işlemine devam edilmiştir. Karışımın moleküler yapısı monomer olması ve ayrıca tam homojen hale gelmesi için karıştırma işlemi numuneler izotropik fazda soğumaya bırakıldıktan sonra tekrar oda sıcaklığında başlanarak ısıtma işlemine devam edilmiştir. Bu süreç iki kez tekrarlanmıştır. Örnek olarak karışımlardan bir tanesine ait işlem basamakları Şekil 3.1'de verilmiştir.



Şekil 3.1: Elde edilen numunelerin karışım oranları ve işlem basamakları

### 3.3. Deneyde Kullanılan Aletler

#### 3.3.1. X-Işını Difraktometresi (XRD)

X-ışını kırınımı (XRD), kristal malzemelerin yapısı hakkında bilgi elde etmek için X-ışınlarının ikili dalga/parçacık doğasına dayanır. Tekniğin birincil kullanım amacı kırınım modellerine dayalı olarak bileşiklerin tanımlanması ve karakterizasyonudur.

Bir monokromatik X-ışınları demeti bir hedef malzeme ile etkileşime girdiğinde ortaya çıkan baskın etki, bu X-ışınlarının hedef malzeme içindeki atomlardan saçılmasıdır (Valisko, 2004). Düzenli yapıya sahip (yani kristalli) malzemelerde, saçılan X-ışınları yapıcı ve yıkıcı girişime maruz kalır. Bu kırınım sürecidir. X-ışınlarının kristaller tarafından kırınımı Bragg Yasası (Denklem 3.1) ile tanımlanır.

$$n\lambda = 2d\sin\theta \quad (n=1,2,3\dots) \quad (3.1)$$

Olası kırınımın yönü, malzemenin birim hücresinin boyutuna ve şekline bağlıdır. Kırılan dalgaların yoğunlukları, kristal yapıdaki atomların türüne ve düzenine bağlıdır.

Bununla birlikte, çoğu malzeme tek kristal değildir, ancak polikristalin agrega veya toz olarak adlandırılan tüm olası yönlerde birçok küçük kristalitten oluşur. Rastgele yönlendirilmiş kristallere sahip bir toz bir X-ışını demetine yerleştirildiğinde, ışın olası tüm atomlar arası düzlemleri görecektir. Deneysel açı sistematik olarak değiştirilirse, tozdan olası tüm kırınım tepe noktaları tespit edilecektir (Montana, url).

Parafokuslama (veya Bragg-Brentano) kırınım ölçer, kırınım aletleri için en yaygın geometridir. Bu geometri, çok hassas hizalama gereklilikleri ve dikkatle hazırlanmış numuneler yüksek çözünürlük ve yüksek ışın yoğunluğu analizinin avantajlarını sunar. Ek olarak, bu geometri, kaynak-örnek mesafesinin sabit ve örnek-dedektör mesafesine eşit olmasını gerektirir. Hizalama hataları genellikle faz tanımlamada zorluklara ve yanlış miktar belirlemeye yol açar. Yanlış konumlandırılmış bir numune, kabul edilemez numune yer değiştirme hatalarına yol açabilir. Örnek düzlüğü, pürüzlülük ve konumlandırma kısıtlamaları hat içi örnek ölçümünü engeller. Ek olarak, geleneksel XRD sistemleri genellikle yüksek güç gereksinimleri olan hantal ekipmanın yanı sıra numune üzerindeki X-ışını akışını artırmak için yüksek güçlü X-ışını kaynakları kullanır, dolayısıyla numuneden tespit edilen kırınım sinyallerini artırır. Bu kaynaklar ayrıca, küçük numunelerin veya küçük numune özelliklerinin kırınım analizi için genellikle dezavantajlı olan büyük uyarım alanlarına sahiptir (Ocak, 2012).

Polikapiler X-ışını optiği, XRD uygulamalarını geliştirmek için bu dezavantajların ve kısıtlamaların birçoğunun üstesinden gelmek için kullanılabilir. Polikapiler paraleleştirci optikler, oldukça farklı bir ışını düşük sapmalı yarı paralel bir kirişe dönüştürür. Örnek konumu, şekli, pürüzlülüğü, düzlüğü ve şeffaflığı gibi parafokus geometrisine özgü tepe konumu ve yoğunluğundaki birçok hata kaynağını büyük ölçüde azaltan ve ortadan kaldıran bir Paralel Işın XRD alet geometrisi oluşturmak için kullanılabilirler. Polikapiler odaklama optikleri, X-ışınlarını farklı bir X-ışını kaynağından toplar ve bunları küçük numunelerin veya küçük numune özelliklerinin mikro X-ışını kırınımı uygulamaları için onlarca mikrometre kadar küçük çaplı numune yüzeyinde küçük bir odaklanmış ışına yönlendirir. Her iki polikapiler optik türü de numune yüzeyine çok yüksek X-ışını yoğunlukları yönlendirir, öyle ki optik kullanan XRD sistemleri düşük güçlü X-ışını kaynakları kullanabilir, alet boyutunu, maliyetini ve güç gereksinimlerini azaltır (Xor, url).

Bu tez çalışmasında üretilen numunelerin XRD analizleri Batman Üniversitesi Merkezi Araştırma Laboratuvarında bulunan Rigaku marka XRD cihazı (Şekil 3.2) ile yapılmıştır.



Şekil 3.2: X-Işını Difraktometresi (XRD)

### 3.3.2. Polarize Optik Mikroskop (POM)

Polarize optik mikroskobu, polarize edilmiş ışık bulunduran bir optik mikroskopi tekniğidir. Bu tekniklerde, numunelerin polarize ışıkla aydınlatılması ile gerçekleşir. Doğrudan iletilen veya gelen ışık, isteğe göre ayarlama yapılarak, aydınlatmaya 90° yönlendirilmiş polarizör ile bloke edilebilir. Bu aydınlatma teknikleri çok yaygın olarak, polarize ışının numune ile güçlü bir biçimde etkileşime girmesiyle arka plan ile kontrast oluşturduğu çift kırılmalı numunelerde kullanılmaktadır. Polarize optik mikroskobu, optik mineralojide en yaygın kullanım alanına sahiptir. Öncelikle kristalografide kullanılan polarize ışık mikroskobunun nicel yönleri, genellikle jeologlar, mineraloglar ve kimyagerlerle sınırlı olan çok daha zor bir konuyu temsil eder. Bununla birlikte, son birkaç yılda kaydedilen istikrarlı ilerlemeler, biyologların birçok anizotropik hücre altı düzeneğinin çift kırılma karakterini incelemesini sağlamıştır (Nikon, url).

Polarize ışık çift kırılmalı bir numuneden geçerken, hızlı ve yavaş yönler arasındaki faz farkı, kullanılan ışığın kalınlığına ve dalga boyuna göre değişir. Optik yol farkı (opd) şu şekilde tanımlanır (Denklem 3.2):

$$\text{o.p.d.} = \Delta n \cdot t \quad (3.2)$$

Burada t numunenin kalınlığıdır. İki titreşim yönünde geçen ışık arasında bir faz farkına yol açar (Optika, url) ve Denklem 3.3 ile tanımlanır.

$$\delta = 2 \pi ( \Delta n \cdot t / \lambda ) \quad (3.3)$$

Örneğin, optik yol farkı  $\lambda/2$  ise, o zaman faz farkı  $\pi$  olacaktır ve böylece polarizasyon orijinaline dik olarak çapraz kutuplar için tüm ışığın analizörden geçmesiyle

sonuçlanacaktır. Optik yol farkı  $n\lambda$  ise, faz farkı  $2n\pi$  olacaktır ve bu nedenle polarizasyon orijinaline paralel olacaktır. Bu, artık dik olduğu analizörden hiçbir ışığın geçemeyeceği anlamına gelir. Michel-Levy Çizelgesi, çift kırılmalı bir numuneden polarize beyaz ışık geçirildiğinde ortaya çıkar. Numune tekdüze kalınlığa sahipse, yalnızca belirli bir dalga boyu yukarıda açıklanan yukarıdaki koşulu karşılayacaktır ve analizörün yönüne dik olacaktır. Bu, analizörde çok renkli ışık yerine belirli bir dalga boyunun kaldırılacağı anlamına gelir. Bu bilgiler çeşitli şekillerde kullanılabilir:

- Çift kırılma biliniyorsa, numunenin kalınlığı  $t$  belirlenebilir
- Kalınlık biliniyorsa, numunenin çift kırılması belirlenebilir

Optik yol farkının sırası arttıkça, daha fazla ışık dalga boyunun spektrumdan çıkarılması daha olasıdır. Bu, rengin "soluk" görünmesine neden olur ve numunenin özelliklerini belirlemek daha zor hale gelir. Ancak bu, yalnızca numune ışığın dalga boyuna kıyasla nispeten kalın olduğunda meydana gelir (Optika, url).

Üretilen sıvı kristal karışım numunelerin optiksel analizleri Batman Üniversitesi Jeoloji Mühendisliği Bölümünde bulunan Şekil 3.4'teki Leica marka Polarize Optik Mikroskop ile gerçekleştirilmiştir. Üretilen numuneler bir ısıtıcı tabla üzerinde sürekli ısıtılarak incelenmiştir. Isıtıcı tabla  $5^{\circ}\text{C}/\text{dakika}$  oranında sıcaklık artışı sağlanmıştır. Ayrıca numuneler ısıtıcı tabla üzerinde izotropik faza kadar ısıtıldıktan sonra mikroskop altında soğuma esnasında görüntüleri çekilmiştir.



Şekil 3.4: Leica marka polarize optik mikroskop ve görüntü oluşumu

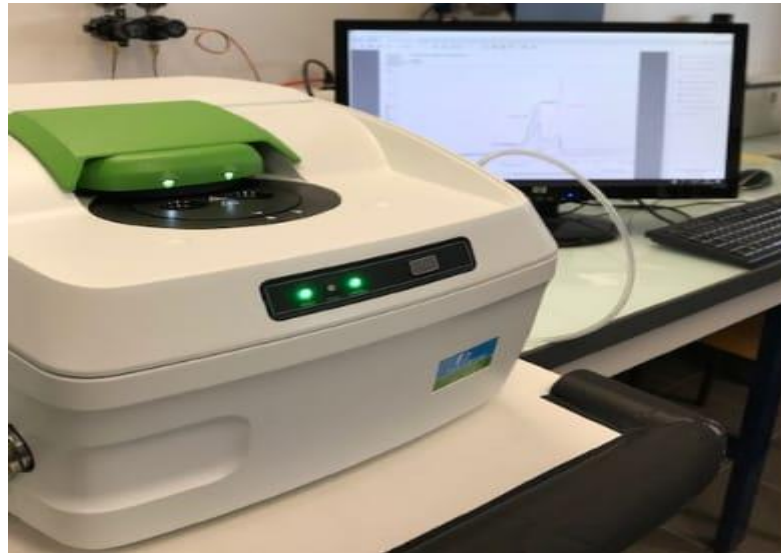
### 3.3.3. Diferansiyel Taramalı Kalorimetre (DSC)

Diferansiyel Tarama Kalorimetresi (DSC), zamanın veya kontrollü sıcaklık profilinin bir fonksiyonu olarak emilen veya salınan enerjiyi ölçen güçlü bir termal analizördür. Diferansiyel taramalı kalorimetreler geniş bir kullanım alanına sahiptir ve hem akademik hem de endüstriyel laboratuvarlarda bulunan en yaygın kalorimetre türlerinden biridir (Liam, url).

DSC'ler çok çeşitli bilimsel alanlarda ve endüstrilerde kullanılır ve erime sıcaklığı, füzyon ısısı, erime gizli ısısı, reaksiyon enerjisi, reaksiyon sıcaklığı dahil olmak üzere çeşitli özellikleri ölçmek için kullanılır. Camsı geçiş sıcaklığı, kristal faz geçiş sıcaklığı ve enerjisi, çökeltme enerjisi, çökeltme sıcaklığı, denatürasyon sıcaklığı, oksidasyon indüksiyon süreleri, biyomoleküllerde açılma entalpisi ve özgül ısı kapasitesi gibi değerler ölçülebilir (Liam, url).

Ayrıca endüstride kullanılır ve genellikle polimerler, kauçuklar, ilaç analizi, kimyasal analiz, gıda maddeleri, metaller, sıvı kristaller, elektronik bileşenler, biyomoleküller, bileşiklerin güvenlik taraması ve oksidatif stabilite testleri için kullanılır (Liam, url).

Kahramanmaraş Sütçü İmam Üniversitesi Kimya bölümünde bulunan şekil 3.5'teki Perkin Elmer DSC 8000 Diferansiyel Taramalı Kalorimetre (DSC) ile üretilen sıvı kristal karışımların termal özellikleri incelenmiştir.



Şekil 3.5: Diferansiyel taramalı kalorimetre (DSC) cihazı (url)

### 3.3.4. Fourier Dönüşümlü Kızılötesi (FTIR) Spektrometrisi

FTIR, nanoparçacıkların yüzey karakterizasyonu için çok yönlü bir araçtır. Spesifik koşullar altında, nanopartiküllerin yüzey kimyasal bileşimi belirlenebilir ve ayrıca yüzey reaktivitesinden sorumlu reaktif yüzey bölgeleri tanımlanabilir. FTIR spektroskopisi, nanomateryal ve adsorbe edilmiş biyomoleküller arasındaki konjugasyonu bilmemize izin veren spektral bantlardan karakteristik fonksiyonel grupları tanımlamak için kullanılan bir tekniktir. FTIR spektrumu, nanoparçacıktaki atomların bağları arasındaki titreşim frekanslarına karşılık gelen absorpsiyon tepe noktalarından oluşur. FTIR, kalitatif analiz için mükemmel bir tekniktir; tepe yoğunluğu, mevcut malzemelerin doğasının doğrudan bir göstergesidir (Louise, url).

Fourier Dönüşümü Kızılötesi Spektroskopisi (FTIR), geniş bir aralıkta aynı anda yüksek spektral çözünürlüklü verileri toplayan bir tür kızılötesi spektroskopidir ve laboratuvarlar için tercih edilen IR spektroskopi yöntemidir. FTIR'ın tanımı, ham verileri okunabilir bir spektruma dönüştürmek için Fourier Dönüşümü olarak bilinen matematiksel bir sürecin kullanılması gerçeğinden gelir. FTIR, elektromanyetik spektrumun kızılötesi bölgesiyle ilgilenir ve moleküler bir parmak izi sağlamak için titreşen moleküllerin bağları tarafından ne kadar ışığın emildiğini ölçerek çalışır. Kızılötesi spektrum yakın IR, orta IR ve uzak IR olarak ayrılabilir. Yakın IR en büyük enerjiye sahiptir ve bir örneğe orta veya uzak IR'den çok daha derine nüfuz edebilir, ancak orta veya uzak IR'den daha az duyarlıdır. IR ilkeleri, moleküllerin titreştiğini ve bağların, kızılötesi radyasyonu emdiklerinde gerildiğini ve büküldüğünü gösterir. Bir numuneden bir IR ışık huzmesi geçirerek çalışır ve IR ile saptanabilir bir geçiş için numunenin moleküllerinin titreşim sırasında dipol moment değişikliğine uğraması gerekir. Bir IR spektrometresi tarafından elde edilen verileri yorumlarken, hangi fonksiyonel grupların mevcut olduğunu bulmak için sonuçlar bir frekans tablosuyla karşılaştırılır (Louie, url).

FTIR birçok endüstride yaygın olarak kullanılmaktadır ve hem organik hem de inorganik bileşiklerin analizi için kullanılmaktadır. Hem katıların, sıvıların hem de gazların bileşimini doğrulayabilir. Bilinmeyen bileşiklerin tanımlanması, katkı maddeleri veya kirletici maddeler gibi nicel bilgiler, kızılötesi absorpsiyonların büyümesi veya bozulması yoluyla kinetik bilgi elde etmek için kullanılmaktadır. FTIR kullanan endüstriler arasında organik sentez, polimer bilimi, petrokimya mühendisliği, biyolojik araştırma, ilaç endüstrisi ve gıda analizi yer alır. Biyolojik araştırmalarda, hidrofobik membran ortamlarındaki proteinleri araştırmak için FTIR kullanılabilir. Zaman çözümü



(tr)-FTIR spektroskopisi, bir proteinin aktif merkezindeki amino asitlerin, ligandların ve spesifik su moleküllerinin reaksiyonlarını izleyebilir. O zaman zaman, nanosaniyelerden saniyelere kadar değişebilir ve moleküler reaksiyon mekanizmasının ayrıntılı bir şekilde anlaşılmasını sağlar.

Çevre endüstrisinde de FTIR'ın birçok farklı uygulaması vardır. Toprak numunelerini analiz etmek ve hava ve su kalitesini izlemek için kullanılabilir. Artan kirlilik seviyelerinin neden olduğu çevre ve sağlık sorunlarını ele alabilir.

Gıda endüstrisi, gerekli hükümet standartlarına uyduklarından emin olmak için FTIR'ı kullanır. Gıdaların fiziksel, kimyasal ve reolojik özelliklerini izleyebilir. Bir örnek, kızılötesi zayıflatılmış toplam yansıma (ATR) ile üretilmiş gıda ürünlerinin trans yağ içeriğine bakmaktır. FTIR'ı gıda endüstrisinde kullanmanın bir başka örneği, buğday çeşitlerinin tanelerindeki farklılıkları karşılaştırmaktır. Gıda kaynaklı patojenler FTIR ile de tanımlanabilir.

Adli tıp endüstrisinde, FTIR yasa dışı uyuşturucuları, olay yeri kanıtlarını, yasaklı malzemeleri ve sahte ürünleri hızlı bir şekilde belirlemek için kullanılır. Bu teknikler, kimyasal değerlendirme, ele geçirilen ilaçlar, isabet ve kaçaklardan boya ve malzemeler ve tekstil tanımlaması için hızlı, kolay ve tutarlı analiz sağlayabilir(1). Şekil 3.6'da Perkin Elmer marka FTIR spektrometri cihazı gösterilmiştir (Louise, 1).



Şekil 3.6: FTIR spektrometre cihazı(1)

Üretilen sıvı kristal karışım numunelerinin FTIR analizleri Kahramanmaraş Sütçü İmam Üniversitesi ÜSKİM laboratuvarında bulunan FTIR cihazı ile yapılmıştır.

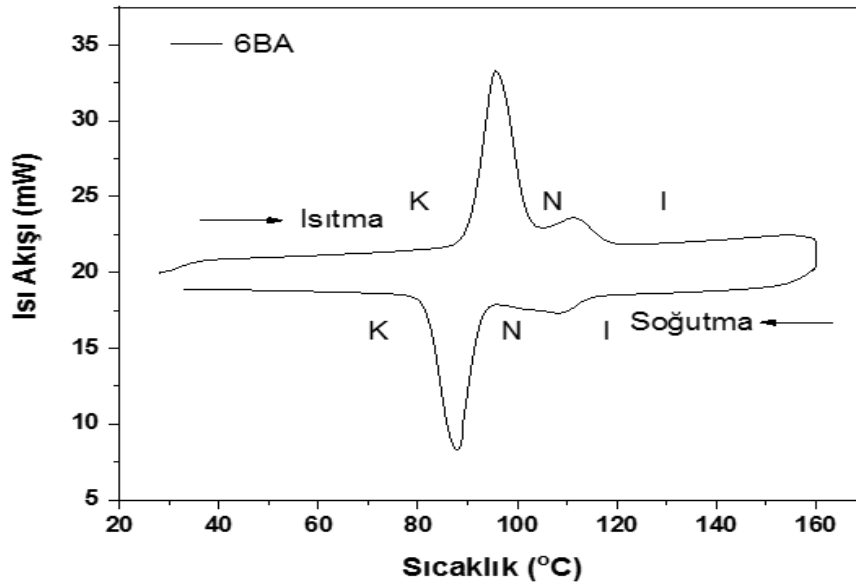
## 4. ARAŞTIRMA SONUÇLARI VE TARTIŞMA

### 4.1. DSC Çalışmaları

Üretilen sıvı kristal karışım numunelerinin termal analizleri diferansiyel taramalı kalorimetri (DSC) cihazı ile ısıtma ve soğutma döngüsü yapılarak gerçekleştirilmiştir. Analizi yapılan sıvı kristal karışımların, 30 °C sıcaklıktan başlayarak 160 °C sıcaklığa kadar 10 °C/dak tarama hızıyla ısıtma işlemleri yapılmıştır. 160 °C'ye ulaşıktan sonra termal kararlılığa ulaşmak için izotropik fazda 1 dakika bekletilip 30 °C sıcaklığa kadar 10 °C/dak tarama hızında soğutma işlemi yapılmıştır. Sıvı kristal karışımların DSC ile elde edilen termal analiz grafikleri ile literatürdeki DSC termal analiz raporları karşılaştırılıp analizleri yorumlanmıştır.

#### 4.1.1. 6BA, 4ABA ve 3ABA Kimyasallarının Termal Analizleri

Hidrojen bağlı sıvı kristal saf hekzilbenzoik asit (6BA)'nın termal analizi DSC'de 10 °C/dak oranındaki sürekli ısıtma ve soğutma işlemiyle yapılmıştır. DSC sonuçlarında sürekli ısıtma ve sürekli soğutma sırasında iki tane faz geçiş piki gözlenmiştir (Şekil 4.1). Şekil 4.1'de görüldüğü gibi ısıtma işlemine oda sıcaklığından (25°C) 160°C'ye kadar ısıtma ve tekrar oda sıcaklığına kadar soğutma işlemi yapılmıştır. Saf 6BA sıvı kristalindeki faz dizilimi sırasıyla kristal-nematik-izotropik (K-N-I) biçiminde olduğu görülmüştür. Sıvı kristalin ısıtma esnasında kristal-nematik (K-N) faz geçiş sıcaklığı,  $T_{KN}=97.59$  °C olarak ölçülmüştür. Soğutma sırasında ise nematik-kristal faz geçiş sıcaklığı,  $T_{NK}=88.26$  °C olarak ölçülmüştür. Sıvı kristalin ısıtma anında nematik-izotropik (N-I) faz geçiş sıcaklığı,  $T_{NI}=111$ °C olarak ölçülmüştür. Soğutma sırasında izotropik-nematik faz geçiş sıcaklığı,  $T_{IN}=109$  °C olarak ölçülmüştür. 6BA malzemesinin faz geçiş sıcaklıkları ile hesaplanan entalpi değişimleri ( $\Delta H$ ) Çizelge 4.1'de verilmiştir. Çizelge 4.1 ve Şekil 4.1'de açıkça görüldüğü gibi ısıtma sırasında gözlenen pik sıcaklık ve entalpi değişim değerleri soğutma sırasında gözlenen pik sıcaklık ve entalpi değişim değerlerinde daha büyüktür. Elde edilen verilerin literatürde (Okumuş, 2012) rapor edilen veriler ile uyumlu olduğu görülmüştür.



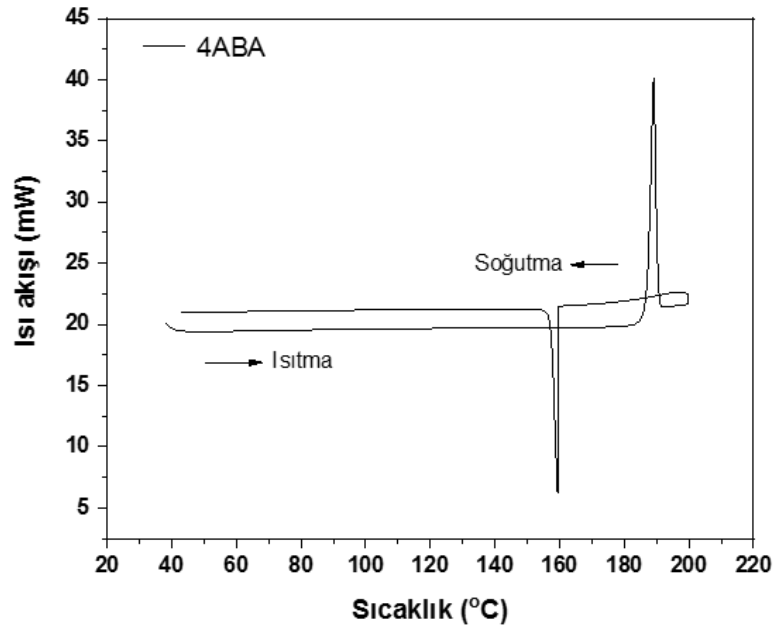
Şekil 4.1: Saf 6BA sıvı kristalinin DSC ile elde edilen ısıtma ve soğutma grafiği

Çizelge 4.1: 6BA,4ABA ve 3ABA kimyasalların entalpi değişim ( $\Delta H$ ) ve faz geçiş pik sıcaklık (T) değerleri

Sıvı Kristal	Teknik	$T_{KN}$ (°C)	$\Delta H_{KN}$ (J/g)	$T_{NI}$ (°C)	$\Delta H_{NI}$ (J/g)	$T_{KI}$ (°C)	$\Delta H_{KI}$ (J/g)
6BA	Isıtma	97,59	458,59	111	46,9		
	Soğutma	88,26	-386,3	109	-15,2		
4ABA	Isıtma					189,1	234,0
	Soğutma					159,4	131,5
3ABA	Isıtma					174,4	284,7
	Soğutma					125,3	15,8

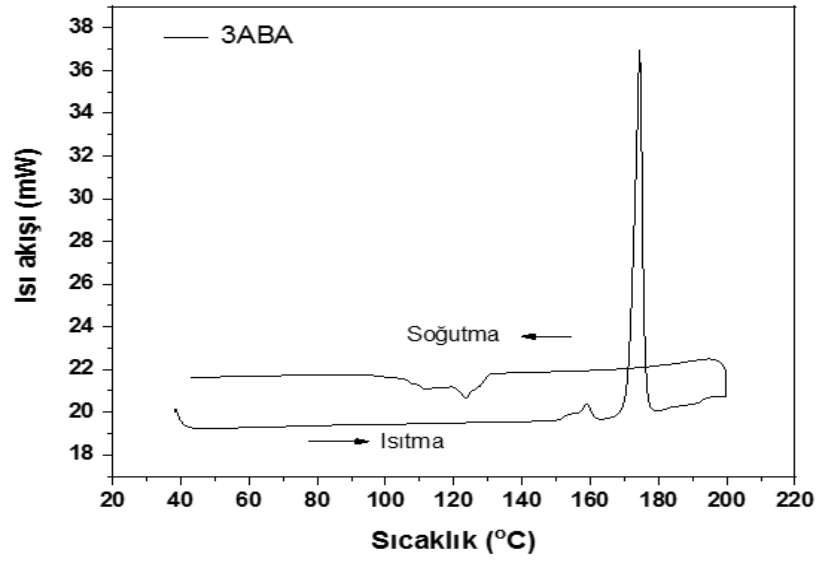
Şekil 4.2’de 4ABA kimyasal malzemesinin DSC ile ısıtma işlemi sırasında bir adet endotermik pik ve soğutma işleminde ise bir adet ekzotermik pik olduğu görülmüştür. Isıtma sırasında malzemenin kristal fazdan izotropik faza geçiş sıcaklığı 189.1°C olarak ölçülmüştür. Bu faz değişim geçişi sırasında entalpi değişimi 234 J/g olarak hesaplanmıştır. 4ABA numunesi 200°C’ye kadar ısıtılıp tekrar soğutulurken

izotropik fazdan kristal faz geçiş sıcaklığı  $T_{KI}=159.4^{\circ}\text{C}$  olarak ölçülmüştür. Bu faz geçiş sırasında  $131.5\text{J/g}$  ekzotermik pik entalpi değişimi hesaplanmıştır. 4ABA kimyasalının DSC taramasındaki keskin eğriler saflık oranının yüksek olduğunu göstermektedir. 4ABA sıvı kristalinin ısıtma ve soğutma esnasında hesaplanan entalpi değişim ( $\Delta H$ ) ile ölçülen faz geçiş sıcaklık (T) değerleri Çizelge 4.1’de verilmiştir. Elde edilen değerlerin (Dindar, 2021) tarafından yapılan tez çalışmasında bulunan değerler ile uyumlu olduğu bulunmuştur.



Şekil 4.2: Saf 4ABA kimyasalının DSC ile elde edilen sürekli ısıtma ve soğutma grafiği (Dindar, 2021)

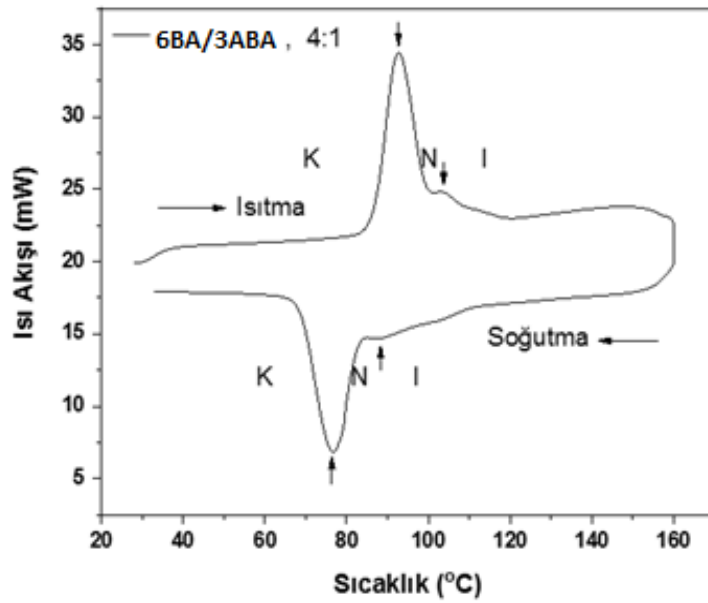
3ABA sıvı kristalinin DSC ile ısıtılırken faz geçişini gösteren bir tane endotermik pik olduğu Şekil 4.3’te görülmüştür. Isıtma sırasında numunenin  $159,3^{\circ}\text{C}$  de bir kristal yapıdan diğer bir kristal yapıya geçtiği görülmüştür.  $174,42^{\circ}\text{C}$ ’de gözlenen endotermik pikte ise kristal faz yapısından izotropik faz yapısına geçiş yaptığı görülmektedir. Çizelge 4.1’de 3ABA numunenin kristal faz yapısından izotropik faz yapısına geçişindeki entalpi değişimi  $284.69\text{ J/g}$  olarak ölçülen değeri gösterilmiştir. Elde edilen değerlerin (Dindar, 2021) tarafından yapılan tez çalışmasında bulunan değerler ile uyumlu olduğu bulunmuştur.



Şekil 4.3: Saf 3ABA sıvı kristalinin DSC ile elde edilen sürekli ısıtma ve soğutma grafiği (Dindar, 2021)

#### 4.1.2. 4:1 Oranındaki 6BA/3ABA Sıvı Kristal Karışımının Termal Analizi

Üretilen sıvı kristal 6BA/3ABA karışım numunesi DSC ile 30 °C sıcaklıktan başlayarak 160 °C sıcaklığa kadar 10 °C/dak tarama hızıyla ısıtma işlemleri yapılmıştır. Analizden elde edilen DSC eğrisi Şekil 4.4'te verilmiştir.



Şekil 4.4: 4:1 oranındaki 6BA/3ABA sıvı kristal karışımının DSC ile elde edilen sürekli ısıtma ve soğutma grafiği

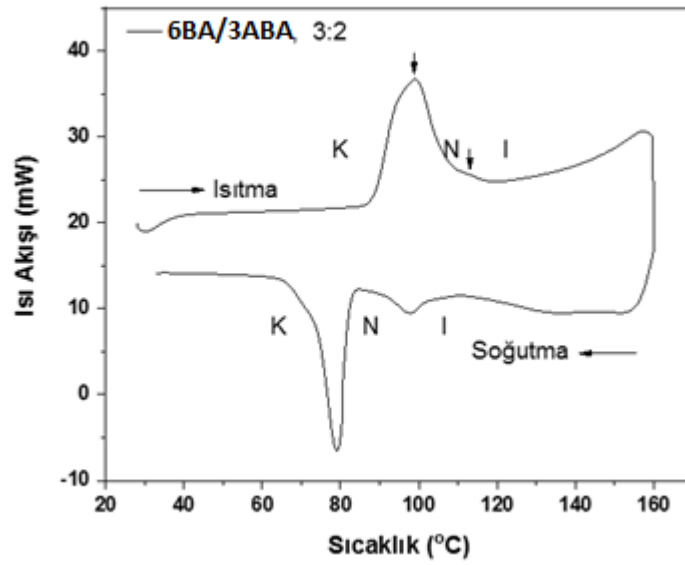
Numune 30°C'den 160°C'ye kadar 10°C/dk ile ısıtılıp izotropik faza tamamen geçmesi için 160 °C'de 1 dakika bekletilerek tekrar 30°C'ye kadar 10°C/dak soğutma hızında soğutulmuştur. Şekil 4.4'de görüldüğü gibi 4:1 ağırlık oranında 6BA/3ABA sıvı kristal karışımı için DSC ile sürekli ısıtma anında faz geçişlerini gösteren iki adet endotermik pik görülmüştür. Devamlı ısıtma anında görülen faz sırası kristal (K) – nematik (N) – izotropik (I) biçiminde meydana gelmiştir. Sıvı kristalin devamlı ısıtma anında kristal-nematik (K-N) faz geçiş sıcaklık değeri  $T_{KN}=92.64^{\circ}\text{C}$  ve nematik- izotropik faz geçiş sıcaklığı  $T_{NI}=103^{\circ}\text{C}$  olurken devamlı soğutma anında ise izotropik-nematik faz geçiş sıcaklık değeri (I-N)  $T_{IN}=91^{\circ}\text{C}$  ve nematik-kristal faz geçiş sıcaklığı,  $T_{NK}=76,68^{\circ}\text{C}$  olarak ölçülmüştür. Çizelge 4.2'de 6BA/3ABA sıvı kristal karışımının faz geçiş sıcaklıkları ile hesaplanan entalpi değişimleri ( $\Delta H$ ) verilmiştir. Çizelge 4.2'de görüldüğü gibi ısıtma esnasında elde edilen faz geçiş sıcaklık ve entalpi değerleri sürekli soğutma sırasında elde edilen faz geçiş sıcaklık ve entalpi değerlerinden daha büyüktür. Bu durumun nedeni ısıtma sırasında bazı kimyasal bağların yüksek enerji nedeniyle kırılmaları ve soğutma sırasında bu kırılan bağların tekrar oluşmaması olabilir.

Çizelge 4.2: 4:1 oranındaki 6BA/3ABA sıvı kristalinin entalpi değişim ( $\Delta H$ ) ve faz geçiş pik sıcaklık (T) değerleri

Sıvı Kristal	Teknik	$T_{KN}$ (°C)	$\Delta H_{KN}$ (J/g)	$T_{NI}$ (°C)	$\Delta H_{NI}$ (J/g)
6BA/3ABA 4:1	Isıtma	92,64	491,87	103	49,19
	Soğutma	76,68	471,76	91	47,18

#### 4.1.3. 3:2 Oranındaki 6BA/3ABA Sıvı Kristal Karışımının Termal Analizi

3:2 oranındaki 6BA/3ABA sıvı kristal karışımının DSC ile devamlı ısıtma anında faz geçiş değerlerini gösteren iki adet endotermik pik Şekil 4.5'teki gibi görülmüştür. Devamlı ısıtma esnasında görülen faz geçiş sırası kristal (K) – nematik (N) – izotropik (I) şeklinde olmaktadır. Sıvı kristalin devamlı ısıtma anında kristal-nematik (K-N) faz geçiş sıcaklık değeri,  $T_{KN}=98.92^{\circ}\text{C}$  ve nematik- izotropik faz geçiş sıcaklığı  $T_{NI}=111^{\circ}\text{C}$  olurken devamlı soğutma anında ise izotropik-nematik faz geçiş pik sıcaklık değeri (I-N)  $T_{NI}=97^{\circ}\text{C}$  ve nematik-kristal faz geçiş pik sıcaklığı,  $T_{NK}=80,01^{\circ}\text{C}$  olarak ölçülmüştür. Çizelge 4.3'te 3:2 oranındaki 6BA/3ABA sıvı kristal karışımının hesaplanan entalpi değişimleri ( $\Delta H$ ) ile ölçülen faz geçiş pik sıcaklık değerleri verilmiştir.



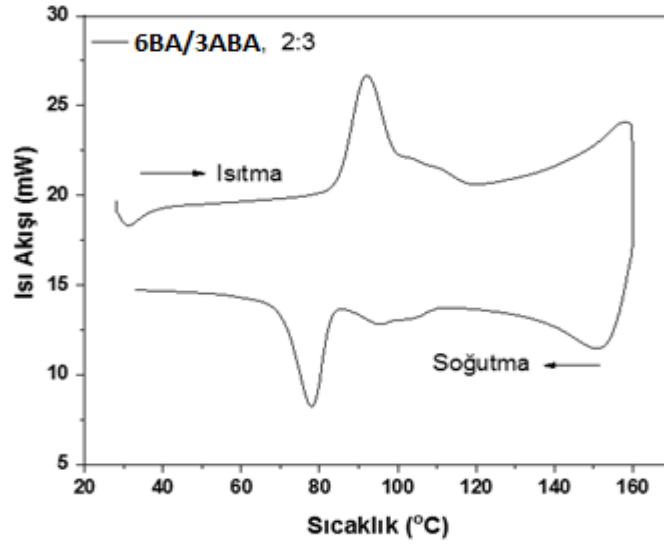
Şekil 4.5: 3:2 oranındaki 6BA/3ABA sıvı kristal karışımının DSC ile elde edilen sürekli ısıtma ve soğutma grafiği

Çizelge 4.3: 3:2 oranındaki 6BA/3ABA sıvı kristalinin entalpi değişimleri ( $\Delta H$ ) ve faz geçiş pik sıcaklık (T) değerleri

Sıvı Kristal	Teknik	$T_{KN}$ (°C)	$\Delta H_{KN}$ (J/g)	$T_{NI}$ (°C)	$\Delta H_{NI}$ (J/g)
6BA/3ABA 3:2	Isıtma	98,92	1006,98	111	100,70
	Soğutma	80,01	697,99	97	69,80

#### 4.1.4. 2:3 Oranındaki 6BA/3ABA Sıvı Kristal Karışımının Termal Analizi

2:3 ağırlık oranındaki 6BA/3ABA sıvı kristal karışımını 30°C'den 160°C'ye kadar 10°C/dk ile ısıtılıp izotropik faza tamamen geçmesi için 160°C'de 1 dakika bekletilerek sonra tekrar 30°C'ye kadar 10°C/dak tarama hızı ile soğutulmasıyla elde edilen DSC eğrisi Şekil 4.6'da verilmiştir.



Şekil 4.6: 2:3 oranındaki 6BA/3ABA sıvı kristal karışımının DSC'den elde edilen devamlı ısıtma ve soğutma grafiği

Şekil 4.6'da görüldüğü gibi 2:3 oranındaki 6BA/3ABA sıvı kristal karışımının DSC ile devamlı ısıtma anında faz geçiş değerlerini işaret eden iki adet endotermik pik bir görülmüştür. Soğutma esnasında ise iki tane ekzotermik pik görülmüştür. Devamlı ısıtma anında gözlenen faz geçiş sırası kristal (K) – nematik (N) – izotropik (I) biçiminde meydana gelmiştir. Sıvı kristalin devamlı ısıtma anında kristal-nematik (K-N) faz geçiş pik sıcaklık değeri  $T_{KN}=91.95^{\circ}\text{C}$  ve nematik- izotropik faz geçiş pik sıcaklığı  $T_{NI}=101^{\circ}\text{C}$  olurken devamlı soğutma anında ise izotropik-nematik faz geçiş pik sıcaklık değeri (I-N)  $T_{IN}=96^{\circ}\text{C}$  ve nematik-kristal faz geçiş pik sıcaklığı,  $T_{NK}=79,52^{\circ}\text{C}$  olarak ölçülmüştür. Çizelge 4.6'da 2:3 oranındaki 6BA/3ABA sıvı kristal karışımının hesaplanan entalpi değişim ( $\Delta H$ ) ile ölçülen faz geçiş pik sıcaklık değerleri verilmiştir. Kristal fazdan nematik faza geçerken hesaplanan entalpi değerinin nematik fazdan kristal faza geçerken ki entalpi değerinden büyük olduğu Şekil 4.6'da ve Çizelge 4.4'te olduğu gibi gözlenmektedir.

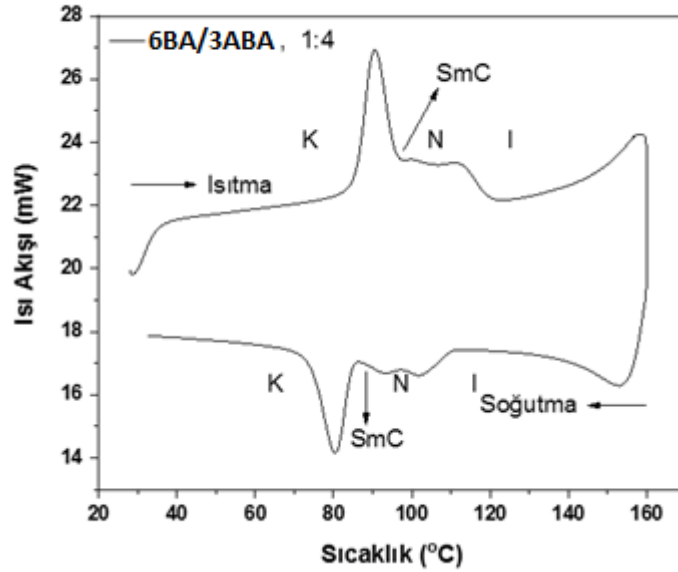
Çizelge 4.4: 2:3 oranındaki 6BA/3ABA sıvı kristalinin entalpi değişim ( $\Delta H$ ) ve faz geçiş pik sıcaklık (T) değerleri

Sıvı Kristal	Teknik	$T_{KN}$ (°C)	$\Delta H_{KN}$ (J/g)	$T_{NI}$ (°C)	$\Delta H_{NI}$ (J/g)
6BA/3ABA 2:3	Isıtma	91,95	268,03	101	26,80
	Soğutma	79,52	255,91	96	25,60



#### 4.1.5. 1:4 Oranındaki 6BA/3ABA Sıvı Kristal Karışımının Termal Analizi

1:4 ağırlık oranındaki 6BA/3ABA sıvı kristal karışımını 30°C'den 160°C'ye kadar 10°C/dk ile ısıtılıp izotropik faza tamamen geçmesi için 160°C'de 1 dakika bekletilerek tekrar 30°C'ye kadar 10°C/dak soğutma hızıyla soğutulmuştur. Yapılan analizden elde edilen DSC eğrisi Şekil 4.7'de gösterilmiştir.



Şekil 4.7: 1:4 oranındaki 6BA/3ABA sıvı kristal karışımının DSC ile elde edilen devamlı ısıtma ve soğutma grafiği

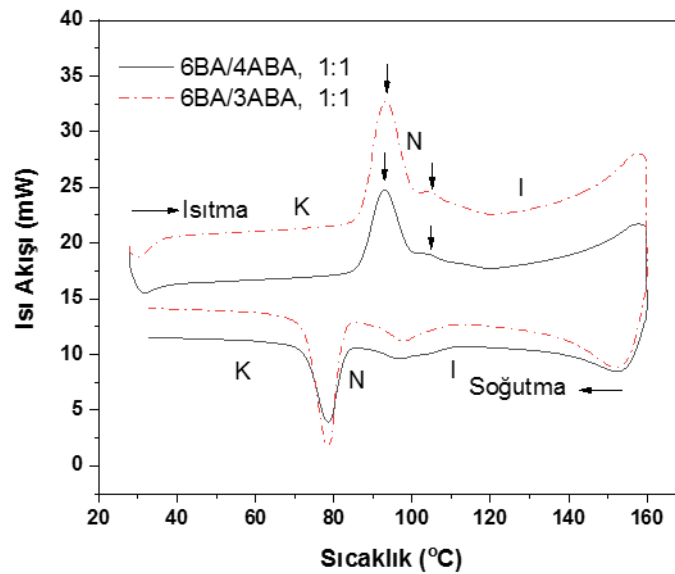
1:4 oranındaki 6BA/3ABA sıvı kristalinin DSC ile devamlı ısıtma anında faz geçişlerini gösteren üç adet endotermik pik Şekil 4.7'deki gibi gösterilmiştir. Devamlı ısıtma esnasında görülen faz geçiş sırası kristal (K) – smektik C- nematik (N) – izotropik (I) biçiminde meydana gelmiştir. Sıvı kristalin devamlı ısıtma anında kristal-SmektikC-nematik-izotropik (K-SmC-N-I) fazlarının geçiş pik sıcaklıkları sırasıyla  $T_{KC}=90.51^{\circ}\text{C}$ ,  $T_{CN}=100.5^{\circ}\text{C}$  ve  $T_{NI}=111^{\circ}\text{C}$  iken sürekli soğutma sırasında izotropik-nematik-smektikC-kristal (I-N-SmC-K) faz geçiş pik sıcaklıkları ise sırasıyla  $T_{IN}=102^{\circ}\text{C}$ ,  $T_{NC}=95^{\circ}\text{C}$  ve  $T_{NK}=80,74^{\circ}\text{C}$  olarak ölçülmüştür. Çizelge 4.5'te 1:4 oranındaki 6BA/3ABA sıvı kristal karışımının hesaplanan entalpi değişim ( $\Delta H$ ) ve ölçülen faz geçiş pik sıcaklık değerleri verilmiştir. Çizelge 4.7'de görüldüğü gibi ısıtma esnasında elde edilen faz geçiş sıcaklık ve entalpi değerleri sürekli soğutma sırasında elde edilen faz geçiş sıcaklık ve entalpi değerlerinden daha büyüktür. Bu durumun nedeni ısıtma sırasında bazı kimyasal bağların yüksek enerji nedeniyle kırılmaları ve soğutma sırasında bu kırılan bağların tekrar oluşmaması olabilir.

Çizelge 4.5: 1:4 oranındaki 6BA/3ABA sıvı kristalinin entalpi değişim ( $\Delta H$ ) ve faz geçiş pik sıcaklık ( $T$ ) değerleri

Sıvı Kristal	Teknik	$T_{KC}$ (°C)	$\Delta H_{KC}$ (J/g)	$T_{CN}$ (°C)	$\Delta H_{CN}$ (J/g)	$T_{NI}$ (°C)	$\Delta H_{NI}$ (J/g)
6BA/3ABA 1:4	Isıtma	90,51	142,08	100,5	14,21	111	28,42
	Soğutma	80,74	114,69	95	11,45	102	22,90

#### 4.1.6. 1:1 Ağırlık Oranındaki Sıvı Kristal Karışımların Termal Analizi

1:1 ağırlık oranındaki 6BA/3ABA ve 6BA/4ABA sıvı kristal karışımları 30°C'den 160°C'ye kadar 10°C/dak ile ısıtılıp izotropik faza tamamen geçmesi için 160°C'de 1 dakika bekletilerek tekrar 30°C'ye kadar 10°C/dak soğutma hızıyla soğutulmuştur. Yapılan analizden elde edilen DSC eğrileri Şekil 4.8'de gösterilmiştir.



Şekil 4.8: 1:1 ağırlık(wt) oranındaki sıvı kristal karışımların DSC ile elde edilen sürekli ısıtma ve soğutma grafiği

DSC ile sürekli ısıtma esnasında her iki karışımda da faz geçiş sıcaklık değerlerini belirten iki adet endotermik pik Şekil 4.8'deki gibi görülmüştür. Devamlı ısıtma anında gözlenen faz geçiş sırası Kristal (K) – nematik (N) – izotropik (I) şeklinde gerçekleşmiştir. 6BA/3ABA sıvı kristalin devamlı ısıtma anında kristal-nematik-izotropik (K-N-I) faz geçiş sıcaklık değerleri sırasıyla,  $T_{KN}=93.12^{\circ}\text{C}$  ve  $T_{NI}=102^{\circ}\text{C}$  iken

sürekli soğutma sırasında ise izotropik-nematik faz geçişi  $T_{IN}=97^{\circ}\text{C}$  ve nematik-kristal faz geçiş sıcaklığı,  $T_{NK}=79,74^{\circ}\text{C}$  olarak ölçülmüştür. 6BA/4ABA sıvı kristalin devamlı ısıtma anında kristal-nematik-izotropik (K-N-I) faz geçiş sıcaklığı,  $T_{KN}=92,73^{\circ}\text{C}$  ve  $T_{NI}=101^{\circ}\text{C}$  iken sürekli soğutma sırasında ise izotropik-nematik faz geçişi  $T_{IN}=97^{\circ}\text{C}$  ve nematik-kristal faz geçiş sıcaklığı,  $T_{NK}=79,80^{\circ}\text{C}$  olarak ölçülmüştür. Çizelge 4.6'da 1:1 ağırlık oranlarındaki 6BA/3ABA ile 6BA/4ABA sıvı kristal karışımlarının hesaplanan entalpi değişim ( $\Delta H$ ) ve ölçülen faz geçiş pik sıcaklık değerleri verilmiştir.

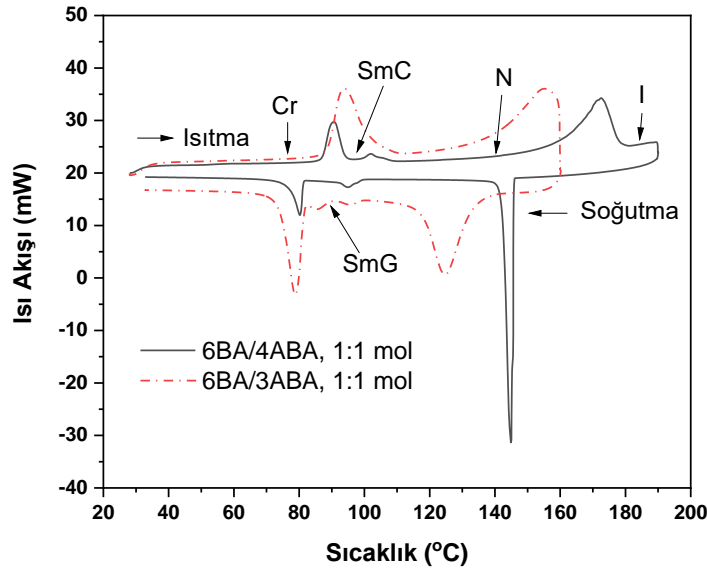
Çizelge 4.6: 1:1 ağırlık oranındaki sıvı kristallerin entalpi değişim ( $\Delta H$ ) ve faz geçiş pik sıcaklık (T) değerleri

Sıvı Kristal	Teknik	$T_{KN}$ ( $^{\circ}\text{C}$ )	$\Delta H_{KN}$ (J/g)	$T_{NI}$ ( $^{\circ}\text{C}$ )	$\Delta H_{NI}$ (J/g)
6BA/3ABA	Isıtma	93,12	431,44	102	43,15
	Soğutma	79,74	404,18	97	40,42
6BA/4ABA	Isıtma	92,73	285,29	101	28,53
	Soğutma	79,80	259,48	97	25,95

Çizelge 4.6'da görüldüğü gibi 6BA/3ABA sıvı kristal karışımının sürekli ısıtma esnasında ölçülen faz geçiş sıcaklık değerleri 6BA/4ABA sıvı kristal için ölçülen faz geçiş sıcaklık değerlerinden daha büyüktür. Sürekli soğutma esnasında her iki karışımın faz geçiş sıcaklık değerleri yaklaşık eşittir. Ayrıca soğutma sırasında ölçülen faz geçiş sıcaklık ve entalpi değerleri ısıtma sırasında ölçülen faz geçiş sıcaklık ve entalpi değerlerinden daha düşük olduğu görülmektedir.

#### 4.1.7. 1:1 Mol Oranındaki Sıvı Kristal Karışımların Termal Analizi

1:1 mol oranındaki 6BA/3ABA ve 6BA/4ABA sıvı kristal karışımlarını  $30^{\circ}\text{C}$ 'den  $190^{\circ}\text{C}$ 'ye kadar  $10^{\circ}\text{C}/\text{dak}$  ile ısıtılıp izotropik faza tamamen geçmesi için  $190^{\circ}\text{C}$ 'de 1 dakika bekletilerek tekrar  $30^{\circ}\text{C}$ 'ye kadar  $10^{\circ}\text{C}/\text{dak}$  soğutma hızında soğutulmuştur. Yapılan analizlerden elde edilen DSC eğrisi Şekil 4.9'da verilmiştir.



Şekil 4.9: 1/1 (mol/mol) oranında oluşturulan 6BA/4ABA ve 6BA/3ABA sıvı kristal karışımının 10 °C/dak ısıtma ve soğutma oranında elde edilen DSC sonuçları

DSC ile sürekli ısıtma esnasında her iki karışım içinde faz geçiş sıcaklık değerlerini belirten üç adet endotermik pik Şekil 4.9'daki gibi görülmüştür. Devamlı ısıtma anlarında görülen faz sırası kristal (K)-Smektik C (SmC) – Nematik (N) – İzotropik (I) biçiminde gerçekleşmiştir. 1:1 mol oranındaki 6BA/3ABA sıvı kristal karışımının devamlı ısıtma anlarında kristal-smektikG- nematik-izotropik (K-SmG-N-I) faz geçiş sıcaklık değerleri sırasıyla,  $T_{KG}=94.66^{\circ}\text{C}$ ,  $T_{GN}=103^{\circ}\text{C}$  ve  $T_{NI}=174^{\circ}\text{C}$  olurken devamlı soğutma anlarında izotropik-nematik-smektikG-kristal faz geçiş sıcaklıkları,  $T_{IN}=135^{\circ}\text{C}$ ,  $T_{NSmG}=86^{\circ}\text{C}$  ve  $T_{SmGK}=79.39^{\circ}\text{C}$  olarak ölçülmüştür. 1:1 mol oranındaki 6BA/4ABA sıvı kristal karışımının sürekli ısıtma sırasında kristal-smektikC-nematik-izotropik (K-SmC-N-I) faz geçiş sıcaklık değerleri,  $T_{KC}=91.84^{\circ}\text{C}$ ,  $T_{CN}=111^{\circ}\text{C}$  ve  $T_{NI}=154^{\circ}\text{C}$  olurken devamlı soğutma anlarında ise izotropik-nematik-smektikC-kristal faz geçiş sıcaklık değerleri sırasıyla,  $T_{IN}=126^{\circ}\text{C}$ ,  $T_{NC}=86^{\circ}\text{C}$   $T_{CK}=79,88^{\circ}\text{C}$  olarak ölçülmüştür. Çizelge 4.7'de 1:1 mol oranlarındaki 6BA/3ABA ve 6BA/4ABA sıvı kristal karışımlarının hesaplanan entalpi değişim ( $\Delta H$ ) ile ölçülen faz geçiş pik sıcaklık (T) değerleri verilmiştir.

Çizelge 4.7'de görüldüğü gibi 6BA/3ABA sıvı kristal karışımının sürekli ısıtma esnasında ölçülen faz geçiş sıcaklık değerleri 6BA/4ABA sıvı kristal için ölçülen faz geçiş sıcaklık değerlerinden daha büyüktür. Sürekli soğutma esnasında her iki karışımın faz geçiş sıcaklık değerlerinin birbirine çok yakın olduğu görülmektedir. Ayrıca soğutma

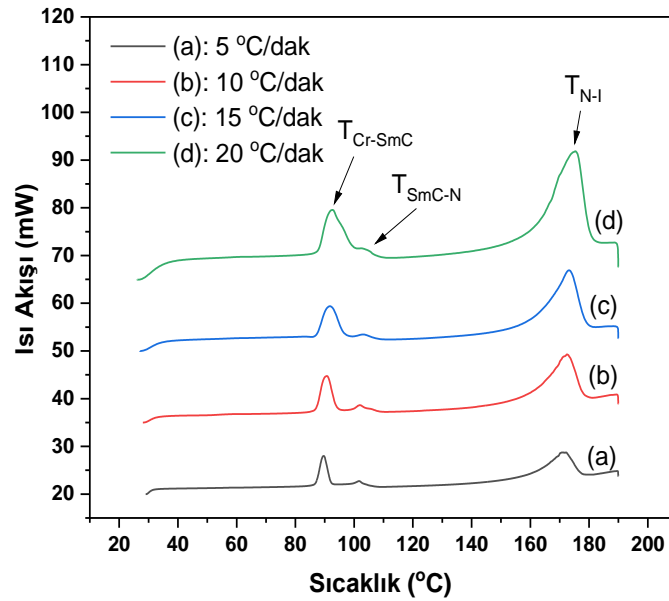
sırasında ölçülen faz geçiş sıcaklık ve entalpi değerleri ısıtma sırasında ölçülen faz geçiş sıcaklık ve entalpi değerlerinden daha düşük olduğu görülmektedir.

Çizelge 4.7: 1:1 mol oranındaki sıvı kristallerin entalpi değişim ( $\Delta H$ ) ve faz geçiş pik sıcaklık ( $T$ ) değerleri

Sıvı Kristal	Teknik	$T_{KC}$ (°C)	$\Delta H_{KC}$ (J/g)	$T_{CN}$ (°C)	$\Delta H_{CN}$ (J/g)	$T_{NI}$ (°C)	$\Delta H_{NI}$ (J/g)
6BA/3ABA 1:1	Isıtma	94,66	592,54	103	59,25	174	610
	Soğutma	79,39	498,37	86	49,84	135	512
6BA/4ABA 1:1	Isıtma	91,84	381,10	111	38,10	154	316
	Soğutma	79,88	360,42	89	36,10	126	526

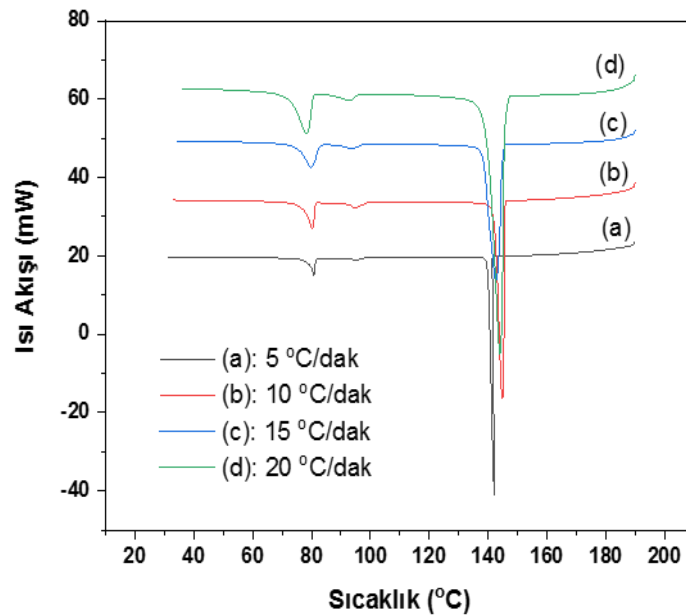
#### 4.1.8. 1:1 Mol Oranındaki 6BA/4ABA Sıvı Kristal Karışımın Isıtma Oranına Bağlı Termal Analizi

Kinetik analiz için 1:1 mol oranlarında karıştırılan 6BA/4ABA karışımının DSC ile farklı ısıtma oranlarında 30°C'den 190°C'ye kadar ısıtma ve soğutma durumları incelenmiştir. 1:1 mol oranındaki 6BA/4ABA sıvı kristal karışımının DSC ısıtma durumlarını gösteren grafikler Şekil 4.10'da ve soğutma durumu belirten grafiklerde Şekil 4.11'de verilmiştir.



Şekil 4.10: 1/1 (mol/mol) oranında oluşturulan 6BA/4ABA sıvı kristal karışımından DSC ile elde edilen farklı ısıtma oranlarındaki grafikleri

DSC sonuçlarına göre 1:1 mol oranındaki 6BA/4ABA sıvı kristal karışımının devamlı ısıtma sırasında K-SmC-N-I faz geçişlerini görülmüştür. 1:1 mol oranındaki 6BA/4ABA sıvı kristal karışımının ısıtma oranı 5°C/min'den 20°C/min'ye kadar yükseldikçe faz geçiş pik sıcaklık değerleri, geçiş entalpi değerleri ve pik yükseklik değerleri Çizelge 4.8'deki gibi arttığı görülmektedir. Ancak faz geçiş pik sayısında değişim görülmemiştir. Bunun sonucu olarak tüm ısıtma hız oranlarında aynı reaksiyonların farklı sıcaklık değerlerinde gerçekleştiğini göstermektedir. Bu sonuçta; 1:1 mol oranındaki 6BA/4ABA sıvı kristal karışımın, farklı ısıtma oranı ile yapılan ısıtma işlemlerinde çıkan ani sıcaklık farklılıklarından etkilenmediği anlaşılmaktadır. Benzer sonuçlar Okumuş (2015) tarafından rapor edilmiştir.



Şekil 4.11: 1:1 (mol/mol) oranında oluşturulan 6BA/4ABA sıvı kristal karışımından DSC ile elde edilen farklı soğutma oranlarındaki grafikleri

Şekil 4.10'den elde edilen entalpi değişim ve faz geçiş sıcaklık değerleri Çizelge 4.8'de verilmiştir. Çizelge 4.8'deki değerler kullanılmak suretiyle 6BA/4ABA karışımının her bir faz geçiş için faz geçiş aktivasyon enerjisi hesaplanmıştır. Faz geçiş aktivasyon enerjilerinin hesaplamasını yapabilmek için Takhor (Takhor, 1971), Ozawa (Ozawa, 1970) ve Kissinger (Kissinger, 1957) metotları kullanılmıştır. Bu denklemler sırasıyla;

$$\ln \left[ \frac{T^2}{\beta} \right] = \frac{E_a}{RT} + A \quad (4.1)$$

$$\log(\beta) = -0,4567 \left[ \frac{E_a}{RT} \right] + B \quad (4.2)$$

$$\ln(\beta) = -\frac{E_a}{RT} + C \quad (4.3)$$

Verilmiştir. Burada  $\beta$  ısıtma oranı, T sıcaklık, R gaz sabiti,  $E_a$  aktivasyon enerjisi, ile A, B ve C ise sabit değerlerdir. Bu yöntem ile hesaplanan aktivasyon enerji değerleri Çizelge 4.9'da gösterilmektedir. Çizelge 4.9'da verildiği gibi üç farklı yöntem ile hesaplanan aktivasyon enerjilerinin yaklaşık aynı değerlere sahip olduğu görülmüştür. Ayrıca Çizelge 4.8'de görüldüğü gibi ısıtma oranı artmasına rağmen sıvı kristal karışımlarda mezojenik nematik fazın fazla değişmediği görülmektedir. Bu, 6BA/4ABA karışımının devamlı ısıtma esnasında meydana gelen faz dönüşüm reaksiyonlarının düzgün olduğunu belirtmektedir. K-SmC faz geçiş aktivasyon enerji değeri diğer bütün faz geçiş aktivasyon enerji değerlerinden daha düşüktür. Yüksek aktivasyon enerjisi faz dönüşümlerinde gerekli enerji bariyerinin yüksek olduğunu göstermektedir. Bu sebepten dolayı 6BA/4ABA karışımı K-SmC faz geçiş sıcaklıklarından daha yüksek sıcaklık değerlerinde kararlı durumdadır. 6BA/4ABA karışımındaki sıvı kristalik özellik sergileyen mezofazların kararlı durumu ise Çizelge 4.8'de verildiği üzere nematik-izotropik faz geçiş aktivasyon enerjisi daha büyük olduğu için nematik faz smektik C fazından daha kararlı durumdadır. Elde edilen sonuçların literatürde (Okumuş, 2017; Okumuş, 2019) rapor edilen sonuçlar ile uyumlu olduğu görülmektedir.

Çizelge 4.8: Isıtma oranına bağlı olarak 6BA/4ABA sıvı kristal karışımının faz geçiş sıcaklıkları

<b>Isıtma Oranı (°C/dak)</b>	<b>T<sub>KC</sub> (°C)</b>	<b>ΔH (J/g)</b>	<b>T<sub>CN</sub> (°C)</b>	<b>ΔH (J/g)</b>	<b>T<sub>NI</sub> (°C)</b>	<b>ΔH (J/g)</b>	<b>Nematik Genişlik</b>
<b>5</b>	89,59	110,49	101,43	5,53	172,15	435,27	70,72
<b>10</b>	90,63	176,04	101,83	8,86	172,54	479,39	70,71
<b>15</b>	91,81	184,13	102,97	9,27	173,15	486,29	70,18
<b>20</b>	92,71	261,01	104,93	13,05	175,45	547,22	70,52

Çizelge 4.9: 6BA/4ABA sıvı kristal karışımının faz geçiş aktivasyon enerjileri

<b>Aktivasyon Enerjileri (kJ/mol)</b>	<b>K-SmC</b>	<b>SmC-N</b>	<b>N-I</b>
<b>Kissenger</b>	473	393	556
<b>Ozawa</b>	455	379	536
<b>Takhor</b>	479	399	564

## 4.2. POM Çalışmaları

Elde edilen sıvı kristal karışımların sergiledikleri faz geçişlerini ve faz adlandırmasını yapmak için gözlemlenmek için Batman Üniversitesi Jeoloji Mühendisliği Bölümündeki Leica marka Polarize Optik Mikroskop kullanılmıştır. Faz adlandırmaları POM sonuçlarında elde edilen tekstürlerin literatürde (Okumuş, 2012) var olan tekstürlerle karşılaştırması yapılarak ve ayrıca DSC sonuçlarının da dikkate alınarak yapılmıştır.

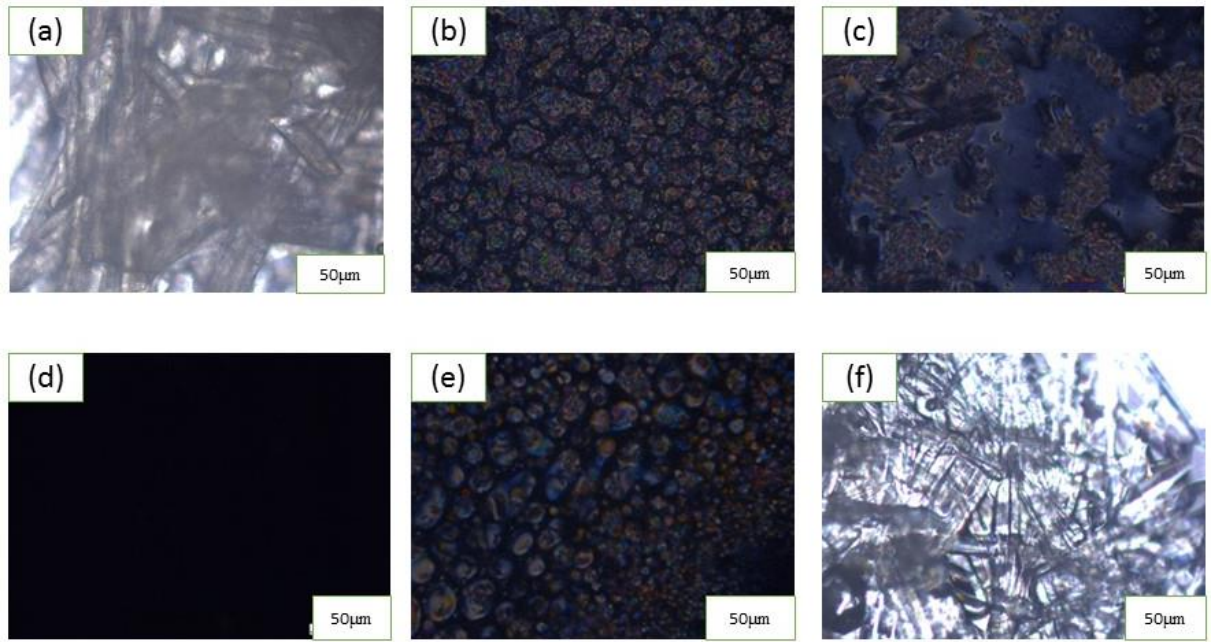
Hazırlanan sıvı kristal karışımlar çukur lam içerisine az miktarda yerleştirilip üzerine çok ince lamel yerleştirilmiştir. Daha sonra ısıtma tablasında numuneler oda sıcaklığından 200°C'ye kadar ısıtılarak polarizasyon mikroskopundaki devamlı ısıtma ve soğutma esnasında göstermiş olduğu faz geçişleri ve ara faz görüntüleri bilgisayara kaydedilmiştir. Numuneler devamlı ısıtma ve devamlı soğutmalar yapılarak faz geçişleri ve ara faz görüntüleri elde etmek için işlemler tekrarlanmıştır.

### 4.2.1. 6BA/3ABA Sıvı Kristal Karışımının POM Analizi

Ağırlıkça 1:1 oranında üretilen 6BA/3ABA sıvı kristal karışım kompleksinin mezomorfik yapıları POM ile araştırılmıştır. Şekil 4.12 sürekli ısıtma ve soğutma sırasında 6BA/3ABA ikili karışım kompleksinin morfolojik tekstürlerini göstermektedir. Şekil 4.12'de görüldüğü gibi, 6BA/3ABA karışımın faz yapılarının hem ısıtma esnasında hem de soğutma esnasında kristal, nematik ve izotropik olduğu görülmektedir. Sürekli ısıtma sırasında kristal fazdan nematik faza geçiş sıcaklığı 93,12°C ve nematik fazdan izotropik faz geçiş sıcaklığı olarak da 102°C olduğu görülmüştür. Sürekli soğutma sırasında ise izotropik fazdan nematik faza geçiş sıcaklığı 97°C ve nematik fazdan kristal faza geçiş sıcaklığı da 79,74°C olarak ölçülmüştür. Şekil 4.12(a) devamlı ısıtma anlarında



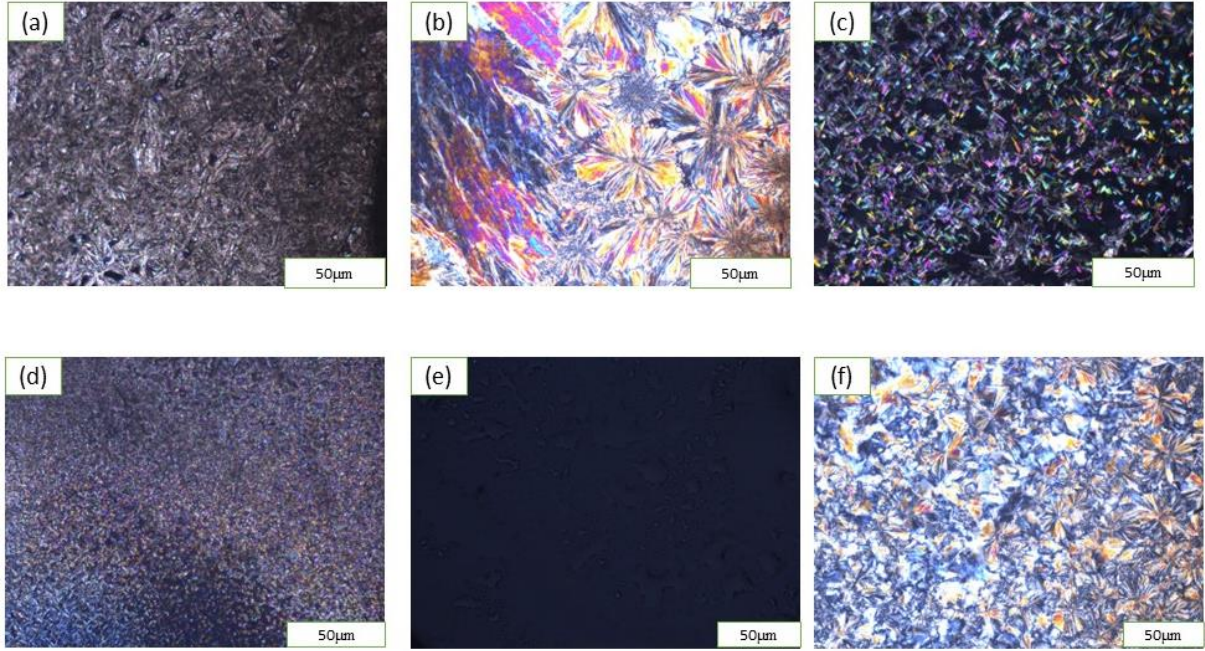
40°C sıcaklıkta görülen kristal fazı göstermektedir. Şekil 4.12(b) ısıtma sırasında 96°C sıcaklıkta gözlenen nematik fazı göstermektedir. Şekil 4.12(c) 102°C sıcaklıkta gözlenen nematik-izotropik faz geçişi göstermektedir. Şekil 4.12(d) 115°C sıcaklığında görülen izotropik faz yapısını göstermiştir. Sürekli soğutma sırasında Şekil 4.12(d) 93°C sıcaklıkta gözlenen nematik faz gösterilmektedir. Şekil 4.12(f) 70°C sıcaklığında görülen izotropik faz yapısı gösterilmiştir.



Şekil 4.12: 6BA/3ABA (%wt) 1:1 oranında üretilen karışımlarının sürekli ısıtma sırasında a) Kristal faz b) Nematik faz c) Nematik- izotropik faz geçişi d) İzotropik faz ve soğutma sırasında e) Nematik faz f) Kristal faz için elde edilen POM fotoğrafları

Molca 1:1 oranında üretilen 6BA/3ABA sıvı kristal karışım kompleksinin mezomorfik yapıları POM ile araştırılmış ve Şekil 4.13'te verilmiştir. Şekil 4.13'de verildiği gibi, 6BA/3ABA karışım numunesinin faz yapıları hem soğutma esnasında hem de ısıtma esnasında kristal, smektik G, nematik ve izotropik olduğu belirlenmiştir. Devamlı ısıtma sırasında kristal fazdan smektik G fazına geçiş sıcaklığı 94,66°C, smektik G fazından nematik faza geçiş sıcaklığı 103°C ve nematik fazdan izotropik faz geçiş sıcaklığı olarak da 174°C olduğu görülmüştür. Sürekli soğutma sırasında ise izotropik fazdan nematik faza geçiş sıcaklığı 135°C, nematik fazdan smektik G fazına geçiş sıcaklığı 86°C ve smektik G fazdan kristal faza geçiş sıcaklığı da 79,39°C olarak ölçülmüştür. Sürekli ısıtma esnasında Şekil 4.13(a) 90°C sıcaklıkta gözlenen kristal fazı göstermektedir. Şekil 4.13(b) 99°C sıcaklıkta gözlenen smektik G fazı göstermektedir. Şekil 4.13(c) 140°C sıcaklıkta gözlenen nematik faz gösterilmektedir. Şekil 4.13(d) 174°C sıcaklığında gözlenen nematik-izotropik faz geçişini göstermektedir. Şekil 4.13(e)

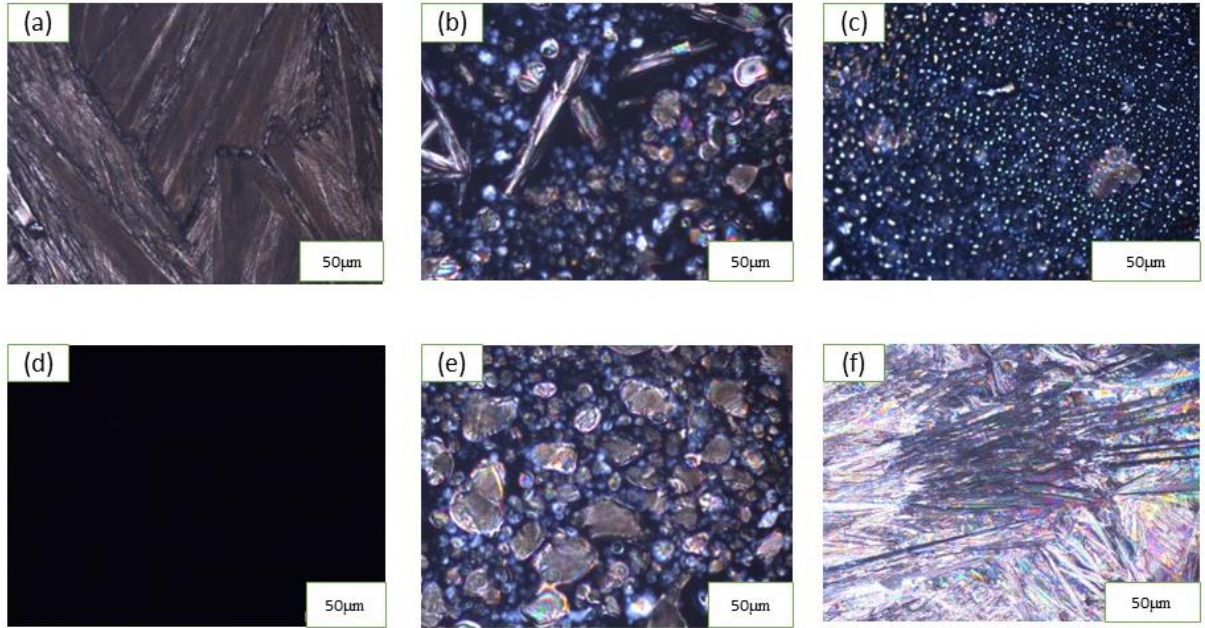
180°C sıcaklıkta gözlenen izotropik faz gösterilmektedir. Sürekli soğutma sırasında ise Şekil 4.13(f) 80°C sıcaklıkta gözlenen smektik G fazı gösterilmektedir.



Şekil 4.13: 6BA/3ABA (%mol) 1:1 oranında üretilen karışımlardan sürekli ısıtma sırasında a) Kristal faz b) Smektik G fazı c) Nematik faz d) Nematik-izotropik faz geçişi e) İzotropik faz ve soğutma sırasında f) Smektik G faz için elde edilen POM fotoğrafları

#### 4.2.2. 6BA/4ABA Sıvı Kristal Karışımının POM Analizi

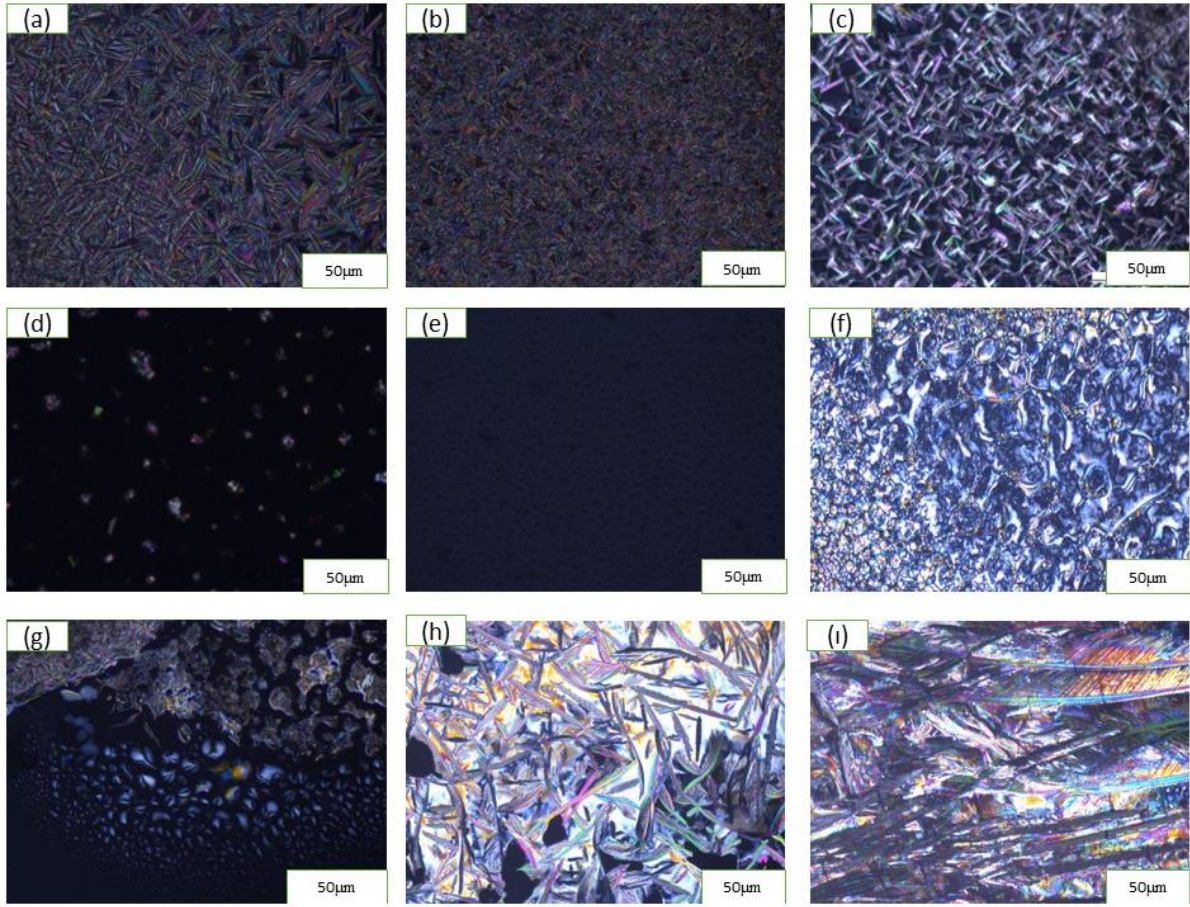
Ağırlıkça 1:1 oranında üretilen 6BA/4ABA sıvı kristal karışım kompleksinin mezomorfik yapıları POM ile araştırılmıştır. Şekil 4.14 sürekli ısıtma ve soğutma sırasında 6BA/4ABA ikili karışım kompleksinin morfolojik dokularını görülmektedir. Şekil 4.14'te görüldüğü gibi, 6BA/4ABA karışım numunesinin faz yapıları hem soğutma esnasında hem de ısıtma esnasında kristal, nematik ve izotropik olduğu tespit edilmiştir. Sürekli ısıtma sırasında kristal fazından nematik faza geçiş sıcaklığı 92,73°C ve nematik fazdan izotropik faz geçiş sıcaklığı olarak da 101°C olduğu görülmüştür. Sürekli soğutma sırasında ise izotropik fazdan nematik faza geçiş sıcaklığı 97°C, nematik fazdan kristal faza geçiş sıcaklığı da 79,80°C olarak ölçülmüştür. Sürekli ısıtma esnasında Şekil 4.14(a) 50°C sıcaklıkta gözlenen kristal fazını göstermektedir. Şekil 4.14(b) 95°C sıcaklıkta gözlenen nematik fazı göstermektedir. Şekil 4.14(c) 101°C sıcaklıkta gözlenen nematik-izotropik faz geçişini göstermektedir. Şekil 4.14(d) 150°C sıcaklıkta gözlenen izotropik faz gösterilmektedir. Sürekli soğutma sırasında Şekil 4.14(e) 93°C sıcaklıkta gözlenen nematik faz gösterilmektedir. Şekil 4.14(f) 65°C sıcaklıkta gözlenen kristal fazı gösterilmektedir.



Şekil 4.14: 6BA/4ABA (%wt) 1:1 oranında üretilen karışımın sürekli ısıtma sırasında a) Kristal faz b) Nematik faz c) Nematik-izotropik faz geçişi d) İzotropik faz ve soğutma sırasında e) Nematik faz f) Kristal faz için elde edilen POM fotoğrafları

Molca 1:1 oranında üretilen 6BA/4ABA sıvı kristal karışım kompleksinin mezomorfik yapıları POM ile araştırılmıştır. Şekil 4.15 sürekli ısıtma ve soğutma sırasında 6BA/4ABA ikili kompleksinin morfolojik tekstürlerini göstermektedir. Şekil 4.15'te gösterildiği gibi, 6BA/4ABA karışım numunesindeki faz yapıları hem soğutma esnasında hem de ısıtma esnasında kristal, smektik C, nematik ve izotropik yapıda olduğu görülmüştür. Dinamik ısıtma sırasında kristal fazdan smektik C fazına geçiş sıcaklığı  $91,84^{\circ}\text{C}$ , smektik C fazından nematik faza geçiş sıcaklığı  $111^{\circ}\text{C}$  ve nematik fazdan izotropik faz geçiş sıcaklığı olarak da  $154^{\circ}\text{C}$  olduğu görülmüştür. Sürekli soğutma sırasında ise izotropik fazdan nematik faza geçiş sıcaklığı  $126^{\circ}\text{C}$ , nematik fazdan smektik C fazına geçiş sıcaklığı  $89^{\circ}\text{C}$  ve smektik C fazdan kristal faza geçiş sıcaklığı da  $79,88^{\circ}\text{C}$  olarak ölçülmüştür. Sürekli ısıtma esnasında Şekil 4.15(a)  $85^{\circ}\text{C}$  sıcaklıkta gözlenen kristal fazı göstermektedir. Şekil 4.15(b)  $96^{\circ}\text{C}$  sıcaklıkta gözlenen smektik C fazı göstermektedir. Şekil 4.15(c)  $125^{\circ}\text{C}$  sıcaklığında görülen nematik faz yapısı gözlenmiştir. Şekil 4.15(d)  $154^{\circ}\text{C}$  sıcaklığında gözlenen nematik-izotropik faz geçişi gösterilmektedir. Şekil 4.15(e)  $190^{\circ}\text{C}$  sıcaklıkta gözlenen izotropik faz gösterilmektedir. Sürekli soğutma sırasında Şekil 4.15(f)  $126^{\circ}\text{C}$  sıcaklıkta gözlenen izotropik-nematik faz geçişi gösterilmektedir. Şekil 4.15(g)  $89^{\circ}\text{C}$  sıcaklıkta gözlenen nematik-smektik C faz geçişi gösterilmektedir. Şekil 4.15(h)  $85^{\circ}\text{C}$  sıcaklıkta gözlenen smektik C fazı gösterilmektedir. Şekil 4.15(i)  $73^{\circ}\text{C}$  sıcaklıkta gözlenen kristal fazı gösterilmektedir. Ayrıca POM

analizlerinden elde edilen sonuçların DSC ile elde edilen sonuçlar ile uyumlu olduğu görülmüştür.



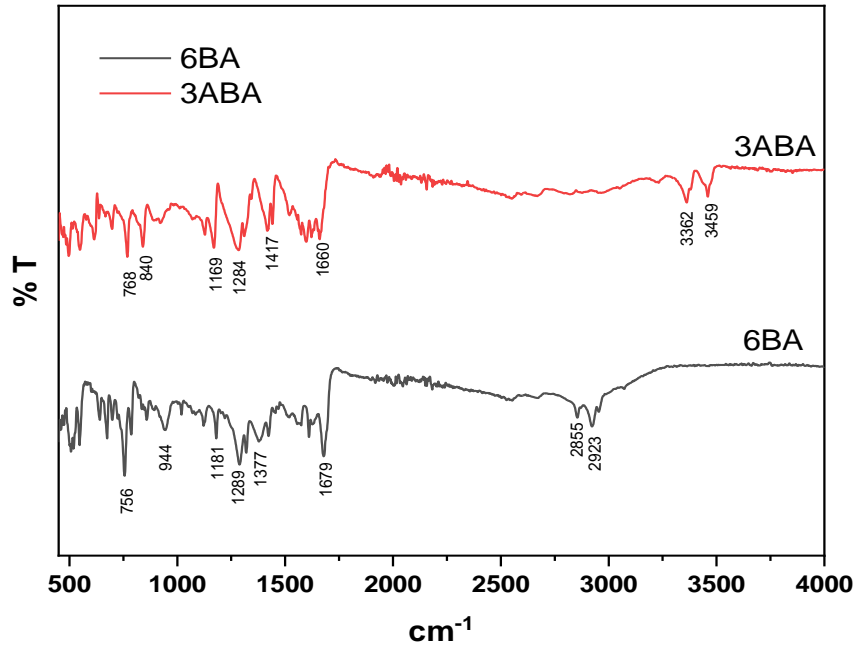
Şekil 4.15: 6BA/4ABA (%mol) 1:1 oranında üretilen karışımın sürekli ısıtma sırasında a) Kristal faz b) Smektik C fazı c) Nematik faz d) Nematik-izotropik faz geçişi e) İzotropik faz ve soğutma sırasında f) I-N faz geçişi g) Nematik-smektik C faz geçişi h) Smektik C fazı ı) Kristal fazı için elde edilen POM fotoğrafları

### 4.3. FTIR Çalışmaları

#### 4.3.1. 6BA ve 3ABA Sıvı Kristallerin FTIR Analizi

Şekil 4.16'da saf 6BA ve 3ABA maddeleri için spektrumlar, 25°C ortam sıcaklıkta, referans olarak Potasyum Bromid (KBr) ile katı halde elde edilmiştir. Şekil 4.16'da 6BA ve 3ABA sıvı kristallere ait pik noktaları da görülmektedir. 3ABA molekülünün FT-IR spektrumu araştırıldığında  $3459\text{ cm}^{-1}$  pik değerindeki geniş ve şiddetli gerilmenin oluşması karboksilli asit olduğunu göstermektedir.  $768$  ile  $840\text{ cm}^{-1}$  pik değerlerindeki gerilmeler benzen halkasına ait C-H gerilmesini oluşturmaktadır. 6BA'da  $1679\text{ cm}^{-1}$  de (C=O) bağı ve  $2923\text{ cm}^{-1}$  de de (H-O) bağıları oluşmaktadır. 6BA spektrumları; 6BA'da  $1181$  ve  $1289\text{ cm}^{-1}$  de görülen piklerin 6BA/3ABA karışımında  $1172$  ve  $1287\text{ cm}^{-1}$  de meydana geldiği görülmektedir. 6BA'da  $2855$  ve  $2923\text{ cm}^{-1}$  de

gözlenen pikler yine gözlenmiştir. 3ABA'da 3362 ve 3459  $\text{cm}^{-1}$  de görülen piklerin 6BA/3ABA karışımında 3461 ve 3458  $\text{cm}^{-1}$  de gözlenmiştir. 3ABA'da 1600  $\text{cm}^{-1}$  de gözlenen pik ile 6BA'da 1679  $\text{cm}^{-1}$  de gözlenen piklerin 6BA/3ABA karışımında 1674  $\text{cm}^{-1}$  de gözlenmiştir.

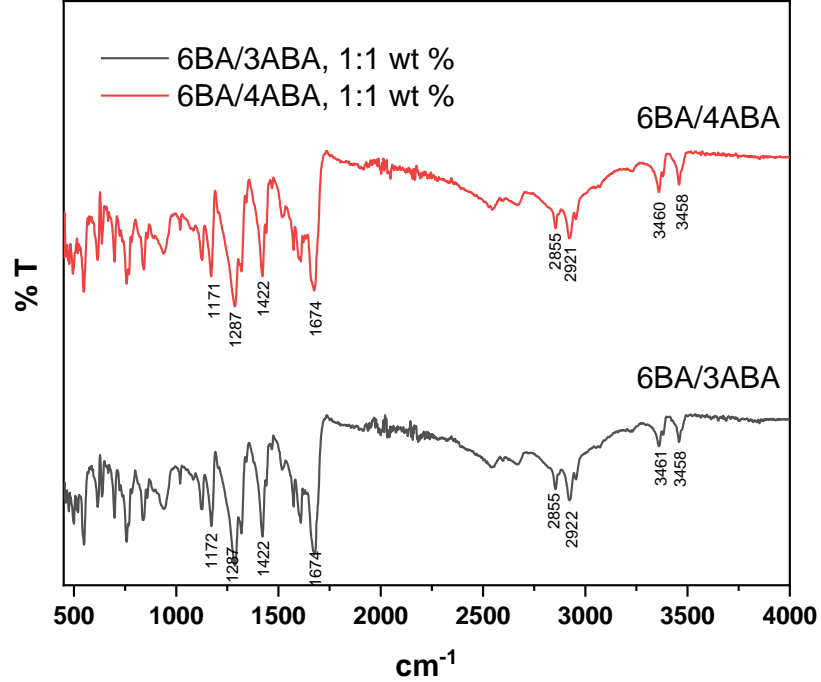


Şekil 4.16: 6BA ve 3ABA sıvı kristallerin FTIR spektrumu

#### 4.3.2. 1:1 Ağırlık Oranında Üretilen Sıvı Kristal Karışımların FTIR Analizi

Şekil 4.17'de 6BA, 3ABA ve 6BA/3ABA karışımının spektrumları karşılaştırıldığında 6BA'da 1181 ve 1289  $\text{cm}^{-1}$  de görülen piklerin 6BA/3ABA karışımında 1172 ve 1287  $\text{cm}^{-1}$  de meydana geldiği görülmektedir. 6BA'da 2855 ve 2923  $\text{cm}^{-1}$  de gözlenen piklerin 6BA/3ABA karışımında 2856 ve 2922  $\text{cm}^{-1}$  de oluştuğu görülmektedir. 3ABA'da 1600  $\text{cm}^{-1}$  de ve 6BA'da 1679  $\text{cm}^{-1}$  de gözlenen piklerin 6BA/3ABA karışımında 1674  $\text{cm}^{-1}$  de meydana geldiği görülmektedir. Bundan da molekül içi bağ yapılarının korunduğu anlaşılmaktadır. 6BA, 4ABA ve 6BA/4ABA sıvı kristal karışımının spektrumları karşılaştırıldığında ise 6BA'da 1181 ve 1289  $\text{cm}^{-1}$  de gözlenen piklerin 6BA/4ABA sıvı kristal karışımında 1171 ve 1287  $\text{cm}^{-1}$  de meydana geldiği gözlenmiştir. 4ABA'da gözlenen 2917,78 ve 2852,75  $\text{cm}^{-1}$  de görülen piklerin 6BA/4ABA sıvı kristal karışımında 2921 ve 2855  $\text{cm}^{-1}$  de meydana geldiği gözlenmiştir. 6BA da 1679  $\text{cm}^{-1}$  de gözlenen pikin 6BA/4ABA sıvı kristal karışımında 1600 ve 1673

$\text{cm}^{-1}$  de meydana geldiği gözlenmiştir. Bundan da molekül içi bağ yapılarının korunduğu anlaşılmaktadır.



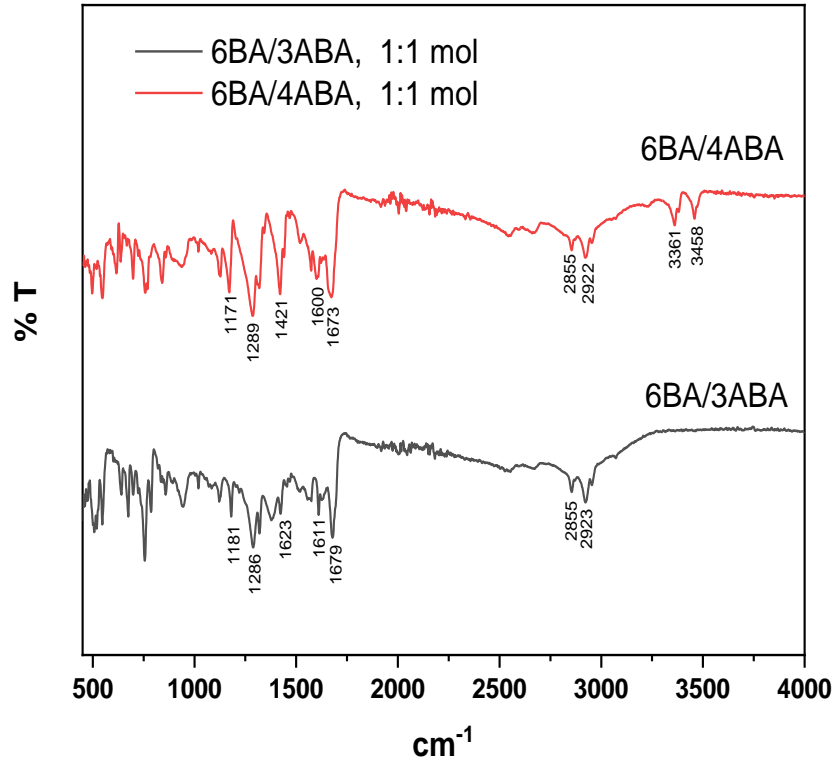
Şekil 4.17: 6BA/3ABA ve 6BA/4ABA sıvı kristal karışımların FTIR spektrumu

6BA/4ABA sıvı kristal karışımının FT-IR spektrumları  $1421 \text{ cm}^{-1}$  de C-O germe titreşimleriyle birleştirilmiş düzlem bükülmesinde O-H'ye atfedilen bir soğurma piki görülmektedir. Elde edilen 6BA/4ABA sıvı kristal karışımında bulunan H-bağının varlığının  $2927 \text{ cm}^{-1}$  de yeni  $\nu(\text{O-H})$  bandının meydana gelmesiyle de anlaşılmıştır. Karışım spektrumunda  $3360$  ve  $3458 \text{ cm}^{-1}$  de meydana gelen yeni pikler karışımdaki benzoik asidin dimerik yapısının ayrıştırıldığını ve kompleksleşme üzerine monomerik bir formda devam ettiğini göstermektedir.

#### 4.3.3. 1:1 Mol Oranında Üretilen Sıvı Kristal Karışımların FTIR Analizi

Şekil 4.18'de 6BA, 3ABA ve 6BA/3ABA karışımının spektrumları karşılaştırıldığında 6BA'da  $1181$  ve  $1289 \text{ cm}^{-1}$  de görülen piklerin 6BA/3ABA karışımında  $1181$  ve  $1286 \text{ cm}^{-1}$  de meydana geldiği görülmüştür. 6BA'da  $2855$  ve  $2923 \text{ cm}^{-1}$  de görülen piklerin 6BA/3ABA karışımında  $2855$  ve  $2923 \text{ cm}^{-1}$  de meydana geldiği görülmüştür. 3ABA'da  $1600 \text{ cm}^{-1}$  de ve 6BA'da  $1679 \text{ cm}^{-1}$  de görülen piklerin 6BA/3ABA karışımında  $1611$  ve  $1979 \text{ cm}^{-1}$  de meydana geldiği görülmüştür. 6BA,

4ABA ve 6BA/4ABA sıvı kristal karışımının spektrumları karşılaştırıldığında ise 6BA'da 1181 ve 1289  $\text{cm}^{-1}$  de görülen piklerin 6BA/4ABA sıvı kristal karışımında 1171 ve 1289  $\text{cm}^{-1}$  de meydana geldiği gözlenmiştir. 4ABA'da gözlenen 2917,78 ve 2852,75  $\text{cm}^{-1}$  de görülen piklerin 6BA/4ABA sıvı kristal karışımında 2922 ve 2855  $\text{cm}^{-1}$  de meydana geldiği gözlenmiştir. 6BA da 1679  $\text{cm}^{-1}$  de gözlenen pikin 6BA/4ABA sıvı kristal karışımında 1600 ve 1673  $\text{cm}^{-1}$  de olduğu gözlenmiştir. Bundan da molekül içi bağ yapılarının korunduğu anlaşılmaktadır. Ayrıca oluşturulan ikili karışımlarda bileşenlerin molekülleri arasında Hidrojen bağı olduğu ve yapının monomerik yapıda olduğu anlaşılmıştır.



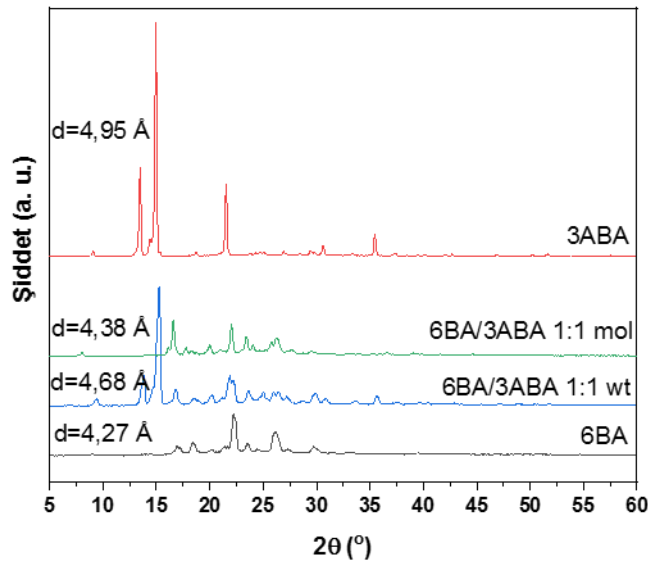
Şekil 4.18: 6BA/3ABA ve 6BA/4ABA sıvı kristal karışımların FTIR spektrumu

6BA/4ABA sıvı kristal karışımının FT-IR spektrumları 1421  $\text{cm}^{-1}$  de C-O germe titreşimiyle birleştirilmiş düzlem bükülmesinde O-H'ye atıf yapılan bir soğurma piki görülmektedir. Sentezlenen 6BA/4ABA sıvı kristal karışımındaki H-bağının olduğu 2927  $\text{cm}^{-1}$  de yeni  $\nu(\text{O-H})$  bandının meydana gelmesiyle de ortaya çıkmıştır. Karışım spektrumunda 3361 ve 3458  $\text{cm}^{-1}$ 'de meydana gelen yeni pikler karışımdaki benzoik asidin dimerik yapısının ayrıldığı ve kompleksleşme ile monomerik bir formda olmayı sürdüreceği anlaşılmaktadır. Bundan da saf molekül yapılarının molekül içi bağ yapılarını

koruduğunu göstermektedir. Elde edilen sonuçların literatürde (Sinan, 2021) rapor edilen sonuçlar ile uyumlu olduğu görülmüştür.

#### 4.4. XRD Çalışmaları

Hazırlanan sıvı kristal karışımların mikroyapısal özellikleri hakkında bilgi edinmek için XRD çalışmaları gerçekleştirilmiştir. X-ışını kırınımı (XRD) analizleri, Batman Üniversitesi Merkezi Laboratuvarındaki Rigaku marka XRD cihazı ile  $\text{CuK}_\alpha$  ( $\lambda = 1.5418 \text{ \AA}$ ) ve  $1^\circ$  /dakika tarama hızında) radyasyonu ile analizler yapıldı. Numuneler cam üzerine spatula yardımıyla ince bir tabaka olacak şekilde yerleştirildi. Daha sonra cam üzerine hazırlanan numune XRD cihaz içerisine yerleştirildi. Saf 6BA, 3ABA ve 4ABA bileşikleri ile ve bu bileşenlerin 6BA/3ABA (1:1 wt), 6BA/3ABA (1:1 mol), 6BA/4ABA (1:1 wt) ve 6BA/4ABA (1:1 mol) ikili karışımlarından elde edilen XRD sonuçları Şekil 4.19 ve Şekil 4.20’de gösterilmiştir.

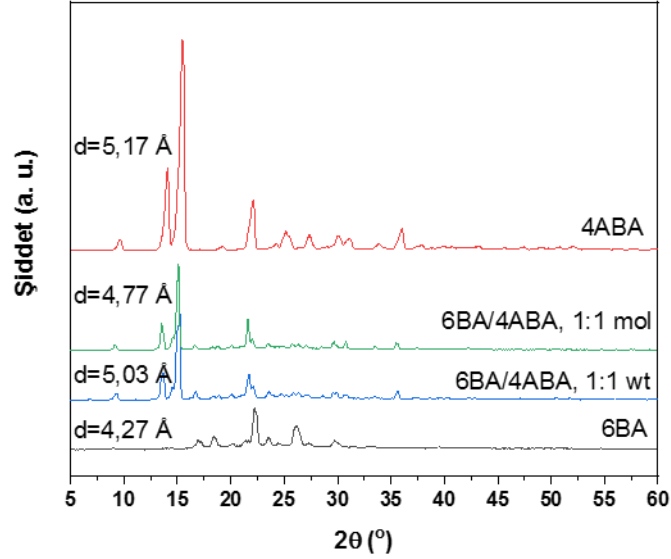


Şekil 4.19: 6BA /3ABA ikili sıvı kristal karışımlarının XRD analizleri

6BA ve 3ABA saf maddeler 1:1 mol ve ağırlık oranındaki karışımlarıyla oluşturulan sıvı kristal karışımlara ait XRD sonuçları Şekil 4.19’da verilmiştir. XRD sonuçlarında ortaya çıkan piklere ait düzlemler arası mesafe XRD cihazı verilerinden alınarak ortalama değer hesaplanmıştır. Bu ortalama değer malzemenin bazal mesafesi (tabakalar arası mesafe) olarak tanımlanabilir. Bazal mesafe değerleri her bir numune için hesaplanarak grafik üzerinde verilmiştir. 6BA sıvı kristal maddesinin X ışınları kırınım sonucunda mikro yapısı araştırılmıştır. Mikro yapısındaki tabakalar arası mesafe



$d=4,27\text{\AA}$  olarak hesaplanmıştır. 3ABA saf maddesinde tabakalar arasındaki mesafe  $d=4,95\text{\AA}$  olarak hesaplanmıştır. Molce ve ağırlıkça üretilen 6BA/3ABA sıvı kristal karışımlarında tabakalar arası mesafe sırasıyla,  $d=4,38\text{\AA}$  ve  $d=4,68\text{\AA}$  olarak hesaplanmıştır. Bu hesaplanan değerlere göre üretilen ikili sıvı kristal karışımların bazal mesafe değerlerinin bileşenlerin bazal mesafe değerleri arasında olduğu görülmüştür.



Şekil 4.20: 6BA / 4ABA ikili sıvı kristal karışımlarının XRD analizleri

6BA ve 4ABA saf maddelerinin 1:1 mol ve ağırlık oranındaki karışımıyla oluşturulan bileşiklere ait XRD sonuçları Şekil 4.20’de verilmiştir. XRD sonuçlarında ortaya çıkan piklere ait düzlemler arası mesafe XRD cihazı verilerinden alınarak ortalama değer hesaplanmıştır. Bu ortalama değer malzemenin bazal mesafesi (tabakalar arası mesafe) olarak tanımlanabilir. Bazal mesafe değerleri her bir numune için hesaplanarak grafik üzerinde verilmiştir. 6BA sıvı kristal maddesinin X ışınları kırınım sonucunda mikro yapısı araştırılmıştır. Mikro yapısındaki tabakalar arası mesafe  $d=4,27\text{\AA}$  olduğu hesaplanmıştır. 4ABA saf maddesinin tabakalar arasındaki mesafesi  $d=5,17\text{\AA}$  olarak hesaplanmıştır. Molce ve ağırlıkça üretilen 6BA/4ABA sıvı kristal karışımın mikro yapısı araştırıldığında tabakalar arası mesafeleri sırasıyla,  $d=4,77\text{\AA}$  ve  $d=5,03\text{\AA}$  olarak hesaplanmıştır. Bu hesaplanan değerlere göre üretilen ikili sıvı kristal karışımların bazal mesafe değerlerinin bileşenlerin bazal mesafe değerleri arasında olduğu görülmüştür.

## 5. SONUÇLAR VE ÖNERİLER

6-Benzoik asit (6BA) ile 3-Aminobenzoik asit (3ABA) ve 4-Aminobenzoik asit (4ABA) saf sıvı kristallerinin ikili karışımlarından 6BA/3ABA ve 6BA/4ABA sıvı kristal karışım kompleksleri üretilmiştir. Belirli ağırlık ve mol oranlarında karıştırılan 6BA/3ABA ve 6BA/4ABA sıvı kristal karışımlarının DSC, FTIR, POM ve XRD analizleri yapılmıştır. DSC sonuçlarına göre sürekli ısıtma ve sürekli soğutma esnasında farklı faz geçişlerinin gerçekleştiği bulunmuştur. DSC grafiklerinden 6BA/3ABA ve 6BA/4ABA ikili sıvı kristal karışımlarının entalpi değişimleri ile faz geçiş sıcaklık değerleri tespit edilmiştir. Karışımların faz geçiş sıcaklıklarının saf maddelerinin faz geçiş sıcaklığının arasında olduğu görülmüştür. DSC sonuçlarında sürekli ısıtma ve sürekli soğutma sırasında iki tane faz geçiş piki gözlenmiştir. Isıtma işlemine oda sıcaklığından (25°C) 160°C'ye kadar ısıtma ve tekrar oda sıcaklığına kadar soğutma işlemi yapılmıştır. Isıtma sırasında gözlenen pik sıcaklık ve entalpi değişim değerleri soğutma sırasında gözlenen pik sıcaklık ve entalpi değişim değerlerinde daha büyüktür. Bu durumun nedeni ısıtma sırasında bazı kimyasal bağların yüksek enerji nedeniyle kırılmaları ve soğutma sırasında bu kırılan bağların tekrar oluşmaması olabilir. Elde edilen verilerin literatürde (Okumuş, 2012) rapor edilen veriler ile uyumlu olduğu görülmüştür.

1:1 ağırlık oranındaki 6BA/3ABA sıvı kristal karışımının sürekli ısıtma esnasında ölçülen faz geçiş sıcaklık değerleri 6BA/4ABA sıvı kristal için ölçülen faz geçiş sıcaklık değerlerinden daha büyüktür. Sürekli soğutma esnasında her iki karışımın faz geçiş sıcaklık değerleri yaklaşık eşittir. Ayrıca soğutma sırasında ölçülen faz geçiş sıcaklık ve entalpi değerleri ısıtma sırasında ölçülen faz geçiş sıcaklık ve entalpi değerlerinden daha düşük olduğu görülmüştür. 1:1 mol oranındaki 6BA/3ABA sıvı kristal karışımının sürekli ısıtma esnasında ölçülen faz geçiş sıcaklık değerleri 6BA/4ABA sıvı kristal için ölçülen faz geçiş sıcaklık değerlerinden daha büyüktür. Sürekli soğutma esnasında her iki karışımın faz geçiş sıcaklık değerlerinin birbirine çok yakın olduğu görülmektedir. Ayrıca soğutma sırasında ölçülen faz geçiş sıcaklık ve entalpi değerleri ısıtma sırasında ölçülen faz geçiş sıcaklık ve entalpi değerlerinden daha düşük olduğu görülmüştür.

6BA/4ABA sıvı kristal karışımının Ozawa, Kissinger ve Takhor metotları kullanılarak faz geçiş aktivasyon enerji değerleri hesaplanmıştır. Elde edilen aktivasyon enerjilerinin her iki yöntemde de aynı değerlerde olduğu görülmüştür. Buda, 6BA/4ABA

sıvı kristal karışımı için Kissinger, Ozawa ve Takhor yöntemlerinin uyumlu oldukları ve karışımın faz geçiş reaksiyonları düzgün bir biçimde olduğu anlaşılmaktadır.

6BA/4ABA ikili sıvı kristal karışımının anlık sıcaklık değişiminden etkilenip etkilenmediği araştırılmıştır. Soğutma ya da ısıtma oranı değiştirilmesinde faz geçiş sıcaklıklarında çok azda olsa değişim olduğu görülürken faz geçiş sayısında bir değişim olmadığı görülmüştür. Isıtma oranı yükseldikçe faz geçiş sıcaklıklarında da yükselme çok az gerçekleşirken yeni faz geçişleri görülmemiştir. Isıtma oranı değiştirilmesine rağmen yeni fazların görülmemesi elde edilen sıvı kristal karışımın termal kararlılık gösterdiği anlaşılmaktadır. Ayrıca ısıtma oranının değişmesi nematik alan genişliğini fazla etkilememiştir.

XRD analizinde ikili sıvı kristal karışımların ölçülen bazal mesafe değeri saf maddelerin bazal mesafe değerleri arasında kalmıştır. Üretilen sıvı kristal karışımların tabakalar arası mesafe değerleri nonmezojenik bileşenlerin tabakalar arası mesafe değerlerinin yakınında olduğu fark edilmiştir. 6BA saf maddesinin X ışını kırınım sonucunda mikro yapısı araştırılmıştır. Mikro yapısındaki bazal mesafenin maksimum şiddetli pikte  $d=4,006\text{\AA}$  ve ortalama bazal mesafe ise  $d=4,270\text{\AA}$  olduğu görülmüştür. 4ABA saf maddesinde tabakalar arasındaki mesafe maksimum şiddetli pik için  $d=5,692\text{\AA}$  ve ortalama bazal mesafe ise  $d=4,667\text{\AA}$  olarak ölçülmüştür. 3ABA saf maddesinin tabakalar arasındaki maksimum bazal mesafe değeri  $d=5,925\text{\AA}$  ve ortalama bazal mesafesi ise  $d=4,953\text{\AA}$  olarak ölçülmüştür. 6BA/3ABA (ağırlık) sıvı kristal karışımının tabakalar arasındaki mesafenin maksimum değeri  $d=5,796\text{\AA}$  ve ortalama bazal mesafe değeri ise  $d=4,685\text{\AA}$  olarak ölçülmüştür. 6BA/3ABA (mol) sıvı kristal karışımının tabakalar arasındaki mesafenin maksimum değeri  $d=5,344\text{\AA}$  ve ortalama bazal mesafe değeri ise  $d=4,389\text{\AA}$  olarak ölçülmüştür. 6BA/4ABA (ağırlık) sıvı kristal karışımının tabakalar arasındaki mesafenin maksimum değeri  $d=5,897\text{\AA}$  ve ortalama bazal mesafe değeri ise  $d=5,039\text{\AA}$  olarak bulunmuş, karışımı içeren maddelerin tabakalar arası mesafe değerlerinin arasında olduğu görülmüştür.

FITR sonuçlarına göre, üretilen 6BA/3ABA ve 6BA/4ABA sıvı kristal karışımlarında karışım bileşenleri arasında C=O, C-H ve H-O bağlarının olduğu anlaşılmıştır. Karışımlar arasında H-bağı bulunması üretilen sıvı kristal karışımın monomerik yapıya sahip olduğunu göstermektedir. Karışımların FTIR spektrumunda görülen (O-H) pikler ve (C=O) pik kaymaları karışımı meydana getiren kimyasallar arasında bir kompleks yapının oluştuğunu ve kompleks yapının da yeni bir mezojenik

malzeme elde edildiğini göstermektedir. Buradan da saf molekülerin molekül içi bağ yapısının koruduğu anlamına gelmektedir.

6BA/3ABA ile 6BA/4ABA sıvı kristal karışımların saf bileşenlerin faz dönüşümleri için morfolojik tekstürleri sürekli soğutma ve ısıtma esnasında POM ile araştırılmıştır. Soğutma anlarında görülen faz geçiş sıcaklığı ısıtma sırasında görülen faz geçiş sıcaklığından küçük olduğu tespit edilmiştir. DSC çalışmalarında bulunan faz geçiş sıcaklıklarının, POM çalışmalarından elde edilen faz geçiş sıcaklıklarıyla uyumlu oldukları gözlenmiştir. POM çalışmalarında elde edilen verilere göre 6BA/3ABA karışımında tek nematik faz, 6BA/4ABA karışımında ise smektik C, smektik G ve nematik fazları gözlenmiştir. Buradaki dönüşüm fazların isimlendirilmeleri aynı zamanda DSC çalışmalarıyla da desteklendiği görülmüştür.

Üretilen sıvı kristal karışımlarla ilgili ileriki çalışmalarda daha hassas ısıtma tablalı POM cihazı kullanılarak faz geçişleri tespit edilebilir. Daha ayrıntılı faz geçiş fotoğrafları elde edilebilir. Farklı karışım oranlarında üretilerek sıvı kristal karışımların DSC ve POM analizleri yapılabilir. Elde edilen veriler kullanılarak teorik ve deneysel faz diyagramları çizilip karşılaştırmaları yapılabilir.

## KAYNAKLAR

- Arakawa Y., Sasaki Y., Tsuji H., 2019, Supramolecular hydrogen-bonded liquid crystals based on 4-n-alkylthiobenzoic acids and 4,4'-bipyridine: Their mesomorphic behavior with comparative study including alkyl and alkoxy counterparts, *Journal of Molecular Liquids* 280, 153–159.
- Benmouna F., Bedjaoui L., Maschke U., X. Coqueret and Benmouna M., 1998, On the phase behavior of blends of polymers and nematic liquid crystals, *macromolecular theory and simulations* 7, pp. 599-611.
- Bahadur, B., 1993, *Liquid Crystals Applications and uses*, World Scientific Publishing Co. Pte. Ltd.
- Brochard F., Jouffroy J. and Levinson P., 1984, Phase diagrams of mesomorphic mixtures, *Journal of Physics France* 45, pp. 1125-1136.
- Bruce D. Prf., York Üni. Kimya Bölümü, İngiltere (url)  
<https://www.york.ac.uk/chemistry/staff/academic/a-c/dbruce/info/>
- Chandrasekar, G., Pongali Sathya Prabu, N., Madhu Mohan, M.L.N., 2018, Calorimetric investigations of hydrogen-bonded liquid crystal binary mixtures, *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry* 134, 1799–1822.
- Das S. K. and Rey A. D., Computational modelling of multi-phase equilibria of mesogenic mixture, *Computational Materials Science* 29 (2004), pp. 152-164.
- Das S. K. and Rey A. D., 2006, Computational thermodynamics of multiphase polymer– liquid crystal materials, *Computational Materials Science* 38, pp. 325-339.
- Demus D, J. Goodby, G. W. Gray, H.-W. Spiess, V. Vill, 1999. *Physical Properties of Liquid Crystals*. 8-11.
- Dindar, S. 2021, Bazı Mezozjenik Nonmezozjenik Sıvı Kristallerin Termal ve Optiksel Özelliklerinin İncelenmesi, *Batman Üni. Yüksek Lisans Tezi*, Batman.
- Donald, A. M.; Windle, A. H. / Hanna, S. 2006 : *Liquid Crystalline Polymers*. 2nd. ed. *Cambridge university Press*, Cambridge, UK.
- Dorgan J. R., Spinodal decomposition in mixtures containing nematogens, *Liquid Crystals* 10 (1998), pp. 347-355.
- Ekinci Z., 2014, Sıvı Kristaller, Genel Özellikleri, Sıvı Kristallerin Sentezi ve Uygulama Alanları, *Adıyaman Üni. Yüksek Lisans Tezi*, Adıyaman.
- Emek, M., 2007, “Faz Dönüşümlerinin Nematik Sıvı Kristallerin Elektrooptik Özelliklerine Etkisi”, Doktora Tezi, *Çukurova Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, Adana, 2-35.

- Eskalen, H. 2013, “Nanoparçacık Katkılı Nematik Sıvı Kristallerin Optiksel Ve Elektriksel Özelliklerinin İncelenmesi”, *Kahramanmaraş Sütçü İmam Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Yüksek Lisans Tezi*, Kahramanmaraş.
- Ezequiel, R. Soule and Alejandro D. Rey, 2012, Modeling Complex Liquid Crystals Mixtures: From Polymer Dispersed Mesophase to Nematic Nanocolloids.
- Francesco, S., 1997, Nonlinear Optical Properties of Liquid Crystals and Polymer Dispersed Liquid Crystals, 14-15.
- Ginzburg, V. V., 2005, Influence of nanoparticles on miscibility of polymer blends. A simple theory, *Macromolecules* 38, pp. 2362-2367.
- Golmohammadi, M. and Rey A. D., 2008, Entropic Behavior of Binary Carbonaceous Mesophases, *Entropy* 10, pp. 183-199.
- Golmohammadi, M. and Rey A. D., 2009, Thermodynamic Modeling of Carbonaceous Mesophase Mixtures, *Liquid Crystals* 36, pp. 75-92.
- Harris, K. D., Bastiaansen C. W. M., and Broer D. J., 2007. Physical Properties of Anisotropically Swelling Hydrogen-Bonded Liquid Crystal Polymer Actuators. *Journal of Microelectromechanical Systems*. Vol. 16, No. 2, 480-488.
- Irina, C., 2020, Liquid Crystals and Display Technology, Faculty of Chemical Engineering and Environmental Protection, Iași, Romania.
- Jai, P., Akash Kumar and Shikha Chauhan, 2022; Aligning Liquid Cristal Materials trough Nanoparticles; A Review of Recent Progress; Departman of Physich, Aligarh Muslim University, Aligarh India.
- Karapınar, R., Gündüz, E.,1996, Light Scattaring Measurements in Nematic Liquid Crystals II, *Trj. Phys.* 20.
- Khoo, I. C., 2007, *Liquid Crystals Second Edition*, 8-10.
- Kim, E. B., Guzman O, Grollau S., Abbott N. L. and De Pablo J. J., 2004, Interactions between spherical colloids mediated by a liquid crystal: A molecular simulation and mesoscale study, *The Journal of chemical physics* 121, pp. 1949.
- Leaf Group Medya 1655 26th StSanta Monica; <https://sciencing.com/types-liquid-crystals-6707420.html>.
- Lee, J. H.; Liu, D. N. / Wu, S. T.2008, *Introduction to Flat Panel Displays*. John Wiley and Sons, Sussex, UK.
- Liam, C., Chemistry and Nanotechnology, Chemical Engineering, Azo Metarials (url), <https://www.azom.com/article.aspx?ArticleID=13976>.

- Louise, S., Validation Chemist at Covance, Azo Metarials (url),  
<https://www.azom.com/article.aspx?ArticleID=17780>
- Lydon J., 2006, Microtubules: Nature's smartest mesogens—a liquid crystal model for cell division, *Liquid Crystals Today* 15, pp. 1-10.
- Matsuyama A. and Kato T., 1996, Theory of binary mixtures of a flexible polymer and a liquid crystal, *Journal of Chemical Physics* 105, pp. 1654-1660.
- Matsuyama A. and Hirashima R., 2008, Phase separations in liquid crystal-colloid mixtures, *Journal of Chemical Physics* 128, pp. 044907.
- Montana State Üni. (Url), [https://serc.carleton.edu/msu\\_nanotech/methods/XRD.html](https://serc.carleton.edu/msu_nanotech/methods/XRD.html)
- Nagham, Mahmood Aljamali Dr., Wijdan Kamal Noor Al-Qraawy , Dr.Manar Ghyath Abd Almutalib Almosawy, 2021, Review on Liquid Crystals and their Chemical Applications. *International Journal of Cheminformatics Research*.
- Naradikian, H., Katranchev, B., Keskinova, E., Petrov, M.P., Marcerou, J.P., 2004. Thermal and Electroconvective Dendrites in the Nematic Phase with Short Range Smectic Order of 4, nHeptyl and 4, n-Octyloxybenzoic Acids. *Bulg. J. Phys.* 31, 118–129.
- Nikon Instruments, The Source For Microscopy Education (url),  
<https://www.microscopyu.com/techniques/polarized-light/polarized-light-microscopy>
- Ocak, H., Mutlu, S., Öztürk, E., Aygün, Ö., Bilgin Eran, B., Cankurtaran, Ö., Karaman, F., 2012, "4-[4-(2-Etilhekziloksi) benzoiloksi] benzoik asid Sıvı Kristalinin Bazı Çözücülerle Termodinamik Etkileşimleri". *Balıkesir Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi* 14: 67-74
- Okutan, M., 2010. Fulleren ve Azo Boya Katkılı Nematik Sıvı Kristal Sistemlerde Dielektrik ve Optik Spektroskopi Yöntemleri ile Moleküler Durulma Zamanlarının ve Kırılma indisi Değişimlerinin İncelenmesi. *Doktora Tezi, Gebze Yüksek Teknoloji Enstitüsü, Gebze*.
- Okumuş M. 2012, Alkil Benzoik asit ve alkiloksi siyanobifenil- benzoik asit sıvı kristaller ve karışımlarının faz dönüşümleri, *Kahramanmaraş Sütçü İmam Üniv. Doktora Tezi, Kahramanmaraş*.
- Okumuş M. and Özgan Ş., 2014, Thermal and mesomorphic properties of ternary mixtures of some hydrogen-bonded liquid crystals, *Liquid Crystals*, 41:9, 1293–1302,
- Okumuş, M., 2015. Thermal characterisation of binary mixture of some supramolecular liquid crystals. *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry*, 120, 1603-1608.

- Okumus M., Ozgan S., Kırık I., Kerli S., 2016, Thermal and optical characterization of liquid crystal 40-hexyl-4-biphenylcarbonitrile/4-hexylbenzoic acid mixtures, *J. Mol. Struct.* 1120, 150-155.
- Okumuş M., Sünkür M., 2016, Hidrojen Bağlı İkili Kompleks Sıvı Kristalin Termal ve Optiksel Özelliklerinin İncelenmesi, *Batman Üniversitesi Yaşam Bilimleri Dergisi*, Batman.
- Okumuş M., Sünkür M., 2019, Hidrojen Bağlı 8OBA/ADA İkili Kompleks Sıvı Kristalin Termal ve Mikro yapısal Özellikleri, *Iğdır Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi*, Iğdır.
- Okumuş M., Eskalen H., Sünkür M., Özgan Ş., 2019, Mesogenic properties of PAA/6BA binary liquid crystal complexes, *Journal of Molecular Structure* 1178, 428-435
- Özaydın, S., 2007. Bazı Karışım Nematik Sıvı Elektrooptik Özelliklerinin Faz Sıcaklığında İncelenmesi. *Harran Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Yüksek Lisans Tezi*, Şanlıurfa.
- Özgan, Ş., Yazıcı, M., Ateş, K., 2011. Conductance and Dielectric Anisotropy Properties of 4'-Hexyl-4- biphenylcarbonitrile and 4'-Octyloxy-4-biphenylcarbonitrile Liquid Crystals and Their Composite. *Asian Journal of Chemistry*, 23, 3247 – 3251.
- Optika, Italy;(url), <https://www.optikamicroscopes.com/optikamicroscopes/product/pol-series/>
- Popa-Nita V., van der Schoot P. and Kralj S., 2006, Influence of a random field on particle fractionation and solidification in liquid-crystal colloid mixtures, *European Physics Journal E* 21, pp. 189-197.
- Poulin P., Stark H., Lubensky T. C. and DA Weitz, 1997, Novel colloidal interactions in anisotropic fluids, *Science* 275, pp. 1770.
- Rajanandkumar R., Pongali S. P., N., M. L. N. 2013, Madhu Mohan, Characterization of Hydrogen Bonded Liquid Crystals Formed by Suberic Acid and Alkyl Benzoic Acids, *Molecular Crystals and Liquid Crystals*, 587, 60-79.
- Rey A. D., 2007, Capillary models for liquid crystal fibers, membranes, films, and drops, *Soft Matter* 3, pp. 1349-1368.
- Rey A. D., 2010, Liquid crystal models of biological materials and processes, *Soft Matter* 6, pp. 3402-3429.
- Soule E. R., Borrajo J. and Williams R. J. J., 2007, Thermodynamic analysis of a polymerization-induced phase separation in nanoparticle-monomer-polymer blends, *Macromolecules* 40, pp. 8082-8086



- Soule E. R., Milette J., Reven L. and Rey A. D. 2011, Phase Equilibrium and Structure Formation in Gold Nanoparticles – Nematic Liquid Crystals Composites: Experiments and Theory, *Soft Matter* in press.
- Sundaram S., Vasanthi T., Subhasri P., Rajasekaran T.R., Baskar K., Jayaprakasam R., Senthil T.S. and Vijayakumar V.N., 2017, Thermal and optical studies on induced smectic phases of inter molecular hydrogen bonded liquid crystals between decyloxy benzoic acid and citric acid, *Molecular Crystals and Liquid Crystals*, 648:1, 148-161.
- Svärd M., Nordström F.L., Jasnobulka T. and Rasmuson Å.C., 2010, Thermodynamics and Nucleation Kinetics of m-Aminobenzoic A, *Cryst. Growth Des.* 10(1), 195-204.
- Vasanthi T., Subhasri P., Jayaprakasam R. and Vijayakumar V.N., 2019, Experimental and computational studies on induced thermochromic effect and re-entrant smectic phase in linear double hydrogen-bonded binary liquid crystal mixtures, *Phase Transitions*, 92:3, 229-248.
- Vasanthi T., Balasubramanian V., Vijayakumar V.N., 2021, Theoretical studies (DFT) on hydrogen bonded liquid crystal derived from 4-amino and 4-dodecyloxy benzoic acids, *Materials Today: Proceedings* 47, 1724–1730.
- Valisko', M., Liszi, J., Szalai, I., 2004, Relative Permittivity of a Few H-bonded Liquid Crystals. *Journal of Molecular Liquids* 109, 39–43.
- Vijayakumar, V. N., Murugadass, K., and Madhu Mohan, M. L. N., 2009. Study of intermolecular hydrogen bonding in p-n-alkoxybenzoic acids and alkyl aniline homologous series – part I. *Molecular Crystals Liquid Crystals*, 515, 39–48.
- Yang, D. K. and Wu, S. T. 2006. *Fundamentals of Liquid Crystal Devices*. John Wiley & Sons: New York, NY, USA.
- Wang, Y.-J. and Carlisle, G.O., 2002, “Optical properties of disperse-red-1-doped nematic liquid crystal”, *Journal of Materials Science: Materials in Electronics*, 13: 173- 178.
- Woltman S. J, G. P. Crawford, G. D. Jay, 2007, *Liquid Crystals Frontiers in Biomedical Applications*, 1-3.