



## Synthesis and characterization of conductive poly(o-anisidine)/talc composite

Duygu Anaklı<sup>1</sup>, Sevil Çetinkaya<sup>1\*</sup>, Meral Karakışla<sup>2</sup>, Mehmet Sacak<sup>2</sup>

<sup>1</sup>Department of Chemical Engineering, Cumhuriyet University, Sivas, 58140, Turkey

<sup>2</sup>Department of Chemistry, Ankara University, Ankara, 06100, Turkey

### Highlights:

- The conductive composite material obtained by using a conductive polymer and an inorganic layered clay.
- The increase of micro-hardness in the composite material with the help of synergetic effects of its components.
- The rise of thermal stability in POA polymer after the incorporation of talc to the composite material.

### Keywords:

- Composite
- Poly(o-anisidine)
- Talc
- Conducting polymer
- Micro-hardness

### Article Info:

Received: 13.07.2016

Accepted: 24.02.2018

### DOI:

10.17341/gazimmfd.416349

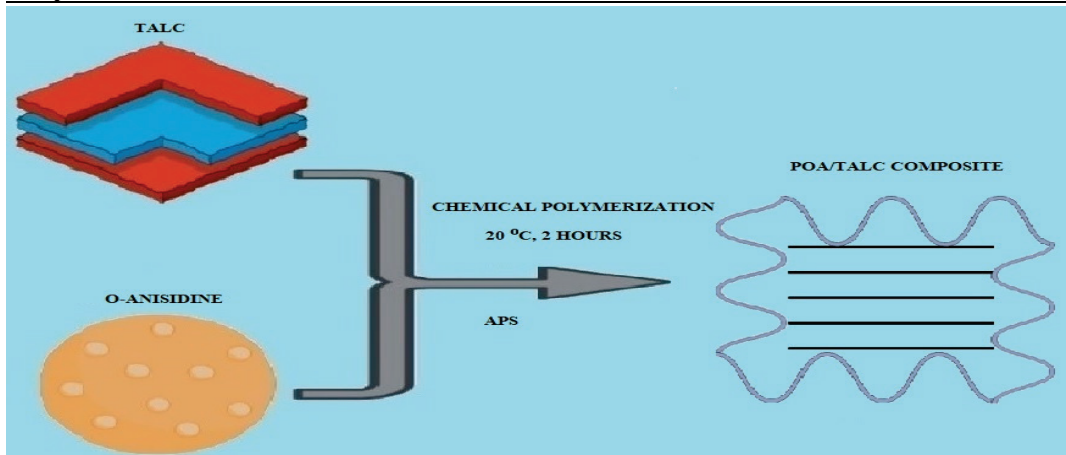
### Acknowledgement:

We gratefully acknowledge the support of Cumhuriyet Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri (CUBAP-M433)/Sivas.

### Correspondence:

Author: Sevil Cetinkaya  
e-mail: cetinkaya.sevil@gmail.com  
phone: +90 5055671933

### Graphical/Tabular Abstract



**Purpose:** The purpose of the research is to prepare a conductive POA/talc composite using conducting poly(o-anisidine) and layered talc clay in the presence of ammonium persulfate as oxidant. After preparation of the composite a new material with improved properties such as elastic-plastic property and thermal properties was obtained.

### Theory and Methods:

Conductive POA/Talc composite was prepared via the chemical polymerization of o-anisidine in the presence of talc particles by using ammonium persulfate as oxidant. 1.0 M aqueous HCl solution (17 mL) was first added onto talc ( $1.0 \pm 0.001$  g) and o-anisidine in a beaker and then the suspension was mixed for about 15 min. The polymerization was initiated by the addition of aqueous acidic oxidant solution (3 mL) into the mixture. After 2 hours of the polymerization, the mixture was first separated by centrifugation at 1000 rpm and then washed by distilled water, methyl alcohol and dilute HCl solution, in sequence, to remove unreacted monomer and oxidant from the composite, as well as to recover dopant anions. As the final step, the composite was dried at 50°C for 24 h under vacuum.

### Results:

The polymerization parameters such as the effect of APS/o-anisidine mole ratio and the effect of o-anisidine concentration on the conductivity and POA amount of the POA/talc composite were investigated. The structural, morphological and thermal properties of the composite were analyzed by using XRD (X-ray Diffraction), FTIR (Fourier Transform InfraRed spectroscopy) and TGA (Thermogravimetric Analysis) techniques; micro-hardness measurement, BET (Brunauer-Emmett-Teller) surface area analysis and SEM (Scanning Electron Microscopy) analyses. TGA showed that the thermal stability of the conducting polymer POA increased by the formation of the composite structure with talc clay.

### Conclusion:

A POA/talc composite with a POA content of 42.7% and a conductivity of  $3.2 \times 10^{-5}$  S/cm was obtained through the polymerization conditions of 0.2 M o-anisidine concentration, 1,5 APS/o-anisidine mole ratio and 0.1 M HCl concentration over 2 hours at 20°C. Micro-indentation analysis indicated that the micro-hardness property of the talc particles increased after the addition of the conducting polymer to the composite. The coating of the conducting POA polymer on the talc surfaces was confirmed by the stable places of the peaks in the XRD patterns and the micrographics in SEM microstructures.



## İletken poli(o-anisidin)/ talk kompozitinin sentezi ve karakterizasyonu

Duygu Anaklı<sup>1</sup> , Sevil Çetinkaya<sup>1\*</sup> , Meral Karakışla<sup>2</sup> , Mehmet Sacak<sup>2</sup> 

<sup>1</sup>Cumhuriyet Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Kimya Mühendisliği Bölümü, 58140, Sivas, Türkiye

<sup>2</sup>Ankara Üniversitesi, Fen Fakültesi, Kimya Bölümü, 06100, Ankara, Türkiye

### Ö N E Ç İ K A N L A R

- Hammaddelerinden tamamen farklı, özellikleri iyileştirilmiş yeni bir malzeme hazırlanması
- İletken olan polimer ile yalıtkan olan inorganik malzemeden, dayanımı yüksek, iletken bir kompozitin elde edilmesi
- Hazırlanan kompozitte elastik-plastik özellikteki artış

### Makale Bilgileri

Geliş: 13.07.2016

Kabul: 24.02.2018

### DOI:

10.17341/gazimmfd.416349

### Anahtar Kelimeler:

Poli (o-anisidin),  
talk,  
kompozit,  
iletken polimer

### ÖZET

İletken poli(o-anisidin)/talk kompoziti talk partikülleri varlığında amonyum persülfat yükseltgeni kullanarak o-anisidin kimyasal polimerizasyonu ile hazırlanmıştır. /talk kompozitinin içerdiği iletken poli(o-anisidin) miktarı ve iletkenliğinin amonyum persülfat /o-anisidin mol oranı, o-anisidin ve HCl derişimleri gibi polimerizasyon parametreleri ile deęişimi incelenmiştir. Talkın mikrosertlik özelliğinin yapıya katılan iletken polimer ile arttığı mikro indentasyon analizi ile belirlenmiştir. Kompozitin yapısal, fiziksel, morfolojik ve ısıl analizleri FTIR, XRD, BET Yüzey Alanı Analizi, SEM ve TGA teknikleri ile incelenmiştir.

## Synthesis and characterization of conductive poly(o-anisidine)/talc composite

### H I G H L I G H T S

- Preparation of a new material with improved properties that is completely different from its raw materials
- Obtaining a conductive, toughness material using a conductive polymer and an insulating inorganic material
- The increase of elastic-plastic property in the prepared composite

### Article Info

Received: 13.07.2016

Accepted: 24.02.2018

### DOI:

10.17341/gazimmfd.416349

### Keywords:

Poly (o-anisidine),  
talc,  
composite,  
conductive polymer

### ABSTRACT

Conductive poly(o-anisidine) (POA)/talc composite was prepared by chemical polymerization of o-anisidine in the presence of talc using ammonium persulfate (APS) as oxidant. The polymerization parameters such as APS/o-anisidine mol ratio, o-anisidine and HCl concentration on the conductivity and POA amount of the POA/talc composite were investigated. The increased microhardness property of the talc particles by the addition of the conducting polymer was examined by micro indentation analysis. The structural, morphological and thermal properties of the composites were analyzed by using FTIR (Fourier transform infrared spectroscopy), XRD (X-ray diffraction), SEM (Scanning electron microscopy), BET (Brunauer-Emmett-Teller) surface area analysis and TGA (Thermogravimetric analysis) techniques.

\*Sorumlu Yazar/Corresponding Author: cetinkaya.sevil@gmail.com / Tel: +90 505 567 1933

## 1. GİRİŞ (INTRODUCTION)

İnorganik malzeme olarak tabakalı silikatlar ve organik malzemeler olan iletken polimerlerin kimyasal veya elektrokimyasal yöntemlerle bir araya getirilmesi ile hazırlanan iletken nanokompozitler, bileşenlerinin tek başına gösterdikleri özelliklerden daha gelişmiş yeni özellikler gösterdikleri için, son yıllarda ilgi çeken yeni bir malzeme sınıfını oluşturmuştur [1, 2]. Bu şekilde tasarlanan yapılarla mekanik özelliği geliştirilmiş [3, 4], termal kararlılığı artırılmış [5] ve elektroeolojik özellikleri bileşenlerine göre iyileştirilmiş iletken polimer/kil nanokompozitleri hazırlanmıştır [6]. İletken nanokompozitler bahsedilen bu özelliklerinden dolayı optoelektronik aletler, biyosensörler, elektromagnetik dalga koruma malzemeleri ve süperkapasitörler gibi potansiyel uygulama alanları buldukları için kimya, fizik, elektronik ve malzeme alanında çalışan araştırmacıların dikkatini çekmiş [7, 8], biyosensör uygulamalarında cihazın ucuna takılarak maddeyle etkileşimi sağlanmıştır [9].

İletken polimerler arasında polianilin ve türevleri kolay sentezlenebilen, elektriksel özellikleri tersinir olarak kontrol edilebilen, çevresel kararlılığı iyi olan polimerlerdir. Benzen halkasına elektron çekici metoksi grubu süstitüe olmuş POA [10], polianilin ile karşılaştırıldığında daha yüksek işlenebilirliğe ve çözünürlüğe sahip, kararlı elektrokimyasal [11], elektrokromik [12] ve optik [13] özelliklere sahip olması sebebiyle en çok dikkat çeken türevidir. Ancak, bütün bu üstün özelliklerine rağmen yine de tek başına kullanım alanı sınırlı kalmıştır [14]. Bu nedenle POA'nın da polianilin gibi amaca yönelik olarak manyetik nanopartikül [15], metal oksit [16], film [17], lif [18] ve inorganik-organik toz gibi farklı yalıtkan/yarıiletken materyallerle [19, 20] iletken kompozit/nanokompozitleri hazırlanmaktadır.

İnorganik toz materyaller arasında, tabakalı silikatlar olarak en iyi bilinen montmorillonit, talk, mika ve hektorit gibi killer, geniş yüzey alanları ve nanokompozit hazırlamasına elverişli tabakalı yapıları nedeniyle, kompozit hazırlamada tercih edilmektedirler [1, 21].  $Mg_3Si_4O_{10}(OH)_2$  şeklinde kimyasal formüle sahip bir sulu magnezyum silikat olan talk tabakalı yapıya sahiptir ve tabakalar zayıf Van der Waal's kuvvetleri ile tutulduğu için zayıf kayma geriliminde olup polimer içinde kolaylıkla dağılabilmektedir. Bundan dolayı çeşitli polimerlerle birlikte dolgu malzemesi olarak kullanılmaktadır [22]. Ayrıca, polimerlerle birlikte kullanıldığında, kristallenme yarı ömrünü azaltması sonucu, kristallliği artırdığı ve işlem zamanını düşürdüğü gözlenmiştir [23]. Bu özelliklerinden dolayı araştırmacılar, talkı farklı yalıtkan polimerler ile nanokompozitler hazırlamak için kullanmışlardır. Örneğin Wang ve arkadaşları talk/polipropilen (PP) nanokompozitini hazırladıklarını ve böylece PP'nin hem termal hem de mekanik özelliklerinin geliştirilebildiğini rapor etmişlerdir [24]. Bugüne kadar talk kullanılarak iletken polimerler ile kompozitlerinin hazırlanmasına yönelik bir çalışmaya rastlanmamıştır. Ancak, talkın yüzeyinin işlenmesinde

polianilin/ $H_3PO_4$  polimeri kullanılarak hazırlanan malzemenin fizikokimyasal parametreleri incelenmiş ve koruyucu kaplama özelliği araştırılmıştır [25]. İletken polimer/inorganik materyal kompozitlerinin hazırlanmasında mikroemülsiyon [26], emülsiyon [27] ve redoks polimerizasyonu [5, 15] gibi kimyasal polimerizasyon yöntemleri çok sıklıkla kullanılmaktadır. Tabakalı yapıya sahip talkın iletken polimerler ile kaplanmasıyla korozyona dayanıklı bir malzemenin hazırlanarak, talkın ve iletken polimerin mekanik özelliklerinin iyileştirilmesinde kompozitin sinerjik etkisinden yararlanılmıştır [28]. Bu çalışmada talk ve POA bileşenlerini asidik sulu ortamda, o-anisidin kimyasal polimerizasyonu ile bir araya getirerek iletken polimer/kil kompoziti hazırlaması amaçlanmıştır. Hazırlanan kompozitin iletkenliğinin ve POA içeriğinin APS/o-anisidin mol oranı, HCl ve o-anisidin derişimi gibi polimerizasyon parametreleri ile değişimi incelenmiştir. İletken polimerin mekanik ve ısıl özelliklerine ana bileşen talkın varlığının etkisi, POA'nın da kompozit yapıya katılması ile talkın mekanik, morfolojik, yapısal ve fiziksel özelliklerindeki değişimin incelenmesi karşılaştırmalı olarak yapılmıştır.

## 2. DENEYSEL METOT (EXPERIMENTAL METHOD)

### 2.1. Materyal (Material)

Bu çalışmada Eczacıbaşı-Esan Endüstriyel Hammadeler Sanayi ve Ticaret A.Ş. (İstanbul)'den temin edilen, parçacık boyutu da  $38 \mu m$ 'den küçük, kütlece yüzde bileşimi %61  $SiO_2$ , %32  $MgO$ , %0,10  $Al_2O_3$ , %0,40  $Fe_2O_3$ , %0,20  $CaO$  olan, %5 kızdırma kaybı ile %1,3 safsızlık içeren talk kullanılmıştır. O-Anisidin (Merck) vakum destilasyonu ile destillendikten sonra, HCl (Merck), APS (Merck) kimyasalları da hiçbir işlem uygulanmadan kullanılmıştır.

### 2.2. İletken POA/talk Kompozitinin Hazırlanması (Preparation of Conductive POA/talc Composite)

İletken POA/talk kompoziti hazırlanırken, ilk önce toz talk ( $1,0 \pm 0,001 g$ ) balon içerisine belli miktarda tartılarak konulmuştur. Üzerine uygun derişimde (1,0 M) hazırlanan HCl çözeltisinden belli hacimde (17 mL) ilave edilmesi ve uygun miktardaki o-anisidin karışıma eklenmesi sonrası 15 dakika karıştırılmıştır. Daha sonra karışım üzerine belli hacimde (3 mL) asit çözeltisinde çözünmüş uygun derişimdeki yükseltgenin ilavesi ile polimerizasyon başlatılmıştır.

2 saat sonunda oluşan koyu yeşil renkli kompozit 10000 rpm'de yapılan santrüfüjle karışımdan ayrıldıktan sonra, yükseltgen ve reaksiyona girmemiş monomeri uzaklaştırmak, yıkama sırasında yapıdan uzaklaşan dopant anyonlarını geri kazanmak amacıyla ürün, sırası ile, distile su, metil alkol ve seyreltik HCl çözeltisi ile yıkanmıştır. Daha sonra  $50^\circ C$ 'de vakum altında 24 saat kurutulmuştur. Kompozitin içerdiği POA miktarı Eş. 1'e göre gravimetrik olarak hesaplanmıştır.

$$POA (\%) = \left( \frac{m - m_0}{m} \right) \times 100 \quad (1)$$

Burada  $m_0$  talkın başlangıçta alınan kütlesi,  $m$  polimerizasyondan sonraki kompozitin kütlesidir.

### 2.3. Karakterizasyon (Characterization)

Belli kütlede tartılan toz kompozit örnekleri, 98 kPa basınç altında 4 dakika süreyle tutularak 1,3 cm çapında diskler şeklinde hazırlanmıştır. Kompozit örneklerinin dirençleri Thurlby elektrometre ile 2 nokta tekniğiyle oda sıcaklığında ölçülmüş ve 10 farklı bölgeden alınan direnç değerlerinin ortalaması kullanılarak iletkenlikleri hesaplanmıştır.

Örneklerin mikrosertlik ölçümleri için CSM Instruments Nano-Mikro Combi Tester Model 0,03-10 N yük aralığında, 180  $\mu\text{m}$  maksimum derinlikle çalışan Nano-Mikro Indentasyon cihazı kullanılmıştır. İndentasyonlarda yükleme ve boşaltma zamanları 30 saniyeye set edilirken, maksimum yüklemde bekleme süresi 20 saniye olarak çalışılmıştır. indentasyon sertliği ve elastik modülüslerin son değerleri materyalin farklı noktalarına uygulanan altı indentasyonun ortalaması alınarak elde edilmiştir. FTIR spektrumları Perkin Elmer Spectrum 400 cihazı ile kaydedilmiştir. Termogravimetrik analizler ise 10  $^{\circ}\text{C}/\text{min}$  ısıtma hızı altında ve azot atmosferi altında Shimadzu TA50 termal analizör kullanılarak incelenmiştir. Kompozitlerin ve bileşenlerinin XRD analizleri, 40 mA ve 40 kV'da Cu  $K_{\alpha}$  ( $\lambda=1,540600 \text{ \AA}$ ) çalışan Bruker AXS D8 Advance Model X-ışını difraktometresinde gerçekleştirilmiştir. Datalar 0,020 tarama hızında toplanmıştır. Örnekler altınla kaplandıktan sonra yüzey morfolojileri 1,2 nm çözünürlüklü Quanta 400F Field Emission SEM, yüksek çözünürlüklü taramalı elektron mikroskobu ile incelenmiştir. BET analizlerinde GEMINI VII Micromeritics model cihaz kullanılmıştır. Numuneler için çok noktalı BET analizi işlemi öncesinde örnekler

25 $^{\circ}\text{C}$ 'de 1 saat ve 80 $^{\circ}\text{C}$ 'de 5 saat olmak üzere azot gazı ile degaz işleminden geçirilmiştir.

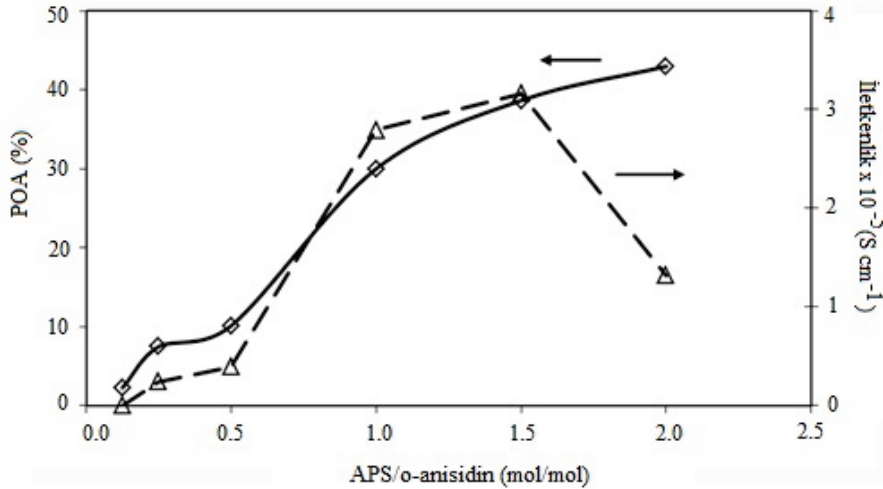
## 3. SONUÇLAR VE TARTIŞMALAR (RESULTS AND DISCUSSIONS)

### 3.1. Yükseltgen/Monomer Mol Oranının Etkisi (The Effect Of Oxidant/Monomer Mole Ratio)

Yükseltgen/monomer mol oranı 0,125-2,0 aralığında değiştirilerek gerçekleştirilen polimerizasyonlarda hazırlanan kompozitin içerdiği POA veriminin ve iletkenliğinin değişimi incelenmiştir (Şekil 1). Şekilden görüldüğü gibi artan APS/o-anisidin mol oranıyla POA içeriğinin düşük oranlarda belirgin bir şekilde arttığı, 1'den sonra artışın yavaşlayarak sürekli artmaya devam ettiği gözlenmiştir. Kompozitin iletkenliği ise artan mol oranı ile 1,5 değerine kadar artarak en yüksek  $3,2 \times 10^{-5} \text{ Scm}^{-1}$  değerine ulaşırken daha yüksek oranlarda APS miktarının artışı dolaylı düşüğü gözlenmiştir. Artan yükseltgen miktarı ile iletkenlikte gözlenen düşüş, aşırı yükseltgenden dolayı ortamda çok sayıda oluşan o-anisidin radikal katyon aktif merkezlerinin, monomer miktarının sabit kalmasından dolayı, zincir yapısına daha az sayıda monomer katması sonucu kısa zincir oluşumlarının neden olduğu düşük konjügasyon ile açıklanabilir [29, 30].

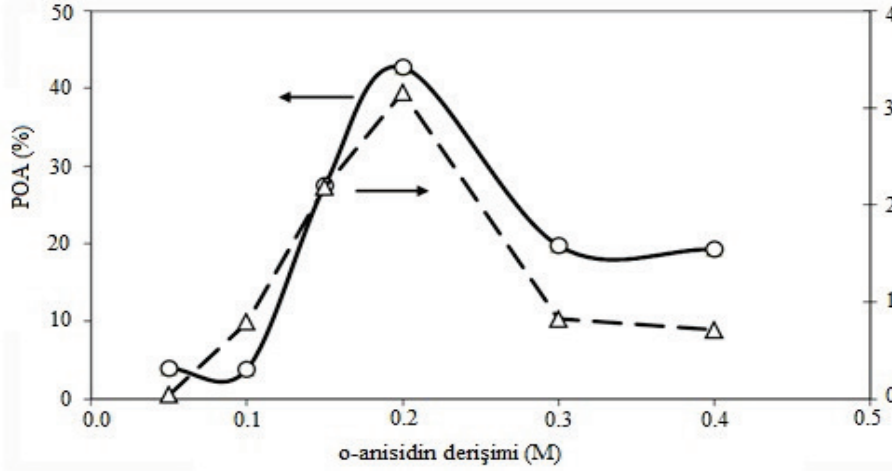
### 3.2. o-Anisidin Derişiminin Etkisi (The Effect of o-Anisidine Concentration)

POA/talk kompozitinin POA içeriği ve iletkenliğinin 0,05 M'dan 0,4 M'a kadar arttırılan monomer derişimi ile değişimi Şekil 2'de verilmiştir. En yüksek POA içeriği ve iletkenliğine sahip kompozitin 0,2 M o-anisidin derişiminde hazırlandığı gözlenmiştir. Bu değerden yüksek monomer derişimlerinde POA miktarının düşmesi sonucu iletkenlik de azalmıştır.



**Şekil 1.** POA/talk kompozitinin POA içeriği ve iletkenliğinin APS/o-anisidin mol oranını ile değişimi ([HCl]: 1,0 M; [o-anisidin]: 0,2 M; sıcaklık : 20 $^{\circ}\text{C}$ ; polimerizasyon süresi: 2 saat)

(The change of POA content and the conductivity of the POA/talc composite with APS/o-anisidine mole ratio ([HCl]:1.0 M; [o-anisidine]: 0.2 M; temperature: 20 $^{\circ}\text{C}$ ; polymerization time: 2 hours))



**Şekil 2.** o-Anisidin derişimi ile POA/talk kompozitinin POA içeriđi ve iletkenlik değeri ([HCl]: 1,0 M; sıcaklık: 20°C; polimerizasyon süresi: 2 saat)

((The change of POA content and the conductivity of the POA/talc composite with o-anisidine concentration ([HCl]: 1.0 M; temperature: 20°C; polymerization time: 2 hours))

### 3.3. XRD Desenleri (XRD Patterns)

Talk, saf POA ve POA/talk kompozit örneklerinin XRD spektrumları Şekil 3'de görülmektedir. POA/talk kompozitinin XRD kırılma deseninde  $2\theta=9,5^\circ$ ,  $19,5^\circ$ ,  $28,6^\circ$  ve  $36,3^\circ$ 'de gözlenen keskin pikler saf talkın karakteristik pikleridir [31].  $2\theta\cong 25^\circ$ 'de bulunan geniş amorf difraksiyon piki ise POA polimer zincirlerine dik konumlanan frekansa bağlanabilir [15]. Saf talk ve kompozitin XRD spektrumları karşılaştırıldığında kompozit piklerinin titreşim şiddetlerinde azalma olduğu görülmektedir [32]. POA/talk kompozitinde görülen bu pik şiddetlerinin düşme sebebi olarak talka kaplanan polimerden dolayı düşük saçılma olduğu söylenebilir [33]. Aynı zamanda talkın  $2\theta\cong 9,433^\circ$ 'de Yarı Maksimum Genişliği (FWHM) = 0,301 ve kristal boyutu = 294 Å iken, kompozit için  $2\theta\cong 9,468^\circ$ 'e kaymış olup, FWHM=0,288 ve kristal boyutu 307,2 Å olarak belirlenmiştir. Bu sonuçlardan FWHM değerinin kristal boyutuyla ters orantılı olarak değiştiđi, POA kaplama ile kristal boyutu arttıkça pik genişliğinin azaldığı gözlenmiştir.

### 3.4. FTIR Spektrumu (FTIR Spectra)

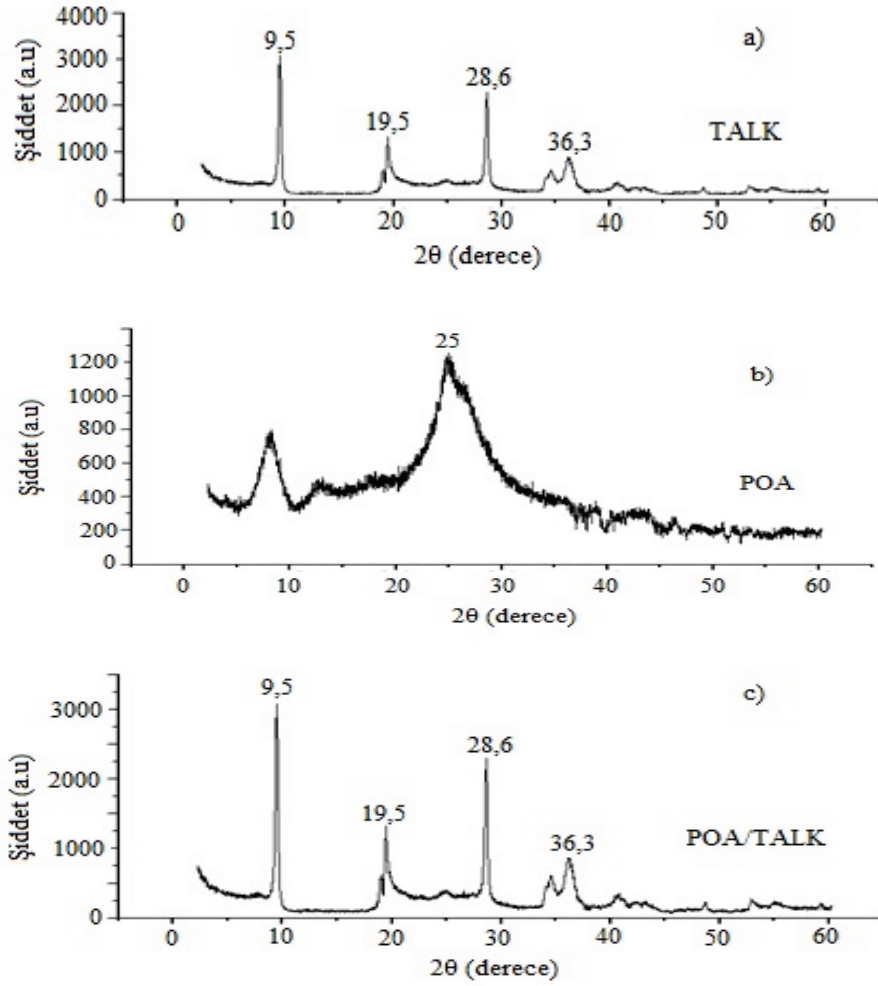
Şekil 4 talk, iletken saf POA ve %42,7 POA içeren POA/talk kompozit örneklerinin FTIR spektrumlarını göstermektedir. POA/talk kompozitin spektrumunda  $1580\text{ cm}^{-1}$  ve  $1488\text{ cm}^{-1}$ 'de gözlenen pikler POA'nın kinon ve benzenoid halkaları için sırasıyla C=N ve C=C gerilmelerine aittir [34].  $1135\text{ cm}^{-1}$ 'deki pik ise kinoid halkasının düzlem içi C-H bükülme hareketinden dolayıdır [35].  $1454\text{ cm}^{-1}$ 'deki pik de  $-\text{OCH}_3$  grubunun C-H eğilmesinden kaynaklanmaktadır [36]. Kompozit yapıda talkın varlığını  $3676\text{ cm}^{-1}$ 'de gözlenen ve Mg-OH titreşimleri ile ilgili pik göstermektedir. Diğer bir belirleyici absorpsiyon band ise  $1007\text{ cm}^{-1}$ 'de görülmekte ve Si-O-Si bağlarıyla ilişkilidir [37].  $668\text{ cm}^{-1}$  ve  $460\text{ cm}^{-1}$ 'de gözlenen pikler ise sırasıyla OH eğilme titreşimi [38] ve Si-O-Si bağlarının titreşiminden kaynaklanmaktadır [39].

### 3.5. Termogravimetrik Analiz (Termogravimetric Analysis)

POA/talk kompozitin ısı davranışı bileşenleri ile birlikte termogramları (TGA/DTG) alınarak karşılaştırmalı olarak Şekil 5'de verilmiştir.  $138\text{ }^\circ\text{C}$ 'ye kadar gözlenen %1,2'lik kütle kaybı suyun uzaklaşmasından,  $205\text{ }^\circ\text{C}$ 'ye kadarki %4'lik kütle kaybı ise POA'nın doplanmasından gelen Cl<sup>-</sup> anyonu gibi uçucu bileşenlerin uzaklaşmasından kaynaklanmaktadır. İletken saf POA  $118\text{ }^\circ\text{C}$ 'ye kadar polimer matrisinde bulunan su kaybından %4'lük kütle kaybı gösterirken, saf talk bu sıcaklık aralığında %0,75'lik kütle kaybı göstermiştir. Saf POA için ikinci bozunma aralığı olan  $205\text{ }^\circ\text{C}$ 'ye kadar külesinin %14,5'lik kısmını kaybederken, bu sıcaklıktan sonra başlayan kayıp ise polimer zincirinin bozunmasına bağlıdır. POA/talk kompoziti  $380\text{ }^\circ\text{C}$ 'de POA polimer zincirlerinin parçalanmasından kaynaklı belirgin bir kütle kaybı gösterirken kompozitin ana bileşeni talk yapısı  $882\text{ }^\circ\text{C}$ 'ye kadar ısı dayanım göstermiş ve ikinci bileşen POA ise  $205\text{ }^\circ\text{C}$ 'de bozunma sürecine başlamıştır [19, 40].

### 3.6. Mikrosertlik Ölçümü (Microhardness Measurement)

Talk'da gözlenmeyen mikro-sertlik özelliğinin talk yapısına katılan POA miktarı ile değişimi, POA/talk kompozitin indentasyon sertliği ( $H_{IT}$  [MPa]), ve elastik modülüsü ( $E_{IT}$  [GPa]) değerleri dikkate alınarak incelenmiş ve sonuçlar Şekil 6'da grafiğe geçirilmiştir. Şekilden POA miktarının belli bir dereceye kadar (%30 POA) talkın yapısına katılmasıyla kompozitin mikrosertliğinin arttığı gözlenmekle birlikte, kompozite katılan POA miktarının artmasıyla, organik-inorganik ara yüzeyinde partiküller arası yapışma ile sinerjik etki gösterdiğinden dolayı, daha yüksek POA içeren kompozitin mikrosertlik değerlerinin düşerek saf POA'nın değerine yaklaştığı görülmektedir [34, 41]. Örneğin, %6,34 POA içeren kompozitte sırasıyla 157,522 MPa ve 2,884 GPa olarak okunan  $H_{IT}$  ve  $E_{IT}$  değerleri, kompozitin POA içeriğinin %30,0 değerine artmasıyla,



**Şekil 3.** a) Talk, b) iletken saf POA ve c) %42,7 POA içeren POA/talk kompozit için XRD desenleri (X-ray diffraction patterns of Talc, conducting POA and POA/talc composite containing 42.7% POA)

347,269 MPa ve 6,609 GPa olarak gözlenmiştir. Saf POA'nın değerleri ise 291 MPa ve 4,700 GPa olarak okunmuştur. Bu durumda kompleks bir yapı içi özellik olan mikrosertliğin artması ile POA/talk kompozitinin elastik-plastik özelliğinin arttığı söylenebilir [42].

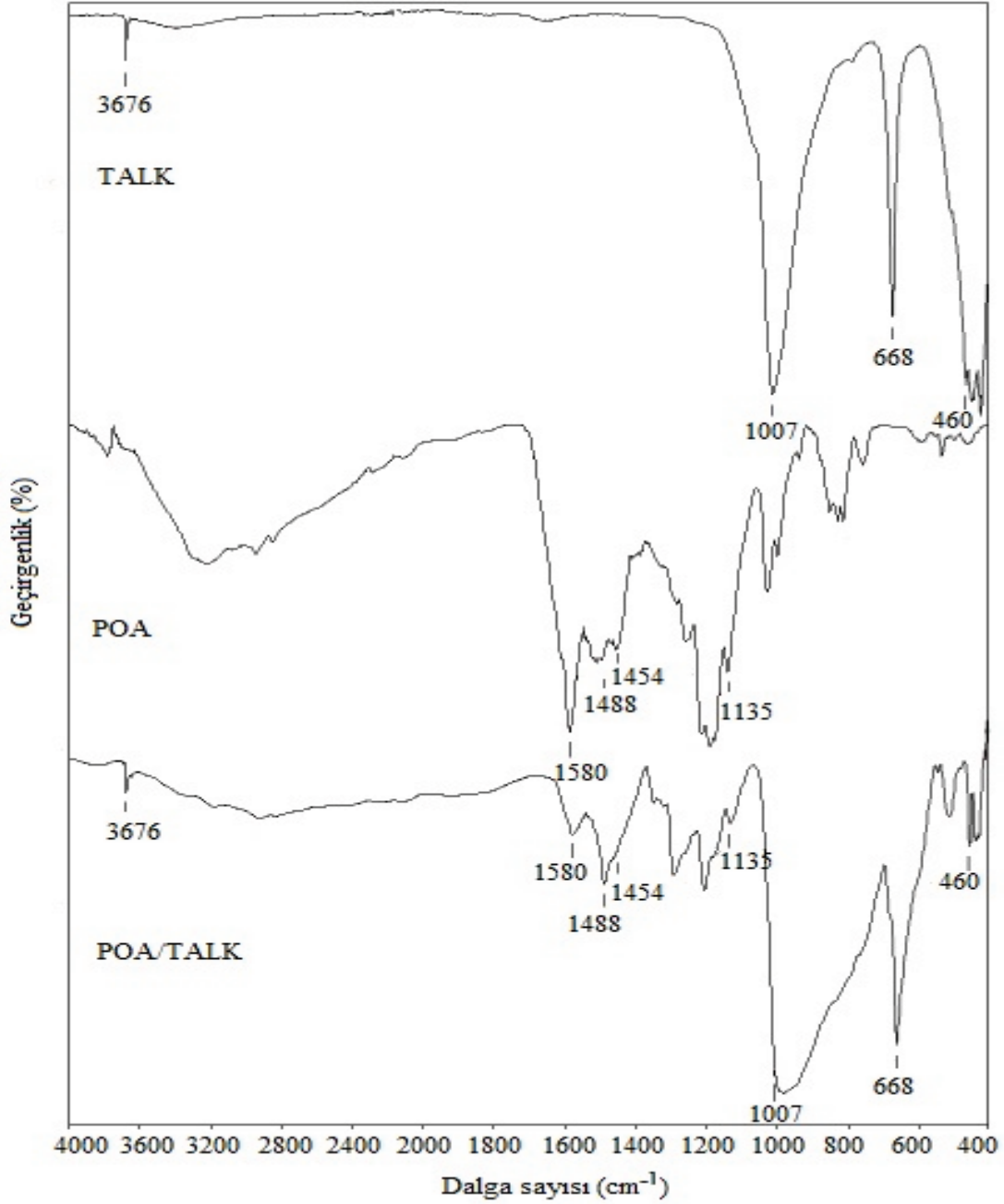
### 3.7. BET Analizi (BET Analysis)

Talk, saf POA ve POA/talk kompozitlerinin BET yüzey alanı, gözenek-boyut dağılımları ve gözenek-hacmi verileri Tablo 1'de görülmektedir. Tablodan görüldüğü gibi en küçük gözenek boyutuna (22,1074 nm) sahip talkın yüzey alanının (8,7201 m<sup>2</sup> g<sup>-1</sup>) en büyük olduğu bulunmuştur. POA'nın gözenek boyutu (30,7179 nm) en büyük ve yüzey alanı (1,1565 m<sup>2</sup> g<sup>-1</sup>) ile talkdan yaklaşık 8 kat küçüktür. Talk yapısına POA'nın katılmasıyla oluşan kompozit yapının gözenek boyutunun da talka yakın, yüzey alanı ise POA'a yaklaştığı belirlenmiştir. BET analizinde yüzey alanının büyük olması yüzeyde bol miktarda bulunan açık delikler, kusurlar anlamına geldiği için [43], kompozit yapıda talk ile

karşılaştırıldığında yüzey alanının ve gözenek hacminin belirgin bir şekilde azalması ve POA'nın değerlerine yakın olması bu yerlerde POA'nın oluştuğu anlamına gelmektedir. Kompozitin SEM görüntüleri de bunu desteklemektedir (Şekil 7c).

### 3.8. SEM Görüntüleri (SEM Micrographs)

Kompozit ve onun bileşenlerinin SEM görüntüleri Şekil 7'de verilmiştir. POA'nın SEM görüntüsünde, yuvarlak şekilli yapıların ayrı ayrı ve yığınlar halinde bir araya geldiği görülmektedir (Şekil 7b). Talkın SEM görüntülerinde (Şekil 7a) ise, partiküllerin pürüzsüz yüzeye sahip plaka şeklinde yapılar olduğu dikkat çekmektedir. En yüksek miktarda (%42,7) POA içeren kompozitin (Şekil 7c) SEM görüntüsünün talk ve POA'dan çok farklı olduğu, talkın plaka şeklindeki yapılarının keskin hatlarının kaybolduğu ve yüzeylerinin bir tabaka ile kaplandığı ancak, kaplamanın da POA'da olduğu gibi pürüzlü bir yüzey şeklinde olduğu gözlenmektedir.



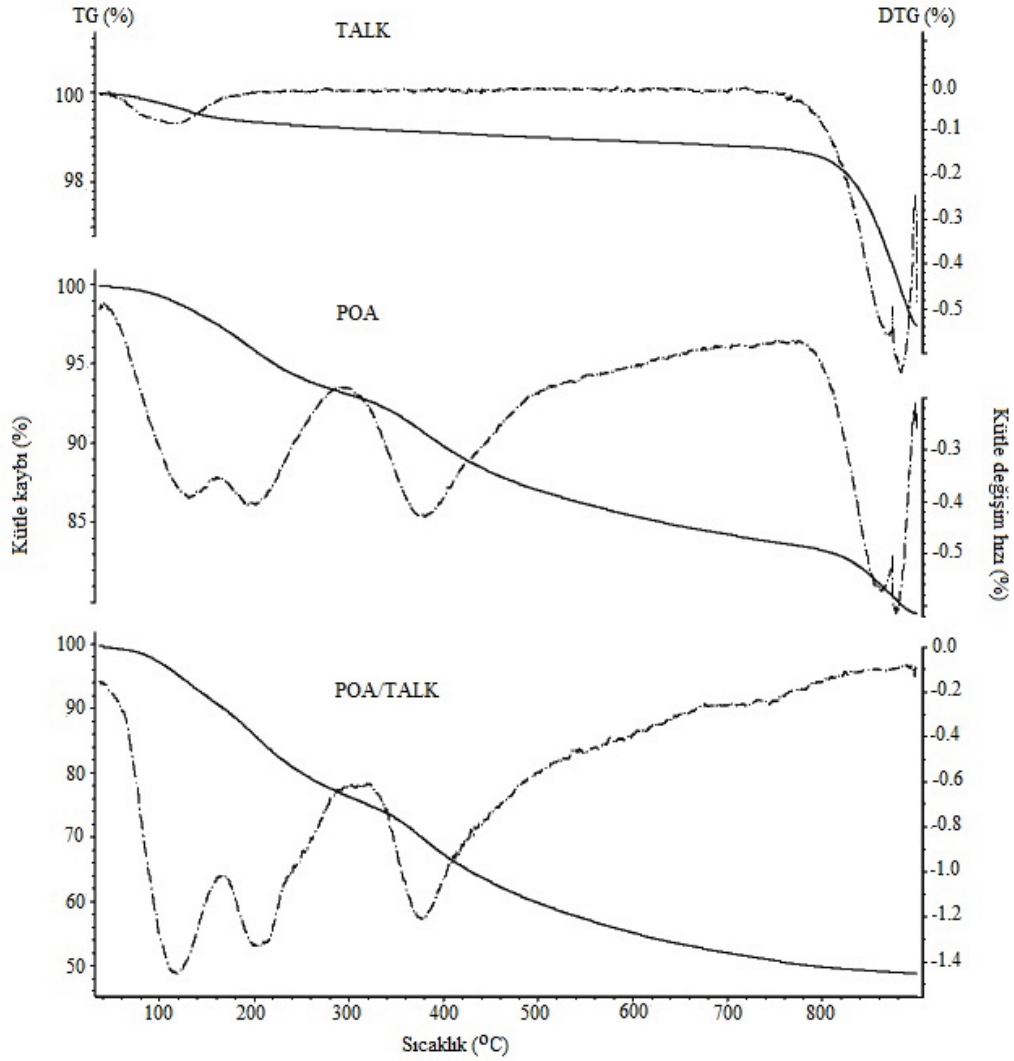
**Şekil 4.** Talc, iletken saf POA ve %42,7 POA içeren POA/talc kompozitinin FTIR spektrumu  
(FTIR spectra of talc, conducting POA and POA/talc composite containing 42.7% POA )

**Tablo 1.** Talc, POA ve POA/talc kompozitinin azot adsorpsiyon/desorpsiyon metoduyla hesaplanan parametreleri  
(The parameters of the Talc, POA and POA/talc composite by the nitrogen adsorption/desorption method)

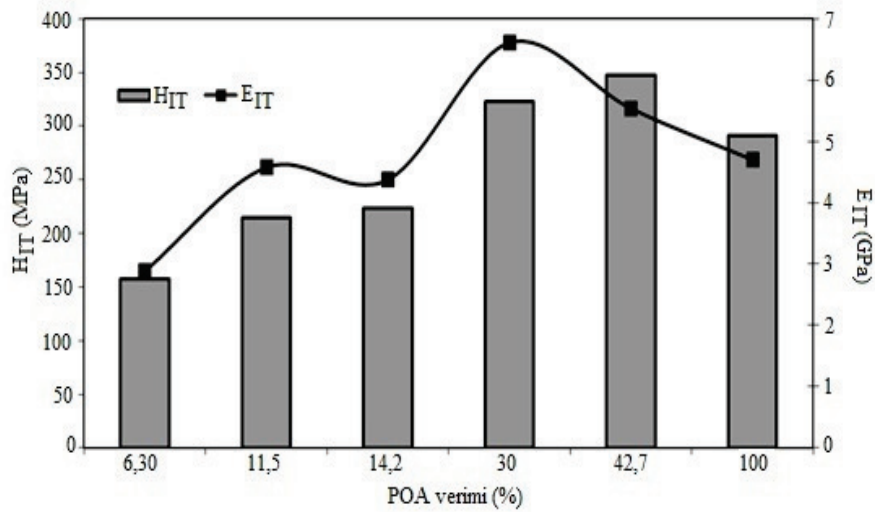
Örnek Adı	Talc	POA	POA/Talc Kompoziti
BET spesifik yüzey alanı (m <sup>2</sup> .g <sup>-1</sup> )	8,7201	1,1565	1,3020
Gözenek-boyutu <sup>a</sup> (nm)	22,1074	30,7179	22,5200
Gözenek-hacmi <sup>b</sup> (cm <sup>3</sup> .g <sup>-1</sup> )	0,109096	0,026467	0,024766

a) BJH (Barrett-Jayner-Halenda) Adsorpsiyon ortalama gözenek genişliği (4V/A)

b) 1,7000 nm and 300,0000 nm genişlik arasında BJH Adsorpsiyon gözeneklerin kümülatif hacimleri

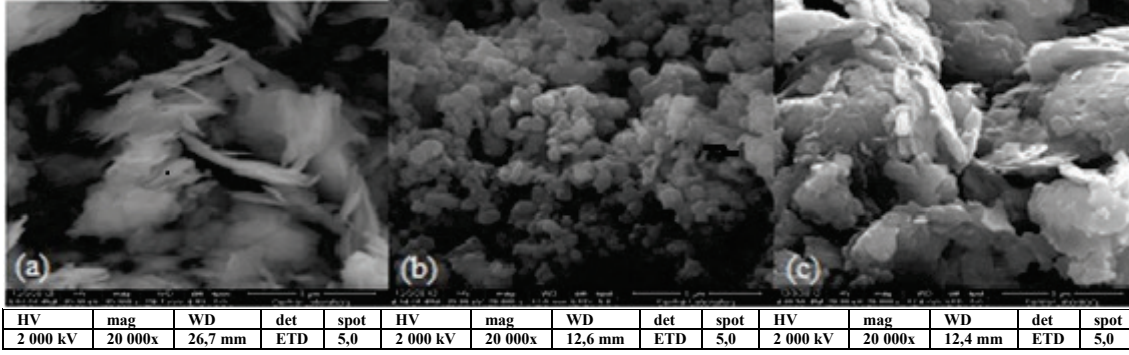


Şekil 5. Talc, HCl ile doplanmış POA ve %42,7 POA içeren POA/talc kompozitinin termogramları (Thermograms of Talc, HCl doped POA and POA/talc composite containing 42.7% POA)



Şekil 6. POA/Talc kompozitleri için indantasyon sertliği ile elastik modülüsü (Indentation hardness and elastic modulus for POA/Talc composites)





**Şekil 7.** SEM görüntüleri a) talk, b) iletken saf POA ve (c) %42,7 POA içeren POA/talk kompoziti (20.000 büyütme) (SEM micrographs of (a) talc, (b) conducting POA and (c) POA/talc composite containing 42.7% POA at a magnification of 20.000×)

#### 4. SONUÇLAR (CONCLUSIONS)

En yüksek POA içeriği (%42,7) ve iletkenliğe ( $3,2 \times 10^{-5}$  S/cm) sahip POA/talk kompoziti APS/o-anisidine mol oranının 1,5, o-anisidin derişiminin 0,2 M, HCl derişiminin 0,1 M olarak kullanıldığı çözeltide 20 °C sıcaklıkta, 2 saat sürdürülen kimyasal polimerizasyonla elde edilmiştir. XRD sonuçlarından talk yapısına %42,7 oranında katılan POA yığın halinde amorf yapı göstermesine rağmen, kompozit yapı içinde iken piklerin yerinin korunmasından ve yalnızca şiddetlerinde gözlenen azalmadan dolayı, talkın kristal yapısının bozulmadığı ve POA polimerinin talk yüzeyine kaplandığı sonucuna ulaşılmıştır. SEM görüntüleri de talk tabakaları yüzeyine POA'nın kaplandığını açıkça göstermiştir. POA'nın ısıl dayanımı kompozit bileşenlerinden talk ile artırılırken, yapıya katılan POA ile talka mikrosertlik özelliği kazandırıldı ve artan POA miktarı ile POA'dan daha yüksek mikrosertlik değerlerine ulaşıldığı için talk ve POA bileşenlerinin sinerjik etki gösterdiği belirlenmiştir.

#### TEŞEKKÜR (ACKNOWLEDGEMENT)

Bu çalışma M-433 nolu Cumhuriyet Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri (CUBAP) /Sivas tarafından desteklenmiştir.

#### KAYNAKLAR (REFERENCES)

1. Lee D., Char K., Lee S.W., Park Y.W., Structural changes of polyaniline/montmorillonite nanocomposites and their effects on physical properties, *J. Mater. Chem.*, 13, 2942–2947, 2003.
2. Duran N.G., Karakışla M., Aksu L. Saçak M., Conducting polyaniline/kaolinite composite: synthesis, characterization and temperature sensing properties, *Mater. Chem. Phys.*, 118, 93–98, 2009.
3. Wu C-S., Huang Y-J., Hsieh T-H., Huang P-T., Hsieh B-Z., Han Y-K. Ho K-S., Studies on the conducting nanocomposite prepared by in situ polymerization of aniline monomers in a neat (aqueous) synthetic mica clay, *J. Polym. Sci., Part A: Polym. Chem.*, 46, 1800–1809, 2008.
4. Bel T., Arslan C., Baydoğan N., Production of PMMA/ Microsphere/ Montmorillonite nanocomposite, PMMA/

Microsphere/ Halloysite nanocomposite by atom transfer radical polymerization technique and comparison of mechanical properties, *Journal of the Faculty of Engineering and Architecture of Gazi University* 2018,

<https://doi.org/10.17341/gazimmfd.416525>.

5. Zhou X-P., Xie X-L., Yu Z-Z Mai Y-W., Intercalated structure of polypropylene/in situ polymerization-modified talc composites via melt compounding, *Polymer*, 48, 3555-3564, 2007.
6. Jlassi K., Mekki A., Benna-Zayani M., Singh A., Aswal D. K., Chehimi M. M., Exfoliated clay/polyaniline nanocomposites through tandem diazonium cation Exchange reactions and in situ oxidative polymerization of aniline, *RSC Adv.*, 4, 65213, 2014.
7. Kowsari E., Faraghi G., Ultrasound and ionic-liquid-assisted synthesis and characterization of polyaniline/Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> nanocomposite with controlled conductivity, *Ultrason. Sonochem.*, 17(4), 718–725, 2010.
8. Zehhaf A., Morallon E., Benyoucef A., Polyaniline/Montmorillonite Nanocomposites Obtained by In Situ Intercalation and Oxidative Polymerization in Cationic Modified-Clay (Sodium, Copper and Iron), *J. Inorg. Organomet. Polym.*, 23, 1485–1491, 2013.
9. Das T. K., Prusty S., Review on Conducting Polymers and their applications, *Polym Plast Technol*, 51, 1487–1500, 2012.
10. Lee C. J., Choi H. J., Fabrication of poly(o-anisidine) coated silica core–Shell microspheres and their electrorheological response, *Mater. Res. Express*, 4 (11), 116310, 2017.
11. Behzadi M., Mirzaei M., Poly(o-anisidine)/graphene oxide nanosheets composite as a coating for the headspace solid-phase microextraction of benzene, toluene, ethylbenzene and xylenes, *J. Chromatogr. A*, 1443, 35–42, 2016.
12. Gonçalves D., Matvienko B., Bulhões L.O.S., Electrochromism of poly(o-methoxyaniline) films electrochemically obtained in aqueous medium, *J. Electroanal. Chem.*, 371 (1–2), 267-271, 1994.
13. Gonçalves D., dos Santos Jr. D.S., Mattoso L.H.C., Karasz F.E., Akcelrud L., Faria R.M., Poly (o-methoxy aniline): solubility, deprotonation-protonation process in solution and cast films, *Synth. Met.*, 90 (1), 5-11, 1997.

14. Jamal R., Abdiryim T., Ding Y., Nurulla I., Comparative studies of solid-state synthesized poly(o-methoxyaniline) doped with organic sulfonic acids, *J. Polym. Res.*, 15 (1), 75-82, 2008.
15. Jiang J., Ai L-H., Liu A-H., A novel poly(o-anisidine)/CoFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> multifunctional nanocomposite: preparation, characterization and properties, *Synth. Met.*, 160, 333-336, 2010.
16. Mansour N.A., Mohamed M.G., Yahra Abed M., Mazrouaa A.M., Thermal and electrical properties of nanocomposite poly(o-anisidine)/metal oxides, *High Perform. Polym.*, 24, 625-631, 2012.
17. Basnayaka P.A., Ram M.K., Stefanakos L. Kumar A., High performance graphene-poly (o-anisidine) nanocomposite for supercapacitor applications, *Mater. Chem. Phys.*, 141, 263-271, 2013.
18. Kumar R., Joon S., Singh A. P., Singh B. P., Dhawan S.K., Poly(o-anisidine) carbon fiber based composites as an introductory material for EMI shielding, *Adv. Mater. Lett.*, 6(9), 803-809, 2015.
19. Khan A., Asiri A.M., Khan A.A.P., Rub M.A., Azum N., Rahman M.M., Al-Youbi A.O., Qusti A.H., Dual nature, self oxidized poly(o-anisidine) functionalized multiwall carbon nanotubes composite: Preparation, thermal and electrical studies, *Composites: Part B*, 58, 451-456, 2014.
20. Hu C., Li Y., Zhang N., Ding Y., Synthesis and characterization of a poly(o-anisidine)-SiC composite and its application for corrosion protection of steel, *RSC Adv.*, 7, 11732-11742, 2017.
21. Orman F., Altınten A., Temperature controlled synthesis of polystyrene/clay nanocomposites and their characterizations, *Journal of the Faculty of Engineering and Architecture of Gazi University*, 32 (2), 303-312, 2017.
22. Yang J., Qin Y., Yuan M., Xue J., Cao J., Wu Y., Yuan M., Preparation and characterization of poly(l-lactide)-co-poly(trimethylene carbonate)/talc film, *Int. J. Biol. Macromol.*, 62, 411-417, 2013.
23. Harris A.M., Lee E.C., Improving mechanical performance of injection molded PLA by controlling crystallinity, *J. Appl. Polym. Sci.*, 107(4), 2246, 2255, 2008.
24. Wang K., Bahlouli N., Addiego F., Ahzi S., Rémond Y., Ruch D., Muller R., Effect of talc content on the degradation of re-extruded polypropylene/talc composites, *Polym. Degrad. Stab.*, 98, 1275- 1286, 2013.
25. Kohl M., Kalendová A., Stejskal J., The effect of polyaniline phosphate on mechanical and corrosive properties of protective organic coatings containing high amounts of zinc metal particles, *Prog. Org. Coat.*, 77, 512-517, 2014.
26. Asim N., Radiman S., bin Yarmo M.A., Preparation and characterization of core-shell polyaniline/V<sub>2</sub>O<sub>5</sub> nanocomposite via microemulsion method, *Mater. Lett.*, 62, 1044-1047, 2008.
27. Wang D., Zhu J., Yao Q., Wilkie C.A., A comparison of various methods for the preparation of polystyrene and poly(methyl methacrylate) clay nanocomposites, *Chem. Mater.*, 14, 3837-3843, 2002.
28. Kalendová A., Sapurina I., Stejskal J., Vesely D., Anticorrosion properties of polyaniline-coated pigments in organic coatings, *Corros. Sci.*, 50, 3549-3560, 2008.
29. MacDiarmid A. G., Chiang J. C., Richter A. F., Polyaniline: A new concept in conducting polymers, *Synth. Met.*, 18, 285-290, 1987.
30. Li X-G., Zhou H-J., Huang M-R., Synthesis and properties of processable conducting copolymers from N-Ethylaniline with Aniline, *J. Polym. Sci., Part A: Polym. Chem.*, 42, 6109 - 6124, 2004.
31. Palaniandy S., Azizli, K, A, M., Mechanochemical effects on talc during fine grinding process in a jet mill, *Int. J. Miner. Process.* 92, 22-33, 2009.
32. Acar H., Karakışla M., Saçak M., Preparation and characterization of conductive polypyrrole/kaolinite composites, *Mater. Sci. Semicond. Process.*, 16, 845-850, 2013.
33. Zhang B., Li Y., Pan X., JiaX., Wang X., Intercalation of acrylic acid and sodium acrylate into kaolinite and their in situ polymerization, *J. Phys. Chem. Solids*, 68, 135-142, 2007.
34. Patil D., Seo Y-K., Hwang Y-K., Chang J-S., Patil P., Humidity sensing properties of poly(o-anisidine)/WO<sub>3</sub> composites, *Sens. Actuators, B*, 128, 374-382, 2008.
35. Çetinkaya S., Karakışla M., Özer A., Saçak M., Conductive potassium feldspar/polyaniline composites prepared by in situ chemical polymerization, *Synth. Met.*, 157, 702-707, 2007.
36. Hasik M., Wenda E., Paluszkiwicz C., Bernasik A., Camra J., Poly(o-methoxyaniline)-palladium systems: effect of preparation conditions on physico-chemical properties, *Synth. Met.*, 143, 341-350, 2004.
37. da Fonseca M. G., Airoldi C., New amino-inorganic hybrids from talc silylation and copper adsorption properties, *Mater. Res. Bull.*, 36 (1-2), 277-287, 2001.
38. Pe´rez-Maqueda L.A., Duran A., Pe´rez-Rodríguez J.L., Preparation of submicron talc particles by sonication, *Appl. Clay Sci.*, 28, 245 - 255, 2005.
39. Sprynskyy M., Kowalkowski T., Tutu H., Cukrowska E. M., Buszewski B., Adsorption performance of talc for uranium removal from aqueous solution, *Chem. Eng. J.*, 171, 1185- 1193, 2011.
40. Kulkarni M.V., Viswanath A.K., Spectroscopic, thermal and electrical properties of sulphonic acids doped poly(o-anisidine) and their application as humidity sensor, *Sens. Actuators, B*, 107, 791-797, 2005.
41. Alexis J., Gaussens C., Etcheverry B., Bonino J-P., Development of nickel-phosphorus coatings containing micro particles of talc phyllosilicates, *Mater. Chem. Phys.*, 137 (3), 723-733, 2013.
42. Misheva M., Djourelou N., Zamfirova G., Gaydarov V., Cerrada M.L., Rodríguez-Amord V., Pe´rez E., Effect of compatibilizer and electron irradiation on free-volume and microhardness of syndiotactic polypropylene/clay nanocomposites, *Radiat. Phys. Chem.*, 77, 138-145, 2008.
43. Wu X., Wang Z., Chen L., Huang X., Surface compatibility in a carbon-alloy composite and its influence on the electrochemical performance of Li/ion batteries, *Carbon*, 42 (10), 1965-1972, 2004.